

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 583 855**

51 Int. Cl.:

A62D 1/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.10.2012 E 12775591 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.04.2016 EP 2763755**

54 Título: **Concentrado líquido no acuoso para dispersión acuosa**

30 Prioridad:

05.10.2011 US 201161543574 P
03.05.2012 US 201261642110 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.09.2016

73 Titular/es:

EARTHCLEAN CORPORATION (100.0%)
120 Bridgepoint Way, Suite A
South St. Paul, Minnesota 55075, US

72 Inventor/es:

PALAIKIS, LIANA VICTORIA;
BOWMAN, ROBERT GLADE;
MOBERG, OLAF CHRISTIAN;
NELSON, ANTHONY ROBERT;
HENDRICKSON, WILLIAM ARTHUR;
RUEB, CHRISTOPHER JOHN;
XIONG, NENG y
IVERSON, KERSTIN KRISTINA

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 583 855 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

Concentrado líquido no acuoso para dispersión acuosa

Antecedentes

5 Las dispersiones acuosas son conocidas generalmente en la industria como útiles en varias aplicaciones. Estas aplicaciones incluyen el uso como un vehículo para ingredientes activos o para sustratos de revestimiento. Las propiedades físicas de la dispersión acuosa dictan las aplicaciones útiles de la dispersión acuosa.

10 Recientemente, las dispersiones acuosas se han utilizado para sofocar el fuego. Las dispersiones acuosas que se usan actualmente para sofocar el fuego pueden ser difíciles de formular y pueden no ser estables. Además, algunas de estas dispersiones acuosas o sus precursores pueden ser corrosivos o tener un pH que no es neutro. Muchas de estas dispersiones acuosas necesitan un modificador de pH tal como bases fuertes tales como hidróxidos o aminas, para lograr un efecto espesante en dispersiones acuosas que necesitan revestir un sustrato. Además, un problema que hay que vencer para formulaciones retardantes químicas y dispersiones acuosas en general, es el impacto medioambiental de estas formulaciones. Se desean formulaciones no dañinas para el medioambiente y de pH neutro.

15 Compendio breve

La presente descripción se refiere a concentrados líquidos no acuosos. En particular, la presente descripción se refiere a un concentrado líquido no acuoso que puede tener propiedades pseudoplásticas, y que cuando se añade al agua forma una dispersión que tiene propiedades pseudoplásticas. La dispersión puede ser de pH neutro y adherirse a una superficie, y ser útil para varias aplicaciones.

20 En una realización ilustrativa, un concentrado no acuoso incluye almidón, una sal de homopolímero de ácido acrílico, aceite vegetal y arcilla. El concentrado líquido no acuoso forma una dispersión acuosa cuando se añade al agua, y la dispersión acuosa es capaz de adherirse a una superficie.

25 En otra realización ilustrativa, una dispersión acuosa incluye agua y el concentrado líquido no acuoso que incluye almidón, una sal de homopolímero de ácido acrílico, un aceite vegetal y arcilla. La dispersión acuosa tiene un pH neutro, es pseudoplástica y tixotrópica.

Una realización ilustrativa adicional es un método que incluye diluir el concentrado líquido no acuoso con agua, para formar la dispersión acuosa y dirigir la dispersión acuosa sobre un sustrato, y la dispersión acuosa se adhiere al sustrato. En algunas realizaciones la dispersión acuosa sofoca un fuego.

30 Estas y diversas otras características y ventajas serán evidentes a partir de una lectura de la siguiente descripción detallada.

Descripción detallada

% en peso es tanto por ciento en peso, y se basa en el peso total del concentrado o dispersión acuosa.

35 Como se usa en esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas, las formas singulares “un/una” “el/la” incluyen realizaciones con referentes plurales, a menos que el contenido dicte claramente lo contrario. Como se usa en esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas, la expresión “o” se emplea generalmente en este sentido, incluyendo “y/o” a menos que el contenido dicte claramente lo contrario.

40 Como se usa en esta memoria, “tienen”, “que tienen”, “incluyen”, “que incluyen”, “comprenden”, “que comprenden” o similares, se usan en su sentido no concluyente, y significan generalmente “que incluyen pero no están limitados a”. Se entenderá que las expresiones “que consiste en” y “que consiste esencialmente en” están incluidas en la expresión “que comprende”, y similares.

La expresión “sal de homopolímero de ácido acrílico” hace referencia a una sal de homopolímero carboxivinílico, o a una sal de homopolímero de poliacrilato, o a una sal de homopolímero de ácido 2-propenoico. La sal puede ser cualquier sal útil tal como de sodio o potasio.

45 El documento de patente WO 2006042064 describe una composición tixotrópica acuosa con propiedades pseudoplásticas para la extinción y prevención del fuego, que comprende:

50 de 0,001 a 2,0% en peso de un agente de suspensión pseudoplástico de alto rendimiento, de 0,01 a 20,0% en peso de almidón, y el resto de agua; ajustándose la composición a un pH en el intervalo de aproximadamente 5,0-8,0; por el que la composición se adhiere a una superficie colocada en cualquier orientación, y forma un revestimiento exterior de residuo intumesciente tras contacto con el fuego, mientras que retiene una composición interior de gel acuoso, extinguiendo de este modo un fuego e impidiendo su reavivamiento.

El agente de suspensión pseudoplástico de alto rendimiento se selecciona del grupo que consiste en: copolímero de ácido acrílico reticulado con poliéter polialquénico, arcilla de esmectita sintética, caseína, alginatos, celulosa modificada, que incluye metil celulosa, hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa y carboximetil celulosa, goma de tragacanto y sus combinaciones.

- 5 El documento de patente US 2011073794 describe una composición de contención de fuego útil para extinguir fuegos, que comprende almidón, un agente de suspensión pseudoplástico de alto rendimiento, alcano/olefina, y neutralizador. La composición de contención de fuego forma una composición de suspensión cuando se añade al agua; forma una costra después de hacer contacto con una fuente de calor; se adhiere a una superficie colocada en cualquier orientación; forma un revestimiento exterior de residuo intumesciente tras contacto con el fuego, y retiene
10 una composición interior de gel acuoso.

La presente descripción se refiere a concentrados líquidos no acuosos. En particular, la presente descripción se refiere a un concentrado líquido no acuoso que cuando se añade al agua forma una dispersión con propiedades pseudoplásticas. La dispersión puede tener un pH neutro y adhiere a una superficie, y puede ser útil para varias aplicaciones. En algunas realizaciones, la dispersión acuosa de pH neutro puede adherirse a una superficie y
15 sofocar o extinguir un fuego. Los concentrados líquidos no acuosos pueden tener un pH neutro y en muchas realizaciones no incluyen modificadores de pH tales como bases fuertes tales como hidróxidos o aminas, para lograr un efecto espesante en dispersiones acuosas (formadas a partir de concentrados líquidos no acuosos) que se necesitan para revestir un sustrato. La dispersión acuosa es una dilución de un concentrado líquido no acuoso y agua. El concentrado líquido no acuoso incluye almidón, una sal de homopolímero de ácido acrílico, aceite vegetal y
20 arcilla. Se ha descubierto una relación sinérgica en intervalos particulares de % en peso de almidón, una sal de homopolímero de ácido acrílico, aceite vegetal y arcilla. El concentrado líquido no acuoso puede utilizarse para formar una dispersión acuosa que se usa en cualquier aplicación de revestimiento en la que es útil o se desea una dispersión acuosa pseudoplástica con un pH neutro que nos sea cáustica, en formas de dispersión acuosa o concentrado líquido no acuoso. Aunque la presente descripción no está limitada de esta manera, se obtendrá una
25 comprensión de diversos aspectos de la descripción por medio de una discusión de los ejemplos que se proporcionan más adelante.

En muchas realizaciones, cuando se diluye o dispersa en agua o se inyecta en una corriente de agua, el concentrado líquido no acuoso puede prepararse de 0,1 a 10% en peso o de 0,1 a 5% en peso de la dispersión acuosa. En algunas realizaciones, cuando se diluye o dispersa en agua o se inyecta en una corriente de agua, el
30 concentrado líquido no acuoso puede prepararse de 0,5 a 3% en peso de la dispersión acuosa.

La dispersión acuosa formada diluyendo el concentrado líquido no acuoso con agua, puede bombearse o pulverizarse mediante equipos típicos de bombeo a alta presión o mediante depósitos individuales de baja presión. La dispersión acuosa puede tener un "valor de alto rendimiento" (la fuerza que debe aplicarse a una capa de fluido antes de que se produzca cualquier movimiento), lo que significa que tiene una resistencia inicial a fluir bajo
35 esfuerzo, pero que luego es pseudoplástica, y cuando se usa, muestra "adherencia", lo que significa que tiene la capacidad en reposo, de volver a pseudoplástico o gel tixotrópico. La dispersión acuosa no se separa o sedimenta fácilmente, y puede pulverizarse fácilmente y se espesa cuando contacta con una superficie de pared o de techo, o con cualquier otra superficie. En una aplicación de extinción de incendios, por ejemplo, esto da al bombero la capacidad, a diferencia del agua sola, de hacerse espesa y mantener la dispersión o gel acuoso sobre superficies
40 verticales o elevadas. Sin desear quedar ligado a teoría alguna, se cree que tanto la masa de la dispersión acuosa y las propiedades de adherencia (fuerza cohesiva y adhesiva) permiten que se comporte como un disipador térmico. Esta adherencia a las superficies provoca que la temperatura total de las superficies permanezca generalmente a la temperatura de ebullición o por debajo de la temperatura de ebullición del agua. El efecto de disipador térmico puede mantener la temperatura de la superficie revestida con la dispersión o gel acuoso a aproximadamente 100 grados centígrados o inferior, hasta que el agua en la dispersión acuosa se haya evaporado.
45

El almidón, sal de homopolímero de ácido acrílico, arcilla y aceite vegetal pueden mezclarse o combinarse utilizando un mezclador, y similares, para obtener una composición de concentrado líquido homogéneo y no acuoso. Se ha encontrado que estas composiciones de concentrado líquido no acuoso forman rápidamente geles, suspensiones
50 acuosas o dispersiones acuosas estables cuando se combinan con agua. En muchas realizaciones, la dispersión diluida o gel acuoso o suspensión tiene un pH en el intervalo de 6,5 a 7,5, y el gel acuoso o dispersión diluida o suspensión se adhiere a una superficie colocada en casi cualquier orientación. El gel acuoso o dispersión diluida o suspensión puede formar una capa de residuo protector tras calentamiento o contacto con el fuego.

En muchas realizaciones, el concentrado líquido no acuoso incluye almidón, una sal de homopolímero de ácido acrílico, arcilla y un aceite vegetal. Este concentrado líquido no acuoso forma una dispersión acuosa cuando se
55 añade al agua y se adhiere a una superficie.

En muchas realizaciones, el concentrado líquido no acuoso incluye al menos 20% en peso o al menos 25% en peso de almidón, al menos 20% en peso o al menos 25% en peso de sal de homopolímero de ácido acrílico, al menos 40% en peso de aceite vegetal, y hasta 5% en peso de arcilla. En muchas realizaciones, el concentrado líquido no acuoso incluye 20-30% en peso de almidón, 20-30% de sal de homopolímero de ácido acrílico, 40-60% de aceite vegetal y 1-5% de arcilla.
60

El concentrado líquido no acuoso puede tener cualquier viscosidad útil. En muchas realizaciones el concentrado líquido no acuoso se puede bombear o tiene la capacidad de fluir, y puede ser termoplástico. En muchas realizaciones, las viscosidades (conforme a los métodos de ensayo descritos en la presente memoria) pueden variar de 5000 a 25000 cP o de 10000 a 25000 cP o de 5000 a 15000 cP.

- 5 El concentrado líquido no acuoso incluye un aceite vegetal, un éster de aceite vegetal, o sus combinaciones. Puede utilizarse cualquier aceite vegetal o mezcla de aceites vegetales en las formulaciones descritas en la presente memoria. El aceite vegetal es un triglicérido que puede degradarse biológicamente. Algunos ejemplos de aceite vegetal son aceite de semilla de algodón, aceite de linaza, aceite de soja, aceite de cártamo, aceite de girasol, aceite de maíz, aceite de colza y aceite de cacahuete. El aceite vegetal puede ser de cualquier grado útil que incluye grado
- 10 alimentario, parcialmente hidrogenado, hidrogenado o preparado para el invierno, por ejemplo. El aceite de semilla de algodón parece proporcionar resultados sorprendentes de formación de gel y protección frente al fuego, como se ilustra en los ejemplos de más adelante. Además, mezclas de aceites vegetales de aceite de semilla de algodón y de soja mostraron propiedades sorprendentes de sedimentación y sinéresis reducidas, comparadas con formulaciones de un único aceite.
- 15 En muchas realizaciones, el concentrado líquido no acuoso y la dilución acuosa resultante no incluyen un modificador de pH. Los modificadores de pH incluyen hidróxidos, aminas y otros elementos que aumentan el pH. Muchos de estos materiales son corrosivos por naturaleza. Los carbómeros (una serie de polímeros ácidos hechos principalmente a partir de ácido acrílico) pueden encontrarse en la industria que necesita un control específico de pH con bases fuertes, tales como hidróxidos o aminas, para lograr un efecto espesante en dispersiones acuosas. Las
- 20 dispersiones del carbómero en disolución son más complejas, necesitando una neutralización en múltiples etapas o un procedimiento de ajuste del pH. Se deseaba el desarrollo de una formulación de concentrado líquido no acuoso que fuera no corrosiva, y que fuera pseudoplástica y/o tixotrópica en un intervalo de calidades de agua.

25 Utilizando la sal de homopolímero de ácido acrílico elimina la etapa de modificación de pH o la adición de materiales corrosivos o cáusticos para impartir espesamiento. La selección y uso de arcillas naturales con una sal de homopolímero de ácido acrílico seleccionada proporciona las características tanto de pseudoplasticidad como de tixotropía a un pico de viscosidad óptimo, y demuestra una sinergia única de estas características reológicas, como se ilustra en los ejemplos de más adelante.

30 Se puede usar cualquier almidón útil en las dispersiones acuosas y sus precursores. Los ejemplos de almidones y sus modificaciones incluyen de maíz, trigo, patata, tapioca, cebada, arruz, arroz o cualquier combinación de almidones. Según una dispersión acuosa que contiene almidón se calienta, el almidón comenzará a hincharse a aproximadamente 65 a 70 grados centígrados, convertirse en una masa amorfa similar a gelatina a aproximadamente 150 grados centígrados, y luego, cuando el agua se elimina, descompondrá a aproximadamente 230 grados centígrados y por encima, emitiendo vapor y CO₂ como productos de descomposición. Este comportamiento contribuye a las características únicas de las dispersiones acuosas en ciertas aplicaciones (por

35 ejemplo, extinción del fuego). Un almidón de maíz sin modificar particularmente útil es conocido con el nombre comercial B20F, disponible en Grain Processing Corporation, Muscatine, Iowa. Las composiciones de concentrado líquido no acuoso contienen al menos 15% de almidón o al menos 20% de almidón, o al menos 25% de almidón.

40 El concentrado líquido no acuoso y la dispersión acuosa resultante pueden incluir una sal de homopolímero de ácido acrílico. En muchas realizaciones, la sal de homopolímero de ácido acrílico es una sal de homopolímero de poliacrilato tal como poliacrilato sódico, por ejemplo. Los homopolímeros de ácido poliacrílico de sodio son agentes eficaces de control de viscosidad pseudoplásticos o agentes espesantes, y agentes de suspensión a pH neutro. En muchas realizaciones, una sal de homopolímero de ácido acrílico no necesita un modificador de pH (por ejemplo, hidróxido sódico, etc.) para formar viscosidad. Dos sales de homopolímero de ácido acrílico útiles son conocidas con los nombres comerciales PNC 400TM y Neutragerl DATM. Son homopolímeros neutralizados, también descritos

45 como sales sódicas de polímeros carboxivinílicos. PNC 400TM y Neutragerl DATM están disponibles comercialmente en 3V Sigma, Inc., Weehawken, NJ. El concentrado líquido no acuoso puede contener al menos 20% en peso de sal de homopolímero de ácido acrílico o de 20 a 30% en peso de sal de homopolímero de ácido acrílico.

50 El concentrado líquido no acuoso y la dispersión acuosa resultante pueden incluir arcilla. La arcilla puede incluirse en cualquier cantidad útil y puede comportarse como un agente de suspensión y/o agente espesante. Las arcillas naturales útiles incluyen arcillas hidrosolubles derivadas de la familia de las esmectitas. Éstas incluyen bentonita (montmorillonita), hectorita, saponita, sepiolita, beidelita, nontronita, y sauconita. Las más comunes de estas arcillas de esmectita naturales muestran una estructura octaédrica. La hectorita aparece como una esmectita trioctaédrica, mientras que se puede hacer referencia a la montmorillonita como a una esmectita dioctaédrica. Esto se refiere a la estructura de los elementos metálicos en la red cristalina. Cuando las plaquitas de arcilla de esmectita se dispersan

55 completamente en agua con un contenido de electrolito de bajo a moderado, forman fácilmente una dispersión coloidal tridimensional abierta de plaquitas de arcilla individuales. Las plaquitas individuales están altamente cargadas (positivamente sobre los bordes y negativamente sobre las superficies) y alargan sus distancias entre capas cuando los cationes entre las capas se hidratan. También se hace referencia a esta estructura coloidal como una red de "castillo de naipes", que puede espesar agua y puede fomentar el comportamiento tixotrópico debido a la histéresis observada y medida durante la recuperación después de aplicar cizallamiento. Estas estructuras coloidales de arcilla imparten también las características siguientes a sistemas acuosos: espesamiento, suspensión,

60

control de arqueamiento y estabilidad. Las arcillas de hectorita proporcionan una mayor viscosidad, control de arqueamiento y un menor contenido de hierro cuando se compara con arcillas de bentonita. Esto es de particular importancia cuando se trabaja con sistemas acuosos que contienen mayor cantidad de electrolito. El hierro puede reducir la formación de viscosidad de agentes de espesamiento poliméricos sintéticos.

5 Las arcillas de hectorita disponibles comercialmente están disponibles con las denominaciones comerciales Bentone™ MA y Bentone™ EW NA, disponibles en Elementis Specialities Inc., (Highstown, NJ), por ejemplo. Las arcillas de bentonita sódica disponibles comercialmente están disponibles con las denominaciones comerciales Volclay™ FD-181, disponibles en American Celloid Company, (Hoffman Estates, IL), por ejemplo. Bentone™ MA y Bentone™ EW NA son arcillas de hectorita naturales que se ha encontrado que son inusualmente eficaces para formar viscosidad en la dispersión acuosa, además de impartir tixotropía. El concentrado líquido no acuoso puede contener de 1 a 5% de arcilla.

15 En muchas realizaciones, cuando se diluye o dispersa en agua o se inyecta en una corriente de agua, el concentrado líquido no acuoso puede prepararse de 0,1 a 5% en peso o de 0,1 a 3% en peso o de 0,5 a 3% en peso o de 0,5 a 2% en peso de la dispersión acuosa. La dispersión acuosa puede tener un pH neutro o un pH de 6,5 a 7,5, por ejemplo. Este intervalo de pH neutro se muestra sin utilizar un modificador de pH tal como bases fuertes tales como hidróxidos o aminas, para lograr un efecto espesante en dispersiones acuosas que necesitan revestir un sustrato. El concentrado líquido no acuoso y la dispersión acuosa pueden estar libres de un modificador de pH tal como una base o amina.

20 En muchas realizaciones, el concentrado líquido no acuoso tiene una viscosidad inferior a 15000 cP o en un intervalo de 8000 a 13000 con un viscosímetro Brookfield, husillo nº 6, a 30 rpm y una viscosidad superior a 20000 cP o en un intervalo de 20000 a 35000 con un husillo nº 6 a 5 rpm. En muchas realizaciones, el concentrado líquido no acuoso tiene una viscosidad inferior a 5000 cP o en un intervalo de 4000 a 5000 con un viscosímetro Brookfield, husillo nº 4, a 30 rpm, y una viscosidad superior a 9000 cP o en un intervalo de 9000 a 13000 con un husillo nº 4 a 5 rpm.

25 En muchas realizaciones, un gel de 1% en peso formado a partir del concentrado líquido no acuoso tiene una viscosidad inferior a 8500 cP o en un intervalo de 7000 a 8500 con un viscosímetro Brookfield, husillo nº 5, a 30 rpm, y una viscosidad superior a 35000 cP o en un intervalo de 35000 a 40000 con un husillo nº 5 a 5 rpm.

30 La dispersión acuosa, descrita anteriormente, puede formarse sin un modificador de pH tal como bases fuertes tales como hidróxidos o aminas, por ejemplo. Excluir un modificador de pH como hidróxido sódico, por ejemplo, en el concentrado líquido no acuoso y la dispersión acuosa resultante reduce la corrosividad del concentrado líquido no acuoso y la dispersión acuosa.

35 Se ha encontrado que la distribución de tamaños afecta a las propiedades físicas del concentrado líquido no acuoso y las dispersiones acuosas resultantes. Por ejemplo, la figura 1 ilustra un concentrado líquido no acuoso antes y después de la reducción de tamaños por medio de molienda o mezclado. El concentrado posterior a la molienda tiene un D99 de aproximadamente 53 micrómetros y el concentrado anterior a la molienda tiene un D99 de aproximadamente 261 micrómetros. D99 es el diámetro de partículas más pequeño que es mayor que el 99% en volumen de partículas en la distribución. La figura 1 es una gráfica de la curva de distribución de tamaño de partículas de concentrados no acuosos anteriores a la molienda y posteriores a la molienda para el ejemplo 13 de más adelante. La figura 1 ilustra que el D99 del concentrado anterior a la molienda es de aproximadamente 261 micrómetros y el concentrado posterior a la molienda es de aproximadamente 54 micrómetros.

40 Los solicitantes han encontrado que el concentrado líquido no acuoso y las dispersiones acuosas resultantes poseen propiedades sorprendentes cuando el D99 es inferior a aproximadamente 100 micrómetros, o inferior a 50 micrómetros, o superior a 25 micrómetros, o superior a 30 micrómetros. En muchas realizaciones, el concentrado o dispersión acuosa resultante tiene un D99 en un intervalo de aproximadamente 25 a 100 micrómetros o en un intervalo de aproximadamente 30 a 50 micrómetros. Los valores de D99 inferiores a este intervalo producen concentrados que son demasiado viscosos para inyectar fácilmente o mezclar con agua, y concentrados con un D99 por encima de este intervalo no gelifican tan rápidamente y no poseen otros atributos físicos deseables.

45 El concentrado líquido no acuoso y las dispersiones acuosas resultantes producidas en los ejemplos discutidos en la presente memoria muestran un carácter "pseudoplástico" y "tixotrópico", lo que significa que la dispersión acuosa se vuelve poco espesa cuando se cizalla o bombea (pseudoplástica) y resistente al arqueamiento (tixotrópica), en reposo, permitiendo que se adhiera a los sustratos en varios ángulos. El concentrado líquido no acuoso y las dispersiones acuosas resultantes no se separan o sedimentan, manteniendo un perfil de viscosidad estable durante un periodo prolongado de tiempo. La selección y uso de arcillas naturales con sales de homopolímero de ácido acrílico seleccionadas y aceites vegetales específicos logra las características favorables tanto de pseudoplasticidad como de tixotropía a un pico de viscosidad óptimo, demostrando una sinergia única entre los materiales seleccionados, como se ilustra en los ejemplos siguientes.

Ejemplos

5 Viscosidad – Las viscosidades del concentrado líquido no acuoso y las dispersiones acuosas resultantes se determinaron usando un viscosímetro Brookfield, modelo RVDVE. Todas las muestras se determinaron a temperatura ambiente, fijando el viscosímetro a una velocidad de 5 rpm, usando un husillo nº 6. Para cada muestra, el husillo se sumergió en el concentrado líquido o dispersión acuosa, y se permitió que alcanzara el equilibrio durante 30 segundos antes de arrancar el motor. Una vez que se hubo mostrado una lectura estable, se anotó la viscosidad final después de 60 segundos adicionales, y se registró en centipoise (cP). Se repitieron luego las medidas a 30 rpm.

10 Ensayo de resistencia al fuego – Cada dispersión acuosa preparada a partir de los ejemplos se sometió a un ensayo de resistencia al fuego para determinar un valor de tiempo de cuándo la dispersión acuosa de la muestra pierde su integridad estructural y ya no protege la superficie del fuego. Una probeta de madera de pino de 2,54 cm x 15,24 cm (1" x 6") que está revestida uniformemente usando una barra Myer o un aparato similar con 0,64 mm (1/4 pulgada) de dispersión acuosa de muestra a una concentración particular, y se coloca a 17 cm de la punta de un aparato de llama alimentado con propano, con 982 grados centígrados (1800 grados Fahrenheit) en el punto de incidencia de la superficie revestida. Se registra la cantidad del tiempo que se necesita para atravesar quemando el revestimiento del material de ensayo y quemar una marca de quemadura de 1 cm de diámetro sobre la probeta. Este ensayo se repite cuatro veces.

20 Ensayo de llama – Cada concentrado líquido no acuoso se sometió a un ensayo de llama para evaluar la inflamabilidad del material. Se usó un soplete de propano para la evaluación (encendedor/soplete Benzomatic TS4000 y combustible de propano Worthington Pro Grade, de tamaño de 0,42 l (14,1 oz), de color de cilindro azul). Para cada muestra de concentrado, se sumergió un depresor lingual normal de madera en el concentrado hasta una profundidad de aproximadamente 5,1 cm (2 pulgadas) y se retiró, se mantuvo verticalmente y se expuso a una llama continua, manteniendo la llama a aproximadamente 12,7 cm (5 pulgadas) del material durante 10 segundos. Si el material concentrado mostró una llama prolongada después de la retirada de la fuente de la llama, los resultados se anotaron como "inflamables". Si el material concentrado no mostró una llama visible inmediatamente después de la retirada de la fuente de la llama, los resultados se anotaron como "extinción de la llama".

30 Tiempo para gelificar – Cada concentrado líquido no acuoso se evaluó para determinar su capacidad para formar un gel viscoso a una relación de mezclamiento de 1,0% en agua de ósmosis inversa o agua desionizada. 5,0 gramos de material concentrado se determinaron en 495,0 g de agua en un vaso de precipitados de 1000 ml. Las muestras se gelificaron usando un mezclador de inmersión Kitchen Aid™ con un dial de velocidad variable fijado a la velocidad más baja (1). El mezclador se sumergió en el líquido. Se anotaron dos puntos de gel: a) el tiempo en segundos necesario para la formación inicial del gel, descrito como el punto de transición visual entre agua y el primer aumento notable de la viscosidad pareciendo un gel, y b) el tiempo adicional en segundos necesario para un gel visualmente homogéneo y suave.

35 Tamaño de partículas (D99) – Las dispersiones y los ejemplos de mezclas de más adelante se analizaron para determinar el tamaño de partículas usando un analizador de tamaño de partículas por difracción láser Horiba LA-950. El analizador incorpora un sistema de flujo basado en disolvente. Ya que las muestras se recibieron como dispersiones en aceite vegetal, se analizaron usando heptano como medio de baño de circulación. Las dispersiones se predispersaron en heptano antes del análisis, introduciendo 0,5 ml de la muestra en 15 ml de heptano en un vial para centelleo de vidrio. La muestra predispersada se mezcló utilizando un vórtice. El analizador se cambió de agua a heptano enjuagando dos veces con IPA, dos veces con acetona, y luego se rellenó con heptano. Se usó un índice de refracción de 1,53. Este es similar al del almidón (con relación al ingrediente principal en la dispersión). El analizador se alineó y se hizo un blanco, y se introdujo la muestra predispersada para 70-85% de transmitancia. La muestra se sometió a ultrasonidos en el analizador durante 1 minuto antes de la adquisición de los datos. Se obtuvieron datos de diámetro medio, D5, D10, D50, D90 y D99 a partir de este análisis con el programa informático asociado al analizador Horiba LA-950.

Los materiales utilizados en estos ejemplos se describen a continuación:

PNC 400™ es una sal sódica de homopolímero de ácido acrílico (3V Sigma, Inc., Weehawken, NJ).

Neutragerl DA™ es una sal sódica de homopolímero de ácido acrílico (3V Sigma, Inc., Weehawken, NJ).

50 Bentone™ EW NA es una arcilla de hectorita natural disponible comercialmente (Elementis Specialities Inc., Highstown, NJ).

B20F es un almidón de maíz sin modificar disponible comercialmente (Grain Processing Corp., Muscatine, IA).

Soybean Oil 100 es un aceite de soja disponible comercialmente (Columbus Vegetable Oils, Des Plaines, IL) que es transparente a cero grados centígrados.

55 Roundy's Vegetable Oil es un aceite de soja disponible comercialmente (Roundy's Supermarkets, Inc., Milwaukee, WI).

Soybean Oil 110 es un aceite de soja preparado para el invierno disponible comercialmente (Columbus Vegetable Oils, Des Plaines, IL), parcialmente hidrogenado y preparado para el invierno, de alta estabilidad.

Cottonseed 300 es un aceite de semilla de algodón disponible comercialmente (Columbus Vegetable Oils, Des Plaines, IL), aceite de semilla de algodón no preparado para el invierno.

- 5 Cottonseed 310 es un aceite de semilla de algodón preparado para el invierno disponible comercialmente (Columbus Vegetable Oils, Des Plaines, IL) que es transparente a cero grados centígrados.

Los aceites de ricino, semilla de algodón, linaza, colza, de salvado de arroz, cártamo y cacahuete están todos disponibles comercialmente en Soap Goods, Smyrna, GA.

Ejemplos

- 10 Los ejemplos de concentrados de la tabla 1 y tabla 2 se prepararon a partir de los ingredientes siguientes, usando un SpeedMixer 150FVZ-K de FlackTek, Inc. Este concentrado forma un gel cuando 1% del concentrado se mezcla en agua desionizada.

Tabla 1

Ingrediente	Forma	% en peso
Neutragel DA	polvo	25
Almidón de maíz	polvo	25
Bentone EW NA	Polvo	5
Aceite vegetal	líquido	45
Total		100

- 15 Se utilizaron varios aceites vegetales diferentes en la formulación conforme a la tabla 1. La tabla 2 describe el aceite vegetal específico y la identificación del ejemplo correspondiente.

Tabla 2

Ejemplo nº	Aceite vegetal
1	soja
2	semilla de algodón
3	ricino
4	linaza
5	salvado de arroz
6	cártamo
7	cacahuete
8	colza
9	soja
10	colza
11	soja/colza 50:50
12	soja/semilla de algodón 50:50

Los ejemplos de la tabla 3 y tabla 4 se prepararon usando un mezclador de molino de bolas

Tabla 3

Ingrediente	Forma	% en peso
Neutragel DA	polvo	23,4
Almidón de maíz	polvo	23,4
Bentone EW NA	Polvo	4,6
Aceite vegetal	líquido	48,6
Total		100

Se utilizaron varios aceites vegetales (ejemplo 13-15 en la tabla 4) en la formulación ilustrada en la tabla 3. La tabla 4 describe el aceite vegetal específico y la identificación del ejemplo correspondiente.

5

Tabla 4

Ejemplo nº	Aceite vegetal
13	soja
14	soja 110
15	semilla de algodón 310/soja 50:50

Resultados

Los ejemplos 1-12 se ensayaron para determinar la viscosidad del concentrado y la viscosidad de la dispersión acuosa al 1% (gel).

10

Tabla 5

Ejemplo	Viscosidad del concentrado	Viscosidad del concentrado	Viscosidad del gel al 1%	Viscosidad del gel al 1%
	30 rpm (cP)	5 rpm (cP)	30 rpm (cP)	5 rpm (cP)
1	11000	29000	10000	49200
2	10800	24200	11000	48200
3	-	113000	9800	145000
4	9200	20000	10200	47800
5	10900	25200	10600	47000
6	11400	25200	11200	54200
7	11300	27000	11400	53400
8	11600	28200	11800	59400
9	12000	34400	9700	48600
10	12600	34200	10300	52400
11	11900	32400	13400	62800
12	11500	30600	9700	47200

Los ejemplos 1-12 se ensayaron para determinar el tiempo de gelificación y el tiempo para formar un gel homogéneo, para la dispersión acuosa al 1% descrita anteriormente. Los ejemplos 1-12 se ensayaron conforme al ensayo de resistencia al fuego descrito anteriormente.

Tabla 6

Ejemplo	Gel inicial (s)	Gel homogéneo (s)	Ensayo de resistencia al fuego (s)
1	12	23	68
2	12	24	76
3	19	32	63
4	11	25	58
5	10	16	39
6	8	18	82
7	9	16	51
8	8	18	97
9	9	18	61
10	10	19	80
11	9	17	58
12	8	16	93

5

Todos los ejemplos de concentrados líquidos no mostraron una llama visible después de retirar la fuente de la llama durante el ensayo de llama.

Los ejemplos 9-13 se ensayaron como geles al 1% en agua de ósmosis inversa (es decir, OI), conforme al ensayo de resistencia al fuego descrito anteriormente, y los resultados siguientes son un promedio de cuatro ensayos para cada ejemplo.

10

Tabla 7

Ejemplo nº	Ensayo de resistencia al fuego (s)
9	77
10	90
11	74
12	90
13	66

En vista del comportamiento frente al fuego del ejemplo 12, los ejemplos 12 y 13 se ensayaron luego adicionalmente a 1,5%, tanto en agua de OI (blanda) y agua dura municipal (458 mg/l de CaCO₃), determinado la viscosidad y tiempo de resistencia al fuego como se ha descrito anteriormente. Los resultados siguientes son el promedio de cuatro ensayos repetidos para cada ejemplo.

15

Tabla 8

Ejemplo	30 rpm	5 rpm	Ensayo de resistencia al fuego (s)
12 (agua dura)	8700	38000	133
13 (agua dura)	6200	26000	66
12 (agua blanda)	22000	95000	210
13 (agua blanda)	19000	82000	201

Es sorprendente que el ejemplo 12 proporcione tanto una mayor viscosidad y tiempo de resistencia al fuego cuando se compara con el ejemplo 13. El ejemplo 12 difiere del ejemplo 13 en que en el ejemplo 12 el aceite vegetal es 50% de aceite de semilla de algodón y 50% de aceite de soja, y en el ejemplo 13 el aceite vegetal es 100% de aceite de soja. La figura 1 es una distribución de partículas de una composición del ejemplo 13 anterior a la molienda y posterior a la molienda. El ejemplo 13 fue molido (por ejemplo, mezclado u homogeneizado) con un mezclador de bolas para reducir y homogeneizar la composición. La figura 1 ilustra que el D99 del concentrado anterior a la molienda es aproximadamente 261 micrómetros y el concentrado posterior a la molienda es aproximadamente 54 micrómetros.

Los ejemplos de concentrado de la tabla 9 y la tabla 10 se prepararon a partir de los ingredientes siguientes, usando un SpeedMixer 150FVZ-K de FlackTek, Inc. Este concentrado forma un gel cuando 1% del concentrado se mezcla en agua desionizada.

Tabla 9

Ingrediente	Forma	% en peso
Neutragel DA	Polvo	23,4
Almidón de maíz	Polvo	23,4
Bentone EW NA	Polvo	4,7
Aceite vegetal	Líquido	48,6
Total		100

Se utilizaron varios aceites vegetales diferentes en la formulación conforme a la tabla 9. La tabla 10 describe el aceite vegetal específico y la identificación del ejemplo correspondiente.

Tabla 10

Ejemplo nº	Aceite vegetal
14	soja 100
15	soja 110
16	semilla de algodón 300
17	semilla de algodón 310
18	soja 100/soja 110 – 50:50
19	soja 100/semilla de algodón 300 – 50:50
20	soja 100/semilla de algodón 310 – 50:50
21	soja 110/semilla de algodón 300 – 50:50
22	soja 110/semilla de algodón 310 – 50:50
23	semilla de algodón 300/semilla de algodón 310 – 50:50

5 Se observó que las muestras de concentrado flocularon débilmente en diversos grados. Las mezclas de aceite de soja y de semilla de algodón mostraron el mayor grado de floculación débil (“apelmazamiento”), con poca o ninguna sinéresis. La floculación débil es un atributo positivo con respecto a la capacidad de mantener la estabilidad de la suspensión (reducir al mínimo la sinéresis y sedimentación/depósitos). De este modo, es sorprendente que las mezclas de aceites de soja y de semilla de algodón mostraran una sinéresis y sedimentación reducidas. Los aceites del mismo tipo (por ejemplo, 100% de soja o 100% de semilla de algodón) mostraron la mayor sinéresis y no se “apelmazaron”.

10 Las viscosidades del concentrado líquido no acuoso y las dispersiones acuosas resultantes (geles) se determinaron usando un viscosímetro Brookfield, modelo RVDVE. Todas las muestras se midieron a temperatura ambiente, con el viscosímetro fijado a una velocidad de 5 rpm, usando un husillo nº 4 para los concentrados líquidos y un husillo nº 5 para los geles. Para cada muestra, el husillo se sumergió en el concentrado líquido o dispersión acuosa, y se permitió que alcanzara el equilibrio durante 30 segundos antes de arrancar el motor. Una vez que se mostró una lectura estable, se anotó la viscosidad final después de 60 segundos adicionales, y se registró en centipoise (cP). Las medidas se repitieron luego después de cambiar la velocidad a 30 rpm, y se registró la viscosidad después de 15 60 segundos.

Tabla 11

Ejemplo	N °ECIL	Viscosidad del concentrado 5 rpm (cP)	Viscosidad del concentrado 30 rpm (cP)	Viscosidad del gel al 1% 5 rpm (cP)	Viscosidad del gel al 1% 30 rpm (cP)	Viscosidad del gel al 1% 5 rpm (cP), 24 h	Viscosidad del gel al 1% 30 rpm (cP), 24 h
Ejemplo		husillo nº 4		husillo nº 5		husillo nº 5	
14	235	10640	4273	36800	7760	42080	8670
15	236	12440	5060	36480	7640	44160	8950
16	237	9360	4207	37120	7770	42640	9070
17	238	9480	4140	37520	7810	41440	8400
18	239	11080	4487	38560	7750	46400	9790
19	240	9800	4127	38960	7950	41200	8450
20	241	9960	4180	39360	8130	41200	8530
21	242	10040	4133	38800	7990	39920	8480
22	243	10840	4460	39200	8290	40880	8370
23	244	9600	3993	36640	8030	38880	8120

20 Las viscosidades de los diversos geles preparados a partir de los concentrados preparados con aceites de soja/semilla de algodón 50/50 mostraron la mayor estabilidad de viscosidad (un pequeño aumento comparativo de viscosidad) durante 24 horas, cuando se compararon con geles preparados a partir de concentrados de un único tipo de aceite. Este es un atributo deseable cuando se almacenan o usan geles preparados durante un periodo de tiempo.

25 Se prepararon geles al 1% en agua de OI y geles al 1,4% en agua de dureza de ~ 230 mg/l de CaCO₃, y se ensayaron para resistencia al fuego. Los ensayos se llevaron a cabo por duplicado y se registraron los tiempos de resistencia al fuego (en segundos) cuando se observa una marca de quemadura de aproximadamente 1 cm de diámetro.

Tabla 12

Gel al 1% en agua de OI						
Ejemplo n°/ ensayo	1	2	3	4	media	desviación std
14	50	53	52	45	50	3,5
15	52	54	48	44	49,5	4,4
16	66	58	57	56	59,25	4,6
17	52	54	46	43	48,75	5,1
18	57	55	52	62	56,5	4,2
19	71	58	50	38	54,25	13,9
20	58	59	53	44	53,5	6,9
21	41	67	72	49	57,25	14,7
22	52	52	23	43	42,5	13,7
23	49	42	46	18	38,75	14,1

Tabla 13

Gel al 1,4% en agua (de dureza de ~ 230 mg/l de CaCO ₃)						
Ejemplo n°/ ensayo	1	2	3	4	media	desviación std
14	51	52	22	62	46,75	17,2
15	72	80	12	72	59	31,5
16	76	48	56	80	65	15,4
17	60	90	48	68	66,5	17,7
18	53	72	48	69	60,5	11,8
19	66	72	47	85	67,5	15,8
20	55	66	58	36	53,75	12,7
21	77	17	68	45	51,75	26,8
22	58	55	41	52	51,5	7,4
23	24	51	53	47	43,75	13,4

5

Hay que tener en cuenta que en presencia de agua dura, o agua con una fuerza iónica significativa, los datos de resistencia al fuego sugieren que mezclar aceite de semilla de algodón con aceite de soja, con independencia del grado, proporciona una mayor consistencia de la fuerza cohesiva y adhesiva del gel, dando como resultado mayores tiempos de resistencia al fuego para esos geles, cuando se compara con geles preparados de concentrados de sólo aceite de soja. Esta mejora no es tan evidente cuando se lleva a cabo el ensayo de resistencia al fuego en agua de OI a viscosidades de gel similares.

10

Todos los ejemplos de concentrados líquidos no mostraron una llama visible después de la retirada de la fuente de la llama durante el ensayo de llama.

15

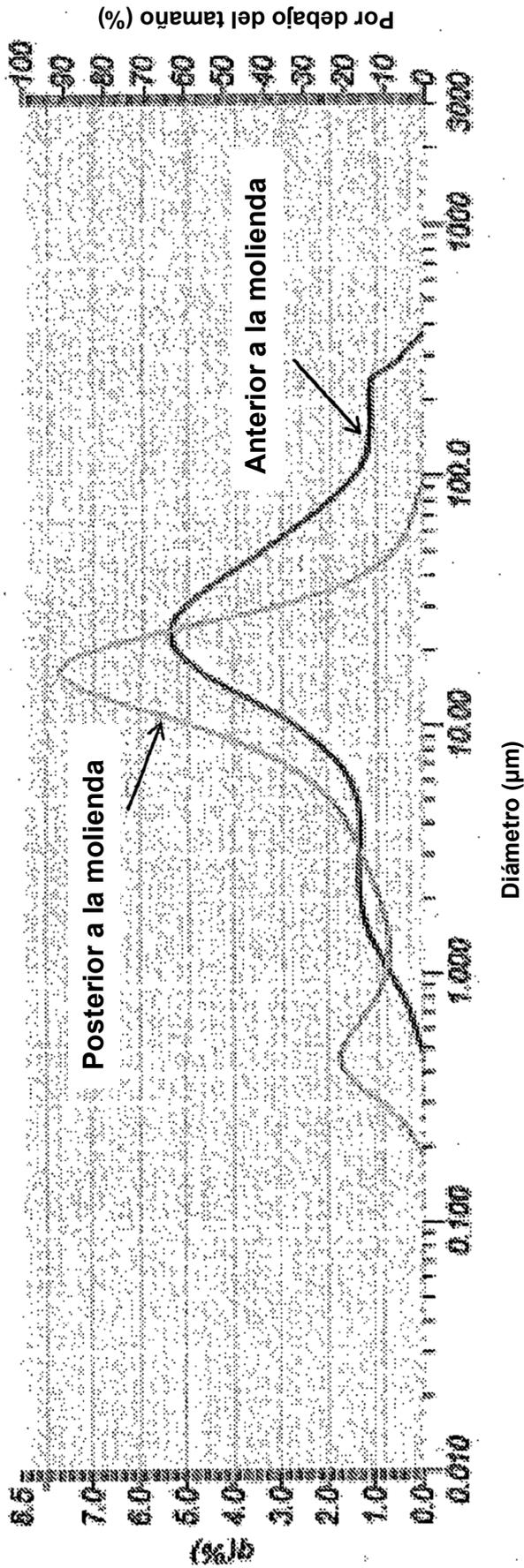
Las realizaciones descritas se presentan con fines de ilustración y no limitación, y la presente invención está solamente limitada por las reivindicaciones que siguen.

REIVINDICACIONES

1. Un concentrado líquido no acuoso que comprende:
- 5 almidón,
una sal de homopolímero de ácido acrílico,
aceite vegetal y
arcilla,
- en la que el concentrado líquido no acuoso forma una dispersión acuosa cuando se añade al agua, y es capaz de adherirse a una superficie.
- 10 2. El concentrado líquido no acuoso conforme a la reivindicación 1, en el que el concentrado líquido no acuoso tiene un valor D99 de tamaño de partículas de 100 micrómetros o menos.
3. El concentrado líquido no acuoso conforme a la reivindicación 1, en el que el concentrado líquido no acuoso tiene un valor D99 de tamaño de partículas en un intervalo de 30 a 50 micrómetros.
4. El concentrado líquido no acuoso conforme a las reivindicaciones 1 a 3, en el que el aceite vegetal comprende aceite de soja.
- 15 5. El concentrado líquido no acuoso conforme a las reivindicaciones 1 a 3, en el que el aceite vegetal comprende aceite de semilla de algodón.
6. El concentrado líquido no acuoso conforme a las reivindicaciones 1 a 5, en el que la sal de homopolímero de ácido acrílico comprende poliacrilato sódico.
- 20 7. El concentrado líquido no acuoso conforme a las reivindicaciones 1 a 3, en el que el aceite vegetal comprende aceite de semilla de algodón y aceite de soja.
8. El concentrado líquido no acuoso conforme a las reivindicaciones 1 a 7, en el que la arcilla comprende arcilla de hectorita natural.
9. El concentrado líquido no acuoso conforme a la reivindicación 1 que comprende:
- 25 al menos 20% en peso de almidón,
al menos 20% en peso de sal de homopolímero de ácido acrílico,
al menos 40% de aceite vegetal y
hasta 5% en peso de arcilla.
10. El concentrado líquido no acuoso conforme a las reivindicaciones 1 a 9, en el que el concentrado líquido no acuoso tiene un valor D99 de tamaño de partículas de 50 micrómetros o menos.
- 30 11. El concentrado líquido no acuoso conforme a las reivindicaciones 1 a 10, que comprende de 40-60% en peso de sólidos.
12. El concentrado líquido no acuoso conforme a las reivindicaciones 1 a 11 que comprende:
- 35 20-30% en peso de almidón,
20-30% en peso de sal de homopolímero de ácido acrílico,
1-5% en peso de arcilla y
40-60% de aceite vegetal.
13. Una composición de dispersión acuosa que comprende:
- 40 agua y
el concentrado líquido no acuoso conforme a la reivindicación 1-12,
- en la que la dispersión acuosa tiene un pH neutro, es pseudoplástica y tixotrópica.
14. La dispersión acuosa conforme a la reivindicación 13, en la que la dispersión acuosa tiene un pH en un intervalo de 6,5 a 7,5.
- 45 15. La dispersión acuosa conforme a las reivindicaciones 13 a 14, en la que la dispersión acuosa tiene una concentración de sólidos en un intervalo de 0,5 a 3% en peso.

16. Un método que comprende:
combinar almidón, sal de homopolímero de ácido acrílico, arcilla y aceite vegetal, para formar un concentrado líquido no acuoso conforme a las reivindicaciones 1-11.
- 5 17. El método conforme a la reivindicación 16, en el que el concentrado líquido no acuoso tiene una viscosidad de 15000 o menos usando un Brookfield, husillo nº 6, a 30 rpm, y una viscosidad de 20000 o más usando un Brookfield, husillo nº 6, a 5 rpm.
18. El método conforme a la reivindicación 16, en el que el concentrado líquido no acuoso se forma sin el uso de un modificador de pH que incluye un hidróxido o una amina.
19. Un método que comprende:
10 formar la dispersión acuosa conforme a las reivindicaciones 13-15,
dirigir la dispersión acuosa sobre un sustrato, y la dispersión acuosa se adhiere al sustrato.
20. El método conforme a la reivindicación 19, en el que la dispersión acuosa se dirige sobre un sustrato para sofocar un fuego.
- 15 21. El método conforme a la reivindicación 19, en el que la etapa de formación se produce añadiendo el concentrado líquido no acuoso a una corriente de agua.

Figura 1



Nombre de la muestra: Ejemplo 13, premezcla 03-05-12
 Nombre de los datos: 8172074

Mediana del tamaño	: 21.16130(µm)
Media del tamaño	: 39.34151(µm)
Moda del tamaño	: 24.3659(µm)
Diámetro en % acumulativo	: (1)5.000 (%) - 1.5850(µm)
	: (2)10.00 (%) - 2.6555(µm)
	: (3)50.00 (%) - 21.7613(µm)
	: (4)90.00 (%) - 94.3397(µm)
	: (5)99.00 (%) - 261.2747(µm)

Nombre de la muestra: Ejemplo 13, molido en molino de bolas (1 pase a 30 kg/h) 03-06-12
 Nombre de los datos: 8172077

Mediana del tamaño	: 12.05332(µm)
Media del tamaño	: 13.50586(µm)
Moda del tamaño	: 16.2673(µm)
Diámetro en % acumulativo	: (1)5.000 (%) - 0.4280(µm)
	: (2)10.00 (%) - 0.6527(µm)
	: (3)50.00 (%) - 12.0533(µm)
	: (4)90.00 (%) - 27.1450(µm)
	: (5)99.00 (%) - 53.5092(µm)