

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 639 548**

51 Int. Cl.:

C01B 33/44 (2006.01)

C05D 9/00 (2006.01)

A23K 10/16 (2006.01)

A23K 20/28 (2006.01)

A23K 50/80 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.05.2013 E 13167891 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.08.2017 EP 2674397**

54 Título: **Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada a partir de arcilla y de macroalgas, producto fertilizante, complemento alimenticio para animales y alimento para peces correspondientes**

30 Prioridad:

15.06.2012 FR 1255653

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

27.10.2017

73 Titular/es:

**OLMIX (100.0%)
Le Lintan ZA du Haut du bois
56580 Brehan, FR**

72 Inventor/es:

**BALUSSON, HERVÉ;
LAZA-KNOERR, ANCA-LUCIA;
BALUSSON, SÉBASTIEN;
BLOUIN, SAMUEL y
VINTAN, DAN**

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

Observaciones:

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

ES 2 639 548 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

Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada a partir de arcilla y de macroalgas, producto fertilizante, complemento alimenticio para animales y alimento para peces correspondientes

1. Campo de la invención

5 El campo de la invención es el de los materiales compuestos elaborados al menos en parte a partir de materia orgánica.

Más precisamente, la invención se relaciona con una arcilla intercalada y/o exlamínada, y su procedimiento de preparación.

10 La invención encuentra particularmente pero no exclusivamente una aplicación en la fabricación de productos fertilizantes, alimentos para pez, complementos alimenticios destinados a los animales, y cerámicas. Puede igualmente ser utilizado a título de aditivo en la alimentación animal para mejorar la digestibilidad, estabilizar la flora intestinal, y/o inhibir la producción de metano en el rumen de los rumiantes.

2. Estado de la técnica

Las arcillas son rocas sedimentarias compuestas principalmente de silicatos estructurados en láminas, o filosilicatos.

15 Presentan una actitud notable en separar sus láminas para permitir que las moléculas de tamaños diversos, de origen mineral u orgánico, penetren entre estas láminas, cuando son sometidas a un tratamiento adaptado.

20 Se conocen arcillas tratadas con compuestos orgánicos, en cuyo interior los cationes orgánicos han sido absorbidos en el espacio interlaminar, en condiciones de reacción favorables, donde sustituyen a los cationes alcalinos, de manera que aumente el espacio entre los intersticios. Se conoce igualmente una técnica de tratamiento de arcillas con compuestos orgánicos que consiste en modificar la naturaleza de los ligandos a los cuales están coordinados los cationes de los espacios interlaminares.

25 Estos tratamientos confieren un carácter organófilo a la arcilla, o en otros términos una fuerte afinidad con las moléculas orgánicas, lo que permite, por ejemplo, utilizar una arcilla organófila para tratar efluentes o, emplearlos como carga en matrices poliméricas para producir nanocompuestos arcilla-polímero (M. Darder et al., Advanced Materials, vol. 19 issue 10, pp. 1309-1319, mayo, 2007).

Se encuentran principalmente arcillas organófilas bajo una forma agregada en la cual los cationes orgánicos están intercalados entre sus láminas, aún llamadas directamente arcillas intercaladas, o bajo una forma exlamínada, o en otros términos deslamínadas, en donde las láminas están separadas y dispersas, por ejemplo en una solución o una matriz.

30 De manera clásica, se obtiene una arcilla organófila intercalada mezclando íntimamente, por ejemplo con la ayuda de un agitador de hélice, la arcilla con un compuesto orgánico, o agente intercalante orgánico, utilizado bajo una forma purificada, por ejemplo una solución de amonio cuaternaria, polifenol, poliol polimérico hidrosoluble o alcohol poliédrico puro.

35 Con el fin de poder utilizar una arcilla organófila intercalada para adsorber compuestos orgánicos voluminosos difíciles de captar por otros materiales, se busca el exfoliar al menos parcialmente, lo que permite desarrollar uniones fuertes entre las láminas y el compuesto orgánico.

Para obtener un espacio interlaminar suficiente para permitir una exfoliación eficaz de una arcilla orgánica intercalada, se ha observado que el tamaño mínimo del espacio interlaminar en el interior de la arcilla intercalada debe ser típicamente de al menos 5 Angströms y preferiblemente de al menos 10 Angströms.

40 El espacio interlaminar depende a la vez de la naturaleza de los filosilicatos y de los cationes orgánicos adsorbidos, por lo que se busca utilizar arcillas y compuestos orgánicos adaptados.

Se conocen métodos de tratamiento para preparar arcillas organófilas intercaladas y/o exlamínadas utilizando moléculas orgánicas de síntesis y/o agentes químicos de reacción o solventes de síntesis.

45 Un inconveniente de estos métodos de tratamiento por vía química es que no son respetuosos del medio ambiente. Particularmente, pueden permanecer cantidades residuales de agentes químicos o de solventes en el interior de la arcilla después del tratamiento, lo que es por lo tanto más crítico puesto que los agentes químicos o los solventes empleados son la mayoría de las veces contaminantes.

Otro inconveniente conocido de estos métodos de tratamiento es que la absorción de los cationes orgánicos se opera lentamente.

50 Estas técnicas de tratamiento tienen igualmente por inconveniente ser costosas y/o complejas para controlar.

- 5 Con el fin de aportar una solución a estos problemas, y en particular de ofrecer una arcilla organófila intercalada o exlaminaada a base de compuestos naturales y obtenida por un procedimiento respetuoso del medio ambiente, se proponen técnicas, descritas en las solicitudes de patente WO 2006/030075, FR 2882997 y FR 2874912, que consisten en preparar una arcilla organófila a partir de un biopolímero extraído de algas que actúan como compuesto intercalante, conocido bajo el nombre comercial de "Amadéite" (marca registrada).
- Un inconveniente de la técnica llamada de "Amadéite" es que resulta bastante compleja, particularmente debido a que requiere previa extracción a partir de un alga de polisacáridos tales como ulvana, carragenano o alginato, por ejemplo.
- 10 Otro inconveniente de esta técnica es que el precio de coste de la "Amadéite" es elevado, lo que limita el número de aplicaciones para los cuales su utilización resulta económicamente viable, a saber particularmente la producción de nanocompuestos filossilicato-biopolímero destinados a las industrias de cosmética o de farmacia, y más generalmente a la fabricación de productos de fuerte valor añadido.
3. Objetivos de la invención
- 15 La invención tiene por lo tanto particularmente por objetivo paliar los inconvenientes del estado de la técnica citados aquí más arriba.
- Más precisamente la invención tiene por objeto suministrar una técnica de obtención de una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada que sea de un coste de venta reducido.
- Otro objetivo de la invención es suministrar una técnica de obtención de una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada que sea de utilización simple.
- 20 Un objetivo de la invención es igualmente proponer una técnica que permita obtener una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada a partir de materias naturales únicamente, y particularmente sin intermediario químico y por lo tanto sin transferencia de carga contaminante.
- Aún un objetivo de la invención es suministrar una técnica de obtención de una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada que sea eficaz y fiable.
- 25 4. Exposición de la invención
- La solicitante en busca de alcanzar estos objetivos y otros que aparecerán posteriormente, constata, de manera inesperada, que es posible preparar una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada a partir de arcilla y de macroalgas, gracias a un procedimiento de preparación inédito.
- 30 Conviene resaltar que el inconveniente es por lo tanto más sorprendente aunque es bien conocido que, en la naturaleza, las arcillas puestas en contacto con macroalgas no se transforman en arcillas intercaladas y/o exlaminaadas.
- En el marco de la invención, se entiende por el término "arcilla" un filossilicato de origen natural o sintético que presenta una estructura en láminas apropiada, que permite una adsorción de catión en el espacio interlaminar. Puede tratarse particularmente de esmectitas, tales como las montmorillonitas por ejemplo, y en particular las montmorillonitas de sodio, potasio y/o calcio, nontronitas, bedelleitas, volconsoicitas, hectoritas, saponitas, sauconitas, soboctitas, estebencitas, esvindorfitas y vermiculitas.
- 35 El término "arcilla" cubre también, más generalmente, una mezcla de diferentes arcillas.
- El término "macroalgas" se entiende en una aceptación amplia, y cubre las especies vegetales marinas de gran tamaño incluyendo particularmente polisacáridos solubles en agua, aminoácidos y polioles. Puede considerarse utilizar, en el marco de la invención, diversas variedades de macroalgas en mezcla.
- 40 Las macroalgas utilizadas por la invención pueden ser macroalgas provenientes de regiones septentrionales, por ejemplo de Noruega, que pueden presentar un contenido de materia seca comprendido entre 11 y 20%, o macroalgas que provienen de regiones meridionales, por ejemplo, de las costas Bretonas, o subtropicales cuyo contenido en materia seca varía generalmente entre 3 y 14%.
- 45 Puede tratarse de macroalgas frescas más o menos húmedas en su superficie, o de macroalgas secadas y luego hidratadas.
- Según la invención, un tal procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada comprende las siguientes etapas:
- 50 - obtención de macroalgas que comprenden entre 0,2 y 20% de materia seca, preferiblemente entre 6 y 20% de materia seca;

- molienda de las dichas macroalgas;

- mezcla bajo cizallamiento de las dichas macroalgas molidas con una masa de la dicha arcilla que representa entre 0,25 y 1,6 veces la masa de las dichas macroalgas, en proporciones, sobre extractos húmedos, durante una duración suficiente para permitir una intercalación y/o una exfoliación conveniente de la dicha arcilla, y preferiblemente al menos igual a una hora.

5 Así, de manera inédita, la invención propone obtener una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada mezclando íntimamente bajo cizallamiento, en proporciones definidas, la arcilla con macroalgas frescas o rehidratadas habiendo sufrido para sus transformaciones una molienda, y en caso dado un lavado.

10 El procedimiento según la invención es particularmente ingenioso, pues contrariamente a las técnicas de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada conocidas, no es más que un compuesto orgánico purificado que está mezclado con arcilla, pero de materia orgánica disponible en el estado en la naturaleza.

Además una sola etapa de mezcla es suficiente para obtener una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada, lo que es particularmente simple y bien adaptado para una utilización industrial.

15 En el marco de la invención, se entiende por la expresión "intercalación y/o exfoliación conveniente de la dicha arcilla", que al menos 10% del volumen de masa de la arcilla es intercalada y/o exlaminaada. En la práctica, la Solicitante ha constatado que una duración de mezcla de al menos una hora es la mayoría de las veces necesaria para avanzar hacia un estado estable de la mezcla.

20 La solicitante ha observado que cuando la relación en masa de arcilla/macroalga es inferior o igual a 0,25, el contenido en arcillas intercaladas y/o exlaminaadas obtenidas ya no aumenta más la duración de la mezcla. Aumentar la proporción de macroalgas más allá de 4 veces la masa de arcilla es por lo tanto inoperante para valorizar la masa de arcilla introducida en la mezcla, consumiendo algas.

25 Se nota igualmente que se escoge ingeniosamente una relación en masa arcilla/macroalgas inferior o igual a 1,6, se asegura que las arcillas intercaladas y/o exlaminaadas comprenden al menos 10%, y generalmente al menos 15 a 20% en peso (en extracto seco), de macroalgas con respecto al peso de la arcilla seca (que comprende menos de 5% de agua).

Ventajosamente, la dicha mezcla bajo cizallamiento es empleada al menos parcialmente con la ayuda de una extrusora de doble tornillo.

Así, la presión ejercida por la extrusora favorece la penetración y la intercalación de los compuestos orgánicos provenientes de macroalgas a nivel de láminas de arcilla.

30 Según un modo de realización particularmente ventajoso de la invención, un tal procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada comprende una etapa de secado de la dicha mezcla bajo vacío a una temperatura comprendida entre 30°C y 95°C, preferiblemente comprendida entre 60°C y 90°C y más aun preferiblemente comprendida entre 70°C y 90°C.

35 Así, se prolonga la fase de intercalación y/o de exfoliación de la arcilla durante el secado de la mezcla, bajo la acción combinada de vacío y de temperatura.

Esta etapa de secado permite particularmente obtener una más fuerte proporción de arcilla intercalada y/o exlaminaada bajo forma sólida a partir de la mezcla inicial de arcilla y de macroalgas y obtener arcillas intercaladas que presenten una separación entre láminas más importante y/o un contenido en arcillas exlaminaadas más importante lo que permite absorber compuesto orgánicos complejos.

40 Preferiblemente, la duración de la dicha etapa de secado es al menos igual a 2 horas.

La solicitante ha observado en efecto, que un secado demasiado rápido de la mezcla, y más precisamente en menos de 2 horas, puede disminuir la cantidad de arcilla intercalada que puede ser obtenida, y de manera aun más marcada la cantidad de arcilla exlaminaada en el interior de esta.

De manera aun más preferida, la duración de la dicha etapa de secado es al menos igual a 10 horas.

45 Según un aspecto particular de la invención, durante la dicha etapa de secado, la dicha mezcla es sometida a un vacío primario, o en otros términos, es mantenida bajo una presión absoluta comprendida entre 10 mbar y la presión atmosférica. Preferiblemente, el vacío primario aplicado a la mezcla corresponde a una presión absoluta comprendida entre 100 y 200 mbars, y aun más preferiblemente, sensiblemente igual a 150 mbars.

50 De manera ventajosa durante la dicha etapa de mezcla, la dicha mezcla es llevada a una temperatura comprendida entre 30°C y 90°C, y preferiblemente, sensiblemente igual a 75°C.

La solicitante ha constatado en efecto que en esta zona de temperatura, se favorece la adsorción de los

biopolímeros contenidos en las macroalgas entre las láminas de arcilla.

En al menos un modo de realización particular de la invención, la duración de la dicha etapa de mezcla bajo cizallamiento es al menos igual a 2 horas.

5 Según un aspecto particular de la invención, durante la mezcla, la relación en masa de la dicha arcilla con respecto a las dichas macroalgas está comprendida entre 0,3 y 1, preferiblemente entre 0,35 y 0,7, y de manera aun más preferida es igual a 0,42.

Así se obtiene la arcilla principalmente intercalada y/o exlaminaada, sin más consumo de macroalgas que el necesario.

10 En los modos de realización particular de la invención, la relación en masa de la dicha arcilla con respecto a las dichas macroalgas en el interior de la mezcla es superior a 1. Esta relación es igual respectivamente a 1,2, 1,4, y 1,5 en tres ejemplos de modos de realización particulares de la invención.

Preferiblemente, durante la dicha etapa de molienda, las dichas macroalgas son reducidas a fragmentos de tamaño inferior o iguales a 3 milímetros, preferiblemente inferior o igual a 0,7 milímetros.

Esto permite así realizar una mezcla homogénea.

15 De manera ventajosa, las dichas macroalgas son del género *Ulva* y preferiblemente de la especie *Ulva lactuca*.

Las algas verdes del género *Ulva*, o ulvas, son conocidas por proliferar de manera endémica en las costas, particularmente en las costas atlánticas y mediterráneas. Constituyen una materia prima disponible y de acceso fácil por lo cual se busca su valorización.

20 En otros modos de realización de la invención, puede considerarse la utilización de algas rojas (*Rhodophytes*), o algas marrones (*Phaeophyceae*), en la mezcla.

En al menos un modo de realización particular de la invención, durante la dicha etapa de mezcla, se mezcla con la dicha arcilla y las dichas macroalgas molidas al menos uno de los elementos que pertenecen al grupo que comprende:

- purines;

25 - fase líquida de un digerido de desechos orgánicos de origen agrícola o industrial;

- oligoelementos, tal como por ejemplo cobre bajo forma de sulfato de cobre;

- ácido orgánico, tal como ácido láctico;

- gelificante, tal como un polisacárido de origen vegetal o animal;

30 Se obtiene así después una mezcla, una suspensión en fase líquida que contiene la arcilla intercala y/o exlaminaada mejorada, habiendo absorbido derivados nitrogenados o potásicos de un purín o un digerido, cobre o un ácido orgánico, y/o extractos de un gelificante.

Se puede considerar la utilización de la suspensión obtenida sin transformación.

Así, por ejemplo, una suspensión obtenida por mezcla de arcilla, de macroalgas y de ácido láctico gelificante puede ser utilizada en el estado como complemento alimenticio para los animales.

35 Se puede prever la deshidratación de la suspensión, con el fin, por ejemplo, de formar un bloque para lamer.

Las partículas sólidas de arcilla intercalada y/o exlaminaada, pueden ser separadas de la fase líquida de la suspensión por centrifugación.

40 Cuando el purín o una fase líquida de un digerido se ha introducido en la mezcla, esto permite por ejemplo obtener un polvo utilizable como abono, después de lavado y secado de la arcilla intercalada y/o exlaminaada extraída de la suspensión, en caso dado después de compactación bajo forma de gránulos.

Conviene por otro lado resaltar que la adición de sulfato de cobre en la mezcla puede permitir ventajosamente la preparación de una suspensión susceptible de tratar como agente antibacteriano y como catalizador de las reacciones bioquímicas que operan en el sistema animal.

45 Se puede considerar igualmente introducir la zeolita en la mezcla de arcilla y de macroalgas, con el fin de mejorar la capacidad de retención de agua de la mezcla y la capacidad de mezcla para absorbe nitratos y potasio.

En al menos un modo de realización de la invención, un abono que presenta comportamientos convenientes se

obtiene mezclando con la dicha arcilla, las dichas macroalgas molidas, el purín o el digerido, y la zeolita, en la relación en masa de macroalgas, del purín del digerido y de las zeolitas, tomadas en conjunto, con relación a la dicha arcilla, siendo superior o igual a 0,63.

5 La invención se relaciona igualmente con una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada obtenida por uno cualquiera de los procedimientos de preparación descritos anteriormente.

Particularmente la invención se relaciona con una tal arcilla organófila que presenta una separación media entre láminas al menos igual a 10 Å, preferiblemente al menos igual a 30 Å, y/o al menos 10% de láminas exlaminaadas.

Se puede también prever la inserción de compuestos de naturaleza y de tamaño variados en la estructura en láminas de la arcilla, lo que abre la vía a numerosas aplicaciones.

10 Según un modo de realización preferencial de la invención, la dicha arcilla es una arcilla micronizada que se presenta preferentemente bajo la forma de partículas de diámetro equivalente comprendido entre 20 y 40 micrómetros, y preferiblemente igual a aproximadamente 7 micrómetros.

La finura de las partículas de arcilla favorece así el contacto entre la arcilla y las macroalgas en el interior de la mezcla.

15 De manera preferencial, la dicha arcilla es una bentonita sódica activada.

La bentonita sódica activada presenta en efecto una capacidad de intercambio catiónico y un poder de hinchamiento notable. Además su aprovisionamiento es fácil.

20 La invención se relaciona igualmente con un producto fertilizante tal como un abono o un producto fertilizante con efecto antifúngico, un complemento alimenticio destinado a animales, particularmente a peces de cultivo, y una carga para cerámica que comprende una arcilla organófila obtenida por uno de los procedimientos de preparación descritos precedentemente.

5. Descripción detallada de la invención

25 Otras características y ventajas de la invención aparecerán más claramente con la lectura de la siguiente descripción de los modos de realización de la invención, dados a título de simples ejemplos ilustrativos y no limitativos y de figuras anexas, entre las cuales:

- la figura 1 representa las etapas de un procedimiento de preparación de una arcilla organófila según la invención, bajo la forma de diagrama de bloques;

- la figura 2 es una representación normalizada de los difractogramas de ocho muestras de arcilla organófilas obtenidas según un procedimiento de preparación según la invención.

30 5.1 Ejemplo de modo de realización de la invención

En la figura 1, se representa de manera sinóptica las etapas de un procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada según la invención a partir de 100 kg de algas verdes frescas de la especie *Ulva lactuca* recolectadas en una zona de preplaya, que contiene 11% de materia seca.

35 Se vierten en una etapa 11 las algas en un molino de cuchillas equipado de una rejilla de tamizaje de malla de 1,7 milímetros.

La molienda de algas recogida a nivel de la rejilla de vaciado del molino se transfiere en continuo, en una etapa 12, en una cuba de mezcla.

40 En el transcurso de la etapa 12, se vierten 42 kg de bentonita sódica activada micronizada de 7 µm progresivamente en la tolva de relleno de una extrusora de doble tornillo corrotativa, de manera que premezcle la bentonita y los fragmentos de algas.

Esta premezcla es mezclada bajo presión y cizallamiento por la extrusora de doble tornillo a una velocidad de aproximadamente 50 tr/min durante 2 horas en una etapa 13. Se resalta que el cizallamiento de elongación ejercido por la extrusora en esta etapa favorece la exfoliación de partículas que han sido intercaladas.

45 Durante esta etapa 13, la temperatura de mezcla se mantiene a 75°C gracias a una unidad de regulación de temperatura que actúa en los elementos de calentamiento montados en los bordes laterales de la extrusora.

La mezcla obtenida es vertida entonces en una cuba cerrada.

En una etapa 14, se despresuriza la cuba hasta alcanzar un vacío primario de un valor de 150 mbars en presión absoluta, de manera que favorece la continuación del proceso de intercalación/exfoliación y se procede al secado bajo vacío de la mezcla obtenida, durante una duración de 14 horas, a una temperatura de 75°C.

El contenido de la cuba es tamizado en una etapa 15, con el fin de aislar las partículas de bentonita parcialmente intercaladas y/o exlaminaadas, que contienen no obstante aproximadamente 20% en masa de compuestos de algas adsorbidos, de espaciamiento interlaminaar medio comprendido entre 10 y 20 Å.

5 Se resalta que las partículas de bentonita organófila obtenidas pueden ser incorporadas por ejemplo en su estado en una preparación alimenticia para animales, como complemento o como aditivo alimenticio, a razón de 0,1% a 10% en masa, preferiblemente de 4 a 6% en masa, y aun más preferiblemente 5% en masa.

A título de ejemplo, puede preverse la mezcla de 5,5% en masa de partículas de bentonita organófila según la invención con proteínas de origen vegetal y/o animal con el fin de obtener una preparación alimenticia destinada a ser consumida por peces de cultivo en instalaciones piscícolas.

10 Se puede prever igualmente nutrir los peces únicamente con la arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada según la invención, en un modo de realización particular de la invención.

Pueden utilizarse igualmente en su estado en la composición de una cerámica, en cuyo interior pueden utilizarse ventajosamente como carga en proporciones en masa comprendidas entre 0,5 a 2%, preferiblemente entre 0,8 a 1,2%.

15 Estas partículas pueden aun ser utilizadas para producir una base de abono, mezclándolas con zeolita y purín porcino.

En variantes de este modo de realización de una arcilla organófila según la invención, puede preverse igualmente mezclar 100 kg de algas molidas frescas con 30 kg, 60 kg o 90 kg de bentonita.

5.2 Otros ejemplos de modos de realización de la invención

20 Se describe a continuación un procedimiento alternativo de preparación de una base de abono binario a partir de una mezcla de 20 kg de montmorillonita, 40 kg de macroalgas frescas molidas, 60 kg de zeolita de tipo clinoptilolita y de 150 litros de una fase líquida de un digerido de desechos orgánicos industriales que presentan un contenido de nitrógeno de aproximadamente 3800 ppm y un contenido en potasio de 3200 ppm.

25 Después de la agitación de esta mezcla durante 18 h, a temperatura ambiente, se observa que la montmorillonita y la zeolita se saturan en nitrógeno y potasio, en proporciones ponderales respectivas superiores a 1,3% de la masa total de montmorillonita y de zeolita.

Al final de la mezcla, la fase sólida de la mezcla se separa por centrifugación, luego se seca siguiendo una técnica de secado conocida en sí misma.

30 La base del abono sólido obtenida es completada con fuentes de oligoelementos conocidos en sí mismos, por ejemplo sulfato de hierro monohidratado para el aporte de hierro, que provienen de un subproducto de tratamiento de la ilminita, comúnmente llamada "filtersaltz", y en caso dado de los fosfatos, con el fin de obtener un abono orgánico completo.

35 Conviene resaltar que antes de ser descartada con los efluentes hacia un curso de agua, la fase líquida de la mezcla sufre un tratamiento, particularmente con el fin de eliminar los metales pesados. Con este fin, un material compuesto del tipo de los descritos en el documento PCT/FR2008/051125 puede ser utilizado por ejemplo para atrapar los metales pesados. En las variantes de este modo de realización de una base de abono, se puede considerar la incorporación de una masa de zeolita en la mezcla que representa 0,25 a 4 veces la masa acumulada de arcilla y de algas frescas molidas introducidas en la mezcla.

40 Se da en la Tabla 1 más abajo un ejemplo de formulación de una mezcla destinada a ser suministrada a bovinos en el marco de su alimentación. Las cantidades de cada constituyente de la mezcla están dadas en porcentaje ponderal en esta Tabla 1.

Tabla 1

Producto	%
Bentonita	13
Algas frescas molidas (Ulva lactuca)	30
Agua	49
Solución de ácido láctico (9%)	8

Con el fin de obtener una mezcla lista para el empleo, esta mezcla es mantenida ventajosamente a una temperatura de 45°C y agitada durante 3 h, de manera que permita una intercalación conveniente de los compuestos de algas entre las láminas de bentonita, y para una parte de ellas su exfoliación.

5 En las variantes de realización de esta mezcla para alimentación animal, puede preverse hacer variar la proporción de agua en la mezcla entre 45 y 55%, y la proporción de solución de ácido láctico en la mezcla entre 6 y 9%.

Se resalta que esta mezcla para la alimentación bovina puede ser suministrada ventajosamente bajo la forma de un bloque para lamer.

10 La Tabla 2 más abajo precisa la formulación de una mezcla líquida destinada a ser utilizada como agente antibacteriano. Las cantidades de cada constituyente de la mezcla están dadas en porcentaje ponderal en la Tabla 2.

Tabla 2

Producto	%
Bentonita	14,37
Algas frescas molidas (Ulva lactuca)	32,35
Agua	53,19
Sulfato de cobre pentahidratado	0,09

15 Después de haber vertido los constituyentes listados en la Tabla 2 en una cuba, y mezclado el conjunto durante una hora a una temperatura de 75°C se obtiene una suspensión líquida en la cual la bentonita que se presenta bajo la forma de partículas intercaladas por compuestos de algas y del conjunto de láminas exlaminaadas dispersadas en la suspensión, se carga con 500 ppm de cobre.

5.3 Medida del grado de exfoliación de diferentes arcillas organófilas obtenidas según un procedimiento de preparación según la invención

20 Se representan en la figura 2 los diagramas de difracción obtenidos por difracción de rayos X, o difractogramas, de 8 muestras de arcillas organófilas intercaladas y/o exlaminaadas obtenidas cada una por el procedimiento de preparación según la invención descrito en referencia a la figura 1.

En la figura 2, los diferentes difractogramas se ha normalizado utilizando el pico de difracción asociado con una distancia intralaminar igual a 45 nm.

25 La tasa de materia seca de las macroalgas verdes utilizadas para preparar estas 8 muestras de arcillas organófilas intercaladas y/o exlaminaadas está comprendida entre 10,0 y 11,2%. La relación en masa de arcilla en macroalgas húmedas es respectivamente de 0,27, 0,44, 0,46, 0,54, 0,63, 0,66, 1 a 1,58 para estas diferentes muestras.

La interpretación de estos diferentes difractogramas muestra que las diferentes muestras presentan cada una un contenido en arcillas exlaminaadas significativo, valorado entre 10 y 90% según las muestras, que aumenta cuando la relación arcilla/macroalgas disminuye.

30

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada a partir de arcilla y de macroalgas, que comprende las siguientes etapas:
- 5 - obtención de macroalgas que comprenden entre 0,2 y 20% de materia seca, preferiblemente entre 6 y 20% de materia seca;
- molienda (11) de las dichas macroalgas;
- 10 - mezcla bajo cizallamiento (13) de las dichas macroalgas molidas con una masa de la dicha arcilla que representan entre 0,25 y 1,6 veces la masa de las dichas macroalgas, en proporciones, durante una duración suficiente para permitir una intercalación y/o una exfoliación conveniente de las dicha arcillas, y preferiblemente al menos igual a una hora.
2. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada según la reivindicación 1, caracterizado por que la dicha mezcla bajo cizallamiento es utilizada al menos parcialmente con la ayuda de una extrusora de doble tornillo.
- 15 3. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque comprende una etapa de secado de la dicha mezcla bajo vacío a una temperatura comprendida entre 30°C y 95°C, preferiblemente comprendida entre 60°C y 90°C y de manera aun más preferida comprendida entre 70°C y 90°C.
4. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada según la reivindicación 3, caracterizada porque la duración de la dicha etapa de secado es al menos igual a 2 horas.
- 20 5. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada según una cualquiera de las reivindicaciones 3 y 4, caracterizado porque durante la dicha etapa de secado, la dicha mezcla es sometida a un vacío primario, que corresponde preferiblemente a una presión absoluta comprendida entre 100 y 200 mbars, y aun más preferencialmente de manera sensible igual a 150 mbars.
- 25 6. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque durante la dicha etapa de mezcla, la dicha mezcla es llevada a una temperatura comprendida entre 30°C y 90°C, y preferiblemente de manera sensible igual a 75°C.
7. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la dicha duración de la dicha etapa de mezcla es al menos igual a 2 horas.
- 30 8. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque, durante la mezcla, la relación en masa de la dicha arcilla con respecto a las dichas macroalgas está comprendida entre 0,3 y 1, preferiblemente entre 0,35 y 0,7, y de manera aun más preferiblemente es igual a 0,42.
- 35 9. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque durante la dicha etapa de molienda, las dichas macroalgas son reducidas a fragmentos de tamaño inferior o igual a 3 milímetros, preferiblemente inferior o igual a 0,7 milímetros.
10. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque las dichas macroalgas son del género *Ulva* y preferiblemente de la especie *Ulva lactuca*.
- 40 11. Procedimiento de preparación de una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque durante la dicha etapa de mezcla, se mezcla con la dicha arcilla y las dichas macroalgas molidas al menos uno de los elementos que pertenecen al grupo que comprende:
- 45 - purín;
- fase líquida de un digerido de desechos orgánicos de origen agrícola o industrial;
- oligoelementos;
- un ácido orgánico, tal como el ácido láctico;
- gelificante.
12. Producto fertilizante que comprende una arcilla organófila intercalada y/o exlamínada obtenida por uno cualquiera de los procedimientos de preparación según las reivindicaciones 1 a 11.

13. Complemento alimenticio destinado a animales, particularmente a peces de cultivo, que comprende una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada obtenida por uno cualquiera de los procedimientos de preparación según las reivindicaciones 1 a 11.

5 14. Utilización de una arcilla organófila intercalada y/o exlaminaada obtenida por uno cualquiera de los procedimientos de preparación según las reivindicaciones 1 a 11 como alimento para peces.

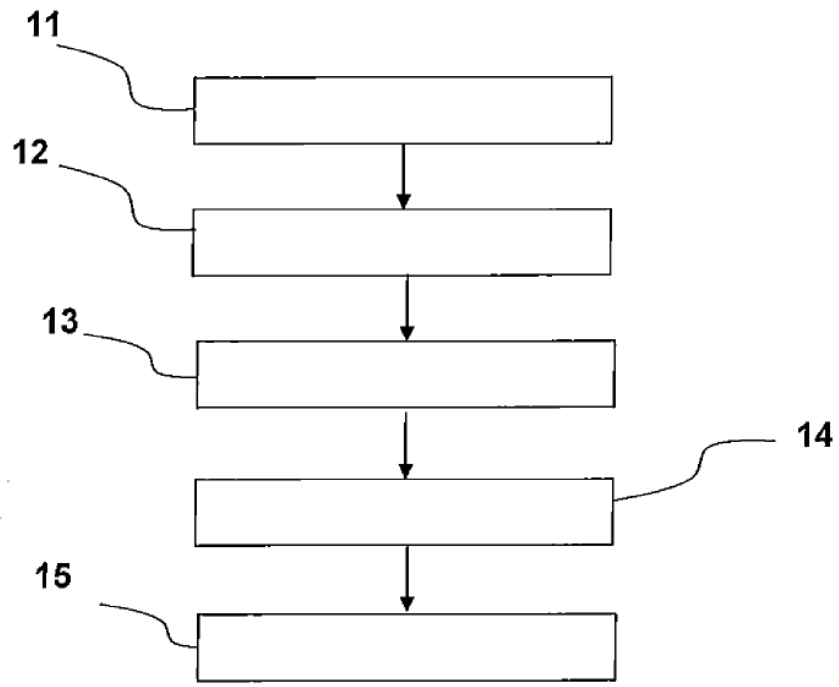


Fig. 1

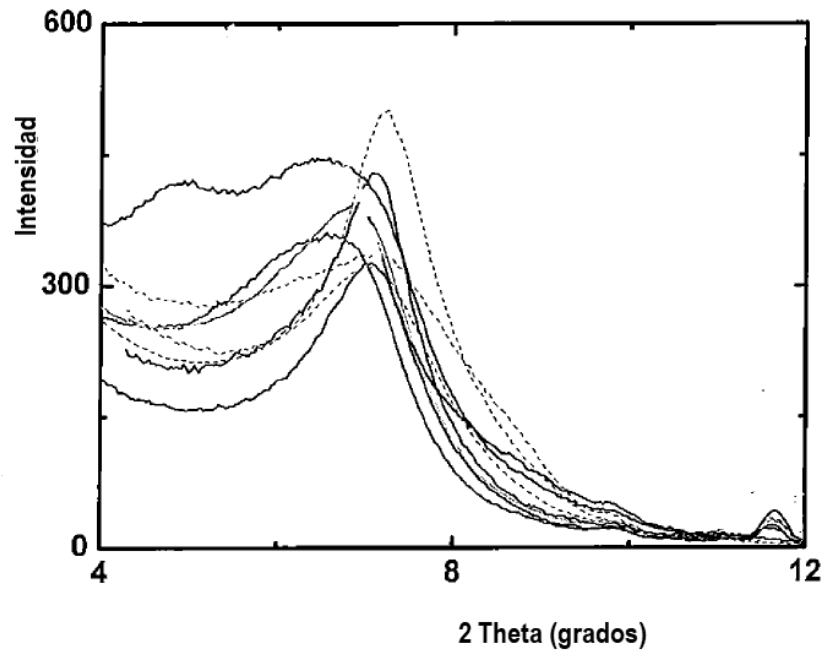


Fig. 2