

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 640 099**

51 Int. Cl.:

C09C 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.02.2014** **E 14156165 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.07.2017** **EP 2910610**

54 Título: **Proceso para la preparación de un producto con carga de carbonato de calcio**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
31.10.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

RENTSCH, SAMUEL;
BLUM, RENÉ VINZENZ y
GANE, PATRICK A. C.

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 640 099 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso para la preparación de un producto con carga de carbonato de calcio

5 La presente invención se refiere a un producto de carga mineral que se puede usar en una multitud de aplicaciones, por ejemplo en composiciones poliméricas, en la fabricación de papel, revestimientos de papel, aplicaciones agrícolas, pinturas, adhesivos, selladores, aplicaciones para la construcción, o aplicaciones cosméticas.

10 Los rellenos minerales bien conocidos comprenden, por ejemplo, carbonato de calcio molido (CCM) natural y carbonato de calcio precipitado (CCP).

15 Para la preparación de CCM ha sido bastante común utilizar polímeros tales como polialquilenglicoles o polímeros basados en ácidos acrílicos neutralizados parcial o totalmente, poli(ácidos metacrílicos), sus derivados y sus sales, como adyuvantes de molienda y agentes dispersantes en un proceso de molienda para proporcionar suspensiones minerales acuosas.

20 En el documento EP 2 029 677, se describe un proceso para la molienda en seco de un material que contiene un carbonato mineral, dicho proceso incluye las etapas de moler en seco dicho material en al menos una unidad de molienda en presencia de al menos un polímero de polialquilenglicol de tal manera que la cantidad de agua en la unidad de molienda sea menor de un 10 % en peso, basado en el material seco de dicha unidad de molienda. El proceso puede comprender además una etapa de clasificación opcional, en el que tanto la etapa de molienda como la última etapa de clasificación pueden llevarse a cabo repetidamente con todo o parte del material obtenido en la etapa de molienda en seco y/o en la etapa de clasificación.

25 El documento EP 2 132 268 proporciona un método para la molienda en seco de uno o más materiales minerales que incluyen al menos un carbonato de calcio. El método incluye las etapas de triturar el(los) material(es) mineral(es) en al menos una unidad de trituración, moler en seco el material triturado en al menos una unidad de molienda en presencia de un polímero hidrófilo ramificado de tipo combinado que contiene al menos un poli(óxido de polialquileño), en el que la cantidad de líquido en la unidad de molienda es inferior al 15% en peso, basado en el material seco triturado en dicha unidad de trituración. El proceso puede comprender además una etapa de clasificación opcional, en el que tanto la etapa de molienda como la última etapa de clasificación pueden llevarse a cabo repetidamente con todo o parte del material obtenido en la etapa de molienda en seco y/o en la etapa de clasificación.

35 El documento WO 2011/077232 se refiere al uso de formulaciones que contienen glicerol y/o poligliceroles agente durante la molienda en seco para mejorar las propiedades de autodispersión de dicho material mineral en una composición acuosa. La viscosidad de la composición final se reduce de esta manera y se mantiene estable en el tiempo. Además, la cantidad de espuma formada durante la etapa de dispersión se reduce.

40 Se han realizado intentos de mejorar la aplicabilidad de los materiales minerales particulados y especialmente de las cargas minerales que contienen carbonato de calcio, por ejemplo, tratando dichos materiales con ácidos carboxílicos alifáticos superiores, que en algunos casos pueden también denominarse ácidos grasos, y sales de ácidos carboxílicos alifáticos. Por ejemplo, el documento WO 00/20336 se refiere a un carbonato de calcio natural ultrafino que se puede tratar opcionalmente con uno o más de algunos ácidos grasos, o una o más de algunas sales, o sus mezclas, y que se utiliza como regulador de la reología en composiciones poliméricas.

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

55 En el documento EP 0 325 114, que se refiere a composiciones de revestimiento no colgantes para vehículos a motor basadas en cloruro de polivinilo que tienen propiedades reológicas y de adhesión mejoradas, se utiliza una mezcla de una sal de amonio del ácido 12-hidroxiesteárico con un ácido graso (en una relación en peso de 1:1) para tratar una carga mineral.

60 El artículo "Tensile behaviour of polystyrene filled with calcium carbonate" de P. Godard e Y. Bomal, The 5th International Fillers Conference Filplas, 19-20 de mayo de 1992, Manchester, Londres, RU, XP000372034, se refiere al comportamiento de tracción del poliestireno cargado con carbonato de calcio. El carbonato de calcio puede tratarse superficialmente con un copolímero estadístico de estireno-anhídrido maleico.

65 El documento US 2010/025507 se refiere a un método para la molienda en seco de uno o más materiales minerales que consisten en al menos un carbonato de calcio. La molienda tiene lugar en presencia de al menos un polímero hidrófilo de tipo combinado que contiene al menos una función de óxido de alquileño injertada sobre al menos un monómero de etileno insaturado.

El documento US 4.136.830 se refiere a un proceso de molienda que contiene adyuvantes de la molienda copoliméricos. Los adyuvantes de la molienda copoliméricos comprenden copolímeros de estireno con anhídrido maleico, ácidos itacónico o citracónico dispersables en el medio líquido.

5 Además, los materiales minerales particulados se pueden tratar también con otros agentes de tratamiento superficial, tales como silanos, siloxanos, fosfatos, fosfonatos, oxalatos, succinatos, fluoruros, polímeros naturales o sintéticos, o sus mezclas a fin de hidrofobizar la superficie de dicho material mineral.

10 Sin embargo, en muchos casos, la preparación de los productos de carga mineral que contienen carbonato de calcio mediante el uso de los agentes de molienda y dispersantes anteriormente mencionados conduce a una calidad mala. Por ejemplo, el uso de agentes de molienda da como resultado a menudo una elevada susceptibilidad a la captación de agua del producto de carga mineral resultante. Los materiales que contienen carbonato de calcio particulado que tienen una elevada sensibilidad a la absorción de humedad pueden ser también inconvenientes cuando se usan como relleno en composiciones poliméricas. Por ejemplo, dichos materiales pueden recoger humedad durante el
15 almacenamiento, el transporte, y/o el procesamiento que, a su vez, puede conducir a la formación de huecos en las composiciones poliméricas producidas en un proceso de extrusión en fundido.

Aunque relacionado con un proceso de molienda en húmedo, el documento EP 0 998 522 describe suspensiones que se muelen en ausencia de un dispersante o en presencia solo de cantidades inferiores a las eficaces, que a
20 continuación se secan y se usan como relleno en productos poliméricos. Como regla general, la técnica anterior enseña a no utilizar ningún dispersante ni agente de molienda para cualquier molienda, seca o húmeda de carbonato de calcio si está previsto el uso como relleno en productos poliméricos.

A la vista de lo anterior, los expertos se siguen enfrentando al problema de una producción eficaz de rellenos molidos en seco para su aplicación en plásticos, tales como poliolefinas, sin una disminución de la calidad. Todavía hoy, los procesos de molienda en seco tienen varias desventajas. Por ejemplo, la ausencia de agentes de molienda y dispersantes da como resultado un bajo rendimiento y una baja eficacia de la molienda que, a su vez, conduce a un aumento global en el consumo de energía.

30 Sigue existiendo necesidad de proporcionar productos de carga mineral y procesos para su preparación que puedan reducir o evitar uno o más de los inconvenientes técnicos anteriormente mencionados.

Es por tanto un objeto de la presente invención proporcionar un proceso para la preparación de un producto de carga mineral que se pueda llevar a cabo en condiciones de alto rendimiento y una elevada eficacia de molienda. Otro objeto puede también verse en la disposición de un proceso más eficaz para la provisión de un producto de
35 carga mineral que tenga una susceptibilidad de captación de la humedad relativamente baja.

Uno o más de los problemas anteriores y otros problemas se resuelven por la materia sujeta como se define en el presente documento en las reivindicaciones independientes.

40 Un primer aspecto de la presente invención se refiere a un proceso para la preparación de un producto de carga mineral, comprendiendo dicho proceso las etapas de:

45 a) proporcionar un material que contenga carbonato de calcio;
b) proporcionar al menos un agente de molienda;
c) moler en seco el material que contiene carbonato de calcio en una mezcla obtenida poniendo en contacto:

50 i) el material que contiene el carbonato de calcio proporcionado en la etapa a), con
ii) el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b)

en al menos una unidad de molienda para obtener una carga mineral molida en seco;
d) clasificar la carga mineral molida en seco de la etapa c) para obtener una fracción gruesa y una fracción fina, en el que la fracción gruesa se elimina o se somete a una etapa de molienda en seco c) y la fracción fina representa una carga mineral fina; y
55 e) secar opcionalmente la carga mineral fina de la etapa d) para obtener una carga mineral seca que tenga un contenido de humedad total de menos de 1,0 % es peso, basada en el peso total de dicha carga mineral seca;

en el que el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor de o igual a 10,0 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla;

60 la cantidad del al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,05 y 150 mg/m², basado en el área de la superficie específica del material que contiene carbonato de calcio medido según el método del nitrógeno BET; la temperatura en la etapa c) está comprendida entre 65 °C y 200 °C; y el al menos un agente de molienda se selecciona entre el grupo que consiste en copolímeros de estireno-anhídrido maleico y derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico, y tiene una relación de unidades de monoméricas (unidades de estireno: unidades de anhídrido maleico, S:AM) de 1:2 a 15:1 y un peso molecular M_w de 500 a 40.000 g/mol.
65

De acuerdo con el proceso de la presente invención, el producto de carga mineral se puede preparar a partir de un material que contenga carbonato de calcio, por ejemplo, a partir de mármol, piedra caliza, tiza, dolomita, y similares, en un proceso de molienda en seco. La presente invención utiliza al menos un agente de molienda seleccionado entre el grupo de copolímeros de estireno-anhídrido maleico y derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico en vez de agentes convencionales, tales como monoalquilenglicoles o polialquilenglicoles o poliácridatos. Con este fin, se proporciona un material que contiene carbonato de calcio y se somete a una etapa de molienda en seco en una unidad de molienda (por ejemplo, un molino de bolas) a temperaturas elevadas que comprendidas entre 65 °C y 200 °C. El agente de molienda puede ponerse en contacto con dicho material que contiene carbonato de calcio antes de la etapa de molienda o durante la etapa de molienda. Tras la adición del agente de molienda y durante la etapa de molienda, se puede formar una capa sobre al menos parte de la superficie de la carga mineral molida en seco. Dicha capa puede comprender los copolímeros de estireno-anhídrido maleico o derivados de los copolímeros de estireno-anhídrido maleico. Puede comprender también los productos de reacción correspondientes del(de los) agente(s) de molienda que pueden ser el resultado de la reacción de dicho(s) agente(s), por ejemplo, con el material que contiene el carbonato de calcio. Típicamente, dichos productos de reacción son productos de reacción resultantes de la reacción del(de los) agente(s) de molienda con la superficie del material que contiene carbonato de calcio. Posteriormente a la etapa de molienda, la carga mineral molida en seco se somete a una etapa de clasificación. En dicha etapa de clasificación, la carga mineral molida en seco se divide en una fracción gruesa y una fracción fina. Mientras que la fracción fina representa el producto final que, opcionalmente, puede someterse a una etapa de secado para eliminar al menos parte de la humedad (es decir, el agua) a fin de obtener una carga mineral seca que tenga un contenido de humedad de menos de 1,0 % en peso, la fracción gruesa puede eliminarse o se puede recircular sometiéndola a la misma de nuevo a la etapa de molienda en seco c). A fin de conseguir una eficacia de molienda óptima y una calidad óptima del producto de carga mineral obtenido, el al menos un agente de molienda tiene una relación de unidades monoméricas (unidades de estireno: unidades de anhídrido maleico, S:AM) de 1:2 a 15:1 y un peso molecular M_w de 500 a 40.000 g/mol.

Otro aspecto de la presente invención se refiere a un producto de carga mineral. Dicho producto se obtiene mediante el proceso de acuerdo con la presente invención y tiene una temperatura de inicio del desprendimiento de compuestos volátiles de al menos o igual a 200 °C.

Otro aspecto más de la presente invención se refiere al uso de un producto de carga mineral inventivo en una composición polimérica, en la fabricación de papel, revestimientos de papel, aplicaciones agrícolas, pinturas, adhesivos, selladores, aplicaciones para la construcción y/o aplicaciones cosméticas.

Las realizaciones ventajosas del proceso de acuerdo con la presente invención y las realizaciones del producto de carga mineral obtenido mediante el proceso de acuerdo con la presente invención se definen en las correspondientes reivindicaciones secundarias.

De acuerdo con una realización, el material que contiene el carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) se selecciona entre fuentes de carbonato de calcio naturales y, preferentemente, se selecciona entre el grupo consistente en mármol, piedra caliza, tiza, dolomita, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización, la cantidad de dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,01 y 10,0 % en peso, preferentemente de 0,05 a 5,0 % en peso, más preferentemente de 0,1 a 3,0 % en peso, y lo más preferente de 0,15 a 2,0 % en peso, basado en el peso en seco total del material que contiene carbonato de calcio.

De acuerdo con otra realización, el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) tiene una relación de unidades monoméricas (S:AM) de 1:1 a 5:1, preferentemente de 1:1 a 4:1 y lo más preferible de 1:1 a 3:1.

De acuerdo con otra realización, el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) tiene un peso molecular M_w de 2.000 a 30.000 g/mol y preferentemente de 3.000 a 25.000 g/mol.

De acuerdo con otra realización adicional, el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está parcial o completamente neutralizado con cationes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización, el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor de o igual a 5,0 % en peso, preferentemente menor o igual a 2,0 % en peso, y más preferentemente menor o igual a 1,0 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla.

De acuerdo con otra realización adicional, la temperatura en la etapa c) está comprendida entre 70 °C y 180 °C, preferentemente entre 75 °C y 160 °C y más preferentemente entre 80 °C y 150 °C.

De acuerdo con otra realización adicional, la carga mineral fina de la etapa d) tiene un tamaño de partículas promedio en peso d_{50} comprendido entre 0,4 y 40,0 μm , preferentemente entre 0,6 y 20,0 μm , y más preferentemente entre 0,7 y 10,0 μm .

De acuerdo con otra realización, el proceso comprende una etapa adicional de tratar la carga mineral fina de la etapa d) y/o la carga mineral seca de la etapa e) con un agente hidrofobizante para obtener un producto tratado superficialmente que tiene una capa de tratamiento en al menos parte de la superficie de dicho producto.

5 De acuerdo con otra realización, el producto obtenido después del tratamiento de la carga mineral fina de la etapa d) y/o la carga mineral seca de la etapa e) tiene una susceptibilidad de captación de humedad de menos de o igual a 0,9 mg/g, preferentemente menor o igual a 0,8 mg/g, más preferentemente menor o igual a 0,7 mg/g, y lo más preferentemente de 0,2 a 0,6 mg/g.

10 De acuerdo con otra realización, dicho producto tiene una temperatura de inicio del desprendimiento de componentes volátiles de al menos o igual a 230 °C, preferentemente de al menos o igual a 250 °C.

De acuerdo con otra realización, el producto de carga mineral se usa en una composición polimérica, dicha composición polimérica comprende:

15 a) al menos una resina polimérica; y
 b) de 0,1 a 90,0 % en peso, preferentemente de 1,0 a 85,0 % en peso, y más preferentemente de 2,0 a 45,0 % en peso, basado en el peso total de dicha composición de polímero, del producto de carga mineral obtenido mediante el proceso de acuerdo con la presente invención.

20 Debe entenderse que, para los fines de la presente invención, los siguientes términos tienen los siguientes significados:

25 El término "carga" en el significado de la presente invención se refiere a sustancias que se pueden añadir a materiales, tales como polímeros, elastómeros, pinturas, o adhesivos, por ejemplo, para disminuir el consumo de materiales más caros o para mejorar las propiedades mecánicas de los productos resultantes. La persona experta en la materia conoce muy bien las cargas, normalmente cargas minerales, utilizados en el campo respectivo.

30 El término "molido en seco" o "molienda en seco", en el significado de la presente invención, se refiere a la transformación en polvo de un material sólido utilizando un molino (por ejemplo, por medio de un molino de bolas), en el que dicho material a molturar tiene un contenido total de humedad menor o igual al 10% en peso, basado en el peso total de dicho material.

35 Los términos "grueso" y "fino" como se usan en el presente documento describen el tamaño de partículas de dos fracciones de un material particulado entre sí y, por lo tanto, no implica un tamaño de partículas o un intervalo de tamaño específico. Salvo que se indique otra cosa, ambos términos se refieren al tamaño de partículas promedio en peso relativo d_{50} . A este respecto, la expresión "fracción fina" indica que el tamaño de partículas promedio en peso d_{50} de dicha fracción es más pequeño que el tamaño de partículas promedio en peso d_{50} de la "fracción gruesa" correspondiente.

40 Salvo que se especifique otra cosa, el término "seco" se refiere a un proceso según el cual se elimina al menos una parte del agua de un material que se va a secar de tal manera que se alcanza un peso constante del material "seco" obtenido a 120 °C. Además, un material "seco" puede definirse adicionalmente por su contenido de humedad total que, salvo que se especifique otra cosa, es menor o igual a 1,0 % en peso, preferentemente menor o igual al 0,5 % en peso, más preferentemente menor o igual al 0,2 % en peso, y lo más preferente entre 0,03 y 0,07 % en peso, basado en el peso total de material seco.

50 El "contenido de humedad total" de un material se refiere al porcentaje de humedad (es decir, agua) que se puede desorber desde una muestra tras calentamiento a 220 °C.

Una "fuente de carbonato de calcio natural" puede ser cualquier material natural que comprenda carbonato de calcio. Dichos materiales comprenden, por ejemplo, mármol, piedra caliza, tiza, dolomita, y similares.

55 La "susceptibilidad de captación de la humedad" de un material se refiere a la cantidad de humedad absorbida sobre la superficie de dicho material en un determinado tiempo tras exposición a una atmósfera húmeda definida y se expresa en mg/g. La "susceptibilidad de captación de la humedad normalizada" de un material se refiere a la cantidad de humedad absorbida sobre la superficie de dicho material en un determinado tiempo tras exposición a una atmósfera húmeda definida y se expresa en mg/m².

60 La expresión "temperatura de inicio del desprendimiento de componentes volátiles" en el significado de la presente solicitud se refiere a una temperatura a la cual los compuestos volátiles -incluyendo los compuestos volátiles introducidos como resultado del presente proceso- comienzan a desprenderse, como se observa en una curva termogravimétrica (TGA), al representar gráficamente la masa de la muestra restante (eje-y) en función de la temperatura (eje-x), la preparación e interpretación de dicha curva se define a partir de ahora en el presente documento en la parte experimental.

65

A lo largo de la presente solicitud, el tamaño de partículas de una fracción de un material particulado se describe por su distribución del tamaño de partículas. El valor d_x representa el diámetro con respecto al cual $x\%$ en peso de las partículas tienen diámetros inferiores a d_x . Esto significa, por ejemplo, que el valor d_{98} (denominado también corte superior) es el tamaño de partículas para el cual el 98 % de todas las partículas de una fracción son más pequeñas que el valor indicado. El valor d_{50} es por tanto "el tamaño de partículas promedio en peso" al cual el 50 % de todas las partículas son más pequeñas que el tamaño de partículas indicado.

Salvo que se indique otra cosa, el "peso molecular" o " M_w " de un polímero, como se usa en el presente documento, se refiere al peso molecular promedio en peso tal como se mide según el método descrito a partir de ahora en el presente documento.

Donde se usa un artículo indefinido o definido cuando se refiere a un nombre singular, por ejemplo, "uno", "una" o "el", esto incluye el plural de este nombre salvo que se especifique otra cosa.

Cuando el término "que comprende" se usa en la presente descripción y en las reivindicaciones, no excluye otros elementos. Para los fines de la presente invención, se considera que el término "que consiste de" es una realización preferida del término "que comprende". Si a partir de ahora en el presente documento un grupo se define para comprender al menos un determinado número de realizaciones, esto también debe ser entendido que divulga un grupo, que consiste preferentemente solo en estas realizaciones.

Los términos como "obtenible" o "definible" y "obtenido" o "definido" se usan de forma indistinta. Esto, por ejemplo, significa que, salvo que el contexto indique claramente otra cosa, el término "obtenido" no significa que indique que, por ejemplo, una realización deba obtenerse mediante, por ejemplo, la secuencia de etapas que siguen al término "obtenido" aunque dicho entendimiento limitado siempre esté incluido en los términos "obtenido" o "definido" como una realización preferida.

De acuerdo con el proceso de la presente invención, el producto de carga mineral se puede preparar a partir de un material que contiene carbonato de calcio. Dicho proceso comprende una etapa de molienda en seco que se lleva a cabo en presencia de al menos un agente de molienda seleccionado entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico y derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico. La presencia de dicho al menos un agente de molienda durante la molienda en seco conduce a una carga mineral molida en seco que puede proporcionar una capa en al menos una parte de la superficie de la carga mineral molida en seco, en el que dicha capa puede comprender dicho al menos un agente de molienda. Como se analizará con más detalle más adelante en el presente documento, la presencia de dicho al menos un agente de molienda durante la etapa de molienda en seco puede conducir también a la formación de productos de reacción resultantes de la reacción del material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) con dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b). Dicho producto de reacción puede también formar parte de la capa que está presente en al menos parte de la superficie de la carga mineral molida en seco.

Los inventores han descubierto de forma sorprendente que el producto de carga mineral obtenido mediante el proceso de acuerdo con la presente invención proporciona algunas ventajas. Por ejemplo, el al menos un copolímero de estireno-anhídrido maleico y/o al menos un derivado de un copolímero de estireno-anhídrido maleico puede utilizarse como un sustituto para agentes de molienda y agentes dispersantes convencionales, tales como monoalquilenglicoles o polialquilenglicoles o poliácridatos.

Los problemas descritos anteriormente en el presente documento con respecto a la técnica anterior pueden resolverse mediante el proceso de acuerdo con la presente invención utilizando cantidades eficaces de copolímeros de estireno-anhídrido maleico o sus derivados. El uso de agentes de molienda como se describe en el presente documento puede dar como resultado mayores capacidades de molienda y un mayor rendimiento. A su vez, se requieren inversiones más bajas y superficies más pequeñas de la planta para capacidades de producción iguales.

En lo sucesivo, se describirán con más detalle las realizaciones preferidas del proceso de acuerdo con la presente invención para preparar un producto de carga mineral. Debe entenderse que estos detalles y realizaciones se aplican también al propio producto de carga mineral así como al uso de dicho producto en cualquiera de las aplicaciones descritas.

Etapas de proceso a)

De acuerdo con la etapa a) del proceso de acuerdo con la presente invención, se proporciona un material que contiene carbonato de calcio. En general, dicho material que contiene carbonato de calcio puede ser cualquier fuente de carbonato de calcio y puede ser de origen natural o sintético.

En algunas realizaciones del proceso de acuerdo con la presente invención, el material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) se selecciona entre fuentes de carbonato de calcio natural, que contienen preferentemente de 50 a 98% en peso de carbonato de calcio, basado en el peso total de dicho material que contiene carbonato de calcio.

De acuerdo con una realización, el material que contiene carbonato de calcio contiene al menos un 50 % en peso, preferentemente al menos un 70 % en peso, más preferentemente al menos un 80 % en peso, incluso de forma más preferente al menos un 90% en peso, y lo más preferente de 90 a 98 % en peso de carbonato de calcio, basado en el peso total de dicho material que contiene carbonato de calcio.

5 De acuerdo con otra realización, el material que contiene el carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) se selecciona entre el grupo que consiste de mármol, piedra caliza, tiza, dolomita, y sus mezclas.

10 De acuerdo con una realización preferida, el material que contiene el carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) se selecciona entre el grupo que consiste de mármol, piedra caliza, tiza, y sus mezclas.

15 Cuando el carbonato de calcio es de origen sintético, el contenido de carbonato de calcio puede ser carbonato de calcio precipitado (CCP). Un CCP en el significado de la presente invención es un material sintetizado, obtenido generalmente mediante precipitación tras una reacción de dióxido de carbono e hidróxido de calcio (cal hidratada) en un entorno acuoso o mediante precipitación de una fuente de calcio y un carbonato en agua. Además, el carbonato de calcio precipitado puede ser también el producto de introducir sales de calcio y carbonato, cloruro de calcio y carbonato de sodio, por ejemplo, en un entorno acuoso. CCP puede ser vaterita, calcita o aragonito. Los CCP se describen también, por ejemplo, en los documentos EP 2 447 213, EP 2 524 898, EP 2 371 766, o en la solicitud de patente europea no publicada n.º 12 164 041.1.

20 De manera adecuada, el material que contiene el carbonato de calcio de la etapa a) se proporciona como un material sólido que está en forma particulada. A este respecto, el material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) puede tener cualquier distribución de tamaño de partículas que permita al material someterse a una etapa de molienda en seco. Por lo tanto, el material que contiene carbonato de calcio puede proporcionarse como un material triturado, por ejemplo, en forma triturada o premolida.

25 De acuerdo con una realización, el material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) tiene un tamaño de partículas promedio en peso d_{50} comprendido entre 5,0 y 600,0 μm y preferentemente entre 50,0 y 300,0 μm .

30 Etapa de proceso b)

De acuerdo con la etapa b) del proceso de acuerdo con la presente invención, se proporciona al menos un agente de molienda. Un "agente de molienda" en el significado de la presente invención puede ser cualquier compuesto que se puede añadir antes y/o durante la etapa de molienda (por ejemplo, molienda en seco) a fin de potenciar el rendimiento de la molienda.

40 Los inventores han descubierto de forma sorprendente que es especialmente ventajoso usar al menos un agente de molienda seleccionado entre el grupo que consiste en copolímeros de estireno-anhídrido maleico y derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico, en el que dicho agente de molienda tiene una relación de unidades monoméricas (unidades de estireno: unidades de anhídrido maleico, S:AM) de 1:2 a 15:1 y un peso molecular M_w de 500 a 40.000 g/mol.

45 Para el fin de la presente invención, los copolímeros de estireno-anhídrido maleico (SAM) pueden definirse por su "relación de unidades monoméricas" de la cadena polimérica, es decir, por la relación de unidades monoméricas (S:AM) de unidades de estireno (S) a unidades de anhídrido maleico (MA).

50 Salvo que se indique otra cosa, la relación (S:AM) se utiliza igualmente para definir la relación de unidades monoméricas de:

- derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico (derivados de SAM);
- productos de reacción de copolímeros de estireno-anhídrido maleico (productos de reacción de SAM); y
- productos de reacción de derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico (productos de reacción de derivados de SAM).

55 Dichos productos de reacción son normalmente el resultado de la reacción del material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) con dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b).

60 Como será más evidente a partir de las realizaciones siguientes del presente documento, la relación de unidades monoméricas (S:AM) de esta manera, por una parte, incluye unidades de estireno, unidades de estireno modificado (presentes en los derivados de SAM) y productos de reacción de ambos, y, por otra parte, incluye unidades de anhídrido maleico, unidades de anhídrido maleico modificado (presentes en los derivados de SAM) y productos de reacción de ambos.

65 Los copolímeros de estireno-anhídrido maleico en el significado de la presente invención pueden ser cualesquiera polímeros obtenibles copolimerizando estireno y anhídrido maleico, por ejemplo, copolímeros aleatorios lineales o

ramificados, copolímeros en bloque lineales o ramificados, o una de sus mezclas.

Por lo tanto, de acuerdo con una realización, el al menos un agente de molienda se selecciona entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico vírgenes, es decir, a partir de copolímeros de estireno-anhídrido maleico no modificados (denominados en la técnica SAM o SAMnh).

De acuerdo con una realización preferida, el al menos un agente de molienda se selecciona entre derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico (derivados de SAM), preferentemente, dicho al menos un agente de molienda se selecciona entre derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente hidrolizado y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente esterificado y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente amidado y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente imidado.

Los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico (derivados de SAM) pueden ser cualesquiera polímeros obtenibles:

- a) copolimerizando estireno y anhídrido maleico para obtener copolímeros y someter adicionalmente dichos copolímeros a una etapa de modificación; o
- b) copolimerizando una mezcla que comprende un monómero de estireno y un monómero de anhídrido maleico para obtener copolímeros, en el que al menos una parte de uno o ambos de los dos monómeros es un monómero modificado y, opcionalmente, someter dichos copolímeros a una etapa de modificación.

En una realización preferida, los derivados de SAM pueden ser cualesquiera polímeros obtenibles copolimerizando estireno y anhídrido maleico para obtener copolímeros y someter además dichos copolímeros a una etapa de modificación.

Dicha modificación de los copolímeros conduce normalmente a una modificación parcial o completa de los copolímeros de estireno-anhídrido maleico, es decir, a copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades monoméricas parcial o completamente modificadas. Por consiguiente, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico en el significado de la presente invención pueden tener unidades de estireno parcial o completamente modificadas y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente modificadas, preferentemente, unidades de estireno parcialmente modificadas y/o unidades de anhídrido maleico parcialmente modificadas, y más preferentemente unidades de estireno completamente modificadas y/o unidades de anhídrido maleico completamente modificadas.

Salvo que se indique otra cosa, el término "parcialmente modificado" como se usa en el presente documento indica que los derivados de SAM siguen comprendiendo una o varias unidades monoméricas no modificadas, por ejemplo, unidades de estireno no modificadas o unidades de anhídrido maleico no modificadas. En contraste con lo anterior, el término "completamente modificado" indica que cualquier unidad monomérica presente en un derivado de SAM está modificada, por ejemplo, cualquier unidad de estireno o cualquier unidad de anhídrido maleico. El mismo significado se aplica también a más modificaciones específicas: A este respecto, el término "unidades de anhídrido maleico parcialmente hidrolizado", por ejemplo, significa que un derivado de un copolímero de estireno-anhídrido maleico puede seguir comprendiendo unidades de anhídrido maleico no hidrolizado, mientras que el término "unidades de anhídrido maleico completamente hidrolizado" significa que todas las unidades de anhídrido maleico del derivado de SAM están en forma hidrolizada.

De acuerdo con una realización, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente modificado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente hidrolizado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente modificado.

De acuerdo con otra realización, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico obtenibles copolimerizando estireno y anhídrido maleico para obtener copolímeros y someter dichos copolímeros a una etapa de modificación, dichos derivados que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente modificado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente hidrolizado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente modificado.

De acuerdo con una realización, la etapa de modificación comprende la reacción con hidróxidos metálicos, amoníaco, aminas, iminas, alcoholes, ácidos carboxílicos, ácidos minerales, y sus mezclas.

De acuerdo con una realización preferida, la etapa de modificación comprende la reacción con hidróxidos metálicos, preferentemente, hidróxidos de metales alcalinos, y más preferentemente hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, y sus mezclas.

Por lo tanto, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se pueden seleccionar entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico obtenibles copolimerizando estireno y anhídrido maleico para obtener copolímeros y

someter dichos copolímeros a una etapa de modificación que comprende la reacción con hidróxidos metálicos, amoníaco, aminas, iminas, alcoholes, ácidos carboxílicos, ácidos minerales, y sus mezclas, dichos derivados que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente modificado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente hidrolizado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente modificado.

De acuerdo con otra realización, la etapa de modificación comprende la reacción con hidróxidos de metales alcalinos, amoníaco, aminas primarias, alcoholes C1-C10, ácidos carboxílicos C1-C10, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido sulfúrico, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan de esta manera entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico obtenibles copolimerizando estireno y anhídrido maleico para obtener copolímeros y sometiendo además dichos copolímeros a una etapa de modificación que comprende la reacción con hidróxidos de metales alcalinos, amoníaco, aminas primarias, alcoholes C1-C10, ácidos carboxílicos C1-C10, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido sulfúrico y sus mezclas, dichos derivados que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente modificado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente hidrolizado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente modificado.

De acuerdo con otra realización, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico obtenibles copolimerizando estireno y anhídrido maleico para obtener copolímeros y sometiendo dichos copolímeros a una etapa de modificación que comprende la reacción con hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, y sus mezclas, dichos derivados que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente modificado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente hidrolizado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente modificado.

Tal como se ha divulgado anteriormente en el presente documento, los derivados de copolímeros de estireno anhídrido maleico pueden ser copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de estireno parcial o completamente modificado y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente modificado, y, preferentemente, dichos derivados de SAM pueden ser copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente modificado. El término "modificado, como se usa en el presente documento indica que un polímero comprende unidades monoméricas que pueden ser obtenibles a partir de etapas de modificaciones, por ejemplo, mediante la formación de hidrolizados (por ejemplo, unidades de anhídrido maleico hidrolizado), ésteres (por ejemplo, unidades de anhídrido maleico esterificado), amidas (por ejemplo, unidades de anhídrido maleico amidado), e imidas (por ejemplo, unidades de anhídrido maleico imidado).

A este respecto, los copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico hidrolizado, por ejemplo, pueden comprender grupos carboxilo $[-C(=O)OH]$ y/o grupos carboxilato $[-C(=O)O^-]$. Por consiguiente, los copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico esterificado pueden comprender grupos éster $[-C(=O)OR]$ resultantes de una etapa de modificación utilizando alcoholes, tales como metanol, etanol, y similares, mientras que los copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico amidado pueden comprender restos amida $[-C(=O)NHR]$ resultantes de una etapa de modificación utilizando aminas, tales como amoníaco, aminas primarias (por ejemplo, metilamina, dimetilaminopropilamina), y aminas secundarias (por ejemplo, dimetilamina). Los restos imida $[-C(=O)NHC(=O)-]$ que están presentes en copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido pueden ser el resultado también de modificaciones utilizando aminas tales como amoníaco o aminas primarias (por ejemplo, metilamina, dimetilaminopropilamina) pero, sin embargo, requieren una sustitución nucleófila con un único resto amina o ambos grupos carbonilo de la unidad de anhídrido maleico.

En general, una modificación de la unidad de anhídrido maleico -desde un punto de vista químico- puede comprender al menos una modificación en el primer grupo carbonilo y, como alternativa, otra sustitución nucleófila en el segundo grupo carbonilo de la unidad de anhídrido maleico. En particular, esto se aplica a los copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente esterificado así como a copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente amidado que, de esta manera, pueden comprender unidades de monoéster y/o diéster (es decir, unidades de anhídrido maleico "monoesterificado" y/o "diesterificado") así como unidades monoméricas de monoamida y diamida (es decir, unidades de anhídrido maleico "monoamidado" y/o "diamidado").

Si no se indica de otra forma, las expresiones "unidades de anhídrido maleico esterificado" y "unidades de anhídrido maleico amidado" abarcan unidades de anhídrido maleico monomodificado y dimodificado.

Como ya se ha reseñado anteriormente, los copolímeros de estireno-anhídrido maleico imidado se forman mediante una sustitución en ambos grupos carbonilo de una unidad de anhídrido maleico que, a su vez, hace que una especificación adicional sea redundante. En el caso de modificaciones hidrolíticas, por ejemplo, en una etapa de modificación que utiliza un hidróxido metálico, una unidad de ácido dicarboxílico o dicarboxilato se obtiene ya después de la sustitución nucleófila en el primer grupo carbonilo. Por consiguiente, el término "hidrolizado" implica la presencia de dos grupos carboxílicos $[-C(=O)OH]$ o $[-C(=O)O^-]$ o ambos y tampoco requiere ninguna especificación

acerca de si el grupo de anhídrido maleico está monohidrolizado o dihidrolizado.

De acuerdo con una realización, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente hidrolizado y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente esterificado y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente amidado y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente imidado.

De acuerdo con una realización, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente hidrolizado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente hidrolizado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico completamente hidrolizado.

De acuerdo con una realización, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente esterificado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente esterificado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico completamente esterificado.

De acuerdo con una realización, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente amidado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente amidado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico completamente amidado.

De acuerdo con una realización, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente imidado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente imidado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico completamente imidado.

De acuerdo con una realización preferida, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen:

- a) unidades de anhídrido maleico parcial o completamente hidrolizado; y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente mono esterificado y/o diesterificado; y/o
- c) unidades de anhídrido maleico parcial o completamente monoamidado y/o diamidado; y/o
- d) unidades de anhídrido maleico parcial o completamente imidado.

De acuerdo con otra realización preferida, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen:

- a) unidades de anhídrido maleico parcialmente hidrolizado; y/o
- b) unidades de anhídrido maleico parcialmente monoesterificado y/o diesterificado; y/o
- c) unidades de anhídrido maleico parcialmente monoamidado y/o diamidado; y/o
- d) unidades de anhídrido maleico parcialmente imidado.

De acuerdo con otra realización preferida más, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen:

- a) unidades de anhídrido maleico completamente hidrolizado; y/o
- b) unidades de anhídrido maleico completamente monoesterificado y/o diesterificado; y/o
- c) unidades de anhídrido maleico completamente monoamidado y/o diamidado; y/o
- d) unidades de anhídrido maleico completamente imidado.

De acuerdo con otra realización de la presente invención, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico pueden estar parcial o completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas, lo que significa que los protones presentes en los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico pueden estar parcial o completamente sustituidos por cualquiera de los cationes anteriormente mencionados. Se puede conseguir dicha neutralización, por ejemplo, mediante el ajuste a un valor de pH específico utilizando reactivos tales como hidróxidos metálicos (por ejemplo, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio), aminas (por ejemplo, amoníaco, polietilenimina), o iminas. Los protones típicos que pueden estar sustituidos son aquellos que se encuentran en ácidos carboxílicos $[-C(=O)OH]$, ácidos sulfónicos $[-S(=O)_2OH]$, y/o imidas $[-C(=O)NHC(=O)-]$. La persona experta sabe cómo sustituir parcial o completamente los protones por cationes monovalentes o divalentes y sabe también como determinar si un derivado está parcial o completamente neutralizado.

Sin embargo, en los casos donde los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico comprenden grupos básicos (por ejemplo, aminas), los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico pueden también neutralizarse mediante la adición de ácidos carboxílicos C1-C10 (por ejemplo, ácido acético), ácidos minerales (por

ejemplo, ácido clorhídrico, ácido fosfórico o ácido sulfúrico), y sus mezclas.

Por consiguiente, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico pueden seleccionarse a partir de copolímeros de estireno-anhídrido maleico parcial o completamente modificado que tienen unidades de estireno parcial o completamente modificado o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente modificado, en el que dichos derivados están parcial o completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente hidrolizado y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente esterificado y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente amidado y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente imidado, en el que dichos derivados están parcial o completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

De acuerdo con una realización preferida, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen:

- a) unidades de anhídrido maleico parcial o completamente hidrolizado; y/o
- unidades de anhídrido maleico parcial o completamente mono esterificado y/o diesterificado; y/o
- c) unidades de anhídrido maleico parcial o completamente monoamidado y/o diamidado; y/o
- d) unidades de anhídrido maleico parcial o completamente imidado;

en el que dichos derivados están parcial o completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización adicional, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente hidrolizado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente hidrolizado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico completamente hidrolizado, en el que dichos derivados están parcial o completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización adicional, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente esterificado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente esterificado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico completamente esterificado, en el que dichos derivados están parcial o completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización adicional, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente amidado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente amidado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico completamente amidado, en el que dichos derivados están parcial o completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización adicional, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente imidado, que tienen preferentemente unidades de anhídrido maleico parcialmente imidado, y que tienen más preferentemente unidades de anhídrido maleico completamente imidado, en el que dichos derivados están parcial o completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

En otra realización de la presente invención, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico comprenden además unidades de estireno parcial o completamente modificado, preferentemente, las unidades de estireno parcial o completamente modificado son unidades de estireno completa o parcialmente sulfonado, más preferentemente, las unidades de estireno parcial o completamente modificado son unidades de estireno parcialmente sulfonado, y lo más preferible, las unidades de estireno parcial o completamente modificado son unidades de estireno completamente sulfonado.

De acuerdo con una realización preferida, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan, por tanto, entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen:

a) unidades de anhídrido maleico que está

- i) parcial o completamente hidrolizado; y/o
- ii) parcial o completamente monoesterificado y/o diesterificado; y/o
- iii) parcial o completamente monoamidado y/o diamidado; y/o
- iv) parcial o completamente imidado;

y/o

b) unidades de estireno que está parcial o completamente sulfonado;

en el que dichos derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico están parcial o completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización preferida, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan, por tanto, entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen:

a) unidades de anhídrido maleico que está

- i) parcialmente hidrolizado; y/o
- ii) parcialmente monoesterificado y/o diesterificado; y/o
- iii) parcialmente monodiamidado y/o diamidado; y/o
- iv) parcialmente imidado;

y/o

b) unidades de estireno que está parcial o completamente sulfonado;

en el que dichos derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico están parcial o completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización preferida más, los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico se seleccionan entre copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen:

a) unidades de anhídrido maleico que está

- i) completamente hidrolizado; o
- ii) completamente monoesterificado y/o diesterificado; o
- iii) completamente monoamidado y/o diamidado; o
- iv) completamente imidado;

y/o

b) unidades de estireno que está parcial o completamente sulfonado;

en el que dichos derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico están completamente neutralizados con cationes monovalentes o divalentes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.

Los copolímeros de estireno-anhídrido maleico que tienen unidades de anhídrido maleico parcial o completamente esterificado (monoesterificado y/o diesterificado) y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente amidado (monoamidado y/o diamidado) y/o unidades de anhídrido maleico parcial o completamente imidado, pueden estar sustituidos con grupos organilo lineales, ramificados, alifáticos, cíclicos, saturados e insaturados, preferentemente, dichos grupos organilo tienen una cantidad total de átomos de carbono de C1 a C10, más preferentemente de C1 a C5 y lo más preferible de C1 a C3.

Para los fines de la presente invención, el al menos un agente de molienda (es decir, los copolímeros de estireno-anhídrido maleico y los derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico) proporcionados en la etapa b) pueden tener una relación de unidades monoméricas (unidades de estireno: unidades de anhídrido maleico, S:AM) de 1:2 a 15:1.

De acuerdo con una realización, el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) tiene una relación de unidades monoméricas (S:AM) de 1:1 a 5:1, preferentemente de 1:1 a 4:1 y lo más preferible de 1:1 a 3:1.

De manera adicional o alternativa, el al menos un agente de molienda puede definirse también por su peso molecular M_w que puede estar comprendido en el intervalo entre 500 y 40.000 g/mol.

De acuerdo con otra realización, el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) tiene un peso molecular M_w de 1.000 a 40.000 g/mol, preferentemente de 2.000 a 30.000 g/mol y lo más preferible de 3.000 a 25.000 g/mol.

5 De acuerdo con otra realización adicional, el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) tiene un peso molecular M_w de 1.000 a 40.000 g/mol y una relación de unidades monoméricas (S:AM) de 1:1 a 5:1, preferentemente de 1:1 a 4:1 y lo más preferible de 1:1 a 3:1.

10 De acuerdo con otra realización adicional, el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) tiene un peso molecular M_w de 2.000 a 30.000 g/mol y una relación de unidades monoméricas (S:AM) de 1:1 a 5:1, preferentemente de 1:1 a 4:1 y lo más preferible de 1:1 a 3:1.

15 De acuerdo con otra realización adicional, el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) tiene un peso molecular M_w de 3.000 a 25.000 g/mol y una relación de unidades monoméricas (S:AM) de 1:1 a 5:1, preferentemente de 1:1 a 4:1 y lo más preferible de 1:1 a 3:1.

El al menos agente de molienda puede proporcionarse en forma no diluida o en forma de una solución acuosa. La forma no diluida puede comprender, por ejemplo, polvos o copos, que están esencialmente exentos de agua.

20 De acuerdo con una realización de la presente invención, el al menos un agente de molienda se proporciona por tanto en forma no diluida, que contiene preferentemente menos o igual a 5,0 % en peso, más preferentemente menos o igual a 2,0 % en peso, incluso más preferentemente menos o igual a 1,5 % en peso, y lo más preferible de 0,01 a 1,2 % en peso de agua, basado en el peso total de dicho al menos un agente de molienda.

25 De acuerdo con una realización preferida, el al menos agente de molienda proporcionado en la etapa b) se proporciona en forma de una solución acuosa.

30 En los casos donde el al menos un agente de molienda se proporciona como solución acuosa, dicha solución puede comprender una cantidad definida de dicho al menos un agente de molienda, en los que pueden preferirse soluciones muy concentradas para mantener el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa de molienda c) en un 10,0% en peso o menos.

35 De acuerdo con una realización, el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) se proporciona en forma de una solución acuosa que comprende de 5,0 a 50,0 % en peso, preferentemente de 10,0 a 45,0 % en peso, y más preferentemente de 20,0 a 40,0 % en peso, basado en el peso total de solución, de dicho al menos un agente de molienda.

40 De acuerdo con otra realización, dicha solución acuosa tiene un valor de pH comprendido entre pH 4,0 y 12,0, preferentemente de pH 6,0 a 11,0 y más de 7,5 a 10,5.

45 La cantidad del al menos un agente de molienda puede ajustarse a las necesidades especificadas. En muchos casos, la cantidad del agente de molienda puede estar basada en el área de la superficie específica del material que contiene carbonato proporcionado en la etapa a). De acuerdo con la presente invención, la cantidad de dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,05 y 150 mg/m², basado en el área de la superficie específica del material que contiene carbonato de calcio medido según el método del nitrógeno BET. Salvo que se indique específicamente, la cantidad del al menos un agente de molienda debe entenderse como cantidad total. En los casos donde el agente de molienda se añade en una porción, la cantidad indicada se refiere por tanto a la cantidad de dicha una porción. Por consiguiente, en los casos donde el agente de molienda se añade en más de una porción, la cantidad indicada se refiere por tanto a la cantidad total de dichas porciones.

50 En una realización del proceso de acuerdo con la presente invención, la cantidad de dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,1 y 100,0 mg/m², preferentemente de 0,2 a 75,0 mg/m², y más preferentemente de 0,2 a 50,0 mg/m², basado en el área de la superficie específica del material que contiene carbonato de calcio medido según el método del nitrógeno BET.

55 De acuerdo con otra realización, la cantidad de dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,1 y 25,0 mg/m², preferentemente de 0,2 a 15,0 mg/m².

60 Sin embargo, la cantidad de dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) puede estar también basada en el peso en seco total del material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a).

65 De acuerdo con una realización, la cantidad de dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendido, por tanto, entre 0,05 y 5,0 % en peso, preferentemente de 0,1 a 3,0 % en peso, y más preferentemente de 0,15 a 2,0 % en peso, basado en el peso en seco total del material que contiene carbonato de calcio.

De acuerdo con otra realización, la cantidad de dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,01 y 1,0 % en peso, preferentemente de 0,05 a 0,75 % en peso, y más preferentemente de 0,1 a 0,5 % en peso, basado en el peso en seco total del material que contiene carbonato de calcio.

5 Etapa de proceso c)

De acuerdo con la etapa c) del proceso de acuerdo con la presente invención, una mezcla obtenida poniendo en contacto el material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) con el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) se muele en seco en al menos una unidad de molienda para obtener una
10 carga mineral molida en seco.

El término "molido en seco" o "molienda en seco", en el significado de la presente invención, se refiere a la transformación en polvo de un material sólido utilizando un molino (por ejemplo, por medio de un molino de bolas), en el que dicho material a moliturar tiene un contenido total de humedad menor o igual al 10% en peso, basado en el
15 peso total de dicho material.

Para los fines de la presente invención, se puede usar cualquier molino adecuado conocido en la técnica. Sin embargo, dicha al menos una unidad de molienda es preferentemente un molino de bolas. Se ha señalado que la etapa c) se lleva a cabo utilizando al menos una unidad de molienda, es decir, es también posible utilizar una serie
20 de unidades de molienda que pueden, por ejemplo, seleccionarse entre molinos de bolas, molinos semiautógenos, o molinos autógenos.

La cantidad de agua que está presente en la mezcla que se va a moler puede expresarse mediante el contenido de humedad total que está basado en el peso total de dicha mezcla. Típicamente, los procesos de molienda en seco se
25 llevan a cabo utilizando mezclas que tienen una humedad total menor o igual a 10,0 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla.

De acuerdo con una realización, el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor de o igual a 5,0 % en peso, preferentemente menor o igual a 2,0 % en peso, y más preferentemente menor o igual a 1,0 % en peso,
30 basado en el peso total de dicha mezcla.

De acuerdo con otra realización, el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor de o igual a 5,0 % en peso, preferentemente menor o igual a 2,0 % en peso, y más preferentemente menor o igual a 1,0 % en peso,
35 basado en el peso total de dicha mezcla, en el que el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) preferentemente tiene un límite inferior del 0,03 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla.

De acuerdo con otra realización adicional del proceso de acuerdo con la presente invención, el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor de o igual a 0,2 % en peso, preferentemente menor o igual al
40 0,1 % en peso, y lo más preferente entre 0,03 y 0,07 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla.

El material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) puede experimentar reacciones con dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) tras entrar en contacto con cada uno de los otros
mencionados componentes para formar una mezcla. Dichos productos de reacción pueden por tanto estar presentes en la mezcla de la etapa c) pero también pueden estar presentes en cualquiera de las siguientes etapas de proceso.
45 Dichos productos de reacción pueden formarse sobre la superficie del material que contiene carbonato de calcio, lo que puede dar como resultado uno o más producto(s) de reacción que están unidos a la superficie del material que contiene carbonato de calcio. Sin embargo, dicho(s) producto(s) de reacción pueden estar presentes en la mezcla sin quedar unidos a ningún otro componente presente en dicha mezcla de la etapa c) o en cualquiera de las
50 siguientes etapas de proceso.

Por lo tanto, en una realización del proceso de acuerdo con la presente invención, la mezcla de la etapa c) puede obtenerse poniendo en contacto:

- 55 i) el material que contiene el carbonato de calcio proporcionado en la etapa a), con
- ii) el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b),

en el que al menos una parte de uno o ambos componentes puede estar presente en dicha mezcla en forma de uno o más productos de reacción resultantes de la reacción del material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) con dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b).
60

De acuerdo con otra realización, dicha mezcla de la etapa c) comprende uno o más de sales de litio, sodio, potasio, estroncio, calcio, magnesio y/o aluminio del al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b).

De acuerdo con la etapa c) del proceso de acuerdo con la presente invención, una mezcla obtenida poniendo en contacto un material que contiene carbonato de calcio con al menos un agente de molienda se muele en seco en al
65 menos una unidad de molienda para obtener una carga mineral molida en seco.

A este respecto, es posible obtener la mezcla que se va a moler en la etapa c) del proceso de acuerdo con la presente invención poniendo en contacto entre sí los componentes proporcionados en las etapas a) y b) antes o durante la etapa de molienda c). Además, es posible obtener dicha mezcla poniendo en contacto entre sí los componentes en una o más porciones antes o durante la molienda.

5 De acuerdo con una realización, la mezcla de la etapa de molienda c) se obtiene antes de dicha etapa de molienda poniendo en contacto simultáneamente el material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) con el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b).

10 De acuerdo con otra realización, la mezcla de la etapa de molienda c) se obtiene antes de dicha etapa de molienda poniendo en contacto simultáneamente el material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) con una primera porción del al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b), en el que una segunda porción del al menos un agente de molienda se añade durante la etapa de molienda c).

15 Los inventores han descubierto adicionalmente que la etapa de molienda c) se lleva a cabo preferentemente a temperaturas elevadas. Para los fines del proceso de acuerdo con la presente invención, es particularmente adecuada una temperatura comprendida entre 65 °C y 200 °C.

20 De acuerdo con otra realización, la temperatura en la etapa d) está comprendida entre 70 °C y 180 °C, preferentemente de 75 °C a 160 °C y más preferentemente de 80 °C a 150 °C.

25 El proceso de la etapa c) implica la molienda en seco de una mezcla obtenida poniendo en contacto un material que contiene carbonato de calcio y al menos un agente de molienda en al menos una unidad de molienda para obtener una carga mineral molida en seco.

En una realización, la carga mineral molida en seco obtenida tras la etapa de molienda c) tiene un tamaño de partículas promedio en peso d_{50} que está comprendida entre 0,5 a 100,0 μm y preferentemente entre 1,0 a 30,0 μm .

Etapa de proceso d)

30 La carga mineral molida en seco obtenido en el proceso de la etapa c) se somete posteriormente a la etapa de clasificación d).

35 En dicha etapa de clasificación, la carga mineral molida en seco de la etapa c) se divide en al menos dos fracciones, es decir, en una fracción gruesa y una fracción fina.

40 La etapa de clasificación sirve en general para dividir una fracción alimentada que tiene un determinado tamaño de partículas en una fracción gruesa y una fracción fina teniendo cada una diferentes tamaños de partículas. Típicamente, la fracción gruesa tiene un valor d_{50} que es mayor que el de la fracción alimentada, mientras que la fracción fina tiene un valor d_{50} que es más pequeño que el de la fracción alimentada. Con este fin, se pueden utilizar dispositivos de cribado, así como dispositivos basados en la gravedad, tales como centrífugas o ciclones y cualquier combinación de los dispositivos anteriormente mencionados.

45 De acuerdo con una realización, la carga mineral molida en seco de la etapa c) se clasifica usando un ciclón.

De acuerdo con otra realización, la carga mineral fina de la etapa d) tiene un tamaño de partículas promedio en peso d_{50} comprendido entre 0,4 y 40,0 μm , preferentemente entre 0,6 y 20,0 μm , y más preferentemente entre 0,7 y 10,0 μm .

50 Como ya se ha descrito anteriormente, la carga mineral molida en seco de la etapa c) se clasifica en la etapa d) para obtener una fracción gruesa y una fracción fina, en la que la fracción gruesa se elimina o somete a una etapa de molienda en seco c) y la fracción fina representa una carga mineral fina que puede representar el producto final o se puede utilizar en una o más etapas de proceso opcionales siguientes.

55 Para usar también la fracción gruesa obtenida en la etapa de clasificación d), dicho material grueso puede recircularse. Por lo tanto, en una realización preferida, la fracción gruesa de la etapa d) se somete a una etapa de molienda en seco c).

Etapa de proceso e)

60 El proceso de acuerdo con la presente invención comprende además una etapa de secado opcional e). En dicha etapa de secado, la carga mineral fina obtenida en la etapa de clasificación d) se seca para obtener una carga mineral seca.

65 En algunos casos, el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa de molienda en seco c) puede ser muy bajo. En estos casos, por ejemplo, cuando el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor o

igual al 0,2 % en peso, preferentemente menor o igual al 0,1 % en peso, y lo más preferente entre 0,03 y 0,07 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla, el proceso de acuerdo con la presente invención no comprende ninguna etapa de secado tras la etapa de clasificación d).

5 Por lo tanto, de acuerdo con una realización, el proceso para la preparación de un producto de carga mineral comprende las etapas de:

a) proporcionar un material que contenga carbonato de calcio;

b) proporcionar al menos un agente de molienda;

10 c) moler en seco el material que contiene carbonato de calcio en una mezcla obtenida poniendo en contacto:

i) el material que contiene el carbonato de calcio proporcionado en la etapa a), con

ii) el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b)

15 en al menos una unidad de molienda para obtener una carga mineral molida en seco; y

d) clasificar la carga mineral molida en seco de la etapa c) para obtener una fracción gruesa y una fracción fina, en el que la fracción gruesa se elimina o se somete a una etapa de molienda en seco c) y la fracción fina representa una carga mineral fina;

20 en el que el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor de o igual a 10,0 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla;

la cantidad del al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,05 y 150 mg/m², basado en el área de la superficie específica del material que contiene carbonato de calcio medido según el método del nitrógeno BET; la temperatura en la etapa c) está comprendida entre 65 °C y 200 °C; y

25 el al menos un agente de molienda se selecciona entre el grupo que consiste en copolímeros de estireno-anhídrido maleico y derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico, y tiene una relación de unidades monoméricas (unidades de estireno: unidades de anhídrido maleico, S:AM) de 1:2 a 15:1 y un peso molecular M_w de 500 a 40.000 g/mol.

30 La mezcla de la etapa c) puede tener también un contenido de humedad total mayor pero que sigue siendo menor o igual al 10,0 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla. Por ejemplo, el contenido de humedad total de dicha mezcla puede ser menor o igual al 5,0 % en peso, preferentemente menor o igual a 2,0 % en peso, y más preferentemente menor o igual a 1,0 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla. En estos casos, puede ser obligatoria una etapa de secado tras la etapa c) para obtener una carga mineral seca que tenga un contenido de

35 humedad total de menos de 1,0 % en peso, basado en el peso total de dicha carga mineral.

De acuerdo con otra realización, el proceso para la preparación de un producto de carga mineral comprende de esta manera las etapas de:

40 a) proporcionar un material que contenga carbonato de calcio;

b) proporcionar al menos un agente de molienda;

c) moler en seco el material que contiene carbonato de calcio en una mezcla obtenida poniendo en contacto:

i) el material que contiene el carbonato de calcio proporcionado en la etapa a), con

45 ii) el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b)

en al menos una unidad de molienda para obtener una carga mineral molida en seco;

d) clasificar la carga mineral molida en seco de la etapa c) para obtener una fracción gruesa y una fracción fina, en el que la fracción gruesa se elimina o se somete a una etapa de molienda en seco c) y la fracción fina representa una carga mineral fina; y

50 e) la carga mineral fina de la etapa d) para obtener una carga mineral seca que tenga un contenido de humedad total de menos de 1,0 % en peso, basada en el peso total de dicha carga mineral seca;

55 en el que el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor de o igual a 10,0 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla;

la cantidad del al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,05 y 150 mg/m², basado en el área de la superficie específica del material que contiene carbonato de calcio medido según el método del nitrógeno BET; la temperatura en la etapa c) está comprendida entre 65 °C y 200 °C; y

60 el al menos un agente de molienda se selecciona entre el grupo que consiste en copolímeros de estireno-anhídrido maleico y derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico, y tiene una relación de unidades monoméricas (unidades de estireno: unidades de anhídrido maleico, S:AM) de 1:2 a 15:1 y un peso molecular M_w de 500 a 40.000 g/mol.

65 En particular, dicha etapa de secado puede ser obligatoria en los casos donde el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) se proporciona en forma de una solución acuosa como se ha descrito anteriormente en el presente documento. Sin embargo, se ha señalado que la provisión de dicho agente de molienda en forma de una

solución acuosa no requiere en ningún caso una etapa de secado obligatoria debido a que la cantidad de dicho al menos un agente de molienda es generalmente baja.

5 Típicamente, la etapa de molienda de acuerdo con el proceso de la presente invención puede llevarse a cabo por cualquier método de secado conocido por la persona experta.

De acuerdo con una realización, la etapa de secado e) es una etapa de secado mediante pulverización, preferentemente, dicha etapa de secado mediante pulverización se lleva a cabo a una temperatura más baja que está comprendida entre 90 °C y 130 °C y preferentemente entre 100 °C y 120 °C.

10 Por medio de la etapa de secado e), se obtiene una carga mineral seca que tienen un contenido de humedad total bajo que es menor o igual al 1,0 % en peso, basado en el peso total de dicha carga mineral.

15 De acuerdo con otra realización, la carga mineral seca de la etapa e) tiene un contenido de humedad total menor o igual a 0,5 % en peso y preferentemente menor o igual a 0,2 % en peso, basado en el peso total de dicha carga mineral.

20 De acuerdo con otra realización adicional, la carga mineral seca de la etapa e) tiene un contenido de humedad total de entre 0,01 y 0,15 % en peso, preferentemente entre 0,02% y 0,10 % en peso, y más preferentemente entre 0,03 y 0,07 % en peso, basado en el peso total de dicha carga mineral.

Etapa de tratamiento opcional

25 Independientemente de si el proceso de acuerdo con la presente invención comprende un etapa de secado opcional o no, el proceso puede comprender además una etapa opcional de tratar (denominada también "etapa de tratamiento") la carga mineral fina obtenida en la etapa d) y/o la carga mineral seca obtenida en la etapa e) con al menos un agente hidrofobizante. Por medio de dicha etapa de tratamiento, se forma una capa de tratamiento sobre al menos parte de la superficie del producto de carga mineral obtenido.

30 Por lo tanto, de acuerdo con una realización, el proceso para la preparación de un producto de carga mineral comprende las etapas de:

- a) proporcionar un material que contenga carbonato de calcio;
- b) proporcionar al menos un agente de molienda;
- 35 c) moler en seco el material que contiene carbonato de calcio en una mezcla obtenida poniendo en contacto:

- i) el material que contiene el carbonato de calcio proporcionado en la etapa a), con
- ii) el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b)

40 en al menos una unidad de molienda para obtener una carga mineral molida en seco;

d) clasificar la carga mineral molida en seco de la etapa c) para obtener una fracción gruesa y una fracción fina, en el que la fracción gruesa se elimina o se somete a una etapa de molienda en seco c) y la fracción fina representa una carga mineral fina;

45 e) secar opcionalmente la carga mineral fina de la etapa d) para obtener una carga mineral seca que tenga un contenido de humedad total de menos de 1,0 % en peso, basada en el peso total de dicha carga mineral seca; y

f) opcionalmente, tratar la carga mineral fina de la etapa d) y/o la carga mineral seca de la etapa e) con un agente hidrofobizante para obtener un producto tratado superficialmente que tiene una capa de tratamiento en al menos parte de la superficie de dicho producto;

50 en el que el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor de o igual a 10,0 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla;

la cantidad del al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,05 y 150 mg/m², basado en el área de la superficie específica del material que contiene carbonato de calcio medido según el método del nitrógeno BET; la temperatura en la etapa c) está comprendida entre 65 °C y 200 °C; y

55 el al menos un agente de molienda se selecciona entre el grupo que consiste en copolímeros de estireno-anhídrido maleico y derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico, y tiene una relación de unidades monoméricas (unidades de estireno: unidades de anhídrido maleico, S:AM) de 1:2 a 15:1 y un peso molecular M_w de 500 a 40.000 g/mol.

60 Dicho agente hidrofobizante utilizado en la etapa de tratamiento opcional puede ser un agente conocido por la persona experta que es capaz de formar una capa de tratamiento hidrófoba en al menos parte de la superficie de un producto de carga mineral.

65 En una realización, el agente hidrofobizante se selecciona entre el grupo que consiste en ácidos grasos que tienen de 6 a 24 átomos de carbono en la cadena, anhídridos succínicos monosustituídos, ésteres de ácido alquilfosfórico, polihidrogenosiloxano, polidimetilsiloxano, y sus mezclas.

De acuerdo con otra realización, el agente hidrofobizante es un ácido graso que tiene de 6 a 24 átomos de carbono, seleccionado preferentemente entre el grupo que consiste en ácido esteárico, ácido behénico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, sus sales y sus mezclas, y más preferentemente es ácido esteárico y/o una de sus sales.

5 De acuerdo con otra realización, el agente hidrofobizante es un anhídrido alquénil succínico.

De acuerdo con otra realización adicional, el agente hidrofobizante es un éster de ácido alquilfosfórico.

10 De acuerdo con otra realización adicional, el agente hidrofobizante se selecciona entre polihidrogenosiloxano, polidimetilsiloxano, y sus mezclas.

En algunas realizaciones del proceso de acuerdo con la presente invención, la temperatura en la etapa de tratamiento está comprendida entre 70 °C y 140 °C, preferentemente de 75 °C a 130 °C y más preferentemente de 80 °C a 125 °C.

En algunos casos, la etapa de tratamiento puede llevarse a cabo directamente al final de la etapa de secado. En una realización, la etapa de secado e) se lleva a cabo por tanto en una unidad de secado que comprende una cámara de secado y el agente hidrofobizante de la etapa f) se pone en contacto con la carga mineral seca mediante inyección directa de dicho agente en la cámara de secado.

El producto de carga mineral

25 Como ya se ha descrito anteriormente, la susceptibilidad de captación de la humedad de un material se refiere a la cantidad de humedad absorbida sobre la superficie de dicho material en mg de humedad/g absorbidos en una muestra tras su exposición a una atmósfera húmeda definida.

A este respecto, la carga mineral fina obtenida tras la etapa de clasificación d) y/o la etapa de secado opcional e) puede tener una susceptibilidad de captación de la humedad menor o igual a 12,0 mg/g, preferentemente menor o igual a 10,0 mg/g, y lo más preferible menor o igual a 8,0 mg/g.

En otra realización, el producto de carga mineral obtenido mediante la etapa de tratamiento opcional puede tener una susceptibilidad de captación de la humedad menor o igual a 3,0 mg/g, preferentemente menor o igual a 2,5 mg/g, y lo más preferible menor o igual a 2,0 mg/g.

En otra realización, el producto de carga mineral obtenido mediante la etapa de tratamiento opcional tiene una susceptibilidad de captación de la humedad menor o igual a 0,9 mg/g, preferentemente menor o igual a 0,8 mg/g, más preferentemente menor o igual a 0,7 mg/g, y lo más preferible menor o igual a 0,6 mg/g.

40 En otra realización, el producto de carga mineral obtenido mediante la etapa de tratamiento opcional tiene una susceptibilidad de captación de la humedad de 0,1 a 0,9 mg/g, preferentemente de 0,2 a 0,8 mg/g, y lo más preferible de 0,2 a 0,6 mg/g.

45 En algunos casos particulares como, por ejemplo, en el caso de áreas superficiales muy específicas del producto de carga mineral, la susceptibilidad de captación de la humedad se define adecuadamente basándose en el área de la superficie específica de dicho producto (denominada susceptibilidad de captación de la humedad normalizada).

De acuerdo con una realización, el producto de carga mineral obtenido mediante la etapa de tratamiento opcional tiene una susceptibilidad de captación de la humedad normalizada menor o igual a 0,18 mg/m², preferentemente menor o igual a 0,17 mg/m², más preferentemente menor o igual a 0,16 mg/m², y lo más preferible, menor o igual a 0,15 mg/m², basado en el área de la superficie específica de dicho producto, tal como se mide según el método del nitrógeno BET.

55 De acuerdo con una realización, el producto de carga mineral obtenido mediante la etapa de tratamiento opcional tiene una susceptibilidad de captación de la humedad normalizada de 0,10 a 0,18 mg/m², preferentemente de 0,11 a 0,17 mg/m², y lo más preferido de 0,12 a 0,16 mg/m², basado en el área de la superficie específica de dicho producto, tal como se mide según el método del nitrógeno BET.

60 De acuerdo con otra realización, El producto de carga mineral obtenido tras la etapa de clasificación d) y/o la etapa de secado opcional e) tiene un área de la superficie específica que está comprendida entre 0,1 y 20,0 m²/g y más preferentemente entre 3,0 y 14,0 m²/g medido según el método del nitrógeno BET.

65 De acuerdo con otra realización adicional, también el producto de carga mineral obtenido mediante la etapa de tratamiento opcional tiene un área de la superficie específica que está comprendida entre 0,1 y 20,0 m²/g y más preferentemente entre 3,0 y 14,0 m²/g medido según el método del nitrógeno BET.

Por medio del proceso de acuerdo con la presente invención, se puede conseguir un contenido total de compuestos volátiles bajo y, en particular, una temperatura de inicio del desprendimiento de componentes volátiles elevada.

5 En una realización, el producto de carga mineral de acuerdo con la presente invención puede tener una temperatura de inicio del desprendimiento de componentes volátiles de al menos o igual a 230 °C, preferentemente, al menos o igual a 250 °C. Estos valores se refieren igualmente a la carga mineral fina de la etapa d) del proceso de acuerdo con la presente invención, a la carga mineral seca de la etapa de secado e) y al producto obtenido mediante la etapa de tratamiento opcional.

10 El producto de carga mineral inventivo se puede usar en una composición polimérica, en la fabricación de papel, revestimientos de papel, aplicaciones agrícolas, pinturas, adhesivos, selladores, aplicaciones para construcción y/o aplicaciones cosméticas, preferentemente dicho producto de carga mineral se usa en una composición polimérica.

15 Como el producto de carga mineral tiene una susceptibilidad de captación de la humedad baja, puede ser ventajoso utilizarlo en revestimientos de papel para ajustar las propiedades de impresión de un papel revestido. Además, el producto de carga mineral puede utilizarse también en pinturas de exterior, lo que puede conducir a una reducción en el crecimiento del moho sobre las superficies que se tratan con dichas pinturas.

20 Numerosas de las aplicaciones anteriormente mencionadas (por ejemplo, para revestimientos o pinturas) implican la preparación de una suspensión acuosa que comprende el producto de carga mineral obtenido mediante el proceso de acuerdo con la presente invención. Dichas suspensiones acuosas pueden prepararse fácilmente a partir del producto de carga mineral inventivo mediante la adición de agua para obtener suspensiones que tienen un contenido de sólidos de, por ejemplo, de 10,0 a 85,0 % en peso, basado en el peso total de dicha suspensión acuosa.

25 El uso del producto de carga mineral de acuerdo con la presente invención como material de carga en aplicaciones poliméricas puede ser también de particular ventaja. Por ejemplo, dicho relleno se puede usar en polímeros termoplásticos, tales como poli(cloruro de vinilo), poliolefinas y poliestireno, lo que puede permitir una carga de relleno aumentada en comparación con las cargas de carbonato de calcio convencionales.

30 Además, el producto de carga mineral puede utilizarse también en revestimientos poliméricos que se pueden aplicar sobre la superficie de los artículos poliméricos, tales como hojas, a fin de aumentar la hidrofobicidad (por ejemplo, reflejada por un ángulo de contacto aumentado medido frente al agua) de dicha superficie.

35 De acuerdo con una realización, el producto de carga mineral se usa en una composición polimérica, en la que dicha composición polimérica comprende:

a) al menos una resina polimérica; y

b) de 0,1 a 90,0 % en peso, preferentemente de 1,0 a 85,0 % en peso, y más preferentemente de 2,0 a 45,0 % en peso, basado en el peso total de dicha composición de polímero, del producto de carga mineral obtenido

40 mediante el proceso de acuerdo con la presente invención.

De acuerdo con otra realización, dicha al menos una resina polimérica es una resina termoplástica y preferentemente es una poliolefina, poli(cloruro de vinilo), o poliestireno.

45 De acuerdo con otra realización, dicha al menos una resina polimérica es una poliolefina y preferentemente polietileno o polipropileno.

De acuerdo con otra realización adicional, dicha al menos una resina polimérica es poli(cloruro de vinilo).

50 De acuerdo con otra realización adicional, dicha al menos una resina polimérica es poliestireno.

55 La composición polimérica de la presente invención puede utilizarse en numerosos procesos, incluyendo la fabricación de películas sopladas, láminas o perfiles de tuberías, en procesos tales como extrusión de tuberías, perfiles, cables, fibras o similares, y en moldeo por compresión, moldeo por inyección, termoconformación, moldeo por soplado, moldeo en rotación, etc.

60 A este respecto, dicha composición polimérica puede utilizarse directamente en la fabricación de artículos poliméricos. Por lo tanto, en una realización de la presente invención, la composición polimérica comprende el producto de carga mineral en una cantidad de 1 al 50 % en peso, preferentemente de 5 al 45% en peso y lo más preferible de 10 al 40% en peso, basado en el peso total de la composición de polímero.

En una realización alternativa, la composición polimérica puede utilizarse como lote maestro.

65 El término "lote maestro" se refiere a una composición que tiene una concentración de producto de carga mineral que es superior a la concentración en la composición polimérica utilizada para preparar el producto final de la aplicación. Es decir, el lote maestro se diluye adicionalmente de tal manera que se obtiene una composición

polimérica que es adecuada para preparar el producto final de la aplicación.

Por ejemplo, una composición polimérica de acuerdo con la presente invención adecuada para utilizarse como lote maestro comprende el producto de carga mineral en una cantidad de 50 al 95 % en peso, preferentemente de 60 a 95 % en peso, y más preferentemente de 70 al 95 % en peso, basado en el peso total de la composición de polímero.

Ejemplos

El alcance e interés de la invención puede entenderse mejor sobre la base de los siguientes ejemplos, cuyo fin es ilustrar las realizaciones de la presente invención. Sin embargo, en modo alguno se pueden considerar como una limitación del alcance de las reivindicaciones.

Peso molecular promedio en peso M_w

El peso molecular promedio en peso M_w como se usa en el presente documento puede determinarse utilizando GPC (SEC) como sigue:

Una muestra correspondiente a 90 mg de polímero seco se introdujo en un matraz de 10 ml y se añadió 1 ml de una solución acuosa de NaOH 5 M hasta que el valor del pH no cambia en más de 0,3 unidades de pH en un lapso de tiempo de 48 horas. Se añadió la fase móvil con un 0,04 % en peso adicional de dimetilformamida hasta que se alcanzó una masa total de 10 g. La composición de la fase móvil a pH 9 es como sigue: NaHCO₃ 0,05 M, NaNO₃ 0,1 M, trietanolamina 0,02 M, 0,03 % en peso de NaN₃.

El equipo SEC consiste de una bomba isocrática de tipo Waters™ 515, cuyo caudal se ajusta a 0,8 ml/min, un cambiador de muestras Waters™ 717+, un horno que contiene una precolumna de tipo Guard Column Ultrahydrogel Waters™ que tiene 6 cm de longitud y un diámetro interno de 40 mm, seguido por una columna lineal de tipo Ultrahydrogel Waters™ que tiene 30 cm de longitud y un diámetro interno de 7,8 mm.

La detección se lleva a cabo por medio de un refractómetro diferencial Waters™ 410. El horno se calentó a una temperatura de 60 °C y el refractómetro se calentó a una temperatura de 45 °C.

El SEC se calibró con una serie de patrones de poliacrilato de sodio suministrados por el Polymer Standard Service que tenían un peso molecular máximo entre 2.000 y 110⁶ g/mol y un índice de polidispersidad entre 1,4 y 1,7 y además con un poliacrilato de sodio de peso molecular promedio en peso de 5.600 g/mol y un índice de polidispersidad igual a 2,4.

La gráfica de calibración es de tipo lineal y tiene en cuenta la corrección obtenida utilizando el marcador del caudal (dimetilformamida).

Medición de compuestos volátiles

Para el fin de la presente solicitud, los "compuestos volátiles totales" asociados con las cargas minerales y que se desprenden en un intervalo de temperaturas de 25 °C a 350 °C se caracterizan por un % de pérdida de masa de una muestra de carga mineral en un intervalo de temperatura según se lee en una curva termogravimétrica (TGA).

Los métodos analíticos de la TGA proporcionan información relativa a las pérdidas de masa y las temperaturas de inicio del desprendimiento de componentes volátiles con una gran exactitud. Los métodos son bien conocidos por las personas expertas y se describen en, por ejemplo, "Principles of Instrumental analysis", 5ª edición, Skoog Holler Nieman, 1998, capítulo 31, pp. 798 - 800. En la presente invención, se llevó a cabo el análisis termogravimétrico (TGA) utilizando un Mettler Toledo TGA 851 con una muestra de 500 ± 50 mg y temperaturas de barrido de 25 °C a 350 °C a una velocidad de 20 °C/min en un flujo de aire de 70 ml/min.

La "temperatura de inicio del desprendimiento de componentes volátiles" se puede determinar como sigue mediante el análisis de la curva de TGA: Se obtiene la primera derivada de la curva de TGA y se identifican los puntos de inflexión en la anterior comprendidos entre 150 °C y 350 °C. Entre estos puntos de inflexión que tienen un valor de la pendiente de la recta tangente mayor de 45° con respecto a una línea horizontal, se identificó el que tenía la temperatura asociada más baja por encima de 200 °C. La temperatura asociada con el punto de inflexión más bajo de la curva de la primera derivada es la "temperatura de inicio del desprendimiento de componentes volátiles".

Distribución del tamaño de partículas

Para el fin de la presente solicitud, los tamaños de partículas que son menores de 100 µm, el tamaño de partículas promedio en peso d_{50} y las características granulométricas adicionales se determinan basándose en las mediciones realizadas utilizando un instrumento Sedigraph™ 5100 de Micrometrics Instrument Corporation. El método y el instrumento son conocidos por las personas expertas y se utilizan comúnmente para determinar el tamaño de

partículas de los rellenos y los 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 dispersan utilizando un agitador de alta velocidad y supersónico. En el caso de los productos tratados superficialmente, se añadieron 0,5 g más de un tensioactivo (Photo-Flo 200® de Kodak) a 50 ml de la solución de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ al 0,1 % en peso antes de dispersar la muestra de carbonato tratada.

5 En el caso de tamaños de partículas que son mayores de 100 μm , se utiliza el tamizado fraccional para determinar las características granulométricas.

10 Área superficial específica BET de un material

A lo largo del presente documento, el área de la superficie específica (expresada en m^2/g) de una carga mineral se determinó utilizando el método BET (utilizando nitrógeno como gas adsorbente), que es bien conocido por la persona experta (norma ISO 9277:1995). La superficial específica total (en m^2) de la carga mineral puede obtenerse mediante la multiplicación del área de la superficie específica (en m^2/g) y la masa (en g) de la carga mineral.

15 Susceptibilidad de captación de la humedad

20 Se determinó la susceptibilidad de captación de la humedad de un material, como se denomina en el presente documento, en mg de humedad/g tras la exposición a una atmósfera de 10 y 85 % de humedad relativa, respectivamente, durante 2,5 horas a una temperatura de $+23\text{ }^\circ\text{C}$ ($\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$). Con este fin, la muestra se mantuvo en primer lugar en una atmósfera de 10% de humedad relativa durante 2,5 horas, a continuación la atmósfera se cambió a un 85 % de humedad relativa a la cual se mantuvo la muestra durante otras 2,5 horas. El aumento de peso entre 10 y 85 % de humedad relativa se usó a continuación para calcular la captación de humedad en mg de humedad/g de muestra.

25 La susceptibilidad de captación de la humedad en mg/g dividida por el área de la superficie específica en m^2 (método BET) corresponde a la "susceptibilidad de captación de la humedad normalizada" expresada en mg/m^2 de muestra.

30 Contenido de humedad total

35 Se midió el contenido de humedad total como se usa en el presente documento según el método de valoración coulométrico de Karl Fischer, desorbiendo la humedad en un horno a $220\text{ }^\circ\text{C}$ durante 10 min y pasando esta continuamente por un coulómetro KF (Mettler Toledo coulometric KF Titrator C30, combinado con un horno Mettler DO 0337) utilizando nitrógeno seco a 100 ml/min durante 10 min. Debe registrarse una curva de calibración utilizando agua y debe tenerse en cuenta un blanco de 10 min de flujo de nitrógeno sin muestra.

Materiales

40 ■ Agente de molienda A

MPG = monopropilenglicol.

45 ■ Agente de molienda B

Cray Valley SMA 1000HNa = solución acuosa de copolímero de estireno-anhídrido maleico, 100% de sodio neutralizado, comercialmente disponible de Cray Valley LLC, EE.UU.; peso molecular aprox. $M_w = 5.000\text{ g/mol}$; relación de unidades monoméricas (S:AM) = 1:1; 40,4 % en peso de contenido de agente de molienda; pH = 8,5.

50 ■ Agente de molienda C

Cray Valley SMA 1000 = copolímero de estireno-anhídrido maleico en polvo, comercialmente disponible de Cray Valley LLC, EE.UU.; peso molecular aprox. $M_w = 5.000\text{ g/mol}$; relación de unidades monoméricas (S:AM) = 1:1.

55 ■ Agente de molienda D

60 Cray Valley SMA 3000HNa = solución acuosa de copolímero de estireno-anhídrido maleico, 100% de sodio neutralizado, comercialmente disponible de Cray Valley LLC, EE.UU.; peso molecular aprox. $M_w = 9.500\text{ g/mol}$; relación de unidades monoméricas (S:AM) = 3:1; 24,4 % en peso de contenido de agente de molienda; pH = 8,6.

60 ■ Agente de molienda E

65 Cray Valley SMA EF-30 = copolímero de estireno-anhídrido maleico en polvo, comercialmente disponible de Cray Valley LLC, EE.UU.; peso molecular aprox. $M_w = 9.500\text{ g/mol}$; relación de unidades monoméricas (S:AM) = 3:1.

■ Agente de molienda F

5 Cray Valley SMA EF-40 = solución en acetona preparada a partir de copolímero de estireno-anhídrido maleico, comercialmente disponible de Cray Valley LLC, EE.UU.; peso molecular aprox. $M_W = 11.000$ g/mol; relación de unidades monoméricas (S:AM) = 4:1; 33,0 % en peso de contenido de agente de molienda.

■ Agente de molienda G

10 Cray Valley SMA 17352 = copolímero de estireno-anhídrido maleico parcialmente esterificado en forma de polvo, comercialmente disponible de Cray Valley LLC, EE.UU.; peso molecular aprox. $M_W = 7.000$ g/mol; valor de ácido: 270 mg de KOH/g.

■ Agente de molienda H

15 Cray Valley SMA 1440 = copolímero de estireno-anhídrido maleico parcialmente esterificado en forma de polvo, comercialmente disponible de Cray Valley LLC, EE.UU.; peso molecular aprox. $M_W = 7.000$ g/mol; valor de ácido: 185 mg de KOH/g.

Procedimiento general

20 Se trituró mármol italiano que tenía un diámetro promedio de aproximadamente 5 cm utilizando un molino de martillos. Se determinó la distribución de tamaños del material triturado mediante tamizado y se proporciona en la Tabla 1 más adelante en el presente documento.

25 El material triturado se puso en contacto con uno de los agentes de molienda resumidos anteriormente inmediatamente antes de la molienda y se mezcló en una mezcladora de hormigón durante al menos 10 min.

30 El material obtenido se transfirió a continuación a un molino de bolas (Hosokawa™ Ball Mill S.O. 80/32) utilizando 100 kg de bolas de molienda de hierro con forma cilíndrica, que tenían un diámetro promedio de 16 mm a fin de obtener un material molido que tenía un tamaño de partículas promedio en peso d_{50} menor o igual a 1,0 μm .

35 La salida de la cámara de molienda se equipó con una abertura de 20 x 5 mm que descargaba a un clasificador Alpine Turboplex™ 100 ATP. Se ajustó el clasificador a fin de recuperar la fracción fina que tenía un tamaño de partículas promedio en peso d_{50} deseado. El material grueso restante que tenía un tamaño de partículas promedio en peso d_{50} que era superior al mencionado valor deseado se envió de nuevo al alimentador del molino.

40 Se llevó a cabo la molienda en seco de una manera continua, en el que aproximadamente 15 kg de material estaban constantemente presentes en el sistema. Por tanto, el alimentador del molino se alimentó continuamente con una cantidad de material triturado y/o material de fracción gruesa resultante del material de la etapa de clasificación que era igual a la cantidad de fracción fina que salía del sistema.

45 El sistema se hizo funcionar con cantidades constantes de material que tenía una calidad adecuada y que podrían recuperarse vigilando la capacidad de molienda y la energía de la molienda. Se calentó la cámara de molienda a una temperatura constante de 80 °C.

Tabla 1: Distribución del tamaño de partículas del mármol triturado.

Fracción del tamaño de partícula	% en peso
> 1 mm	28,3
0,5 a 1 mm	8,7
200 a 500 μm	18,3
100 a 200 μm	18,1
50 a 100 μm	11,6
< 50 μm	15,0

Tabla 2: Rendimiento del proceso y tamaños de partículas después de la molienda.

Ejemplo n.º	Tipo de agente de molienda	Agente de molienda [ppm]	Rendimiento [kg/h]	Distribución del tamaño de partículas		
				d_{10} [µm]	d_{50} [µm]	d_{98} [µm]
1	A	1.500	1,6	0,34	1,02	3,4
2	B	1.500	2,3	0,30	0,92	5,3
3	C	1.500	2,6	0,31	0,93	3,6
4	D	1.500	2,5	0,32	0,92	3,1
5	E	1.500	2,2	0,34	1,00	3,4
6	F	1.500	2,7	0,35	1,03	3,1
7	B	7.500	3,2	0,34	1,11	3,5
8	G	1.500	2,9	0,31	0,93	2,14
9	H	1.500	3,2	0,31	0,95	2,10

Tabla 3: Temperaturas de inicio del desprendimiento de componentes volátiles.

ttt	Tipo de agente de molienda	Agente de molienda [ppm]	Producto final
			Inicio del desprendimiento de componentes volátiles [°C]
1	A	1.500	178
2	B	1.500	336
3	C	1.500	337
4	D	1.500	341
5	E	1.500	383
6	F	1.500	380
7	B	7.500	320
8	G	1.500	359
9	H	1.500	381

5

Estos ejemplos ilustran las capacidades de molienda mejoradas (es decir, un rendimiento aumentado) en un proceso de acuerdo con la presente invención, en comparación con un proceso llevado a cabo en ausencia de agente de molienda o utilizando un agente de molienda convencional.

10

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la preparación de un producto de carga mineral, comprendiendo el proceso las etapas de:

- 5 a) proporcionar un material que contenga carbonato de calcio;
 b) proporcionar al menos un agente de molienda;
 c) moler en seco el material que contiene carbonato de calcio en una mezcla obtenida poniendo en contacto:
- 10 i) el material que contiene el carbonato de calcio proporcionado en la etapa a), con
 ii) el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b)
- en al menos una unidad de molienda para obtener una carga mineral molida en seco;
 d) clasificar la carga mineral molida en seco de la etapa c) para obtener una fracción gruesa y una fracción fina, en el que la fracción gruesa se elimina o se somete a una etapa de molienda en seco c) y la fracción fina representa una carga mineral fina; y
- 15 e) secar opcionalmente la carga mineral fina de la etapa d) para obtener una carga mineral seca que tenga un contenido de humedad total de menos de 1,0 % es peso, basada en el peso total de dicha carga mineral seca;
- en el que el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor de o igual a 10,0 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla;
- 20 la cantidad del al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,05 y 150 mg/m², basado en el área de la superficie específica del material que contiene carbonato de calcio medido según el método del nitrógeno BET; la temperatura en la etapa c) está comprendida entre 65 °C y 200 °C; y el al menos un agente de molienda se selecciona entre el grupo que consiste en copolímeros de estireno-anhídrido maleico y derivados de copolímeros de estireno-anhídrido maleico, y tiene una relación de unidades monoméricas (unidades de estireno: unidades de anhídrido maleico, S:AM) de 1:2 a 15:1 y un peso molecular M_w de 500 a 40.000 g/mol.
- 25
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el material que contiene el carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) se selecciona entre fuentes de carbonato de calcio naturales y, preferentemente, se selecciona entre el grupo consistente en mármol, piedra caliza, tiza, dolomita, y sus mezclas.
- 30
3. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que la cantidad de dicho al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está comprendida entre 0,1 y 100,0 mg/m², preferentemente entre 0,2 y 75,0 mg/m², y más preferentemente entre 0,2 y 50,0 mg/m² basado en el área de la superficie específica del material que contiene carbonato de calcio medido según el método del nitrógeno BET.
- 35
4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) tiene una relación de unidades monoméricas (S:AM) de 1:1 a 5:1, preferentemente de 1:1 a 4:1 y lo más preferible de 1:1 a 3:1.
- 40
5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) tiene un peso molecular M_w de 2.000 a 30.000 g/mol y preferentemente de 3.000 a 25.000 g/mol.
- 45
6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el al menos un agente de molienda proporcionado en la etapa b) está parcial o completamente neutralizado con cationes seleccionados entre litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio, iminio, y sus mezclas.
- 50
7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el contenido de humedad total en la mezcla de la etapa c) es menor de o igual a 5,0 % en peso, preferentemente menor o igual a 2,0 % en peso, y más preferentemente menor o igual a 1,0 % en peso, basado en el peso total de dicha mezcla.
- 55
8. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la temperatura de la etapa c) está comprendida entre 70 °C y 180 °C, preferentemente entre 75 °C y 160 °C y más preferentemente entre 80 °C y 150 °C.
9. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la carga mineral fina de la etapa d) tiene un tamaño de partículas promedio en peso d₅₀ comprendido entre 0,4 y 40,0 μm, preferentemente entre 0,6 y 20,0 μm, y más preferentemente entre 0,7 y 10,0 μm.
- 60
10. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el proceso comprende una etapa adicional de tratar la carga mineral fina de la etapa d) y/o la carga mineral seca de la etapa e) con un agente hidrofobizante para obtener un producto tratado superficialmente que tiene una capa de tratamiento en al menos parte de la superficie de dicho producto.
- 65

ES 2 640 099 T3

11. Un producto de carga mineral obtenido mediante un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que dicho producto tiene una temperatura de inicio del desprendimiento de componentes volátiles de al menos o igual a 200 °C.
- 5 12. El producto de carga mineral obtenido mediante el proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en el que dicho producto tiene una susceptibilidad de captación de la humedad menor o igual a 0,9 mg/g, preferentemente menor o igual a 0,8 mg/g, más preferentemente menor o igual a 0,7 mg/g, y lo más preferente de 0,2 a 0,6 mg/g.
- 10 13. El producto de carga mineral de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 11 o 12, en el que dicho producto tiene una temperatura de inicio del desprendimiento de componentes volátiles de al menos o igual a 230 °C, preferentemente de al menos o igual a 250 °C.
- 15 14. Uso de un producto de carga mineral de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13 en una composición polimérica, en la fabricación de papel, revestimientos de papel, aplicaciones agrícolas, pinturas, adhesivos, selladores, aplicaciones para construcción y/o aplicaciones cosméticas, preferentemente dicho producto de carga mineral se usa en una composición polimérica.
15. El uso de acuerdo con la reivindicación 14, en el que dicha composición polimérica comprende:
- 20 a) al menos una resina polimérica; y
b) de 0,1 a 90,0 % en peso, preferentemente de 1,0 a 85,0 % en peso, y más preferentemente de 2,0 a 45,0 % en peso, basado en el peso total de dicha composición de polímero, del producto de carga mineral de acuerdo con las reivindicaciones 11 a 13.