

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 681 661**

51 Int. Cl.:

**C09K 17/32** (2006.01)

**C08B 11/12** (2006.01)

**C08L 1/28** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.03.2015 PCT/EP2015/055984**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.10.2015 WO15144596**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.03.2015 E 15712851 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.04.2018 EP 3122784**

54 Título: **Agentes hidratantes**

30 Prioridad:

**24.03.2014 US 201414223341**

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

**14.09.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**DI MODUGNO, ROCCO;  
SPIER, DON;  
CHIAVACCI, DARIO;  
CIPRIANI, CHIARA;  
VECCHI, STEFANIA;  
FLORIDI, GIOVANNI y  
LI BASSI, GIUSEPPE**

74 Agente/Representante:

**MARTÍN SANTOS, Victoria Sofia**

ES 2 681 661 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****Agentes hidratantes**

5

La presente invención hace referencia a composiciones acuosas concentradas para preparar agentes hidratantes para suelos que comprenden una carboximetilcelulosa despolimerizada, un compatibilizador y al menos un tensioactivo.

10

Esta invención también se refiere a soluciones acuosas preparadas a partir de las composiciones y a un procedimiento para hidratar suelos.

15

Las plantas requieren cantidades específicas de humedad para germinar, crecer y seguir siendo viables. En condiciones de escasez de agua y/o alta evaporación y/o transpiración, el suelo pierde agua rápidamente debido a las altas temperaturas, la baja humedad, los fuertes vientos y la transpiración de las plantas. La humedad en el suelo se percibe en las superficies expuestas del suelo por acción capilar y se pierde por evaporación en el aire. Al mismo tiempo, la humedad que se extrae del suelo por medio de las fibras de la raíz de la planta por ósmosis, se transmite a través de los tallos de la planta y los sistemas del follaje, y esa fracción no convertida por fotosíntesis se pierde por evaporación desde los poros de las superficies foliares. Bajo tales condiciones, el contenido de agua volumétrica del suelo puede disminuir significativamente.

20

25

Además, el agua de riego aplicada a suelos ásperos y arenosos puede pasar la zona de la raíz de la planta debido a la canalización definida como el movimiento rápido del agua hacia abajo a través de espacios con grandes poros y a la falta de retención causada por la falta de materia orgánica disponible para absorber agua.

30

Además, los suelos repelentes al agua presentan importantes desafíos hidrológicos y agronómicos. Dado que se caracterizan por cambios en la química de la superficie que impiden o inhiben por completo la hidratación, muestran una infiltración de agua retardada en el suelo (que conduce a escorrentía, erosión y lixiviación) y fuertes efectos sobre el crecimiento y mantenimiento regulares de césped y de una variedad de cultivos agrícolas.

35

Donde exista un cambio marcado en las temperaturas del suelo entre el día y la noche, hay una inhalación significativa de aire en los suelos porosos durante el ciclo de enfriamiento nocturno (contracción) y la exhalación de aire y humedad del calor durante el día. Lo anterior agrava aún más la pérdida de humedad general por evaporación.

40

La humedad generalmente se añade al suelo mediante riego con medios manuales o automáticos, como los sistemas de riego por aspersión y riego por goteo. Sin embargo, tales sistemas deben estar conectados a costosos y elaborados conductos de irrigación y controles, que limitan severamente el uso y tienen un alto consumo de energía.

45

Un procedimiento adicional para mantener la humedad del suelo, utiliza materiales esponjosos que se mezclan previamente con el suelo que rodea las raíces de la planta y luego se impregnan con agua durante el riego por aspersión ya sea natural o artificial. Estos materiales generalmente no son biodegradables y contaminan los suelos en los que se colocan.

50

Muchos procedimientos utilizan agentes hidratantes como aditivos del suelo para aumentar el contenido volumétrico de agua. Los agentes hidratantes usualmente son composiciones de (co)polímeros de origen natural, semisintético o sintético.

55

Estas composiciones poliméricas se mezclan en una solución o suspensión acuosa y se aplican a la superficie del suelo. La aplicación se puede lograr de diversas maneras, que incluyen, entre otras, la pulverización, el moldeo, el acolchado, la labranza o la incorporación a las capas superiores de los suelos.

60

Uno de los polímeros adecuados como agentes hidratantes es la carboximetilcelulosa (CMC). La carboximetilcelulosa puede absorber y retener el agua cuando se aplica agua de riego, y puede liberarla durante los intervalos de riego o en períodos secos. El documento WO 2014/023988 A1

describe una composición acuosa que contiene una mezcla de tensioactivos que comprende 2-10% en peso de un tensioactivo aniónico tal como carboximetilcelulosa y un peso molecular de  $1-5 \times 10^3$ , a lo que también se puede agregar glicerol.

5 Por ejemplo, el documento WO 2007/146055 describe un sustrato, que libera agua, gas y nutrientes impregnados cuando interactúa con organismos biológicos, que comprende una mezcla de una sal de un compuesto de carboximetilcelulosa, que tiene un peso molecular promedio que oscila entre 90,000 y 700,000, una sal metálica hidratada, agua, un micronutriente  
10 vegetal seleccionado del grupo que consiste en sales de zinc y cinc, al menos un aditivo de crecimiento vegetal seleccionado del grupo que consiste en hormonas de crecimiento vegetal y reguladores del crecimiento vegetal, al menos un conservante, un surfactante y un componente de ácido acético seleccionado del grupo que consiste de ácido acético o sales de ácido acético.

15 El documento US 4,865,640 reivindica un sustrato que libera gradualmente agua y gas impregnados, cuando interactúa con un organismo biológico que comprende esencialmente una mezcla de:

20 a) compuesto celulósico que varía desde 13% en peso y que tiene un peso molecular promedio que varía entre 90,000 y 700,000 representado por la fórmula: R--O--COOM, en el que "M" es un metal sustituido por hidrógeno en el grupo carboxilo del compuesto celulósico y "R" es una cadena celulósica;

b) una sal metálica hidratada que varía de 0,1-0,3% en peso; y

25 c) agua que varía de 97-99% en peso.

30 En algunas ocasiones, cuando se supone que el proceso de riego se optimiza para las condiciones de crecimiento, también pueden producirse "puntos secos localizados" (o "LDS" por sus siglas en inglés de "*localized dry spots*") en presencia de un agente hidratante. Lo anterior puede ser causado por exceso de paja, tierra compactada, deficiente cobertura de irrigación, pendiente pronunciada (escorrentía de agua), alta salinidad del suelo, uso inapropiado de químicos, insectos, enfermedades y suelos repelentes al agua. Los LDS se caracterizan por ser zonas irregulares, aisladas e hidrofóbicas, muy problemáticas para los cultivos o para el césped.

35 El número de puntos secos localizados causados por una distribución de agua no homogénea se puede minimizar mediante la adición de agentes tensioactivos a los agentes hidratantes. De hecho, los agentes tensioactivos que actúan como agentes humectantes permiten que el agua se extienda horizontalmente y penetre a una profundidad útil a través de pequeños canales y capilaridades del suelo sin que sea repelida o retenida principalmente sobre la superficie o en un  
40 área definida.

Esta solución se describe en el documento WO 02/15687, que hace referencia a composiciones para el tratamiento del suelo que comprenden:

45 un ingrediente activo seleccionado del grupo que consiste en un polímero soluble o dispersable en agua,

un agente tensioactivo y una combinación de ingredientes I y II; y

50 B) los portadores de equilibrio y otros ingredientes adjuntos.

55 El polímero soluble o dispersable en agua puede ser un polisacárido y la carboximetilcelulosa se menciona entre los polisacáridos. En los ejemplos, se utilizan tres CMC con un peso molecular que varía de 90.000 a 700.000 dalton. No se describe ningún efecto particular del peso molecular sobre las actuaciones.

60 Usualmente los agentes hidratantes, tales como la CMC, se aplican directamente en el suelo como soluciones acuosas que se preparan en el sitio de aplicación. Es importante que todos los componentes de los agentes hidratantes estén correctamente dosificados y bien disueltos para garantizar que no se obtenga una dosificación insuficiente o una sobredosis en el suelo.

Sin embargo, la carboximetilcelulosa puede ser difícil de usar en algunas situaciones del campo y en forma sólida tarda mucho tiempo en disolverse, también bajo agitación de alto cizallamiento.

5 Una buena solución a este problema sería preparar una composición acuosa concentrada de carboximetilcelulosa y tensioactivos que puedan dosificarse fácilmente y homogeneizarse.

10 Desafortunadamente, es difícil combinar cantidades adecuadas de carboximetilcelulosa y tensioactivos en concentrados y/u obtener composiciones estables en todos los casos. Además, los tipos de tensioactivos se limitarán a los compatibles con la carboximetilcelulosa.

15 Por consiguiente, sigue existiendo la necesidad de una composición acuosa concentrada de carboximetilcelulosa y un agente tensioactivo que pueda diluirse y aplicarse fácilmente, que tenga una eficacia aumentada en cualquier tipo de suelo y que pueda mejorar la eficacia del uso del agua en plantas y hierbas.

20 Hemos descubierto que se puede preparar una composición acuosa concentrada de una carboximetilcelulosa despolimerizada (CMC despolimerizada) y tensioactivos con la ayuda de un compatibilizador. Estos concentrados pueden contener altas cantidades de carboximetilcelulosa y tensioactivos, son estables, se pueden verter y se pueden diluir fácilmente durante la aplicación o en el sitio de mezcla para preparar agentes hidratantes listos para usar.

25 El agente hidratante se puede aplicar al suelo y reduce las pérdidas de humedad por evaporación directa o por canalización y desperdicio, mejora la proporción de humedad del suelo accesible para las plantas y, en ciertas condiciones, evita o incluso revierte la pérdida por evaporación debido a los cambios por el día y la noche dentro y fuera de los suelos porosos. Al mismo tiempo, la presencia del surfactante permite que el agua humedezca apropiadamente el suelo.

30 Por lo que sabe el solicitante, nadie ha descrito la combinación específica de CMC despolimerizado, tensioactivo y compatibilizador de la presente descripción.

35 Según la invención, la expresión "CMC despolimerizada" define una carboximetilcelulosa cuyo peso molecular promedio en peso se ha reducido entre 10.000 y 80.000 dalton a través de un tratamiento químico, enzimático o físico o una combinación de estos tratamientos.

De acuerdo con la invención, el peso molecular promedio en peso de CMC se determina mediante cromatografía de permeación en gel (o GPC por sus siglas en inglés de "*gel permeation chromatography*") calibrada con estándares de pululano.

40 La expresión "grado de sustitución" (o DS por sus siglas en inglés de "*degree of substitution*") significa el número promedio de grupos carboximetilo para cada unidad hidroglicosilica de la celulosa.

#### 45 **SUMARIO DE LA INVENCION**

50 Por lo tanto, es un objeto de la presente invención composición acuosa concentrada para la preparación de agentes hidratantes que comprende:

- 55 a. de 10 a 30% en peso (% en peso) de una carboximetilcelulosa despolimerizada (CMC despolimerizada) que tiene un peso molecular promedio en peso comprendido entre 10.000 y 80.000 dalton (Da);
- b. de 15 a 50% en peso de un compatibilizador elegido entre glicerol y xileno sulfonato de sodio;
- c. de 0,5 a 20% en peso de al menos un tensioactivo.

60 En otro aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento para hidratar suelos que comprende i) preparar una solución acuosa lista para ser aplicada que comprende de 0,1 a 3,5%

en peso, más preferiblemente de 0,5 a 2% en peso de la composición acuosa concentrada y ii) aplicar la solución acuosa en el suelo.

## 5 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

De acuerdo con un aspecto preferido de la invención, la composición concentrada acuosa comprende:

10

- a. de 12 a 25 wt. % de la CMC despolimerizada;
- b. de 25 a 45% en peso del compatibilizador;
- 15 c. de 0,5 a 10% en peso de al menos un tensioactivo.

En una realización particularmente preferida de la invención, la composición concentrada acuosa comprende:

20

- a. de 12 a 25% en peso de la CMC despolimerizada;
- b. de 32 a 45% en peso del compatibilizador;
- 25 c. de 0,5 a 5% en peso de al menos un tensioactivo.

De acuerdo con la invención, una CMC despolimerizada preferida tiene un peso molecular promedio en peso comprendido entre 15.000 y 50.000 Da, más preferiblemente entre 20.000 y 40.000 Da.

30

Ventajosamente, la CMC despolimerizada tiene un grado de sustitución (DS) que varía de 0,4 a 1,6, más preferiblemente de 0,6 a 1,2.

35

La viscosidad de Brookfield de la CMC despolimerizada medida a 20 rpm y 20°C en solución de agua a una concentración del 25% en peso es usualmente inferior a 6500 mPa\*s, preferiblemente inferior a 4000 mPa\*s.

40

Usualmente, la CMC despolimerizada de la invención se salifica con iones de metales alcalinos, tales como iones de sodio o potasio, o amonio o amonio cuaternario. Preferiblemente, la carboximetilcelulosa despolimerizada de la invención se salifica con iones de potasio o sodio, más preferiblemente con iones de potasio.

45

Se conocen muchos procedimientos útiles para la despolimerización de carboximetilcelulosa; citamos, a modo de ejemplo, aquellos descritos en el documento: EP 382577, en donde se describen los hidrolizados enzimáticamente a partir del derivado de celulosa; el documento GB 2,281,073, en donde se describe el procedimiento para obtener soluciones de carboximetilcelulosa de baja viscosidad a partir de la disolución de mezclas sólidas de carboximetilcelulosa y enzimas; el EP 465992, donde se describe un procedimiento para la despolimerización de éteres de celulosa con peróxido de hidrógeno en agua; el documento EP 708113, donde se describe la obtención de éteres de celulosa de bajo peso molecular por irradiación; el documento WO/2005/012540, que describe un procedimiento para la despolimerización enzimática de carboximetilcelulosa de viscosidad media en forma de polvo disperso en un medio heterogéneo hidroalcohólico;

55

Prácticamente todos estos procedimientos se pueden utilizar para la preparación de una CMC despolimerizada adecuada para la composición de la invención. La CMC despolimerizada obtenida a partir de un proceso de despolimerización enzimática es la elección preferida.

60

Los procedimientos de despolimerización se pueden aplicar tanto en la carboximetilcelulosa purificada como en la de grado técnico.

Ventajosamente, la CMC despolimerizada se obtiene a partir de una carboximetilcelulosa de grado técnico que tiene un contenido de sustancia activa de 55 a 75% en peso como materia seca. Las CMC de calidad técnica no se lavan después de la reacción de eterificación y habitualmente contienen de 25 a 45% en peso como materia seca de los subproductos de carboximetilación. Estos subproductos son principalmente, y dependiendo de la salificación de la CMC, sales de cloruro y glicolato, tales como cloruro de sodio y glicolato de sodio.

Preferiblemente, en la composición acuosa concentrada para la preparación de agentes hidratantes de la presente divulgación, el compatibilizador es glicerol.

Se pueden usar tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos y anfólicos y mezclas de los mismos como tensioactivo c).

Preferiblemente, los tensioactivos son tensioactivos aniónicos.

Los tensioactivos adecuados son por ejemplo, las emulsionantes y dispersantes no iónicos, tales como alcoholes alifáticos polialcoxilados, preferiblemente polietoxilados, saturados e insaturados, que tienen de 8 a 24 átomos de carbono en el radical alquilo, que se deriva de los ácidos grasos correspondientes o de productos petroquímicos, y que tiene de 1 a 100, preferiblemente de 4 a 40, unidades de óxido de etileno (EO del inglés "ethylene oxide"); polialcoxilados, preferiblemente polietoxilados, arilalquilfenoles, tales como por ejemplo, tristirilfenol que tiene un grado promedio de etoxilación de entre 8 y 80, preferiblemente de 16 a 40; alquilfenoles polialcoxilados, preferiblemente polietoxilados que tienen uno o más radicales alquilo, tales como, por ejemplo, nonilfenol o tri-sec-butilfenol, y un grado de etoxilación de entre 2 y 40, preferiblemente de 4 a 20; ácidos hidroxigrasos polialcoxilados, preferiblemente polietoxilados, o glicéridos de ácidos hidroxigrasos, tales como, por ejemplo, aceite de ricino, que tiene un grado de etoxilación de entre 10 y 80; ésteres de sorbitano o sorbitol con ácidos grasos o ésteres de polialcoxilación, preferiblemente polietoxilados, sorbitán o sorbitol; aminas polialcoxiladas, preferiblemente polietoxiladas; copolímeros de di y tri bloque, por ejemplo de óxidos de alquileo, por ejemplo de óxido de etileno y óxido de propileno, que tienen masas molares promedio entre 200 y 8000 g / mol, preferiblemente entre 1000 y 4000 g / mol; alquilpoliglicósidos o alquilpoliglicósidos polialcoxilados, preferiblemente polietoxilados.

Los tensioactivos no iónicos preferidos son alcoholes polietoxilados, preferiblemente de fuentes renovables, tales como el alcohol natural etoxilado (4-8 EO) C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>; triglicéridos polietoxilados de ácidos hidroxigrasos y copolímeros de bloques de óxido de polietileno y/u óxido de polipropileno.

También son adecuados los tensioactivos aniónicos, por ejemplo:

tensioactivos polialcoxilados, preferiblemente polietoxilados, que están modificados iónicamente, por ejemplo por conversión de la función hidroxilo libre terminal del bloque de óxido de alquileo en un éster de sulfato o fosfato;

sales de metales alcalinos y alcalinotérreos de ácidos alquilarilsulfónicos que tienen una cadena alquílica de cadena lineal o ramificada;

sales de metales alcalinos y alcalinotérreos de ácidos parafinsulfónicos y ácidos parafinsulfónicos clorados;

polielectrolitos, tales como lignosulfonatos, condensados de naftalenosulfonato y formaldehído, poliestirenosulfonato o polímeros insaturados o aromáticos sulfonados;

ésteres aniónicos de alquilpoliglicósidos, tales como alquilpoliglucósidosulfosuccinato o citrato; sulfosuccinatos que están esterificados una o dos veces con alcoholes alifáticos lineales o ramificados, cicloalifáticos y/o aromáticos, o sulfosuccinatos que están esterificados una o dos veces con aductos de poli (óxido de alquileo) de alcoholes.

Los tensioactivos aniónicos preferidos son, por ejemplo, sales de ácidos alquilsulfosuccínicos,

tales como dioctilsulfosuccinato de sodio, y ésteres aniónicos de alquilpoliglicósidos, en particular alquilpoliglucósido citrato.

5 Ejemplos de tensioactivos catiónicos y anfóteros son sales de amonio cuaternario, alquilaminoácidos y betaína o anfóteros de imidazolina.

10 Opcionalmente, la composición acuosa concentrada también incluye retardantes de la escorrentía, humectantes, inhibidores de la corrosión, inhibidores microbianos, ajustadores del pH, agentes antiespumantes o sus mezclas.

15 La composición acuosa concentrada de la invención puede prepararse simplemente mezclando los diversos componentes y los otros aditivos opcionales con agua. Dado que la CMC despolimerizada se proporciona típicamente como una solución o dispersión líquida concentrada (20-45% en peso), normalmente el compatibilizador, al menos uno de los agentes tensioactivos y los otros aditivos se añaden, posiblemente con agua, a la solución o dispersión de la CMC despolimerizada.

20 Las composiciones concentradas de la invención tienen una viscosidad Brookfield® comprendida entre 100 y 800 mPa\*s, preferiblemente entre 200 y 500 mPa\*s.

Estas composiciones acuosas concentradas se pueden diluir con agua justo antes de su uso para proporcionar las soluciones acuosas, que se pueden aplicar directamente sobre el suelo.

25 Preferiblemente, las soluciones acuosas de la presente invención comprenden de 1 a 2% en peso de la composición acuosa concentrada descrita anteriormente.

30 Las soluciones acuosas descritas en el presente documento pueden consistir en CMC despolimerizada, un compatibilizador y al menos un tensioactivo; convenientemente, también pueden contener ingredientes activos agroquímicos tales como insecticidas, herbicidas, estabilizadores, adyuvantes, ajustadores de pH, agentes antiespumantes, nutrientes para las plantas que incluyen fertilizantes y metales pesados, y similares. Los ingredientes activos agroquímicos preferidos son los nutrientes vegetales.

35 Las soluciones acuosas de la presente invención pueden comprender de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 8% en peso, preferiblemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 4% en peso, de ingredientes activos agroquímicos.

40 Los ejemplos de fertilizantes adecuados incluyen fuentes de nitrógeno, de fósforo, de potasio y sus mezclas. Los ejemplos no limitantes de fuentes de nitrógeno disponibles incluyen, urea, nitrato de amonio, nitrato de potasio y sus mezclas. Los ejemplos de fósforo disponible incluyen fosfato de amonio, hidrogenofosfato de diamonio, monofosfato de dihidrógeno de amonio, fosfato de sodio, hidrogenofosfato de sodio y sus mezclas. Las fuentes disponibles de potasio incluyen cualquier sal adecuada de potasio soluble en agua.

45 Los ejemplos no limitantes de fuentes de metales pesados incluyen hierro quelado (quelado con EDTA), manganeso y zinc.

50 Las soluciones acuosas descritas de la invención pueden aplicarse, por ejemplo, por medio de pulverización entre 60 a 500 L/ha, preferiblemente de 150 a 300 L/ha, o por aspersión o goteo entre 0,4 y 120 L/hora por emisor.

55 Se pueden aplicar a cualquier tipo de suelo, pero son especialmente adecuados para: suelo arenoso, suelo uniforme [a partes iguales], suelo arcilloso arenoso, arenoso arcilloso, arenoso tal como se define en el "Soil Survey Manual" ("Manual de cartografía de suelos") del Departamento de Agricultura de los Estados Unidos. U.S. Government Printing Office, Washington, D.C. 20402. (Capítulo 3).

60 Debido a que los componentes preferidos de la solución acuosa son biodegradables, ésta se puede volver a aplicar periódicamente. Los siguientes datos experimentales muestran la estabilidad y eficacia de las composiciones acuosas concentradas de la invención.

**EJEMPLOS****5 Procedimientos de caracterización**

La viscosidad Brookfield® (BRK) de las soluciones de CMC se midió con un viscosímetro Brookfield® DV-E a 20°C y a 20 rpm.

10

El grado de sustitución (DS) de la carboximetilcelulosa se midió siguiendo el Procedimiento de la Norma de Estandarización ASTM D1439-03 (Grado de Eterificación).

El contenido de materia activa de la carboximetilcelulosa se determinó siguiendo el Procedimiento de la Norma de Estandarización ASTM D 1439-03 (Pureza).

15

El contenido de subproductos de reacción de la carboximetilcelulosa se calculó por diferencia entre el peso seco y el contenido de materia activa.

La cromatografía de permeación en gel (GPC) se usó para determinar el peso molecular promedio en peso ( $M_w$ , por sus siglas en inglés de "molecular weigh"), usando el siguiente procedimiento.

20

Se prepararon muestras de CMC despolimerizadas disolviendo a una concentración de 0,3% peso/volumen (p/v) de una muestra en acetato de amonio 0,10 M ("solución de fase móvil").

25

Los pululanos con pesos moleculares que varían de 5900 a 788000 Da se usaron como patrones de peso molecular.

Doscientos microlitros de cada solución, filtrados en un filtro de membrana de 0,45 micras, se inyectaron en una HPLC equipada con un detector de dispersión de luz evaporativa.

30

Se usaron las siguientes columnas a una temperatura de 60°C: columnas de protección SupelcoProgel - TSK G3000 PWXL, G5000 PWXL, G6000 PWXL y Progel-TSK PWXL. La HPLC se ajustó a un caudal de 0,8 ml / min durante 50 minutos.

35

**Preparación de CMC despolimerizada**

40

Se despolimerizaron cuatro CMC diferentes (véanse sus características en la tabla 1) de acuerdo con el siguiente procedimiento.

En un reactor de 130 L se dispersaron 20 kg de carboximetilcelulosa con agitación en 80 kg de una mezcla de agua / isopropanol (que contiene 41% en peso de isopropanol).

45

**Tabla 1**

<b>Características</b>	<b>CMC sodio</b>	<b>de</b>	<b>CMC sodio</b>	<b>de</b>	<b>CMC potasio</b>	<b>de</b>	<b>CMC potasio</b>	<b>de</b>
Grado	Purificado		Técnico		Purificado		Técnico	
DS	0,65		0,65		0,75		0,75	
Materia activa (% P/A)	98		65		98		65	
4% Sol. Viscosidad BRK (mPa*s)	38,5		4110		484		1380	
$M_w$ (Da)	188.000		1.460.000		704.000		704.000	

50



El pH se ajustó a 6,4 con 0,16 kg de NaOH al 50% en peso y 9,1 kg de ácido acético al 80% en peso, y la mezcla se calentó a 40°C. Luego se agregaron de 100 a 300 g de Indiage® Super L (una preparación de celulosa comercializada por Genencor International, que tiene actividad enzimática de 2850 GTU / g).

La dispersión se agitó durante un tiempo apropiado (entre 30 y 180 minutos); el alcohol se eliminó a continuación por destilación a vacío a 40-45°C hasta que su concentración residual fue de aproximadamente 0,5% en peso (determinada por cromatografía de gases); se añadió NaOH para elevar el pH a 11,5 y la mezcla se agitó a 67°C durante 60 minutos.

La mezcla se enfrió a 50°C, se añadieron 0,6 kg de una solución acuosa al 30% en peso de peróxido de hidrógeno, luego se calentó a 65°C y se agitó durante 30 minutos. Se añadieron 300 g de Terminox 50 Ultra (una catalasa de Novozymes, DK) y la mezcla se agitó durante 10 minutos. La solución se enfrió a 30°C y se añadieron 75 g de Carbosan CD40 (biocida de Lamberti SpA).

Se obtuvieron soluciones acuosas de carboximetilcelulosa despolimerizada (véase la tabla 2).

**Tabla 2**

Características	CMC1 <sup>1</sup>	CMC2 <sup>2</sup>	CMC3 <sup>3</sup>	CMC4 <sup>4</sup>	CMC5 <sup>3</sup>
Contador ion	K	K	N / A	N / A	N / A
DS	0,8	0,8	0,65	0,65	0,65
Materia activa (% p/a)	22	37	37	22	24
Subproductos (% p/a)	15	1	1	15	1
Viscosidad BRK (mPa*s)	4360	5900	3500	4890	2420
Mw (Da)	34000	38500	29500	35000	76000
<sup>1</sup> de CMC de potasio de grado técnico <sup>2</sup> de CMC purificado grado potasio <sup>3</sup> de CMC de sodio grado purificado <sup>4</sup> de grado técnico CMC de sodio					

**Ejemplos 1-20**

Se prepararon las composiciones acuosas concentradas de acuerdo con la invención mezclando diferentes cantidades de CMC1-CMC5, los compatibilizadores y citrato de coco-alkil-poliglucósido (Citrato-APG, comercializado por Lamberti SpA como Eucarol AGE EC) o dioctil sulfosuccinato de sodio, tal y como se describe en la tabla 3, tabla 4 y tabla 5.

La tabla 3, la tabla 4 y la tabla 5 también muestran el aspecto de las composiciones, su viscosidad Brookfield y su estabilidad con un tratamiento a 54°C durante dos semanas.

**Tabla 3**

Ingrediente (% p/a)	Ej. 1 *	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4 *	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8
CMC1	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2
Citrato de APG	0,6	0,6	0,6	0,6		7,0		

ES 2 681 661 T3

<b>Ingrediente (% p/a)</b>	<b>Ej. 1 *</b>	<b>Ej. 2</b>	<b>Ej. 3</b>	<b>Ej. 4 *</b>	<b>Ej. 5</b>	<b>Ej. 6</b>	<b>Ej. 7</b>	<b>Ej. 8</b>
Diocil Sulfosuccinato de Sodio					7,0		1,4	1,4
Glicerol		38			30		38	
Xileno Sulfonato de Sodio			15,2			6		15,2
Propilenglicol				38				
Agua	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%
<b>Apariencia</b>	Vaporosa / líquida	Vaporosa / líquida	Vaporosa / líquida	Vaporosa / líquida	Vaporosa / líquida	Vaporosa / líquida	Vaporosa / líquida	Vaporosa / líquida
<b>Viscosidad BRK (mPa*s)</b>	250	450	400	250	520	450	415	455
<b>Estabilidad 54°C 15 días</b>	SF	OK	OK	SF	OK	OK	OK	OK
*Comparativo; OK = Sin separación de fases; SF = separación de fases								

**Tabla 4**

<b>Ingrediente (% p/a)</b>	<b>Ej. 9</b>	<b>Ej. 10</b>	<b>Ej. 11 *</b>	<b>Ej. 12</b>	<b>Ej. 13</b>	<b>Ej. 14</b>	<b>Ej. 15</b>	<b>Ej. 16*</b>
CMC1	13,2	13,2	13,2					
CMC2				13,2	13,2			
CMC3						22,2	22,2	22,2
Citrato de APG			0,6			0,6	0,6	0,6
Diocil Sulfosuccinato de Sodio				1,4	1,4			
Alcoxilato de alcohol	2,0	2,0						
Glicerol	38			38		38		

ES 2 681 661 T3

<b>Ingrediente (% p/a)</b>	<b>Ej. 9</b>	<b>Ej. 10</b>	<b>Ej. 11 *</b>	<b>Ej. 12</b>	<b>Ej. 13</b>	<b>Ej. 14</b>	<b>Ej. 15</b>	<b>Ej. 16*</b>
Xileno Sulfonato de Sodio		15.2			15.2		15.2	
Propilenglicol								38
Dipropileno Glicol			38					
Agua	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%
<b>Apariencia</b>	Vaporosa / Líquida	Vaporosa / Líquida	Vaporosa / Pastosa	Vaporosa / Líquida	Vaporosa / Líquida	Vaporosa / Líquida	Vaporosa / Líquida	Vaporosa / Líquida
<b>Viscosidad BRK (mPa s)</b>	430	450	ND	580	450	480	430	220
<b>Estabilidad 54 ° C 15 días</b>	OK	OK	SF	OK	OK	OK	OK	SF
*Comparativo; OK = Sin separación de fases; ND = no determinado; SF = separación de fases								

**Tabla 5**

5

<b>Ingrediente (% p / p)</b>	<b>Ej. 17</b>	<b>Ej. 18</b>	<b>Ej. 19</b>	<b>Ej. 20</b>	<b>Ej. 21*</b>	<b>Ej. 22 *</b>	<b>Ej. 23 *</b>
CMC3	22,2	22,2					
CMC4			22,2				
CMC5				14,4			
CMC de sodio purificado					9,0	9,0	9,0
Citrato de APG			0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
Diocil Sulfosuccinato de sodio	17,5	17,5					
Glicerol	15		38	38	38		
Xileno Sulfonato de Sodio		6				15,2	
Propilenglicol							38

Ingrediente (% p / p)	Ej. 17	Ej. 18	Ej. 19	Ej. 20	Ej. 21*	Ej. 22 *	Ej. 23 *
Agua	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%
<b>Apariencia</b>	Vaporosa / líquida	Vaporosa / líquida	Vaporosa / líquida	Vaporosa / líquida	Vaporosa / viscosa / líquida	Vaporosa / viscosa / líquida	ND
<b>Viscosidad BRK</b>	400	420	550	550	1350	1270	ND
<b>Estabilidad 54 ° C 15 días</b>	OK	OK	OK	OK	OK	OK	ND
*Comparativo OK = Sin separación de fases ND = No determinado SF = separación de fases							

Las composiciones acuosas concentradas preparadas de acuerdo con la invención son más estables y/o tienen una viscosidad mucho más baja que las composiciones comparativas.

5

### Ensayos de aplicación

10 Se prepararon soluciones acuosas diluyendo las composiciones concentradas de los ejemplos 2-3, 5-8, 12-15, 17-19 y 21-22 con agua estándar CIPAC D. Se prepararon columnas de suelo (con un diámetro de 5 cm) llenas con 400 gramos de suelo arenoso, compactando cuidadosamente el suelo para proporcionar una densidad aparente de aproximadamente 1,7 kg / dm<sup>3</sup> o mayor. La composición del suelo arenoso utilizado en el ensayo fue de, en peso, 90,75% de arena, 3,75% de limo y 5,5% de arcilla.

15

En el centro de la columna se colocó y se enterró a una profundidad de 6 cm, un sensor de humedad Waterscout de Spectrum Technologies, en donde todo el sensor se cubrió con tierra. El contenido volumétrico de agua (VWC%, del inglés "*volumetric water content*") se registró utilizando un microscopio Watchdog 1400. Se mantuvo un riego por goteo dosificando 36 ml de solución acuosa durante un período de seis horas usando un Titrino 798 MPT de Metrohm. El sensor de agua registró el VWC% cada treinta minutos durante un período de 48 horas con el fin de controlar la humedad del suelo y la retención de agua. La tabla 6 muestra la concentración de las composiciones concentradas y el% de VWC después de 24 y 48 horas.

20

25

**Tabla 6**

Ingrediente	% concentración	VWC% 24 h	VWC% 48 h
Agua	-	2.9	2.4
Ejemplo 2	1.5	4.5	3.5
Ejemplo 3	1.5	4.4	3.7
Ejemplo 5	1.5	5.1	3.8
Ejemplo 6	1.5	4.8	3.7
Ejemplo 7	1.5	4.4	3.7

<b>Ingrediente</b>	<b>% concentración</b>	<b>VWC% 24 h</b>	<b>VWC% 48 h</b>
Ejemplo 8	1.5	5.2	3.9
Ejemplo 12	1.5	5.4	4.1
Ejemplo 13	1.5	5.2	4.0
Ejemplo 14	1.5	4.3	3.6
Ejemplo 15	1.5	4.1	3,7
Ejemplo 17	1.5	5.0	3.8
Ejemplo 18	1.5	5.1	3.7
Ejemplo 19	1.5	6.2	5.0
Ejemplo 21 *	1.5	2.1	2.0
Ejemplo 22 *	1.5	2.2	2.0
*Comparativo; [VWC% = contenido volumétrico de agua / volumetric water content]			

- 5 Los datos presentados demuestran que la aplicación de las soluciones acuosas preparadas diluyendo la composición acuosa concentrada de la invención aumenta la retención de agua del suelo en la medida marcada. Particularmente eficaces son las soluciones acuosas preparadas a partir de composiciones acuosas concentradas que comprenden la CMC despolimerizada técnica.

**REIVINDICACIONES**

1. Composición acuosa concentrada que comprende:
- 5           a. de 10 a 30% en peso (% en peso) de una carboximetilcelulosa despolimerizada que tiene un peso molecular promedio en peso de 10.000 a 80.000 dalton (Da);
- b. de 15 a 50% en peso de un compatibilizador seleccionado del grupo que consiste en glicerol y xileno sulfonato de sodio; y
- 10           c. de 0,5 a 20% en peso de al menos un tensioactivo.
2. La composición acuosa concentrada de la reivindicación 1, que comprende:
- 15           a. de 12 a 25% en peso de la carboximetilcelulosa despolimerizada;
- b. de 25 a 45% en peso del compatibilizador;
- c. de 0,5 a 10% en peso de al menos un surfactante.
- 20           3. La composición acuosa concentrada de la reivindicación 1), en donde la carboximetilcelulosa despolimerizada tiene un peso molecular promedio en peso de 15,000 a 50,000 Da.
4. La composición acuosa concentrada de la reivindicación 1, en la que la carboximetilcelulosa despolimerizada es una sal de potasio.
- 25           5. La composición acuosa concentrada de la reivindicación 1, en la que la carboximetilcelulosa despolimerizada se prepara usando una carboximetilcelulosa técnica con, como materia seca, un contenido de sustancia activa de 55 a 75% en peso y de 25 a 45% de subproductos de carboximetilación.
- 30           6. La composición acuosa concentrada de la reivindicación 1, en la que el compatibilizador es glicerol.
7. La composición acuosa concentrada de la reivindicación 1, en la que el tensioactivo se selecciona del grupo que consiste en sales de ácidos alquilsulfosuccínicos y ésteres aniónicos de alquilpoliglicosidos.
- 35           8. Procedimiento para hidratar suelo que comprende:
- 40           i) preparar una solución acuosa que comprende de 0,1 a 3,5% en peso de una composición acuosa concentrada que comprende:
- a. de 10 a 30% en peso de una carboximetilcelulosa despolimerizada que tiene un peso molecular promedio en peso de 10.000 a 80.000 Da;
- 45           b. de 15 a 50% en peso de un compatibilizador seleccionado del grupo que consiste en glicerol y xileno sulfonato de sodio; y
- c. de 0,5 a 20% en peso de al menos tensioactivo;
- 50           ii) y aplicar la solución acuosa en el suelo.
9. El procedimiento para hidratar suelos de la reivindicación 8, en el que la solución acuosa comprende de 0,5 a 2% en peso de la composición acuosa concentrada.
- 55           10. El procedimiento para hidratar suelos de la reivindicación 8, en el que la solución acuosa comprende además de 0,01 a 8% en peso de ingredientes agroquímicos activos.
11. El procedimiento para hidratar suelos de la reivindicación 8, en el que el compatibilizador es glicerol.
- 60

12. El procedimiento para hidratar suelos de la reivindicación 8, en el que el tensioactivo se selecciona del grupo que consiste en sales de ácidos alquilsulfosuccínicos y ésteres aniónicos de alquilpoliglicosidos.