

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 995 337**

51 Int. Cl.:

B01D 37/02 (2006.01)

B01D 37/04 (2006.01)

B01J 20/10 (2006.01)

B01J 20/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.01.2017** **PCT/US2017/015425**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.08.2017** **WO17132558**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.01.2017** **E 17745005 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2024** **EP 3408007**

54 Título: **Mezcla de auxiliar de filtración tratada con ácido**

30 Prioridad:

28.01.2016 US 201662288218 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.02.2025

73 Titular/es:

IMERYS FILTRATION MINERALS, INC. (100.00%)
1732 North First Street Suite 450
San Jose, CA 95112, US

72 Inventor/es:

TANIGUCHI, JEFFREY, D. y
TIHOMIROV, LARISA

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 995 337 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

Mezcla de auxiliar de filtración tratada con ácido

5 Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

La presente solicitud reivindica el beneficio de la prioridad de la solicitud provisional de patente U.S. n.º 62/288.218, presentada el 28 de enero de 2016.

10 Campo de la exposición

La presente exposición se refiere a auxiliares de filtración tratados con ácido. La exposición se refiere, además, a métodos para fabricar auxiliares de filtración tratados con ácido y a métodos de utilización de auxiliares de filtración tratados con ácido. La exposición se refiere, además, a productos auxiliares de filtración que presentan un bajo contenido de metales solubles y altas tasas de filtración.

15 Antecedentes

Muchas bebidas, tales como el té verde, pueden presentar sedimentos flotantes, turbios, floculados (floculantes), sedimento de tipo precipitado, partículas y similares (colectivamente denominados "sedimento") en el envase como consecuencia del procedimiento de fabricación de la bebida. Para bebidas contenidas en envases transparentes, tales como los té, el sedimento puede conducir a una apariencia indeseable y a la pérdida de su valor de mercado o a una reducción de las ventas debido al deseo de los consumidores de evitar las bebidas con sedimento.

El sedimento puede describirse de diversas formas, incluyendo "sedimento primario", que puede empezar a precipitar poco después de finalizar la fabricación de la bebida, y "sedimento secundario", que puede precipitar gradualmente después de la fabricación, incluyendo durante el almacenamiento y transporte a comercializadores o consumidores. La formación de sedimento primario ha intentado mitigarse mediante métodos entre los que se incluyen la centrifugación, el tratamiento enzimático y la filtración de membrana, con éxito variable. El sedimento secundario resulta más difícil de evitar, aunque se han propuesto e intentado algunos métodos. La filtración es un método propuesto, aunque los auxiliares de filtración que presentan propiedades de filtración suficientes son caros y están en alta demanda. Por lo tanto, pueden resultar difíciles de obtener e incrementan el coste de producir una bebida deseable.

De acuerdo con lo anterior, puede resultar deseable proporcionar un auxiliar de filtración mejorado para filtrar bebidas. También puede resultar deseable proporcionar un auxiliar de filtración que reduzca el sedimento y las impurezas, que presente un coste de producción más bajo con tasas de filtración aceptables. También puede resultar deseable proporcionar un método mejorado de filtración de un líquido.

El documento n.º WO 2014/004349 A1 da a conocer un auxiliar de filtración compuesto que comprende tierra diatomea y vidrio natural. Los documentos n.º US4142968A y n.º US4965084A dan a conocer composiciones de auxiliar de filtración adicionales según la técnica anterior.

45 Descripción resumida

Según la invención, una composición de auxiliar de filtración comprende un primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido que presenta una primera distribución de tamaño de partículas; y un segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido que presenta una segunda distribución de tamaño de partículas, donde la composición de auxiliar de filtración presenta una distribución de tamaño de partículas multimodal tal que la primera distribución de tamaño de partículas presenta un d_{50} mayor que el de la segunda distribución de tamaño de partículas; y en donde: el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 10 μm y 50 μm , y el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 0,5 μm y 15 μm .

Según la invención, un método para fabricar una composición de auxiliar de filtración comprende: proporcionar un primer auxiliar de filtración a base de sílice que presenta una primera distribución de tamaño de partículas; proporcionar un segundo auxiliar de filtración a base de sílice que presenta una segunda distribución de tamaño de partículas; y mezclar el primer auxiliar de filtración a base de sílice con el segundo auxiliar de filtración a base de sílice para formar la composición de auxiliar de filtración, donde la composición de auxiliar de filtración presenta una distribución de tamaño de partículas multimodal tal que la primera distribución de tamaño de partículas presenta un d_{50} mayor que el de la segunda distribución de tamaño de partículas, que comprende, además, el tratamiento ácido de la composición de auxiliar de filtración después de mezclar el primer auxiliar de filtración a base de sílice con el segundo auxiliar de filtración a base de sílice; y en donde: el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 10 μm y 50 μm , y el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 0,5 μm y 15 μm .

Según la invención, un método de filtración de un fluido, comprende: proporcionar una composición de auxiliar de filtración que comprende un primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido y un segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido; y filtrar el líquido a través de la composición de auxiliar de filtración, en donde la composición de auxiliar de filtración presenta una distribución de tamaño de partículas tal que la distribución de tamaño de partículas del primer auxiliar de filtración a base de sílice presenta un d_{50} mayor que el de la distribución de tamaño de partículas del segundo auxiliar de filtración a base de sílice; y en donde: el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 10 μm y 50 μm , y el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 0,5 μm y 15 μm .

Según todavía otro aspecto, un método de preparación de un auxiliar de filtración puede incluir proporcionar una primera composición de auxiliar de filtración a base de sílice, proporcionar una primera composición ácida seleccionada del grupo de ácido oxálico y ácido acético glacial, y extraer metales solubles de la primera composición de auxiliar de filtración a base de sílice utilizando la primera composición ácida.

Descripción de las figuras

Las realizaciones de ejemplo se ilustrarán adicionalmente mediante referencia a las siguientes figuras:

La FIG. 1 muestra un gráfico de la presión diferencial frente al tiempo de auxiliares de filtración de ejemplo.
La FIG. 2 muestra un gráfico de la turbidez de Hatch frente al tiempo de auxiliares de filtración de ejemplo.

Descripción detallada

Según algunas realizaciones, la presente exposición puede proporcionar auxiliares de filtración a base de sílice tratados con ácido para la filtración de bebidas.

El término "aproximadamente" se refiere a casi igual a una cantidad o valor referenciado y debe entenderse que comprende $\pm 5\%$ de la cantidad o valor especificado.

Las propiedades del tamaño de las partículas para los minerales se midieron según los métodos conocidos por el experto en la materia utilizando la dispersión de la luz de los materiales particulados en un estado completamente disperso en un medio acuoso utilizando un aparato de difracción láser Microtrac S3500 suministrado por Microtrac, un miembro de Nikkiso. El tamaño de las partículas se denomina "diámetro esférico equivalente" (dee). El tamaño de partículas medido se puede proporcionar en forma de gráfico del porcentaje acumulado por peso de partículas que presentan un tamaño menor que los valores de dee. La mediana del tamaño de partícula, d_{50} , es el valor determinado como el dee en el que el 50 % de las partículas en peso presentan un dee menor que el de un valor particular.

Se pueden utilizar muchos materiales a base de sílice, tales como la diatomita, para filtrar líquidos, por ejemplo, cerveza o té, tal como el té verde. Lo anterior puede, en algunos casos, resultar en contaminación del líquido por metales, tales como el hierro (en forma de Fe^{2+} y/o Fe^{3+}) o aluminio (en forma de iones Al^{3+}). Por lo tanto, resulta deseable reducir el contenido de metales solubles, incluyendo reducir el contenido de hierro y/o aluminio soluble, en el producto de diatomita. La cantidad de iones metálicos solubles en la cerveza (p. ej., hierro soluble en cerveza o aluminio soluble en cerveza) puede proporcionar indicadores útiles del grado en que ocurre la contaminación por estas impurezas, lo que puede indicar la solubilidad en otros líquidos, tales como el té.

Se han establecido métodos analíticos en la industria para determinar la solubilidad del hierro de productos de diatomita. Según el método utilizado en la presente memoria, se lixivia un auxiliar de filtración con una solución de ácido cítrico/etanol. El hierro férrico presente en la solución a continuación se reduce mediante la adición de ácido ascórbico. El hierro ferroso resultante forma un complejo de color violeta con el reactivo FerroZine®, un compuesto de sal disódica de 3-(2-piridil)-5,6-bis(ácido 4-fenilsulfónico)-1,2,4-triazina, de manera que la concentración de hierro se determina mediante un espectrofotómetro. Tal como se utiliza en la presente memoria, la expresión "contenido de hierro soluble" se refiere a la cantidad de hierro soluble medida mediante el procedimiento de extracción con solución de ácido cítrico/etanol (ver el Ejemplo 3).

Otro método para analizar la solubilidad del hierro de productos de diatomita utiliza la espectrofotometría de emisión de plasma de argón acoplado inductivamente (ICP, por sus siglas en inglés). Este método utiliza HCl para extraer hierro del auxiliar de filtración y a continuación analiza la extracción ácida mediante ICP.

Todavía otro método desarrollado por la Sociedad Americana de Químicos Cerveceros (ASBC, 1987) determina el contenido soluble de hierro en cerveza como un indicador de la solubilidad del hierro para diversos líquidos. El método ASBC es un método colorimétrico calibrado que utiliza 1,10-fenantrolina (es decir, o-fenantrolina, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$). Si la muestra que va a someterse a ensayo es un producto no calcinado, la muestra debe secarse a peso constante a 110 °C en aire y posteriormente dejarse enfriar hasta la temperatura ambiente al aire (es decir, secarse). Si la muestra que va a analizarse es un producto calcinado o calcinado con fundente, la muestra debe secarse a peso constante a

temperatura ambiente en aire. Se añaden 5 g de muestra a 200 ml de cerveza descarbonatada (tal como BUDWEISER®, marca registrada de Anheuser-Busch) a temperatura ambiente, y la mezcla se somete a agitación intermitente durante un tiempo transcurrido de 5 min y 50 s. A continuación, la mezcla se transfiere inmediatamente a un embudo que contiene papel de filtro de 25 cm de diámetro, del cual se descarta el filtrado recogido durante los primeros 30 segundos. A continuación, se recoge el filtrado durante los siguientes 150 segundos, y se trata una porción de 25 ml con aproximadamente 25 mg de ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$) para reducir los iones de hierro disueltos al estado ferroso (es decir, Fe^{2+}), rindiendo un "extracto de muestra". El color se desarrolla mediante la adición de 1 ml de 1,10-fenantrolina al 0,3 % (p/v) y, después de 30 min, se compara la absorbancia de la solución de muestra resultante con una curva patrón de calibración. La curva de calibración se prepara a partir de soluciones patrón de hierro de concentración conocida en cerveza. El filtrado no tratado se usa como blanco del método para corregir la turbidez y el color. La absorbancia se mide a 505 nm utilizando un espectrofotómetro, en este caso, un Milton & Bradley Spectronic. El límite de cuantificación (es decir, el límite de detección) puede estar aproximadamente en 2 mg de Fe/kg de auxiliar de filtración.

También se han establecido métodos analíticos para determinar la solubilidad del aluminio de productos de diatomita. Según el método utilizado en la presente memoria, un auxiliar de filtración se lixivia con una solución de ácido cítrico/etanol, y el aluminio en el filtrado se atomiza luego en un horno de grafito. Los átomos de aluminio en estado fundamental absorben radiación a 309,4 nm emitida por una lámpara de cátodo hueco. La concentración de aluminio se determina a continuación por referencia a una curva de calibración obtenida mediante la aplicación de la Ley de Beer. Tal como se utiliza en la presente memoria, la expresión "contenido de aluminio soluble" se refiere a la cantidad de aluminio soluble medida mediante el procedimiento de extracción con solución de ácido cítrico/etanol (ver el Ejemplo 4).

Otro método para analizar la solubilidad del aluminio de productos de diatomita utiliza la espectrofotometría de emisión de plasma de argón acoplado inductivamente (ICP, por sus siglas en inglés). Los extractos de muestra se prepararon según el método de la Sociedad Americana de Químicos Cerveceros (ASBC) para la cerveza (tal como se ha descrito anteriormente para el hierro) y se diluyeron con ácido nítrico al 2 % (v/v) en agua desionizada hasta una concentración de cerveza del 20 % (v/v). Dicha dilución es necesaria para optimizar la sensibilidad a la vez que se mantiene la estabilidad del plasma. Los datos de análisis de las soluciones extractas diluidas se pueden recopilar utilizando un espectrofotómetro secuencial Baird Model PSX ICP capaz de operar en múltiples órdenes espectroscópicos entre 160 nm y 800 nm. La unidad está equipada con un monocromador Czerny-Turner modificado de 0,75 m con regulación de temperatura (Acton Research Corporation Model L-507) evacuado a 8,5 Pa (aproximadamente 65 militorr) y emplea un oscilador controlado por cristal que genera una frecuencia de radio de 40,68 MHz, y produce un plasma en un conjunto de antorcha concéntrica de sílice fundida mediante la aplicación de 700 W de potencia directa (para los análisis presentados en la presente memoria) con menos de 0,5 W de potencia reflejada. Se utilizó argón líquido de grado para soldadura para el plasma primario, y se suministró a través de un controlador de flujo másico (Emerson Electric Company, Brooks Instrument Division Model 5876) en aproximadamente 46 unidades relativas. Se suministró un flujo de argón para purgar los componentes ópticos de interfaz a razón de 4,0 unidades relativas según medición con un rotámetro de Matheson. Las longitudes de onda se seleccionaron utilizando un mecanismo de barra seno, con longitudes de onda de referencia absoluta establecidas en el borde de la rejilla de 160,000 nm y en la longitud de onda de emisión de argón estándar primario de 15,859 nm. El aluminio soluble puede determinarse en la línea espectral de primer orden de 396,152 nm. Las interferencias espectrales del calcio, vanadio y manganeso también pueden evaluarse para esta línea y se puede hacer una determinación de interferencia para contabilizar estos metales adicionales. Las intensidades de las soluciones de muestra pueden compararse con las de una serie de patrones preparados en cerveza a partir de soluciones de referencia patrón de aluminio comerciales (Spex Industries, Inc.). El límite de cuantificación (es decir, el límite de detección) puede ser de aproximadamente 2 mg de Al/kg de auxiliar de filtración.

El contenido total de sílice de los auxiliares de filtro a base de sílice (tanto antes como después del tratamiento ácido) puede determinarse mediante la utilización de espectrometría de fluorescencia de rayos X. Dicha técnica también resulta útil para determinar el contenido total de otros elementos, tales como aluminio, hierro y sodio.

El método de fluorescencia de rayos X de "matriz de tetraborato fundido" puede utilizarse para determinar los contenidos totales de elementos de los auxiliares de filtración a base de sílice. En este método, una muestra de 2 gramos de diatomita (tras tostarla a 950 °C en aire durante 1 h), se fusiona con 7,7 gramos de tetraborato de litio ($Li_2B_4O_7$), y la fusión se moldea en un botón de 40 mm. El botón se analiza usando un espectrómetro de fluorescencia de rayos X simultáneo Philips PW1600. Este sistema fue calibrado usando más de 40 materiales de referencia, la mayoría de los cuales están tabulados en Govindaraju, K. (julio de 1989), Geostandards Newsletter, vol. XIII. El tiempo de conteo en elementos principales, tales como silicio, aluminio, hierro o sodio, es de 60 segundos y cada elemento se determina a través de su propio canal fijo. Los datos de pérdida por ignición se obtienen de la operación de tueste mencionada. Para considerar la pérdida natural de hidratación dentro de la estructura de sílice, puede informarse el contenido total de silicio, aluminio, hierro y sodio para todos los ejemplos sobre una base incinerada para sus respectivos óxidos altos (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 y Na_2O). Tal como se utiliza en la presente memoria, la expresión "sobre una base incinerada" refleja el tratamiento previo de la muestra mediante tueste a 950 °C en aire durante 1 hora antes del análisis.

En un método alternativo de fluorescencia de rayos X de "matriz de aglutinante prensado" para determinar el contenido total de elementos, una muestra de 3 gramos de diatomita (después de tostar a 950 °C en aire durante 1 h) se añade a 0,75 gramos de aglutinante SPECTROBLEND (marca comercial registrada, Chemplex). La mezcla se muele mediante agitación durante 5 minutos en un vial de mezcla de carburo de tungsteno con una bola de impacto. A continuación, la mezcla resultante se prensa en un troquel de 31 mm a 24.000 libras por pulgada cuadrada (165 MPa) para formar una pellet. La composición química se determina seguidamente utilizando un espectrómetro de fluorescencia de rayos X dispersivo de energía Spectrace 6000 operando con parámetros fundamentales, con calibración usando seis patrones de diatomita preparados de la misma manera que las muestras. El instrumento emplea un detector de Li(Si) enfriado electrónicamente y una fuente de rayos X de objetivo de rodio de 50 kV, y está configurado para resultar en la excitación de la muestra con aproximadamente 50% de tiempo muerto. Las intensidades de pico de los espectros se analizan mediante comparación de análisis de forma de línea con espectros de referencia de elemento único. Específicamente, las intensidades de pico K_{α} utilizadas para las determinaciones de silicio, aluminio y hierro corresponden a energías de 1,740 keV, 1,487 keV y 6,403 keV, respectivamente. Las intensidades de pico de los patrones de diatomita se convierten en tasas de recuento de elementos puros, que se utilizan para determinar los contenidos de elementos en las muestras, mediante la intensidad de pico y el ajuste de datos. Dicho método consigue resultados comparables al método mencionado anteriormente para todos los elementos, excepto el sodio, para el que el error relativo es significativamente mayor que para el método de matriz de tetraborato fundido.

Según la invención, una composición de auxiliar de filtración incluye un primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido que presenta una primera distribución de tamaño de partícula y un segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido que presenta una segunda distribución de tamaño de partícula. La composición de auxiliar de filtración presenta una distribución de tamaño de partícula multimodal de tal manera que la primera distribución de tamaño de partícula presenta un d_{50} mayor que el de la de la segunda distribución de tamaño de partícula.

Según algunas realizaciones, la composición de auxiliar de filtración puede incluir entre aproximadamente 5 % en peso y aproximadamente 95 % en peso del primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido. Por ejemplo, la composición de auxiliar de filtración puede incluir entre aproximadamente 15 % en peso y aproximadamente 85 % en peso, entre aproximadamente 30% en peso y aproximadamente 70% en peso, entre aproximadamente 40 % en peso y aproximadamente 60 % en peso, entre aproximadamente 10 % en peso y aproximadamente 40 % en peso, entre aproximadamente 60 % en peso y aproximadamente 90 % en peso, o entre aproximadamente 45 % en peso y aproximadamente 55 % en peso del primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido.

Según algunas realizaciones, la composición de auxiliar de filtración puede presentar una permeabilidad en un intervalo de entre aproximadamente 0,005 Darcy y aproximadamente 0,5 Darcy. Por ejemplo, la composición de auxiliar de filtración puede presentar una permeabilidad comprendida en el intervalo de entre aproximadamente 0,05 Darcy y aproximadamente 0,3 Darcy, de entre 0,05 Darcy y aproximadamente 0,1 Darcy, o de entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 0,2 Darcy.

Según algunas realizaciones, la composición de auxiliar de filtración puede presentar una conductividad inferior a aproximadamente 20 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Por ejemplo, la composición de auxiliar de filtración puede presentar una conductividad comprendida en el intervalo de entre aproximadamente 0,01 y aproximadamente 20 $\mu\text{S}/\text{cm}$, de entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 15 $\mu\text{S}/\text{cm}$, o de entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Según algunas otras realizaciones, la composición de auxiliar de filtración puede presentar una densidad húmeda centrifugada que varía entre aproximadamente 0,05 y aproximadamente 0,5 g/cm^3 , por ejemplo, que varía entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 0,3 g/cm^3 , o entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 0,25 g/cm^3 .

Según algunas realizaciones, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de metales pesados solubles menor o igual a aproximadamente 50 ppm, medido de acuerdo con la metodología de ensayo según las Normas Japonesas para Aditivos Alimentarios (JSFA, por sus siglas en inglés).

Según algunas realizaciones, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido de hierro soluble menor o igual a aproximadamente 20 ppm (es decir, 20 mg Fe/kg de auxiliar de filtración). Por ejemplo, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido en hierro soluble menor o igual a aproximadamente 15 ppm, menor o igual a aproximadamente 10 ppm, menor o igual a aproximadamente 8 ppm, menor o igual a aproximadamente 7 ppm, o menor o igual a aproximadamente 5 ppm. En algunos casos, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido en hierro soluble menor o igual a aproximadamente 3 ppm, menor o igual a aproximadamente 2 ppm, menor o igual a aproximadamente 1 ppm, o incluso menor o igual a aproximadamente 0,5 ppm.

Según algunas realizaciones, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido de aluminio soluble menor o igual a aproximadamente 20 ppm (es decir, 20 mg de Al/kg de auxiliar de filtración). Por ejemplo, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido

en aluminio soluble menor o igual a aproximadamente 15 ppm, menor o igual a aproximadamente 10 ppm, menor o igual a aproximadamente 8 ppm, menor o igual a aproximadamente 5 ppm, menor o igual a aproximadamente 2 ppm, o incluso menor o igual a aproximadamente 1 ppm.

Según algunas realizaciones, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de sílice mayor o igual a aproximadamente 90 % (p/p) de SiO_2 , tal como, por ejemplo, mayor o igual a aproximadamente 91 % (p/p) de SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 92 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 93 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 94 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 95 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 96 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 97 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 98 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 99 % (p/p) SiO_2 , o mayor o igual a 99,5 % (p/p) SiO_2 informado respecto a base incinerada.

Según algunas realizaciones, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de hierro menor o igual a aproximadamente 1,5 % (p/p) informado como Fe_2O_3 , tal como menor o igual a aproximadamente 1,2 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 1,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,8 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,6 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,3 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,2 % (p/p), o menor o igual a aproximadamente 0,1 % (p/p) Fe_2O_3 . En algunos ejemplos, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de hierro que varía entre aproximadamente 0,1 % (p/p) y aproximadamente 1,5 % (p/p), entre aproximadamente 0,2 % (p/p) y aproximadamente 1,0 % (p/p), o entre aproximadamente 0,3 % (p/p) y aproximadamente 0,8 % (p/p). En por lo menos un ejemplo, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de hierro que varía entre aproximadamente 0,005 % (p/p) y aproximadamente 0,3 % (p/p) de Fe_2O_3 , tal como menor o igual a aproximadamente 0,2 % (p/p) de Fe_2O_3 , informado respecto a base incinerada.

Según algunas realizaciones, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de aluminio menor o igual a aproximadamente 6,0 % (p/p) informado como Al_2O_3 , tal como menor o igual a aproximadamente 5,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 5,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 4,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 4,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 3,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 3,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 2,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 2,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 1,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 1,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,5 % (p/p), o menor o igual a aproximadamente 0,3 % (p/p) de Al_2O_3 . En algunos ejemplos, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de aluminio que varía entre aproximadamente 0,01 % (p/p) y aproximadamente 6,0 % (p/p), entre aproximadamente 0,05 % (p/p) y aproximadamente 3,0 % (p/p), o entre aproximadamente 0,1 % (p/p) y aproximadamente 1,0 % (p/p). En por lo menos un ejemplo, el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de hierro que varía entre aproximadamente 0,01 % (p/p) y aproximadamente 0,5 % (p/p) de Al_2O_3 , tal como de entre aproximadamente 0,1 % (p/p) y aproximadamente 0,4 % (p/p) de Al_2O_3 , informado respecto a base incinerada.

Según algunas realizaciones, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de metales pesados solubles menor o igual a aproximadamente 50 ppm, medido de acuerdo con la metodología de ensayo según las Normas Japonesas para Aditivos Alimentarios (JSFA, por sus siglas en inglés).

Según algunas realizaciones, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido de hierro soluble menor o igual a aproximadamente 20 ppm (es decir, 20 mg de Fe/kg de auxiliar de filtración). Por ejemplo, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido en hierro soluble menor o igual a aproximadamente 15 ppm, menor o igual a aproximadamente 10 ppm, menor o igual a aproximadamente 8 ppm, menor o igual a aproximadamente 7 ppm, o menor o igual a aproximadamente 5 ppm. En algunos casos, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido en hierro soluble menor o igual a aproximadamente 3 ppm, menor o igual a aproximadamente 2 ppm, menor o igual a aproximadamente 1 ppm, o incluso menor o igual a aproximadamente 0,5 ppm.

Según algunas realizaciones, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido de aluminio soluble menor o igual a aproximadamente 20 ppm (es decir, 10 mg de Al/kg de auxiliar de filtración). Por ejemplo, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido en aluminio soluble menor o igual a aproximadamente 15 ppm, menor o igual a aproximadamente 10 ppm, menor o igual a aproximadamente 8 ppm, menor o igual a aproximadamente 5 ppm, menor o igual a aproximadamente 2 ppm, o incluso menor o igual a aproximadamente 1 ppm.

Según algunas realizaciones, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de sílice mayor o igual a aproximadamente 90 % (p/p) de SiO_2 , tal como, por ejemplo, mayor o igual a aproximadamente 91 % (p/p) de SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 92 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 93 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 94 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 95 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 96 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 97 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 98 % (p/p) SiO_2 , mayor o igual a aproximadamente 99 % (p/p) SiO_2 , o mayor o igual a 99,5 % (p/p) SiO_2 informado respecto a base incinerada.

Según algunas realizaciones, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de hierro menor o igual a aproximadamente 1,5 % (p/p) informado como Fe_2O_3 , tal como menor o igual a aproximadamente 1,2 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 1,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,8 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,6 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,3 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,2 % (p/p), o menor o igual a aproximadamente 0,1 % (p/p) de Fe_2O_3 . En algunos ejemplos, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de hierro que varía entre aproximadamente 0,1 % (p/p) y aproximadamente 1,5 % (p/p), entre aproximadamente 0,2 % (p/p) y aproximadamente 1,0 % (p/p), o entre aproximadamente 0,3 % (p/p) y aproximadamente 0,8 % (p/p). En por lo menos un ejemplo, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de hierro que varía entre aproximadamente 0,005 % (p/p) y aproximadamente 0,3 % (p/p) de Fe_2O_3 , tal como menor o igual a aproximadamente 0,2 % (p/p) de Fe_2O_3 , informado respecto a base incinerada.

Según algunas realizaciones, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de aluminio menor o igual a aproximadamente 6,0 % (p/p) informado como Al_2O_3 , tal como menor o igual a aproximadamente 5,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 5,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 4,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 4,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 3,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 3,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 2,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 2,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 1,5 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 1,0 % (p/p), menor o igual a aproximadamente 0,5 % (p/p), o menor o igual a aproximadamente 0,3 % (p/p) de Al_2O_3 . En algunos ejemplos, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de aluminio que varía entre aproximadamente 0,01 % (p/p) y aproximadamente 6,0 % (p/p), entre aproximadamente 0,05 % (p/p) y aproximadamente 3,0 % (p/p), o entre aproximadamente 0,1 % (p/p) y aproximadamente 1,0 % (p/p). En por lo menos un ejemplo, el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de hierro que varía entre aproximadamente 0,01 % (p/p) y aproximadamente 0,5 % (p/p) de Al_2O_3 , tal como de entre aproximadamente 0,1 % (p/p) y aproximadamente 0,4 % (p/p) de Al_2O_3 , informado respecto a base incinerada. Según algunas realizaciones, la composición del auxiliar de filtración puede presentar una tasa de flujo de filtración comprendida en el intervalo de entre aproximadamente 0,1 $\text{l/m}^2\text{-min}$ y aproximadamente 45 $\text{l/m}^2\text{-min}$. Por ejemplo, la composición del auxiliar de filtración puede presentar una tasa de flujo de filtración que varía entre aproximadamente 1 $\text{l/m}^2\text{-min}$ y aproximadamente 15 $\text{l/m}^2\text{-min}$, entre aproximadamente 10 $\text{l/m}^2\text{-min}$ y aproximadamente 30 $\text{l/m}^2\text{-min}$, o entre aproximadamente 25 $\text{l/m}^2\text{-min}$ y aproximadamente 45 $\text{l/m}^2\text{-min}$.

Según algunas realizaciones, la composición del auxiliar de filtración puede presentar una diferencia de presión menor a aproximadamente 4,0 bar después de 1 hora de filtración a 1,0 g/l. Por ejemplo, la composición del auxiliar de filtración puede presentar un diferencial de presión menor a aproximadamente 3,5 bar después de 1 hora de filtración a 1,0 g/l o menor a aproximadamente 3,0 bar después de 1 hora de filtración a 1,0 g/l.

Según algunas realizaciones, la composición del auxiliar de filtración puede presentar un diferencial de presión menor a aproximadamente 6,0 bar después de 2 horas de filtración a 1,0 g/l. Por ejemplo, la composición del auxiliar de filtración puede presentar un diferencial de presión menor a aproximadamente 5,5 bar después de 2 horas de filtración a 1,0 g/l, menor a aproximadamente 5,0 bar después de 2 horas de filtración a 1,0 g/l, o menor a aproximadamente 4,5 bar después de 2 horas de filtración a 1,0 g/l.

Según la invención, un método para preparar una composición de auxiliar de filtración incluye proporcionar un primer auxiliar de filtración a base de sílice que presente una primera distribución de tamaño de partícula, proporcionar un segundo auxiliar de filtración a base de sílice que presente una segunda distribución de tamaño de partícula, y mezclar el primer auxiliar de filtración a base de sílice con el segundo auxiliar de filtración a base de sílice para formar la composición de auxiliar de filtración. La composición de auxiliar de filtración presenta una distribución de tamaño de partícula multimodal de tal manera que la primera distribución de tamaño de partícula presenta un d_{50} mayor que la de la segunda distribución de tamaño de partícula. El primer auxiliar de filtración a base de sílice y el segundo auxiliar de filtración a base de sílice incluyen auxiliares de filtración tratados con ácido.

Según algunas realizaciones, el método puede incluir tratar con ácido la composición del primer auxiliar de filtración a base de sílice antes de mezclarlo con la composición del segundo auxiliar de filtración a base de sílice. Según algunas realizaciones, el ácido puede ser seleccionado del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido acético glacial, ácido cítrico, ácido málico, ácido tartárico, ácido ascórbico, y mezclas de los mismos.

Según algunas realizaciones, el método puede incluir tratar con ácido la composición del segundo auxiliar de filtración a base de sílice antes de mezclarlo con la composición del primer auxiliar de filtración a base de sílice.

Según la invención, el método incluye tratar con ácido la composición de auxiliar de filtración después de mezclar el primer auxiliar de filtración a base de sílice con el segundo auxiliar de filtración a base de sílice.

Según la invención, la distribución del tamaño de partícula de la composición de auxiliar de filtración presenta una

distribución de tamaño de partícula multimodal, tal como, por ejemplo, una distribución de tamaño de partícula bimodal o trimodal.

Según algunas realizaciones, el fluido puede ser una composición de bebida. Según algunas realizaciones, el fluido puede incluir té verde.

Según algunas realizaciones, un método de preparación de un auxiliar de filtración puede incluir proporcionar una primera composición de auxiliar de filtración a base de sílice, que proporciona una primera composición ácida seleccionada del grupo de ácido oxálico y ácido acético glacial, y que extrae metales solubles de la primera composición de auxiliar de filtración a base de sílice utilizando la primera composición ácida.

Según algunas realizaciones, un método puede incluir proporcionar una segunda composición de auxiliar de filtración a base de sílice, que proporciona una segunda composición ácida seleccionada del grupo de ácido oxálico y ácido acético glacial, y que extrae metales solubles de la segunda composición de auxiliar de filtración a base de sílice utilizando la segunda composición ácida.

Según algunas realizaciones, la primera composición ácida y la segunda composición ácida incluyen el mismo ácido.

Según algunas realizaciones, la extracción de metales solubles de la primera composición de auxiliar de filtración a base de sílice y la extracción de metales solubles de la segunda composición de auxiliar de filtración a base de sílice ocurren al mismo tiempo.

Según algunas realizaciones, la primera composición de auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de metales solubles menor o igual a aproximadamente 50 ppm. Según algunas realizaciones, la primera composición de auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido de hierro soluble menor o igual a aproximadamente 20 ppm (p. ej., mayor que 0 y menor que 20 ppm), tal como un contenido de hierro soluble comprendido entre aproximadamente 0,1 % ppm y aproximadamente 15 ppm, entre aproximadamente 0,2 % ppm y aproximadamente 10 ppm, o entre aproximadamente 0,3 % ppm y aproximadamente 5 ppm. Según algunas realizaciones, la primera composición de auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido de aluminio soluble menor o igual a aproximadamente 20 ppm (p. ej., mayor que 0 y menor que 20 ppm), tal como un contenido de aluminio soluble comprendido entre aproximadamente 0,1 % ppm y aproximadamente 15 ppm, entre aproximadamente 0,2 % ppm y aproximadamente 10 ppm, o entre aproximadamente 0,3 % ppm y aproximadamente 5 ppm.

Según algunas realizaciones, la segunda composición de auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido total de metales solubles menor o igual a aproximadamente 50 ppm. Según algunas realizaciones, la segunda composición de auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido de hierro soluble menor o igual a aproximadamente 20 ppm (p. ej., 20 ppm de Fe/kg de auxiliar de filtración), tal como un contenido de hierro soluble comprendido entre aproximadamente 0,1 % ppm y aproximadamente 15 ppm, entre aproximadamente 0,2 % ppm y aproximadamente 10 ppm, o entre aproximadamente 0,3 % ppm y aproximadamente 5 ppm. Según algunas realizaciones, la segunda composición de auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede presentar un contenido de aluminio soluble menor o igual a aproximadamente 20 ppm (p. ej., mayor que 0 y menor que 20 ppm), tal como un contenido de aluminio soluble comprendido entre aproximadamente 0,1 % ppm y aproximadamente 15 ppm, entre aproximadamente 0,2 % ppm y aproximadamente 10 ppm, o entre aproximadamente 0,3 % ppm y aproximadamente 5 ppm.

Según la invención, la primera composición de auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en un intervalo de entre aproximadamente 10 μm y aproximadamente 50 μm , tal como, por ejemplo, de entre aproximadamente 15 μm y aproximadamente 30 μm , o de entre aproximadamente 15 μm y aproximadamente 25 μm .

Según la invención, la segunda composición de auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido entre aproximadamente 0,5 μm y aproximadamente 15 μm , tal como, por ejemplo, entre aproximadamente 2 μm y aproximadamente 10 μm , o entre aproximadamente 5 μm y aproximadamente 10 μm .

Según algunas realizaciones, el primer auxiliar de filtración a base de sílice puede presentar una mediana de tamaño de poro mayor que el segundo auxiliar de filtración a base de sílice. Por ejemplo, el primer auxiliar de filtración a base de sílice puede presentar una mediana de tamaño de poro comprendida entre aproximadamente 1 μm y aproximadamente 5 μm , y el segundo auxiliar de filtración a base de sílice puede presentar un d_{50} comprendido en el intervalo de entre aproximadamente 0,1 μm y aproximadamente 1 μm .

Auxiliares de filtración a base de sílice

Aunque se pueden comentar realizaciones específicas en términos de diatomita, se entiende que el auxiliar de filtración a base de sílice puede incluir uno o más materiales de filtración a base de sílice, tales como sílice biogénica, vidrios naturales, perlita, pumita, ceniza volcánica, caolín calcinado, esmectita, mica, talco, shirasu, obsidiana, piedra de brea,

ceniza de cáscara de arroz y combinaciones de los mismos. Según algunas realizaciones, el sustrato de silicato puede incluir sílice biogénica. Según algunas realizaciones, el sustrato de silicato puede incluir diatomita.

La expresión "sílice biogénica", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a la sílice producida o generada por organismos vivos. Un ejemplo de sílice biogénica es la diatomita, que se obtiene de la tierra diatomácea (también conocida como "DE" o "kieselguhr"). La diatomita es un sedimento enriquecido en sílice biogénica en la forma de frústulas silíceas (es decir, conchas o esqueletos) de diatomeas. Las diatomeas son un conjunto diverso de algas microscópicas unicelulares de la clase *Bacillariophyceae*, que poseen esqueletos silíceos ornamentados o frústulas de estructura variada e intrincada, que incluyen dos valvas que, en la diatomea viva, se acoplan entre sí de manera similar a una caja de pastillas. La diatomita puede formarse a partir de los restos de diatomeas acuáticas y, por lo tanto, los depósitos de diatomita pueden encontrarse cerca de cuerpos de agua actuales o anteriores. Esos depósitos generalmente se dividen en dos categorías según la fuente: agua dulce y agua salada. La diatomita de agua dulce generalmente se extrae de lechos lacustres secos y puede caracterizarse por presentar un bajo contenido de sílice cristalina y un alto contenido de hierro. En contraste, la diatomita de agua salada generalmente se extrae de zonas oceánicas y puede caracterizarse por presentar un alto contenido de sílice cristalina y un bajo contenido de hierro. La morfología de las frústulas de diatomeas puede variar ampliamente entre especies y sirve como base para la clasificación taxonómica; se conocen por lo menos 2.000 especies distintas. La superficie de cada valva está horadada por una serie de aberturas que incluyen la compleja estructura fina de la frústula e imparten un diseño distintivo a especies individuales. El tamaño de las frústulas típicas puede variar entre aproximadamente 0,75 μm y aproximadamente 1000 μm . En algunas realizaciones, el tamaño de las frústulas puede estar comprendido en el intervalo de entre aproximadamente 10 μm y aproximadamente 150 μm . Las frústulas en este intervalo de tamaño pueden ser suficientemente resistentes para retener gran parte de su estructura porosa e intrincada prácticamente intacta a través de largos períodos de tiempo geológico cuando se preservan bajo condiciones que mantienen el equilibrio químico.

Entre otras fuentes de sílice biogénica se incluyen plantas, animales y microorganismos, que pueden proporcionar fuentes concentradas de sílice con características únicas. Por ejemplo, las cáscaras de arroz contienen suficiente sílice para ser comercialmente incineradas para obtener su residuo silíceo, un producto comúnmente conocido como "ceniza de cáscara de arroz". Determinadas esponjas también son fuentes concentradas de sílice, cuyos remanentes pueden encontrarse en depósitos geológicos en forma de espículas aciculares.

La expresión "vidrio natural", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a vidrios naturales, que también pueden denominarse "vidrios volcánicos", que se forman por el rápido enfriamiento de magma o lava silícea. Se conocen varios tipos de vidrios naturales, incluyendo, por ejemplo, perlita, pumita, pumicita, obsidiana y piedra de brea. Los vidrios volcánicos, tales como la perlita y la pumita, se encuentran en depósitos masivos y encuentran un amplio uso comercial. La ceniza volcánica, con frecuencia denominada "toba" cuando está en forma consolidada, incluye pequeñas partículas o fragmentos que pueden presentar forma vítrea. Tal como se utiliza en la presente memoria, la expresión "vidrio natural" comprende la ceniza volcánica.

Los vidrios naturales pueden ser químicamente equivalentes a la riolita. También se conocen vidrios naturales que son químicamente equivalentes a la traquita, dacita, andesita, latita y basalto, aunque pueden ser menos comunes. El término "obsidiana" se aplica generalmente a grandes cantidades de vidrios naturales que son ricos en sílice. Los vidrios de obsidiana pueden clasificarse en subcategorías según su contenido de sílice, siendo las obsidianas riolíticas (que contienen típicamente aproximadamente 73 % de SiO_2 en peso) las más comunes.

La perlita es un vidrio natural hidratado que puede contener, por ejemplo, entre aproximadamente 72 % y 75 % de SiO_2 en peso, entre aproximadamente 12 % y 14 % de Al_2O_3 en peso, entre aproximadamente 0,5 % y 2 % de Fe_2O_3 en peso, entre aproximadamente 3 % y 5 % de Na_2O en peso, entre aproximadamente 4 % y 5 % de K_2O en peso, entre aproximadamente 0,4 % y 1,5 % de CaO en peso y pequeñas cantidades de otros elementos metálicos. La perlita puede distinguirse de otros vidrios naturales por un contenido relativamente más alto (tal como entre aproximadamente 2 % y 5 % en peso) de agua químicamente unida, la presencia de un lustre vítreo y nacarado, y fracturas características concéntricas o arqueadas similares a cebolla (es decir, perlíticas). Los productos de perlita pueden prepararse mediante molienda y expansión térmica, y pueden poseer propiedades físicas únicas, tales como alta porosidad, baja densidad aparente e inercia química. La "perlita", tal como se utiliza en la presente memoria, también incluye la perlita expandida.

El talco es un mineral de silicato de magnesio, un mineral de clorita (silicato de magnesio y aluminio), o una mezcla de los dos. El talco puede estar opcionalmente asociado a otros minerales, por ejemplo, dolomita y/o magnetita. El talco también incluye talco sintético, también conocido como talcosa. En realizaciones particulares, el talco puede ser un talco macro o microcristalino. El tamaño de la lámina individual, es decir, la mediana de diámetro medida por el método Sedigraph, de una lámina de talco individual (unos pocos miles de láminas elementales) puede variar entre aproximadamente 1 μm y más de 100 μm , dependiendo de las condiciones de formación del depósito. El tamaño de la lámina individual determina la lamellaridad del talco. Un talco altamente lamelar presentará láminas individuales grandes, mientras que un talco microcristalino presentará láminas pequeñas. Aunque todos los talcos pueden denominarse lamelares, su tamaño de lámina difiere de un depósito a otro. Los cristales pequeños proporcionan un mineral compacto y denso, conocido como "talco microcristalino". Los cristales grandes vienen en capas similares al

papel, conocidas como "talco microcristalino". Los depósitos conocidos de talco microcristalino están ubicados en Montana (Yellowstone) y en Australia (Three Springs). En una estructura microcristalina, las partículas elementales de talco se componen de láminas pequeñas en comparación con las estructuras macrocristalinas, que están compuestas de láminas más grandes.

La pumita es un vidrio natural caracterizado por una estructura mesoporosa (p. ej., que presenta poros o vesículas, en ocasiones con tamaños de poro de hasta aproximadamente 1 mm). La naturaleza porosa de la pumita le proporciona una densidad aparente muy baja, en muchos casos permitiéndole flotar en la superficie del agua. La mayoría de las pumitas comerciales contienen aproximadamente 60 % a 70 % de SiO₂ en peso. La pumita puede procesarse mediante molienda y clasificación, y los productos pueden utilizarse como agregados ligeros y también como abrasivos, adsorbentes y rellenos. La pumita no expandida y la pumita expandida térmicamente también pueden usarse como componentes de filtración.

Mezclas de auxiliares de filtración a base de sílice

Según la invención, una composición de auxiliar de filtración se prepara mediante la mezcla de dos composiciones separadas de auxiliar de filtración a base de sílice. La composición de auxiliar de filtración incluye un primer auxiliar de filtración a base de sílice que presenta una primera distribución de tamaño de partícula y un segundo auxiliar de filtración a base de sílice que presenta una segunda distribución de tamaño de partícula. El primer auxiliar de filtración a base de sílice y el segundo auxiliar de filtración a base de sílice son auxiliares de filtración tratados con ácido.

La composición de auxiliar de filtración presenta una distribución de tamaño de partícula multimodal de tal manera que la primera distribución de tamaño de partícula presenta un d₅₀ mayor que el de la segunda distribución de tamaño de partícula. Según la invención, la composición de auxiliar de filtración presenta una distribución multimodal, tal como, por ejemplo, una distribución bimodal o trimodal.

Según la invención, la primera distribución de tamaño de partícula presenta un d₅₀ mayor que el de la segunda distribución de tamaño de partícula. La primera distribución de tamaño de partícula presenta un d₅₀ comprendido en un intervalo de entre aproximadamente 10 µm y aproximadamente 50 µm, tal como por ejemplo de entre aproximadamente 15 µm y aproximadamente 30 µm o de entre aproximadamente 15 µm y aproximadamente 25 µm, y la segunda distribución de tamaño de partícula puede presentar un d₅₀ comprendido en un intervalo de entre aproximadamente 0,5 µm y aproximadamente 15 µm, tal como por ejemplo de entre aproximadamente 2 µm y aproximadamente 10 µm o de entre aproximadamente 5 µm y aproximadamente 10 µm. Además, por ejemplo, la primera distribución de partícula puede presentar una d₁₀ que varía entre aproximadamente 5 µm y aproximadamente 20 µm, tal como de entre aproximadamente 5 µm y aproximadamente 10 µm, y/o puede presentar una d₉₀ que varía entre aproximadamente 60 µm y aproximadamente 90 µm, tal como de entre aproximadamente 70 µm y aproximadamente 85 µm. En algunos ejemplos, la segunda distribución de partícula puede presentar una d₁₀ comprendida entre aproximadamente 1 µm y aproximadamente 5 µm, tal como de entre aproximadamente 2 µm y aproximadamente 3 µm, y/o puede presentar un d₉₀ comprendido entre aproximadamente 15 µm y aproximadamente 30 µm, tal como de entre aproximadamente 20 µm y aproximadamente 25 µm.

Según otro aspecto, la primera distribución de tamaño de partícula puede presentar un d₅₀ por lo menos 5 µm mayor que la d₅₀ de la segunda distribución de tamaño de partícula. Por ejemplo, la primera distribución de tamaño de partícula puede presentar un d₅₀ por lo menos aproximadamente 10 µm mayor que el d₅₀ de la segunda distribución de tamaño de partícula. En otro aspecto, la primera distribución de tamaño de partícula puede presentar un d₅₀ entre aproximadamente 5 µm y aproximadamente 40 µm mayor que el d₅₀ de la segunda distribución de tamaño de partícula, tal como, por ejemplo, comprendido en el intervalo de entre aproximadamente 5 µm y aproximadamente 20 µm, de entre aproximadamente 5 µm a aproximadamente 15 µm, o entre aproximadamente 5 µm y aproximadamente 10 µm mayor que el d₅₀ de la segunda distribución de tamaño de partícula.

Según algunas realizaciones, el primer auxiliar de filtración a base de sílice puede presentar una mediana de tamaño de poro mayor que la del segundo auxiliar de filtración a base de sílice. Por ejemplo, el primer auxiliar de filtración a base de sílice puede presentar una mediana de tamaño de poro comprendida entre aproximadamente 1 µm y aproximadamente 5 µm, y el segundo auxiliar de filtración a base de sílice puede presentar una mediana de tamaño de poro comprendida en el intervalo de entre aproximadamente 0,1 µm y aproximadamente 1 µm.

Según algunas realizaciones, la composición de auxiliar de filtración puede incluir entre aproximadamente 5 % en peso y aproximadamente 95 % en peso del primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido. Por ejemplo, la composición de auxiliar de filtración puede incluir entre aproximadamente 40 % en peso y aproximadamente 95 % en peso, entre aproximadamente 60 % en peso y aproximadamente 90 % en peso, entre aproximadamente 70 % en peso y aproximadamente 95 % en peso, entre aproximadamente 65 % en peso y aproximadamente 75 % en peso, entre aproximadamente 75 % en peso y aproximadamente 85 % en peso, o entre aproximadamente 85 % en peso y aproximadamente 95 % en peso del primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido.

Tratamientos con ácido

Según la invención, los auxiliares de filtración a base de sílice se tratan con por lo menos un ácido. Por ejemplo, el auxiliar de filtración a base de sílice puede tratarse con por lo menos un ácido suave, tal como, por ejemplo, ácido oxálico, ácido acético glacial, ácido cítrico, ácido málico, ácido tartárico, ácido ascórbico y mezclas de los mismos. El tratamiento con ácido puede llevarse a cabo mediante la mezcla del auxiliar de filtración a base de sílice con el ácido o con una mezcla de ácido y agua. Según algunas realizaciones, el tratamiento con ácido puede incluir la pulverización del ácido o la mezcla de ácido y agua sobre el auxiliar de filtración a base de sílice. Según algunas realizaciones, la mezcla del auxiliar de filtración a base de sílice y ácido, o del auxiliar de filtración a base de sílice, ácido y agua, puede mezclarse durante o después de la adición del ácido.

Según algunas realizaciones, el auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede secarse después del tratamiento con ácido. El secado puede ocurrir en un horno y puede realizarse durante una o más horas, o durante la noche. Por ejemplo, el auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido puede secarse a una temperatura mayor o igual a aproximadamente 70 °C, mayor o igual a aproximadamente 80 °C, mayor o igual a aproximadamente 90 °C, o mayor o igual a aproximadamente 100 °C. Por ejemplo, el secado puede ocurrir en un intervalo de entre aproximadamente 70 °C y aproximadamente 120 °C, tal como, por ejemplo, en un intervalo de entre aproximadamente 80 °C y aproximadamente 110 °C, de entre aproximadamente 90 °C y aproximadamente 110 °C, de entre aproximadamente 90 °C y aproximadamente 100 °C, o de entre aproximadamente 100 °C y aproximadamente 110 °C.

La cantidad de ácido en el tratamiento puede ser mayor o igual a aproximadamente 5 % en peso respecto al peso total del auxiliar de filtración a base de sílice y el ácido combinados, tal como, por ejemplo, mayor o igual a aproximadamente 7 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 8 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 9 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 10 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 11 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 12 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 13 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 14 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 15 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 16 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 17 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 18 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 19 % en peso, o mayor o igual a aproximadamente 20 % en peso respecto al peso total del ácido y el auxiliar de filtración a base de sílice combinados.

En donde se utiliza una mezcla de agua y ácido para tratar el auxiliar de filtración a base de sílice, la cantidad de ácido en el tratamiento puede ser mayor o igual a aproximadamente 5 % en peso respecto al peso total del auxiliar de filtración a base de sílice, el ácido y el agua combinados, tal como, por ejemplo, mayor o igual a aproximadamente 7 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 8 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 9 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 10 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 11 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 12 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 13 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 14 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 15 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 16 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 17 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 18 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 19 % en peso, o mayor o igual a aproximadamente 20 % en peso respecto al peso total del auxiliar de filtración a base de sílice, el ácido y el agua combinados. La cantidad de agua y ácido en el tratamiento puede ser mayor o igual a aproximadamente 5 % en peso respecto al peso total del auxiliar de filtración a base de sílice, el ácido y el agua combinados, tal como, por ejemplo, mayor o igual a aproximadamente 8 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 10 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 11 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 12 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 13 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 14 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 15 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 16 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 17 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 18 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 19 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 20 % en peso, mayor o igual a aproximadamente 22 % en peso, o mayor o igual a aproximadamente 24 % en peso respecto al peso total del auxiliar de filtración a base de sílice, el ácido y el agua combinados.

Sin el respaldo de una teoría en particular, se cree que el tratamiento con ácido reacciona con el auxiliar de filtración a base de sílice eliminando los metales solubles del auxiliar de filtración a base de sílice.

Según algunas realizaciones, el tratamiento del auxiliar de filtración a base de sílice con ácido también puede aumentar la tasa de flujo y/o la adsorción de impurezas, tales como sedimentos en el té verde o la cerveza. Las mezclas de ácido y agua para tratar el auxiliar de filtración a base de sílice pueden utilizarse además para adaptar específicamente la tasa de flujo y las propiedades de adsorción del auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido. Por ejemplo, tales tratamientos pueden reducir la densidad húmeda del auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido. Tales tratamientos también pueden eliminar la necesidad de una etapa de secado, lo que puede reducir los costes de producción.

Según la invención, el tratamiento con ácido ocurre después y también puede ocurrir antes de mezclar los auxiliares de filtración a base de sílice en una composición de auxiliares de filtración. En el caso de que el tratamiento ácido ocurra antes de la mezcla, la selección del ácido puede utilizarse para ajustar específicamente las propiedades de cada composición de auxiliares de filtración o puede seleccionarse como particularmente adecuado para el tipo de material a base de sílice del auxiliar de filtración. Los auxiliares de filtración tratados con ácido pueden proporcionar

propiedades de filtración aceptables o mejoradas a la vez que reducen los costes de preparación de los auxiliares de filtración. Según se utiliza en la presente memoria, un auxiliar de filtración tratado con ácido se refiere a un auxiliar de filtración que ha sido tratado con ácido ya sea antes de mezclar, después de mezclar, o ambos.

Según algunas realizaciones, la composición del auxiliar de filtración que presenta un primer auxiliar de filtración tratado con ácido y un segundo auxiliar de filtración tratado con ácido puede presentar una distribución bimodal. Una distribución bimodal de tamaños de partículas incluye una distribución correspondiente al primer auxiliar de filtración tratado con ácido mientras que la otra distribución corresponde a la segunda distribución.

Según la invención, la composición del auxiliar de filtración presenta una distribución multimodal de tamaños de partículas, que puede ser una distribución bimodal o trimodal, aunque también se contemplan distribuciones de tamaños de partículas de orden superior. En una distribución multimodal, cada pico o modo corresponde a un auxiliar de filtración a base de sílice en la composición del auxiliar de filtración.

Sin respaldo teórico particular, se cree que una distribución más amplia de los tamaños de partícula de la composición del auxiliar de filtración mezclado resulta en una distribución más amplia de tamaños de poros. Como resultado, cuando el sedimento que se está eliminando mediante la composición del auxiliar de filtración puede bloquear o cerrar poros en su respectivo intervalo de tamaño, quedan poros adicionales de mayor y menor tamaño en la composición resultante del auxiliar de filtración. Los poros remanentes continúan presentando vías interconectadas que permiten el flujo de líquido y la filtración continua del sedimento. Debido al aumento de distribución del tamaño de los poros, la resistencia al flujo puede reducirse para el mismo grado de clarificación del filtrado a cualquier tasa de flujo dada.

El rendimiento de filtración de las composiciones del auxiliar de filtración puede manifestarse como una presión diferencial más baja con el mismo rendimiento de la composición de auxiliar de filtración. Los resultados de filtración también pueden compararse según claridad del filtrado y el uso del líquido filtrado frente a una composición de control única de permeabilidad comparable. Por ejemplo, las composiciones de ejemplo del auxiliar de filtración pueden mostrar un mejor rendimiento de filtración basado en una combinación de la tasa de filtración y los resultados de filtración que cualquiera de los componentes del auxiliar de filtración constituyente.

Los siguientes ejemplos están destinados a ilustrar aspectos de la presente exposición aunque, sin embargo, no son de naturaleza limitativa. Se entiende que la presente exposición comprende realizaciones adicionales que son consistentes con la descripción anterior y los ejemplos a continuación.

Ejemplos

Ejemplo 1

Se prepararon composiciones de ejemplo de auxiliares de filtración mediante la mezcla de diatomita gruesa tratado con ácido, con un d_{50} de aproximadamente 20 μm y una mediana de tamaño de poro de aproximadamente 2,5 μm , con diatomita fina tratada con ácido, con una d_{50} de aproximadamente 7 μm y una mediana de tamaño de poro de aproximadamente 0,5 μm . También se preparó una composición de control de diatomita fina tratada con ácido con un d_{50} de aproximadamente 20 μm y una mediana de tamaño de poro de aproximadamente 2,5 μm . La Tabla 1 muestra las proporciones de diatomita fina y gruesa en las mezclas.

Tabla 1

Muestra	Diatomita fina (% p)	Diatomita gruesa (% p)
Control	100	0
A	90	100
B	85	15
C	80	20
D	35	65

Cada una de la muestra de control y las muestras A a D se utilizó a continuación para filtrar té verde ITO-EN® (Oi Ocha). Se utilizó una bomba peristáltica para mantener un caudal de 20 ml/min para cada muestra y una tasa de flujo de filtración de 4,00 l/m²-min. La permeabilidad de cada composición de auxiliar de filtración era de 0,11 Darcies. Los auxiliares de filtración se suministraron con una alimentación en cuerpo de 1,0 g/l o 1,4 g/l de líquido filtrado. Las Tablas 2 a 7 muestran el caudal total, las presiones y la turbidez de Hatch (NTU) de la muestra de control y los auxiliares de filtración de ejemplo durante el tiempo

Tabla 2: control a 1,0 g/l de alimentación del cuerpo

Tiempo (h)	Uso de alimentación del cuerpo (g/l)	Flujo total		Diferencial de presión (bar)	Transparencia (NTU)
		Litros	Galones		
0,0000	0,0000	0,00	0,000	1,75	0,06
0,0833	0,1000	0,10	0,026	1,75	
0,1667	0,2000	0,20	0,053	1,75	0,19
0,4167	0,5000	0,50	0,132	2,00	
0,5000	0,6000	0,60	0,159	2,00	0,13
0,7500	0,9000	0,90	0,238	2,25	
1,0000	1,2000	1,20	0,317	2,50	0,22
1,2500	1,5000	1,50	0,396	2,75	
1,5000	1,8000	1,80	0,476	3,00	0,17
2,0000	2,4000	2,40	0,634	3,50	0,17
2,2500	2,7000	2,70	0,713	3,75	
2,5000	3,0000	3,00	0,793	4,00	0,15

Tabla 3: muestra a 1,0 g/l de alimentación del cuerpo

Tiempo (h)	Uso de alimentación del cuerpo (g/l)	Flujo total		Diferencial de presión (bar)	Transparencia (NTU)
		Litros	Galones		
0,0000	0,0000	0,00	0,000	1,00	0,07
0,0833	0,1000	0,10	0,026	1,00	
0,1667	0,2000	0,20	0,053	1,00	0,21
0,2500	0,3000	0,30	0,079	1,25	0,17
0,3333	0,4000	0,40	0,106	1,50	0,13
0,4167	0,5000	0,50	0,132	1,75	0,24
0,5000	0,6000	0,60	0,159	2,00	0,18
0,7500	0,9000	0,90	0,238	2,25	0,19
1,0000	1,2000	1,20	0,317	2,75	0,18
1,2500	1,5000	1,50	0,396	3,50	0,18
1,5000	1,8000	1,80	0,476	4,25	0,18
1,7500	2,1000	2,10	0,555	5,00	0,17

Tabla 4: muestra B a 1,0 g/l de alimentación del cuerpo

Tiempo (h)	Uso de alimentación del cuerpo (g/l)	Flujo total		Diferencial de presión (bar)	Transparencia (NTU)
		Litros	Galones		
0,0000	0,0000	0,00	0,000	0,50	0,10
0,0833	0,1000	0,10	0,026	0,50	
0,1667	0,2000	0,20	0,053	0,50	0,21
0,2500	0,3000	0,30	0,079	0,50	0,16
0,3333	0,4000	0,40	0,106	0,75	0,12
0,4167	0,5000	0,50	0,132	1,00	0,10
0,5000	0,6000	0,60	0,159	1,25	0,21
0,7500	0,9000	0,90	0,238	1,75	0,18
1,0000	1,2000	1,20	0,317	2,25	0,15
1,2500	1,5000	1,50	0,396	2,75	0,19
1,5000	1,8000	1,80	0,476	3,25	0,15
1,7500	2,1000	2,10	0,555	4,00	0,15

Tabla 5: muestra B a 1,4 g/l de alimentación del cuerpo

Tiempo (h)	Uso de alimentación del cuerpo (g/l)	Flujo total		Diferencial de presión (bar)	Transparencia (NTU)
		Litros	Galones		
0,0000	0,0000	0,00	0,000	1,75	0,07
0,0833	0,1400	0,10	0,026	1,75	
0,1667	0,2800	0,20	0,053	1,75	0,17
0,2500	0,4200	0,30	0,079	2,00	0,14

(continuación)

Tiempo (h)	Uso de alimentación del cuerpo (g/l)	Flujo total		Diferencial de presión (bar)	Transparencia (NTU)
		Litros	Galones		
0,3333	0,5600	0,40	0,106	2,25	0,12
0,4167	0,7000	0,50	0,132	2,25	0,10
0,5000	0,8400	0,60	0,159	2,25	0,21
0,7500	1,2600	0,90	0,238	2,50	0,21
1,0000	1,6800	1,20	0,317	3,00	0,17
1,2500	2,1000	1,50	0,396	3,25	0,17
1,5000	2,5200	1,80	0,476	3,75	0,16
1,7500	2,9400	2,10	0,555	4,00	0,16
2,0000	3,3600	2,40	0,634	4,25	0,17
2,2500	3,7800	2,70	0,713	4,75	0,15
2,5000	4,2000	3,00	0,793	5,25	0,15
2,7500	4,6200	3,30	0,872	5,75	0,17
3,0000	5,0400	3,60	0,951	6,25	0,15
3,2500	5,4600	3,90	1,030	6,75	0,13
3,3500	5,6280	4,02	1,062	7,00	0,13

Tabla 6: muestra C a 1,0 g/l de alimentación del cuerpo

Tiempo (h)	Uso de alimentación del cuerpo (g/l)	Flujo total		Diferencial de presión (bar)	Transparencia (NTU)
		Litros	Galones		
0,0000	0,0000	0,00	0,000	0,50	0,05
0,0833	0,1000	0,10	0,026	0,50	
0,1667	0,2000	0,20	0,053	0,50	0,34
0,2500	0,3000	0,30	0,079	0,50	
0,3333	0,4000	0,40	0,106	0,50	0,19
0,4167	0,5000	0,50	0,132	0,75	
0,5000	0,6000	0,60	0,159	0,75	0,17
0,7500	0,9000	0,90	0,238	1,25	0,14
1,0000	1,2000	1,20	0,317	3,00	0,12
1,2500	1,5000	1,50	0,396	4,00	0,14
1,5000	1,8000	1,80	0,476	5,00	0,17
1,7500	2,1000	2,10	0,555	6,00	0,15

Tabla 7: muestra D a 1,0 g/l de alimentación del cuerpo

Tiempo (h)	Uso de alimentación del cuerpo (g/l)	Flujo total		Diferencial de presión (bar)	Transparencia (NTU)
		Litros	Galones		
0,0000	0,0000	0,00	0,000	1,75	0,12
0,0833	0,1000	0,10	0,026	1,75	
0,1667	0,2000	0,20	0,053	1,75	0,28
0,2500	0,3000	0,30	0,079	1,75	
0,3333	0,4000	0,40	0,106	2,00	
0,4167	0,5000	0,50	0,132	2,25	
0,5000	0,6000	0,60	0,159	2,50	0,10
0,7500	0,9000	0,90	0,238	3,00	0,11
1,0000	1,2000	1,20	0,317	3,75	0,11
1,2500	1,5000	1,50	0,396	4,75	0,12
1,5000	1,8000	1,80	0,476	5,75	0,11
1,7500	2,1000	2,10	0,555	6,75	0,11

La FIG. 1 muestra un gráfico de las presiones diferenciales con el tiempo de la muestra de control, las muestras A y B con una alimentación en cuerpo de 1,0 g/l, y la muestra B con una alimentación en cuerpo de 1,4 g/l.

La FIG. 2 muestra un gráfico de la turbidez de Hatch (NTU) con el tiempo de la muestra de control, las muestras A y B con una alimentación en cuerpo de 1,0 g/l, y la muestra B con una alimentación en cuerpo de 1,4 g/l.

Ejemplo 2

La distribución del tamaño de partícula de las muestras de diatomita gruesa (DE2) y diatomita fina (DE1) utilizadas para preparar las composiciones de auxiliar de filtración del Ejemplo 1 se midieron y se informan en la Tabla 8.

Tabla 8

	DE2 (lote 1)	DE2 (lote 2)	DE2 (lote 3)	DE2 (lote 4)	DE1 (lote 1)	DE1 (lote 2)	DE1 (lote 3)	DE1 (lote 4)
d ₁₀ (µm)	7,0	7,4	6,8	5,4	2,7	2,9	2,8	2,3
d ₂₀ (µm)	10,9	11,5	10,4	7,9	3,8	4,0	3,9	3,3
d ₃₀ (µm)	15,4	16,1	14,6	11,0	4,9	5,2	5,1	4,2
d ₄₀ (µm)	20,0	21,0	18,9	14,8	6,1	6,4	6,3	5,3
d ₅₀ (µm)	25,6	27,0	24,0	18,9	7,5	7,9	7,7	6,5
d ₆₀ (µm)	33,2	35,1	30,6	23,9	9,2	9,7	9,5	8,1
d ₇₀ (µm)	43,3	45,6	39,6	31,0	11,9	12,4	12,2	10,4
d ₈₀ (µm)	56,0	59,7	51,7	42,1	16,5	16,6	16,3	13,9
d ₉₀ (µm)	76,8	84,5	71,8	62,4	26,4	24,8	24,6	20,5
d ₉₅ (µm)	100,4	113,6	95,6	86,1	41,0	36,1	36,1	28,5

Ejemplo 3

A continuación se describe el procedimiento para determinar la cantidad de hierro soluble en una muestra de auxiliar de filtración (p. ej., material de diatomita o mezcla de materiales de diatomita).

Se preparó una solución de ácido cítrico/etanol mediante la disolución de 4,6 g de monohidrato de ácido cítrico en aproximadamente 500 ml de agua desionizada en un matraz volumétrico de 1000 ml, y después se añadieron 200 ml de alcohol etílico (al -95 %). Se hizo girar el matraz para mezclar. Se añadieron 10,5 ml de solución de NaOH 2,0 N. Se diluyó la solución hasta la marca de 1000 ml con agua desionizada.

Se extrajo la muestra de auxiliar de filtración con la solución de ácido cítrico/etanol mediante la combinación de 1,00 gramo de la muestra de auxiliar de filtración con 100 ml de la solución de ácido cítrico/etanol en un matraz cónico de 500 ml. Se cubrió el matraz y se hizo girar para mezclar. Se colocó el matraz en un agitador de plataforma (INNOVA 2000 o equivalente) y se sometió a agitación durante 2 horas a 250 rpm. Al final de las 2 horas, se filtró la suspensión a través de un filtro de membrana de tamaño de poro de 0,45 µm (soporte de filtro de vacío Fisherbrand, con soporte de vidrio fritado, capacidad de 350 ml, prefiltro de tamaño 35 mm, o equivalente). Se transfirió el filtrado a un matraz limpio.

Se preparó una solución de reactivo FerroZine® mediante la disolución de 2,57 g de reactivo FerroZine® en 500 ml de un tampón de acetato amónico/ácido acético (preparado mediante combinación de 37,5 g de acetato amónico con 75 ml de ácido acético glacial y dilución a 500 ml con agua desionizada). Se almacenó la solución de reactivo FerroZine® en una botella de vidrio ámbar.

Determinación del Fe

- Encender el espectrofotómetro (Milton Roy 21D o equivalente), ajustar la longitud de onda a 560 nm, y configurar el modo de absorbancia. Dejar que se caliente el instrumento durante 20 minutos antes de realizar cualquier medición.
- Patrones de calibración: se pipetearon 25 ml de la solución de blanco de ácido cítrico/etanol a cada uno de seis tubos de ensayo. Se añadieron 10 µl, 20 µl, 50 µl, 100 µl y 200 µl de una solución patrón de Fe de 100 µg/ml (solución patrón de referencia de Fe, 1000 ppm, certificada por Fisher o equivalente) en cinco de los seis tubos de ensayo, respectivamente (el sexto tubo de ensayo se mantuvo como referencia en blanco), y se mezclaron bien. Estos patrones de calibración corresponden a concentraciones de Fe de 0,04 µg/ml, 0,08 µg/ml, 0,20 µg/ml, 0,40 µg/ml y 0,80 µg/ml, respectivamente.
- Muestras de auxiliar de filtración: Pipetear 25 ml de la muestra de auxiliar de filtración a un tubo de ensayo etiquetado para la muestra.
- Se añadieron aproximadamente 25 mg de ácido L-ascórbico en polvo (C₆H₈O₆, grado ACS certificado) a cada tubo de ensayo (es decir, blanco, patrones de calibración y muestras de auxiliar de filtración), se mezclaron bien (mezclador Thermolyne o equivalente) durante 5 a 15 segundos.
- Se añadió 1,0 ml del reactivo FerroZine® a cada tubo de ensayo y se mezcló bien. Se dejaron reposar los tubos de ensayo durante 15 minutos para el desarrollo del color.
- Se transfirió cada solución a un cubeta redonda limpia (diámetro: 1 pulgada) y se insertó la cubeta en el adaptador de cubeta del espectrofotómetro. Se alineó la cubeta de modo que la marca en la cubeta apuntase a la marca en el soporte de muestras.
- Se ajustó la absorbancia a 0,000 con el blanco de ácido cítrico/etanol preparado de la misma manera que los patrones de calibración, aunque sin la adición de la solución patrón de Fe.

8. De menor a mayor, se midieron secuencialmente los patrones de calibración de Fe, midiendo la absorbancia con la misma cubeta y posición de cubeta. Se enjuagó la cubeta después de cada medición. Se registró cada medición.
9. Se midió la absorbancia de la muestra de auxiliar de filtración.
10. Se representaron gráficamente las concentraciones de Fe frente a la absorbancia y se determinó la concentración de Fe de la muestra de auxiliar de filtración a partir de la curva de calibración. Alternativamente, se llevó a cabo una regresión lineal para los datos patrón y se calcularon los resultados de acuerdo con la ecuación de regresión siguiente: $\text{Fe (mg/kg)} = (\text{concentración de Fe en el filtrado (ppm)} \times 100) / \text{peso de la muestra (g)}$.

Ejemplo 4

A continuación se describe el procedimiento para determinar la cantidad de aluminio soluble en una muestra de auxiliar de filtración (p. ej., material de diatomita o mezcla de materiales de diatomita).

Se preparó una solución patrón de aluminio (10 ppm y 100 ppm) mediante pipeteado de 2 ml de ácido nítrico en aproximadamente 50 ml de agua desionizada en un matraz volumétrico de 100 ml, seguido del pipeteado de 10,0 ml de la solución patrón de referencia de Al (1000 ppm, Fisher certificado o equivalente) y diluyendo hasta la marca de 100 ml (1 ml=100 µg Al).

Se preparó un modificador de matriz mediante disolución de 0,35 g de nitrato de magnesio hexahidratado ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) en 100 ml de agua desionizada, añadiendo 0,2 ml de Triton® X-100, y sometiendo a agitación suave para la mezcla.

Se preparó una solución de ácido cítrico/etanol mediante la disolución de 4,6 g de monohidrato de ácido cítrico en aproximadamente 500 ml de agua desionizada en un matraz volumétrico de 1000 ml, y después se añadieron 200 ml de alcohol etílico (al ~95 %). Se hizo girar el matraz para mezclar. Se añadieron 10,5 ml de solución de NaOH 2,0 N. Se diluyó la solución hasta la marca de 1000 ml con agua desionizada.

Se extrajo la muestra de auxiliar de filtración con la solución de ácido cítrico/etanol mediante la combinación de 1,00 gramo de la muestra de auxiliar de filtración con 100 ml de la solución de ácido cítrico/etanol en un matraz cónico de 500 ml. Se cubrió el matraz y se hizo girar para mezclar. Se colocó el matraz en un agitador de plataforma (INNOVA 2000 o equivalente) y se sometió a agitación durante 2 horas a 250 rpm. Al final de las 2 horas, se filtró la suspensión a través de un filtro de membrana de tamaño de poro de 0,45 µm (soporte de filtro de vacío Fisherbrand, con soporte de vidrio fritado, capacidad de 350 ml, prefiltro de tamaño 35 mm, o equivalente). Se enjuagó el matraz cónico con agua desionizada, se transfirió el filtrado al matraz y se cubrió.

Se enjuagó cuidadosamente el soporte de filtración y el matraz con agua desionizada después de cada muestra. Se filtraron aproximadamente 200 ml de solución de ácido cítrico/etanol de la misma manera para la utilización como un blanco y para la dilución de muestras en caso necesario.

Determinación del Al

1. Patrones de calibración: se etiquetaron 10 tubos de ensayo graduados calibrados como 0 ppm, 10 ppm, 25 ppm, 50 ppm, 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 600 ppm y 800 ppm, respectivamente. Se pipetearon 10 µl, 25 µl, 50 µl, 100 µl, 200 µl, 300 µl, 400 µl, 600 µl y 800 µl de solución patrón de Al de 10 ppm en nueve de los tubos de ensayo. Se añadió solución en blanco de ácido cítrico/etanol a cada tubo de ensayo hasta la marca de 10 ml para servir como patrones de calibración de Al. Se añadieron 10 ml de solución en blanco de ácido cítrico/etanol al décimo tubo de ensayo a modo de blanco.
2. Se etiquetaron diez tubos de ensayo de poliestireno desechables limpios para los 9 patrones de calibración de ácido cítrico/etanol con Al añadido y el blanco, y se etiquetó un tubo de ensayo para cada muestra auxiliar de filtración.
3. Se pipeteó 1,00 ml del blanco y de cada patrón de calibración y muestra auxiliar de filtración a los tubos de ensayo etiquetados respectivos. Se añadió 1,00 ml del modificador de matriz a cada tubo de ensayo y se cubrieron. Se invirtió suavemente cada tubo de ensayo para que el contenido se mezclase completamente.
4. Se instaló la lámpara de cátodo hueco de aluminio en el espectrómetro de absorción atómica con horno de grafito (ver parámetros del instrumento en la Tabla 9, a continuación). Se encendió la alimentación del espectrómetro y el corrector de fondo D2.
5. Se ajustó la longitud de onda en aproximadamente 309,4 nm de modo que se alcanzase la absorbancia mínima. Se ajustaron los controles X e Y de la lámpara de cátodo hueco y se desplazaron axialmente para optimizar la posición de la lámpara. Una vez que la corriente de la lámpara y la potencia del PMT se habían optimizado para ofrecer la lectura de absorbancia más baja (ajuste a ~0,000 de lectura de ABS), se encendió el interruptor BGC y se ajustó la perilla de control de balance para que la lectura de ABS volviese a cero. (Nota: el divisor de haz debe estar en su lugar al utilizar el corrector de fondo D2).

6. Se dejó que el instrumento se calentase durante por lo menos 15 minutos. Puede ser necesario reajustar la longitud de onda, la potencia del PMT y el control de balance BGC para que la lectura de absorbancia vuelva a cero.
7. Se encendió el suministro de gas argón y agua de enfriamiento.
8. Se encendió el integrador. Se configuraron los parámetros de integración adecuados. Se recomienda que se utilicen superficies de pico en el análisis del espectro.
9. Antes de cualquier medición, se deben realizar varios ciclos de inyección y quemado para limpiar el horno. La solución de limpieza utilizada en esta operación se puede hacer con agua desionizada y modificador de matriz (1:1). Se inyectaron 20 µl de la solución de limpieza en la plataforma de L'vov en el tubo del horno. Se inició el ciclo de atomización mediante presionado del botón "START". Es posible que se necesiten varias de estas operaciones de limpieza para que el horno alcance la absorción de fondo más baja. Se inyectaron 20 µl del blanco de ácido cítrico/etanol y se inició el ciclo de atomización programado según la Tabla 9.
11. Se repitió el paso 10 mediante inyección de cada uno de los patrones de calibración de Al, secuencialmente de baja a alta concentración, seguido de la inyección de cada muestra problema. Se deben realizar tres inyecciones con cada patrón y muestra. Se registró cada espectro.
12. Si una muestra presenta una superficie de pico mayor que la del patrón de trabajo más alto, la muestra debería diluirse con ácido cítrico-etanol de blanco antes de la medición. Para obtener la mejor precisión, la superficie de pico de una muestra diluida debe ser menor que la del patrón más alto.
13. Utilizando los datos de superficie de pico, se trazaron las concentraciones de Al frente a la absorbancia y se encontró la concentración de Al de la muestra problema a partir de la curva de calibración. Alternativamente, se llevó a cabo una regresión lineal para los datos patrón y se calcularon los resultados de acuerdo con la ecuación de regresión siguiente: $Al \text{ (ppm)} = (C \times F.D. \times 0,1) / \text{Peso de la muestra (g)}$, donde C=concentración de Al leída en la curva de calibración (ppb), y F.D.= factor de dilución.

Tabla 9

Longitud de onda	Anchura de ranura	Corriente HCL ^a	Voltaje del PMT	Corrección de fondo	Volumen de muestra
309,4 nm	0,7 Å	4,8 mA	-425	D2 activado	10 µl
Volumen de modificador b	Flujo de gas de envoltura	Flujo de gas interno	Flujo de gas pequeño	Cuantificación	Patrones de calibración (ppb)
10 µl	1300 ml/min	400 ml/min	desactivado	superficie de pico	0, 25, 50, 100, 150, 200, 300, 400, 600, 800
CONDICIONES DE RAMPA DE TEMPERATURA					
Etapas	Tasa de rampa (°C)		Temperatura (°C)		Tiempo de permanencia
Secado	1,0		110		10
Incineración	20,0		1200		12
Atomización	una etapa		2600		5
Limpieza	una etapa		2800		2
Enfriamiento			25		20

^a HCL=lámpara de cátodo hueco.

^b El modificador contiene 2000 ppm de $Mg(NO_3)_2$ y 2,0 g/l de Triton® X-100 (Aldrich)

^c El gas de envoltura (Ar de grado ultrapuro) se mantiene activado mientras que el gas interno (Ar) está desactivado durante la atomización.

Ejemplo 5

Se trataron varias muestras de diatomita gruesa (DE2) del Ejemplo 2 con ácido oxálico. En cada caso, se añadieron 75,5 kg de diatomita a 757 litros de una solución 0,5 N de ácido oxálico precalentada a 85 °C para preparar una suspensión. La suspensión se sometió a agitación moderada durante 2 horas a 85 °C y después se filtró mediante filtración al vacío. Tras el tratamiento ácido, cada sólido filtrado se resuspendió en hidróxido amónico (al 0,1 %, al 0,02 % o al 0,01 %) o percarbonato sódico (al 1 %, al 0,5 %, al 0,2 % o al 0,1 %) tal como se resume en la Tabla 9 con el fin de ajustar el pH. Las muestras de diatomita tratadas con ácido seguidamente se filtraron de nuevo y se enjuagaron 5 o 6 veces con agua desionizada.

Se midió el contenido de hierro soluble mediante extracción con una solución de ácido cítrico/etanol tal como se ha indicado anteriormente, en el Ejemplo 3. El pH resultante y el contenido de hierro soluble se muestran en la Tabla 10. Las composiciones químicas de las muestras tratadas con ácido DE2 C, D y G se muestran en la Tabla 11 con concentraciones de hierro total (Fe_2O_3) de aproximadamente 1,3 %, concentraciones de aluminio (Al_2O_3) de aproximadamente 5 %, y concentraciones de sílice (SiO_2) de aproximadamente 91 %.

Tabla 10

Muestra DE2 tratada con ácido	Hidróxido amónico	Percarbonato sódico	pH	Hierro soluble (mg/kg)
A	0,1 %	-	6,1	41,1
B	0,02 %	-	6,2	28,5
C	0,01 %	-	4,9	6,5
D	-	1 %	7,1	120,5
E	-	0,5 %	6,2	42,3
F	-	0,2 %	6,3	16
G	-	0,1 %	5,1	7,2

Tabla 11

	Muestra C	Muestra D	Muestra G
Na ₂ O (%)	0,47	0,54	0,47
MgO (%)	0,68	0,69	0,68
Al ₂ O ₃ (%)	4,98	5,03	4,96
CaO (%)	0,22	0,22	0,22
SiO ₂ (%)	91,16	90,99	91,16
P ₂ O ₅ (%)	0,11	0,10	0,10
K ₂ O (%)	0,84	0,83	0,83
TiO ₂ (%)	0,27	0,27	0,27
Fe ₂ O ₃ (%)	1,27	1,30	1,28
SO ₃ (%)	0,02	0,02	0,2
Azufre (%)	0,01	0,01	0,01

Los resultados en la Tabla 10 indican que tanto el hidróxido amónico como el percarbonato sódico ajustaron el pH dentro de un intervalo de aproximadamente 5 a 8. Sin embargo, el enjuague con percarbonato sódico al 0,1 % (muestra G) produjo valores de pH y hierro soluble en ácido cítrico/etanol dentro de los límites deseados. Las concentraciones más altas de percarbonato sódico (0,2 %, 0,5 % y 1 %) pueden incrementar la posibilidad de formación de ferrioxalato de sodio fijando el hierro en el complejo octaédrico, que puede sobrevivir al enjuague con agua para aparecer en forma soluble en la siguiente extracción con ácido cítrico/etanol.

Ejemplo 6

Se trataron varias muestras de diatomita gruesa (DE2) y una muestra de diatomita fina (DE1) con ácido oxálico 0.5 N y se enjuagaron con percarbonato sódico al 0,1 % tal como se ha indicado anteriormente, en el Ejemplo 5. Se midió el contenido de hierro soluble tal como se ha indicado en el Ejemplo 3, anteriormente. Se midió el contenido de aluminio soluble tal como se ha indicado en el Ejemplo 4, anteriormente. Los resultados se muestran en la Tabla 11.

Tabla 11

	Fe soluble en ácido cítrico/etanol (mg/kg)	Al soluble en ácido cítrico/etanol (mg/kg)
DE1 (lote 1)	9,3	16,6
DE2 (lote 2)	10,7	19,2
DE2 (lote 3)	7,4	17,8
DE2 (lote 4)	11,0	9,3

Otras realizaciones de la invención resultarán evidentes para el experto en la materia a partir de la consideración de la especificación y la práctica de la invención dada a conocer en la presente memoria. Se pretende que la especificación y los ejemplos se consideren exclusivamente a título de ejemplo, y que el verdadero alcance de la invención se indica mediante las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Composición de auxiliar de filtración, que comprende:

un primer auxiliar de filtración a base de sílice que presenta una primera distribución de tamaño de partícula, y
 un segundo auxiliar de filtración a base de sílice que presenta una segunda distribución de tamaño de partícula,
 en la que la composición de auxiliar de filtración presenta una distribución multimodal de tamaño de partícula, de manera que la primera distribución de tamaño de partícula presenta un d_{50} mayor que el de la segunda distribución de tamaño de partícula, caracterizada porque:

el primer auxiliar de filtración a base de sílice se trata con ácido,
 el segundo auxiliar de filtración a base de sílice se trata con ácido,
 el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 10 μm y 50 μm medido según el método en la descripción, y
 el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 0,5 μm y 15 μm medida según el método en la descripción.

2. Composición de auxiliar de filtración según la reivindicación 1, en la que la composición de auxiliar de filtración comprende entre 5 % en peso y 95 % en peso del primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido.

3. Composición de auxiliar de filtración según la reivindicación 1, en la que la composición de auxiliar de filtración presenta una permeabilidad comprendida en el intervalo de entre 0,05 Darcies y 0,2 Darcies.

4. Composición de auxiliar de filtración según la reivindicación 1, en la que el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un contenido de hierro soluble inferior o igual a 20 ppm, tal como inferior o igual a 15 ppm, inferior o igual a 10 ppm, inferior o igual a 8 ppm, inferior o igual a 5 ppm, inferior o igual a 2 ppm, inferior o igual a 1 ppm, o inferior o igual a 0,5 ppm, o en la que el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un contenido de hierro soluble inferior o igual a 20 ppm, tal como inferior o igual a 15 ppm, inferior o igual a 10 ppm, inferior o igual a 8 ppm, inferior o igual a 5 ppm, inferior o igual a 2 ppm, inferior o igual a 1 ppm, o inferior o igual a 0,5 ppm.

5. Composición de auxiliar de filtración según la reivindicación 1, en la que el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un contenido de aluminio soluble inferior o igual a 20 ppm, tal como inferior o igual a 15 ppm, inferior o igual a 10 ppm, inferior o igual a 8 ppm, inferior o igual a 5 ppm, inferior o igual a 2 ppm, inferior o igual a 1 ppm, o en la que el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un contenido de aluminio soluble inferior o igual a 20 ppm, tal como inferior o igual a 15 ppm, inferior o igual a 10 ppm, inferior o igual a 8 ppm, inferior o igual a 5 ppm, inferior o igual a 2 ppm, inferior o igual a 1 ppm.

6. Composición de auxiliar de filtración según la reivindicación 1, en la que la composición de auxiliar de filtración presenta una tasa de flujo de filtración comprendida en el intervalo de entre 0,1 $\text{l/m}^2\text{-min}$ y 45 $\text{l/m}^2\text{-min}$.

7. Composición de auxiliar de filtración según la reivindicación 1, en la que la composición de auxiliar de filtración presenta una tasa de densidad húmeda centrifugada comprendida en el intervalo de entre 0,1 g/cm^3 y 0,3 g/cm^3 .

8. Composición de auxiliar de filtración según la reivindicación 1, en la que la composición de auxiliar de filtración presenta un diferencial de presión inferior a 4,0 bar tras 1 hora de filtración a 1,0 g/l .

9. Composición de auxiliar de filtración según la reivindicación 1, en la que la composición de auxiliar de filtración presenta una conductividad inferior a 20 $\mu\text{S/cm}$.

10. Método de preparación de una composición de auxiliar de filtración, en donde el método comprende:

proporcionar un primer auxiliar de filtración a base de sílice que presenta una primera distribución de tamaño de partícula,
 proporcionar un segundo auxiliar de filtración a base de sílice que presenta una segunda distribución de tamaño de partícula, y
 mezclar el primer auxiliar de filtración a base de sílice con el segundo auxiliar de filtración a base de sílice para formar la composición de auxiliar de filtración,

en el que la composición de auxiliar de filtración presenta una distribución multimodal de tamaño de partícula, de manera que la primera distribución de tamaño de partícula presenta un d_{50} mayor que el de la segunda distribución de tamaño de partícula,

caracterizada porque:

el método comprende, además, tratar con ácido la composición de auxiliar de filtración tras mezclar el primer auxiliar de filtración a base de sílice con el segundo auxiliar de filtración a base de sílice, y porque:

el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 10 μm y 50 μm medido según el método en la descripción, y

el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 0,5 μm y 15 μm medido según el método en la descripción.

11. Método según la reivindicación 10, en el que el ácido se selecciona del grupo que consiste en ácido oxálico y ácido acético glacial.

12. Método según la reivindicación 10, en el que el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un contenido de hierro soluble inferior o igual a 20 ppm, tal como inferior o igual a 15 ppm, inferior o igual a 10 ppm, inferior o igual a 8 ppm, inferior o igual a 5 ppm, inferior o igual a 2 ppm, inferior o igual a 1 ppm, o inferior o igual a 0,5 ppm, o en el que el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un contenido de hierro soluble inferior o igual a 20 ppm, tal como inferior o igual a 15 ppm, inferior o igual a 10 ppm, inferior o igual a 8 ppm, inferior o igual a 5 ppm, inferior o igual a 2 ppm, o inferior o igual a 1 ppm.

13. Método de filtración de un fluido, en donde el método comprende:

proporcionar una composición de auxiliar de filtración que comprende un primer auxiliar de filtración a base de sílice y un segundo auxiliar de filtración a base de sílice, y

filtrar el fluido a través de la composición de auxiliar de filtración,

en el que la composición de auxiliar de filtración presenta una distribución de tamaño de partícula tal que la distribución de tamaño de partícula del primer auxiliar de filtración a base de sílice presenta un d_{50} mayor que el de la distribución de tamaño de partícula del segundo auxiliar de filtración a base de sílice, caracterizado porque:

el primer auxiliar de filtración a base de sílice se trata con ácido,

el segundo auxiliar de filtración a base de sílice se trata con ácido,

el primer auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 10 μm y 50 μm medido según el método en la descripción, y

el segundo auxiliar de filtración a base de sílice tratado con ácido presenta un d_{50} comprendido en el intervalo de entre 0,5 μm y 15 μm medido según el método en la descripción.

Presión diferencial vs. Tiempo

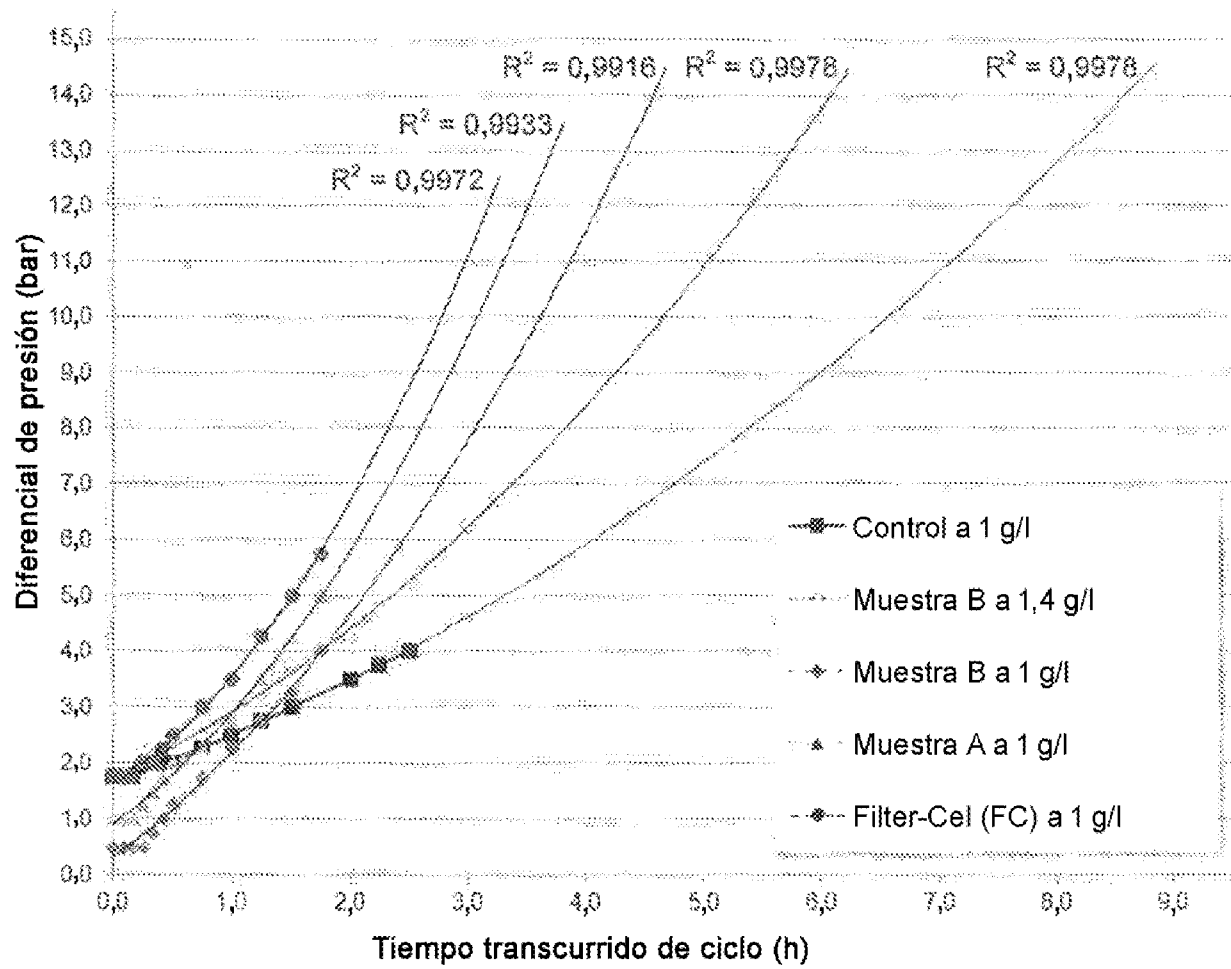


FIG. 1

Turbidez de Hatch (NTU) vs Tiempo

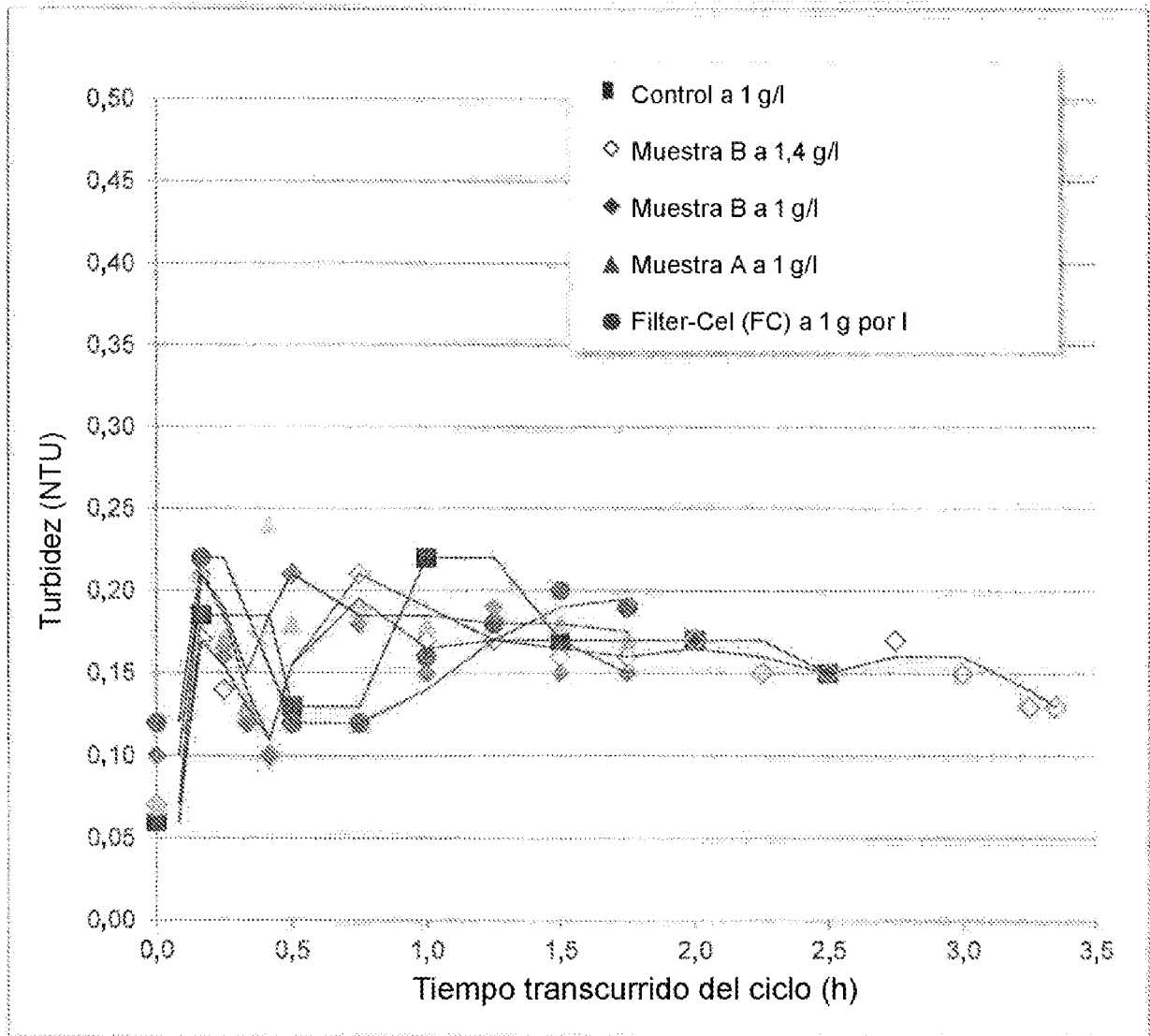


FIG. 2