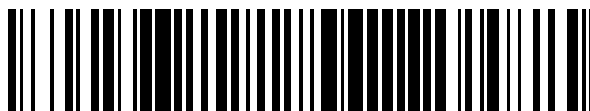


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 701 827**

51 Int. Cl.:

**C09C 1/02** (2006.01) **C04B 103/65** (2006.01)  
**C08K 9/04** (2006.01) **C04B 111/27** (2006.01)  
**D21H 17/67** (2006.01)  
**D21H 17/69** (2006.01)  
**D21H 19/38** (2006.01)  
**D21H 19/42** (2006.01)  
**C05D 3/00** (2006.01)  
**C04B 14/28** (2006.01)  
**C04B 20/02** (2006.01)  
**C04B 20/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.07.2014** **E 14176785 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.10.2018** **EP 2966129**

54 Título: **Proceso de secado**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**26.02.2019**

73 Titular/es:  
**OMYA INTERNATIONAL AG (100.0%)**  
**Baslerstrasse 42**  
**4665 Oftringen, CH**

72 Inventor/es:  
**BURI, MATTHIAS;**  
**RIDGWAY, CATHERINE JEAN;**  
**GANE, PATRICK A.C.;**  
**RENTSCH, SAMUEL y**  
**BURKHALTER, RENÉ**

74 Agente/Representante:  
**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

ES 2 701 827 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 de secado

5 La presente invención se refiere a un proceso para fabricar un material que contiene carbonato de calcio que implica un procedimiento de secado específico. La carga mineral resultante puede utilizarse, por ejemplo, en composiciones poliméricas, en la fabricación de papel, recubrimientos de papel, aplicaciones agrícolas, pinturas, adhesivos, sellantes, aplicaciones de construcción o aplicaciones cosméticas.

10 Las cargas minerales bien conocidas son, por ejemplo, carbonato de calcio molido natural (GCC) y carbonato de calcio precipitado (PCC).

Se han hecho varios intentos para mejorar la aplicabilidad de materiales minerales en partículas y especialmente cargas minerales que contienen carbonato de calcio. En este contexto, especialmente la humedad residual dentro del material de relleno y las propiedades de captación de humedad a menudo son cruciales. La humedad residual dentro del material de carga y las propiedades de captación de humedad dependen obviamente del proceso de secado, pero también de, por ejemplo, los posibles tratamientos a la superficie. De forma ejemplar, se hace referencia al documento EP 0 998 522 el cual sugiere secar material particulado de carbonato de calcio. En este documento de la técnica anterior se sugiere que un nivel de humedad reducido y una baja susceptibilidad para recoger la humedad superficial en materiales de carbonato de calcio mejoran la calidad de la carga. De forma más precisa, se establece que un contenido de humedad por encima de un nivel mínimo asociado a la carga mineral de carbonato utilizada en la composición para fabricar un producto de película de polímero puede dar como resultado huecos o agujeros de tamaño macroscópico no deseados en la película formada como resultado de la generación de vapor mientras que el polímero termoplástico de la película está en la fase de estado fundido plástico. El secado de acuerdo con el documento EP 0 998 522 puede llevarse a cabo en una sola etapa o en al menos dos etapas, por ejemplo, aplicando una primera etapa de calentamiento al carbonato para permitir que el contenido de humedad adherido se reduzca y aplicando al menos una segunda etapa de calentamiento al carbonato para reducir el contenido de humedad superficial del mismo a un 0,10 % en peso o menos. El carbonato de acuerdo con el documento EP 0 998 522 debe revestirse superficialmente con un agente de tratamiento superficial hidrofobizante y la segunda etapa de calentamiento puede aplicarse antes y/o durante la etapa de tratamiento superficial.

También se describen en los documentos WO 00/39029, WO 2004/026973, EP 0 894 833 y EP 2 143 688 diferentes métodos para deshidratar suspensiones por medios térmicos o mecánicos. El documento WO 00/39029 describe un método para producir una suspensión acuosa concentrada reológicamente estable de un carbonato de metal alcalinotérreo en partículas. El documento WO 2004/026973 se refiere a un método para triturar un material particulado inorgánico tal como carbonato de calcio o caolín en una suspensión acuosa, preferentemente a un nivel de sólidos por debajo de aproximadamente un 50 % en peso, en donde la suspensión acuosa incluye una cantidad sub-eficaz de un agente dispersante para el material particulado inorgánico. El documento EP 0 894 833 describe un método para fabricar un producto seco de pigmento aglomerado que contiene carbonato. El documento EP 2 143 688 describe la preparación de una suspensión acuosa de carbonato de calcio natural.

Los tratamientos superficiales hidrofobizantes de materiales de carbonato de calcio para su uso en, por ejemplo, materiales plásticos son bien conocidos en la técnica. A modo de ejemplo, se hace referencia al documento WO 00/20336 el cual se refiere a un carbonato de calcio natural ultrafino el cual puede tratarse opcionalmente con uno o más ácidos grasos o una o más sales, o mezclas de los mismos.

De manera similar, el documento US 4.407.986 se refiere a un carbonato de calcio precipitado que se trata superficialmente con un dispersante que puede incluir ácidos alifáticos superiores y sus sales metálicas con el fin de limitar la adición de aditivos lubricantes al mezclar este carbonato de calcio con polipropileno cristalino y evitar la formación de agregados de carbonato de calcio que limitan la resistencia al impacto del polipropileno.

Adicionalmente el documento US 2013/0217819 A1 se refiere a productos de carga mineral tratados y especialmente a un proceso para preparar dichos productos de carga mineral tratados y a su uso preferido en el campo de las aplicaciones plásticas y, en particular, aplicaciones de películas de revestimiento transpirables o de extrusión basadas en polipropileno (PP) o en polietileno (PE).

El documento US 2005/0004266 A1 se refiere a un material para impartir una composición de resina con tixotropía y pastosa y especialmente a un carbonato de calcio tratado superficialmente que tiene un área superficial específica BET de 10 a 100 m<sup>2</sup>/g que se trata con un ácido graso insaturado (A) y un ácido graso saturado (B). La relación de la combinación (A)/(B) de dichos ácido graso insaturado (A) y ácido graso saturado (B) es 0,5-1,9.

Además, los materiales minerales en partículas también pueden tratarse con otros agentes de tratamiento superficial, tales como silanos, siloxanos, fosfatos, fosfonatos, oxalatos, succinatos, fluoruros, polímeros naturales o no naturales o mezclas de los mismos con el fin de hidrofobizar la superficie de dicho material mineral.

Sin embargo, en muchos casos, la preparación de productos de carga mineral que contienen carbonato de calcio

utilizando las técnicas de secado térmico convencionales descritas en la técnica no conduce a productos minerales que tengan la calidad deseada, especialmente en términos de susceptibilidad a la captación de agua y humedad residual. Dichos materiales pueden captar humedad durante el almacenamiento, transporte y/o procesamiento que, a su vez, puede conducir a la formación de huecos en las composiciones poliméricas producidas, por ejemplo, en un proceso de extrusión en estado fundido. Además, los materiales de carga secos se preparan habitualmente por medio del tratamiento térmico de las suspensiones correspondientes que contienen carbonato de calcio que tienen un contenido de sólidos relativamente bajo. Obviamente, el secado térmico de composiciones que tienen un alto contenido de agua consume mucha energía.

Además, se observa que para muchas aplicaciones y especialmente para aplicaciones en papel, la porosidad de materiales particulados de carbonato de calcio puede tener una influencia significativa. Una porosidad aumentada o más alta se asocia habitualmente a una menor densidad de impresión y brillo de impresión. Una porosidad inferior puede conducir a un aumento de brillo y suavidad.

En vista de lo anterior, todavía existe la necesidad de proporcionar productos de carga minerales y procedimientos para su preparación que puedan reducir o evitar uno o más de los inconvenientes técnicos anteriormente mencionados. Especialmente, todavía existe la necesidad de proporcionar nuevos procesos eficientes para fabricar materiales o cargas que contengan carbonato de calcio que tengan una baja susceptibilidad a la captación de agua y humedad residual. Además, sería deseable proporcionar un procedimiento más eficiente en cuanto a la energía. Adicionalmente, sería deseable proporcionar productos de carga minerales y procesos para su preparación que tengan una porosidad menor o un bajo volumen de poro.

Es por lo tanto, un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para fabricar un material que contiene carbonato de calcio que pueda procesarse en un material que tiene una baja susceptibilidad a la captación de agua y humedad residual. Otro objeto puede verse también en la provisión de un procedimiento altamente eficiente para la provisión de un producto de carga mineral.

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

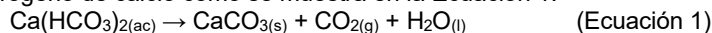
De acuerdo con un primer aspecto, se proporciona un procedimiento para fabricar un material que contiene carbonato de calcio que comprende las siguientes etapas:

- a) proporcionar un material que contiene carbonato de calcio húmedo particulado, dicho material
  - i) teniendo un contenido de humedad de más del 65 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo, y
  - ii) no conteniendo dispersante o conteniendo una cantidad sub-eficaz de dispersante,
- b) reducir el contenido de humedad del material que contiene carbonato de calcio húmedo de la etapa a), retirando de esta manera una parte de la materia soluble en agua presente en el material que contiene carbonato de calcio húmedo particulado, en donde la humedad se retira con medios mecánicos a una temperatura en el intervalo de más de 0 °C a 65 °C en una o más etapas en al menos un 10 % y en cualquier caso a un contenido de humedad reducido de menos del 65 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo;
- c) concentrar térmicamente el material que contiene carbonato de calcio húmedo con el contenido de humedad reducido de la etapa b) a una temperatura en el intervalo de -100 °C a 100 °C hasta un contenido de humedad final no superior al 1,0 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio y tratar el material que contiene carbonato de calcio obtenido en la etapa c) con un agente hidrofobizante seleccionado del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido behénico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico y mezclas de los mismos.

Los inventores encontraron sorprendentemente que el procedimiento de secado en dos etapas como se especifica en el presente documento proporciona varias ventajas inesperadas. El procedimiento implica la retirada de la humedad con medios mecánicos a un contenido de humedad reducido de menos del 65 por ciento en peso y una etapa posterior de secado térmico. Los productos obtenidos mediante el procedimiento anterior de dos etapas de la invención proporcionan propiedades diferentes y superiores en comparación con los correspondientes materiales de relleno de carbonato de calcio que se secan con un método convencional (secado térmico de la correspondiente suspensión baja en sólidos en una o más etapas únicamente).

Sin pretender estar unidos a ninguna teoría, se asume que los iones o la materia soluble en agua que están contenidos en la suspensión de carbonato de calcio influyen en las propiedades del producto final y especialmente en las propiedades superficiales del producto seco. Más exactamente, se asume que al concentrar la fase acuosa de la suspensión, es decir, durante el secado, dichos iones y materia soluble en agua se agregan en la superficie de las partículas minerales y/o influyen en el procedimiento de cristalización que tiene lugar durante el secado y/o influyen en o apoyan la formación de puentes químicos. Una de dichas reacciones podría ser la descomposición de

carbonato de hidrógeno de calcio como se muestra en la Ecuación 1.



Ya que esta reacción depende de la temperatura, la etapa b) debe llevarse a cabo a una temperatura de no más de 65 °C y preferentemente a una temperatura de no más de 60 °C. Los procedimientos y las reacciones químicas anteriores también influyen en la porosidad y/o la compresibilidad del material de carbonato de calcio resultante.

Teniendo en cuenta lo anterior, queda claro que la etapa b) del proceso de secado de la invención se refiere al ajuste de la concentración de iones y materia soluble en agua en la suspensión a secarse. Obviamente, el secado térmico de una suspensión sin retirar parte de la fase acuosa conduciría a una concentración de la cantidad "completa" de iones y materia soluble en agua y, por lo tanto, a otro producto o un producto diferente. De acuerdo con el procedimiento de la invención, es necesario retirar una parte mínima especificada del contenido de humedad del material de partida húmedo que contiene carbonato de calcio que tiene un contenido de humedad de más del 65 % en peso, retirando de esta manera una parte de la materia soluble en agua presente en el material que contiene carbonato de calcio húmedo particulado. La retirada de acuerdo con el procedimiento de la invención se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de más de 0 °C a 65 °C, preferentemente a una temperatura en el intervalo de más de 0 °C a 60 °C, y requiere una reducción de humedad en al menos un 10 % (basado en el peso de la fase húmeda o agua) y en cualquier caso una reducción de la humedad hasta un contenido de humedad inferior al 65 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo. Esto significa que el contenido de humedad en la etapa b) debe reducirse en cualquier caso en al menos un 10 % (por ejemplo del 66 % en peso al 60 % en peso) y en cualquier caso a un contenido de humedad de menos del 65 % en peso. Por consiguiente, ni una reducción de humedad de, por ejemplo el 66 % en peso al 64 % en peso (sin disminución del 10 %) estarían cubiertos por el proceso de la invención, ni una reducción de, por ejemplo el 75 % en peso al 66 % en peso (cantidad mínima del 65 % en peso no alcanzada). El material carbonato de calcio aún húmedo resultante contiene una cantidad significativamente reducida de iones y materia soluble en agua y se seca térmicamente de acuerdo con el proceso de la invención hasta un contenido de humedad final no superior al 1,0 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo. Después de todo, el material de carbonato de calcio obtenido se trata con un agente hidrofobizante seleccionado del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido behénico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico y mezclas de los mismos. El material de carbonato de calcio obtenido de esta manera tiene una porosidad reducida en comparación con un producto que se seca térmicamente sin una etapa previa de separación mecánica. Se asume que la superficie del material de carbonato de calcio que puede obtenerse por el proceso de la invención es más lisa debido a menos productos de reacción superficial o modificaciones superficiales y, por lo tanto, hay menos "fricción" entre las partículas generando a una menor porosidad del material particulado.

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona un material que contiene carbonato de calcio. Dicho material puede obtenerse mediante el proceso de la invención y se trata con un agente hidrofobizante. Las propiedades del material ventajosas obtenidas por medio del proceso de la invención resultan especialmente evidentes a partir del material correspondiente tratado de hidrofobamente que muestra una excelente baja susceptibilidad a la captación de humedad y tiene una humedad residual muy baja.

Otro aspecto de la presente invención se refiere a un material particulado que contiene carbonato de calcio que tiene un valor de tamaño de partícula medio en peso  $d_{50}$  en el intervalo de 0,9 a 2,0  $\mu\text{m}$ , en donde el material que contiene carbonato de calcio tiene una susceptibilidad a la sorción de humedad inferior a 0,5 mg/g después del tratamiento con un agente hidrofobizante y tiene un volumen de poros específico total de menos de 0,84  $\text{cm}^3/\text{g}$  antes del tratamiento con dicho agente hidrofobizante.

Aspectos adicionales de la presente invención se refieren al uso del material que contiene carbonato de calcio de la invención en papel, en un material polimérico termoplástico y en un material polimérico termoendurecible. Las propiedades anteriormente mencionadas del material de carbonato de calcio de la invención, especialmente las propiedades de captación de baja humedad y el bajo contenido de humedad, hacen que estos materiales sean excelentes cargas para materiales plásticos donde la humedad puede tener efectos perjudiciales durante el procesamiento.

Adicionalmente, las propiedades mencionadas anteriormente del material de carbonato de calcio de la invención, especialmente la baja porosidad, hacen que estos materiales sean excelentes rellenos para aplicaciones en papel en las cuales una alta porosidad puede tener efectos perjudiciales, tales como menor densidad de impresión y brillo de impresión. Se sabe que una porosidad reducida como la observada para el material de carbonato de calcio de la invención aumenta el brillo, la suavidad y el brillo de impresión.

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

A menos que se especifique lo contrario, los términos "secado" y "seco" se refieren a un proceso de acuerdo con el cual se retira al menos una parte de agua de manera que se alcance un peso constante a 120 °C. Además, un material "seco" puede definirse adicionalmente por su contenido de humedad total que, a menos que se especifique lo contrario, es menor o igual al 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 preferentemente entre el 0,03 y el 0,07 % en peso, basado en el peso total del material seco.

El "contenido de humedad total" de un material se refiere al porcentaje de humedad (es decir, agua) que se puede desorber de una muestra después de un calentamiento a 220 °C. El procedimiento exacto para medir el contenido de humedad total se describe en lo sucesivo en el presente documento.

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.

La "susceptibilidad a la captación de humedad" o "susceptibilidad a la sorción de humedad" de un material se refiere a la cantidad de humedad absorbida en la superficie de dicho material dentro de un cierto tiempo tras la exposición a una atmósfera húmeda definida y se expresa en mg/g. La susceptibilidad a la captación de humedad de un material de acuerdo con la presente invención puede determinarse en mg de humedad/g después de la exposición a una atmósfera del 10 y el 85 % de humedad relativa, respectivamente, durante 2,5 horas a una temperatura de +23 °C ( $\pm 2$  °C). Para este propósito, la muestra se mantiene primero en una atmósfera de humedad relativa del 10 % durante 2,5 horas, después la atmósfera se cambia al 85 % de humedad relativa, en la cual la muestra se mantiene durante otras 2,5 horas. A continuación se utiliza el aumento de peso entre 10 y 85 % de humedad relativa para calcular la captación de humedad en mg de humedad/g de muestra. La susceptibilidad a la captación de humedad en mg/g dividida por la superficie específica en  $\text{m}^2/\text{g}$  (método BET) corresponde a la "susceptibilidad normalizada a la captación de humedad" expresada en  $\text{mg}/\text{m}^2$  de la muestra.

La frase "temperatura de inicio volátil" en el sentido de la presente solicitud se refiere a una temperatura a la cual los volátiles - incluidos los volátiles introducidos como resultado del presente proceso - empiezan a desprenderse, de acuerdo con se observa en una curva termogravimétrica (TGA), representando la masa de la muestra restante (eje y) en función de la temperatura (eje x), definiéndose en lo sucesivo la preparación e interpretación de dicha curva en la parte experimental.

A lo largo de la presente solicitud, el tamaño de partícula de una fracción de un material particulado se describe por su distribución de tamaño de partícula. 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 de  $d_{98}$  (también denominado "corte superior") es el tamaño de partícula en el cual 98 % en peso de todas las partículas de una fracción son menores que el valor indicado. El valor de  $d_{50}$  es, por lo tanto, el "tamaño de partícula medio en peso" en el cual 50 % en peso de todas las partículas son menores que el tamaño de partícula indicado.

El término "carga" en el sentido de la presente invención se refiere a sustancias que pueden añadirse a los materiales, tales como polímeros, elastómeros, pinturas o adhesivos, por ejemplo, para reducir el consumo de materiales más costosos o para mejorar las propiedades materiales o mecánicas de los productos resultantes. La persona experta en la materia conoce muy bien las cargas, típicamente cargas minerales, utilizadas en el campo respectivo.

A menos que se especifique lo contrario, el término "porosidad" o "volumen de poro específico" de acuerdo con la presente invención se refiere a la porosidad total o acumulativa o el volumen de poro del material que contiene carbonato de calcio en forma no tratada (sin revestimiento hidrófobo), medido con porosimetría de intrusión de mercurio.

Cuando se utiliza un artículo indefinido o definido cuando se hace referencia a un sustantivo singular, por ejemplo, "un/una" o "el/la", esto incluye un plural de ese sustantivo, a menos que se especifique otra cosa.

Cuando se utiliza el término "que comprende" en la presente descripción y en las reivindicaciones, éste no excluye otros elementos. Para los propósitos de la presente invención, se considera que el término "que consiste en" es una realización preferida del término "que comprende". Si a continuación se define un grupo como comprende al menos un cierto número de realizaciones, esto también debe entenderse como la descripción de un grupo, que preferentemente consiste solamente en estas realizaciones.

Términos como "obtenible" o "definible" y "obtenido" o "definido" se utilizan indistintamente. Esto significa, por ejemplo, que, a menos que el contexto indique claramente lo contrario, el término "obtenido" no significa que, por ejemplo, una realización debe ser obtenida, por ejemplo, a través de la secuencia de pasos que se encuentra después del término "obtenido" aunque dicho entendimiento limitado siempre está incluido por los términos "obtenido" o "definido" como una realización preferida.

A continuación se describirán con más detalle las realizaciones preferidas del procedimiento de la invención para fabricar un material que contiene carbonato de calcio. Debe entenderse que estos detalles e realizaciones se aplican también al material que contiene carbonato de calcio propiamente dicho, así como al uso de dicho producto en cualquiera de las aplicaciones descritas.

De acuerdo con una realización de la invención, el material que contiene carbonato de calcio húmedo de la etapa a)

tiene un contenido de humedad de más del 70 % en peso, preferentemente de más del 75 % en peso y más preferentemente de más del 80 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo.

5 De acuerdo con otra realización preferida de la invención, el contenido de humedad del material que contiene carbonato de calcio húmedo en la etapa b) se reduce a un contenido de humedad reducido de menos del 60 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo, preferentemente de menos del 50 % en peso, más preferentemente de menos del 40 % en peso e incluso más preferentemente de menos del 30 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo.

10 En algunas realizaciones del proceso de la invención, el material que contiene carbonato de calcio húmedo de la etapa a) tiene un contenido de humedad de más del 70 % en peso y se reduce en la etapa b) a un contenido de humedad reducido de menos del 60 %, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo, preferentemente de menos del 50 % en peso, más preferentemente de menos del 40 % en peso e incluso más preferentemente de menos del 30 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo. En algunas realizaciones del proceso de la invención, el material que contiene carbonato de calcio húmedo de la etapa a) tiene un contenido de humedad de más del 75 % en peso y se reduce en la etapa b) a un contenido de humedad reducido de menos del 60 %, basado en el peso del material húmedo que contiene carbonato de calcio, preferentemente de menos del 50 % en peso, más preferentemente de menos del 40 % en peso e incluso más preferentemente de menos del 30 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo. En algunas realizaciones del proceso de la invención, el material que contiene carbonato de calcio húmedo de la etapa a) tiene un contenido de humedad de más del 80 % en peso y se reduce en la etapa b) hasta un contenido de humedad reducido de menos del 60 %, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo, preferentemente de menos del 50 % en peso, más preferentemente de menos del 40 % en peso e incluso más preferentemente de menos del 30 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo. Puede preferirse de acuerdo con la presente invención que el contenido de humedad del material que contiene carbonato de calcio húmedo en la etapa b) disminuya por medios mecánicos en una o más etapas en al menos un 30 %, preferentemente en al menos un 50 %, más preferentemente en al menos un 60 % y más preferentemente al menos un 70 %.

30 De acuerdo con una realización de la invención, el material que contiene carbonato de calcio húmedo se concentra térmicamente en la etapa c) hasta que un contenido de humedad final no superior al 0,5 % en peso, más preferentemente de no más del 0,2 % en peso, incluso más preferentemente de no más del 0,1 % en peso y lo más preferido de no más del 0,07 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo.

35 De acuerdo con otra realización preferida de la invención, el material particulado que contiene carbonato de calcio húmedo de la etapa a) se selecciona del grupo que consiste en material de carbonato de calcio molido en húmedo, material de carbonato de calcio molido en seco y humedecido, material de carbonato de calcio precipitado (PCC, por sus siglas en inglés) o una mezcla de los materiales de carbonato de calcio anteriores.

40 Además, se ha encontrado de acuerdo con la presente invención que puede ser ventajoso que el material que contiene carbonato de calcio obtenido después de la etapa b) (concentración con medios mecánicos) sea lavada una o más veces con agua desionizada antes de la etapa de secado térmico c) . El lavado puede realizarse diluyendo el material que contiene carbonato de calcio obtenido después de la etapa b) con agua desionizada y retirando de nuevo la cantidad añadida de agua con medios mecánicos. Esta etapa puede llevarse a cabo una vez o dos o más veces.

50 De acuerdo con la presente invención el material que contiene carbonato de calcio obtenido en la etapa c) se trata con un agente hidrofobizante seleccionado del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido behénico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico y mezclas de los mismos. El tratamiento con el agente hidrofobizante se lleva a cabo preferentemente a temperatura elevada de tal manera que el agente hidrofobizante se encuentra en estado líquido o fundido y preferentemente se lleva a cabo a una temperatura de al menos 50 °C, más preferentemente de al menos 75 °C, incluso más preferentemente entre 50 °C y 200 °C y lo más preferentemente entre 70 °C y 110 °C. Se contempla de acuerdo con la presente invención que el tratamiento con el agente hidrofobizante se lleve a cabo preferentemente antes, durante y/o después de la desaglomeración del material que contiene carbonato de calcio, lo más preferentemente durante la desaglomeración.

60 La cantidad de agente hidrofobizante añadido al material que contiene carbonato de calcio puede estar en el intervalo del 0,05 % en peso al 2,0 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio. Generalmente, cuando el ángulo de contacto con el agua es mayor que 90°, la superficie es "hidrófoba" en el sentido de la presente solicitud. El ángulo de contacto se puede medir de acuerdo con el método de la gota sésil utilizando un analizador de ángulo de contacto comercial controlado por software. Se pueden usar agua desionizada y ultrafiltrada para las mediciones. Una gota de agua de 5 µl puede depositarse sobre un sustrato horizontal y después de 65 el equilibrio los ángulos de contacto se pueden medir utilizando un software basado en vídeo. Dicho sustrato horizontal puede ser un comprimido que se hace con 11,5 g de la muestra correspondiente que se presiona a una

tableta, por ejemplo, en una placa de aluminio con un diámetro de 40 mm y una altura de 7 mm, utilizando, por ejemplo, una prensa TP40/20 (Herzog) a 400 kN.

5 El material particulado inorgánico que se proporciona en la etapa a) tiene preferentemente un valor de diámetro de partícula medio en peso  $d_{50}$  de 0,1 a 5  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 0,1 a 2,5  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de 0,1 a 2,0  $\mu\text{m}$  y lo más preferentemente de 0,3 a 1,8  $\mu\text{m}$ , medido de acuerdo con el método de sedimentación.

10 De acuerdo con otra realización preferida de la invención, los medios mecánicos utilizados para la etapa b) incluyen uno o más de una centrífuga, un dispositivo de filtración, un filtro giratorio de vacío, una prensa de filtro y/o una prensa de tubo y/o en donde la concentración de la etapa c) se lleva a cabo con uno o más de un secador por pulverización y un intercambiador de calor, secador de chorro, horno, secador de compartimiento, secador de vacío, secador de microondas y/o liofilizador.

15 De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, el método de la invención para fabricar un material que contiene carbonato de calcio se utiliza para reducir la susceptibilidad a la captación de humedad de materiales que contienen carbonato de calcio.

20 El material que contiene carbonato de calcio de la invención que se puede obtener mediante el proceso de la invención descrito en el presente documento tiene una susceptibilidad a la captación de humedad de menos de 0,5 mg/g y preferentemente de menos de 0,3 mg/g.

25 De acuerdo con otro aspecto más de la presente invención, el método de la invención para fabricar un material que contiene carbonato de calcio se usa para reducir la porosidad de materiales que contienen carbonato de calcio. Los materiales que contienen carbonato de calcio de la invención con una porosidad reducida o un volumen de poros son específicamente adecuados para ser incorporados como carga en papel.

30 Un material de carbonato de calcio especialmente preferido proporcionado de acuerdo con la presente invención puede caracterizarse como un material particulado que tiene un valor de tamaño de partícula medio en peso  $d_{50}$  de 0,9 a 2,0  $\mu\text{m}$  y que tiene una susceptibilidad a la sorción de humedad de menos de 0,5 mg/g después de tratamiento con un agente hidrofobizante. Adicionalmente, el material particulado que contiene carbonato de calcio puede tener un volumen de poros específico total inferior a 0,84  $\text{cm}^3/\text{g}$  antes del tratamiento con dicho agente hidrofobizante.

35 De acuerdo con una realización preferida, el material particulado que contiene carbonato de calcio de la invención tiene una susceptibilidad a la sorción de humedad de menos de 0,3 mg/g después del tratamiento con un agente hidrofobizante. El volumen de poros específico total del material en partículas que contiene carbonato de calcio es preferentemente de menos de 0,83  $\text{cm}^3/\text{g}$ , preferentemente de menos de 0,82  $\text{cm}^3/\text{g}$ , más preferentemente de menos de 0,81  $\text{cm}^3/\text{g}$  e incluso más preferentemente de menos de 0,80  $\text{cm}^3/\text{g}$  antes del tratamiento con dicho agente hidrofobizante. El volumen de poro específico total especificado en el presente documento preferentemente se proporciona para un material particulado que contiene carbonato de calcio que tiene un valor de tamaño de partícula medio en  $d_{50}$  de 1,2 a 1,9  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 1,4 a 1,8  $\mu\text{m}$  y más preferentemente de 1,6 a 1,8  $\mu\text{m}$ .

40 De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona un material polimérico termoplástico que comprende un material polimérico termoplástico, preferentemente un material de película de poliolefina, más preferentemente un material de película de polietileno transpirable y en donde el material que contiene carbonato de calcio revestido hidrófobamente de acuerdo con la presente invención se usa como una carga. El material polimérico termoplástico comprende preferentemente el material que contiene carbonato de calcio en una cantidad del 1 al 60 % en peso, preferentemente en una cantidad del 10 al 45 % en peso, basado en el material polimérico termoplástico.

45 De acuerdo con otro aspecto más de la presente invención, se proporciona un material polimérico termoendurecible que comprende un material polimérico termoendurecible, preferentemente un polímero termoendurecible seleccionado de polímeros termoplásticos, resinas epoxi, poliuretanos, elastómeros, tales como materiales de caucho natural y/o sintético y poliésteres, tales como PET y en donde el material que contiene carbonato de calcio revestido hidrófobamente de acuerdo con la presente invención se usa como una carga. El material polimérico termoendurecible de acuerdo con la presente invención comprende el material que contiene carbonato de calcio preferentemente en una cantidad del 1 al 60 % en peso, preferentemente en una cantidad del 2 al 25 % en peso, basado en el material polimérico termoendurecible.

50 A continuación, se describirán con más detalle las etapas respectivas y las realizaciones preferidas correspondientes del procedimiento de la invención. Debe entenderse que estos detalles e realizaciones se aplican también al material que contiene carbonato de calcio propiamente dicho, así como al uso de dicho producto en cualquiera de las aplicaciones descritas.

#### Etapa a) del proceso

65 De acuerdo con la etapa a) del proceso se proporciona un material que contiene carbonato de calcio particulado húmedo. En general, dicho material que contiene carbonato de calcio puede ser cualquier fuente de carbonato de calcio y puede ser de origen natural o no natural.

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

5 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 más preferentemente al menos un 90 % en peso, y lo más preferentemente del 90 al 98 % en peso de carbonato de calcio, basado en el peso total de dicho material que contiene carbonato de calcio.

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

15 De acuerdo con una realización preferida, el material que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) se selecciona del grupo que consiste en mármol, piedra caliza, tiza y mezclas de los mismos. De acuerdo con otra realización preferida de la invención, el material que contiene carbonato de calcio húmedo particulado de la etapa a) se selecciona del grupo que consiste en material de carbonato de calcio molido en húmedo, material de carbonato de calcio molido en seco y humedecido, material de carbonato de calcio precipitado (PCC) o una mezcla de los materiales de carbonato de calcio anteriores.

20 De acuerdo con otra realización preferida de la invención, el material húmedo particulado que contiene carbonato de calcio se selecciona del grupo que consiste en material de carbonato de calcio molido en húmedo, material de carbonato de calcio molido en seco y humedecido o una mezcla de los materiales de carbonato de calcio anteriores.

25 De acuerdo con otra realización preferida de la invención, el material que contiene carbonato de calcio húmedo particulado proporcionado en la etapa a) tiene un valor de diámetro de tamaño de partícula medio en peso  $d_{50}$  de 1 a 100  $\mu\text{m}$ .

30 En los casos donde el carbonato de calcio es de origen no natural, el carbonato de calcio puede ser carbonato de calcio precipitado (PCC). Un PCC en el sentido de la presente invención es un material sintetizado, obtenido generalmente por precipitación tras una reacción de dióxido de carbono e hidróxido de calcio (cal hidratada) en un medio acuoso o por precipitación de una fuente de calcio y carbonato en agua. Adicionalmente, el carbonato de calcio precipitado puede ser también el producto de la introducción de sales de calcio y carbonato, cloruro de calcio y carbonato sódico, por ejemplo, en un medio acuoso. El PCC puede ser vaterita, calcita o aragonita. Los PCC se describen, por ejemplo, en los documentos EP 2 447 213, EP 2 524 898, EP 2 371 766 o la solicitud de patente europea no publicada N.º 12 164 041.1.

40 De manera adecuada, el material que contiene carbonato de calcio de la etapa a) se proporciona en forma húmeda en partículas. De acuerdo con la presente invención esto significa que se proporciona una suspensión o pasta de bajo contenido en sólidos, teniendo dicha suspensión o pasta un contenido de humedad de más del 65 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo. Esto corresponde a un contenido de sólidos de menos del 35 % en peso, basado en el peso del material húmedo que contiene carbonato de calcio. En vista de lo anterior, el proceso de la invención es adecuado para procesar pastas o suspensiones que contienen carbonato de calcio de bajo contenido en sólidos en un material que contiene carbonato de calcio seco. El material húmedo particulado que contiene carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) de acuerdo con una realización preferida de la presente invención tiene un contenido de humedad de más del 70 % en peso, preferentemente de más del 75 % en peso y más preferentemente de más del 80 % en peso, basado en el peso del material húmedo que contiene carbonato de calcio.

50 El material que contiene carbonato de calcio puede proporcionarse como un material triturado, por ejemplo, en forma triturada, molida o pre-molida. El material particulado inorgánico que se proporciona en la etapa a) tiene preferentemente un valor de diámetro de partícula medio en peso  $d_{50}$  de 0,1 a 5  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 0,1 a 2,5  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de 0,1 a 2,0  $\mu\text{m}$  y lo más preferentemente de 0,3 a 1,8  $\mu\text{m}$ , medido de acuerdo con el método de sedimentación descrito en el presente documento. Además, el material particulado inorgánico que se proporciona en la etapa a) tiene preferentemente un corte superior  $d_{98}$  de menos de 10  $\mu\text{m}$ , preferentemente de menos de 5  $\mu\text{m}$ . El residuo de partículas que tienen un diámetro de 45  $\mu\text{m}$  o más, preferentemente de 20  $\mu\text{m}$  o más, puede alternativamente o adicionalmente ser menor que 3 ppm.

60 De acuerdo con la presente invención, el material que contiene carbonato de calcio húmedo particulado no contiene dispersante o una cantidad sub-eficaz de dispersante. Una "cantidad sub-eficaz de dispersante" en el sentido de la presente invención corresponde a una cantidad de dispersante que no causa ninguna influencia o cambio medible de la viscosidad del material que contiene carbonato de calcio húmedo, es decir, la suspensión que contiene los sólidos de carbonato de calcio. En otras palabras, la viscosidad del material que contiene carbonato de calcio húmedo que contiene una cantidad sub-eficaz de dispersante es sustancialmente la misma que en la ausencia completa de un dispersante. Una cantidad sub-eficaz de dispersante es típicamente menor que aproximadamente un 0,05 % en peso, basado en el material que contiene carbonato de calcio seco, por ejemplo, menos de



aproximadamente un 0,02 % en peso, menos de aproximadamente un 0,01 % en peso, basado en el material que contiene carbonato de calcio seco. Un “dispersante” en el sentido de la presente invención es, por ejemplo, un poli(meta)acrilato de sodio, polifosfato sódico y derivados y mezclas de los anteriores.

- 5 El material de carbonato de calcio húmedo proporcionado en la etapa a) de acuerdo con el método de la invención se somete a la etapa de reducción mecánica de la humedad b).

Etapa b) del proceso

10 De acuerdo con la etapa b) del proceso, se reduce el contenido de humedad del material que contiene carbonato de calcio húmedo de la etapa a), en donde se retira una parte de la materia soluble en agua presente en el material que contiene carbonato de calcio húmedo particulado. La humedad se retira de acuerdo con la etapa b) con medios mecánicos a una temperatura en el intervalo entre 0 °C y 65 °C, preferentemente a una temperatura en el intervalo de más de 0 °C a 60 °C, en una o más etapas en al menos un 10 % y en cualquier caso a un contenido de humedad reducido de menos del 65 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo.

15 Como se ha expuesto anteriormente en detalle, se requiere de acuerdo con el método de la invención que se consiga una reducción de la humedad de al menos el 10 % y, adicionalmente, que el contenido de humedad reducido después de la etapa b) sea inferior al 65 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo. La reducción de la humedad con medios mecánicos puede llevarse a cabo con técnicas bien conocidas incluyendo filtración y centrifugación. Las técnicas mecánicas adecuadas incluyen también filtración en

20 vacío, filtración a presión y similares. Los medios mecánicos correspondientes que se pueden usar para la etapa b) incluyen una o más de una centrífuga, un dispositivo de filtración, un filtro de vacío rotativo, una prensa de filtro y/o una prensa de tubo.

25 La reducción requerida del contenido de humedad en la etapa b) puede conseguirse en una etapa o en varias etapas, por ejemplo, dos, tres o más etapas. Puede resultar especialmente ventajoso utilizar dos o más etapas si una reducción de humedad más significativa, por ejemplo, de al menos el 15 %, al menos el 20 %, al menos el 30 %, al menos el 50 %, al menos el 60 % o al menos el 70 %, basado en el peso de la fase acuosa del material de carbonato de calcio húmedo se debe conseguir en la etapa b). Se puede preferir que el contenido de humedad del material que contiene carbonato de calcio húmedo en la etapa b) se reduzca a un contenido de humedad reducido

30 de menos del 60 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo, preferentemente de menos del 50 % en peso, más preferentemente de menos del 40 % en peso e incluso más preferentemente de menos del 30 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo.

35 El intervalo preferido de temperaturas a aplicarse durante la etapa b) se determina por la capacidad de procesamiento de la humedad (agua) por una parte (más de 0 °C requerido) y, por otra parte, debido a la inestabilidad térmica de ciertos iones en la fase acuosa, tal como carbonato de hidrógeno,  $\text{HCO}_3^-$ .

40 La “materia soluble en agua” que se retira por ejemplo por filtración o centrifugación comprende iones. Por consiguiente, la aplicación de la etapa de reducción mecánica de humedad o deshidratación en una extensión especificada o hasta un valor mínimo conduce a un cambio de la proporción original de iones en el agua y sólidos en el agua. Al quitar parte de los iones y mantener el contenido de sólidos originales, la proporción o el porcentaje de la “materia soluble en agua” o los iones se reduce, mientras que la cantidad absoluta de sólidos en la suspensión permanece esencialmente constante. Como se ha expuesto anteriormente, los inventores de la presente invención

45 encontraron que los iones o la materia soluble en agua que están contenidos en la suspensión de carbonato de calcio influyen en las propiedades del producto final. Se supone que tras la concentración térmica de la fase acuosa de la suspensión, dichos iones y la materia soluble en agua experimentan diferentes procedimientos físico-químicos sobre la superficie de las partículas de carbonato de calcio. Estos procedimientos pueden, por ejemplo, tener un impacto sobre la porosidad del material particulado seco y también influyen en el comportamiento de agregación de dichas partículas debido, por ejemplo, a menos cristalización durante el secado en presencia de materia o iones

50 menos solubles en agua.

55 En vista de las observaciones anteriores, queda claro que la etapa b) y los límites y/o parámetros definidos en ella son cruciales para el procedimiento de la invención y también para las propiedades del producto obtenible mediante dicho proceso.

Etapa c) del proceso

60 El proceso de la invención comprende además la etapa c) de secado. En dicha etapa de secado, el material de carbonato de calcio húmedo con el contenido de humedad reducido obtenido en la etapa b) se seca para obtener el material que contiene carbonato de calcio que se va a producir.

65 Durante la etapa de secado c), el material que contiene carbonato de calcio húmedo con el contenido de humedad reducido de la etapa b) se concentra térmicamente a una temperatura en el intervalo de -100 °C a 100 °C hasta un contenido de humedad final no superior al 1,0 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio. Si se requiere o se prefiere, la humedad puede retirarse hasta un contenido de humedad total menor que o

igual a 0,5 % en peso, más preferentemente menor que o igual a 0,2 % en peso y lo más preferentemente entre 0,03 y 0,07 %, basado en el peso total del material seco. Típicamente, el material de carbonato de calcio húmedo con el contenido de humedad reducido utilizado para la etapa de procedimiento c) de acuerdo con la presente invención tampoco contiene ningún dispersante o una cantidad sub-eficaz de dispersante. En otras palabras, normalmente no se añade ningún dispersante antes de la etapa de secado c).

Típicamente, la etapa de secado de acuerdo con el proceso de la invención puede llevarse a cabo por cualquier método de secado térmico conocido por el experto en la materia. La etapa de secado se puede llevar a cabo con uno o más de un secador por pulverización y un intercambiador de calor, secador de chorro, horno, secador de compartimiento, secador de vacío, secador de microondas y/o liofilizador.

De acuerdo con una realización, la etapa de secado c) es una etapa de secado por pulverización, en la cual dicha etapa de secado por pulverización se lleva a cabo a una temperatura que varía de 90 °C a 130 °C y preferentemente de 100 °C a 120 °C.

Mediante la etapa de secado c), se obtiene un relleno mineral seco que tiene un contenido de humedad total bajo que es menor o igual al 1,0 % en peso, basado en el peso total de dicho relleno mineral seco. De acuerdo con otra realización, el relleno mineral seco de la etapa c) tiene un contenido de humedad total inferior o igual al 0,5 % en peso y preferentemente inferior o igual a 0,2 % en peso, basado en el peso total de dicho relleno mineral seco. De acuerdo con otra realización, el relleno mineral seco de la etapa c) tiene un contenido de humedad total 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 dicho relleno mineral seco.

La carga mineral seca obtenido en la etapa c) de acuerdo con un aspecto de la presente invención es un material particulado que tiene un valor de tamaño de partícula medio en peso  $d_{50}$  de 0,9 a 2,0  $\mu\text{m}$  y que tiene un volumen de poro específico total inferior a 0,84  $\text{cm}^3/\text{g}$ . El volumen de poro específico total del material que contiene carbonato de calcio particulado obtenido después de la etapa de secado térmico preferentemente es menor que 0,83  $\text{cm}^3/\text{g}$ , preferentemente menor que 0,82  $\text{cm}^3/\text{g}$ , más preferentemente menor que 0,81  $\text{cm}^3/\text{g}$  e incluso más preferentemente menor que 0,80  $\text{cm}^3/\text{g}$ . El material de carga mineral con un volumen de poros específico total inferior a 0,84  $\text{cm}^3/\text{g}$  tiene preferentemente un valor de tamaño de partícula medio en peso  $d_{50}$  de 1,2 a 1,9  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 1,4 a 1,8  $\mu\text{m}$  y más preferentemente de 1,6 a 1,8  $\mu\text{m}$ .

De acuerdo con una realización preferida de la invención, el material que contiene carbonato de calcio se desagrega durante el proceso de secado, preferentemente al final del procedimiento de secado y/o durante o después de una etapa de hidrofobización posterior tal como se describe en el presente documento.

#### Tratamiento con agente hidrofobizante

De acuerdo con la presente invención el material que contiene carbonato de calcio obtenido en la etapa c) se trata con un agente hidrofobizante seleccionado del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido behénico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico y mezclas de los mismos. El tratamiento con el agente hidrofobizante se lleva a cabo preferentemente a temperatura elevada de tal manera que el agente hidrofobizante se encuentra en estado líquido o fundido y preferentemente se lleva a cabo a una temperatura de al menos 50 °C, más preferentemente de al menos 75 °C, incluso más preferentemente entre 50 °C y 200 °C y lo más preferentemente entre 70 °C y 170 °C. En algunas realizaciones adicionales del proceso de la invención, la temperatura en la etapa de tratamiento varía de 70 °C a 140 °C, preferentemente de 70 °C a 130 °C, y más preferentemente de 80 °C a 125 °C, dependiendo de la elección del material de revestimiento hidrófobo. Preferentemente, el agente hidrofobizante durante la etapa de tratamiento está en forma líquida fundida.

Se contempla de acuerdo con la presente invención que el tratamiento con el agente hidrofobizante se lleve a cabo preferentemente antes, durante y/o después de la desaglomeración del material que contiene carbonato de calcio, lo más preferentemente durante la desaglomeración. 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 c) se lleva a cabo de esta manera en una unidad de secado que comprende una cámara de secado y el agente hidrofobizante se pone en contacto con la carga mineral seca por adición de dicho agente en la cámara de secado.

Se asume que las fuerzas de cizallamiento aplicadas durante la fase final del proceso de secado y/o durante la aplicación del agente hidrofobizante promueven la reducción del contenido de humedad total del material que contiene carbonato de calcio.

Por medio de dicha etapa de tratamiento, se forma una capa de tratamiento sobre al menos parte de la superficie del material que contiene el carbonato de calcio obtenido. El agente hidrofobizante se selecciona del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido behénico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, sales de los mismos y mezclas de los mismos, y preferentemente es ácido esteárico y/o una sal del mismo.

La cantidad de agente hidrofobizante añadida al material que contiene carbonato de calcio puede estar en el intervalo del 0,05 % en peso al 2,0 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio.

5 Mediante el tratamiento con un agente o agentes hidrofobizantes, se obtiene una carga mineral que tiene una susceptibilidad a la humedad muy baja. Más precisamente, de acuerdo con un aspecto de la presente invención, el material particulado que contiene carbonato de calcio de la invención tiene una susceptibilidad a la sorción de humedad de menos de 0,5 mg/g y preferentemente de menos de 0,3 mg/g después del tratamiento con un agente hidrofobizante.

10 El material que contiene carbonato de calcio y su uso

Los inventores descubrieron sorprendentemente que de acuerdo con el proceso de la invención, puede obtenerse un material que contiene carbonato de calcio que, especialmente cuando se trata con un agente hidrofobizante de acuerdo con la presente invención, proporciona una baja captación de humedad en comparación con métodos convencionales. También la porosidad y compresibilidad del material del material que contiene carbonato de calcio secado se puede ajustar o modificar mediante el proceso de la invención.

20 Tal como ya se ha descrito anteriormente, la susceptibilidad a la captación de humedad de un material se refiere a la cantidad de humedad absorbida en la superficie de dicho material y se expresa en mg de humedad/g absorbida en una muestra tras la exposición a una atmósfera húmeda definida. De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, el método de la invención para fabricar un material que contiene carbonato de calcio se utiliza para reducir la captación de humedad o la susceptibilidad a la captación de humedad de materiales que contienen carbonato de calcio.

25 El material que contiene carbonato de calcio de la invención que puede obtenerse mediante el proceso de la invención descrito en el presente documento tiene una susceptibilidad a la captación de humedad menor que 0,5 mg/g y preferentemente de menos de 0,3 mg/g.

30 En algunos casos particulares como, por ejemplo, en el caso de áreas superficiales específicas altas del material que contiene carbonato de calcio, la susceptibilidad a la captación de humedad puede definirse adecuadamente sobre la base de la superficie específica de dicho producto (denominada como la susceptibilidad normalizada a la captación de humedad).

35 De acuerdo con una realización de la presente invención, dicho material que contiene carbonato de calcio tiene una susceptibilidad normalizada a la captación de humedad inferior o igual a  $0,18 \text{ mg/m}^2$ , preferentemente menor o igual que  $0,17 \text{ mg/m}^2$ , más preferentemente menor o igual que  $0,16 \text{ mg/m}^2$ , y lo más preferentemente menor o igual a  $0,15 \text{ mg/m}^2$ , basado en la superficie específica de dicho producto medida por el método de nitrógeno BET.

40 De acuerdo con otra realización de la presente invención, dicho material que contiene carbonato de calcio tiene una susceptibilidad normalizada a la captación de humedad de  $0,1$  a  $0,18 \text{ mg/m}^2$ , preferentemente de  $0,11$  a  $0,17 \text{ mg/m}^2$ , y lo más preferentemente de  $0,12$  a  $0,16 \text{ mg/m}^2$ , basado en la superficie específica de dicho producto medida por el método de nitrógeno BET.

45 De acuerdo con otra realización de la presente invención, dicho material que contiene carbonato de calcio tiene un área superficial específica que varía de  $0,1$  a  $20,0 \text{ m}^2/\text{g}$  y más preferentemente de  $3,0$  a  $14,0 \text{ m}^2/\text{g}$  de acuerdo con se mide por el método de nitrógeno BET. Mediante el proceso de la invención, puede conseguirse un bajo contenido de volátiles totales y, en particular, una alta temperatura de inicio volátil.

50 En una realización, el material que contiene carbonato de calcio de acuerdo con la presente invención puede tener una temperatura de inicio volátil de al menos o igual a  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ , preferentemente al menos o igual a  $230 \text{ }^\circ\text{C}$  y más preferentemente al menos o igual a  $250 \text{ }^\circ\text{C}$ . Estos valores se refieren asimismo al producto obtenible mediante la etapa de tratamiento con un agente hidrofobizante.

55 De acuerdo con la presente invención, se contempla que el material que contiene carbonato de calcio secado y tratado hidrófobamente obtenible mediante el proceso de la invención se utiliza como una carga, preferentemente como una carga en materiales termoplásticos o materiales termoendurecibles. De acuerdo con la presente invención, se proporciona un material polimérico termoplástico que comprende un material polimérico termoplástico, preferentemente un material de película de poliolefina, más preferentemente un material de película de polietileno transpirable, y el material que contiene carbonato de calcio recubierto hidrófobamente de acuerdo con la presente invención. El material polimérico termoplástico comprende preferentemente el material que contiene carbonato de calcio en una cantidad del 1 a 60 % en peso, preferentemente en una cantidad del 10 al 45 % en peso, basado en el material polimérico termoplástico. De acuerdo con otra realización de la presente invención, se proporciona un material polimérico termoendurecible que comprende un material polimérico termoendurecible, preferentemente un polímero termoendurecible seleccionado de polímeros duroplásticos, resinas epoxi, poliuretanos, elastómeros, tales como materiales de caucho natural y/o sintético y poliésteres, tal como PET y el material que contiene carbonato de calcio revestido hidrófobamente de acuerdo con la presente invención. El material polimérico termoendurecible de

acuerdo con la presente invención comprende el material que contiene carbonato de calcio preferentemente en una cantidad del 1 al 60 % en peso, preferentemente en una cantidad del 2 al 25 % en peso, basado en el material polimérico termoendurecible.

5 El material que contiene carbonato de calcio de la invención puede utilizarse en una composición polimérica, en la fabricación de papel, revestimientos de papel, aplicaciones agrícolas, pinturas, adhesivos, selladores, aplicaciones de construcción y/o aplicaciones cosméticas, preferentemente dicho material que contiene carbonato de calcio se utiliza en una composición polimérica.

10 Ya que el material que contiene carbonato de calcio tiene una susceptibilidad baja a la baja captación de humedad, puede utilizarse ventajosamente en revestimientos de papel para ajustar las propiedades de impresión de un papel revestido. Adicionalmente, el material que contiene carbonato de calcio también puede utilizarse en pinturas exteriores y pinturas de baño que pueden conducir a una reducción en el crecimiento de moho en las superficies que se tratan con dichas pinturas. Adicionalmente, la susceptibilidad baja a la captación de humedad mejora la  
15 estabilidad durante el almacenamiento del material de carga correspondiente.

El uso del material que contiene carbonato de calcio de acuerdo con la presente invención como material de carga en aplicaciones poliméricas puede ser de particular ventaja. Durante el procesamiento de materiales plásticos que contienen cargas cualquier humedad que se está añadiendo junto con el relleno al material plástico puede tener  
20 efectos no deseados ya que la humedad puede evaporarse durante el procesamiento del material plástico, por ejemplo, durante la extrusión en estado fundido o el soplado en estado fundido. En otras palabras, un mayor contenido de humedad total del material de carga puede afectar la calidad del producto plástico resultante. Por ejemplo, dicha carga puede utilizarse en polímeros termoplásticos, tales como cloruro de polivinilo, poliolefinas y poliestireno que pueden permitir una mayor carga de relleno en comparación con cargas de carbonato de calcio  
25 convencionales.

Además, el material que contiene carbonato de calcio también puede utilizarse en revestimientos poliméricos que pueden aplicarse sobre la superficie de artículos poliméricos, tales como láminas, con el fin de aumentar la hidrofobicidad (por ejemplo, reflejada por un ángulo de contacto incrementado medido contra el agua) de dicha  
30 superficie.

De acuerdo con otra realización, el material termoplástico es una poliolefina, cloruro de polivinilo o poliestireno. Dicha poliolefina puede ser un polietileno o polipropileno. De acuerdo con aún otra realización, el material polimérico es cloruro de polivinilo o poliestireno.  
35

El material polimérico de la presente invención puede utilizarse en una serie de procesos que incluyen la fabricación de películas sopladas, láminas o perfiles de tuberías, en procesos tales como la extrusión de tuberías, perfiles, cables, fibras o similares, y en el moldeado por compresión, moldeado por inyección, termoformado, moldeado por soplado, moldeado por rotación, etc.  
40

En este sentido, dicho material polimérico puede utilizarse directamente en la fabricación de artículos poliméricos. Por lo tanto, en una realización de la presente invención, el material polimérico (termoplástico o termoendurecible) comprende el material que contiene carbonato de calcio en una cantidad del 1 al 50 % en peso, preferentemente del 5 al 45 % en peso y lo más preferentemente del 10 al 40 % en peso, basado en el peso total del material polimérico.  
45

En una realización alternativa, el material polimérico termoplástico puede usarse como una mezcla maestra.

La expresión "mezcla maestra" se refiere a una composición que tiene una concentración del material que contiene carbonato de calcio que es más alta que la concentración en el material polimérico utilizado para preparar el producto de aplicación final. Es decir, la mezcla maestra se diluye adicionalmente para obtener un material polimérico que sea adecuado para preparar el producto de aplicación final.  
50

Por ejemplo, un material polimérico de acuerdo con la presente invención adecuado para su uso como una mezcla maestra comprende el material que contiene carbonato de calcio en una cantidad del 50 al 95 % en peso, preferentemente del 60 al 95 % en peso, y más preferentemente del 70 al 95 % en peso, basado en el peso total del material polimérico.  
55

Finalmente, el material de carbonato de calcio de la invención con porosidad total reducida puede utilizarse ventajosamente como una carga en papel. En este contexto, se indica que una menor porosidad del material de carga conduce a un aumento de brillo y suavidad.  
60

### **Ejemplos**

El alcance y el interés de la invención pueden comprenderse mejor a partir de los siguientes ejemplos que pretenden  
65 ilustrar realizaciones de la presente invención. Sin embargo, no deben interpretarse como una limitación al alcance de las reivindicaciones de ninguna manera.

Distribución de tamaño de partícula

5 El tamaño de partícula medio en peso  $d_{50}$  tal como se utiliza en el presente documento se determina basado en las mediciones realizadas utilizando un instrumento Sedigraph™ 5100 de Micromeritics Instrument Corporation. El método y el instrumento son conocidos por el experto en la materia y se utilizan comúnmente para determinar el tamaño de partícula de cargas y pigmentos. La medición se lleva a cabo en una solución acuosa al 0,1 % en peso de  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ . Las muestras se dispersan utilizando un agitador de alta velocidad y supersónica. Las muestras hidrofobizadas tienen que calentarse primero a 400 °C durante 5 horas en un horno para retirar el revestimiento hidrófobo.

Área de superficie específica de un material BET

15 De acuerdo con la presente invención, se determina la superficie específica (expresada en  $\text{m}^2/\text{g}$ ) de una carga mineral utilizando el método BET (utilizando nitrógeno como gas adsorbente), que es bien conocido por el experto en la materia (ISO 9277:1995). La superficie total (en  $\text{m}^2$ ) de la carga mineral puede obtenerse multiplicando la superficie específica (en  $\text{m}^2/\text{g}$ ) y la masa (en g) de la carga mineral.

Susceptibilidad a la captación de humedad

20 La susceptibilidad a la captación de humedad de un material de acuerdo con la presente invención puede determinarse en mg de humedad/g después de la exposición a una atmósfera de 10 y 85 % de humedad relativa, respectivamente, durante 2,5 horas a una temperatura de +23 °C ( $\pm 2$  °C). Con este fin, la muestra se mantiene primero en una atmósfera de humedad relativa del 10 % durante 2,5 horas, después la atmósfera se cambia a 85 % de humedad relativa, en la cual la muestra se mantiene durante otras 2,5 horas. A continuación se utiliza el aumento de peso entre 10 y 85 % de humedad relativa para calcular la captación de humedad en mg de humedad/g de la muestra. La susceptibilidad a la captación de humedad en mg/g dividida por el área superficial específica en  $\text{m}^2$  (método BET) corresponde a la "susceptibilidad normalizada a la captación de humedad" expresada en  $\text{mg}/\text{m}^2$  de la muestra.

Contenido de humedad total

30 El contenido de humedad total de la carga se mide de acuerdo con el método de titulación coulométrico de Karl Fischer, desorbiendo la humedad en un horno a 220 °C durante 10 minutos y haciéndolo pasar continuamente en un coulómetro KF (Titulador KF Coulométrico C3 Mettler Toledo, combinado con el horno Mettler DO 0337) usando nitrógeno seco a 100 ml/min durante 10 minutos. Debe registrarse una curva de calibración utilizando agua y debe tenerse en cuenta un blanco de 10 minutos de flujo de nitrógeno sin una muestra.

Prueba de Porosimetría

40 La porosidad o volumen de poro se mide usando un porosímetro de mercurio Micromeritics Autopore IV 9500 que tiene una presión máxima aplicada de mercurio de 414 MPa (60 000 psi). El tiempo de equilibrio utilizado a cada presión es de 60 segundos. Aproximadamente 0,3 g de material de muestra se sella en un penetrómetro de polvo de cámara de 5  $\text{cm}^3$  para análisis. Los datos se corrigen para la expansión del penetrómetro de compresión de mercurio y la compresión del material de muestra utilizando un software Pore-Comp (Gane, P.A.C., Kettle, J.P., Matthews, G.P. y Ridgway, C.J., "Void Space Structure of Compressible Polymer Spheres and Consolidated Calcium Carbonate Paper-Coating Formulations", Industrial and Engineering Chemistry Research, 35 (5), 1996, páginas 753-1764). La porosidad de las muestras se mide en forma de polvo o en forma de una torta obtenida de filtrar/comprimir el material de muestra, en donde la muestra tiene un contenido de humedad no superior al 1,0 % en peso, basado en el peso de la muestra a medir.

MaterialesMármol utilizado como material de partida ("mármol")

55 Se utilizó mármol de la región de Carrara, Italia, que comprendía un 99,6 % en peso de  $\text{CaCO}_3$ , un 0,35 % en peso de silicatos y un 0,05 % de pirita como material de partida. El tamaño de partícula medio en peso  $d_{50}$  fue de aproximadamente 45  $\mu\text{m}$  (medido por tamices). La superficie BET fue menos de 1,0  $\text{m}^2/\text{g}$ .

Mármol obtenido después de molienda ("suspensión de mármol")

60 La "suspensión de mármol" tal como se utiliza para las pruebas descritas a continuación se produjo moliendo en húmedo el "mármol" especificado anteriormente a un contenido de humedad del 80 % en peso de sólidos, basado en el peso de carbonato de calcio húmedo, en agua corriente (20 °dH) en ausencia de cualquier dispersante en un molino de perlas agitado (perlas de 1 - 3 mm compuestas por dióxido de zirconio) con un volumen de molienda de 4,5  $\text{m}^3$ . La "suspensión de mármol" obtenida contenía material de carbonato de calcio que tenía un diámetro medio

en peso  $d_{50}$  de 1,7  $\mu\text{m}$  ( $d_{98}$  8,5  $\mu\text{m}$ ,  $d_{80}$  de 2,6  $\mu\text{m}$ ,  $d_{20}$  de 0,5  $\mu\text{m}$ ). La superficie BET se midió y fue de 3,8  $\text{m}^2/\text{g}$ . La temperatura durante la molienda aumentó de 22  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$  en la entrada del molino a 56  $^{\circ}\text{C} \pm 5$   $^{\circ}\text{C}$  a la salida del molino. El contenido de humedad final de la “suspensión de mármol” obtenida después de la molienda fue del 79,6 % en peso.

5

Pruebas

**Prueba N.º 1 (invención)**

10 La “suspensión de mármol” que tenía un contenido de humedad del 79,6 %, basado en el peso del material de carbonato de calcio húmedo, se concentró primero mecánicamente hasta un 50 % en peso de humedad utilizando una centrífuga. En una segunda etapa, el contenido de material de carbonato de calcio húmedo concentrado mecánicamente se concentró térmicamente hasta un 0,11 % en peso de contenido de humedad residual utilizando un secador por pulverización Niro. Mediante el correspondiente proceso se obtuvo un polvo (prueba N.º 1).

15

Con el fin de producir un producto tratado hidrófobamente, se añadieron 500 g del polvo secado por pulverización (prueba N.º 1) a un mezclador MTI y la muestra se calentó durante 5 minutos a 120  $^{\circ}\text{C}$  y 3000 rpm. En lo sucesivo, se introdujo al mezclador un 0,85 % en peso, basado en el peso del polvo secado por pulverización (prueba N.º 1), de una combinación de ácido palmítico y ácido esteárico (2:1 molar). Los contenidos del mezclador se mezclaron a 20  $^{\circ}\text{C}$  a una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un periodo de 5 minutos.

20

**Prueba N.º 2 (comparativa)**

25 La “suspensión de mármol” que tenía un contenido de humedad del 79,6 %, basado en el peso del material de carbonato de calcio húmedo, se ajustó mecánicamente hasta 65 % en peso de humedad utilizando una centrífuga. En una segunda etapa, el contenido de material de carbonato de calcio húmedo concentrado mecánicamente se concentró térmicamente hasta un 0,09 % en peso de contenido de humedad residual utilizando un secador por pulverización Niro. Mediante el correspondiente procedimiento se obtuvo un polvo (prueba N.º 2).

25

30 Con el fin de producir un producto tratado hidrófobamente, se añadieron 500 g del polvo secado por pulverización (prueba N.º 2) a un mezclador MTI y la muestra se calentó durante 5 minutos a 120  $^{\circ}\text{C}$  y 3000 rpm. En lo sucesivo, se introdujo al mezclador un 0,85 % en peso, basado en el peso del polvo secado por pulverización (prueba N.º 2), de una combinación de ácido palmítico y ácido esteárico (2:1 molar). Los contenidos del mezclador se mezclaron a 120  $^{\circ}\text{C}$  a una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un periodo de 5 minutos.

35

**Prueba N.º 3 (comparativa)**

40 La “suspensión de mármol” que tenía un contenido de humedad del 79,6 %, basado en el peso del material de carbonato de calcio húmedo, se concentró térmicamente hasta un 0,09 % en peso de contenido de humedad residual utilizando un secador por pulverización Niro. Mediante el correspondiente procedimiento se obtuvo un polvo (prueba N.º 3).

40

45 Con el fin de producir un producto tratado hidrófobamente, se añadieron 500 g del polvo secado por pulverización (prueba N.º 3) a un mezclador MTI y la muestra se calentó durante 5 minutos a 120  $^{\circ}\text{C}$  y 3000 rpm. En lo sucesivo, se introdujo al mezclador un 0,85 % en peso, basado en el peso del polvo secado por pulverización (prueba N.º 3), de una combinación de ácido palmítico y ácido esteárico (2:1 molar). Los contenidos del mezclador se mezclaron a 120  $^{\circ}\text{C}$  a una velocidad de agitación de 3000 rpm durante un periodo de 5 minutos.

45

Resultados

50

Se determinaron el volumen total de poro específico de los productos respectivos resultantes de la prueba N.º 1, de la prueba N.º 2 y de la prueba N.º 3 antes del tratamiento con el agente hidrofobizante y se muestran en la tabla 1 a continuación.

55

Tabla 1 - Comparación del volumen de poro total

	<b>Prueba N.º 3</b>	<b>Prueba N.º 2</b>	<b>Prueba N.º 1</b>
<b>Contenido de humedad antes del tratamiento térmico [% en peso]</b>	80	65	50
<b>Volumen total de poros específico de polvo no tratado [<math>\text{cm}^3/\text{g}</math>]</b>	0,918	0,844	0,794

Se determinó la susceptibilidad a la captación de humedad de los productos respectivos resultantes de la prueba N.º 1, la prueba N.º 2 y la prueba N.º 3 después del tratamiento con el agente hidrofobizante y se muestra en la tabla 2 a continuación.

60

Tabla 2 - Comparación de la susceptibilidad a la captación de humedad

	<b>Prueba N.º 3</b>	<b>Prueba N.º 2</b>	<b>Prueba N.º 1</b>
<b>Contenido de humedad antes del tratamiento térmico [% en peso]</b>	80	65	50
<b>Susceptibilidad a la captación de humedad de polvo tratado hidrófobamente [mg/g CaCO<sub>3</sub>]</b>	0,9758	0,4853	0,3796

5 Para demostrar la correlación entre la concentración de materia soluble en agua o iones en la fase acuosa y las propiedades de sorción de humedad del producto seco, se llevaron a cabo varios experimentos. Durante estos experimentos se comparó la susceptibilidad a la humedad de un material que contenía carbonato de calcio obtenida secando térmicamente una suspensión de bajo contenido en sólidos (comparativa) y obtenida por medio del proceso de dos etapas de la invención. Los resultados obtenidos mediante las correspondientes pruebas parecen apoyar claramente el hallazgo sorprendente de los inventores, a saber, que el procedimiento de dos etapas específico reivindicado en la presente invención conduce a diferentes productos que tienen propiedades mejoradas, especialmente un volumen de poro total reducido y una susceptibilidad a la captación de humedad reducida. Los resultados obtenidos se reflejan también en las figuras 1 y 2 que muestran el volumen total de poros de la prueba N.º 1, la prueba N.º 2 y la prueba N.º 3 (figura 1), así como la distribución del volumen de poros de dichas pruebas (figura 2).

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para fabricar un material que contiene carbonato de calcio que comprende las siguientes etapas:

- 5 a) proporcionar un material que contiene carbonato de calcio húmedo particulado, dicho material
- i) teniendo un contenido de humedad de más del 65 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo, y
- 10 ii) no conteniendo dispersante o conteniendo una cantidad sub-eficaz de dispersante;
- b) reducir el contenido de humedad del material que contiene carbonato de calcio húmedo de la etapa a), retirando de esta manera una parte de la materia soluble en agua presente en el material que contiene carbonato de calcio húmedo particulado, en donde la humedad se retira con medios mecánicos a una temperatura en el intervalo de más de 0 °C a 65 °C en una o más etapas en al menos un 10 % y en cualquier caso a un contenido de humedad reducido de menos del 65 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo;
- 15 c) concentrar térmicamente el material que contiene carbonato de calcio húmedo con el contenido de humedad reducido de la etapa b) a una temperatura en el intervalo de -100 °C a 100 °C hasta un contenido de humedad final no superior al 1,0 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio,
- 20

y tratar el material que contiene carbonato de calcio obtenido en la etapa c) con un agente hidrofobizante seleccionado del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido behénico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico y mezclas de los mismos.

25 2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el material que contiene carbonato de calcio húmedo de la etapa a) tiene un contenido de humedad de más del 70 % en peso, preferentemente de más del 75 % en peso y más preferentemente de más del 80 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo.

30 3. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en donde el contenido de humedad del material que contiene carbonato de calcio húmedo en la etapa b) se reduce a un contenido de humedad reducido de menos del 60 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo, preferentemente de menos del 50 % en peso, más preferentemente de menos del 40 % en peso e incluso más preferentemente de menos del 30 % en peso, basado en el peso del material que contiene carbonato de calcio húmedo.

35 4. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el material que contiene carbonato de calcio húmedo se concentra térmicamente en la etapa c) hasta un contenido de humedad final no superior al 0,5 % en peso, más preferentemente de no más del 0,2 % en peso, aún más preferentemente de no más del 0,1 % en peso y lo más preferido en no más del 0,07 % en peso, basado en el peso del material húmedo que contiene carbonato de calcio.

40

5. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el contenido de humedad del material que contiene carbonato de calcio húmedo en la etapa b) se reduce en una o más etapas en al menos un 30 %, preferentemente en al menos un 50 %, más preferentemente en al menos un 60 % y lo más preferentemente en al menos un 70 %.

45

6. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el tratamiento con el agente hidrofobizante se lleva a cabo a temperatura elevada de tal manera que el agente hidrofobizante se encuentre en estado líquido o fundido y preferentemente se lleva a cabo a una temperatura de al menos 50 °C, más preferentemente de al menos 75 °C, incluso más preferentemente entre 50 °C y 200 °C y lo más preferentemente entre 70 °C y 110 °C.

50

7. Un material que contiene carbonato de calcio obtenible mediante el proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el material que contiene carbonato de calcio tiene una susceptibilidad a la sorción de humedad de menos de 0,5 mg/g, medida después de la exposición a una atmósfera del 10 y el 85 % de humedad relativa, respectivamente, durante 2,5 horas a una temperatura de +23 °C ( $\pm 2$  °C), en donde la muestra se mantiene primero en una atmósfera de humedad relativa del 10 % durante 2,5 horas, después la atmósfera se cambia a 85 % de humedad relativa, en la cual la muestra se mantiene durante otras 2,5 horas, en donde se utiliza el aumento de peso entre el 10 y el 85 % de humedad relativa para calcular la captación de humedad en mg de humedad/g de la muestra.

55

60

8. El material que contiene carbonato de calcio de acuerdo con la reivindicación 7, en donde el material que contiene carbonato de calcio tiene una susceptibilidad a la sorción de humedad de menos de 0,3 mg/g.

65 9. El material que contiene carbonato de calcio de acuerdo con las reivindicaciones 7 u 8, en donde el material que contiene carbonato de calcio tiene un valor de tamaño de partícula medio en peso  $d_{50}$  en el



## ES 2 701 827 T3

intervalo de 0,9 a 2,0  $\mu\text{m}$  y tiene un volumen de poros específico total de menos de 0,84  $\text{cm}^3/\text{g}$  antes del tratamiento con dicho agente hidrofobizante.

- 5 10. El material que contiene carbonato de calcio de acuerdo con las reivindicaciones 7 a 9, en donde el material que contiene carbonato de calcio tiene un volumen de poro específico total de menos de 0,83  $\text{cm}^3/\text{g}$ , preferentemente de menos de 0,82  $\text{cm}^3/\text{g}$ , más preferentemente de menos de 0,81  $\text{cm}^3/\text{g}$  e incluso más preferentemente de menos de 0,80  $\text{cm}^3/\text{g}$  antes del tratamiento con dicho agente hidrofobizante.
- 10 11. El material particulado que contiene carbonato de calcio de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, en donde el material que contiene carbonato de calcio tiene un valor de tamaño de partícula medio en peso  $d_{50}$  de 1,2 a 1,9  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 1,4 a 1,8  $\mu\text{m}$  y más preferentemente de 1,6 a 1,8  $\mu\text{m}$ .
- 15 12. Uso del proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6 para reducir la susceptibilidad a la sorción de humedad de materiales que contienen carbonato cálcico.
13. Uso del proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6 para reducir la porosidad de los materiales que contienen carbonato de calcio.
- 20 14. Uso de un material particulado que contiene carbonato de calcio de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11 como una carga en composiciones poliméricas, en la fabricación de papel, revestimientos de papel, aplicaciones agrícolas, pinturas, adhesivos, sellantes, aplicaciones de construcción y/o aplicaciones cosméticas.

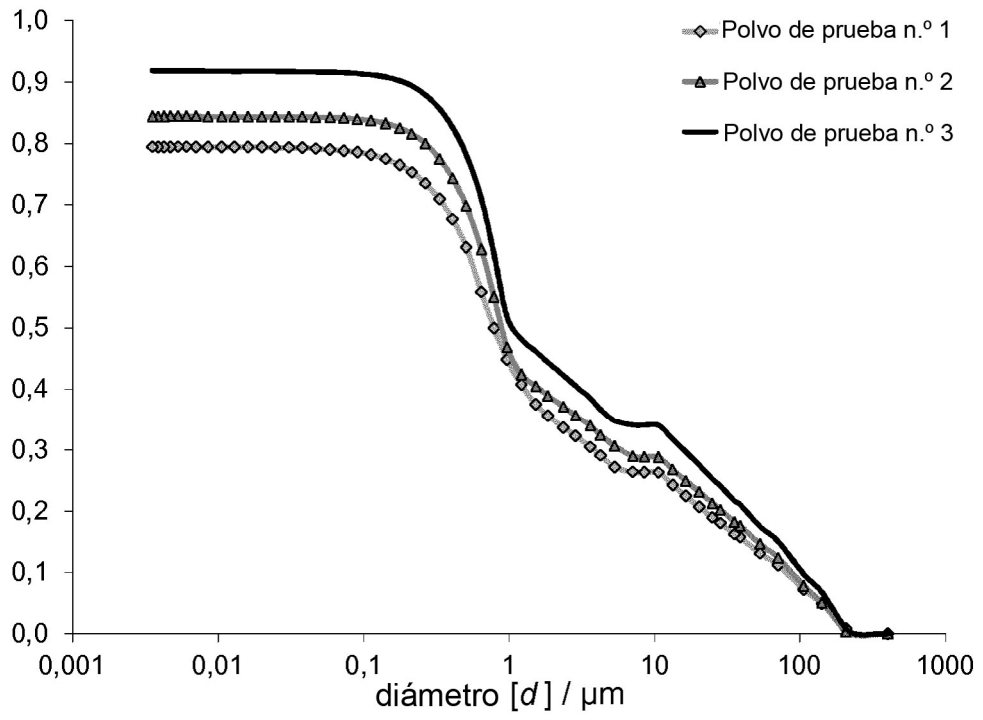


Figura 1 - Volumen total de poro

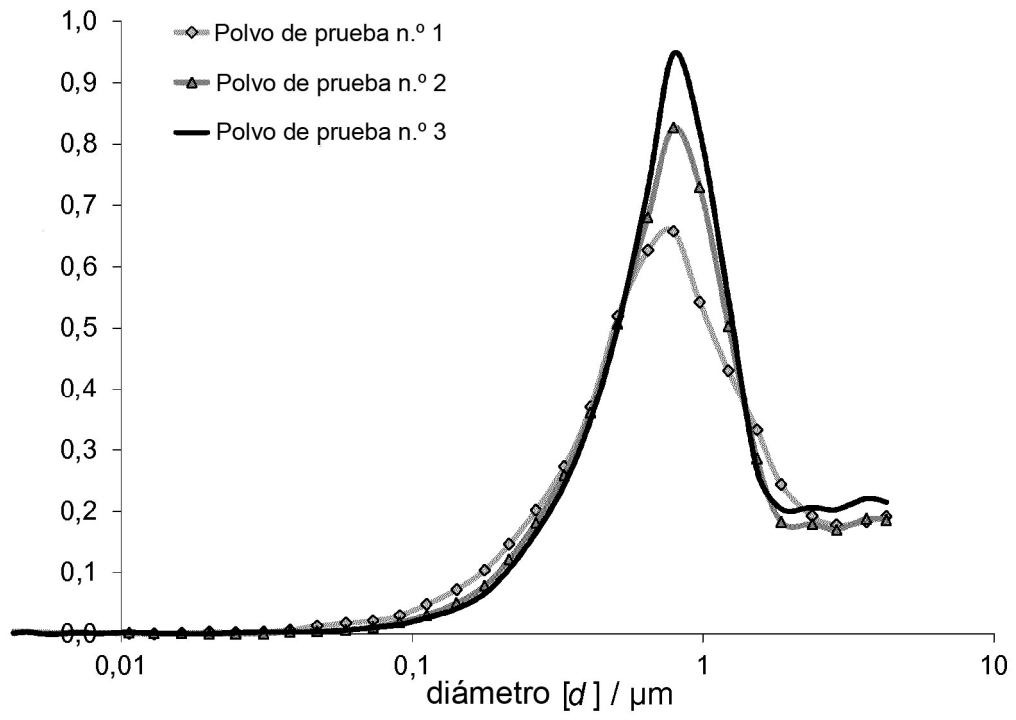


Figura 2 - Distribución del volumen de poro