

MATERIAL COMPACTADO TRATADO EN SUPERFICIE

La presente invención se relaciona con el campo del procesamiento de polímeros, y en particular con un proceso para fabricar un material compactado, que es
5 adecuado para el uso en composiciones de polímero sin una etapa de compounding, así como también con un material compactado obtenido mediante este procedimiento y su uso en composiciones de polímero.

El compounding consiste en preparar formulaciones de plástico, mezclando y/o
10 combinando polímeros y aditivos en un estado fundido. Existen diferentes criterios críticos para lograr una mezcla homogénea de las diferentes materias primas. El mezclado dispersivo y distributivo, así como el calor, son factores importantes. Los co-mezcladores y tornillos dobles (co- y contra rotatorios) así como las mezcladoras internas, son las mezcladoras más utilizadas en las industrias del
15 plástico. Un proceso de compounding generalmente comprende los pasos de transporte, fusión, dispersión, mezcla, desgasificación, y acumulación de presión.

Durante décadas, la industria de procesamiento de termoplásticos usa aditivos para la preparación de composiciones de resina termoplástica modificada, que se
20 introducen en gran medida en las resinas poliméricas a través de tecnologías de compounding que requieren la formación de productos intermedios denominados mezclas maestras, concentrados o compuestos.

Por ejemplo, el documento WO 95/17441 A1 divulga un método para preparar un
25 producto final de resina termoplástica que comprende la preparación de gránulos termoplásticos para combinarlos con la resina termoplástica.

En el documento WO 01/58988 A1, se describe un método para preparar mezclas maestras o concentrados de rellenos minerales para lograr materiales termoplásticos altamente rellenos.

- 5 Sin embargo, de acuerdo con estos documentos, no es posible obtener un producto final polimérico que tenga los compuestos primarios en polvo bien dispersos en una extrusora convencional de un único tornillo. Preferiblemente, se requiere producir un producto intermedio como una materbatch, o concentrado, es decir, no es posible dispersar polvos primarios finos en las máquinas
10 convencionales de un único tornillo sin un paso de compounding intermedio.

- A este respecto, otros documentos, tales como el documento WO 2007/066362 A1 describen un procedimiento de mezcla y dispositivo con una sola entrada de material, mientras que otros tales como EP 1 156 918 A1, WO 2005/108045 A2 o
15 WO 2005/065067 A2 se relacionan con extrusoras o mezcladores de elemento.

- El documento WO 2010/150182 A1 divulga un proceso para fabricar un material compactado tratado en superficie, que es adecuado para utilizar en composiciones de resina termoplástica. El proceso, entre otras cosas, comprende
20 el paso de mezclar un material en polvo primario con un polímero de tratamiento de superficie fundido, y el material en polvo primario se puede seleccionar de polvos orgánicos o inorgánicos.

- Un problema que se puede encontrar debido al uso de polvos inorgánicos tales
25 como rellenos minerales inorgánicos es la presencia de volátiles asociados con los rellenos minerales. Dichos compuestos volátiles pueden evolucionar a temperaturas alcanzadas durante la aplicación de los rellenos y pueden conducir

a la degradación de la calidad del producto polimérico que comprende mineral final durante el procesamiento de dichos productos que comprenden relleno mineral. Además, tales compuestos volátiles asociados pueden conducir a una reducción en la resistencia a la tensión y resistencia al desgarro de un producto polimérico, y pueden degradar sus aspectos visibles, en particular su uniformidad visible. Los compuestos volátiles pueden asimismo generar excesiva espuma del polímero relleno de mineral fundido durante un paso de compounding, provocando la acumulación de producto no deseado en la extracción por vacío y por lo tanto, forzando una velocidad de salida reducida.

10

Dichos compuestos volátiles pueden, por ejemplo, asociarse inherentemente con el relleno mineral ("volátiles inherentes"), y se asocian especialmente con agua, y/o pueden introducirse durante el tratamiento del relleno mineral ("volátiles agregados"), por ejemplo, para hacer el relleno mineral más dispersable en un medio plástico. Además, los compuestos volátiles se pueden generar mediante la reacción materiales orgánicos inherentes y/o materiales orgánicos agregados con el relleno mineral, mientras que dichas reacciones pueden especialmente inducirse o mejorarse mediante las temperaturas alcanzadas durante la introducción y/o procesamiento del material polimérico relleno, por ejemplo, durante el proceso de extrusión o compounding. Dichos compuestos volátiles se pueden generar mediante la degradación de materiales orgánicos inherentes y/o materiales orgánicos agregados, formando CO₂, agua y probablemente bajas fracciones de masa molecular de estos materiales orgánicos. Dicha degradación se puede especialmente inducir o aumentar mediante las temperaturas alcanzadas durante la introducción y/o procesamiento del material polimérico que comprende el relleno mineral tratado, tal como durante la extrusión o proceso de compounding.

Un medio evidente para aumentar la temperatura de inicio volátil y de limitar la cantidad de volátiles asociados con un material en polvo, por ejemplo, un relleno mineral, es evitar o limitar el uso de ciertos aditivos de tratamiento de relleno común.

5

Sin embargo, con frecuencia, tal como en el caso cuando un relleno mineral se aplica en una aplicación de plástico, se necesitan dichos aditivos para asegurar otras funciones. Por ejemplo, a fin de obtener una barrera de distribución uniforme y propiedades de transmisión de vapor a lo largo de un producto polimérico tal como una película respirable, es necesario tener el relleno distribuido lo más equitativamente posible a lo largo de la película. Por consiguiente, por lo general los aditivos se introducen para proporcionarle al relleno mineral un revestimiento hidrófobo y para mejorar la dispersabilidad del relleno mineral en el material precursor del producto polimérico así como posiblemente para mejorar la procesabilidad de este material precursor y/o propiedades de los productos de aplicación final. Una eliminación de tales aditivos comprometería inaceptablemente la calidad de la película resultante.

En la técnica, se han hecho diversos intentos para mejorar la aplicabilidad de los materiales en polvo, y especialmente materiales de relleno mineral que comprenden carbonato de calcio, por ejemplo, tratando dichos materiales de relleno mineral con ácidos carboxílicos alifáticos, y sales de ácido carboxílico alifático, que en algunos casos se pueden también denominar como ácidos grasos y sales de ácidos grasos. Por ejemplo, el documento WO 00/20336 se refiere a un carbonato cálcico natural ultra fino, que se puede tratar opcionalmente con uno o diversos ácidos grasos o uno o diversas sales o sus mezclas, y que se utiliza como un regulador de la reología para composiciones de polímero. El

documento WO 2014/060286 A1 divulga un proceso para preparar un producto de material de relleno tratado en la superficie con anhídridos succínicos. Un proceso para preparar un material mineral blanco reactivo en la superficie que comprende en al menos una parte de la superficie del material una mezcla de éster fosfórico se divulga en el documento WO 2014/128087 A1. Además, se hace referencia a la solicitud de patente europea no publicada del solicitante no. 14 181 082.0.

En vista de lo anterior, mejorar los procesos de elaboración de aditivos a partir de materiales en polvo, que son adecuados para ser introducidos en composiciones de polímero sin la necesidad de pasos intermedios sigue siendo de interés para el experto en la técnica.

Por consiguiente, es un primer objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para fabricar materiales adecuados para ser incorporados en los polímeros tales como composiciones de polímero termoplásticas mediante un procedimiento continuo o discontinuo, donde el material en polvo a introducir en el polímero puede ser bien dispersado en una extrusora convencional de un único tornillo.

Otro objeto de la presente invención es el suministro de un material en polvo para dicho un proceso, que ilustra buenas propiedades de dispersión. Asimismo sería deseable proporcionar un material en polvo que tenga una resistencia a altas temperaturas, y por lo tanto, que permita temperaturas de procesamiento más altas durante la producción de los productos poliméricos.

25

Además, sería deseable proporcionar un material en polvo que exhiba una baja absorción de humedad, y por consiguiente, reduzca o evite el problema hallado

con volátiles asociados, y especialmente agua. Asimismo sería deseable proporcionar un material en polvo para el proceso mencionado anteriormente, que se puede adecuar con respecto a sus propiedades superficiales, por ejemplo, su hidrofobicidad. Además, se debe minimizar el riesgo de formación de espuma durante la producción de polímero o lixiviación de un posible revestimiento de la superficie, especialmente cuando está en contacto con la piel humana. Asimismo sería deseable proporcionar un material en polvo con una mayor carga de relleno y propiedades de procesamiento mejoradas.

- 10 Los objetos anteriores y otros objetos se resuelven mediante la materia objeto tal como se define en la presente invención en las reivindicaciones independientes.

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un proceso para producir un material compactado, que comprende los siguientes pasos:

- 15 a) proporcionar al menos un material en polvo,
 b) proporcionar un aglutinante de polímero,
 c) simultáneamente o posteriormente alimentar el al menos un material en polvo del paso a) y el aglutinante de polímero del paso b) en una unidad mezcladora de alta velocidad,
- 20 d) mezclar el al menos un material en polvo del paso a) y el aglutinante de polímero del paso b) en la unidad de la mezcladora de alta velocidad hasta la formación de un material compactado, y
- e) reducir la temperatura del material compactado obtenido en el paso d) por debajo del punto de fusión o temperatura de transición vítrea del aglutinante de polímero,
- 25 donde el al menos un material en polvo comprende un producto de material de relleno tratado en la superficie que comprende un material de relleno que

comprende carbonato de calcio y una capa de tratamiento en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio,

donde la capa de tratamiento comprende

- i) al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o al menos un ácido succínico mono-sustituido y/o productos de reacción salina de los mismos, y/o
- ii) un éster de ácido fosfórico o mezcla de uno o más mono-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y/o uno o más di-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

- 10 De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona un material compactado obtenido mediante un proceso de acuerdo con la presente invención.

- De acuerdo con aún otro aspecto de la presente invención, se proporciona un uso de un material compactado de acuerdo con la presente invención como aditivo en
- 15 composiciones de polímero.

- De acuerdo con aún otro aspecto de la presente invención, se proporciona un proceso para producir una composición una composición polimérica, donde se agrega un material compactado de acuerdo con la presente invención a al menos
- 20 un polímero, dicho al menos un polímero se selecciona preferiblemente de al menos un polímero termoplástico.

- De acuerdo con aún otro aspecto de la presente invención, se proporciona una composición polimérica que comprende un material compactado de acuerdo con
- 25 la presente invención, dicha composición polimérica preferentemente es una composición polimérica termoplástica.

De acuerdo con aún otro aspecto de la presente invención, se proporciona un uso de una composición polimérica de acuerdo con la presente invención en un proceso para producir un producto polimérico, el proceso preferentemente se selecciona de técnicas de procesamientos de fundición, y más preferentemente se selecciona de extrusión de perfil, extrusión de cable, extrusión de película, 5 moldeo, hilado de fibra, co—amasado, o pultrusión.

De acuerdo con aún otro aspecto de la presente invención, se proporciona un producto polimérico que comprende un material compactado de acuerdo con la presente invención y/o una composición polimérica de acuerdo con la presente invención, donde el producto es una fibra, preferentemente una fibra de alfombra, un filamento, un hilo, un material tejido, un material no tejido, una película, preferentemente una película soplada o película respirable, un perfil, un cable, o un producto moldeado.

15

De acuerdo con aún otro aspecto de la presente invención, se proporciona un artículo que comprende un producto polimérico de acuerdo con la presente invención, donde el artículo se selecciona del grupo que consiste en productos farmacéuticos, productos geotextiles, productos agrícolas, productos hortícolas, vestimenta, calzado, productos de equipaje, productos para el hogar, productos 20 industriales, productos de embalaje, productos para la construcción, productos de tapicería, ropa industrial, productos médicos, artículos para el hogar, productos de protección, productos cosméticos, productos para higiene, materiales de filtración, y productos de construcción.

25

Las realizaciones ventajosas de la presente invención se definen más adelante y también en las correspondientes reivindicaciones subordinadas.

- De acuerdo con una realización, el material de relleno que comprende carbonato de calcio es carbonato de calcio natural molido, carbonato de calcio precipitado, carbonato de calcio modificado en superficie, o una mezcla de los mismos, y preferentemente carbonato de calcio natural molido. De acuerdo con otra
- 5 realización, el material de relleno que comprende carbonato de calcio tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} de 0,05 a 10 μm , preferentemente de 0,1 a 7 μm , más preferentemente de 0,25 a 5 μm , y más preferentemente aún de 0,5 a 4 μm .
- 10 De acuerdo con una realización el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo seleccionado de un grupo lineal, ramificado, alifático y cíclico que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30, preferentemente de C3 a C25, y más preferentemente aún de C4 a C20 en el sustituyente. De acuerdo con otra
- 15 realización, (I) el uno o más mono éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico mono esterificado con una molécula de alcohol seleccionada de alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20, y más
- 20 preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol, y/o (II) el uno o más di éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico di-esterificado con dos moléculas de alcohol seleccionadas de entre el mismo o diferentes, alcoholes grasos, aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales, que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6
- 25 a C30, preferentemente de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20, y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

De acuerdo con una realización el producto de material de relleno tratado en superficie comprende la capa de tratamiento en una cantidad de al menos 0,1% en peso, basado en el peso seco total del al menos un material de relleno que comprende carbonato de calcio, preferentemente en una cantidad de 0,1 a 3% en peso. De acuerdo con otra realización el al menos un material en polvo se agrega en una cantidad de 50 a 99% en peso, basado en el peso total del material compactado, preferentemente de 60 a 98% en peso, más preferentemente de 80 a 92% en peso, y más preferentemente aún de 87 a 90% en peso.

10 De acuerdo con una realización el aglutinante de polímero tiene una viscosidad rotacional de 100 a 400 000 mPa*s, preferentemente de 1 000 a 100 000 mPa*s, y más preferentemente de 5 000 a 50 000 mPa*s, a 190°C. De acuerdo con otra realización el aglutinante de polímero se selecciona del grupo que consiste en poliolefinas, copolímeros de etileno, por ejemplo, copolímeros de etileno-1-octeno, polipropilenos a base de metaloceno, homo o copolímeros de polipropileno, preferentemente homopolímeros de polipropileno amorfo, y sus combinaciones.

20 De acuerdo con una realización el al menos un polímero termoplástico se selecciona del grupo que consiste en homopolímeros y/o copolímeros de poliolefinas, poliamidas, poliestirenos, poliacrilatos, polivinilos, poliuretanos, polímeros que contienen halógeno, poliésteres, policarbonatos, y mezclas de los mismos.

25 Cabe entender que, para los fines de la presente invención, los siguientes términos tienen los siguientes significados:

Para el propósito de la presente invención, un “material compactado” es un material a granel que consiste de un conglomerado de un número de partículas individuales que forman un material con un tamaño de partícula medio en peso d_{50} que está en el rango de 10 μm a 10 mm, medido mediante análisis granulométrico
5 utilizando la torre de tamices Retsch AS 200 de acuerdo con la norma ISO 3310.

Tal como se utiliza en la presente el término “polímero” generalmente incluye homopolímeros y copolímeros tales como, por ejemplo, copolímeros en bloque, de injerto, aleatorios y alternados, así como mezclas y modificaciones de los
10 mismos. El polímero puede ser un polímero amorfo, un polímero cristalino, o un polímero semi cristalino, es decir un polímero que comprende fracciones cristalinas y amorfas. El grado de cristalinidad se especifica en porcentaje y se puede determinar mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC, por sus siglas en inglés). Un polímero amorfo puede caracterizarse por su temperatura de
15 transición vítrea y un polímero cristalino puede caracterizarse por su punto de fusión. Un polímero semi-cristalino puede caracterizarse por su temperatura de transición vítrea y/o su punto de fusión.

El término “temperatura de transición vítrea” en el sentido de la presente
20 invención se refiere la temperatura en la cual se lleva a cabo la transición vítrea, que es una transición reversible en materiales amorfos (o en regiones amorfas dentro de materiales semi-cristalinos) de un estado fuerte y relativamente frágil en un estado fundido o similar al caucho. La temperatura de transición vítrea es siempre menor que el punto de fusión del estado cristalino del material, si existe.
25 El término “punto de fusión” en el sentido de la presente invención se refiere a la temperatura en la cual un sólido pasa del estado sólido al líquido a presión atmosférica. En el punto de fusión existen la fase sólida y líquida en equilibrio. La

temperatura de transición vítrea y el punto de fusión se determinan mediante la norma ISO 11357 con una velocidad de calentamiento de 10°C/min.

Una “película” en el sentido de la presente invención es una lámina o capa de material que tiene un espesor medio que es más pequeño en comparación con su longitud y ancho. Por ejemplo, el término “película” puede referirse a una lámina o capa de material que tiene un espesor medio de menos de 200 μm , pero más de 1 μm .

10 Tal como se utiliza en la presente, el término “película soplada” se refiere a una película obtenida mediante extrusión de película soplada. Dicho procedimiento generalmente implica las etapas de extrusión de un tubo de polímero fundido a través de un troquel e inflando en varias veces su diámetro inicial para formar una burbuja de película delgada, que puede plegarse para formar una película
15 aplanada.

El término “película respirable” en el sentido de la presente invención se refiere a una película polimérica que permite el pasaje de gases y vapor de humedad, por ejemplo, debido a la presencia de microporos. La “respirabilidad” de una película
20 respirable se puede medir por su velocidad de transmisión de vapor de agua (WVTR, por sus siglas en inglés), que se especifica en $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{día})$. Por ejemplo, una película polimérica puede considerarse como “respirable” si tiene una WVTR de al menos 1000 $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{día})$. La WVTR se puede determinar con un dispositivo de medición Lyssy L80–5000 de acuerdo con ASTM E398.

De acuerdo con la presente invención, la expresión "alta velocidad" en relación con la unidad de la mezcladora de alta velocidad significa velocidades circunferenciales en el rango de 5 a 80 m/s, preferentemente 10 a 50 m/s.

- 5 La velocidad puede depender de la geometría de la unidad de mezcla y de la cámara de tratamiento, donde, por ejemplo, una cámara de tratamiento más grande puede requerir una velocidad menor que la de una cámara de tratamiento más pequeña. Como el diseño de dichas mezcladoras puede variar de fabricante a fabricante, las mezcladoras de alta velocidad generalmente se caracterizan
- 10 todas por sus velocidades punta de la cuchilla o números de Froude. El número de Froude en tanques agitados gobierna la formación de vórtices de superficie y se define como sigue:

$$Fr = \frac{R\omega^2}{g}$$

- 15 donde R es el radio de la cuchilla, $\omega = 2 \pi n$ es la velocidad angular, n es la velocidad de rotación, $g = 9,81 \text{ m / s}^2$ es la aceleración de la gravedad, y $R\omega$ es la velocidad de punta de la cuchilla.

- De acuerdo con una realización, la expresión "alta velocidad" en relación con la
- 20 unidad de mezclador de alta velocidad también significa números de Froude en el intervalo de 20 a 10.000, preferiblemente de 20 a 2.000.

- Para el propósito de la presente invención, el término "material de relleno que comprende carbonato de calcio" se refiere a un material que comprende al menos
- 25 80% en peso de carbonato de calcio, con base en el peso seco total del material de relleno que comprende carbonato de calcio.

“Carbonato de calcio molido natural” (GCC) en el sentido de la presente invención es un carbonato de calcio obtenido a partir de fuentes naturales, tales como caliza, mármol, dolomita o tiza, y procesado a través de un tratamiento húmedo y/o seco tal como trituración, cribado y/o fraccionamiento, por ejemplo, mediante un ciclón o clasificador.

“Carbonato de calcio modificado en superficie” en el sentido de la presente invención puede representar un producto de reacción en superficie de carbonato de calcio molido o precipitado, es decir, “carbonato de calcio tratado en superficie”. Un “carbonato de calcio tratado en superficie” es un material que comprende carbonato de calcio y, sales de calcio de aniones de ácidos insolubles, preferentemente al menos parcialmente cristalinas, en la superficie. Preferentemente, la sal de calcio insoluble se extiende desde la superficie de al menos una parte del carbonato de calcio. Los iones de calcio que forman dicha al menos sal de calcio parcialmente cristalina de dicho anión se originan en gran parte del material de partida del carbonato de calcio. Se describen los carbonatos de calcio de superficie modificadas, por ejemplo, en US 2012/0031576 A1, WO 2009/074492 A1, EP 2 264 109 A1, EP 2 070 991 A1, EP 2 264 108 A1, WO 00/39222 A1, WO 2004/083316 A1 o WO 2005/121257 A2.

El término “producto de material de relleno tratado en superficie” en el sentido de la presente invención se refiere a un material de relleno que comprende carbonato de calcio que se ha puesto en contacto con un agente de tratamiento de superficie de modo de obtener una capa de recubrimiento sobre al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio.

El término “anhídrido succínico”, también denominado dihidro-2,5-furandiona, anhídrido del ácido succínico u óxido succinil, tiene la fórmula molecular $C_4H_4O_3$ y es el anhídrido de ácido del ácido succínico.

- 5 El término “anhídrido succínico mono-sustituido” en el sentido de la presente invención se refiere a un anhídrido succínico donde un átomo de hidrógeno se sustituye por otro sustituyente.

- 10 El término “ácido succínico mono-sustituido” en el sentido de la presente invención se refiere a un ácido succínico donde un átomo de hidrógeno se sustituye por otro sustituyente.

- 15 El término “productos de reacción salina de al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o al menos un ácido succínico mono-sustituido” en el sentido de la presente invención se refiere a productos obtenidos al poner en contacto un material de relleno que comprende carbonato de calcio con uno o más anhídrido(s) succínico(s) mono-sustituido(s). Dichos productos de reacción salina se forman entre el ácido succínico mono-sustituido que se forma a partir del anhídrido succínico mono-sustituido aplicado y moléculas reactivas ubicadas en la
- 20 superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio. De modo alternativo, dichos productos de reacción salina se forman entre el ácido succínico mono-sustituido, que puede opcionalmente estar presente con el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido, y moléculas reactivas ubicadas en la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio.

25

El término “mono-éster de ácido fosfórico” en el sentido de la presente invención se refiere a una molécula de ácido o-fosfórico mono-esterificada con una molécula

de alcohol seleccionada del alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20, y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

5

El término “di éster de ácido fosfórico” en el sentido de la presente invención se refiere a una molécula de ácido o-fosfórico di-esterificada con dos moléculas de alcohol seleccionada de los mismos o diferentes, alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad
10 total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20, y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

El término “productos de reacción salina de un éster de ácido fosfórico o mezcla
15 de uno o más mono-ésteres de ácido fosfórico y/o uno o más di-ésteres de ácido fosfórico” en el sentido de la presente invención se refiere a productos obtenidos al poner en contacto un material de relleno que comprende carbonato de calcio con uno o más mono-éster de ácido fosfórico y uno o más di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente ácido fosfórico. Dichos productos de reacción salina se
20 forman entre el uno o más mono-ésteres de ácido fosfórico aplicados y uno o más di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente ácido fosfórico y moléculas reactivas ubicadas en la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio.

25 El término material de relleno que comprende carbonato de calcio “seco” se entiende a ser un material de relleno que tiene menos de 0,3% en peso de agua con respecto al peso del material de relleno. El % de agua (igual al “contenido de

humedad total residual”) se determina de acuerdo con el método de medición Coulometric Karl Fischer, donde el material de relleno se calienta a 220 °C, y el contenido de agua se libera en forma de vapor y se aísla utilizando una corriente de gas nitrógeno (a 100 ml/min) se determina en una unidad Coulometric Karl Fischer.

El término “susceptibilidad a la absorción de humedad” en el sentido de la presente invención se refiere a la cantidad de humedad adsorbida en la superficie del material en polvo o producto de material de relleno tratado en superficie y se puede determinar en mg de humedad/g del material seco en polvo o producto de material de relleno tratado en superficie después de la exposición a una atmósfera de 10 y 85% de humedad relativa, resp., para 2,5 horas a una temperatura de +23 °C (± 2 °C).

Para el propósito de la presente solicitud, la “temperatura de inicio volátil” se define como la temperatura en la cual los volátiles – incluyendo volátiles que se introducen como un resultado de los pasos de preparación del material de relleno mineral común incluyendo molienda, con o sin agentes auxiliares de molienda, beneficio, con o sin la ayuda de flotación u otros agentes, y otros agentes de pretratamiento no mencionados expresamente anteriormente, detectados de acuerdo con el análisis termogravimétrico descrito a continuación – comienzan a evolucionar, tal como se observa en una curva termogravimétrica (TGA), el trazado de la masa de la muestra remanente (eje y) como una función de la temperatura (eje x), la preparación e interpretación de dicha una curva que se define a continuación.

La temperatura de inicio volátil se puede medir a través de un método de análisis termogravimétrico (TGA, pos sus siglas en inglés), que proporciona información con respecto a las pérdidas de masa y temperaturas de inicio volátiles con gran precisión, y es de conocimiento común; por ejemplo, se describe en “Principles of instrumental analysis”, quinta edición, Skoog, Holler, Nieman, 1998 (primera edición 1992) en el capítulo 31, páginas 798 a 800, y en muchas otras obras de referencia comúnmente conocidas. En la presente invención, el análisis por TGA se lleva a cabo utilizando un Mettler Toledo TGA 851 basado en una muestra de 500 +/- 50 mg y temperaturas de escaneo de 25 a 350°C a una velocidad de 20°C/min bajo un flujo de aire de 70 ml/min.

El experto será capaz de determinar la “temperatura de inicio volátil” mediante análisis de la curva TGA de la siguiente forma: se obtiene la primera derivada de la curva TGA y se identifican los puntos de inflexión de la misma entre 150 y 350°C. De los puntos de inflexión que tienen un valor de pendiente tangencial de más de 45 ° respecto a una línea horizontal, se identifica la temperatura más baja asociada por encima de 200 ° C. El valor de la temperatura asociado con este punto de inflexión de temperatura más baja de la primera curva derivada es la “temperatura de inicio volátil”.

20

Los “volátiles totales” que evolucionan en la curva TGA se determinan utilizando el software Star[®] SW 11.0. Utilizando este software, la curva primero se normaliza con respecto al peso original de la muestra con el fin de obtener pérdidas de masa en valores en % con respecto a la muestra original. Posteriormente, se selecciona el rango de temperatura de 25 a 350°C y se selecciona la opción del paso horizontal (en alemán: “Stufe horizontal”) a fin de obtener el % de pérdida de masa en el rango de temperatura seleccionado.

- Para el propósito de la presente solicitud, los “volátiles totales” asociados con el material en polvo o producto de material de relleno tratado en superficie y que evoluciona sobre un rango de temperatura de 25 a 280°C se caracteriza de acuerdo con el % de pérdida de masa del material en polvo o muestra del
- 5 producto de material de relleno tratado en superficie en un rango de temperatura que se lee en una curva termogravimétrica (TGA). Los “volátiles totales” que evolucionan en la curva TGA se determinan utilizando el software Star® SW 11.0. Al utilizar este software, la curva primero se normaliza con respecto al peso de la muestra original a fin de obtener pérdidas de masa en los valores en % con
- 10 respecto a la muestra original. A continuación, se selecciona el rango de temperatura de 25 a 280°C y se selecciona la opción del paso horizontal (en alemán: “Stufe horizontal”) a fin de obtener el % de pérdida de masa en el rango de temperatura seleccionado.
- 15 El término “área superficial específica” (en m^2/g) del producto de material de relleno tratado en superficie o material de relleno que comprende carbonato de calcio en el sentido de la presente invención se determina utilizando el método BET con nitrógeno como gas de adsorción, que es bien conocido por el experto (ISO 9277:1995). El área de superficie total (en m^2) del producto de material de
- 20 relleno tratado en superficie o material de relleno que comprende carbonato de calcio luego se obtiene multiplicando el área superficial específica por la masa (en g) del producto de material de relleno tratado en superficie o material de relleno que comprende carbonato de calcio antes del tratamiento.
- 25 A lo largo del presente documento, se describe el “tamaño de partícula” de un relleno que comprende carbonato de calcio u otros materiales particulados por su distribución de tamaños de partícula. El valor d_x representa el diámetro en relación

con el cual el % en peso de x de las partículas tiene diámetros menores a d_x . Esto significa que el valor d_{20} es el tamaño de partícula en el cual el 20% en peso de todas las partículas son más pequeñas, y el valor d_{98} es el tamaño de partícula en el cual el 98% en peso de todas las partículas son más pequeñas. El valor d_{98} también se denomina como “corte superior”. El valor d_{50} es por lo tanto el tamaño de partícula medio en peso, es decir el 50% en peso de todos los granos son más grandes mientras que el 50% en peso restante son más pequeños que el tamaño de partícula. Para el propósito de la presente invención el tamaño de partícula se especifica como tamaño de partícula medio en peso d_{50} al menos que se indique de otro modo. Para determinar el valor del tamaño de partícula medio en peso d_{50} o el valor del tamaño de partícula del corte superior d_{98} se puede utilizar un Sedigraph 5100 o dispositivo 5120 de la compañía Micromeritics, USA. El método y el instrumento son conocidos por los expertos en la técnica y se utilizan por lo general para determinar el tamaño del grano de rellenos y pigmentos. La medición se lleva a cabo en una solución acuosa de 0,1% en peso de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Las muestras se dispersan utilizando un agitador de alta velocidad y supersónico.

Para el propósito de la presente invención, el término “dtex” se refiere a la densidad de masa lineal de una fibra y se define como la masa en gramos por 10 000 metros.

Para el propósito de la presente invención, el “contenido de sólidos” de una composición líquida es una medida de la cantidad de material restante después de que se haya evaporado todo el solvente o agua.

25

Una “suspensión” o “solución” en el sentido de la presente invención comprende sólidos insolubles y agua, y opcionalmente otros aditivos, y por lo general

contiene grandes cantidades de sólidos y, por lo tanto, es más viscoso y puede ser de mayor densidad que el líquido a partir del cual se forma.

Un “material en polvo” en el sentido de la presente invención comprende un material de relleno, por ejemplo, un material mineral y/o un pigmento. Preferentemente el material de relleno forma más del 95% en peso del material en polvo. Para el propósito de la presente invención, un “material mineral” es una sustancia sólida que tiene una composición química inorgánica definida y característica cristalina y/o estructura amorfa.

10

Donde el término “que comprende” se utiliza en la presente descripción y reivindicaciones, no excluye otros elementos no especificados de importancia funcional mayor o menor. Para los propósitos de la presente invención, se considera que el término “que consiste en” es una realización preferida del término “comprendido por”. Si en lo sucesivo un grupo se define por comprender al menos una cierta cantidad de realizaciones, esto también se entiende como la divulgación de un grupo, que preferentemente consiste únicamente en estas realizaciones.

20 Siempre que se utilicen los términos “que incluye” o “que tiene”, estos términos pretenden ser equivalentes a “que comprende” tal como se definió anteriormente.

Cuando se utiliza un artículo indefinido o definido cuando se refiere a un sustantivo singular, por ejemplo, “un”, “una” o “el/la”, esto incluye un plural de este sustantivo al menos que se especifique otra cosa.

25

Los términos como “obtenible” o “definible” y “obtenido” o “definido” se utilizan indistintamente. Esto por ejemplo significa que, a menos que el contexto indique claramente lo contrario, el término “obtenido” no significa indicar que, por ejemplo, se deba obtener una realización por ejemplo por la secuencia de los pasos
5 siguiendo el término “obtenido” aun cuando un entendimiento tan limitado está siempre incluido por los términos “obtenido” o “definido” como una realización preferida.

El procedimiento de la invención para producir un material compactado
10 comprende los pasos de (a) proporcionar al menos un material en polvo, (b) proporcionar un aglutinante de polímero, (c) simultáneamente o posteriormente suministrar el al menos un material en polvo del paso (a) y el aglutinante de polímero del paso (b) en una unidad mezcladora de alta velocidad, (d) mezclar el al menos un material en polvo del paso (a) y el aglutinante de polímero del paso
15 (b) en la unidad de la mezcladora de alta velocidad hasta la formación de un material compactado, y (e) reducir la temperatura del material compactado obtenido en el paso (d) por debajo del punto de fusión o temperatura de transición vítrea del aglutinante de polímero. El al menos un material en polvo comprende un producto de material de relleno tratado en la superficie que comprende un
20 material de relleno que comprende carbonato de calcio y una capa de tratamiento en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio. La capa de tratamiento comprende (i) al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o al menos un ácido succínico mono-sustituido y/o productos de reacción salina de los mismos, y/o (ii) un éster de ácido fosfórico o
25 mezcla de uno o más mono-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y/o uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

En los siguientes detalles y formas de realización preferidas el procedimiento de la invención se establecerá más detalladamente. Cabe entender que estos detalles técnicos y realizaciones también se aplican al material compactado de la invención obtenido a partir de dicho procedimiento, al uso inventivo de dicho material compactado de la invención y composiciones, productos, y artículos que comprenden dicho material compactado de la invención.

El al menos un material en polvo

10

En el paso a) del procedimiento de la presente invención, se proporciona al menos un material en polvo. El al menos un material en polvo comprende un producto de material de relleno tratado en la superficie que comprende un material de relleno que comprende carbonato de calcio y una capa de tratamiento en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio, tal como se define en la reivindicación 1.

El material de relleno que comprende carbonato de calcio en el sentido de la presente invención se refiere a un material de relleno seleccionado de entre carbonato de calcio natural molido (GCC), carbonato de calcio precipitado (PCC), carbonato de calcio modificado en superficie (MCC), o mezclas de los mismos. De acuerdo con una realización preferida, el material de relleno que comprende carbonato de calcio es carbonato de calcio natural molido (GCC).

Cabe entender que GCC es una forma de carbonato de calcio de origen natural, extraído de rocas sedimentarias como la piedra caliza o tiza, de rocas metamórficas de mármol, cáscaras de huevo o conchas marinas, y procesado a

través de un tratamiento como la trituración, cribado y/o fraccionamiento en húmedo y/o en forma seca, por ejemplo mediante un ciclón o clasificador. En una realización de la presente invención, el GCC se selecciona del grupo que comprende mármol, tiza, dolomita, piedra caliza, y sus mezclas.

5

“Carbonato de calcio precipitado” (PCC, por sus siglas en inglés) en el sentido de la presente invención es un material sintetizado, generalmente obtenido por precipitación seguido de reacción de dióxido de carbono y cal en un ambiente acuoso o por precipitación de una fuente de iones de calcio y carbonato en agua o por precipitación de los iones de calcio y carbonato, por ejemplo, CaCl_2 y Na_2CO_3 , fuera de la solución. Otras maneras posibles de producir PCC son el proceso de soda cal, o el proceso Solvay en el cual el PCC es un producto secundario de la producción de amoníaco. El carbonato de calcio precipitado existe en tres formas cristalinas primarias: calcita, aragonita y vaterita, y existen diferentes polimorfos (hábitos de cristal) para cada una de estas formas cristalinas. La calcita tiene una estructura trigonal con hábitos cristalinos típicos tales como escalenoédrica (S-PCC), romboédrica (R-PCC), prismática hexagonal, pinacoidal, coloidal (C-PCC), cúbica y prismática (P-PCC). La aragonita es una estructura ortorrómbica con hábitos cristalinos típicos de cristales prismáticos hexagonales dobles, así como también una clasificación diversa de cristales delgados con forma prismática alargada, curvada, piramidal escalonada, de cincel, de árbol con ramificaciones, y de coral o tipo gusano. La vaterita pertenece al sistema de cristales hexagonales. La solución de PCC obtenida puede deshidratarse y secarse en forma mecánica.

25 Un carbonato de calcio modificado en superficie puede presentar GCC o PCC tratado en superficie. Un carbonato de calcio tratado en superficie puede prepararse proporcionando un GCC o PCC en forma de una suspensión acuosa,

y agregando un ácido a dicha suspensión. Los ácidos adecuados son, por ejemplo, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido cítrico, ácido oxálico, o una mezcla de los mismos. En un siguiente paso, el carbonato de calcio se trata con dióxido de carbono gaseoso. Si se utiliza un ácido fuerte tal como

5 ácido sulfúrico o ácido clorhídrico para el paso del tratamiento ácido, el dióxido de carbono se formará automáticamente *in situ*. De modo alternativo o adicionalmente, el dióxido de carbono se puede suministrar a partir de una fuente externa. Los carbonatos de calcio tratados en superficies se describen, por ejemplo, en US 2012/0031576 A1, WO 2009/074492 A1, EP 2 264 109 A1, EP 2

10 070 991 A1, EP 2 264 108 A1, WO 00/39222 A1, WO 2004/083316 A1 o WO 2005/121257 A2.

En una realización preferida, el material de relleno que comprende carbonato de calcio es mármol.

15

De acuerdo con una realización de la presente invención, la cantidad de carbonato de calcio en el material de relleno que comprende carbonato de calcio es al menos 80% en peso, por ejemplo, al menos 95% en peso, preferentemente entre 97 y 100% en peso, más preferentemente entre 98,5 y más preferentemente

20 aún 99,95% en peso, con base en el peso seco total del material de relleno que comprende carbonato de calcio.

El al menos un material de relleno que comprende carbonato de calcio está preferentemente en forma de un material en partículas, y puede tener una

25 distribución de tamaño de partícula tal como se emplea convencionalmente para el/los material(es) involucrados en el tipo de producto a ser producido. De acuerdo con una realización de la presente invención, el material de relleno que

comprende carbonato de calcio tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} de 0,05 μm a 10 μm , preferentemente de 0,1 μm a 7 μm , más preferentemente de 0,25 μm a 5 μm , y más preferentemente aún de 0,5 μm a 4 μm .

- 5 De acuerdo con una realización de la presente invención, el material de relleno que comprende carbonato de calcio tiene un corte superior (d_{98}) de $\leq 15 \mu\text{m}$, preferentemente de $\leq 12,5 \mu\text{m}$, más preferentemente de $\leq 10 \mu\text{m}$, y más preferentemente aún de $\leq 7,5 \mu\text{m}$.
- 10 De acuerdo con otra realización, el material de relleno que comprende carbonato de calcio tiene un área superficial específica BET de desde 0,5 y 150 m^2/g , preferentemente de 0,5 a 50 m^2/g , más preferentemente de 0,5 a 35 m^2/g , y más preferentemente aún de 0,5 a 15 m^2/g , tal como se mide usando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277.
- 15 De acuerdo con una realización de la presente invención, el material de relleno que comprende carbonato de calcio tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} de 0,05 μm a 10 μm y/o un corte superior (d_{98}) de $\leq 15 \mu\text{m}$ y/o un área superficial específica BET de desde 0,5 y 150 m^2/g , tal como se mide usando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277.
- 20

En una realización de la presente invención, el al menos un material de relleno que comprende carbonato de calcio es preferentemente un mármol que tiene un valor d_{50} del tamaño de partícula medio en peso de 0,05 μm a 10 μm , preferentemente de 0,1 μm a 7 μm , más preferentemente de 0,25 μm a 5 μm y más preferentemente aún de 0,5 μm a 4 μm . En este caso, el al menos un material de relleno que comprende carbonato de calcio puede exhibir un área BET

superficial específica de desde 0,5 hasta 150 m²/g, preferentemente de desde 0,5 hasta 50 m²/g, más preferentemente de desde 0,5 hasta 35 m²/g y más preferentemente aún de desde 0,5 hasta 15 m²/g, según se mide usando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la norma ISO 9277.

5

Es preferido que el material de relleno que comprende carbonato de calcio sea un material molido seco, un material molido por vía húmeda y seca o una mezcla de los materiales anteriores. En general, la etapa de molienda se puede llevar a cabo con cualquier dispositivo de molienda convencional, por ejemplo, bajo condiciones
10 tales que el refinamiento predominantemente es el resultado de impactos con un cuerpo secundario, es decir en uno o más de: un molino de bolas, un molino de varilla, un molino de vibración, una trituradora de rodillos, un molino de impacto centrífugo, un molino de perlas vertical, un molino de atrición, un molino de púas, un molino de martillos, un pulverizador, una trituradora, un cortador de cuchillo, u
15 otro equipo conocido por el experto.

En caso de que el material de relleno que comprende carbonato de calcio sea un material de relleno de carbonato que comprende calcio molido en húmedo, el material de relleno que comprende carbonato de calcio, la etapa de molienda se
20 puede llevar a cabo bajo condiciones tales que se lleva a cabo la molienda autógena y/o mediante molienda de bolas horizontal, y/u otros procesos conocidos por el experto en la técnica. Cabe además destacar que los mismos métodos de molienda se pueden utilizar para la molienda en seco del material de relleno que comprende carbonato de calcio. El material de relleno que comprende
25 carbonato de calcio molido procesado en húmedo obtenido de ese modo puede ser lavado y deshidratado por procesos bien conocidos, por ejemplo, por floculación, filtración o evaporación forzada antes del secado. La etapa posterior

- de secado puede llevarse a cabo en una única etapa tal como secado por pulverización, o en al menos dos pasos, por ejemplo aplicando una primera etapa de calentamiento al material de relleno que comprende carbonato de calcio a fin de reducir el contenido de humedad asociado a un nivel que no es mayor que
- 5 aproximadamente 0,5% en peso, con base en el peso seco total del material de relleno que comprende carbonato de calcio. El contenido de humedad total residual del relleno se puede medir mediante el método de titulación coulométrica, Karl Fischer, desorbiendo la humedad en un horno a 195°C y haciéndola pasar continuamente en el Coulómetro KF (coulométrico Mettler Toledo KF Valorador
- 10 C30, combinado con un horno Mettler DO 0337) utilizando N₂ seco a 100 ml/min durante 10 min. El contenido de humedad total residual se puede determinar con una curva de calibración y también se puede tomar en cuenta un punto ciego de flujo de gas de 10 min sin una muestra. El contenido de humedad total residual se puede además reducir aplicando una segunda etapa de calentamiento al material
- 15 de relleno que comprende carbonato de calcio. En caso de que dicho secado se lleve a cabo a través de más de una etapa de secado, el primer paso puede llevarse a cabo por calentamiento en una corriente de aire caliente, mientras que el segundo y posteriores pasos de secado se llevan preferentemente a cabo mediante un calentamiento indirecto donde la atmósfera en el recipiente
- 20 correspondiente comprende un agente de tratamiento superficial. También es común que el material de relleno que comprende carbonato de calcio sea sometido a una etapa de beneficio (tal como una flotación, blanqueo o etapa de separación magnética) para eliminar las impurezas.
- 25 En una realización de la presente invención, el material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende un material de relleno que comprende carbonato de calcio molido seco. En otra realización preferida, el material de relleno que

comprende carbonato de calcio es un material molido en húmedo en un molino de bolas horizontal, y posteriormente secado mediante el proceso bien conocido de secado por pulverización.

- 5 De acuerdo con la presente invención el material de relleno que comprende carbonato de calcio tiene un contenido de humedad residual de $\leq 1\%$ en peso, con base en el peso seco total del material de relleno que comprende carbonato de calcio. Dependiendo del material de relleno que comprende carbonato de calcio, el material de relleno que comprende carbonato de calcio tiene un
- 10 contenido de humedad total residual de desde 0,01 hasta 1% en peso, preferentemente de 0,01 a 0,2% en peso, más preferentemente de 0,02 a 0,15% en peso y más preferentemente aún de 0,04 a 0,15% en peso, con base en el peso seco total del material de relleno que comprende carbonato de calcio.
- 15 Por ejemplo, en caso de que se utilice un mármol molido en húmedo y secado por pulverización como material de relleno que comprende carbonato de calcio, el contenido de humedad total residual del material de relleno que comprende carbonato de calcio es preferentemente de 0,01 a 0,1% en peso, más preferentemente de 0,02 a 0,08% en peso, y más preferentemente aún de 0,04 a
- 20 0,07% en peso, con base en el peso seco total del material de relleno que comprende carbonato de calcio. Si se utiliza un PCC como material de relleno que comprende carbonato de calcio, el contenido de humedad total residual del material de relleno que comprende carbonato de calcio es preferentemente de 0,01 a 0,2% en peso, más preferentemente de 0,05 a 0,17% en peso, y más
- 25 preferentemente aún de 0,05 a 0,10% en peso, con base en el peso seco total del material de relleno que comprende carbonato de calcio.

De acuerdo con la presente invención el producto de material de relleno tratado en superficie además comprende una capa de tratamiento en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio, donde la capa de tratamiento comprende

- 5 i) al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o al menos un ácido succínico mono-sustituido y/o productos de reacción salina de los mismos, y/o
- ii) un éster de ácido fosfórico o mezcla de uno o más mono-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y/o uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

10

De acuerdo con una realización el producto de material de relleno tratado en superficie comprende la capa de tratamiento en una cantidad de al menos 0,1% en peso, con base en el peso seco total del material de relleno que comprende carbonato de calcio, preferentemente en una cantidad de 0,1 a 3% en peso.

15

De acuerdo con una realización el producto de material de relleno tratado en superficie comprende la capa de tratamiento en una cantidad de 0,1 a 2,5% en peso, preferentemente en una cantidad de desde 0,1 hasta 2% en peso, más preferentemente en una cantidad de desde 0,1 hasta 1,5% en peso, aún más

20 preferentemente en una cantidad de desde 0,1 hasta 1% en peso, y más preferentemente aún en una cantidad de desde 0,2 hasta 0,8% en peso, con base en el peso seco total del carbonato de calcio que contiene material de relleno.

De acuerdo con una realización la capa de tratamiento está sobre la superficie

25 total del material de relleno que comprende carbonato de calcio. La composición de la capa de tratamiento y realizaciones específicas de la misma se describirán con más detalle a continuación.

El producto de material de relleno tratado en superficie de acuerdo con la presente invención tiene excelentes características superficiales en comparación con rellenos minerales tratados con ácidos grasos y/o sales de ácidos grasos que tienen al menos 10 átomos de carbono de cadena, es decir sin la implementación

5 de al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o al menos un ácido succínico mono-sustituido y/o productos de reacción salina de los mismos, o el éster de ácido fosfórico o mezcla de uno o más mono-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y/o uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

10

En particular, cabe entender que de acuerdo con una realización el producto de material de relleno tratado en superficie tenga una temperatura de inicio volátil de $\geq 250^{\circ}\text{C}$, preferentemente de $\geq 260^{\circ}\text{C}$, y más preferentemente aún de $\geq 270^{\circ}\text{C}$.

15 Adicionalmente o de modo alternativo, el producto de material de relleno tratado en superficie puede tener volátiles totales entre 25 y 350°C de menos de 0,25%, y preferentemente de menos de 0,23% en masa, por ejemplo de 0,04 a 0,21% en masa, preferentemente de 0,08 a 0,15% en masa, más preferentemente de 0,1 a 0,12% en masa.

20

Además, el producto de material de relleno tratado en superficie puede presentar una susceptibilidad de baja absorción de agua. Se prefiere que la susceptibilidad de absorción de humedad del producto de material de relleno tratado en superficie sea tal que su nivel total de humedad superficial sea de menos de 1 mg/g de

25 carbonato de material de relleno que comprende calcio seco, a una temperatura de aproximadamente $+23^{\circ}\text{C}$ ($\pm 2^{\circ}\text{C}$). Por ejemplo, el producto de material de relleno tratado en superficie tiene una susceptibilidad de absorción de humedad

de 0,1 a 1 mg/g, más preferentemente de 0,2 a 0,9 mg/g; y más preferentemente aún de desde 0,2 hasta 0,8 mg/g de carbonato de calcio seco que comprende material a una temperatura de +23°C ($\pm$ 2°C).

- 5 Adicionalmente o de modo alternativo, el producto de material de relleno tratado en superficie puede tener una hidrofiliidad de menos de 8:2 relación volumétrica de agua:etanol medido a +23°C ($\pm$ 2°C) con el método de sedimentación. Por ejemplo, el producto de material de relleno tratado en superficie puede tener una hidrofiliidad de menos de 7:3 relación volumétrica de agua:etanol medido a
- 10 +23°C ($\pm$ 2°C) con el método de sedimentación.

Además de las características superficiales ventajosas antes mencionadas, la estructura química de la capa de tratamiento del producto de material de relleno tratado en superficie permite la personalización o la adaptación de las

15 propiedades superficiales del material de relleno con respecto a la zona de aplicación prevista. Por ejemplo, la hidrofobicidad o hidrofiliidad del producto de material de relleno tratado en superficie se puede variar mediante la introducción de más sustituyentes hidrófobos o hidrófilos en la capa de tratamiento, es decir en el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o al menos un ácido

20 succínico mono-sustituido y/o productos de reacción salina de los mismos, o en el éster de ácido fosfórico o mezcla de uno o más mono-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y/o uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. El producto de material de relleno tratado en superficie utilizado en el procedimiento de la presente invención

25 también tiene la ventaja de que tiene una estabilidad térmica mejorada en comparación con materiales de relleno, que han sido tratados en la superficie con ácidos carboxílicos alifáticos o sales de los mismos. Mientras que los rellenos

minerales tratados con ácidos grasos y/o sales de ácidos grasos que tienen al menos 10 átomos de carbono en cadena por lo general no son térmicamente estables por encima de 230°C, los productos de material de relleno tratados en superficie utilizados en el procedimiento de la presente invención son

5 térmicamente estables a temperaturas por encima de 230°C, por ejemplo hasta temperaturas de 250°C, 270°C, oó 290°C.

Los métodos para preparar los productos de material de relleno tratados en superficie se describen en los documentos WO 2014/060286 A1 y WO

10 2014/128087 A1.

Además del producto de material de relleno tratado en superficie, el al menos un material en polvo puede comprender polvos inorgánicos y/o polvos orgánicos adicionales.

15

El polvo inorgánico adicional se puede seleccionar del grupo que comprende carbonato de calcio natural molido (GCC); carbonato de calcio precipitado (PCC); minerales que contienen carbonato de calcio tales como dolomita, rellenos mixtos a base de carbonato tales como calcio asociado con mineral que contiene

20 magnesio, tal como talco, o con arcilla; mica; y mezclas de los mismos, tal como mezclas de talco-carbonato de calcio o carbonato de calcio-caolín, o mezclas de carbonato de calcio natural molido con hidróxido de aluminio, mica o con fibras sintéticas o naturales, o co-estructuras de minerales tales como talco-carbonato de calcio o co-estructuras de talco-dióxido de titanio. El polvo orgánico adicional

25 se puede seleccionar del grupo que comprende harina de madera, almidón modificado, y mezclas de los mismos. Los polvos inorgánicos adicionales y/o

polvos orgánicos también se pueden tratar en superficie, por ejemplo, con ácidos grasos tal como ácido esteárico o ácido palmítico.

De acuerdo con una realización de la presente invención, el al menos un material en polvo se agrega en una cantidad de 50 a 99% en peso, basado en el peso total del material compactado, preferentemente de 60 a 98% en peso, más preferentemente de 80 a 92% en peso, y más preferentemente aún de 87 a 90% en peso.

10

Capa de tratamiento i)

De acuerdo con una realización de la presente invención, el producto de material de relleno tratado en superficie comprende una capa de tratamiento en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio, donde la capa de tratamiento comprende al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o al menos un ácido succínico mono-sustituido y/o productos de reacción salina de los mismos.

Cabe entender que la expresión “al menos un” anhídrido succínico mono-sustituido se refiere a que se pueden proporcionar uno o más clases de anhídrido succínico mono-sustituido en el procedimiento de la presente invención.

Por consiguiente, cabe destacar que el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido puede ser una clase de anhídrido succínico mono-sustituido. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido puede ser una mezcla de dos o más clases de anhídrido succínico mono-sustituido. Por ejemplo,

el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido puede ser una mezcla de dos o tres clases de anhídrido succínico mono-sustituido, como dos clases de anhídrido succínico mono-sustituido.

- 5 En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una clase de anhídrido succínico mono-sustituido.

Cabe entender que el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido representa un agente de tratamiento superficial y consiste en anhídrido succínico
10 mono-sustituido con un grupo seleccionado de cualquier grupo lineal, ramificado, cíclico y alifático que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30 en el sustituyente.

En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico
15 mono-sustituido consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo seleccionado de un grupo lineal, ramificado, cíclico y alifático que tiene una cantidad total de átomos de carbono desde C3 a C20 en el sustituyente. Por ejemplo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo seleccionado de un grupo
20 lineal, ramificado, cíclico y alifático que tiene una cantidad total de átomos de carbono desde C4 a C18 en el sustituyente.

En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo
25 que es un grupo lineal y alifático que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30, preferentemente de C3 a C20 y más preferentemente aún de C4 a C18 en el sustituyente. Adicionalmente o de modo alternativo, el al

menos un anhídrido succínico mono-sustituido consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo que es un grupo alifático y ramificado que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30, preferentemente de C3 a C20 y más preferentemente aún de C4 a C18 en el sustituyente.

5

Por consiguiente, se prefiere que el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo que es un grupo alquilo, lineal o ramificado, que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30, preferentemente de C3 a C20 y más preferentemente aún
10 de C4 a C18 en el sustituyente.

Por ejemplo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo que es un grupo alquilo lineal que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30, preferentemente
15 de C3 a C20 y más preferentemente aún de C4 a C18 en el sustituyente. Adicionalmente o de modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo que es un grupo alquilo ramificado que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30, preferentemente de C3 a C20 y más preferentemente aún de C4 a C18
20 en el sustituyente.

El término “alquilo” en el sentido de la presente invención se refiere a un compuesto orgánico saturado lineal o ramificado compuesto por carbono e hidrógeno. En otras palabras, “anhídridos succínicos mono-sustituidos con alquilo”
25 están compuestos por cadenas de hidrocarburos saturadas, lineales o ramificadas que contienen un grupo anhídrido succínico colgante.

En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es al menos un anhídrido succínico alquilo mono-sustituido lineal o ramificado. Por ejemplo, el al menos un anhídrido succínico alquilo mono-sustituido se selecciona del grupo que comprende anhídrido etil succínico, anhídrido propil succínico, anhídrido butil succínico, anhídrido triisobutil succínico, anhídrido pentil succínico, anhídrido hexil succínico, anhídrido heptil succínico, anhídrido octil succínico, anhídrido nonil succínico, anhídrido decil succínico, anhídrido dodecil succínico, anhídrido hexadecanil succínico, anhídrido octadecanil succínico, y mezclas de los mismos.

10

Por consiguiente, cabe entender que por ejemplo el término “anhídrido butil succínico” comprende anhídrido(s) butil succínico lineal o ramificado. Un ejemplo específico de anhídrido(s) butil succínico lineal es n-anhídrido butil succínico. Ejemplos específicos de anhídrido(s) butil succínico ramificado son iso-anhídrido butil succínico, sec-anhídrido butil succínico y/o terc-anhídrido butil succínico.

15

Además, cabe entender que por ejemplo el término “anhídrido hexadecanil succínico” comprende anhídrido(s) hexadecanil succínico lineal y ramificado. Un ejemplo específico de anhídrido(s) hexadecanil succínico lineal es n-anhídrido hexadecanil succínico. Ejemplos específicos de anhídrido(s) hexadecanil succínico ramificado son 14-metilpentadecanil anhídrido succínico, 13-metilpentadecanil anhídrido succínico, 12-metilpentadecanil anhídrido succínico, 11-metilpentadecanil anhídrido succínico, 10-metilpentadecanil anhídrido succínico, 9-metilpentadecanil anhídrido succínico, 8-metilpentadecanil anhídrido succínico, 7-metilpentadecanil anhídrido succínico, 6-metilpentadecanil anhídrido succínico, 5-metilpentadecanil anhídrido succínico, 4-metilpentadecanil anhídrido succínico, 3-metilpentadecanil anhídrido succínico, 2-metilpentadecanil anhídrido

20
25

succínico, 1–metilpentadecanil anhídrido succínico, 13–etilbutadecanil anhídrido
 succínico, 12–etilbutadecanil anhídrido succínico, 11–etilbutadecanil anhídrido
 succínico, 10–etilbutadecanil anhídrido succínico, 9–etilbutadecanil anhídrido
 succínico, 8–etilbutadecanil anhídrido succínico, 7–etilbutadecanil anhídrido
 5 succínico, 6–etilbutadecanil anhídrido succínico, 5–etilbutadecanil anhídrido
 succínico, 4–etilbutadecanil anhídrido succínico, 3–etilbutadecanil anhídrido
 succínico, 2–etilbutadecanil anhídrido succínico, 1–etilbutadecanil anhídrido
 succínico, 2–butildodecanil anhídrido succínico, 1–hexildecánil anhídrido
 succínico, 1–hexil–2–decanil anhídrido succínico, 2–hexildecánil anhídrido
 10 succínico, 6,12–dimetilbutadecanil anhídrido succínico, 2,2–dietildodecanil
 anhídrido succínico, 4,8,12–trimetiltridecanil anhídrido succínico, 2,2,4,6,8–
 pentametilundecanil anhídrido succínico, 2–etil–4–metil–2–(2–metilpentil)–heptil
 anhídrido succínico y/o 2–etil–4,6–dimetil–2–propilnonil anhídrido succínico.

Además, cabe entender que por ejemplo, el término “anhídrido octadecanil
 15 succínico” comprende anhídrido(s) octadecanil succínico lineal y ramificado. Un
 ejemplo específico de anhídrido(s) octadecanil succínico lineal es n–octadecanil
 anhídrido succínico. Ejemplos específicos de anhídrido(s) hexadecanil succínico
 ramificado son 16–metilheptadecanil anhídrido succínico, 15–metilheptadecanil
 anhídrido succínico, 14–metilheptadecanil anhídrido succínico, 13–
 20 metilheptadecanil anhídrido succínico, 12–metilheptadecanil anhídrido succínico,
 11–metilheptadecanil anhídrido succínico, 10–metilheptadecanil anhídrido
 succínico, 9–metilheptadecanil anhídrido succínico, 8–metilheptadecanil anhídrido
 succínico, 7–metilheptadecanil anhídrido succínico, 6–metilheptadecanil anhídrido
 succínico, 5–metilheptadecanil anhídrido succínico, 4–metilheptadecanil anhídrido
 25 succínico, 3–metilheptadecanil anhídrido succínico, 2–metilheptadecanil anhídrido
 succínico, 1–metilheptadecanil anhídrido succínico, 14–etil hexadecanil anhídrido
 succínico, 13–etil hexadecanil anhídrido succínico, 12–etil hexadecanil anhídrido

succínico, 11-etil hexadecanil anhídrido succínico, 10-etil hexadecanil anhídrido succínico, 9-etil hexadecanil anhídrido succínico, 8-etil hexadecanil anhídrido succínico, 7-etil hexadecanil anhídrido succínico, 6-etil hexadecanil anhídrido succínico, 5-etil hexadecanil anhídrido succínico, 4-etil hexadecanil anhídrido succínico, 3-etil hexadecanil anhídrido succínico, 2-etil hexadecanil anhídrido succínico, 1-etil hexadecanil anhídrido succínico, 2-hexildodecanil anhídrido succínico, 2-heptilundecanil anhídrido succínico, iso-octadecanil anhídrido succínico y/o 1-octil-2-decanil anhídrido succínico.

10 En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido alquilo succínico mono-sustituido se selecciona del grupo que comprende anhídrido butil succínico, anhídrido hexil succínico, anhídrido heptil succínico, anhídrido octil succínico, anhídrido hexadecanil succínico, anhídrido octadecanil succínico, y mezclas de los mismos.

15

En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una clase de anhídrido alquil succínico mono-sustituido. Por ejemplo, el uno anhídrido alquil succínico mono-sustituido es anhídrido butil succínico. De modo alternativo, el uno anhídrido alquil succínico mono-sustituido es anhídrido hexil succínico. De modo alternativo, el uno anhídrido alquil succínico mono-sustituido es anhídrido heptil succínico o anhídrido octil succínico. De modo alternativo, el uno anhídrido alquil succínico mono-sustituido es anhídrido hexadecanil succínico. Por ejemplo, el uno anhídrido alquil succínico mono-sustituido es anhídrido hexadecanil succínico lineal tal como n-hexadecanil anhídrido succínico o anhídrido hexadecanil succínico ramificado tal como 1-hexil-2-decanil anhídrido succínico. De modo alternativo, el uno anhídrido alquil succínico mono-sustituido es anhídrido octadecanil succínico. Por ejemplo, el uno

25

anhídrido alquil succínico mono-sustituido es anhídrido octadecanil succínico lineal tal como n-octadecanil anhídrido succínico o anhídrido octadecanil succínico ramificado tal como iso-octadecanil anhídrido succínico o 1-octil-2-decanil anhídrido succínico.

5

En una realización de la presente invención, el uno anhídrido alquil succínico mono-sustituido es anhídrido butil succínico tal como n-butil anhídrido succínico.

En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico
10 mono-sustituido es una mezcla de dos o más clases de anhídridos alquil succínico mono-sustituidos. Por ejemplo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de dos o tres clases de anhídridos alquil succínico mono-sustituidos.

15 En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo que es un grupo alquenilo lineal o ramificado que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30, preferentemente de C3 a C20 y más preferentemente aún de C4 a C18 en el sustituyente.

20

El término “alquenilo” en el sentido de la presente invención se refiere a un compuesto orgánico insaturado, lineal o ramificado compuesto por carbono e hidrógeno. Dicho compuesto orgánico contiene además al menos un doble enlace en el sustituyente, preferentemente un doble enlace. En otras palabras,
25 “anhídridos succínicos alquenil mono-sustituidos” están compuestos por cadenas de hidrocarburos no saturadas lineales o ramificadas que contienen un grupo

anhídrido succínico colgante. Cabe entender que el término “alquenilo” en el sentido de la presente invención incluye los isómeros cis y trans.

En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es al menos un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido lineal o ramificado. Por ejemplo, el al menos un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido se selecciona del grupo que comprende anhídrido etenil succínico, anhídrido propenil succínico, anhídrido butenil succínico, anhídrido triisobutenil succínico, anhídrido pentenil succínico, anhídrido hexenil succínico, anhídrido heptenil succínico, anhídrido octenil succínico, anhídrido nonenil succínico, anhídrido decenil succínico, anhídrido dodecenil succínico, anhídrido hexadecenil succínico, anhídrido octadecenil succínico, y mezclas de los mismos.

Por consiguiente, cabe entender que por ejemplo el término “anhídrido hexadecenil succínico” comprende anhídrido(s) hexadecenil succínico lineal y ramificado. Un ejemplo específico de anhídrido(s) hexadecenil succínico lineal es n-hexadecenil anhídrido succínico tal como 14-hexadecenil anhídrido succínico, 13-hexadecenil anhídrido succínico, 12-hexadecenil anhídrido succínico, 11-hexadecenil anhídrido succínico, 10-hexadecenil anhídrido succínico, 9-hexadecenil anhídrido succínico, 8-hexadecenil anhídrido succínico, 7-hexadecenil anhídrido succínico, 6-hexadecenil anhídrido succínico, 5-hexadecenil anhídrido succínico, 4-hexadecenil anhídrido succínico, 3-hexadecenil anhídrido succínico y/o 2-hexadecenil anhídrido succínico. Ejemplos específicos de anhídrido(s) hexadecenil succínico ramificado son 14-metil-9-pentadecenil anhídrido succínico, 14-metil-2-pentadecenil anhídrido succínico, 1-hexil-2-decenil anhídrido succínico y/o iso-hexadecenil anhídrido succínico.

Además, cabe entender que por ejemplo el término “anhídrido octadecenil succínico” comprende anhídrido(s) octadecenil succínico lineal y ramificado. Un ejemplo específico de anhídrido(s) octadecenil succínico lineal es n-octadecenil anhídrido succínico tal como 16-octadecenil anhídrido succínico, 15-octadecenil
 5 anhídrido succínico, 14-octadecenil anhídrido succínico, 13-octadecenil anhídrido succínico, 12-octadecenil anhídrido succínico, 11-octadecenil anhídrido succínico, 10-octadecenil anhídrido succínico, 9-octadecenil anhídrido succínico, 8-octadecenil anhídrido succínico, 7-octadecenil anhídrido succínico, 6-octadecenil anhídrido succínico, 5-octadecenil anhídrido succínico, 4-octadecenil
 10 anhídrido succínico, 3-octadecenil anhídrido succínico y/o 2-octadecenil anhídrido succínico. Ejemplos específicos de anhídrido(s) octadecenil succínico ramificado son 16-metil-9-heptadecenil anhídrido succínico, 16-metil-7-heptadecenil anhídrido succínico, 1-octil-2-decenil anhídrido succínico y/o iso-octadecenil anhídrido succínico.

15

En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido se selecciona del grupo que comprende anhídrido hexenil succínico, anhídrido octenil succínico, anhídrido hexadecenil succínico, anhídrido octadecenil succínico, y mezclas de los mismos.

20

En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido. Por ejemplo, el uno anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es anhídrido hexenil succínico. De modo alternativo, el uno anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es anhídrido octenil succínico. De modo alternativo, el uno anhídrido
 25 alquenilo succínico mono-sustituido es anhídrido hexadecenil succínico. Por ejemplo, el uno anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es anhídrido

hexadecenil succínico lineal tal como n-hexadecenil anhídrido succínico o anhídrido hexadecenil succínico ramificado tal como 1-hexil-2-decenil anhídrido succínico. De modo alternativo, el uno anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es anhídrido octadecenil succínico. Por ejemplo, el uno anhídrido alquil
 5 succínico mono-sustituido es anhídrido octadecenil succínico lineal tal como n-octadecenil anhídrido succínico o anhídrido octadecenil succínico ramificado tal como iso-octadecenil anhídrido succínico, o 1-octil-2-decenil anhídrido succínico.

10 En una realización de la presente invención, el uno anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es anhídrido octadecenil succínico lineal tal como n-octadecenil anhídrido succínico. En otra realización de la presente invención, el uno anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es anhídrido octenil succínico lineal tal como n-octenil anhídrido succínico.

15

Si el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido, cabe entender que el uno anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido está presente en una cantidad de $\geq 95\%$ en peso y preferentemente de $\geq 96,5\%$ en peso, basado en el peso total del al menos un
 20 anhídrido succínico mono-sustituido.

En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de dos o más clases de anhídridos succínicos alquenilo mono-sustituidos. Por ejemplo, el al menos un anhídrido succínico
 25 mono-sustituido es una mezcla de dos o tres clases de anhídridos alquenilo succínicos mono-sustituidos.

Si el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de dos o más clases de anhídridos succínicos alquenilo mono-sustituidos, un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es anhídrido octadecenil succínico lineal o ramificado, mientras que cada anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido

5 adicional se selecciona de anhídrido etenil succínico, anhídrido propenil succínico, anhídrido butenil succínico, anhídrido pentenil succínico, anhídrido hexenil succínico, anhídrido heptenil succínico, anhídrido nonenil succínico, anhídrido hexadecenil succínico y mezclas de los mismos. Por ejemplo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de dos o más clases de

10 anhídridos succínicos alquenilo mono-sustituidos, donde un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es anhídrido octadecenil succínico lineal y cada anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido adicional se selecciona de anhídrido etenil succínico, anhídrido propenil succínico, anhídrido butenil succínico, anhídrido pentenil succínico, anhídrido hexenil succínico, anhídrido

15 heptenil succínico, anhídrido nonenil succínico, anhídrido hexadecenil succínico y mezclas de los mismos. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de dos o más clases de anhídridos succínicos alquenilo mono-sustituidos, donde un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es anhídrido octadecenil succínico ramificado y cada anhídrido

20 alquenilo succínico mono-sustituido adicional se selecciona de anhídrido etenil succínico, anhídrido propenil succínico, anhídrido butenil succínico, anhídrido pentenil succínico, anhídrido hexenil succínico, anhídrido heptenil succínico, anhídrido nonenil succínico, anhídrido hexadecenil succínico y mezclas de los mismos.

25

Por ejemplo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de dos o más clases de anhídridos succínicos alquenilo mono-sustituidos que

comprende uno o más anhídridos hexadecenil succínicos, tal como anhídrido(s) hexadecenil succínico lineal o ramificado, y uno o más anhídrido octadecenil succínico, tal como anhídrido(s) octadecenil succínico lineal o ramificado.

- 5 En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de dos o más clases de anhídridos succínicos alquenilo mono-sustituidos que comprende anhídrido(s) hexadecenil succínico lineal y anhídrido(s) octadecenil succínico lineal. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de dos o más clases de
- 10 anhídridos succínicos alquenilo mono-sustituidos que comprende anhídrido(s) hexadecenil succínico ramificado y anhídrido(s) octadecenil succínico ramificado. Por ejemplo, el uno o más anhídridos hexadecenil succínico es anhídrido hexadecenil succínico lineal tal como n-hexadecenil anhídrido succínico y/o anhídrido hexadecenil succínico ramificado como 1-hexil-2-decenil anhídrido succínico. Adicionalmente o de modo alternativo, el uno o más anhídrido
- 15 octadecenil succínico es anhídrido octadecenil succínico lineal tal como n-octadecenil anhídrido succínico y/o anhídrido octadecenil succínico ramificado tal como iso-octadecenil anhídrido succínico y/o 1-octil-2-decenil anhídrido succínico.

20

- Si el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de dos o más clases de anhídridos succínico alquenilo mono-sustituidos, cabe entender que un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido está presente en una cantidad de desde 20 a 60% en peso y preferentemente de desde 30 hasta 50%
- 25 en peso, basado en el peso total del al menos un anhídrido succínico mono-sustituido proporcionado.

Por ejemplo, si el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de dos o más clases de anhídridos succínico alquenilo mono-sustituidos que comprende uno o más anhídrido(s) hexadecenil succínico, tal como anhídrido(s) hexadecenil succínico lineal o ramificado, y uno o más anhídridos octadecenil succínico, tal como anhídrido(s) hexadecenil succínico lineal o ramificado, se prefiere que el uno o más anhídrido(s) octadecenil succínico está presente en una cantidad de desde 20 hasta 60% en peso y preferentemente de desde 30 hasta 50% en peso, basado en el peso total del al menos un anhídrido succínico mono-sustituido.

10

Asimismo cabe entender que el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido puede ser una mezcla de al menos un anhídrido alquilo succínico mono-sustituido y al menos un anhídrido succínico alquenilo mono-sustituido.

15 Si el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de al menos un anhídrido alquilo succínico mono-sustituido y al menos un anhídrido succínico alquenilo mono-sustituido, cabe entender que el sustituyente alquilo del al menos un anhídrido alquilo succínico mono-sustituido y el sustituyente alqueno de al menos un anhídrido succínico alquenilo mono-sustituido son preferentemente los mismos. Por ejemplo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido etil succínico y anhídrido etenil succínico. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido propil succínico y anhídrido propenil succínico. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido butil succínico y anhídrido butenil succínico. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido triisobutil succínico y anhídrido triisobutenil succínico. De modo alternativo, el al menos un

25

anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido pentil succínico y anhídrido pentenil succínico. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido hexil succínico y anhídrido hexenil succínico. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido heptil succínico y anhídrido heptenil succínico. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido octil succínico y anhídrido octenil succínico. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido nonil succínico y anhídrido nonenil succínico. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido decil succínico y anhídrido decenil succínico. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido dodecil succínico y anhídrido dodecenil succínico. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido hexadecanil succínico y anhídrido hexadecenil succínico. Por ejemplo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido hexadecanil succínico lineal y anhídrido hexadecenil succínico lineal o una mezcla de anhídrido hexadecanil succínico ramificado y anhídrido hexadecenil succínico ramificado. De modo alternativo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido octadecanil succínico y anhídrido octadecenil succínico. Por ejemplo, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido octadecanil succínico lineal y anhídrido octadecenil succínico lineal o una mezcla de anhídrido octadecanil succínico ramificado y anhídrido octadecenil succínico ramificado.

En una realización de la presente invención, el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de anhídrido nonil succínico y anhídrido nonenil succínico.

- 5 Si el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido es una mezcla de al menos un anhídrido alquilo succínico mono-sustituido y al menos un anhídrido succínico alquenilo mono-sustituido, la relación en peso entre el al menos un anhídrido alquilo succínico mono-sustituido y el al menos un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es entre 90:10 y 10:90 (% en peso / % en peso). Por ejemplo, la
10 relación en peso entre el al menos un anhídrido alquilo succínico mono-sustituido y el al menos un anhídrido alquenilo succínico mono-sustituido es entre 70:30 y 30:70 (% en peso / % en peso) o entre 60:40 y 40:60 (% en peso / % en peso).

- Cabe entender que la expresión “al menos un” ácido succínico mono-sustituido se
15 refiere a que uno o más clases de ácido succínico mono-sustituido se pueden proporcionar en el procedimiento de la presente invención.

- Por consiguiente, cabe destacar que el al menos un ácido succínico mono-sustituido puede ser una clase de ácido succínico mono-sustituido. De modo
20 alternativo, el al menos un ácido succínico mono-sustituido puede ser una mezcla de dos o más clases de ácido succínico mono-sustituido. Por ejemplo, el al menos un ácido succínico mono-sustituido puede ser una mezcla de dos o tres clases de ácido succínico mono-sustituido, como dos clases de ácido succínico mono-sustituido.

25

En una realización de la presente invención, el al menos un ácido succínico mono-sustituido es una clase de ácido succínico mono-sustituido.

Cabe entender que el al menos un ácido succínico mono-sustituido representa un agente de tratamiento superficial y consiste en ácido succínico mono-sustituido con un grupo seleccionado de cualquier grupo cíclico y alifático lineal, ramificado, que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30 en el sustituyente.

En una realización de la presente invención, el al menos un ácido succínico mono-sustituido consiste en ácido succínico mono-sustituido con un grupo seleccionado de un grupo cíclico y alifático, lineal, ramificado que tiene una cantidad total de átomos de carbono desde C3 hasta C20 en el sustituyente. Por ejemplo, el al menos un ácido succínico mono-sustituido consiste en ácido succínico mono-sustituido con un grupo seleccionado de un grupo cíclico y alifático, lineal, ramificado que tiene una cantidad total de átomos de carbono desde C4 hasta C18 en el sustituyente.

15

Cabe entender que el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y el al menos un ácido succínico mono-sustituido puede comprender el mismo o diferente sustituyente.

En una realización de la presente invención, la molécula de ácido succínico del al menos un ácido succínico mono-sustituido y la molécula de anhídrido succínico del al menos un anhídrido succínico mono-sustituido son mono-sustituidas con el mismo grupo seleccionado de cualquier grupo cíclico y alifático, lineal, ramificado que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30, preferentemente de C3 a C20 y más preferentemente aún de C4 a C18 en el sustituyente.

25

Si el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido se proporciona en combinación con al menos un ácido succínico mono-sustituido, el al menos un ácido succínico mono-sustituido está presente en una cantidad de ≤ 10 mol.-%, basado en la suma molar del al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y el al menos un ácido succínico mono-sustituido. Por ejemplo, el al menos un ácido succínico mono-sustituido está presente en una cantidad de ≤ 5 mol.-%, preferentemente de $\leq 2,5$ mol.-% y más preferentemente aún de ≤ 1 mol.-%, basado en la suma molar del al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y el al menos un ácido succínico mono-sustituido.

10

De acuerdo con una realización el o los productos de reacción salina del ácido succínico mono-sustituido y/o el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido son una o más sales de calcio y/o magnesio de los mismos.

15 De acuerdo con una realización el o los productos de reacción salina del ácido succínico mono-sustituido y/o el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido formados en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio son una o más sales de calcio y/o una o más sales de magnesio de los mismos.

20

De acuerdo con una realización, la relación molar del al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y el al menos un ácido succínico mono-sustituido opcional al o los productos de reacción salina de los mismos es de 99,9:0,1 a 0,1:99,9, preferentemente de 70:30 a 90:10.

25

De acuerdo con una realización la capa de tratamiento además comprende un material orgánico tal como un polioxano.

De acuerdo con una realización de la presente invención, el producto de material de relleno tratado en superficie comprende, y preferentemente consiste en, material de relleno que comprende carbonato de calcio y una capa de tratamiento que comprende al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o al menos un
5 ácido succínico mono-sustituido y/o productos de reacción salina de los mismos. La capa de tratamiento se forma en al menos una parte de la superficie, preferentemente en toda la superficie, de dicho material de relleno que comprende carbonato de calcio.

10 En el caso de que la capa de tratamiento en la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende al menos un ácido succínico mono-sustituido, se prefiere que el al menos un ácido succínico mono-sustituido se forme a partir del al menos un anhídrido succínico mono-sustituido aplicado. Es decir, el sustituyente del al menos un ácido succínico mono-sustituido y el
15 sustituyente del al menos un anhídrido succínico mono-sustituido son iguales.

Adicionalmente o de modo alternativo, el al menos un ácido succínico mono-sustituido se proporciona en una mezcla junto con el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido.

20

En una realización de la presente invención, la capa de tratamiento formada en la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y al menos un ácido succínico mono-sustituido o productos de reacción salina de los mismos obtenidos a partir
25 del contacto con el material de relleno que comprende carbonato de calcio con el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y el al menos un ácido succínico mono-sustituido opcional. De modo alternativo, la capa de tratamiento formada en

la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y al menos un ácido succínico mono-sustituido y productos de reacción salina de los mismos obtenidos a partir del contacto con el material de relleno que comprende

5 carbonato de calcio con el al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y el al menos un ácido succínico mono-sustituido opcional.

Capa de tratamiento ii)

10

De acuerdo con otra realización de la presente invención, el producto de material de relleno tratado en superficie comprende una capa de tratamiento en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio, donde la capa de tratamiento comprende un éster de ácido fosfórico o

15 mezcla de uno o más mono-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y/o uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

De acuerdo con aún otra realización de la presente invención, el producto de

20 material de relleno tratado en superficie comprende una capa de tratamiento en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio, donde la capa de tratamiento comprende al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o al menos un ácido succínico mono-sustituido y/o productos de reacción salina de los mismos, y un éster de ácido fosfórico o

25 mezcla de uno o más mono-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y/o uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

Los ésteres de alquilo del ácido fosfórico son bien conocidos en la industria especialmente como tensioactivos, lubricantes y agentes antiestáticos (Die Tenside; Kosswig und Stache, Carl Hanser Verlag München, 1993).

- 5 La síntesis de los ésteres de alquilo de ácido fosfórico mediante diferentes métodos y el tratamiento superficial de minerales con los ésteres de alquilo de ácido fosfórico son bien conocidos por el experto en la técnica, por ejemplo de Pesticide Formulations and Application Systems: Volumen 15; Collins HM, Hall FR, Hopkinson M, STP1268; Publicado en: 1996, US 3,897,519 A, US 4,921,990
10 A, US 4,350,645 A, US 6,710,199 B2, US 4,126,650 A, US 5,554,781 A, EP 1092000 B1 y WO 2008/023076 A1.

Cabe entender que la expresión “uno o más” mono-éster de ácido fosfórico se refiere a que uno o más clases de mono-éster de ácido fosfórico pueden estar
15 presentes en la mezcla de éster de ácido fosfórico.

Por consiguiente, cabe destacar que el uno o más mono-éster de ácido fosfórico puede ser una clase de mono-éster de ácido fosfórico. De modo alternativo, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico puede ser una mezcla de dos o más
20 clases de mono-éster de ácido fosfórico. Por ejemplo, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico puede ser una mezcla de dos o tres clases de mono-éster de ácido fosfórico, como dos clases de mono-éster de ácido fosfórico.

En una realización de la presente invención, el uno o más mono-éster de ácido
25 fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificado con un alcohol seleccionado de alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6

a C30 en el sustituyente del alcohol. Por ejemplo, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificado con un alcohol seleccionado de alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

En una realización de la presente invención, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificado con un alcohol seleccionado de alcoholes alifáticos y ramificados o saturados y lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30 en el sustituyente del alcohol. Por ejemplo, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificado con un alcohol seleccionado de alcoholes alifáticos y ramificados o saturados y lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

En una realización de la presente invención, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificado con un alcohol seleccionado de alcoholes alifáticos y saturados y lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol. De modo alternativo, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificado con un alcohol seleccionado de alcoholes saturados y ramificados y alifáticos que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22,

más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

En una realización de la presente invención, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico se selecciona del grupo que comprende hexil mono-éster del ácido fosfórico, heptil mono-éster del ácido fosfórico, octil mono-éster del ácido fosfórico, 2-etilhexil mono-éster del ácido fosfórico, nonil mono-éster del ácido fosfórico, decil mono-éster del ácido fosfórico, undecil mono-éster del ácido fosfórico, dodecil mono-éster del ácido fosfórico, tetradecil mono-éster del ácido fosfórico, hexadecil mono-éster del ácido fosfórico, heptilnonil mono-éster del ácido fosfórico, octadecil mono-éster del ácido fosfórico, 2-octil-1-decil mono-éster del ácido fosfórico, 2-octil-1-dodecil mono-éster del ácido fosfórico y mezclas de los mismos.

Por ejemplo, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico se selecciona del grupo que comprende 2-etilhexil mono-éster del ácido fosfórico, hexadecil mono-éster del ácido fosfórico, heptilnonil mono-éster del ácido fosfórico, octadecil mono-éster del ácido fosfórico, 2-octil-1-decil mono-éster del ácido fosfórico, 2-octil-1-dodecil mono-éster del ácido fosfórico y mezclas de los mismos. En una realización de la presente invención, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico es 2-octil-1-dodecil mono-éster del ácido fosfórico.

Cabe entender que la expresión “uno o más” di-éster de ácido fosfórico se refiere a que uno o más clases de di-éster de ácido fosfórico puede estar presente en la capa de tratamiento del producto del material tratado en la superficie y/o de la mezcla del éster de ácido fosfórico.

Por consiguiente, cabe destacar que el uno o más di-éster de ácido fosfórico puede ser una clase de di-éster de ácido fosfórico. De modo alternativo, el uno o más di-éster de ácido fosfórico puede ser una mezcla de dos o más clases de di-éster de ácido fosfórico. Por ejemplo, el uno o más di-éster de ácido fosfórico puede ser una mezcla de dos o tres clases de di-éster de ácido fosfórico, como dos tipos de di-éster de ácido fosfórico.

En una realización de la presente invención, el uno o más di-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con dos alcoholes seleccionados de alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30 en el sustituyente del alcohol. Por ejemplo, el uno o más di-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con dos alcoholes grasos seleccionados de alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

Cabe entender que los dos alcoholes utilizados para la esterificación del ácido fosfórico se pueden seleccionar independientemente entre los mismos o diferentes, alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30 en el sustituyente del alcohol. En otras palabras, el uno o más di-éster de ácido fosfórico puede comprender dos sustituyentes que se derivan de los mismos alcoholes o la molécula de di-éster de ácido fosfórico puede comprender dos sustituyentes derivados de alcoholes diferentes.

En una realización de la presente invención, el uno o más di-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con dos alcoholes seleccionados de los mismos o diferentes, alcoholes alifáticos y ramificados o saturados y lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30 en el sustituyente del alcohol. Por ejemplo, el uno o más di-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con dos alcoholes seleccionados de los mismos o diferentes, alcoholes alifáticos y ramificados o saturados y lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

En una realización de la presente invención, el uno o más di-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con dos alcoholes seleccionados de los mismos o diferentes, alcoholes alifáticos y saturados y lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol. De modo alternativo, el uno o más di-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con dos alcoholes seleccionados de los mismos o diferentes, alcoholes saturados y ramificados y alifáticos que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

En una realización de la presente invención, el uno o más di-éster de ácido fosfórico se selecciona del grupo que comprende hexil di-éster de ácido fosfórico, heptil di-éster de ácido fosfórico, octil di-éster de ácido fosfórico, 2-etilhexil di-

éster de ácido fosfórico, nonil di-éster de ácido fosfórico, decil di-éster de ácido fosfórico, undecil di-éster de ácido fosfórico, dodecil di-éster de ácido fosfórico, tetradecil di-éster de ácido fosfórico, hexadecil di-éster de ácido fosfórico, heptilnonil di-éster de ácido fosfórico, octadecil di-éster de ácido fosfórico, 2-octil-
5 1-decil di-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-dodecil di-éster de ácido fosfórico y mezclas de los mismos.

Por ejemplo, el uno o más di-éster de ácido fosfórico se selecciona del grupo que comprende 2-etilhexil di-éster de ácido fosfórico, hexadecil di-éster de ácido
10 fosfórico, heptilnonil di-éster de ácido fosfórico, octadecil di-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-decil di-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-dodecil di-éster de ácido fosfórico y mezclas de los mismos. En una realización de la presente invención, el uno o más di-éster de ácido fosfórico es 2-octil-1-dodecil di-éster de ácido fosfórico.

15

En una realización de la presente invención, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico se selecciona del grupo que comprende 2-etilhexil mono-éster de ácido fosfórico, hexadecil mono-éster de ácido fosfórico, heptilnonil mono-éster de ácido fosfórico, octadecil mono-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-decil mono-éster de
20 ácido fosfórico, 2-octil-1-dodecil mono-éster de ácido fosfórico y mezclas de los mismos y el uno o más di-éster de ácido fosfórico se selecciona del grupo que comprende 2-etilhexil di-éster de ácido fosfórico, hexadecil di-éster de ácido fosfórico, heptilnonil di-éster de ácido fosfórico, octadecil di-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-decil di-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-dodecil di-éster de
25 ácido fosfórico y mezclas de los mismos.

- Por ejemplo, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico de un mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y un di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. En este caso, el uno mono-éster de ácido fosfórico se selecciona del grupo que comprende 2-etilhexil mono-éster de ácido fosfórico, hexadecil mono-éster de ácido fosfórico, heptilnonil mono-éster de ácido fosfórico, octadecil mono-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-decil mono-éster de ácido fosfórico y 2-octil-1-dodecil mono-éster de ácido fosfórico, el uno di-éster de ácido fosfórico se selecciona del grupo que comprende 2-etilhexil di-éster de ácido fosfórico, hexadecil di-éster de ácido fosfórico, heptilnonil di-éster de ácido fosfórico, octadecil di-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-decil di-éster de ácido fosfórico y 2-octil-1-dodecil di-éster de ácido fosfórico.
- Si al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla del éster de ácido fosfórico de un mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y un di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos, cabe entender que el sustituyente de alcohol del uno mono-éster de ácido fosfórico y el uno di-éster de ácido fosfórico son preferentemente los mismos. Por ejemplo, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico de 2-etilhexil mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y 2-etilhexil di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. De modo alternativo, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico de 2-octil-1-decil mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción

salina de los mismos y 2-octil-1-decil di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. De modo alternativo, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico de hexadecil mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y hexadecil di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. De modo alternativo, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico de octadecil mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y octadecil di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. De modo alternativo, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico de 2-octil-1-dodecil mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y 2-octil-1-dodecil di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

En una realización de la presente invención, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico de dos o más mono-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y dos o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. En este caso, los dos o más mono-éster de ácido fosfórico se seleccionan del grupo que comprende 2-etilhexil mono-éster de ácido fosfórico, hexadecil mono-éster de ácido fosfórico, heptilnonil mono-éster de ácido fosfórico, octadecil mono-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-decil mono-éster de ácido fosfórico y 2-octil-1-dodecil mono-éster de ácido fosfórico, los dos o más di-éster de ácido fosfórico se seleccionan del grupo que comprende 2-etilhexil di-éster de ácido fosfórico, hexadecil di-éster de ácido

fosfórico, heptilnonil di-éster de ácido fosfórico, octadecil di-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-decil di-éster de ácido fosfórico y 2-octil-1-dodecil di-éster de ácido fosfórico.

- 5 En una realización de la presente invención, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico de dos mono-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y dos di-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. Por ejemplo, al menos una parte de
- 10 la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico de hexadecil mono-éster de ácido fosfórico, octadecil mono-éster de ácido fosfórico, hexadecil di-éster de ácido fosfórico, octadecil di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y productos de reacción salina de los mismos.

15

- De acuerdo con una realización de la presente invención, la mezcla de éster de ácido fosfórico del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende el uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos al uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de
- 20 reacción salina de los mismos en una relación molar específica. En particular, la relación molar del uno o más mono-ésteres de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos al uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos en la capa de recubrimiento y/o la mezcla del éster de ácido fosfórico puede ser de 1:1 a 1:100.

25

La frase “relación molar del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos al uno o más di-éster de ácido fosfórico y

productos de reacción salina de los mismos” en el sentido de la presente invención se refiere a la suma del peso molecular de las moléculas de mono-éster de ácido fosfórico y la suma del peso molecular de las moléculas de mono-éster de ácido fosfórico en los productos de reacción salina de los mismos a la suma
5 del peso molecular de las moléculas del di-éster de ácido fosfórico y la suma del peso molecular de las moléculas de di-éster de ácido fosfórico en los productos de reacción salina de los mismos.

De acuerdo con una realización la relación molar del uno o más mono-éster de
10 ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos al uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos en la mezcla de éster de ácido fosfórico es de 1:1 a 1:100, preferentemente de 1:1.1 a 1:80, más preferentemente de 1:1,1 a 1:60, más preferentemente aún de 1:1,1 a 1:40, siendo aún más preferentemente de 1:1,1 a 1:20, y más preferentemente
15 aún de 1:1,1 a 1:10.

Adicionalmente o de modo alternativo, la mezcla de éster de ácido fosfórico de la capa de tratamiento comprende el uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos en una cantidad de desde 1 hasta 50
20 mol.-%, basado en la suma molar del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y el uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. Por ejemplo, la mezcla de éster de ácido fosfórico de la capa de tratamiento comprende el uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos en una
25 cantidad de desde 10 hasta 45 mol.-%, basado en la suma molar del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y el

uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

De acuerdo con una realización de la presente invención,

- 5 I) el uno o más mono-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico mono esterificada con una molécula de alcohol seleccionada de alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20, y más
10 preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol, y/o
- II) el uno o más di-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico di-esterificada con dos moléculas de alcohol seleccionadas de entre el mismo o diferentes, alcoholes grasos aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de
15 carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20, y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

En una realización de la presente invención, la mezcla de éster de ácido fosfórico de la capa de tratamiento además comprende uno o más tri-éster de ácido
20 fosfórico y/o ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

El término “tri-éster de ácido fosfórico ” en el sentido de la presente invención se refiere a una molécula de ácido o-fosfórico tri-esterificada con tres moléculas de alcoholes seleccionados de los mismos o diferentes, alcoholes aromáticos o
25 alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22, más

preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

5 Cabe entender que la expresión “uno o más” tri-éster de ácido fosfórico se refiere a que uno o más clases de tri-éster de ácido fosfórico puede estar presente en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio.

10 Por consiguiente, cabe destacar que el uno o más tri-éster de ácido fosfórico puede ser una clase de tri-éster de ácido fosfórico. De modo alternativo, el uno o más tri-éster de ácido fosfórico puede ser una mezcla de dos o más clases de tri-éster de ácido fosfórico. Por ejemplo, el uno o más tri-éster de ácido fosfórico puede ser una mezcla de dos o tres clases de tri-éster de ácido fosfórico, como dos clases de tri-éster de ácido fosfórico.

15

En una realización de la presente invención, el uno o más tri-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con tres alcoholes seleccionados de los mismos o diferentes, alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad
20 total de átomos de carbono de C6 a C30 en el sustituyente del alcohol. Por ejemplo, el uno o más tri-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con tres alcoholes seleccionados de entre el mismo o diferentes, alcoholes grasos aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C8
25 a C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

Cabe entender que los tres alcoholes utilizados para esterificar el ácido fosfórico se puede seleccionar de manera independiente de alcoholes aromáticos o alifáticos, insaturados o saturados, ramificados o lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30 en el sustituyente del alcohol. En otras
5 palabras, la uno o más molécula de tri-éster de ácido fosfórico puede comprender tres sustituyentes que se derivan de los mismos alcoholes o la molécula de tri-éster de ácido fosfórico puede comprender tres sustituyentes que se derivan de diferentes alcoholes.

10 En una realización de la presente invención, el uno o más tri-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con tres alcoholes seleccionados de los mismos o diferentes, alcoholes alifáticos y ramificados o saturados y lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30 en el sustituyente del alcohol. Por ejemplo, el uno o más tri-
15 éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido fosfórico esterificado con tres alcoholes seleccionados de los mismos o diferentes, alcoholes alifáticos y ramificados o saturados y lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

20

En una realización de la presente invención, el uno o más tri-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con tres alcoholes seleccionados de alcoholes alifáticos y saturados y lineales que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a
25 C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol. De modo alternativo, el uno o más tri-éster de ácido fosfórico consiste en una molécula de ácido o-fosfórico esterificada con tres

alcoholes seleccionados de alcoholes saturados y ramificados y alifáticos que tienen una cantidad total de átomos de carbono de C6 a C30, preferentemente de C8 a C22, más preferentemente de C8 a C20 y más preferentemente aún de C8 a C18 en el sustituyente del alcohol.

5

En una realización de la presente invención, el uno o más tri-éster de ácido fosfórico se selecciona del grupo que comprende hexil tri-éster de ácido fosfórico, heptil tri-éster de ácido fosfórico, octil tri-éster de ácido fosfórico, 2-etilhexil tri-éster de ácido fosfórico, nonil tri-éster de ácido fosfórico, decil tri-éster de ácido fosfórico, undecil tri-éster de ácido fosfórico, dodecil tri-éster de ácido fosfórico, tetradecil tri-éster de ácido fosfórico, hexadecil tri-éster de ácido fosfórico, heptilnonil tri-éster de ácido fosfórico, octadecil tri-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-decil tri-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-dodecil tri-éster de ácido fosfórico y mezclas de los mismos.

15

Por ejemplo, el uno o más tri-éster de ácido fosfórico se selecciona del grupo que comprende 2-etilhexil tri-éster de ácido fosfórico, hexadecil tri-éster de ácido fosfórico, heptilnonil tri-éster de ácido fosfórico, octadecil tri-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-decil tri-éster de ácido fosfórico, 2-octil-1-dodecil tri-éster de ácido fosfórico y mezclas de los mismos.

20

En una realización de la presente invención, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico de uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más tri-éster de ácido fosfórico y opcionalmente ácido fosfórico y productos de reacción salina de

25

los mismos. Por ejemplo, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más tri-éster de ácido fosfórico y ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

De modo alternativo, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y opcionalmente ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. Por ejemplo, al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

Si al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico que comprende uno o más tri-éster de ácido fosfórico, se prefiere que la mezcla de éster de ácido fosfórico comprenda el uno o más tri-éster de ácido fosfórico en una cantidad de ≤ 10 mol.-%, basado en la suma molar del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y el uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más tri-éster de ácido fosfórico y el ácido fosfórico y productos de reacción

- salina de los mismos. Por ejemplo, la mezcla de éster de ácido fosfórico comprende el uno o más tri-éster de ácido fosfórico en una cantidad de ≤ 8 mol.-%, preferentemente de ≤ 6 mol.-%, y más preferentemente de ≤ 4 mol.-%, como de 0,1 a 4 mol.-%, basado en la suma molar del uno o más mono-éster de ácido
- 5 fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y el uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más tri-éster de ácido fosfórico y el ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.
- 10 Adicionalmente o de modo alternativo, si al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio comprende una mezcla de éster de ácido fosfórico que comprende ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos, se prefiere que la mezcla de éster de ácido fosfórico comprenda el ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos en una
- 15 cantidad de ≤ 10 mol.-%, basado en la suma molar del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y el uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más tri-éster de ácido fosfórico y el ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos. Por ejemplo, la mezcla de éster de ácido fosfórico comprende el
- 20 ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos en una cantidad de ≤ 8 mol.-%, preferentemente de ≤ 6 mol.-%, y más preferentemente de ≤ 4 mol.-%, como de 0,1 a 4 mol.-%, basado en la suma molar del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y el uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más
- 25 tri-éster de ácido fosfórico y el ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

Si la mezcla de éster de ácido fosfórico además comprende ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y uno o más tri-éster de ácido fosfórico, es por lo tanto preferible que la relación molar del ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos al uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos al uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos al uno o más tri-éster de ácido fosfórico en la mezcla de éster de ácido fosfórico sea ≤ 10 mol.-% : ≤ 40 mol.-% : ≥ 40 mol.-% : ≤ 10 mol.-%, basado en la suma molar del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y el uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y el uno o más tri-éster de ácido fosfórico y el ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

La expresión “relación molar del ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos al uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos al uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos al uno o más tri-éster de ácido fosfórico” en el sentido de la presente invención se refiere a la suma del peso molecular del ácido fosfórico y la suma del peso molecular de las moléculas del ácido fosfórico en los productos de reacción salina de los mismos a la suma del peso molecular de las moléculas del mono-éster de ácido fosfórico y la suma del peso molecular de las moléculas de mono-éster de ácido fosfórico en los productos de reacción salina de los mismos a la suma del peso molecular de las moléculas de di-éster de ácido fosfórico y la suma del peso molecular de las moléculas del di-éster de ácido fosfórico en los productos de reacción salina de los mismos a la suma del peso molecular de las moléculas de tri-éster de ácido fosfórico.

Cabe entender que la mezcla de éster de ácido fosfórico puede comprender productos de reacción salina obtenidos a partir del contacto con el material de relleno que comprende carbonato de calcio con el uno o más mono-éster de ácido fosfórico y uno o más di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente ácido fosfórico.

- 5 En tal caso, la mezcla de éster de ácido fosfórico preferentemente comprende productos de reacción salina tal como una o más sales de estroncio, calcio, magnesio y/o aluminio de mono-ésteres de ácido fosfórico y una o más sales de calcio, magnesio y/o aluminio de di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente una o más sales de estroncio, calcio, magnesio y/o aluminio de ácido fosfórico.

10

En una realización de la presente invención, el uno o más mono-éster de ácido fosfórico y/o el uno o más di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente el ácido fosfórico se pueden al menos neutralizar parcialmente a través de uno o más hidróxidos de un catión mono- y/o bi- y/o trivalente y/o una o más sales de un

15 ácido débil de un catión mono- y/o bi- y/o trivalente antes de que se prepare el al menos un material que contiene carbonato de calcio. El uno o más hidróxidos de un catión bi- y/o trivalente se puede seleccionar de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$ y mezclas de los mismos.

- 20 Adicionalmente o de modo alternativo, si el uno o más mono-éster de ácido fosfórico y/o el uno o más di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente el ácido fosfórico es al menos parcialmente neutralizado por uno o más hidróxidos y/o una o más sales de un ácido débil de un catión monovalente, la cantidad de cationes monovalentes es preferentemente ≤ 10 mol.-%, basado en la suma molar de
- 25 grupos ácidos en el uno o más mono-éster de ácido fosfórico y el uno o más di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente el ácido fosfórico, el uno o más hidróxido y/o la una o más sales de un ácido débil de un catión monovalente para

neutralizar se puede seleccionar de LiOH, NaOH, KOH, Na₂CO₃, Li₂CO₃, K₂CO₃ y mezclas de los mismos.

En una realización de la presente invención, los cationes bivalentes utilizados para la neutralización parcial del uno o más mono-éster de ácido fosfórico y/o el uno o más di-éster de ácido fosfórico y el ácido fosfórico opcional están derivados de sales de ácidos débiles de dichos cationes, preferentemente de carbonatos y/o boratos, tal como carbonato de calcio.

El término “ácido débil” en el sentido de la presente solicitud se refiere a un ácido Bronsted–Lowry, es decir un proveedor del ion H₃O⁺, con un pK_a de > 2, preferentemente de 4 a 7.

Por consiguiente, la mezcla de éster de ácido fosfórico de la capa de tratamiento puede además comprender productos de reacción salina tal como una o más sales de magnesio de mono-éster de ácido fosfórico y una o más sales de magnesio de di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente una o más sales de magnesio de ácido fosfórico. Adicionalmente o de modo alternativo, la mezcla de éster de ácido fosfórico de la capa de tratamiento además comprende productos de reacción salina tal como una o más sales de aluminio de mono-éster de ácido fosfórico y una o más sales de aluminio de di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente una o más sales de aluminio de ácido fosfórico. Adicionalmente o de modo alternativo, la mezcla de éster de ácido fosfórico de la capa de tratamiento además comprende productos de reacción salina tal como una o más sales de litio de mono-ésteres de ácido fosfórico y una o más sales de litio de di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente una o más sales de litio de ácido fosfórico. Adicionalmente o de modo alternativo, la mezcla de éster de ácido

- fosfórico de la capa de tratamiento además comprende productos de reacción salina tal como una o más sales de sodio de mono-ésteres de ácido fosfórico y una o más sales de sodio de di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente una o más sales de sodio de ácido fosfórico. Adicionalmente o de modo alternativo, la
- 5 mezcla de éster de ácido fosfórico de la capa de tratamiento además comprende productos de reacción salina tal como una o más sales de potasio de mono-ésteres de ácido fosfórico y una o más sales de potasio de di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente una o más sales de potasio del ácido fosfórico.
- 10 Si el uno o más mono-éster de ácido fosfórico y/o el uno o más di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente el ácido fosfórico es al menos parcialmente neutralizado por uno o más hidróxidos y/o una o más sales de un ácido débil de un catión monovalente, la capa de tratamiento y/o la mezcla de éster de ácido fosfórico preferentemente comprende una cantidad de cationes monovalentes de ≤ 10
- 15 mol.-%, basado en la suma molar de grupos ácidos en el uno o más mono-éster de ácido fosfórico y el uno o más di-éster de ácido fosfórico y opcionalmente el ácido fosfórico.
- En una realización de la presente invención, la mezcla de éster de ácido fosfórico
- 20 de la capa de tratamiento puede además comprender agentes adicionales de tratamiento superficial que no corresponden al uno o más mono-éster de ácido fosfórico, uno o más di-éster de ácido fosfórico y el uno o más tri-éster de ácido fosfórico y/o ácido fosfórico opcional de la presente invención. Dichos agentes adicionales de tratamiento superficial son preferentemente al menos un material
- 25 orgánico tal como un polisiloxano. Por ejemplo, el polisiloxano es preferentemente un polidimetilsiloxano (PDMS).

- El polisiloxano está preferentemente presente en una cantidad de modo que la cantidad total de dicho polisiloxano en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio es de menos de 1 000 ppm, más preferentemente menos de 800 ppm y más preferentemente aún
- 5 menos de 600 ppm. Por ejemplo, la cantidad total de polisiloxano en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio es de 100 a 1 000 ppm, más preferentemente de 200 a 800 ppm y más preferentemente aún de 300 a 600 ppm, por ejemplo de 400 a 600 ppm.
- 10 En una realización de la presente invención, la mezcla de éster de ácido fosfórico de la capa de tratamiento contiene < 50 ppm de C6 a C30 de ácidos carboxílicos.

El aglutinante de polímero

15

- De acuerdo con el paso b) del procedimiento de la presente invención, se proporciona un aglutinante de polímero. En el procedimiento de la presente invención, el aglutinante de polímero se utiliza para separar las partículas individuales en el material compactado, y no está químicamente unido a la
- 20 superficie del al menos un material en polvo.

- De acuerdo con una realización de la presente invención, el aglutinante de polímero se selecciona del grupo que consiste en poliolefinas, copolímeros de etileno, por ejemplo, copolímeros de etileno-1-octeno, polipropilenos a base de
- 25 metaloceno, homo o copolímeros de polipropileno, preferentemente homopolímeros de polipropileno amorfo, y sus combinaciones. Preferentemente, el aglutinante de polímero es una poliolefina. De acuerdo con una realización

preferida del procedimiento de la invención, la poliolefina se selecciona del grupo de homo- y/o copolímeros de polietileno, homo- y/o copolímeros de polipropileno, homo- y/o copolímeros de polibutileno, o mezclas de los mismos. De acuerdo con otra realización preferida, el aglutinante de polímero se selecciona del grupo que

5 consiste en homopolímeros de polipropileno, copolímeros de etileno-1-octeno, polipropilenos a base de metalloceno, y mezclas de los mismos.

Para el propósito de la presente invención la expresión “basado en metalloceno” se refiere a que durante el proceso de fabricación del polímero se ha aplicado un

10 catalizador de metalloceno, que es un catalizador de sitio único.

El aglutinante de polímero se puede proporcionar en forma sólida o forma fundida. De acuerdo con una realización, el aglutinante de polímero es un aglutinante de polímero sólido, por ejemplo, en forma de gránulos o un polvo. De acuerdo con

15 otra realización, el aglutinante de polímero es un aglutinante de polímero fundido.

Cabe entender que, independientemente de si el aglutinante de polímero se proporciona en forma sólida o fundida, en algún punto de tiempo durante la preparación del material compactado el aglutinante de polímero estará en una

20 forma líquida con una cierta viscosidad. De acuerdo con una realización, el aglutinante de polímero tiene una viscosidad rotacional de 100 a 400 000 mPa*s, preferentemente de 1 000 a 100 000 mPa*s, y más preferentemente de 5 000 a 50 000 mPa*s, a 190°C. La viscosidad rotacional se mide mediante un viscosímetro rotacional tal como un reómetro de Anton Paar, modelo reómetro

25 Physica MCR 300 Modular Compact, con un sistema de placa-placa que tiene un diámetro de 25 mm, un hueco de 0,2 mm y una velocidad de cizallamiento de 5 s^{-1} .

De acuerdo con una realización, el aglutinante de polímero se agrega en una cantidad de 1 a 50% en peso, basado en el peso total del material compactado, preferentemente de 2 a 40% en peso, más preferentemente de 3 a 25% en peso, y más preferentemente aún de 5 a 20% en peso. El procedimiento de la presente invención también permite el uso de concentraciones extremadamente bajas del aglutinante de polímero. De acuerdo con una realización, el aglutinante de polímero se agrega en una cantidad de 1 a 10% en peso, basado en el peso total del material compactado, preferentemente de 2 a 8% en peso. Esto puede reducir aún más o evitar los efectos negativos sobre una composición polimérica, a la cual el material compactado se puede agregar, y puede aumentar la compatibilidad con el mismo.

Procedimiento para producir un material compactado

15

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento para producir un material compactado, que comprende los siguientes pasos:

- a) proporcionar al menos un material en polvo,
- b) proporcionar un aglutinante de polímero,
- 20 c) simultáneamente o posteriormente suministrar el al menos un material en polvo del paso a) y el aglutinante de polímero del paso b) en una unidad mezcladora de alta velocidad,
- d) mezclar el al menos un material en polvo del paso a) y el aglutinante de polímero del paso b) en la unidad de la mezcladora de alta velocidad hasta la
25 formación de un material compactado, y

e) reducir la temperatura del material compactado obtenido en el paso d) por debajo del punto de fusión o temperatura de transición vítrea del aglutinante de polímero,

5 donde el al menos un material en polvo comprende un producto de material de relleno tratado en la superficie que comprende un material de relleno que comprende carbonato de calcio y una capa de tratamiento en al menos una parte de la superficie del material de relleno que comprende carbonato de calcio,

donde la capa de tratamiento comprende

i) al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o al menos un ácido
10 succínico mono-sustituido y/o productos de reacción salina de los mismos, y/o

ii) un éster de ácido fosfórico o mezcla de uno o más mono-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos y/o uno o más di-éster de ácido fosfórico y productos de reacción salina de los mismos.

15 El procedimiento de la presente invención puede llevarse a cabo en forma de un proceso continuo o un proceso por lotes.

De acuerdo con una realización, el al menos un material en polvo proporcionado en la etapa a) tiene una temperatura de entre 20°C y 300°C, y preferentemente
20 entre 60°C y 250°C.

De acuerdo con una realización, el aglutinante de polímero proporcionado en el paso b) está en forma sólida. De acuerdo con otra realización, el aglutinante de polímero proporcionado en el paso b) está en forma fundida, preferentemente con
25 una temperatura superior al punto de fusión o temperatura de transición vítrea del aglutinante de polímero. De acuerdo con una realización el aglutinante de polímero tiene una temperatura de 50°C a 300°C superior a la temperatura de

transición vítrea del aglutinante de polímero, si se utiliza un aglutinante de polímero amorfo. De acuerdo con otra realización el aglutinante de polímero tiene una temperatura de 10°C a 200°C superior al punto de fusión del aglutinante de polímero, si el aglutinante de polímero es un al menos polímero parcialmente

5 cristalino. Por ejemplo, el aglutinante de polímero puede tener una temperatura entre 20°C y 300°C, preferentemente entre 30°C y 270°C, más preferentemente entre 40°C y 250°C, y más preferentemente aún entre 50°C y 230°C.

De acuerdo con la presente invención, el al menos un material en polvo del paso

10 a) y el aglutinante de polímero del paso b) se alimentan en una unidad mezcladora de alta velocidad. Los expertos en la técnica conocen sistemas de transporte adecuados para alimentar los componentes en la unidad de la mezcladora de alta velocidad. Por ejemplo, el suministro puede llevarse a cabo mediante el uso de un sistema de transporte neumático, un sistema de transporte

15 vibrante, un sistema de transporte flexible, un sistema de transporte vertical, un sistema de transporte espiral, o combinaciones de uno o más de los sistemas anteriores.

Los expertos en la técnica asimismo conocen unidades de la mezcladora de alta

20 velocidad adecuados. Ejemplos de unidades de mezcladora de alta velocidad adecuadas son mezcladora de un único tornillo de alta velocidad, tal como mezcladoras de capa anular de las compañías Lödige, Amixon, AVA-Huep o Zeppelin, o mezcladoras por lote de alta velocidad disponibles de las compañías Henschel, Papenmeier, Mixaco, o Zeppelin, o mezcladora intensiva tal como

25 disponibles de las compañías Laeis o Eirich.

De acuerdo con una realización, el paso del procedimiento c) comprende

simultáneamente o posteriormente suministrar el al menos un material en polvo del paso a) y el aglutinante de polímero del paso b) en una unidad mezcladora de alta velocidad de una cámara de tratamiento cilíndrica. De acuerdo con una realización preferida, la cámara de tratamiento cilíndrica contiene una mezcladora
5 de alta velocidad de un único tornillo, en una posición horizontal o vertical.

Especialmente útil en la presente invención son cámaras de tratamiento cilíndricas convencionales disponibles en el mercado que contienen una mezcladora de alta velocidad de un único tornillo, que tiene por ejemplo los
10 siguientes parámetros: longitud 350 mm, diámetro 90 mm, a 1 000 – 4 000 rpm; longitud 1 200 mm, diámetro 230 mm, a 400 – 3 000 rpm; longitud 150 mm, diámetro 150 mm, a 600 – 1 300 rpm. Preferentemente, la relación longitud: diámetro es de 1:1 a 6:1, más preferentemente de 2:1 a 5:1, especialmente 3:1 a 4:1.

15

En el paso d) del procedimiento de la invención, el al menos un material en polvo del paso a) y el aglutinante de polímero del paso b) se mezclan en la unidad de la mezcladora de alta velocidad hasta la formación de un material compactado.

20 La mezcla puede llevarse a cabo a una temperatura de 100°C a 200°C, preferentemente de 120°C a 180°C, y más preferentemente a una temperatura de 130°C a 160°C. La velocidad de mezclado circunferencial preferida puede ser de 5 a 100 m/s, preferentemente de 7 a 80 m/s, más preferentemente de 10 a 50 m/s.

25

De acuerdo con una realización, el aglutinante de polímero proporcionado en el paso b) es un aglutinante de polímero fundido, y en el paso d) el al menos un

material en polvo del paso a) y el aglutinante de polímero fundido del paso b) se mezclan en la unidad de la mezcladora de alta velocidad hasta la formación de un material compactado.

- 5 De acuerdo con otra realización, el aglutinante de polímero proporcionado en el paso b) es un aglutinante de polímero sólido, y en el paso d) el al menos un material en polvo del paso a) y el aglutinante de polímero sólido del paso b) se mezclan en la unidad de la mezcladora de alta velocidad hasta la formación de un material compactado, donde la etapa de mezclado se lleva a cabo a una
- 10 temperatura por encima del punto de fusión o temperatura de transición vítrea del aglutinante de polímero.

- De acuerdo con una realización la etapa de mezclado d) se lleva a cabo a una temperatura que es de 50°C a 300°C superior a la temperatura de transición
- 15 vítrea del aglutinante de polímero, si se utiliza un aglutinante de polímero amorfo.
- De acuerdo con otra realización la etapa de mezclado d) se lleva a cabo a una temperatura que es de 10°C a 200°C superior al punto de fusión del aglutinante de polímero, si el aglutinante de polímero es un polímero al menos parcialmente cristalino. Por ejemplo, la etapa de mezclado d) se puede llevar a cabo a una
- 20 temperatura de 100°C a 200°C, preferentemente de 120°C a 180°C, y más preferentemente aún de 130°C a 160°C.

- De acuerdo con la presente invención, la etapa de mezclado d) se lleva a cabo hasta la formación de un material compactado. Por material compactado, cabe
- 25 entender que un material a granel constará de un conglomerado de un número de partículas individuales que forman un material con un tamaño de partícula medio en peso d_{50} que está en el rango 10 μm a 10 mm, medido mediante análisis

granulométrico utilizando la torre de tamices Retsch AS 200 de acuerdo con la norma ISO 3310.

En la etapa del procedimiento e) la temperatura del material compactado obtenido en el paso d) se reduce por debajo del punto de fusión o temperatura de transición vítrea del aglutinante de polímero. De acuerdo con una realización, en la etapa del procedimiento e) la temperatura del material compactado obtenido en el paso d) se reduce por debajo del punto de fusión del aglutinante de polímero. De acuerdo con otra realización, en la etapa del procedimiento e) la temperatura del material compactado obtenido en el paso d) se reduce por debajo de la temperatura de transición vítrea del aglutinante de polímero.

La temperatura del material compactado obtenido en el paso d) se puede reducir mediante cualquier método y medio conocido por el experto en la técnica. De acuerdo con una realización, la etapa del procedimiento e) se lleva a cabo mediante la transferencia del material compactado obtenido del paso d) a una unidad de refrigeración. Ejemplos de unidades de refrigeración adecuados son lechos fluidos o medios que permiten enfriar el material compactado a través de superficies refrigeradas.

20

De acuerdo con una realización opcional, un agente de tratamiento superficial se suministra simultáneamente con o después del suministro del al menos un material en polvo dentro de la unidad de la mezcladora de alta velocidad. El agente de tratamiento superficial puede ser líquido o licuado, y se puede proporcionar preferentemente en el estado fundido.

25

La principal diferencia entre el agente de tratamiento superficial y el aglutinante de

polímero es que el agente de tratamiento superficial está químicamente unido al al menos un material en polvo. Preferentemente, el agente de tratamiento superficial sirve, entre otros, para alterar la tensión superficial del material en polvo, y por consiguiente, la hidrofobicidad del mismo. Por otro lado, tal como se menciona a

5 continuación, también se pueden utilizar ceras como agentes de tratamiento superficial, que no están químicamente unidas, pero que sirven particularmente para mejorar la dispersión y reducir especialmente la viscosidad de los aglutinantes de polímero de alta viscosidad.

- 10 De acuerdo con una realización el agente de tratamiento superficial se selecciona del grupo que comprende ácido esteárico, óxido de zinc, cera de parafina sintética, cera de metaloceno de polietileno, y cera de polipropileno. De acuerdo con una realización la temperatura del agente de tratamiento superficial está entre 20°C y 300°C, preferentemente entre 60°C y 250°C, y más preferentemente entre
- 15 60°C y 120°C. Sin embargo, la temperatura máxima tiene que estar por debajo de la temperatura de descomposición de cualquiera de los ingredientes.

Puede además ser ventajoso que antes del paso e), es decir antes de que la temperatura del material compactado obtenido en el paso d) se reduzca por

20 debajo de la temperatura de fusión o temperatura de transición vítrea del aglutinante de polímero, el material compactado del paso d) se transfiere a una segunda unidad de mezcla. En esta segunda unidad de mezcla se pueden agregar opcionalmente aglutinantes de polímero fundidos adicionales al y mezclarlos con el material compactado del paso d).

25

Cabe observar que los componentes funcionales convencionales como modificadores de impacto, estabilizadores, etc. se pueden incluir durante el

proceso de mezclado, o al material compactado acabado, así como en el producto final, es decir la resina termoplástica agravada.

5 El material compactado

De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona un material compactado obtenido mediante un proceso de acuerdo con la presente invención.

10

Sin limitarse a ninguna teoría, el solicitante cree que es posible que el material compactado se disperse correctamente en un polímero, es decir sin la formación de aglomerados, utilizando un equipo de extrusión de un único tornillo convencional debido a la combinación de dos factores, a saber, el uso de
15 mezcladoras de alta velocidad en combinación con el uso de aglutinantes de polímero, que son capaces de formar capas delgadas alrededor de las partículas singularizadas del al menos un material en polvo, que cubren totalmente las superficies de las partículas dando lugar a un material compactado. “Bien dispersado” se refiere a que las dispersiones, que se someten a ensayo en forma
20 visual en una película extruida bajo una lupa binocular con un aumento de 50 de cada una de las dispersiones realizadas, no muestran manchas negras correspondientes a los polímeros de matriz ni manchas blancas correspondientes al al menos un material en polvo. Las partículas recubiertas y singularizadas pueden entonces formar conglomerados sueltos, pero aún están separadas por
25 las capas superficiales poliméricas. Este es el paso deseado de compactación. El resultado de la compactación es un aumento de la densidad a granel, una mejora

de la fluidez, y la supresión de polvo como se describe en más detalle más adelante.

Los inventores de la presente invención también encontraron que el uso de un
5 material compactado de acuerdo con la presente invención en la producción
continua de una composición polimérica conduce a una disminución en el valor de
presión del filtro del polímero fundido durante la producción logrando un mayor
grado de dispersión en comparación con el uso de pigmentos granulados
convencionales. Una ventaja adicional del procedimiento de la presente invención
10 radica en el hecho de que es un proceso de fabricación de bajo costo dando lugar
a un menor costo del producto final. Esto, entre otras cosas, se debe al hecho de
que el material compactado obtenido es procesable en un equipo de conversión
de plásticos convencionales de un único tornillo sin la necesidad de mezclar este
material tratado en superficie.

15

De acuerdo con una realización el material compactado es procesable en un
equipo de conversión de plástico de un único tornillo. Por consiguiente, se pueden
eliminar los procesos de compounding convencionales tales como los que utilizan
tornillos dobles o mezcladoras continuas Farrel, co–amasadoras, mezcladoras por
20 lotes Banbury, u otro equipo equivalente.

De acuerdo con una realización el material compactado es completamente
redispersable en una composición polimérica termoplástica sin una etapa de
compounding. Por “completamente re-dispersables” nos referimos a que las
25 dispersiones, que se someten a ensayo en forma visual en película extruida bajo
una lupa binocular con magnificación de 50 de cada una de las dispersiones
hechas, no muestran manchas negras correspondientes a los polímeros de matriz

ni manchas blancas correspondientes al material en polvo.

De acuerdo con una realización el material compactado es sin polvo. Dicho material compactado sin polvo, preferentemente tiene un residuo de pantalla de
5 más del 80% en peso, preferentemente más del 90% en peso en una pantalla de 45 μm de acuerdo con la norma ISO 3310 medido mediante análisis granulométrico utilizando una torre de tamices Retsch AS 200.

De acuerdo con una realización de la presente invención, el contenido del al
10 menos un material en polvo es de 50 a 99% en peso, preferentemente de 60 a 98% en peso, más preferentemente de 75 a 95% en peso, más preferentemente de 80 a 92% en peso, por ejemplo 87 a 90% en peso, basado en el peso total del material compactado.

15 El contenido del aglutinante de polímero en el material compactado puede ser de 1 a 50% en peso, preferentemente de 2 a 40% en peso, más preferentemente de 5 a 25% en peso, especialmente, de 8 a 14% en peso, por ejemplo, de 10 a 13% en peso, basado en el peso total del material compactado.

20 Si se utiliza un agente de tratamiento superficial en el material compactado de acuerdo con la presente invención, su contenido puede depender del área superficial específica del al menos un material en polvo. De manera ventajosa, está presente en una cantidad de desde 0,01 a 10% en peso, preferentemente de 0,1 a 7% en peso, más preferentemente de 0,5 a 5% en peso, por ejemplo, de 1 a
25 3% en peso, basado en el peso total del material compactado.

Uso del material compactado

De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona un uso del material compactado de acuerdo con la presente invención como un
5 aditivo en una composición polimérica.

Debido a sus excelentes propiedades de dispersión, el material compactado de la presente invención se puede utilizar como aditivo en una composición polimérica en cualquier concentración que está en el rango de 0,1 a 80% en peso,
10 preferentemente de 1 a 50% en peso, y más preferentemente de 5 a 30% en peso, basado en el peso total de la composición polimérica, sin la necesidad de preparar mezclas maestras intermedias también denominadas concentrados y/o compuestos para la formación del producto final polimérico.

15 Los materiales compactados de acuerdo con la presente invención también se pueden utilizar en un procedimiento para producir una composición polimérica. De acuerdo con una realización, se proporciona un procedimiento para producir una composición polimérica, donde un material compactado de acuerdo con la presente invención se agrega a al menos un polímero. De acuerdo con una
20 realización preferida, el material compactado se agrega directamente a al menos un polímero. Sin embargo, también es posible someter al material compactado a tratamientos adicionales, por ejemplo, un paso de compounding, antes de agregarlo al al menos un polímero.

25 El al menos un polímero puede comprender homopolímeros, copolímeros, tal como, por ejemplo, copolímeros en bloque, de injerto, aleatorios y alternados, copolímeros heterofásicos y copolímeros heterofásicos aleatorios, así como

también mezclas poliméricas, modificaciones, o mezclas de los mismos. El al menos un polímero también puede comprender materiales poliméricos reciclados. El contenido de polímeros reciclados en el al menos un polímero puede estar en el rango de 0,01 a 100% en peso.

5

Preferentemente dicho al menos un polímero se puede seleccionar de al menos un polímero termoplástico.

Dichos polímeros termoplásticos adecuados para la presente invención pueden
10 comprender sin limitarse a:

- Polímeros de olefinas y diolefinas, por ejemplo, polietilenas (LDPE, LLDPE, VLDPE, ULDPE, MDPE, HDPE, UHMWPE), polipropileno, poliisobutileno, poli-4-metil-penteno-1, polibutadieno, poliisopreno, policicloocteno, así
15 como también copolímeros en bloque o aleatorios, tal como copolímeros de etileno / but-1-eno, copolímeros de etileno-hexeno, copolímeros de etileno-metilpenteno, copolímeros de etileno-octeno, polipropileno-polietileno(EP), EPM, EPDM, etileno-vinilacetato (EVA), y copolímeros de etileno-éster acrílico,
- 20 - Poliestireno, polimetilestireno, copolímeros de butadieno-estireno(SB), estireno-butadieno-estireno (SBS) y su polímero hidrogenado (SEBS), estireno-isopreno, estireno-isopreno-estireno (SIS), estireno -butadieno-acrilonitrilo (ABS), estireno -acrilonitrilo-acrilato (ASA), estireno -anhídrido maleico, y polímeros de injerto, por ejemplo, estireno -butadieno de injerto,
25 anhidrido del ácido maleico -SBS de injerto, o polímeros de injerto de metilmetacrilato, estireno- butadieno y ABS (MABS),

- Polímeros que contienen halógeno tal como cloruro de polivinilo, policloropreno, cloruro de polivinilideno, polietileno clorado, o politetrafluoroetileno,
- Polímeros de ésteres insaturados tal como poliacrilatos, o polimetacrilatos,
5 por ejemplo, polimetilmetacrilato, poliacrilonitrilo, poliacrilamida, polibutilacrilato,
- Polímeros derivados de alcoholes insaturados tal como alcohol polivinílico, acetato de polivinilo, o polivinilbutiral (PVB),
- Poliacetales, por ejemplo, polioximetileno y sus copolímeros,
- 10 - Óxido de polifenileno, así como de poliestireno o mezclas de poliamida de los mismos,
- Poliuretanos (PU), en particular poliuretanos lineales (TPU),
- Poliamidas (PA), tal como PA-6, PA-6.6, PA-6.10, PA-4.6, PA-4.10, PA-6.12, PA-12.12, PA-11, PA-12 así como también poliamidas parcialmente
15 aromáticas (por ejemplo poliftalamidas),
- Poliimidaz, poliamidimidaz, polieterimidaz, policetonas, polisulfonas, polietersulfonas, y polifenilensulfuros,
- Tereftalato de polietileno (PET), tereftalato de polibutileno (PBT), tereftalato de polipropileno, naftilato de polietileno,
- 20 - Policarbonatos,
- Derivados de celulosa, tal como nitrato de celulosa, acetato de celulosa, o propionato de celulosa,
- Polímeros completamente o parcialmente a base de bio derivados de fuentes renovables de biomasa, tal como grasas y aceites vegetales,
25 almidón de maíz, almidón de arveja, o microbiota, biopoliésteres alifáticos, tal como polihidroxialcanoatos (PHA), polihidroxibutirato (PHB),

polihidroxicvalerato (PHV), polihidroxihexanoato (PHH), o poliésteres tales como ácido poliláctico (PLA),

- Incorporaciones, mezclas, aleaciones y combinaciones que comprenden al menos uno de los polímeros anteriores.

5

De acuerdo con una realización, el al menos un polímero es un polímero termoplástico que se selecciona del grupo que consiste en homopolímeros y/o copolímeros de poliolefinas, poliamidas, poliestirenos, poliacrilatos, polivinilos, poliuretanos, polímeros que contienen halógeno, poliésteres, policarbonatos, y

10

mezclas de los mismos.

De acuerdo con una realización, el al menos un polímero es una poliolefina que se selecciona del grupo de homo- y/o copolímeros de polietileno, homo- y/o copolímeros de polipropileno, homo- y/o copolímeros de polibutileno, o mezclas

15

de los mismos. De acuerdo con otra realización, el al menos un polímero es una

poliolefina que comprende un polietileno, un polipropileno, un polibutileno, o mezclas de los mismos. Por ejemplo, el al menos un polímero se puede seleccionar del grupo que comprende polietileno de baja densidad (LDPE), polietileno de baja densidad lineal (LLDPE), polietileno de alta densidad (HDPE),

20

polipropileno (PP) tal como homopolímeros de polipropileno, polipropileno aleatorio, polipropileno heterofásico o copolímeros en bloque que incluyen unidades de polipropileno, poliestireno (PS), poliestireno de alto impacto (HI-PS), y poliacrilato.

25

El al menos un polímero opcionalmente puede comprender uno o más aditivos que son bien conocidos por el experto en la técnica. Dichos aditivos comprenden, sin limitarse a, absorbentes de UV, estabilizadores de luz, estabilizadores de

procesamiento, antioxidantes, estabilizadores térmicos, agentes de nucleación, desactivadores de metal, modificadores de impacto, plastificantes, lubricantes, modificadores de reología, adyuvantes de procesamiento, pigmentos, tinturas, abrillantadores ópticos, antimicrobianos, agentes antiestáticos, agentes
5 deslizantes, agentes antibloqueo, agentes de acoplamiento, dispersantes, compatibilizadores, eliminadores de oxígeno, eliminadores de ácido, marcadores, agentes anti niebla, modificadores de superficie, retardantes de llama, agentes de expansión, supresores de humo, agentes de refuerzo, tal como fibras de vidrio, fibras de carbono y/o microesferas de vidrio, o mezclas de los aditivos anteriores.

10

De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona una composición polimérica que comprende un material compactado de acuerdo con la presente invención, dicha composición polimérica es preferentemente una composición polimérica termoplástica. Dicha composición polimérica se puede
15 obtener como un material que tiene una forma definida, tal como pellets, esferas, perlas, cuentas, gránulos, escamas, astillas o granillos, o una forma no definida, tal como, por ejemplo, desmenuzamientos. De modo alternativo, la composición polimérica puede ser una mezcla de ambos materiales de forma definida y no definida.

20

De acuerdo con una realización, dicha composición polimérica se utiliza en un procedimiento para producir un producto polimérico. La composición polimérica puede ser utilizada en cualquier proceso para producir un producto polimérico conocido por la persona experta. De acuerdo con una realización, el proceso se
25 selecciona de técnicas de procesos de fundición, y preferentemente se selecciona de extrusión de perfil, extrusión de cable, extrusión de película, moldeo, hilado de fibra, co–amasado, o pultrusión. A este respecto, el material compactado obtenido

mediante el procedimiento de la presente invención puede servir como un aditivo en la elaboración de películas sopladas, hojas, perfiles de tubería, y en tales procesos como la extrusión de tubos, perfiles, fibras cables o similares, moldeo por compresión, moldeo por inyección, termoformado, moldeo por soplado, 5 moldeo rotacional, etc.

De acuerdo con una realización el material compactado y/o la composición polimérica se utiliza para producir una fibra, un filamento, un hilo, un material tejido, un material no tejido, una película, un perfil, un cable, o un producto 10 moldeado.

De acuerdo con aún un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona un producto polimérico que comprende un material compactado de acuerdo con la presente invención y/o una composición polimérica de acuerdo 15 con la presente invención, donde el producto es una fibra, preferentemente para una alfombra, un filamento, un hilo, un material tejido, un material no tejido, una película, preferentemente una película soplada o una película respirable, un perfil, un cable, o un producto moldeado.

20 Las condiciones adecuadas del método para preparar los productos poliméricos antes mencionados son generalmente conocidas por los expertos en la técnica y/o se pueden establecer mediante modificaciones de rutina basadas en el conocimiento general común. Por ejemplo, el material compactado y/o la composición polimérica de la presente invención se pueden implementar de 25 manera ventajosa en un procedimiento de mezclado y/o extrusión y/o compounding y/o moldeo por soplado para preparar una fibra, un filamento, un

hilo, un material tejido, un material no tejido, una película, un perfil, un cable, o un producto moldeado.

El término “fibra” en el sentido de la presente invención se refiere a una estructura lineal que forma tejidos textiles tales como materiales tejidos o no tejidos, que por lo general consisten en bandas de fibras unidas entre sí mediante, por ejemplo, métodos mecánicos. Por consiguiente, cabe entender que el término “fibra” se refiere a una estructura finita.

El término “hilo” en el sentido de la presente invención se refiere a una estructura lineal que forma tejidos textiles tales como telas no tejidas que típicamente consisten en telas de hilo unidas entre sí mediante, por ejemplo, métodos mecánicos. Por consiguiente, el término “hilo” se refiere a una estructura finita. El hilo se puede construir como mono-, bi- o multi-hilo. Si un bi- o multi-hilo está presente, la composición del hilo individual puede ser sustancialmente la misma. Es decir, la composición de los hilos individuales comprende sustancialmente los mismos componentes en las mismas cantidades. De modo alternativo, la composición de los hilos individuales puede ser diferente. Es decir, las composiciones de los hilos individuales pueden comprender los mismos componentes en cantidades variables o las composiciones de los hilos individuales pueden comprender diferentes componentes en las mismas cantidades o la composición de los hilos individuales puede comprender diferentes componentes en cantidades variables.

El término “filamento” en el sentido de la presente invención se refiere a una estructura que difiere de las fibras por su longitud de estructura. Por consiguiente, el término “filamento” se refiere a fibras sin fin. Cabe entender además que el

filamento pueda fabricarse como mono-, bi- o multi-filamento. Si un bi- o multi-filamento está presente, la composición de los filamentos individuales puede ser sustancialmente la misma. Es decir, las composiciones de los filamentos individuales comprenden sustancialmente los mismos componentes en las mismas cantidades. De modo alternativo, la composición de los filamentos individuales puede ser diferente. Es decir, las composiciones de los filamentos individuales pueden comprender los mismos componentes en cantidades variables o las composiciones de los filamentos individuales pueden comprender diferentes componentes en las mismas cantidades o la composición de los filamentos individuales puede comprender diferentes componentes en cantidades variables.

La sección transversal de los filamentos y/o fibras y/o hilos puede tener una gran variedad de formas. Se prefiere que la forma en sección transversal de los filamentos y/o fibras y/o hilos puede ser redonda, oval o n-gonal, en el que $n \geq 3$, por ejemplo, n es 3. Por ejemplo, la forma en sección transversal de los filamentos y/o fibras y/o hilos es redonda, aproximadamente redonda o tribular. Adicionalmente o de modo alternativo, la forma en sección transversal de los filamentos y/o fibras y/o hilos puede ser hueca.

20

Tal como se utiliza en la presente, el término “artículo textil” se refiere a un producto producido por métodos tales como estratificación, espartería, trenzado, anudado, tejido a telar, tejido de punto, crochet, o empenachado. Para el propósito de la presente invención, el término “material tejido” se refiere a un artículo textil o tela producida tejiendo, y, el término “material no tejido” se refiere a una estructura de lámina plana, flexible, porosa que se produce entrelazando capas o redes de fibras, filamentos, o estructuras filamentosas del tipo película.

Cabe entender que los filamentos y/o fibras y/o hilos se pueden preparar mediante todas las técnicas conocidas en el arte utilizadas para preparar dichos filamentos y/o fibras y/o hilos. Por ejemplo, los filamentos y/o fibras y/o hilos de la presente invención se pueden preparar por el conocido proceso de soplado en fusión, proceso de spunbonded o la producción de fibras cortadas.

De acuerdo con la tecnología conocida tal como el hilado de filamento continuo para hilado o fibra cortada, y los procesos no tejidos tal como producción spunbond y soplado en fusión, las fibras y los filamentos se pueden formar mediante extrusión del polímero fundido a través de pequeños orificios. En general, las fibras o filamentos así formados se dibujan o elongan para inducir la orientación molecular y afectar la cristalinidad, dando lugar a una reducción en el diámetro y una mejora en las propiedades físicas.

Spunmelt es un término genérico que describe la fabricación de materiales no tejidos directamente a partir de composiciones termoplásticas de polímero. Abarca 2 procesos (spunlaid y soplado en fusión) y la combinación de ambos. En este proceso los gránulos poliméricos se funden y el polímero fundido se extrude a través de un conjunto de hilera que crea una pluralidad de filamentos poliméricos continuos. Los filamentos luego se inactivan y dibujan, y se recogen para formar una trama no tejida. Alguna temperatura restante puede provocar que los filamentos se adhieran entre sí, pero esto no puede ser considerado como el principal método de unión. Existen diversos métodos para la formación de la trama de filamentos continuos en un producto útil mediante un paso de unión, que incluye, pero no se limita a calandrado, hidrogenmarañado, punción con aguja y/o adhesión mediante químicos o adhesivos. El hidrogenmarañado, también conocido como hidroentrelazado (spunlacing), es un proceso que emplea chorros de agua

de alta presión para enredar las fibras en una trama suelta creando así una tela unida por fuerzas de fricción entre dichas fibras.

El proceso de spunlaid (también conocido como spunbonded) tiene la ventaja de proporcionar una mayor resistencia a las telas no tejidas. La co-extrusión de segundos componentes se utiliza en diversos procesos de spunlaid, generalmente para proporcionar extra propiedades o capacidades de adhesión. En la formación de tramas sopladas en fusión, los polímeros de baja viscosidad se extruden en una corriente de aire a alta velocidad al salir del hilador. Esto dispersa la masa, la solidifica y la desintegra en una trama fibrosa.

Los expertos en la técnica saben combinar procesos o los tejidos de diferentes procesos para producir tejidos compuestos que poseen ciertas características deseables. Ejemplos de esto son la combinación de spunbond y soplado por fusión para producir un tejido laminado que es más conocido como SMS, que pretenden representar dos capas exteriores de tejidos spunbond y una capa interna de tejido soplado por fusión. Adicionalmente cualquiera o ambos de estos procesos se pueden combinar en cualquier disposición con un proceso de cardado de fibras cortadas o los tejidos resultantes de un proceso de cardado de fibra de grapa no tejida unida. En dichos tejidos laminados descritos, las capas se consolidan al menos parcialmente mediante uno de los pasos de unión enumerados anteriormente.

Los procesos son bien conocidos en la técnica, y están disponibles comercialmente, para la producción de tejidos spunbond. Los dos procesos típicos se conocen como el proceso Lurgi y el proceso Reifenhäuser. El proceso Lurgi se basa en la extrusión del polímero fundido a través de orificios de la hilera

seguido por los filamentos extruidos recién formados que se templan con aire y dibujan por succión a través de tubos Venturi. Después de la formación, los filamentos se desembolsan en una cinta transportadora para formar una trama no tejida. El proceso Reifenhäuser difiere del proceso Lurgi en que la zona de
5 enfriamiento se sella para los filamentos, y se acelera la corriente de aire enfriado, induciendo de ese modo un arrastre más eficaz de los filamentos dentro de la corriente de aire.

En los sistemas descritos anteriormente, los materiales no tejidos se producen
10 generalmente usando resinas de polipropileno que tienen un índice de fluidez de aproximadamente 25 a 40 gramos/10 minutos.

Una “película” en el sentido de la presente invención es una lámina o capa de material que tiene un espesor medio que es pequeño en comparación con su
15 longitud y ancho. Por ejemplo, el término “película” puede referirse a una lámina o capa de material que tiene un espesor medio de menos de 200 μm , pero más de 1 μm .

De acuerdo con una realización, la película es una película respirable. El término
20 “película respirable” en el sentido de la presente invención se refiere a una película polimérica que permite el paso de gases y vapor de humedad, por ejemplo, debido a la presencia de microporos. La “respirabilidad” de una película respirable se puede medir a través de su velocidad de transmisión de vapor de agua (WVTR, por sus siglas en inglés), que se especifica en $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{day})$. Por
25 ejemplo, una película polimérica puede ser considerada “respirable” si tiene un WVTR de al menos 1000 $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{día})$. La WVTR se puede determinar con un dispositivo de medición Lyssy L80–5000 de acuerdo con ASTM E398.

Cabe entender que las películas y/o películas respirables se pueden preparar por todas las técnicas conocidas en el arte utilizadas para preparar dichas películas. Por ejemplo, las películas de la presente invención se pueden preparar mediante técnicas bien conocidas utilizadas para preparar películas estiradas u orientadas, y preferentemente películas de recubrimiento por extrusión, películas sopladas, películas sopladas técnicas, cintas monocapas, películas coladas y similares.

Los inventores de la presente invención encontraron que los productos poliméricos que comprenden un material compactado de acuerdo con la presente invención provocan menores disminuciones de presión durante la extrusión de película. Además de lo que antecede, los productos poliméricos que comprenden un material compactado de acuerdo con la presente invención además presentan buenas propiedades mecánicas tales como módulo de tracción, ensayo de tracción en el rendimiento y en la rotura, alargamiento a la rotura y resistencia al desgarro.

De acuerdo con aún otro aspecto de la presente invención, se proporciona un artículo que comprende un producto polimérico de acuerdo con la presente invención, donde el artículo se selecciona del grupo que consiste en productos de salud, productos geotextiles, productos agrícolas, productos hortícolas, vestimenta, calzado, productos de equipaje, productos para el hogar, productos industriales, productos de embalaje, productos para la construcción, productos de tapicería, ropa industrial, productos médicos, artículos para el hogar tal como alfombras, productos de protección, productos cosméticos, productos de higiene, materiales de filtración, y productos de construcción.

De acuerdo con una realización, el artículo se selecciona del grupo que consiste en envases flexibles para aplicaciones industriales y de consumo, incluyendo rollo de material en rama, bolsos, bolsas, etiquetas, envolturas, tapones, manguitos retráctiles y películas extensibles; envases rígidos para aplicaciones industriales y

5 de consumo, incluyendo botellas de plástico, vasos y recipientes; materiales de edificación y construcción, incluyendo tuberías y conductos, revestimientos y perfiles, aislamientos, sellos y juntas, geotextiles; materiales de agricultura y horticultura que incluyen materiales de efecto invernadero, películas de mantillo, túnel, ensilado y envolturas de balas, cajas y cajones; aplicaciones de transporte y

10 de automoción que incluyen partes interiores, paneles de instrumentos y puertas, consolas, pilares y asientos; partes exteriores, tales como paragolpes, guardabarros, portones así como también bajo las aplicaciones técnicas que incluyen conductos de aire, colectores de admisión de aire, radiadores y mangueras de refrigeración; aplicaciones eléctricas y electrónicas, incluyendo

15 reproductores de CD, sistemas de DVD, computadoras personales y televisores, ordenadores portátiles, tabletas, teléfonos inteligentes, cocinas, refrigeradores y congeladores, lavarropas, lavavajillas, herramientas y equipo de oficina; y aplicaciones médicas y de salud que incluyen tapas desechables, batas, máscaras, trajes de matorral y protectores para zapatos, cortinas, envolturas y

20 paquetes, esponjas, apósitos y toallitas, ropa de cama, trajes para control de contaminación, trajes para examinación, batas de laboratorio, batas de aislamiento, maquinaria médica de diagnóstico y dispositivos médicos; productos de cuidado personal, incluidos los productos de higiene absorbente (AHP), pañales para bebés, productos de higiene femenina y productos para la

25 incontinencia de adultos, toallitas, productos para el cuidado de la piel, bandas depilatorias; productos para el hogar y muebles incluyendo compuestos de madera, láminas decorativas, revestimientos de suelos, pisos, utensilios de

cocina, productos de limpieza, cuidado de mascotas, artículos para el césped y el jardín, juguetes, artículos de deporte y ocio incluyendo casas de juegos, kits de construcción, autos para jugar, dispositivos para deportes y salud física, zapatos, prendas de vestir y ropa deportiva, equipos de seguridad (cascos, rodilleras),
5 equipos deportivos, y maletas.

El alcance y el interés de la invención se comprenderán mejor con base en los siguientes ejemplos que pretenden ilustrar ciertas realizaciones de la presente invención y no son limitativos.

10

Ejemplos

1. Métodos de medición

15

A continuación, se describen métodos de medición implementados en los ejemplos.

Contenido de cenizas

20

El contenido de cenizas en % en peso de una muestra de material compactado, basado en el peso total de la muestra, se determinó mediante la incineración de una muestra en un crisol de incineración que se puso en un horno de incineración a 570°C durante dos horas. El contenido de cenizas se midió como la cantidad
25 total de los residuos inorgánicos restantes.

Densidad lineal (dtex)

El título o densidad lineal expresada en dtex se mide de acuerdo con EN ISO 2062 y corresponde al peso en gramos de 10 000 m de hilo. Una muestra de 25 o
 5 100 metros se enrolló en un carrete estándar bajo una pretensión de 0,5 cN / tex y se pesó en una balanza analítica. Los gramos por 10 000 m longitud de hilo luego fueron calculados.

Peso del Tejido

10

El peso del tejido o masa por unidad de área [g/m^2] se midió de acuerdo con EN ISO 9864.

Tenacidad, alargamiento a la rotura y resistencia a la tracción de las fibras y telas 15 no tejidas

La tenacidad se calculó a partir la fuerza de rotura y la densidad lineal, y se expresa en centinewton por tex [cN/tex]. La prueba se llevó a cabo en un dinamómetro con una velocidad de estiramiento constante, las normas aplicables
 20 para esta prueba son EN ISO 5079 y ASTM D 3822.

La fuerza de rotura es la fuerza necesaria a aplicar en un hilo para que se rompa. Se expresa en Newton [N]. El alargamiento a la rotura es el aumento de la longitud producida por el estiramiento de un hilo a su punto de ruptura. Se
 25 expresa como un porcentaje [%] de su longitud inicial.

La resistencia a la tracción se expresa en kN/m y el alargamiento a la carga máxima expresada en % se midió en dirección de la máquina (MD) y en dirección transversal a la máquina (CD). El valor energético de acuerdo con EN ISO 10319 se calculó por la resistencia a la tracción $(MD + CD)/2$.

5

Resistencia a la perforación estática (ensayo CBR) de telas no tejidas

La resistencia a la perforación estática expresada en kN se midió de acuerdo con EN ISO 12236. Este método especifica la determinación de la resistencia a la perforación midiendo la fuerza requerida para empujar un émbolo de extremo plano a través de geosintéticos.

10

Viscosimetría rotacional

La viscosidad rotacional se midió a través de un reómetro de Anton Paar, Austria, modelo Physica reómetro Modular Compacto MCR 300, con un sistema de placa-placa que tiene un diámetro de 25 mm, un hueco de 0,2 mm y una velocidad de cizallamiento de 5 s^{-1} .

15

20 Valor de la presión del filtro (FPV)

La prueba de presión del filtro se realizó en un Ensayo de Filtro de Presión comercialmente disponible Teach-Line FT-E20T-IS. El método de ensayo se realizó de acuerdo con la Norma Europea EN 13900-5 con cada una de las correspondientes composiciones de polímero (16 g de carbonato de calcio efectivo por 200 g de muestra final, diluyente: LLDPE ExxonMobil LL 1001 VX) utilizando un filtro 14 μm tipo 30 (GKD Gebr. Kufferath AG, Düren, Alemania), en

25

el que no se usó una bomba de fusión, la velocidad de la extrusora se mantuvo a 100 rpm, y en el que la temperatura de fusión era 225 a 230°C (ajuste de temperatura: 190°C/210°C/230°C/230°C/230°C).

5 Límite elástico de soplado o película respirables

Se llevó a cabo la determinación del límite elástico de acuerdo con ISO 527–3. El ancho de la muestra de la película era 15 mm y la longitud de ensayo 5 cm.

10 Elongación de rendimiento de película respirable o soplada

Se llevó a cabo la determinación del límite elástico de acuerdo con ISO 527–3. El ancho de la muestra de la película era 15 mm y la longitud de prueba de 5 cm.

15 Módulo de Tensión E de películas respirables o sopladas

Se llevó a cabo la determinación del límite elástico de acuerdo con ISO 527–3. El ancho de la muestra de la película era 15 mm y la longitud de prueba de 5 cm. El módulo E corresponde a la inclinación de la curva de ensayo de tracción entre los
20 puntos a 0,02% y 2% de alargamiento.

Evaluación visual de las películas sopladas

Las muestras de película se pusieron bajo un microscopio óptico. Los
25 aglomerados del carbonato de calcio eran negros tras la iluminación desde abajo y blancos tras la iluminación desde arriba.

Evaluación visual de las películas respirables

La evaluación se realiza en forma visual durante el proceso de la película respirable sin medios auxiliares para la ampliación. La calificación "ok" se refiere a
5 que no se observaron agujeros, agujeros de alfiler, ni rayas.

Prueba de caída del dardo de película soplada

La medición se llevó a cabo de acuerdo con ASTM D 1709A.
10

Velocidad de transmisión de vapor de agua (WVTR) de película respirable

El valor WVTR de las películas respirables se midió con un dispositivo de medición Lyssy L80–5000 (PBI–Dansensor A/S, Dinamarca) de acuerdo con
15 ASTM E398.

Prueba de presión hidrostática de películas respirables o sopladas

La prueba de presión hidrostática se llevó a cabo de acuerdo con un
20 procedimiento que es equivalente al Método de Ensayo AATCC 127–2013, WSP 80.6 e ISO 811. Una muestra de película (área de ensayo = 10 cm²) se montó para formar una cubierta en el depósito de relave de prueba. Esta muestra de película se sometió a una presión de agua estandarizada, se aumentó a una tasa constante hasta que aparece una fuga en la superficie externa de la película, o se
25 produce una explosión de agua como resultado de la falla de la película (tasa de gradiente de presión= 100 mbar/min.). Se midió la presión de agua como la altura de la cabeza hidrostática que se alcanzó en el primer signo de pérdida en tres

áreas separadas de la muestra de la película o cuando se produce la explosión. Los resultados de la altura de la cabeza se registraron en centímetros de presión de agua o milibares sobre la muestra. Un valor más alto indica una mayor resistencia a la penetración del agua. Se utilizó TEXTTEST FX-3000, Prueba de

5 Cabeza Hidrostática (Textest AG, Suiza), para las mediciones de presión hidrostática.

2. Materiales

10 Material en polvo

CC1 (inventivo): Carbonato de calcio natural molido, comercialmente disponible en Omya International AG, Suiza (d_{50} : 1,7 μm ; d_{98} : 6 μm), tratado en superficie con 0,7% en peso de anhídrido alquenilo succínico (CAS [68784-12-3],

15 concentración > 93%), basado en el peso total del carbonato de calcio molido. BET: 3,4 g/m^2 , contenido de humedad residual: 0,1% en peso, absorción de humedad: 0,58 mg/g.

CC2 (comparativo): Carbonato de calcio natural molido, comercialmente

20 disponible en Omya International AG, Suiza (d_{50} : 1,7 μm ; d_{98} : 6 μm), tratado en superficie con 1% en peso de ácido esteárico (comercialmente disponible en Sigma-Aldrich, Croda, EEUU) basado en el peso total del carbonato de calcio molido. BET: 3,4 g/m^2 , contenido de humedad residual: 0,1% en peso, absorción de humedad: 0,38 mg/g.

25

CC3 (comparativo): Carbonato de calcio natural molido, comercialmente disponible en Omya International AG, Suiza (d_{50} : 1,7 μm ; d_{98} : 6 μm), tratado en

superficie con 0,55% en peso de ácido octanoico (número del producto O0040, comercialmente disponible en TCI Europe N.V, Bélgica) basado en el peso total del carbonato de calcio molido. BET: 3,4 g/m², contenido de humedad residual: 0,1% en peso, absorción de humedad: 0,41 mg/g.

5

Aglutinante de polímero y agente de tratamiento superficial

Aglutinante A: Homo-polipropileno (Borflow HL 520FB), MFR = 2 000 g/10 min (230°C, 2,16 kg, ISO 1133) de acuerdo con la hoja de datos técnicos, viscosidad rotacional = 20 000 mPa*s a 190°C, comercialmente disponible en
10 Borealis, Austria.

Aglutinante B: Copolímero de etileno-1-octeno (Afinidad GA 1900), densidad (ASTM D792) = 0,87 g/cm³, de acuerdo con la hoja de datos técnicos, viscosidad rotacional = 8 500 mPa*s at 190°C, comercialmente disponible en The
15 Dow Chemical Company, EEUU.

Agente de tratamiento superficial 1 (=SA4): Cera de polipropileno basada en metaloceno (Licocene PP-1302), densidad (23°C; ISO 1183) = 0,87 g/cm³, de acuerdo con la hoja de datos técnicos, viscosidad rotacional = 130 mPa*s a
20 190°C, comercialmente disponible en Clariant International Ltd., Suiza.

Polímero termoplástico

Polímero D: Homo-polipropileno (Moplen HP 561R), MFR = 25 g/10 min (230°C, 2,16 kg, ISO 1133) de acuerdo con la hoja de datos técnicos, comercialmente
25 disponible en LyondellBasell, Países Bajos.

Polímero E: Homo-polipropileno (PP HF420FB), MFR = 19 g/10 min (230°C, 2,16 kg, ISO 1133) de acuerdo con la hoja de datos técnicos, comercialmente disponible en Borealis, Austria.

- 5 Polímero F: Polietileno de baja densidad lineal (Dowlex NG 5056G), MFR = 1,1 g/10 min (190°C, 2,16 kg, ISO 1133), densidad (23°C; ISO 1183) = 0,919 g/cm³, de acuerdo con la hoja de datos técnicos, disponible en Dow, Suiza.

- 10 Polímero G: Polietileno de baja densidad lineal (Dowlex 2035), MFR = 6 g/10 min (190°C, 2,16 kg, ISO 1133), densidad (23°C; ISO 1183) = 0,919 g/cm³, de acuerdo con la hoja de datos técnicos, disponible en The Dow Chemical Company, EEUU.

- 15 Polímero H: Polietileno de baja densidad lineal (Dow SC 7641), MFR = 2 g/10 min (190°C, 2,16 kg, ISO 1133), densidad (23°C; ISO 1183) = 0,923 g/cm³, de acuerdo con la hoja de datos técnicos disponible en The Dow Chemical Company, EEUU.

20 3. Ejemplos

Ejemplo 1 – Preparación del material compactado para multifilamentos

- 25 Se utilizó una “Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora” horizontal, a saber “Amixon RMG 30” con una longitud del proceso de 1 200 mm, y diámetro de 230 mm, equipado con 3 puertos de alimentación en secuencia, y se utilizó 1 puerto de salida. El cilindro se equipó con una doble pared de calefacción / refrigeración.

La mezcla y la compactación se obtuvieron mediante un tornillo pasador giratorio, cilíndrico.

El material en polvo CC1 se suministró gravimétricamente en el primer puerto de alimentación a una velocidad de 22,6 kg/h. El aglutinante de polímero o mezcla aglutinante de polímero se inyectó en estado líquido a una temperatura de 230°C a través de un puerto de alimentación 2 a una velocidad de 2,4 kg/h.

Las cantidades de material en polvo CC1 empleadas y el tipo de cantidades de los aglutinantes de polímero y agente de tratamiento superficial se indican en la Tabla 1 a continuación.

La mezcla y la compactación del material en polvo y el aglutinante de polímero o mezcla de aglutinante de polímero se llevó a cabo en la “Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora” a 180°C y una velocidad de tornillo de 800 rpm.

La mezcla dejada en la mezcladora/Peletizadora a través del puerto de salida, se transfirió por gravedad a una segunda Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora para compactación y refrigeración, operada a una temperatura de 140°C y una velocidad de tornillo de 400 rpm. En este ejemplo, ambas unidades eran de tamaño y dimensiones idénticas. El material resultante compactado dejó la unidad a través del puerto de salida, y estaba libre de polvo y de flujo libre.

Tabla 1: Composiciones y propiedades de materiales compactados preparados CM1 a CM3 (% en peso se basa en el peso total del material compactado).

	CM1	CM2	CM3
CC1 [% en peso]	88,0	88,0	88,0

Aglutinante A [% en peso]	—	9,6	12,0
Aglutinante B [% en peso]	12,0	—	—
SA4 [% en peso]	—	2,4	—
Contenido de ceniza [% en peso]	87,2	87,5	87,7

Ejemplo 2 – Preparación de fibras multifilamento

- 5 Se mezclaron diferentes cantidades de los materiales compactados CM1 a CM3 producidos de acuerdo con el Ejemplo 1 con polímero D. Los multifilamentos se produjeron a partir de las mezclas obtenidas utilizando una línea de extrusión para multifilamentos Collin Lab Line CMF 100 (Dr. Collin GmbH, Alemania), equipada con una extrusora de único tornillo con bomba de masa fundida y el diámetro de
- 10 la hilera 50 mm con 34 filamentos con un diámetro de 0,3 mm. El sistema de hilado asimismo se equipó con una cámara de refrigeración para enfriar la fibra de multifilamento y módulos de rodillos de estiramiento y una bobinadora. Se utilizó Limanol B29 (comercialmente disponible en Schill+Seilacher GmbH, Alemania) como aceite de hilado. La relación de estiramiento era 2 para las muestras 1 a 8.
- 15 Se utilizaron las siguientes temperaturas de los módulos de rodillos, módulo de rodillo 1:80°C, módulo de rodillo 2:85°C, módulo de rodillo 3:90°C, y módulo de rodillo 4:90°C.

- Para fines comparativos, un tipo de mezcla maestra estándar (MB1) que contiene
- 20 70% en peso CC1 fue producido a escala industrial. El contenido de carga precisa de la mezcla maestra se determinó por el contenido de ceniza que fue 72,2% en peso. El caudal de masa fundida (MFR, 230°C, 2,16 kg, ISO 1133) de la mezcla maestra fue 9,13 g/10 min.

Las composiciones de los multifilamentos producidos se compilan en la Tabla 2 a continuación.

- 5 Las propiedades mecánicas (alargamiento a la rotura y tenacidad) de las muestras de ensayo se determinaron tal como se describió anteriormente. Los resultados de los ensayos mecánicos se muestran también en la Tabla 2 a continuación.

10 Tabla 2: Composición y propiedades mecánicas de los multifilamentos producidos (% en peso se basa en el peso total del material compactado).

Muestra	Material Compactado/ Mezcla maestra	Contenido de CC1 en fibras [% en peso]	Extrusión de presión de fusión [bar]	Tenacidad [cN/dtex]	Elongación al quiebre [%]
1 (comp.)	MB1	21,2	40,5	0,72	183
2	CM1	18,5	22,8	0,80	206
3	CM2	16,3	23,8	0,82	198
4	CM3	17,6	21,9	0,84	201
5 (comp.)	MB1	38,9	40,7	0,50	201
6	CM1	34,6	24,3	0,40	170
7	CM2	37,7	28,3	0,40	114
8	CM3	45,4	35,6	0,30	155

Los resultados ilustrados en la Tabla 2 anterior, revelan que los multifilamentos que comprenden un material compactado de acuerdo con la presente invención

se pueden producir en buenas propiedades de calidad y mecánicas con diferentes cantidades de material en polvo. Además, se puede desprender de la Tabla 2 que las muestras que comprenden el material de la invención compactado muestran una presión de fusión reducida durante la extrusión en comparación con las

5 muestras que contienen la mezcla maestra comparativa. Es ventajosa una presión de fusión reducida con respecto a la procesabilidad del material e indica una dispersión mejorada del material en polvo dentro de la matriz del polímero. Además, las propiedades mecánicas de los multifilamentos mejoran cuando un material compactado se aplica como un material de partida para el proceso de

10 hilatura.

Ejemplo 3 – Preparación del material compactado para telas no tejidas

15 Se utilizó una “Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora” horizontal, a saber “Amixon RMG 30” con una longitud del proceso de 1 200 mm, y diámetro de 230 mm, equipado con 3 puertos de alimentación en secuencia, y 1 puerto de salida. El cilindro se equipó con una doble pared de calefacción / refrigeración. La mezcla y la compactación se obtuvieron mediante un tornillo pasador giratorio, cilíndrico.

20

El material en polvo CC1 o CC2, respectivamente, se suministró gravimétricamente en el primer puerto de alimentación a una velocidad de 22,6 kg/h. La mezcla del aglutinante de polímero o aglutinante de polímero se inyectó en estado líquido a una temperatura de 230°C a través de un puerto de

25 alimentación 2 a una velocidad de 2,4 kg/h.

Los tipos y cantidades empleados de materiales en polvo, aglutinantes de polímero, y agente de tratamiento superficial se indican en la Tabla 3 a continuación.

- 5 La mezcla y la compactación del material en polvo y el aglutinante de polímero o mezcla del aglutinante de polímero se llevó a cabo en la “Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora” a 180°C y una velocidad de tornillo de 800 rpm.

- 10 La mezcla dejada en la mezcladora/peletizadora a través del puerto de salida, se transfirió por gravedad a una segunda Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora para compactación y refrigeración, operado a una temperatura de 140 °C y una velocidad de tornillo de 400 rpm. En este ejemplo, ambas unidades eran de tamaño y dimensiones idénticas. El material resultante compactado dejó la unidad a través del puerto de salida, y estaba libre de polvo y de flujo libre.

15

Tabla 3: Composiciones y propiedades de materiales compactados preparados CM4 a CM9 (% en peso se basa en el peso total del material compactado, nm = no medido).

	CM4	CM5	CM6	CM7	CM8	CM9
CC1 [% en peso]	88,0	88,0	88,0	—	88,5	88,5
CC2 [% en peso]	—	—	—	87,0	—	—
Aglutinante A [% en peso]	—	12,0	10,8	13,0	11,5	—
Aglutinante B [% en peso]	12,0	—	1,2	—	—	9,2
S4A [% en peso]	—	—	—	—	—	2,3
Contenido de ceniza [% en peso]	87,1	87,5	87,3	86,0	nm	nm

Ejemplo 4 – Preparación de telas no tejidas

Se mezclaron diferentes cantidades de los materiales compactados de acuerdo con la presente invención con el polímero E y se dosificaron directamente juntos en una extrusora de único tornillo equipada con una bomba de masa fundida. Las telas no tejidas se produjeron con estas mezclas en una línea Lurgi piloto no tejida. Las temperaturas de la extrusora eran entre 230°C y 250°C. Las cuatro vigas de espín fueron equipadas con bombas de fusión y las hileras que contenían 600 orificios cada una con un diámetro de 0,8 mm. Los filamentos extruidos se formaron en una tela no tejida. La velocidad de la cinta transportadora se ajustó a 20 metros/minuto y el hidroenmarañado se utilizó para la unión de la trama no tejida.

La trama no tejida unida final con una anchura de 100 cm tenía un peso objetivo del tejido de 385 g/m².

Las composiciones de los materiales no tejidos producidos se compilan en la Tabla 4 a continuación.

Tabla 4: Composiciones de las telas no tejidas preparadas (% en peso se basa en el peso total de la muestra).

Muestra	Material Compactado	Contenido de CC1 o CC2 (contenido de ceniza) [% en peso]
9 (comparativo)	—	0
10	CM5	0,9
11	CM5	2,7
12	CM8	2,5

13	CM8	3,1
14 (comparativo)	CM7	5,7
15	CM6	3,0
16	CM9	2,3

Las propiedades mecánicas de las muestras de ensayo se determinaron usando los ensayos correspondientes descritos anteriormente. Los resultados de los ensayos mecánicos se muestran también en la Tabla 5 a continuación.

5

Tabla 5: Propiedades de las telas no tejidas producidas.

Muestra	Fibras de densidad lineal [dtex]	Tenacidad de fibras [cN/dtex]	Peso del tejido [g/m ²]	Coeficiente CBR [N/g]	CBR [N]	Resistencia a la Tensión (MD+CD)/2 [N/g]
9 (comp.)	10,1	2,22	378	6,8	2 570	10,2
10	9,2	2,29	366	7,6	2 788	10,2
11	8,7	2,17	379	7,2	2 743	8,9
12	9,2	2,14	393	7,0	2 732	9,0
13	9,4	2,13	390	7,0	2 743	7,9
14 (comp.)	9,5	2,03	393	6,3	2 493	7,9
15	8,9	2,14	377	6,9	2 597	8,7
16	9,0	2,09	385	6,8	2 636	8,5

Tal como se puede observar a partir de los resultados recopilados en la Tabla 5, las telas no tejidas que comprenden el material de la invención compactado se pueden producir con buenas propiedades de calidad y mecánicas mejoradas en comparación con la tela no tejida sin rellenar (muestra 9). Además, la tela no

10

tejida que comprende el material compactado utilizando un polvo con una capa de tratamiento de acuerdo con la invención tienen mejores propiedades mecánicas que las telas no tejidas que comprenden un material compactado utilizando un polvo con una diferente capa de tratamiento (véase muestra 14).

5

Ejemplo 5 – Preparación del material compactado para películas sopladas

Se utilizó una “Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora” horizontal, a saber
10 “Amixon RMG 30” con una longitud del proceso de 1 200 mm, y diámetro de 230 mm, equipada con 3 puertos de alimentación en secuencia, y 1 puerto de salida fue usado. El cilindro se equipó con una doble pared de calefacción / refrigeración. La mezcla y la compactación se obtuvieron mediante un tornillo pasador giratorio, cilíndrico.

15

El material en polvo CC1 o CC3, respectivamente, se suministró gravimétricamente en el primer puerto de alimentación a una velocidad de 22,6 kg/h. El aglutinante de polímero o mezcla de aglutinante de polímero se inyectó en estado líquido a una temperatura de 230°C a través de un puerto de
20 alimentación 2 a una velocidad de 2,4 kg/h.

Los tipos y cantidades de materiales en polvo empleados, aglutinantes de polímero, y agente de tratamiento superficial se indican en la Tabla 6 a continuación.

25

La mezcla y la compactación del material en polvo y el aglutinante de polímero o mezcla aglutinante de polímero se llevaron a cabo en la “Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora” a 180°C y una velocidad de tornillo de 800 rpm.

- 5 La mezcla dejada en la mezcladora/Peletizadora a través del puerto de salida, se transfirió por gravedad a una segunda Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora para compactación y refrigeración, operada a una temperatura de 140°C y una velocidad de tornillo de 400 rpm. En este ejemplo, ambas unidades eran de tamaño y dimensiones idénticas. El material resultante compactado dejó la unidad
- 10 a través del puerto de salida, y estaba libre de polvo y de flujo libre.

Tabla 6: Composiciones y propiedades de materiales compactados preparados CM10 y CM11 (% en peso se basa en el peso total del material compactado).

	CM10	CM11 (comparativo)
CC1 [% en peso]	88,5	–
CC3 [% en peso]	–	87,5
Aglutinante A [% en peso]	–	–
Aglutinante B [% en peso]	8,6	9,4
SA4 [% en peso]	2,9	3,1
Contenido de ceniza [% en peso]	87,7	86,6

15 Ejemplo 6 – Elaboración de muestras de películas sopladas

- Se produjo una película soplada utilizando 77,1% en peso de polímero F y 22,9% en peso de CM11 (BF1 = ejemplo comparativo). Además, se produjo una película soplada utilizando 77,4% en peso de polímero F y 22,6% en peso de CM10 (BF2
- 20 = ejemplo inventivo). Las películas se produjeron en una línea de extrusión

soplada Dr. Collin (troquel circular 60 mm, abertura en el troquel 1,2 mm, diámetro del tornillo 30 mm, relación L/D = 30, tornillo con el elemento de mezclado). Las películas fueron procesadas con un BUR (relación de soplado) de 2,2 y la elevada línea de congelación se mantuvo a 16 cm de altura (distancia desde el troquel).

5

La extrusora tenía la siguiente configuración:

Tabla 7: Parámetros de Extrusión

	BF1 (comparativo)	BF2 (inventivo)
Temperatura Zona 1 [°C]	170	170
Temperatura Zona 2 [°C]	195	195
Temperatura Zona 3 [°C]	215	215
Temperatura Zona 4 [°C]	215	215
Temperatura Zona 5 [°C]	215	215
Elaboración [kg/h]	4,5	4,5
Velocidad del Tornillo [rpm]	50	50
Presión del Troquel [bar]	204	81
Esfuerzo de torsión [A]	5,5	4,9

- 10 La velocidad de la extrusora se mantuvo constantemente a 50 rpm y el promedio del gramaje de la película se estableció en 35 g/m² mediante el ajuste apropiado de la velocidad de línea. También el flujo de aire de refrigeración se ajustó en consecuencia para mantener la línea de congelación en la misma posición.

15

Propiedades materiales y mecánicas de las muestras de película soplada:

Tabla 8: Propiedades materiales y mecánicas de las muestras de película soplada BF1y BF2.

Muestra de película soplada	Dirección	BF1 (comparativo)	BF2 (inventivo)
Límite Elástico [$\text{N}\cdot\text{mm}^{-2}$]	MD	10,4	9,8
	CD	9,6	10,8
Alargamiento Elástico [%]	MD	11,1	11,0
	CD	7,4	7,5
Módulo de Elasticidad [$\text{N}\cdot\text{mm}^{-2}$]	MD	295	248
	CD	301	321
Peso de caída del dardo [g]	–	858	816
Evaluación visual de la película	–	(–)	(+)
Contenido de ceniza [% en peso]	–	21,0	19,5
Espesor de la película [μm]	–	36	36

- 5 (–): muchos aglomerados, (+): sin aglomerados, MD = dirección de la máquina, CD = dirección transversal (dirección para la fabricación de la película soplada).

Como se desprende de la Tabla 8 las propiedades mecánicas de las películas sopladas fabricadas con un material compactado de acuerdo con la invención y las películas sopladas comparativas son aproximadamente iguales. Sin embargo, las películas sopladas de acuerdo con la invención son superiores en vista de sus propiedades ópticas (no se observaron aglomerados), y las propiedades de

procesamiento (véase Tabla 7, disminuyen la presión del troquel y del torque). La mejora de las propiedades de procesamiento permite dirigir el proceso de fabricación de una manera más efectiva en cuanto a costos.

5

Ejemplo 7 – Preparación del material compactado para películas respirables

Se utilizó una “Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora” horizontal, a saber “Amixon RMG 30” con una longitud del proceso de 1 200 mm, y diámetro de 230 mm, equipada con 3 puertos de alimentación en secuencia, y 1 puerto de salida fue usado. El cilindro se equipó con una doble pared de calefacción / refrigeración. La mezcla y la compactación se obtuvieron mediante un tornillo pasador giratorio, cilíndrico.

15 El material en polvo CC1 o CC3, respectivamente, se suministró gravimétricamente en el primer puerto de alimentación a una velocidad de 22,6 kg/h. El aglutinante de polímero o mezcla de aglutinante de polímero se inyectó en estado líquido a una temperatura de 230°C a través de un puerto de alimentación 2 a una velocidad de 2,4 kg/h.

20

Los tipos y cantidades de materiales en polvo empleados, aglutinantes de polímero, y agente de tratamiento superficial, se indican en la Tabla 9 a continuación.

25 La mezcla y la compactación del material en polvo y el aglutinante de polímero o mezcla del aglutinante de polímero se llevó a cabo en la “Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora” a 180°C y una velocidad de tornillo de 800 rpm.

La mezcla dejada en la mezcladora/Peletizadora a través del puerto de salida, se transfirió por gravedad a una segunda Mezcladora de Capa Anular/Peletizadora para compactación y refrigeración, operada a una temperatura de 140°C y una velocidad de tornillo de 400 rpm. En este ejemplo, ambas unidades eran de tamaño y dimensiones idénticas. El material resultante compactado dejó la unidad a través del puerto de salida, y estaba libre de polvo y de flujo libre.

Tabla 9: Composiciones y propiedades de materiales compactados preparados CM12 y CM13 (% en peso se basa en el peso total del material compactado).

	CM12	CM13 (comparativo)
CC1 [% en peso]	88	–
CC3 [% en peso]	–	87
Aglutinante B [% en peso]	9,6	10,4
SA4 [% en peso]	2,4	2,6

Ejemplo 8 – Preparación de películas respirables

Las película respirables fueron producidas por una línea de fundición de película piloto de extrusión con unidad MDO-II integrada (Dr. Collin GmbH, Alemania) los ajustes de temperatura de la extrusora eran 195°C–210°C–230°C–230°C, y la velocidad de rotación de la extrusora fue de aproximadamente 35 rpm utilizando CM12 y CM13. La velocidad de los rodillos de la unidad de estiramiento era 125/125%.

CM12 y CM13 se pre-secaron durante 4 horas a 80°C. CM 12 (= ejemplo inventivo) se dosificó junto con el polímero G y el polímero H (peso proporcional

9:1,9 partes en peso del polímero G) en el embudo de extrusión utilizando un alimentador gravimétrico para obtener un contenido de carbonato de calcio de 50% en peso (=57,5% en peso CM12). CM13 (= ejemplo comparativo) se dosificó junto con el polímero G y H (relación en peso 9:1,9 partes en peso del polímero G) en el embudo de extrusión utilizando un alimentador gravimétrico para obtener un contenido de carbonato de calcio de 50% en peso (=56,8% en peso CM13).

La presión de extrusión aumentó cuando se utilizó CM12 (que comprende CC1) dentro de 1 hora de 38 a 42 bares, mientras que cuando se utilizó CM13 (que comprende CC3) la presión de extrusión aumentó de 48 a 161 bares.

La calidad de las películas respirables obtenidas se inspeccionó visualmente y las películas se sometieron a ensayo en relación a su velocidad de transmisión de vapor de agua (WVTR) y su presión hidrostática. Los resultados se ilustran en la Tabla 10 a continuación.

Tabla 10: Composiciones y propiedades de películas respirables preparadas.

Muestra	Material compactado	Calidad de la película	WVTR (g/cm ² -día)	Presión Hidrostática (mbar)
17	CM12	Ok	4220	277
18 (comparativo)	CM13	Ok	3750	235

Estos resultados ilustrados en la Tabla 10 confirman que la película respirable de la invención tiene una buena calidad y respirabilidad, que es superior a la película respirable comparativa. Además, con el revestimiento de acuerdo con la presente invención fue posible una mayor carga de relleno. En el ejemplo comparativo (= CM13) fue necesario una menor carga de relleno para obtener buena dispersión.

Ejemplo 9 – Preparación del material compactado para la evaluación del grado de dispersabilidad

Para el tratamiento de polvo se utilizó una mezcladora de lotes de alta velocidad de MTI–Mischtechnik Industrieanlagen GmbH Tipo LM 1,5/2,5/5 con un recipiente de 2,5 L y con una herramienta de mezcla estándar de tres partes. La mezcladora se calentó a 175°C, y se colocaron en el recipiente 364 g de un carbonato de calcio (CC1 o CC3). El recipiente se cerró y la mezcladora se puso en marcha durante 2 minutos a 700 rpm. Luego la mezcladora se abrió y se agregaron 32 g de un polipropileno homopolímero con una densidad sólida de 0,86 g/ml y un punto de fusión (DSC) de 152°C al polvo precalentado. La mezcladora se cerró nuevamente y se hizo funcionar durante 12 minutos a 700 rpm.

Para poner a prueba la dispersión del polvo tratado obtenido se utilizó una extrusora de laboratorio Dr. Collin FT – E20T – IS con un tornillo estándar y con un troquel de cinta estándar. Las zonas de calentamiento se calentaron a 190°/210°C/230°C/230°C y la extrusora se hizo funcionar a 100 rpm. 75% en peso del polímero G y 25% en peso del polvo obtenido se incorporó continuamente en la extrusora por un sistema de dosificación gravimétrica. 10 g de la cinta extruida luego fueron moldeados por compresión entre dos placas de acero cromado en 190°C. La película obtenida fue inspeccionada ópticamente bajo una lupa binocular con aumento de 50. Una muy buena dispersión se clasifica con la marca 6 y una dispersión muy baja se clasifica con la marca 1 (véase Tabla 11).

Tabla 11: Composiciones y propiedades de materiales compactados preparados CM14 a CM16 (% en peso se basa en el peso total del material compactado).

	CM14	CM15	CM16 (comparativo)
--	------	------	--------------------

CC1 [% en peso]	90	89	–
CC3 [% en peso]	–	–	89
Aglutinante B [% en peso]	8	8,8	8,8
SA4 [% en peso]	2	2,2	2,2
Contenido de ceniza [% en peso]	89,7	87,5	87,9
Marca ^{a)}	2	6	2

a) Marca con respecto al grado de dispersabilidad.

Tal como se puede observar comparando CM14 y CM15 en un contenido de ceniza aproximadamente igual, la dispersabilidad del material de acuerdo con la invención es mucho mejor. Además, CM14 ilustra que una carga de relleno más elevada es posible para el material compactado de acuerdo con la invención. Si CC3 se utilizó como relleno, no fue posible obtener una carga de relleno mayor que para CM16.