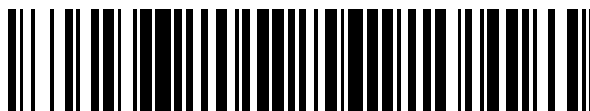


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 548 208**

51 Int. Cl.:

C08B 37/00 (2006.01)

C04B 28/02 (2006.01)

C09D 105/00 (2006.01)

C04B 28/14 (2006.01)

C04B 24/38 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.05.2012 E 12725652 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.06.2015 EP 2714746**

54 Título: **Hidroxiopropil guar**

30 Prioridad:

25.05.2011 IT VA20110014

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

14.10.2015

73 Titular/es:

**LAMBERTI SPA (100.0%)
Ufficio Brevetti via Piave 18
21041 Albizzate (VA), IT**

72 Inventor/es:

**LANGELLA, VALENTINA;
PELIZZARI, RAFFAELLA;
PFEIFFER, UGO;
FLORIDI, GIOVANNI y
LI BASSI, GIUSEPPE**

74 Agente/Representante:

MARTÍN SANTOS, Victoria Sofia

ES 2 548 208 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

Hidroxiopropil guar

5

Campo técnico

10 La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de hidroxipropil guar con alta sustitución molar y con un patrón de sustitución específico, y al hidroxipropil guar obtenido con dicho procedimiento.

El hidroxipropil guar de la invención es particularmente estable a la hidrólisis en agua, incluso en un medio alcalino o en presencia de una enzima degradante o a altas temperaturas.

15

El bien conocido que las propiedades que mantiene de retención de agua y la reología del hidroxipropil guar altamente sustituido y el hidroxipropil guar estable de esta divulgación pueden utilizarse como aditivos en la construcción de composiciones y en pinturas y barnices a base de agua, donde a menudo se encuentran condiciones hidrolíticas y de biodegradación.

20

Técnica anterior

25 La goma de guar" o simplemente "guar" es un galactomanano obtenida por el tratamiento termo-mecánico de las semillas de la "Cyamopsis Tetragonolobus", una leguminosa cultivada en las regiones semisecas de los países tropicales, sobre todo en la India y en Pakistán.

30 Éste se presenta generalmente en forma de "granos", que son los endospermas de las semillas sin la cáscara y desde la parte proteica interior, el germen, o en forma de polvo (harina) en partículas de diferente tamaño, que se obtiene a partir de la molienda de los granos.

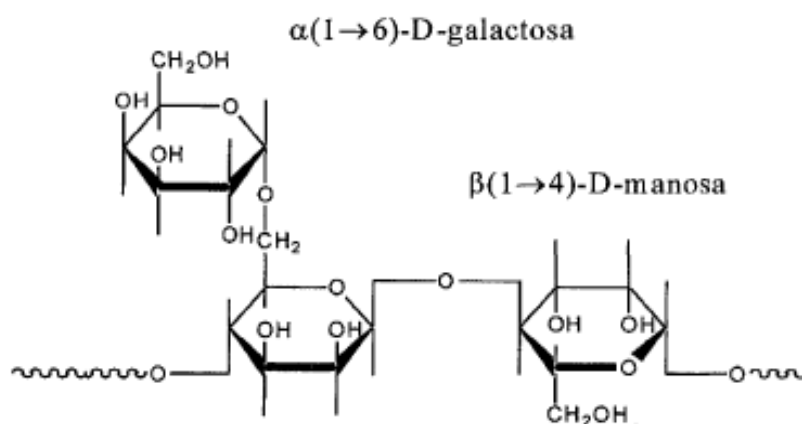
El galactomanano de goma guar consiste en una cadena lineal principal de ramificaciones de soporte de polimánosa de unidades de galactosa en una proporción molar de aproximadamente 2:1 respectivamente.

35

Cada anillo del monosacárido tiene tres grupos de hidroxilo libres que están disponibles para la reacción química, dos de ellos están en la posición "cis".

La estructura principal del guar es la siguiente:

40



45 Los derivados de hidroxialquilo de guar se obtienen por la reacción química de los grupos de hidroxilo de la cadena de galactomanano con óxidos de alquileo (etileno, propileno, butileno u óxidos mayores), en presencia de un catalizador alcalino (tal como el hidróxido de sodio). La reacción de derivatización puede llevarse a cabo en ausencia sustancial de agua o disolvente (sin agua añadida), aunque la eficiencia de la reacción es muy baja sin la adición de agua. Por consiguiente, la reacción se realiza generalmente en presencia de agua para proporcionar una mayor reactividad.

50

En los procedimientos conocidos para la producción de hidroxipropil guar, dicha reacción se lleva a cabo en un

medio de agua-disolvente en el que el disolvente es típicamente un alcohol, como se describe, por ejemplo, en los documentos US 3,326,890, US 3,723,409 etc.

5 Por lo general, la cantidad de agua utilizada es de 20 a 50% en peso en el peso de guar. Con el fin de disminuir el impacto ambiental de estos procesos y su costo, algunas publicaciones describen procesos de derivatización con una mayor cantidad de agua y al mismo tiempo, con un menor contenido de disolvente.

10 El documento US 3,912,713 proporciona un método para producir derivados de goma guar libres de grumos, que comprende la derivatización de goma de guar en forma de granos de goma guar con un contenido de humedad de hasta 80% en peso.

15 El documento US 5,104,436 proporciona un método para hacer reaccionar la goma guar con óxido de propileno en agua en la que no se requiere ningún alcohol u otro disolvente. A través de los pasos del método, la goma guar natural, logra una sustitución molar de los grupos de hidroxilo de entre 0,3 y 0,6.

El documento US 4,959,464 describe un proceso en el que los derivados de los poligalactomananos se preparan haciendo reaccionar el endospermo de la goma de poligalactomanano con un agente de derivación en condiciones alcalinas acuosas.

20 En el documento US 4,028,127 la reacción de derivatización se puede llevar a cabo en presencia de aproximadamente 10 a 80 por ciento de agua basado en el peso de la goma de guar, en combinación con un disolvente, tal como el isopropanol.

25 Cuando se utilizan mayores cantidades de agua para la preparación del HPG (hidroxipropil guar) con alta sustitución molar, el procedimiento en general requiere, antes de la etapa de derivatización o antes de la etapa de neutralización, la adición de un agente de reticulación, lo que evita la aglomeración deletérea de la masa de reacción.

30 Ahora hemos establecido que es posible obtener hidroxipropil guar con sustitución molar superior a 1,5 en presencia de una cantidad de agua comprendida entre 90 y 200 partes en peso (pep) por cada 100 partes en peso de guar, sin la adición de cualquier agente de reticulación, mediante la introducción de una etapa de destilación al final de la etapa de derivatización.

35 Sorprendentemente, se ha establecido también que, en este proceso de eterificación de guar con óxido de propileno que se traduce en hidroxipropil guar altamente sustituido, es decir, en hidroxipropil guar que tiene una sustitución molar mayor que 1,5, la cantidad de agua influye en el patrón de sustitución del hidroxipropil guar, mayor cantidad de agua favorece la sustitución de la galactosa, que se encuentra en los azúcares que se unen lateralmente a la cadena principal del polisacárido. El HPG obtenido con dicho proceso se caracteriza por una relación entre manosa y galactosa no sustituida mayor que 5, mientras que utilizando el proceso conocido en la técnica esta relación es inferior a 5.

40 Las gomas de hidroxipropil guar obtenidas por el procedimiento de la descripción muestran una estabilidad superior en solución de agua, incluso en presencia de una enzima degradante o un álcali, o tras el almacenamiento a alta temperatura. Por tanto, son especialmente adecuadas para muchas aplicaciones y especialmente en las composiciones de construcción alcalinas, tales como adhesivos para las baldosas, morteros, yeso, suelos de cemento autonivelante, donde el hidroxipropil guar ya se utiliza como modificador de la reología y agente de retención de agua.

50 En el presente texto, con la expresión "sustitución molar" (SM), se pretende indicar el número de sustituyentes de hidroxipropilo en cada unidad anhidroglicosídica del guar que se pueda medir, por ejemplo, por ¹H-NMR.

El término "guar en grano" significa el endospermo de goma guar que se obtiene al eliminar la cáscara y el germen de las semillas de guar.

55 *Descripción de la invención*

60 Es por tanto un objeto de la presente invención, un hidroxipropil guar que tiene una sustitución molar de entre 1,5 y 2,3 caracterizado porque tiene una relación de manosa / galactosa no sustituida superior a 5.

65 Un propósito adicional de la invención es un procedimiento para producir el hidroxipropil guar descrito anteriormente que comprende, en secuencia: a) una etapa de derivatización de guar con óxido de propileno en presencia de un catalizador alcalino y en presencia de 90 a 200 partes en peso de agua por cada 100 partes en peso de guar; b) una etapa en la que parte del agua se separa por destilación hasta que la cantidad residual de agua sea de 40 a 60 partes por cada 100 partes en peso de guar; c) una etapa de acidificación o neutralización

de la masa de reacción.

La invención también se refiere a la construcción de las composiciones que contienen un aglutinante hidráulico para pinturas y barnices que comprende un hidroxipropil guar que tiene una sustitución molar de entre 1,5 y 2,3 y que se caracteriza porque tiene una relación de manosa/galactosa no sustituida superior a 5.

Descripción detallada de la invención

La relación manosa/galactosa no sustituida puede ser determinada por hidrólisis ácida y por cromatografía iónica con un detector amperométrico.

Según una realización preferida de la presente invención, el hidroxipropil guar tiene una sustitución molar de entre 1,7 y 2,1.

En una realización particularmente preferente, el HPG de la invención presenta una viscosidad Brookfield® RVT no superior a 20,000 mPa*s a 20°C, 20 rpm y 2% en peso en agua.

La etapa de derivatización del proceso descrito en el presente documento es aplicable al guar en forma de harina o en forma de "granos".

Los granos de guar tal como se usan en esta invención se conocen comúnmente como "granos purificados", o "granos dobles purificados" o "granos purificados triples", dependiendo del grado de purificación. Los granos purificados se obtienen por la separación mecánica del endospermo de la cáscara y el germen de la semilla de guar en forma tan pura e intacta como sea posible, sin otras etapas de procesamiento. Estos granos purificados contienen, como impureza, aproximadamente de 6 a 12 por ciento de humedad, de 2 a 7 por ciento de proteínas y de 2 a 7 por ciento de ácido residuo insoluble. Por lo general tienen una partícula con un intervalo de tamaño de aproximadamente 4 a aproximadamente 20 de malla (estandarización US Sieve Series Standard).

El polisacárido en los granos de guar puede haber sufrido cierta degradación como resultado del pretratamiento utilizado para la eliminación de la cáscara, es decir, un tratamiento de calor seco o un tratamiento con agentes ácidos, alcalinos u oxidantes.

La harina de guar también se puede utilizar en el proceso de la presente invención. La harina de guar adecuada para la obtención del hidroxipropil guar de la invención tiene, preferiblemente, un peso molecular de entre 100.000 y 2.500.000 Dalton y una viscosidad Brookfield RVT a 25°C, 20 rpm y 1% en agua comprendido entre 10 y 12.000 mPa*s.

Para la derivatización, los granos de guar o harina de guar puede ser hinchada o suspendida en agua o en una mezcla de agua con disolventes solubles en agua utilizando de 90 a 200 partes de agua por 100 partes de guar en presencia de una cantidad catalítica de agente alcalino.

Los disolventes solubles en agua no deberán reaccionar en absoluto, o en un grado muy leve, con óxido de propileno. Los disolventes adecuados son alcanoles inferiores secundarios, tales como isopropanol, sec-butanol, alcohol sec-amilo, o alcanoles inferiores terciarios, tales como ter-butanol; También son adecuados otros disolventes solubles en agua tales como etanol, acetona, dioxano o dimetilformamida. También es posible utilizar una mezcla de disolventes. Por lo general, la relación en peso entre el agua y disolvente en la mezcla está en el intervalo de 0,9:1 a 2:1. Los catalizadores alcalinos son generalmente hidróxidos metálicos de metales alcalinos o alcalinotérreos, tales como sodio, potasio o hidróxido de calcio. El amoníaco también puede ser utilizado, así como catalizadores básicos más complejos, tales como hidróxido de trimetil amonio bencilo. El hidróxido de sodio es el catalizador alcalino preferido.

Se puede utilizar cantidades muy pequeñas de catalizador. Por lo general, no es necesario superar el 10 por ciento en peso de la goma guar, aunque podrían usarse cantidades mayores. En general se emplea desde aproximadamente 2 a aproximadamente 5% en peso de catalizador en el guar.

La cantidad de óxido de propileno utilizado variará con el grado de sustitución molar deseado del producto de reacción, que es superior a 1,5. Para la preparación del HPG de la invención se prefiere una relación en peso de 0,6:1 a 1,2:1 de óxido de propileno y guar.

La reacción puede llevarse a cabo a temperatura ambiente o a temperaturas elevadas durante un tiempo suficiente para completar la reacción, generalmente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 24 horas. El rango de temperatura en el que generalmente se lleva a cabo la reacción es de aproximadamente 10°C a aproximadamente 100°C. A pesar de que se pueden usar temperaturas más altas, tales como de hasta 125°C,

generalmente no se consigue una ventaja. La reacción se lleva a cabo bajo un mezclado suave para exponer continuamente las superficies de las partículas de guar al agente de derivación y para mantener una temperatura uniforme en todo el reactor, sin ejercer fuerzas de cizallamiento sobre las partículas con el fin de no molerlos o frotarlos.

La reacción puede llevarse a cabo a temperatura atmosférica, bajo reflujo, o a presiones elevadas en un reactor cerrado. La presión exacta no es crítica y mientras que se puede emplear una presión más alta, la operación se lleva a cabo normalmente a cualquier presión que se desarrolle durante la reacción. Generalmente, tales presiones estarán en el orden de 1 a 10 bares.

Al finalizar la etapa de derivatización el agua se elimina al llevar la masa de reacción en contacto con nitrógeno gaseoso y destilar a presión reducida. En el método de la invención, las condiciones de presión reducida corresponden a 0,001 a 0,6 bares, las condiciones de calentamiento corresponden entre 60 a 120°C, y el tiempo de destilación puede estar en el intervalo de 30 minutos a algunas horas.

A continuación, el pH del material alcalino resultante se puede reducir a un valor neutro o ligeramente ácido. Cualquier ácido se puede seleccionar para neutralizar la mezcla de reacción, incluyendo los ácidos fuertes tales como ácido clorhídrico y ácido sulfúrico o ácidos débiles tales como ácido acético. En una realización preferida se utiliza ácido sulfúrico o acético. La cantidad de ácido utilizado es la cantidad que sea necesaria para alcanzar el intervalo de pH deseado. El HPG comercialmente disponible pertenece aproximadamente a dos categorías: productos brutos, es decir, productos que todavía contienen los subproductos generados durante su preparación química (glicoles, poliglicoles, sales inorgánicas/orgánicas) y los productos purificados. El hidroxipropil guar purificado posee un porcentaje más alto de sustancia activa que el producto en bruto y, obviamente, exhibe mejor espesamiento y características reológicas.

Por esta razón, después de la neutralización, el HPG de la invención puede purificarse mediante lavado con agua, un disolvente orgánico, o una mezcla de ambos. Los disolventes particularmente preferidos son disolventes orgánicos solubles en agua, incluyendo alcoholes tales como alcohol metanol, etanol, alcohol isopropanol, n-propilo, n-butilo y similares. Otros disolventes de purificación comúnmente utilizados tales como acetona, glicoles y similares pueden, alternativamente, ser seleccionados. De los disolventes anteriores, el más preferido es el uso de etanol, alcohol isopropílico, acetona y mezclas de los mismos.

Al final del proceso los polvos de guar derivatizados se secan a continuación y se recuperan utilizando medios conocidos en la técnica. Ejemplos de tales medios incluyen el secado al aire, secado en lecho fluidizado, filtrado, secado por evaporación, centrifugación, la adición de disolventes, secado por congelación y similares. Se recomienda particularmente el uso de secado en lecho fluidizado.

El hidroxipropil guar de la invención puede utilizarse en las más diversas aplicaciones industriales, tales como, simplemente a modo de ejemplo, en la preparación de pastas de estampación, en la impresión serigráfica de textiles (algodón, lana, seda, etc.); en formulaciones de pinturas y barnices al agua; en la preparación de yeso o de mezclas a base de cemento, adhesivos para azulejos; en la preparación de productos, cosméticos o productos de cuidado personal, tales como champús, acondicionadores para el cabello, cremas para la piel de limpieza; en la industria del papel; en la extracción de petróleo; en la preparación de explosivos; en la preparación de soluciones para la extinción de incendios a base de agua. Como ya se ha mencionado, un aspecto relevante de la presente invención es que el hidroxipropil guar de la invención exhibe en soluciones acuosas una estabilidad mejorada a la degradación térmica, alcali oxidativo y enzimática, en comparación con gomas guar hidroxipropil altamente sustituidas de la técnica anterior, que se caracterizan por un patrón de sustitución diferente. La capacidad de impartir alta viscosidad y mantener a la solución acuosa durante el tiempo, incluso bajo condiciones degradantes, constituye el aspecto característico del hidroxipropil guar de la invención que lo hacen particularmente adecuado para el uso en formulaciones para la industria de la construcción.

Uno de los campos de la industria en la que estas propiedades son apreciadas es el campo de las pinturas y barnices a base de agua; pinturas y barnices que se formulan usualmente con un pH superior a 8.

Otro campo muy interesante para el uso del HPG de la invención es el campo de las composiciones para la construcción a base de aglutinantes hidráulicos, tales como cemento y yeso, en el que el hidroxipropil guar actúa como agente de retención de agua y modificador de reología, que es capaz de impartir tanto la adherencia y trabajabilidad y la viscosidad, incluso si el pH es altamente alcalino.

Además, las características del HPG de la invención permiten reducir la cantidad de aditivo en las formulaciones y mejorar la reproducibilidad de tales formulaciones junto con sus límites de almacenamiento.

En el presente texto con el término "aglutinantes hidráulicos" se designan sustancias minerales que, en presencia de agua se endurecen debido a las reacciones químicas de hidratación y que se pueden unir junto a otros materiales. Las composiciones aglutinantes hidráulicas que consisten principalmente en el cemento

mezclado con una cantidad variable de arena y, posiblemente, de yeso se utilizan generalmente para preparar los adhesivos de colocación, morteros, hormigón, escayola de cemento, yeso embellecedor, suelos autonivelantes; composiciones aglutinantes hidráulicas a base de yeso se utilizan generalmente para preparar mezclas de yeso y compuestos para juntas.

5

Las composiciones secas de la presente invención generalmente contienen de 5 a 80% en peso de cemento y/o yeso como aglutinante hidráulico; preferiblemente, en caso de que el aglutinante hidráulico sea yeso, la cantidad de aglutinante hidráulico será de 40 a 80% en peso, mientras que en caso de que el aglutinante hidráulico sea cemento, su cantidad varía de 5 a 60% en peso.

10

El cemento puede ser cemento Portland o una mezcla de cemento Portland o cemento hidráulico no-Portland, tales como cemento de aluminato de calcio, calcio cemento sulfoaluminato, cemento puzolana y cal.

15

Cementos preferidos son el cemento Portland y cementos mezclas de aditivos Portland (a modo de ejemplo, la escoria de cemento Portland, cemento Portland puzolano, cenizas volantes de cemento Portland, cemento Portland de alto horno y todas las mezclas de cemento Portland definidas en la norma EN 197-1 A3).

20

El yeso puede ser de calcio hemihidrato de sulfato o anhidrita, más preferiblemente que sea sulfato de calcio hemihidrato.

Composiciones aglutinantes hidráulicas secas a base de cemento también pueden ser reforzadas con fibras para la fabricación de fibrocementos, utilizado por ejemplo, como material para la fabricación de artículos para cubrir techos, tuberías o tanques.

25

Composiciones secas basadas en yeso se usan para preparar mezclas de yeso, compuestos para juntas, morteros y lechadas de yeso.

30

Ingredientes adicionales típicos de composiciones aglutinantes hidráulicas secas basadas en cementos son los agregados finos y gruesos (arena y/o grava). Aparte del cemento y/o yeso, de los agentes de retención de agua y posiblemente agregados, hay varios otros aditivos que se pueden añadir a la composición aglutinante hidráulica de la invención antes o durante la mezcla con agua.

35

Aglutinantes poliméricos orgánicos son los ingredientes adicionales típicos de composiciones aglutinantes hidráulicas para adhesivos para baldosas, compuestos articulaciones y pavimentos autonivelantes; el carbonato de calcio está presente habitualmente en el yeso y los morteros de cemento y escayolas, en compuestos para juntas y composiciones de suelos autonivelantes.

40

Otros aditivos químicos que pueden estar presentes por lo general se clasifican según su función; sea que actúan como ayuda al aire de arrastre, como plastificantes, retardantes, acelerantes, reductores de agua y superplastificantes.

45

Otras variedades de aditivos entran en la categoría de la especialidad, cuyas funciones incluyen la inhibición de la corrosión, la reducción de la contracción, mejora la trabajabilidad, la vinculación, protección contra la humedad, y la coloración.

En los ejemplos que siguen a continuación se presenta la preparación de HPG de acuerdo con la presente invención y de HPG de acuerdo con un procedimiento conocido en la técnica.

50

Con el fin de evaluar su estabilidad en presencia de un degradador compuesto, estos HPG se trataron luego con enzimas o NaOH. También se describe su desempeño en una composición de cemento.

EJEMPLOS

55

Preparación de hidroxipropil guar

60

Ejemplos 1-9

65

Se cargaron 800g de harina o de guar en grano (véase la Tabla 1) en un reactor de 5 litros con agitación a temperatura ambiente, la atmósfera de reacción se hizo inerte mediante lavados de nitrógeno al vacío, y bajo agitación vigorosa, se añadieron 100g de un 30% de solución de NaOH y diferentes cantidades de agua como se informa en la Tabla 1. La mezcla se mantuvo bajo agitación durante 15 minutos a 20°C. El reactor se evacuó y se rellenó tres veces con nitrógeno y luego se añadieron diferentes cantidades de óxido de propileno (véase

la Tabla 1). Las mezclas de reacción se mantuvieron durante 6 horas a 70-75°C bajo agitación. A continuación, el disolvente se destila parcialmente mediante la aplicación de vacío a un valor de presión entre -0,9 y -0,5 bar en referencia a la presión ambiente. La destilación se detuvo cuando la relación en peso de agua / guar fue de 0,5. Después, el sistema de reacción se enfrió a 40°C y su pH se redujo a un valor comprendido entre 6,0 y 7,0 por adición de ácido acético. La mezcla así obtenida fue secada en un secador de lecho fluido utilizando aire caliente y molida. Al final del proceso todo el hidroxipropil guar del ejemplo 1-9 tenía un contenido de humedad de aproximadamente 3% en peso.

La SM y la viscosidad Brookfield (2% en peso en agua, 20 rpm, 20°C) del hidroxipropil guar del ejemplo 1-9 se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

	Guar	Agua	OP	agua/guar	SM	Visc. (mPa·s)
Ejemplo 1*	Harina	165	545	0,4	1,9	7600
Ejemplo 2	Grano	538	730	1,0	1,9	6400
Ejemplo 3	Harina	538	804	1,0	1,8	6800
Ejemplo 4	Grano	538	658	1,0	1,8	8000
Ejemplo 5	Grano	538	730	1,0	2,0	6200
Ejemplo 6*	Grano	165	585	0,4	1,8	8400
Ejemplo 7*	Grano	165	512	0,4	1,8	9200
Ejemplo 8*	Grano	165	633	0,4	2,1	7700
Ejemplo 9*	Grano	165	779	0,4	2,3	6100
*Comparativa						

Determinación de la relación de los azúcares no sustituidos

Se determinaron manosa y galactosa no sustituidas utilizando un cromatógrafo Dionex DX 500 ion equipado con una columna CarboPac PA-1 y un detector amperométrico (PAD). La separación de los azúcares se realizó utilizando un eluyente isocrático 3 mM NaOH seguido por un paso a una columna de limpieza con NaOH 100 mM.

Muestras de 50 mg de cada HPG fueron hidrolizadas primero con 7,5 ml de una solución 2,0 N de ácido trifluoroacético en un frasco sellado a 120°C durante 2,0 horas. Las soluciones obtenidas se diluyeron con agua de alta pureza (alrededor de 100 veces), se tamizaron sobre un filtro de membrana de 0,45 µm y se inyectaron en el cromatógrafo iónico. Se avaluó el contenido de manosa y galactosa mediante calibración externa con soluciones estándar de los dos azúcares. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2

	%Man	%Gal	Man/Gal
Ejemplo 1*	10,2	2,2	4,6
Ejemplo 2	8,2	1,0	8,2
Ejemplo 3	8,3	1,4	5,9
Ejemplo 4	8,7	1,5	5,8

Ejemplo 5	8,2	1,2	6,8
Ejemplo 6*	8,9	2,7	3,3
Ejemplo 7*	10,3	3,2	3,2
Ejemplo 8*	11,3	2,7	4,2
Ejemplo 9*	5,0	1,3	3,8
*Comparativa			

Prueba de degradación alcalina-oxidativa

- 5 Se prepararon 500 g de soluciones acuosas a una concentración de 2% en peso de HPG descritas en el párrafo anterior.
- 10 Cada solución se dividió en dos partes, la primera (300 g) se almacenó a temperatura ambiente; a la segunda (200 g) se le añadió 1,0 g de NaOH al 50% y, después de agitar a 1000 rpm durante 5 minutos, se almacenó en un horno a 60°C. La viscosidad de ambas soluciones se determinó después de 16 horas con un viscosímetro Brookfield RVT a 20°C, 20 rpm.
- 15 Las viscosidades de las soluciones almacenadas a temperatura ambiente (V_r) y de las soluciones degradadas (V_t), y el % de pérdida de viscosidad (VL%) se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3

	V_r (mPa·s)	V_t (mPa·s)	%VL
Ejemplo 1*	7600	5320	30
Ejemplo 3	6800	5650	17
Ejemplo 4	8000	6100	24
Ejemplo 6*	8400	5800	31
Ejemplo 7*	9200	6350	31
*Comparativa			

20

Prueba de degradación enzimática

- 25 Se prepararon soluciones de HPG de 2% en peso de agua disolviendo el polvo de HPG en un tampón de 0,2 M de fosfato de disodio/0,2 M de fosfato monosódico a un pH 7,0. Se trataron 100g de cada solución con 3µL de una galactomananasa alcalina NS 44076 (comercializada por Novozymes) diluidas a 1:10 con el mismo tampón de fosfato. El porcentaje de pérdida de viscosidad (VL%) sobre el tiempo se determinó usando un viscosímetro Brookfield RVT a 20°C, 20 rpm.
- 30 Los resultados se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4

	%VL 0,5h	%VL 2h	%VL 3h	%VL 4h	%VL 6h	%VL 24h	%VL 78h
Ejemplo 1*	30	33		34	37		49
Ejemplo 2	12	14	15		19	23	

Ejemplo 3	15	18		19	21		30
Ejemplo 4	16	19	20	22	23		32
Ejemplo 6*	37	40		41	42		51
Ejemplo 7*	32	39	40		41	46	
*Comparativa							

Prueba Aplicativa

5

Se realizaron los ejemplos de 1-9 a fin de evaluar el desempeño del HPG de la invención la propiedad de retención de agua y la consistencia de las composiciones cementosas que comprende el HPG. La retención de agua se determinó de acuerdo con el método de ensayo estándar ASTM C1506-09.

10

La consistencia se determinó según el método de ensayo de la norma ASTM C230.

Se preparó una composición cementosa mezclando los siguientes ingredientes:

15

1. Cemento 8-15%
2. Dolomita 1-1200 µm 82-91%
3. Hidróxido de calcio 3-1%

La Prueba Aplicativa se realizó con 2kg de una composición cementosa mezclada con 380g de agua y 2,5g de HPG.

20

Los resultados de la Prueba de Aplicativa se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5

25

	Retención agua (%)	Consistencia (mn)
Ejemplo 1*	88,0	168,0
Ejemplo 2	88,0	168,0
Ejemplo 3	84,0	165,0
Ejemplo 4	85,0	165,5
Ejemplo 5	84,0	166,0
Ejemplo 6*	85,0	162,0
Ejemplo 7*	88,0	165,0
Ejemplo 8*	83,0	159,0
Ejemplo 9*	80,0	173,0
*Comparativa		

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la producción de hidroxipropil guar con sustitución molar comprendida entre 1,5 y 2,3 y **caracterizado porque** tiene una relación de manosa/galactosa no sustituidas superior a 5, que comprende, en secuencia: a) una etapa de derivatización de guar con óxido de propileno en presencia de un catalizador alcalino y en presencia de desde 90 a 200 partes de agua por cada 100 partes en peso de guar; b) una etapa en la que parte del agua se separa por destilación hasta que la cantidad residual de agua es de 40 a 60 partes por cada 100 partes en peso de guar; c) una etapa de acidificación o neutralización de la masa de reacción.
- 10 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el guar está en la forma de granos.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el guar está en forma de harina.
- 15 4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que se usan entre 100 a 140 partes de agua por cada 100 partes de guar.
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que dicho catalizador alcalino es NaOH.
- 20 6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende además una etapa de purificación.
7. Hidroxipropil guar (HPG) que tiene una sustitución molar de entre 1,5 y 2,3 **caracterizado porque** tiene una relación de manosa/galactosa no sustituida superior a 5.
- 25 8. El hidroxipropil guar según la reivindicación 7, que presenta una viscosidad Brookfield® no superior a 20,000 mPa*s a 20°C, 20 rpm al 2% en peso en agua.
9. Composiciones para la construcción que contienen un aglutinante hidráulico y un hidroxipropil guar según la reivindicación 7.
- 30 10. Pinturas y barnices que comprenden un hidroxipropil guar según la reivindicación 7.