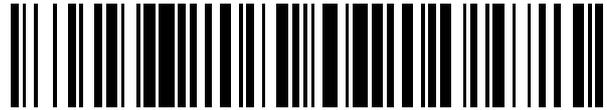


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 547 802**

51 Int. Cl.:

C09C 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.05.2011 E 11720797 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.08.2015 EP 2576703**

54 Título: **Proceso para preparación de productos de relleno mineral tratados en la superficie y usos de los mismos**

30 Prioridad:

04.06.2010 US 396938 P
28.05.2010 EP 10164408

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
08.10.2015

73 Titular/es:

OMYA DEVELOPMENT AG (100.0%)
Baslerstrasse 42
4665 Oftringen, CH

72 Inventor/es:

BURI, MATTHIAS;
GANE, PATRICK A.C.;
RENTSCH, SAMUEL y
BURKHALTER, RENÉ

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 547 802 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso para preparación de productos de relleno mineral tratados en la superficie y usos de los mismos

La presente invención se refiere a un proceso para preparar un producto de relleno mineral tratado en la superficie, y a su uso preferido en el campo de aplicaciones de plástico, y en particular aplicaciones de la película de revestimiento por extrusión o transpirable a base de polipropileno (PP, por sus siglas en inglés) o polietileno (PE, por sus siglas en inglés).

Los rellenos minerales y especialmente rellenos minerales que contienen carbonato de calcio se utilizan a menudo como rellenos particulados en productos de polímero hechos generalmente de polietileno (PE), polipropileno (PP), poliuretano (PU, por sus siglas en inglés) y poli(cloruro de vinilo) (PVC, por sus siglas en inglés). Sin embargo, los rellenos minerales que contienen carbonato de calcio se asocian generalmente con la presencia de compuestos volátiles que se desprenden a temperaturas alcanzadas durante la aplicación de tales rellenos minerales y/o en el procesamiento de productos de polímero que comprenden tales rellenos minerales. Tales compuestos volátiles pueden ser, por ejemplo:

- asociados inherentemente con el relleno mineral ("compuestos volátiles inherentes"), y se asocia especialmente con agua, y/o

- introducidos durante el tratamiento del relleno mineral ("compuestos volátiles agregados"), por ejemplo, para hacer al relleno mineral más dispersable dentro de un medio de plástico polimérico, y/o

- generados por la reacción de materiales orgánicos inherentes y/o materiales orgánicos agregados, con el relleno mineral; tales reacciones pueden ser especialmente inducidas o mejoradas por temperaturas alcanzadas durante la introducción y/o procesamiento del material polimérico que comprende el relleno mineral, tal como durante el proceso de extrusión o composición; y/o

- generados por la degradación de materiales orgánicos inherentes y/o materiales orgánicos agregados, formando CO₂, agua y posiblemente fracciones de masa molecular baja de estos materiales orgánicos; tal degradación puede ser especialmente inducida o mejorada por temperaturas alcanzadas durante la introducción y/o procesamiento del material polimérico que comprende el relleno mineral, tal como durante el proceso de extrusión o composición.

Como resultado de la presencia de tales compuestos volátiles, puede ser difícil preparar un producto polimérico libre de huecos que conducen a superficies irregulares y por lo tanto a una degradación de la calidad del producto de polímero final que comprende tal relleno mineral. Este es particularmente un problema encontrado en la preparación de películas de revestimiento por extrusión o transpirables a base de PP o PE que comprenden un relleno mineral y más particularmente rellenos minerales que comprenden carbonato de calcio. Además, los compuestos volátiles pueden conducir a una reducción en la resistencia a la tracción y al desgarro de tal película, y puede degradar sus aspectos visibles, en particular su uniformidad visible. Más aún, los compuestos volátiles pueden generar espuma excesiva de la masa fundida de polímero de relleno mineral durante un paso de composición, ocasionando acumulación de producto no deseable en la extracción por vacío y por lo tanto, forzar a una velocidad de salida reducida.

En la técnica, se han hecho varios intentos para mejorar la aplicabilidad de rellenos minerales y especialmente rellenos minerales que contienen carbonato de calcio, por ejemplo, mediante el tratamiento de tales rellenos minerales con ácidos carboxílicos alifáticos superiores, que en algunos casos también pueden denominarse ácidos grasos, y sales de ácidos carboxílicos alifáticos. Por ejemplo, la patente WO 00/20336 se refiere a un carbonato de calcio natural ultrafino, que puede ser tratado opcionalmente con uno o varios ácidos grasos o una o varias sales o mezclas de los mismos, y que se utiliza como un regulador de reología para composiciones de polímero.

Del mismo modo, la patente US 4.407.986 se refiere a carbonato de calcio precipitado que es tratado en la superficie con un dispersante que puede incluir ácidos alifáticos superiores y sus sales metálicas con el fin de limitar la adición de aditivos lubricantes cuando se amasa este carbonato de calcio con polipropileno cristalino y para evitar la formación de agregados de carbonato de calcio que limitan la resistencia al impacto del polipropileno.

En la patente EP 0 325 114, que se relaciona con composiciones de imprimación que no se despegan para vehículos de motor a base de poli(cloruro de vinilo) que tienen propiedades reológicas y de adhesión mejoradas, el ejemplo 7 describe una mezcla de una sal de amonio de ácido 12-hidroxiesteárico en combinación con un ácido graso (en una proporción en peso de 1:1) utilizada para tratar un relleno mineral.

La patente WO 03/082966 se refiere a una composición de nanorelleno reticulada y/o que se puede reticular, en modalidades opcionales, puede incluir adicionalmente rellenos que pueden o no estar recubiertos con ácido esteárico, estearato, silano, siloxano y/o titanato. Tales composiciones de nanorelleno se utilizan para aumentar las

propiedades de barrera, resistencia y temperaturas de distorsión por calor, haciéndolas útiles en aplicaciones médicas, automotrices, eléctricas, de construcción y en alimentos.

5 La patente US 2002/0102404 describe partículas de carbonato de calcio dispersables recubiertas en su superficie con una combinación de ácidos carboxílicos alifáticos saturados e insaturados y sales de los mismos junto con un compuesto orgánico tal como un éster ftálico, que se utilizan en composiciones adhesivas para mejorar la estabilidad de la viscosidad y las propiedades de adhesión.

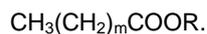
10 Más aún, la patente US 2002/0102404 requiere la implementación de una mezcla de sales/ácidos carboxílicos alifáticos saturados e insaturados. La presencia de sales/ácidos carboxílicos alifáticos insaturados aumenta el riesgo de reacciones secundarias no deseadas *in situ* con el doble enlace durante el procesamiento de cualquier material que comprende sal/ácido carboxílico alifático insaturado. Adicionalmente, la presencia de sales/ácidos carboxílicos alifáticos insaturados puede resultar en decoloración de, o desarrollo de olor no deseado, y notablemente olor rancio, en el material en el que se aplican.

15 La reivindicación 11 de la patente WO 92/02587 indica que una solución de sal de sodio saponificada de por lo menos un ácido graso insaturado de alto peso molecular o una combinación de por lo menos un ácido graso insaturado de alto peso molecular y por lo menos un ácido graso insaturado de alto peso molecular, se puede agregar a una mezcla previamente calentada de carbonato de calcio precipitado, para producir finalmente un nivel deseado de revestimiento de ácido graso sobre el carbonato de calcio antes de proceder con pasos de proceso posteriores.

20 El resumen de la patente JP54162746 describe una composición que comprende cantidades relativas dadas de resina de cloruro de vinilo rígido, carbonato de calcio coloidal tratado con ácido graso, y estearato de bario utilizado con el fin de mejorar la estabilidad térmica de la composición de cloruro de vinilo.

25 La patente US 4.520.073 describe materiales de relleno mineral con revestimientos hidrofóbicos mejorados preparados mediante revestimiento a presión de minerales porosos utilizando vapor como vehículo para el material de revestimiento. El material de revestimiento puede ser seleccionado, entre otras opciones, de ácidos grasos alifáticos de cadena larga y sus sales.

30 La patente WO 01/32787 describe un producto de un material de carbonato de metal alcalinotérreo particulado que tiene en sus partículas un revestimiento de material hidrofóbico que comprende una composición formada de (a) un primer componente que comprende el producto de reacción del carbonato de metal alcalinotérreo y por lo menos un ácido carboxílico alifático dado y (b) un segundo componente que tiene una temperatura de liberación de carbonato sustancialmente más alta que el primer componente que comprende un compuesto de la fórmula



35 La patente EP 1 980 588 se relaciona con un proceso para la preparación de un producto de relleno mineral tratado que comprende los siguientes pasos: (a) tratar por lo menos un relleno mineral seco con por lo menos una sal del grupo II o el grupo III de un ácido monocarboxílico alifático C8 a C24 para producir un producto de relleno mineral intermedio; (b) tratar el producto de relleno mineral intermedio del paso (a) con por lo menos un ácido monocarboxílico alifático C8 a C24 para producir un producto de relleno mineral tratado. El producto de relleno mineral puede usarse en aplicaciones de plástico tales como en aplicaciones de película de revestimiento por extrusión o transpirable a base de polipropileno (PP) o polietileno (PE).

40 Sin embargo, la técnica anterior raramente describe procesos para preparar productos de relleno mineral tratados que resolverían los siguientes problemas técnicos multifacéticos:

- preparar un producto de relleno mineral tratado mediante el uso de un agente de tratamiento en superficie con una viscosidad manejable, es decir una viscosidad Brookfield de menos de 1000 mPa.s a 23°C;
- preparar un producto de relleno mineral tratado que tiene una temperatura de inicio volátil alta superior a 220°C.
- 45 - preparar un producto de relleno mineral tratado de manera que sea suficientemente hidrofóbico para aplicaciones en plásticos que requieren dispersabilidad del relleno mineral en el medio de polímero, preferiblemente de manera que dicho relleno mineral es más hidrofóbico que si fuera tratado con ácidos carboxílicos y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono tratados a igual temperatura;
- 50 - preparar un producto de relleno mineral tratado que tiene una baja susceptibilidad de recoger humedad tal que es menor que la de un relleno mineral tratado con ácidos carboxílicos y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono tratados a igual temperatura.

- identificar un agente de tratamiento superficial para el proceso que logre lo anterior, sin importar si o no por lo menos un relleno mineral se somete a un intercambio de sal en contacto con el agente de tratamiento superficial para crear las sales de calcio correspondientes sobre la superficie del relleno mineral tratado.

5 A este respecto, uno de los medios obvios para aumentar la temperatura de inicio volátil y limitar la cantidad correspondiente de compuestos volátiles totales asociada con el relleno mineral es evitar o limitar el uso de ciertos aditivos de tratamiento de relleno comunes. Sin embargo, a menudo, como en el caso de cuando un relleno mineral es aplicado en una aplicación de plástico, tales aditivos son necesarios para asegurar otras funciones.

10 Por ejemplo, en el caso de aplicaciones de películas transpirables, los aditivos son introducidos para proporcionar el relleno mineral con un revestimiento hidrofóbico y para mejorar la dispersabilidad del relleno mineral en el material precursor de película así como posiblemente para mejorar la procesabilidad de este material precursor de película y/o las propiedades de los productos de aplicación finales. Una eliminación de tales aditivos pondría en peligro inaceptablemente la calidad de la película resultante.

15 En este sentido, la técnica anterior adicional, concretamente las patentes WO 99/61521 y WO 2005/075353, que sugieren una reducción de solamente el agua inherente y recolección de humedad del relleno mineral de partida, pasó completamente por alto el punto de reducir los otros compuestos volátiles además del agua que contribuye a los compuestos volátiles totales.

De este modo, todavía hay una necesidad por proporcionar un proceso que se ocupe de los problemas técnicos anteriores descritos y especialmente permita mejorar las características de un producto de relleno mineral tratado.

20 Por lo tanto, es un objetivo de la presente invención proporcionar un proceso para preparar un producto de relleno mineral tratado que tenga características de superficie mejoradas, y especialmente una temperatura de inicio volátil alta. Un objetivo adicional es proporcionar un proceso para preparar un producto de relleno mineral tratado que caracterice una hidrofobicidad suficiente para aplicaciones de plásticos. Aún un objetivo adicional es proporcionar un proceso para preparar un producto de relleno mineral tratado que se caracterice por una baja susceptibilidad a recoger humedad. Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un proceso que pueda ser realizado en una forma simple. Un objetivo adicional es que el proceso sea realizado bajo condiciones rentables y suaves, en este caso, evitando un tratamiento térmico intensivo. Más objetivos se pueden deducir de la siguiente descripción de la invención.

Los anteriores y otros objetivos se resuelven por la materia objeto tal como se define en el presente documento en la reivindicación 1.

30 Las modalidades ventajosas del proceso inventivo son definidos en las reivindicaciones dependientes correspondientes.

De acuerdo con un aspecto de la presente solicitud ha sido desarrollado un proceso para preparar un producto de relleno mineral tratado proporciona una temperatura de inicio volátil de por lo menos 220°C, en donde el proceso comprende los pasos de:

35 (a) proporcionar por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio;

(b) proporcionar por lo menos un aldehído alifático que tiene entre 6 y 14 átomos de carbono;

40 (c) poner en contacto dicho por lo menos un relleno mineral del paso (a), en uno o más pasos, con por lo menos un aldehído alifático del paso (b) de manera que la cantidad agregada de por lo menos un aldehído alifático corresponda a un peso total teórico de entre 0,25 mg/m² y 5 mg/m² sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado; y

(d) formar una capa de tratamiento que comprende por lo menos un aldehído alifático y/o productos de reacción de dicho por lo menos un aldehído alifático en la superficie de dicho por lo menos un relleno mineral que resulta en un producto de relleno mineral tratado.

45 Los inventores sorprendentemente encontraron que el proceso anterior de acuerdo con la presente invención evita el uso de tratamientos térmicos intensivos y conduce a un producto de relleno mineral tratado proporcionando una temperatura de inicio volátil alta de al menos 220°C, una hidrofobicidad suficiente y baja susceptibilidad para recoger humedad. Más precisamente, los inventores encontraron que las características de superficie de un producto de relleno mineral tratado que son obtenidas por dicho proceso se pueden mejorar mediante la adición de aldehídos alifáticos definidos.

50 Se debe entender que para los propósitos de la presente invención, los siguientes términos tienen los siguientes

significados:

- 5 El término “relleno mineral” en el sentido de la presente invención se refiere a sustancias de origen mineral agregadas a materiales tales como papel, plásticos, caucho, pinturas y adhesivos, etc. para reducir el consumo de materiales más caros tales como aglutinantes, o para mejorar las propiedades técnicas de los productos. El experto en la técnica conoce muy bien los rellenos típicos utilizados en los campos respectivos.
- El término “saturado” en el sentido de la presente invención significa que tiene un número de yodo de menos de 5 g de I₂/100 g de muestra. Esta determinación de número de yodo es bien conocida para el experto en la técnica, y concretamente implementa una determinación de la adición de yodo a una muestra de 100 g mediante la titulación de retroceso del exceso de yodo con tiosulfato de sodio.
- 10 El término “aldehído alifático” en el sentido de la presente invención se refiere a compuestos orgánicos de cadena lineal, cadena ramificada o alicíclicos compuestos por carbono e hidrógeno. Dicho compuesto orgánico contiene además una función aldehído, preferiblemente colocado en el extremo del esqueleto de carbono.
- El término “ácido carboxílico alifático” en el sentido de la presente invención se refiere a compuestos orgánicos de cadena lineal, ramificada o alicíclicos compuestos por carbono e hidrógeno. Dicho compuesto orgánico además contiene un grupo carboxilo ubicado al final del esqueleto de carbono.
- 15 El término “peso teórico total” en el sentido de la presente invención se refiere a la cantidad de agente de tratamiento que pudiera estar presente en la capa de tratamiento si la totalidad del agente de tratamiento está completamente depositado en la capa de tratamiento.
- El término “productos de reacción” en el sentido de la presente invención se refiere a productos típicamente obtenidos por contacto de un relleno mineral con un agente de tratamiento de superficie. Dichos productos de reacción se forman preferiblemente entre el agente de tratamiento de superficie aplicado y la molécula situada en la superficie del relleno mineral.
- 20 El término “temperatura de inicio volátil” en el sentido de la presente solicitud se refiere a una temperatura a la cual los compuestos volátiles - incluyendo compuestos volátiles introducidos como resultado de los pasos de preparación de relleno mineral comunes, incluyendo el molido, con o sin agentes auxiliares de molido, de beneficio, con o sin auxiliar de flotación u otros agentes, y otros agentes de pre-tratamiento no expresamente enumerados anteriormente, detectados de acuerdo con el análisis termogravimétrico descrito a continuación - comienzan a desprenderse, como se observó en una curva termogravimétrica (TGA), que representa gráficamente la masa de la muestra restante (eje y) como una función de la temperatura (eje x), la preparación y la interpretación de tal curva se definen más adelante en el presente documento.
- 25 Los métodos analíticos de TGA proporcionan información con respecto a las pérdidas de masa y las temperaturas de inicio volátil con gran precisión, y son de conocimiento común; están descritos, por ejemplo, en “Principles of Instrumental analysis”, quinta edición, Skoog, Holler, Nieman, 1998 (primera edición 1992) en el capítulo 31 páginas 798 a 800, y en muchas otras obras de referencia comúnmente conocidas. En la presente invención, el análisis termogravimétrico (TGA) se realizó utilizando un Mettler Toledo TGA 851 basado en una muestra de 500+/-50 mg y temperaturas de escaneo desde 25 hasta 350°C a una velocidad de 20°C/minuto bajo un flujo de aire de 70 ml/min.
- 35 El experto en la técnica será capaz de determinar la “temperatura de inicio volátil” por análisis de la curva de TGA de la siguiente manera: la primera derivada de la curva de TGA es obtenida y son identificados los correspondientes puntos de inflexión entre 150 y 350°C. De los puntos de inflexión que tienen un valor de la pendiente tangencial de más de 45° con relación a una línea horizontal, es identificado el que tiene la temperatura más baja asociada por encima de 200°C. El valor de la temperatura asociada a este punto de temperatura de inflexión más bajo de la primera derivada de la curva es la “temperatura de inicio volátil”.
- 40 Un estado “fundido” o “líquido” en el sentido de la presente invención se define como el estado en el que un material es totalmente líquido, en otras palabras, se funde completamente. Considerando que el fenómeno de la fusión se produce a temperatura constante en la aplicación de energía, una sustancia es calificada como que está fundida a partir del momento después de la fusión cuando la temperatura comienza a subir, como se observó en una curva que representa gráficamente la temperatura frente a la entrada de energía obtenida por Calorimetría de Exploración Dinámica, DSC (DIN 51005: 1983-11).
- 45 El término “área superficial específica” (en m²/g) del relleno mineral en el sentido de la presente invención es determinada utilizando el método BET, que es bien conocido por el experto en la técnica (ISO 9277:1995). El área superficial total (en m²) del relleno mineral es después obtenida mediante la multiplicación del área superficial específica y la masa (en g) del relleno mineral antes del tratamiento.
- 50

- 5 El término relleno mineral “seco” se entiende que es un relleno mineral que tiene menos de 0,3% en peso de agua con respecto al peso con relleno mineral. El % de agua es determinado de acuerdo con el método de medición Colorimétrica de Karl Fischer, en el que el relleno mineral es calentado a 220°C, y el contenido de agua liberada en forma de vapor y aislada utilizando una corriente de gas nitrógeno (a 100 ml/min) es determinado en una unidad Colorimétrica Karl Fischer.
- 10 El término “moléculas/m²” o “número de moléculas/m²” en el sentido de la presente invención se evalúa mediante la determinación de la cantidad del agente de tratamiento respectivo (en moles) agregado para poner en contacto por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio y mediante el cálculo del número teórico de moléculas de la cantidad mediante el uso del número de Avogadro [N_A] (6,02214179 10²³/mol).
- 15 La “hidrofobicidad” de un producto de relleno mineral es evaluada determinando la proporción mínima de metanol a agua en una mezcla de metanol-agua necesaria para el asentamiento de la mayor parte del producto de relleno mineral, en donde el producto de relleno mineral se deposita sobre la superficie de la mezcla de metanol y agua mediante el paso a través de un tamiz de bolsa de té.
- 20 Tal como se utiliza en el presente documento y como se define generalmente en el arte previo, el valor “d₅₀” es determinado en base a las mediciones realizadas utilizando un Sedigraph™ 5100 de Micromeritics Instrument Corporation y se define como el tamaño en el que el 50% (el punto medio) del volumen o masa de la partícula es explicado por partículas que tienen un diámetro igual al valor especificado. El método y el instrumento son conocidos por el experto en la técnica y se usan comúnmente para determinar el tamaño de grano de rellenos y pigmentos. La medición se lleva a cabo en una solución acuosa de 0,1 % en peso de Na₄P₂O₇. Las muestras son dispersadas usando un agitador de alta velocidad y supersónicos.
- 25 La viscosidad Brookfield como se usa en el presente documento y como se define generalmente en la técnica anterior es medida mediante el uso de un viscosímetro DV III Ultra modelo Brookfield equipado con el eje de disco 3 a una velocidad de rotación de 100 rpm y temperatura ambiente (23± 1°C) después de agitar durante un minuto.
- 30 De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona un producto de relleno mineral tratado, en donde dicho relleno mineral se puede obtener mediante el proceso inventivo para preparar un producto de relleno mineral tratado. De acuerdo con otro aspecto, la presente invención se refiere al uso de dicho producto de relleno mineral tratado en un proceso de mezcla y/o extrusión y/o composición y/o moldeado por soplado con materiales de plástico, en particular, con materiales de plástico que comprenden poliolefinas o termoplásticos tales como polietilenos (PE), polipropilenos (PP), poliuretanos (PU) y/o poli(cloruros de vinilo) (PVC). De acuerdo con otro aspecto, la presente invención se refiere a películas, y en particular películas seleccionadas del grupo que comprende películas estiradas y/u orientadas, y preferiblemente películas transpirables, o películas de revestimiento por extrusión, que comprenden el producto de relleno mineral tratado.
- 35 De acuerdo con una modalidad preferida del proceso inventivo, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio del paso (a) es carbonato de calcio precipitado (PCC), concretamente una o más de las formas cristalinas mineralógicas aragoníticas, vateríticas y calcíticas, y/o carbonato de calcio molido natural (GCC), concretamente uno o más de mármol, piedra caliza, o tiza, y/o dolomía y preferiblemente es mármol. De acuerdo con otra modalidad preferida del proceso inventivo, el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) es seleccionado de aldehídos alifáticos que tienen de 6 a 12 átomos de carbono, preferiblemente de aldehídos alifáticos que tienen de 6 a 9 átomos de carbono y más preferiblemente de aldehídos alifáticos que tienen 8 ó 9 átomos de carbono.
- 40 De acuerdo con todavía otra modalidad preferida del proceso de la invención, el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) es un aldehído alifático saturado.
- 45 De acuerdo con una modalidad preferida del proceso de la invención, el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) presenta una viscosidad aislada equivalente de menos de 500 mPa·s a 23°C cuando se mide en un viscosímetro DV III Ultra modelo Brookfield equipado con un disco de eje 3 a una velocidad de rotación de 100 rpm y temperatura ambiente (23 ± 1°C).
- 50 De acuerdo con otra modalidad preferida del proceso inventivo, el por lo menos un relleno mineral proporcionado en el paso (a) tiene un diámetro de tamaño de partícula medio d₅₀ en el intervalo entre 0,3 μm y 10 μm, preferiblemente entre 0,5 μm y 5 μm, más preferiblemente entre 1 μm y 3 μm y lo más preferiblemente entre 1,5 μm y 1,8 μm y/o un área superficial específica (BET) de entre 1 m²/g y 10 m²/g, y más preferiblemente de entre 3 m²/g y 8 m²/g tal como

se mide por el método BET de nitrógeno.

5 De acuerdo con todavía otra modalidad preferida del proceso inventivo, el por lo menos un relleno mineral del paso (a) tiene un contenido de humedad de entre 0,01 % en peso y 1,0 % en peso, preferiblemente entre 0,02 % en peso y 0,9 % en peso y más preferiblemente entre 0,04 % en peso y 0,2 % en peso, con base en el peso seco de por lo menos un relleno mineral proporcionado en el paso (a).

10 De acuerdo con una modalidad preferida del proceso inventivo, el paso (c) comprende además poner en contacto por lo menos un relleno mineral del paso (a) con por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene de 6 a 28 átomos de carbono y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados que tienen de 6 a 28 átomos de carbono y preferiblemente el ácido carboxílico alifático saturado es seleccionado del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido behénico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico y mezclas de los mismos y más preferiblemente es una mezcla 2:1 a 1:2 (en peso) de ácido esteárico y ácido palmítico.

15 De acuerdo con otra modalidad preferida del proceso inventivo, el paso (c) comprende además poner en contacto dicho por lo menos relleno mineral del paso (a) con por lo menos un polisiloxano, preferiblemente seleccionado del polidimetilsiloxano.

De acuerdo con todavía otra modalidad preferida del proceso inventivo, el producto de relleno mineral tratado obtenido en el paso (d) presenta una temperatura de inicio volátil de más de o igual a 220°C, y preferiblemente de entre 240°C y 280°C.

20 De acuerdo con una modalidad preferida del proceso inventivo, el producto de relleno mineral tratado obtenido en el paso (d) tiene un contenido de humedad de entre 0,01 % en peso y 0,15 % en peso, preferiblemente entre 0,02 % en peso y 0,12 % en peso y más preferiblemente entre 0,04 % en peso y 0,08 % en peso con base en el peso seco del por lo menos un relleno mineral del paso (d).

25 De acuerdo con otra modalidad preferida del proceso inventivo, el producto de relleno mineral tratado obtenido en el paso (d) presenta una susceptibilidad de captación de humedad de tal manera que su nivel total de humedad de superficie está por debajo de 1,0 mg/g, más preferiblemente por debajo de 0,5 mg/g y lo más preferiblemente por debajo de 0,4 mg/g del producto de relleno mineral tratado seco después de la exposición a una atmósfera de 50% de humedad relativa durante 48 horas a una temperatura de 23°C.

30 Como es establecido anteriormente, el proceso inventivo para preparar un producto de relleno mineral tratado comprende los pasos (a), (b), (c) y (d). En lo siguiente, se hace referencia a detalles adicionales de la presente invención y especialmente los pasos anteriores del proceso inventivo para la preparación de un producto de relleno mineral tratado.

Caracterización del paso (a): provisión de un relleno mineral que contiene carbonato de calcio

De acuerdo con el paso (a) del proceso de la presente invención, es proporcionado al menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio.

35 Un relleno mineral que contiene carbonato de calcio en el sentido de la presente invención se refiere a un material de carbonato de calcio seleccionado de carbonato de calcio molido (GCC) (o natural) o un carbonato de calcio precipitado (PCC) o una mezcla de GCC y PCC, opcionalmente co-molido.

40 El GCC se entiende que es una forma natural de carbonato de calcio, que se extrae a partir de rocas sedimentarias tales como piedra caliza o tiza, o de rocas metamórficas de mármol y procesadas a través de un tratamiento tal como trituración, cribado y/o fraccionamiento en forma húmeda y/o seca, por ejemplo mediante un ciclón o clasificador. Preferiblemente, el GCC es seleccionado del grupo que comprende mármol, yeso, dolomía, caliza y mezclas de los mismos.

45 Por el contrario, el carbonato de calcio del tipo de PCC incluye productos de carbonato de calcio sintéticos obtenidos por carbonatación de una mezcla de hidróxido de calcio, comúnmente conocido en la técnica como una lechada de cal o leche de cal cuando se derivan de partículas finamente divididas de óxido de calcio en agua o por precipitación de una solución de sal iónica. El PCC puede ser romboédrico y/o escalenoédrico y/o aragonítico; comprendiendo el carbonato de calcio sintético preferido o carbonato de calcio precipitado formas cristalinas mineralógicas aragonítica, vaterítica o calcítica o mezclas de las mismas.

En una modalidad preferida, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio es mármol.

50 El por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio del paso (a) está preferiblemente en forma de

ES 2 547 802 T3

5 un material particulado, y puede tener una distribución de tamaño de partícula como convencionalmente se emplean para el/los material(es) implicado(s) en el tipo de producto que será producido. En general, el valor del tamaño medio de diámetro de partícula d_{50} del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio está en el intervalo entre 0,3 μm y 10 μm , preferiblemente entre 0,5 μm y 5 μm , más preferiblemente entre 1 μm y 3 μm y más preferiblemente entre 1,5 μm y 1,8 μm . Un relleno mineral d_{98} de menos de 25 μm , preferiblemente de menos de 10 μm (micrómetros) también puede ser ventajoso.

Adicionalmente o alternativamente, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a) exhibe un área superficial específica BET de desde 1 m^2/g a 10 m^2/g , y preferiblemente de entre 3 m^2/g y 8 m^2/g , medida usando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277.

10 En caso de que el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a) sea seleccionado de GCC, el área superficial específica BET es preferiblemente de entre 1 m^2/g y 10 m^2/g , más preferiblemente de entre 3 m^2/g y 8 m^2/g y lo más preferiblemente de entre 3,5 m^2/g y 4,5 m^2/g , medida por el método BET de nitrógeno.

15 Por ejemplo, si un mármol se utiliza como el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a), el valor del diámetro del tamaño de partícula medio d_{50} está preferiblemente en el intervalo entre 1 μm y 3 μm , más preferiblemente entre 1,1 μm y 2,5 μm , incluso más preferiblemente entre 1,2 μm y 2 μm y lo más preferiblemente entre 1,5 μm y 1,8 μm . En este caso, el mármol muestra preferiblemente un área superficial específica BET de desde 3 m^2/g hasta 6 m^2/g , más preferiblemente de 3,5 m^2/g a 5,5 m^2/g y lo más preferiblemente de 3,5 m^2/g a 4,5 m^2/g , medida usando nitrógeno y el método BET según la norma ISO 9277.

20 En contraste, si un PCC es utilizado como por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a), el área superficial específica BET está preferiblemente en el intervalo desde 1 m^2/g hasta 10 m^2/g , más preferiblemente de desde 3,5 m^2/g hasta 5,5 m^2/g incluso más preferiblemente de desde 6 m^2/g hasta 7,5 m^2/g , y lo más preferiblemente de desde 6,5 m^2/g hasta 7,5 m^2/g medida usando nitrógeno y el método BET según la norma ISO 9277.

25 El por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a) es un material molido seco, un material que es molido en húmedo y secado o una mezcla de los materiales anteriores. En general, el paso de molido puede llevarse a cabo con cualquier dispositivo de molido convencional, por ejemplo, bajo condiciones tales que el refinamiento predominantemente resulta de impactos con un cuerpo secundario, en este caso, en uno o más de: un molino de bolas, un molino de rodillo, un molino vibratorio, un triturador de rodillos, un molino de impacto centrífugo, un molino vertical de bolas, un molino de desgaste, un molino de púas, un molino de martillo, un pulverizador, una trituradora, un molino, un cortador de cuchilla, o cualquier otro equipo conocido por el experto en la técnica.

35 En caso de que un producto un relleno mineral que contiene carbonato de calcio molido en húmedo sea proporcionado en el paso (a), el paso de molido puede llevarse a cabo bajo condiciones tales que tenga lugar el molido autógeno y/o por molido con bolas horizontal, y/u otros procesos de este tipo conocidos por las personas experimentadas en la técnica. El relleno mineral que contiene carbonato de calcio molido procesado en húmedo obtenido de esta manera puede ser lavado y deshidratado mediante procesos bien conocidos, por ejemplo, mediante floculación, filtración o evaporación forzada antes del secado. El paso posterior de secado se puede llevar a cabo en un solo paso tal como secado por pulverización, o en por lo menos dos pasos, por ejemplo, mediante la aplicación de un primer paso de calentamiento al relleno mineral con el fin de reducir el contenido de humedad asociada a un nivel que no es mayor de aproximadamente 0,5 % en peso con base en el peso seco del relleno mineral, y la aplicación de un segundo paso de calentamiento al carbonato de calcio con el fin de reducir el contenido de humedad residual a un nivel que es aproximadamente 0,15 % en peso o menos, con base en el peso seco del relleno mineral. En caso de que el secado se lleve a cabo por más de un paso de secado, el primer paso puede llevarse a cabo por calentamiento en una corriente caliente de aire, mientras que el segundo y pasos adicionales de secado se llevan a cabo preferiblemente por un calentamiento indirecto en el que la atmósfera en el recipiente correspondiente comprende un agente de tratamiento de superficie. También es común que tal relleno mineral se someta a un paso de beneficio (tal como un paso de flotación, blanqueo o separación magnética) para eliminar impurezas.

50 En una modalidad preferida, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a) es un relleno mineral molido seco. En otra modalidad preferida, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a) es un material que es molido en húmedo en un molino de bolas horizontal, y posteriormente secado mediante el proceso bien conocido de secado por pulverización. En todavía otra modalidad preferida, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a) es un material producido por molido en seco seguido por molido en húmedo de sólidos con bajo contenido acuoso a un contenido de material sólido de 10 % en peso a 30 % en peso, concentración térmica o mecánica al contenido de material sólido de 40 % en peso a 60 % en peso y secado posterior.

El molido del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a) es preferiblemente llevado a cabo en ausencia de un agente dispersante.

5 Dependiendo del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a), el contenido humedad superficial total es preferiblemente menor de 1,0 % en peso con base en el seco peso del relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a), incluso después de la exposición durante 48 horas a 23°C a una atmósfera de humedad con una humedad relativa de 50%.

10 En una modalidad preferida, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a) tiene un contenido de humedad superficial total de entre 0,01 % en peso y 1,0 % en peso, preferiblemente entre 0,02 % en peso y 0,9 % en peso y más preferiblemente entre 0,04 % en peso y 0,7 % en peso con base en el peso seco del relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a), incluso después de la exposición durante 48 horas a 23°C a una atmósfera de humedad que tiene una humedad relativa de 50%.

15 Por ejemplo, en el caso de que GCC sea usado como el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a), el contenido de humedad superficial total es preferiblemente de entre 0,01 % en peso y 1,0 % en peso, más preferiblemente entre 0,02 % en peso y 0,15 % en peso y lo más preferiblemente entre 0,04 % en peso y 0,07 % en peso con base en el peso seco del relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a), incluso después de la exposición durante 48 horas a 23°C a una atmósfera de humedad que tiene una humedad relativa del 50%. En este caso, dicho GCC puede ser por ejemplo seleccionado del mármol secado por pulverización y molido en húmedo. Preferiblemente, el molido en húmedo se realiza en bajo contenido de sólidos, por ejemplo, a <35 % en peso en ausencia de dispersantes.

20 Si un PCC es usado como el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a), el contenido de humedad superficial total es preferiblemente de entre 0,01 % en peso y 1,0 % en peso, más preferiblemente entre 0,01 % en peso y 0,9 % en peso y lo más preferiblemente entre 0,4 % en peso y 0,7 % en peso con base en el peso seco del relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a), incluso después de la exposición durante 48 horas a 23°C a una atmósfera de humedad que tiene una humedad relativa de 50%.

Paso (b): disposición de al menos un aldehído alifático

De acuerdo con el paso (b) del proceso de la presente invención es proporcionado al menos un aldehído alifático que tiene entre 6 y 14 átomos de carbono.

30 A este respecto, por lo menos un aldehído alifático representa un agente de tratamiento de superficie y puede ser seleccionado de cualquier aldehído alifático lineal, ramificado o alicíclico, sustituido o no sustituido, saturado o insaturado. Dicho aldehído es elegido preferiblemente de tal manera que el número de átomos de carbono es mayor o igual a 6 y más preferiblemente mayor o igual a 8. Además, dicho aldehído tiene generalmente un número de átomos de carbono menor o igual a 14, preferiblemente menor o igual a 12 y más preferiblemente menor o igual a 10. En una modalidad preferida, el número de átomos de carbono del aldehído alifático es de entre 6 y 14, preferiblemente entre 6 y 12 y más preferiblemente entre 6 y 10.

En otra modalidad preferida, el por lo menos un aldehído alifático es elegido preferiblemente de tal manera que el número de átomos de carbono es de entre 6 y 12, más preferiblemente entre 6 y 9, y lo más preferiblemente de 8 ó 9.

40 El aldehído alifático puede ser seleccionado del grupo de aldehídos alifáticos que consiste de hexanal, (E)-2-hexenal, (Z)-2-hexenal, (E)-3-hexenal, (Z)-3-hexenal, (E)-4-hexenal, (Z)-4-hexenal, 5-hexenal, heptanal, (E)-2-heptenal, (Z)-2-heptenal, (E)-3-heptenal, (Z)-3-heptenal, (E)-4-heptenal, (Z)-4-heptenal, (E)-5-heptenal, (Z)-5-heptenal, 6-heptenal, octanal, (E)-2-octenal, (Z)-2-octenal, (E)-3-octenal, (Z)-3-octenal, (E)-4-octenal, (Z)-4-octenal, (E)-5-octenal, (Z)-5-octenal, (E)-6-octenal, (Z)-6-octenal, 7-octenal, nonanal, (E)-2-nonenal, (Z)-2-nonenal, (E)-3-nonenal, (Z)-3-nonenal, (E)-4-nonenal, (Z)-4-nonenal, (E)-5-nonenal, (Z)-5-nonenal, (E)-6-nonenal, (Z)-6-nonenal, (E)-6-nonenal, (Z)-6-nonenal, (E)-7-nonenal, (Z)-7-nonenal, 8-nonenal, decanal, (E)-2-decenal, (Z)-2-decenal, (E)-3-decenal, (Z)-3-decenal, (E)-4-decenal, (Z)-4-decenal, (E)-5-decenal, (Z)-5-decenal, (E)-6-decenal, (Z)-6-decenal, (E)-7-decenal, (Z)-7-decenal, (E)-8-decenal, (Z)-8-decenal, 9-decenal, undecenal, (E)-2-undecenal, (Z)-2-undecenal, (E)-3-undecenal, (Z)-3-undecenal, (E)-4-undecenal, (Z)-4-undecenal, (E)-5-undecenal, (Z)-5-undecenal, (E)-6-undecenal, (Z)-6-undecenal, (E)-7-undecenal, (Z)-7-undecenal, (E)-8-undecenal, (Z)-8-undecenal, (E)-9-undecenal, (Z)-9-undecenal, 10-undecenal, dodecenal, (E)-2-dodecenal, (Z)-2-dodecenal, (E)-3-dodecenal, (Z)-3-dodecenal, (E)-4-dodecenal, (Z)-4-dodecenal, (E)-5-dodecenal, (Z)-5-dodecenal, (E)-6-dodecenal, (Z)-6-dodecenal, (E)-7-dodecenal, (Z)-7-dodecenal, (E)-8-dodecenal, (Z)-8-dodecenal, (E)-9-dodecenal, (Z)-9-dodecenal, (E)-10-dodecenal, (Z)-10-dodecenal, 11-dodecenal, tridecanal, (E)-2-tridecenal, (Z)-2-tridecenal, (E)-3-tridecenal, (Z)-3-tridecenal, (E)-4-tridecenal, (Z)-4-tridecenal, (E)-5-tridecenal, (Z)-5-tridecenal, (E)-6-tridecenal, (Z)-6-tridecenal, (E)-7-tridecenal, (Z)-7-

tridecenal, (E)-8-tridecenal, (Z)-8-tridecenal, (E)-9-tridecenal, (Z)-9-tridecenal, (E)-10-tridecenal, (Z)-10-tridecenal, (E)-11-tridecenal, (Z)-11-tridecenal, 12-tridecenal, butadecenal, (E)-2-butadecenal, (Z)-2-butadecenal, (E)-3-butadecenal, (Z)-3-butadecenal, (E)-4-butadecenal, (Z)-4-butadecenal, (E)-5-butadecenal, (Z)-5-butadecenal, (E)-6-butadecenal, (Z)-6-butadecenal, (E)-7-butadecenal, (Z)-7-butadecenal, (E)-8-butadecenal, (Z)-8-butadecenal, (E)-9-butadecenal, (Z)-9-butadecenal, (E)-10-butadecenal, (Z)-10-butadecenal, (E)-11-butadecenal, (Z)-11-butadecenal, (E)-12-butadecenal, (Z)-12-butadecenal, 13-butadecenal, y mezclas de los mismos. En una modalidad preferida, el aldehído alifático es seleccionado de un grupo que consiste de hexanal, (E)-2-hexenal, (Z)-2-hexenal, (E)-3-hexenal, (Z)-3-hexenal, (E)-4-hexenal, (Z)-4-hexenal, 5-hexenal, heptanal, (E)-2-heptenal, (Z)-2-heptenal, (E)-3-heptenal, (Z)-3-heptenal, (E)-4-heptenal, (Z)-4-heptenal, (E)-5-heptenal, (Z)-5-heptenal, 6-heptenal, octanal, (E)-2-octenal, (Z)-2-octenal, (E)-3-octenal, (Z)-3-octenal, (E)-4-octenal, (Z)-4-octenal, (E)-5-octenal, (Z)-5-octenal, (E)-6-octenal, (Z)-6-octenal, 7-octenal, nonanal, (E)-2-nonenal, (Z)-2-nonenal, (E)-3-nonenal, (Z)-3-nonenal, (E)-4-nonenal, (Z)-4-nonenal, (E)-5-nonenal, (Z)-5-nonenal, (E)-6-nonenal, (Z)-6-nonenal, (E)-7-nonenal, (Z)-7-nonenal, 8-nonenal y mezclas de los mismos.

En otra modalidad preferida, el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) es un aldehído alifático saturado. En este caso, el aldehído alifático se selecciona entre el grupo que consiste en hexanal, heptanal, octanal, nonanal, decanal, undecanal, dodecanal, tridecanal, butadecenal y mezclas de los mismos. Preferiblemente, el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) en forma de un aldehído alifático saturado se selecciona del grupo que consiste en hexanal, heptanal, octanal, nonanal, decanal, undecanal, dodecanal y mezclas de los mismos. Por ejemplo, el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) en forma de un aldehído alifático saturado se selecciona de nonanal octanal, y mezclas de los mismos.

Si una mezcla de dos aldehídos alifáticos, por ejemplo dos aldehídos alifáticos saturados tales como octanal y nonanal se utiliza de acuerdo con la presente invención, la proporción en peso de octanal y nonanal es de 70:30 a 30:70 y más preferiblemente de 60:40 a 40:60. En una modalidad especialmente preferida de la presente invención, la relación en peso de octanal y nonanal es de aproximadamente 1:1.

El por lo menos un aldehído alifático de la presente invención se agrega preferiblemente de tal forma que la cantidad agregada de dicho por lo menos un aldehído alifático corresponde a un peso teórico de total entre 0,25 mg/m² y 5 mg/m² en la superficie del producto de relleno mineral tratado.

En una modalidad preferida, el por lo menos un aldehído alifático de la presente invención se agrega preferiblemente de tal forma que la cantidad de dicho por lo menos un aldehído alifático corresponde a un peso teórico total de menos de 5 mg, más preferiblemente menos de 4,5 mg y lo más preferiblemente menos de 4,0 mg/m² en la superficie del producto de relleno mineral tratado de por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a).

En otra modalidad preferida, el por lo menos un aldehído alifático de la presente invención se agrega en una cantidad de aproximadamente 0,1 % en peso a 1,5 % en peso, más preferiblemente de aproximadamente 0,1 % en peso a 1,0 % en peso, incluso más preferiblemente de aproximadamente 0,2 % en peso a 0,8 % en peso y lo más preferiblemente de aproximadamente 0,2 % en peso a 0,6 % en peso, con base en el peso seco de por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a).

En otro aspecto de la presente invención, el proceso para preparar un producto de relleno mineral tratado que proporciona una temperatura de inicio volátil de por lo menos 220°C comprende los pasos de:

(a) proporcionar por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio;

(b) proporcionar por lo menos un aldehído alifático que tiene entre 6 y 14 átomos de carbono;

(c) poner en contacto dicho por lo menos un relleno mineral del paso (a), en uno o más pasos, con el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) de manera que el número agregado de moléculas de dicho por lo menos un aldehído alifático corresponde a un número teórico total de moléculas de desde $1 \times 10^{19}/m^2$ a $3 \times 10^{19}/m^2$ en la superficie del producto de relleno mineral tratado; y

(d) formar una capa de tratamiento que comprende dicho por lo menos un aldehído alifático y/o productos de reacción de dicho por lo menos un aldehído alifático en la superficie de dicho por lo menos un relleno mineral que resulta en un producto de relleno mineral tratado.

En una modalidad preferida, el por lo menos un aldehído alifático se agrega preferiblemente de manera que el número teórico total de moléculas de dicho por lo menos un aldehído alifático en la superficie del producto de relleno mineral tratado es de desde $1 \times 10^{19}/m^2$ hasta $2 \times 10^{19}/m^2$ del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a).

Adicionalmente o alternativamente, debe ser observado que el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) del proceso inventivo se proporciona como un líquido a temperatura ambiente, es decir, dicho por lo menos un aldehído alifático presenta una viscosidad aislada equivalente de menos de 500 mPa·s a 23°C cuando se mide en un viscosímetro DV III Ultra modelo Brookfield equipado con el eje de disco 3 a una velocidad de rotación de 100 rpm y temperatura ambiente (23 ± 1°C).

Paso (c): poner en contacto el relleno mineral con dicho por lo menos un aldehído alifático

De acuerdo con el paso (c) del proceso inventivo, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio del paso (a) se pone en contacto, en uno o más pasos, con el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) de manera que la cantidad agregada de dicho por lo menos un aldehído alifático corresponde a un peso teórico total de entre 0,25 mg/m² y 5 mg/m² sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado.

El paso (c) de poner en contacto el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un aldehído alifático preferiblemente tiene lugar bajo condiciones de mezclado. El experto en la técnica adaptará estas condiciones de mezclado (tal como la configuración de las paletas de mezclado y velocidad de mezclado) de acuerdo con su equipo de proceso.

En una modalidad preferida, el proceso inventivo puede ser un proceso continuo. En este caso, es posible poner en contacto el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un aldehído alifático en un flujo constante, de modo que una concentración constante del aldehído se proporciona durante el paso (c). En otra modalidad preferida, el proceso de la invención puede ser un proceso por lotes, en este caso, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio se pone en contacto con el por lo menos un aldehído alifático en más de un paso, en donde el aldehído alifático se agrega preferiblemente en aproximadamente porciones iguales. Alternativamente, también es posible agregar el aldehído alifático en porciones desiguales para el al menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio, es decir, en porciones más grandes y más pequeñas.

Cuando se implementa el por lo menos un aldehído alifático proporcionado en el paso (c), presenta una viscosidad manejable a aproximadamente temperatura ambiente, es decir, el por lo menos un aldehído alifático está en estado líquido. Por lo tanto, el contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un aldehído alifático se puede llevar a cabo a temperaturas inferiores de tratamiento que aquellas utilizadas en los procesos que implementan ácidos carboxílicos y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por ejemplo más de 10 átomos de carbono. En una modalidad preferida, el contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un aldehído alifático se lleva a cabo a temperaturas de tratamiento de menos de 120°C y más preferiblemente por debajo de 110°C. En otra modalidad preferida, el contacto del por lo menos un relleno mineral con el por lo menos un aldehído alifático se lleva a cabo a temperaturas de entre 15 y 150°C, más preferiblemente de entre 15 y 110°C, por ejemplo, de aproximadamente 80°C o 100°C.

El tiempo de tratamiento para llevar a cabo el contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un aldehído alifático se lleva a cabo durante un período de 30 min o menos, preferiblemente durante un período de 20 min o menos y más preferiblemente durante un período de 15 min o menos. En general, la duración de contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un aldehído alifático está determinada por la temperatura de tratamiento aplicada durante el paso (c). Por ejemplo, cuando es aplicada una temperatura de tratamiento de aproximadamente 100°C, el tiempo de tratamiento es tan corto como, por ejemplo, aproximadamente 5 ó 10 minutos. Si es aplicada una temperatura de tratamiento de aproximadamente 80°C, el tiempo de tratamiento puede ser tan largo como, por ejemplo, aproximadamente 10 ó 15 minutos. En caso de que el proceso de la invención es implementado como un proceso continuo, el tiempo de tratamiento es preferiblemente menos de 60 segundos, más preferiblemente menos de 10 segundos y más preferiblemente menos de 5 segundos.

En una modalidad preferida, el contacto del paso (c) además puede comprender poner en contacto dicho por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio del paso (a) con por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene de 6 a 28 átomos de carbono y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados que tienen de 6 a 28 átomos de carbono.

Tal contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados puede llevarse a cabo durante y/o después del contacto del relleno mineral con el por lo menos un aldehído alifático. Si el contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados se lleva a cabo simultáneamente a la adición del por lo menos un aldehído alifático del paso (b), el contacto se lleva a cabo preferiblemente a temperaturas de entre 60°C y 150°C, por ejemplo, de entre 80°C y 120°C. En este caso, la duración del contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un aldehído alifático y el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o la por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados es determinada por la temperatura de tratamiento aplicada

durante el contacto. Por ejemplo, cuando es aplicada una temperatura de tratamiento de aproximadamente 100°C, el tiempo de tratamiento es tan corto como, por ejemplo, aproximadamente 10 minutos.

5 En el caso de que el contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados se lleva a cabo simultáneamente a la adición del por lo menos un aldehído alifático del paso (b), el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados y el por lo menos un aldehído alifático se proporcionan preferiblemente en una mezcla del por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o la por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados disueltos en el por lo menos un aldehído alifático. Por lo tanto, cuando se
10 implementa tal mezcla, presenta una viscosidad manejable a aproximadamente temperatura ambiente, es decir, la mezcla está en estado líquido.

En una modalidad preferida, dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado es seleccionado de los ácidos monocarboxílicos alifáticos. Alternativamente o adicionalmente, pueden ser ácidos carboxílicos alifáticos lineales y/o ácidos carboxílicos alifáticos hidroxilados (es decir, que comprenden un grupo OH).

15 A este respecto, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado es elegido preferiblemente de tal manera que el número de átomos de carbono es inferior o igual a 28, preferiblemente inferior o igual a 24, más preferiblemente inferior o igual a 22, más preferiblemente inferior o igual a 20 y lo más preferentemente inferior o igual a 18. Además, dicho ácido carboxílico tiene generalmente un número de átomos de carbono que es mayor que o igual a 6, preferiblemente mayor que o igual a 10, más preferiblemente mayor que o igual a 12 y lo más preferiblemente mayor que o igual a 14. En una modalidad preferida, el número de átomos de carbono del por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado es entre 6 y 28, preferiblemente entre 10 y 24, más preferiblemente entre 12 y 22, incluso más preferiblemente entre 12 y 20 y lo más preferiblemente entre 14 y 18.

20 Por ejemplo, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado es seleccionado del grupo que consiste de ácido esteárico, ácido behénico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico y mezclas de los mismos. En una modalidad preferida, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado es seleccionado de ácido esteárico y/o ácido palmítico y/o ácido mirístico y/o ácido láurico o mezclas de los mismos, y lo más preferiblemente es ácido esteárico y/o ácido palmítico.

25 Si una mezcla de dos ácidos carboxílicos alifáticos saturados, por ejemplo, ácido esteárico y ácido palmítico se utiliza de acuerdo con la presente invención, la proporción en peso de ácido esteárico y ácido palmítico es de 3:1 a 1:3 y más preferiblemente de 2:1 a 1:2. En una modalidad especialmente preferida de la presente invención, la proporción en peso de ácido esteárico y ácido palmítico es de aproximadamente 1:1.

30 En el caso de que el contacto del paso (c) comprenda poner en contacto dicho por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio del paso (a) con por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados que tienen de 6 a 28 átomos de carbono, el catión de la sal se selecciona preferiblemente del segundo grupo principal del sistema periódico, tal como calcio, magnesio y/o estroncio. Por ejemplo, el catión de la sal se selecciona de calcio y/o magnesio.

Además, se prefiere que la mezcla aislada equivalente del por lo menos un ácido alifático saturado y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos saturados alifáticos presente una viscosidad de menos de 10000, preferiblemente de menos de 1000, y más preferiblemente de menos de 500 mPa·s a 180°C.

40 El por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o la por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados de la presente invención se agregan preferiblemente en una cantidad tal que la cantidad agregada de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o la por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados y/o el por lo menos un aldehído alifático corresponde a un peso teórico total de entre 0,25 mg/m² y 5 mg/m² en la superficie del producto de relleno mineral tratado.

45 En una modalidad preferida, el por lo menos un aldehído alifático de la presente invención se agrega preferiblemente en una cantidad tal que la cantidad agregada de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o la por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados y/o el por lo menos un aldehído alifático corresponde a un peso teórico total de menos de 5 mg, más preferiblemente menos de 4,5 mg y más preferiblemente menos de 4 mg/m² sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado.

50 En otra modalidad preferida, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o la por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados de la presente invención se agrega en una cantidad de aproximadamente 0,1 % en peso a 1,5 % en peso, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 0,1 % en peso a 1,0 % en peso, incluso más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 0,2 % en peso a 0,8 % en peso y lo más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 0,2 % en peso a 0,6 % en peso, con

base en el peso seco del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio proporcionado en el paso (a).

Adicionalmente o alternativamente, también es posible que agentes de tratamiento adicionales que no corresponden con el por lo menos un aldehído alifático, ni con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados sean implementados en el proceso de la presente invención. En tal caso, es preferible que este agente de tratamiento adicional sea por lo menos un polisiloxano, y más preferiblemente un polidimetilsiloxano (PDMS).

El por lo menos un polisiloxano se agrega preferiblemente de manera que la cantidad del por lo menos un polisiloxano sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado corresponde a un peso teórico total de menos de 0,1 mg/m², más preferiblemente menos de 0,075 mg/m² y lo más preferiblemente menos de 0,05 mg/m².

A este respecto, debe ser observado que tal contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un polisiloxano se puede llevar a cabo durante o después del contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un aldehído alifático. En una modalidad preferida, tal contacto con el por lo menos un polisiloxano se lleva a cabo después del contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un aldehído alifático. En este caso, el contacto se lleva a cabo preferiblemente a temperaturas de entre 90°C y 110°C, por ejemplo, de aproximadamente 100°C. La duración de contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un polisiloxano es determinada por la temperatura de tratamiento aplicada durante el contacto. Por ejemplo, cuando es aplicada una temperatura de tratamiento de aproximadamente 100°C, el tiempo de tratamiento es tan corto como, por ejemplo, aproximadamente 5 minutos.

En una modalidad preferida, el contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un polisiloxano se lleva a cabo después de la adición simultánea del por lo menos un aldehído alifático del paso (b) y el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados.

25 Paso (d): formación de una capa de tratamiento

De acuerdo con el paso (d) del proceso de la presente invención, una capa de tratamiento que comprende dicho por lo menos un aldehído alifático y productos de reacción de dicho por lo menos un aldehído alifático es formada sobre la superficie de dicho por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio que resulta en un producto de relleno mineral tratado.

El paso (d) de formación de la capa de tratamiento que comprende dicho por lo menos un aldehído alifático y productos de reacción de dicho por lo menos un aldehído alifático sobre la superficie de dicho por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio preferiblemente tiene lugar bajo una atmósfera de aire (23 % en vol. de O₂/78 % en vol. de N₂).

Además, la capa de tratamiento se caracteriza en que la cantidad agregada de dicho por lo menos un aldehído alifático corresponde a un peso teórico total de entre 0,25 y 5 mg/m² sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado.

En una modalidad preferida, la capa de tratamiento se caracteriza en que la cantidad agregada de dicho por lo menos un aldehído alifático corresponde a un peso teórico total de menos de 5 mg, más preferiblemente menos de 4,5 mg y lo más preferiblemente menos de 4,0 mg/m² sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado.

Además, se debe observar que la capa de tratamiento del producto de relleno mineral tratado comprende el por lo menos un aldehído alifático y además puede comprender agentes de tratamiento de superficie tales como el por lo menos un ácido carboxílico saturado alifático y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados, en forma de productos de reacción obtenidos poniendo en contacto el relleno mineral con el agente de tratamiento de superficie respectivo.

Los productos de relleno mineral tratados resultantes obtenidos de acuerdo con la presente invención tienen características de superficie mejoradas en comparación con rellenos minerales tratados con ácidos carboxílicos y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono, en este caso, sin la implementación del por lo menos un aldehído alifático. Los productos de relleno mineral tratados resultantes obtenidos del proceso de la invención proporcionan una temperatura de inicio volátil que es más alta que la obtenida para rellenos minerales tratados con ácidos carboxílicos y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono. Además, los productos de relleno mineral tratados obtenidos del proceso de la invención proporcionan una susceptibilidad de captación de humedad que es menor que la obtenida para rellenos minerales tratados con ácidos carboxílicos y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono. Además, los productos

de relleno mineral tratados resultantes obtenidos del proceso de la invención proporcionan una hidrofobicidad suficiente para aplicaciones de plásticos. Dicha temperatura de inicio volátil y otras características de superficie relativas a la presente invención son determinadas de acuerdo con el método de medición definido anteriormente y que se muestra en la sección de ejemplos a continuación en el presente documento.

5 En una modalidad preferida del proceso de la invención, el producto de relleno mineral tratado obtenido en el paso (d) presenta una temperatura de inicio volátil de más de o igual a 220°C, y preferiblemente de entre 230°C y 300°C. Más aún, el producto de relleno mineral tratado obtenido tiene preferiblemente una temperatura de inicio volátil más alta que el mismo relleno mineral que tiene una capa de tratamiento pero en el que el por lo menos un aldehído alifático está sustituido con ácidos carboxílicos y/o sales de ácido carboxílico que tienen por lo menos 10 átomos de carbono.

10 Además, los productos de relleno mineral tratados obtenidos del proceso de la invención proporcionan una baja susceptibilidad de captación de humedad. Se prefiere que la susceptibilidad de captación de humedad del producto de relleno mineral tratado obtenido en el paso (d) sea tal que su nivel total de humedad de superficie está por debajo de 1,0 mg/g, más preferiblemente por debajo de 0,5 mg/g, y lo más preferiblemente por debajo de 0,4 mg/g del producto de relleno mineral tratado seco, después de la exposición a una atmósfera de 50% de humedad relativa durante 48 horas a una temperatura de 23°C. En otra modalidad preferida, la susceptibilidad de captación de humedad del producto de relleno mineral tratado obtenido en el paso (d) es tal que su nivel total de humedad de superficie es menor de 0,35 mg/g, más preferiblemente menor de 0,3 mg/g, y lo más preferiblemente menor de 0,25 mg/g del producto de relleno mineral tratado seco, después de la exposición a una atmósfera de 50% de humedad relativa durante 48 horas a una temperatura de 23°C. En todavía otra modalidad preferida, el producto de relleno mineral tratado obtenido en el paso (d) tiene un contenido de humedad de entre 0,01 % en peso y 0,15 % en peso, preferiblemente entre 0,02 % en peso y 0,12 % en peso y lo más preferiblemente entre 0,04 % en peso y 0,08 % en peso con base en el peso seco del por lo menos un relleno mineral del paso (d).

20 El producto de relleno mineral tratado así obtenido puede ser ventajosamente implementado en un proceso de mezclado y/o extrusión y/o composición y/o moldeado por soplado con materiales de plástico, y preferiblemente con PVC, poliolefinas, tales como polietileno (PE), polipropileno (PP) y/o poliuretanos (PU), particularmente para obtener materiales de película, concretamente, materiales de película estirada/orientada, y preferiblemente materiales de película transpirable, o materiales de película de revestimiento por extrusión.

25 En particular, los materiales de película seleccionados del grupo que comprende películas estiradas y/u orientadas, y preferiblemente películas transpirables, o películas de revestimiento por extrusión se caracterizan en que contienen dicho producto de relleno mineral tratado que se puede obtener mediante el proceso de la presente invención.

30 A este respecto, las películas de acuerdo con la invención se caracterizan en que contienen productos de relleno mineral tratados que se pueden obtener por el proceso de la presente invención y en que tienen menos huecos que conducen a superficies irregulares y uniformidad visible mejorada. Como otra ventaja, el producto de relleno mineral obtenido por el proceso de la presente invención ocasiona una velocidad de salida más alta.

35 Los siguientes ejemplos pueden ilustrar adicionalmente la invención, pero no pretenden limitar la invención a las modalidades ejemplificadas. Los ejemplos a continuación muestran la temperatura de inicio volátil alta y la susceptibilidad reducida de captación de humedad del relleno mineral tratado de acuerdo con la presente invención:

Ejemplos

40 Todos los métodos de medición implementados en los ejemplos se describen en el presente documento anteriormente.

Ejemplo 1 - Ejemplo comparativo

45 El ejemplo 1 se refiere al tratamiento de un mármol molido en húmedo y secado por pulverización con una mezcla 1:1 de ácido esteárico y ácido palmítico a una temperatura de tratamiento de aproximadamente 130°C y posterior tratamiento con polidimetilsiloxano.

50 500 g de un mármol de Carrara, Italia, molido en seco, seguido de molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25 % en peso en agua del grifo en un molino de bolas horizontal (Dynomill 1,4 litros de volumen) y secado por pulverización, que presenta un d_{50} de aproximadamente 1,6 μm (micrómetros), un área superficial específica de 4,1 m^2/g y una humedad de 0,06 % en peso se agregó a un mezclador MTI y la mezcla fue activada a 3000 rpm. Después una mezcla 1:1 (en peso) de polvo de ácido esteárico seco y polvo de ácido palmítico seco a temperatura ambiente se introdujo en el mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m^2 de mármol indicado en la tabla 1, y los contenidos del mezclador se calentaron a 130°C. Los contenidos del mezclador se mezclaron a 130°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un período de

10 minutos. Después el polidimetilsiloxano (Dow Corning 200 Fluid 1000 CS) se introdujo en el mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m² de mármol indicado en la tabla 1. Los contenidos del mezclador se mezclaron a 100°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un segundo período de 5 minutos.

5 El producto así obtenido fue después analizado; los resultados se presentan en la tabla 1.

Ejemplo 2 - Ejemplo de la invención

El ejemplo 2 se refiere al tratamiento de un mármol molido en húmedo y secado por pulverización con heptanal a una temperatura de tratamiento de aproximadamente 80°C.

10 500 g de un mármol de Carrara, Italia, molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25 % en peso en agua del grifo en un molino de bolas horizontal (Dynomill) y secado por pulverización, que presenta un d_{50} de aproximadamente 1,6 μm (micrómetros), un área superficial específica de 4,1 m²/g y una humedad de 0,06 % en peso se agregó a un mezclador MTI y la mezcla fue activada a 3000 rpm. Después fue introducido heptanal (Aldrich W254002) al mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m² de mármol indicado en la tabla 1, y los contenidos del mezclador se calentaron a 80°C. Los contenidos del mezclador fueron mezclados a 80°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un período de 10 minutos.

15 El producto así obtenido fue después analizado; los resultados se presentan en la tabla 1.

Ejemplo 3 – Ejemplo de la invención

El ejemplo 3 se refiere al tratamiento de un mármol molido en húmedo y secado por pulverización con octanal a una temperatura de tratamiento de aproximadamente 80°C.

20 500 g de un mármol de Carrara, Italia, molido en seco, seguido por molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25 % en peso en agua del grifo en un molino de bolas horizontal (Dynomill) y secado por pulverización, que presenta un d_{50} de aproximadamente 1,6 μm (micrómetros), un área superficial específica de 4,1 m²/g y una humedad de 0,05 % en peso se agregó a un mezclador MTI y la mezcla fue activada a 3000 rpm. Después fue introducido octanal (Aldrich W254002) al mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m² de mármol indicado en la tabla 1, y los contenidos del mezclador se calentaron a 80°C. Los contenidos del mezclador fueron mezclados a 80°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un período de 10 minutos.

25 El producto así obtenido fue después analizado; los resultados se presentan en la tabla 1.

Ejemplo 4 – Ejemplo de la invención

30 El ejemplo 4 se refiere al tratamiento de un mármol molido en húmedo y secado por pulverización con undecanal a una temperatura de tratamiento de aproximadamente 80°C.

35 500 g de un mármol de Carrara, Italia, molido en seco, seguido por molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25% en peso en agua del grifo en un molino de bolas horizontal (Dynomill) y secado por pulverización, que presenta un d_{50} de aproximadamente 1,6 μm (micrómetros), un área superficial específica de 4,1 m²/g y una humedad de 0,05 % en peso se agregó a un mezclador MTI y la mezcla fue activada a 3000 rpm. Después fue introducido undecanal (Aldrich U2202) al mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m² de mármol indicado en la tabla 1, y los contenidos del mezclador se calentaron a 80°C. Los contenidos del mezclador fueron mezclados a 80°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un período de 10 minutos.

40 El producto así obtenido fue después analizado; los resultados se presentan en la tabla 1.

Ejemplo 5 – Ejemplo de la invención

El ejemplo 5 se refiere al tratamiento de un mármol molido en húmedo y secado por pulverización con dodecanal a una temperatura de tratamiento de aproximadamente 80°C.

45 500 g de un mármol de Carrara, Italia, molido en seco, seguido por molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25 % en peso en agua del grifo en un molino de bolas horizontal (Dynomill) y secado por pulverización, que presenta un d_{50} de aproximadamente 1,6 μm (micrómetros), un área de superficie específica de 4,1 m²/g y una humedad de 0,05 % en peso se agregó a un mezclador MTI y la mezcla fue activada a 3000 rpm.

ES 2 547 802 T3

Después fue introducido dodecanal (Aldrich D222003) al mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m² de mármol indicado en la tabla 1, y los contenidos del mezclador se calentaron a 80°C. Los contenidos del mezclador fueron mezclados a 80°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un período de 5 minutos.

5 El producto así obtenido fue después analizado; los resultados se presentan en la tabla 1.

Prueba	1	2	3	4	5
	Comparativo	Invencción	Invencción	Invencción	Invencción
Mineral	CaCO ₃ (GCC)				
Agentes de tratamiento					
1. Acido carboxílico	ácidos C16/C18				
2. Aldehído alifático		heptanal	octanal	undecal	dodecanal
3. Aditivo adicional	500 ppm Polidimetil-siloxano				
Total de tratamiento 1 y 2	2,4 mg/m ² de mineral	3,4 mg/m ² de mineral	3,4 mg/m ² de mineral	3,7 mg/m ² de mineral	3,4 mg/m ² de mineral
Número de moléculas del agente de tratamiento 1 y 2	5,3x10 ¹⁸ /m ² de mineral	1,8x10 ¹⁹ /m ² de mineral	1,6x10 ¹⁹ /m ² de mineral	1,3x10 ¹⁹ /m ² de mineral	1,1x10 ¹⁹ /m ² de mineral
Temp. de tratamiento (°C)	130°C	80°C	80°C	80°C	80°C
Tiempo de tratamiento (min)	10/5	10	10	10	5
Contenido de humedad en ppm	700	750	710	640	600
Agente de tratamiento a 20°C visc. Brookfield de ácido carboxílico/aldehído alifático	Sólido	Líquido	Líquido	Líquido	Líquido
	No medible	< 500 mPa.s	< 500 mPa.s	< 500 mPa.s	< 500 mPa.s
Temperatura de inicio volátil	244°C	230°C	233°C	221°C	244°C
Captación de humedad (mg/g) a 23°C, 50 % de humedad relativa, tiempo de exposición de 48 horas	0,33	0,27	0,21	0,32	40/60
Hidrofóbico en H ₂ O/metanol (v/v)	40/60	40/60	40/60	40/60	40/60

Tabla 1

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para preparar un producto de relleno mineral tratado que proporciona una temperatura de inicio volátil de por lo menos 220°C, comprendiendo el proceso los pasos de:
- (a) proporcionar por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio;
- 5 (b) proporcionar por lo menos un aldehído alifático que tiene entre 6 y 14 átomos de carbono;
- (c) poner en contacto dicho por lo menos un relleno mineral del paso (a), en uno o más pasos, con el por lo menos un aldehído alifático del paso (b), de manera que la cantidad añadida de dicho por lo menos un aldehído alifático corresponde a un peso teórico total de entre 0,25 mg/m² y 5 mg/m² sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado; y
- 10 (d) formar una capa de tratamiento que comprende dicho por lo menos un aldehído alifático y productos de reacción de dicho por lo menos un aldehído alifático sobre la superficie de dicho por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio del paso (a) que resulta en un producto de relleno mineral tratado.
2. El proceso de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio del paso (a) es carbonato de calcio precipitado (PCC), concretamente una o más de las
- 15 formas cristalinas mineralógicas aragonítica, vaterítica y calcítica, y/o carbonato de calcio molido natural (GCC), concretamente uno o más de mármol, piedra caliza, o tiza, y/o dolomía y preferiblemente es mármol.
3. El proceso de conformidad con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) es seleccionado de aldehídos alifáticos que tienen de 6 a 12 átomos de carbono, preferiblemente de
- 20 aldehídos alifáticos que tienen de 6 a 9 átomos de carbono y más preferiblemente de aldehídos alifáticos que tienen 8 ó 9 átomos de carbono.
4. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) es un aldehído alifático saturado.
5. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el por lo menos un aldehído alifático del paso (b) presenta una viscosidad equivalente aislada de menos de 500 mPa·s a 23°C.
- 25 6. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el por lo menos un relleno mineral proporcionado en el paso (a) tiene un diámetro de tamaño de partícula medio d_{50} en el intervalo entre 0,3 μm y 10 μm , preferiblemente entre 0,5 μm y 5 μm , más preferiblemente entre 1 μm y 3 μm y lo más preferiblemente entre 1,5 μm y 1,8 μm y/o un área superficial específica (BET) de entre 1 m²/g y 10 m²/g, y más preferiblemente de entre 3 m²/g y 8 m²/g tal como se mide por el método BET de nitrógeno.
- 30 7. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el por lo menos un relleno mineral del paso (a) tiene un contenido de humedad de entre 0,01 % en peso y 1,0 % en peso, preferiblemente entre 0,02 % en peso y 0,9 % en peso y más preferiblemente entre 0,04 % en peso y 0,2 % en peso, con base en el peso seco del por lo menos un relleno mineral proporcionado en el paso (a).
8. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el paso (c) además
- 35 comprende poner en contacto dicho por lo menos un relleno mineral del paso (a) con por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene de 6 a 28 átomos de carbono y/o por lo menos una sal catiónica de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados que tienen de 6 a 28 átomos de carbono y preferiblemente dicho ácido carboxílico alifático saturado es seleccionado del grupo que consiste de ácido esteárico, ácido behénico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico y mezclas de los mismos
- 40 y más preferiblemente es una mezcla 2:1 a 1:2 (en peso) de ácido esteárico y ácido palmítico.
9. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el paso (c) además comprende poner en contacto dicho por lo menos un relleno mineral del paso (a) con por lo menos un polisiloxano, preferiblemente seleccionado de polidimetilsiloxano.
10. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el producto de
- 45 relleno mineral tratado obtenido en el paso (d) presenta una temperatura de inicio volátil de entre 230°C y 300°C.
11. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque el producto de relleno mineral tratado obtenido en el paso (d) tiene un contenido de humedad de entre 0,01 % en peso y 0,15 % en peso, preferiblemente entre 0,02 % en peso y 0,12 % en peso y más preferiblemente entre 0,04 % en peso y 0,08 %

en peso, con base en el peso seco del por lo menos un relleno mineral del paso (d).

- 5 12. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque el producto de relleno mineral tratado obtenido en el paso (d) presenta una susceptibilidad de captación de humedad tal que su nivel total de humedad de superficie está por debajo de 1,0 mg/g, más preferiblemente por debajo de 0,5 mg/g y lo más preferiblemente por debajo de 0,4 mg/g del producto de relleno mineral tratado seco después de la exposición a una atmósfera de 50% de humedad relativa durante 48 horas a una temperatura de 23°C.
13. Un producto de relleno mineral tratado que se puede obtener mediante el proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12.
- 10 14. Uso de un producto de relleno mineral tratado de conformidad con la reivindicación 13 en un proceso de mezclado y/o extrusión y/o composición y/o moldeado por soplado con materiales de plástico.
15. Uso de conformidad con la reivindicación 14, caracterizado porque los materiales de plástico comprenden poliolefinas o termoplásticos tales como polietilenos (PE), polipropilenos (PP), poliuretanos (PU) y/o poli(cloruros de vinilo) (PVC).
16. Material de película que comprende el producto de la reivindicación 13.
- 15 17. Material de película de conformidad con la reivindicación 16, caracterizado porque el material es seleccionado del grupo que comprende materiales de película estirada y/u orientada, y preferiblemente materiales de película transpirable, o materiales de película de revestimiento por extrusión.