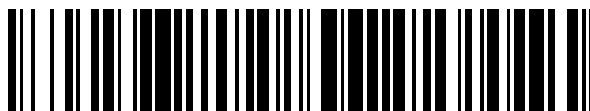


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 625 935**

51 Int. Cl.:

**C09C 1/02** (2006.01)

**D21H 17/67** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.12.2008 PCT/EP2008/066631**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.06.2009 WO09074492**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.12.2008 E 08860503 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.02.2017 EP 2245095**

54 Título: **Carbonato de calcio precipitado tratado superficialmente y sus usos**

30 Prioridad:

**12.12.2007 EP 07123077**

**19.12.2007 US 8208**

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

**21.07.2017**

73 Titular/es:

**OMYA DEVELOPMENT AG (100.0%)**

**Baslerstrasse 42**

**4665 Oftringen, CH**

72 Inventor/es:

**GERARD, DANIEL, E.;**

**GANE, PATRICK, A., C.;**

**SCHÖLKOPF, JOACHIM y**

**WEITZEL, HANS-JOACHIM**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**Observaciones :**

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

ES 2 625 935 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

## Carbonato de calcio precipitado tratado superficialmente y sus usos

- 5 La presente invención se refiere al campo técnico de los materiales de carga minerales con un área superficial específica BET elevada, basados en carbonato cálcico precipitado (PCC), el cual se conoce también como carbonato cálcico sintético.
- Dichos materiales de carga encuentran aplicación en varios sectores, incluyendo el papel, a saber, como material de carga o pigmento de recubrimiento, en el papel de seda, en pinturas, en plásticos, en el tratamiento del agua, y, especialmente, como medios para eliminar la brea y compuestos disruptores endocrinos (EDC).
- 10 El mineral de carbonato cálcico en general se diferencia de acuerdo con dos clases: carbonato cálcico molido (GCC) (o natural), y carbonato cálcico precipitado (PCC).
- El GCC se considera como una forma de carbonato cálcico que se produce de forma natural, extraído de minas a partir de roca sedimentaria tal como caliza o yeso, o a partir de rocas marmóreas metamórficas. El GCC proviene casi exclusivamente del polimorfo calcítico, que se considera como trigonal-romboédrico y representa el más estable de los polimorfos del carbonato cálcico.
- 15 Por contraposición, los polimorfos de carbonato cálcico del tipo PCC incluyen frecuentemente, además de calcitas, polimorfos menos estables del tipo aragonítico, que presenta una forma de cristal acicular, ortorrómbica, y del tipo vaterita hexagonal, que presenta una estabilidad todavía menor que el aragonito. Las diferentes formas de PCC se pueden identificar según sus picos característicos en la difracción de rayos x en polvo (XRD).
- 20 La síntesis del PCC se produce, de la forma más común, mediante una reacción de precipitación sintética que incluye una etapa en la que se hace entrar en contacto dióxido de carbono con una solución de hidróxido cálcico, proporcionándose este último, de la forma más frecuente, al formar una suspensión acuosa, de óxido de calcio, conocida también como cal viva, y conociéndose comúnmente la suspensión completa de la misma como lechada de cal. Dependiendo de las condiciones de la reacción, este PCC puede aparecer en varias formas, incluyendo polimorfos tanto estables como inestables. De hecho, el PCC representa con frecuencia un material de carbonato cálcico termodinámicamente inestable.
- 25 Cuando se haga referencia al PCC en el contexto de la presente invención, se interpretará que el mismo significa productos de carbonato cálcico sintético obtenidos mediante carbonatación de una mezcla acuosa (*slurry*) de hidróxido cálcico, a la que se hace referencia comúnmente en la técnica como mezcla acuosa (*slurry*) de cal o lechada de cal, cuando se obtiene a partir de partículas de óxido de calcio finamente divididas en agua.
- 30 De hecho, tal como se entenderá en lo sucesivo en el presente documento, una ventaja significativa de la presente invención es que implementa un PCC mediante dicho proceso común. Los expertos entenderán evidentemente que, antes o después de esta precipitación, se pueden implementar otros aditivos, condiciones de precipitación o etapas, cuando se forme dicho PCC mediante carbonatación de una mezcla acuosa de cal; no obstante, reconocerán inmediatamente la ventaja de poder implementar el proceso de la presente invención sobre cualquiera de dichos PCC, incluyendo un PCC muy básico obtenido simplemente mediante carbonatación de una mezcla acuosa de cal pura.
- 35 Se observa que las formas de GCC y PCC del carbonato cálcico presentan, ocasionalmente y de forma impredecible, diferentes propiedades químicas, y con frecuencia no es posible usar GCC en las mismas aplicaciones que el PCC y viceversa.
- 40 Por ejemplo, se observó que la tecnología descrita en el documento EP 1 149 136, referente a una:  
suspensión acuosa de uno o más pigmentos, materiales de carga o minerales, que puede contener un polímero dispersante para estabilizar la reología de la suspensión, caracterizada por el hecho de que:
- 45 a) contiene un carbonato natural y el producto o productos de reacción de dicho carbonato con CO<sub>2</sub> gaseoso y el producto o productos de reacción de dicho carbonato con uno o más aportadores, de moderadamente fuertes a fuertes, de iones H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>, y
- b) presenta un pH mayor que 7,5, medido a 20 °C,
- no es trasladable al PCC.
- 50 Se ha observado que, cuando se implementa PCC en lugar de GCC (en donde GCC actúa como "carbonato" natural) en la tecnología del documento EP 1 149 136, y, especialmente, cuando se reproduce la tecnología del documento EP 1 149 136 en el caso en el que el CO<sub>2</sub> se genera mediante adición continua del aportador de iones H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>, el área superficial específica del producto resultante basado en PCC no conseguía desarrollarse suficientemente.
- De hecho, la tecnología del documento EP 1 149 136 resulta particularmente interesante ya que proporciona unos

medios de estructuración de la superficie y de incremento significativo del área superficial específica del material de partida del GCC mediante deposición controlada de una sal de calcio por lo menos parcialmente cristalina sobre el mismo, y de tal manera que la fuente de calcio para este material depositado es el propio mineral de GCC.

5 Por lo tanto, a los expertos, que están ansiosos por obtener dicho material con un área superficial elevada, pero que desean disponer de la opción de usar un material de partida basado en PCC, ya que este material, por ejemplo, en función de la disponibilidad y de las propiedades físicas particulares, puede presentar ciertas ventajas con respecto al GCC, les queda buscar una solución para implementar la tecnología anterior.

10 En la técnica anterior, cabe destacar que, aunque varios documentos se centran en la introducción de aditivos particulares durante el proceso de formación del PCC, pocos documentos proporcionan alguna información referente al uso de un PCC totalmente formado como aducto en un proceso para tratar superficialmente este PCC.

El documento US 4.367.207 describe un proceso particular para preparar PCC. Se menciona que se tiene cuidado de neutralizar cualquier hidróxido cálcico sin reaccionar, que esté todavía presente en la mezcla acuosa carbonatada, tal como mediante la adición de una cantidad suficiente de ácido polibásico orgánico o inorgánico, a saber, ácido cítrico, maleico, málico, malónico, ftálico, tartárico, bórico, fosfórico, sulfuroso o sulfúrico.

15 El documento WO 2005/123593 se refiere a un proceso en el que se mezcla ácido cítrico con una mezcla acuosa (*slurry*) de hidróxido cálcico, y la mezcla acuosa se carbonata para producir una mezcla acuosa de PCC, la cual, después de esto, se deshidrata para producir una composición de PCC con un alto contenido de sólidos. Se menciona que, opcionalmente, se puede adicionar ácido cítrico conjuntamente con o después de la adición de un dispersante a la composición producida de PCC con un alto contenido de sólidos, aunque esta opción ni se describe de forma adicional ni se ejemplifica. Adicionalmente, se indica que se puede adicionar ácido fosfórico a la mezcla  
20 acuosa de PCC, con una concentración limitada, determinada, que no supere nunca el 0,8 % en peso sobre el peso del PCC, con el fin de mantener el área superficial de este PCC.

25 El documento WO 2005/102931 describe un proceso en el que una primera cantidad de organofosfatos se adiciona a una mezcla acuosa (*slurry*) de hidróxido cálcico, antes de la adición de sulfato de aluminio y, seguidamente, CO<sub>2</sub>, para formar un PCC. A continuación, se adiciona una segunda cantidad de organofosfato a la mezcla acuosa de PCC, seguida por una tamización y deshidratación de esta mezcla acuosa para formar una composición de PCC concentrado. Tal como anteriormente, se indica que, con la mezcla acuosa de PCC, se puede mezclar una cantidad limitada de ácido fosfórico que no supere nunca el 1,5 % en peso sobre el peso de PCC, para estabilizar y mantener el área superficial del PCC.

30 El documento EP 0 406 662 describe un proceso para fabricar un carbonato sintético, en el que se realiza una premezcla de CaCO<sub>3</sub> en forma de aragonito con cal: a esta mezcla acuosa (*slurry*) se le adiciona un "derivado de ácido fosfórico" tal como ácido fosfórico o sus sales o varios fosfatos, y, finalmente, se introduce CO<sub>2</sub> para producir una carbonatación convencional. La finalidad de esta patente es obtener, específicamente, un PCC con una forma cristalina acicular particular, cuya obtención no era posible previamente en la fabricación industrial. El ácido fosfórico  
35 se usa en el documento EP 0 406 662 para producir específicamente la forma de aragonito a través de un "calcio de ácido fosfórico" no identificado que proporciona semillas de nucleación nuevas para la forma cristalina requerida.

El solicitante observó que la adición de iones calcio, a través de una base (cal), en el proceso del documento EP 0 406 662 no conduce al PCC deseado tratado superficialmente.

40 De hecho, cuando el Solicitante intentó implementar un proceso en el que la fuente de iones calcio solubilizados era hidróxido cálcico, tal como se describe en el documento EP 0 406 662, particularmente con los niveles elevados de hidróxido cálcico descritos en dicho documento, el solicitante observó que se obtenía un material, en el que el calcio que formaba cualquier material por lo menos parcialmente cristalino en la superficie no se originaba a partir del material de partida del PCC, sino, por el contrario, a partir del hidróxido cálcico adicionado.

45 El documento US 5.043.017 describe la estabilización, en ácido, de carbonato cálcico, y en particular de PCC, mediante la acción de un agente quelante del calcio, tal como hexametáfosfato de calcio, y una base asociada conjugada, que puede ser una sal de metal alcalino de un ácido débil (fosfórico, cítrico, bórico, acético, etcétera). De hecho, el objetivo del documento US 5.043.017 está completamente en oposición a la necesidad de la presente invención de mantener la reactividad, en ácido, del PCC con el fin de generar iones calcio solubilizados, siendo necesarios estos iones para formar un cristal generador de área superficial sobre la superficie del PCC.

50 El documento US 4.244.933 describe partículas de carbonato cálcico que comprenden un núcleo y proyecciones sobre las mismas, preparadas mediante una primera etapa de pulverización de una suspensión acuosa de hidróxido cálcico en un reactor desde su parte superior en relación de contracorriente con el gas de dióxido de carbono que se hace pasar en sentido ascendente a través del reactor con el fin de convertir parte del hidróxido cálcico en carbonato cálcico, seguida por una segunda etapa de pulverización de la mezcla resultante en otro reactor desde su parte superior en relación de contracorriente con el gas de dióxido de carbono que se hace pasar en sentido ascendente a  
55 través del reactor con el fin de fomentar la carbonatación del hidróxido cálcico, y una tercera etapa similar para completar la carbonatación, en donde la primera o segunda etapa implementa ácido fosfórico y sales del mismo solubles en agua. Se dice que estas sales solubles en agua son sodio, potasio, cinc y sales similares de ácido fosfórico.

Finalmente, mientras tanto el documento EP 1 769 035 da a conocer un pigmento mineral seco caracterizado porque contiene un producto formado in situ mediante la reacción múltiple entre un carbonato cálcico y:

- el producto o productos de la reacción de dicho carbonato con uno o más donadores, de moderadamente fuertes a fuertes, de iones  $H_3O^+$ ;

5 - el producto o productos de reacción de dicho carbonato con  $CO_2$  gaseoso formado in situ y/u originado a partir de una fuente externa;

- uno o más compuestos de fórmula R-X.

No obstante, no se proporciona en este documento ninguna información adicional para obtener un carbonato cálcico precipitado, tratado superficialmente, con un área superficial específica elevada.

10 En resumen, la técnica anterior:

- se centra en gran medida en la optimización de los aductos usados durante la formación de PCC, en lugar de hacer entrar en contacto PCC ya formado con aditivos particulares con el fin de incrementar el área superficial específica BET de este PCC;

15 - da a conocer que cuando PCC se combina con un anión en forma de un ácido o sal ácida solubles, y que tiene una sal de calcio correspondiente insoluble, tal como ácido fosfórico, tampoco se hace referencia a medios adicionales para proporcionar los iones calcio solubilizados necesarios, y este anión únicamente sirve para mantener, y no para desarrollar significativamente, el área superficial específica BET del PCC;

20 - da a conocer que, cuando PCC se combina con un anión en forma de ácido o sal ácida solubles, y que tiene una sal de calcio correspondiente insoluble, tal como ácido fosfórico, y se proporcionan iones calcio, estos iones calcio se proporcionan en una forma que el solicitante ha observado que no conduce al PCC tratado superficialmente deseado.

25 De forma totalmente sorprendente, el solicitante ha observado que el control de parámetros particulares durante dicho proceso según se define posteriormente en el presente documento, y, especialmente el control de los iones calcio solubilizados disponibles en uno o más puntos específicos en este proceso, es la clave para el éxito en la formación de un carbonato cálcico precipitado, tratado superficialmente, con un área superficial específica elevada.

A saber, el solicitante ha desarrollado un proceso para la preparación de un pigmento que comprende un carbonato cálcico precipitado (PCC) tratado superficialmente, comprendiendo el proceso las siguientes etapas:

a) proporcionar por lo menos un pigmento que comprende carbonato cálcico precipitado (PCC);

b) proporcionar iones  $H_3O^+$ ;

30 c) proporcionar por lo menos un anión que es capaz de formar sales de calcio insolubles en agua, solubilizándose dicho anión en un medio acuoso;

35 d) hacer entrar en contacto dicho pigmento que comprende PCC con dichos iones  $H_3O^+$  y con dichos aniones solubilizados en un medio acuoso para formar una mezcla acuosa (*slurry*) de pigmento que comprende PCC tratado superficialmente, en donde dicho PCC tratado superficialmente comprende una sal de calcio, por lo menos parcialmente cristalina, insoluble, de dicho anión formada en la superficie de por lo menos parte del PCC proporcionado en la etapa a);

caracterizado porque, durante la Etapa d), se proporciona un exceso de iones calcio solubilizados y dicha sal de carbonato cálcico al menos parcialmente cristalina de dicho anión se extiende desde la superficie de al menos parte del PCC de dicho pigmento que comprende PCC proporcionado en la etapa a).

40 A efectos de la presente Solicitud, los materiales insolubles se definen como aquellos que, cuando se mezclan con agua desionizada y se filtran a 20 °C para recuperar el filtrado líquido, proporcionan una cantidad menor que o igual a 0,1 g de material sólido recuperado tras la evaporación, a entre 95 y 100 °C, de 100 g de dicho filtrado líquido. Los materiales solubles (o solubilizados) se definen como materiales que conducen a la recuperación de una cantidad mayor que 0,1 g de material sólido recuperado después de: la evaporación, a entre 95 y 100 °C, de 100 g de dicho filtrado líquido.

45 A efectos de la presente Solicitud, dichos iones calcio solubilizados, en exceso, se corresponderán con un exceso de iones calcio solubilizados con respecto a los iones calcio solubilizados generados de forma natural en la disolución de PCC por iones  $H_3O^+$ , en donde dichos iones  $H_3O^+$  se proporcionan simplemente en forma de un contraión con respecto al anión, es decir, a través de la adición del anión en forma de un ácido o sal ácida que no es de calcio, y en ausencia de cualquier otro ión calcio o fuente generadora de iones calcio.

50 Dichos iones calcio solubilizados, en exceso, proporcionados durante la etapa d) se proporcionan preferentemente a través de una o más de las siguientes Vías:

Vía IA: adición de una sal de calcio soluble neutra o ácida;

Vía IIA: adición de un ácido o una sal neutra o ácida que no es de calcio, que genera in situ una sal de calcio soluble, neutra o ácida.

Dichos iones  $H_3O^+$  se pueden proporcionar a través de una o más de las siguientes Vías:

5 Vía IB: adición de ácido o una sal ácida de dicho anión;

Vía IIB: adición de un ácido o una sal ácida que sirve simultáneamente para proporcionar la totalidad o parte de dichos iones calcio solubilizados en exceso.

10 A efectos de la presente invención, un "ácido" se define como un ácido de Bronsted-Lowry, es decir, es un aportador de iones  $H_3O^+$ . Una "sal ácida" se define como un aportador de iones  $H_3O^+$  que es parcialmente neutralizado por un elemento electropositivo. Una "sal" se define como un compuesto iónico eléctricamente neutro formado por aniones y cationes. Una "sal parcialmente cristalina" se define como una sal que, según un análisis de XRD, presenta un diagrama de difracción esencialmente discreto.

A efectos de la presente invención, un PCC tratado superficialmente es un material que comprende PCC y una sal de calcio insoluble, por lo menos parcialmente cristalina, de dicho anión solubilizado.

15 En una realización preferida, la sal de calcio, insoluble, se extiende desde la superficie de por lo menos parte del PCC.

Los iones calcio que forman dicha sal de calcio por lo menos parcialmente cristalina de dicho anión se originan en gran medida a partir del material de PCC de partida.

20 Sin pretender ceñirse a ninguna teoría, el Solicitante cree, que, para formar un carbonato cálcico tratado superficialmente, con un área superficial específica elevada, en el que los iones calcio que forman la sal de calcio insoluble, por lo menos parcialmente cristalina, de dicho anión son proporcionados en gran medida por el material de partida del carbonato cálcico, es necesario, no solamente liberar estos iones calcio desde este carbonato cálcico, sino realizar esto bajo condiciones tales que dichos iones calcio se mantengan suficientemente móviles para precipitarse preferiblemente, no sobre la superficie de carbonato cálcico desde la cual evolucionan, sino, más bien, sobre cualquier cristal de anión calcio ya formado que se extienda desde la superficie de carbonato cálcico, de tal manera que dichos cristales crezcan hacia fuera desde la superficie del carbonato y no cubran el carbonato no disuelto antes de que se liberen suficientes iones calcio desde el mismo para generar la superficie de cristal necesaria con el fin de lograr el área superficial específica deseada.

30 Sin pretender ceñirse a ninguna teoría, el Solicitante cree que el PCC sintetizado a través de la carbonatación de una mezcla acuosa (*slurry*) de cal contiene hidróxido cálcico sin reaccionar atrapado en el núcleo del PCC, que migra a posiciones a lo largo de la superficie del PCC. El Solicitante formula la teoría de que este hidróxido cálcico en la superficie del PCC (o que es llevado a la superficie si la superficie del PCC se ataca químicamente, por ejemplo, mediante adición de un ácido), forma una capa en esta superficie dentro de la cual se establece un equilibrio entre iones hidróxido y calcio liberados e hidróxido cálcico asociado todavía a la superficie del PCC. El Solicitante formula la teoría de que, con la simple adición del aportador, de moderadamente fuerte a fuerte, de iones  $H_3O^+$  (al que en lo sucesivo se hará referencia como ácido) a través de un compuesto que sirve también como fuente de aniones, tal como es el caso más común en el documento EP 1 149 136 en el que se implementa  $H_3PO_4$ , este ácido se neutraliza al encontrar los iones hidróxido en la superficie del PCC, y esta neutralización influye en el equilibrio que tiene lugar entre los iones calcio e hidróxido y el hidróxido cálcico asociado a la superficie dentro de la capa de la superficie mencionada del PCC, de tal manera que se genera un exceso de iones calcio en la superficie del PCC, impulsando la precipitación rápida de este calcio, de manera que el crecimiento, hacia fuera, generador de superficie, de un material por lo menos parcialmente cristalino no continúa, tal como se desea, más allá de los límites de esta capa superficial, sino que, por el contrario, se forma un material por lo menos parcialmente cristalino sobre la superficie del PCC en las proximidades inmediatas, abarcando esencialmente este PCC y dejándolo no reactivo con respecto a una adición posterior de ácido.

45 El Solicitante cree que es necesario actuar contra este fenómeno actuando sobre el equilibrio que tiene lugar dentro de dicha capa para limitar la concentración de grupos hidroxilo libres en la misma, los cuales, de otro modo, neutralizarían los iones  $H_3O^+$  necesarios para liberar calcio desde el PCC y, por lo tanto, evitarían la generación de área superficial. El Solicitante ha observado que esto se puede lograr incrementando la concentración de iones calcio solubilizados, a saber, proporcionando más iones calcio solubilizados que los que se generarían mediante la forma ácida o de sal ácida de solamente el anión. Cabe destacar que estos iones calcio solubilizados proporcionados de forma adicional no sirven para formar directamente el material deseado por lo menos parcialmente cristalino, en la medida que actúan para garantizar que el equilibrio en la superficie del PCC sea tal que puedan continuar obteniéndose iones calcio necesarios a partir del PCC.

55 La cantidad de hidróxido cálcico presente en la superficie del PCC y que genera la capa de equilibrio variará en función de las condiciones de síntesis del PCC. De este modo, la cantidad de iones calcio solubilizados, proporcionados de forma adicional, se debe adaptar, de manera que se genere el área superficial específica.

Caracterización de la Etapa a): material de partida del pigmento que comprende PCC

Según la Etapa a) del proceso para preparar el producto de la presente invención, a) se proporciona por lo menos un pigmento que comprende carbonato cálcico precipitado (PCC).

5 Entre las virtudes del Solicitante se encuentra el hecho de que el mismo ha identificado una condición específica de la reacción, que permite la generación de área superficial al hacer entrar en contacto un pigmento que comprende PCC con un anión y iones  $H_3O^+$ , a través de la formación de un cristal de calcio, en donde la fuente de calcio es esencialmente el material de partida del PCC, es decir, el PCC proporcionado en el pigmento de la etapa a). Por otra parte, el Solicitante ha identificado las condiciones de tal manera que este proceso funciona cuando se usa cualquier forma de PCC en el material de partida del pigmento, incluyendo polimorfos calcíticos tales como calcita  
10 escalenoédrica o romboédrica o vaterita y aragonito metaestables.

De hecho, el PCC en dicho pigmento que comprende PCC de la Etapa a) se puede sintetizar, opcionalmente, en presencia de modificadores de cristal, tales como EDTA u otros quelantes. Preferentemente, tras la molienda, por vía húmeda, de dicho pigmento que comprende PCC bajo las siguientes condiciones, se observa que el pH de la  
15 mezcla acuosa (*slurry*) de molienda húmeda aumenta a un nivel mayor que el que se observaría tras la molienda de una mezcla acuosa correspondiente en la que dicho PCC estuviera sustituido completamente por GCC calcítico, lo cual certifica la liberación de hidróxido sin reaccionar desde dicho PCC:

1) se sustituye la fase acuosa de la mezcla acuosa (*slurry*) con agua desionizada para formar una mezcla acuosa que presenta un contenido de sólidos, según se mide de acuerdo con el método de medición proporcionado en la sección de Ejemplos del presente documento posteriormente, del 15 % en peso;

20 2) se muele la mezcla acuosa de la Etapa 1) en una cámara de molienda usando perlas de molienda de óxido de aluminio que tienen un diámetro de entre 1,0 y 1,6 mm, adicionadas en una cantidad para llenar aproximadamente el 80 % del volumen de la cámara de molienda, y con una velocidad de molienda de 2.500 rpm a 24 °C durante 180 minutos, bajo una velocidad de recirculación de la mezcla acuosa de 700 ml/minutos.

A saber, se observa que el pH, según se mide de acuerdo con el método de medición proporcionado en la sección de Ejemplos del presente documento posteriormente, se eleva en más de 2 durante esta molienda.

En una realización preferida, el PCC de dicho pigmento que comprende PCC de la Etapa a) es hidrófilo, según se determina de acuerdo con el método de medición proporcionado en la sección de Ejemplos del presente documento posteriormente.

En una realización preferida, el PCC de dicho pigmento que comprende PCC de la Etapa a) surge de un proceso en el que se implica por lo menos una etapa de conminución. Una etapa de conminución se define como una etapa de procesado mecánico que da como resultado la reducción del tamaño original de las partículas. Dichas etapas de conminución se pueden realizar, por ejemplo, bajo condiciones tales que se obtenga predominantemente un refinamiento a partir de impactos con un cuerpo secundario, es decir, en uno o más de entre: un molino de bolas, un molino de barras, un molino vibratorio, una trituradora de cilindros, un molino de impacto centrífugo, un molino de atrición, un molino de púas, un molino de martillo, un pulverizador, una desmenuzadora, un desaglomerador, una cortadora de cuchilla, u otros equipos del estilo conocidos para los expertos, o se pueden realizar bajo condiciones tales que tenga lugar una molturación autógena.

En una realización preferida, el PCC de dicho pigmento que comprende PCC de la etapa a) presenta una mediana del diámetro en peso (*weight median diameter*) de entre 0,01 y 10  $\mu m$ , y más preferentemente de entre 0,5 y 2  $\mu m$ , según se mide de acuerdo con el método de medición proporcionado en la sección de Ejemplos del presente documento posteriormente.

En una realización opcional, dicho pigmento que comprende PCC de la Etapa a) comprende además uno o más de los siguientes: talco, arcilla, pigmentos en esferas huecas de plástico o dióxido de titanio.

En otra realización, dicho pigmento que comprende PCC de la Etapa a) consta únicamente de PCC.

45 En una realización preferida, dicho pigmento que comprende PCC de la Etapa a) se proporciona en forma de una mezcla (*slurry*) acuosa.

En esta realización preferida, dicha mezcla acuosa (*slurry*) tiene preferentemente un pH menor que 11, preferentemente menor que 10,5, según se mide de acuerdo con el método de medición descrito en la sección de Ejemplos del presente documento posteriormente, antes de la Etapa c).

50 En esta realización preferida, dicho pigmento que comprende PCC está opcionalmente dispersado. Se pueden usar dispersantes convencionales conocidos para los expertos. El dispersante puede ser aniónico o catiónico. Un dispersante preferido es uno basado en ácido poliacrílico. Dichos dispersantes preferentemente se dosifican para totalizar el 0,35 % en peso del peso de dicho pigmento que comprende PCC.

Caracterización de la Etapa b): fuente de iones  $H_3O^+$

Según la Etapa b) del proceso de la presente invención, se proporcionan iones  $H_3O^+$ . Dichos iones  $H_3O^+$  sirven para disolver parcialmente PCC, generando iones calcio para la precipitación posterior de una sal de calcio por lo menos parcialmente cristalina, insoluble, del anión en la superficie del PCC.

Dichos iones  $H_3O^+$  se pueden proporcionar a través de una o más de las siguientes Vías:

5 Vía IB: adición de ácido o una sal ácida de dicho anión;

Vía IIB: adición de un ácido o una sal ácida que sirve simultáneamente para proporcionar la totalidad o parte de dichos iones calcio solubilizados en exceso, es decir, mediante adición directa de iones calcio solubles y/o mediante disolución del material de partida del PCC para liberar iones calcio.

10 En el caso de la Vía IIB, dicho ácido o sal ácida que sirve simultáneamente para proporcionar la totalidad o parte de dichos iones calcio solubilizados, en exceso, se selecciona preferentemente del grupo que comprende ácidos que comprenden azufre, tales como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido perclórico, ácido fórmico, ácido láctico, ácido acético, ácido nítrico, y sales ácidas de los mismos, tales como sales ácidas de calcio solubles de los mismos.

15 Especialmente, dicho ácido o sal de ácido se selecciona del grupo que comprende ácidos que contienen azufre, tales como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido acético y sales ácidas de las mismas, tales como sus sales de ácido cálcico soluble.

Preferentemente, tras la adición de dichos iones  $H_3O^+$  a la mezcla acuosa (*slurry*), el pH de esta mezcla acuosa, según se mide de acuerdo con el método de medición proporcionado en la sección de Ejemplos del presente documento posteriormente, cae temporalmente hasta un valor por debajo de 6,0.

Caracterización de la Etapa c): anión que forma sobre PCC el cristal de calcio insoluble

20 Según la Etapa c) del proceso de la presente invención, se proporciona por lo menos un anión, que es capaz de formar sales de calcio insolubles en agua, solubilizándose dicho anión en un medio acuoso. Dicha sal de calcio correspondiente insoluble puede incluir, además de dicho anión, iones  $OH^-$  y/o agua de cristalización.

Dicho anión de la Etapa c) se puede adicionar en forma de una sal neutra o ácida soluble, o en forma de un ácido, siempre que se solubilice antes y/o durante la Etapa d).

25 Dicho anión se puede generar mediante especiación de un aditivo proporcionado al proceso. Por ejemplo, se pueden generar  $PO_4^{3-}$  y  $HPO_4^{2-}$  a través de la adición de  $H_3PO_4$  o una sal de  $H_2PO_4^-$ .

30 Preferentemente, dicho anión se selecciona de uno o más de los siguientes: aniones que comprenden fosfato tales como  $PO_4^{3-}$  y  $HPO_4^{2-}$ , aniones oxalato ( $C_2O_4^{2-}$ ), aniones que comprenden carbonato en forma de  $CO_3^{2-}$ , aniones fosfonato, aniones succinato, o aniones fluoruro. Más preferentemente, dicho anión se selecciona de entre: aniones que comprenden fosfato tales como  $PO_4^{3-}$  y  $HPO_4^{2-}$ , aniones oxalato ( $C_2O_4^{2-}$ ), aniones fosfonato, aniones succinato y aniones fluoruro. De la forma más preferente, dicho anión es un anión que comprende fosfato tal como  $PO_4^{3-}$  y  $HPO_4^{2-}$ .

35 En la realización en la que se implementa un anión que comprende carbonato, dicho anión que comprende carbonato se puede generar in situ a través de la introducción de  $CO_2$  gaseoso en la mezcla acuosa (*slurry*). En tal caso, los expertos sabrán cómo implementar esta introducción para favorecer la conversión de  $CO_2$  en  $CO_3^{2-}$ , por ejemplo a través de la selección de la temperatura apropiada.

En una realización preferida, dicho anión se adiciona en una cantidad correspondiente a entre el 5 % y el 50 %, preferentemente entre el 15 y el 30 %, en peso basándose en el peso de dicho PCC proporcionado en la Etapa a).

Caracterización de la Etapa d): hacer entrar en contacto el pigmento que comprende PCC y el anión

40 Según la Etapa d) del proceso de la presente invención, dicho pigmento que comprende PCC se hace entrar en contacto, o bien simultáneamente o bien en etapas diferenciadas, con dichos iones  $H_3O^+$  y con dichos aniones solubilizados, en un entorno de mezcla acuosa (*aqueous slurry*).

En una realización preferida, dicho anión se hace entrar en contacto con dicho PCC después de hacer entrar en contacto dicho PCC con dichos iones  $H_3O^+$ .

45 Por otra parte, el proceso de la presente invención está caracterizado porque, durante la Etapa d), se proporcionan iones calcio solubilizados, en exceso.

Dichos iones calcio solubilizados, en exceso, se proporcionan preferentemente a través de una o más de las siguientes Vías:

Vía IA: adición de una sal de calcio neutra o ácida, soluble;

50 Vía IIA: adición de un ácido o una sal neutra o ácida que no es de calcio, que genera in situ una sal de calcio soluble neutra o ácida.

En el caso en el que dichos iones calcio solubilizados, en exceso, se proporcionen a través de la Vía IA, se pueden adicionar, por ejemplo, como  $\text{CaCl}_2$  o  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ .

5 Los iones calcio solubilizados se proporcionan preferentemente en una cantidad correspondiente a una magnitud mayor que o igual al 3 %, preferentemente mayor que o igual al 5 %, en peso basándose en el peso de dicho PCC proporcionado en la Etapa a).

En una realización preferida, la Etapa d) se lleva a cabo a temperaturas por encima de 50 °C, y preferentemente por encima de 60 °C.

En una realización preferida, la mezcla acuosa (*slurry*) de la Etapa d) se mezcla para desarrollar un flujo esencialmente laminar.

10 En una realización opcional, la Etapa d) tiene lugar en presencia de por lo menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en silicato, sílice, aluminato de metal alcalino térreo, o mezclas de los mismos.

En esta realización opcional, dicho silicato se selecciona preferentemente de entre un silicato de aluminio, o un silicato de metal alcalino térreo.

15 En una realización opcional, la Etapa d) tiene lugar en presencia de un gas inerte, que se hace burbujear a través de la mezcla acuosa (*slurry*). Uno de dichos gases puede ser  $\text{CO}_2$ , siempre que, cuando los expertos implementen  $\text{CO}_2$  como gas inerte, adapten las condiciones de la mezcla acuosa para limitar la conversión de este  $\text{CO}_2$  en un carbonato soluble.

20 En una realización opcional, la Etapa d) tiene lugar en presencia de un aditivo adicional que incrementa la fuerza iónica de la mezcla acuosa (*slurry*), tal como una sal inerte, que no sea de calcio. Dichas sales incluyen, por ejemplo,  $\text{NaCl}$  o  $\text{KNO}_3$ .

25 En una realización preferida, la fase acuosa de la mezcla acuosa (*slurry*) obtenida de PCC tratado superficialmente se puede sustituir con agua desionizada. En una realización más preferida, la fase acuosa de dicha mezcla acuosa (*slurry*) de PCC tratado superficialmente se recoge y se hace recircular en el proceso de acuerdo con la presente invención, como medios para proporcionar la totalidad o parte de los iones calcio solubilizados. Esto resulta particularmente interesante cuando el proceso según la invención es un proceso es un proceso continuo.

La mezcla acuosa (*slurry*) obtenida de PCC tratado superficialmente se puede concentrar, opcionalmente hasta el punto de obtener un producto seco de PCC tratado superficialmente. En el caso de un producto seco, este producto se puede tratar adicionalmente con ácidos grasos. En el caso de un producto seco, este producto se puede lavar adicionalmente con agua.

30 De este modo, se obtiene una mezcla acuosa (*slurry*) de pigmento que comprende PCC tratado superficialmente, en donde dicho PCC tratado superficialmente comprende una sal de calcio insoluble, por lo menos parcialmente cristalina, de dicho anión, que se extiende preferentemente desde la superficie de por lo menos parte del PCC de dicho pigmento que comprende PCC, proporcionado en la Etapa a).

35 Este PCC tratado superficialmente presenta un área superficial específica BET que es mayor que el área superficial específica BET obtenida tras hacer entrar en contacto el mismo PCC proporcionado en la Etapa a), o bien simultáneamente o bien en etapas distintas, con el mismo anión solubilizado de la Etapa b) y con iones  $\text{H}_3\text{O}^+$ , de tal manera que:

40 - los iones  $\text{H}_3\text{O}^+$  se proporcionan únicamente a través de la adición de dicho anión, es decir, dichos iones  $\text{H}_3\text{O}^+$  se proporcionan en una cantidad molar que es menor que o igual a la requerida para equilibrar teóricamente la carga iónica de dicho anión; y,

- no se implementan ni la Vía IA ni la Vía IB.

En una realización preferida, el PCC tratado superficialmente resultante tiene un área superficial específica BET que es por lo menos tres veces, y más preferentemente siete veces, mayor que el área superficial específica BET del PCC del pigmento que comprende PCC proporcionado en la Etapa a).

45 Dicha área superficial específica BET y todas las áreas superficiales específicas BET referentes a la presente invención se determinan de acuerdo con el método de medición definido en la sección de Ejemplos del presente documento posteriormente.

50 En una realización preferida, la mezcla acuosa (*slurry*) obtenida que comprende PCC tratado superficialmente tiene un contenido de sólidos, según se mide de acuerdo con el método de medición descrito en la sección de Ejemplos posteriormente en el presente documento, de hasta el 25 %, preferentemente entre el 5 y el 20 % en peso.

En una realización preferida, a dicha mezcla acuosa (*slurry*) se le adiciona un dispersante.

Preferentemente, tras la molienda por vía húmeda de dicho pigmento que comprende PCC tratado superficialmente bajo las siguientes condiciones, se observa que el pH de la mezcla acuosa (*slurry*) de molienda por vía húmeda



aumenta en por lo menos 2 durante este proceso de molienda por vía húmeda:

1) se sustituye la fase acuosa de la mezcla acuosa (*slurry*) con agua desionizada para formar una mezcla acuosa que presenta un contenido de sólidos, según se mide de acuerdo con el método de medición proporcionado en la sección de Ejemplos del presente documento posteriormente, del 15 % en peso;

- 5 2) se muele la mezcla acuosa de la Etapa 1) en una cámara de molienda usando perlas de molienda de óxido de aluminio que tienen un diámetro de entre 1,0 y 1,6 mm, adicionadas en una cantidad para llenar aproximadamente el 80 % del volumen de la cámara de molienda, y con una velocidad de molienda de 2.500 rpm a 24 °C durante 180 minutos, bajo una velocidad de recirculación de la mezcla acuosa de 700 ml/minutos.

10 En una realización preferida, dicho PCC tratado superficialmente tiene una relación de masas del contenido de sal de calcio del anión:carbonato cálcico de entre 5:95 y 95:5, preferentemente de entre 20:80 y 60:40, y más preferentemente de entre 25:75 y 50:50, según se determina de acuerdo con la medición TGA descrita en la sección de Ejemplos del presente documento posteriormente.

15 Dicho PCC tratado superficialmente tiene preferentemente un volumen de poros de entre 1 y 2,2 cm<sup>3</sup>/g, según se determina de acuerdo con el método de medición proporcionado en la sección de Ejemplos posteriormente en el presente documento.

Dicho PCC tratado superficialmente tiene preferentemente un área superficial específica BET de entre 20 y 120 m<sup>2</sup>/g, preferentemente de entre 55 y 115 m<sup>2</sup>/g, más preferentemente de entre 60 y 100 m<sup>2</sup>/g, según se determina de acuerdo con el método de medición proporcionado en la sección de Ejemplos posteriormente en el presente documento.

20 Al producirse el análisis de XRD de dicho PCC tratado superficialmente, según el método de medición proporcionado en la sección de ejemplos del presente documento posteriormente, dicho análisis de XRD presenta preferentemente los picos correspondientes a un calcio por lo menos parcialmente cristalino del anión. En una realización preferida, dichas sales incluyen una o más de las siguientes: fosfato octacálcico (OCP), hidroxiapatita (HAP), o fosfato tricálcico (TCP).

25 Dicha mezcla acuosa (*slurry*) de PCC tratado superficialmente se puede usar en papel, papel de seda, plástico, pinturas, tratamiento del agua y para eliminar compuestos EDC.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención sin limitar su alcance.

## Ejemplos

### Métodos de medición

30 Los siguientes métodos de medición se usan para evaluar los parámetros proporcionados en los ejemplos y las reivindicaciones.

### Hidrofilia de un material

35 Los materiales se clasificaron como hidrófilos o no según la siguiente prueba. Se preparan 50 mL de cada una de las siguientes mezclas de agua:etanol en vasos de precipitados de 100 ml: 100:0, 90:10, 80:20, 70:30, 60:40, 50:50, 40:60, 30:70, 20:80, 10:90, 0:100. Después de esto, 0,5 g del material a someter a prueba se hace pasar a través de un tamiz situado sobre la boca del vaso de precipitados (bajo una ligera agitación de este tamiz para garantizar que la totalidad del material pasa a través del mismo, estando dimensionadas las aberturas de dicho tamiz para permitir el paso ralentizado del material bajo ligera agitación), y se deja caer libremente sobre la superficie del líquido. En el momento en el que se completa la tamización, se observa el comportamiento del material en la superficie del líquido durante un periodo de 5 minutos para asignar una calificación al material en cada vaso de precipitados de la manera siguiente:

0 = esencialmente la totalidad del material se sumerge en menos de 30 segundos;

0,25 = esencialmente la totalidad del material se sumerge en menos de 5 minutos;

0,5 = más del 50 % del material se sumerge en menos de 5 minutos;

45 0,75 = más del 25 % del material se sumerge en menos de 5 minutos;

1 = esencialmente nada del material de carga se sumerge en menos de 5 minutos.

Las calificaciones asignadas se representan en función de la relación de agua:etanol. Los materiales se clasificaron como hidrófilos cuando se observó un valor de 0 para una mezcla de agua:etanol de entre 100:0 y 50:50.

### Volumen de poros de un material

50 Se realizaron comprimidos a partir de suspensiones del material a someter a prueba. Los comprimidos se forman

aplicando una presión constante a la suspensión/mezcla acuosa (*slurry*) durante varias horas, de tal manera que se libera agua mediante filtración a través de una membrana filtrante fina de 0,025  $\mu\text{m}$  dando como resultado un comprimido compactado del pigmento. Los comprimidos se retiran del aparato y se secan en un horno a 80 °C durante 24 horas.

- 5 Una vez que se han secado, porciones individuales de cada uno de los bloques de los comprimidos se caracterizaron mediante porosimetría de mercurio en relación tanto con la porosidad como con la distribución del tamaño de los poros usando un porosímetro de mercurio Micromeritics Autopore IV. La presión aplicada máxima de mercurio fue 414 MPa, equivalente a un diámetro de garganta según Laplace de 0,004  $\mu\text{m}$  (es decir,  $\sim \text{nm}$ ). Las mediciones de intrusión de mercurio se corrigieron en relación con la compresión de mercurio, la expansión del penetrómetro y la compresibilidad de la fase sólida de la muestra. En *Transport in Porous Media* (2006) 63: 239-259 se describen otros detalles del método de medición.

#### Área Superficial Específica (SSA) de un material

- 15 El área superficial específica se mide a través del método BET de acuerdo con la ISO 9277 usando nitrógeno, tras el acondicionamiento de la muestra mediante calentamiento a 250 °C durante un periodo de 30 minutos. Antes de dichas mediciones, la muestra se filtra, se enjuaga y se seca a 110 °C en un horno durante por lo menos 12 horas.

Distribución de tamaño de las partículas (% másico de partículas con un diámetro  $< X$ ) y mediana del diámetro de los granos en peso ( $d_{50}$ ) de un material en partículas

- 20 La mediana del diámetro de los granos en peso y la distribución másica de los diámetros de los granos de un material en partículas se determinan a través del método de sedimentación, es decir, un análisis del comportamiento de sedimentación en un campo gravimétrico. La medición se realiza con un Sedigraph™ 5120.

El método y el instrumento son conocidos para los expertos y son usados comúnmente para determinar el tamaño de grano de materiales de carga y pigmentos. La medición se lleva a cabo en una solución acuosa de  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$  al 0,1 % en peso. Las muestras se dispersaron usando un agitador de alta velocidad y ultrasonidos.

#### Difracción de Rayos X (XRD)

- 25 Las estructuras cristalográficas de los materiales se identificaron basándose en la técnica analítica de la XRD usando unos instrumentos Brucker AXS:D8 Advance, realizando exploraciones de 2 a 70° 2theta a una velocidad de exploración de 0,5 segundos/paso y un tamaño de paso de 0,01° 2theta. El análisis de los espectros resultantes se basó en la base de datos PDF 2 de espectros de referencia publicada por el Internacional Center for Diffraction Data.

#### pH de una mezcla acuosa (*aqueous slurry*)

- 30 El pH de la suspensión acuosa se mide usando un medidor de pH normalizado a aproximadamente 22 °C.

Aumento del pH al producirse la molienda de un material por vía húmeda

Se evalúa el aumento del pH observado al producirse la molienda de un material por vía húmeda, según el siguiente proceso:

- 35 1) la fase acuosa de la mezcla acuosa (*slurry*) se sustituye con agua desionizada para formar una mezcla acuosa que presenta un contenido de sólidos, según se mide de acuerdo con el método de medición proporcionado en la sección de Ejemplos del presente documento posteriormente, del 15 % en peso;

- 40 2) la mezcla acuosa de la Etapa 1) se muele en una cámara de molienda usando perlas de molienda de óxido de aluminio que tienen un diámetro de entre 1,0 y 1,6 mm, adicionadas en una cantidad para llenar aproximadamente el 80 % del volumen de la cámara de molienda, y a una velocidad de molienda de 2.500 rpm a 24 °C durante 180 minutos, bajo una velocidad de recirculación de la mezcla acuosa (*slurry*) de 700 ml/minutos, y midiendo el pH con el tiempo.

#### Contenido de sólidos de una mezcla acuosa (*aqueous slurry*)

- 45 Se determina el contenido de sólidos (conocido también como "peso seco") de la mezcla acuosa (*slurry*) usando un Analizador de Humedad HR73 comercializado por Mettler-Toledo con la siguiente configuración: temperatura de 120 °C, apagado automático 3, secado estándar, de 5 a 20 g de mezcla acuosa (*slurry*).

Relación de la masa de sal de anión calcio:carbonato cálcico en una muestra de material

- 50 Se evaluó la relación de la masa de la sal de anión calcio con respecto al carbonato cálcico basándose en el peso de carbonato cálcico en una muestra secada y lavada de material, determinándose la misma por análisis termogravimétrico (TGA) usando un TGA 851 de Mettler Toledo con una muestra de 500 +/- 50 mg y temperaturas de exploración de la manera siguiente:

- de 25 a 200 °C a una velocidad de 20 °C/minuto;

- 200 °C mantenidos 15 minutos;
- de 200 a 400 °C a una velocidad 20 °C/minuto;
- 400 °C mantenidos 15 minutos;

5 bajo un flujo de aire de 80 ml/minuto y un flujo de gas nitrógeno de 15 ml/minuto. Esta medición proporciona una masa de gas CO<sub>2</sub> liberada de la muestra, con respecto a la cual se calcula una masa de carbonato cálcico. La diferencia entre esta masa calculada de carbonato cálcico y la masa de la muestra proporcionada se corresponde con la masa de sal de anión calcio.

Preparación de pigmentos que comprenden PCC de la Etapa a)

10 La siguiente es una descripción de la preparación de los pigmentos que comprenden PCC de la Etapa a), implementada en pruebas sucesivas que se describen posteriormente en el presente documento.

Preparación de una mezcla acuosa (*slurry*) de PCC escalenoédrico y calcítico, sin dispersar (PCC1)

15 Se sintetizó PCC1 haciendo burbujear CO<sub>2</sub> a través de una mezcla acuosa de hidróxido cálcico con el fin de obtener un producto en mezcla acuosa que presentase el área superficial específica y la mediana del diámetro de partículas en peso, según se determina de acuerdo con los métodos de medición anteriores del presente documento, proporcionadas en la Tabla 1, y formado esencialmente con la morfología escalenoédrica de la fase de calcita según se determina mediante análisis de XRD. Los sólidos de la mezcla acuosa se ajustaron al 17 % en peso. El pH de esta mezcla acuosa, según se mide de acuerdo con el método de medición proporcionado anteriormente, estaba entre 8 y 9,5.

20 Posteriormente, una muestra de este PCC se molió por vía húmeda para medir la evolución del pH, de acuerdo con el método de prueba proporcionado anteriormente. Durante esta molienda, se observó que el pH de la mezcla acuosa aumentaba en más de 2 y más que una mezcla acuosa correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó completamente por GCC.

Una muestra de este PCC se sometió también a la prueba de hidrofilia proporcionada anteriormente, y se determinó que el mismo era hidrófilo.

25 Preparación de una mezcla acuosa (*slurry*) de PCC escalenoédrico y calcítico, dispersado (PCC2)

30 Se sintetizó PCC2 haciendo burbujear CO<sub>2</sub> a través de una mezcla acuosa de hidróxido cálcico con el fin de obtener un producto en mezcla acuosa que presentase el área superficial específica y la mediana del diámetro de partículas en peso, según se determina de acuerdo con los métodos de medición anteriores del presente documento, proporcionadas en la Tabla 1, y formadas esencialmente con la morfología escalenoédrica de la fase de calcita según se determina mediante análisis de XRD. Los sólidos de la mezcla acuosa se ajustaron al 40 % en peso en presencia de un dispersante basado en poliacrilato. El pH de esta mezcla acuosa, según se midió de acuerdo con el método de medición proporcionado anteriormente, estaba entre 8 y 9,5.

35 Posteriormente, una muestra de este PCC se molió por vía húmeda para medir la evolución del pH, de acuerdo con el método de prueba proporcionado anteriormente. Durante esta molienda, se observó que el pH de la mezcla acuosa aumentaba en más de 2 y más que una mezcla acuosa correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó completamente por GCC.

Una muestra de este PCC se sometió también a la prueba de hidrofilia proporcionada anteriormente, y se determinó que el mismo era hidrófilo.

Preparación de una mezcla acuosa (*slurry*) de PCC aragonítico, sin dispersar (PCC3)

40 Se sintetizó PCC3 haciendo burbujear CO<sub>2</sub> a través de una mezcla acuosa de hidróxido cálcico con el fin de obtener un producto en mezcla acuosa que presentase el área superficial específica y la mediana del diámetro de partículas en peso, según se determina de acuerdo con los métodos de medición anteriores del presente documento, proporcionadas en la Tabla 1, y formado esencialmente con la morfología aragonítica según se determina mediante análisis de XRD. Los sólidos de la mezcla acuosa se ajustaron al 17 % en peso. El pH de esta mezcla acuosa, según se mide de acuerdo con el método de medición proporcionado anteriormente, estaba entre 8 y 9,5.

45 Posteriormente, una muestra de este PCC se molió por vía húmeda para medir la evolución del pH, de acuerdo con el método de prueba proporcionado anteriormente. Durante esta molienda, se observó que el pH de la mezcla acuosa aumentaba en más de 2 y más que una mezcla acuosa correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó completamente por GCC.

50 Una muestra de este PCC se sometió también a la prueba de hidrofilia proporcionada anteriormente, y se determinó que el mismo era hidrófilo.

Preparación de una mezcla acuosa (*slurry*) de PCC romboédrico, sin dispersar (PCC4)

5 Se sintetizó PCC4 haciendo burbujear CO<sub>2</sub> a través de una mezcla acuosa de hidróxido cálcico con el fin de obtener un producto en mezcla acuosa que presentase el área superficial específica y la mediana del diámetro de partículas en peso, según se determina de acuerdo con los métodos de medición anteriores del presente documento, proporcionadas en la Tabla 1, y formado esencialmente con la morfología romboédrica según se determina mediante análisis de XRD. Los sólidos de la mezcla acuosa se ajustaron al 17 % en peso. El pH de esta mezcla acuosa, según se mide de acuerdo con el método de medición proporcionado anteriormente, estaba entre 8 y 9,5.

10 Posteriormente, una muestra de este PCC se molió por vía húmeda para medir la evolución del pH, de acuerdo con el método de prueba proporcionado anteriormente. Durante esta molienda, se observó que el pH de la mezcla acuosa aumentaba en más de 2 y más que una mezcla acuosa correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó completamente por GCC.

Una muestra de este PCC se sometió también a la prueba de hidrofilia proporcionada anteriormente, y se determinó que el mismo era hidrófilo.

**Ejemplo 1**

15 El siguiente Ejemplo es ilustrativo de la técnica anterior, y conlleva hacer entrar en contacto un pigmento de PCC con H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> y un anión que comprende fosfato en ausencia de iones calcio solubles adicionales.

En un reactor de acero inoxidable, se prepara una mezcla acuosa (*aqueous slurry*) ajustando el contenido sólido de la mezcla acuosa del PCC descrito en la Tabla que se ofrece posteriormente, de tal manera que la mezcla acuosa obtenida presente un contenido de sólidos del 10 % en peso seco. Después de esto, la temperatura de esta mezcla acuosa se lleva a y se mantiene a 70 °C.

20 Bajo agitación de tal manera que se establece un flujo esencialmente laminar, se adiciona H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> a la mezcla acuosa de PCC durante un periodo de 10 minutos en una cantidad correspondiente al 30 % en peso sobre el peso de PCC y a aproximadamente 3x10<sup>-3</sup> moles de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> por gramo de PCC. Tras esta adición, la mezcla acuosa se agita durante unos 5 minutos adicionales.

25 Se deja que la mezcla acuosa resultante se asiente durante la noche antes de filtrar y secar el producto obtenido. El área superficial específica final de este producto seco es la medida y comunicada en la siguiente Tabla.

Tabla 1

Prueba	1	2	3	4
	Técnica Anterior	Técnica Anterior	Técnica Anterior	Técnica Anterior
Tipo de PCC	PCC1	PCC2	PCC3	PCC4
Mediana en peso del diámetro de las partículas (µm)	2,0	1,8	2,7	1,1
Material de partida SSA (m <sup>2</sup> /g)	8	8	6,3	5,5
Producto final SSA (m <sup>2</sup> /g)	54	18	15	19

**Ejemplo 2**

30 El siguiente Ejemplo es ilustrativo de la invención, e implica hacer entrar en contacto PCC1 con un anión que comprende fosfato (proporcionado en forma de un ácido), en presencia de iones calcio solubles, en exceso, en donde se generan iones calcio solubles al hacer entrar en contacto el PCC con un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble.

35 En un reactor de acero inoxidable, se prepara una mezcla acuosa (*aqueous slurry*) ajustando el contenido de sólidos de la mezcla acuosa de PCC1 descrita anteriormente en el presente documento, de tal manera que la mezcla acuosa (*slurry*) obtenida tenga un contenido de sólidos del 10 % en peso seco. Después de esto, la temperatura de esta mezcla acuosa se lleva y se mantiene a una temperatura de reacción definida en la Tabla que se ofrece posteriormente bajo "TmezclaAc".

40 Bajo agitación de tal manera que se establece un flujo esencialmente laminar, a la mezcla acuosa de PCC se le adiciona un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble (Aditivo1) en una cantidad correspondiente a unos equivalentes molares determinados de iones H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> por gramo de PCC al entrar en contacto con el carbonato cálcico precipitado (lo cual se corresponde con una generación de unos equivalentes molares determinados de iones calcio solubilizados, por gramo de PCC, enumerándose ambos valores determinados en la Tabla que se ofrece posteriormente).

Después de esto, a esta mezcla acuosa se le adiciona durante un periodo de 10 minutos  $H_3PO_4$  en una cantidad correspondiente al 30 % en peso sobre el peso de PCC y a aproximadamente  $3 \times 10^{-3}$  moles de  $H_3PO_4$  por gramo de PCC. Tras esta adición, la mezcla acuosa se agita durante unos 5 minutos adicionales. Durante este periodo, se observó que el pH de la mezcla acuosa se reducía temporalmente a un valor menor que 6,0.

5 El sólido final de la mezcla acuosa obtenida estaba entre el 8 y el 12 % en peso.

Se deja que la mezcla acuosa resultante se asiente durante la noche antes de filtrar y secar el producto obtenido. El área superficial específica final de este producto seco se mide y se enumera en la Tabla que se ofrece posteriormente. La Prueba 1 del Ejemplo 1 se enumera también en la siguiente Tabla como referencia.

Tabla 2

Prueba	1	1A	1B	1C	1D
	Técnica Anterior	Invencción	Invencción	Invencción	Invencción
TmezclaAc (°C)	70	70	70	95	70
Aditivo1	--	HCl	HCl	HCl	Ácido acético
Equivalentes molares de $H_3O^+$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )**	--	5,5	2,7	5,5	6,6
Moles equivalentes de iones $Ca^{2+}$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )	--	2,7	1,4	2,7	3,3
Masa equivalente de iones $Ca^{2+}$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )	--	108	54	108	132
SSA ( $m^2/g$ )	50	77	88	63	98
** suponiendo una disociación completa del Aditivo1					

10 En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se molió por vía húmeda de acuerdo con el método proporcionado anteriormente, el pH durante la molienda por vía húmeda aumentó en más de 2 y más que una mezcla acuosa (*slurry*) correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó en su totalidad con GCC.

15 En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se analizó por TGA tal como se ha descrito anteriormente, se observó una relación de masas de sal de anión calcio:carbonato cálcico de entre 20:80 y 60:40.

Los análisis de XRD de los productos obtenidos según el proceso de la invención indicaron la presencia de minerales de fosfato de calcio así como carbonato cálcico.

### 20 Ejemplo 3

25 El siguiente Ejemplo es ilustrativo de la invención, e implica hacer entrar en contacto PCC1 con un anión que comprende fosfato (proporcionado en forma de un ácido), en presencia de iones calcio solubles, en exceso, en donde se generan iones calcio solubles al hacer entrar en contacto el PCC con un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble, y en donde dicho ácido o sal ácida se dosifica al mismo tiempo que el anión que comprende fosfato.

30 En un reactor de acero inoxidable, se prepara una mezcla acuosa (*aqueous slurry*) ajustando el contenido de sólidos de la mezcla acuosa de PCC1 descrita anteriormente en el presente documento, de tal manera que la mezcla acuosa (*slurry*) obtenida tenga un contenido de sólidos del 10 % en peso seco. Después de esto, la temperatura de esta mezcla acuosa se lleva y se mantiene a una temperatura de reacción definida en la Tabla que se ofrece posteriormente bajo "TmezclaAc".

35 Bajo agitación de tal manera que se establece un flujo esencialmente laminar, a la mezcla acuosa de PCC se le adiciona un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble (Aditivo1) en una cantidad correspondiente a unos equivalentes molares determinados de iones  $H_3O^+$  por gramo de PCC al entrar en contacto con el carbonato cálcico precipitado (lo cual se corresponde con una generación de unos equivalentes molares determinados de iones calcio solubilizados, por gramo de PCC, enumerándose ambos valores determinados en la Tabla que se ofrece posteriormente), mientras que simultáneamente a esta mezcla acuosa se le adiciona, durante

un periodo de 10 minutos, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> en una cantidad correspondiente al 30 % en peso sobre el peso de PCC y a aproximadamente 3x10<sup>-3</sup> moles de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> por gramo de PCC. Tras esta adición, la mezcla acuosa (*slurry*) se agita durante unos 5 minutos adicionales. Durante este periodo, se observó que el pH de la mezcla acuosa se reducía temporalmente a un valor menor que 6,0.

5 El sólido final de la mezcla acuosa obtenida estaba entre el 8 y el 12 % en peso.

Se deja que la mezcla acuosa resultante se asiente durante la noche antes de filtrar y secar el producto obtenido. El área superficial específica final de este producto seco se mide y se enumera en la Tabla que se ofrece posteriormente.

La Prueba 1 del Ejemplo 1 se enumera también en la siguiente Tabla como referencia.

10

Tabla 3

Prueba	1	1E
	Técnica Anterior	invención
TmezclaAc (°C)	70	70
Aditivo1	--	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Equivalentes molares de H <sub>3</sub> O <sup>+</sup> por gramo de PCC (x 10 <sup>-3</sup> )**	--	4,0
Moles equivalentes de iones Ca <sup>2+</sup> por gramo de PCC (x10 <sup>-3</sup> )	--	2,0
Masa equivalente de iones Ca <sup>2+</sup> por gramo de PCC (x10 <sup>-3</sup> )	--	80
SSA (m <sup>2</sup> /g)	50	115
** suponiendo una disociación completa del Aditivo1		

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se molió por vía húmeda de acuerdo con el método proporcionado anteriormente, el pH durante la molienda por vía húmeda aumentó en más de 2 y más que una mezcla acuosa (*slurry*) correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó en su totalidad con GCC.

15

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se analizó por TGA tal como se ha descrito anteriormente, se observó una relación de masas de sal de anión calcio:carbonato cálcico de entre 20:80 y 60:40.

Los análisis de XRD de los productos obtenidos según el proceso de la invención indicaron la presencia de minerales de fosfato de calcio así como carbonato cálcico.

20

#### Ejemplo 4

El siguiente Ejemplo es ilustrativo de la invención, e implica hacer entrar en contacto PCC1 con un anión que comprende fosfato (proporcionado en forma de un ácido), en presencia de iones calcio solubles, en exceso, en donde se proporcionan iones calcio solubles mediante la adición de una sal de calcio neutra soluble.

25

En un reactor de acero inoxidable, se prepara una mezcla acuosa (*aqueous slurry*) ajustando el contenido de sólidos de la mezcla acuosa de PCC1 descrita anteriormente en el presente documento, de tal manera que la mezcla acuosa obtenida tenga un contenido de sólidos del 10 % en peso seco. Después de esto, la temperatura de esta mezcla acuosa se lleva y se mantiene a una temperatura de reacción definida en la Tabla que se ofrece posteriormente bajo "TmezclaAc".

30

Bajo agitación de tal manera que se establece un flujo esencialmente laminar, a la mezcla acuosa (*slurry*) de PCC se le adiciona una sal de calcio neutra soluble (Aditivo1) en una cantidad correspondiente a unos equivalentes molares determinados de iones Ca<sup>2+</sup> por gramo de PCC (enumerándose los valores en la Tabla que se ofrece a continuación en el presente documento).

35

Después de esto, a esta mezcla acuosa se le adiciona durante un periodo de 10 minutos H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> en una cantidad correspondiente al 30 % en peso sobre el peso de PCC y a aproximadamente 3x10<sup>-3</sup> moles de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> por gramo de PCC. Tras esta adición, la mezcla acuosa se agita durante unos 5 minutos adicionales. Durante este periodo, se observó que el pH de la mezcla acuosa se reducía temporalmente a un valor menor que 6,0.

El sólido final de la mezcla acuosa obtenida estaba entre el 8 y el 12 % en peso.

Se deja que la mezcla acuosa resultante se asiente durante la noche antes de filtrar y secar el producto obtenido. El área superficial específica final de este producto seco se mide y se enumera en la Tabla que se ofrece posteriormente.

La Prueba 1 del Ejemplo 1 se enumera también en la siguiente Tabla como referencia.

5

Tabla 4

Prueba	1	1F	1G
	Técnica Anterior	Invencción	Invencción
TmezclaAc (°C)	70	70	70
Aditivo1	--	CaCl <sub>2</sub>	Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
Moles equivalentes de iones Ca <sup>2+</sup> por gramo de PCC (x10 <sup>-3</sup> )**	--	1,4	1,2
Masa equivalente de iones Ca <sup>2+</sup> por gramo de PCC (x10 <sup>-3</sup> )	--	56	48
SSA (m <sup>2</sup> /g)	54	80	90
** suponiendo una disociación completa del Aditivo1			

10

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se molió por vía húmeda de acuerdo con el método proporcionado anteriormente, el pH durante la molienda por vía húmeda aumentó en más de 2 y más que una mezcla acuosa (*slurry*) correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó en su totalidad con GCC.

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se analizó por TGA tal como se ha descrito anteriormente, se observó una relación de masas de sal de anión calcio:carbonato cálcico de entre 20:80 y 60:40.

15

Los análisis de XRD de los productos obtenidos según el proceso de la invención indicaron la presencia de minerales de fosfato de calcio así como carbonato cálcico.

### Ejemplo 5

20

El siguiente Ejemplo es ilustrativo de la invención, e implica hacer entrar en contacto PCC1 con un anión que comprende fosfato (proporcionado en forma de una sal), en presencia de iones calcio solubles, en exceso, en donde se generan los iones calcio solubles al hacer entrar en contacto el PCC con un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble.

25

En un reactor de acero inoxidable, se prepara una mezcla acuosa (*aqueous slurry*) ajustando el contenido de sólidos de la mezcla acuosa de PCC1 descrita anteriormente en el presente documento, de tal manera que la mezcla acuosa (*slurry*) obtenida tenga un contenido de sólidos del 10 % en peso seco. Después de esto, la temperatura de esta mezcla acuosa se lleva y se mantiene a una temperatura de reacción definida en la Tabla que se ofrece posteriormente bajo "TmezclaAc".

30

Bajo agitación de tal manera que se establece un flujo esencialmente laminar, a la mezcla acuosa de PCC se le adiciona un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble (Aditivo1) en una cantidad correspondiente a unos equivalentes molares determinados de iones H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> por gramo de PCC al entrar en contacto con el carbonato cálcico precipitado (lo cual se corresponde con una generación de unos equivalentes molares determinados de iones calcio solubilizados, por gramo de PCC, enumerándose ambos valores determinados en la Tabla que se ofrece posteriormente).

35

Después de esto, a esta mezcla acuosa se le adiciona durante un periodo de 10 minutos N<sub>(3-x)</sub>H<sub>x</sub>PO<sub>4</sub>, en donde x = 0-1 (indicándose el valor de x en la siguiente tabla), en una cantidad correspondiente a aproximadamente 3x10<sup>-3</sup> moles de N<sub>(3-x)</sub>H<sub>x</sub>PO<sub>4</sub> por gramo de PCC. Tras esta adición, la mezcla acuosa se agita durante unos 5 minutos adicionales. Durante este periodo, se observó que el pH de la mezcla acuosa se reducía temporalmente a un valor menor que 6,0.

El sólido final de la mezcla acuosa obtenida estaba entre el 8 y el 12 % en peso.

40

Se deja que la mezcla acuosa resultante se asiente durante la noche antes de filtrar y secar el producto obtenido. El área superficial específica final de este producto seco se mide y se enumera en la Tabla que se ofrece posteriormente.

La Prueba 1 del Ejemplo 1 se enumera también en la siguiente Tabla como referencia.

Tabla 5

		X = 0	X = 1
Prueba	1	1H	1J
	Técnica Anterior	Invencción	Invencción
TmezclaAc (°C)	70	70	70
Aditivo1	--	HCl	HCl
Equivalentes molares de H <sub>3</sub> O <sup>+</sup> por gramo de PCC (x10 <sup>-3</sup> )**	--	5,5	5,5
Moles equivalentes de iones Ca <sup>2+</sup> por gramo de PCC (x10 <sup>-3</sup> )	--	2,7	2,7
Masa equivalente de iones Ca <sup>2+</sup> por gramo de PCC (x10 <sup>-3</sup> )	--	108	108
SSA (m <sup>2</sup> /g)	50	55	108
** suponiendo una disociación completa del Aditivo1			

5 En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se molió por vía húmeda de acuerdo con el método proporcionado anteriormente, el pH durante la molienda por vía húmeda aumentó en más de 2 y más que una mezcla acuosa (*slurry*) correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó en su totalidad con GCC.

10 En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se analizó por TGA tal como se ha descrito anteriormente, se observó una relación de masas de sal de anión calcio:carbonato cálcico de entre 20:80 y 60:40.

Los análisis de XRD de los productos obtenidos según el proceso de la invención indicaron la presencia de minerales de fosfato de calcio así como carbonato cálcico.

### Ejemplo 6

15 El siguiente Ejemplo es ilustrativo de la invención, e implica hacer entrar en contacto PCC1 o PCC2 con un anión que comprende fosfato (proporcionado en forma de un ácido), en presencia de iones calcio solubles, en exceso, en donde se generan iones calcio solubles al hacer entrar en contacto el PCC con un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble, en presencia de otro aditivo adicional que incrementa la fuerza iónica de la mezcla acuosa (*slurry*).

20 En un reactor de acero inoxidable, se prepara una mezcla acuosa (*aqueous slurry*) ajustando el contenido de sólidos de la mezcla acuosa de PCC1 o PCC2 descrita anteriormente en el presente documento, de tal manera que la mezcla acuosa (*slurry*) obtenida tenga un contenido de sólidos del 10 % en peso seco. Después de esto, la temperatura de esta mezcla acuosa se lleva y se mantiene a una temperatura de reacción definida en la Tabla que se ofrece posteriormente bajo "TmezclaAc".

25 Bajo agitación de tal manera que se establece un flujo esencialmente laminar, a la mezcla acuosa de PCC se le adiciona un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble (Aditivo1) en una cantidad correspondiente a unos equivalentes molares determinados de iones H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> por gramo de PCC al entrar en contacto con el carbonato cálcico precipitado (lo cual se corresponde con una generación de un equivalente molar determinado de iones calcio solubilizados, por gramo de PCC, enumerándose ambos valores determinados en la Tabla que se ofrece posteriormente).

30 Bajo agitación continuada, se adiciona una sal neutra, soluble, capaz de aumentar la fuerza iónica de la mezcla acuosa (Aditivo 2), en una cantidad que se enumera en la Tabla que se ofrece posteriormente en el presente documento.

35 Después de esto, a esta mezcla acuosa se le adiciona durante un periodo de 10 minutos H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> en una cantidad correspondiente al 30 % en peso sobre el PCC y a aproximadamente 3x10<sup>-3</sup> moles de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> por gramo de PCC. Tras esta adición, la mezcla acuosa se agita durante unos 5 minutos adicionales. Durante este periodo, se observó que el pH de la mezcla acuosa se reducía temporalmente a un valor menor que 6,0.



El sólido final de la mezcla acuosa obtenida estaba entre el 8 y el 12 % en peso.

Se deja que la mezcla acuosa resultante se asiente durante la noche antes de filtrar y secar el producto obtenido. El área superficial específica final de este producto seco se mide y se enumera en la Tabla que se ofrece posteriormente.

5 La Prueba 1 del Ejemplo 1 se enumera también en la siguiente Tabla como referencia.

Tabla 6

Prueba	PCC1			PCC2		
	1	1L	1M	2	2A	2B
	Técnica Anterior	Invencción	Invencción	Técnica Anterior	Invencción	Invencción
TmezclaAc (°C)	70	70	70	70	70	70
Aditivo1	--	HCl	HCl	--	HCl	HCl
Equivalentes molares de H <sub>3</sub> O <sup>+</sup> por gramo de PCC (x10 <sup>-3</sup> )**	--	5,5	5,5	--	5,5	5,5
Moles equivalentes de iones Ca <sup>2+</sup> por gramo de PCC (x 10 <sup>-3</sup> )	--	2,7	2,7	--	2,7	2,7
Masa equivalente de iones Ca <sup>2+</sup> por gramo de PCC (x 10 <sup>-3</sup> )	--	108	108	--	108	108
Aditivo2	--	NaCl	KNO <sub>3</sub>	--	NaCl	KNO <sub>3</sub>
% peso Aditivo2 sobre peso de PCC	--	0,1	0,1	--	0,1	0,1
SSA (m <sup>2</sup> /g)	54	61	75	18	48	45
** suponiendo una disociación completa del Aditivo1						

10 En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se molió por vía húmeda de acuerdo con el método proporcionado anteriormente, el pH durante la molienda por vía húmeda aumentó en más de 2 y más que una mezcla acuosa (*slurry*) correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó en su totalidad con GCC.

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se analizó por TGA tal como se ha descrito anteriormente, se observó una relación de masas de sal de anión calcio:carbonato cálcico de entre 20:80 y 60:40.

15 Los análisis de XRD de los productos obtenidos según el proceso de la invención indicaron la presencia de minerales de fosfato de calcio así como carbonato cálcico.

**Ejemplo 7**

20 El siguiente Ejemplo es ilustrativo de la invención, e implica hacer entrar en contacto PCC3 con un anión que comprende fosfato (proporcionado en forma de un ácido), en presencia de iones calcio solubles, en exceso, en donde se generan iones calcio solubles al hacer entrar en contacto el PCC con un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble.

25 En un reactor de acero inoxidable, se prepara una mezcla acuosa (*aqueous slurry*) ajustando el contenido de sólidos de la mezcla acuosa de PCC3 descrita anteriormente en el presente documento, de tal manera que la mezcla acuosa (*slurry*) obtenida tenga un contenido de sólidos del 10 % en peso seco. Después de esto, la temperatura de esta mezcla acuosa se lleva y se mantiene a una temperatura de reacción definida en la Tabla que se ofrece posteriormente bajo "TmezclaAc".

5 Bajo agitación de tal manera que se establece un flujo esencialmente laminar, a la mezcla acuosa de PCC se le adiciona un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble (Aditivo1) en una cantidad correspondiente a unos equivalentes molares determinados de iones  $H_3O^+$  por gramo de PCC al entrar en contacto con el carbonato cálcico precipitado (lo cual se corresponde con una generación de unos equivalentes molares determinados de iones calcio solubilizados, por gramo de PCC, enumerándose ambos valores determinados en la Tabla que se ofrece posteriormente).

10 Después de esto, a esta mezcla acuosa se le adiciona durante un periodo de 10 minutos  $H_3PO_4$  en una cantidad correspondiente al 30 % en peso sobre el PCC y a aproximadamente  $3 \times 10^{-3}$  moles de  $H_3PO_4$  por gramo de PCC. Tras esta adición, la mezcla acuosa se agita durante unos 5 minutos adicionales. Durante este periodo, se observó que el pH de la mezcla acuosa se reducía temporalmente a un valor menor que 6,0.

El sólido final de la mezcla acuosa obtenida estaba entre el 8 y el 12 % en peso.

Se deja que la mezcla acuosa resultante se asiente durante la noche antes de filtrar y secar el producto obtenido. El área superficial específica final de este producto seco se mide y se enumera en la Tabla que se ofrece posteriormente.

15 La Prueba 2 del Ejemplo 1 se enumera también en la siguiente Tabla como referencia.

Tabla 7

Prueba	3	3A
	Técnica Anterior	Invencción
TmezclaAc (°C)	70	70
Aditivo1	--	HCl
Equivalentes molares de $H_3O^+$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )**	--	5,5
Moles equivalentes de iones $Ca^{2+}$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )	--	2,7
Masa equivalente de iones $Ca^{2+}$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )	--	108
SSA ( $m^2/g$ )	15	49
** suponiendo una disociación completa del Aditivo1		

20 En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se molió por vía húmeda de acuerdo con el método proporcionado anteriormente, el pH durante la molienda por vía húmeda aumentó en más de 2 y más que una mezcla acuosa (*slurry*) correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó en su totalidad con GCC.

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se analizó por TGA tal como se ha descrito anteriormente, se observó una relación de masas de sal de anión calcio:carbonato cálcico de entre 20:80 y 60:40.

25 Los análisis de XRD de los productos obtenidos según el proceso de la invención indicaron la presencia de minerales de fosfato de calcio así como carbonato cálcico.

### Ejemplo 8

30 El siguiente Ejemplo es ilustrativo de la invención, e implica hacer entrar en contacto PCC2 con un anión que comprende fosfato (proporcionado en forma de un ácido), en presencia de iones calcio solubles, en exceso, en donde se generan iones calcio solubles al hacer entrar en contacto el PCC con un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble.

35 En un reactor de acero inoxidable, se prepara una mezcla acuosa (*aqueous slurry*) ajustando el contenido de sólidos de la mezcla acuosa de PCC2 descrita anteriormente en el presente documento, de tal manera que la mezcla acuosa (*slurry*) obtenida tenga un contenido de sólidos del 10 % en peso seco. Después de esto, la temperatura de esta mezcla acuosa se lleva y se mantiene a una temperatura de reacción definida en la Tabla que se ofrece posteriormente bajo "TmezclaAc".

Bajo agitación de tal manera que se establece un flujo esencialmente laminar, a la mezcla acuosa de PCC se le

5 adiciona un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble (Aditivo1) en una cantidad correspondiente a unos equivalentes molares determinados de iones  $H_3O^+$  por gramo de PCC al entrar en contacto con el carbonato cálcico precipitado (lo cual se corresponde con una generación de unos equivalentes molares determinados de iones calcio solubilizados, por gramo de PCC, enumerándose ambos valores determinados en la Tabla que se ofrece posteriormente).

Después de esto, a esta mezcla acuosa se le adiciona durante un periodo de 10 minutos  $H_3PO_4$  en una cantidad correspondiente al 30 % en peso sobre el PCC y a aproximadamente  $3 \times 10^{-3}$  moles de  $H_3PO_4$  por gramo de PCC. Tras esta adición, la mezcla acuosa se agita durante unos 5 minutos adicionales. Durante este periodo, se observó que el pH de la mezcla acuosa se reducía temporalmente a un valor menor que 6,0.

10 El sólido final de la mezcla acuosa obtenida estaba entre el 8 y el 12 % en peso.

Se deja que la mezcla acuosa resultante se asiente durante la noche antes de filtrar y secar el producto obtenido. El área superficial específica final de este producto seco se mide y se enumera en la Tabla que se ofrece posteriormente.

La Prueba 2 del Ejemplo 1 se enumera también en la siguiente Tabla como referencia.

15 Tabla 8

Prueba	2	2C
	Técnica Anterior	invención
TmezclaAc (°C)	70	70
Aditivo1	--	BCI
Equivalentes molares de $H_3O^+$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )**	--	5,5
Moles equivalentes de iones $Ca^{2+}$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )	--	2,7
Masa equivalente de iones $Ca^{2+}$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )	--	108
SSA ( $m^2/g$ )	18	54
** suponiendo una disociación completa del Aditivo1		

20 En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se molió por vía húmeda de acuerdo con el método proporcionado anteriormente, el pH durante la molienda por vía húmeda aumentó en más de 2 y más que una mezcla acuosa (*slurry*) correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó en su totalidad con GCC.

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se analizó por TGA tal como se ha descrito anteriormente, se observó una relación de masas de sal de anión calcio:carbonato cálcico de entre 20:80 y 60:40.

25 Los análisis de XRD de los productos obtenidos según el proceso de la invención indicaron la presencia de minerales de fosfato de calcio así como carbonato cálcico.

**Ejemplo 9**

30 El siguiente Ejemplo es ilustrativo de la invención, e implica hacer entrar en contacto PCC4 con un anión que comprende fosfato (proporcionado en forma de un ácido), en presencia de iones calcio solubles, en exceso, en donde se generan iones calcio solubles al hacer entrar en contacto el PCC con un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble.

35 En un reactor de acero inoxidable, se prepara una mezcla acuosa (*aqueous slurry*) ajustando el contenido de sólidos de la mezcla acuosa de PCC4 descrita anteriormente en el presente documento, de tal manera que la mezcla acuosa (*slurry*) obtenida tenga un contenido de sólidos del 10 % en peso seco. Después de esto, la temperatura de esta mezcla acuosa se lleva y se mantiene a una temperatura de reacción definida en la Tabla que se ofrece posteriormente bajo "TmezclaAc".

Bajo agitación de tal manera que se establece un flujo esencialmente laminar, a la mezcla acuosa de PCC se le adiciona un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble (Aditivo1) en una cantidad correspondiente a unos equivalentes molares determinados de iones  $H_3O^+$  por gramo de PCC al entrar en contacto con el carbonato cálcico precipitado (lo cual se corresponde con una generación de unos equivalentes molares

determinados de iones calcio solubilizados, por gramo de PCC, enumerándose ambos valores determinados en la Tabla que se ofrece posteriormente).

Después de esto, a esta mezcla acuosa se le adiciona durante un periodo de 10 minutos  $\text{H}_3\text{PO}_4$  en una cantidad correspondiente al 30 % en peso sobre el PCC y a aproximadamente  $3 \times 10^{-3}$  moles de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  por gramo de PCC. Tras esta adición, la mezcla acuosa se agita durante unos 5 minutos adicionales. Durante este periodo, se observó que el pH de la mezcla acuosa se reducía temporalmente a un valor menor que 6,0.

El sólido final de la mezcla acuosa obtenida estaba entre el 8 y el 12 % en peso.

Se deja que la mezcla acuosa resultante se asiente durante la noche antes de filtrar y secar el producto obtenido. El área superficial específica final de este producto seco se mide y se enumera en la Tabla que se ofrece posteriormente.

La Prueba 2 del Ejemplo 1 se enumera también en la siguiente Tabla como referencia.

Tabla 9

Prueba	4	4A
	Técnica Anterior	Inventión
TmezclaAc (°C)	70	70
Aditivo1	--	HCl
Equivalentes molares de $\text{H}_3\text{O}^+$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )**	--	5,5
Moles equivalentes de iones $\text{Ca}^{2+}$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )	--	2,7
Masa equivalente de iones $\text{Ca}^{2+}$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )	--	108
SSA ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	19	87
** suponiendo una disociación completa del Aditivo1		

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se molió por vía húmeda de acuerdo con el método proporcionado anteriormente, el pH durante la molienda por vía húmeda aumentó en más de 2 y más que una mezcla acuosa (*slurry*) correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó en su totalidad con GCC.

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se analizó por TGA tal como se ha descrito anteriormente, se observó una relación de masas de sal de anión calcio:carbonato cálcico de entre 20:80 y 60:40.

Los análisis de XRD de los productos obtenidos según el proceso de la invención indicaron la presencia de minerales de fosfato de calcio así como carbonato cálcico.

### Ejemplo 10

El siguiente Ejemplo es ilustrativo de la invención, e implica hacer entrar en contacto PCC1 con un anión que comprende fosfato (proporcionado en forma de un ácido), en presencia de iones calcio solubles, en exceso, en donde se generan iones calcio solubles al hacer entrar en contacto el PCC con un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble.

En un reactor de acero inoxidable, se prepara una mezcla acuosa (*aqueous slurry*) ajustando el contenido de sólidos de la mezcla acuosa de PCC1 descrita anteriormente en el presente documento, de tal manera que la mezcla acuosa (*slurry*) obtenida presente un contenido de sólidos del 20 % en peso seco. Después de esto, la temperatura de esta mezcla acuosa se lleva y se mantiene a una temperatura de reacción definida en la Tabla que se ofrece posteriormente bajo "TmezclaAc".

Bajo agitación de tal manera que se establece un flujo laminar, a la mezcla acuosa de PCC se le adiciona un ácido o una sal ácida que tiene una sal de calcio correspondiente soluble (Aditivo1) en una cantidad correspondiente a unos equivalentes molares determinados de iones  $\text{H}_3\text{O}^+$  por gramo de PCC al entrar en contacto con el carbonato cálcico precipitado (lo cual se corresponde con una generación de unos equivalentes molares determinados de iones calcio solubilizados, por gramo de PCC, enumerándose ambos valores determinados en la Tabla que se ofrece posteriormente).

## ES 2 625 935 T3

Después de esto, a esta mezcla acuosa se le adiciona durante un periodo de 10 minutos  $H_3PO_4$  en una cantidad correspondiente al 30 % en peso sobre el peso de PCC y a aproximadamente  $3 \times 10^{-3}$  moles de  $H_3PO_4$  por gramo de PCC. Tras esta adición, la mezcla acuosa se agita durante unos 5 minutos adicionales. Durante este periodo, se observó que el pH de la mezcla acuosa se reducía temporalmente a un valor menor que 6,0.

5 El sólido final de la mezcla acuosa obtenida estaba entre el 8 y el 12 % en peso.

Se deja que la mezcla acuosa resultante se asiente durante la noche antes de filtrar y secar el producto obtenido. El área superficial específica final de este producto seco se mide y se enumera en la Tabla que se ofrece posteriormente.

La Prueba 1 del Ejemplo 1 se enumera también en la siguiente Tabla como referencia.

10

Tabla 10

Prueba	Invencción
TmezclaAc (°C)	70
Aditivo1	HCl
Equivalentes molares de $H_3O^+$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )**	5,5
Moles equivalentes de iones $Ca^{2+}$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )	2,7
Masa equivalente de iones $Ca^{2+}$ por gramo de PCC ( $\times 10^{-3}$ )	108
SSA ( $m^2/g$ )	88
** suponiendo una disociación completa del Aditivo1	

15

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se molió por vía húmeda de acuerdo con el método proporcionado anteriormente, el pH durante la molienda por vía húmeda aumentó en más de 2 y más que una mezcla acuosa (*slurry*) correspondiente en la que el PCC tratado superficialmente se sustituyó en su totalidad con GCC.

En todos los casos, cuando el producto obtenido según el proceso de la invención se analizó por TGA tal como se ha descrito anteriormente, se observó una relación de masas de sal de anión calcio:carbonato cálcico de entre 20:80 y 60:40.

20

Los análisis de XRD de los productos obtenidos según el proceso de la invención indicaron la presencia de minerales de fosfato de calcio así como carbonato cálcico.

REIVINDICACIONES

1. Mezcla acuosa de carbonato cálcico precipitado (PCC) tratado superficialmente, comprendiendo el proceso las siguientes etapas:
- 5 a) proporcionar por lo menos un pigmento que comprende carbonato cálcico precipitado (PCC);
- b) proporcionar iones  $H_3O^+$ ;
- c) proporcionar por lo menos un anión que es capaz de formar sales de calcio insolubles en agua, solubilizándose dicho anión en un medio acuoso;
- 10 d) hacer entrar en contacto dicho pigmento que comprende PCC con dichos iones  $H_3O^+$  y con dichos aniones solubilizados en un medio acuoso para formar una mezcla acuosa (*slurry*) de pigmento que comprende PCC tratado superficialmente, en donde dicho PCC tratado superficialmente comprende una sal de calcio, por lo menos parcialmente cristalina, insoluble, de dicho anión formada en la superficie de por lo menos parte del PCC proporcionado en la etapa a);
- caracterizada porque
- durante la Etapa d), se proporciona un exceso de iones calcio solubilizados;
- 15 - dicha sal de calcio al menos parcialmente cristalina de dicho anión se extiende desde la superficie de al menos parte del PCC de dicho pigmento que comprende PCC proporcionado en la Etapa a).
2. La mezcla acuosa según la reivindicación 1,
- caracterizada porque dicho pigmento que comprende PCC de la Etapa a) presenta una mediana de los diámetros en peso de entre 0,01 a 10  $\mu m$ , y más preferentemente de entre 0,5 a 2  $\mu m$ .
- 20 3. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2,
- caracterizada porque dicho pigmento que comprende PCC de la Etapa a) comprende además uno o más de los siguientes: talco, arcilla, pigmentos en esferas huecas de plástico o dióxido de titanio.
4. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3,
- 25 caracterizada porque dicho pigmento que comprende PCC de la Etapa a) se proporciona en forma de una mezcla acuosa (*aqueous slurry*), teniendo dicha mezcla acuosa preferentemente un pH inferior a 11, y más preferentemente inferior a 10,5, antes de la Etapa c).
5. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4,
- caracterizada porque dichos iones  $H_3O^+$  de la Etapa b) se proporcionan a través de una o más de las siguientes Vías:
- 30 - Vía IB: adición de ácido o una sal ácida de dicho anión;
- Vía IIB: adición de un ácido o una sal ácida que sirve simultáneamente para proporcionar la totalidad o parte de dichos iones calcio solubilizados, en exceso, es decir, mediante adición directa de iones calcio solubles y/o mediante disolución del material de partida del PCC para liberar iones calcio.
6. La mezcla acuosa de acuerdo con la reivindicación 5,
- 35 caracterizada porque en el caso de la Vía IIB, dicho ácido o sal ácida que sirve simultáneamente para proporcionar la totalidad o parte de dichos iones calcio solubilizados, en exceso, se selecciona preferentemente del grupo que comprende ácidos que comprenden azufre, tales como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido perclórico, ácido fórmico, ácido láctico, ácido acético, ácido nítrico, y sales ácidas de los mismos, tales como sales ácidas de calcio solubles de los mismos.
- 40 7. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6,
- caracterizada porque dicho anión de la Etapa c) se adiciona en forma de una sal neutra o ácida soluble, o en forma de un ácido, siempre que se solubilice antes y/o durante la Etapa d), y preferiblemente de uno o más de los siguientes: aniones que comprenden fosfato tales como  $PO_4^{3-}$  y  $HPO_4^{2-}$ , aniones oxalato ( $C_2O_4^{2-}$ ), aniones que comprenden carbonato en forma de  $CO_3^{2-}$ , aniones fosfonato, aniones succinato, o aniones fluoruro.
- 45 8. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7,
- caracterizada porque dicho anión se adiciona en una cantidad correspondiente a entre el 5 y el 50 %,

preferentemente entre el 15 y el 30 %, en peso basándose en el peso de dicho PCC proporcionado en la Etapa a).

9. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8,

caracterizada porque dicho anión se hace entrar en contacto con dicho PCC después de hacer entrar en contacto dicho PCC con dichos iones  $H_3O^+$ .

5 10. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9,

caracterizada porque dichos iones calcio solubilizados, en exceso, proporcionados durante la Etapa d) se proporcionan a través de una o más de las siguientes Vías:

- Vía IA: adición de una sal de calcio soluble neutra o ácida;

10 - Vía IIA: adición de un ácido o una sal neutra o ácida que no es de calcio, que genera in situ una sal de calcio soluble, neutra o ácida.

11. La mezcla acuosa de acuerdo con la reivindicación 10,

caracterizada porque, cuando dichos iones calcio solubilizados, en exceso, se proporcionan a través de la Vía IA, los mismos se seleccionan de entre uno o más de los siguientes:  $CaCl_2$  o  $Ca(NO_3)_2$ .

12. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11,

15 caracterizada porque se proporcionan iones calcio solubilizados en una cantidad correspondiente a una magnitud mayor que o igual al 3 %, preferentemente mayor que o igual al 5 %, en peso basándose en el peso de dicho PCC proporcionado en la Etapa a).

13. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12,

20 caracterizada porque la Etapa d) se lleva a cabo a temperaturas por encima de 50 °C, y preferentemente por encima de 60 °C.

14. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13,

caracterizada porque la Etapa d) tiene lugar en presencia de por lo menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en silicato, sílice, aluminato de metal alcalino térreo, o mezclas de los mismos, siendo dicho silicato seleccionado preferiblemente de entre un silicato de aluminio, o un silicato de metal alcalino térreo.

25 15. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14,

caracterizada porque la Etapa d) tiene lugar en presencia de un aditivo que incrementa la fuerza iónica de la mezcla acuosa (*slurry*), tal como una sal inerte que no es de calcio, siendo dicho aditivo seleccionado preferiblemente de entre  $NaCl$  o  $KNO_3$ , o mezclas de los mismos.

16. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15,

30 caracterizada porque dicho proceso es un proceso continuo.

17. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16,

caracterizada porque se adiciona un dispersante a dicha mezcla acuosa (*slurry*) formada en la Etapa d).

18. La mezcla acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes,

35 caracterizada porque dicho PCC tratado superficialmente Comprende una sal de calcio insoluble, al menos parcialmente cristalina, de dicho anión, que incluye preferiblemente uno o más de los siguientes: fosfato octacálcico (OCP), hidroxiapatita (HAP) o fosfato tricálcico (TCP).

19. La mezcla acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes,

40 caracterizada porque dicho PCC tratado superficialmente Tiene una relación de masa de contenido de sal de calcio del anión: carbonato de calcio de 5:95 a 95:5, preferiblemente de 20:80 a 60:40, y más preferiblemente de 25:75 a 50:50.

20. La mezcla acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes,

45 caracterizada porque dicho PCC tratado superficialmente tiene un área de superficie específica BET que es mayor que la superficie específica BET obtenida después de poner en contacto el mismo PCC proporcionado en la Etapa a), ya sea simultáneamente o en etapas distintas, con el mismo anión solubilizado de la Etapa b) y con iones  $H_3O^+$ , de tal manera que:

## ES 2 625 935 T3

- los iones  $H_3O^+$  se proporcionan únicamente a través de la adición de dicho anión, es decir, dichos iones  $H_3O^+$  se proporcionan en una cantidad molar que es menor o igual a la requerida para equilibrar teóricamente la carga iónica de dicho anión; y,

- ni la Vía IA ni la Vía IB se implementan.

- 5 21. La mezcla acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque dicho PCC tratado superficialmente tiene un área de superficie específica BET que es al menos tres veces, y más preferiblemente siete veces mayor que el área de la superficie específica BET del PCC en el pigmento que contiene PCC proporcionado en la Etapa a).
22. La mezcla acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque dicho PCC tratado superficialmente tiene un área de superficie específica BET de 20 a 120  $m^2/g$ , preferiblemente de 55 a 115  $m^2/g$ , más preferiblemente de 60 a 100  $m^2/g$ .
23. La mezcla acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque dicha suspensión acuosa que contiene PCC tratado superficialmente tiene un contenido en sólidos de hasta 25%, y preferiblemente entre 5 y 20% en peso.
- 15 24. La mezcla acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque dicho PCC tratado superficialmente tiene un volumen de poro de 1 a 2,2  $cm^3/g$ .
25. Pigmento seco que comprende PCC tratado superficialmente seco caracterizado porque se obtiene a partir de una suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el PCC tratado superficialmente seco preferiblemente se trata adicionalmente con ácidos grasos.
- 20 26. Uso de un PCC tratado superficialmente de acuerdo con la reivindicación 25 o una suspensión acuosa de PCC tratado superficialmente de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 24, en papel, papel de seda, plásticos, pinturas, tratamiento de agua o para la eliminación de compuestos de EDC.