

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 589 791**

51 Int. Cl.:

A01N 25/04 (2006.01)

A01N 43/80 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.05.2012 E 12169194 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.06.2016 EP 2534948**

54 Título: **Método de preparación de dispersiones acuosas de 1,2-bencisotiazolin-3-ona**

30 Prioridad:

17.06.2011 US 201161498218 P

26.01.2012 US 201261590978 P

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

16.11.2016

73 Titular/es:

**ROHM AND HAAS COMPANY (50.0%)
100 Independence Mall West
Philadelphia, Pennsylvania 19106-2399, US y
DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (50.0%)**

72 Inventor/es:

**LENOIR, PIERRE, MARIE, ALAIN;
FELDER, PATRICK, THOMAS y
METTLER, ANTON, OSKAR**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 589 791 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

Método de preparación de dispersiones acuosas de 1,2-bencisotiazolin-3-ona

La presente invención se refiere a dispersiones acuosas.

Antecedentes de la invención.

5 1,2-Benzisotiazolin-3-ona (BIT) es un biocida eficaz que se emplea, por ejemplo, para destruir microorganismos (incluyendo, por ejemplo, bacterias, hongos, mohos, levaduras, etc.) en composiciones acuosas útiles tales como, por ejemplo, látex. La BIT presenta baja solubilidad en agua cuando el pH es 7,5 o menor y así es común proporcionar BIT en la forma (denominada una "dispersión acuosa de BIT") de partículas de BIT dispersadas en agua. Con frecuencia se desea proporcionar BIT en una forma (denominada como "concentrado de BIT") que
10 presenta mayor concentración de BIT que lo necesario para controlar los microorganismos en composiciones acuosas útiles. Se podía añadir una cantidad apropiada de un concentrado de BIT a una composición acuosa útil para conseguir la concentración de BIT que se requiere para controlar los microorganismos en la composición acuosa útil. Para que sea útil, un concentrado de dispersión de BIT (es decir, una dispersión acuosa de BIT que es también un concentrado de BIT) debería tener una viscosidad útil y debería ser estable. Una dispersión acuosa estable de BIT que contiene una sal de metal de un ácido orgánico tal como formiato de potasio se describe en la
15 patente internacional WO-A-03/032730.

En dispersiones de BIT, incluyendo concentrados de dispersiones de BIT, es deseable normalmente que las partículas sólidas presenten un tamaño pequeño y que la dispersión sea estable. Típicamente, en el pasado, para hacer las partículas suficientemente pequeñas, se sometían las partículas de BIT a un procedimiento mecánico (tal como, por ejemplo, molienda) para reducir el tamaño de las partículas. Por ejemplo, la Patente Internacional WO
20 95/00019 describe dispersiones acuosas estables de BIT que contienen goma xantana que se someten a molienda para proporcionar materia dispersada con un tamaño de partícula menor que 20 µm.

La Solicitud de Patente Provisional de EE.UU. 61/371.811 describe un procedimiento para preparar una dispersión acuosa de partículas de 1,2-Benzisotiazolin-3-ona (BIT). El procedimiento descrito por la Solicitud de Patente Provisional de EE.UU. 61/371.811 implica obtener partículas de BIT como se fabrican normalmente, que son indeseablemente grandes, moliendo después esas partículas para reducir el tamaño.
25

Se desea proporcionar un método para preparar una dispersión acuosa estable de BIT; se desea que el método no requiera molienda y que el método produzca una dispersión con tamaño de partícula deseablemente pequeño.

La presente invención es como se señala en las reivindicaciones adjuntas.

30 La presente invención es un método para preparar una dispersión acuosa de partículas de BIT con una distribución de tamaño de partícula D99, medido usando dispersión de luz, de 75 micrómetros o más pequeño, en el que dicha dispersión comprende (A) uno o más espesantes y (B) partículas sólidas de 1,2-benzisotiazolin-3-ona, en la que dicho método es como se señala en las reivindicaciones adjuntas.

Descripción detallada de la invención.

35 Como se usa en la presente memoria, los siguientes términos tienen las definiciones designadas, a menos que el contexto lo indique claramente de otro modo.

Como se usa en la presente memoria, un medio líquido continuo es un "medio acuoso" si el medio líquido continuo es 20% o más agua, en peso basado en el peso del medio líquido continuo.

40 Como se usa en la presente memoria, una dispersión es una composición en la que las partículas sólidas se distribuyen por todo el medio líquido continuo. Una dispersión acuosa es una dispersión en la que el medio líquido continuo es un medio acuoso. Como se usa en la presente memoria, una disolución es diferente de una dispersión. En una disolución, las moléculas individuales de un compuesto (el soluto) se distribuyen por todo el medio líquido continuo (el disolvente). Una disolución es acuosa si el disolvente es un medio acuoso.

45 Como se usa en la presente memoria, un disolvente es un compuesto que es líquido a 25°C y presenta un punto de ebullición a una presión atmosférica de 30°C o mayor. Como se usa en la presente memoria, un compuesto es soluble en un disolvente si la cantidad de ese compuesto que se puede disolver en dicho disolvente a 25°C es un gramo o más de ese compuesto por 100 gramos de ese disolvente.

50 Cuando se indica en la presente memoria que una mezcla se forma de dos o más componentes (o en otras palabras, que esos dos o más componentes se mezclan juntos), se quiere decir que esos componentes se ponen en contacto entre sí y se mezclan entre sí. A menos que se indique de otro modo, los componentes pueden ser introducidos entre sí en cualquier orden. Por ejemplo, en una mezcla de dos componentes, se puede añadir el primer componente al segundo componente; o se puede añadir el segundo componente al primer componente o se pueden añadir simultáneamente los dos componentes a un envase o se puede usar algún otro método. Para otro ejemplo, si se prepara una mezcla de tres o más componentes, se puede preparar una primera mezcla de dos o más

- componentes cualesquiera y después se puede preparar una mezcla posterior de esa primera mezcla con uno o más de los componentes restantes. Se puede añadir un componente cualquiera en dos o más operaciones separadas; por ejemplo, en una primera etapa se puede mezclar un primer componente con algo de un segundo componente y en una segunda etapa, el resultado de la primera etapa se puede mezclar con un tercer componente y después el resultado de la segunda etapa se puede mezclar con una cantidad adicional del segundo componente.
- 5 Como se usa en la presente memoria, cuando se dice que dos o más componentes están "mezclados" o están "mezclados entre sí", se quiere decir que esos componentes se ponen en contacto entre sí por primera vez.
- Un espesante es un compuesto o mezcla de compuestos que, cuando se añade a agua, para una disolución acuosa o para una dispersión acuosa, produce un aumento de viscosidad. Es útil caracterizar los espesantes como sensibles al pH o no sensibles al pH, de acuerdo con el siguiente ensayo. Se mezcla 1 parte en peso de ingrediente activo espesante con 100 partes en peso de agua a pH de 7 y la viscosidad a cizallamiento constante de la mezcla es medido a 1 s^{-1} a pH de 7 (ETA7). Se añade base a la mezcla para llevar el pH a 10 y la viscosidad a cizallamiento constante de la mezcla se mide a 1 s^{-1} (ETA 10). Si el cociente de ETA10 dividido por ETA7 es 5 o más, entonces el espesante es sensible al pH. De otro modo, el espesante no es sensible al pH.
- 10 El término "microbicida" o "biocida" se refiere a un compuesto capaz de destruir, inhibir el crecimiento de o controlar el crecimiento de microorganismos. Los biocidas incluyen, por ejemplo, bactericidas, fungicidas y algicidas. El término "microorganismo" incluye, por ejemplo, bacterias, hongos (tales como levadura y moho) y algas.
- Un polisacárido es un polímero hecho de más de 10 unidades repetitivas, donde las unidades repetitivas son monosacáridos.
- 20 Cuando se indica en la presente memoria que una cierta proporción es "X:1 o mayor," se quiere decir que la proporción es Y: 1, donde Y es mayor que o igual a X. De manera similar, cuando se indica en la presente memoria que una cierta proporción es "Q:1 o menor," se quiere decir que la proporción es T:1, donde T es menor que o igual a Q.
- Como se usa en la presente memoria, la agitación es una acción mecánica realizada en un envase que sirve para distribuir por todo el contenido del envase cada uno de los materiales presentes en el envase. La agitación incluye, por ejemplo, procedimientos que remueven el contenido del envase y procedimientos que mueven el envase. La agitación implica la rotación de uno o más objetos en el contenido del envase; la rotación de objetos incluye, por ejemplo, varillas, impulsores, tornillos, rotores, hélices, etc. Los procedimientos que mueven el envase incluyen, por ejemplo, agitación, rodamiento, etc.
- 25 Como se usa en la presente memoria, "temperatura ambiente" es 25°C . Como se usa en la presente memoria, "pep" es partes en peso.
- El método de la presente invención implica proporcionar una mezcla acuosa (denominada en la presente memoria "mezcla (I) acuosa") que contiene agua, una sal disuelta de BIT y opcionalmente uno o más espesantes y que presenta pH de 8,5 o mayor. Preferiblemente, se prepara la mezcla (I) acuosa por un procedimiento en el que se añade una o más bases al agua o a una mezcla de BIT, agua y opcionalmente uno o más espesantes para establecer el pH deseado. Preferiblemente, la base es soluble en agua. Las bases preferidas son bases fuertes (es decir, bases con pK_b de 3 o menor). Se prefieren bases inorgánicas. Son más preferidas las sales de hidróxido inorgánicas solubles en agua; son más preferidos hidróxido de calcio, hidróxido de magnesio y sales de hidróxido de metal alcalino solubles en agua; son más preferidos hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de litio y mezclas de los mismos.
- 35 En algunas realizaciones (denominadas en la presente memoria realizaciones "alta-I"), la mezcla (I) acuosa contiene uno o más espesantes. En algunas realizaciones (denominadas en la presente memoria realizaciones "baja-I"), la mezcla (I) acuosa no contiene espesante.
- La mezcla (I) acuosa se puede formar por cualquier método.
- 45 Entre la realizaciones baja-I, por ejemplo, la mezcla (I) acuosa se puede formar preparando una disolución de una base en agua y añadiendo después BIT. Para otro ejemplo entre las realizaciones baja-I, se puede formar la mezcla (I) acuosa preparando una mezcla de BIT y agua y añadiendo después una base.
- En realizaciones alta-I, se forma una mezcla (conocida en la presente memoria como "mezcla (III)"). La mezcla (III) contiene agua, BIT y uno o más espesantes y el pH de mezcla (III) es 7,5 o menor. Después de la formación de mezcla (III), el pH de mezcla (III) se eleva para formar la mezcla (I) acuosa. Entre las realizaciones alta-I, por ejemplo, se puede preparar mezcla (I) acuosa preparando una mezcla de agua y BIT, añadiendo después uno o más espesantes y añadiendo después una base. Para otro ejemplo entre las realizaciones alta-I, se puede preparar la mezcla (I) acuosa preparando una mezcla de agua y uno o más espesantes, añadiendo después BIT y añadiendo después una base.
- 50 Opcionalmente, la mezcla (I) acuosa puede contener uno o más de lo siguiente: disolvente distinto de agua, base
- 55

que no haya reaccionado con BIT, BIT que no haya reaccionado con base, otros ingredientes y mezclas de los mismos.

La cantidad de base usada en la preparación de mezcla (I) acuosa es suficiente para llevar la mezcla a un valor de pH de 8,5 o mayor; más preferiblemente 11,0 o mayor. Preferiblemente, el pH de la mezcla (I) acuosa es 14 o menor.

BIT es proporcionada normalmente por el fabricante en la forma de una colección de partículas que son sólidas a 25°C. Las partículas en dicha colección, incluyendo partículas individuales, agregados y aglomerados oscilan en tamaño de 1 micrómetro a 500 micrómetros. Dicha colección normalmente contiene aproximadamente 85% de BIT y aproximadamente 15% de agua, en peso. Dicha colección parece ser un polvo, aunque con frecuencia (incluyendo en la presente memoria) se denomina una "pasta".

En la práctica de la presente invención, se puede usar BIT en cualquier forma en la preparación de la mezcla (I) acuosa. Esto es, cuando se desea preparar la mezcla (I) acuosa, una persona que pone en práctica la presente invención puede elegir empezar con BIT pura, con pasta de BIT, con una disolución de BIT en un disolvente, con una dispersión de BIT, con alguna otra forma de BIT o con una combinación de los mismos. Esto es, no importa la forma inicial de BIT, siempre que el resultado se cualifique como mezcla (I) acuosa como se define en la presente memoria. Por ejemplo, se puede añadir BIT en la forma de una pasta suministrada por el fabricante, directamente a agua o a una disolución de una base en agua. Preferiblemente, la pasta de BIT no es sometida a ningún procedimiento mecánico (tal como, por ejemplo, molienda) para reducir el tamaño de partícula previamente al uso en la preparación de mezcla (I) acuosa. Más preferiblemente, la pasta de BIT no es sometida a ningún procedimiento para reducir el tamaño de partícula previamente a su uso en la preparación de mezcla (I) acuosa.

En la práctica de la presente invención, cuando están presentes BIT y base capaz de reaccionar con BIT en un medio acuoso, la base reaccionará con BIT para formar una sal de BIT. Esa sal de BIT será soluble en el medio acuoso y llegará a ser una sal disuelta de BIT. En la presente memoria, cuando se menciona " BIT disuelta" o "BIT en disolución", se entiende que la especie disuelta es la sal de BIT.

En la presente memoria, cuando se menciona la "cantidad de BIT en disolución", la cantidad que se quiere decir es la cantidad de BIT neutra que se necesita para preparar la disolución. Por ejemplo, si se usaron 5 gramos de BIT neutra para preparar una disolución que tenía un peso total de 100 gramos, en la presente memoria la concentración de BIT en disolución se describiría como 5%.

La cantidad de BIT en la dispersión acuosa de la presente invención es, en peso basado en el peso de la dispersión acuosa, preferiblemente 1% o más; más preferiblemente 5% o más; más preferiblemente 10% o más. La cantidad de BIT en la dispersión acuosa de la presente invención es, en peso basado en el peso de dispersión acuosa, es preferiblemente 40% o menor; más preferiblemente 30% o menor.

Preferiblemente, la relación equivalente molar de base a BIT usada en la preparación de mezcla (I) acuosa es 0,8:1 o mayor; más preferiblemente 0,9:1 o mayor; más preferiblemente 0,95:1 o mayor; más preferiblemente 0,99:1 o mayor. Preferiblemente, la relación equivalente molar de base a BIT usada en la preparación de mezcla (I) acuosa es 5:1 o menor; más preferiblemente 3:1 o menor; más preferiblemente 1,5:1 o menor; más preferiblemente 1,2:1 o menor; más preferiblemente 1,1:1 o menor. Como se usa en la presente memoria, la relación equivalente molar de base a BIT es la relación de los moles de grupos alcalinos titulables usados en la preparación de mezcla (I) acuosa a los moles de BIT usados en la preparación de mezcla (I) acuosa. Por ejemplo, si se usa un compuesto alcalino monovalente (tal como, por ejemplo, un hidróxido alcalino), el número de moles de grupos alcalinos es el número de moles del compuesto alcalino monovalente. Para otro ejemplo, si se usa un compuesto alcalino divalente (tal como, por ejemplo, un compuesto con dos grupos hidróxido), el número de moles de grupos alcalinos es doble del número de moles del compuesto alcalino divalente.

El método de la presente invención incluye la etapa (b), que implica formar una mezcla (en la que "mezcla (II) acuosa") que contiene mezcla (I) acuosa opcionalmente uno o más espesantes y un ácido. El espesante puede ser añadido durante la formación de mezcla (I) acuosa o durante la formación de mezcla (II) acuosa. La mezcla II acuosa se puede preparar por combinación de los ingredientes por cualquier método que incluya la etapa (b1) que se realiza previamente a la etapa (b2). La etapa (b1) es la etapa para preparar una mezcla que contiene un espesante y que contiene mezcla (I) acuosa. Si la mezcla (I) acuosa ya contiene uno o más espesantes de la realización de la etapa (a), entonces se puede o no se puede añadir más espesante durante la realización de la etapa (b1). Dicho espesante adicional, si se añade, puede ser el mismo que, o diferente de, los espesantes usados en la realización de la etapa (a) o una mezcla de los mismos.

La etapa (b2) es la etapa para preparar una mezcla que contiene un ácido y que contiene mezcla (I) acuosa, donde la cantidad de ácido es suficiente para llevar la mezcla de ácido y mezcla (I) acuosa a pH de 1,5 a 7,5.

Entre las realizaciones baja-I, se añadirá uno o más espesantes a la composición durante la formación de mezcla (II) acuosa. Entre las realizaciones baja-I, se añade espesante a la mezcla (I) acuosa antes de que se añada ácido. Entre las realizaciones alta-I, si se añade espesante adicional durante la formación de mezcla (II) acuosa, se pueden combinar el espesante adicional, la mezcla (I) acuosa y el ácido en cualquier orden.

La etapa (b2) se realiza después de la etapa (b1), realizar la etapa (b2) implica combinar un ácido con la mezcla resultante de la etapa (b1).

5 En algunas realizaciones, se puede mezclar la mezcla (I) acuosa con ácido por adición de un volumen relativamente pequeño de mezcla (I) acuosa que tiene una concentración relativamente alta de sal disuelta de BIT en un volumen relativamente grande de una disolución acuosa de ácido. En dichas realizaciones, la concentración de BIT en la mezcla (I) acuosa es 5% o más; más preferiblemente 10% o más; preferiblemente 20% o más. En dichas realizaciones, el volumen de mezcla (I) acuosa es menor que el volumen de la disolución acuosa de ácido.

10 Es útil considerar la forma en la que existe espesante en el momento en que se mezcla con (es decir, se pone en contacto con) otros ingredientes de la composición de la presente invención. Esa forma puede ser cualquier forma, incluyendo, por ejemplo, espesante puro, una mezcla de espesante con otra composición, una disolución de espesante en un disolvente (trietilenglicol, por ejemplo), una dispersión de partículas de espesante en un medio líquido (medio acuoso, por ejemplo) o una mezcla de los mismos. De manera similar, es útil considerar la forma en que existe el ácido en el momento en que se mezcla con (es decir, se pone en contacto con) otros ingredientes. Esa forma puede ser cualquier forma, incluyendo, por ejemplo, ácido puro, una mezcla de ácido con otra composición, una disolución concentrada de ácido en un disolvente (agua, por ejemplo), una disolución diluida de ácido en un disolvente o una mezcla de los mismos.

20 Es adecuado cualquier espesante. Los espesantes adecuados incluyen, por ejemplo, polielectrolitos (incluyendo, por ejemplo, homopolímeros y copolímeros que incluyen unidades polimerizadas de ácido acrílico y/o ácido metacrílico), polisacáridos, éteres de celulosa, derivados de éteres de celulosa, gomas y mezclas de los mismos. Los espesantes preferidos no son sensibles al pH. Los espesantes preferidos son solubles en agua por un intervalo de valores de pH que se encuentra parcialmente o totalmente dentro del intervalo de pH de 1,5 a 10. Los espesantes preferidos son polisacáridos. Son preferidos los polisacáridos que tienen 50 o más unidades repetitivas; son más preferidas 75 o más unidades repetidas. Los polisacáridos preferidos son solubles en agua. Son polisacáridos preferidos: éteres de celulosa, derivados de éteres de celulosa, gomas y mezclas de los mismos.

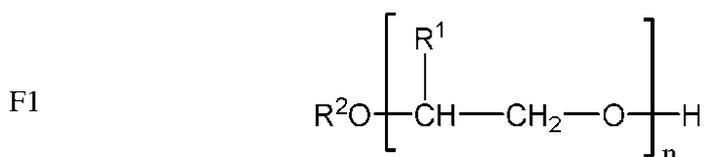
25 Los éteres de celulosa y sus derivados se preparan por alquilación de celulosa y, opcionalmente, modificación química adicional. Los éteres de celulosa preferidos y sus derivados son solubles en agua. Entre los éteres de celulosa y sus derivados, se prefieren hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa de sodio e hidroxipropilmetilcelulosa; es más preferido hidroxietilcelulosa.

30 Las gomas son polisacáridos producidos por sistemas biológicos. Las gomas pueden recibir o no tratamiento (por ejemplo, adición de uno o más compuestos químicos a la superficie de las partículas de goma). Las gomas preferidas son solubles en agua. Las gomas preferidas tienen peso molecular promedio ponderal de 500.000 o más; es más preferido 1 millón o más. La goma preferida es goma xantana.

Los polisacáridos más preferidos son hidroxietilcelulosa, goma xantana y mezclas de los mismos.

35 Cuando está presente uno o más polisacáridos, la cantidad preferida de polisacárido en la dispersión acuosa de la presente invención, en peso basado en el peso de la dispersión acuosa, es 0,3% o más; más preferiblemente 0,5% o más; más preferiblemente 0,6% o más. Independientemente, cuando está presente uno o más polisacáridos, la cantidad preferida de polisacárido en la dispersión acuosa de la presente invención, en peso basado en el peso de la dispersión acuosa, es 2% o menor; más preferiblemente 1,5% o menor; más preferiblemente 1% o menor. Cuando está presente un polisacárido, la cantidad óptima depende del polisacárido específico que se use y de la cantidad de BIT.

40 En algunas realizaciones, la dispersión acuosa de la presente invención contiene uno o más disolventes secundarios seleccionados de glicoles y éteres de glicol. Cuando está presente un disolvente secundario, se prefieren disolventes secundarios que tienen la fórmula F1:



45 donde n es 1 a 15; R¹ es hidrógeno o alquilo y R² es hidrógeno, alquilo, arilo, alquilo sustituido o arilo sustituido. Cuando R² es hidrógeno, el disolvente secundario es un glicol. Los disolventes secundarios preferidos son glicoles. Preferiblemente, R¹ es hidrógeno, metilo o etilo. Más preferiblemente, R es hidrógeno. Preferiblemente, n es 2 a 10. Cuando está presente un disolvente secundario, la cantidad preferida de disolvente secundario, en peso basado en el peso de la dispersión acuosa de la presente invención es 0,1% o más; más preferiblemente 0,5% o más; más preferiblemente 1% o más; más preferiblemente 2% o más. Cuando está presente un disolvente secundario, la cantidad preferida de disolvente secundario, en peso basado en el peso de la dispersión acuosa de la presente invención es 50% o menor; más preferiblemente 25% o menor; más preferiblemente 10% o menor; más preferiblemente 6% o menor. En algunas realizaciones que implican disolvente secundario, el disolvente secundario

- se mezcla con la mezcla (I) acuosa antes de que se mezcle el espesante con mezcla (I) acuosa o al mismo tiempo que se mezcla el espesante con mezcla (I) acuosa. En algunas realizaciones en que se usa disolvente secundario, se prepara una mezcla (en la presente memoria mezcla "2ST") de disolvente secundario y espesante y después se mezcla esa mezcla 2ST con otros ingredientes. Cuando se usa una mezcla 2ST, la cantidad de disolvente secundario, en peso basado en el peso de la dispersión acuosa de la presente invención, es preferiblemente 1% o más; más preferiblemente 2% o más. Cuando se usa una mezcla 2ST, la cantidad de disolvente secundario, en peso basado en el peso de la dispersión acuosa de la presente invención, es preferiblemente 8% o menor; más preferiblemente 6% o menor. Cuando se usa una mezcla 2ST, la mezcla 2ST también puede contener o no alguno o todos los ácidos usados en la etapa (b) de la presente invención.
- 5 El método de la presente invención implica formar una dispersión acuosa por un procedimiento que comprende mezclar ácido con una mezcla en la presente memoria denominada la "mezcla objetivo". La mezcla objetivo contiene mezcla (I) acuosa; la mezcla objetivo contiene un espesante.
- Cualquier ácido es adecuado si es capaz de disminuir el pH de una composición acuosa a la que se añade. El pK_a del ácido es preferiblemente 7 o menor; más preferiblemente 6 o menor; más preferiblemente 5 o menor.
- 15 Los ácidos adecuados son orgánicos o inorgánicos. Los ácidos adecuados incluyen ácidos orgánicos, ácidos inorgánicos, ácidos fosfóricos y ácidos sulfónicos. Son preferidos ácidos inorgánicos, ácidos carboxílicos orgánicos, poli(ácidos carboxílicos) orgánicos y ácidos sulfónicos orgánicos; son más preferidos ácidos inorgánicos y ácidos alquilcarboxílicos. Preferiblemente, el ácido está en la forma de una disolución del ácido en agua y esa disolución acuosa de ácido se añade a la mezcla objetivo.
- 20 Es útil considerar la velocidad con la que se añade ácido. La velocidad de adición se puede caracterizar por la unidad de velocidad del ácido ("uva") definida en la presente memoria como moles de ácido por minuto por kg de BIT (es decir, kg de BIT que está en mezcla objetivo previamente a la adición de ácido). Preferiblemente, la velocidad de adición de ácido es preferiblemente 1,0 uva o mayor; más preferiblemente 2 uva o mayor; más preferiblemente 5 uva o mayor; más preferiblemente 10 uva o mayor. Es aceptable usar una velocidad de adición de ácido que sea tan alta como sea posible, usando cualquier medio convencional para añadir ácido a mezcla objetivo.
- 25 La cantidad de ácido mezclada con mezcla objetivo lleva el pH a un valor de 1,5 a 7,5.
- Preferiblemente, mientras se está mezclando ácido con mezcla objetivo, se agita la mezcla de ácido y mezcla objetivo. Esto es, la mezcla se agita preferiblemente a medida que empieza el mezclado de ácido y mezcla objetivo y la agitación continúa preferiblemente a medida que se mezcla todo el ácido con toda la mezcla objetivo.
- 30 Preferiblemente, se realiza agitación por rotación de un impulsor en la mezcla de ácido y mezcla objetivo.
- Cuando se realiza agitación por rotación de un impulsor con una composición líquida, es útil caracterizar la agitación por la velocidad tangencial de la punta del impulsor.
- Preferiblemente, se realiza mezclado de ácido con mezcla objetivo mientras se realiza la agitación por rotación de un impulsor en la mezcla a una velocidad tangencial de la punta del impulsor de 600 mm/s o mayor; más preferiblemente 900 mm/s o mayor. Preferiblemente, se realiza mezclado de ácido con mezcla objetivo mientras se realiza agitación por rotación de un impulsor en la mezcla a una velocidad tangencial de la punta del impulsor de 6.500 mm/s o menor; más preferiblemente 5.000 mm/s o menor.
- 35 En la práctica de la presente invención, cuando se llevan BIT, agua y opcionalmente uno o más espesantes a formar una mezcla en la que el pH es 8,5 o mayor, se realiza el procedimiento de tal manera que se forme sal disuelta de BIT. En algunos casos, mezclar BIT, una base, agua y opcionalmente uno o más espesantes en las cantidades apropiadas dará como resultado una disolución de sal disuelta de BIT, sin la necesidad de aplicar calor a la mezcla. En algunos de dichos casos, la formación de la sal disuelta de BIT es un proceso exotérmico y la mezcla alcanza una temperatura por encima de la temperatura a la que se mezclan los componentes, incluso si no se aplica calor de una fuente externa. Si es necesario o no calor externo para la formación de sal disuelta de BIT está dentro del alcance de la presente invención aplicar calor a la mezcla de agua, base, BIT y opcionalmente uno o más espesantes durante la realización de la etapa (a). Típicamente, en el momento en que se completa la etapa (a) el resultado es la mezcla (I) acuosa, en la que se disuelve sal de BIT y la mezcla (I) acuosa puede estar a temperatura ambiente o puede estar a una temperatura por encima de la temperatura ambiente.
- 40 Algunos espesantes presentan una característica marcada en la presente memoria como "susceptible a alto pH." Dichos espesantes no se disuelven fácilmente en agua a pH de 8,5 o mayor. Cuando se añaden dichos espesantes a agua a pH de 8,5 o mayor, se forman grumos y se requiere agitación extensa para disolver los grumos. Un espesante que sea susceptible a alto pH puede ser o no sensible al pH. La goma xantana es normalmente susceptible a alto pH. Algunas calidades comerciales de goma xantana se tratan en un esfuerzo por hacer que la goma xantana no sea susceptible a alto pH. Las calidades de goma xantana que no son tratadas así son
- 55 susceptibles a alto pH.
- Cuando se usa un espesante que no es susceptible a alto pH, se prefiere añadir ese espesante a la composición durante la formación de mezcla (II) acuosa. Después de que se añade espesante, la viscosidad aumentada de la

composición requerirá energía aumentada para remover o agitar de otro modo la composición y así se desea añadir el espesante más adelante en el procedimiento (es decir, durante la formación de mezcla (II) acuosa). Cuando se usa un espesante que no es susceptible a alto pH y cuando ese espesante se añade a la composición durante la formación de mezcla (II) acuosa el espesante se añade a la composición mientras el pH es 8,5 o mayor; esto es, el espesante se añade a la composición previamente a añadir ácido.

Cuando se usa un espesante que es susceptible a alto pH, se prefiere practicar la presente invención en una realización alta-I. Cuando se usa un espesante que es susceptible a alto pH, es más preferido formar una mezcla de BIT, agua y dicho espesante a pH por debajo de 7,5, previamente a la etapa de añadir base durante la formación de mezcla (I) acuosa.

La mezcla (I) acuosa poseerá una temperatura de precipitación inherente. Es decir, si la temperatura de la mezcla (I) acuosa se tuviera que disminuir, se alcanzaría una temperatura (la temperatura de precipitación inherente) a la que algo de la sal de BIT ya no sería soluble y algo de la sal de BIT precipitaría. Si se tiene que bajar la mezcla (I) acuosa al punto de congelación de la mezcla (I) acuosa sin que se produzca precipitación de sal de BIT, entonces el punto de congelación de la mezcla (I) acuosa se consideraría que es la temperatura de precipitación inherente. La temperatura de precipitación inherente es una propiedad de la mezcla (I) acuosa y depende, entre otras variables, del tipo de base, la concentración de BIT y/o la concentración de sal disuelta de BIT.

En algunas realizaciones, se prepara una mezcla (I) acuosa que presenta una temperatura de precipitación inherente que es mayor que la temperatura ambiente. Es posible, usando los métodos de la presente invención, preparar una dispersión acuosa a una cierta concentración de BIT que exista y sea estable a temperatura ambiente, incluso aunque la mezcla (I) acuosa a esa concentración de BIT presente temperatura de precipitación inherente que esté por encima de la temperatura ambiente. Dicha dispersión acuosa se prepararía como sigue. La mezcla (I) acuosa se prepara realizando la etapa (a), aplicando calor si es necesario a la mezcla. A la conclusión de la etapa (a), se disuelve la BIT y la mezcla (I) acuosa está a una temperatura por encima de la temperatura de precipitación inherente. Después, por aplicación de calor a la composición como sea necesario, la composición se mantiene a una temperatura por encima de la temperatura de precipitación inherente durante la realización de la etapa (b). A la conclusión de la etapa (b), se ha precipitado la BIT y se ha formado una dispersión acuosa, así la temperatura de precipitación inherente de la mezcla (I) acuosa ya no es relevante, debido a que ya no existe la mezcla (I) acuosa. La dispersión acuosa se puede enfriar entonces a temperatura ambiente y la dispersión acuosa será estable a temperatura ambiente.

Se consideran realizaciones en las que la etapa (b1) y la etapa (b2) se realizan a 20°C a 60°C.

Es útil considerar que una sal que tenga la composición de la sal que se formaría a partir de la reacción de neutralización entre una base usada en la etapa (a) y un ácido usado en la etapa (b). Se considera que una o más de dichas sales se formará realizando el procedimiento de la presente invención. Dicha sal formada por el procedimiento de la presente invención se marca en la presente memoria como "sal de neutralización del procedimiento". Se considera que se formará más de una sal de neutralización del procedimiento si se usa más de una base en la etapa (b); o si se usa más de un ácido en la etapa (b) o si se usa más de una base en la etapa (a) y si se usa más de un ácido en la etapa (b). En algunas realizaciones, precipitará una o más sales de neutralización del procedimiento y no se considerará en la presente memoria que estén contenidas en la dispersión acuosa. En realizaciones preferidas, quedarán disueltas o dispersadas una o más sales de neutralización del procedimiento en la dispersión acuosa de la presente invención y se considera que estas sales en la presente memoria están contenidas en la dispersión acuosa. Más preferiblemente, todas las sales de neutralización del procedimiento quedarán disueltas o dispersadas en la dispersión acuosa de la presente invención.

La cantidad total de todas las sales de neutralización del procedimiento contenidas en la dispersión acuosa de la presente invención se pueden caracterizar por la proporción del número total de equivalentes de todas las sales de neutralización del procedimiento contenidas en la dispersión acuosa al número de equivalentes de BIT. Preferiblemente, esa relación es 0,3:1 o mayor; más preferiblemente 0,5:1 o mayor; más preferiblemente 0,8:1 o mayor; más preferiblemente 0,9:1 o mayor; más preferiblemente 0,95:1 o mayor; más preferiblemente 0,99:1 o mayor. Preferiblemente, esa relación es 5:1 o menor; más preferiblemente 3:1 o menor; más preferiblemente 1,5:1 o menor; más preferiblemente 1,2:1 o menor; más preferiblemente 1,1:1 o menor.

La viscosidad de la dispersión acuosa de la presente invención se puede caracterizar por unidades Krebs (UK), que es el resultado de mediciones de viscosidad usando un viscosímetro Stormer como se define en ASTM D562-10 (ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, USA). Preferiblemente, la viscosidad de la dispersión acuosa de la presente invención es 50 UK o mayor; más preferiblemente 60 UK o mayor; más preferiblemente 65 UK o mayor. Preferiblemente, la viscosidad de la dispersión acuosa de la presente invención es 100 UK o menor; más preferiblemente 90 UK o menor; más preferiblemente 80 UK o menor.

La distribución de tamaño de partícula de las partículas de BIT en la dispersión acuosa de la presente invención se mide por dispersión de luz láser. Un aparato adecuado para dichas mediciones es el analizador de tamaño de partícula Cilas, Número de Modelo 1064LD, Número de Serie Rev. 1.02 (Tamaño de Partícula Cilas, Madison, WI,

USA). Una manera de valorar la distribución de tamaño de partícula es D99, que es el diámetro de partícula más pequeño que puede ser elegido así que 99% o más de la masa de las partículas de BIT, basado en la masa de todas las partículas de BIT en la dispersión acuosa, tenga un diámetro de partícula igual a o menor que D99.

5 D99 es 75 micrómetros o más pequeño; preferiblemente 60 micrómetros o más pequeño; más preferiblemente 55 micrómetros o más pequeño; más preferiblemente 50 micrómetros o más pequeño; más preferiblemente 45 micrómetros o más pequeño; más preferiblemente 40 micrómetros o más pequeño. Preferiblemente, D99 es 1 micrómetro o mayor; más preferiblemente 5 micrómetros o mayor; más preferiblemente 10 micrómetros o mayor.

10 La dispersión acuosa de la presente invención presenta medio líquido continuo que es 20% o más agua, en peso basado en el peso del medio líquido continuo. Preferiblemente, la cantidad de agua en el medio líquido continuo es, en peso basado en el peso del medio líquido continuo, 50% o más; más preferiblemente 75% o más; más preferiblemente 85% o más; más preferiblemente 95% o más. En algunas realizaciones, la dispersión acuosa de la presente invención contiene uno o más "disolventes adicionales" (es decir, un disolvente que no es agua y que no es ninguno de los disolventes secundarios descritos en la presente memoria anteriormente). La cantidad de todo disolvente adicional, en peso basado en el peso del medio líquido continuo, es preferiblemente 0% a 50%; más
15 preferiblemente 0% a 20%; más preferiblemente 0% a 10%; más preferiblemente 0% a 5%.

20 Algunas composiciones de la presente invención contienen, además de BIT, uno o más biocidas adicionales. Los biocidas adicionales (es decir, biocidas distintos de BIT) se pueden elegir, por ejemplo, de derivados de 3-isotiazolona distinto de BIT, biocidas que liberan formaldehído, aldehídos, biocidas a base de urea, biocidas de amonio cuaternario, biocidas fenólicos, biocidas que contienen halógeno, biocidas organometálicos, biocidas de organoazufre, biocidas heterocíclicos, biocidas de biguanida, otros biocidas que contienen nitrógeno, biocidas de alcohol y mezclas de los mismos. Cuando está presente uno o más biocidas adicionales, los biocidas adicionales preferidos son biocidas que pueden disolverse o dispersarse en el medio acuoso de la presente invención. Cuando está presente uno o más biocidas adicionales, los biocidas adicionales preferidos son biocidas que son estables (es decir, que retienen actividad biocida cuando se almacenan durante 2 semanas o más a temperatura ambiente) en
25 agua por un intervalo de pH (en la presente memoria el "intervalo de estabilidad"), donde algo o todo de ese intervalo de estabilidad se encuentra en el intervalo de pH de 1,5 a 7,5; se considera que dichos biocidas serán estables en la dispersión acuosa de la presente invención. Algunos biocidas adicionales adecuados son solubles en agua. Algunos biocidas adicionales adecuados solubles en agua son, por ejemplo, derivados solubles en agua de 3-isotiazolona. Los biocidas adicionales adecuados solubles en agua incluyen, por ejemplo, 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona (CMI), 2-metil-4-isotiazolin-3-ona (MI), bronopol, Dimetilol Dimetil Hidantoína (DMDMH), etilendioxidimetanol (EDDM), glutaraldehído, glioxal, Tetrahidro-1,3,4,6-tetraquis(hidroxiometil)imidazo(4,5-d)imidazol-2,5(1H,3H)-diona (Número de Registro CAS 5395-50-6, también denominado tetrametilolacetileno diurea o TMDU) y mezclas de los
30 mismos.

35 Cuando se usa uno o más biocidas adicionales solubles en agua, se considera cualquier cantidad de biocida solubles en agua por encima de cero. Cuando se usa uno o más biocidas adicionales solubles en agua, la cantidad preferida de biocida adicional soluble en agua es, en peso basado en el peso de la dispersión acuosa, 0,3% o más; es más preferido 1% o más; es más preferido 2% o más; es más preferido 5% o más. Independientemente, cuando se usa uno o más biocidas adicionales solubles en agua, la cantidad preferida de biocida adicional soluble en agua es, en peso basado en el peso de la dispersión acuosa, 25% o menor; es más preferido 15% o menor; es más
40 preferido 12% o menor; es más preferido 10% o menor. Cuando se incluye CMI o una mezcla de CMI y MI, la cantidad preferida de CMI o de la mezcla de CMI y MI es 0,3% a 2% en peso basado en el peso de la dispersión acuosa.

45 En algunas de las realizaciones en las que se usa uno o más biocidas adicionales solubles en agua, uno o más de los biocidas adicionales solubles en agua puede ser sensible al pH de la composición. Esto es, a pH por encima de 5, tales biocidas llegan a ser cada vez más inestables a medida que se eleva el pH. En dichas realizaciones, el pH es preferiblemente 7,5 o menor; más preferiblemente 6,0 o menor; más preferiblemente 5,0 o menor.

50 En algunas realizaciones, la composición contiene, además de BIT, uno o más biocidas que no son solubles en agua. Los biocidas adecuados que no son BIT y que no son solubles en agua incluyen, por ejemplo, 2-n-octil-4-isotiazolin-3-ona (OIT), butilcarbamato de yodopropinilo (IPBC, por sus siglas en inglés) y orto-fenilfenol (OPP, por sus siglas en inglés). Por ejemplo, puede estar presente uno o más biocidas distintos de BIT en la forma de gotitas líquidas dispersadas o partículas sólidas dispersadas. Entre tales realizaciones, la cantidad preferida de biocida que no es BIT y que no es soluble en agua es 15% o menos en peso basado en el peso de la composición.

55 Si cualquier biocida está o no está presente además de BIT, la cantidad preferida de biocida total (es decir, la suma de las cantidades de todos los biocidas) en la composición de la presente invención es, en peso basado en el peso de la composición de la presente invención, 1% o más; más preferiblemente 2% o más; más preferiblemente 5% o más. Si está o no presente algún biocida además de BIT, la cantidad preferida de biocida total (es decir, la suma de las cantidades de todos los biocidas) en la composición de la presente invención es, en peso basado en el peso de la composición de la presente invención, 50% o menos; más preferiblemente 35% o menos; más preferiblemente 25% o menos.

Si está presente cualquier biocida adicional en la dispersión acuosa de la presente invención, el biocida adicional se puede añadir en cualquier punto del procedimiento de la presente invención. Por ejemplo, se puede añadir a agua un biocida adicional soluble en agua previamente al comienzo del procedimiento de la presente invención o se puede añadir a la disolución o mezcla apropiada antes, durante o después de cualquiera de la etapa (a) o la etapa (b). Si se usa un biocida adicional soluble en agua que sea sensible al pH (como se definió en la presente memoria anteriormente), se prefiere que dicho biocida adicional se añada después de la etapa (b).

En algunas realizaciones, se incluye uno o más adyuvantes (es decir, ingredientes distintos de los discutidos en la presente memoria anteriormente) en la dispersión acuosa de la presente invención. Los adyuvantes adecuados incluyen, por ejemplo, tensioactivos, agentes humectantes, dispersantes, quelantes, cargas, antiespumantes y mezclas de los mismos. Las cargas son polvos de mineral tales como, por ejemplo, dióxido de titanio y arcilla.

Ejemplos de la presente invención.

En los siguientes ejemplos se realizan las operaciones a aproximadamente 23°C a menos que se indique de otro modo. Se usó pasta de BIT sin ninguna molienda u otro proceso mecánico para reducir el tamaño de partícula.

En algunos de los siguientes Ejemplos, se realizó el "Protocolo 1". Partes del Protocolo 1 siguen las etapas del método de la presente invención, pero se realizaron otras partes del Protocolo 1 para determinar ciertas características de las composiciones que se estudian. Esas características proporcionan información acerca de qué mezclas se pueden o no usar en el método de la presente invención.

"Protocolo 1" significa lo siguiente: Se formó una mezcla (en la presente memoria "mezcla 1") como sigue: se mezclaron 151,18 g de pasta de BIT (concentración 83% a 85% de BIT en peso basado en el peso de la pasta) con disolución alcalina y con agua. Se eligió la cantidad de disolución alcalina para que tuviera una relación de equivalentes de 1:1 con BIT y se eligió la cantidad de agua para hacer que la Mezcla 1 tuviera la concentración deseada de BIT. En algunos casos, el procedimiento de mezcla de los ingredientes de la Mezcla 1 es exotérmico; en tales casos, el pico de temperatura alcanzado por la mezcla se registró como el "pico exotérmico". De esa mezcla, se usó una muestra de 100 g (en la presente memoria el "lote de ensayo 1"). Si no se disolvía algo o todo de la BIT, se calentó el lote de ensayo 1 (hasta un máximo de 61°C) y si había una temperatura de 61°C o por debajo a la cual se disolvía toda la BIT, se registraba esa temperatura como la "temperatura de disolución". Si se disolvía toda la BIT a temperatura normal, la temperatura de la disolución se toma en la presente memoria que es 23°C. Después, se observó la temperatura de precipitación inherente por enfriamiento del lote de ensayo 1 a 0°C o a un punto al que precipitaba BIT, si la temperatura es mayor. Después, se calentó el lote 1 de ensayo a una temperatura (en la presente memoria "T2") a o por encima de la temperatura de la disolución; mientras que la disolución estaba a la temperatura T2, se añadió espesante y se añadió disolución ácida.

En algunos de los Ejemplos a continuación, se realizó repetidamente el Protocolo 1, usando varias disoluciones alcalinas y varias concentraciones de BIT. El fin de estas realizaciones repetidas del Protocolo 1 fue responder a la siguiente pregunta: "Mientras se use una disolución alcalina específica y se usen temperaturas entre aproximadamente 23°C y aproximadamente 60°C, cuando se prepara la mezcla (I) acuosa, ¿qué intervalo de concentración de BIT es posible?"

"Protocolo 2" significa lo siguiente. El tamaño de lote fue 1 kg, en un vaso de precipitados de 3 litros hecho de polipropileno. Se realizó agitación con un impulsor Viscojet™ de 120 mm de diámetro, velocidad de rotación aproximadamente 63 rad/s (600 rpm) (la velocidad tangencial de la punta del impulsor fue 3,77 m/s). Se formó la mezcla (I) acuosa (BIT disuelta en agua que también contenía una base), usando relación equivalente molar de base a BIT de 0,94 a 1,02. El espesante era goma xantana (en la presente memoria "Xantana"). El glicol, si se usa, era trietilenglicol ("TEG"), que presenta la fórmula HO-(CH₂-O)₃-H. Cuando se usó glicol, se mezcló con goma Xantana y después la mezcla de glicol y goma Xantana se añadió a la disolución de sal de BIT. La disolución ácida usada fue HCl, concentrada ("HCl conc.," HCl del 34% en peso, basado en el peso de la disolución ácida) o diluida ("HCl dil.," 1:1 de agua a ácido concentrado, en peso). Después se añadió espesante y a veces glicol; se añadió entonces ácido para formar la dispersión acuosa. Se midieron el pH y la viscosidad de la dispersión acuosa. También, se ensayó la estabilidad de la dispersión acuosa usando una centrífuga Heraeus Megafuge™ 16, durante 15 minutos a 1.650 rcf (fuerza centrífuga relativa). La cantidad de sedimento se indica como el volumen de sedimento del tubo de centrífuga, como un porcentaje del volumen total de material en el tubo de centrífuga. Se midió la distribución de tamaño de partícula con el dispositivo Cilas descrito en la presente memoria anteriormente.

El fin del Protocolo 2 fue seguir el método de la presente invención y caracterizar la dispersión acuosa resultante.

En las tablas siguientes, si se deja en blanco una cantidad de un ingrediente, no se usó ese ingrediente. Si se deja en blanco un resultado para una medición, no se realizó la medición. La anotación "nd" significa no determinado.

Ejemplo 1: Solubilidad de BIT en una disolución de NaOH.

Se realizó el Protocolo 1. La disolución alcalina fue NaOH (50% en peso NaOH, basado en el peso de la disolución de NaOH).

Lote N°	37a	37c	37d	37e	37g	37h	37i	37k
% BIT ⁽¹⁾	5	10	12,5	15	20	25	30	40
Pico Exoterma (°C)	nd	nd	27,9	nd	36,5	35,8	35,7	nd
pH de mezcla 1	12,2	9,2	9,8	10,1	9,02	9,02	9,01	ne
Temp. Disolución (°C)	23	23	27,9	<38	35,7	46	46	61
Temp. Precipitación Inherente (°C)	-4,2	14,9	23,2	28,0	35,3	39,9	39,9	56,3

Nota (1): % BIT en peso, basado en el peso de la composición.

- 5 Como muestran los lotes del Ejemplo 1, usando NaOH, el intervalo de concentración de BIT es de 5% a 40% en peso de BIT basado en el peso de mezcla (l) acuosa. Se considera que el Ejemplo 1 soporta la conclusión de que el método de la presente invención se podía poner en práctica usando concentraciones de BIT de 5% a 40%, debido a que, por ese intervalo de concentración, es posible preparar la mezcla (l) acuosa a una temperatura de aproximadamente 60°C o menor y en cada lote la temperatura de la disolución era mayor que la temperatura de precipitación inherente. Se considera además que también se podían usar concentraciones menores de BIT (por ej., 1% a 5%).

Ejemplo 2: Solubilidad de BIT en disolución de KOH.

- 10 Se realizó el Protocolo 1. La disolución alcalina fue KOH (50% en peso de KOH, basado en el peso de la disolución de KOH).

Lote N°	38a	38c	38d	38e	38g	38h	38i	38k
% BIT ⁽¹⁾	5	10	12,5	15	20	25	30	40
Pico Exoterma (°C)	22,6	25,6	25,9	26,9	29,5	33,4	38,2	nd
pH de mezcla 1	8,9	12,5	12,3	12,0	12,7	13,0	12,6	nd
Temp. Disolución (°C)	23	23	23	23	29,5	48	45,2	68
Temp. Precipitación Inherente (°C)	<-3	5	11	15	26	30	40	59

Nota (1): % BIT en peso, basado en el peso de la composición.

- 15 Como muestran los lotes del Ejemplo 2, usando KOH, el intervalo de concentración de BIT es de 5% a 40% en peso de BIT basado en el peso de mezcla (l) acuosa. Se considera además que también se podían usar concentraciones menores de BIT (por ej., 1% a 5%).

Ejemplo 3: Solubilidad de BIT en disolución de mono-etanolamina.

Se realizó el Protocolo 1. La disolución alcalina fue mono-etanolamina (pura).

Lote N°	39a
% BIT ⁽¹⁾	5
Pico Exoterma (°C)	24,8
pH de mezcla 1	9,1
Temp. Disolución (°C)	58,5
Temp. Precipitación Inherente (°C)	62,5

Nota (1): % BIT en peso, basado en el peso de la composición.

- 5 El lote en el Ejemplo 3 muestra que, usando mono-etanolamina, el intervalo de concentración de BIT incluye 5%. Se considera que, debido a que la temperatura de la disolución de BIT al 5% en disolución de mono-etanolamina estaba por encima de 60°C, mayores concentraciones de BIT requerirían temperaturas de disolución muy por encima de 60°C.

Ejemplo 4: Solubilidad de BIT en disolución de diaminoetano.

Se realizó el Protocolo 1. La disolución alcalina fue diaminoetano (puro).

Lote N°	40a
% BIT ⁽¹⁾	5
Pico Exoterma (°C)	22,6
pH de mezcla 1	8,6
Temp. Disolución (°C)	70
Temp. Precipitación Inherente (°C)	56,6

Nota (1): % BIT en peso, basado en el peso de la composición.

- 10 El lote en el Ejemplo 4 muestra que, usando diaminoetano, el intervalo de concentración de BIT incluye 5%. Se considera que, debido a que la temperatura de disolución de BIT al 5% en disolución de diaminoetano era próxima a 60°C, mayores concentraciones de BIT requerirían temperaturas de disolución muy por encima de 60°C.

Ejemplo 5: Solubilidad de BIT en disolución de amoníaco.

- 15 Se realizó el Protocolo 1. La disolución alcalina fue amoníaco (amoníaco al 25% en peso en agua, basado en el peso de la disolución alcalina).

Lote N°	40a
% BIT ⁽¹⁾	5
Pico Exoterma (°C)	22,9
pH de mezcla 1	9,3
Temp. Disolución (°C)	63
Temp. Precipitación Inherente (°C)	59,3

Nota (1): % BIT en peso, basado en el peso de la composición.

- 20 El lote en el Ejemplo 4 muestra que, usando amoníaco, el intervalo de concentración de BIT incluye 5%. Se considera que, debido a que la temperatura de la disolución de BIT al 5% en disolución de amoníaco estaba por encima de 60°C, mayores concentraciones de BIT requerirían temperaturas de la disolución muy por encima de 60 °C.

ES 2 589 791 T3

Ejemplo 6: Solubilidad de BIT en disolución de LiOH.

Se realizó el Protocolo 1. La disolución alcalina fue LiOH (sólido puro).

Lote N°	42a	42c	42e	42g	42h	42i	42k
% BIT ⁽¹⁾	5	10	15	20	25	30	40
Pico Exoterma (°C)	23,7	26,0	28,9	31,8	35,9	38,5	nd
pH de mezcla 1	11,6	11,4	11,3	11,5	11,4	11,4	nd
Temp. Disolución (°C)	23	23	23	nd	36	47	>90
Temp. Precipitación Inherente (°C)	nd	-2,8	13,	19,8	>24,6	30,3	nd

Nota (1): % BIT en peso, basado en el peso de la composición.

- 5 Como muestran los lotes del Ejemplo 6, usando LiOH, el intervalo de concentración de BIT es de 5% a 30% en peso de BIT basado en el peso de mezcla (l) acuosa. Se considera además que también se podían usar concentraciones menores de BIT (por ej., 1% a 5%). Se considera que se podía usar BIT al 40% si se hubiera usado disolución de LiOH en vez de sólido puro de LiOH.

Ejemplo 7 : BIT al 5%, NaOH, HCl, Xantana antes de ácido.

- 10 Se siguió el Protocolo 2. La cantidad de BIT fue 5% en peso, basado en el peso del lote. La disolución alcalina fue NaOH (50% en peso de NaOH, basado en el peso de la disolución alcalina).

Lote N°	43b	43c	43d	43e	43f ⁽⁸⁾	43g ⁽⁸⁾	43h	43i	43k
Xantana ⁽²⁾ (%)	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
TEG ⁽²⁾ (%)							4	4	4 ⁽⁷⁾
HCl dil. (g)	78			78		78	78,9		
HCl conc. (g)		39	39		39			40,6	40,2
proporción HCl ⁽³⁾	1,42	31,17	12,5	6,4	43,6	1,4	1,3	14,2	13,6
pH	6,4	6,5	5,7	4,9	4,8	4,9	7,3	6,7	6,7
viscosidad (UK)	68	68	69	68	70	68	68	70	68
Sedimento ⁽⁴⁾	0	0	0	0	0	0	0	0	12
Media PS ⁽⁵⁾	9,8	9,0	9,1	11,1	13,0	12,4	12,6	12,4	25,8
D99 ⁽⁶⁾	30	23	23	30	30	36	36	30	71

Nota (2): % en peso basado en el peso del lote.

Nota (3): proporción de adición de ácido en mol de ácido por minuto por kg de BIT.

Nota (4): después de centrifugación, % en peso basado en BIT total en tubo de centrifuga.

Nota (5): Tamaño de Partícula, diámetro promedio en peso, micrómetros.

- 15 Nota (6): Tamaño de Partícula en micrómetros, por debajo del cual son 99% de todas las partículas sólidas de BIT.

Nota (7): también contenía 0,5% de Imbentín C/91/025 (dispersante de Dr. Kolb Company), en peso basado en el peso del lote.

Nota (8): Agitar a 19 rad/s (185 rpm) (todos los demás a 63 rad/s (600 rpm)).

Nota (13): véase el Ejemplo 17 para definiciones de "HCl2" y Lote 48e.

ES 2 589 791 T3

- 5 Todas las dispersiones hechas en el Ejemplo 7 eran aceptables. Los números de lote 43f y 43g muestran que la agitación más lenta proporcionaba partículas algo mayores. El número de lote 43k mostró que la adición de dispersante Imbentin C/91/025 conducía a partículas mayores (se considera que otros dispersantes pueden presentar diferentes efectos en el procedimiento). En estos lotes, se añadió espesante antes de ácido, y en estos lotes, la velocidad de adición de ácido no tiene un efecto grande.

Ejemplo 8 (Comparativo): BIT al 5%, NaOH, HCl, ácido antes de Xantana.

Se usó el Protocolo 2, excepto que se añadió ácido antes de la Xantana.

Lote N°	44b	44c	44d	44e	44f
Xantana ⁽²⁾ (%)	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
TEG ⁽²⁾ (%)	0	0	0	0	0
HCl dil. (g)	78			78	78
HCl conc. (g)		39	39		
Proporción HCl ⁽³⁾	1,4	31,2	14,15	1,5	6,4
pH	4,5	nd	6,3	4,1	4,7
viscosidad (UK)	71	73	73	74	75
Sedimento ⁽⁴⁾	15	0	0	15	0
Media PS ⁽⁵⁾	29,1	14,4	16,0	29,9	15,3
D99 ⁽⁶⁾	90	56	71	90	45

Notas (2) - (6): igual que en el Ejemplo 7

- 10 Los lotes con proporción de adición de ácido menor que 2 uva proporcionaron dispersiones con sedimento indeseable y con D99 mayor de lo deseado. Los otros lotes no presentaron sedimento, como se deseaba, y tenían tamaño de partícula algo más pequeño. Esto es, cuando se añadió ácido previamente al espesante, fue preferible añadir el ácido relativamente rápidamente. La muestra en la que la proporción de adición de ácido fue 6,4 uva, también se diluyó el ácido previamente a la adición a mezcla (I) acuosa; se considera que la combinación de ácido diluido y adición rápida conduce a bajo sedimento y tamaño de partícula pequeño.

- 15 Ejemplo 9: BIT al 20%, NaOH, HCl, Xantana antes de ácido.

Se usó el Protocolo 2, excepto que el tamaño de lote fue 1 kg. La cantidad de BIT fue 20% en peso, basado en el peso del lote. La disolución alcalina fue NaOH (50% en peso de NaOH, basado en el peso de la disolución alcalina).

Lote N°	45a	45b	45c
Xantana ⁽²⁾ (%)	0,9	0,9	0,9
TEG ⁽²⁾ (%)	0	0	0
HCl dil. (g)	297	272	
HCl conc. (g)			136
Proporción HCl ⁽³⁾	0,35	0,35	10,6
pH	7,1	8,5	8,54
viscosidad (UK)	90	93	100
Sedimento ⁽⁴⁾	0	0	0
Media PS ⁽⁵⁾	17,3	15,2	14,7
D99 ⁽⁶⁾	56	45	45

Nota (2) - (6): igual que en el Ejemplo 7

ES 2 589 791 T3

Los lotes producidos en el Ejemplo 9 eran aceptables, aunque las partículas eran más grandes de lo deseado. El método de la presente invención opera adecuadamente a concentración de BIT del 20%.

Ejemplo 10 (Comparativo): BIT al 20%, NaOH, HCl, ácido antes de Xantana.

- 5 Se siguió el Protocolo 2, excepto que el tamaño de lote fue 1 kg y se añadió el ácido para formar la dispersión acuosa antes de que se añadiera el espesante. La cantidad de BIT fue 20% en peso, basado en el peso del lote. La disolución alcalina fue NaOH (50% en peso de NaOH, basado en el peso de la disolución alcalina).

Lote N°	46a	46b	46c
Xantana ⁽²⁾ (%)	0,9	0,9	0,9
TEG ⁽²⁾ (%)	0	0	0
HCl dil. (g)	297		
HCl conc. (g)		142	142
Proporción HCl ⁽³⁾	0,38	3,26	11,4
pH	8,5	8,5	8,6
viscosidad (UK)	92	99	101
Sedimento ⁽⁴⁾	35	0	0
Media PS ⁽⁵⁾	49,3	33,4	28,0
D99 ⁽⁶⁾	140	90	90

Nota (2) - (6): igual que en el Ejemplo 7

- 10 Los lotes 46b y 46c fueron dispersiones aceptables, aunque las partículas eran mayores de lo deseado. El lote 46a (que usó una velocidad muy baja de adición de ácido) presentó D99 demasiado grande y demasiado sedimento para que fuera aceptable. Se considera que la viscosidad relativamente alta contribuyó a la estabilidad (es decir, ausencia de sedimento) en los Lotes 46b y 46c.

Ejemplo 11: BIT al 5%, NaOH, HCl, cantidad variable de Xantana.

Se siguió el Protocolo 2. La cantidad de BIT fue 5% en peso, basado en el peso del lote. La disolución alcalina fue NaOH (50% en peso de NaOH, basado en el peso de la disolución alcalina).

Lote N°	47a	47b	48a	48b
Xantana ⁽²⁾ (%)	0,3	0,3	0,6	0,6
TEG ⁽²⁾ (%)				
HCl dil. (g)	78		78	
HCl conc. (g)		39		39
Proporción HCl ⁽³⁾	1,4	13,2	1,4	12,1
pH	7,2	7,4	7,0	7,2
viscosidad (UK)	53	52	58	58
Sedimento ⁽⁴⁾⁽⁹⁾	13	13	0	0
Media PS ⁽⁵⁾	12,9	11,2	10,6	9,7
D99 ⁽⁶⁾	36	30	30	30

- 15 Nota (2) - (6): igual que en el Ejemplo 7

Todos los lotes en el Ejemplo 11 presentaron tamaño de partícula aceptable. Las muestras con cantidad mayor de goma xantana no presentaron sedimento, que es más deseable.

ES 2 589 791 T3

Ejemplo 12: BIT al 5%, NaOH, diferentes ácidos.

Se siguió el Protocolo 2. La cantidad de BIT fue 5% en peso, basado en el peso del lote. La disolución alcalina fue NaOH (50% en peso de NaOH, basado en el peso de la disolución alcalina). El ácido fue ácido acético o ácido fórmico.

Lote N°	49a	49b
Xantana ⁽²⁾ (%)	0,9	0,9
TEG ⁽²⁾ (%)	0	0
Ácido acético (g)	19,1	
Ácido fórmico (g)		17,2
Proporción ácido ⁽³⁾	0,92	1,07
pH	7,4	7,3
viscosidad (UK)	70	69
Sedimento ⁽⁴⁾⁽⁹⁾	0	0
Media PS ⁽⁵⁾	10,2	11,2
D99 ⁽⁶⁾	30	36

5 Nota (2) - (6): igual que en el Ejemplo 7

Nota (9): Método de centrifuga: 3x 5 min a 1.650 rcf

Las dos muestras en el Ejemplo 12 fueron aceptables, que muestra que el método de la presente invención se puede practicar usando ácidos orgánicos.

Ejemplo 13: BIT al 10%, NaOH, HCl, Xantana antes de ácido.

10 Se siguió el Protocolo 2. La cantidad de BIT fue 10% en peso, basado en el peso del lote. La disolución alcalina fue NaOH (50% en peso de NaOH, basado en el peso de la disolución alcalina).

Lote N°	50a	50b
Xantana ⁽²⁾ (%)	0,9	0,9
TEG ⁽²⁾ (%)		
HCl dil. (g)	156	
HCl conc. (g)		78
Proporción HCl ⁽³⁾	1,4	13,9
pH	7,0	6,7
viscosidad (UK)	75	76
Sedimento ⁽⁴⁾⁽⁹⁾	0	0
Media PS ⁽⁵⁾	12,9	13,4
D99 ⁽⁶⁾	45	36

Nota (2) - (6): igual que en el Ejemplo 7

Las dos muestras en el Ejemplo 13 fueron aceptables, que muestra que el método de la presente invención se puede practicar usando BIT al 10%.

15 Ejemplo 14: BIT a % variable, KOH, HCl, Xantana antes de ácido.

Se siguió el Protocolo 2. La cantidad de BIT fue 5% o 10% en peso, basado en el peso del lote. La disolución

alcalina fue KOH (50% en peso de KOH, basado en el peso de la disolución alcalina).

Lote N°	51a	51b	51c	51d
BIT (%)	5	5	10	10
Xantana ⁽²⁾ (%)	0,9	0,9	0,9	0,9
TEG ⁽²⁾ (%)				
HCl dil. (g)	84,7		156,8	
HCl conc. (g)		39,5		78,6
Proporción HCl ⁽³⁾	1,3	14,7	0,66	6,5
pH	7,0	6,9	7,2	7,1
viscosidad (UK)	68	68	74	74
Sedimento ⁽⁴⁾	0	0	0	0
Media PS ⁽⁵⁾	10,2	10,2	9,8	10,2
D99 ⁽⁶⁾	30	30	36	20

Nota (2) - (6): igual que en el Ejemplo 7

5 Las dos muestras en el Ejemplo 14 fueron aceptables, que muestra que el método de la presente invención se puede practicar usando KOH. Las dos muestras con la velocidad de adición de ácido más lenta también usaron ácido diluido y las dispersiones resultantes fueron aceptables.

Ejemplo 15: BIT a 5%, LiOH, HCl, Xantana antes de precipitación.

Se siguió el Protocolo 2. La cantidad de BIT fue 5% en peso, basado en el peso del lote. La disolución alcalina fue LiOH (añadido como un sólido puro).

Lote N°	52a	52b
Xantana ⁽²⁾ (%)	0,9	0,9
TEG ⁽²⁾ (%)		
HCl dil. (g)	78	
HCl conc. (g)		39,5
Proporción HCl ⁽³⁾	1,3	11,9
pH	6,5	6,6
viscosidad (UK)	67	70
Sedimento ⁽⁴⁾⁽⁹⁾	0	0
Media PS ⁽⁵⁾	10,8	11,2
D99 ⁽⁶⁾	30	30

Nota (2) - (6): igual que en el Ejemplo 7

10 Las dos muestras en el Ejemplo 15 fueron aceptables, que muestra que el método de la presente invención se puede practicar usando LiOH.

Ejemplo 16: BIT a 5%, NaOH, HCl, espesante no Xantana antes de ácido.

15 Se siguió el Protocolo 2. La cantidad de BIT fue 5% en peso, basado en el peso del lote. La disolución alcalina fue NaOH (50% en peso NaOH, basado en el peso de la disolución alcalina). Se reemplazó la Xantana por espesante Cellosize™ QP 52000H (en la presente memoria "HEC1"), que es una hidroxietilcelulosa, un polímero celulósico de alto peso molecular.

ES 2 589 791 T3

Lote N°	53a	53b	53c	53d	53e ⁽¹⁰⁾	53f ⁽¹¹⁾
HEC1 ⁽²⁾ (%)	1	1	0,6	0,8	0,8	0,8
HCl dil. (g)	78,5			78,4	79,3	79,4
HCl conc. (g)		39,5	39,4			
Proporción HCl ⁽³⁾	1,2	14,7	13,4	1,3	1,3	1,3
pH	6,5	6,1	4,8	7,4	7,1	7,2
viscosidad (UK)	89	90	56	68	70	78
Sedimento ⁽⁴⁾⁽⁹⁾	0	0	10	0	10	12
Media PS ⁽⁵⁾	11,8	19,1	18,1	11,6	16,3	29,3
D99 ⁽⁶⁾	30	56	45	30	71	38,6

Nota (2) - (6): igual que en el Ejemplo 7

Nota (10): También contenía trietilenglicol al 4%, en peso basado en el peso de la dispersión acuosa.

Nota (11): también contiene 0,25% en peso basado en el peso del lote de Imbentin C/91/025.

- 5 Los lotes en el Ejemplo 16 fueron todos aceptables, aunque el sedimento y el tamaño de partícula no eran tan deseables en la muestra con Imbentin C/91/025.

Ejemplo 17 (Comparativo): BIT al 5%, NaOH, HCl, Xantana, protocolo alternativo.

El tamaño de lote fue 1 kg. El agua fue agua de grifo municipal. La disolución al 50% de NaOH fue NaOH al 50% en peso, basado en el peso de la disolución de NaOH. La pasta de BIT y HCl conc. fueron iguales a como se definió anteriormente en los Protocolos 1 y 2.

- 10 Se realizaron las siguientes mezclas:

BIT20	65 pep de agua, 24 pep pasta BIT y 11 pep disolución de NaOH al 50%
BIT 10	82,6 pep agua, 12,0 pep pasta BIT y 5,4 pep disolución de NaOH al 50%
HCl2	5,59 pep HCl conc. y 94,4 pep agua
HCl3	desde 8,6 pep HCl conc. y 91,4 pep agua
X/TEG	26,5 pep Goma xantana y 73,5 pep trietilenglicol

Se prepararon tanto BIT20 como BIT 10 a 50°C y se mantuvo a esa temperatura hasta su uso.

- 15 El lote 58a se preparó como sigue. La premezcla 58a fue 3,4 pep de X/TEG más 71,6 pep de HCl2. Después, se vertieron 25 pep de BIT20 en un recipiente que contenía 75 pep de Premezcla 58a, mientras se agitaba el recipiente como en el Protocolo 2 a 63 rad/s (600 rpm). El vertido se realizó a mano a velocidad constante durante 60 segundos.

- 20 El lote 58b se preparó como sigue. La premezcla 58b fue 3,40 pep de X/TEG y 46,65 pep de HCl3. Después, se vertieron 49,95 pep de BIT10 en un recipiente que contenía 50,05 pep de Premezcla 58b, mientras se agitaba el recipiente como en el Protocolo 2 a 63 rad/s (600 rpm). El vertido se realizó a mano a una velocidad constante durante 60 segundos.

El lote 58d se preparó como sigue. Se vertieron 25,0 pep de BIT20 en un recipiente que contenía 71,6 pep de HCl2, mientras se agitaba el recipiente como en el Protocolo 2 a 63 rad/s (600 rpm). El vertido se realizó a mano a una velocidad constante durante 60 segundos. Después se añadieron 3,4 pep de X/TEG al recipiente, a medida que se continuaba la agitación.

- 25 El lote 58e se preparó como sigue: La premezcla 58e fue 3,4 pep de X/TEG más 71,6 pep de HCl2. Después, se vertió la premezcla 58e en un recipiente que contenía 25 pep de BIT20, mientras se agitaba el recipiente como en el

ES 2 589 791 T3

Protocolo 2 a 63 rad/s (600 rpm). El vertido se realizó a mano a una velocidad constante durante 60 segundos.

Las características resultantes de cada lote fueron como sigue.

Lote N°	58a	58b	58d	58e
pH	4,16	7,13	5,02	7,25
viscosidad (UK)	66	68	71	75
Sedimento ⁽⁴⁾	0	10% ⁽¹²⁾	0	10% ⁽¹²⁾
Media PS ⁽⁵⁾	25,8	26,3	11,3	15,3
D99 ⁽⁶⁾	90	90	36	56

Notas (4) - (6) son iguales que en el Ejemplo 7.

- 5 Nota (12): el sedimento no estaba firmemente empaquetado como sedimento que se observa en otros lotes que muestran sedimento. Se considera que la estabilidad es mejor que la asociada normalmente a un resultado de 10%.

10 Los lotes en el Ejemplo 17 fueron todos aceptables, aunque las partículas eran mayores de lo deseado. El vertido de disolución concentrada de sal disuelta de BIT en disolución de ácido diluida (como en los lotes 58a, 58b y 58d) permite una dispersión aceptable en la que las partículas sólidas de BIT son aceptablemente pequeñas; el tamaño de partícula es incluso más pequeño cuando (como en el lote 58d), no estaba presente espesante durante la etapa de precipitación. Es deseable el nivel relativamente bajo de sedimento (especialmente en los Lotes 58a y 58d).

Ejemplo 18: Ejemplos Alta-I

15 Se formaron varios ejemplos de mezcla (I) acuosa. Los ingredientes usados fueron como sigue: 640 g de agua de ciudad; 48 g de pasta de BIT (concentración 84,8%); 2,24 g de NaOH (concentración 50%); 7,20 g de Goma xantana. Si se tuvieran que usar estas mezclas acuosas para preparar la dispersión acuosa de la presente invención, se añadiría ácido a las mezclas acuosas. El Ejemplo 18-A podía ser considerado que es una realización baja-I de mezcla (I) acuosa seguido por adición de Goma xantana o ser considerado que es una realización alta-I de mezcla (I) acuosa en la que se añadía goma xantana después de BIT y base. Los Ejemplos 18-B, 18-C, 18-CR y 18-D son realizaciones alta-I.

	<u>Ejemplo</u> <u>18-A</u>	<u>Ejemplo</u> <u>18-B</u>	<u>Ejemplo</u> <u>18-C</u>	<u>Ejemplo</u> <u>18-CR</u>	<u>Ejemplo</u> <u>18-D</u>
Orden de adición	agua, BIT, NaOH, Xantana	agua, BIT, Xantana, NaOH	agua, Xantana, BIT, NaOH	agua, Xantana, BIT, NaOH	agua, Xantana, NaOH, BIT
Velocidad del agitador	52 rad/s (500 rpm)	52 rad/s (500 rpm)	52 rad/s (500 rpm)	78 rad/s (750 rpm)	52 rad/s (500 rpm)
Tiempo para disolución completa	110 min	60 min	80 min	50 min	45 a 90 min
pH	9,52	9,18	11,97	11,95	9,85
aspecto	unos pocos grumos	homogéneo	homogéneo	homogéneo	homogéneo
sedimento ⁽¹⁰⁾	0,3 ml	0,2 ml	0 ml	esperado 0 ⁽¹⁵⁾	0,3 ml
residuo ⁽¹⁴⁾	moderado	alto	casi ninguno	ninguno	pequeño

Nota 13: volumen de sedimento después de centrifugación durante 8 min. a 45.000 rcb.

- 20 Nota 14: cantidad observada en eje de agitación después de disolución.

Nota 15: Se espera que el Ejemplo 18-CR presentara 0 ml de sedimento después de centrifugación, debido a que el

Ejemplo 18-CR es igual que el Ejemplo 18-C excepto por mayor velocidad de agitación.

Los cinco ejemplos son utilizables para preparar la dispersión acuosa de la presente invención. Los Ejemplos 18-B, 18-C, 18-CR y 18-D se disolvieron más rápidamente y tuvieron aspecto homogéneo. El Ejemplo 18-C y Ejemplo 18-CR presentaron tiempo de disolución aceptable, fueron homogéneos y tuvieron el mejor nivel de sedimento y residuo. El Ejemplo 18-CR también presentó un tiempo de disolución deseablemente corto.

Ejemplo 19: Ajuste del pH

Se añadió más disolución de NaOH a los Ejemplos 18-A, 18-B y 18-D. El pH final se muestra a continuación, junto con el sedimento (como se valora en el Ejemplo 18).

	Ejemplo 19-A	Ejemplo 19-B	Ejemplo 19-D
Material de partida:	Ejemplo 18-A	Ejemplo 18-B	Ejemplo 18-D
pH final	12,09	11,08	11,97
sedimento	0,1 a 0,2 ml	0	menos de 0,1 ml

10 Se considera que elevar el pH de los Ejemplos 18-A, 18-B y 18-D disminuía el sedimento. Se considera además que si se añadía suficiente base a la mezcla durante la formación inicial de mezcla (I) acuosa de manera que el pH de la mezcla (I) acuosa resultante fuera 11,0 o mayor, que las formulaciones análogas a los Ejemplos 18-A, 18-B y 18-D mostrarían sedimento y/o residuo reducido o eliminado. Adicionalmente, también se considera que si se añadía suficiente base a la mezcla durante la formación inicial de mezcla (I) acuosa de manera que el pH de la mezcla (I) acuosa resultante fuera 11,0 o mayor, que las formulaciones análogas a los Ejemplos 18-A, 18-B y 18-D mostrarían tiempo de disolución reducido.

Ejemplo 20: Formación de dispersión acuosa.

20 Se usó el Ejemplo 18-CR para formar una dispersión acuosa. Se añadió HCl a concentración 30 a 34% (en peso basado en el peso de la disolución de HCl) durante 8 segundos a una velocidad de 57,4 mmoles de ácido por minuto por kilogramo de BIT. El pH final fue 2,10. La viscosidad fue 73 UK. El tamaño de partícula medio (valorado como en el Ejemplo 7) fue 11,34 micrómetros. Esta dispersión acuosa se consideró aceptable.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar una dispersión acuosa de partículas de BIT que tienen una distribución de tamaño de partícula D99, medida usando dispersión de luz láser, de 75 micrómetros o más pequeña, en el que dicha dispersión comprende:
- 5 (A) uno o más espesantes y
(B) partículas sólidas de 1,2-benzisotiazolin-3-ona,
en la que dicho método comprende las etapas de:
- (a) formar una mezcla (I) acuosa que comprende agua y una sal disuelta de 1,2-benzisotiazolin-3-ona, en la que el pH de dicha mezcla (I) acuosa es 8,5 o mayor y
- 10 (b) formar con posterioridad dicha dispersión acuosa por mezclado entre sí, en cualquier orden, de los componentes, en la que dichos componentes comprenden un ácido y dicha mezcla (I) acuosa, en la que el pH de dicha dispersión es 1,5 a 7,5,
siempre que o:
- (i) la mezcla (I) acuosa contiene uno o más de dichos espesantes
- 15 o
(ii) la etapa (b) comprende:
- (b1) preparar una mezcla que comprende uno o más de dichos espesantes y dicha mezcla (I) acuosa, y
(b2) preparar una mezcla que comprende dicho ácido y dicha mezcla (I) acuosa, en la que la cantidad de dicho ácido es suficiente para llevar dicha mezcla que comprende dicho ácido y dicha mezcla (I) acuosa a un pH de 1,5 a 7,5,
- 20 en el que dicha etapa (b1) se realiza previamente a dicha etapa (b2).
2. El método según la reivindicación 1, en el que dicha etapa (a) comprende las etapas de:
- (a1) formar una mezcla (III) de agua, 1,2-benzisotiazolin-3-ona y uno o más espesantes, en la que el pH de dicha mezcla (III) es 7,5 o menor y
(a2) elevar después el pH de dicha mezcla (III) a 8,5 o mayor.
- 25 3. El método según la reivindicación 1, en el que la cantidad de dicha 1,2-benzisotiazolin-3-ona es 1% a 40% en peso basado en el peso de dicha dispersión acuosa.