

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 599 643**

51 Int. Cl.:

**C08J 5/18** (2006.01)

**C08K 9/04** (2006.01)

**C09C 1/02** (2006.01)

**C09C 3/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.05.2011 PCT/EP2011/058372**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.12.2011 WO11147778**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.05.2011 E 11721038 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.07.2016 EP 2576669**

54 Título: **Productos de relleno mineral tratados, proceso para la preparación de los mismos y usos de los mismos**

30 Prioridad:

**28.05.2010 EP 10164409**  
**04.06.2010 US 396939 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**02.02.2017**

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, RENE**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 599 643 T3**

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

**DESCRIPCIÓN**

Productos de relleno mineral tratados, proceso para la preparación de los mismos y usos de los mismos

La presente invención se refiere al campo técnico de los productos de relleno mineral tratados. La invención se refiere además al proceso para preparar tales productos de relleno mineral tratados, y a su uso preferido en el campo de aplicaciones de plástico, y en particular aplicaciones de 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 volátiles que actúan 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 estar, por ejemplo:

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

- introducidos durante el tratamiento del relleno mineral ("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 CO<sub>2</sub>, 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 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 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 volátiles pueden generar espuma excesiva del 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 mayores y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono tales como ácido palmítico y/o ácido esteárico, que en algunos casos también pueden denominarse ácidos grasos. Sin embargo, debe observarse que los ácidos carboxílicos mayores, es decir ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono son sólidos a temperatura ambiente. En consecuencia, los ácidos carboxílicos mayores necesitan ser almacenados líquidos o transportados a temperatura elevada para ser manejados fácilmente y, por otra parte, dichos ácidos carboxílicos mayores necesitan ser fundidos mediante un paso adicional de tratamiento térmico para su uso como agente de tratamiento superficial. 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 utilizan 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 superficialmente con un dispersante que puede incluir ácidos alifáticos mayores 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 refiere a composiciones petrolizadas que no se despegan para vehículos de motor a base de poli(cloruro de vinilo) que han mejorado las propiedades reológicas y de adhesión, 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.

- 5 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.
- 10 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.
- 15 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. Adicionalmente, la presencia de sales/ácidos carboxílicos alifáticos insaturados pueden resultar en decoloración de, o desarrollo de olor no deseado, y notablemente olor rancio, en el material en el que se aplican.
- 20 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 insaturados 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.
- 25 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.
- 30 La patente US 4.520.073 describe materiales de relleno minerales 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.
- 35 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  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_m\text{COOR}$ .
- Sin embargo, la técnica anterior raramente describe productos de relleno mineral tratados que resolverían los siguientes problemas técnicos multifacéticos:
- 40 - tratar un relleno mineral mediante el uso de un agente de tratamiento superficial con una viscosidad manejable, es decir una viscosidad Brookfield de menos de 1000 mPa.s a 23°C;
- tratar un relleno mineral de manera que el producto de relleno mineral tratado resultante presente una temperatura inicial volátil aumentada que es significativamente mayor que la de un producto con relleno mineral tratado con ácidos carboxílicos y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono;
- 45 - tratar un relleno mineral de manera que el producto de relleno mineral tratado resultante sea suficientemente hidrofóbico para aplicaciones en plásticos que requieren dispersabilidad del producto de relleno mineral tratado en el medio de polímero, preferiblemente que el producto de relleno mineral tratado sea más hidrofóbico que si se trata con ácidos carboxílicos y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono;
- 50 - tratar un relleno mineral de manera que el producto de relleno mineral tratado resultante tenga una baja susceptibilidad a recoger humedad de manera que sea menor que la de un producto de relleno mineral tratado con ácidos carboxílicos y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono;
- identificar un agente de tratamiento superficial que logre lo anterior, independientemente de si o no el relleno mineral experimenta por lo menos 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.
- A este respecto, uno de los medios obvios para aumentar la temperatura de inicio volátil 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.

5 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 la posibilidad 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 inaceptablemente pondría en peligro la calidad de la película resultante.

10 En este sentido, la técnica anterior adicional, es decir 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 volátiles además del agua que contribuye a los volátiles totales.

De este modo, todavía hay una necesidad por productos de relleno mineral tratados y en particular rellenos minerales que contienen carbonato de calcio que abordan los problemas técnicos anteriores descritos y especialmente un producto de relleno mineral tratado que tiene características superficiales mejoradas.

15 Por lo tanto, es un objetivo de la presente invención proporcionar un producto de relleno mineral tratado que tiene características superficiales mejoradas, y especialmente una temperatura de inicio volátil alta. Incluso un objetivo adicional es proporcionar un producto de relleno mineral tratado que caracterice una hidrofobicidad suficiente para aplicaciones de plásticos. Aún un objetivo adicional es proporcionar un producto de relleno mineral tratado que se caracterice por una baja susceptibilidad a recoger humedad. Otro objetivo de la presente invención es proporcionar  
20 un producto de relleno mineral tratado preparado mediante el uso de un agente de tratamiento superficial que se pueda manejar fácilmente. Un objetivo adicional es proporcionar un producto de relleno mineral tratado preparado mediante un proceso que puede llevarse a cabo bajo condiciones rentables y suaves, en este caso, evitando un tratamiento térmico intensivo de eductos usados. Más objetivos se pueden deducir de la siguiente descripción de la invención.

25 Los anteriores y otros objetivos se resuelven por la materia objeto tal como se define aquí en la reivindicación 1.

Las modalidades ventajosas del producto de relleno mineral tratado de la invención se definen en las reivindicaciones dependientes correspondientes.

30 De acuerdo con un aspecto de la presente solicitud se ha desarrollado un producto de relleno mineral tratado que proporciona una temperatura de inicio volátil de por lo menos 250°C, comprendiendo el producto de relleno mineral tratado:

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

b) una capa de tratamiento situada en la superficie de dicho por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio, consistiendo la capa de tratamiento esencialmente de:

- por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene desde 6 hasta 9 átomos de carbono y/o

35 - productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado sobre la superficie de por lo menos un relleno mineral.

40 Los inventores sorprendentemente encontraron que el producto de relleno mineral tratado anterior de acuerdo con la presente invención proporciona una temperatura de inicio volátil alta de por lo menos 250°C, una hidrofobicidad suficiente y baja susceptibilidad para recoger humedad. Más precisamente, los inventores encontraron que las características superficiales de un producto de relleno mineral tratado se pueden mejorar mediante la adición de ácidos carboxílicos alifáticos saturados definidos.

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

45 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. La persona experimentada 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 I<sub>2</sub>/100 g de muestra. Esta determinación de número de yodo es bien conocida para la persona experimentada 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.

5 El término “ácido carboxílico alifático” en el sentido de la presente invención se refiere a compuestos orgánicos de cadena recta, ramificada o alicíclica compuestos de carbono e hidrógeno. Dicho compuesto orgánico además contiene un grupo carboxilo ubicado al final del esqueleto de carbono.

10 El término “capa de tratamiento que esencialmente consiste de” en el sentido de la presente invención se refiere a una capa de tratamiento que consiste de por lo menos 95% en peso y más preferiblemente de por lo menos 99% en peso, con base en el peso total de la capa superficial, de por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene desde 6 hasta 9 átomos de carbono y/o productos de reacción del mismo. Más aún, se prefiere que el término general “capa de tratamiento” en el sentido de la presente invención se refiera a una capa de tratamiento que no incluye ácidos carboxílicos mayores, es decir ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono.

15 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 superficial. Dichos productos de reacción se forman preferiblemente entre el agente de tratamiento superficial aplicado y la molécula situada en la superficie del relleno mineral.

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 de dicho agente de tratamiento está completamente depositado en la capa de tratamiento.

20 El término “moléculas/m<sup>2</sup>” o “número de moléculas/m<sup>2</sup>” 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 calcio y mediante el cálculo del número teórico de moléculas de dicha cantidad mediante el uso del número de Avogadro (6,02214179 x 10<sup>23</sup>/mol).

25 El término “temperatura de inicio volátil” en el sentido de la presente solicitud se refiere a una temperatura a la cual los volátiles - incluyendo volátiles introducidos como resultado de los pasos de preparación de relleno mineral comunes, incluyendo el molido, con o sin agentes auxiliares de molido, benefician, 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 evolucionar, 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), definiéndose la preparación y la interpretación de tal curva más adelante.

35 Los métodos analíticos TGA proporcionan información con respecto a las pérdidas de masa y las temperaturas de inicio de volátiles con gran precisión, y es de conocimiento común; está descrito, por ejemplo, en “Principles of Instrumental analysis”, quinta edición, Skoog, Holler, Nieman, 1998 (primera edición 1992) 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.

40 La persona experimentada en la técnica será capaz de determinar la “temperatura de inicio volátil” por análisis de la curva de TGA de la siguiente manera: se obtiene la primera derivada de la curva de TGA y se identifican 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, se identifica la 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 curva derivada es la “temperatura de inicio volátil”.

45 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 se califica como que está fundida a partir del momento después de la fusión cuando la temperatura comienza a subir, como se observó en una temperatura de representación gráfica de curva frente a la energía de entrada obtenida por Calorimetría de Exploración Dinámica, DSC (DIN 51005: 1983-11).

50 El término “área superficial específica” (en m<sup>2</sup>/g) del relleno mineral en el sentido de la presente invención se determina utilizando el método BET, que es bien conocido por la persona experimentada en la técnica (ISO 9277:1995). El área superficial total (en m<sup>2</sup>) del relleno mineral se obtiene después mediante la multiplicación del área superficial específica y la masa (en g) del relleno mineral antes del tratamiento.

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 se determina de acuerdo con el método de medición Colorimétrica de Karl Fischer, en el que el relleno mineral se calienta 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) se determina en una unidad Colorimétrica Karl Fischer.

5 El término “susceptibilidad de captación de humedad” en el sentido de la presente invención se refiere a la cantidad de humedad absorbida en la superficie del relleno mineral y se determina en mg de humedad/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.

10 La “hidrofobicidad” de un producto de relleno mineral se evalúa determinando el mínimo de metanol a una proporción de 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 dicha mezcla de metanol y agua mediante el paso a través de un tamiz de bolsa de té.

15 Tal como se utiliza aquí y como se define generalmente en la técnica, el valor “ $d_{50}$ ” se determina 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 estimado por partículas que tienen un diámetro igual al valor especificado. El método y el instrumento son conocidos por la persona experimentada 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  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ . Las muestras se dispersan usando un agitador de alta velocidad y supersónicos.

20 La viscosidad Brookfield como se usa aquí y como define generalmente en el arte previo se mide mediante el uso de un viscosímetro DV III Ultra modelo Brookfield equipado con el eje del disco 3 a una velocidad de rotación de 100 rpm y temperatura ambiente ( $23 \pm 1^\circ\text{C}$ ) después de agitar durante un minuto.

25 La cuantificación y la calificación de por lo menos un ácido carboxílico, como se usa aquí, se lleva a cabo mediante el uso de un cromatógrafo de gases Perkin Elmer equipado con detector FID, software Integrator y la columna capilar Optima delta-6 (Marcherey Nagel) de dimensiones 60 m x 0,32 mm ID (0,5 mm OD) y 0,35  $\mu\text{m}$  de espesor de película. Las mediciones se llevaron a cabo a una temperatura de detector de aproximadamente 310°C, una temperatura de puerto de inyector de aproximadamente 310°C y una temperatura isotérmica del horno de aproximadamente 240°C durante un período de aproximadamente 35 min. Para el análisis de los materiales de carbonato de calcio, se agregaron 2,5 Mol de HCl/mol de dicho material al material de carbonato de calcio bajo reflujo y se calentó a 60-80°C hasta que el material estaba completamente disuelto. Posteriormente, la solución se dejó enfriar a 30°C y después se extrajo con etiléter bajo reflujo. La fase orgánica se separa, se concentra y una cantidad de aproximadamente 20 mg del residuo obtenido ( $\pm 2$  mg) se coloca en un recipiente que pueda cerrarse y se disolvió en 0,5 ml de piridina. Posteriormente, se agregaron 0,5 ml de hidróxido de feniltrimetilamonio (p.A., 0,2 M en metanol, Supelco 33097-U), se cerró el recipiente y los reactivos se mezclaron por agitación. 1,0  $\mu\text{l}$  de la muestra preparada se inyectaron en el GC utilizando una jeringa de 5,0  $\mu\text{l}$  y los picos individuales se identifican y cuantifican en base a la calibración externa con los ácidos carboxílicos puros.

30  
35

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona un proceso para preparar el producto de relleno mineral tratado, caracterizado en que el proceso comprende los pasos de:

- (a) proporcionar por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio;
- 40 (b) proporcionar por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene entre 6 y 9 átomos de carbono;
- (c) poner en contacto dicho por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio del paso (a), en uno o más pasos, con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado del paso (b) de manera que la cantidad agregada de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado corresponde a un número teórico total de moléculas de entre  $1 \times 10^{18}$  y  $1 \times 10^{20}/\text{m}^2$  en la superficie del producto de relleno mineral tratado; y
- 45 (d) formar una capa de tratamiento que comprende dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado sobre la superficie de dicho por lo menos un relleno mineral que resulta en un producto de relleno mineral tratado.

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.

5 De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio es carbonato de calcio precipitado (PCC, por sus siglas en inglés), es decir una o más de las formas de cristal mineralógicas aragonítica, vaterítica y calcítica, y/o carbonato de calcio natural molido (GCC, por sus siglas en inglés), es decir uno o más de mármol, piedra caliza, o tiza, y/o dolomita y preferiblemente es mármol y/o dolomita.

10 De acuerdo con otra modalidad preferida de la presente invención, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado se selecciona del grupo que consiste de ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico y ácido isonanoico, más preferiblemente de ácido octanoico y/o ácido nonanoico.

15 De acuerdo con todavía otra modalidad preferida de la presente invención, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio tiene un diámetro de tamaño de partícula mediano  $d_{50}$  en el intervalo entre 0,3  $\mu\text{m}$  y 10  $\mu\text{m}$ , preferiblemente entre 0,5  $\mu\text{m}$  y 5  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente entre 1  $\mu\text{m}$  y 3  $\mu\text{m}$  y más preferiblemente entre 1,5  $\mu\text{m}$  y 1,8  $\mu\text{m}$  y/o un área superficial específica (BET) de entre 1  $\text{m}^2/\text{g}$  y 10  $\text{m}^2/\text{g}$ , y más preferiblemente de entre 3  $\text{m}^2/\text{g}$  y 8  $\text{m}^2/\text{g}$  como se midió por el método de nitrógeno BET.

De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, el producto de relleno mineral tratado presenta una temperatura de inicio volátil de más de o igual a 260°C, preferiblemente de más de o igual a 270°C y más preferiblemente de entre 270°C y 350°C.

20 De acuerdo con otra modalidad preferida de la presente invención, el producto de relleno mineral tratado tiene una temperatura de inicio volátil de mayor que el mismo relleno mineral que tiene una capa de tratamiento pero en el que el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado se sustituye por un ácido carboxílico alifático y/o una sal de ácido carboxílico alifático que tiene de 10 a 24 átomos de carbono.

25 De acuerdo con todavía otra modalidad preferida de la presente invención, la susceptibilidad de captación de humedad del producto de relleno mineral tratado es tal que su nivel total de humedad de la superficie está por debajo de 1,0 mg/g, más preferiblemente por debajo de 0,5 mg/g, y 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 De acuerdo con otra modalidad preferida de la presente invención, una o más capas de tratamiento se encuentran en la capa de tratamiento de ácido carboxílico que consiste esencialmente de por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene de 6 a 9 átomos de carbono y/o productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado.

35 De acuerdo con otra modalidad preferida de la presente invención, por lo menos una de dichas capas de tratamiento situada en la capa de tratamiento de ácido carboxílico incluye por lo menos un polisiloxano, preferiblemente seleccionado del polidimetilsiloxano.

40 De acuerdo con una modalidad preferida del proceso de la invención, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato calcio del paso (a) se pone en contacto con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado del paso (b) de tal manera que la cantidad agregada de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado corresponde a un número teórico total de moléculas de entre  $5 \times 10^{18}$  y  $5 \times 10^{19}/\text{m}^2$  en la superficie del producto de relleno mineral tratado.

De acuerdo con otra modalidad preferida del proceso de la invención, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado del paso (b) dispone de una viscosidad equivalente aislada 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 ( $23 \pm 1^\circ\text{C}$ ).

45 De acuerdo con todavía otra modalidad preferida del proceso de la invención, la capa de tratamiento del paso (d) consiste esencialmente de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado en la superficie de dicho por lo menos un relleno mineral que resulta en un producto de relleno mineral tratado.

50 De acuerdo con una modalidad preferida del proceso de la invención, se forman una o más capas de tratamiento adicionalmente sobre la capa de tratamiento de ácido carboxílico del paso (d).

Como se estableció anteriormente, el producto de relleno mineral tratado inventivo que tiene características superficiales mejoradas incluye por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio y una capa de tratamiento tal como se establece en los puntos (a) y (b). En lo siguiente, se hace referencia a detalles adicionales de la presente invención y especialmente los puntos antes mencionados del producto de relleno mineral tratado.

5 Caracterización de (a): por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio

De acuerdo con el punto (a) de la presente invención, el producto de relleno mineral tratado incluye por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio.

10 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 (GCC) molido (o natural) o un carbonato de calcio precipitado (PCC) o una mezcla de GCC y PCC, opcionalmente co-molido.

15 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 se selecciona del grupo que comprende mármol, yeso, dolomita, caliza y mezclas de los mismos.

20 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; carbonato de calcio sintético preferido o carbonato de calcio precipitado comprende formas de cristal mineralógicas aragoníticas, vateríticas o calcíficas o mezclas de las mismas.

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

25 El por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio está preferiblemente en forma de 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  $d_{50}$  de por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio está en el intervalo entre 0,3  $\mu\text{m}$  y 10  $\mu\text{m}$ , preferiblemente entre 0,5  $\mu\text{m}$  y 5  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente entre 1  $\mu\text{m}$  y 3  $\mu\text{m}$  y lo más preferiblemente entre 1,5  $\mu\text{m}$  y 1,8  $\mu\text{m}$ . Un relleno mineral  $d_{98}$  de menos de 25 micras, preferiblemente de menos de 10 micras también puede ser ventajoso.

30 Adicional 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  $\text{m}^2/\text{g}$  a 10  $\text{m}^2/\text{g}$ , y más preferiblemente desde 3  $\text{m}^2/\text{g}$  hasta 8  $\text{m}^2/\text{g}$ , medida usando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277.

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

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

45 En contraste, si se usa PCC 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 de desde 1  $\text{m}^2/\text{g}$  hasta 10  $\text{m}^2/\text{g}$ , más preferiblemente de desde 3,5  $\text{m}^2/\text{g}$  hasta 5,5  $\text{m}^2/\text{g}$ , incluso más preferiblemente de desde 6  $\text{m}^2/\text{g}$  hasta 7,5  $\text{m}^2/\text{g}$ , y lo más preferiblemente de desde 6,5  $\text{m}^2/\text{g}$  hasta 7,5  $\text{m}^2/\text{g}$  medida usando nitrógeno y el método BET según la norma ISO 9277.

50 El por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio es un material molido seco, un material que es molido 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 la persona experimentada en la técnica.

5 En caso de que el producto de relleno mineral tratado comprenda un relleno mineral que contiene carbonato de calcio molido en húmedo, la etapa 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 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 lavarse y deshidratarse 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, 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 incluye un agente de tratamiento superficial. También es común que la carga mineral se someta a un paso de beneficio (tal como un paso de flotación, blanqueo o separación magnética) para eliminar impurezas.

20 En una modalidad preferida, el relleno mineral que contiene carbonato de calcio es un relleno mineral molido seco. En otra modalidad preferida, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio es un material que es molido en húmedo en un molino de bolas horizontal, y posteriormente secado usando 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 es un material producido por molido en seco seguido por molido en húmedo de bajos sólidos acuosos en 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 se lleva a cabo preferiblemente en ausencia de un agente dispersante.

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

35 En una modalidad preferida, el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio tiene un contenido de humedad superficial total de entre 0,01 % en peso y 10 % 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 relleno mineral que contiene carbonato de calcio, incluso después de la exposición durante 48 horas a 23°C a una atmósfera de humedad que tiene una humedad relativa de 50%.

40 Por ejemplo, en el caso de que se use GCC como por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio, el contenido de humedad superficial total del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio es preferiblemente de entre 0,01 % en peso y 10 % 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, 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, el GCC puede seleccionarse por ejemplo del mármol secado por pulverización y molido en húmedo.

45 Si un PCC se usa como por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio, el contenido de humedad superficial total del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio es preferiblemente de entre 0,01 % en peso y 1,0 % en peso, más preferiblemente entre 0,1 % 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, incluso después de la exposición durante 48 horas a 23°C a una atmósfera de humedad que tiene una humedad relativa de 50%.

#### Caracterización de (b): la capa de tratamiento situada en la superficie del relleno mineral

55 De acuerdo con el punto (b) de la presente invención, el producto de relleno mineral tratado incluye una capa de tratamiento situada sobre la superficie del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio que esencialmente consiste de por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene entre 6 y 9 átomos de carbono y/o productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado sobre la superficie

de dicho por lo menos un relleno mineral.

A este respecto, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado representa un agente de tratamiento superficial y puede seleccionarse de un ácido carboxílico saturado lineal o ramificado, sustituido o no sustituido. Preferiblemente, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado se elige de ácidos monocarboxílicos alifáticos. Alternativa o adicionalmente, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado se elige de ácidos monocarboxílicos alifáticos ramificados.

Por ejemplo, el por lo menos un ácido carboxílico se escoge preferiblemente de tal manera que el número de átomos de carbono es mayor o igual a 6 y lo más preferiblemente mayor que o igual a 8. Además, el ácido carboxílico tiene generalmente un número de átomos de carbono que es menor o igual a 9.

En una modalidad preferida, el número de átomos de carbono de un ácido carboxílico saturado alifático está entre 6 y 9 y más preferiblemente 8 o 9. En otra modalidad preferida, el número de átomos de carbono de un ácido carboxílico saturado alifático está entre 6 o 7.

En el primer caso, el ácido carboxílico alifático saturado se selecciona del grupo que consiste de ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido isononanoico y mezclas de los mismos. En una modalidad preferida, el ácido carboxílico alifático saturado se selecciona de ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido isononanoico y mezclas de los mismos. En otra modalidad preferida, el ácido carboxílico alifático saturado es ácido octanoico. En una modalidad preferida adicional, el ácido carboxílico alifático saturado es ácido hexanoico y/o ácido heptanoico.

En caso de que más de un ácido carboxílico alifático saturado se utilicen para la preparación de la capa de tratamiento sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado, la mezcla de por ejemplo dos ácidos carboxílicos alifáticos saturados incluye preferiblemente ácido octanoico y ácido nonanoico o ácido nonanoico y ácido isononanoico o ácido octanoico y ácido isononanoico. En una modalidad preferida, una mezcla de dos ácidos carboxílicos alifáticos saturados incluye ácido octanoico y ácido nonanoico.

Si la capa de tratamiento del producto de relleno mineral tratado incluye una mezcla de dos ácidos carboxílicos alifáticos saturados, por ejemplo, ácido octanoico y ácido nonanoico de acuerdo con la presente invención, la proporción en peso de ácido octanoico y ácido nonanoico 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 proporción en peso de ácido octanoico y ácido nonanoico es de aproximadamente 1:1.

Adicional o alternativamente, es de notarse que el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado de la presente invención es un líquido a temperatura ambiente, en este caso, dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado presenta una viscosidad de menos de 500 m·Pas 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).

Además debe observarse que la preparación de la capa de tratamiento no incluye preferiblemente la disposición adicional de una o más sales de cationes de uno o más ácidos carboxílicos alifáticos saturados que tienen entre 6 y 9 átomos de carbono en el que el catión se selecciona de entre calcio, magnesio, estroncio, aluminio y mezclas de los mismos.

En una modalidad preferida, la capa de tratamiento del producto de relleno mineral tratado puede incluir además agentes de tratamiento superficiales adicionales que no corresponden al por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o los productos de reacción del por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado 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).

En otra modalidad preferida, el producto de relleno mineral tratado incluye capas adicionales de tratamiento. En este caso, dichas una o más capas adicionales de tratamiento se encuentran en la capa de tratamiento de ácido carboxílico que consiste esencialmente en el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene de 6 a 9 átomos de carbono y/o productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado.

Preferiblemente, por lo menos una de dichas capas de tratamiento localizadas en la capa de tratamiento de ácido carboxílico incluyen agentes de tratamiento adicionales de superficie que no corresponden al por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o los productos de reacción del por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado de la presente invención. En tal caso, es preferible que dicha por lo menos una capa de tratamiento ubicada en dicha capa de tratamiento de ácido carboxílico incluya por lo menos un polisiloxano, preferiblemente seleccionado de polidimetilsiloxano.

El producto de relleno mineral tratado de acuerdo con la presente invención ha mejorado las características superficiales en comparación a los 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 ácido carboxílico alifático saturado que tiene de 6 a 9 átomos de carbono. El producto de relleno mineral tratado inventivo proporciona una temperatura de inicio volátil que es más alta que aquella obtenida para los productos de relleno mineral tratados con ácidos carboxílicos y/o sales de ácidos carboxílicos que tienen por lo menos 10 átomos de carbono. Adicionalmente, el producto de relleno mineral tratado inventivo proporciona 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. Más aún, el producto de relleno mineral tratado inventivo proporciona una hidrofobicidad suficiente para aplicaciones de plástico. La temperatura de inicio volátil, y otras características superficiales relativas a la presente invención se determinan de acuerdo con el método de medición definido anteriormente y se muestra en la sección de los ejemplos aquí abajo.

En una modalidad preferida, el producto de relleno mineral tratado de la presente invención incluye una temperatura de inicio volátil de por lo menos 250°C. En otra modalidad preferida, el producto de relleno mineral tratado de la presente invención incluye una temperatura de inicio volátil de más de o igual a 260°C, y preferiblemente mayor que o igual a 270°C y lo más preferiblemente de entre 270°C y 350°C. Más aún, el producto de relleno mineral tratado 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 ácido carboxílico alifático saturado que tiene de 6 a 9 átomos de carbono se sustituye por ácidos carboxílicos y/o sales de ácido carboxílico que tienen por lo menos 10 átomos de carbono.

Además, los productos de relleno mineral tratados de la presente invención proporcionan una baja susceptibilidad de captación de humedad. Se prefiere que la susceptibilidad de captación de humedad del producto de relleno mineral tratado sea tal que su nivel de humedad superficial total sea 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 aproximadamente 23°C. Más aún, la susceptibilidad de captación de humedad del producto de relleno mineral tratado es preferiblemente menor que el mismo relleno mineral que tiene una capa de tratamiento pero en donde el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene de 6 a 9 átomos de carbono se sustituye por ácidos carboxílicos y/o sales de ácido carboxílico que tienen por lo menos 10 átomos de carbono.

En otra modalidad preferida, el producto de relleno mineral tratado inventivo tiene un contenido de humedad total de entre 0,01 % en peso y 0,15 % en peso, preferiblemente entre 0,02 % en peso y 0,1 % en peso, más preferiblemente entre 0,03 % en peso y 0,08 % y lo más preferiblemente entre 0,03 % en peso y 0,06 % en peso con base en el peso seco del producto de relleno mineral tratado.

El tratamiento del producto de relleno mineral de la presente invención puede prepararse por métodos convencionales.

De acuerdo con la invención, el proceso para preparar el producto de relleno mineral tratado comprende un paso de proporcionar por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio. Otro paso del presente proceso comprende la provisión de por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene entre 6 y 9 átomos de carbono. Un paso adicional del proceso inventivo comprende poner en contacto por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio, en uno o más pasos, con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado, de tal manera que la cantidad agregada de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado corresponde a un número teórico total de moléculas de entre  $1 \times 10^{18}$  y  $1 \times 10^{20}/m^2$  en la superficie del producto de relleno mineral tratado. El proceso de la presente invención comprende además la formación de una capa de tratamiento que comprende dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado sobre 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 ácido carboxílico alifático saturado que tiene entre 6 y 9 átomos de carbono se agrega de tal manera que la cantidad agregada de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado corresponde a un número teórico total de moléculas de entre  $5 \times 10^{18}$  y  $5 \times 10^{19}$   $m^2$  sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado.

Adicional o alternativamente, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene entre 6 y 9 átomos de carbono se agrega de tal manera que la cantidad agregada de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado corresponde a un peso teórico total de entre 0,25 y 5 mg/ $m^2$  sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado. Por ejemplo, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado de la presente invención se agrega de tal manera que la cantidad agregada de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado es menor de 5 mg, más preferiblemente menor de 4,5 mg y lo más preferiblemente menor de 4,0 mg/ $m^2$  sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado.

En una modalidad preferida, la capa de tratamiento del paso (d) consiste esencialmente de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado sobre la superficie de dicho por lo menos un relleno mineral que resulta en un producto de relleno mineral tratado.

- 5 El paso de poner en contacto el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene entre 6 y 9 átomos de carbono preferiblemente tiene lugar bajo condiciones de mezclado. El experto en la técnica adapta estas condiciones de mezclado (tal como la configuración de las paletas de mezclado y la velocidad de mezcla) de acuerdo con su equipo de proceso.

10 En una modalidad preferida, el procedimiento 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 ácido carboxílico alifático saturado en un flujo constante, de modo que una concentración constante del ácido carboxílico se proporciona durante el paso de contacto. 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 ácido carboxílico alifático saturado en más de un paso, en donde dicho ácido carboxílico alifático saturado se agrega preferiblemente en aproximadamente partes iguales. Alternativamente, también es posible agregar el ácido carboxílico alifático saturado en partes desiguales al por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio, en este caso, en partes más grandes y más pequeñas.

20 Cuando se implementa el por lo menos un ácido carboxílico que tiene entre 6 y 9 átomos de carbono, presenta una viscosidad manejable a aproximadamente temperatura ambiente, en este caso, el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado está en un estado líquido o fundido. Preferiblemente dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado incluye una viscosidad 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).

25 En una modalidad preferida, la temperatura de tratamiento durante el contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene entre 6 y 9 átomos de carbono se ajusta preferiblemente de tal manera que el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado está fundido o 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 ácido carboxílico alifático saturado se puede llevar a cabo a temperaturas de tratamiento inferiores a las utilizadas en los procesos de implementación de ácido carboxílico y/o sales de ácido carboxílico que tienen por lo menos 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 ácido carboxílico alifático saturado se lleva a cabo a temperaturas de tratamiento de menos de 150°C y lo más preferiblemente por debajo de 130°C. En otra modalidad preferida, el contacto del por lo menos un relleno mineral con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado se lleva a cabo a temperaturas de entre 15 y 150°C, más preferiblemente de entre 15 y 130°C, por ejemplo, de aproximadamente 80°C, aproximadamente 100°C o aproximadamente 120°C, incluso más preferiblemente de entre 90 y 115°C y lo más preferiblemente de entre 90 y 105°C o aproximadamente 100°C o aproximadamente 120°C.

40 En otra modalidad preferida, el contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado se lleva a cabo a aproximadamente temperatura ambiente, más preferiblemente a temperaturas de entre 15°C y 30°C y más preferiblemente de temperaturas de entre 15°C y 25°C, por ejemplo, de aproximadamente 20°C.

45 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 ácido carboxílico alifático saturado se lleva a cabo durante un período de 30 min o menos, preferiblemente durante un periodo de 20 min o menos y más preferiblemente durante un período de 15 min o menos. En general, la longitud de contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado se determina por la temperatura de tratamiento aplicada durante el contacto. Por ejemplo, cuando se aplica una temperatura de tratamiento de aproximadamente 100°C, el tiempo de tratamiento es tan corto como, por ejemplo, aproximadamente 5 minutos. Si se aplica una temperatura de tratamiento de aproximadamente 20°C, el tiempo de tratamiento puede ser tan largo como, por ejemplo, aproximadamente 15 minutos. En caso de que el proceso de la invención se lleve a cabo como un proceso continuo, el tiempo de tratamiento es preferiblemente menor de 60 segundos, más preferiblemente menor de 10 segundos y lo más preferiblemente menor de 5 segundos.

55 En un caso, la capa de tratamiento del producto de relleno mineral tratado comprende además por lo menos un polisiloxano. En tal caso, el 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 ácido carboxílico alifático de la presente invención.

5 En un caso, el producto de relleno mineral tratado comprende una o más capas de tratamiento ubicadas en la capa de tratamiento de ácido carboxílico que consiste esencialmente de por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene de 6 a 9 átomos de carbono y/o productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado, dichas una o más capas de tratamiento adicionales se forman preferiblemente en la capa de tratamiento de ácido carboxílico del paso (d).

10 Si el producto de relleno mineral tratado comprende además dichas una o más capas adicionales de tratamiento adicionales sobre la capa de tratamiento de ácido carboxílico, por lo menos una de dichas capas de tratamiento comprende preferiblemente por lo menos un polisiloxano. En tal caso, tal 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 del contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado de la presente invención. En este caso, el contacto se lleva a cabo preferiblemente a temperaturas de entre 90 y 110°C, por ejemplo, de aproximadamente 100°C. La longitud de contacto del por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio con el por lo menos un polisiloxano se determina por la temperatura de tratamiento aplicada durante dicho contacto. Por ejemplo, cuando se aplica una temperatura de tratamiento de aproximadamente 100°C, el tiempo de tratamiento es tan corto como, por ejemplo, aproximadamente 5 minutos.

15 Dicho por lo menos un polisiloxano se agrega preferiblemente en una cantidad tal que el peso teórico total de dicho por lo menos un polisiloxano es menor de 0,1 mg, más preferiblemente menor de 0,075 mg y lo más preferiblemente menor de 0,06 mg/m<sup>2</sup> sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado.

20 El producto de relleno mineral tratado de la presente invención puede implementarse ventajosamente en un proceso de mezcla 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), en particular para obtener materiales de película, es decir, películas estiradas/orientadas, y preferiblemente materiales de película transpirables, 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 recubrimiento por extrusión se caracterizan en que contienen dicho producto de relleno mineral tratado 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 de la presente invención y en que tienen menos huecos que conduzcan a superficies irregulares y una uniformidad visible mejorada. Como otra ventaja, el producto de relleno mineral de la presente invención provoca una tasa de salida más alta.

35 El producto de relleno mineral tratado de la presente invención también puede usarse ventajosamente para aromatizar productos. Por ejemplo, el relleno mineral tratado inventivo puede usarse para aromatizar materiales de pañal, como el recubrimiento transpirable de polietileno de pañales. Además, usando el relleno mineral tratado inventivo puede evitarse un olor indeseable durante el procesamiento, por ejemplo, durante la producción de lote maestro o el proceso de formación de película en una extrusora.

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

### Ejemplos

40 Todos los métodos de medición implementados en los ejemplos se describen aquí anteriormente.

#### Ejemplo 1 - Ejemplo comparativo

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

45 500 g de un mármol de Carrara, Italia molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25 % en peso en agua de grifo en un molino de bolas horizontal (Dynomill) y secado por pulverización con un  $d_{50}$  de aproximadamente 1,6 micras y un área superficial específica de 4,1 m<sup>2</sup>/g y una humedad de 0,06 % en peso se agregó a un Mezclador MTI y se activó el mezclado a 3000 rpm. Después una mezcla 1:1 (por 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<sup>2</sup> 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 se introdujo polidimetilsiloxano (Dow Corning 200

Fluid 1000 CS) al mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m<sup>2</sup> 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.

El producto así obtenido se analizó después; los resultados se presentan en la Tabla 1.

### 5 Ejemplo 2 - Ejemplo de la invención

El Ejemplo 2 se refiere al tratamiento de un mármol molido en húmedo y secado por pulverización con ácido octanoico a una temperatura de tratamiento de aproximadamente 100°C.

500 g de un mármol de Carrara, Italia molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25 % en peso en agua de grifo en un molino de bolas horizontal (Dynomill) y secado por pulverización con un  $d_{50}$  de aproximadamente 1,6 micras y un área superficial específica de 4,1 m<sup>2</sup>/g y una humedad de 0,06 % en peso se agregó a un Mezclador MTI y se activo el mezclado a 3000 rpm. Después se introdujo ácido octanoico (SIGMA-Aldrich orden N°.O 3907) en el mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m<sup>2</sup> de mármol indicado en la Tabla 1, y los contenidos del mezclador se calentaron a 100°C. Los contenidos del mezclador se mezclaron a 100°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un período de 5 minutos.

El producto así obtenido se analizó después, 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 ácido nonanoico a una temperatura de tratamiento de aproximadamente 100°C.

500 g de un mármol de Carrara, Italia molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25 % en peso en agua de grifo en un molino de bolas horizontal (Dynomill) y secado por pulverización con un  $d_{50}$  de aproximadamente 1,6 micras y un área superficial específica de 4,1 m<sup>2</sup>/g y una humedad de 0,05 % en peso se agregó a un Mezclador MTI y se activó el mezclado a 3000 rpm. Después se introdujo ácido nonanoico (Fluka orden N°. 76343) en el mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m<sup>2</sup> de mármol indicado en la Tabla 1, y los contenidos del mezclador se calentaron a 100°C. Los contenidos del mezclador se mezclaron a 100°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un período de 5 minutos.

El producto así obtenido se analizó después, los resultados se presentan en la Tabla 1.

### Ejemplo 4 - Ejemplo de la invención

El Ejemplo 4 se refiere al tratamiento de un mármol molido en húmedo y secado por pulverización con ácido hexanoico a una temperatura de tratamiento de aproximadamente 20 a 25°C.

500 g de un mármol de Carrara, Italia molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25 % en peso en agua de grifo en un molino de bolas horizontal (Dynomill) y secado por pulverización con un  $d_{50}$  de aproximadamente 1,6 micras y un área superficial específica de 4,1 m<sup>2</sup>/g y una humedad de 0,06 % en peso se agregó a un Mezclador MTI y se activó el mezclado a 3000 rpm. Después se introdujo ácido hexanoico (SIGMA-Aldrich orden N°. 153745) en el mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m<sup>2</sup> de mármol indicado en la Tabla 1, y los contenidos del mezclador se calentaron a 20-25°C. Los contenidos del mezclador se mezclaron a 20-25°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un período de 15 minutos.

El producto así obtenido se analizó después, 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 ácido octanoico a una temperatura de tratamiento de aproximadamente 100°C y el tratamiento subsecuente con polidimetilsiloxano.

500 g de un mármol de Carrara, Italia molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25 % en peso en agua de grifo en un molino de bolas horizontal (Dynomill) y secado por pulverización con un  $d_{50}$  de aproximadamente 1,6 micras y un área superficial específica de 4,1 m<sup>2</sup>/g y una humedad de 0,06 % en peso se agregó a un Mezclador MTI y se activó el mezclado a 3000 rpm. Después se introdujo ácido octanoico (SIGMA-Aldrich orden N°. O3907) en el mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m<sup>2</sup> de mármol indicado en la Tabla 1, y los contenidos del mezclador se activaron a 100°C durante 5 minutos. Los

5 contenidos del mezclador se mezclaron a 100°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un período de 5 minutos. Después se introdujo polidimetilsiloxano (Dow Corning 200 Fluid 1000 CS) en el mezclador en una cantidad para obtener los mg de agente de tratamiento por m<sup>2</sup> 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.

El producto así obtenido se analizó después, los resultados se presentan en la Tabla 1.

#### Ejemplos 6 a 8 - Ejemplos de la invención

10 Los Ejemplos 6 a 8 se refieren al tratamiento de un mármol molido en húmedo y secado por pulverización con ácido octanoico a una temperatura de tratamiento de aproximadamente 120°C usando diferentes cantidades de agente de tratamiento.

15 Para cada ejemplo, 500 g de un mármol de Carrara, Italia molido en húmedo y secado por pulverización, molido en húmedo a 25 % en peso en agua de grifo en un molino de bolas horizontal (Dynamill) y secado por pulverización con un  $d_{50}$  de aproximadamente 1,6 micras y un área superficial específica de 4,1 m<sup>2</sup>/g y una humedad de 0,06 % en peso se agregó a un Mezclador MTI y se activó el mezclado a 3000 rpm. Después se introdujo ácido octanoico (SIGMA-Aldrich orden N°. O 3907) en el mezclador en una cantidad para obtener el número de moléculas del respectivo agente de tratamiento por m<sup>2</sup> de mármol indicado en la Tabla 2, y los contenidos del mezclador se calentaron a 120°C. Los contenidos del mezclador se mezclaron a 120°C bajo una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un período de 10 minutos.

Los productos así obtenidos se analizaron después, los resultados se presentan en la Tabla 2.

#### 20 Ejemplo 9 - Aplicación en la película transpirable

25 Un compuesto que consiste de 50 % en peso del producto obtenido en el Ejemplo 2, 45 % en peso de un polietileno de baja densidad lineal (con un índice de flujo de fusión (MFI, por sus siglas en inglés) de 6, de acuerdo con una medición hecha a 190°C utilizando 2,16 kg de este polietileno) y 5 % en peso de un polietileno de baja densidad (con un MFI de 2 de acuerdo con una medición hecha a 190°C usando 2,16 kg de este polietileno) se formó en una co-amasadora Buss. El compuesto así obtenido se transformó entonces en una película usando una línea de laboratorio Collin Castfilm, equipada con una extrusora de un solo tornillo con un diámetro de 30 mm y una longitud de troquelado de 250 mm. En el frente de la troqueladora, se insertó un paquete de filtros bordeado GKD (Gebr. Kufferath AG de Düren, Alemania bajo el número de Artículo 12105170051) que tenía un diámetro de 30 mm, formado de mallas de filtro colocadas una contra otra, cada una con un determinado tamaño de malla de filtro, a saber, (en el orden en que encuentra el compuesto entrante) de 630 micras, 250 micras, 120 micras, 42 micras y 120 micras.

Las películas transpirables producidas se caracterizaron por la medición de la velocidad de transmisión de vapor de agua (WVTR, por sus siglas en inglés) y la columna de agua. La WVTR se midió usando el Probador de permeabilidad de vapor de agua Lyssy Tester L80-5000 a una temperatura de 38°C.

35 La columna de agua se midió usando el Probador de cabezal Hidrostático Textest FX3000. El área de prueba de la muestra fue de 10 cm<sup>2</sup> que tiene un espesor de película de 15 μm y el incremento de presión (gradiente) se fijó a 60 mbar/min.

Los resultados del ensayo se dan en la Tabla 3 abajo.

#### Ejemplo 10 – Prueba sensorial

40 Se llevó a cabo la “prueba sensorial” con el fin de determinar si puede observarse un desarrollo de olor indeseado para el material de carbonato de calcio revestido.

45 De acuerdo con la presente “prueba sensorial”, el material que va a evaluarse se acondiciona durante un periodo de 1 hora en presencia de agua a una temperatura de 80°C. Más precisamente, se añadieron 5 ml de agua desmineralizada a 10 g de la muestra respectiva en un vial de vidrio. Se selló el vial y, después de la 1 hora mencionada a 80°C, se evaluó el olor de la muestra correspondiente por cuatro sujetos de prueba.

Se evaluaron tres muestras A, B y C con respecto a las propiedades sensoriales. Todas las muestras están revestidas con partículas de CaCO<sub>3</sub>, en las que se obtuvieron dos muestras inventivas idénticas (muestras A y C) revistiendo con ácido octanoico (C8) y corresponden al carbonato de calcio de acuerdo con el ejemplo 2 (prueba 2). Se obtuvo una muestra comparativa (muestra B) revistiendo con ácido esteárico (C18) y corresponde al ejemplo 1.

## ES 2 599 643 T3

Los cuatro sujetos de prueba no sabían cuál de las tres muestras de A, B y C eran idénticas y cuál era diferente. Se pidió que los sujetos de prueba identificaran qué 2 muestras eran idénticas y cuál era diferente. En un segundo paso, los sujetos de prueba describieron las propiedades sensoriales o el olor de las muestras respectivas. Los resultados de las pruebas se muestran en la tabla 4 abajo.

- 5 Todos los probadores identificaron claramente las dos muestras idénticas A y C. Además, se encontró que las muestras inventivas A y C proporcionan propiedades sensoriales significativamente mejores que la correspondiente muestra B, que contiene el producto tratado en superficie con C18 del ejemplo 1 y no mostró ningún desarrollo de olor indeseado.

Tabla 1					
Prueba	1	2	3	4	5
	Comparativo	Invencción	Invencción	Invencción	Invencción
Mineral	GCC molido en húmedo y secado por pulverización	GCC molido en húmedo y secado por pulverización	GCC molido en húmedo y secado por pulverización	GCC molido en húmedo y secado por pulverización	GCC molido en húmedo y secado por pulverización
BET	4,1 m <sup>2</sup> /g	4,1 m <sup>2</sup> /g	4,1 m <sup>2</sup> /g	4,1 m <sup>2</sup> /g	4,1 m <sup>2</sup> /g
Agente de tratamiento 1	Siloxano lineal C16/C18	Lineal C8	Lineal C9	Lineal C6	Siloxano lineal C8
Ácido graso					
Agente de tratamiento 2					
Agente de tratamiento 1	2,6 mg/m <sup>2</sup>	2,4 mg/m <sup>2</sup> de mineral	2,4 mg/m <sup>2</sup> de mineral	2,4 mg/m <sup>2</sup> de mineral	2,4 mg/m <sup>2</sup>
Ácido graso					
Agente de tratamiento 2	0,05 mg/m <sup>2</sup> de mineral				0,049 mg/m <sup>2</sup> de mineral
Siloxano					
Número de moléculas del agente de tratamiento 1	5,78x10 <sup>18</sup> /ml de mineral	1,00x10 <sup>18</sup> /m <sup>2</sup> de mineral	9,13x10 <sup>18</sup> /m <sup>2</sup> de mineral	1,24x10 <sup>19</sup> /ml de mineral	1,00x10 <sup>18</sup> /m <sup>2</sup> de mineral
Ácido graso					
Temp. de tratamiento	130°C	100°C	100°C	20-25°C	100°C/100°C
Tiempo de tratamiento en min.	10/5	5	5	15	5/5
Contenido de humedad en ppm	700	594	414	551	516
Temperatura de inicio volátil	245°C	294°C	296°C	286	290

ES 2 599 643 T3

Prueba	1	2	3	4	5
Captación de humedad (mg/g) a 23°C, 50 % de humedad relativa, tempo de exposición 48 horas	0,31 mg/g	0,35 mg/g	0,27 mg/g	0,18 mg/g	0,30 mg/g
Hidrofóbico en H <sub>2</sub> O/metanol (v/v)	40/60	40/60	40/60	40/60	40/60

Tabla 2

Prueba	6	7	8
	Invención	Invención	Invención
Mineral	GCC molido en húmedo y secado por pulverización	GCC molido en húmedo y secado por pulverización	GCC molido en húmedo y secado por pulverización
BET	4,1 m <sup>2</sup> /g	4,1 m <sup>2</sup> /g	4,1 m <sup>2</sup> /g
Agente de tratamiento	Lineal C8	Lineal C8	Lineal C8
Ácido graso			
Número de moléculas del agente de tratamiento 1	1,02x10 <sup>19</sup> /m <sup>2</sup> de mineral	8,15x10 <sup>18</sup> /m <sup>2</sup> de mineral	4,07x10 <sup>18</sup> /m <sup>2</sup> de mineral
Ácido graso			
Temp. de tratamiento	120°C	120°C	120°C
Tiempo de tratamiento en min.	10	10	10
Temperatura de inicio volátil	295	298	312
Captación de humedad (mg/g) a 23°C, 50 % de humedad relativa, tempo de exposición 48 horas	0,31 mg/g	0,28 mg/g	0,38 mg/g
Hidrofóbico en H <sub>2</sub> O/metanol (v/v)	40/60	40/60	40/60

Tabla 3

Película transpirable preparada con material de las propiedades de película (espesor de película: 15 µm)			Prueba 1 (comparativa)	Prueba 2 (Invención)
WVTR Lyssy		g/m <sup>2</sup> xdía	4250	4400
Columna de agua	60 mbar/min A= 10 cm <sup>2</sup>	mbar	250±10	277±10

Tabla 4

	muestra A	muestra B	muestra C
sujeto de prueba 1 (hombre)	neutro, fresco	intenso	neutro
sujeto de prueba 2 (mujer)	dulce agradable	agrio, rancio, desagradable	dulce agradable
sujeto de prueba 3 (hombre)	dulce agradable	ligeramente agrio	dulce agradable
sujeto de prueba 4 (hombre)	dulce	agrio	dulce

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para preparar un producto de relleno mineral tratado, comprendiendo el proceso los pasos de:
  - (a) proporcionar por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio, en el que el relleno mineral que contiene carbonato de calcio es un relleno mineral molido seco o un relleno mineral molido húmedo que se ha secado;
  - (b) proporcionar por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene entre 6 y 9 átomos de carbono, en el que el ácido carboxílico alifático saturado está en un estado líquido o fundido;
  - (c) poner en contacto dicho por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio del paso (a), en uno o más pasos, con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado del paso (b) de manera que la cantidad agregada de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado corresponde a un número teórico total de moléculas de entre  $1 \times 10^{18}$  y  $1 \times 10^{20}/m^2$  en la superficie del producto de relleno mineral tratado; y
  - (d) formar una capa de tratamiento que comprende dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado y/o productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado sobre la superficie de dicho por lo menos un relleno mineral 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) se pone en contacto con el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado del paso (b) de manera que la cantidad agregada de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado corresponde a un número teórico total de moléculas de entre  $5 \times 10^{18}$  y  $5 \times 10^{19}/m^2$  sobre la superficie del producto de relleno mineral tratado.
3. El proceso de conformidad con la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado 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 el eje de disco 3 a una velocidad de rotación de 100 rpm y temperatura ambiente ( $23 \pm 1^\circ\text{C}$ ).
4. El proceso de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque una o más capas de tratamiento se forman adicionalmente sobre la capa de tratamiento de ácido carboxílico del paso (d).
5. Un producto de relleno mineral tratado que se puede obtener mediante el proceso de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4.
6. El producto de relleno mineral tratado de conformidad con la reivindicación 5, caracterizado porque el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio es carbonato de calcio precipitado (PCC), es decir una o más de las formas cristalinas mineralógicas aragonítica, vaterítica, y calcítica, y/o carbonato de calcio molido natural (GCC), es decir uno o más de mármol, piedra caliza, o tiza, y/o dolomita y preferiblemente es mármol y/o dolomita.
7. El producto de relleno mineral tratado de conformidad con la reivindicación 5 o 6, caracterizado porque el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado se selecciona del grupo que consiste de ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico y ácido isonanoico, más preferiblemente de ácido octanoico y/o ácido nonanoico.
8. El producto de relleno mineral tratado de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, caracterizado porque el por lo menos un relleno mineral que contiene carbonato de calcio tiene un diámetro de tamaño de partícula medio  $d_{50}$  en el intervalo entre 0,3  $\mu\text{m}$  y 10  $\mu\text{m}$ , preferiblemente entre 0,5  $\mu\text{m}$  y 5  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente entre 1  $\mu\text{m}$  y 3  $\mu\text{m}$  y lo más preferiblemente entre 1,5  $\mu\text{m}$  y 1,8  $\mu\text{m}$  y/o un área de superficie específica (BET) de entre 1  $\text{m}^2/\text{g}$  y 10  $\text{m}^2/\text{g}$  y más preferiblemente de entre 3  $\text{m}^2/\text{g}$  y 8  $\text{m}^2/\text{g}$  como se midió por el método de nitrógeno BET.
9. El producto de relleno mineral tratado de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, caracterizado porque presenta una temperatura de inicio volátil de por lo menos 250°C, preferiblemente mayor o igual a 260°C, más preferiblemente mayor o igual a 270°C y lo más preferiblemente de entre 270°C y 350°C.
10. El producto de relleno mineral tratado de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 9, caracterizado porque tiene una temperatura de inicio volátil que el mismo relleno mineral que tiene una capa de tratamiento pero en el que el por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado se sustituye por un ácido carboxílico alifático y/o sal de ácido carboxílico alifático que tiene de 10 a 24 átomos de carbono.
11. El producto de relleno mineral tratado de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 10,

caracterizado porque la susceptibilidad de captación de humedad es tal que su nivel de humedad superficial total 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 de carbonato de calcio seco que contiene el relleno mineral después de exponerse a una atmósfera de 50% de humedad relativa durante 48 horas a una temperatura de 23°C.

- 5 12. El producto de relleno mineral tratado de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 11, caracterizado porque una o más de las capas de tratamiento están localizadas en la capa de tratamiento de ácido carboxílico que esencialmente consiste de por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado que tiene de 6 a 9 átomos de carbono y/o productos de reacción de dicho por lo menos un ácido carboxílico alifático saturado.
- 10 13. El producto de relleno mineral tratado de conformidad con la reivindicación 12, caracterizado porque por lo menos una de dichas capas de tratamiento localizadas en la capa de tratamiento de ácido carboxílico comprende por lo menos un polisiloxano, preferiblemente seleccionado de polidimetilsiloxano.
14. El uso de un producto de relleno mineral tratado de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 13 en un proceso de mezclado y/o extrusión y/o composición y/o moldeado por soplado con materiales de plástico.
- 15 15. El 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. El material de película que comprende el producto de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 13.
- 20 17. El material de película de conformidad con la reivindicación 16, caracterizado porque el material se selecciona del grupo que comprende materiales de película estirados y/u orientados, y preferiblemente materiales de película transpirables, o materiales de película revestida por extrusión.
18. Uso de un producto de relleno mineral tratado de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 13, para aromatizar artículos.