

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 964 611**

51 Int. Cl.:

C08J 3/05 (2006.01)

C08L 1/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.05.2013** **PCT/US2013/043601**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.10.2014** **WO14175903**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.05.2013** **E 13739873 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.09.2023** **EP 2989147**

54 Título: **Métodos para dispersar polvo de polímero soluble en agua**

30 Prioridad:

22.04.2013 US 201313867317

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

08.04.2024

73 Titular/es:

HERCULES LLC (100.0%)
500 Hercules Road
Wilmington, DE 19808, US

72 Inventor/es:

BHARGAVA, PRACHUR y
VAYNBERG, KONSTANTIN A.

74 Agente/Representante:

FERNÁNDEZ POU, Felipe

ES 2 964 611 T3

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

DESCRIPCIÓN

Métodos para dispersar polvo de polímero soluble en agua

5 Solicitud relacionada

Con esta Solicitud se reivindica el beneficio de la Solicitud de Patente No Provisional de Estados Unidos n.º 13/867,317 presentada el 22 de abril de 2013.

10 Campo de la invención

La invención es como se define en las reivindicaciones. Cualquier realización no cubierta por las reivindicaciones sirve para fines informativos.

- 15 La presente explicación se refiere en general a formulaciones en polvo de polímero solubles en agua, y más particularmente, a formulaciones de éter de celulosa solubles en agua que están en forma de polvo adecuadas para la adición directa a sistemas a base de agua para producir soluciones lisas, sin grumos. La explicación se refiere adicionalmente a un proceso para producir las formulaciones de éter de celulosa solubles en agua en forma de polvo adecuado para la adición directa a sistemas a base de agua. Las formulaciones en polvo de
- 20 éter de celulosa solubles en agua se pueden usar en cuidado personal, cuidado doméstico, materiales de construcción y edificación, campos petrolíferos, productos farmacéuticos, alimentos, y lo más particularmente pintura y recubrimientos. La presente invención se refiere además a métodos para dispersar el polvo de éter de celulosa soluble en agua con mejores propiedades de dispersión en dispositivos de manipulación y mezcla de polvo. De acuerdo con la invención, este método para dispersar comprende una etapa de humectar un éter
- 25 de celulosa seco con un agente de hidratación (y una solución ácida) en un mezclador Venturi.

Antecedentes de la invención

- 30 En muchas aplicaciones de uso final, los polímeros solubles en agua los reciben e inicialmente manipulan los usuarios como polvos que posteriormente se disuelven en varios sistemas a base de agua. Esto, sin embargo, presenta un reto técnico ya que los polvos de polímero solubles en agua tienden a formar grumos cuando se añaden a sistemas a base de agua. El problema surge de la hidratación e hinchamiento rápidos de los polvos de polímero solubles en agua tras la adición a sistemas a base de agua. Cuando se añaden polvos de polímero solubles en agua a granel, las partículas del polímero soluble en agua en la interfaz entre la fase en polvo y la
- 35 fase fluida comienzan a hidratarse e hincharse rápidamente. El hinchamiento de las partículas poliméricas solubles en agua en la interfase y el atasco de partículas resultante ralentiza la penetración de fluido en el interior de la fase de polvo. Este proceso da como resultado en última instancia la creación de aglomerados de gel de disolución lenta, persistentes, de varios tamaños. La formación de los aglomerados además de ralentizar la tasa de disolución de polímero soluble en agua también da como resultado la presencia de materia no deseada en la formulación de uno.
- 40

- En la técnica se conocen una serie de enfoques que se han usado para producir disolución sin grumos de polímeros solubles en agua. Entre los enfoques comúnmente usados están (a) la adición lenta de polvos de polímero solubles en agua, (b) la prehumectación de los polvos de polímero solubles en agua con disolvente
- 45 miscible en agua, y (c) la combinación de los polvos de polímero solubles en agua con otros materiales secos antes de la utilización. Cada uno de los enfoques mencionados anteriormente tiene un lado negativo. Por ejemplo, el enfoque (a) ralentiza en gran medida la utilización de polvo, con los enfoques (b) y (c) se pueden arrastrar concentraciones sustanciales de aditivos que pueden tener efectos negativos sobre el producto al que se añade el producto polimérico soluble en agua desde un punto de vista de cumplimiento medioambiental o
- 50 de rendimiento.

- Otro enfoque usado para suprimir la formación de grumos durante la disolución se basa en el uso de equipo de inducción de alto cizallamiento. En este enfoque, las mezclas de polvos de polímero soluble en agua / sistema de agua se someten a alto cizallamiento que rompe mecánicamente los grumos formados por los
- 55 polvos de polímero soluble en agua hidratantes en partículas de polímero individuales. La desventaja de este enfoque es que requiere equipo dedicado en el punto de uso.

- También se han desarrollado una serie de enfoques, basados en la modificación física o química de polvos de polímero solubles en agua, con el fin de intentar proporcionar una disolución sin grumos de polímeros solubles en agua. Por ejemplo, en la Patente de Estados Unidos n.º 6,197,100 se explica el uso de tensioactivos que cuando se recubren sobre superficies de partículas hacen que las partículas recubiertas se dispersen más fácilmente. En la Solicitud de Patente de Estados Unidos 2007/0175361A se explica un método de preparación de polímeros solubles en agua dispersables mediante secado por pulverización de polvos de polímeros solubles en agua con sales o azúcares solubles en agua o varios polímeros.
- 60

- 65 En la Patente de Estados Unidos n.º 2,879,268 se explica un método para mejorar la dispersabilidad de polvos

por medio de la modificación química de la superficie del polvo. En la Patente se explica el uso de formaldehído o dialdehídos para producir reticulación superficial que permite la dispersión de partículas antes de su solubilización.

- 5 En la Patente de Estados Unidos n.º 6,639,066 B2 se explica el uso de éteres de celulosa glioxalada combinados con diversas sales electrolíticas. Se explica que las combinaciones secas son adecuadas para preparar suspensiones estables añadiendo las combinaciones secas al agua en una sola etapa.

- 10 En la Patente de Estados Unidos n.º 4,720,303 se explica el uso de combinaciones de éteres de celulosa con ácidos orgánicos sólidos, tales como ácido cítrico, ácido tartárico, ácido oxálico, ácido malónico y ácido succínico, para producir combinaciones secas adecuadas para espesar sistemas a base de agua sin formación de grumos. Sin embargo, la combinación de éteres de celulosa con ácidos orgánicos sólidos tiene un efecto perjudicial sobre los éteres de celulosa, especialmente hidroxietilcelulosa. Tales combinaciones de ácidos orgánicos sólidos y éteres de celulosa disminuyen la estabilidad en almacenamiento de la combinación, lo que
- 15 disminuye la solubilidad del polímero.

- Existe la necesidad de un enfoque para suprimir la formación de grumos de éteres de celulosa solubles en agua durante la disolución que no requiera el uso de equipo especializado de inducción de alto cizallamiento, o mediante el uso de aditivos que sean perjudiciales para el uso último final o para la vida útil del éter de
- 20 celulosa, sino que más bien da como resultado polvos de éter de celulosa que permiten la disolución rápida, sin grumos a partir de una adición directa a sistemas a base de agua sin que la composición comprenda estabilidad en almacenamiento.

Compendio de la invención

- 25 La presente explicación se refiere a una combinación seca que comprende hasta aproximadamente el 99 % en peso de éter de celulosa soluble en agua reactivo con aldehído tratado con hasta aproximadamente el 8 % en peso de un reticulante que tiene al menos un resto aldehído, y el 20 % en peso o menos de un ácido débil que proporciona estabilidad en almacenamiento al éter de celulosa reticulado.

- 30 La presente explicación también se refiere a un método para espesar sistemas a base de agua, preferiblemente sistemas a base de agua que tienen una viscosidad mayor que la viscosidad del agua. El método comprende las etapas de añadir una cantidad deseada de una combinación seca a un sistema a base de agua. El sistema a base de agua se mezcla posteriormente, en donde se forma un sistema espesado uniforme relativamente
- 35 sin grumos. La combinación seca usada en este método incluye hasta aproximadamente el 99 % en peso de un éter de celulosa soluble en agua reticulado con hasta aproximadamente el 8 % en peso de un reticulante que tiene al menos un grupo aldehído, preferiblemente glioxal, y el 20 % en peso o menos de un ácido débil que proporciona estabilidad en almacenamiento a la combinación seca en forma de polvo.

- 40 La presente invención se refiere además a un método para dispersar formulaciones en polvo solubles en agua con mejores propiedades de dispersión en dispositivos de manipulación y mezcla de polvo. El uso de la formulación ofrece mejor procesamiento en estos dispositivos de mezclado. Es más, la presente invención se refiere a un método para dispersar un polvo de éter de celulosa soluble en agua con una corriente de ácido en dispositivos de manipulación y mezcla de polvo. De acuerdo con la invención, este método para dispersar
- 45 comprende una etapa de humectar un éter de celulosa seco con un agente de hidratación (y una solución ácida) en un mezclador Venturi.

Breve descripción de los dibujos

- 50 La Figura 1 es un gráfico que ilustra la disolución a lo largo del tiempo de HEC glioxalada en tampón Tris de pH 8,5 100 mM mediante presuspensión o añadiendo directamente la HEC como un polvo seco.

- La Figura 2 es un gráfico que ilustra la disolución a lo largo del tiempo de la HEC glioxalada añadido a una pintura no espesada (es decir, sin modificador de reología añadido) por el método convencional o añadiendo
- 55 directamente la HEC como un polvo seco.

- La Figura 3 es un gráfico que ilustra la disolución a lo largo del tiempo de HEC glioxalada añadida a soluciones tamponadas a pH 8,5 que contienen el 0,3 % en peso predisuelto de dicho polímero por el método convencional o adición directa de la HEC como un polvo seco.

- 60 La Figura 4 es un gráfico que ilustra la disolución a lo largo del tiempo de HEC glioxalada en pintura no espesada, una combinación de HEC glioxalada con ácido cítrico en polvo al 8 % en peso, añadido directamente como una combinación de polvo seco, una adición de suspensión convencional de HEC (tal como está), o una adición de polvo directa de HEC sin aditivos.

- 65 La Figura 5 es un gráfico que ilustra la estabilidad en almacenamiento de mezclas de HEC glioxalada con ácido

cítrico en las que se muestra la disolución a lo largo del tiempo de la combinación cuando se produce inicialmente, cuando se almacena en condiciones ambientales durante 2 meses; y cuando se envejece durante la noche a 60 °C.

- 5 La Figura 6 es un gráfico que ilustra la disolución a lo largo del tiempo de HEC glioxalada en pintura no espesada cuando se combina con citrato monosódico al 8 % en peso cuando se añade directamente como una combinación de polvo seco, como una adición de suspensión convencional de HEC (tal como está), o como una adición de polvo directa de HEC sin el citrato monosódico al 8 % en peso.
- 10 La Figura 7 es un gráfico que ilustra la HEC comercial añadido como una suspensión y compuesto seco en comparación con la presente invención utilizando ácido poliarílico.

Las Figuras 8A-8C son diagramas esquemáticos de realizaciones alternativas de un sistema eductor-mezclador que se puede usar para dispersar un polvo de éter de celulosa seco de acuerdo con la presente invención.

Descripción detallada de la invención

La explicación se refiere a una formulación de polvos de éter de celulosa soluble en agua reactiva con polialdehído adecuada para la adición directa a sistemas a base de agua, preferiblemente sistemas a base de agua que tienen una viscosidad mayor que la viscosidad del agua, con agitación moderada donde la formulación se dispensa fácilmente sin grumos. La formulación incluye un éter de celulosa, un reticulante y un ácido en polvo.

- 25 Para los fines de esta solicitud, «polvo» significa una sustancia que consiste en partículas sólidas trituradas, pulverizadas o finamente dispersadas de otro modo.

- Los éteres de celulosa para su uso en la presente invención incluyen éteres de celulosa que reaccionan con un aldehído para formar un hemiacetal, en particular, éteres de hidroxialquilcelulosa. Estos pueden incluir, entre otros, hidroxietilcelulosa (HEC), hidroxipropilcelulosa (HPC), etilhidroxietilcelulosa soluble en agua (EHEC), carboximetilcelulosa (CMC), carboximetilhidroxietilcelulosa (CMHEC), hidroxipropilhidroxietilcelulosa (HPHEC), metilcelulosa (MC), metilhidroxipropilcelulosa (MHPC), metilhidroxietilcelulosa (MHEC), carboximetilcelulosa (CMMC), carboximetilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMCMM), hidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMHEC), hidroxipropilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMHP), etilhidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMEHEC), carboximetilhidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMCMEC), hidroxipropilhidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMHPHEC), metilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMMC), metilhidroxipropilcelulosa hidrofóbicamente modificada (HMMHPC), metilhidroxietilcelulosa hidrofóbicamente modificada (HMMHEC), carboximetilmetilcelulosa hidrofóbicamente modificada (HMCMMC), hidroxietilcelulosa catiónica (HEC catiónica) e hidroxietilcelulosa catiónica hidrofóbicamente modificada (HMHEC catiónica) (todas por sus siglas en inglés). En una realización no limitante, el éter de celulosa es HEC.
- 30
- 35
- 40

- El polvo de éter de celulosa se trata con pequeñas cantidades de un reticulante. La reticulación puede llevarse a cabo en condiciones tales que solo tiene lugar una ligera cantidad de formación de reticulaciones, de acuerdo con el método expuesto en la Patente de los Estados Unidos n.º 2,879,268. La concentración del reticulante en el polvo de éter de celulosa es de hasta aproximadamente el 8 % en peso, preferiblemente entre aproximadamente el 0,01 % y el 5 % en peso.
- 45

- El reticulador es una molécula multifuncional que tiene al menos un primer y segundo resto reactivo. Al menos uno de los restos reactivos es un aldehído que puede reaccionar con el grupo hidroxilo pendiente del éter de celulosa para formar un enlace hemiacetal. El segundo resto reactivo puede ser una amplia variedad de diferentes grupos que reaccionarán con el éter de celulosa, preferiblemente el grupo hidroxilo colgante del éter de celulosa. Estos grupos reactivos incluyen carboxilos, silanoles, isocianatos, halometilo, tosilato de alquilo éter y epóxido. El reticulante puede ser un dialdehído tal como glioxal. Los éteres de celulosa glioxalados están disponibles comercialmente.
- 50
- 55

- El ácido en polvo para su uso en la presente invención puede ser un ácido en polvo soluble en agua que puede bajar eficazmente el pH del agua en contacto con el éter de celulosa durante la dispersión para reducir la tasa de hidrólisis del enlace hemiacetal entre el reticulante y el éter de celulosa. Esto permite que el éter de celulosa se disperse en agua antes de que las partículas de éter de celulosa absorban demasiada agua, creando grumos. Además, el ácido no debe ser tan reactivo que reduzca la estabilidad de solubilidad del éter de celulosa durante las condiciones de almacenamiento al reaccionar con el éter de celulosa causando la formación de éter de celulosa insoluble en agua. «Solubilidad estable» se define como la capacidad del éter de celulosa de permanecer soluble tras el envejecimiento acelerado en el que el éter de celulosa se somete, en un sistema sellado, a una exposición de 60 °C durante al menos 3 días, generalmente durante al menos 10 días o más, preferiblemente 14 días o más.
- 60
- 65

El ácido en polvo puede ser uno que proporcione estabilidad en almacenamiento del éter de celulosa reticulado. Generalmente, tales ácidos pueden ser ácidos débiles que tienen un pKa mayor que 2 y menor que 7,5. El «pKa» se define como el menos logaritmo de la constante Ka de disociación del grupo ácido, medida en solución acuosa diluida y condiciones de 25 °C. Los ácidos con pKa más altos no protegen suficientemente los éteres de celulosa reticulados de la hidrólisis. Ciertos ácidos poliméricos solubles en agua útiles en la presente invención pueden incluir, entre otros, ácido poliacrílico soluble en agua, ácido polimetacrílico soluble en agua, ácido polimálico, ácidos solubles en agua formados de monómeros que reaccionaron con ácido acrílico, ácido metacrílico o ácido maleico, así como ácido polivinilsulfónico, poliaestático y copolímeros de los monómeros anteriores (por ejemplo, polímeros Gantrez®, disponibles de Ashland Inc.). Otros ácidos tales como fosfato monosódico, pirofosfato trisódico, y ciertos aminoácidos tales como alanina, también se pueden usar solos o junto con otros ácidos.

Una clase de ácidos débiles adecuados para su uso en la presente invención son ácidos policarboxílicos parcialmente neutralizados. El ácido policarboxílico parcialmente neutralizado se define como que tiene al menos un grupo ácido carboxílico que se ha neutralizado y al menos un grupo ácido carboxílico que no se ha neutralizado. La neutralización en el presente documento se dirige a un proceso en donde los restos carboxílicos del ácido policarboxílico sólido se neutralizan por medio de un contraión. Ejemplos de tales contraiones son Na⁺, K⁺, NH₄⁺ y similares.

El polvo de ácido policarboxílico sólido parcialmente neutralizado puede ser un ácido tricarboxílico parcialmente neutralizado donde el ácido tricarboxílico es, por ejemplo, pero no a modo de limitación, ácido cítrico o un ácido alfa-hidroxicarboxílico parcialmente neutralizado donde el ácido alfa-hidroxicarboxílico es, por ejemplo, pero no a modo de limitación, ácido tartárico. El polvo de ácido policarboxílico sólido usado para producir el polvo de ácido policarboxílico parcialmente neutralizado puede seleccionarse del grupo que consiste en ácido adípico, ácido aldárico, ácido cítrico, ácido isocítrico, ácido tartárico, ácido oxálico, ácido malónico, ácido maleico, ácido itacónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebáico, ácido ftálico, ácido aconítico, ácido propano-1,2,3-tricarboxílico y ácido trimésico. Además, los ácidos poliméricos (PAA y PMA) también pueden neutralizarse parcialmente.

Como se ha indicado antes, generalmente estos ácidos pueden tener un pKa de aproximadamente 2 a aproximadamente 7,5, más probablemente de 3 a aproximadamente 7, y muchos ácidos particularmente adecuados tienen un pKa de 4,2 a 6. Un ácido particularmente adecuado para su uso en la presente invención es ácido cítrico parcialmente neutralizado tal como monocitrato de sodio.

El método de formación de éter de celulosa reticulado con un ácido en polvo para su uso en la presente invención no se limita a un método particular. Por ejemplo, el ácido en polvo seco puede integrarse simplemente junto con el éter de celulosa reticulado. Preferiblemente, el ácido puede tener un tamaño de partícula relativamente pequeño para permitir que se distribuya uniformemente por todo el éter de celulosa. Generalmente, un tamaño de partícula promedio de menos de 100 micrómetros y preferiblemente menos de 50 micrómetros es adecuado para su uso en la presente invención. El ácido en polvo se puede integrar con el éter de celulosa por otros métodos tales como secado por pulverización y, además, se puede añadir en cualquier etapa de procesamiento adecuada durante la formación del éter de celulosa, así como reticular el éter de celulosa. Los ácidos solubles en disolventes orgánicos tales como PAA pueden disolverse en un disolvente orgánico y añadirse al polvo de éter de celulosa. El disolvente se evaporó luego. Así, la presente invención no debe limitarse a ningún método particular para hacer esta combinación en polvo.

La combinación en polvo de la presente invención se puede usar de cualquier manera en que se use éter de celulosa soluble en agua. Generalmente, se puede añadir directamente a un sistema a base de agua con agitación. Esto permite que el éter de celulosa se disperse por todo el agua y luego se disuelva posteriormente en el agua para proporcionar un sistema a base de agua sin grumos. Además, la combinación en polvo se puede añadir en cualquier etapa adecuada durante la formación del sistema a base de agua. Por ejemplo, se puede añadir como un polvo seco a la molienda de una formulación de pintura y posteriormente integrarse con agua. Algunos o todos los componentes de un sistema a base de agua pueden recubrirse sobre el polvo de éter de celulosa usando cualquier método de procesamiento de polvo típico si se desea. El polvo de éter de celulosa de la presente invención es particularmente adecuado para la adición a sistemas a base de agua que tienen una viscosidad mayor que la viscosidad del agua, tal como una formulación de pintura, otras emulsiones usadas en la preparación de alimentos, productos para el cuidado personal y otros.

La combinación en polvo de la presente invención también se puede usar en un dispositivo de manipulación y mezcla de polvo para dispersar el éter de celulosa soluble en agua con mejores propiedades de dispersión. Un método para dispersar una formulación de éter de celulosa seco usando el dispositivo de manipulación y mezcla de polvo comprende las etapas siguientes: alimentar la formulación de éter de celulosa seco a un alimentador a una tasa ajustable, humedecer la formulación de éter de celulosa seco con un agente de hidratación, mezclar la formulación de éter de celulosa humedecida con agente de hidratación adicional en un mezclador, y formar una solución uniforme y clara. La formulación de éter de celulosa seco comprende (i) un

éter de celulosa reticulado con un reticulante que tiene un primer resto reactivo y un segundo resto reactivo, siendo el primer resto reactivo un aldehído; y (ii) un ácido soluble en agua sólido. La formulación de éter de celulosa seco es la misma que las descritas anteriormente. En una realización no limitante, el agente de hidratación es agua. En otra realización no limitante, el agente de hidratación es una solución acuosa.

5

Haciendo referencia ahora a la Figura 8A, se muestra en esta una realización ejemplar de un dispositivo 100 de manipulación y mezcla de polvo, en el que se puede efectuar el método para dispersar una formulación de éter de celulosa seca. El dispositivo 100 comprende un alimentador 101 de polvo para contener un polvo de formulación de éter de celulosa seco, una entrada 102 de agua, un sistema 103 educador-mezclador, un tanque 104 de mezcla, un agitador 105 de mezcla, una salida 106 de suspensión, un tubo 107 Venturi y una salida 108 de descarga.

10

El alimentador 101 de polvo está conectado al sistema 103 educador-mezclador que está conectado a la entrada 102 de agua. El sistema 103 educador-mezclador está conectado al tanque 104 de mezcla a través de la salida 108 de descarga. El agitador 105 de mezcla está situado dentro del tanque 104 de mezcla. La salida 106 de suspensión está situada en el fondo del tanque 104 de mezcla.

15

El alimentador 101 de polvo puede ser un alimentador de pérdida de peso, una unidad de recogida de vacío, un sistema de humectación montado en un mecanismo, y similares. El mecanismo puede contener los controles y el equipo necesarios para humedecer la formulación de éter de celulosa que está pesando el alimentador. El alimentador de pérdida de peso puede ser un alimentador de peso «en línea» Acrison 270, disponible de Acrison Inc., Monmouth, Nueva Jersey. La unidad de recogida de vacío está disponible en SemiBulk System Inc, St. Louis, Missouri 103.

20

La formulación de éter de celulosa seco que comprende un éter de celulosa reticulado y un ácido soluble en agua sólido se puede alimentar a través del alimentador 101 de polvo en el sistema 103 educador-mezclador. En una realización no limitante, el éter de celulosa reticulado y el ácido soluble en agua sólido se pueden premezclar para formar una mezcla. La mezcla se puede alimentar luego al alimentador 101 de polvo. En otra realización no limitante, el éter de celulosa reticulado y el ácido soluble en agua sólido se pueden alimentar a través de su propio alimentador de polvo situado por encima del alimentador 101 de polvo (no mostrado en la Figura 8A) y luego se pueden mezclar juntos en el alimentador 101 de polvo.

25

30

La etapa de humectación se puede llevar a cabo en el sistema 103 educador-mezclador. El sistema 103 educador-mezclador puede diseñarse para mezclar continuamente un soluto tal como polvos de polímero secos, pigmentos de pintura, retardantes de llama, líquidos y geles, (por ejemplo, un polvo, material en forma de partículas u otro material transportable a presión o fluidizable, un líquido o un gas) y un disolvente o fluido de trabajo (por ejemplo, un líquido o en algunos casos un gas) para formar una dispersión, suspensión o solución. El uso de un sistema educador-mezclador para mezclar concentrados químicos en una corriente de líquido para proporcionar una solución diluida es bien conocido. Por ejemplo, véanse las Patentes de Estados Unidos números 5,927,338 y 6,279,598 expedidas a S. C. Johnson Commercial Markets, Inc., y la Patente de Estados Unidos número 8,336,569 concedida a Diversery, Inc.

35

40

Se activa una bomba educadora (no mostrada en la Figura 8A) conectada a la entrada 102 de agua. El agua se bombea a través del tubo 107 Venturi en el tanque 104 de mezcla a través de la salida 108 de descarga dentro del tanque 104 de mezcla. El agua fluye a través del tubo 107 Venturi, crea un vacío en el sistema 103 educador-mezclador. El agua puede devolverse al tanque 104 de mezcla y recircularse. El polvo de polímero fluye desde el alimentador 101 de polvo con el vacío y se humedece en el sistema 103 educador-mezclador. La turbulencia extrema causada por la alta velocidad del agua en el sistema 103 educador-mezclador puede asegurar el contacto íntimo entre el agua y el polvo de polímero. El polímero se hincha inmediatamente y está en un pocillo dispersado en el momento en que la mezcla se descarga del sistema 103 educador-mezclador.

45

50

Los sistemas educadores-mezcladores existentes del estado de la técnica incluyen típicamente una corriente cónica convergente de fluido de trabajo, ya que la mayoría de los solutos usados con estos sistemas requieren un tubo de soluto de diámetro relativamente grande y una línea de transporte (más de 2,54 a 3,81 centímetros [1,0 a 1,5 pulgadas]) para transportarse al vacío neumáticamente sin aglutinación u obstrucción. Con tales tubos de suministro de diámetro grande, se requiere una boquilla cónica para desviar la corriente de fluido de trabajo en un tubo de descarga suficientemente pequeño en diámetro para cumplir con el criterio de área de sección transversal para generación de vacío y mezcla. Aunque algunos materiales de soluto pueden transportarse al vacío en tubos de diámetro más pequeño, estos tubos de soluto de diámetro más pequeño sufren acumulación del material de soluto en la salida de descarga debido a pequeñas cantidades del fluido de trabajo salpicando de nuevo en el tubo de soluto a partir de la turbulencia formada en el deflector cónico en el tubo de descarga.

55

60

El sistema 103 educador-mezclador puede estar equipado con orificios de purga de aire (no mostrados en la Figura 8A). Los orificios permiten que se aspire el aire en la corriente de polvo seco, añadiendo la dispersión de polvo apropiada en la corriente de agua. También, cerrar un orificio puede aumentar la succión en la

65

alimentación de polvo y aumentar la tasa de alimentación. En una realización no limitante, el sistema 103 de eductor-mezclador puede tener uno o más orificios de purga de aire abiertos.

- 5 La velocidad del agua (caudal) a través del sistema 103 eductor-mezclador siempre debe ser lo suficientemente alta para asegurar un alto grado de turbulencia y un flujo descendente positivo sin salpicar hacia arriba en la sección superior del sistema 103 eductor-mezclador, que debe estar seca en todo momento. El caudal de agua a través del eductor-mezclador 103 puede controlarse mediante una presión de tubería adecuada junto con un tamaño de anillo adecuado. El caudal de agua se puede controlar y medir con un medidor de flujo en línea controlado por computadora instalado. En una realización no limitante, el flujo de agua puede estar en un intervalo de aproximadamente 26 l/min [7 galones/min] a aproximadamente 113 l/min [30 galones/min]. La tasa de alimentación del polvo de polímero puede estar en un intervalo de aproximadamente 1,81 kg/min [4 libras/min] a aproximadamente 13,61 kg/min [30 libras/min]. En otra realización no limitante, el caudal de agua puede estar en un intervalo de aproximadamente 26 l/min [7 galones/min] a aproximadamente 76 l/min [20 galones/min]. La tasa de alimentación del polvo de polímero puede estar en un intervalo de aproximadamente 4,53 kg/min [10 libras/min] a aproximadamente 22,67 kg/min [50 libras/min].

- 10 El polvo de polímero humedecido (suspensión) se descarga en el tanque 104 de mezcla a través de la salida 108 de descarga. El tanque 104 de mezcla contiene agua extra antes de que la suspensión se descargue en él. En una realización no limitante, la salida 108 de descarga puede colocarse al menos un pie dentro del borde del tanque 104 de mezcla para evitar el incremento de sólidos en la descarga. El agitador 105 de mezcla se remueve para asegurar una buena mezcla entre la suspensión y el agua en el tanque 104 de mezcla.

- 20 El mezclado se puede efectuar de cualquier manera conocida en la técnica. El agitador puede comprender un impulsor giratorio, un estator/rotor, o cualquier asociación de estos. En una realización no limitante, el mezclado se puede efectuar usando un agitador de mezclado de bajo cizallamiento. En otra realización no limitante, el mezclado se puede efectuar usando un agitador de mezclado de alto cizallamiento. Una solución uniforme y clara puede formarse después de mezclar en el tanque 104 de mezcla o bombeando la suspensión a un tanque de mezcla adicional que puede contener ingredientes adicionales (por ejemplo, bombeando la suspensión desde el tanque de mezcla a un tanque que contiene pintura).

- 30 Alternativamente, la dispersión de una formulación de éter de celulosa seca se puede efectuar en un sistema mezclador Venturi. Los ejemplos de los sistemas de mezclador Venturi pueden incluir, entre otros, mezclador de eyector Vacuam® y Vacuam® EJM 2000, disponibles de SemiBulk Systems Inc., St. Louis, Missouri, en que se usa el vacío creado en el mezclador Venturi para humedecer completamente el polvo seco. La presión de agua se mantiene en el mezclador Venturi usando una bomba de engranajes. De acuerdo con la invención, este método para dispersar comprende una etapa de humectación de un éter de celulosa seco con un agente de hidratación (y una solución ácida) en un mezclador Venturi.

- 40 Un método para dispersar una formulación de éter de celulosa seca comprende las etapas siguientes: alimentar un polvo de formulación de éter de celulosa seco a una tasa ajustable a un sistema mezclador Venturi, humedecer la formulación de éter de celulosa seco con agua en el sistema mezclador Venturi para formar una suspensión de éter de celulosa a una concentración de aproximadamente el 2 % a aproximadamente el 40 % basado en el peso del éter de celulosa, suministrar la suspensión de éter de celulosa a un agua de calibración para formar una predispersión de éter de celulosa en el agua de calibración, calcular la tasa de suministro de predispersión de celulosa mediante un controlador de salida de suspensión, y suministrar la predispersión de éter de celulosa en el agua de calibración a un mezclador de revestimiento.

- 50 El polvo de formulación de éter de celulosa seco se puede transportar en el mezclador Venturi por un vacío casi perfecto que se puede crear cuando se descarga agua presurizada a un chorro hueco de alta velocidad en el que se extrae el polvo. El sistema mezclador Venturi puede lograr una humectación completa, instantánea y de alta velocidad uniéndola la corriente de polvo y la corriente de agua. La superficie reactiva del polvo y el agua se puede maximizar antes de que se haga realmente contacto íntimo, dando como resultado una humectación uniforme y superior.

- 55 En una realización no limitante, la formulación de éter de celulosa humedecida se expulsa en un tanque de retención que desairea la suspensión de formulación de éter de celulosa y proporciona tiempo para que la formulación de éter de celulosa comience a hincharse y disolverse en el agente de hidratación. Desde este tanque, la suspensión de formulación de éter de celulosa se dosifica de nuevo en la tubería de agua de calibración para dispersarse en el agua de calibración antes del mezclador de revestimiento.

- 60 La presente invención también se refiere a un método para dispersar un polvo de éter de celulosa seco. El método comprende las etapas siguientes: alimentar el polvo de éter de celulosa seco a un alimentador a una tasa ajustable, humedecer el éter de celulosa seco con un agente de hidratación y una solución ácida, mezclar el éter de celulosa humedecido con un agente de hidratación adicional en un mezclador, y formar una solución uniforme y clara. En una realización no limitante, el agente de hidratación es agua.

La solución ácida comprende un ácido en forma líquida o sólida. Si un ácido es sólido, la solución de ácido puede formarse disolviendo el ácido sólido en agua. El ácido puede ser un ácido inorgánico o un ácido orgánico. El ácido orgánico puede ser un ácido carboxílico, ácido carboxílico funcionalizado o ácido policarboxílico. El ácido carboxílico puede seleccionarse entre ácido cítrico, ácido tartárico, ácido láctico, ácido acético, ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido poliacrílico y similares. Los ejemplos de los ácidos inorgánicos pueden incluir, entre otros, ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido bórico y ácido nítrico.

El ácido sólido puede ser un sólido en polvo descrito anteriormente que incluye ácidos poliméricos solubles en agua, ácidos policarboxílicos parcialmente neutralizados, y otros ácidos tales como fosfato monosódico, pirofosfato trisódico, y ciertos aminoácidos tales como alanina, también se pueden usar solos o junto con otros ácidos.

La Figura 8B representa una realización ejemplar de un dispositivo 100 de manipulación y mezcla de polvo para dispersar un polvo de éter de celulosa seco. El dispositivo es el mismo que los mostrados en la Figura 8A excepto que se añaden una entrada 109 de corriente de ácido y un tubo 107' Venturi. La entrada 109 de corriente de ácido está conectada al sistema 103 eductor-mezclador. La Figura 8C representa otro ejemplo de un dispositivo 100 de manipulación y mezcla de polvo para dispersar un polvo de éter de celulosa seco. En esta realización, se añade una entrada 110 de corriente de ácido y se conecta perpendicularmente a la entrada 102 de agua basándose en el dispositivo mostrado en la Figura 8A.

Una bomba de ácido (no mostrada en la Figura 8B o la Figura 8C) está conectada a la entrada 109 de corriente de ácido en la Figura 8B y a la entrada 110 de corriente de ácido en la Figura 8C. Con referencia a la Figura 8B, el agua y la solución ácida se bombean simultáneamente a través de los tubos 107 y 107' Venturi en el tanque 104 de mezcla. Tanto el agua como la solución ácida fluyen a través de los tubos 107 y 107' Venturi, y crean un vacío en el sistema 103 eductor-mezclador. El polvo de éter de celulosa seco fluye desde el alimentador 101 de polvo y se humedece simultáneamente por el agua y la solución ácida.

Con referencia a la Figura 8C, la solución ácida se bombea a la entrada 102 de agua y se mezcla con el agua para formar una mezcla antes de que fluya a través del tubo 107 Venturi. Luego, la mezcla fluye a través del tubo 107 Venturi y humedece el polvo de éter de celulosa seco en el sistema 103 eductor-mezclador.

El polvo de polímero humedecido (suspensión) se descarga en el tanque 104 de mezcla a través de la salida 108 de descarga. La etapa de mezclado es la misma que las descritas anteriormente.

Alternativamente, la dispersión de un polvo de éter de celulosa seco también se puede efectuar en un sistema mezclador Venturi. Un método para dispersar un polvo de éter de celulosa seco comprende las etapas siguientes: alimentar un polvo de éter de celulosa seco y una solución ácida a una tasa ajustable a un sistema mezclador Venturi, humedecer el éter de celulosa seco con agua y una solución ácida en el sistema mezclador Venturi para formar una suspensión de éter de celulosa a una concentración de aproximadamente el 2 % a aproximadamente el 40 % basado en el peso del éter de celulosa, suministrar la suspensión de éter de celulosa a un agua de calibración para formar una predispersión de éter de celulosa en el agua de calibración, calcular la tasa de suministro de predispersión de celulosa mediante un controlador de salida de suspensión, y suministrar la predispersión de éter de celulosa en el agua de calibración a un mezclador de revestimiento.

El contenido de polvo de polímero de la dispersión a partir del concepto o conceptos de la invención explicados y reivindicados actualmente puede variar de aproximadamente el 10 % al 65 % en peso. En una realización no limitante, el contenido de polvo de polímero está en un intervalo del 20 % al 60 % en peso. En otra realización no limitante, el contenido de polvo de polímero está en un intervalo del 30 % al 55 % en peso.

Los siguientes ejemplos ilustran el concepto(s) inventivo(s) actualmente explicado(s) y reivindicado(s), partes y porcentajes en peso, a menos que se indique lo contrario. Cada ejemplo se proporciona a modo de aclaración del concepto o conceptos inventivos actualmente explicados y reivindicados, sin limitación del concepto o conceptos inventivos actualmente explicados y reivindicados.

Ejemplos

Los ejemplos presentados en el presente documento se generaron en una escala de 300 g usando soluciones a base de agua tales como formulación de pintura arquitectónica, soluciones de polímero, o soluciones de agua tamponadas. La extensión de la disolución de éter de celulosa se dedujo de los valores de torsión generados por el viscosímetro Haake VT550 que proporciona el mezclado mientras que adquieren lecturas de torsión.

Las Figuras mostradas en el presente documento ilustran el beneficio de la invención reivindicada y muestran los cambios en la torsión con el tiempo a medida que el polímero soluble en agua se disuelve. Se presenta el protocolo de adición convencional que involucra presupender el polímero soluble en agua antes de la adición a la solución a base de agua. Como control negativo, es decir, se presenta la disolución de polímero soluble en agua añadido directamente sin el ácido carboxílico sólido parcialmente neutralizado. Finalmente, se

presenta la combinación de polvo de polímero soluble en agua de la invención.

Las Figuras 1 a 3 ilustran ejemplos comparativos en los que se demuestra el reto técnico de disolver en agua un polímero soluble en agua. La Figura 1 ilustra que la HEC glioxalada, (hidroxietilcelulosa Natrosol® 250HXR, disponible en Hercules Incorporated) se disolvió sin grumos en agua tamponada a pH 8,5 (tampón Tris 100 mM) independientemente de cómo se añadió, es decir, directamente como un polvo seco o convencionalmente mediante presuspensión. Las Figuras 2 y 3 ilustran que no es así cuando se añadió la HEC glioxalada a sistemas a base de agua más viscosos, tales como una pintura arquitectónica no espesada, pH 8,5 (Figura 2) o solución de HEC al 0,3 % en peso en tampón Tris a pH 8,5 (Figura 3). La deficiente disolución de HEC añadida directamente se manifestó por valores de torsión más bajos y se produjo por formación de grumos del polímero. Este fenómeno de formación de grumos ilustrado no se limita a pinturas o soluciones poliméricas, sino que más bien se puede generalizar a sistemas a base de agua con viscosidad que excede la viscosidad del agua y que tiene pH superior a 7.

La Figura 4 ilustra un ejemplo comparativo que tiene un rendimiento mejorado de una combinación de HEC glioxalada con el 8 % en peso (basado en el peso total) de ácido cítrico en polvo. El material combinado se disuelve fácilmente en la formulación de pintura sin grumos.

Sin embargo, se encontró que la combinación en polvo de HEC glioxalada con ácido cítrico tenía una estabilidad de solubilidad inaceptable. La inestabilidad se manifiesta en un empeoramiento de la disolución de HEC como se ilustra en la Figura 5. La disolución de polvo de HEC sin envejecimiento, la combinación almacenada a temperatura ambiente durante 2 meses y la combinación envejecida durante una noche a 60 °C se encuentran en la Figura 5. El empeoramiento de la disolución con el envejecimiento fue evidente y, aunque no deseaba limitarse por la teoría, se atribuyó a la reacción de esterificación de reticulación entre HEC y los grupos carboxílicos del ácido cítrico.

Ejemplo 1

Se preparó una combinación seca usando hidroxietilcelulosa (hidroxietilcelulosa Natrosol® 250HXR disponible de Ashland Inc.) y el 8 % en peso de citrato monosódico en polvo (sobre la base del peso total). La combinación se envejeció en horno a 60 °C durante 10 días. La posterior disolución de dicha combinación en solución tampón Tris 100 mM a pH 8,5 mostró una disolución similar a la disolución de Natrosol® 250HXR comercial.

Sorprendentemente, se encontró que la combinación de HEC glioxalada con un ácido carboxílico en polvo parcialmente neutralizado suministró el beneficio deseado de disolución sin grumos con buena estabilidad de solubilidad, como se define por la viscosidad de la HEC glioxalada que no se ve afectada sustancialmente por el envejecimiento en comparación con las muestras de HEC glioxalada con ácido cítrico en polvo. La Figura 6 ilustra el rendimiento de la combinación de la presente invención e ilustra que la combinación suministra disolución sin grumos.

Ejemplo 2

Se preparó una combinación seca usando hidroxietilcelulosa (hidroxietilcelulosa Natrosol® 250HXR disponible de Ashland Inc.) y el 6 % en peso de citrato monosódico en polvo que tiene un tamaño de partícula promedio de 50 µm. La combinación se añadió como un polvo seco a una formulación de pintura a base de agua, pH 8,5, descrita en la Tabla 1 en la cantidad correspondiente al 0,48 % en peso de la base de peso de pintura total. La disolución se llevó a cabo en un frasco de 227 gramos [8 onzas] usando una cuchilla de tipo hélice marina de 4 cm [1,5 pulgadas] de diámetro a 31 rad/s (300 RPM). La combinación seca se disolvió fácilmente llevando la viscosidad de la pintura a 97 KU.

Tabla 1. Formulación de pintura

Pintura base	
Molienda de pigmento	% en peso
Agua destilada	28,1
Nuosept 95	0,3
Tamol 731A	0,7
Igepal CO-660	0,3
Igepal CO-897	0,4
AMP-95	0,2
Propilenglicol	2,0
Rhodeline 640	0,2
Agua, discrecional	15,7
Ti-Puro R-931 TiO ₂	3,2
Arcilla ASP NC	12,2

Carbonato cálcico blanco número 10	8,7
Celite 281	1,7

-Dispersar a Hegman 4 a 5
-Añadir todo el agua discrecional

Mezcla final

Ucar Latex 379G	23,2
Texanol	1,3
Rhodeline 640	0,3
Propilenglicol	1,5

Pinturas espesadas (gramos)

Pintura base	220,0
Espesante	}
Agua	
Total	50,0
	270,0

Ejemplo 3

- 5 Se preparó una combinación seca usando hidroxietilcelulosa (hidroxietilcelulosa Natrosol® 250HXR disponible de Ashland Inc.) y el 10 % en peso de citrato monosódico en polvo que tiene un tamaño de partícula promedio de 50 µm. La combinación se añadió como un polvo seco a una solución de hidroxietilcelulosa al 0,3 % en peso (hidroxietilcelulosa Natrosol® 250HXR disponible de Ashland Inc.) preparada en tampón Tris 100 mM a pH 8,5. La combinación se añadió directamente como un polvo seco en las condiciones de mezclado descritas en el Ejemplo 2. La adición de la combinación produjo una solución fácilmente soluble, sin grumos.

Ejemplo 4

- 15 Una hidroxietilcelulosa (hidroxietilcelulosa Natrosol® 250HXR disponible de Ashland Inc.) se mezcló en seco con el 8 % en peso de citrato monosódico con un tamaño de partícula de 50 µm. Se obtuvo una formulación de pintura comercial con una viscosidad de 110 KU y pH 9,7. La formulación de pintura se diluyó un 10 % en peso con agua que bajó la viscosidad de la pintura a 100 KU. La combinación en la cantidad del 0,075 % en peso de la masa total de pintura de 2,350 gramos se añadió a la pintura diluida para simular la viscosidad después del ajuste en el proceso de fabricación de la pintura. La combinación se añadió directamente sobre la
- 20 superficie de la pintura mezcladora como un polvo seco. El mezclado se llevó a cabo en un frasco de vidrio de 2 l, usando un agitador de cabeza que consistía en dos palas de turbina de paso, cada una de 7,6 cm de diámetro, giradas a 31 rad/s (300 RPM). La combinación seca añadida se disolvió completamente sin grumos y llevó la viscosidad de la pintura a 107 KU.

Ejemplo 5

- 25 Se trató una hidroxietilcelulosa (Natrosol® 250HXR) con ácido poliacrílico, MP 1800. Se empleó el siguiente procedimiento. El ácido poliacrílico se solubilizó primero en acetona para producir una solución al 5 % en peso. La solución se mezcló luego con hidroxietilcelulosa, y luego se secó en un secador de lecho fluido. El polvo
- 30 resultante se añadió seco a pintura de 70PVC sin espesar (Tabla 1) y la disolución de polímero se siguió usando viscosímetro Haake a 31 rad/s (300 RPM). Como se muestra en la Figura 7, la composición se disolvió fácilmente sin grumos. Para comparación, la Figura 7 contiene los perfiles de disolución de hidroxietilcelulosa comercial añadida como una suspensión y seca, formándose grumos en esta última extensamente.

Ejemplo 6

- 35 Se trató hidroxietilcelulosa (Natrosol® 250H4BR, disponible de Ashland Inc.) con un 0,5 % en peso de glioxal y citrato monosódico en polvo (MSC) con una relación en peso de HEC:MSC de 97:3. Se hizo una combinación mezclando todos los ingredientes anteriores en un agitador Harbil® durante aproximadamente 6 minutos.

Ejemplo 7

- 45 Se colocaron 0,5 gramos de Natrosol™ 250H4BR (hidroxietilcelulosa, HEC) en un frasco de 227 gramos [8 onzas]. Se añadió gota a gota un tampón de pH 7,5 a aproximadamente 30 °C en el frasco durante aproximadamente 5 minutos y se mezcló con la HEC usando una espátula hasta que se formó una suspensión. La concentración de la suspensión fue de aproximadamente un 5 % en peso y se almacenó durante aproximadamente 10 minutos. No se observó agregación. Luego, se añadieron 89 gramos de tampón de pH 7,5 a la suspensión. Todos los ingredientes se mezclaron a 27 rad/s (260 rpm) durante aproximadamente 30 minutos usando una cuchilla de tipo ancla de 35 mm de diámetro. Las partículas en la suspensión se volvieron
- 50 a dispersar inmediatamente para formar una solución clara una vez que se añadió el tampón extra. No se

observaron grumos visibles en la solución y la HEC se disolvió completamente tras la mezcla.

Ejemplo 8

- 5 Se colocaron 2,5 gramos de Natrosol™ ~ 250H4BR en un frasco de 227 gramos [8 onzas]. Se añadió gota a gota un tampón de pH 7,5 a 30 °C en el frasco durante aproximadamente 5 minutos y se mezcló con la hidroxietilcelulosa usando una espátula hasta que se formó una suspensión. La concentración de la suspensión fue de aproximadamente un 25 % en peso y se almacenó durante aproximadamente 10 minutos. La suspensión
- 10 mostró agregación y no tuvo una apariencia uniforme. Luego, se añadieron 89 gramos de tampón de pH 7,5 a la suspensión. Todos los ingredientes se mezclaron a aproximadamente 27 rad/s (260 rpm) durante aproximadamente 30 minutos usando una cuchilla de tipo ancla de 35 mm de diámetro. Las partículas en la suspensión no se volvieron a dispersar. Había grumos visibles presentes que no se dispersaron al mezclar.

Ejemplo 9

- 15 La combinación de formulación en polvo en el Ejemplo 6 se sometió al mismo ensayo que el descrito en el Ejemplo 8. Se pusieron 2,5 gramos de la formulación en polvo en un frasco de 227 gramos [8 onzas]. Se añadió gota a gota un tampón de pH 7,5 a 30 °C en el frasco durante aproximadamente 5 minutos y se mezcló con la formulación en polvo usando una espátula hasta que se formó una suspensión. La concentración de la
- 20 suspensión fue de un 25 % en peso y se almacenó durante aproximadamente 10 minutos. La suspensión no mostró agregación y tuvo una consistencia uniforme. Luego, se añadieron 89 gramos de tampón de pH 7,5 a la suspensión. Todos los ingredientes se mezclaron a 27 rad/s (260 rpm) durante 30 minutos usando una cuchilla de tipo ancla de 35 mm de diámetro. Las partículas en la suspensión se volvieron a dispersar inmediatamente y formaron una solución clara. No había grumos.

Ejemplo 10

- 25 Se pusieron 2,5 gramos de la combinación de formulación en polvo en el Ejemplo 6 en un frasco de 227 gramos [8 onzas]. Se añadió gota a gota un tampón de pH 8,5 a 30 °C en el frasco durante aproximadamente 5 minutos y se mezcló con la formulación en polvo usando una espátula hasta que se formó la suspensión. La concentración de la suspensión fue de un 25 % en peso y se almacenó durante 10 minutos. La suspensión no
- 30 mostró agregación y tuvo una apariencia uniforme. Luego se añadieron 89 gramos de tampón de pH 8,5. Todos los ingredientes se mezclaron a 27 rad/s (260 rpm) durante aproximadamente 30 minutos usando una cuchilla de tipo ancla de 35 mm de diámetro. Las partículas en la suspensión se volvieron a dispersar inmediatamente y formaron una solución clara. No hubo grumos después de mezclar, el polvo se disolvió completamente.

Ejemplo 11

- 35 Un sistema educador mostrado en la Figura 8A se usa para dispersar hidroxietilcelulosa. Se añade Natrosol™ 250H4BR (5 % en peso) a través del alimentador de polvo en el sistema educador-mezclador que está conectado a la entrada de agua. El agua se alimenta a través de la entrada de agua. La HEC se humedece y se mezcla en el sistema educador-mezclador. La HEC se vuelve a dispersar luego en el tanque de mezcla para formar una solución clara. No se observan grumos.

Ejemplo 12

- 45 Se usa un sistema educador mostrado en la Figura 8A para dispersar hidroxietilcelulosa. Se añade Natrosol™ 250H4BR (25 % en peso) a través del alimentador de polvo en el sistema educador-mezclador que está conectado a la entrada de agua. El agua se alimenta a través de la entrada de agua. Las tasas relativas de HEC y agua dan como resultado una concentración instantánea del 25 % en peso. La HEC se humedece y se mezcla en el sistema educador-mezclador. Debido a la alta concentración de HEC, las partículas no se humedecen adecuadamente. La HEC humedecida se vuelve a dispersar luego en el tanque de mezclado para formar una suspensión con grumos.

Ejemplo 13

- 55 La combinación de formulación en polvo en el Ejemplo 6 se añade al alimentador de polvo en el sistema educador-mezclador mostrado en la Figura 8A y se alimenta agua a través de la entrada de agua. Las tasas relativas dan como resultado una concentración instantánea del 25 % en peso. La combinación se humedece y se mezcla en el sistema educador-mezclador y luego se redispersa en el tanque de mezcla para formar una
- 60 solución uniforme y sin grumos.

Ejemplo 14

- 65 Se añade polvo de Natrosol 250H4BR al alimentador de polvo en el sistema educador-mezclador mostrado en la Figura 8B. El agua se alimenta a través de la entrada de agua. Simultáneamente, se alimenta una solución

al 10 % de ácido cítrico con un pH de ~ 3,8 a través de la entrada de corriente de ácido. Las tasas relativas de agua; ácido cítrico y alimentación de HEC dan como resultado una suspensión de concentración instantánea del 25 % en peso de HEC. La suspensión se redispersa en el tanque de mezcla para formar una solución uniforme y sin grumos.

5

Ejemplo 15

Se trató hidroxietilcelulosa (Natrosol® Plus 330, disponible de Ashland Inc.) con un 0,5 % en peso de glioxal y citrato monosódico en polvo (MSC) con una relación en peso de HEC:MSC de 92:8. La combinación se hizo

10

Ejemplo 16

Un sistema de bucle cerrado Vacuam™ EJM 2000; se usó un reciclado con tolva de bolsa de 0,11 metros cúbicos [cuatro pies cúbicos (4 cf)] para hacer una suspensión. Se usó una manguera de 3,81 centímetros [1,5 pulgadas] de diámetro con 366 cm [12 pies] de longitud. Se alimentaron 11,33 kg [25 libras] de Natrosol™ PLUS 330 a través de la tolva. Se bombearon 73,93 kg [163 libras] de agua a través del sistema en aproximadamente 8 segundos. La tasa de alimentación del polvo fue de aproximadamente 85,27 kg/min [188 libras/min]. Había buena humectación y transporte. La suspensión uniforme se obtuvo en el equipo que contenía aproximadamente un 13,3 % en peso de sólidos.

15

20

Ejemplo 17

Un sistema de bucle cerrado Vacuam™ EJM 2000; se usó un reciclado con tolva de bolsa de 0,11 metros cúbicos [cuatro pies cúbicos (4 cf)] para hacer una suspensión. Se usó una manguera de 3,81 centímetros [1,5 pulgadas] de diámetro con 366 cm [12 pies] de longitud. Se alimentaron 11,33 kg [25 libras] de Natrosol™ PLUS 330 a través de la tolva. Se bombearon 22,67 kg [50 libras] de agua a través del sistema en aproximadamente 10 segundos. La tasa de alimentación del polvo fue de aproximadamente 68,04 kg/min [150 libras/min]. La suspensión tenía una viscosidad muy alta y más tarde se gelificó en las tuberías, obturando así las tuberías del equipo. Los sólidos de la suspensión final fueron aproximadamente el 33,3 % en peso.

25

30

Ejemplo 18

Se trató hidroxietilcelulosa (Natrosol® Plus 330, disponible de Ashland Inc.) con un 0,8 % en peso de glioxal y se combinó con aproximadamente un 9 % en peso de citrato monosódico. La combinación se hizo mezclando todos los ingredientes en un mezclador en V durante aproximadamente 6 minutos.

35

Ejemplo 19

Un sistema de bucle cerrado Vacuam™ EJM 2000; se usó un reciclado con tolva de bolsa de 0,11 metros cúbicos [cuatro pies cúbicos (4 cf)] para hacer una suspensión. Se usó una manguera de 3,81 centímetros [1,5 pulgadas] de diámetro con 366 cm [12 pies] de longitud. Se alimentaron 13,61 kg [30 libras] de muestras del Ejemplo 18 a través de la tolva. Se bombearon 9,07 kg [20 libras] de agua a través del sistema en aproximadamente 9 segundos. La tasa de alimentación del polvo fue de aproximadamente 90,71 kg/min [200 libras/min]. Había buena humectación y transporte. La suspensión uniforme con baja viscosidad se obtuvo con aproximadamente un 37,5 % en peso de sólidos.

40

45

Ejemplo 20

Un sistema de bucle cerrado Vacuam™ EJM 2000; se usó un reciclado con tolva de bolsa de 0,11 metros cúbicos [cuatro pies cúbicos (4 cf)] para hacer una suspensión. Se usó una manguera de 3,81 centímetros [1,5 pulgadas] de diámetro con 366 cm [12 pies] de longitud. Se alimentaron 18,59 kg [41 libras] de muestras del Ejemplo 18 a través de la tolva. Se bombearon 22,67 kg [50 libras] de agua a través del sistema en aproximadamente 9 segundos. La tasa de alimentación del polvo fue de aproximadamente 123,83 kg/min [273 libras/min]. Había buena humectación y transporte. La suspensión uniforme con baja viscosidad se obtuvo con aproximadamente un 45 % en peso de sólidos.

50

55

REIVINDICACIONES

1. Un método para dispersar una formulación de éter de celulosa seco en una solución acuosa sin formar grumos, que comprende las etapas siguientes:
 - (a) alimentar la formulación de éter de celulosa seco a un alimentador a una tasa ajustable;
 - (b) humectar la formulación de éter de celulosa seco con un agente de hidratación, efectuándose la etapa de humectación en un mezclador Venturi;
 - (c) mezclar la formulación de éter de celulosa humedecido con un agente de hidratación adicional en un mezclador; y
 - (d) formar una solución uniforme y clara,
 en donde la formulación de éter de celulosa seco comprende (i) un éter de celulosa reticulado con un reticulante que tiene un primer resto reactivo y un segundo resto reactivo; y (ii) un ácido soluble en agua sólido.
2. El método según la reivindicación 1, en donde
 - el primer resto reactivo es un aldehído; o
 - el segundo resto reactivo se selecciona del grupo que consiste en aldehído, carboxilo, silanol, isocianato, halometilo, tosilato de alquilo, éter, epóxido y asociaciones de estos; o
 - el reticulante comprende glioxal; preferiblemente el reticulante está en un intervalo del 0,01 % al 8 % en peso.
3. El método de la reivindicación 1, en donde el éter de celulosa se selecciona del grupo que consiste en hidroxietilcelulosa (HEC), hidroxipropilcelulosa (HPC), etilhidroxietilcelulosa soluble en agua (EHEC), carboximetilcelulosa (CMC), carboximetilhidroxietilcelulosa (CMHEC), hidroxipropilhidroxietilcelulosa (HPHEC), metilcelulosa (MC), metilhidroxipropilcelulosa (MHPC), metilhidroxietilcelulosa (MHEC), carboximetilmetilcelulosa (CMMC), carboximetilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMCMM), hidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMHEC), hidroxipropilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMHP), etilhidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMEHEC), carboximetilhidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMCMMHEC), hidroxipropilhidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMHPHEC), metilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMMC), metilhidroxipropilcelulosa hidrofóbicamente modificada (HMMHP), metilhidroxietilcelulosa hidrofóbicamente modificada (HMMHEC), carboximetilmetilcelulosa hidrofóbicamente modificada (HMCMMM), hidroxietilcelulosa catiónica (HEC catiónica) e hidroxietilcelulosa catiónica hidrofóbicamente modificada (HMHEC catiónica).
4. El método de la reivindicación 1, en donde
 - el ácido soluble en agua sólido es un ácido carboxílico seleccionado del grupo que consiste en ácido cítrico, ácido tartárico, ácido oxálico, ácido malónico, ácido poliacrílico, ácido polimetacrílico y asociaciones de estos; o
 - el ácido soluble en agua sólido es un ácido carboxílico parcialmente neutralizado seleccionado del grupo que consiste en ácido adípico, ácido aldárico, ácido cítrico, ácido isocítrico, ácido tartárico, ácido oxálico, ácido malónico, ácido maleico, ácido itacónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido ftálico, ácido aconítico, ácido propano-1,2,3-tricarboxílico, ácido trimésico, ácido poliacrílico, ácido polimetacrílico y asociaciones de estos; preferiblemente el ácido carboxílico parcialmente neutralizado es ácido cítrico parcialmente neutralizado; o
 - el ácido soluble en agua sólido tiene un pKa de 2 a 7,5; preferiblemente el ácido soluble en agua sólido se selecciona del grupo que consiste en ácidos poliméricos solubles en agua, fosfato de sodio, pirofosfato trisódico, aminoácidos, y asociaciones de estos.
5. El método de la reivindicación 1, en donde la formulación de éter de celulosa seco comprende del 50 % al 99 % en peso del éter de celulosa reticulado.
6. El método de la reivindicación 1, en donde la formulación de éter de celulosa seco comprende del 0,1 % al 20 % en peso del ácido soluble en agua sólido.
7. Un método para dispersar un polvo de éter de celulosa seco en una solución acuosa sin formar grumos, que comprende las etapas siguientes:

- (a) alimentar el polvo de éter de celulosa seco a un alimentador a una tasa ajustable;
 - (b) humectar el polvo de éter de celulosa seco con un agente de hidratación y una solución ácida, efectuándose la etapa de humectación en un mezclador Venturi;
 - 5 (c) mezclar el éter de celulosa humedecido con un agente de hidratación adicional en un mezclador; y
 - (d) formar una solución uniforme y clara.
- 10 8. El método de la reivindicación 7, en donde el éter de celulosa se selecciona del grupo que consiste en hidroxietilcelulosa (HEC), hidroxipropilcelulosa (HPC), etilhidroxietilcelulosa soluble en agua (EHEC), carboximetilcelulosa (CMC), carboximetilhidroxietilcelulosa (CMHEC), hidroxipropilhidroxietilcelulosa (HPHEC), metilcelulosa (MC), metilhidroxipropilcelulosa (MHPC), metilhidroxietilcelulosa (MHEC), carboximetimetilcelulosa (CMMC), carboximetilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMC MC),
- 15 hidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMHEC), hidroxipropilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMHPC), etilhidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMEHEC), carboximetilhidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMC MHEC), hidroxipropilhidroxietilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMHPHEC), metilcelulosa modificada hidrofóbicamente (HMMC), metilhidroxipropilcelulosa hidrofóbicamente modificada (HMMHPC), metilhidroxietilcelulosa hidrofóbicamente modificada (HMMHEC),
- 20 carboximetilmetilcelulosa hidrofóbicamente modificada (HMCMMC), hidroxietilcelulosa catiónica (HEC catiónica) e hidroxietilcelulosa catiónica hidrofóbicamente modificada (HMHEC catiónica).
9. El método de la reivindicación 7, en donde la solución ácida comprende un ácido orgánico o un ácido inorgánico; preferiblemente el ácido inorgánico se selecciona del grupo que consiste en ácido fosfórico, ácido
- 25 sulfúrico, ácido bórico y ácido nítrico.
10. El método de la reivindicación 9, en donde el ácido orgánico se selecciona del grupo que consiste en un ácido carboxílico, ácido carboxílico funcionalizado y ácido policarboxílico; preferiblemente el ácido carboxílico se selecciona de ácido cítrico, ácido tartárico, ácido láctico, ácido acético, ácido oxálico, ácido malónico, ácido
- 30 succínico, ácido poliacrílico y asociaciones de estos.
11. El método de la reivindicación 7, en donde la solución ácida comprende un ácido parcialmente neutralizado.

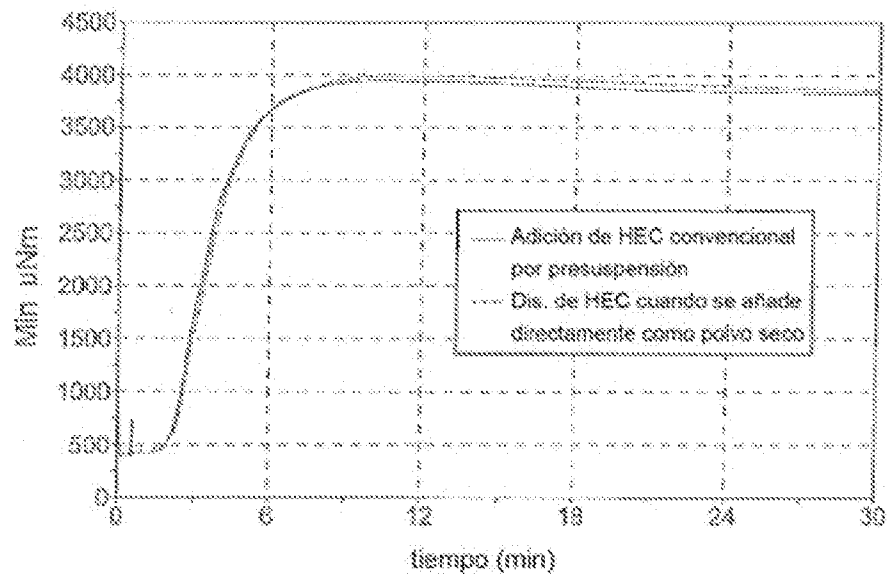


Figura 1

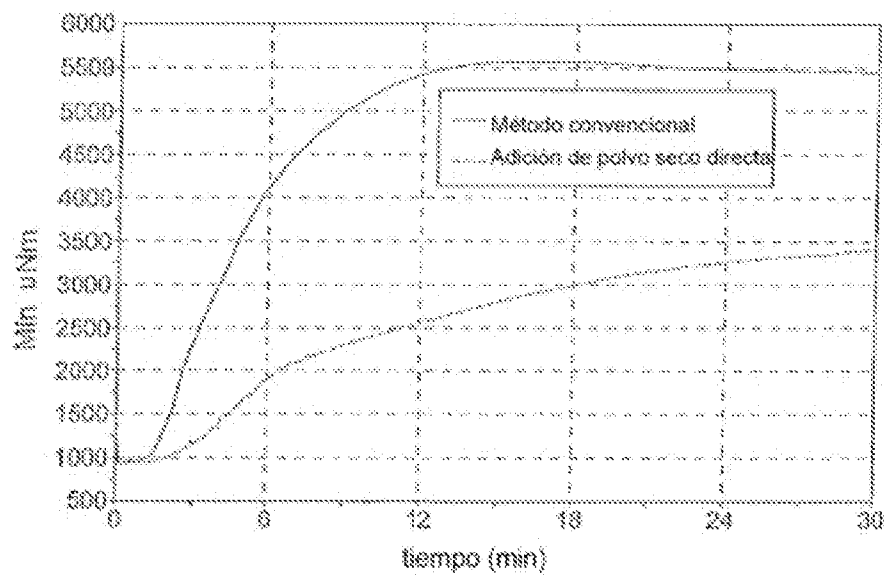


Figura 2

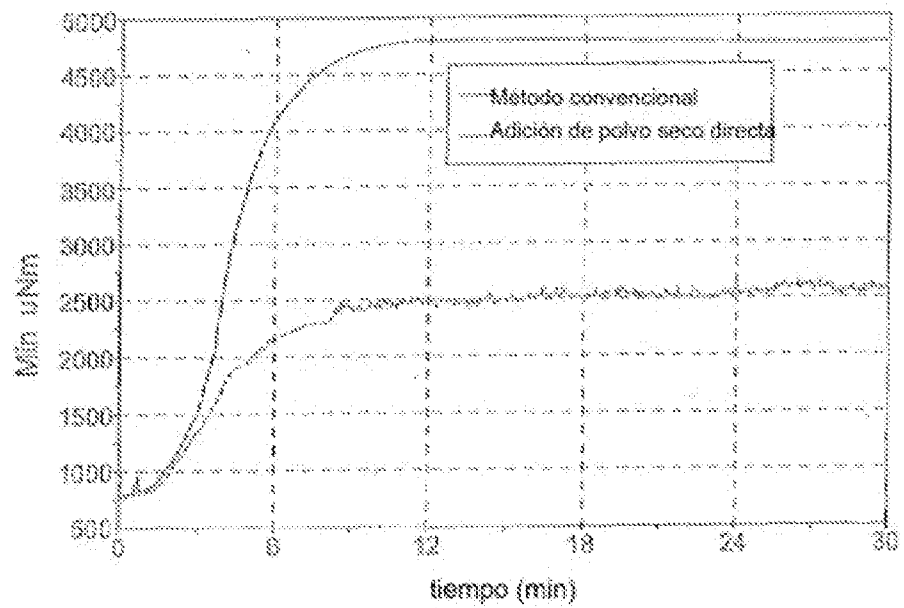


Figura 3

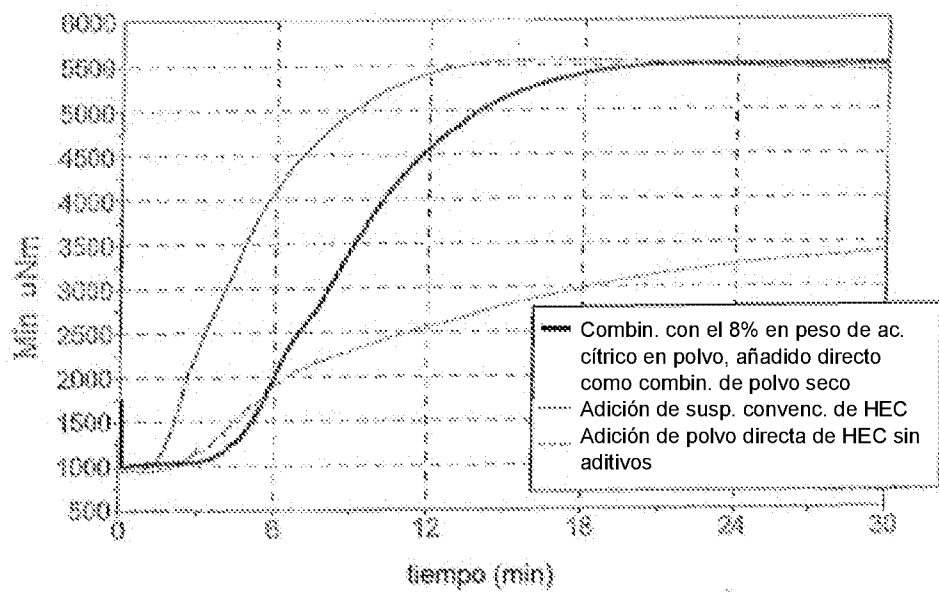


Figura 4

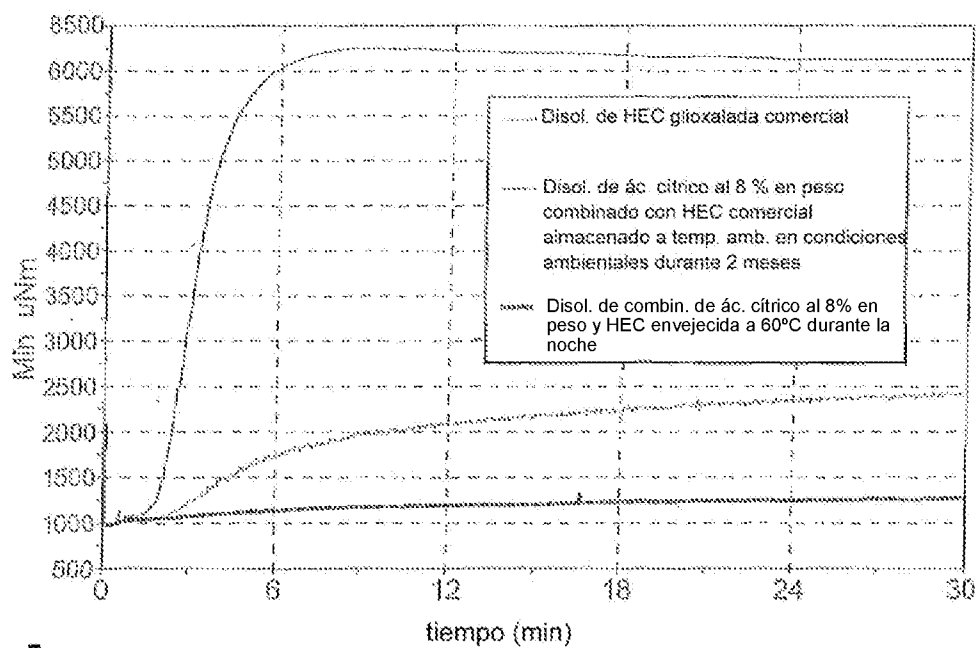


Figura 5

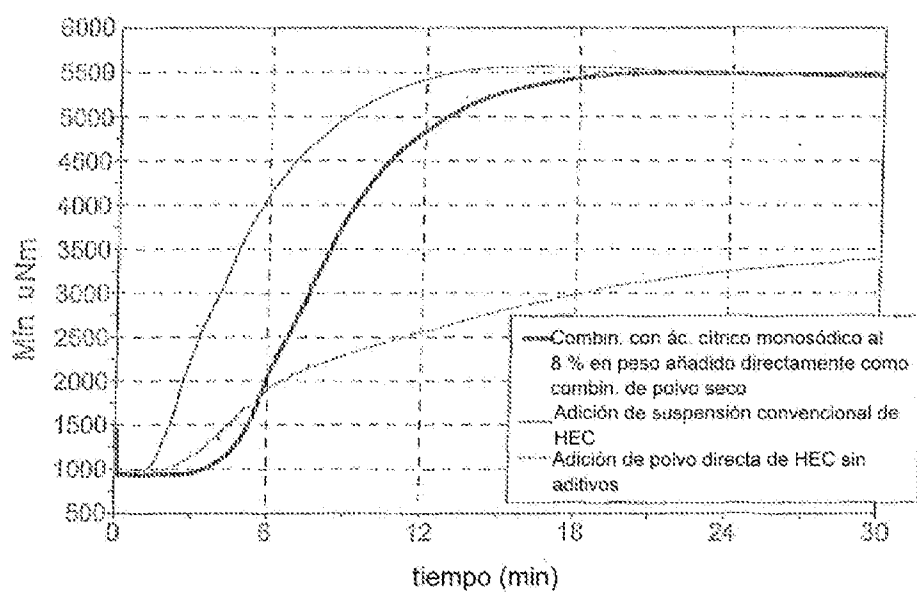


Figura 6

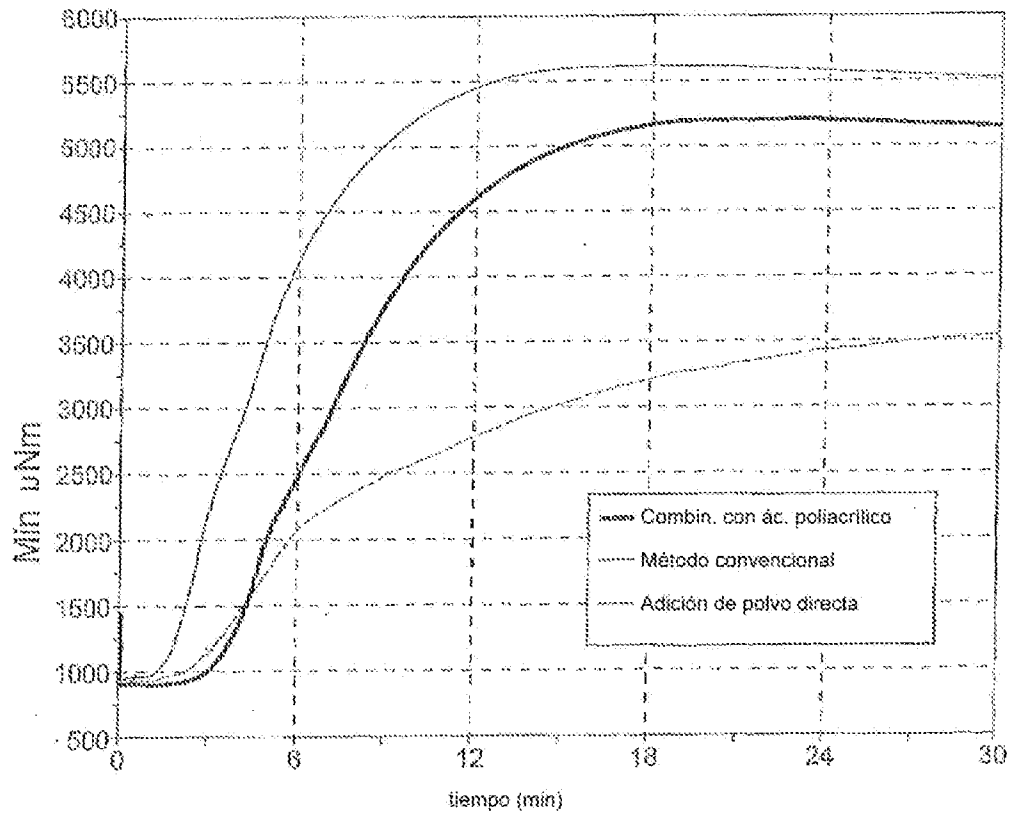


Figura 7

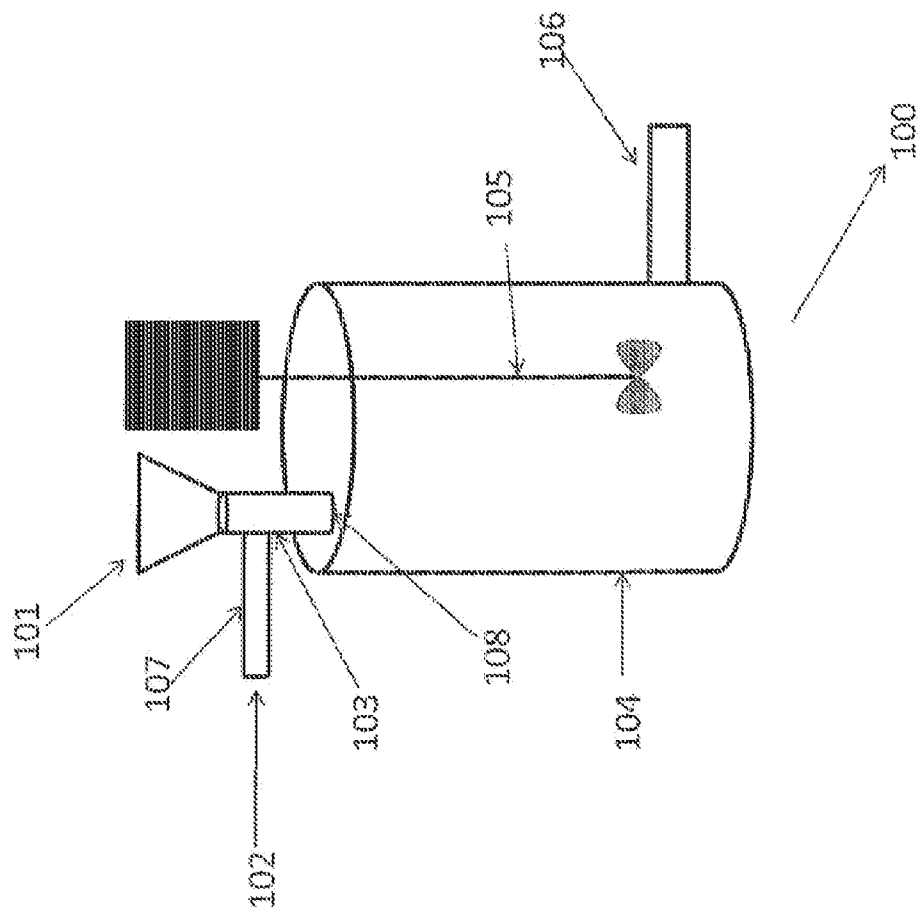


Figure 8A

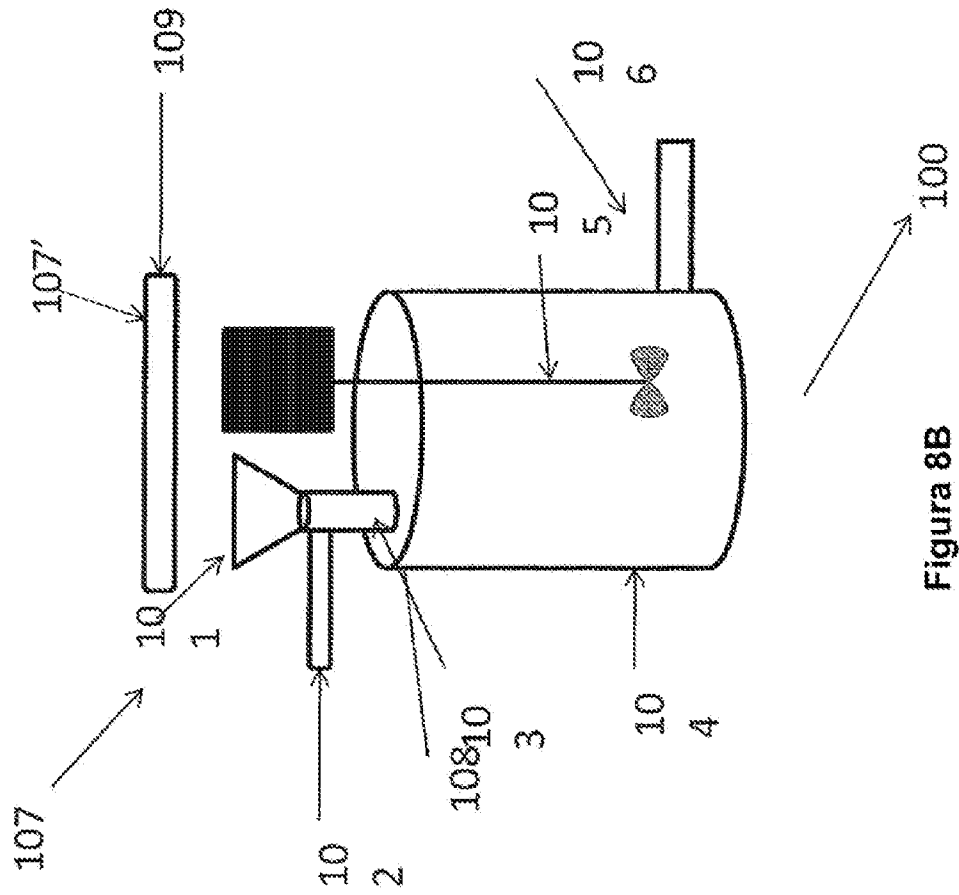


Figura 8B

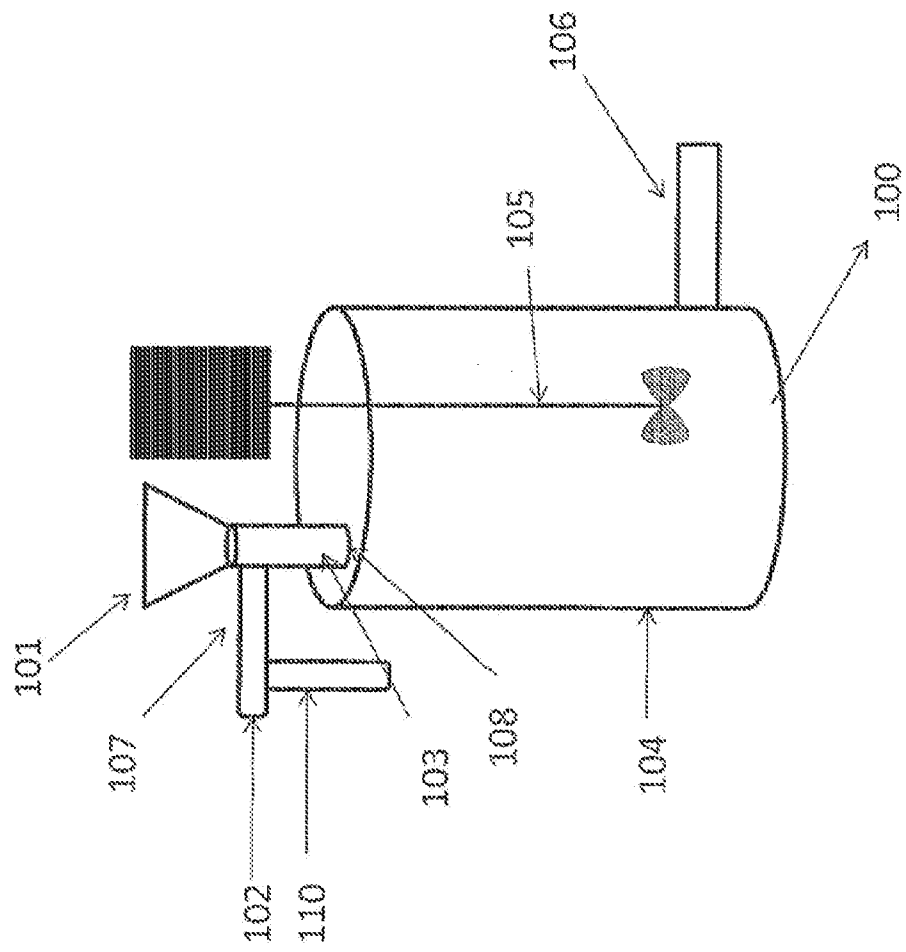


Figure 8C