

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 732 812**

51 Int. Cl.:

**C01F 11/00** (2006.01)

**C09C 1/02** (2006.01)

**C08K 9/00** (2006.01)

**C08K 9/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.09.2009 PCT/US2009/056055**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.03.2010 WO10030579**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.09.2009 E 09813486 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.03.2019 EP 2349929**

54 Título: **Composiciones de carbonato de calcio tratadas con ácido esteárico que tienen bajo o ningún ácido esteárico libre detectable y métodos relacionados**

30 Prioridad:

**12.09.2008 US 96613 P**

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

**26.11.2019**

73 Titular/es:

**IMERYS PIGMENTS, INC. (100.0%)  
100 Mansell Court East, Suite 300  
Roswell, GA 30076, US**

72 Inventor/es:

**KHANNA, YASH, P.;  
TAYLOR, DAVID, A.;  
ANSTINE, DAVID, H. y  
PAYNTER, CHRISTOPHER, D.**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

ES 2 732 812 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

Composiciones de carbonato de calcio tratadas con ácido esteárico que tienen bajo o ningún ácido esteárico libre detectable y métodos relacionados.

Campo de la divulgación

- 5 Aquí se divulgan métodos para tratar el carbonato de calcio con ácido esteárico para producir composiciones de carbonato de calcio tratadas con ácido esteárico que tienen bajo o ningún ácido esteárico libre. Aquí también se divulgan composiciones de carbonato de calcio tratadas con ácido esteárico que tienen bajo o ningún ácido esteárico libre detectable.

Antecedentes de la divulgación

- 10 La presente divulgación se relaciona en general con métodos para tratar carbonato de calcio con ácido esteárico y composiciones de carbonato de calcio tratadas con ácido esteárico.

El carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) se puede considerar entre los rellenos/extensores más ampliamente utilizados para la industria de polímeros. Se puede obtener ya sea moliendo mineral de carbonato de calcio natural o por carbonatación de una solución de hidróxido de calcio. Debido a su naturaleza hidrofílica y que tiene una alta energía superficial de  $200 \text{ mJ/m}^2$ , puede ser incompatible con los polímeros hidrófobos más comunes, por ejemplo, como el polietileno (PE) y el polipropileno (PP), que pueden exhibir una energía superficial baja de aproximadamente  $35 \text{ mJ/m}^2$ . Mientras que las partículas más grandes que tienen un tamaño medio de partículas, por ejemplo,  $(d_{50}) \geq 3 \mu\text{m}$ , pueden incorporarse a los polímeros, las partículas más pequeñas, en virtud de las interacciones mejoradas entre partícula-partícula, tienden a aglomerarse, lo que puede conducir a la dispersión y/o problemas de rendimiento. Además, la captación de humedad por el carbonato de calcio puede plantear problemas adicionales durante la manipulación y el procesamiento. Como resultado, puede ser deseable hacer que la superficie del carbonato de calcio sea hidrófoba mediante un tratamiento con modificadores de superficie, siendo el más común el ácido esteárico (SA). Puede desearse que se aplique una cantidad mínima de recubrimiento al carbonato de calcio, en particular, una cantidad que solo cubra la superficie de la partícula de carbonato de calcio. Esta cantidad mínima, altamente dependiente del área de superficie del mineral, a veces se denomina "concentración de monocapa". En el caso de un sistema de carbonato de calcio-SA, se puede agregar una concentración de monocapa de SA para reducir SA sin reaccionar/libre en el producto final. Sin embargo, prácticamente todas las calidades convencionales recubiertas de carbonato de calcio-SA tienen algunos SA sin reaccionar/libres, en parte debido a una reacción incompleta, y/o en parte debido a condiciones de mezcla menos que ideales y/o la adición de un exceso de SA al carbonato de calcio. Los métodos convencionales para tratar el carbonato de calcio con SA pueden, por lo tanto, a menudo dar como resultado un SA residual, sin reaccionar o libre en el volumen y/o en la superficie del carbonato de calcio tratado. El documento WPI Abstract 1974-78657V describe el tratamiento de la tiza con una cantidad de ácido graso en la que el ácido graso se agrega a la tiza con un contenido de humedad del 0.55-1.0%, seguido de la molienda. El documento WO 03/037796 A1 describe un proceso para purificar el subproducto rico en carbonato de calcio generado en procesos industriales en los que parte del proceso comprende dispersar el carbonato de calcio en un tanque de pasta, en el que la pasta se calienta seguida de la adición de una emulsión caliente o una solución de derivados ácido graso o sus sales.

Utilizando métodos disponibles para los expertos en la técnica y divulgados aquí, la presencia de SA libre/sin reaccionar y o residual es detectable en muestras comercialmente disponibles y recubiertas en laboratorio de carbonato de calcio tratadas con ácido esteárico. Por ejemplo, se mezcló una muestra de carbonato de calcio que tiene un tamaño de partícula medio ( $d_{50}$ ) de  $3 \mu\text{m}$  con SA en forma de perlas suministradas por Chemtura Corporation a una concentración de monocapa 1X (aproximadamente 0.5% en peso con respecto al peso total de la mezcla) utilizando un método de Recubrimiento por Fusión en Seco convencional descrito aquí, que puede ser representativo de procesos convencionales para tratar carbonato de calcio con SA. Aunque el propósito de limitar la cantidad de SA agregada al carbonato de calcio a la concentración de recubrimiento de monocapa 1X fue evitar cualquier SA sin reaccionar/libre, este último no se pudo evitar completamente como se muestra en las pruebas. Por ejemplo, como se muestra en la Figura 1, la calorimetría de barrido diferencial de alta sensibilidad (DSC) detectó una cantidad menor de SA en el carbonato de calcio Recubierto por Fusión en Seco, que muestra la temperatura de transición de fusión ( $T_m$ ) a aproximadamente  $69^\circ\text{C}$  que es característica de la SA de partida. La Figura 2 muestra un pico termogravimétrico diferencial a aproximadamente  $175^\circ\text{C}$ , que es la temperatura que corresponde a SA sin reaccionar/libre. La presencia de SA de partida se evidencia aún más mediante los barridos de ToF-SIMS que se muestran en la Figura 3, que muestran un pequeño pico  $m/z$  a 285, lo que es indicativo de la presencia de ácido esteárico en la muestra Recubierta por Fusión en Seco. Por lo tanto, aunque se agregó SA a la muestra en la concentración de monocapa utilizando el método de Recubrimiento por Fusión en Seco, en el carbonato de calcio tratado con ácido esteárico se encuentran cantidades detectables de ácido esteárico sin reaccionar/libre.

La presencia de SA libre asociado con carbonato de calcio recubierto puede ser indeseable por varias razones. Por ejemplo, el SA residual no adherido en composiciones de carbonato de calcio tratadas con SA puede interferir con los procesos corriente abajo. El SA sin reaccionar puede conducir, por ejemplo, a la generación de humo, a emisiones indeseables al medio ambiente y/o a la acumulación de troqueles del extrusor en las aplicaciones de

procesamiento de polímeros. Además, el rendimiento del producto puede verse afectado negativamente debido a la estética de la superficie y la adherencia. Además, las propiedades de los plásticos que contienen carbonato de calcio recubierto con SA pueden verse afectadas negativamente. Por lo tanto, por al menos las razones mencionadas anteriormente, una composición de carbonato de calcio con SA libre o bajo puede ser deseable.

- 5 Por consiguiente, puede haber un deseo de proporcionar un método para tratar el carbonato de calcio para aumentar su compatibilidad con otros materiales en aplicaciones corriente abajo, mientras se reduce o elimina la cantidad de SA residual asociada con el carbonato de calcio tratado. Se ha encontrado sorprendentemente que un método acuoso novedoso para recubrir carbonato de calcio bajo algunas condiciones de mezcla puede reducir o eliminar SA libres en composiciones de carbonato de calcio tratadas con SA, incluso cuando se agrega SA en exceso de las concentraciones de monocapa.

#### Análisis térmico

- 15 Para la calorimetría de barrido diferencial (DSC), se utilizó un sistema STARe de Mettler-Toledo, Inc. equipado con un sensor FRS5. A menos que se especifique lo contrario, todas las muestras se realizaron en un intervalo de temperatura de -70°C a 200°C a una tasa de calentamiento de 20°C/min bajo un flujo de gas de purga de nitrógeno de 200 cc/min. Se utilizó un crisol de aluminio puro de 40 µl de capacidad engarzado con una tapa que contiene orificios para todos los experimentos. Se usó una tasa de calentamiento de 20°C/min y un tamaño de muestra de 60-150 mg para mejorar la capacidad de detección y la precisión del análisis cuantitativo.

- 20 El análisis termogravimétrico (TGA) se realizó en un modelo METTLER-TOLEDO TGA/DSC 1 utilizando el software MAXRES™ desde temperatura ambiente hasta 600°C, utilizando aproximadamente una muestra de 30 mg en una bandeja de aluminio. Las tasas de calentamiento mínimas y máximas fueron de 0.25°C/min y 20°C/min, respectivamente.

#### Análisis de superficie

- 25 Los datos de Espectrometría de Masas de Iones Secundarios de Tiempo de Vuelo (ToF-SIMS) se adquirieron en un instrumento del modelo Trift III de Physical Electronics (Chanhassen, MN, EE. UU.) que usa un haz de iones primario pulsado de 22 keV <sup>197</sup>Au<sup>+</sup>. Las muestras se desviaron a aproximadamente +3 kV para extraer los iones positivos generados en la muestra por el haz de iones primario en el espectrómetro de masas de tiempo de vuelo. Los espectros se calibraron utilizando fragmentos comunes de hidrocarburos de baja masa como CH<sub>3</sub><sup>+</sup>, C<sub>2</sub>H<sub>3</sub><sup>+</sup> y C<sub>3</sub>H<sub>5</sub><sup>+</sup>. Se utilizó la compensación de carga mediante un cañón de electrones de baja energía para minimizar la carga de la muestra. La profundidad de muestreo de ToF-SIMS es generalmente de aproximadamente 10-20 Å.

- 30 Materiales de partida

- El SA utilizado para recubrir el polvo de carbonato de calcio estaba en forma de perlas obtenidas de Chemtura Corporation. A menos que se especifique lo contrario, el mineral base de carbonato de calcio utilizado fue un polvo de flujo libre con un tamaño de partícula medio (d<sub>50</sub>) de 3 µm suministrado por Imerys, que tiene un área de superficie de aproximadamente 3 m<sup>2</sup>/g medido a través del método BET con nitrógeno. Con base en el área de superficie, se puede calcular que se requiere aproximadamente 0.5% de SA para proporcionar una cobertura de monocapa, con base, por ejemplo, en una huella de SA de 25 Å<sup>2</sup> por molécula. La cobertura de estearato de monocapa se verificó independientemente mediante experimentos de tratamiento con solución. Al exponerse a una solución de SA en hexano, la muestra recubierta agota suficiente ácido para cubrir completamente la superficie disponible. El análisis de TGA del polvo resultante mostró que se recogió aproximadamente 0.5–0.6% de SA, lo que estuvo razonablemente de acuerdo con la cobertura de la monocapa teórica. Se prepararon y caracterizaron muestras de CaCO<sub>3</sub> con recubrimiento de concentración de monocapa (por ejemplo, "1X" que es aproximadamente igual a aproximadamente el 0.5%), así como concentraciones excesivas de recubrimiento (por ejemplo, "6X" que es aproximadamente igual a aproximadamente 3.0%). También se analizaron muestras comercialmente disponibles de condiciones de recubrimiento desconocidas.

- 45 Método de recubrimiento por fusión en seco

- De acuerdo con el método de Recubrimiento por Fusión en Seco, se prepararon lotes de aproximadamente 2 kg de tamaño agregando CaCO<sub>3</sub> a un mezclador de alta velocidad Papenmeier (capacidad de 8 litros) configurado a la velocidad máxima y a una temperatura de 82°C. Luego se añadió una cantidad designada de SA y se dejó mezclar durante 15 minutos. El material tratado se transfirió a una bandeja y se dejó enfriar. Posteriormente, el material se colocó de nuevo en el mezclador y se ejecutó durante 10 minutos sin calor como un paso de desaglomeración.

#### Método de recubrimiento húmedo/acuoso

- De acuerdo con un método de Recubrimiento Húmedo/Acuoso a manera de ejemplo, se prepararon lotes de aproximadamente 2 kg de tamaño por el método Húmedo/Acuoso. Aproximadamente 1/3 del carbonato de calcio se añadió a agua en cantidad suficiente para llevar la concentración de sólidos a aproximadamente 70% en peso. A esto le siguió la adición de la cantidad designada de SA, por ejemplo, que oscila entre aproximadamente 1X y aproximadamente 6X de monocapa, y se mezcló durante 10 minutos a temperatura ambiente utilizando la velocidad

máxima del mezclador Papenmeier. Luego se agregaron los 2/3 restantes del carbonato de calcio, aumentando la concentración de sólidos a aproximadamente 85%. La temperatura se elevó a 121°C mientras se mezclaba hasta que el material parecía seco. A continuación, la muestra se colocó en un horno a 120°C durante la noche para asegurar el secado. Posteriormente, el material se colocó nuevamente en el mezclador y durante 10 minutos sin calor como un paso de desaglomeración.

Resumen de la divulgación

En la siguiente descripción, ciertos aspectos y realizaciones se harán evidentes. Debe entenderse que los aspectos y realizaciones, en su sentido más amplio, podrían practicarse sin tener una o más características de estos aspectos y realizaciones. Debe entenderse que estos aspectos y realizaciones son meramente a manera de ejemplo.

10 La presente invención se define en y por las reivindicaciones adjuntas. Un aspecto de la divulgación se relaciona con un método para tratar el carbonato de calcio. El método incluye la combinación de carbonato de calcio con una cantidad de ácido esteárico y una cantidad de agua para formar una mezcla, siendo la cantidad de agua de al menos aproximadamente 0.1% a 20% en peso con respecto al peso total, en el que el agua se agrega a una combinación del carbonato de calcio y el ácido esteárico y la combinación de la mezcla para formar una composición de carbonato de calcio tratado con ácido esteárico.

Se permite una composición de carbonato de calcio que incluye carbonato de calcio recubierto con ácido esteárico, en el que la composición incluye menos de aproximadamente 10% de ácido esteárico libre en relación con una concentración de monocapa.

20 Se permite una composición de carbonato de calcio que se produce mediante un método que incluye la combinación de carbonato de calcio con una cantidad de ácido esteárico y una cantidad de agua para formar una mezcla, donde la cantidad de agua es de al menos aproximadamente 0.1% en peso con respecto al peso total. El método incluye además el mezclado de la mezcla a una temperatura suficiente para que la mayoría del ácido esteárico se funda.

25 De acuerdo con un aspecto adicional, un método para preparar un producto que incluye carbonato de calcio recubierto con ácido esteárico incluye combinar carbonato de calcio con una cantidad de ácido esteárico y una cantidad de agua para formar una mezcla, donde la cantidad de agua es al menos aproximadamente 0.1 a 20% en peso con respecto al peso total, en el que el agua se agrega a una combinación de carbonato de calcio y ácido esteárico. El método incluye además el mezclado de la mezcla para formar una composición de carbonato de calcio recubierto con ácido esteárico, en el que la mezcla se mezcla a una temperatura suficiente para que la mayoría del ácido esteárico se funda. El método incluye además incorporar la composición de carbonato de calcio recubierto con ácido esteárico en una composición para formar un producto.

30 Se habilita un método para tratar el carbonato de calcio que incluye la combinación de carbonato de calcio con una cantidad de ácido esteárico y una cantidad de agua para formar una mezcla, donde la cantidad de agua es de al menos aproximadamente 0.1% en peso con respecto al peso total, en el que el agua se agrega a una combinación de carbonato de calcio y ácido esteárico. El método incluye además mezclar la mezcla para formar una composición de carbonato de calcio tratado con ácido esteárico, en el que la mezcla se mezcla a una temperatura suficiente para que reaccione al menos una porción del ácido esteárico.

Los objetos y ventajas adicionales de la divulgación se expondrán en parte en la descripción que sigue, y en parte serán evidentes a partir de la descripción, o se pueden aprender mediante la práctica de las realizaciones divulgadas.

40 Además de las disposiciones estructurales y de procedimiento establecidas anteriormente, las realizaciones podrían incluir una serie de otras disposiciones, tales como las explicadas a continuación. Debe entenderse que tanto la descripción anterior como la siguiente descripción son solo a manera de ejemplo.

Breve descripción de los dibujos

45 La Figura 1 muestra un termograma DSC de carbonato de calcio recubierto con ácido esteárico en una concentración de monocapa.

La Figura 2 muestra un termograma TGA de carbonato de calcio recubierto con ácido esteárico en una concentración de monocapa.

La Figura 3 muestra los barridos de ToF-SIMS que muestran la eliminación de ácido esteárico sin reaccionar mediante un proceso húmedo.

50 La Figura 4 muestra un efecto tiempo-temperatura en una mezcla combinada de 85% de carbonato de calcio, 1% de ácido esteárico y 14% de agua.

La Figura 5 muestra el papel de la adición de agua al carbonato de calcio recubierto en seco de ácido esteárico en monocapa.

## Descripción de las realizaciones

Ahora se hará referencia en detalle a realizaciones a manera de ejemplo de la divulgación, cuyos ejemplos se pueden ilustrar en los dibujos adjuntos.

5 De acuerdo con algunas realizaciones, el carbonato de calcio se combina (por ejemplo, se mezcla) a temperatura ambiente con SA y agua en una cantidad superior a aproximadamente 0.1% en peso con respecto al peso total de la mezcla (por ejemplo, en la forma de mezcla para torta). Por ejemplo, de acuerdo con algunas realizaciones, la mezcla se puede mezclar a una temperatura suficiente para que reaccione al menos una porción del ácido esteárico (por ejemplo, suficiente para que reaccione la mayoría del ácido esteárico, por ejemplo, con al menos una porción del carbonato de calcio). Por ejemplo, la mezcla se puede mezclar a una temperatura suficiente para que al menos una porción del ácido esteárico pueda cubrir al menos una porción del carbonato de calcio (por ejemplo, la superficie del carbonato de calcio).

10 En algunas realizaciones, la mezcla se puede mezclar a una temperatura lo suficientemente alta para fundir el SA. Por ejemplo, la mezcla se puede mezclar a una temperatura que varía desde aproximadamente 65°C a aproximadamente 200°C. En otras realizaciones, la mezcla se puede mezclar a una temperatura que varía desde aproximadamente 65°C a aproximadamente 150°C, por ejemplo, a aproximadamente 120°C. En realizaciones adicionales, la mezcla se puede mezclar a una temperatura que varía desde aproximadamente 65°C a aproximadamente 100°C. En aún otras realizaciones, la mezcla se puede mezclar a una temperatura que varía desde aproximadamente 65°C a aproximadamente 90°C. En realizaciones adicionales, la mezcla se puede mezclar a una temperatura que varía desde aproximadamente 70°C a aproximadamente 90°C.

20 En algunas realizaciones, el tiempo de mezcla se puede seleccionar (por ejemplo, optimizar) con base en el equipo utilizado y/o las condiciones ambientales, como la temperatura, la presión y/o la humedad, para permitir que el SA reaccione con la superficie de carbonato de calcio (por ejemplo, para permitir que al menos una porción del SA recubra al menos una porción de la superficie del carbonato de calcio). Por ejemplo, en algunas realizaciones, la mezcla (por ejemplo, una mezcla para torta) se puede mezclar durante un período de tiempo que varía desde aproximadamente 1 segundo a aproximadamente 10 minutos. En realizaciones adicionales, la mezcla se puede mezclar por un periodo de tiempo que varía desde aproximadamente 2 segundos a aproximadamente 8 minutos. En realizaciones adicionales, la mezcla se puede mezclar por un periodo de tiempo que varía desde aproximadamente 5 segundos a aproximadamente 5 minutos. En aún otras realizaciones, la mezcla se puede mezclar por un periodo de tiempo que varía desde aproximadamente 10 segundos a aproximadamente 3 minutos. En realizaciones adicionales, la mezcla se puede mezclar por un periodo de tiempo que varía desde aproximadamente 10 segundos a aproximadamente 2 minutos.

35 La cantidad de SA se puede combinar con carbonato de calcio en, o en exceso, de una concentración de monocapa. Como se usa aquí, "concentración de monocapa" pretende indicar una cantidad suficiente para formar una monocapa sobre la superficie de las partículas de carbonato de calcio. Dichos valores serán fácilmente calculables para un experto en la técnica con base, por ejemplo, en el tamaño de las partículas de carbonato de calcio. Por ejemplo, una base de carbonato de calcio con ( $d_{50}$ ) igual a 3 micrones tiene un área de superficie de aproximadamente 3 m<sup>2</sup>/g. Con esa área de superficie a manera de ejemplo, un experto en la técnica puede calcular que una cantidad de aproximadamente de 0.5% de SA, en relación con el peso total del carbonato de calcio, puede ser teóricamente deseable para la cobertura de monocapa.

40 En algunas realizaciones, se puede agregar SA a carbonato de calcio en una cantidad mayor o igual a aproximadamente 1X la concentración de monocapa. En otras partes, SA se puede agregar en una cantidad en exceso de aproximadamente 1X la concentración de monocapa, por ejemplo, 2X (dos veces) a 6X (seis veces) la concentración de monocapa.

45 El carbonato de calcio se puede caracterizar por un valor ( $d_{50}$ ), definido como el tamaño en el que el 50 por ciento de la concentración de partículas de carbonato de calcio incluye partículas que tienen un diámetro menor o igual al valor establecido. Las mediciones del tamaño de partícula tales como ( $d_{50}$ ) pueden llevarse a cabo por cualquier medio ahora o más adelante conocido por los expertos en la técnica. En algunas realizaciones, el carbonato de calcio puede tener una ( $d_{50}$ ) inferior a aproximadamente 10 micrones. En otras partes, el ( $d_{50}$ ) puede ser menos de aproximadamente 8 micrones. En otras partes, el ( $d_{50}$ ) puede ser menos de aproximadamente 6 micrones. En aún otras realizaciones, el ( $d_{50}$ ) puede ser menos de aproximadamente 6 micrones. En realizaciones adicionales, el ( $d_{50}$ ) puede ser menos de aproximadamente 4 micrones. En otras realizaciones, el ( $d_{50}$ ) puede ser menos de aproximadamente 3 micrones. En aún otras realizaciones, el ( $d_{50}$ ) puede variar desde aproximadamente 0.01 micrón a aproximadamente 3 micrones. En otras realizaciones, el ( $d_{50}$ ) puede variar desde aproximadamente 0.01 micrón a aproximadamente 2 micrones. En realizaciones adicionales, el ( $d_{50}$ ) puede variar desde aproximadamente 0.05 micrones a aproximadamente 1 micrón.

55 De acuerdo con algunas realizaciones, la cantidad de agua añadida a la combinación de carbonato de calcio-SA puede ser una cantidad mayor que aproximadamente 0.1% con respecto al peso total de la mezcla. El agua se agrega en una cantidad que varía desde aproximadamente 0.1% a aproximadamente 20% del peso total de la mezcla. En otras realizaciones, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 0.3% a

aproximadamente 15%. En aún otras realizaciones, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 0.5% a aproximadamente 15%. En otras realizaciones, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 1% a aproximadamente 15%. En realizaciones adicionales, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 2%, 3%, o 4% a aproximadamente 15%. En otras realizaciones, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 5% a aproximadamente 15%. En aún otras realizaciones, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 6% a aproximadamente 15%. En otras realizaciones, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 7% a aproximadamente 15%. En algunas realizaciones, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 8% a aproximadamente 15% (por ejemplo, aproximadamente 8%). En otras realizaciones, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 9% a aproximadamente 15%. En aún otras realizaciones, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 10% a aproximadamente 15%. En realizaciones adicionales, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 11% a aproximadamente 15%. En realizaciones adicionales, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 12% a aproximadamente 15%. En algunas realizaciones, se puede agregar agua en una cantidad que varía desde aproximadamente 13% a aproximadamente 15%. El agua se puede agregar en varias formas, por ejemplo, como un líquido y/o vapor, y/o puede tomar la forma de una pulverización y/o neblina, por ejemplo, como puede ser producido por un atomizador.

En algunas realizaciones, el agua también puede contener cationes monovalentes, tal como Na, o cationes bivalentes, tal como Ca, Mg y Zn. Además, el agua puede modificarse para que contenga cationes de Ca derivados de otras fuentes, como CaO, Ca OH)<sub>2</sub> o CaCO<sub>3</sub>. Un experto en la técnica apreciará que se puede introducir SA en varias etapas de un proceso dado, incluyendo, por ejemplo, una etapa de purificación de agua, cuando el contenido de agua puede ser relativamente alto, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en relación con el peso total de la mezcla.

De acuerdo con algunas realizaciones, la composición de carbonato de calcio puede ser hidrófoba. De acuerdo con algunas realizaciones, la cantidad de SA libre asociada con la composición de carbonato de calcio tratada con SA puede ser menos de aproximadamente 20% con respecto a la concentración de monocapa. De acuerdo con otras realizaciones, la cantidad de SA libre asociada con la composición de carbonato de calcio tratada con SA puede ser menos de aproximadamente 15% de SA libre. De acuerdo con realizaciones adicionales, la cantidad de SA libre asociada con la composición de carbonato de calcio tratada con SA puede ser menos de aproximadamente 10% de SA libre. De acuerdo con aún otras realizaciones, la cantidad de SA libre asociada con la composición de carbonato de calcio tratada con SA puede ser menos de aproximadamente 7% de SA libre. De acuerdo con realizaciones adicionales, la cantidad de SA libre asociada con la composición de carbonato de calcio tratada con SA puede ser menos de aproximadamente 6% de SA libre. De acuerdo con otras realizaciones, la cantidad de SA libre asociada con la composición de carbonato de calcio tratada con SA puede ser menos de aproximadamente 5% de SA libre. De acuerdo con realizaciones adicionales, la cantidad de SA libre asociada con la composición de carbonato de calcio tratada con SA puede ser menos de aproximadamente 4% de SA libre. De acuerdo con aún otras realizaciones, la cantidad de SA libre asociada con la composición de carbonato de calcio tratada con SA puede ser menos de aproximadamente 3% de SA libre. En realizaciones adicionales, ningún SA libre puede asociarse con la composición de carbonato de calcio tratada con SA. Tal como se usa aquí, "sin ácido esteárico libre (SA)" pretende indicar que no hay SA detectable por las técnicas ToF-SIMS, TGA y/o DSC descritas aquí.

La composición de carbonato de calcio tratada con SA puede tratarse adicionalmente. Por ejemplo, en algunas realizaciones, la composición de carbonato de calcio tratada con SA puede calentarse. Por ejemplo, la composición de carbonato de calcio tratada con SA se puede calentar o recalentar a una temperatura que varía desde aproximadamente 120°C a aproximadamente 150°C. En algunas realizaciones, la composición de carbonato de calcio tratada con SA se puede calentar hasta que la muestra aparezca seca.

De acuerdo con algunas realizaciones, la composición de carbonato de calcio tratada con SA se puede mezclar, por ejemplo, para reducir la aglomeración. Por ejemplo, la composición de carbonato de calcio tratada con SA se puede mezclar a temperatura ambiente durante un período de tiempo que varía desde aproximadamente 5 segundos a aproximadamente 10 minutos.

De acuerdo con algunas realizaciones, la composición de carbonato de calcio tratada con SA se puede usar como un relleno. Por ejemplo, la composición de carbonato de calcio tratada con SA se puede combinar (por ejemplo, mezclar) con un polímero. En algunas realizaciones, la composición de carbonato de calcio tratada con SA se puede combinar con un sellante de silicona.

## Ejemplos

### Ejemplo 1

La muestra A de carbonato de calcio que tiene un tamaño medio de partícula ( $d_{50}$ ) de 3  $\mu\text{m}$  se mezcló con SA en la forma de perlas suministradas por Chemtura Corporation a una concentración de monocapa 1X (aproximadamente 0.5% en peso con respecto al peso total de la mezcla) así como 6X (aproximadamente 2.8% en peso con respecto al peso total de la mezcla) usando un método de Recubrimiento Húmedo/Acuoso a manera de ejemplo descrito aquí.

En ambas concentraciones, el SA de partida era indetectable. La ausencia de SA sin reaccionar/libre se verifica mediante barridos ToF-SIMS en las que falta el máximo m/z en 285, representativo del ácido esteárico. Como puede ser deseable, no se puede detectar SA libre en la muestra 6X-SA preparada de acuerdo con este método a manera de ejemplo (Figura 3; 5<sup>o</sup> barrido), en fuerte contraste con la muestra preparada con solo 1X-SA a través del método convencional de Recubrimiento por Fusión en Seco (Figura 3; 3<sup>er</sup> barrido). Si bien no desea estar sujeto a ninguna teoría, es posible que al menos algo (por ejemplo, todo) el exceso de SA durante el proceso de Húmedo/Acuoso a manera de ejemplo se convierta en estearato de calcio ( $\text{Ca}(\text{St})_2$ ), que posee una estabilidad térmica mucho mayor que el SA inicial, mitigando, o superando así, la mayoría de los problemas potenciales que pueden surgir durante las operaciones corriente abajo a veces asociadas con el carbonato de calcio tratado con ácido esteárico que evidencia la presencia de ácido esteárico sin reaccionar/libre. También es posible que los cationes Ca, en realizaciones donde el agua contenga dichos cationes, puedan reaccionar con el SA para formar  $\text{Ca}(\text{St})_2$ .

### Ejemplo 2

En este ejemplo, se eligió un grado de tamaño de partícula más pequeño de carbonato de calcio con un tamaño de partícula medio ( $d_{50}$ ) de  $<2 \mu\text{m}$  ("Muestra B"), que requiere aproximadamente 1% de SA en peso para una cobertura de monocapa 1X. Se preparó una mezcla física de 85% de carbonato de calcio, muestra B + 1% de SA + 14% de agua en peso, mediante mezcla de alta velocidad a temperatura ambiente. Esta mezcla a manera de ejemplo (por ejemplo, una mezcla de torta) se transfirió luego a un mezclador precalentado a  $100^\circ\text{C}$ . La mezcla se llevó a cabo durante 60 segundos. Debido a la transferencia de la mezcla a temperatura ambiente, la temperatura real durante la mezcla primero bajó a aproximadamente  $70^\circ\text{C}$  y alcanzó aproximadamente  $90^\circ\text{C}$  al final de la mezcla de 60 segundos. La Figura 4 demuestra la reducción y eliminación de SA libre asociado con el carbonato de calcio tratado con SA mediante el método de Húmedo/Acuoso a través de la ausencia del paso de pérdida de peso centrado a aproximadamente  $200^\circ\text{C}$ , típico del SA de partida. En la Figura 4, se cree que la mezcla preparada a temperatura ambiente debería haber exhibido todo el 1% de SA como SA sin reaccionar/libre, pero solo aproximadamente 0.3% de SA sin reaccionar/libre se observa debido a la reacción en curso durante la parte de calentamiento del experimento TGA. En contraste, la misma mezcla precalentada durante unos 60 segundos a una temperatura en el intervalo de  $70\text{-}90^\circ\text{C}$  no muestra ningún paso significativo de pérdida de peso a  $200^\circ\text{C}$ , lo que es característico del SA sin reaccionar/libre.

### Ejemplo 3

Se prepararon combinaciones físicas de muestra B de  $\text{CaCO}_3$  de 94-99% + 1% de SA a través de una mezcla de alta velocidad a temperatura ambiente, con contenidos de agua que varían desde aproximadamente 0% a aproximadamente 5%. La mezcla a manera de ejemplo (por ejemplo, una mezcla de torta) se transfirió luego a un mezclador precalentado a  $100^\circ\text{C}$ . La mezcla se llevó a cabo durante 60 segundos. La Figura 5 muestra una reducción continua en la cantidad de SA sin reaccionar/libre asociada con la composición de carbonato de calcio tratada con SA a medida que el contenido de agua aumentó de 0 a 5%.

Otras realizaciones de la divulgación serán evidentes para los expertos en la técnica a partir de la consideración de la especificación y la práctica de las realizaciones a manera de ejemplo divulgadas aquí. Se pretende que la especificación y los ejemplos se consideren solo como a manera de ejemplo, con un verdadero alcance y espíritu de la invención que se indica en las siguientes reivindicaciones.

## REIVINDICACIONES

1. Un método para tratar el carbonato de calcio, donde el método comprende:  
 5 combinar carbonato de calcio con una cantidad de ácido esteárico y una cantidad de agua para formar una mezcla, donde la cantidad de agua es de al menos 0.1% a 20% en peso con respecto al peso total, en el que el agua se agrega a una combinación de carbonato calcio y ácido esteárico; y  
 mezclar la mezcla para formar una composición de carbonato de calcio tratada con ácido esteárico.
2. El método de la reivindicación 1, en el que la mezcla se mezcla a una temperatura de al menos 65°C.
3. El método de la reivindicación 1, en el que la mezcla se mezcla a una temperatura que varía desde al menos 65°C a 200°C.
- 10 4. El método de la reivindicación 1, en el que la mezcla se mezcla durante un período de tiempo que varía de al menos 1 segundo a 10 minutos.
5. El método de la reivindicación 1, en el que la mezcla se mezcla durante un período de tiempo que varía de 2 segundos a 8 minutos.
- 15 6. El método de la reivindicación 1, en el que la cantidad de ácido esteárico es al menos una concentración de monocapa.
7. El método de la reivindicación 1, en el que la cantidad de ácido esteárico es mayor que la concentración de monocapa.
8. El método de la reivindicación 1, en el que la cantidad de agua es mayor que 0.1% en peso.
9. El método de la reivindicación 1, en el que la cantidad de agua varía desde al menos 5% a 15% en peso.
- 20 10. El método de la reivindicación 1, en el que la cantidad de ácido esteárico libre asociada con la composición de carbonato de calcio tratada con ácido esteárico es inferior al 20% con respecto a una concentración de monocapa.
11. El método de la reivindicación 10, en el que no se asocia ácido esteárico libre con la composición de carbonato de calcio tratada con ácido esteárico.
- 25 12. El método de la reivindicación 1, que comprende además combinar la composición de carbonato de calcio tratada con ácido esteárico con un polímero.
13. El método de la reivindicación 1, en el que el carbonato de calcio tiene un (d<sub>50</sub>) que varía de 0.01 μm a 10 μm.
14. El método de la reivindicación 1, en el que el carbonato de calcio tiene un (d<sub>50</sub>) menor o igual a 3 μm.
15. Un método para fabricar un producto que comprende carbonato de calcio recubierto con ácido esteárico, donde el método comprende:  
 30 combinar carbonato de calcio con una cantidad de ácido esteárico y una cantidad de agua para formar una mezcla, donde la cantidad de agua es de al menos 0.1% a 20% en peso con respecto al peso total, en el que el agua se agrega a una combinación del carbonato de calcio y ácido esteárico; y  
 mezclar la mezcla para formar una composición de carbonato de calcio recubierta con ácido esteárico, en el que la mezcla se mezcla a una temperatura suficiente para que la mayoría del ácido esteárico se funda; y  
 35 incorporar la composición de carbonato de calcio recubierta con ácido esteárico en una composición para formar un producto.

Figura 1

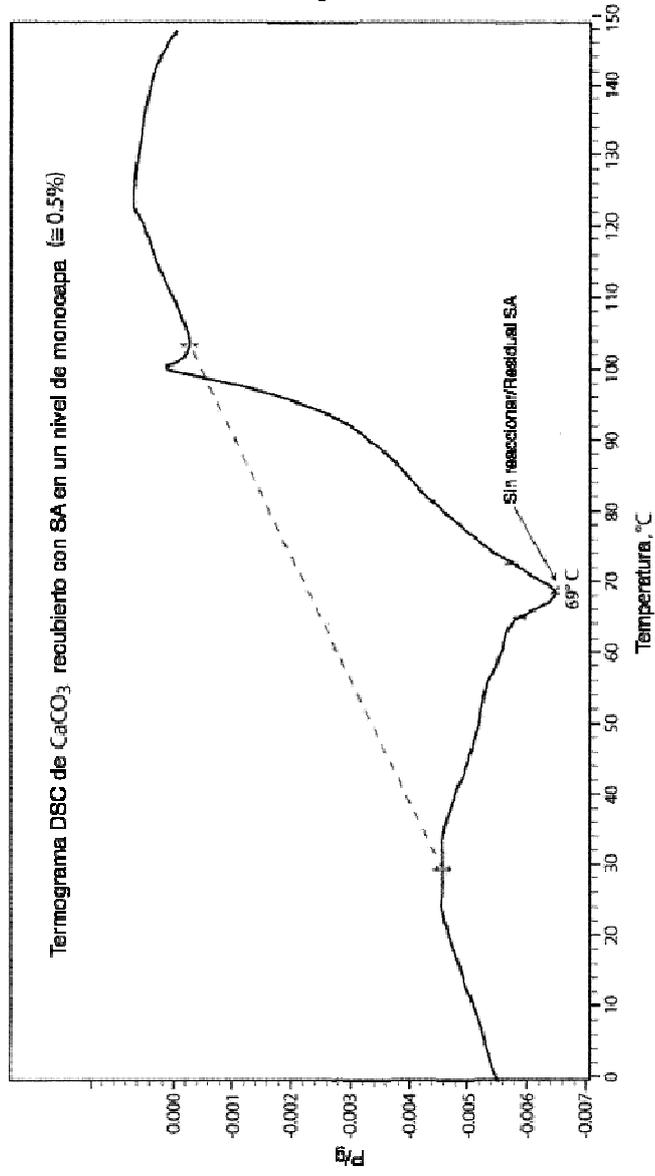


Figura 2

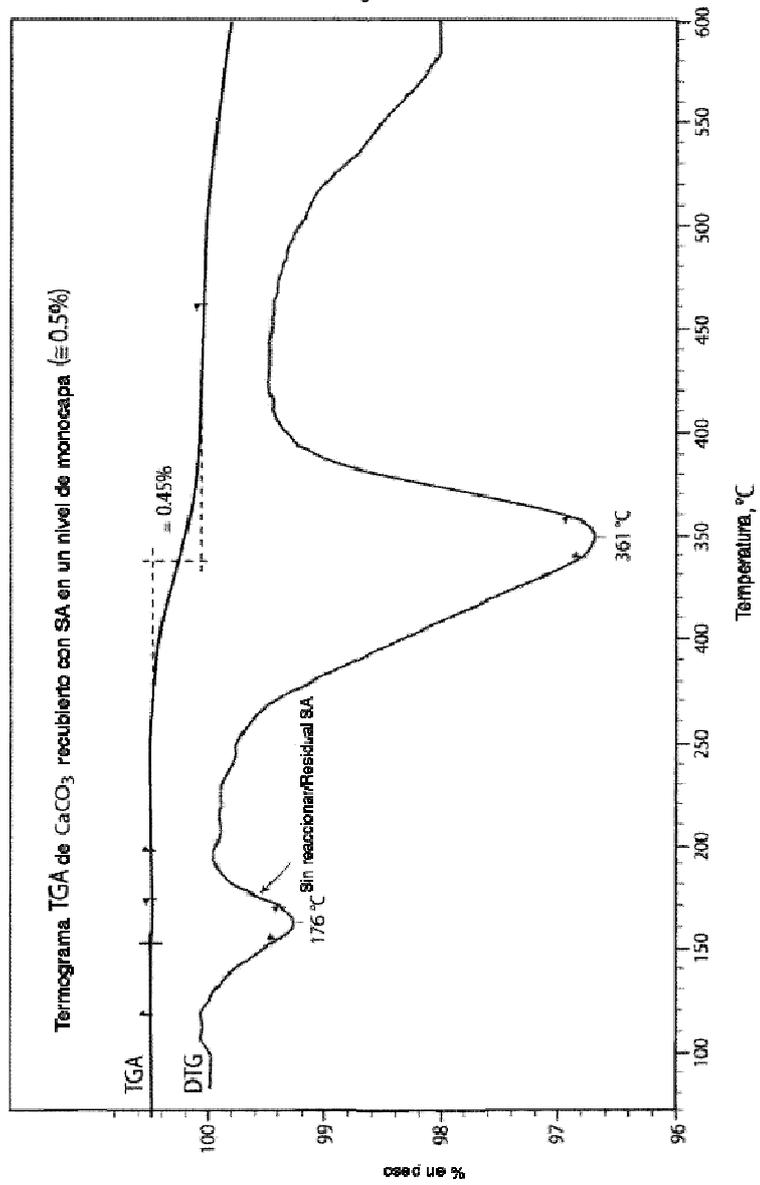


Figura 3

**Barridos de ToF-SIMS que muestran la eliminación de ácido estearico sin reaccionar a través del proceso mojado**

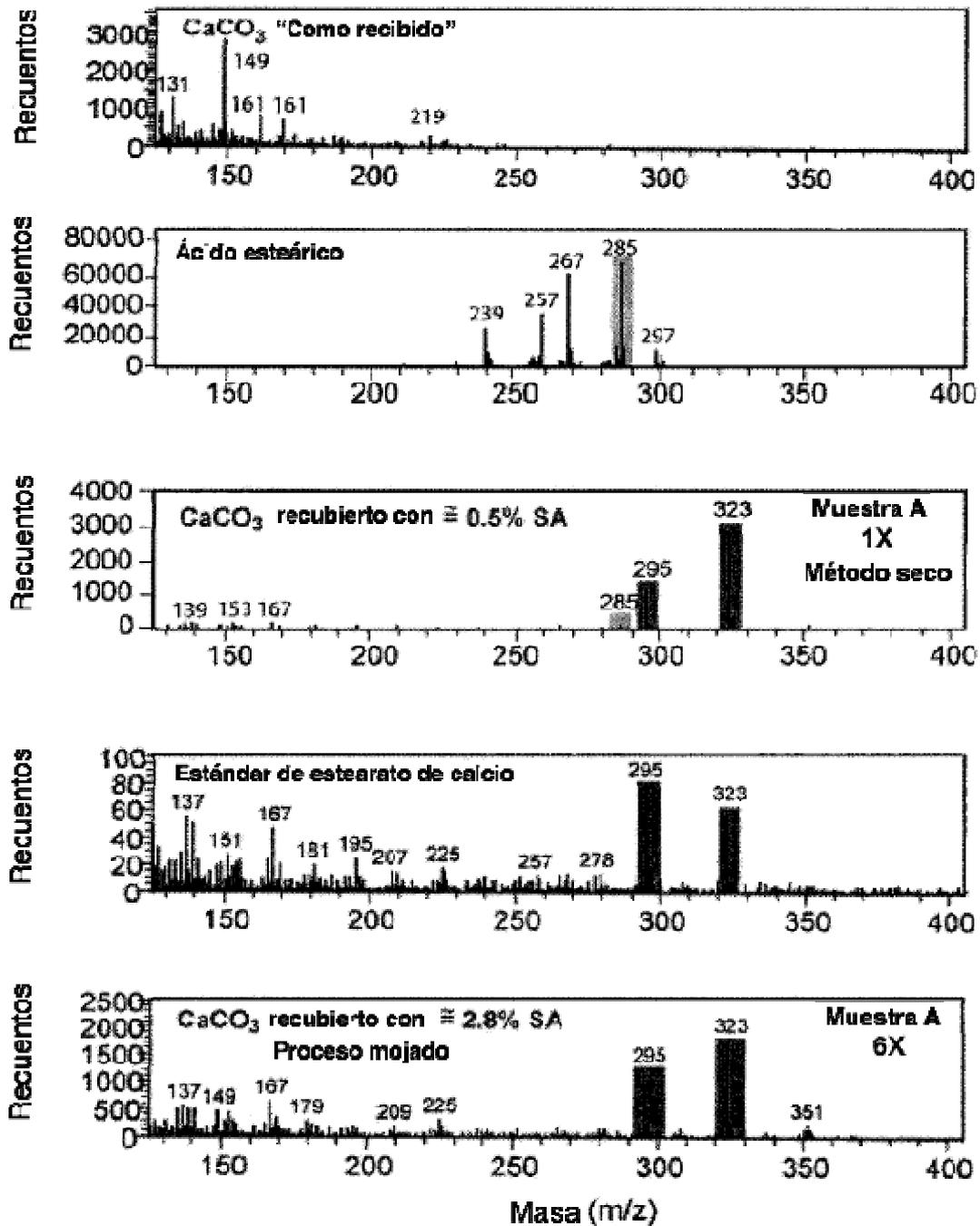


Figura 4

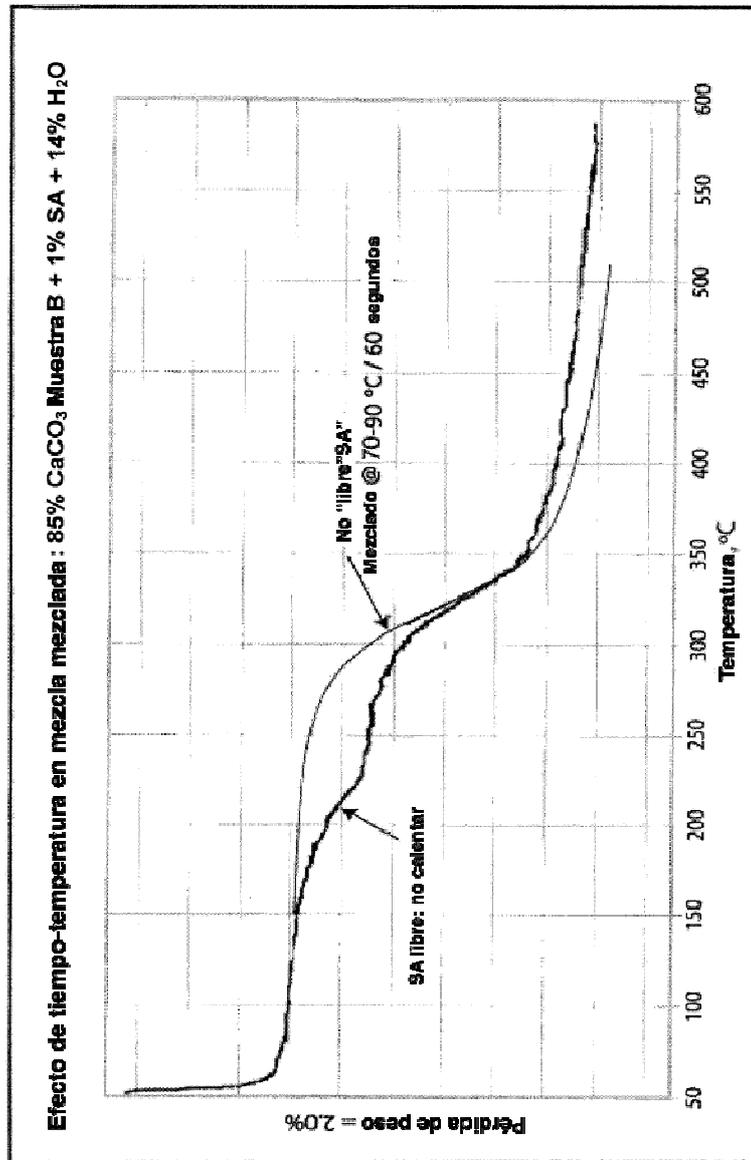


Figura 5

