

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 575 205**

51 Int. Cl.:

C12H 1/00 (2006.01)

B01J 20/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2009 E 09819816 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.04.2016 EP 2346981**

54 Título: **Productos de tierra de diatomeas, procesos para su preparación y métodos para su uso**

30 Prioridad:

09.10.2008 US 104251 P

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

27.06.2016

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

WANG, BO

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 575 205 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

Productos de tierra de diatomáceas, procesos para su preparación y métodos para su uso

Campo técnico

5 Se divulgan aquí productos de tierra de diatomáceas, procesos para preparar productos de tierras de diatomáceas y métodos para utilizar productos de tierra de diatomáceas.

Antecedentes

10 Los productos de tierras de diatomáceas son obtenidos a partir de tierras de diatomáceas (también denominados "DE" o "diatomita"), las cuales son conocidas en general como un sedimento enriquecido en sílica biogénica (esto es sílica producida o aportada por organismos vivos) en la forma de esqueletos silíceos (frústulas) de diatomeas. Las diatomeas son una disposición diversa de algas microscópicas, de células individuales, de color dorado-marrón de la clase *Bacillariophyceae* que poseen un esqueleto silíceo ornado de estructuras variadas e intrincadas que comprenden dos valvas, en la diatomea viva, ajustadas entre sí como un pastillero.

15 La tierra de diatomáceas puede formarse a partir de los restos de diatomeas originarias del agua, y por lo tanto, los depósitos de tierra de diatomáceas pueden ser encontrados cerca bien sea a corrientes o cuerpos formadores de agua. Estas deposiciones están divididas generalmente en dos categorías con base en la fuente: agua dulce y agua salada. La tierra de diatomáceas de agua dulce es extraída generalmente de lechos de lagos secos y pueden ser caracterizadas por tener un contenido de sílica cristalina bajo y un alto contenido de hierro. En contraste, la tierra de diatomáceas de agua salada se extrae generalmente de áreas oceánicas y puede ser caracterizada por tener un alto contenido de sílica cristalina y un bajo contenido de hierro.

20 En el campo de la filtración, muchos métodos de separación de partículas a partir de fluidos emplean productos de diatomita como auxiliares de filtración. La estructura intrincada y porosa única de la sílica de diatomita puede ser efectiva para el atrapamiento físico de partículas en procesos de filtración. Es conocido emplear productos de diatomitas para mejorar la claridad de fluidos que contienen partículas suspendidas o material en partículas o que exhiben turbidez.

25 En el campo de la filtración, los métodos de separación de partículas a partir de fluidos pueden emplear productos de tierra de diatomáceas como auxiliares de filtración. La estructura intrincada y porosa única de la tierra de diatomáceas, puede ser, en algunos casos, efectiva para el atrapamiento físico de partículas en procesos de filtración. Es conocido emplear productos de tierra de diatomáceas para mejorar la claridad de fluidos que exhiben turbidez o contienen partículas suspendidas o material en partículas.

30 La tierra de diatomáceas puede ser utilizada en diversas modalidades de filtración. Como una parte de prerrecubrimiento, los productos de tierra de diatomáceas pueden ser aplicados a un septum de filtración para ayudar en alcanzar, por ejemplo, cualquiera o más de: protección del septum, mejora en la claridad, y rapidez en la eliminación de la torta del filtro. Como parte de un sistema de alimentación, la tierra de diatomáceas puede ser agregada directamente a un fluido que está siendo filtrado para ayudar en alcanzar, por ejemplo, cualquiera o ambas de: incremento en la velocidad de flujo y extensiones del ciclo de filtración. Dependiendo de los requerimientos del proceso de separación específicos, la tierra de diatomáceas puede ser utilizada en múltiples etapas o realizaciones incluyendo, pero no limitándose a, el prerrecubrimiento y en el suministro de alimentación.

40 Los productos de tierras de diatomáceas del arte anterior puede sufrir una serie de atributos que los hacen inapropiados, hace que sean menos deseables, o hacen que tengan un rendimiento pobre o mejorable en una aplicación en particular, por ejemplo en aplicaciones en filtración. Por ejemplo, los productos de tierra de diatomáceas de la técnica anterior pueden tener al menos uno de alto contenido de sílica cristalina, alto contenido de impurezas y baja permeabilidad. Por ejemplo, la Patente de los Estados Unidos 5,710,090 divulga un agente de filtración de diatomáceas libre de cristobalita.

45 Existe una necesidad por productos de tierra de diatomáceas mejorados que exhiban mejor rendimiento en una aplicación dada, tal como un contenido de impurezas inferior y/o mayor permeabilidad en aplicaciones en filtración.

Resumen

50 Se divulgan aquí procesos para preparar productos de tierra de diatomáceas que comprenden someter al menos una tierra de diatomáceas natural a al menos una aglomeración que comprende al menos un material de aluminato, y a al menos un tratamiento con calor, en cualquier orden. También se divulgan aquí procesos para preparar productos de tierra de diatomáceas que comprenden someter al menos un material de tierra de diatomáceas natural

5 a al menos una aglomeración que comprende el al menos un material de aluminato, y someter la tierra de diatomea aglomerada a al menos un tratamiento con calor. Se divulgan aquí, adicionalmente procesos para preparar productos de tierra de diatomeas que comprenden someter a al menos un material de tierra de diatomeas natural a al menos un tratamiento con calor, y someter la tierra de diatomeas tratada con calor a al menos una aglomeración que comprende al menos un material de aluminato.

10 En una realización, el al menos un material de aluminato es al menos un aluminato de metal alcalino. En otra realización, el al menos un material de aluminato es al menos un aluminato de un metal alcalinotérreo. En una realización adicional, la al menos una aglomeración comprende preparar al menos una solución acuosa que comprende el al menos un material de aluminato, y poner en contacto el al menos un material de tierra de diatomeas natural con la al menos una solución de aluminato acuoso. En aún otra realización, el al menos un tratamiento con calor es calcinación. En aún una realización adicional, el al menos un tratamiento con calor es calcinación a una temperatura que varía desde aproximadamente 600°C hasta aproximadamente 900°C. En aún una realización adicional, la calcinación puede ser durante un período de tiempo que varía desde aproximadamente 15 minutos hasta aproximadamente 45 minutos.

15 El producto de tierra de diatomeas divulgado puede tener uno o más atributos beneficiosos. En una realización, el producto de tierra de diatomeas tiene una permeabilidad que varía desde aproximadamente 0.2 darcy hasta aproximadamente 3.0 darcy. En otra realización, el producto de tierra de diatomeas tiene un contenido de cristobalita de menos de aproximadamente 1% en peso. En una realización adicional, el producto de tierra de diatomeas tiene un contenido de cuarzo de menos de aproximadamente 0.5% en peso.

20 También se divulgan aquí composiciones auxiliares de filtración que comprenden al menos un producto de tierras de diatomeas. Se divulgan aquí adicionalmente métodos de filtración de al menos un líquido utilizando al menos una composición auxiliar de filtración que comprende al menos un producto de tierra de diatomeas. Se divulgan aquí adicionalmente productos de tierra de diatomeas calcinados que comprenden al menos un material de aluminato.

Breve descripción de los dibujos

25 La figura 1A es una gráfica que representa presión versus tiempo de filtración para el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas discutido en el Ejemplo 16.

La figura 1B es una gráfica que representa turbidez versus tiempo de filtración para el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas discutido en el Ejemplo 16.

30 La figura 2A es una gráfica que representa presión versus tiempo de filtración para el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas discutido en el Ejemplo 17.

La figura 2B es una gráfica que representa turbidez versus tiempo de filtración para el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas discutido en el Ejemplo 17.

La figura 3A es una gráfica que representa presión versus tiempo de filtración para el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas discutido en el Ejemplo 18.

35 La figura 3B es una gráfica que representa turbidez versus tiempo de filtración para el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas discutido en el Ejemplo 18.

La figura 4A es una gráfica que representa presión versus tiempo de filtración para el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas discutido en el Ejemplo 19.

40 La figura 4B es una gráfica que representa turbidez versus tiempo de filtración para el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas discutido en el Ejemplo 19.

Descripción de las realizaciones

45 Las realizaciones de la invención de la presente solicitud están definidas en las reivindicaciones. Estas solicitudes describen, *inter alia*, productos de tierra de diatomeas, procesos para preparar productos de tierra de diatomeas y métodos para utilizar los productos de tierra de diatomeas como, por ejemplo, auxiliares de filtración. En una realización, el producto de tierra de diatomeas tiene permeabilidad mejorada en comparación con al menos una tierra de diatomeas de la cual está hecho. En otra realización, el producto de tierra de diatomeas tiene permeabilidad mejorada en comparación con al menos una tierra de diatomeas natural sometida solamente a al menos un tratamiento con calor, sin aglomeración con al menos un material de aluminato. En una realización adicional, el producto de tierra de diatomeas tiene una permeabilidad comparable a la de los productos de tierra

de diatomáceas preparados sin aglomeración por tratamiento con calor (por ejemplo, calcinación o calcinación en flujo) a una temperatura relativamente más alta. En aún otra realización, el producto de tierra de diatomáceas tiene un contenido de sílica cristalina reducido en comparación con productos de tierra de diatomáceas preparado sin aglomeración por tratamiento con calor (por ejemplo, calcinación o calcinación en flujo) a una temperatura relativamente superior. En aún una realización adicional, el producto de tierra de diatomáceas tiene permeabilidad mejorada en comparación con productos de tierra de diatomáceas calcinados o calcinados en flujo. En todavía otra realización, el producto de tierra de diatomáceas tiene contenido de sílica cristalina reducido y permeabilidad incrementada en comparación con productos de tierra de diatomáceas calcinados o calcinados en flujo.

En una realización, el producto de tierra de diatomáceas, cuando está comprometido en una composición auxiliar de filtración, potencia el rendimiento del auxiliar de filtración en comparación con la composición auxiliar de filtración misma. En otra realización, el producto de tierra de diatomáceas, cuando está comprendido en un producto auxiliar de filtración, potencia el rendimiento del auxiliar de filtración en comparación con auxiliares de filtración disponibles comercialmente. En una realización adicional, el proceso divulgado aquí alcanza ahorros de energía reduciendo las temperaturas de calcinación en comparación con las temperaturas utilizadas en calcinaciones tradicionales y en flujo.

Tierra de diatomáceas natural

Los procesos para preparar los productos de tierra de diatomáceas de la presente invención comprenden al menos una tierra de diatomáceas natural como material de partida. Tal como se utiliza aquí, el término "tierra de diatomáceas natural" significa cualquier material de tierra de diatomáceas que no ha sido sometido a tratamiento térmico (por ejemplo calcinación) suficiente para inducir la formación de más de 1% de cristobalita. En una realización, la al menos una tierra de diatomáceas natural es de una fuente de agua salada. En otra realización, la al menos una tierra de diatomáceas natural es de una fuente de agua dulce. En una realización adicional, la al menos una tierra de diatomáceas natural es cualquier material de tierra de diatomáceas que puede utilizarse en un producto auxiliar de filtración, bien sea en su forma cruda o después de someter el material a una o más etapas de procesamiento. En aun una realización adicional, la al menos una tierra de diatomáceas natural es cualquier material de tierra de diatomáceas que no ha sido sometida a al menos un tratamiento térmico. En todavía otra realización, la al menos una tierra de diatomáceas natural es cualquier material de tierra de diatomáceas que no ha sido sometida a calcinación.

Como se estableció anteriormente, la tierra de diatomáceas es, en general, un depósito de sílica biogénica sedimentario que comprende los esqueletos fosilizados de diatomeas, plantas similares a algas de una célula que se acumulan en ambientes marinos o de agua dulce. Las estructuras de sílica en forma de colmena generalmente dan a la tierra de diatomáceas características útiles tales como capacidad absorbente y área superficial, estabilidad química y baja densidad específica. En una realización, la tierra de diatomáceas natural comprende aproximadamente 90% de SiO₂ mezclado con otras sustancias. En otra realización, la tierra de diatomáceas cruda comprende aproximadamente 90% de SiO₂ más diversos óxidos metálicos, tales como pero no limitándose a óxidos de Al, Fe, Ca y Mg.

La al menos una tierra de diatomáceas natural puede tener cualquiera de diversas formas apropiadas ahora conocidas para el experimentado en la técnica o descubiertas posteriormente. En una realización, la al menos una tierra de diatomáceas natural es no procesada (por ejemplo, no sometida a procesos de modificación química y/o física). Sin querer estar limitados por la teoría, las impurezas en las tierras de diatomáceas, tales como arcillas y materiales orgánicos, en algunas realizaciones pueden proveer capacidad mayor de intercambio de cationes. En otra realización, la al menos una tierra de diatomáceas natural experimenta un procesamiento mínimo después de la minería o la extracción. En una realización adicional, la al menos una tierra de diatomáceas natural está sometida a al menos un proceso de modificación física. La persona experimentada conocerá fácilmente procesos de modificación física apropiados para uso en la presente invención, los cuales pueden ser ya conocidos o descubiertos posteriormente; procesos de modificación física apropiados incluyen pero no se limitan a molienda, secado y clasificación con aire. En aún otra realización, la al menos una tierra de diatomáceas natural es sometida a al menos un proceso de modificación química. La persona experimentada conocerá fácilmente procesos de modificación química apropiados para uso en la presente invención, los cuales pueden ser conocidos ahora o descubiertos posteriormente; procesos de modificación química apropiados incluyen, pero no se limitan a, silanización. La silanización puede ser utilizada para hacer que las superficies de la al menos una tierra de diatomáceas natural sea más hidrófoba o hidrofílica utilizando los métodos apropiados para minerales de silicato. Véase la Patente de los Estados Unidos No. 3,915,735 y la Patente de los Estados Unidos No. 4,260,498, cuyos contenidos se incorporan aquí como referencia en su totalidad. En una realización útil para incrementar la hidrofobicidad, la al menos una tierra de diatomáceas natural es colocada en un recipiente plástico, y se agrega una pequeña cantidad de dimetildiclorosilano (SiCl₂(CH₃)₂ o hexadimetilsilazano ((CH₃)₃Si-NH-Si(CH₃)₃) al recipiente. La reacción se deja transcurrir en la al menos una superficie de tierra de diatomáceas en la fase de vapor durante un período de 24 horas. En una realización, la tierra de diatomáceas potenciada hidrofóticamente de acuerdo con la presente invención puede tener aplicación en composiciones cromatográficas. En otra realización, la tierra de diatomáceas

5 potenciada hidrofóbicamente de acuerdo con la presente invención, cuando se utiliza en conjunto con al menos un material hidrófobo adicional, puede proveer un rendimiento mecánico mejorado en aplicaciones que involucran hidrocarburos y/o aceites. En una realización adicional, la tierra de diatomáceas potenciada hidrofóbicamente y de acuerdo con la presente invención, cuando se utiliza en conjunto con al menos un material hidrófobo adicional, puede proveer un refuerzo en aplicaciones que involucran plásticos y/o otros polímeros.

En una realización, la al menos una tierra de diatomáceas natural es un producto de tierra de diatomáceas disponible comercialmente. En otra realización, la al menos una tierra de diatomáceas natural es Celite® S disponible de World Minerals, Inc.

Material de aluminato

10 El al menos un material de tierra de diatomáceas natural es sometido a al menos una aglomeración con al menos un material de aluminato. En una realización, el al menos un material de aluminato es al menos un material de aluminato de un alcalino. En otra realización, el al menos un material de aluminato es al menos un material de aluminato de un alcalinotérreo. En una realización adicional, el al menos un material de tierra de diatomáceas natural es aglomerado con al menos un material de aluminato de un alcalino y al menos un material de aluminato de un
15 alcalinotérreo.

En una realización, el al menos un material de aluminato alcalino es al menos un material de aluminato de sodio. En otra realización, el al menos un material de aluminato de alcalino es al menos un material de aluminato de potasio. En otra realización, el al menos un material de aluminato de alcalino es al menos un material de aluminato de litio.

20 En una realización, el al menos un material de aluminato de un alcalinotérreo es al menos un material de aluminato de calcio. En otra realización, el al menos un material alcalinotérreo es al menos un material de aluminato de magnesio.

Aglomeración

25 La aglomeración de al menos un material de tierra de diatomáceas y al menos un material de aluminato, o de al menos una tierra de diatomáceas tratada con calor y al menos un material de aluminato, puede ocurrir a través de cualquier proceso de aglomeración apropiado conocido actualmente por la persona experimentada o descubierto posteriormente. En una realización, la aglomeración comprende preparar al menos una solución acuosa del al menos un material de aluminato, y poner en contacto la al menos una solución de aluminato con la al menos una tierra de diatomáceas. Pueden llevarse a cabo una o más aglomeraciones, por ejemplo, cuando se utilizan múltiples materiales de aluminato, múltiples tierras de diatomáceas, y/o múltiples soluciones de aluminato.

30 En una realización, poner en contacto comprende mezclar una solución de aluminato con al menos una tierra de diatomáceas. En otra realización, la mezcla comprende agitación. En una realización adicional, al menos un material de tierra de diatomáceas y al menos una solución de aluminatos son mezcladas suficientemente para al menos distribuir uniformemente de manera sustancial la solución de aluminato entre los puntos de aglomeración de contacto de la al menos una tierra de diatomáceas. En aún otra realización, la al menos una tierra de diatomáceas y la solución de aluminato son mezcladas con suficiente agitación para al menos distribuir sustancialmente de manera
35 uniforme la solución de aluminato entre los puntos de aglomeración de contacto de la al menos una tierra de diatomáceas sin deteriorar la estructura de la tierra de diatomáceas. En aún una realización adicional, poner en contacto comprende mezcla con bajo cizallamiento.

40 En una realización, la mezcla ocurre durante aproximadamente 1 hora. En otra realización, la mezcla ocurre durante menos de aproximadamente 1 hora. En una realización adicional, la mezcla ocurre durante aproximadamente 30 minutos. En aún otra realización, la mezcla ocurre durante aproximadamente 20 minutos. En aún una realización adicional, la mezcla ocurre durante aproximadamente 10 minutos.

45 En una realización, la mezcla ocurre a aproximadamente temperatura ambiente, esto es, desde aproximadamente 20°C hasta aproximadamente 23°C. En otra realización, la mezcla ocurre a una temperatura desde aproximadamente 20°C hasta aproximadamente 50°C. En una realización adicional, la mezcla ocurre a una temperatura de desde aproximadamente 30°C hasta aproximadamente 45°C. En aún otra realización, la mezcla ocurre a una temperatura de desde aproximadamente 35°C hasta aproximadamente 40°C.

50 En otra realización, poner en contacto comprende asperjar al menos una tierra de diatomáceas con al menos una solución de aluminato. En una realización, la aspersion es intermitente. En otra realización, la aspersion es continua. En una realización adicional, la aspersion comprende mezclar la al menos una tierra de diatomáceas durante la aspersion con la al menos una solución de aluminato, por ejemplo, para exponer diferentes puntos de aglomeración de contactos a la aspersion. En una realización, tal mezcla es intermitente. En otra realización, tal mezcla es

continua.

5 En una realización, el al menos un material de aluminato está presente en al menos una solución de aluminato en una cantidad de menos de aproximadamente 40% en peso, con respecto al peso de la al menos una solución de aluminato. En otra realización, el al menos un material de aluminato varía desde aproximadamente 1% hasta aproximadamente 10% en peso. En una realización adicional, el al menos un material de aluminato varía desde aproximadamente 1% hasta aproximadamente 5% en peso.

10 La al menos una solución acuosa de al menos un material de aluminato puede ser preparada con agua. En una realización, el agua es agua desionizada. En otra realización, el agua es agua ultrapura. En una realización adicional, el agua ha sido tratada para eliminar o hacer disminuir los niveles de metales, toxinas y/o otros elementos indeseables antes de ser puesta en contacto con él al menos un material de aluminato.

La cantidad de la al menos una solución acuosa puesta en contacto con la al menos una tierra de diatomáceas puede variar de desde aproximadamente 0.25 partes hasta aproximadamente 1.5 partes de solución acuosa a una parte de DE. En una realización, aproximadamente una parte de solución acuosa es puesta en contacto con aproximadamente una parte de DE.

15 Etapa de clasificación

20 Antes y/o después de la al menos una aglomeración, la tierra de diatomáceas, en algunas realizaciones, puede ser sometida a al menos una etapa de clasificación. Antes y/o después de la al menos un tratamiento con calor, la tierra de diatomáceas, en algunas realizaciones, puede ser sometida a al menos una etapa de clasificación. En una realización, el tamaño de partícula del material de tierra de diatomáceas se ajusta hasta un tamaño adecuado o deseado utilizando cualquiera de varias técnicas bien conocidas en el arte. En otra realización, el material de tierra de diatomáceas es sometido a al menos una separación mecánica para ajustar la distribución de tamaño de polvos. Las técnicas de separación mecánica apropiadas son bien conocidas para el experto en la técnica e incluyen, pero no se limitan a, molienda, trituración, tamizaje, extrusión, separación triboeléctrica, clasificación con líquidos, envejecimiento y clasificación con aire.

25 Tratamiento con calor

30 La tierra de diatomáceas natural o la tierra de diatomáceas aglomerada es sometida a al menos un tratamiento con calor. Los procesos de tratamiento con calor apropiados son bien conocidos por el experto en la técnica, e incluyen los conocidos ahora o los que pueden ser descubiertos de aquí en adelante. En una realización, el al menos un tratamiento con calor hace disminuir la cantidad de materiales orgánicos y/o volátiles en la tierra de diatomáceas tratada con calor. En otra realización, el al menos un tratamiento con calor es al menos una calcinación. En una realización adicional, el al menos un tratamiento con calor es al menos una calcinación en flujo. En aún otra realización, el al menos un tratamiento con calor es al menos una cocción.

35 La calcinación puede ser llevada a cabo de acuerdo con cualquier proceso apropiado conocido ahora para el experimentado en la técnica o descubierto posteriormente. En una realización, la calcinación se lleva a cabo a temperaturas por debajo del punto de fusión de la al menos una tierra de diatomáceas. En otra realización, la calcinación se lleva a cabo a una temperatura que varía desde aproximadamente 600°C hasta aproximadamente 900°C. En una realización adicional, la temperatura de calcinación varía de desde aproximadamente 600°C hasta aproximadamente 700°C. En aún otra realización, la temperatura de calcinación varía de desde aproximadamente 700°C hasta aproximadamente 800°C. En aún una realización adicional, la temperatura de calcinación varía de desde aproximadamente 800°C hasta aproximadamente 900°C. En todavía otra realización, la temperatura de calcinación es escogida del grupo consistente de aproximadamente 600°C, aproximadamente 700°C, aproximadamente 800°C, y aproximadamente 900°C. El tratamiento con calor a una temperatura más baja puede dar como resultado ahorros de energía con respecto a otros procesos para la preparación de procesos de tierra de diatomáceas.

45 La calcinación en flujo comprende llevar a cabo al menos una calcinación en la presencia de al menos un agente de flujo. La calcinación en flujo puede llevarse a cabo de acuerdo con cualquier proceso apropiado conocido ahora para el experimentado en la técnica o descubierto posteriormente. En una realización, el al menos un agente de flujo es cualquier material conocido ahora por el experimentado en la técnica o descubierto posteriormente que puede actuar como un agente de flujo. En otra realización, el al menos un agente de flujo es una sal que comprende al menos un metal alcalino. En una realización adicional, el al menos un agente de flujo es escogido del grupo consistente de sales de carbonato, silicato, cloruro e hidróxido. En aún otra realización, el al menos un agente de flujo es escogido del flujo consistente de sales de sodio, potasio, rubidio y cesio. En aún una realización adicional, el al menos un agente de flujo es escogido del grupo consistente de sales de carbonato de sodio, potasio, rubidio y cesio.

El horneado puede llevarse a cabo de acuerdo con cualquier proceso apropiado ahora conocido para el

5 experimentado en la técnica o descubierto posteriormente. En una realización, el horneado es un proceso de calcinación llevado a cabo a una temperatura generalmente inferior que ayuda a evitar la formación de sílica cristalina en la tierra de diatomeas. En otra realización, el horneado es llevado a cabo a una temperatura que varía de desde aproximadamente 450°C hasta aproximadamente 900°C. En una realización adicional, la temperatura de horneado varía de desde aproximadamente 500°C hasta aproximadamente 800°C. En aún otra realización, la temperatura de horneado varía de desde aproximadamente 600°C hasta aproximadamente 700°C. En aún una realización adicional, la temperatura de horneado varía de desde aproximadamente 700°C hasta aproximadamente 900°C. En todavía otra realización, la temperatura de horneado es escogida del grupo consistente de aproximadamente 450°C, aproximadamente 500°C, aproximadamente 600°C, aproximadamente 700°C, aproximadamente 800°C, y aproximadamente 900°C.

Está dentro del alcance de la presente invención someter la al menos una tierra de diatomeas a al menos un tratamiento con calor, seguido por la aglomeración de la tierra de diatomeas tratada con calor con al menos un material de aluminato.

Productos de tierra de diatomeas

15 Los productos de tierras de diatomeas hechos por los procesos descritos aquí pueden tener uno o más atributos beneficiosos, haciéndolos deseable para uso en uno o una serie de aplicaciones dadas. En una realización, el producto de tierra de diatomeas es útil como parte de una composición auxiliar de filtración. En otra realización, la composición auxiliar de filtración comprende al menos un producto de tierra de diatomeas de la presente invención.

20 Los productos de tierra de diatomeas divulgados aquí pueden tener una permeabilidad adecuada para uso en una composición auxiliar para filtración. La permeabilidad puede ser medida por cualquier técnica de medición apropiada conocida actualmente para el experimentado en el arte o descubierta posteriormente. La permeabilidad se mide en general en unidades darcy o en darcy, según se determine por la permeabilidad de un lecho poroso de 1 cm de altura y con una sección de 1 cm² a través del cual fluye un fluido con una viscosidad de 1 mPa·s con una tasa de flujo 1 cm³/segundo bajo una presión diferencial aplicada de 1 atmósfera. Los principios para medir la permeabilidad han sido derivados previamente para medios porosos de la ley de Darcy (véase, por ejemplo, J. Bear, "The Equation de Motion de a Homogeneous Fluid: Derivations de Darcy's Law," in Dynamics de Fluids in Porous Media 161-177 (2nd ed. 1988)). Existe un arreglo de dispositivos y métodos que pueden correlacionarse con la permeabilidad. En un método de ejemplo útil para medir la permeabilidad, se diseña un dispositivo construido especialmente para formar una torta de filtro sobre un septum a partir de una suspensión de medio de filtración en agua; se mide el tiempo requerido para que un volumen especificado de agua fluya a través de un espesor medido de la torta de filtro de área transversal conocida.

35 En una realización, el producto de tierra de diatomeas tiene una permeabilidad que varía de desde aproximadamente 0.2 darcy hasta aproximadamente 3.0 darcy. En otra realización, el producto de tierra de diatomeas tiene una permeabilidad que varía desde aproximadamente 0.4 darcy hasta aproximadamente 2.5 darcy. En una realización adicional, el producto de tierra de diatomeas tiene una permeabilidad que varía de desde aproximadamente 0.2 darcy hasta aproximadamente 0.4 darcy. En aún otra realización, la permeabilidad varía de desde aproximadamente 0.5 darcy hasta aproximadamente 1 darcy. En aún una realización adicional, la permeabilidad varía de desde aproximadamente 1 darcy hasta aproximadamente 2 darcy.

40 Los productos de tierra de diatomeas divulgados aquí tienen un tamaño de partícula. El tamaño de partícula puede ser medido por cualquier técnica de medición apropiada conocida actualmente para el experimentado en la técnica o descubierta posteriormente. En una realización, el tamaño de partícula y las propiedades del tamaño de partícula, tales como distribución del tamaño de partícula ("psd"), se mide utilizando un analizador de tamaño de partículas láser Leeds and Northrup Microtrac X100 (Leeds and Northrup, North Wales, Pennsylvania, Estados Unidos), el cual puede determinar la distribución de tamaño de partícula a lo largo de un rango de tamaño de partícula de 0.12 µm a 704 µm. El tamaño de una partícula dada se expresa en términos del diámetro de una esfera de diámetro equivalente que se sedimenta a través de la suspensión, también conocido como diámetro esférico equivalente o "esd." El tamaño de partícula medio, o valor d₅₀, es el valor al cual el 50% en peso de las partículas tienen un esd menor de ese valor d₅₀. El valor d₁₀ es el valor al cual el 10% en peso de las partículas tienen un esd menor de ese valor d₁₀. El valor d₉₀ es el valor al cual el 90% en peso de las partículas tiene un esd menor de ese valor d₉₀.

55 En una realización, el d₁₀ del producto de tierra de diatomeas varía desde aproximadamente 9 µm hasta aproximadamente 15 µm. En otra realización, el d₁₀ es menor de aproximadamente 20 µm. En una realización adicional, el d₁₀ es aproximadamente 9 µm. En aún otra realización, el d₁₀ es aproximadamente 10 µm. En aún una realización adicional, el d₁₀ es aproximadamente 11 µm. En todavía otra realización, el d₁₀ es aproximadamente 12 µm. En todavía una realización adicional, el d₁₀ es aproximadamente 13 µm. En otra realización, el d₁₀ es aproximadamente 14 µm. En una realización, el d₅₀ del producto de tierra de diatomeas varía desde

aproximadamente 20 μm hasta aproximadamente 45 μm . En otra realización, el d_{50} varía desde aproximadamente 25 μm hasta aproximadamente 40 μm . En una realización adicional, el d_{50} varía desde aproximadamente 30 μm hasta aproximadamente 35 μm .

5 En una realización, el d_{90} de un producto de tierra de diatomeas varía desde aproximadamente 60 μm hasta aproximadamente 100 μm . En otra realización, el d_{90} varía desde aproximadamente 70 μm hasta aproximadamente 90 μm . En una realización adicional, el d_{90} varía desde aproximadamente 75 μm hasta aproximadamente 85 μm . En aún otra realización, el d_{90} varía desde aproximadamente 80 μm hasta aproximadamente 90 μm .

10 Los productos de tierra de diatomeas divulgados aquí tienen un contenido de sílica cristalina bajo. Las formas de sílica cristalina incluyen, pero no se limitan, a cuarzo, cristobalita, y tridimita. En una realización, un producto de tierra de diatomea tiene un contenido más bajo de al menos una sílica cristalina que un producto de tierra de diatomeas calcinado no sometido a al menos una aglomeración con al menos un material de aluminato.

15 Los productos de tierra de diatomeas divulgados aquí pueden tener un contenido de cristobalita bajo. El contenido de cristobalita puede ser medido por cualquier técnica de medición apropiada conocida actualmente para el experimentado en la técnica o descubierta posteriormente. En una realización, el contenido de cristobalita se mide por difracción de rayos X. El contenido de cristobalita puede ser medido, por ejemplo, por el método de difracción de rayos X cuantitativo delineado en H. P. Klung y L. E. Alexander, X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials 531-563 (2nd ed. 1972), el cual se incorpora como referencia aquí en su totalidad. De acuerdo con una realización de ese método, una muestra es molida en un mortero con pistilo hasta un polvo fino, y luego recargado en un portamuestra. La muestra y sus soportes son colocados en el camino del haz de un sistema de difracción de rayos X y expuesto a rayos X colimados utilizando un montaje de aceleración de 40 kv y una corriente de 20 mA enfocada sobre un objetivo de cobre. Los datos de difracción son obtenidos haciendo un barrido por etapas sobre la región angular que representa el espaciamiento interplanar dentro de la estructura de red cristalina de la cristobalita, generando una intensidad difractada más grande. Esa región varía desde 21 a 23 2θ (2-tetha) con los datos recolectados en 0.05 2θ etapas, contados durante 20 segundos por etapa. La intensidad del pico integrado neta es comparada con la de estándares de cristobalita preparados por los métodos estándares de adición en sílica amorfa para determinar el porcentaje en peso de la fase de cristobalita en una muestra.

20

25

30 Los productos de tierras de diatomeas de la presente invención tienen un contenido de cristobalita de menos de 1% en peso. En una realización, el contenido de cristobalita es menor de aproximadamente 0.5% en peso. En una realización adicional, el contenido de cristobalita es menor de aproximadamente 0.25% en peso. En aún otra realización, el contenido de cristobalita es menor de aproximadamente 0.15% en peso. En aún una realización adicional, el contenido de cristobalita varía desde aproximadamente 0.05% hasta aproximadamente 1%. En todavía otra realización, el contenido de cristobalita varía desde aproximadamente 0.10% a aproximadamente 0.25%. En todavía una realización adicional, un producto de tierra de diatomeas tiene un contenido de cristobalita más bajo que un producto de tierra de diatomeas tratado con calor no sometido a al menos una aglomeración con al menos un material de aluminato.

35

40 Los productos de tierra de diatomeas divulgados aquí pueden tener un contenido de cuarzo bajo. El contenido de cuarzo puede ser medido por cualquier técnica de medición apropiada conocida actualmente por el experimentado en la técnica o descubierta posteriormente. En una realización, el contenido de cuarzo es medido por difracción de rayos X. Por ejemplo, el contenido de cuarzo puede ser medido por el mismo método de difracción de rayos X descrito arriba para el contenido de cristobalita, excepto que la región 2θ varía de 26.0 a 27.5 grados. En una realización, el contenido de cuarzo es menor de aproximadamente 0.5% en peso. En otra realización, el contenido de cuarzo es menor de aproximadamente 0.25% en peso. En una realización adicional, el contenido de cuarzo es menor de aproximadamente 0.1% en peso. En aún otra realización, el contenido de cuarzo es aproximadamente 0% en peso. En aún una realización adicional, el contenido de cuarzo varía desde aproximadamente 0% hasta aproximadamente 0.5% en peso. En todavía otra realización, el contenido de cuarzo varía desde aproximadamente 0% hasta aproximadamente 0.25% en peso.

45

50 Los productos de tierra de diatomeas divulgados aquí pueden tener un volumen de poro medible. El volumen de poro puede ser medido por cualquier técnica de medición apropiada conocida actualmente por la persona experimentada o descubierta posteriormente. En una realización, el volumen de poro se mide con un porosímetro de mercurio serie AutoPore IV 9500 de Micromeritics Instrument Corporation (Norcross, Georgia, Estados Unidos), el cual puede determinar mediciones de diámetros de poro que varían desde 0.006 a 600 μm . Usado para medir el volumen de poro de los productos de tierra de diatomeas divulgados aquí, ese ángulo de contacto del porosímetro fue fijado a 130 grados, y la presión varió de 0 a 33000 psi. En una realización, el volumen de poro es aproximadamente igual a al menos una tierra de diatomeas natural de la cual está hecho. En otra realización, el volumen de poro varía de desde aproximadamente 2.5 mL/g hasta aproximadamente 3.7 mL/g. En otra realización, el volumen de poro varía desde aproximadamente 2.7 mL/g hasta aproximadamente 3.5 mL/g. En una realización adicional, el volumen de poro varía desde aproximadamente 2.9 mL/g hasta aproximadamente 3.2 mL/g. En aún otra realización, el volumen de poro es aproximadamente 3.1 mL/g.

55

Los productos de tierra de diatomáceas divulgados aquí pueden tener un diámetro de poro medio medible. El poro diámetro medible puede ser medido por cualquier técnica de medición apropiada conocida ahora para el experto en la técnica o descubierta posteriormente. En una realización, el diámetro de poro medio es medido en un porosímetro de mercurio serie AutoPore IV 9500, como se describió más arriba. En una realización, el diámetro de poro medio varía de desde aproximadamente 4.5 μm hasta aproximadamente 7.5 μm . En otra realización, el diámetro de poro medio varía desde aproximadamente 4.5 μm hasta aproximadamente 6 μm . En una realización adicional, el diámetro de poro medio varía desde aproximadamente 5.5 μm hasta aproximadamente 7 μm .

Los productos de tierra de diatomáceas divulgados aquí pueden tener una densidad húmeda medible, la cual tal como se utiliza aquí se refiere a la medición de la densidad húmeda centrifugada. Para medir la densidad húmeda, se coloca una muestra de DE de peso conocido desde aproximadamente 1.00 hasta aproximadamente 2.00 g en un tubo de centrifuga calibrado de 15 ml al cual se agrega agua desionizada para completar un volumen de aproximadamente 10 ml. La mezcla es agitada excesivamente hasta que toda la muestra queda humedecida, y no permanece polvo. Se agrega agua desionizada adicional alrededor del tope del tubo de centrifuga para enjuagar hacia abajo cualquier mezcla adherida al lado del tubo por la agitación. El tubo es centrifugado durante 5 minutos a 2500 rpm en una centrifuga IEC Centra[®] MP-4R, equipada con un rotor de cubeta oscilante Modelo 221 (International Equipment Company; Needham Heights, Massachusetts, Estados Unidos). Después de la centrifugación, el tubo es retirado cuidadosamente sin perturbar los sólidos, y el nivel (esto es, el volumen) de la materia depositada se mide en cm^3 . La densidad húmeda centrifugada del polvo se calcula fácilmente dividiendo el peso de la muestra por el volumen medido. En una realización, la densidad húmeda varía desde aproximadamente 15 lb/pie^3 hasta aproximadamente 20 lb/pie^3 . En otra realización, la densidad húmeda varía desde aproximadamente 16 lb/pie^3 hasta aproximadamente 19 lb/pie^3 .

Los productos de tierra de diatomáceas divulgados aquí pueden comprender al menos un metal soluble. Tal como se utiliza aquí, el término “metal soluble” se refiere a cualquier metal que puede ser disuelto en al menos un líquido. Los metales solubles son conocidos para aquellos de experiencia en el arte e incluyen, pero no se limitan a, hierro, aluminio, calcio, vanadio, cromo, cobre, zinc, níquel, cadmio y mercurio. Cuando se utiliza un auxiliar de filtración que comprende tierra de diatomáceas para filtrar al menos un líquido, al menos un metal soluble puede disociarse del auxiliar de filtración de tierra de diatomáceas y entrar al líquido. En muchas aplicaciones, tal incremento en el contenido de metal del líquido es indeseable y/o inaceptable. Por ejemplo, cuando un auxiliar de filtración que comprende tierra de diatomáceas se utiliza para filtrar cerveza, un alto nivel de hierro disuelto en la cerveza desde el auxiliar de filtración puede afectar adversamente las propiedades sensoriales y otras, incluyendo pero no limitándose al sabor y la vida útil.

Cualquier protocolo o prueba apropiados para medir los niveles de al menos un metal soluble en productos de tierra de diatomáceas pueden ser utilizados incluyendo los conocidos por la persona experimentada en la técnica o descubiertos posteriormente. Por ejemplo, la industria de cervecería ha desarrollado al menos un protocolo para medir el BSI de los auxiliares de filtración de tierra de diatomáceas. El BSI, o hierro soluble en cerveza, se refiere al contenido de hierro, el cual puede ser medido en partes por millón, de un auxiliar de filtración que comprende tierra de diatomáceas que se disocia en la presencia de un líquido, tal como cerveza. El método de la European Beverage Convention (EBC) pone en contacto hidrógeno ftalato de potasio líquido con el auxiliar de filtración y luego analiza el líquido en cuanto a su contenido de hierro. Más específicamente, el método EBC utiliza, por ejemplo, una solución de 10 g/L de hidrógeno ftalato de potasio (KHP, $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), como agente de extracción junto con una cantidad dada de material auxiliar de filtración, con un tiempo de contacto total de 2 horas. Los extractos son analizados entonces en cuanto a la concentración de hierro por el método FERROZINE.

En una realización, el hierro soluble en cerveza de un producto de tierra de diatomáceas divulgado aquí varía de desde aproximadamente 100 ppm hasta aproximadamente 150 ppm, cuando se mide utilizando un método EBC. En otra realización, el hierro soluble en cerveza varía desde aproximadamente 100 ppm hasta aproximadamente 120 ppm. En una realización adicional, el hierro soluble en cerveza varía desde aproximadamente 110 ppm hasta aproximadamente 120 ppm. En aún otra realización, el hierro soluble en cerveza es menor de aproximadamente 150 ppm.

El BSA, o aluminio soluble en cerveza, se refiere al contenido de aluminio, el cual puede ser medido en partes por millón de un auxiliar de filtración que comprende tierra de diatomáceas que se disocian en la presencia de un líquido, tal como cerveza. El BSA puede ser medido, por ejemplo, por pruebas similares a los métodos EBC descritos más arriba que han sido modificados apropiadamente para detectar el aluminio (por ejemplo a través del uso de espectrometría). En una realización, el aluminio soluble en cerveza de un producto de tierra de diatomáceas divulgado aquí varía desde aproximadamente 350 ppm hasta aproximadamente 850 ppm. En otra realización, el aluminio soluble en cerveza varía desde aproximadamente 400 ppm hasta aproximadamente 700 ppm. En una realización adicional, el aluminio soluble en cerveza varía desde aproximadamente 450 ppm hasta aproximadamente 600 ppm. En aún otra realización, el aluminio soluble en cerveza es menor de aproximadamente 850 ppm.

El BSC, o calcio soluble en cerveza, se refiere al contenido de calcio, el cual puede ser medido en partes por millón,

- de un auxiliar de filtración que comprende tierra de diatomeas que se disocia en la presencia de un líquido, tal como cerveza. El BSC puede ser medido, por ejemplo, por pruebas similares a los métodos EBC descritos más arriba que han sido modificados apropiadamente para detectar calcio (por ejemplo a través del uso de espectrometría). En una realización, el calcio soluble en cerveza de un producto de tierra de diatomeas divulgado aquí varía desde aproximadamente 450 ppm hasta aproximadamente 1200 ppm. En otra realización, el calcio soluble en cerveza varía desde aproximadamente 450 ppm hasta aproximadamente 850 ppm. En una realización adicional, el calcio soluble en cerveza varía desde aproximadamente 650 ppm hasta aproximadamente 850 ppm. En aún otra realización, el calcio soluble en cerveza varía desde aproximadamente 450 ppm hasta aproximadamente 650 ppm. En aún una realización adicional, el calcio soluble en cerveza es menor de aproximadamente 1200 ppm.
- Los productos de tierra de diatomeas divulgados aquí pueden tener un área de superficie BET medible. El área de superficie BET, tal como se refiere aquí, se refiere a la técnica para calcular el área superficial específica de moléculas de absorción física de acuerdo con la teoría de Brunauer, Emmett, y Teller ("BET"). El área superficial BET puede ser medida por cualquier técnica de medición apropiada conocida actualmente para el experto en la técnica o descubierta posteriormente. En una realización, el área superficial BET se mide con un analizador de área superficial Gemini III 2375, utilizando nitrógeno puro como gas sorbente, de Micromeritics Instrument Corporation (Norcross, Georgia, Estados Unidos). En una realización, el área superficial BET es mayor de al menos un producto de tierra de diatomeas calcinado y/o calcinado en flujo con permeabilidad similar pero no producido de acuerdo con las invenciones descritas aquí (por ejemplo, sin aglomerar al menos un material de tierra de diatomeas natural con al menos un material de aluminato). En otra realización, el área superficial BET varía desde aproximadamente 15 m²/g hasta aproximadamente 50 m²/g. En una realización adicional, el área superficial BET varía desde aproximadamente 20 m²/g hasta aproximadamente 45 m²/g. En aún otra realización, el área superficial BET es mayor de aproximadamente 20 m²/g.
- Uso para los productos de tierra de diatomeas
- Los productos de tierra de diatomeas divulgados aquí pueden ser utilizados en cualquiera de una variedad de procesos, aplicaciones y materiales. En una realización, los productos de tierra de diatomeas se utilizan en al menos un proceso, aplicación o material en el cual tal producto con alta área superficial BET es deseable.
- En una realización, el producto de tierra de diatomeas puede estar comprendido en un material o composición auxiliar de filtración. Una composición auxiliar de filtración que comprende al menos un producto de tierra de diatomeas puede comprender opcionalmente al menos un medio auxiliar de filtración adicional. Ejemplos de al menos un medio auxiliar de filtración adicional incluyen, pero no se limitan a, materiales de silicato o aluminosilicatos naturales o sintéticos, tierra de diatomeas no mejoradas, tierra de diatomeas de agua salada, perlita expandida, pumicita, vidrio natural, celulosa, carbón activado, feldspatos, nefelina sienita, sepiolita, zeolita y arcilla.
- El al menos un medio de filtración adicional puede estar presente en cualquier cantidad apropiada. En una realización, el al menos un medio de filtración adicional está presente desde aproximadamente 0.01 hasta aproximadamente 100 partes de al menos un medio de filtración adicional por parte de material de tierra de diatomeas tratado. En otra realización, el al menos un medio de filtración adicional está presente desde aproximadamente 0.1 hasta aproximadamente 10 partes. En una realización adicional, el al menos un medio de filtración adicional está presente desde aproximadamente 0.5 hasta 5 partes.
- La composición auxiliar de filtración puede ser conformada en láminas, almohadillas, cartuchos, u otro medio monolítico o agregado capaz de ser utilizado como soporte o sustrato en un proceso de filtración. Las consideraciones en la manufactura de las composiciones auxiliares para filtración pueden incluir una variedad de parámetros, incluyendo pero no limitándose al contenido total de metales solubles de la composición, contenido medio de metales solubles de la composición, disolución del tamaño de partículas, tamaño de poro, coste y disponibilidad.
- Una composición auxiliar de filtración que comprende al menos un producto DE tratado térmicamente puede ser utilizado en una variedad de procesos y composiciones. En una realización, la composición auxiliar de filtración se aplica a un septum de filtro para protegerlo y/o para mejorar la claridad del líquido que va a ser filtrado en un proceso de filtración. En otra realización, la composición auxiliar de filtración se agrega directamente a una bebida que va a ser filtrada para incrementar la tasa de flujo y/o extender el ciclo de filtración. En una realización adicional, la composición auxiliar de filtración se utiliza como prerrecubrimiento, como fuente de alimentación o una combinación de prerrecubrimiento y fuente de alimentación, en un proceso de filtración.
- Los productos auxiliares de filtración de tierra de diatomeas tratadas térmicamente de la presente invención también pueden ser utilizados en una variedad de métodos de filtración. En una realización, el método de filtración comprende el prerrecubrimiento de al menos un elemento de filtración con al menos un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tratado térmicamente, y poner en contacto al menos un líquido que va a ser filtrado con él al menos un elemento de filtración recubierto. En tal realización, el contacto puede comprender pasar el líquido a través del

elemento de filtración. En otra realización, el método de filtración comprende suspender al menos un auxiliar de filtración de tierra de diatomáceas tratado térmicamente en al menos un líquido que contiene partículas que van a ser retiradas del líquido, y luego separar el auxiliar de filtración del líquido filtrador.

5 Los auxiliares de filtración que comprenden al menos un producto de tierra de diatomáceas de la presente invención también pueden ser empleados para filtrar diversos tipos de líquidos. La persona experimentada en la técnica advertirá fácilmente los líquidos que pueden ser filtrados deseablemente con un proceso que comprende los auxiliares de filtración que comprenden al menos un producto de tierra de diatomáceas divulgado aquí. En una realización, el líquido es una bebida. Bebidas de ejemplo incluyen, pero no se limitan a, jugos basados en vegetales, zumos de frutas, licores destilados, y líquidos con base en malta. Líquidos con base en malta de ejemplo incluyen, pero no se limitan a, cerveza y vino. En otra realización, el líquido es uno que tiende a formar turbidez por enfriamiento. En una realización adicional, el líquido es una bebida que tiende a formar turbidez por enfriamiento. En aún otra realización, el líquido es una cerveza. En aún una realización adicional, el líquido es un aceite. En todavía otra realización, el líquido es un aceite comestible. En todavía una realización adicional, el líquido es un aceite combustible. En otra realización el líquido es agua, incluyendo pero no limitándose a agua residual. En una realización adicional, el líquido es sangre. En aún otra realización, el líquido es un sake. En aún una realización adicional, el líquido es un endulzante, tal como por ejemplo jarabe de maíz o melazas.

20 Los productos de tierra de diatomáceas divulgadas aquí también pueden ser utilizadas en aplicaciones diferentes a la filtración. En una realización, los productos DE son utilizados como composiciones en aplicaciones de rellenos, tales como por ejemplo agentes de relleno en construcciones o materiales de construcción. En otra realización, los productos DE son usados para alterar la apariencia y/o propiedades de pinturas, esmaltes, lacas o recubrimientos y acabados relacionados. En una realización adicional, los productos DE se utilizan en formulaciones de papel y/o aplicaciones en el procesamiento de papel. En aún otra realización, los productos DE son utilizados para proveer propiedades antibloqueo y/o de refuerzo de polímeros. En aún una realización adicional, los productos DE son utilizados como o en abrasivos. En todavía otra realización, los productos DE son utilizados para abrillantamiento o en composiciones para abrillantamiento. En todavía una realización adicional los productos DE son usados para pulimiento o en composiciones para pulimiento. En otra realización, los productos DE son usados en el procesamiento y/o preparación de catalizadores. En una realización adicional, los productos DE son usados como soportes cromatográficos u otros medios de soporte. En aún otra realización, los productos DE son combinados, mezclados o combinados de alguna otra manera con otros ingredientes para hacer medios monolíticos o agregados útiles en una variedad de aplicaciones, incluyendo pero no limitándose a soportes (por ejemplo, para inmovilización de microbios) y sustratos (por ejemplo, para inmovilización enzimática).

35 A menos que se indique otra cosa, todos los números que expresan cantidades de ingredientes, condiciones de reacción y así sucesivamente utilizados en la especificación, incluyendo reivindicaciones, deben considerarse como modificados en todos los casos por el término "aproximadamente". De acuerdo con lo anterior, a menos que se indique otra cosa al contrario, los parámetros numéricos son aproximaciones y pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas buscadas para ser obtenidas por la presente invención. Finalmente, y no como un intento de limitar la solicitud de la doctrina de equivalentes al alcance de las reivindicaciones, cada parámetro numérico debería ser considerado a la luz del número de dígitos significativos y aproximaciones de redondeo ordinarias.

40 Se contemplan combinaciones de las diversas realizaciones presentadas. Otras realizaciones de la invención serán evidentes para los experimentados en el arte a partir de la consideración de la especificación y práctica de la invención divulgada aquí. Se pretende que la especificación y ejemplos sean considerados solamente como ejemplo, con un alcance y espíritu verdadero de la invención indicado por las reivindicaciones que siguen.

Ejemplos

45 Los resultados obtenidos de los siguientes Ejemplos 1-14 se ilustran en las Tablas 1 y 2 más adelante. Los efectos de variar las temperaturas de calcinación y temperaturas del aluminato de calcio sobre las propiedades físicas del producto de tierra de diatomáceas se presentan en la Tabla 1. El efecto de utilizar diferentes cantidades, más pequeñas, de aluminato de calcio mientras se mantiene la temperatura de calcinación constante a 600°C se presenta en la Tabla 2. Las propiedades físicas comparables para los productos Celite® Standard Super Cel® y Hyflo® Super Cel® también están incluidos (World Minerals, Inc., Santa Barbara, CA, Estados Unidos). Celite® Standard Super Cel® es un producto de diatomita calcinado disponible comercialmente; Celite® Hyflo® Super Cel® es un producto de diatomita calcinada en flujo con cenizas de soda disponible comercialmente.

55 Las distribuciones de tamaño de partícula de los productos de inicio, alimentación, intermedios o terminados en los Ejemplos 1-14 fueron medidos utilizando un analizador de tamaño de partículas por láser Leeds and Northrup Microtrac X100. Los contenidos de cristobalita y cuarzo fueron medidos por difracción de rayos X utilizando el método de Klug & Alexander descrito más arriba. El volumen de poro y el diámetro medio de poro fueron medidos por porosimetría con mercurio utilizando un porosímetro serie AutoPore IV 9500 de Micromeritics (ángulo de contacto = 130 grados; presión variable de 0 a 33000 psi). La densidad de número fue medida por el método de centrifuga

descrito más arriba. La permeabilidad fue medida por el método descrito más arriba.

Ejemplo 1

5 Un producto de Celite® S comercialmente disponible (originario de México) fue utilizado como material DE de alimentación. Este material DE de alimentación tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 7.87 μm , d_{50} de 22.94 μm , y d_{90} de 62.12 μm . El contenido de cristobalita fue de 0.18% en peso, y el contenido de cuarzo fue de 0.17% en peso.

10 Se dispersaron 10 g de aluminato de calcio (C270, Almatís) en 200 g de agua. Se agregaron entonces lentamente 200 g del material de alimentación DE a la solución de aluminato de calcio con agitación. Después de mezclar con un mezclador Hobart durante 20 minutos, la mezcla fue pasada con cepillado a través de un tamiz de malla 30 (0.6 mm de abertura). Las partículas sobredimensionadas fueron desechadas y forzadas a través de la pantalla mediante cepillado. Después de secar en un horno a 150°C durante la noche, el material DE aglomerado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 9.25 μm , d_{50} de 23.57 μm , y d_{90} de 56.46 μm .

15 30 g del material DE aglomerado, seco, fueron calcinados a 600°C durante 30 minutos. El material DE calcinado fue luego tamizado a través de un tamiz de malla 30 (0.6 mm de abertura) agitando para retirar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 11.86 μm , d_{50} de 32.40 μm , y d_{90} de 70.48 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.20% en peso, un contenido de cuarzo de 0.03% en peso, un volumen de poro de 3.346 mL/g, un diámetro medio de poro de 4.6884 micrones, una densidad de número de 18.35 libras por pie cúbico, una permeabilidad de 1.04 Darcy, y un área superficial BET de 26.3820 m^2/g .

20 Ejemplo 2

25 El ejemplo 1 fue repetido usando 20 g de aluminato de calcio. El material DE aglomerado, seco, fue calcinado a 600°C durante 30 minutos. El material DE calcinado fue tamizado entonces a través de un tamiz de malla 30 (abertura de 0.6 mm) por agitación para retirar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 11.41 μm , d_{50} de 30.56 μm , y d_{90} de 70.49 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.22% en peso, un contenido de cuarzo de 0.07% en peso, y una permeabilidad de 1.09 Darcy.

Ejemplo 3

30 El ejemplo 1 fue repetido usando 40 g de aluminato de calcio. El material DE aglomerado, seco, fue calcinado a 600°C durante 30 minutos. El material DE calcinado fue tamizado entonces a través de un tamiz de malla 30 (abertura de 0.6 mm) por agitación para retirar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 11.54 μm , d_{50} de 30.56 μm , y d_{90} de 76.56 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.21 % en peso, un contenido de cuarzo de 0.10% en peso, y una permeabilidad de 0.82 Darcy.

Ejemplo 4

35 El ejemplo 1 fue repetido usando 60 g de aluminato de calcio. El material DE aglomerado, seco, fue calcinado a 600°C durante 30 minutos. El material DE calcinado fue tamizado entonces a través de un tamiz de malla 30 (abertura de 0.6 mm) por agitación para retirar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 11.02 μm , d_{50} de 25.61 μm , y d_{90} de 64.93 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.10% en peso y una permeabilidad de 1.00 Darcy. El contenido de cuarzo estuvo por debajo del límite de detección.

Ejemplo 5

45 El ejemplo 1 fue repetido usando 80 g de aluminato de calcio. El material DE aglomerado, seco, fue calcinado a 600°C durante 30 minutos. El material DE calcinado fue tamizado entonces a través de un tamiz de malla 30 (abertura de 0.6 mm) por agitación para retirar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 12.30 μm , d_{50} de 29.48 μm , y d_{90} de 85.24 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.23% en peso y una permeabilidad de 1.23 Darcy. El contenido de cuarzo del producto terminado estuvo por debajo del nivel de detección.

Ejemplo 6

30 g del material DE seco, no calcinado aglomerado, del Ejemplo 1 fue calcinado a 900°C durante 30 minutos. El

5 material DE calcinado fue tamizado entonces a través de un tamiz de malla 30 (abertura de 0.6 mm) por agitación para retirar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 13.65 μm , d_{50} de 38.11 μm , y d_{90} de 79.54 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.26% en peso, un contenido de cuarzo de 0.17% en peso, un volumen de poro de 2.9219 mL/g, un diámetro medio de poro de 7.0018 micrones, una densidad en húmedo de 18.35 libras por pie cúbico, una permeabilidad de 1.55 Darcy, y un área superficial BET de 21.2518 m^2/g .

Ejemplo 7

10 El ejemplo 1 fue repetido usando 20 g de aluminato de calcio. El material DE aglomerado, seco, fue calcinado a 900°C durante 30 minutos. El material DE calcinado fue tamizado entonces a través de un tamiz de malla 30 (abertura de 0.6 mm) por agitación para retirar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 13.62 μm , d_{50} de 35.91 μm , y d_{90} de 79.85 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.24% en peso, un contenido de cuarzo de 0.13% en peso, y una permeabilidad de 1.76 Darcy.

Ejemplo 8

15 El ejemplo 1 fue repetido usando 40 g de aluminato de calcio. El material DE aglomerado, seco, fue calcinado a 900°C durante 30 minutos. El material DE calcinado fue tamizado entonces a través de un tamiz de malla 30 (abertura de 0.6 mm) por agitación para retirar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 13.18 μm , d_{50} de 34.74 μm , y d_{90} de 84.34 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.18% en peso, un contenido de cuarzo de 0.05% en peso, y una permeabilidad de 1.70 Darcy.

Ejemplo 9

25 El ejemplo 1 fue repetido usando 60 g de aluminato de calcio. El material DE aglomerado, seco, fue calcinado a 900°C durante 30 minutos. El material DE calcinado fue tamizado entonces a través de un tamiz de malla 30 (abertura de 0.6 mm) por agitación para retirar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 12.94 μm , d_{50} de 30.27 μm , y d_{90} de 75.33 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.15% en peso, un contenido de cristobalita de 0.10% en peso, y una permeabilidad de 2.33 Darcy.

Ejemplo 10

30 Ejemplo 1 fue repetido usando 80 g de aluminato de calcio. El material DE aglomerado, seco, fue calcinado a 900°C durante 30 minutos. El material DE calcinado fue tamizado entonces a través de un tamiz de malla 30 (abertura de 0.6 mm) por agitación para retirar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 12.71 μm , d_{50} de 35.45 μm , y d_{90} de 66.34 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.16% en peso y una permeabilidad de 1.90 Darcy. El contenido de cuarzo del producto terminado estuvo por debajo del nivel de detección.

35 Tabla 1

Ejemplo	Aluminato de calcio (%)	Temperatura de calcinación (°C)	d_{10}	d_{50}	d_{90}	Cristobalita (%)	Cuarzo (%)	Permeabilidad (Darcy)
Estándar Super-Cel [®]	n/a	n/a	7.53	18.92	55.73	17.99	0.86	0.21
Celite S [®]	n/a	600						0.05
Celite S [®]	n/a	900						0.06
Hyflo Super-Cel [®]	n/a	n/a	10.82	26.94	77.68	36.81	0.10	1.60

Ejemplo	Aluminato de calcio (%)	Temperatura de calcinación (°C)	d ₁₀	d ₅₀	d ₉₀	Cristobalita (%)	Cuarzo (%)	Permeabilidad (Darcy)
1	5	600	11.86	32.40	70.48	0.20	0.03	1.04
2	10	600	11.41	30.56	70.49	0.22	0.07	1.09
3	20	600	11.54	30.56	76.56	0.21	0.10	0.82
4	30	600	11.02	25.61	64.93	0.10	No detectable	1.00
5	40	600	12.30	29.48	66.31	0.16	No detectable	1.23
6	5	900	13.65	38.11	79.54	0.26	0.17	1.55
7	10	900	13.62	35.91	79.85	0.24	0.13	1.76
8	20	900	13.18	34.74	84.34	0.18	0.05	1.70
9	30	900	12.94	30.27	75.33	0.15	0.10	2.33
10	40	900	12.71	35.45	85.24	0.23	No detectable	1.90

Ejemplo 11

5 Una mena de tierra de diatomáceas de México para el producto Celite® S sufrió el procesamiento para uso como material de alimentación para aglomeración de acuerdo con la invención descrita aquí. Al hacer así, el DE natural fue secado y molido para preparar un material de alimentación con la siguiente distribución de tamaño de partículas: d₁₀ de 8.94 µm, d₅₀ de 27.88 µm, y d₉₀ de 68.78 µm. El contenido de cristobalita en el DE de alimentación fue de 0.18% en peso, y el contenido de cuarzo fue de 0.17% en peso.

10 4 g de aluminato de calcio (C270; Allmatis, Frankfurt, Alemania) fueron dispersados en 400 g de agua. 400 g de la tierra de diatomáceas de alimentación fueron agregados entonces lentamente a la solución de aluminato de calcio con agitación. Después de mezclar en un mezclador Hobart durante 20 minutos, la mezcla fue pasada con cepillo a través de un tamiz de malla 16 (1.18 mm de abertura). Las partículas sobredimensionadas fueron desechas y forzadas a través del tamiz por cepillado. Después de secar en el horno a 150°C durante la noche, el material fue pasado con cepillado a través de un tamiz de malla 30 (0.6 mm de abertura). El material tamizado tenía la siguiente distribución de tamaño de partícula: d₁₀ de 9.03 µm, d₅₀ de 24.26 µm, y d₉₀ de 61.66 µm.

15 30 g del material DE tamizado, aglomerado, fueron calcinados a 600°C durante 30 minutos. El material calcinado fue tamizado entonces a través de un tamiz de malla 50 (0.3 mm de abertura) agitando para eliminar las partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía distribución de tamaño de partícula de d₁₀ de 13.65 µm, d₅₀ de 38.79 µm, y d₉₀ de 87.82 µm. El producto tenía un contenido de cristobalita de 0.18% en peso, un contenido de cuarzo de 0.25% en peso (ambos medidos por difracción de rayos X), un volumen de poro de 3.1648 mL/g, un diámetro medio de poro de 5.7278 micrones, una densidad en húmedo de 16.9 libras por pie cubico, una permeabilidad de 0.68 Darcy, y un área superficial BET 34.8919 m²/g.

Ejemplo 12

25 El material DE (no calcinado) aglomerado, secado en horno del Ejemplo 11 fue tamizado a través de un tamiz de malla 30 agitando en vez de cepillar. Las partículas sobredimensionadas fueron descartadas como residuos. El material DE tamizado tenía una distribución de tamaño de partícula de d₁₀ de 9.23 µm, d₅₀ de 24.31 µm, y d₉₀ de 61.34 µm.

30 g del material DE tamizado fue calcinado a 600°C durante 30 minutos. El material DE calcinado fue tamizado

5 entonces a través de un tamiz de 50 mallas (0.3 mm de abertura) agitando para retirar partículas sobredimensionadas. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 13.86 μm , d_{50} de 39.40 μm , y d_{90} de 86.68 micrones. El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.14% en peso, un contenido de cuarzo de 0.19% en peso, un volumen de poro de 3.1627 mL/g, un diámetro medio de poro de 6.6247 micrones, una densidad en húmedo de 16.6 libras por pie cúbico, una permeabilidad de 1.15 Darcy, y un área superficial BET de 42.4333 m^2/g .

Ejemplo 13

10 Ejemplo 11 fue repetido usando 12 g de aluminato de calcio. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 12.61 μm , d_{50} de 36.90 μm , y d_{90} de 86.24 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.13% en peso, un contenido de cuarzo de 0.22% en peso, una densidad en húmedo de 16.6 libras por pie cúbico, una permeabilidad de 0.46 Darcy, y un área superficial BET de 34.8919 m^2/g .

Ejemplo 14

15 Ejemplo 12 fue repetido usando 12 g de aluminato de calcio. El producto terminado tenía una distribución de tamaño de partícula de d_{10} de 13.17 μm , d_{50} de 37.07 μm , y d_{90} de 84.51 μm . El producto terminado tenía un contenido de cristobalita de 0.14% en peso, un contenido de cuarzo de 0.27% en peso, una densidad en húmedo de 17.1 libras por pie cúbico, una permeabilidad de 0.81 Darcy, y un área superficial BET de 36.3254 m^2/g .

Tabla 2

Ejemplo	Aluminato de calcio (%)	Temperatura de calcinación (°C)	d ₁₀	d ₅₀	d ₉₀	Cristobalita (%)	Cuarzo (%)	Permeabilidad (Darcy)	Área superficial (m ² /g)
Estándar Super-Cel [®]	n/a	n/a	7.53	18.92	55.73	17.99	0.86	0.21	5.1638
Celite S [®]	n/a	600						0.05	
Hyflo Super-Cel [®]	n/a	n/a	10.82	26.94	77.68	36.81	0.10	1.60	2.5122
11	1	600	13.65	38.79	87.82	0.18	0.25	0.42	34.8919
12	1	600	13.86	39.40	86.82	0.14	0.19	1.15	42.4333
13	3	600	12.61	36.90	86.24	0.13	0.22	0.46	34.8919
14	3	600	13.17	37.03	84.51	0.14	0.27	0.81	36.3254

Como se demuestra por los resultados mostrados en las Tablas 1 y 2, los productos de tierra de diatomeas fueron generados con permeabilidades comparables y contenidos de cristobalita disminuidos en comparación con productos de tierra de diatomeas disponibles comercialmente que tenían permeabilidad similar. Mientras que los productos de diatomeas comparativos tenían contenidos de cristobalita de 17.99% y 36.81% en peso, los productos de tierra de diatomeas de la invención presentados en las Tablas 1 y 2 sorprendente e inesperadamente exhibían contenidos de cristobalita que variaban de 0.10 a 0.26% en peso. Sin querer estar limitados por la teoría, los datos sugieren que los materiales de aluminato, tales como aluminato de calcio, pueden ser utilizados para enlazar de manera efectiva partículas de tierra de diatomeas sin la formación correspondiente de cristobalita.

10 Ejemplo 15

En este Ejemplo, el producto de diatomita Celite® S disponible comercialmente (originario de México) fue utilizado para comparación y como base para dos productos hechos de acuerdo con la presente invención. Los productos 15A y 15B fueron preparados con 1% y 5%, respectivamente, en peso de soluciones de aluminato de calcio. Ambos productos 15A y 15B fueron calcinados a 600°C.

15 El análisis de fluorescencia de rayos X (XRF) fue llevado a cabo sobre la mena bruta y los productos 15A y 15B, utilizando un método de XFR de "matriz aglomerante comprimida". Se agregó una muestra de diatomita de 3 g a 0.75 g del aglomerante Spectroblend® (vendido por Chemplex). La mezcla fue molida agitando durante 5 minutos en un vial de mezcla de carburo de tungsteno con una bola de impacto. La mezcla resultante fue comprimida entonces en un molde de 31 mm a 24.000 libras por pulgada cuadrada (165 MPa) para formar una pella. La composición química fue determinada entonces utilizando un espectrómetro Thermo ARL ADVANT'XP XRF equipado con una fuente de rayos X de objetivo de rodio a 60 KV. Las intensidades de pico de los espectros fueron analizadas por comparación del análisis de forma de línea con espectros de referencia de elementos individuales. Las intensidades de pico para los estándares de diatomita fueron convertidos entonces en tasas de recuento del elemento puro que fueron utilizadas entonces para determinar los contenidos de los elementos en las muestras, por intensidad de pico y ajuste de datos.

La Tabla 3 representa el análisis químico por XRF de la mena de Celita S® comparado para los dos productos DE. Como se muestra en la Tabla 3, a medida que se incrementa el porcentaje del aglomerante de calcio-aluminato, la cantidad de calcio (CaO) y la cantidad de aluminio (Al₂O₃) se incrementó en los productos terminados.

Tabla 3

	Na ₂ O (%)	MgO (%)	Al ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	P ₂ O ₅ (%)	SO ₃ (%)	Cl (%)	K ₂ O (%)	CaO (%)	TiO ₂ (%)	MnO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	Total (%)
Celite S®	0.08	0.23	6.09	89.60	0.03	0.05	0.00	0.31	0.65	0.29	0.01	2.64	100.00
15A	0.09	.024	6.35	89.09	0.03	0.02	0.00	0.30	0.90	0.28	0.02	2.68	100.00
15B	0.08	0.24	8.73	86.20	0.04	0.13	0.00	0.30	1.86	0.26	0.01	2.16	100.00

30 Ejemplo 16

Una muestra del producto de diatomita del Ejemplo 11 fue probada por su rendimiento en filtración como composición auxiliar de filtración utilizando un proceso de filtración a presión. La muestra de diatomita fue aplicada a un septum (denominado como "prerrecubrimiento") y se agregó directamente al fluido (denominado frecuentemente como "alimentación de cuerpo"). Se utilizó un filtro Walton de Celite Corporation para la filtración a presión. Se utilizaron 2 g de la muestra como prerrecubrimiento, y 4 g de la muestra como alimentación de cuerpo, a 2 litros de solución que tenían 10 g de chocolate fino OVALTINE®. La rata de flujo fue controlada a 30 ml/minuto. La misma prueba fue llevada a cabo con Celite® Standard Super Cel® como composición auxiliar para filtración como comparación. Como se ilustra en las figuras 1A y 1B, el incremento de presión para la muestra del Ejemplo 11 fue similar a la Celite® Standard Super Cel®, pero la turbidez fue aproximadamente 25% inferior para la muestra del Ejemplo 11. La turbidez disminuida usando la muestra de la invención indica que la muestra de la invención del Ejemplo 11 despliega una filtración mejorada con respecto al auxiliar de filtración Celite® Standard Super Cel® disponible comercialmente.

Ejemplo 17

45 La prueba de rendimiento de la filtración descrita en el Ejemplo 16 fue repetida para una muestra del producto de diatomeas del Ejemplo 12, con Celite® Hyflo® Super Cel® como comparación. Como se ilustra en las FIGURAS 2A y 2B, el incremento de presión para la muestra del Ejemplo 12 fue similar a Celite® Hyflo® Super Cel®, pero la turbidez fue aproximadamente 30% más baja para la muestra del Ejemplo 12.

Ejemplo 18

5 La prueba de rendimiento de la filtración descrita en el Ejemplo 16 fue repetida para una muestra del producto de diatomeas del Ejemplo 1, con Celite® Hyflo® Super Cel® como comparación. Como se ilustra en las FIGURAS 3A y 3B, el incremento de presión para la muestra del Ejemplo 1 fue similar a Celite® Hyflo® Super Cel®, pero la turbidez fue mucho más baja para la muestra del Ejemplo 1.

Ejemplo 19

10 La prueba de rendimiento de la filtración descrita en el Ejemplo 16 fue repetida para una muestra del producto de diatomeas del Ejemplo 6, con Celite® Hyflo® Super Cel® como comparación. Como se ilustra en las FIGURAS 4A y 4B, el incremento de presión para la muestra del Ejemplo 6 más alta en comparación con Celite® Hyflo® Super Cel®, pero la turbidez fue aproximadamente 50% más baja para la muestra del Ejemplo 6.

Ejemplo 20

15 El efecto de la temperatura de calcinación sobre los metales solubles en cerveza del producto DE terminado aglomerado del Ejemplo 11 fue examinado. Se prepararon cuatro muestras y cada una fue calcinada a la temperatura presentada en la Tabla 4 durante 30 minutos. Los metales solubles en cerveza fueron medidos entonces por millón ("ppm") de acuerdo con los promulgados por el estándar de la European Beverage Commission ("EBC") (para BSI) o mediante un proceso EBD modificado con un espectrómetro ICP (para BSA y BSC).

20 El método EBC utilizado pone en contacto hidrógeno ftalato de potasio líquido con 5 g del producto DE del Ejemplo 11 y subsecuentemente se midió el líquido en cuanto al contenido de hierro. Más específicamente, el método EBC utilizó una solución de 10 g/L de hidrógeno ftalato de potasio como extractor con un tiempo total de contacto de 2 horas. Los extractos fueron analizados entonces en cuanto a la concentración de hierro por el método de FERROZINE. La misma solución soluble de EBC fue utilizada para medir el aluminio y el calcio solubles en cerveza, para lo cual se utilizó un espectrómetro ICP de Applied Research Laboratories para medir las concentraciones respectivas. Los parámetros de operación para el espectrómetro fueron 394.401 nm para aluminio y 317.933 nm para calcio. Los resultados, para efectos de comparación, la solubilidad de los metales para la Celite® Standard Super-Cel® se proveen en la Tabla 4.

Tabla 4

	Temperatura de calcinación (°C)	EBC Fe (ppm)	EBC Al (ppm)	EBC Ca (ppm)
Celite® Estándar-Super-Cel®	n/a	99	94	277
Muestra 1	600	141	819	1173
Muestra 2	700	114	580	837
Muestra 3	800	108	431	650
Muestra 4	900	111	352	485

30 La Tabla 4 muestra que, a medida que se incrementaba la temperatura de calcinación, el nivel de Fe, Al, y Ca solubles en los productos de tierra de diatomeas disminuía y a todas las temperaturas permanecían suficientemente bajos para su uso como auxiliares de filtración en la industria de filtración de bebidas.

REIVINDICACIONES

1. Un producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado que comprende al menos un material de aluminato, en donde el producto tiene un contenido de cristobalita de menos de 1% en peso.
- 5 2. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de la reivindicación 1, que comprende un contenido de cuarzo de menos de 0.5% en peso.
3. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de la reivindicación 1 o 2, en donde el producto tiene una permeabilidad que varía de 0.2 darcy a 2.5 darcy.
- 10 4. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el al menos un material de aluminato es escogido del grupo consistente de al menos un material de aluminato de metal alcalino y al menos un material de aluminato alcalinotérreo.
5. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de la reivindicación 4, en donde el al menos un material de aluminato de metal alcalino es escogido del grupo consistente de al menos un material de aluminato de sodio y al menos un material de aluminato de potasio.
- 15 6. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de la reivindicación 4, en donde el al menos un material de aluminato alcalinotérreo es escogido del grupo consistente de al menos un material de aluminato de calcio y al menos un material de aluminato de magnesio.
7. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el producto de tierra de diatomáceas tienen un volumen de poro que varía de 2.5 ml/g a 3.7 ml/g.
- 20 8. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde el producto de tierra de diatomáceas tiene un diámetro de poro medio que varía de 4.5 μm a 7.5 μm .
9. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde el producto de tierra de diatomáceas tiene una densidad en húmedo que varía de 15 lb/pie³ hasta 20 lb/pie³.
10. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde el producto tiene un contenido de hierro soluble en cerveza de menos de 150 ppm, según se mide por EBC.
- 25 11. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde el producto tiene un contenido de aluminio soluble en cerveza de menos de 850 ppm, según se mide por EBC y espectrometría.
- 30 12. El producto de tierra de diatomáceas calcinada aglomerado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde el producto tiene un contenido de calcio soluble en cerveza de menos de 1200 ppm, según se mide por EBC y espectrometría.
13. El producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde el producto tiene un área de superficie BET que varía de 15 m²/g a 50 m²/g.
- 35 14. Un método para filtrar al menos un líquido, que comprende pasar el al menos un líquido a través de al menos una membrana de filtración que comprende el producto de tierra de diatomáceas calcinado aglomerado de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.
15. El método de la reivindicación 14, en donde el al menos un líquido es escogido de una bebida, un vino, un aceite comestible y un aceite combustible.

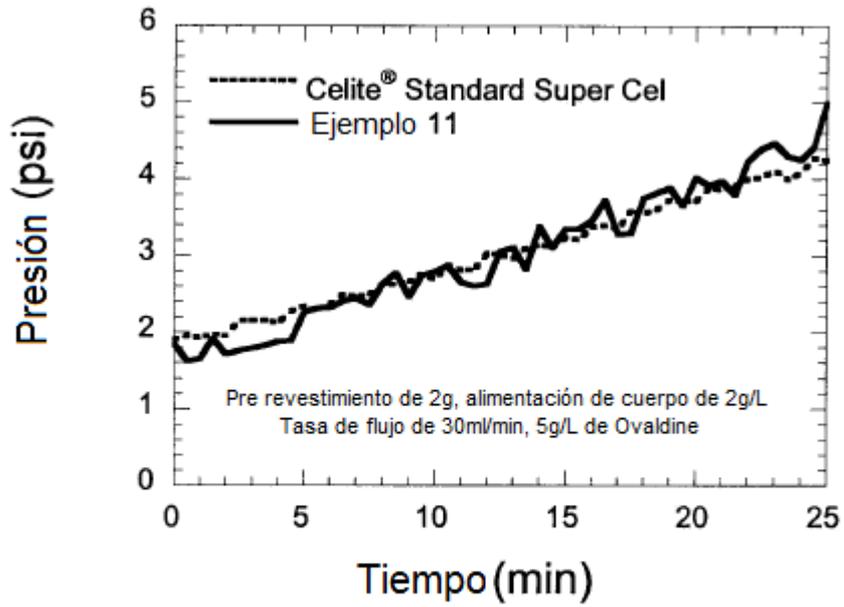


Figura 1A

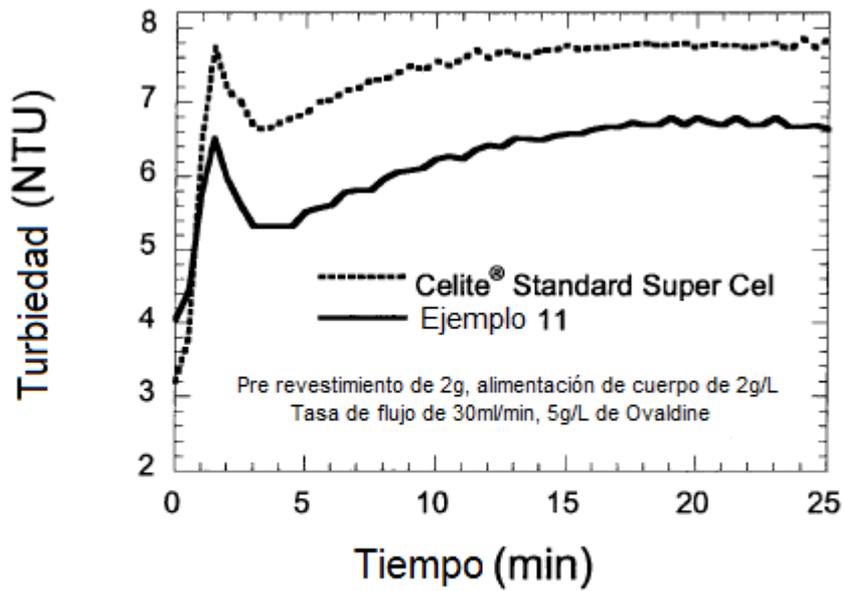


Figura 1B

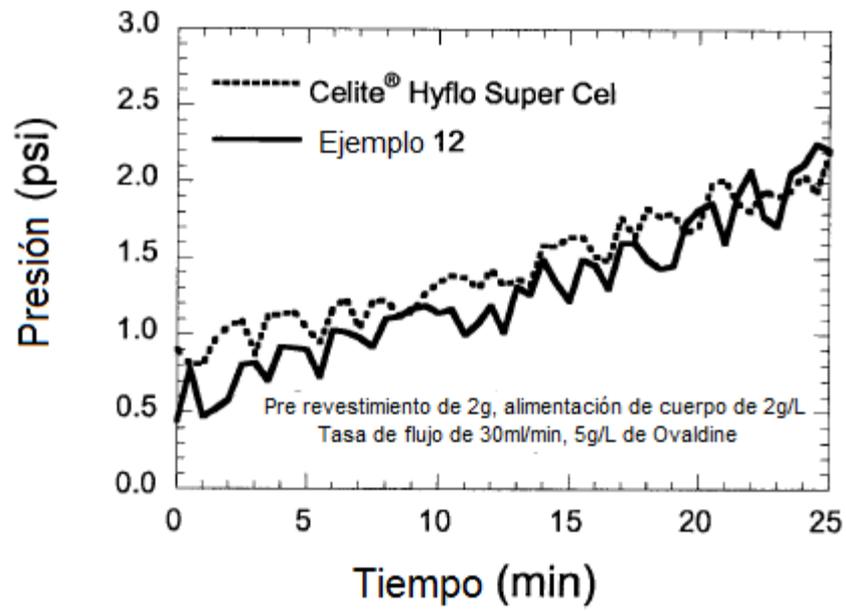


Figura 2A

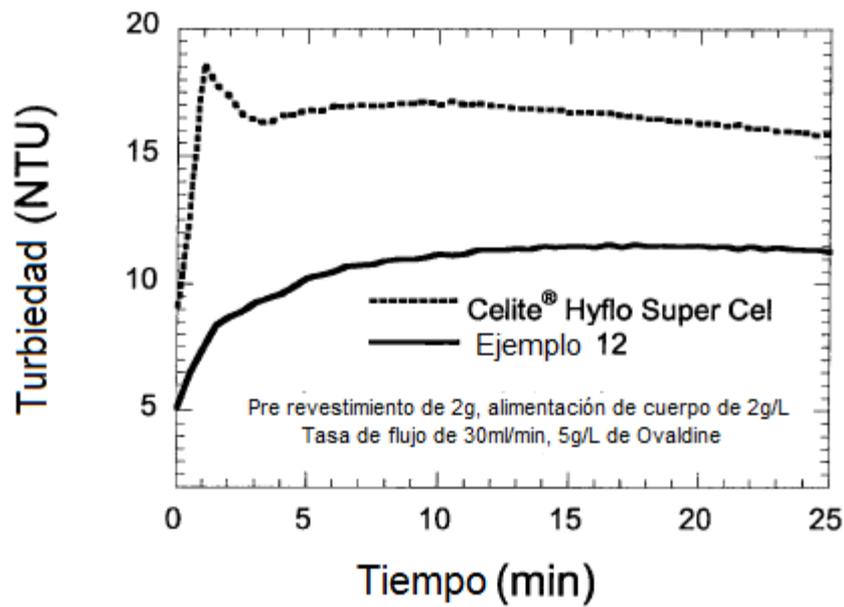


Figura 2B

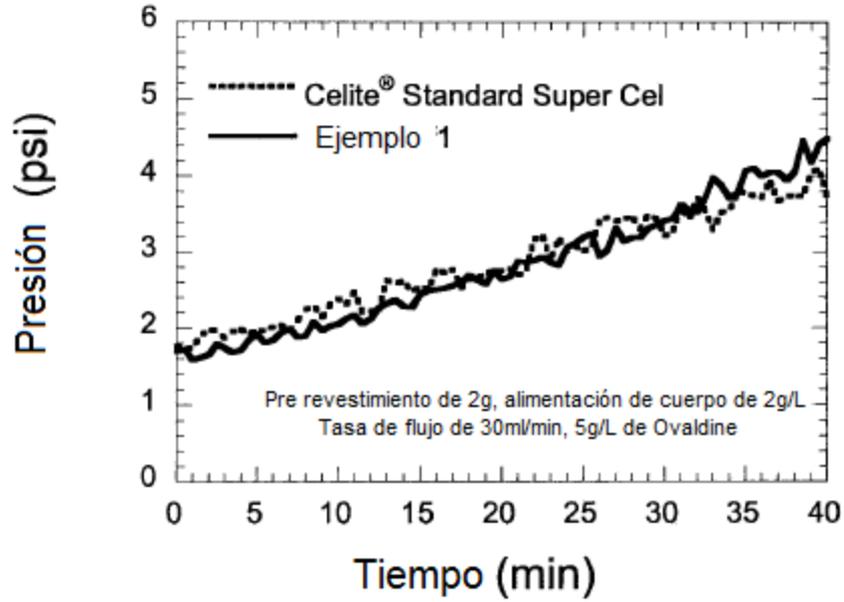


Figura 3A

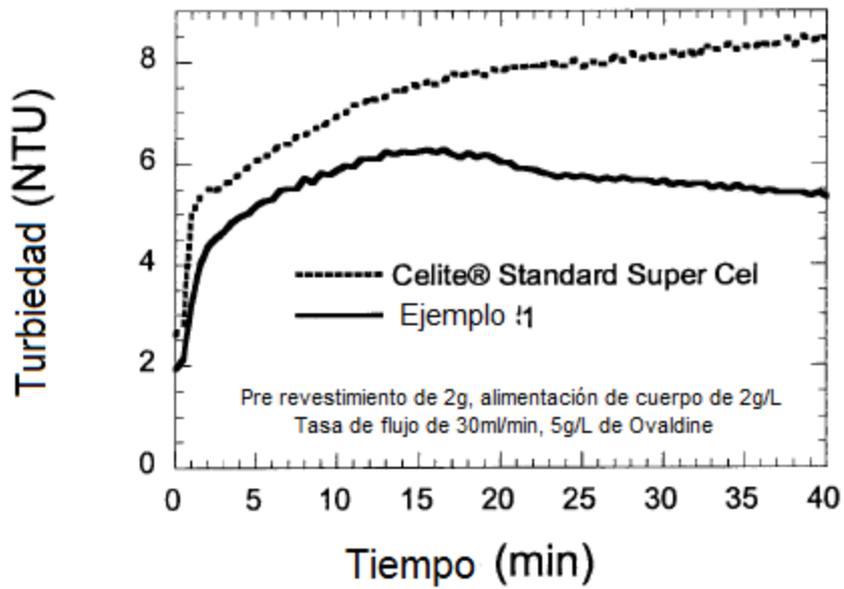


Figura 3B

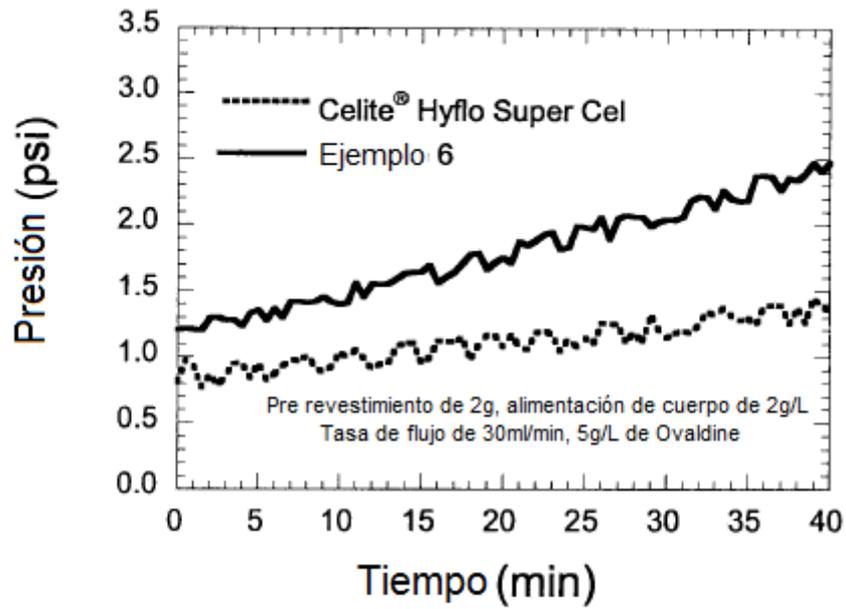


Figura 4A

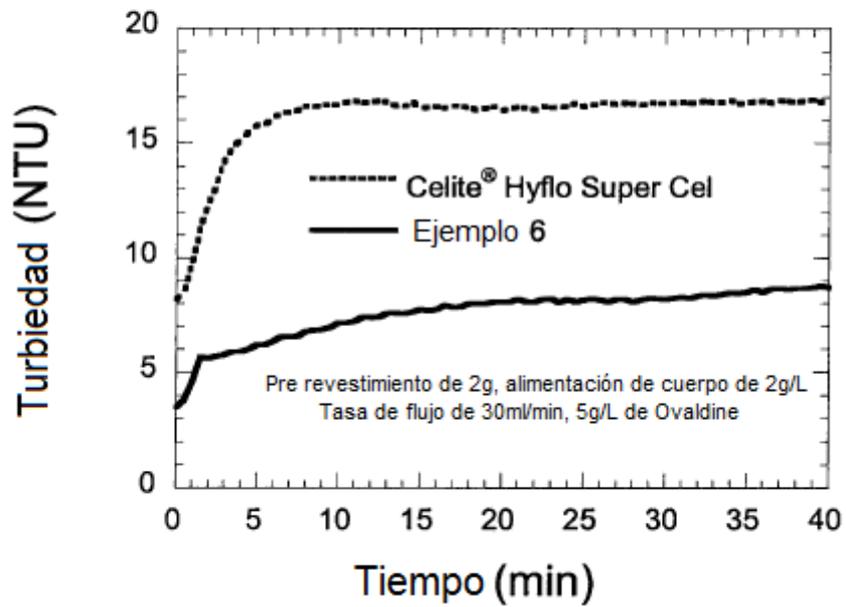


Figura 4B