

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 683 390**

51 Int. Cl.:

**C08B 1/00** (2006.01)

**C08B 1/08** (2006.01)

**C08B 11/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.10.2013 PCT/JP2013/078749**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.06.2014 WO14087755**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.10.2013 E 13786762 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.06.2018 EP 2928925**

54 Título: **Procedimiento para producir hidroxialquilcelulosas**

30 Prioridad:

**06.12.2012 JP 2012267030**

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

**26.09.2018**

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)  
14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome Chuo-Ku  
Tokyo 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

**GOTO, HIDEKI;  
NAKANISHI, KOHEI;  
IMORI, YOICHIRO y  
WADA, TOMOYA**

74 Agente/Representante:

**FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás**

ES 2 683 390 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**

Procedimiento para producir hidroxialquilcelulosas

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir hidroxialquilcelulosas, a hidroxialquilcelulosas producidas mediante el procedimiento y a un procedimiento para producir hidroxialquilcelulosas cationizadas usando las hidroxialquilcelulosas.

10

**Antecedentes de la invención**

Se han usado hidroxialquilcelulosas en una variedad de aplicaciones incluyendo componentes que van a combinarse en composiciones de agente de limpieza tales como champús, enjuagues, tratamientos y acondicionadores, dispersantes, modificadores, agentes agregantes, etc. En estas aplicaciones, con frecuencia se ha requerido que los productos tengan una buena transparencia, y por tanto se ha requerido que las hidroxialquilcelulosas usadas en los mismos tengan una excelente solubilidad en agua.

15

Las celulosas como materia prima para la producción de las hidroxialquilcelulosas tienen una alta cristalinidad y una escasa reactividad. Por tanto, es necesario reducir la cristalinidad de las celulosas y mejorar la reactividad de las mismas.

20

En general, las hidroxialquilcelulosas se han producido mediante el método de someter una celulosa a tratamientos de activación tales como el denominado procedimiento de Alcell o mercerización en el que la celulosa se mezcla con una gran cantidad de agua y una cantidad en gran exceso de un hidróxido de metal alcalino en una condición en suspensión espesa para producir una celulosa alcalina, y después dejar que la celulosa alcalina resultante reaccione con un óxido de alquileo.

25

Sin embargo, en el método anterior, dado que se produce una gran cantidad de una sal como producto secundario debido a la cantidad en gran exceso del hidróxido de metal alcalino usado en el procedimiento de Alcell, tiende a producirse un problema en cuanto a que se impone una carga sobre la purificación para retirar la sal como producto secundario. En consecuencia, se han propuesto métodos para la producción de una celulosa alcalina o un derivado de celulosa con el propósito de potenciar la productividad de los mismos, etc.

30

Por ejemplo, el documento JP38-4800B divulga el método de producir de manera continua una celulosa alcalina adecuada para producir un derivado de celulosa en el que una celulosa en forma de un polvo fino que tiene un tamaño de 60 de malla o menos y una disolución alcalina cáustica acuosa que tiene una concentración del 30 % o más se mezclan entre sí mientras se pulverizan.

35

El documento JP 2002-114801A divulga el método de producir un derivado de polisacárido en el que un éter de celulosa en forma, no de suspensión espesa, sino de polvo se somete a reacción para potenciar la productividad y la eficacia de reacción.

40

El documento JP 2009-143997A divulga el método de producir una hidroxipropilcelulosa en el que se hace reaccionar un polvo de celulosa de baja cristalinidad con óxido de propileno en presencia de un catalizador.

45

El documento JP 1-502675A divulga el método de producir un éter de celulosa que incluye una primera etapa de hacer reaccionar una celulosa con un hidróxido de metal alcalino y un agente de eterificación en presencia de un compuesto borónico para obtener un producto de reacción intermedio que contiene un éter de celulosa, y una segunda etapa de hacer reaccionar adicionalmente el producto de reacción intermedio así obtenido con el hidróxido de metal alcalino y el agente de eterificación.

50

El documento JP 2009-522394A divulga el método de producir una hidroxialquilcelulosa que incluye una etapa de someter una celulosa, una cantidad específica de un hidróxido de metal alcalino, una cantidad específica de un óxido de alquileo, y un haluro de alquilo que se añade en una cantidad desde el 20 hasta el 95 % en peso de una cantidad total del haluro de alquilo que va a añadirse durante el método, a una reacción primaria, y una etapa de someter el producto de reacción primaria así obtenido, una cantidad específica del hidróxido de metal alcalino y una cantidad restante del haluro de alquilo, a una reacción secundaria.

55

El documento EP 1 589 035 A1 se refiere a la preparación industrial de metilhidroxialquilcelulosa (I), a partir de celulosa presente en álcali con composición de clorometano e hidroxialquilo, que comprende (A) pulverizar la celulosa con disolución acuosa de hidróxido de álcali y una suspensión que contiene el 20-50 % en peso de clorometano en un autoclave de modo que la celulosa alcalizada reacciona con el clorometano; (B) opcionalmente añadir una o más disoluciones de hidroxialquilo a más de 60°C; (C) añadir hidróxido de álcali con un valor estequiométrico superior de al menos +0,1 con respecto al clorometano añadido en la etapa (a); (D) opcionalmente añadir una o más disoluciones de hidroxialquilo a una temperatura superior a 60 °C y hacer reaccionar durante al

65

menos 20 minutos; (E) añadir clorometano con un valor estequiométrico superior de al menos +0,2, con respecto al hidróxido de álcali usado en las etapas (a y c); (F) opcionalmente añadir hidróxido de álcali adicional y hacer reaccionar a 60-110 °C; y (G) destilar la suspensión con el clorometano restante y aislar, lavar y secar el producto obtenido.

5 El documento US 4.084.060 A se refiere a un procedimiento para la síntesis de hidroxietilcelulosa mediante el empleo de una cantidad óptima controlada de agua disponible para hinchar la celulosa en medio de reacción cáustico acuoso en secuencias de hidroxietoxilación de razones primero alta y después baja de compuesto cáustico:celulosa.

10 El documento EP 1 279 680 A2 se refiere a un procedimiento para la preparación de alquilhidroxialquilcelulosa mediante: (a) alcalización de celulosa con hidróxido de álcali I/AGU (*sic*) (0,9 - 2,9 equivalentes) como lejía acuosa, en presencia de un agente de suspensión que contiene haluro de alquilo ( $\geq 0,2$  equivalentes/AGU); (b) reacción de la celulosa alcalizada con agentes de alquilación e hidroxialquilación a 65 grados C; (c) adición de hidróxido de álcali adicional como lejía acuosa; (d) dosificación de agente de alquilación en una cantidad al menos igual a la diferencia entre los equivalentes ya usados de agente de alquilación I/AGU y la cantidad total de equivalentes dosificados de hidróxido de álcali/AGU, sin dosificación cuando la cantidad de agente de alquilación equivalente I/AGU ya supera la cantidad total de hidróxido de álcali/AGU dosificada; y (e) aislamiento de la alquilhidroxialquilcelulosa obtenida a partir de la mezcla de reacción y purificación si se requiere.

20 El documento WO 2006/062268 A1 se refiere a un procedimiento de preparar derivados de hidroxialquilcelulosa haciendo reaccionar celulosa y óxido de etileno en presencia de hidróxido de metal alcalino, en el que la reacción entre celulosa y óxido de etileno se realiza en presencia de disolvente azeotrópico de alcohol isopropílico en un reactor con agitación horizontal, en el que el óxido de etileno se suministra a través de dos etapas, dando por tanto como resultado una reacción en dos etapas, y se controla la cantidad de hidróxido de metal alcalino que queda tras la primera reacción.

25 El documento JP 2000 186101 A se refiere a un método para producir una hidroxipropilcelulosa que comprende tratar una celulosa con una disolución acuosa de un álcali, con óxido de propileno, añadiéndose el 20-80 % de la cantidad de adición completa de óxido de propileno en presencia de 100-700 partes en peso de un disolvente orgánico hidrófilo basándose en 100 partes en peso de la celulosa, llevar a cabo una reacción de eterificación y neutralizar el 20-90 % de la cantidad de álcali en la celulosa alcalina. Se añade sucesivamente el 80-20 % de la cantidad de adición completa de óxido de propileno para realizar una reacción de eterificación.

30 Cellulose (2010) 17:437-448 se refiere a la preparación de hidroxialquilcelulosa soluble en agua con un grado de sustitución molar de hasta 2,79 en condiciones de reacción completamente homogéneas en diversos líquidos iónicos sin adición de bases inorgánicas.

### 40 Sumario de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa mediante adición de un compuesto básico y un óxido de alquileo a una celulosa para llevar a cabo una reacción entre los mismos en el que el compuesto básico se añade en una cantidad total de no menos de 0,7 mol y no más de 1,5 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, y el óxido de alquileo se añade en una cantidad total de no menos de 1,0 mol y no más de 3,0 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, incluyendo el procedimiento las siguientes etapas 1 y 2:

50 etapa 1: añadir el compuesto básico en una cantidad de no menos del 50 % y no más del 95 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento, y después añadir el óxido de alquileo en una cantidad de no menos del 30 % y no más del 80 % de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento para hacer reaccionar los compuestos con la celulosa, obteniendo así una mezcla de reacción; y

55 etapa 2: añadir una cantidad restante del compuesto básico no añadida en la etapa 1 y una cantidad restante del óxido de alquileo no añadida en la etapa 1 a la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1 para llevar a cabo una reacción entre los mismos.

### Descripción detallada de la invención

60 Según los estudios realizados por los presentes inventores, el derivado de celulosa obtenido mediante el método descrito en el documento JP38-4800B tiene una uniformidad insuficiente, y por tanto es probable que forme partículas gruesas insolubles en agua. En particular, cuando no se usa el álcali en una cantidad en exceso basándose en una unidad de glucosa anhidra que constituye la celulosa, la tendencia anterior se ha vuelto aparentemente más notable.

65 Además, los métodos descritos en los documentos JP 2002-114801A y JP 2009-143997A no han logrado alcanzar

una selectividad de reacción satisfactoria, y todavía debe mejorarse la solubilidad en agua de las hidroxialquilcelulosas resultantes.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa que tiene una excelente solubilidad en agua a partir de una celulosa al tiempo que se mantiene una alta selectividad de reacción; a una hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento; y a un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada usando la hidroxialquilcelulosa resultante.

10 Los presentes inventores han encontrado que cuando se usa un método de adición dividida en el que se somete una celulosa activada obtenida usando una pequeña cantidad de un compuesto básico mediante el método convencionalmente conocido a reacción de adición con un óxido de alquileo, y después se hace reaccionar de nuevo el producto de reacción resultante con una cantidad restante del compuesto básico y una cantidad restante del óxido de alquileo, es posible producir una hidroxialquilcelulosa que tiene una excelente solubilidad en agua al tiempo que se mantiene una alta selectividad de reacción y además se produce una hidroxialquilcelulosa cationizada.

Es decir, la presente invención se refiere a los siguientes aspectos (1) y (2).

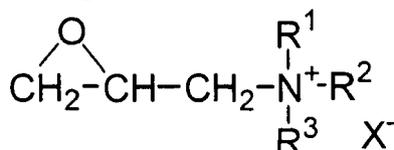
20 (1) Un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa mediante adición de un compuesto básico y un óxido de alquileo a una celulosa para llevar a cabo una reacción entre los mismos en el que el compuesto básico se añade en una cantidad total de no menos de 0,7 mol y no más de 1,5 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, y el óxido de alquileo se añade en una cantidad total de no menos de 1,0 mol y no más de 3,0 mol por 1 mol de la unidad de glucosa anhidra en la celulosa, incluyendo el procedimiento las siguientes etapas 1 y 2:

25 etapa 1: añadir el compuesto básico en una cantidad de no menos del 50 % y no más del 95 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento, y después añadir el óxido de alquileo en una cantidad de no menos del 30 % y no más del 80 % de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento para hacer reaccionar los compuestos con la celulosa, obteniendo así una mezcla de reacción; y

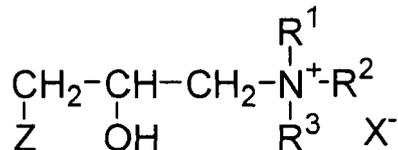
30 etapa 2: añadir una cantidad restante del compuesto básico no añadida en la etapa 1 y una cantidad restante del óxido de alquileo no añadida en la etapa 1 a la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1 para llevar a cabo una reacción entre los mismos.

35 (2) Un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada que incluye la etapa de producir una hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento (1) anterior, y una etapa de hacer reaccionar la hidroxialquilcelulosa con un agente de cationización representado por las siguientes fórmulas generales (1) o (2):

Fórmula general (1):



Fórmula general (2):



40 en las que R<sup>1</sup> a R<sup>3</sup> son cada uno independientemente un grupo hidrocarbonado lineal o ramificado que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; y X y Z representan el mismo átomo de halógeno o átomos de halógeno diferentes.

45 Según la presente invención, se proporcionan un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa que tiene una excelente solubilidad en agua al tiempo que se mantiene una alta selectividad de reacción, una hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento, y un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada usando la hidroxialquilcelulosa resultante.  
[Procedimiento para producir hidroxialquilcelulosa]

50 El procedimiento de producción de la presente invención que incluye las etapas 1 y 2 puede mostrar un efecto tal que la hidroxialquilcelulosa resultante tiene una excelente solubilidad en agua al tiempo que se mantiene una alta selectividad de reacción. Se considera que el motivo por el que puede lograrse el efecto anterior mediante la presente invención es el siguiente, aunque no se ha determinado claramente.

55 En la producción de la hidroxialquilcelulosa, cuando se añade de una vez una cantidad completa del compuesto básico, el compuesto básico tiende a localizarse en un resto amorfo de la celulosa de modo que el óxido de alquileo tiende a reaccionar con el mismo de manera no uniforme. Sin embargo, en la adición dividida usada en el procedimiento de la presente invención, en la etapa 1, tras añadir una cantidad específica del compuesto básico, se añade una cantidad específica del óxido de alquileo y se hace reaccionar, de modo que la celulosa en la mezcla de reacción obtenida tras la reacción de la etapa 1 contiene una cantidad aumentada del resto amorfo. Por este motivo, en la reacción de la etapa 2, se impide relativamente que el compuesto básico esté localizado, de modo que el óxido

de alquileno puede hacerse reaccionar de manera uniforme con el mismo. Como resultado, se considera que la hidroxialquilcelulosa resultante tiene una solubilidad en agua mejorada.

A continuación, se describen los componentes respectivos, la etapa 1 y la etapa 2 usados en la presente invención.

<Celulosa>

La cristalinidad de la celulosa usada en la presente invención (denominada en ocasiones a continuación en el presente documento simplemente "materia prima de celulosa") no está particularmente limitada. Según el procedimiento de la presente invención, el grado de reducción del peso molecular de la hidroxialquilcelulosa durante la producción de la misma es pequeño. Por tanto, el procedimiento de producción de la presente invención tiene como objetivo producir, en particular, una hidroxialquilcelulosa que tiene un alto grado de polimerización, y por tanto puede mostrar sus efectos de manera más notable cuando se usa una celulosa que tiene un alto grado de polimerización como materia prima. En general, el tratamiento para reducir la cristalinidad (descristalización) de la celulosa va acompañado de una reducción del grado de polimerización de la celulosa debido al corte de cadenas de celulosa. Por este motivo, es difícil obtener una celulosa que tiene una baja cristalinidad y un alto grado de polimerización. Por el contrario, también es difícil obtener una celulosa que tiene una cristalinidad extremadamente alta tal como las que tienen una cristalinidad de más del 95 %. Por consiguiente, desde los puntos de vista de un alto grado de polimerización y una buena disponibilidad, la cristalinidad de la materia prima de celulosa es preferiblemente desde el 10 hasta el 95 %, más preferiblemente desde el 30 hasta el 90 % y todavía más preferiblemente desde el 60 hasta el 80 %.

En la presente invención, el término "cristalinidad" de la celulosa tal como se usa en el presente documento significa una cristalinidad derivada de una estructura cristalina de tipo I de la materia prima de celulosa, y se determina a partir de los resultados de análisis de espectro de difracción de cristal de rayos X según la siguiente fórmula de cálculo (1):

$$\text{Cristalinidad (\%)} = [(I_{22,6} - I_{18,5})/I_{22,6}] \times 100 \quad (1)$$

en la que  $I_{22,6}$  es la intensidad de difracción de un plano reticular (plano 002) de cristales de tipo I de celulosa según se mide a un ángulo de difracción  $2\theta$  de  $22,6^\circ$  en análisis de difracción de rayos X; e  $I_{18,5}$  es la intensidad de difracción de un resto amorfo según se mide a un ángulo de difracción  $2\theta$  de  $18,5^\circ$  en análisis de difracción de rayos X.

Las celulosas en polvo o pastas comercialmente disponibles también contienen un resto amorfo en una pequeña cantidad, y la cristalinidad de las mismas según se calcula a partir de la fórmula (1) anterior se encuentra generalmente dentro del intervalo desde el 60 hasta el 80 %.

El grado de polimerización de la materia prima de celulosa se expresa mediante un grado de polimerización promedio en viscosidad calculado a partir de los resultados de medición para una viscosidad de la materia prima de celulosa mediante un método de cobre-amoniaco. Más específicamente, el grado de polimerización promedio en viscosidad de la materia prima de celulosa se calcula mediante el método descrito en los ejemplos a continuación. El grado de polimerización promedio en viscosidad de la materia prima de celulosa no está particularmente limitado, y es preferiblemente de 100 o más porque la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención puede mostrar unas altas prestaciones de acondicionamiento cuando se usa como componente que va a combinarse en composiciones de agente de limpieza. El grado de polimerización promedio en viscosidad de la materia prima de celulosa es más preferiblemente de 200 o más, todavía más preferiblemente 500 o más y de manera adicional todavía más preferiblemente 1000 o más, y también desde el punto de vista de una buena disponibilidad, es preferiblemente de 3000 o menos, más preferiblemente 2500 o menos, todavía más preferiblemente 2200 o menos y de manera adicional todavía más preferiblemente 2000 o menos. Desde estos puntos de vista, el grado de polimerización promedio en viscosidad de la materia prima de celulosa es preferiblemente desde 100 hasta 3000, más preferiblemente desde 200 hasta 2500, todavía más preferiblemente desde 500 hasta 2200 y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1000 hasta 2000.

La clase y forma de la materia prima de celulosa no están particularmente limitadas a menos que tengan alguna influencia adversa sobre la introducción de la materia prima de celulosa en un aparato de producción. Los ejemplos de la materia prima de celulosa incluyen maderas tales como diversas virutas de madera, productos de poda, productos de desrame y ramas de diversos árboles, residuos de construcción y residuos de fábrica; pastas tales como pastas de madera obtenidas a partir de madera y pastas de línter de algodón obtenidas a partir de fibras alrededor de semillas de algodón; papeles tales como periódicos, cartones corrugados, revistas y papeles libres de madera; tallos y hojas de plantas tales como pajas de arroz y tallos de maíz; y cáscaras de plantas tales como cascarillas, cáscaras de palma y cáscaras de coco. La materia prima de celulosa puede usarse en forma de pastas de tipo gránulos o de tipo virutas obtenidas cortando o moliendo de manera gruesa pastas o maderas, o una celulosa en polvo obtenida moliendo finamente las pastas o maderas. (Descristalización de celulosa)

La materia prima de celulosa se somete preferiblemente a descristalización mecánica antes de la reacción de la etapa 1.

Los ejemplos del aparato para la descristalización mecánica incluyen molinos de medios accionados por tanque, tales como un molino de bolas de tambor, un molino de bolas vibratorio, un molino de cilindros vibratorio, un molino de tubos vibratorio, un molino de bolas planetario y un molino de fluido centrífugo; y molinos de agitación de medios, tales como un molino de tanque de flujo continuo y un molino anular. De estos aparatos, en vista de una reducción eficaz de la cristalinidad y la productividad, se prefieren molinos de medios accionados por tanque, y se prefieren más molinos vibratorios tales como un molino de bolas vibratorio, un molino de cilindros vibratorio y un molino de tubos vibratorio.

El tratamiento de descristalización mecánica puede llevarse a cabo de manera o bien discontinua o bien continua.

El material del aparato y/o los medios para la descristalización mecánica no están particularmente limitados, y se seleccionan, por ejemplo, de hierro, acero inoxidable, alúmina, circonita, carburo de silicio, nitruro de silicio, y vidrio, prefiriéndose hierro, acero inoxidable, circonita, carburo de silicio y nitruro de silicio en vista de una reducción eficaz de la cristalinidad, y prefiriéndose más hierro y acero inoxidable en vista de un uso industrial.

Si se usa un molino vibratorio con medios de cilindros, el diámetro exterior de los cilindros es preferiblemente desde 0,1 hasta 100 mm y más preferiblemente desde 0,5 hasta 50 mm en vista de una reducción eficaz de la cristalinidad. Si el tamaño de los cilindros está dentro del intervalo anterior, la cristalinidad se reduce eficazmente para obtener una cristalinidad deseada, y la celulosa está libre de contaminación debido a la inclusión de fragmentos rotos de los cilindros.

La tasa de llenado preferida de los medios de cilindros varía dependiendo del tipo de molino vibratorio y es preferiblemente desde el 10 hasta el 97 % y más preferiblemente desde el 15 hasta el 95 %. Cuando la tasa de llenado de los medios de cilindros está dentro de los intervalos anteriores, se aumenta el contacto entre la celulosa y los medios de cilindros y el movimiento de los medios no se ve alterado para aumentar la eficacia de molienda. La tasa de llenado a la que se hace referencia en el presente documento es una razón del volumen aparente de medios de cilindros con respecto al volumen de tanque de molienda del molino vibratorio.

La temperatura para llevar a cabo la descristalización mecánica no está particularmente limitada siempre que no supere la temperatura de descomposición de la celulosa, y desde el punto de vista industrial es preferiblemente desde -20 hasta 200 °C, y más preferiblemente desde -10 hasta 150 °C en vista de la solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención. Si la temperatura se aumenta por el calor desprendido por el tratamiento superando la temperatura predeterminada, puede usarse la operación de enfriamiento.

El tiempo de tratamiento para la descristalización mecánica es habitualmente desde 0,01 hasta 20 h, más preferiblemente desde 0,05 hasta 10 h, y todavía más preferiblemente desde 0,1 hasta 5 h en vista de la eficacia de descristalización y la productividad.

En vista de reducir eficazmente la cristalinidad y prevenir la reducción del grado de polimerización de la materia prima de celulosa, el contenido de agua en el sistema durante la descristalización mecánica se regula preferiblemente dentro de un intervalo del 10 % en masa o menos, más preferiblemente el 5 % en masa o menos, y todavía más preferiblemente el 2 % en masa o menos, basándose cada uno en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa. El límite inferior del contenido de agua en el sistema durante la descristalización mecánica es del 0 % en masa basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa. Sin embargo, dado que es difícil ajustar el contenido de agua al 0 % en masa debido a una alta carga ejercida sobre la operación, el límite inferior del contenido de agua en el sistema durante la descristalización mecánica es del 0,01 % en masa o más, más preferiblemente el 0,05 % en masa o más, y todavía más preferiblemente el 0,1 % en masa o más basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa. El contenido de agua en el reactor puede controlarse mediante cualquier método conocido, por ejemplo, adición de agua o deshidratación mientras se calienta a presión reducida.

Durante la descristalización mecánica, se muele la materia prima de celulosa de manera más fina simultáneamente con el avance de la descristalización. Por tanto, la materia prima de celulosa obtenida tras completarse la descristalización mecánica está en forma de una celulosa finamente molida.

La mediana del tamaño de la celulosa finamente molida es preferiblemente desde 10 hasta 1000 µm, más preferiblemente desde 20 hasta 500 µm y todavía más preferiblemente desde 30 hasta 200 µm desde los puntos de vista de buena uniformidad de reacción con el compuesto básico y una alta productividad.

La descristalización se lleva a cabo preferiblemente hasta que la cristalinidad de la materia prima de celulosa se reduce en el intervalo de no menos del 10 % y no más del 50 %.

La cristalinidad de la materia prima de celulosa tras someterse a la descristalización es preferiblemente del 50 % o menos, más preferiblemente el 40 % o menos y todavía más preferiblemente el 30 % o menos, desde el punto de vista de potenciar la reactividad de la materia prima de celulosa tras molerse, y también es preferiblemente del 10 % o más, más preferiblemente el 12 % o más y todavía más preferiblemente el 15 % o más desde los puntos de vista de suprimir la reducción del grado de polimerización de la materia prima de celulosa y potenciar la reactividad de la misma para producir una celulosa alcalina que tiene un alto grado de polimerización con un alto rendimiento. Teniendo en cuenta la totalidad de estos puntos de vista, la cristalinidad de la materia prima de celulosa tras someterse a la descristalización es preferiblemente desde el 10 hasta el 50 %, más preferiblemente desde el 12 hasta el 40 % y todavía más preferiblemente desde el 15 hasta el 30 %.

<Compuesto básico>

Los ejemplos del compuesto básico que va a usarse en la presente invención incluyen hidróxidos de metales alcalinos, tales como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio e hidróxido de litio; hidróxidos de metales alcalinotérreos, tales como hidróxido de magnesio e hidróxido de calcio; y aminas terciarias, tales como prefiriéndose el grupo que consiste en los hidróxidos de metales alcalinos y los hidróxidos de metales alcalinotérreos, prefiriéndose más los hidróxidos de metales alcalinos, y siendo lo más preferido al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxido de sodio e hidróxido de potasio desde el punto de vista de la rentabilidad y una buena disponibilidad.

Estos compuestos básicos pueden usarse solos o en combinación de dos o más cualesquiera de los mismos.

La cantidad total del compuesto básico añadida es de 0,7 mol o más por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra que constituye la celulosa (denominada en ocasiones a continuación en el presente documento simplemente "AGU") desde el punto de vista de una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa resultante.

Por otro lado, cuando se usa el compuesto básico en una cantidad en exceso basándose en la AGU en la celulosa, se aumenta la cantidad de una sal como producto secundario derivada del compuesto básico durante la reacción con óxido de alquileo, de modo que se reduce el rendimiento del producto objetivo (basándose en el óxido de alquileo). Desde los puntos de vista de suprimir la producción de la sal como producto secundario y potenciar el rendimiento del producto objetivo, concretamente, potenciar la selectividad de reacción (basándose en el óxido de alquileo), la cantidad total del compuesto básico añadida es de no menos de 0,7 mol y no más de 1,5 mol por 1 mol de AGU en la celulosa.

Mientras tanto, la cantidad total del compuesto básico añadida tal como se usa en la presente invención significa una suma de una cantidad del compuesto básico añadida en la etapa 1 y una cantidad del compuesto básico añadida en la etapa 2.

Desde los puntos de vista anteriores, la cantidad total del compuesto básico añadida por 1 mol de AGU es preferiblemente de 0,8 mol o más, y más preferiblemente 0,9 mol o más, y el límite superior de la cantidad total del compuesto básico añadida por 1 mol de AGU es preferiblemente de 1,4 mol o menos, más preferiblemente 1,3 mol o menos, todavía más preferiblemente 1,2 mol o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente 1,1 mol o menos. Más específicamente, desde los puntos de vista anteriores, la cantidad total del compuesto básico añadida por 1 mol de AGU es de desde 0,7 hasta 1,5 mol, preferiblemente desde 0,7 hasta 1,4 mol, más preferiblemente desde 0,7 hasta 1,3 mol, todavía más preferiblemente desde 0,7 hasta 1,2 mol, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 0,7 hasta 1,2 mol, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 0,8 hasta 1,1 mol, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 0,9 hasta 1,1 mol.

<Óxido de alquileo>

Los ejemplos del óxido de alquileo usado en la presente invención incluyen óxido de etileno, óxido de propileno, glicidol, óxido de butileno, 1,2-epoxihexano, 1,2-epoxioctano, 1,2-epoxidecano, 1,2-epoxidodecano y 1,2-epoxioctadecano. Entre estos óxidos de alquileo, desde los puntos de vista de una alta selectividad de reacción y una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa obtenida, se prefieren óxidos de alquileo que tienen de 2 a 6 átomos de carbono, se prefieren más óxidos de alquileo que tienen de 2 a 4 átomos de carbono, se prefieren todavía más uno o más óxidos de alquileo seleccionados del grupo que consisten en óxido de etileno, óxido de propileno y óxido de butileno, de manera adicional se prefieren todavía más óxido de etileno y óxido de propileno, y lo más preferido es óxido de propileno.

La cantidad total del óxido de alquileo añadida puede ajustarse de manera apropiada según una cantidad deseada de un grupo alquilenoxi que va a introducirse, y es de no menos de 1,0 mol y no más de 3,0 mol por 1 mol de AGU que constituye la celulosa desde los puntos de vista de una alta selectividad de reacción y una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa resultante.

Desde los puntos de vista de una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa resultante, la cantidad total del óxido de alquileo añadida por 1 mol de AGU es preferiblemente de 1,2 mol o más, más preferiblemente 1,4 mol

o más, todavía más preferiblemente 1,6 mol o más y de manera adicional todavía más preferiblemente 1,8 mol o más. Desde los puntos de vista de rentabilidad y mejora de las prestaciones de detergente de una hidroxialquilcelulosa cationizada de la presente invención usada como composición cosmética para el cabello o la piel, el límite superior de la cantidad total del óxido de alquileo añadida por 1 mol de AGU es preferiblemente de 2,8 mol o menos, más preferiblemente 2,5 mol o menos y todavía más preferiblemente 2,3 mol o menos. Más específicamente, desde estos puntos de vista, la cantidad del óxido de alquileo añadida por 1 mol de AGU es desde 1,0 hasta 3,0 mol, preferiblemente 1,2 hasta 2,8 mol, más preferiblemente desde 1,4 hasta 2,5 mol, todavía más preferiblemente desde 1,6 hasta 2,5 mol, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1,8 hasta 2,5 mol, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1,8 hasta 2,3 mol. Desde los puntos de vista de una alta selectividad de reacción y una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa resultante, la cantidad del óxido de alquileo añadida por 1 mol de AGU es desde 1,0 hasta 3,0 mol, preferiblemente 1,2 hasta 3,0 mol, más preferiblemente desde 1,4 hasta 3,0 mol, todavía más preferiblemente desde 1,6 hasta 3,0 mol, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1,8 hasta 3,0 mol.

Mientras tanto, la cantidad total del óxido de alquileo añadida tal como se usa en la presente invención significa una suma de una cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 1 y una cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 2.

<Producción de hidroxialquilcelulosa>

En el procedimiento de la presente invención, el compuesto básico se añade en una cantidad de no menos de 0,7 mol y no más de 1,5 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, y el óxido de alquileo se añade en una cantidad de no menos de 1,0 mol y no más de 3,0 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, para que reaccionen ambos compuestos con la celulosa. En la reacción del procedimiento, se llevan a cabo las siguientes dos etapas.

Etapa 1: añadir el compuesto básico en una cantidad de no menos del 50 % y no más del 95 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante no más del 95 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento, y después añadir el óxido de alquileo en una cantidad de no menos del 30 % y no más del 80 % de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento para hacer reaccionar los compuestos con la celulosa, obteniendo así una mezcla de reacción; y

Etapa 2: añadir una cantidad restante del compuesto básico no añadida en la etapa 1 y una cantidad restante del óxido de alquileo no añadida en la etapa 1 a la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1 para llevar a cabo una reacción entre los mismos.

Mientras tanto, en la etapa 2, la cantidad restante del compuesto básico y la cantidad restante del óxido de alquileo pueden dividirse o fraccionarse adicionalmente en varias porciones y añadirse en múltiples etapas a menos que los efectos de la presente invención se vean afectados de manera adversa.

(Etapa 1)

[Adición de compuesto básico]

En la etapa 1, el compuesto básico se añade en una cantidad de no menos del 50 % y no más del 95 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento. Desde los puntos de vista de una alta selectividad de reacción y una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa resultante, la cantidad del compuesto básico añadida en la etapa 1 es de no menos del 50 %, preferiblemente no menos del 52 %, más preferiblemente no menos del 55 %, todavía más preferiblemente no menos del 58 % y de manera adicional todavía más preferiblemente no menos del 60 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento, y el límite superior de la cantidad del compuesto básico añadida en la etapa 1 es de no más del 95 %, preferiblemente no más del 90 %, más preferiblemente no más del 85 % y todavía más preferiblemente no más del 80 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento. Más específicamente, desde los puntos de vista anteriores, la cantidad del compuesto básico añadida en la etapa 1 es desde el 50 hasta el 95 %, preferiblemente desde el 52 hasta el 95 %, más preferiblemente desde el 55 hasta el 90 %, todavía más preferiblemente desde el 58 hasta el 85 % y de manera adicional todavía más preferiblemente desde el 60 hasta el 80 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento.

La forma del compuesto básico cuando se añade no está particularmente limitada. Desde los puntos de vista de dispersar de manera uniforme el compuesto básico en la materia prima de celulosa y producir de manera uniforme la celulosa alcalina, el compuesto básico sólido se añade preferiblemente en forma de un polvo obtenido mediante molienda, etc., o en forma de una disolución acuosa preparada disolviendo el compuesto básico en agua. El compuesto básico líquido puede usarse como tal o en forma de una disolución diluida en agua. Desde el punto de vista de controlar bien el contenido de agua en el sistema tal como se describe a continuación en el presente documento, el compuesto básico se usa preferiblemente en forma de una disolución acuosa o una disolución diluida preparada disolviendo o diluyendo el compuesto básico en agua. La concentración del compuesto básico en la

disolución acuosa o disolución diluida es preferiblemente del 10 % o más, más preferiblemente el 15 % o más, todavía más preferiblemente el 20 % o más, y también es preferiblemente del 35 % o menos, más preferiblemente el 30 % o menos y todavía más preferiblemente el 25 % o menos.

5 La manera de añadir el compuesto básico no está particularmente limitada y el compuesto básico puede añadirse de una vez, en varias porciones divididas, de manera continua o una combinación de los mismos. Cuando el compuesto básico se añade de una vez, con el fin de dispersar de manera uniforme el compuesto básico en la materia prima de celulosa, se prefiere que se añada el compuesto básico o una disolución acuosa del compuesto básico a la materia prima de celulosa, y después que se mezcle la mezcla resultante mientras se agita, o se añada el compuesto básico  
10 o una disolución acuosa del compuesto básico a la materia prima de celulosa mientras se agita la materia prima de celulosa.

Desde el punto de vista de dispersar eficazmente el compuesto básico en la mezcla, el compuesto básico se añade preferiblemente de manera continua o en varias porciones divididas mientras se agita la mezcla.

15 El aparato usado para agitar y mezclar no está particularmente limitado siempre que sea capaz de dispersar el compuesto básico en la celulosa. Los ejemplos de un aparato de este tipo incluyen dispositivos de mezclado tales como una mezcladora de tipo de cintas, una mezcladora de tipo de paletas, una mezcladora de tipo de tornillo planetario cónico y una amasadora usada para amasar polvo, sustancias altamente viscosas, resinas, etc. Entre  
20 estos aparatos, se prefiere una mezcladora de tipo de paletas de eje horizontal. Más específicamente, se usan preferiblemente, en particular, una mezcladora de Loedige en forma de una mezcladora de tipo de paletas de eje horizontal que tiene una cuchilla cortadora (una mezcladora equipada con una pala de arado especial que puede ajustarse con la cuchilla cortadora) y una mezcladora Ploughshare (una mezcladora que tiene dos funciones incluyendo mezclado por difusión de flotación mediante una pala con una forma peculiar y dispersión por cizalla a  
25 alta velocidad mediante una cuchilla cortadora de múltiples etapas).

[Ajuste del contenido de agua]

30 En la etapa 1, el contenido de agua en el sistema se ajusta preferiblemente al, o después de, añadir el compuesto básico a la materia prima de celulosa. El ajuste del contenido de agua en el sistema permite que la producción de la celulosa alcalina a partir de la celulosa y el compuesto básico avance de manera eficaz, de modo que puede fomentarse la reacción de adición del óxido de alquileno con la celulosa alcalina de una manera eficaz.

35 Desde el punto de vista de aumentar la tasa de producción de la celulosa alcalina, el contenido de agua en el sistema de la etapa 1 es preferiblemente de no menos del 20 % en masa, más preferiblemente no menos del 25 % en masa, todavía más preferiblemente no menos del 30 % en masa y de manera adicional todavía más preferiblemente no menos del 40 % en masa basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa usada en el mismo.

40 Por otro lado, desde el punto de vista de un alto rendimiento de la reacción de adición del óxido de alquileno (basándose en el óxido de alquileno), el contenido de agua en el sistema en la etapa 1 es preferiblemente de no más del 90 % en masa, más preferiblemente no más del 80 % en masa, todavía más preferiblemente no más del 70 % en masa y de manera adicional todavía más preferiblemente no más del 60 % en masa basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa usada en el mismo.

45 En el caso en el que el contenido de agua se ajusta mediante adición de agua al sistema, el orden de adición del compuesto básico y agua no está particularmente limitado, y puede usarse (i) el método de añadir agua tras completarse la adición del compuesto básico, (ii) el método de añadir el compuesto básico y agua al mismo tiempo, o (iii) el método de añadir el compuesto básico en forma de una disolución acuosa preparada disolviendo el  
50 compuesto básico en una parte o la totalidad del agua. Entre estos métodos, desde el punto de vista de facilitar el funcionamiento del procedimiento de producción, se prefiere el método (iii).

El método de adición de agua tampoco está particularmente limitado, y puede añadirse agua de una vez o en varias porciones divididas (adición gota a gota). Desde el punto de vista de dispersar de manera uniforme agua en el  
55 sistema, preferiblemente se pulveriza el agua añadida de una vez. Además, desde los mismos puntos de vista, preferiblemente se usa (1) el método de añadir agua en la materia prima de celulosa o en una mezcla de la materia prima de celulosa y el compuesto básico, seguido por mezclar la mezcla resultante mientras se agita, (2) el método de añadir y mezclar agua mientras se agita la materia prima de celulosa o una mezcla de la materia prima de celulosa y el compuesto básico, (3) el método de añadir una disolución acuosa preparada disolviendo el compuesto  
60 básico en agua a la celulosa, seguido por mezclar la mezcla resultante mientras se agita, o (4) el método de añadir agua en forma de una disolución acuosa del compuesto básico mientras se agita la celulosa.

El aparato usado para agitar y mezclar no está particularmente limitado siempre que sea capaz de mezclar una mezcla de agua y la materia prima de celulosa o una mezcla de agua, la materia prima de celulosa y el compuesto  
65 básico. Más específicamente, tales aparatos tal como se describieron anteriormente para agitar y mezclar el compuesto básico también pueden usarse en la agitación y mezclado anteriores.

## [Envejecimiento]

5 En el caso en el que el compuesto básico y agua se añaden a la materia prima de celulosa en la etapa 1, preferiblemente la mezcla resultante se envejece posteriormente dado que puede producirse una cantidad suficiente de la celulosa alcalina antes de la reacción de adición mencionada a continuación con el óxido de alquileo. El envejecimiento usado en el presente documento significa que el producto de reacción resultante se mantiene en un intervalo de temperatura predeterminado a lo largo de un periodo de tiempo predeterminado con o sin agitación.

10 Desde el punto de vista de alcanzar una alta tasa de producción de la celulosa alcalina y mantener el grado de polimerización de la misma, la temperatura durante el envejecimiento es preferiblemente de 35 °C o superior, más preferiblemente 38 °C o superior, todavía más preferiblemente 40 °C o superior, y de manera adicional todavía más preferiblemente 50 °C o superior, y también es preferiblemente de 90 °C o inferior, más preferiblemente 80 °C o inferior, y todavía más preferiblemente 75 °C o inferior. Más específicamente, la temperatura de envejecimiento es preferiblemente desde 35 hasta 90 °C, más preferiblemente desde 38 hasta 80 °C, todavía más preferiblemente desde 40 hasta 75 °C y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 50 hasta 75 °C.

20 El aparato usado para el envejecimiento no está particularmente limitado. Más específicamente, aparatos tal como se describieron anteriormente para agitar y mezclar el compuesto básico también pueden usarse en el envejecimiento. Desde el punto de vista de simplicidad y conveniencia de la operación de envejecimiento, se prefiere que el envejecimiento se lleve a cabo en el mismo aparato que el usado anteriormente para agitar y mezclar la mezcla obtenida mediante adición del compuesto básico, si se requiere, junto con temperatura ambiente. Por tanto, el tiempo de envejecimiento es preferiblemente de 0,1 h o mayor, más preferiblemente 0,2 h o mayor, todavía más preferiblemente 0,5 h o mayor, y de manera adicional todavía más preferiblemente 1 h o mayor, y también es preferiblemente de 24 h o menor, más preferiblemente 12 h o menor, todavía más preferiblemente 6 h o menor, y de manera adicional todavía más preferiblemente 4 h o menor. Más específicamente, el tiempo de envejecimiento es preferiblemente desde 0,1 hasta 24 h, más preferiblemente desde 0,2 hasta 12 h, todavía más preferiblemente desde 0,5 hasta 6 h, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1 hasta 4 h.

30 La adición del compuesto básico, la adición de agua y el envejecimiento pueden llevarse a cabo en una atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno, si se requiere, desde los puntos de vista de evitar la coloración de la celulosa alcalina producida y prevenir la reducción del grado de polimerización de la materia prima de celulosa y la celulosa alcalina producida.

## 35 [Adición de óxido de alquileo]

El óxido de alquileo se añade en una cantidad total de no menos de 1,0 mol y no más de 3,0 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa. La cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 1 es de no menos del 30 % y no más del 80 % de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento de la presente invención. Desde los puntos de vista de una alta selectividad de reacción y una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa resultante, la cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 1 es de no menos del 30 %, preferiblemente no menos del 35 %, más preferiblemente no menos del 40 %, todavía más preferiblemente no menos del 45 % y de manera adicional todavía más preferiblemente no menos del 49 % de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento de la presente invención. Desde el punto de vista de una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención, el límite superior de la cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 1 es de no más del 80 %, preferiblemente no más del 78 %, más preferiblemente no más del 76 %, todavía más preferiblemente no más del 74 % y de manera adicional todavía más preferiblemente no presente invención. Desde el punto de vista de una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención, el límite superior de la cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 1 es de no más del 80 %, preferiblemente no más del 78 %, más preferiblemente no más del 76 %, todavía más preferiblemente no más del 74 % y de manera adicional todavía más preferiblemente no más del 70 % de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento de la presente invención. Desde los puntos de vista anteriores, más específicamente, la cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 1 es desde el 30 hasta el 80 %, preferiblemente desde el 35 hasta el 78 %, más preferiblemente desde el 40 hasta el 76 %, todavía más preferiblemente desde el 45 hasta el 74 % y de manera adicional todavía más preferiblemente desde el 49 hasta el 70 % de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento de la presente invención.

60 Desde el punto de vista de una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención, la razón molar de la cantidad del óxido de alquileo añadida (número de moles del óxido de alquileo por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa) con respecto a la cantidad del compuesto básico añadida (número de moles del compuesto básico por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa) es preferiblemente de 0,9 o más, más preferiblemente 1,1 o más, todavía más preferiblemente 1,5 o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente 1,6 o más. Desde el mismo punto de vista, la razón molar de la cantidad del óxido de alquileo añadida con respecto a la cantidad del compuesto básico añadida es preferiblemente de 2,7 o menos, más preferiblemente 2,5 o menos, todavía más preferiblemente 2,3 o menos, y de

manera adicional todavía más preferiblemente 1,7 o menos.

Además, desde el punto de vista de una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención, la razón de la cantidad del óxido de alquileo añadida (cantidad del óxido de alquileo añadida basándose en la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento) con respecto a la cantidad del compuesto básico añadida (cantidad del compuesto básico añadida basándose en la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento) es preferiblemente de 0,50 o más, más preferiblemente 0,60 o más, todavía más preferiblemente 0,70 o más y de manera adicional todavía más preferiblemente 0,75 o más. Desde el mismo punto de vista, la razón anterior de la cantidad del óxido de alquileo añadida con respecto a la cantidad del compuesto básico añadida es preferiblemente de 1,5 o menos, más preferiblemente 1,2 o menos, todavía más preferiblemente 1,0 o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente 0,85 o menos.

La forma del óxido de alquileo cuando se añade no está particularmente limitada, y el óxido de alquileo puede añadirse en forma o bien de gas o bien de líquido. El óxido de alquileo líquido puede usarse como tal, o puede usarse en forma de una disolución diluida preparada diluyendo el óxido de alquileo con un buen disolvente para el óxido de alquileo, tal como agua, con el fin de potenciar una propiedad de manipulación del líquido mediante la reducción de la viscosidad del mismo, etc.

El método de adición del óxido de alquileo no está particularmente limitado, y el óxido de alquileo puede añadirse de una vez, en varias porciones divididas, de manera continua o una combinación de los mismos. Con el fin de dispersar de manera uniforme el óxido de alquileo en una mezcla de la materia prima de celulosa y el compuesto básico para llevar a cabo una reacción entre los mismos, se prefiere que mientras se agita una mezcla de la celulosa finamente molida y el compuesto básico, se añada el óxido de alquileo a la misma en varias porciones divididas o de manera continua.

[Disolvente]

La reacción en la etapa 1 puede llevarse a cabo en presencia de un disolvente no acuoso con el propósito de facilitar la operación de agitación de la mezcla de la mezcla básica y el óxido de alquileo.

Ejemplos del disolvente no acuoso son los usados generalmente durante la reacción entre una celulosa y un óxido de alquileo. Los ejemplos específicos del disolvente no acuoso incluyen alcoholes inferiores secundarios o terciarios que tienen 3 o 4 átomos de carbono, tales como isopropanol y terc-butanol; cetonas que tienen de 3 a 6 átomos de carbono, tales como acetona, metil etil cetona y metil isobutil cetona; disolventes de éter tales como 1,4-dioxano, dimetil éter de etilenglicol, dimetil éter de dietilenglicol y tetrahidrofurano; y disolventes polares apróticos tales como dimetilsulfóxido. De estos disolventes, se prefieren isopropanol y tetrahidrofurano.

Desde el punto de vista de una alta selectividad de reacción, el disolvente no acuoso se usa preferiblemente en una cantidad del 1 % en masa o más, más preferiblemente el 5 % en masa o más, todavía más preferiblemente el 10 % en masa o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente el 12 % en masa o más basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa usada en el mismo.

Por otro lado, desde el punto de vista de una alta productividad, el disolvente no acuoso se usa preferiblemente en una cantidad del 100 % en masa o menos, más preferiblemente el 70 % en masa o menos, todavía más preferiblemente el 50 % en masa o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente el 30 % en masa o menos basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa usada en el mismo.

La celulosa y el óxido de alquileo se mantienen preferiblemente no en un estado en suspensión espesa, altamente viscoso o agregado, sino en un estado en polvo fluido durante la reacción entre los mismos.

[Aparato de reacción]

Los ejemplos de un aparato de reacción usado en la reacción de adición de óxido de alquileo incluyen los aparatos capaces de mezclar y agitar el compuesto básico y el óxido de alquileo, por ejemplo, las mezcladoras anteriormente mencionadas tales como una mezcladora de Loedige y una mezcladora Ploughshare, y dispositivos de mezclado usados para amasar polvo, sustancias altamente viscosas, resinas o similares, tal como una denominada amasadora. En el caso en el que el óxido de alquileo usado está presente en un estado de vapor a la temperatura de reacción, se usa preferiblemente un aparato de presión altamente sellado capaz de resistir condiciones de alta presión de la reacción.

[Punto final de reacción]

El punto final de la reacción de adición de óxido de alquileo en la etapa 1 es el tiempo en el que la tasa de conversión de reacción del óxido de alquileo cargado en el recipiente de reacción alcanza un nivel deseado. La

tasa de conversión de reacción usada en el presente documento se determina a partir de la siguiente fórmula.

$$\text{Tasa de conversión de reacción (\%)} = \frac{[\text{Cantidad (g) de óxido de alquileño restante en el recipiente de reacción}]}{[\text{Cantidad (g) de óxido de alquileño cargada en el recipiente de reacción}]} \times 100$$

5 La cantidad del óxido de alquileño presente en el recipiente de reacción se determina de la siguiente manera. Es decir, tras enfriar el recipiente de reacción hasta una temperatura inferior a un punto de ebullición del óxido de alquileño, preferiblemente 0 °C o inferior, por ejemplo, tras enfriar el recipiente de reacción en un hielo seco, se muestrea la mezcla de reacción en el mismo y se añaden 40 ml de alcohol isopropílico a la misma. Sucesivamente, se añade ácido acético al recipiente de reacción para ajustar el valor de pH de la disolución de reacción a 5 hasta 7. Se trata la disolución de reacción resultante dentro de un generador de ondas de ultrasonidos durante 10 min y después se somete a separación centrífuga, y después se somete el líquido sobrenadante obtenido a cromatografía de gases para calcular la cantidad del óxido de alquileño en el mismo.

15 Desde el punto de vista de una alta selectividad de reacción y una buena solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención, la tasa de conversión de reacción del óxido de alquileño en el punto final de la reacción en la etapa 1 es preferiblemente del 80 % o más, más preferiblemente el 90 % o más, todavía más preferiblemente el 95 % o más, y lo más preferiblemente el 100 %.

20 [Condiciones de reacción]

La temperatura usada en la reacción de adición de óxido de alquileño puede ajustarse de manera apropiada según una tasa de conversión de reacción deseada del óxido de alquileño usado, una reactividad del óxido de alquileño, etc., y por tanto no está particularmente limitada. Desde el punto de vista de alcanzar una alta tasa de reacción, la temperatura usada en la reacción de adición de óxido de alquileño es preferiblemente de 0 °C o superior, más preferiblemente 20 °C o superior, y todavía más preferiblemente 30 °C o superior. Además, desde el punto de vista de suprimir la descomposición del óxido de alquileño y celulosa alcalina, la temperatura usada en la reacción de adición de óxido de alquileño es preferiblemente de 200 °C o inferior, más preferiblemente 100 °C o inferior, y todavía más preferiblemente 80 °C o inferior. Más específicamente, desde estos puntos de vista, la temperatura usada en la reacción de adición de óxido de alquileño es preferiblemente desde 0 hasta 200 °C, más preferiblemente desde 20 hasta 100 °C, y todavía más preferiblemente desde 30 hasta 80 °C.

El tiempo de reacción de la reacción de adición de óxido de alquileño puede ajustarse de manera apropiada según la tasa de reacción del óxido de alquileño, una cantidad deseada de un grupo éter introducido, etc. Desde el punto de vista de alcanzar un alto rendimiento de reacción del óxido de alquileño, el tiempo de reacción es preferiblemente de 0,1 h o mayor, más preferiblemente 0,2 h o mayor, todavía más preferiblemente 0,5 h o mayor, de manera adicional todavía más preferiblemente 1 h o mayor, y de manera adicional todavía más preferiblemente 5 h o mayor, y también es preferiblemente de 72 h o menor, más preferiblemente 36 h o menor, todavía más preferiblemente 18 h o menor, y de manera adicional todavía más preferiblemente 12 h o menor. Más específicamente, el tiempo de reacción es preferiblemente desde 0,1 hasta 72 h, más preferiblemente desde 0,2 hasta 36 h, todavía más preferiblemente desde 0,5 hasta 18 h, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1 hasta 12 h, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 5 hasta 12 h.

En el caso en el que el óxido de alquileño se añade gota a gota o en varias porciones divididas, se pretende que el tiempo de reacción anterior incluya el tiempo requerido para la adición gota a gota o adición dividida.

En el caso en el que el óxido de alquileño está presente en un estado gaseoso en las condiciones de reacción, la reacción se lleva a cabo preferiblemente a una presión aplicada. En tal caso, la presión de reacción puede ajustarse de manera apropiada controlando de manera adecuada el punto de ebullición del óxido de alquileño, la cantidad del óxido de alquileño presente en el recipiente, la temperatura de reacción, etc. Específicamente, la presión de reacción es habitualmente de no menos de 0,001 MPa y no más de 10 MPa (presión manométrica). Desde los puntos de vista de una alta tasa de reacción de adición de óxido de alquileño y una carga reducida sobre las instalaciones, la presión de reacción es preferiblemente de 0,005 MPa o más, y más preferiblemente 0,02 MPa o más, y también es preferiblemente de 1 MPa o menos, y más preferiblemente 0,5 MPa o menos.

55 (Etapa 2)

[Adición de compuesto básico]

En la etapa 2, una cantidad restante del compuesto básico no añadida en la etapa 1 entre la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento y una cantidad restante del óxido de alquileño no añadida en la etapa 1 se añaden a la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1 y se lleva a cabo una reacción entre los mismos.

El compuesto básico añadido en la etapa 2 puede ser o bien el mismo que, o bien diferente del, compuesto básico añadido en la etapa 1.

La forma del compuesto básico añadido, el método de adición del compuesto básico, los aparatos usados para agitar y mezclar durante la adición del compuesto básico, y las formas preferidas de los mismos, son iguales que los descritos en el párrafo "Adición de compuesto básico" para la etapa 1 anterior, excepto porque el objeto al que se añade el compuesto básico no es la materia prima de celulosa sino la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1.

5 [Ajuste del contenido de agua]

De manera similar a la etapa 1, en la etapa 2 también se prefiere que el contenido de agua en el sistema se ajuste al, o después de, añadir el compuesto básico a la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1. El ajuste del contenido de agua en el sistema permite que la producción de la celulosa alcalina a partir de la celulosa y el compuesto básico avance de manera eficaz, de modo que puede fomentarse la reacción de adición del óxido de alquileno con la celulosa alcalina de una manera eficaz.

15 Desde el punto de vista de aumentar la tasa de producción de la celulosa alcalina, el contenido de agua en el sistema de la etapa 2 es preferiblemente del 20 % en masa o más, más preferiblemente el 25 % en masa o más, todavía más preferiblemente el 30 % en masa o más, de manera adicional todavía más preferiblemente el 40 % en masa o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente el 50 % en masa o más basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa usada en la etapa 1.

20 Por otro lado, desde el punto de vista de una alta selectividad de reacción de adición del óxido de alquileno (basándose en el óxido de alquileno), el contenido de agua en el sistema en la etapa 2 es preferiblemente del 90 % en masa o menos, más preferiblemente el 80 % en masa o menos, y todavía más preferiblemente el 70 % en masa o menos basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa usada en la etapa 1.

25 En el caso en el que el contenido de agua se ajusta mediante adición de agua al sistema, el orden de adición del compuesto básico y agua, los métodos de adición de estos componentes, los aparatos usados para mezclar agua y la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1 o para mezclar agua, la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1 y el compuesto básico añadido en la etapa 2, y las formas preferidas de los mismos, son iguales que los descritos en el párrafo "Ajuste del contenido de agua" para la etapa 1 anterior excepto porque el objeto al que se añade agua no es la materia prima de celulosa o una mezcla de la materia prima de celulosa y el compuesto básico sino la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1 o una mezcla de la mezcla de reacción anterior y el compuesto básico añadido en la etapa 2.

35 [Envejecimiento]

En la etapa 2, en el caso en el que se añaden el compuesto básico y agua a la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1, preferiblemente la mezcla resultante se envejece posteriormente dado que puede producirse una cantidad suficiente de la celulosa alcalina antes de la reacción de adición mencionada a continuación con el óxido de alquileno.

El intervalo de temperatura de envejecimiento, tiempo de envejecimiento e intervalos preferidos del mismo son iguales que los descritos en el párrafo "Envejecimiento" para la etapa 1 anterior.

45 Además, los ejemplos específicos del aparato usado para el envejecimiento son iguales que los descritos en el párrafo "Envejecimiento" para la etapa 1 anterior. Desde el punto de vista de simplicidad y conveniencia de la operación de envejecimiento, se prefiere que el envejecimiento se lleve a cabo en el mismo aparato de reacción que el usado en la reacción de la etapa 1.

50 La adición del compuesto básico, adición de agua y envejecimiento anteriores pueden llevarse a cabo en una atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno, si se requiere, desde el punto de vista de evitar la coloración de la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención y prevenir la reducción del grado de polimerización de la misma.

55 [Adición de óxido de alquileno]

En la etapa 2, tras añadir una cantidad restante del compuesto básico no añadida en la etapa 1 entre la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento, se añade una cantidad restante del óxido de alquileno no añadida en la etapa 1 entre la cantidad total del óxido de alquileno que va a añadirse durante el procedimiento.

El óxido de alquileno añadido en la etapa 2 puede ser o bien el mismo que o bien diferente del óxido de alquileno añadido en la etapa 1.

65 La forma del óxido de alquileno añadido, el método de adición del óxido de alquileno, los aparatos usados para agitar y mezclar durante la adición del óxido de alquileno, y las formas preferidas de los mismos, son iguales que los

descritos en el párrafo "Adición de óxido de alquileno" para la etapa 1 anterior excepto porque el objeto al que se añade el óxido de alquileno no es la materia prima de celulosa, el compuesto básico ni una mezcla de cualquiera de estos compuestos con agua, sino la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1 y el compuesto básico añadido en la etapa 2.

5 [Disolvente]

La reacción de la etapa 2 puede llevarse a cabo en presencia de un disolvente no acuoso con el propósito de facilitar la operación de agitación de una mezcla de la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1, el compuesto básico y el óxido de alquileno.

La clase y cantidad del disolvente no acuoso usado en la etapa 2 y las formas preferidas del mismo son iguales que los descritos en el párrafo "Disolvente" para la etapa 1 anterior.

15 En el caso en el que el disolvente se usa en ambas etapas 1 y 2, se prefiere que el disolvente usado en la etapa 2 sea el mismo que el disolvente usado en la etapa 1.

[Aparato de reacción]

20 Los ejemplos específicos del aparato de reacción que puede usarse en la etapa 2 y las formas preferidas del mismo son iguales que los descritos en el párrafo "Aparato de reacción" para la etapa 1 anterior. Desde el punto de vista de simplicidad y conveniencia de operaciones en el procedimiento de producción, se prefiere especialmente que el aparato de reacción usado en la etapa 1 también se use en la etapa 2.

25 [Punto final de reacción]

El punto final de la reacción de la etapa 2 e intervalos preferidos del mismo son iguales que los descritos en el párrafo "Punto final de reacción" para la etapa 1 anterior.

30 [Condiciones de reacción]

La temperatura de reacción y el tiempo de reacción usados en la reacción de la etapa 2, y los intervalos preferidos de los mismos, son iguales que los descritos en el párrafo "Condiciones de reacción" para la etapa 1 anterior.

35 Mientras tanto, la reacción de adición de óxido de alquileno en cada una de las etapas 1 y 2 se lleva a cabo preferiblemente en una atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno, si se requiere, desde los puntos de vista de evitar la coloración no deseada y prevenir la reducción del grado de polimerización de la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención.

40 En el caso en el que el óxido de alquileno está presente en un estado gaseoso en las condiciones de reacción, la reacción se lleva a cabo preferiblemente a una presión aplicada desde el punto de vista de una alta tasa de reacción. La presión de reacción puede ajustarse de manera apropiada controlando de manera adecuada el punto de ebullición del óxido de alquileno, la cantidad del óxido de alquileno presente en el recipiente, la temperatura de reacción, etc. La presión de reacción es habitualmente desde 0,001 hasta 10 MPa (presión manométrica). Desde los puntos de vista de una alta tasa de reacción de adición de óxido de alquileno y una carga reducida sobre las instalaciones, la presión de reacción es preferiblemente desde 0,005 hasta 1 MPa (presión manométrica), y más preferiblemente desde 0,02 hasta 0,5 MPa (presión manométrica).

[Tratamiento posterior]

50 Tras completarse la etapa 2, el compuesto básico y el óxido de alquileno pueden añadirse adicionalmente para que reaccionen con el producto de reacción obtenido, o puede someterse el producto de reacción, si se requiere, a tratamientos de purificación conocidos tales como neutralización del compuesto básico con un ácido y lavado con un disolvente tal como isopropanol hidratado y acetona hidratada, y después puede aislarse la hidroxialquilcelulosa resultante a partir del mismo.

[Hidroxialquilcelulosa]

60 En el procedimiento de la presente invención, cuando se usa óxido de propileno o similar como óxido de alquileno, es posible producir hidroxipropilcelulosa o similar de una manera eficaz.

65 Cuando la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención se combina en un producto acuoso, casi no se producen precipitados tales como partículas gruesas insolubles en agua, etc., de modo que es posible obtener productos que tienen un buen aspecto. Por este motivo, la hidroxialquilcelulosa según la presente invención puede usarse de manera adecuada como componentes que van a combinarse en composiciones de agente de limpieza tales como champús, enjuagues, tratamientos y acondicionadores, composiciones cosméticas

tales como lociones lechosas y cremas, y composiciones de suavizante de tejidos. Además, la hidroxialquilcelulosa según la presente invención puede usarse ampliamente en aplicaciones tales como tensioactivos poliméricos, dispersantes, emulsionantes, modificadores, agentes agregantes y controladores de la viscosidad.

5 [Producción de hidroxialquilcelulosa cationizada]

El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada según la presente invención es un procedimiento que incluye la etapa de hacer reaccionar la hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento de la presente invención con un agente de cationización.

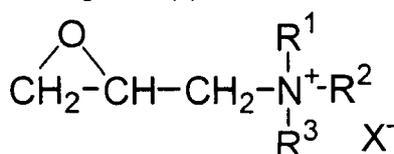
10

<Agente de cationización>

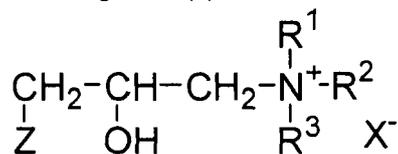
El agente de cationización usado en la presente invención incluye un compuesto representado por la siguiente fórmula general (1) o un compuesto representado por la siguiente fórmula general (2).

15

Fórmula general (1):



Fórmula general (2):



20

En las fórmulas generales (1) y (2), R<sup>1</sup> a R<sup>3</sup> son cada uno independientemente un grupo hidrocarbonado lineal o ramificado que tiene de 1 a 4 átomos de carbono. Desde los puntos de vista de una alta solubilidad en agua de la hidroxialquilcelulosa cationizada producida mediante el procedimiento de la presente invención, en particular, una hidroxipropilcelulosa cationizada (en ocasiones denominada a continuación en el presente documento simplemente "C-HPC") o una hidroxietilcelulosa cationizada, así como una buena disponibilidad del agente de cationización, los grupos hidrocarbonados preferidos como R<sup>1</sup> a R<sup>3</sup> son un grupo metilo y un grupo etilo, y se prefiere más un grupo metilo.

25

En las fórmulas generales (1) y (2), X representa un átomo de halógeno. Los ejemplos específicos del átomo de halógeno como X incluyen cloro, bromo y yodo. Entre estos átomos de halógeno, desde el punto de vista de una alta solubilidad en agua de la C-HPC producida mediante el procedimiento de la presente invención y una buena disponibilidad del agente de cationización, se prefieren cloro y bromo, y se prefiere más cloro.

30

En la fórmula general (2), Z representa un átomo de halógeno. Desde los mismos puntos de vista que los descritos anteriormente, entre estos átomos de halógeno, se prefieren cloro y bromo, y se prefiere más cloro.

35

A continuación, se describe el procedimiento para producir C-HPC como ejemplo típico de la hidroxialquilcelulosa cationizada.

40

Los ejemplos específicos de los compuestos representados por las fórmulas generales (1) y (2) anteriores que se usan para producir C-HPC incluyen cloruros, bromuros y yoduros de glicidiltrimetilamonio, glicidiltriethylamonio y glicidiltripropilamonio; cloruros de 3-cloro-2-hidroxiopropiltrimetilamonio, 3-cloro-2-hidroxiopropiltriethylamonio y 3-cloro-2-hidroxiopropiltripropilamonio; bromuros de 3-bromo-2-hidroxiopropiltrimetilamonio, 3-bromo-2-hidroxiopropiltriethylamonio y 3-bromo-2-hidroxiopropiltripropilamonio; y yoduros de 3-yodo-2-hidroxiopropiltrimetilamonio, 3-yodo-2-hidroxiopropiltriethylamonio y 3-yodo-2-hidroxiopropiltripropilamonio.

45

Entre estos compuestos representados por las fórmulas generales (1) y (2) anteriores, desde el punto de vista de una buena disponibilidad, se prefieren cloruros y bromuros de glicidiltrimetilamonio y glicidiltriethylamonio, cloruros de 3-cloro-2-hidroxiopropiltrimetilamonio y 3-cloro-2-hidroxiopropiltriethylamonio, y bromuros de 3-bromo-2-hidroxiopropiltrimetilamonio y 3-bromo-2-hidroxiopropiltriethylamonio; se prefieren más cloruro de glicidiltrimetilamonio y cloruro de 3-cloro-2-hidroxiopropiltrimetilamonio; y se prefiere especialmente cloruro de 3-cloro-2-hidroxiopropiltrimetilamonio.

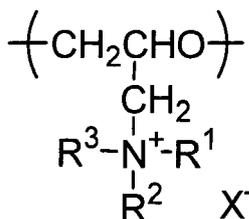
50

Estos agentes de cationización pueden usarse solos o en combinación de dos cualesquiera o más de los mismos.

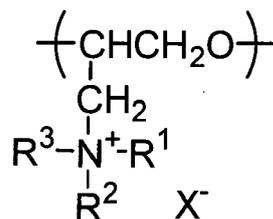
55

Cuando se hacen reaccionar estos agentes de cationización con la hidroxialquilcelulosa, puede introducirse un grupo propilenoxi sustituido con sal de amonio cuaternario representado por las siguientes fórmulas generales (3) o (4) (en ocasiones denominado a continuación en el presente documento simplemente "grupo catiónico") en la hidroxialquilcelulosa.

Fórmula general (3):



Fórmula general (4):



5 En las fórmulas generales (3) y (4) anteriores, R<sup>1</sup> a R<sup>3</sup> y X tienen los mismos significados que los definidos en las fórmulas generales (1) y (2) anteriormente mencionadas.

10 El grupo catiónico puede sustituir a átomos de hidrógeno de una parte o la totalidad de los grupos hidroxilo de la hidroxialquilcelulosa, o puede sustituir a átomos de hidrógeno de grupos hidroxilo terminales del grupo catiónico ya unido a la hidroxialquilcelulosa. En las fórmulas generales (3) o (4), un átomo de oxígeno del grupo propilenoxi sustituido con sal de amonio cuaternario que está presente en un extremo terminal de las mismas se une a un átomo de hidrógeno para formar un grupo hidroxilo.

15 El número promedio de los grupos catiónicos introducidos en la hidroxialquilcelulosa por AGU (en ocasiones denominado a continuación en el presente documento simplemente "el grado de sustitución con grupo catiónico") es preferiblemente de 0,01 o más, más preferiblemente desde 0,02 o más, todavía más preferiblemente desde 0,03 o más, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 0,05 o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 0,10 o más, y también es preferiblemente de 2,5 o menos, más preferiblemente 1 o menos, todavía más preferiblemente 0,6 o menos, de manera adicional todavía más preferiblemente 0,4 o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente 0,3 o menos desde el punto de vista de unas buenas prestaciones de la C-HPC obtenida.

20

25 La cantidad del agente de cationización usada puede controlarse de manera apropiada de manera que el grado de sustitución con grupo catiónico se encuentra dentro del intervalo deseado anteriormente especificado, y es preferiblemente de 0,01 mol o más, más preferiblemente 0,02 mol o más, todavía más preferiblemente 0,03 mol o más, de manera adicional todavía más preferiblemente 0,05 mol o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente 0,10 mol o más por 1 mol de AGU contenida en una molécula de la hidroxialquilcelulosa, y también es preferiblemente de 10 mol o menos, más preferiblemente 4 mol o menos, todavía más preferiblemente 2,5 mol o menos, de manera adicional todavía más preferiblemente 1 mol o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente 0,5 mol o menos por 1 mol de AGU contenida en una molécula de la hidroxialquilcelulosa.

30

35 Cuando se usa el agente de cationización, el agente de cationización que tiene una alta pureza puede añadirse directamente al sistema de reacción. Alternativamente, desde el punto de vista de una buena propiedad de manipulación, el agente de cationización puede añadirse en forma de una disolución preparada disolviendo el agente de cationización en un disolvente tal como agua.

40 El agente de cationización puede añadirse al sistema de reacción de una vez, en varias porciones divididas, de manera continua o en combinación de estos métodos de adición. Con el fin de dispersar de manera uniforme el agente de cationización en la hidroxialquilcelulosa para que reaccione con la misma, el agente de cationización se añade preferiblemente al sistema de reacción o bien en varias porciones divididas o bien de manera continua mientras se agita la hidroxialquilcelulosa.  
(Catalizador)

45 El catalizador usado en la reacción de cationización puede ser o bien un catalizador de base o bien un catalizador de ácido.

50 Los ejemplos del catalizador de base incluyen hidróxidos de metales alcalinos tales como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio e hidróxido de litio, hidróxidos de metales alcalinotérreos tales como hidróxido de magnesio e hidróxido de calcio, y aminas terciarias tales como trimetilamina, trietilamina y trietilendiamina. Los ejemplos del catalizador de ácido incluyen catalizadores de ácidos de Lewis tales como triflatos de lantánido.

55 Entre estos catalizadores, desde el punto de vista de prevenir la reducción del grado de polimerización de la celulosa, se prefieren catalizadores de base, se prefieren más hidróxidos de metales alcalinos, y se prefieren todavía más hidróxido de sodio e hidróxido de potasio. Estos catalizadores pueden usarse solos o en combinación de dos o más cualesquiera de los mismos.

En la reacción de la presente invención, es suficiente con que el catalizador se use en una cantidad catalítica basándose tanto en la hidroxialquilcelulosa como en el agente de cationización. Más específicamente, el catalizador se usa en una cantidad de preferiblemente el 0,1 % en moles o más, más preferiblemente el 1 % en moles o más y

todavía más preferiblemente el 5 % en moles o más, y también en una cantidad de preferiblemente el 150 % en moles o menos, más preferiblemente el 100 % en moles o menos y todavía más preferiblemente el 50 % en moles o menos basándose en la AGU contenida en una molécula de la hidroxialquilcelulosa.

5 Cuando se usa el compuesto representado por la fórmula general (2) anterior como agente de cationización, se produce una cantidad estequiométrica de un haluro de hidrógeno durante la reacción. Por tanto, cuando se usa una base como catalizador, el catalizador se añade preferiblemente en una cantidad de una suma de la cantidad catalítica anterior y su cantidad estequiométrica basándose en el agente de cationización.

10 El catalizador puede añadirse directamente en forma de un catalizador de alta pureza o puede añadirse en forma de una disolución preparada disolviendo el catalizador en un disolvente tal como agua.

15 Además, el catalizador puede añadirse al sistema de reacción de una vez, en varias porciones divididas, de manera continua o en combinación de estos métodos de adición. Entre estos métodos de adición, con el fin de dispersar de manera uniforme el catalizador en la hidroxialquilcelulosa para que reaccione con la misma, preferiblemente se añade el catalizador al sistema de reacción o bien en varias porciones divididas o bien de manera continua mientras se agita la hidroxialquilcelulosa.

20 Además, el catalizador usado en la reacción de hidroxialquilación puede usarse como tal en la reacción de cationización sin necesidad de neutralización o retirada del catalizador, etc., tras completarse la reacción de hidroxialquilación. En vista de evitar el aumento de las cargas sobre el tratamiento de purificación debido a la formación de sales, el catalizador usado en la reacción de hidroxialquilación se usa preferiblemente como tal en la reacción de cationización posterior.

25 (Contenido de agua)

30 El contenido de agua durante la reacción de cationización es preferiblemente del 10 % en masa o más, más preferiblemente del 30 % en masa o más, y todavía más preferiblemente del 50 % en masa o más basándose en la materia prima de celulosa usada en la reacción de hidroxialquilación desde el punto de vista de potenciar la tasa de reacción, y también es preferiblemente del 150 % en masa o menos, más preferiblemente del 140 % en masa o menos, y todavía más preferiblemente del 120 % en masa o menos basándose en la materia prima de celulosa usada en la reacción de hidroxialquilación desde los puntos de vista de mantener una condición en polvo de la hidroxialquilcelulosa, potenciar la selectividad de reacción de la reacción de cationización, y aumentar la productividad de C-HPC.

35 Cuando el catalizador y/o el agente de cationización se usan en forma de una disolución acuosa y el contenido de agua en el sistema de reacción al iniciarse la reacción supera el intervalo anteriormente especificado, el contenido de agua puede ajustarse para que se encuentre dentro del intervalo anteriormente especificado llevando a cabo un procedimiento de deshidratación habitual tal como reducción de presión, calentamiento, etc. El procedimiento de deshidratación puede llevarse a cabo o bien tras completarse la introducción de la disolución acuosa de catalizador y/o la disolución acuosa de agente de cationización en el recipiente de reacción, o bien simultáneamente con la introducción de estas disoluciones acuosas en el recipiente de reacción.

40 (Disolvente no acuoso)

45 La reacción de cationización puede avanzar sin ningún disolvente no acuoso distinto de agua. Sin embargo, con el propósito de dispersar de manera uniforme el agente de cationización o el catalizador, la reacción de cationización también puede llevarse a cabo en presencia del disolvente no acuoso junto con agua.

50 La cantidad del disolvente no acuoso usada en la reacción de cationización puede encontrarse de manera adecuada dentro del intervalo desde el 0 hasta el 40 % en masa basándose en la materia prima de celulosa usada en la reacción de hidroxialquilación. Cuando se usa el disolvente no acuoso en la cantidad anteriormente especificada, no solamente puede alcanzarse una buena productividad, sino que además puede mantenerse la hidroxialquilcelulosa en un estado en polvo. Como resultado, el sistema de reacción puede agitarse eficazmente para llevar a cabo la reacción de manera uniforme, y pueden suprimirse la descomposición del agente de cationización o reacciones secundarias del agente de cationización con el disolvente no acuoso de modo que puede permitirse que la reacción de cationización avance de una manera eficaz. Desde estos puntos de vista, la cantidad del disolvente no acuoso usada en la reacción de cationización es preferiblemente desde el 0 hasta el 30 % en masa y más preferiblemente desde el 0 hasta el 20 % en masa.

60 El disolvente no acuoso usado en la reacción de cationización no está particularmente limitado, y es preferiblemente un disolvente polar. Los ejemplos del disolvente polar incluyen alcoholes C<sub>1</sub> a C<sub>5</sub> tales como isopropanol, isobutanol y terc-butanol; disolventes de éter tales como 1,4-dioxano, dimetil éter de etilenglicol, dimetil éter de dietilenglicol y dimetil éter de trietilenglicol; y disolventes polares apróticos tales como dimetilsulfóxido y dimetilformamida. Entre estos disolventes no acuosos, desde el punto de vista de suprimir las reacciones secundarias con el agente de cationización, se prefieren alcoholes secundarios o terciarios que tienen de 3 a 5 átomos de carbono, disolventes de

éter y disolventes polares apróticos.

Estos disolventes no acuosos pueden usarse solos o en forma de una mezcla de dos o más cualesquiera de los mismos.

5 La clase, cantidad y forma preferida del disolvente no acuoso usado en la reacción de cationización pueden ser iguales que las usadas en el procedimiento de hidroxialquilación anteriormente mencionado. Por tanto, el disolvente no acuoso que está presente tras completarse la reacción de hidroxialquilación también puede usarse directamente como disolvente no acuoso para la reacción de cationización sin necesidad de ninguna retirada o adición del disolvente no acuoso.

(Aparato de reacción y condiciones de reacción)

15 El aparato de reacción que puede usarse en la reacción de cationización puede incluir la tasa de reacción, y suprimir la descomposición del agente de cationización y coloración de la C-HPC producida.

Además, desde el punto de vista de suprimir la coloración no deseada durante la reacción, la reacción de cationización se lleva a cabo preferiblemente en una atmósfera de un gas inerte tal como nitrógeno.

20 Tras completarse la reacción de cationización, el producto de reacción puede someterse, si se requiere, a un tratamiento de purificación tal como neutralización del catalizador y lavado con un disolvente tal como isopropanol hidratado y acetona hidratada, etc., para así aislar la hidroxialquilcelulosa cationizada, en particular, C-HPC a partir del mismo.

25 Con respecto a las realizaciones anteriormente mencionadas, la presente invención incluye además los siguientes aspectos relacionados con un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa, una hidroxialquilcelulosa producida mediante el procedimiento, y un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada usando la hidroxialquilcelulosa así producida.

30 <1> Un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa mediante adición de un compuesto básico y un óxido de alquileo a una celulosa para llevar a cabo una reacción entre los mismos en el que el compuesto básico se añade en una cantidad total de no menos de 0,7 mol y no más de 1,5 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, y el óxido de alquileo se añade en una cantidad total de no menos de 1,0 mol y no más de 3,0 mol por 1 mol de la unidad de glucosa anhidra en la celulosa, incluyendo el procedimiento las siguientes etapas 1 y 2:

35 etapa 1: añadir el compuesto básico en una cantidad de no menos del 50 % y no más del 95 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento, y después añadir el óxido de alquileo en una cantidad de no menos del 30 % y no más del 80 % de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento para hacer reaccionar los compuestos con la celulosa, obteniendo así una mezcla de reacción; y

40 etapa 2: añadir una cantidad restante del compuesto básico no añadida en la etapa 1 y una cantidad restante del óxido de alquileo no añadida en la etapa 1 a la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1 para llevar a cabo una reacción entre los mismos.

45 <2> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según el aspecto <1> anterior, en el que el compuesto básico se añade en una cantidad total de preferiblemente 0,8 mol o más, y más preferiblemente 0,9 mol o más por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, y también se añade en una cantidad total de preferiblemente 1,4 mol o menos, más preferiblemente 1,3 mol o menos, todavía más preferiblemente 1,2 mol o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente 1,1 mol o menos por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, y más específicamente se añade en una cantidad total de preferiblemente desde 0,7 hasta 1,4 mol, más preferiblemente desde 0,7 hasta 1,3 mol, todavía más preferiblemente desde 0,7 hasta 1,2 mol, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 0,7 hasta 1,2 mol, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 0,8 hasta 1,1 mol, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 0,9 hasta 1,1 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa.

50 <3> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según los aspectos <1> o <2> anteriores, en el que el óxido de alquileo se añade en una cantidad total de preferiblemente 1,2 mol o más, más preferiblemente 1,4 mol o más, todavía más preferiblemente 1,6 mol o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente 1,8 mol o más por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, y también se añade en una cantidad total de preferiblemente 2,8 mol o menos, más preferiblemente 2,5 mol o menos, y todavía más preferiblemente 2,3 mol o menos por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, y más específicamente se añade en una cantidad total de preferiblemente desde 1,2 hasta 2,8 mol, más preferiblemente desde 1,4 hasta 2,5 mol, todavía más preferiblemente desde 1,6 hasta 2,5 mol, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1,8 hasta 2,5 mol, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1,8 hasta 2,3 mol por 1 mol de una unidad de glucosa

anhidra en la celulosa.

5 <4> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <3> anteriores, en el que el óxido de alquileo se añade en una cantidad total de preferiblemente desde 1,2 hasta 3,0 mol, más preferiblemente desde 1,4 hasta 3,0 mol, todavía más preferiblemente desde 1,6 hasta 3,0 mol, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1,8 hasta 3,0 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa.

10 <5> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <4> anteriores, en el que la cantidad del compuesto básico añadida en la etapa 1 es preferiblemente del 52 % o más, más preferiblemente el 55 % o más, todavía más preferiblemente el 58 % o más y de manera adicional todavía más preferiblemente el 60 % o más de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento, y también es preferiblemente del 90 % o menos, más preferiblemente el 85 % o menos, y todavía más preferiblemente el 80 % o menos de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento, y más específicamente es preferiblemente desde el 52 hasta el 95 %, más preferiblemente desde el 55 hasta el 90 %, todavía más preferiblemente del 58 al 85 %, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde el 60 hasta el 80 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento.

20 <6> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <5> anteriores, en el que la cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 1 es preferiblemente del 35 % o más, más preferiblemente el 40 % o más, todavía más preferiblemente el 45 % o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente el 49 % o más de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento, y también es preferiblemente del 78 % o menos, más preferiblemente el 76 % o menos, todavía más preferiblemente el 74 % o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente el 70 % o menos de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento, y más específicamente es preferiblemente desde el 35 hasta el 78 %, más preferiblemente desde el 40 hasta el 76 %, todavía más preferiblemente desde el 45 hasta el 74 %, y de manera adicional todavía más preferiblemente del 49 al 70 % de la cantidad total de más preferiblemente desde el 60 hasta el 80 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento.

30 <6> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <5> anteriores, en el que la cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 1 es preferiblemente del 35 % o más, más preferiblemente el 40 % o más, todavía más preferiblemente el 45 % o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente el 49 % o más de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento, y también es preferiblemente del 78 % o menos, más preferiblemente el 76 % o menos, todavía más preferiblemente el 74 % o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente el 70 % o menos de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento, y más específicamente es preferiblemente desde el 35 hasta el 78 %, más preferiblemente desde el 40 hasta el 76 %, todavía más preferiblemente desde el 45 hasta el 74 %, y de manera adicional todavía más preferiblemente del 49 al 70 % de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento.

45 <7> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <6> anteriores, en el que la razón molar de la cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 1 (número de moles del óxido de alquileo por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa) con respecto a la cantidad del compuesto básico añadida en la etapa 1 (número de moles del compuesto básico por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa) es preferiblemente de 0,9 o más, más preferiblemente 1,1 o más, todavía más preferiblemente 1,5 o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente 1,6 o más, y también es preferiblemente de 2,7 o menos, más preferiblemente 2,5 o menos, todavía más preferiblemente 2,3 o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente 1,7 o menos.

50 <8> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <7> anteriores, en el que la razón de la cantidad del óxido de alquileo añadida en la etapa 1 (cantidad del óxido de alquileo añadida basándose en la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento) con respecto a la cantidad del compuesto básico añadida en la etapa 1 (cantidad del compuesto básico añadida basándose en la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento) es preferiblemente de 0,50 o más, más preferiblemente 0,60 o más, todavía más preferiblemente 0,70 o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente 0,75 o más, y también es preferiblemente de 1,5 o menos, más preferiblemente 1,2 o menos, todavía más preferiblemente 1,0 o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente 0,85 o menos.

60 <9> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <8> anteriores, en el que el contenido de agua durante la reacción de la etapa 1 es preferiblemente del 20 % en masa o más, más preferiblemente el 25 % en masa o más, todavía más preferiblemente el 30 % en masa o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente el 40 % en masa o más, y también es preferiblemente del 90 % en masa o menos, más preferiblemente el 80 % en masa o menos, todavía más preferiblemente el 70 % en masa o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente el 60 % en masa o menos, y más específicamente es preferiblemente desde el 20 hasta el 90 % en masa, más preferiblemente desde el 25 hasta el 80 % en masa,

todavía más preferiblemente desde el 30 hasta el 70 % en masa, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde el 40 hasta el 60 % en masa, basándose en una masa restante obtenida restando una cantidad de agua de una cantidad de la materia prima de celulosa.

5 <10> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <9>  
anteriores, en el que el contenido de agua durante la reacción de la etapa 2 es preferiblemente del 20 % en masa o  
más, más preferiblemente el 25 % en masa o más, todavía más preferiblemente el 30 % en masa o más, de manera  
adicional todavía más preferiblemente el 40 % en masa o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente  
10 el 50 % en masa o más, y también es preferiblemente del 90 % en masa o menos, más preferiblemente el 80 % en  
masa o menos, y todavía más preferiblemente el 70 % en masa o menos, y más específicamente es preferiblemente  
desde el 20 hasta el 90 % en masa, más preferiblemente desde el 25 hasta el 80 % en masa, todavía más  
preferiblemente desde el 30 hasta el 70 % en masa, de manera adicional todavía más preferiblemente desde el 40  
hasta el 70 % en masa, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde el 50 hasta el 70 % en masa,  
15 basándose en una masa restante obtenida restando una cantidad de agua de una cantidad de la materia prima de  
celulosa.

<11> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <10>  
anteriores, en el que la cristalinidad de la materia prima de celulosa es preferiblemente del 10 % o más, más  
preferiblemente el 12 % o más, y todavía más preferiblemente el 15 % o más, y también es preferiblemente del 50 %  
20 o menos, más preferiblemente el 40 % o menos, y todavía más preferiblemente el 30 % o menos, y más  
específicamente es preferiblemente desde el 10 hasta el 50 %, más preferiblemente desde el 12 hasta el 40 %, y  
todavía más preferiblemente desde el 15 hasta el 30 %.

<12> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <11>  
anteriores, en el que el grado de polimerización de la materia prima de celulosa es preferiblemente de 100 o más,  
25 más preferiblemente 200 o más, todavía más preferiblemente 500 o más, y de manera adicional todavía más  
preferiblemente 1000 o más, y también es preferiblemente de 3000 o menos, más preferiblemente 2500 o menos,  
todavía más preferiblemente 2200 o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente 2000 o menos, y  
30 más específicamente es preferiblemente desde 100 hasta 3000, más preferiblemente desde 200 hasta 2500, todavía  
más preferiblemente desde 500 hasta 2200, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1000 hasta  
2000.

<13> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <12>  
anteriores, en el que la materia prima de celulosa se obtiene sometiendo al menos un material seleccionado del  
35 grupo que consiste en pastas, papeles, tallos y hojas de plantas y cáscaras de plantas a descristalización mecánica.

<14> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según el aspecto <13> anterior, en el que el aparato  
usado para la descristalización mecánica es preferiblemente un molino de medios accionado por tanque o un molino  
40 de agitación de medios, más preferiblemente un molino de medios accionado por tanque, y todavía más  
preferiblemente un molino de bolas vibratorio, un molino de cilindros vibratorio o un molino de tubos vibratorio.

<15> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según el aspecto <14> anterior, en el que el diámetro  
exterior de cada uno de los cilindros llenados en el molino de cilindros vibratorio es desde 0,1 hasta 100 mm y  
45 preferiblemente desde 0,5 hasta 50 mm, y la tasa de llenado de los cilindros en el molino de cilindros vibratorio es  
desde el 10 hasta el 97 % y preferiblemente desde el 15 hasta el 95 %.

<16> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <13> a <15>  
anteriores, en el que la descristalización mecánica se lleva a cabo a una temperatura desde -20 hasta 200 °C y  
50 preferiblemente desde -10 hasta 150 °C.

<17> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <13> a <16>  
anteriores, en el que el tiempo de tratamiento de la descristalización mecánica es desde 0,01 hasta 20 h,  
preferiblemente desde 0,05 hasta 10 h y más preferiblemente desde 0,1 hasta 5 h.

<18> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <13> a <17>  
anteriores, en el que la mediana del tamaño de la celulosa finamente molida obtenida tras la descristalización  
55 mecánica es desde 10 hasta 1000 µm, preferiblemente desde 20 hasta 500 µm, y más preferiblemente desde 30  
hasta 200 µm.

<19> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <18>  
anteriores, en el que el compuesto básico es preferiblemente un hidróxido de metal alcalino, y más preferiblemente  
60 al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxido de sodio e hidróxido de potasio.

<20> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <19>  
anteriores, en el que el compuesto básico se usa en forma de una disolución acuosa en las etapas 1 y 2.

65

<21> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <20> anteriores, en el que el óxido de alquileo es óxido de etileno u óxido de propileno, y preferiblemente óxido de propileno.

5 <22> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <21> anteriores, en el que la temperatura usada durante la reacción de adición de óxido de alquileo es preferiblemente de 0 °C o superior, más preferiblemente 20 °C o superior, y todavía más preferiblemente 30 °C o superior, y también es preferiblemente de 200 °C o inferior, más preferiblemente 100 °C o inferior, y todavía más preferiblemente 80 °C o inferior, y más específicamente es preferiblemente desde 0 hasta 200 °C, más preferiblemente desde 20 hasta 100 °C, y todavía más preferiblemente desde 30 hasta 80 °C.

15 <23> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <22> anteriores, en el que el tiempo de reacción de la reacción de adición de óxido de alquileo es preferiblemente de 0,1 h o mayor, más preferiblemente 0,2 h o mayor, todavía más preferiblemente 0,5 h o mayor, de manera adicional todavía más preferiblemente 1 h o mayor, y de manera adicional todavía más preferiblemente 5 h o mayor, y también es preferiblemente de 72 h o menor, más preferiblemente 36 h o menor, todavía más preferiblemente 18 h o menor, y de manera adicional todavía más preferiblemente 12 h o menor, y más específicamente es preferiblemente desde 0,1 hasta 72 h, más preferiblemente desde 0,2 hasta 36 h, todavía más preferiblemente desde 0,5 hasta 18 h, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1 hasta 12 h, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 5 hasta 12 h.

20 <24> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <23> anteriores, en el que el aparato de reacción usado en el mismo es una mezcladora de Loedige, una mezcladora Ploughshare o una amasadora.

25 <25> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <24> anteriores, en el que el compuesto básico se añade en la etapa 1 y posteriormente se envejece la mezcla resultante.

30 <26> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <1> a <25> anteriores, en el que el compuesto básico se añade en la etapa 2 y posteriormente se envejece la mezcla resultante.

35 <27> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según los aspectos <25> o <26> anteriores, en el que la temperatura usada durante el envejecimiento en cada una de las etapas 1 y 2 es preferiblemente de 35 °C o superior, más preferiblemente 38 °C o superior, todavía más preferiblemente 40 °C o superior, y de manera adicional todavía más preferiblemente 50 °C o superior, y también es preferiblemente de 90 °C o inferior, más preferiblemente 80 °C o inferior, y todavía más preferiblemente 75 °C o inferior, y más específicamente es preferiblemente desde 35 hasta 90 °C, más preferiblemente desde 38 hasta 80 °C, todavía más preferiblemente desde 40 hasta 75 °C, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 50 hasta 75 °C.

40 <28> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según uno cualquiera de los aspectos <25> a <27> anteriores, en el que el tiempo de envejecimiento en cada una de las etapas 1 y 2 es preferiblemente de 0,1 h o mayor, más preferiblemente 0,2 h o mayor, todavía más preferiblemente 0,5 h o mayor, y de manera adicional todavía más preferiblemente 1 h o mayor, y también es preferiblemente de 24 h o menor, más preferiblemente 12 h o menor, todavía más preferiblemente 6 h o menor, y de manera adicional todavía más preferiblemente 4 h o menor, y más específicamente es preferiblemente desde 0,1 hasta 24 h, más preferiblemente desde 0,2 hasta 12 h, todavía más preferiblemente desde 0,5 hasta 6 h, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 1 hasta 4 h.

50 <30> Un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada, que incluye la etapa de hacer reaccionar la hidroxialquilcelulosa obtenida mediante el procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <28> anteriores con un agente de cationización representado por las fórmulas generales (1) o (2) anteriores.

55 <31> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada según el aspecto <30> anterior, en el que el agente de cationización es preferiblemente un cloruro o un bromuro de glicidiltrimetilamonio o glicidiltriethylamonio, 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio, 3-cloro-2-hidroxipropiltriethylamonio, 3-bromo-2-hidroxipropiltrimetilamonio o 3-bromo-2-hidroxipropiltriethylamonio, más preferiblemente un cloruro de glicidiltrimetilamonio o un cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio, y todavía más preferiblemente un cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio.

60 <32> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada según el aspecto <30> o <31> anterior, en el que el número promedio de grupos catiónicos introducidos en la hidroxialquilcelulosa por AGU (grado de sustitución con grupo catiónico) es preferiblemente de 0,01 o más, más preferiblemente desde 0,02 o más, todavía más preferiblemente desde 0,03 o más, de manera adicional todavía más preferiblemente desde 0,05 o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente desde 0,10 o más, y también es preferiblemente de 2,5 o menos, más preferiblemente 1 o menos, todavía más preferiblemente 0,6 o menos, de manera adicional todavía más preferiblemente 0,4 o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente 0,3 o menos.

65 <33> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada según uno cualquiera de los aspectos

<30> a <32> anteriores, en el que la cantidad del agente de cationización usada en el mismo es preferiblemente de 0,01 mol o más, más preferiblemente 0,02 mol o más, todavía más preferiblemente 0,03 mol o más, de manera adicional todavía más preferiblemente 0,05 mol o más, y de manera adicional todavía más preferiblemente 0,10 mol o más por 1 mol de AGU contenida en una molécula de la hidroxialquilcelulosa, y también es preferiblemente de 10 mol o menos, más preferiblemente 4 mol o menos, todavía más preferiblemente 2,5 mol o menos, de manera adicional todavía más preferiblemente 1 mol o menos, y de manera adicional todavía más preferiblemente 0,5 mol o menos por 1 mol de AGU contenida en una molécula de la hidroxialquilcelulosa.

<34> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada según uno cualquiera de los aspectos <30> a <33> anteriores, en el que el agente de cationización se añade de una vez, en varias porciones divididas, de manera continua o en combinación de los mismos.

<35> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada según uno cualquiera de los aspectos <30> a <34> anteriores, en el que un catalizador usado en la reacción de cationización es preferiblemente una base o un ácido, más preferiblemente un hidróxido de metal alcalino seleccionado del grupo que consiste en hidróxido de sodio, hidróxido de potasio e hidróxido de litio, un hidróxido de metal alcalinotérreo seleccionado del grupo que consiste en hidróxido de magnesio e hidróxido de calcio, una amina terciaria seleccionada del grupo que consiste en trimetilamina, trietilamina y trietilendiamina, o un catalizador de ácido de Lewis, todavía más preferiblemente un hidróxido de metal alcalino, y de manera adicional todavía más preferiblemente hidróxido de sodio o hidróxido de potasio.

<36> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada según uno cualquiera de los aspectos <30> a <35> anteriores, en el que el catalizador se usa en una cantidad de preferiblemente el 0,1 % en moles o más, más preferiblemente el 1 % en moles o más y todavía más preferiblemente el 5 % en moles o más, y también en una cantidad de preferiblemente el 150 % en moles o menos, más preferiblemente el 100 % en moles o menos y todavía más preferiblemente el 50 % en moles o menos basándose en la AGU contenida en una molécula de la hidroxialquilcelulosa.

<37> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada según uno cualquiera de los aspectos <30> a <36> anteriores, en el que el catalizador se añade de una vez, en varias porciones divididas, de manera continua o en combinación de los mismos.

<38> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada según uno cualquiera de los aspectos <30> a <37> anteriores, en el que el contenido de agua en la reacción de cationización es preferiblemente del 10 % en masa o más, más preferiblemente el 30 % en masa o más, y todavía más preferiblemente el 50 % en masa o más y también es preferiblemente del 150 % en masa o menos, más preferiblemente el 140 % en masa o menos, y todavía más preferiblemente el 120 % en masa o menos.

<39> El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada según uno cualquiera de los aspectos <30> a <38> anteriores, en el que la temperatura usada en la reacción de cationización es preferiblemente de 0 °C o superior, más preferiblemente 20 °C o superior, y todavía más preferiblemente 40 °C o superior, y también es preferiblemente de 100 °C o inferior, más preferiblemente 90 °C o inferior y todavía más preferiblemente 80 °C o inferior.

## Ejemplos

El grado de polimerización promedio de la materia prima de celulosa, la cristalinidad de la celulosa, el contenido de agua de la materia prima de celulosa, la mediana del tamaño de la celulosa, la cantidad de un grupo de sustitución introducido, la selectividad de reacción y la transmitancia se midieron o se calcularon mediante los siguientes métodos.

(1) Medición del grado de polimerización promedio de materia prima de celulosa (método de cobre-amoniaco)

El grado de polimerización promedio en viscosidad de las materias primas de celulosa usadas en los ejemplos y ejemplos comparativos respectivos se midió mediante el siguiente método.

(i) Preparación de disolución para medición

En un matraz aforado (100 ml) se añadieron 0,5 g de cloruro de cobre (I) y de 20 a 30 ml de un agua amoniacal al 25 %. Tras completarse la disolución, se añadió 1,0 g de hidróxido de cobre (II) y se diluyó la mezcla con un agua amoniacal al 25 % hasta justo por debajo de la marca del matraz aforado. Se agitó la mezcla resultante durante de 30 a 40 min hasta una disolución completa. Tras añadirse una cantidad de pasta (secada a una presión reducida de 20 kPa a 105 °C durante 12 h) pesada de manera exacta, se añadió el agua amoniacal hasta la marca del matraz aforado. Tras sellarse el matraz de manera hermética, se agitó la mezcla con un agitador magnético durante 12 h para obtener una disolución. Se repitió el mismo procedimiento excepto porque se cambió la cantidad de pasta a añadir en el intervalo de 20 a 500 mg para preparar disoluciones para medición con concentraciones diferentes.

## (ii) Medición del grado de polimerización promedio en viscosidad

5 Se introdujo la disolución para medición (disolución acuosa de cobre-amoniaco) preparada en (i) en un viscosímetro Ubbelohde, que después se dejó reposar en un baño a temperatura controlada ( $20 \pm 0,1$  °C) durante una hora. Después, se midió la velocidad de flujo descendente de la disolución. Usando las velocidades de flujo descendente ( $t(s)$ ) de disoluciones de cobre-amoniaco con diversas concentraciones de pasta (g/dl) y la velocidad de flujo descendente ( $t_0(s)$ ) de la disolución acuosa de cobre-amoniaco que no contenía pasta, se calculó la viscosidad reducida ( $\eta_{sp}/c$ ) a cada concentración a partir de la siguiente fórmula:

$$10 \quad \eta_{sp}/c = (t/t_0 - 1)/c$$

en la que c es la concentración de pasta (g/dl).

15 Después, se determinó la viscosidad intrínseca  $[\eta]$  (dl/g) extrapolando la viscosidad reducida a  $c = 0$ . Se calculó el grado de polimerización promedio en viscosidad ( $DP_v$ ) a partir de la siguiente fórmula:

$$DP_v = 2000 \times [\eta]$$

20 en la que 2000 es el número específico para la celulosa.

## (2) Cálculo de la cristalinidad

25 Se midió cada muestra de las pastas usadas en los ejemplos y ejemplos comparativos respectivos para determinar la intensidad de difracción de rayos X en las siguientes condiciones usando un "difractómetro de rayos X Rigaku RINT 2500VC" fabricado por Rigaku Corporation, y se calculó la cristalinidad de celulosa en cada muestra de pasta a partir de la fórmula de cálculo (1) anterior.

Condiciones de medición

30 Fuente de rayos X: Cu/radiación  $K\alpha$ ,

Tensión de tubo: 40 kV,

35 Corriente de tubo: 120 mA,

Intervalo de medición:  $2\theta =$  de 5 a 45°, y

40 Velocidad de barrido de rayos X: 10°/min.

Se usó un gránulo comprimido que tenía 320 mm<sup>2</sup> de área de superficie y 1 mm de grosor como muestra para la medición.

## (3) Medición del contenido de agua de materia prima de celulosa

45 Se midió el contenido de agua de la materia prima de celulosa usando un dispositivo de ensayo de humedad por infrarrojos (nombre comercial "FD-610", fabricado por Kett Electric Laboratory). La medición se llevó a cabo a 120 °C, y se tomó el punto en el que el cambio de masa con el tiempo durante 30 s era del 0,1 % o menos como el punto final de la medición. Se convirtió el contenido de agua así medido en el contenido de agua (% en masa) basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa.

## (4) Medición de la mediana del tamaño de la materia prima de celulosa

55 Se midió la mediana del tamaño del polvo de celulosa en una dispersión preparada dispersando un polvo de celulosa en etanol usando un analizador de distribución de tamaño de partícula por difracción/dispersión láser (nombre comercial "LA-920", fabricado por Horiba Ltd.). Más específicamente, antes de la medición, se añadió el polvo de celulosa a etanol, y se sometió la dispersión resultante a tratamiento por ultrasonidos durante 1 min para dispersar el polvo de celulosa en el mismo y después se sometió a la medición de la mediana del tamaño.

## (5) Contenido de celulosa

65 La pasta usada como materia prima de celulosa tenía una alta pureza de celulosa. Por tanto, se consideró que el contenido de celulosa en un componente restante obtenido retirando agua de la materia prima de celulosa era el 100 % en masa.

## (6) Cálculo de la cantidad de grupos propilenoxi introducidos en hidroxipropilcelulosa

Se midieron las hidroxipropilcelulosas (también denominadas "HPC") obtenidas en los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos para determinar un número promedio de grupos propilenoxi introducidos en las mismas por AGU en una cadena principal de HPC (también denominado "grado de sustitución con grupo propilenoxi") según el "método de análisis de hidroxipropilcelulosa" descrito en la 15.ª edición revisada de la farmacopea japonesa.

Específicamente, se neutralizó una disolución acuosa de HPC obtenida en los ejemplos y ejemplos comparativos respectivos con ácido láctico de manera que el valor de pH de la misma se ajustó dentro del intervalo desde 5 hasta 6, y después se purificó mediante una membrana de diálisis (punto de corte de peso molecular de 1000), y se purificó la disolución acuosa obtenida mediante liofilización para obtener una HPC purificada. El contenido de un grupo hidroxipropoxi [peso de la fórmula: (-OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>OH) = 75,09] [b (mol/g)] (%) en la HPC purificada así obtenida se calculó a partir de la siguiente fórmula de cálculo (2):

$$b \text{ (mol/g)} = (\text{contenido de grupos hidroxipropoxi mediante cromatografía de gases (\%)} / (75,09 \times 100)) \quad (2)$$

A continuación, usando el valor b obtenido, se calculó el grado de sustitución con grupo propilenoxi (m) de HPC a partir de la siguiente fórmula de cálculo (3):

$$b = m / (162 + m \times 58,08) \quad (3)$$

## (7) Cálculo de la cantidad de grupos catiónicos introducidos en hidroxipropilcelulosa cationizada

Se midieron las hidroxipropilcelulosas cationizadas (también denominadas "C-HPC") obtenidas en los ejemplos y ejemplos comparativos respectivos para determinar la cantidad de grupos catiónicos introducidos en C-HPC, es decir, el grado de sustitución con grupo catiónico de C-HPC, se determinó a partir de la cantidad de cloro medida obtenida mediante análisis elemental y el valor obtenido mediante el mismo método que el "método de análisis de hidroxipropilcelulosa" descrito en la 15.ª edición revisada de la farmacopea japonesa, excepto porque el objeto a analizar no era hidroxipropilcelulosa sino C-HPC.

Específicamente, se purificó una disolución acuosa de C-HPC obtenida en los ejemplos y ejemplos comparativos respectivos mediante una membrana de diálisis (punto de corte de peso molecular de 1000), y se purificó la disolución acuosa obtenida mediante liofilización, para obtener una C-HPC purificada. Se midió la C-HPC purificada obtenida para determinar el contenido de cloro (%) mediante análisis elemental. Suponiendo que el número de los grupos catiónicos en la C-HPC purificada es casi igual al número de los contraiones cloruro, se calculó la cantidad de grupos catiónicos (a (mol/g)) en masa unitaria de C-HPC a partir de la siguiente fórmula de cálculo (4):

$$a \text{ (mol/g)} = (\text{contenido de cloro (\%)} \text{ mediante análisis elemental}) / (35,5 \times 100) \quad (4)$$

A continuación, usando el valor a obtenido y el grado de sustitución con grupo propilenoxi (m) obtenido en el punto (3) anterior, se calculó el grado de sustitución con grupo catiónico (k) de C-HPC a partir de la siguiente fórmula de cálculo (5):

$$a = k / (162 + k \times 151,5 + m \times 58) \quad (5)$$

## (8) Cálculo de la selectividad de reacción

Se calculó la selectividad de reacción a partir de la cantidad de óxido de propileno cargado y el grado de sustitución con grupo propilenoxi con el mismo según la siguiente fórmula de cálculo (6):

$$\text{Selectividad de reacción (\%)} = (\text{grado de sustitución con grupo propilenoxi (m)}) / [(\text{cantidad de óxido de propileno cargado (mol)}) / \text{AGU (mol) en la cadena principal}] \times 100 \quad (6)$$

## (9) Medición de la transmitancia

Se evaluó la solubilidad en agua de la siguiente manera. Es decir, se preparó una disolución acuosa al 2 % de una muestra, y se midió la transmitancia de la misma a 600 nm usando un espectrofotómetro de Hitachi "U-2000A" fabricado por Hitachi High-Technologies Corp., para evaluar la solubilidad en agua de la muestra a partir de la transmitancia así medida.

## Ejemplo de producción 1 (producción de pasta finamente molida)

Se convirtió una pasta de madera en forma de hoja (fabricada por Tembec, grado de polimerización promedio: 1770, cristalinidad: 74 %, contenido de agua: 7,6 %) como materia prima de celulosa en virutas mediante un granulador de hojas (nombre comercial "SGG-220", fabricado por Horai Co, Ltd.). Se secaron las virutas de pasta resultantes usando una secadora durante la noche para ajustar el contenido de agua de las mismas hasta el 1 % en masa o

menos.

Se cargaron las virutas de pasta obtenidas a una velocidad de alimentación de 7,8 kg/h en un molino vibratorio continuo (nombre comercial "YAMT-50", fabricado por URAS TECHNO Co., Ltd.) que tenía un volumen de tanque total de 50,5 l (25,25 l x 2 recipientes) y que contenía 29 unidades de cilindros SUS304 (tasa de llenado: 67 %) con 30 mm de diámetro, 800 mm de longitud y una forma en sección transversal circular. Se descristalizó la mezcla en condiciones de frecuencia: 60 Hz y amplitud total: 8 mm para obtener virutas de pasta de madera finamente molidas. En este momento, la temperatura de pared del molino era de 90 °C (grado de polimerización promedio: 1130; cristalinidad: 18 %; contenido de agua: 0,9 %).

Las virutas de pasta de madera finamente molidas así obtenidas tenían una mediana del tamaño de 100 µm.

#### Ejemplo 1 (producción de hidroxipropilcelulosa)

En un mortero se transfirieron 2,89 g de las virutas de pasta de madera finamente molidas (contenido de agua: 0,9 %) obtenidas en el ejemplo de producción 1, y después se añadieron 1,87 g de una disolución acuosa de hidróxido de sodio al 22,8 % en peso (0,6 mol por 1 mol de AGU en celulosa; el 60 % de una cantidad total de hidróxido de sodio que iba a añadirse) a las virutas de pasta y se mezclaron con las mismas a temperatura ambiente. Después de eso, se transfirió la mezcla resultante en un recipiente de vidrio y se calentó a 50 °C durante 1 h, y se añadieron 1,50 g de óxido de propileno (1,435 mol por 1 mol de AGU en celulosa; el 70 % de una cantidad total de óxido de propileno que iba a añadirse) en el recipiente de vidrio y se hicieron reaccionar con la mezcla en el mismo a 50 °C durante 10 h (etapa 1; contenido de agua: el 50 % en masa basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa).

Tras completarse la reacción, se enfrió la disolución de reacción hasta temperatura ambiente, y se transfirieron 4,50 g del producto de reacción intermedio obtenido a un mortero y después se añadieron 0,48 g de una disolución acuosa de hidróxido de sodio al 42,5 % en peso (0,4 mol por 1 mol de AGU en celulosa; el 40 % de la cantidad total de hidróxido de sodio que iba a añadirse) al producto de reacción intermedio y se mezclaron con el mismo. Después de eso, se transfirió la mezcla resultante en un recipiente de vidrio y se calentó a 50 °C durante 1 h, y se añadieron 0,45 g de óxido de propileno (0,615 mol por 1 mol de AGU en celulosa; el 30 % de la cantidad total de óxido de propileno que iba a añadirse) en el recipiente de vidrio y se hicieron reaccionar con la mezcla en el mismo a 50 °C durante 10 h, obteniendo así una HPC en bruto (etapa 2; contenido de agua: el 63 % en masa basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa).

Se tomaron como muestra dos gramos (2,0 g) de la HPC en bruto así obtenida y se neutralizaron con ácido láctico (producido por Musashino Chemical Laboratory Ltd.; contenido de agua: 10 % en masa), y se purificó el producto neutralizado resultante mediante pase a través de una membrana de diálisis y después se liofilizó para obtener una HPC purificada. La HPC purificada así obtenida tenía un grado de sustitución con grupo propilenoxi de 1,33, una selectividad de reacción (basándose en óxido de propileno) del 65 % y una transmitancia del 70,5 %. Los resultados se muestran en la tabla 1.

#### Ejemplos 2 a 4 y ejemplos comparativos 1 a 5

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 excepto porque se cambiaron las condiciones de reacción a las mostradas en la tabla 1. Mientras tanto, en el ejemplo comparativo 1, no se llevó a cabo la etapa 2. Los resultados se muestran en la tabla 1.

#### Ejemplos 5 a 11 y ejemplos comparativos 6 a 14

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 excepto porque se varió la cantidad total del hidróxido de sodio añadido, y además se cambiaron las condiciones de reacción a las mostradas en la tabla 2. Mientras tanto, en los ejemplos comparativos 6 a 9 y 11 a 14, no se llevó a cabo la etapa 2. Los resultados se muestran en la tabla 2.

TABLA 2

	Celulosa (Arriba: g) (Abajo: mol)	Adición de hidróxido de sodio		Adición de óxido de propileno		Grado de sustitución con grupo propilenoxi	Selectividad de reacción <sup>2</sup> (%)	Transmitancia (%)
		Etapas 1 (tasa de adición)	Etapas 2 (tasa de adición)	Etapas 1 (tasa de adición)	Etapas 2 (tasa de adición)			
Ejemplo 3	4,19 0,026	0,6 60%	0,4 40%	1,0	1,046 51%	1,27	62	85,4
Ejemplo comparativo 1	2,04	1,0	-	1,0	-	1,20	59	66,3
Ejemplo 5 <sup>3</sup>	0,013	100%	-	0,6	1,046 51%	1,43	70	13,8
Ejemplo comparativo 6	4,19 0,026	0,36 60%	0,24 40%	0,6	1,046 51%	1,44	70	4,14
Ejemplo comparativo 6 <sup>3</sup>	2,04 0,013	0,6 100%	-	0,6	-	1,48	72	3,80
Ejemplo comparativo 7	4,19 0,026	0,18 60%	0,12 40%	0,3	1,046 51%	1,47	72	0,85
Ejemplo 7	2,04 0,013	0,3 100%	-	0,3	-	1,38	67	52,1
Ejemplo comparativo 8	4,19 0,026	0,48 60%	0,32 40%	0,8	1,046 51%	1,33	65	39,2
Ejemplo 8	2,04 0,013	0,8 100%	-	0,8	-	1,14	55	83,7
Ejemplo comparativo 9	4,19 0,026	0,84 60%	0,56 40%	1,4	1,046 51%	0,95	46	70,2
Ejemplo comparativo 9	2,04 0,013	1,4 100%	-	1,4	-	1,02	50	86,7
Ejemplo comparativo 10	4,19 0,026	1,14 60%	0,76 40%	1,9	1,046 51%	0,83	41	74,2
Ejemplo comparativo 10	2,04 0,013	1,9 100%	-	1,9	-	0,66	66	9,42
Ejemplo 9	8,54 0,053	0,6 60%	0,4 40%	1,0	0,51 51%	0,60	60	4,49
Ejemplo comparativo 12	4,19 0,026	1,0 100%	-	1,0	-	1,66	66	93,8
Ejemplo 10	3,40 0,021	0,6 60%	0,4 40%	1,0	1,275 51%	1,50	60	74,6
Ejemplo comparativo 13	1,67 0,010	1,0 100%	-	1,0	-	1,99	66	96,9
Ejemplo 11	2,85 0,018	0,6 60%	0,4 40%	1,0	1,53 51%	1,78	59	82,6
Ejemplo comparativo 14	1,40 0,009	1,0 100%	-	1,0	-			

Nota \*1: Número de moles por 1 mol de unidad de glucosa anhidra en celulosa

\*2: Selectividad de reacción (%) basándose en óxido de propileno

\*3: Ejemplos que no se encuentran dentro del alcance de la invención según se reivindica

Ejemplo comparativo 10	4,19	1,14	0,76	1,9	1,005	1,046	2,05	1,02	50	86,7
	0,026	60%	40%							
Ejemplo comparativo 11	2,04	1,9	-	1,9	2,05	-	2,05	0,83	41	74,2
	0,013	100%	-							
Ejemplo 9	8,54	0,6	0,4	1,0	0,49	0,51	1,0	0,66	66	9,42
	0,053	60%	40%							
Ejemplo comparativo 12	4,19	1,0	-	1,0	1,0	-	1,0	0,60	60	4,49
	0,026	100%	-							
Ejemplo 10	3,40	0,6	0,4	1,0	1,225	1,275	2,5	1,66	66	93,8
	0,021	60%	40%							
Ejemplo comparativo 13	1,67	1,0	-	1,0	2,5	-	2,5	1,50	60	74,6
	0,010	100%	-							
Ejemplo 11	2,85	0,6	0,4	1,0	1,47	1,53	3,0	1,99	66	96,9
	0,018	60%	40%							
Ejemplo comparativo 14	1,40	1,0	-	1,0	3,0	-	3,0	1,78	59	82,6
	0,009	100%	-							

Nota \*1: Número de moles por 1 mol de unidad de glucosa anhidra en celulosa

\*2: Selectividad de reacción (%) basándose en óxido de propileno

A partir de las tablas 1 y 2 se confirmó que, según el procedimiento de la presente invención, se produjo una hidroxialquilcelulosa que tenía una excelente solubilidad en agua de una manera eficaz al tiempo que se mantenía una alta selectividad de reacción.

5

#### Ejemplo 12

Se transfirieron cuatro gramos (4,00 g) de la HPC en bruto obtenida en el ejemplo 1 en un mortero, y después se añadieron 1,17 g de una disolución acuosa de cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio al 59,2 % en peso (0,4 mol por 1 mol de AGU en celulosa) a la HPC en bruto y se mezclaron con la misma a temperatura ambiente. Después de eso, se transfirió la mezcla resultante en un recipiente de vidrio y se hizo reaccionar a 50 °C durante 1 h, obteniendo así una hidroxipropilcelulosa cationizada en bruto (también denominada HPC cationizada en bruto). El contenido de agua en la etapa de cationización era del 97 % en masa basándose en la masa restante obtenida restando la cantidad de agua de la cantidad de la materia prima de celulosa.

15

Se tomaron como muestra dos gramos (2,0 g) de la HPC cationizada en bruto así obtenida y se neutralizaron con ácido láctico (producido por Musashino Chemical Laboratory Ltd.; contenido de agua: 10 %), y se purificó el producto neutralizado resultante mediante pase a través de una membrana de diálisis y después se liofilizó para obtener una HPC cationizada purificada. La HPC cationizada purificada así obtenida tenía un grado de sustitución con grupo catiónico de 0,166, una selectividad de reacción (basándose en cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio) del 42 % y una transmitancia del 94,7 %. Los resultados se muestran en la tabla 3.

20

#### Ejemplo 13 y ejemplo comparativo 15

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 12 excepto porque se usaron las HPC en bruto obtenidas en el ejemplo 2 y el ejemplo comparativo 1, respectivamente. Los resultados se muestran en la tabla 3.

25

TABLA 3

	Hidroxipropilcelulosa	Grado de sustitución con grupo catiónico	Selectividad de reacción <sup>*1</sup> (%)	Transmitancia (%)
Ejemplo 12	Ejemplo 1	0,166	42	94,7
Ejemplo 13	Ejemplo 2	0,174	44	96,9
Ejemplo comparativo 15	Ejemplo comparativo 1	0,160	39	74,7

30

Nota \*1: Selectividad de reacción (%) basándose en el catión

A partir de la tabla 3 se confirmó que, según el procedimiento de la presente invención, se produjo una hidroxialquilcelulosa cationizada que tenía una excelente solubilidad en agua de una manera eficaz al tiempo que se mantenía una alta selectividad de reacción.

35

#### Aplicabilidad industrial

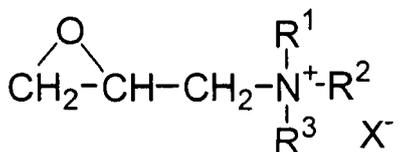
En el procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según la presente invención, es posible producir una hidroxialquilcelulosa que tiene una excelente solubilidad en agua de una manera eficaz al tiempo que se mantiene una alta selectividad de reacción. Además, según la presente invención, puede producirse una hidroxialquilcelulosa cationizada a partir de la hidroxialquilcelulosa resultante de una manera eficaz.

40

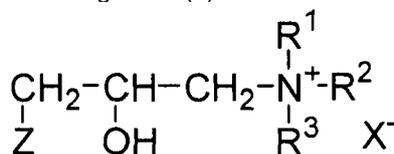
REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa mediante adición de un compuesto básico y un óxido de alquileo a una celulosa para llevar a cabo una reacción entre los mismos, en el que el compuesto básico se añade en una cantidad total de no menos de 0,7 mol y no más de 1,5 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, y el óxido de alquileo se añade en una cantidad total de no menos de 1,0 mol y no más de 3,0 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa, comprendiendo dicho procedimiento las siguientes etapas 1 y 2:
- etapa 1: añadir el compuesto básico en una cantidad de no menos del 50 % y no más del 95 % de la cantidad total del compuesto básico que va a añadirse durante el procedimiento, y después añadir el óxido de alquileo en una cantidad de no menos del 30 % y no más del 80 % de la cantidad total del óxido de alquileo que va a añadirse durante el procedimiento para hacer reaccionar los compuestos con la celulosa, obteniendo así una mezcla de reacción; y
- etapa 2: añadir una cantidad restante del compuesto básico no añadida en la etapa 1 y una cantidad restante del óxido de alquileo no añadida en la etapa 1 a la mezcla de reacción obtenida en la etapa 1 para llevar a cabo una reacción entre los mismos.
2. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según la reivindicación 1, en el que el compuesto básico se añade en una cantidad total de no menos de 0,7 mol y no más de 1,2 mol por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa.
3. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en el que un contenido de agua durante la reacción de cada una de las etapas 1 y 2 es de no menos del 20 % en masa y no más del 90 % en masa basándose en una masa restante obtenida restando una cantidad de agua de una cantidad de la materia prima de celulosa.
4. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la materia prima de celulosa tiene una cristalinidad de no menos del 10 % y no más del 50 %.
5. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el compuesto básico es un hidróxido de metal alcalino.
6. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el óxido de alquileo es óxido de etileno u óxido de propileno.
7. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el compuesto básico se usa en forma de una disolución acuosa en las etapas 1 y 2.
8. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el compuesto básico se añade en la etapa 1 y posteriormente se envejece la mezcla resultante.
9. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el compuesto básico se añade en la etapa 2 y posteriormente se envejece la mezcla resultante.
10. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de la reivindicación 8 o la reivindicación 9, en el que la temperatura usada durante el envejecimiento es de 35 °C o superior y de 90 °C o inferior.
11. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en el que el tiempo del envejecimiento es de 0,1 h o mayor y de 24 h o menor.
12. Un procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa cationizada que comprende las etapas de producir una hidroxialquilcelulosa mediante el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, y una etapa de hacer reaccionar la hidroxialquilcelulosa con un agente de cationización representado por las siguientes fórmulas generales (1) o (2):

Fórmula general (1):



Fórmula general (2):



60

en las que R<sup>1</sup> a R<sup>3</sup> son cada uno independientemente un grupo hidrocarbonado lineal o ramificado que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; y X y Z representan el mismo átomo de halógeno o átomos de halógeno diferentes.

- 5 13. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el compuesto básico se añade en una cantidad total de 0,7 mol o más y 1,4 mol o menos por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa.
- 10 14. El procedimiento para producir una hidroxialquilcelulosa según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el compuesto básico se añade en una cantidad total de 0,7 mol o más y 1,1 mol o menos por 1 mol de una unidad de glucosa anhidra en la celulosa.