

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 640 773**

51 Int. Cl.:

C08J 3/12	(2006.01)
C08J 3/16	(2006.01)
C08J 3/20	(2006.01)
C08J 3/205	(2006.01)
C08J 3/215	(2006.01)
C08L 1/26	(2006.01)
C08L 1/28	(2006.01)
C08L 5/14	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.01.2007 PCT/US2007/002631**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **09.08.2007 WO07089834**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.01.2007 E 07762876 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.06.2017 EP 1984429**

54 Título: **Proceso para fabricar éteres de celulosa dispersables en agua fría**

30 Prioridad:

30.01.2006 US 763212 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.11.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**BONNEY, STEPHEN, R. y
RMAILE, HASSAN, H.**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 640 773 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

Proceso para fabricar éteres de celulosa dispersables en agua fría

5 **Solicitudes relacionadas**

La presente solicitud reivindica el beneficio de la solicitud provisional de Estados Unidos nº 60/763.212 presentada el 30 de enero de 2006, que se incorpora por referencia en su totalidad.

10 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un proceso para fabricar una composición de polisacáridos y, más especialmente, a un proceso para fabricar una composición de éter de celulosa que, cuando se aplica en agua, tiene una dispersión excepcional, mínima formación de aglomerados, y una hidratación muy rápida para alcanzar la máxima viscosidad deseada. La invención se refiere adicionalmente a las composiciones de polisacáridos fabricadas mediante el proceso, así como el uso de estas composiciones de polisacáridos en productos de aseo personal, cuidado doméstico, obras públicas y materiales de construcción, pinturas, campos petrolíferos, sustancias farmacéuticas, alimentos, incluyendo productos lácteos y productos no lácteos, y productos antiincrustaciones.

20 **Antecedentes de la invención**

Los polímeros solubles en agua se utilizan con mucha frecuencia en una variedad de productos de consumo. A pesar de sus ventajas de ser respetuosos con el medio ambiente y ser biodegradables, los polímeros solubles en agua tienen la tendencia de formar grumos cuando se ponen en contacto con agua, y tardan mucho tiempo en disolverse como resultado de esta tendencia.

La disolución, por definición, es un término que se utiliza de forma vaga. En este caso, se usa la disolución para representar las dos etapas que experimentan los polímeros cuando se ponen en solución. La primera etapa, dispersión, puede ser tan corta como unos pocos segundos y tan larga como varias horas, dependiendo de la técnica, instrumentación, morfología y química superficial del polímero. La dispersión va seguida de la hidratación. En esta etapa, las cadenas poliméricas se aflojan y amplían su volumen hidrodinámico, ocupando toda la solución y aumentando la viscosidad mientras lo hacen. En cuanto las moléculas de polímero entran en contacto con el agua, tienden a hincharse muy rápidamente, y entran en contacto con las partículas vecinas. Estas partículas se adhieren entre sí y forman grumos de diversos tamaños que tienden a retrasar su tiempo de hidratación significativamente. Una buena dispersión es un requisito previo para una formación de grumos mínima y finalmente, una hidratación rápida en las aplicaciones finales. En la mayoría de los sistemas que implican polímeros solubles en agua, se considera que la formación de grumos es la etapa determinante de la velocidad para determinar el tiempo de disolución total.

La base de datos WPI Week 197345, Thomson Scientific, Londres, RU; AN 1973-68874U, XP002478723 divulga composiciones que comprenden (1) carboximetilcelulosa, ácido algínico, poli(ácido acrílico) o una sal de los mismos tratada con (a) revestimiento con glicérido o alcohol o (b) revestimiento con pasta de almidón, goma laca, gelatina y agar, seguido por el tratamiento anterior (a), o (c) revestimiento con una mezcla de sustancias en (a) y de sustancias en (b), (2) carbonato, bicarbonato, polifosfato alcalino o sal alcalina de EDTA, opcionalmente tratada por los métodos (a), (b) y (c); y opc. (3) de glucosa, azúcar, fructosa, maltosa, manitol y sal común. Cuando se añade agua a la composición, la composición se humedece y se dispersa rápidamente, y se puede obtener en pocos minutos una solución de ácido algínico, poli(ácido acrílico) y o carboximetilcelulosa.

El documento JP 48036167, 1.11.1973 se refiere a composiciones obtenidas mezclando una sal inorgánica soluble en agua, un aldehído y agua con un derivado de celulosa soluble en agua, granulando la mezcla y secándola.

El documento 0 555 980 divulga partículas finas verdaderamente esféricas de un polímero soluble en agua o un producto reticulado del mismo, y un método para su producción. El método comprende secar por pulverización una solución acuosa de una mezcla de un polímero soluble en agua y un aditivo tal como un alcohol polihidratado o un oligosacárido. La eliminación del aditivo se puede realizar reticulando o lavando las partículas.

El documento US 5.362.517 se refiere a un material polimérico en forma de partículas soluble en agua o hinchable con agua que está provisto de un revestimiento continuo prácticamente ininterrumpido de material cristalino. Las partículas individuales o los agregados que tengan un tamaño inferior a 1 mm de tamaño se pueden fabricar mezclando las partículas poliméricas con una solución acuosa saturada o supersaturada de material cristallizable y, por tanto, depositándolo en forma de un revestimiento cristalino continuo sobre las partículas.

El documento WO 99/40153 divulga una composición de celulosa bacteriana estable a ácidos y compatible con materiales catiónicos, que contiene otros agentes y/o tensioactivos catiónicos, que son agentes modificadores de la reología y agentes estabilizantes de utilidad para suspensiones, emulsiones y espumas, y sus métodos de preparación.

Sumario de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para fabricar polímeros dispersables en agua fría de forma general, y de éteres de celulosa en particular, junto con diferentes aditivos y moléculas hidrófilas de bajo peso molecular. Dichos aditivos proporcionan el mínimo tiempo mínimo necesario para una buena dispersabilidad. En principio, el origen de la formación de grumos surge del hecho de que las partículas de polímero tienden a asociarse entre sí más rápidamente de lo que comienzan a disolverse en agua. El control de la distribución del tamaño de partícula es un enfoque para mejorar la dispersabilidad de un polímero. Sin embargo, el control de la distribución del tamaño de partícula de un polímero soluble en agua es parcialmente eficaz. Cuando los polímeros solubles en agua se dispersan en un sistema acuoso, se necesita un revestimiento superficial para proporcionar un tamiz necesario para conseguir una buena dispersión de las partículas del polímero. El revestimiento de la superficie actúa para enmascarar temporalmente las partículas de polímero soluble en agua. Este revestimiento de la superficie evita que las partículas solubles en agua entren en contacto unas con otras y, en su lugar, fuerza a las partículas solubles en agua a disolverse en el sistema acuoso. Una vez que el revestimiento superficial se ha disuelto en agua, las partículas de polímero soluble en agua ya están dispersas en el agua y, por tanto, han comenzado su hidratación, evitando un posible retraso debido un salto en la etapa de dispersión.

La presente invención se dirige además a un proceso para preparar composiciones de éter de celulosa anteriormente mencionadas mediante la pulverización de soluciones acuosas de sales, azúcares, tensioactivos o polímeros solubles en agua de bajo peso molecular en una muestra fluida del polímero soluble en agua deseado en un medio de secado neumático tal como un secador de lecho fluido o un secador ultrarrápido con desaglomeración. Las partículas de polímero soluble en agua se revisten y secan simultáneamente de una forma muy eficaz. El producto tratado proporciona propiedades muy deseables en lo que respecta a la distribución del tamaño de partícula, dispersabilidad y fluidez del polvo.

La presente invención se dirige además a un proceso para producir polímeros solubles en agua dispersables en agua fría que tiene las etapas de: (a) introducir un polímero soluble en agua en forma de partículas y una solución acuosa que comprende un aditivo para tratamiento de la superficie en una cámara de mezclado de alta cizalladura antes de introducirse en un medio de secado neumático tal como un secador de lecho fluido o un secador ultrarrápido con desaglomeración donde el polímero soluble en agua comprende un éter de celulosa, y el aditivo para tratamiento de la superficie comprende una sal; y mantener el polímero soluble en agua en forma de partículas suspendido en una cámara dentro del medio de secado neumático mediante un gas portador; y (b) mantener el gas portador a una temperatura inferior a la temperatura a la cual las partículas de polímero soluble en agua se degradan o se vuelven "pegajosas", o se aglomeran para dejar aditivo para tratamiento de la superficie residual y seco aplicado sobre el polímero soluble en agua en forma de partículas en una cantidad suficiente para producir el polímero soluble en agua dispersable en agua fría donde la cantidad del aditivo para tratamiento de la superficie seco aplicado sobre el material particulado es menor del 30 % en peso del polímero soluble en agua dispersable en agua fría.

La presente invención se dirige adicionalmente al uso de polímeros solubles en agua dispersables en agua fría en dichas composiciones de uso final que incluyen productos de aseo personal, cuidado doméstico, construcción, pinturas, campos petrolíferos, productos farmacéuticos, alimentos, incluyendo productos lácteos y productos no lácteos, y productos antiincrustaciones.

Breve descripción de las figuras

La Figura 1 es un gráfico que ilustra la viscosidad en un ejemplo de una composición, así como en dos controles con el tiempo.

La Figura 2 es un gráfico que ilustra la viscosidad en un ejemplo de una composición así como en dos controles con el tiempo medidos a dos velocidades de rotor diferentes.

Descripción detallada de la invención

Se ha descubierto que el uso de ciertos aditivos y el control de la distribución de tamaño de partículas proporcionan una mejora sustancial de la dispersabilidad de los polímeros solubles en agua y el tiempo de hidratación.

El polímero soluble en agua de la presente invención comprende éteres de celulosa. El éter de celulosa para usar en la presente invención se puede seleccionar entre el grupo que consiste en hidroxietilcelulosa (HEC), hidroxipropilcelulosa (HPC), etilhidroxietilcelulosa (EHEC), soluble en agua, carboximetilcelulosa (CMC), carboximetilhidroxietilcelulosa (CMHEC) hidroxipropilhidroxietilcelulosa (HPHEC)1 metilcelulosa (MC), metilhidroxipropilcelulosa (MHPC), metilhidroxietilcelulosa (MHEC), carboximetilmetilcelulosa (CMMC), carboximetilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMCMC), hidroxietilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMHEC), hidroxipropilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMHPC), etilhidroxietilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMEHEC), carboximetilhidroxietilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMCMHEC), hidroxipropilhidroxietilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMHPHEC)1 metilcelulosa modificada de forma

hidrófoba (HMMC), metilhidroxipropilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMMHPC), metilhidroxietilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMMHEC), carboximetilmetilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMCMMC), hidroxietilcelulosa catiónica (HEC catiónica) e hidroxietilcelulosa catiónica modificada de forma hidrófoba (HMHEC catiónica). En la presente invención, HEC, MC y CMC son los éteres de celulosa preferidos.

De acuerdo con la presente invención, el aditivo para tratamiento de la superficie debe proporcionar buena dispersibilidad a los polímeros solubles en agua tratados. Los ejemplos de sustancias que se pueden incluir adecuadamente, aunque no de forma limitativa, en los polímeros solubles en agua tratados de acuerdo con la presente invención son los siguientes:

2) Azúcares tales como lactosa, fructosa, glucosa, sacarosa, maltodextrina, etc.

3) Tensioactivos tales como sorbitoles y laurilsulfatos.

4) Soluciones de ésteres; y

5) Polímeros de bajo peso molecular como polietilenglicoles y propilenglicoles y compuestos de éter de celulosa de bajo peso molecular.

Los azúcares preferidos para su uso como aditivo para tratamiento de la superficie en la presente invención incluyen monosacáridos y disacáridos. Los monosacáridos para su uso como aditivo de tratamiento en la presente invención se pueden seleccionar entre el grupo que consiste en glucosa, fructosa, galactosa, y ribosa. Los disacáridos para su uso como aditivo para tratamiento de la superficie en la presente invención se pueden seleccionar entre el grupo que consiste en glucosa, fructosa, galactosa, ribosa, xilosa, sacarosa, maltosa, lactosa, celobiosa, trehalosa, y glicerina. En la presente invención, los disacáridos preferidos son sacarosa y maltosa. En la presente invención, un azúcar puede incluir también oligosacáridos, por ejemplo, maltodextrina.

Las sales para su uso como aditivo para tratamiento de la superficie en la presente invención incluyen, aunque no de forma limitativa, fosfatos, nitratos, sulfatos, etc., cloruro de sodio, cloruro de potasio, cloruro de calcio, fosfato de sodio, fosfato de potasio y sales de ácido cítrico.

La lista anterior de aditivos y aditivos tensioactivos son meros ejemplos, y no constituyen una lista completa de los aditivos activos que se pueden usar. En la industria se conocen bien otros aditivos que se utilizan en estos tipos de productos. Además de los aditivos anteriores convencionalmente utilizados, la composición de acuerdo con la presente invención puede también incluir opcionalmente, pero sin limitación, aditivos tales como un colorante, conservante, antioxidante, suplementos nutritivos, alfa o beta-hidroxiácido, emulsionantes, polímeros funcionales, agentes de aumento de la viscosidad (tales como polímeros solubles en agua, es decir, hidroxietilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, y alcoholes grasos, es decir, alcohol cetílico), alcoholes que tienen 1-6 átomos de carbono, grasas o compuestos grasos, compuestos antimicrobianos, piritona de cinc, material de silicona, polímero de hidrocarburo, emolientes, aceites, tensioactivos, medicamentos, aromas, fragancias, agentes suspensores, y mezclas de los mismos.

Agua "fría", para los fines de la presente invención, significa agua a una temperatura inferior a la del punto de turbidez del éter de celulosa empleado en la composición, preferentemente a una temperatura por debajo de aproximadamente 30 °C. "Punto de turbidez", que es la expresión utilizada en el presente documento, significa aquella temperatura a la cual una solución acuosa que contiene un 2% en peso del éter de celulosa transmite el 50% de la luz transmitida por dicha solución a 20° C.

De acuerdo con la presente invención, los ejemplos de polímeros funcionales que se pueden utilizar en las combinaciones con los polímeros de superficie tratada de la invención incluyen polisacáridos modificados de forma hidrófoba, o derivados de los mismos, polímeros solubles en agua tales como homopolímeros de ácido acrílico tales como el producto Carbopol® y copolímeros aniónicos y anfóteros de ácido acrílico, homopolímeros de vinilpirrolidona, y copolímeros de vinilpirrolidona catiónica; polímeros celulósicos no iónicos, catiónicos, aniónicos y anfóteros, tales como hidroxietilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxietilcelulosa catiónica, carboximetilhidroxietilcelulosa catiónica, e hidroxipropilcelulosa catiónica; homopolímeros de acrilamida y copolímeros de acrilamida catiónicos, anfóteros e hidrófobos, polímeros y copolímeros de polietilenglicol, poliéteres hidrófobos, poliéter acetales hidrófobos, polieteruretanos modificados de forma hidrófoba y otros polímeros denominados como polímeros asociativos, polímeros celulósicos hidrófobos, copolímeros de poli(óxido de etileno)-óxido de propileno, y polisacáridos no iónicos, aniónicos, hidrófobos, anfóteros y catiónicos tales como xantano, quitosano, carboximetil guar, alginatos, goma arábica, hidroxipropil guar, cloruro de carboximetil hidroxipropiltrimetilamonio guar, cloruro de hidroxipropiltrimetilamonio guar, y cloruro de hidroxipropil hidroxipropiltrimetilamonio guar.

El proceso de la presente invención se lleva a cabo en un medio de secado neumático tal como un secador de lecho fluidizado, un secador ultrarrápido con desaglomeración, u otros dispositivos de fluidificación de este tipo. Típicamente, dichos dispositivos comprenden un secador que consiste en una cámara que tiene generalmente un

diseño circular, con una rejilla en su parte inferior y aberturas en su parte superior a conectar con una cámara de expansión de un diámetro mayor que la cámara. La velocidad de un gas portador, de forma típica, aire o nitrógeno, que atraviesa la cámara aumenta hasta que el polímero soluble en agua en forma de partículas colocado sobre la rejilla se suspende en el flujo de gas formando un fluido, de ahí las expresiones "fluidificación" y "secador de lecho fluidizado". Las partículas se elevan por la fuerza ascendente de la corriente de gas portador hacia fuera de la cámara hacia la cámara de expansión donde el gas se expande y la fuerza de elevación por unidad de superficie se reduce. Esto permite que las partículas vuelvan a caer en la cámara, y el ciclo vuelve a empezar.

El gas portador que se introduce en la cámara se calienta para realizar el secado de las partículas de polímero soluble en agua. La temperatura del gas portador debe mantenerse por debajo de la temperatura a la cual las partículas de polímero soluble en agua se degradan o se vuelven "pegajosas" y se aglomeran. La temperatura del gas portador suele estar muy por debajo de aproximadamente 120°C, más preferentemente en el intervalo de aproximadamente 25°C a aproximadamente 110°C, aún más preferentemente en el intervalo de aproximadamente 30°C a aproximadamente 75°C.

La adhesividad (cohesión y adherencia) es un fenómeno que aparece con frecuencia durante el secado de polvos y puede constituir un problema importante durante el funcionamiento de los secadores y puede ser perjudicial para la calidad del producto pulverulento. La aglomeración descontrolada de las partículas en el secador neumático puede influir negativamente en el secado, la densidad aparente y la dispensabilidad de las partículas. Es ventajoso seleccionar condiciones de operación del medio de secado neumático que limiten sustancialmente la adhesividad y la degradación térmica del producto. Los éteres de celulosa pasan por una fase plástica muy cohesiva que depende tanto de la humedad como de la temperatura. Cuanto mayor sea la cantidad de humedad asociada a la partícula, menor será la temperatura que se debe mantener en el medio de secado neumático para evitar que las partículas entren en la "fase pegajosa". El proceso de la presente invención mantiene las condiciones del medio de secado neumático para mantener las partículas en una fase de flujo libre, de forma que nunca se permite que las partículas pasen a la "fase pegajosa".

Por ejemplo, cuando se seca una muestra de partículas de HEC que tiene un porcentaje de humedad a granel del 15,5% en peso, dichas partículas experimentarán una "fase pegajosa" a aproximadamente 88°C, mientras que una muestra con una humedad a granel del 12,3% en peso tendrá una "fase pegajosa" a 91°C y una muestra que tenga un porcentaje de humedad volumétrica del 8,0% tendrá una "fase pegajosa" a 116°C. A medida que la cantidad de humedad a granel de una muestra de partículas aumenta, la temperatura del punto de adherencia de dicha muestra de partículas disminuye.

El proceso de la presente invención se puede llevar a cabo como un proceso discontinuo. Como alternativa, el proceso de la presente invención se puede llevar a cabo como un proceso continuo o semicontinuo.

El medio de secado neumático funciona en condiciones adecuadas para minimizar la aglomeración del polímero soluble en agua en el presente proceso, y para mantener las partículas del polímero soluble en agua en un estado de flujo libre. Entre las condiciones que contribuyen a minimizar la aglomeración del polímero soluble en agua en el presente proceso se encuentra el uso de una cantidad no aglomerante de la solución acuosa para evitar puentes líquidos entre las partículas. La solución acuosa se aplica cuidadosamente al polímero en una cámara de mezclado de alto cizallamiento antes de introducirse en la cámara del medio de secado neumático a medida que el polímero soluble en agua se fluidiza, de forma que las partículas del polímero soluble en agua permanecer como partículas discretas en lugar de quedar aglomeradas en partículas más grandes.

Es también preferible que la solución acuosa que se introduce en la cámara de mezclado de alto cizallamiento sea un sistema con bajo contenido en agua. Al minimizar la cantidad de agua en la solución acuosa, es posible minimizar la aglomeración del polímero soluble en agua y permite el mantenimiento de dicho polímero en forma de partículas discretas. En este sistema con bajo contenido de agua, se prefiere que la solución acuosa que se introduce en la cámara de mezclado de alto cizallamiento del secador de lecho fluidizado tenga menos del 75% en peso de agua, más preferentemente menos de aproximadamente un 50% en peso de agua, y aún más preferentemente menos de aproximadamente un 25% en peso de agua.

Entre las ventajas de utilizar un sistema con bajo contenido de agua en el presente proceso es que, al minimizar la cantidad de agua inicialmente introducida en la cámara de mezclado de alto cizallamiento y posteriormente en el medio de secado neumático a medida que el polímero soluble en agua se fluidiza, la cantidad de calor necesario para expulsar el agua añadida de las partículas de polímero soluble en agua se reduce, reduciendo de esta forma los efectos negativos de la exposición al calor de las partículas de polímero soluble en agua que están recubriendo.

Otra ventaja de usar el sistema con bajo contenido de agua en el presente proceso es que permite la producción de polímeros solubles en agua dispersables en agua fría con menores cantidades de aditivo para tratamiento de la superficie seco aplicado sobre el material particulado, aumentando de esta forma la cantidad relativa de polímero soluble en agua en el polímero soluble en agua dispersable en agua fría en una base másica. Usando el proceso de la presente invención, la cantidad de aditivo para tratamiento de la superficie seco aplicado sobre el material particulado puede comprender, preferentemente, menos de aproximadamente un 20% en peso del polímero soluble

en agua dispersable en agua fría, aún más preferiblemente menos de aproximadamente un 10% en peso del polímero soluble en agua dispersable en agua fría, aún más preferentemente menos de aproximadamente un 5% en peso del polímero soluble en agua dispersable en agua fría.

- 5 La invención se demuestra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos. Los ejemplos se presentan para ilustrar la invención, siendo las partes y porcentajes en peso, salvo que se indique otra cosa.

Ejemplos

10 **Ejemplo 1**

Varios polímeros solubles en agua comerciales se trataron en un secador de lecho fluidizado suministrado por Glatt (Alemania). Las muestras sólidas de polímero en polvo (1 lote ~125g) se introdujeron en el secador de lecho fluidizado MiniGlatt. Se prepararon por separado soluciones acuosas que contenían diferentes aditivos para tratamiento de la superficie, que se pulverizaron mediante una boquilla sobre la muestra fluidizada del polímero usando nitrógeno como gas portador. La temperatura se varió en el intervalo de (30°C-75°C) y el tiempo de tratamiento fue cualquiera entre 20-60 minutos. El volumen de solución añadida fue del 10% al 60% en peso, comparado con el peso de la muestra inicial de polímeros solubles en agua.

20

Tabla 1

Polímero soluble en agua	Polímero (gramos)	Agua (gramos)	Aditivo de tratamiento de superficie	Aditivo de tratamiento de superficie (gramos)	Agua + Aditivo de tratamiento de superficie (gramos)	% Agua añadido
MC	125	21,25	NaCl	3,75	25	17,00
HPC	150	82,4	Lactosa	9,2	91,6	54,96
HPC	150	71,4	Na-caseinato	7,9	79,3	47,57
HPC	150	28,7	NaCl	1,5	30,2	19,113
HPC	150	57,6	NaCl	14,4	72,0	38,40
HPC	150	28,5	Azúcar	1,5	30,0	19,00
HPC	150	60,0	Azúcar	15,0	75,0	40,00
Guar	150	28,5	KCl	1,5	30	19,00
HEC	150	57	NaCl	3	60	38,00

En la **Tabla 1** se relaciona un resumen de los datos experimentales de varios polímeros solubles en agua tratados, el % de agua utilizado, y el % de aditivo. Las muestras de polímero tratadas con los correspondientes porcentajes de aditivos y agua utilizada en el proceso.

25

Ejemplo 2

Muestras de hidroxipropilcelulosa - HPC (hidroxil propilcelulosa Klucel® GF, obtenida de Hercules Incorporated) y sus correspondientes tiempos de hidratación, tipo de aditivo y porcentaje se relacionan a continuación en la Tabla 2. Todas las muestras se prepararon con la solución de lecho fluidizado que se describe en el Ejemplo 1.

30

Tabla 2

	Tiempo hasta el 90% de viscosidad máx. (min)	Respecto al control
Control HPC	24,5	N/A
Control HPC tamizado (material fino a/o)	19,3	1,3X
Control HPC agua gran	18,7	1,3X
Ejemplo 2a HPC con lactosa al 3%	11,6	2,1X
Ejemplo 2b HPC con NaCl al 1%	11,6	2,1X
Ejemplo 2c HPC con NaCl al 8,8%	9,8	2,5X

En el Ejemplo 2, se analizaron muestras de hidroxil propilcelulosa. En una etapa inicial, (hidroxil propilcelulosa Klucel® EF, disponible de Hercules Incorporated) ($M_w \sim 80.000$) se tamizó a través de un tamiz malla 200 y se retuvo el material grueso. Se hace notar que la eliminación del material fino de la muestra a través de proceso de tamizado dio como resultado una mejora en el tiempo de hidratación, en comparación con la muestra original. Se

35

observa que la eliminación del material fino mediante el uso de un tamiz malla 200 minimiza el problema de formación de grumos, ya que las partículas tienen una tendencia muy elevada a adherirse formando partículas más grandes que se pegan entre sí. Las partículas más gruesas tienen menor tendencia a pegarse entre sí debido a restricciones estéricas y de área superficial. El uso del mismo enfoque para otro polímero soluble en agua que comprende hidroxil propilcelulosa (hidroxil propilcelulosa Klucel® GF disponible de Hercules Incorporated ($M_w=370.000$)) no produjo un rendimiento satisfactorio. Sin pretender quedar vinculados a teoría alguna, se cree que el peso molecular de un polímero soluble en agua tiende a superar las contribuciones del tamaño de partícula a la dispersabilidad. En este caso, un tratamiento superficial de la hidroxil propilcelulosa mejoró su tiempo de hidratación en 2,5 veces, cuando se comparó con un control comercial sin tratar.

Ejemplo 3

En el Ejemplo 3, muestras de metil hidroxil etilcelulosa MHEC dispersable en agua fría (ME 4095L MHEC, disponible de Hercules Incorporated) se prepararon mediante el enfoque del lecho fluidizado que se describe en el Ejemplo 1 con NaCl como el aditivo para tratamiento de la superficie. Muestras de la MHEC se analizaron antes y después del tratamiento con NaCl al 3% usando el secador de lecho fluidizado. Las curvas de disolución se obtuvieron con un aparato Haake 550 Viscotester de Thermo Electron Corporation. Estas curvas de disolución que comprenden el tiempo de disolución y el aumento de la viscosidad se encuentran en la Figura 1.

En el Ejemplo 3, se observó una mejora muy importante en la hidratación del polímero de metil hidroxil etilcelulosa antes y después del tratamiento con NaCl al 3% en un secador de lecho fluidizado. Entre las ventajas de dicha mejora están la minimización del gasto energético y el aumento en la eficacia y el rendimiento en la dispersión de los polímeros solubles en agua dispersables en agua fría en agua.

Ejemplo 4

En el Ejemplo 4, muestras de hidroxil etilcelulosa dispersable en agua fría (Natrosol® 250H HEC, disponible de Hercules Incorporated) se prepararon mediante el enfoque del lecho fluidizado que se describe en el Ejemplo 1 con NaCl al 2% como el aditivo para tratamiento de la superficie. Se observó una mejora similar a la mejora observada en el Ejemplo 3 después del tratamiento de la HEC con NaCl al 2%.

En la Figura 2, las curvas de disolución se produjeron a dos velocidades de mezclado diferentes. A velocidades de mezclado elevadas (>300 rpm), el efecto beneficioso del tratamiento superficial sobre la HEC no se apreció fácilmente tanto en los ejemplos de la invención como en las muestras de control, presentando curvas de disolución similares. Sin embargo, cuando la velocidad del mezclado disminuyó hasta 200 rpm, el ejemplo de la invención mostró una diferencia significativa en su tiempo de hidratación y el aumento de la viscosidad después de 60 minutos de agitación continua a temperatura ambiente.

Ejemplo 5

En el Ejemplo 5, se produjeron partículas de metilcelulosa dispersable en agua fría que contenían un 25% de maltodextrina como aditivo para tratamiento de la superficie seco. Las partículas de metilcelulosa dispersable en agua fría se produjeron usando un mezclador de alto cizallamiento Schugi combinado con un secador de lecho fluidizado continuo. La solución de aditivo para tratamiento de la superficie contendrá un 40% en peso de maltodextrina en agua. El producto resultante será de utilidad en la preparación de un laxante.

Aunque la invención se ha descrito, divulgado, ilustrado y mostrado en varios términos de algunas realizaciones o modificaciones que se han supuesto en la práctica, no se pretende que el alcance de la presente invención, ni tampoco se pretende que lo esté, esté limitado a los mismos, y dichas otras modificaciones o realizaciones que puedan resultar como sugerencia de las enseñanzas del presente documento están especialmente reservadas siempre que estén comprendidas en el espíritu y el alcance de las reivindicaciones anexas al presente documento.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir polímeros solubles en agua dispersables en agua fría que comprende las etapas de:

5 (a) introducir un polímero soluble en agua en forma de partículas y una solución acuosa que comprende un aditivo para tratamiento de la superficie, en una cámara de mezclado de alto cizallamiento antes de introducirse en un medio de secado neumático y mantener el polímero soluble en agua en forma de partículas suspendido en un gas portador en el interior de una cámara del medio de secado neumático,

10 donde el polímero soluble en agua comprende un éter de celulosa, y el aditivo de tratamiento de la superficie comprende una sal;

(b) mantener el gas portador a una temperatura inferior a la temperatura a la cual las partículas de polímero soluble en agua se degradan o se vuelven "pegajosas" y se aglomeran para dejar aditivo de tratamiento de la superficie sobre polímero soluble en agua en forma de partículas,

15 donde la cantidad del aditivo para tratamiento de la superficie seco aplicado sobre el material particulado es menos del 30 % en peso del polímero soluble en agua dispersable en agua fría.

20 2. El proceso para producir polímeros solubles en agua dispersables en agua fría de la reivindicación 1, donde el éter de celulosa se selecciona entre el grupo que consiste en hidroxietilcelulosa (HEC), hidroxipropilcelulosa (HPC), etilhidroxietilcelulosa (EHEC), soluble en agua, carboximetilcelulosa (CMC), carboximetilhidroxietilcelulosa (CMHEC), hidroxipropilhidroxietilcelulosa (HPHEC), metilcelulosa (MC), metilhidroxipropilcelulosa (MHPC), metilhidroxietilcelulosa (MHEC), carboximetilmetilcelulosa (CMMC), carboximetilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMCMC), hidroxietilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMHEC), hidroxipropilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMHPHC), etilhidroxietilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMEHEC), carboximetilhidroxietilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMCMHEC), hidroxipropilhidroxietilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMHPHEC), metilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMMC), metilhidroxipropilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMMHPC), metilhidroxietilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMMHEC), carboximetilmetilcelulosa modificada de forma hidrófoba (HMCMMC), hidroxietilcelulosa catiónica (HEC catiónica) e hidroxietilcelulosa catiónica modificada de forma hidrófoba (HMHEC catiónica).

35 3. El proceso para producir polímeros solubles en agua dispersables en agua fría de la reivindicación 1, donde el éter de celulosa comprende hidroxietilcelulosa (HEC), carboximetilcelulosa (CMC) o metilcelulosa (MC).

4. El proceso para producir polímeros solubles en agua dispersables en agua fría de la reivindicación 1, donde el aditivo de tratamiento de la superficie comprende una sal seleccionada entre el grupo que consiste en cloruro de sodio, cloruro de potasio, cloruro de calcio, fosfato de sodio, fosfato de potasio y sales de ácido cítrico.

40 5. El proceso para producir polímeros solubles en agua dispersables en agua fría de la reivindicación 1, donde la sal comprende cloruro de sodio o cloruro de potasio.

6. El proceso para producir polímeros solubles en agua dispersables en agua fría de la reivindicación 1, donde el gas portador se mantiene a una temperatura por debajo de 120 °C.

45 7. El proceso para producir polímeros solubles en agua dispersables en agua fría de la reivindicación 6, donde el gas portador se mantiene a una temperatura en el intervalo de 30 °C a 75°C.

50 8. El proceso para producir polímeros solubles en agua dispersables en agua fría de la reivindicación 1, donde el proceso se lleva a cabo como un proceso discontinuo o como un proceso continuo o semicontinuo.

9. El proceso para producir polímeros solubles en agua dispersables en agua fría de la reivindicación 1, donde el medio de secado neumático comprende un secador de lecho fluidizado o un secador ultrarrápido con desaglomeración.

55

Figura 1

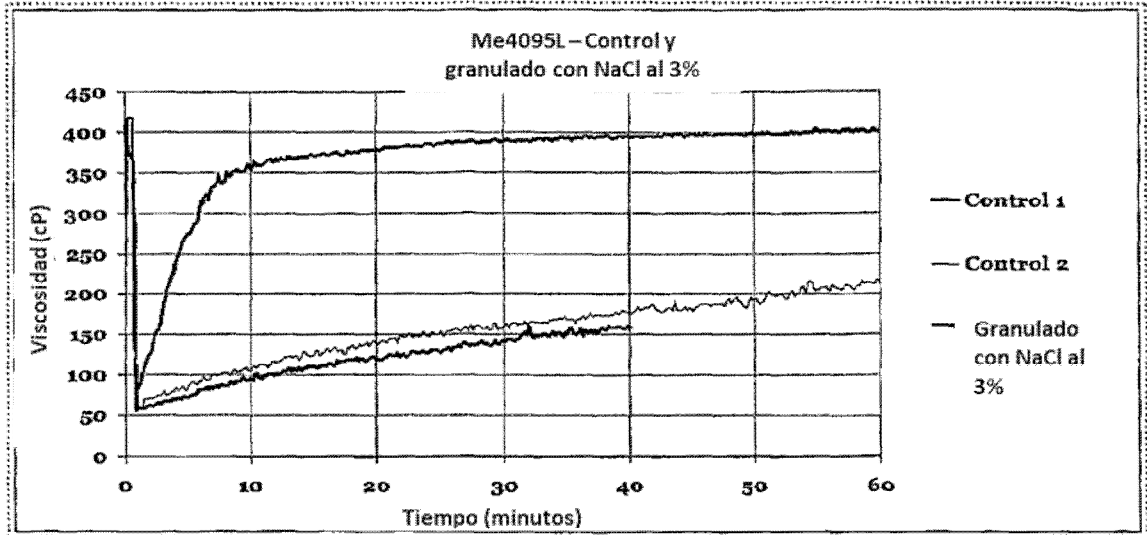


Figura 2

