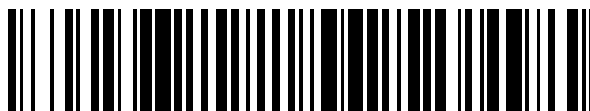


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 702 824**

51 Int. Cl.:

C08G 65/337 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.07.2012** **PCT/US2012/048481**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.01.2013** **WO13016612**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.07.2012** **E 12745952 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.09.2018** **EP 2736946**

54 Título: **Espesante asociativo sintético no iónico sólido fácilmente soluble con aditivo soluble en agua promotor de la disolución**

30 Prioridad:

28.07.2011 US 201161512640 P

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

05.03.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**NGUYEN, TUYEN, T.;
BHARGAVA, PRACHUR y
GILLETTE, PAUL, C.**

74 Agente/Representante:

AZNÁREZ URBIETA, Pablo

ES 2 702 824 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

Espesante asociativo sintético no iónico sólido fácilmente soluble con aditivo soluble en agua promotor de la disolución

5 REFERENCIA CRUZADA A SOLICITUDES RELACIONADAS

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

1. Campo de los Conceptos Inventivos Descritos y Reivindicados

Los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados se refieren en general a un producto particulado que comprende un espesante asociativo sintético no iónico (NSAT) modificador de la reología y un aditivo promotor de disolución soluble en agua, y la incorporación del producto particulado en fórmulas de pintura basadas en agua.

2. Antecedentes y Aspectos Aplicables de los Conceptos Inventivos Aquí Descritos y Reivindicados

Los espesantes asociativos sintéticos no iónicos (NSAT) modificadores de la reología, tales como uretano etoxilado modificado hidrofóticamente (HEUR), polietilenglicol modificado hidrofóticamente (HMPEG) y poliacetal-poliéter modificado hidrofóticamente (HMPAPE) son objeto de un amplio uso en fórmulas de pintura basadas en agua debido a su capacidad para proporcionar características reológicas superiores, resistencia a salpicaduras y a deslizamiento, nivelación y flujo de aplicado. Estos materiales usualmente se fabrican en la planta de producción, se agregan al agua como sólidos fundidos para disolverse y luego se envían a los clientes como soluciones acuosas. Los contenidos en sólidos activos de estas soluciones generalmente varían del 17 al 30% en peso.

Los productos suministrados en esta forma tienen ciertos inconvenientes y limitaciones. Los altos contenidos en agua de estos productos implican que los clientes pagan por enviar cantidades sustanciales de agua, gastando combustible y con un impacto ambiental negativo. Además del exceso de coste del envío, estos productos con frecuencia se empaquetan en bidones o contenedores, lo que incrementa el coste del envasado del producto activo. La disposición o el reciclado de los materiales de envasado tiene tanto un costo negativo como consecuencias ambientales.

La fabricación de revestimientos basados en agua típicamente requiere combinar un gran número de ingredientes. Los procesos de fabricación de revestimientos han evolucionado durante muchos años para evitar la degradación de las materias primas y la floculación de partículas. El agua es un ingrediente clave que debe agregarse en los momentos adecuados del proceso de fabricación. Esto es especialmente cierto en las fórmulas de "bajo contenido en compuestos orgánicos volátiles (VOC)", donde la cantidad de agua está limitada. Dado que el uso de agua para liberar los NSAT modificadores de reología reduce la cantidad de agua "libre" disponible, esto limita tanto las composiciones del producto como la flexibilidad de diseño del proceso del fabricante. Además, cuando se hacen ajustes finales de viscosidad para lograr la viscosidad de pintura deseada, no es deseable agregar agua a la pintura, ya que esto cambia efectivamente el equilibrio de los ingredientes por dilución.

La naturaleza asociativa hidrofóbica de estos productos a menudo necesita el uso de supresores de viscosidad, que representan un coste significativo del producto final. La única función de estos aditivos es reducir la viscosidad del producto para permitir un manejo más fácil en la planta de fabricación del revestimiento. Desafortunadamente, no sólo estos aditivos no contribuyen a la realización de la pintura formulada, sino que pueden afectar perjudicialmente a propiedades clave de la pintura. Los supresores de la viscosidad a menudo contienen VOC que son indeseables tanto para la salud como desde el punto de vista ambiental.

Debido a su tendencia a la separación de fases, los subproductos insolubles NSAT modificadores de la reología a veces constituyen un reto difícil tanto para la estabilidad del producto como para las perspectivas de rendimiento de la pintura.

El suministro acuoso impone restricciones de almacenamiento a temperatura ambiente, así como requiere un espacio de almacenamiento adicional para acomodar el producto en forma líquida. En la producción de estos tanques de materiales se requiere que se prepare y proporcione un almacenamiento de la solución intermedia.

El vehículo de suministro acuoso impone restricciones en la producción de productos multifuncionales, ya que todos los aditivos deben ser compatibles para evitar la separación.

A este respecto, se hace referencia como estado de la técnica a la US 2007/0116879, EP 0 773 263 y WO 03/037989.

5 La EP 0 773 263 describe una composición espesante para sistemas acuosos incluyendo pinturas de látex y revestimientos que comprenden un polímero espesante sólido y uno o más surfactantes. El polímero espesante sólido incluye espesantes asociativos, comprendiendo poliuretanos, poliésteres, poliacrilamidas, hidroxietilcelulosas modificadas, emulsiones básicas solubles y otros componentes químicos. Como surfactantes específicos se incluyen dialquil sulfosuccinatos, sulfatos de alquilo, sulfonatos de alfa-olefina y sulfatos de alcoholes etoxilados.

10 La WO 03/037989 describe una composición de un poliacetal-poliéter hidrofóbicamente modificado o un poliacetal-poliéter hidrofóbicamente modificado en forma de peine y un agente supresor de viscosidad de ciclodextrinas o derivados de las mismas.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

15 Figura 1: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 1 y 7.

Figura 2: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 1 y 8.

20 Figura 3: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 1 y 6.

Figura 4: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 1 y 5.

25 Figura 5: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 15 y 16.

Figura 6: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 30 2 y 10.

Figura 7: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 2 y 9.

35 Figura 8: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 3 y 11.

Figura 9: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 3 y 12.

40 Figura 10: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 4 y 13.

Figura 11: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en un tampón acuoso en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en el Ejemplo 14 y Rheolate® 208.

45 Figura 12: gráfico comparando el aumento de torsión relativo mostrando el comportamiento de disolución en pintura en función del tiempo para las muestras en polvo descritas en los Ejemplos 1 y 4.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

50 Los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados se refieren a un producto particulado que comprende un espesante asociativo sintético no iónico (NSAT) modificador de la reología y un aditivo soluble en agua promotor de disolución. El NSAT modificador de reología utilizado en los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados se selecciona del grupo consistente en uretano etoxilado hidrofóbicamente modificado (HEUR), polietilenglicol hidrofóbicamente modificado (HMPEG) y poliacetal-poliéter hidrofóbicamente modificado (HMPAPE).

55 El aditivo soluble en agua promotor de disolución tiene un peso molecular (Mw) inferior a aproximadamente 2.000 Dalton.

El tipo y la concentración óptima del aditivo soluble en agua promotor de disolución dependerá de la naturaleza química del modificar de reología NSAT, incluyendo la hidrofobicidad, así como su concentración y el nivel de sustitución del polímero.

- 5 El aditivo soluble en agua promotor de disolución es un azúcar. Sin quedar limitados a la teoría, se cree que el azúcar interrumpe el enlace de hidrógeno intermolecular de la cadena polimérica del esqueleto del polímero NSAT. Los azúcares utilizados en los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados incluyen sacarosa, fructosa, glucosa y sorbitol. Se entiende que estos aditivos se agregan de forma que puedan incorporarse íntimamente en las partículas. Un medio preferente conlleva mezclar el aditivo en la masa fundida antes de la producción de las partículas.
- 10 El producto particulado en los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados permite una reducción drástica del coste de envío, volumen de almacenamiento, así como el uso de materiales de envasado más amigables con el ambiente de menor coste. El producto particulado puede agregarse ya sea en las etapas "de completado" o "de molienda" en la elaboración de pintura. Especialmente para partículas añadidas a la etapa "de completado", existe un margen de tamaño de partícula preferido para el polvo.
- 15 El tamaño de partícula del producto particulado utilizado en la etapa "de completado" de la elaboración de pinturas puede medirse de acuerdo con el Método de Ensayo Estándar ASTM C136 - 06 para el Análisis de Tamiz de Agregados Finos y Gruesos. En una realización no limitativa, puede utilizarse menos de aproximadamente un 5% de partículas retenidas en un tamiz de 1,18 mm (Nº 16). En otra realización no limitativa, puede utilizarse menos de aproximadamente un 5% de partículas retenidas en un tamiz de 300 micras (Nº 50) de tamiz. En otra realización no limitativa, puede utilizarse menos de aproximadamente un 5% de partículas retenidas en un tamiz de 150 micras (Nº 100).

- 25 Por ejemplo, pero no de forma limitativa, pueden producirse mezclas con modificadores de reología, NSAT y éteres de celulosa para adaptar la reología del producto a formulaciones de pintura específicas para el cliente. Tales mezclas pueden contener los aditivos solubles en agua promotores de disolución mencionados previamente. Las arquitecturas de los polímeros NSAT a menudo se adaptan a las necesidades reológicas de alta, media o baja cizalladura. La mezcla de productos representa un medio de utilizar un conjunto reducido básico de modificadores de reología para producir un amplio rango de productos personalizados. Ejemplos de éteres de celulosa pueden incluir, sin limitación, hidroxietilcelulosa (HEC), carboximetilcelulosa (CMC), metilcelulosa (MC), metilhidroxietilcelulosa (MHEC), etilhidroxietilcelulosa (EHEC), metilhidroxilpropilcelulosa (MHPC), así como derivados hidrofóticamente modificados de los éteres de celulosa antes mencionados.
- 30

- 35 Las mezclas pueden prepararse en la fase fundida antes de la formación de partículas o como mezclas secas de componentes en polvo individuales. Además, para adaptar la reología mediante la mezcla, pueden también incorporarse otros ingredientes funcionales utilizados en la fabricación de pinturas en las partículas NSAT modificadoras de la reología (con o sin aditivos solubles en agua promotores de disolución) para simplificar la fabricación de la pintura reduciendo el número de materiales que deben agregarse durante la fabricación de la pintura. Ejemplos de tales ingredientes funcionales pueden incluir, pero sin limitarse a, dispersantes, agentes humectantes, surfactantes, biocidas, antiespumantes y coalescentes.

- 40 El producto particulado de los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados comprende además una composición de revestimiento. La composición de revestimiento incluye un polímero hidrofóbico, un polímero hidrofílico y un polímero anfifílico.

- 45 Un método para fabricar un producto particulado que comprende un espesante asociativo sintético no iónico (NSAT) modificador de reología y un aditivo soluble en agua promotor de disolución comprende las etapas de: a) obtener el NSAT modificador de reología y el aditivo soluble en agua promotor de la disolución; b) mezclar el NSAT modificador de reología y el aditivo soluble en agua promotor de disolución y c) producir el producto particulado de la etapa b).

- 50 El producto particulado puede prepararse utilizando un equipamiento de diversas maneras conocidas por los expertos en la técnica del procesamiento de polímeros. Ejemplos de equipos adecuados pueden incluir, pero sin limitarse a, secadores de pulverización, formadores de pastillas de disco, trituradores de tambor y molinos. Las partículas más grandes además pueden reducirse de tamaño utilizando molinos apropiados. Dado que los polímeros basados en poli(etilenglicol) se funden a temperaturas relativamente bajas, la molienda criogénica puede ser ventajosa. Además, las partículas pueden producirse por procesos de precipitación de disolvente en no disolventes. El proceso específico utilizado dependerá del proceso sintético para la producción del NSAT modificador de reología, así como de los requisitos del tamaño de partícula.

- 55 También es posible revestir las partículas de NSAT modificadoras de reología con un aditivo soluble en agua promotor de disolución, tales como un azúcar, un tensioactivo o una ciclodextrina, o con un modificador de

reología adicional, como éter de celulosa, o con un ingrediente funcional. Adicionalmente, si se desea, también es posible revestir las partículas de NSAT modificadoras de reología con polímeros hidrofóbicos, hidrofílicos y/o anfifílicos. Esta etapa de revestimiento puede llevarse a cabo por cualquier medio habitualmente utilizado, como secado por pulverización y similares.

- 5 El producto particulado de los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados puede incorporarse en un sistema acuoso. En una realización no limitativa, un método para incorporar un producto particulado que comprende un espesante asociativo sintético no iónico (NSAT) modificador de reología y un aditivo soluble en agua promotor de disolución en un sistema acuoso que comprende un polímero insoluble en agua comprende:
- 10 a) proporcionar el producto particulado obtenido del método descrito previamente; y b) mezclar el producto particulado y el sistema acuoso hasta que el producto particulado se disuelva.

- En otra realización no limitativa, un método para incorporar un producto particulado que comprende un espesante asociativo sintético no iónico (NSAT) modificador de reología y un aditivo soluble en agua promotor de disolución en un sistema acuoso que comprende un polímero insoluble en agua comprende: a) proporcionar el producto particulado obtenido del método descrito previamente; b) agregar el producto particulado al sistema
- 15 acuoso sin un polímero insoluble en agua para obtener una mezcla; c) moler la mezcla; y d) agregar un polímero insoluble en agua a la mezcla hasta que el producto particulado se disuelva.

- En una realización no limitativa, el polímero insoluble en agua puede ser un látex utilizado para hacer una pintura acuosa. Generalmente, las pinturas basadas en agua (pinturas de látex) son pinturas donde los ligantes de resina están dispersos en disolventes en forma de pequeñas partículas de resina insolubles (coloides y dispersiones gruesas). Los ligantes de resina pueden incluir, sin limitarse a, acetato de polivinilo, copolímero de estireno-butadieno, acrílicos, poliestireno y resinas alquídicas.
- 20

- Los siguientes ejemplos ilustran los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados, las partes y porcentajes son en peso a menos que se indique de otro modo. Cada ejemplo se proporciona a manera de explicación de los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados, no limitativos de los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados. De hecho, será evidente para aquellos expertos en la técnica que pueden hacerse diversas modificaciones y variaciones en los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados sin apartarse del alcance o espíritu de la invención. Por ejemplo, las características ilustradas o descritas como parte de una realización pueden utilizarse en otra realización para producir aún una realización adicional. Por tanto, se pretende que los conceptos inventivos aquí descritos y reivindicados abarquen tales modificaciones y variaciones tal como se indican en el alcance de las reivindicaciones anexas y sus equivalentes.
- 25
- 30

Ejemplos

Los ejemplos 5, 6, 9, 10, 11, 13, 14 y 16 son ejemplos de la invención, mientras que los ejemplos 1, 2, 3, 4, 7, 8, 12 y 15 son ejemplos de referencia.

35 Ejemplo 1 - Control de C₁₆-HMPAPE

- Los poli(acetal-poliéter) terminados en C₁₆ (C₁₆-HMPAPE) se hicieron como sigue. En una mezcladora de cinta Abbe se agregó polietilenglicol [PEG-8000, MW ~8000 (1.250 g)] e hidróxido de sodio (37 g). Después de sellar el reactor, la mezcla se calentó a aproximadamente 80°C durante alrededor de una hora. Después se agregó dibromometano (18,5 g) a la mezcla de PEG-8000/NaOH y la mezcla de reacción resultante se calentó a
- 40 aproximadamente 80°C durante aproximadamente 4 horas para formar un copolímero de PEG-8000/metileno.

- Al copolímero de PEG-8000/metileno a aproximadamente 80°C se agregó 1-bromohexadecano (65 g) y la mezcla de reacción resultante se calentó a alrededor de 120°C durante unas 2 horas. Después de esto, se abrió el reactor y la mezcla de reacción fundida se vertió en una bandeja de plástico. Tras enfriar a temperatura ambiente, la mezcla de reacción se solidificó. La mezcla de reacción cruda era soluble en agua (viscosidad en solución BF al 2% a 30 rpm = 410 cps).
- 45

Este C₁₆-HMPAPE sólido se molió criogénicamente utilizando un molino Cryomill: Molino Congelador SPEC. Pequeñas cantidades (~4 g) de materiales sólidos se molieron en nitrógeno líquido durante aproximadamente 10 minutos para formar un polvo. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: # 12 (1,7 mm) y # 16 (1,18 mm), dando como resultado que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

50 Ejemplo 2 - Control de C₁₂-HMPAPE

Se hizo un C₁₂-HMPAPE de acuerdo con el Ejemplo 1 utilizando 1-bromododecano (70 g) como agente de terminación. La mezcla sólida se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante alrededor de 30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E-11 apilados: #12 (1,7 mm)

y #16 (1,18 mm), resultando en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 3 - Control de C₁₂/C₁₆-HMPAPE

- Se hizo un C₁₂/C₁₆-PAPE (C₁₂/C₁₆-HMPAPE) terminado en un extremo hidrofóbico mixto de acuerdo con el Ejemplo 1 utilizando 1-bromododecano (20 g) y 1-bromohexadecano (50 g) como agentes de terminación. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), resultando en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 4 - Control de polímero XLS-530

- El polímero XLS-530 se obtuvo por evaporación de agua a partir de Aquaflow® XLS-530 (disponible de Ashland Inc.) seguido por disolución en tolueno a 2x el peso del sólido. Este material además se aisló por precipitación (a 5x el volumen de hexano), filtración y secado. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E-11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), lo que resultó en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 5 - Sacarosa + C₁₆-HMPAPE (25%/75%)

- Una mezcla de C₁₆-HMPAPE sólido (75 g) obtenido del Ejemplo 1 y sacarosa (25 g) se calentó a alrededor de 80°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora, produciendo un sólido. El sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), resultando en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 6 - Sacarosa + C₁₆-HMPAPE (50%/50%)

- Una mezcla de C₁₆-HMPAPE sólido (50 g) obtenido en el Ejemplo 1 y sacarosa (50 g) se calentó a alrededor de 80°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora, produciendo un sólido. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), resultando en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 7 - β-ciclodextrina + C₁₆-HMPAPE (2%/98%)

- Una mezcla de C₁₆-HMPAPE sólido (49,4 g) obtenido en el Ejemplo 1 y β-ciclodextrina (β-CD) (1 g) se calentó a alrededor de 100°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora, produciendo un sólido. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. Este material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), lo que resultó en que todas las partículas eran menores que 1,18 mm.

Ejemplo 8 - Metil-β-ciclodextrina + C₁₆-HMPAPE (2%/98%)

- Una mezcla de C₁₆-HMPAPE sólido (29 g) obtenido del Ejemplo 1 y una solución de metil-β-ciclodextrina (Metil-β-CD) (1 g, solución acuosa al 50%) se calentó a alrededor de 100°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora, produciendo un sólido. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E-11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), lo que resultó en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 9 - Sacarosa + C₁₂-HMPAPE (25%/75%)

- Una mezcla de C₁₂-HMPAPE sólido (75 g) obtenido del Ejemplo 2 y sacarosa (25 g) se calentó a alrededor de 80°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora, produciendo un sólido. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), lo que resultó en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 10 - Sacarosa + C₁₂-HMPAPE (50%/50%)

Una mezcla de C₁₂-HMPAPE sólido (50 g) obtenido del Ejemplo 2 y sacarosa (50 g) se calentó a alrededor de 80°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora, produciendo un sólido. Este

sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), los que resultó en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 11 - Glucosa + C₁₂/C₁₆-HMPAPE (50%/50%)

- 5 Una mezcla de C₁₂/C₁₆-HMPAPE sólido (50 g) obtenido del Ejemplo 3 y glucosa (50 g) se calentó a alrededor de 70°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora, produciendo un sólido. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), los que resultó en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

10 Ejemplo 12 - Aceite de maíz + C₁₂/C₁₆-HMPAPE (25%/75%)

- Una mezcla de C₁₂/C₁₆-HMPAPE (75 g) obtenido del Ejemplo 3 y aceite de maíz (25 g) se calentó a alrededor de 70°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora, produciendo un sólido. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), los que resultó en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 13 - Sacarosa + Polímero XLS-530 (50%/50%)

- 20 Una mezcla de poliéter-poliacetal sólido del polímero XLS-530 (50 g) obtenido del Ejemplo 4 y sacarosa (50 g) se calentó a alrededor de 80°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora, produciendo un sólido. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), los que resultó en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 14 - Sacarosa + Rheolate® 208 (50%/50%)

- 25 Una mezcla de Rheolate® 208 sólido (30 g, disponible de Elementis Specialties, Inc.) y sacarosa (30 g) se calentó a alrededor de 130°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora, produciendo un sólido. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla de corte durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), los que resultó en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 15 - C₁₆-HMPAPE + Natrosol Plus™ 330 (70%/30%)

- 30 Una mezcla 70% en peso/30% en peso del sólido C₁₆-HMPAPE del Ejemplo 1 y Natrosol® Plus 330 HEC modificado hidrofóticamente (disponible de Ashland Inc.) se mezcló fundida a alrededor de 120°C en un mezclador Aaron bajo atmósfera de N₂ durante aproximadamente una hora. El enfriamiento a temperatura ambiente produjo un sólido. Este sólido se molió criogénicamente utilizando un molino Cryomill: SPEC Freezer Mill. Pequeñas cantidades (~4 g) de materiales sólidos se molieron en nitrógeno líquido durante alrededor de 10 minutos para formar un polvo. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), los que resultó en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ejemplo 16 - Mezcla del Producto del Ejemplo 15 y Sacarosa (50%/50%)

- 40 Una mezcla del producto del Ejemplo 15 (50 g) y sacarosa (50 g) se calentó a alrededor de 130°C con agitación bajo atmósfera de N₂ durante una hora, produciendo un sólido. Este sólido se molió en un "Mr. Coffee® IDS55" pulsando la cuchilla durante ~30 segundos. El material molido se pasó a través de tamices ASTM E11 apilados: #12 (1,7 mm) y #16 (1,18 mm), los que resultó en que todas las partículas eran menores de 1,18 mm.

Ensayo de Disolución

Para ilustrar las mejoras en las características de disolución derivadas de la incorporación de diversos aditivos, las muestras de los Ejemplos anteriores se sometieron a ensayos de disolución acuosa y en pintura.

Ensayo de Disolución Acuosa

- 45 La disolución acuosa del modificador de reología se monitoreó utilizando una cuchilla de anclaje acoplada a un viscosímetro HAAKE. La disolución se llevó a cabo en un frasco de 236,59 ml (8 oz) conteniendo 200 gramos de tampón Tris 100 mM, pH 8,0. Se agregaron en seco 2,0 gramos del polvo seco modificador de reología (con y sin aditivos) de los Ejemplos anteriores a la jarra, mezclando a 600 rpm. La mezcla se llevó

mantuvo durante alrededor de 45 minutos. Los datos de torsión se recogieron en función del tiempo, lo cual es análogo a la disolución en función del tiempo, ya que la torsión se relaciona con la acumulación de viscosidad de la solución, que es dependiente de la disolución del modificador de reología. Las Figuras 1-11 muestran los datos de disolución para diferentes muestras de los Ejemplos anteriores. La Tabla 1 resume los resultados de los ensayos de disolución acuosa de las Figuras 1-11.

5

Tabla 1 Resultados de disolución acuosa

Figura	Control	Mezcla	Resultados
1	C ₁₆ -HMPAPE	C ₁₆ -HMPAPE + β -CD (98:2)	La mezcla se disuelve mucho más rápidamente que el control. El control no se disuelve totalmente después de 45 minutos.
2	C ₁₆ -HMPAPE	C ₁₆ -HMPAPE + Metil- β -CD (98:2)	La mezcla se disuelve mucho más rápidamente que el control. El control no se disuelve totalmente después de 45 minutos.
3	C ₁₆ -HMPAPE	C ₁₆ -HMPAPE + Sacarosa (50:50)	La mezcla se disuelve dentro de ~5 minutos. El control no se disuelve totalmente después de 45 minutos.
4	C ₁₆ -HMPAPE	C ₁₆ -HMPAPE + Sacarosa (75:25)	La mezcla se disuelve dentro de ~8 minutos. El control no se disuelve totalmente después de 45 minutos.
5	C ₁₆ -HMPAPE + Natrosol™ Plus 330 (70:30)	C ₁₆ -HMPAPE + Natrosol™ Plus 330 + Sacarosa (35:15:50)	La mezcla que contiene sacarosa se disuelve más rápidamente que el control.
6	C ₁₂ -HMPAPE	C ₁₂ -HMPAPE + Sacarosa (50:50)	La mezcla que contiene sacarosa se disuelve más rápidamente que el control.
7	C ₁₂ -HMPAPE	C ₁₂ -HMPAPE + Sacarosa (75:25)	La mezcla que contiene sacarosa se disuelve más rápidamente que el control.
8	C ₁₂ /C ₁₆ -HMPAPE	C ₁₂ /C ₁₆ -HMPAPE + Glucosa (50:50)	La mezcla que contiene sacarosa se disuelve más rápidamente que el control.
9	C ₁₂ /C ₁₆ -HMPAPE	C ₁₂ /C ₁₆ -HMPAPE + Aceite de Maíz (75:25)	La mezcla que contiene aceite de maíz se disuelve más rápidamente que el control.
10	Polímero XLS530	Polímero XLS530 + Sacarosa (50:50)	La mezcla que contiene sacarosa se disuelve más rápidamente que el control.
11	Rheolate® 208	Rheolate® 208 + Sacarosa (50:50)	La mezcla que contiene sacarosa se disuelve más rápidamente que el control.

Ensayo de Disolución en Pintura

La disolución de pintura del modificador de reología se monitoreó utilizando una cuchilla propulsora marina acoplada a un viscosímetro HAAKE. La disolución se llevó a cabo en un frasco de 236,59 ml (8 oz) conteniendo 245 gramos de pintura de PVC 45.5 basada en Rhoplex™ SG-10M (la formulación se muestra en la Tabla 2).

10

Tabla 2 Formulación de Pintura de PVC SG-10M Rhoplex™ 45.5 PVC

Materia Prima	Descripción	% en Peso
Agua		11,13
Nuosept® 95	Biocida	0,23
Tamol 731A	Dispersante	0,46
Igepal® CO-660	Tensioactivo	0,22
Igepal® CO-897	Tensioactivo	0,31
Propilenglicol	Tiempo abierto/congelación-descongelación	1,31
Rhodeline® 640	Desespumante	0,10
TiPure® R931	Dióxido de titanio	13,92
Arcilla ASP NC	Arcilla	10,02
Blanco No. 10	Extensor: CaCO ₃	7,52
Agua		4,48
Rhoplex™ SG10M	Látex Acrílico	27,84
Texanol™	Coalescente	0,84
Rhodeline® 640	Desespumante	0,19
Propilenglicol	Tiempo abierto/congelación-descongelación	1,00
Agua		20,43

Se agregaron en seco 0,6 gramos del polvo activo modificador de reología (con y sin aditivos) de los Ejemplos anteriores a la jarra, mezclando a 600 rpm. La mezcla se llevó a cabo durante alrededor de 45 minutos. Los datos de torsión se recogieron en función del tiempo, lo que es análogo a la disolución en función del tiempo, ya que la torsión se relaciona con la acumulación de viscosidad de la solución, que es dependiente de la disolución del modificador de reología. La comparación de las características de disolución de los polvos de C₁₆-HMPAPE en pintura con y sin aditivo se muestra en la Figura 12. Es evidente que la composición con sacarosa tiene significativamente mejores características de disolución. La Tabla 3 muestra los resultados análogos para disolución en pintura.

Tabla 3 Prueba de Disolución de Pintura

Figura	Control	Mezcla	Resultados
12	Pintura - C ₁₆ -HMPAPE	Pintura - C ₁₆ -HMPAPE + Sacarosa (75:25)	La modificación de sacarosa mejora significativamente las características de disolución

Ensayo de Adición de Molienda de Pintura

Se agregó una muestra del Ejemplo 2 en polvo (0,56% en peso) a la "Fase de Molienda" del proceso para hacer pintura después de la adición de agua. La fórmula de pintura (de PVC 46, base de acrílico pastel) utilizada se muestra a continuación en la Tabla 4. La molienda se preparó utilizando una cuchilla mezcladora Cowles y un mezclador Dispermat.

Tabla 4 Fórmula de Pintura

Ingrediente	% en peso
Agua	10,90
Polvo del Ejemplo 4	0,56
Tamol™ 1124	0,61
KTPP	0,13
Proxel™ GXL	0,27
pHEX 110	0,13
Strodex® LFK-70	0,18
Drew T-4507	0,18
Etilenglicol	1,33
Ti-Pure R-706	20,38
Minex 4	13,29
Iceberg	4,43
Strodex™ TH-100	0,18
Subtotal (Molienda)	52,57
Rheoplex SG-30	31,3
Texanol™	0,79
Drew T-4507	0,27
Agua	10,90
Aquaflow™ NLS-220	1,22
Agua	2,95
Total (Molienda + Completado)	100,00

El polvo de C₁₂-HMPAPE del Ejemplo 2 se disolvió rápidamente. La pintura final tenía una viscosidad Stormer de 100 KU y una viscosidad ICI de 1,85 P.

Aunque la invención se ha descrito con respecto a realizaciones específicas, deberá entenderse que ésta no debe limitarse a las mismas y que muchas variaciones y modificaciones son posibles sin apartarse del espíritu y alcance de la invención.

Por supuesto, no es posible describir cada combinación concebible de los componentes o metodologías para el propósito de describir la información divulgada, el experto medio en la técnica puede reconocer que muchas combinaciones y permutaciones adicionales de la información descrita son posibles. Por consiguiente, la información descrita pretende abarcar todas las alternativas, modificaciones y variaciones que caen dentro del espíritu y alcance de las reivindicaciones anexas.

REIVINDICACIONES

1. Producto particulado que comprende un espesante asociativo sintético no iónico (NSAT) modificador de reología y un aditivo soluble en agua promotor de disolución, donde el aditivo soluble en agua promotor de disolución comprende un azúcar seleccionado del grupo consistente en sacarosa, fructosa, glucosa y sorbitol.
2. Producto particulado de la reivindicación 1, donde el NSAT modificador de reología se selecciona del grupo consistente en uretano etoxilado hidrofóbicamente modificado (HEUR), polietilenglicol hidrofóbicamente modificado (HMPEG) y poliacetal-poliéter hidrofóbicamente modificado (HMPAPE).
3. Producto particulado de la reivindicación 1, donde el aditivo soluble en agua promotor de disolución tiene un peso molecular (Mw) inferior a 2.000 Dalton.
4. Producto particulado de la reivindicación 1, que además comprende un modificador de la reología adicional.
5. Producto particulado de la reivindicación 4, donde el modificador adicional de la reología comprende un éter de celulosa.
6. Producto particulado de la reivindicación 5, donde el éter de celulosa se selecciona del grupo consistente en hidroxietilcelulosa (HEC), carboximetilcelulosa (CMC), metilcelulosa (MC), metilhidroxietilcelulosa (MHEC), etilhidroxietilcelulosa (EHEC), metilhidroxipropilcelulosa (MHPC) y derivados hidrofóbicamente modificados de los mismos.
7. Producto particulado la reivindicación 1, que comprende además un ingrediente funcional seleccionado del grupo consistente en dispersantes, agentes humectantes, biocidas, antiespumantes y coalescentes.
8. Producto particulado de la reivindicación 1, donde menos del 5% en peso del producto particulado es retenido en un tamiz de 1,18 mm (Nº 16) medido de acuerdo con ASTM C136-06, Método de ensayo Estándar para el Análisis de Tamiz de Agregados Finos y Gruesos.
9. Producto particulado de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además una composición de revestimiento seleccionada del grupo consistente en un polímero hidrofóbico, un polímero hidrofílico y un polímero anfifílico.
10. Método para fabricar un producto particulado que comprende un espesante asociativo sintético no iónico (NSAT) modificador de la reología y un aditivo soluble en agua promotor de disolución, que comprende las etapas de:
 - a) obtener el NSAT modificador de la reología y el aditivo soluble en agua promotor de disolución;
 - b) mezclar el NSAT modificador de la reología y el aditivo soluble en agua promotor de disolución; y
 - c) producir el producto particulado de la etapa b).
11. Método de la reivindicación 10, donde la etapa c) se lleva a cabo usando secadores por pulverización, formadores de pastillas de disco, trituradores de tambor o molinos.
12. Método de la reivindicación 10, que comprende además la etapa d) de molienda criogénica.
13. Método para incorporar un producto particulado que comprende un espesante asociativo sintético no iónico (NSAT) modificador de la reología y un aditivo soluble en agua promotor de disolución en un sistema acuoso que comprende un polímero insoluble en agua, comprendiendo las etapas de:
 - a) obtener el producto particulado de acuerdo con la reivindicación 10; y
 - b) mezclar el producto particulado y el sistema acuoso hasta que el producto particulado se disuelva,donde menos del 5% en peso del producto particulado es retenido en un tamiz de 1,8 mm (Nº 16) medido de acuerdo con ASTM C136 – 06, Método de Ensayo Estándar para el Análisis de Tamiz de Agregados Finos y Gruesos, y el NSAT modificador de reología se selecciona del grupo consistente en uretano etoxilado hidrofóbicamente modificado (HEUR), polietilenglicol hidrofóbicamente modificado (HMPEG) y poliacetal-poliéter hidrofóbicamente modificado (HMPAPE).
14. Método para incorporar un producto particulado que comprende un espesante asociativo sintético no iónico (NSAT) modificador de la reología y un aditivo soluble en agua promotor de disolución en un sistema acuoso que comprende un polímero insoluble en agua, comprendiendo las etapas de:

- 5
- a) obtener el producto particulado de acuerdo con la reivindicación 10;
 - b) agregar el producto particulado al sistema acuoso en ausencia del polímero insoluble en agua para obtener una mezcla;
 - c) moler la mezcla; y
 - d) agregar el polímero insoluble en agua a la mezcla hasta que el producto particulado se disuelva,

donde el NSAT modificador de la reología se selecciona del grupo consistente en uretano etoxilado hidrofóticamente modificado (HEUR), polietilenglicol hidrofóticamente modificado (HMPEG) y poliacetal-poliéter hidrofóticamente modificado (HMPAPE).

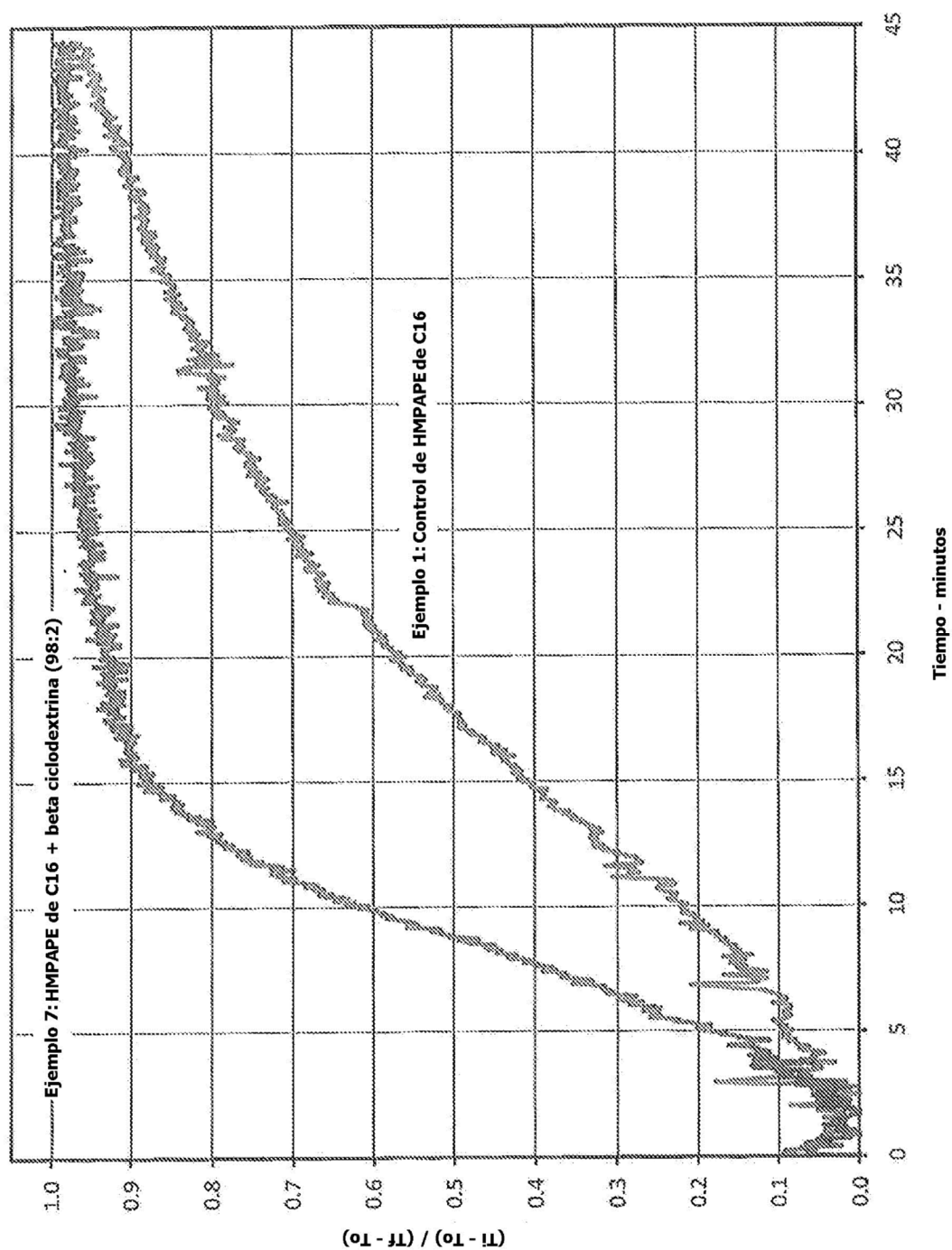


Figura 1

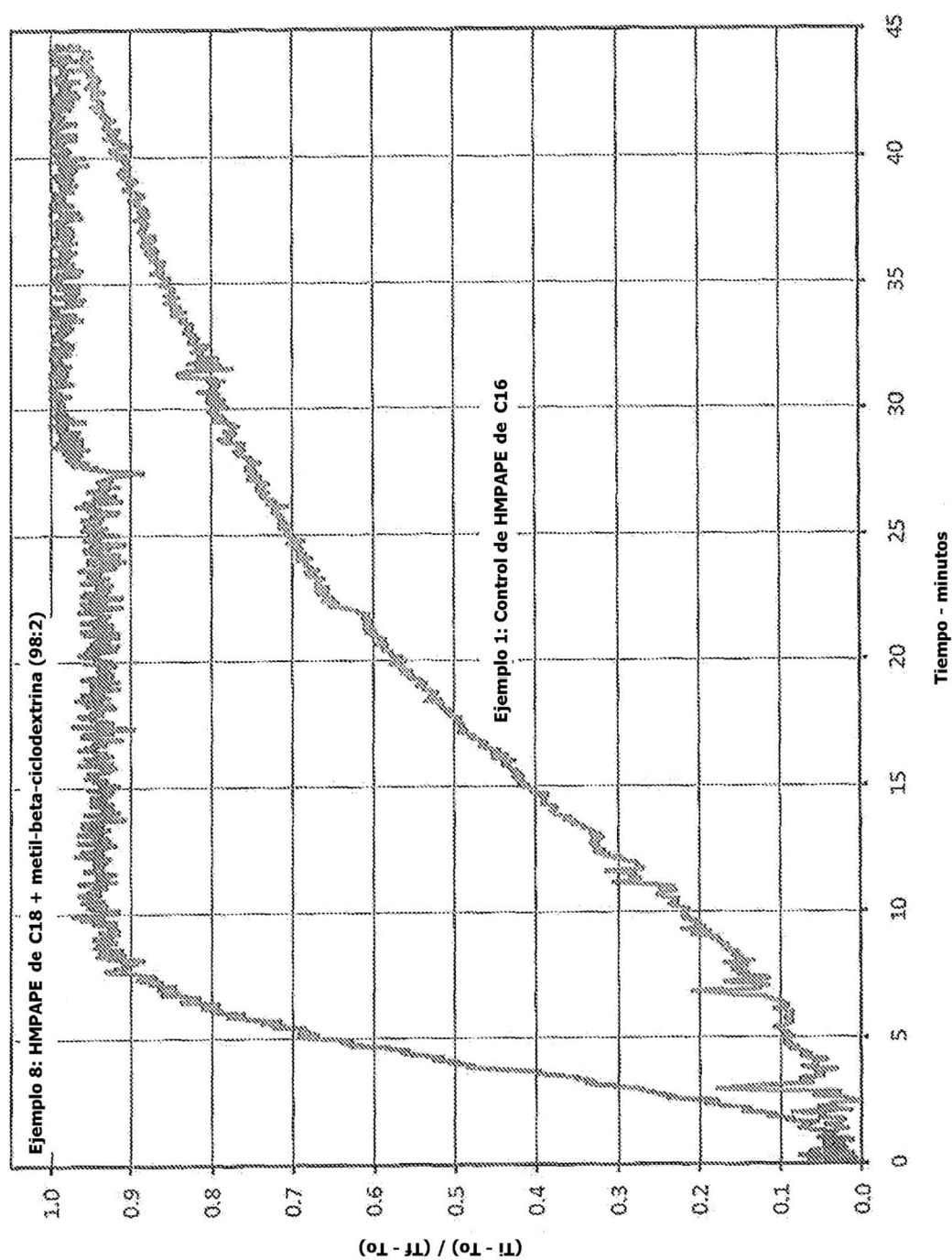


Figura 2

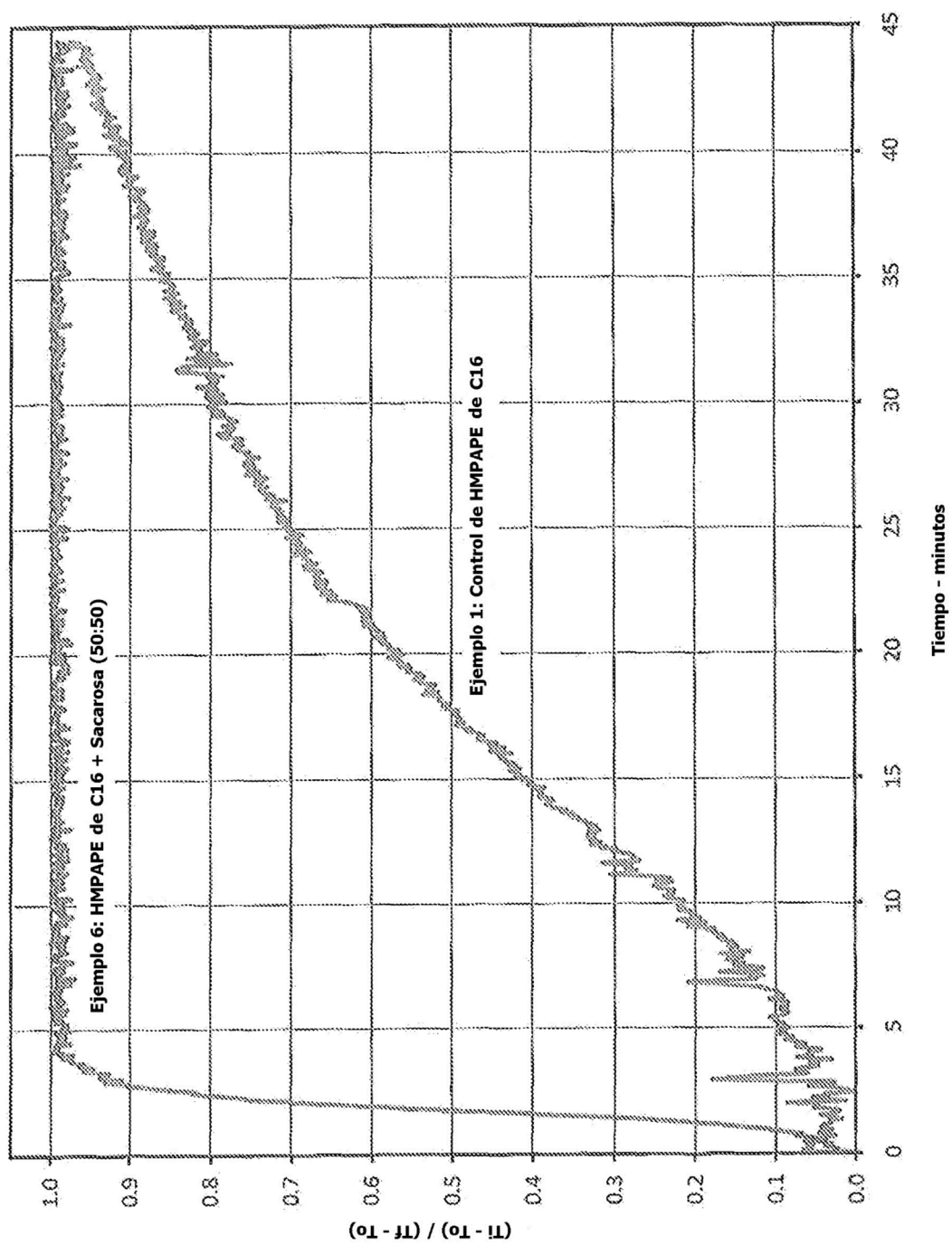


Figura 3

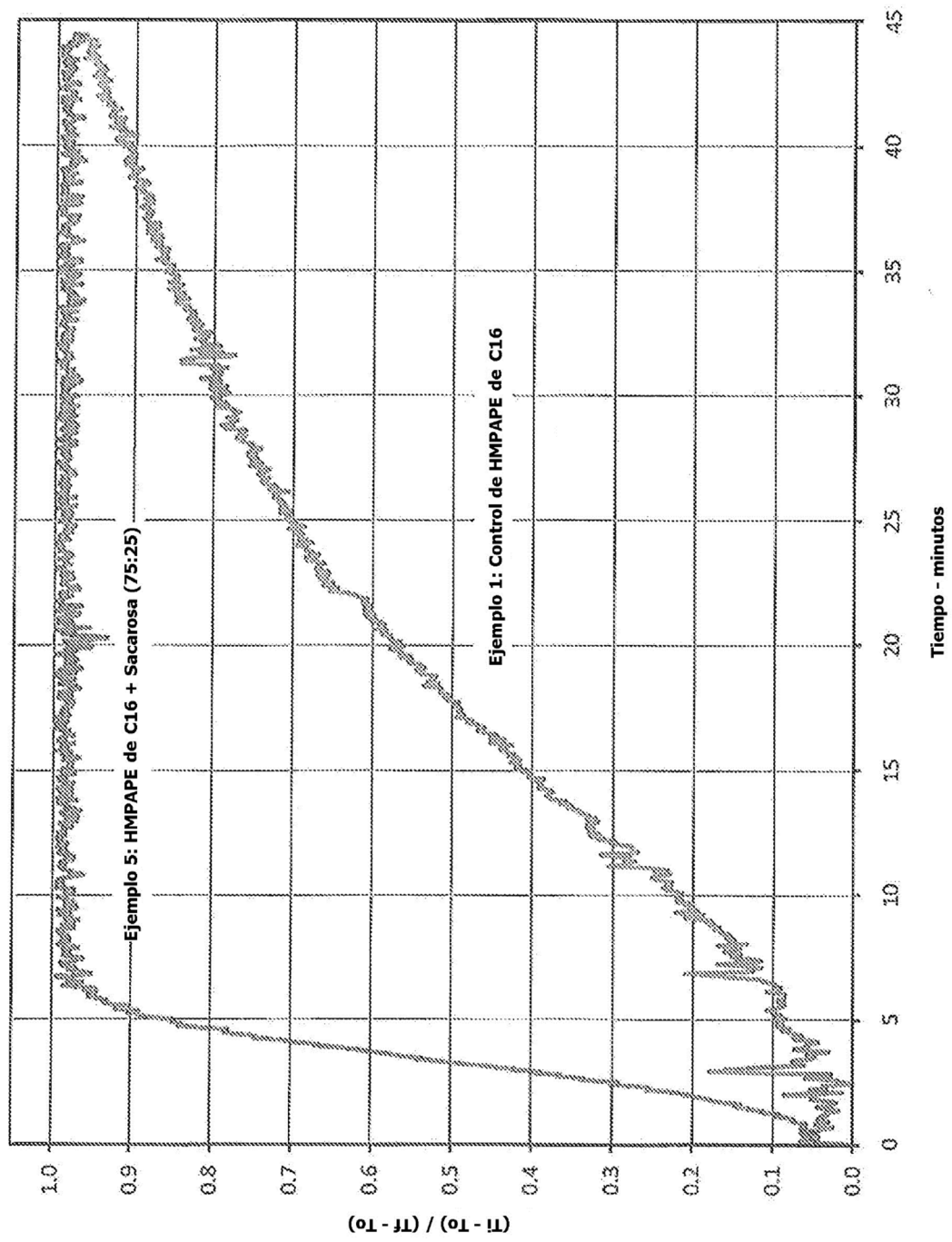


Figura 4

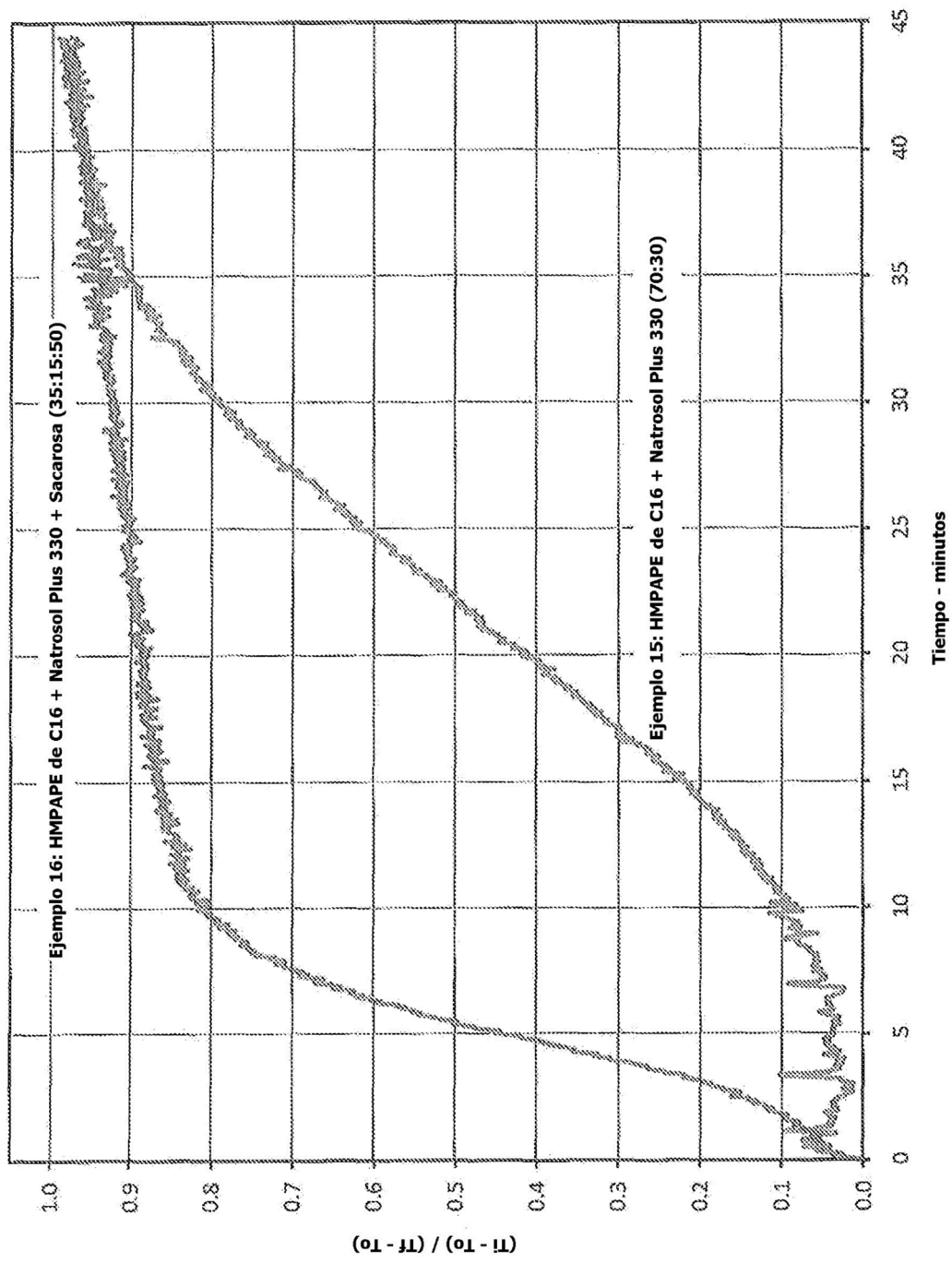


Figura 5

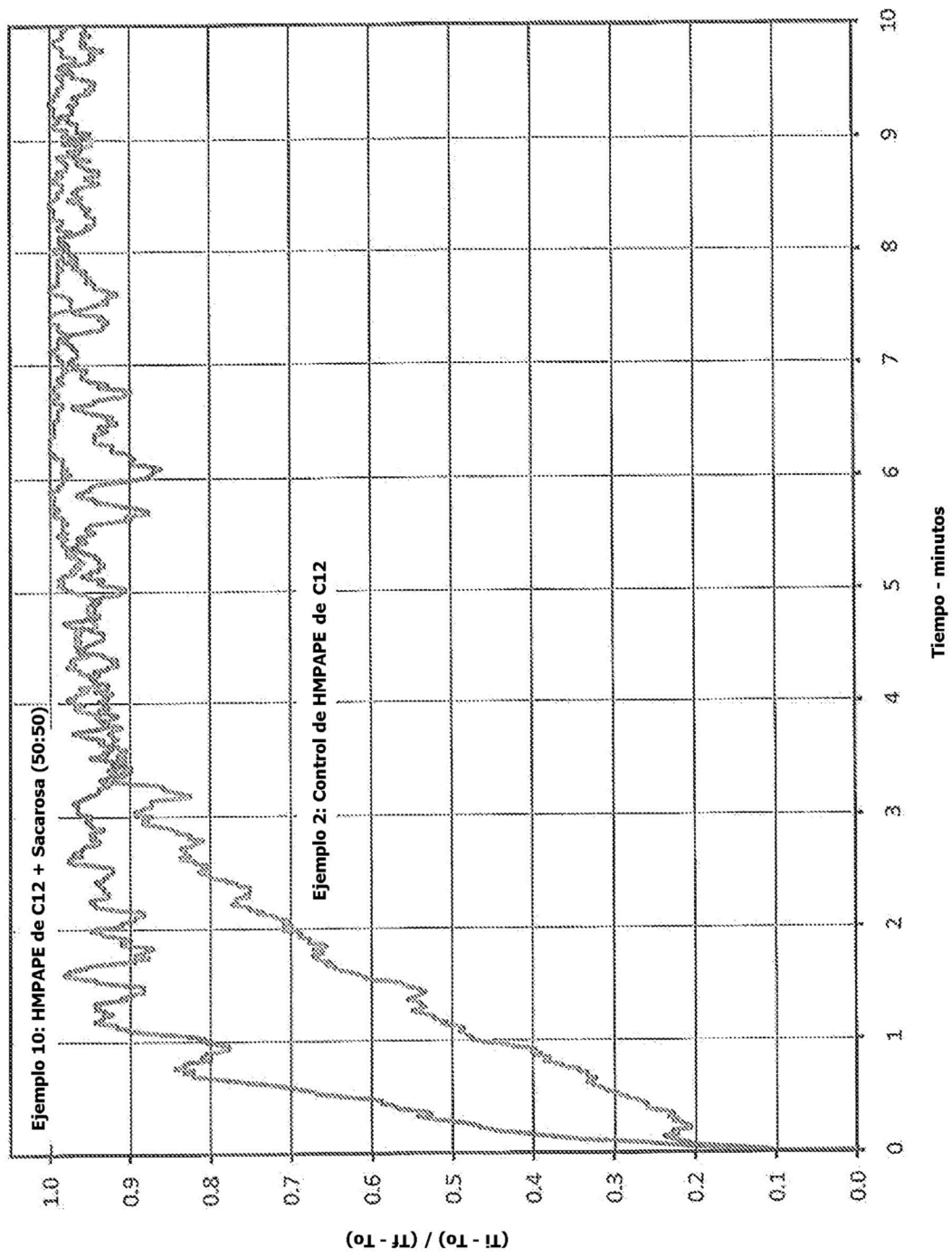


Figura 6

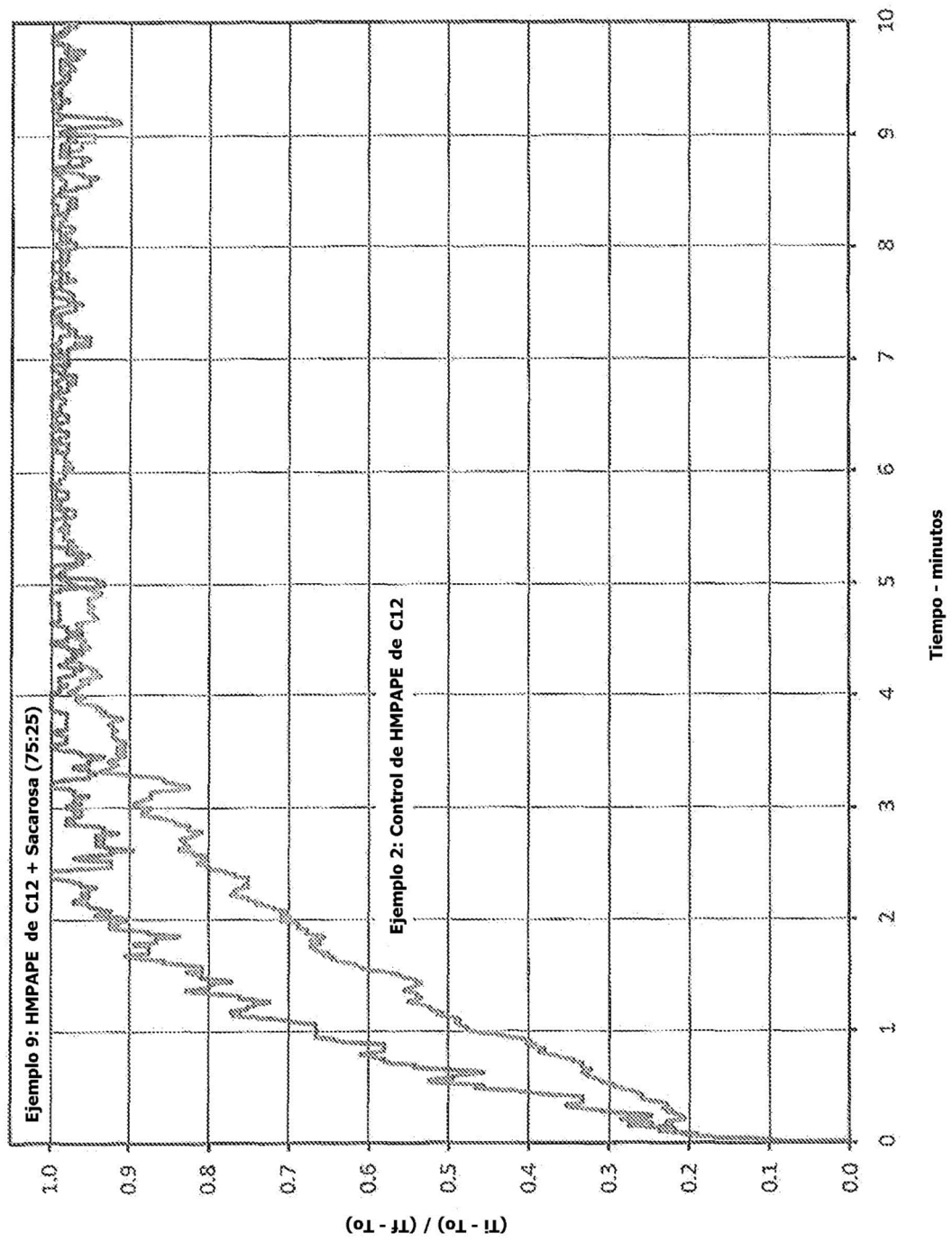


Figura 7

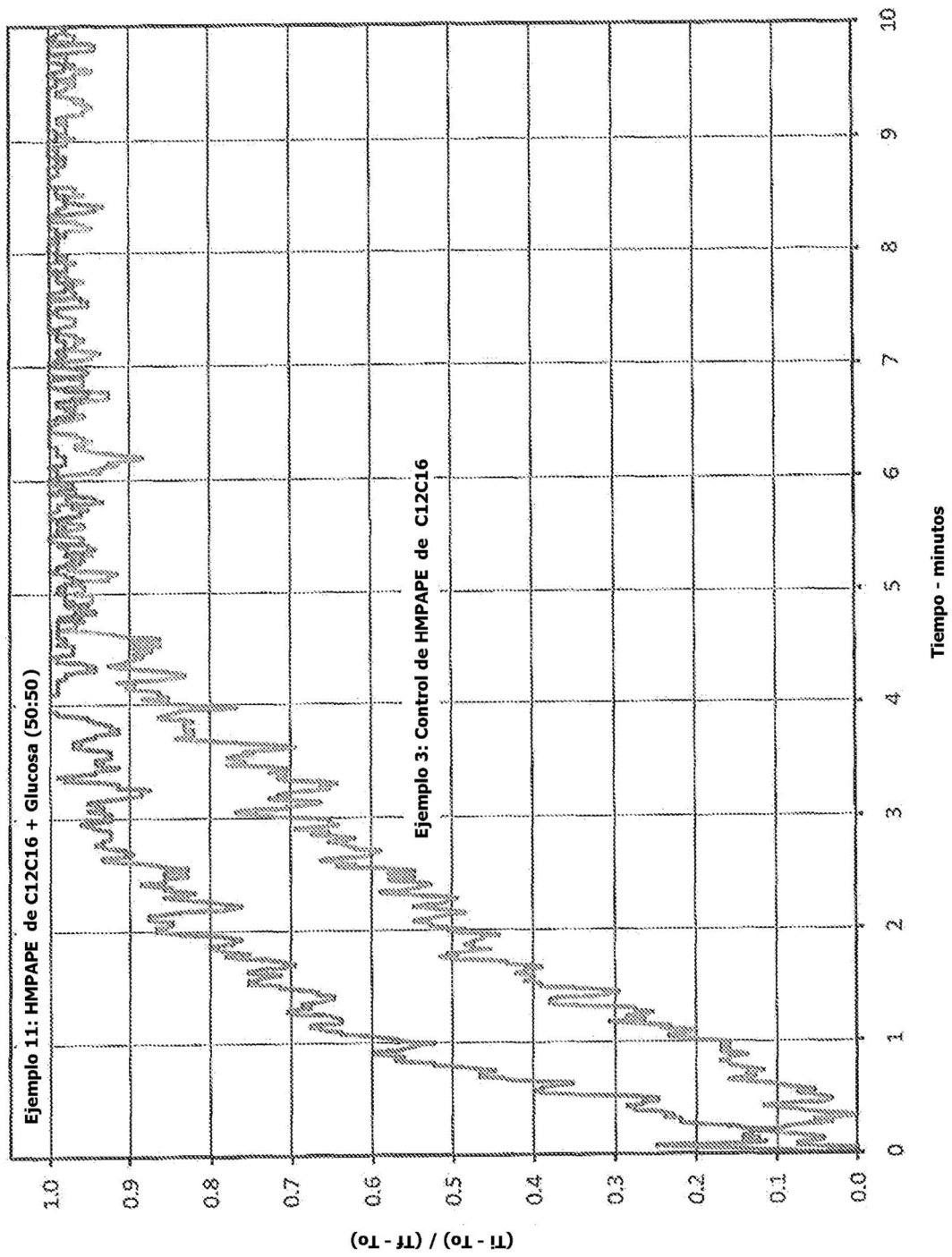


Figura 8

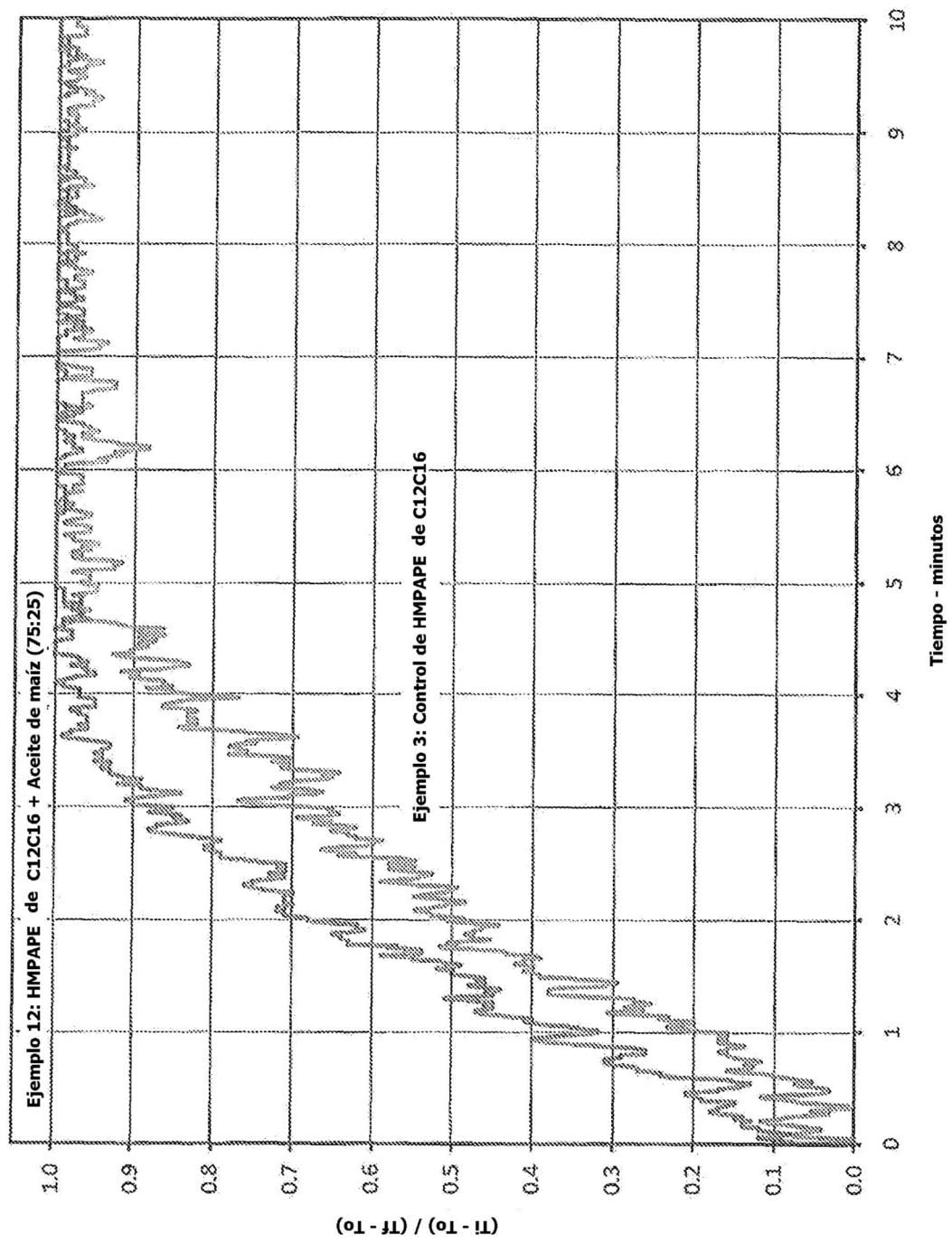
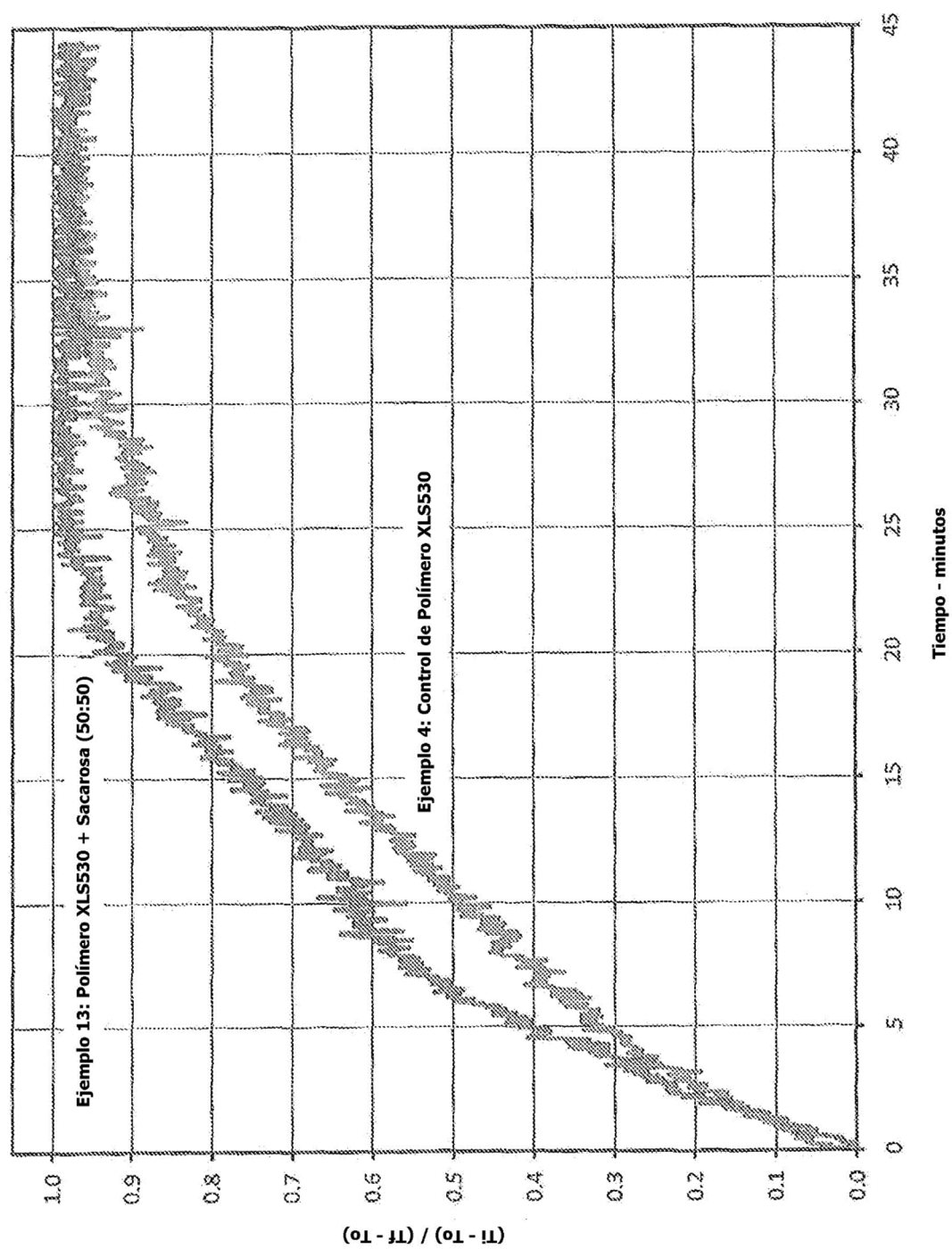


Figura 9

**Figura 10**

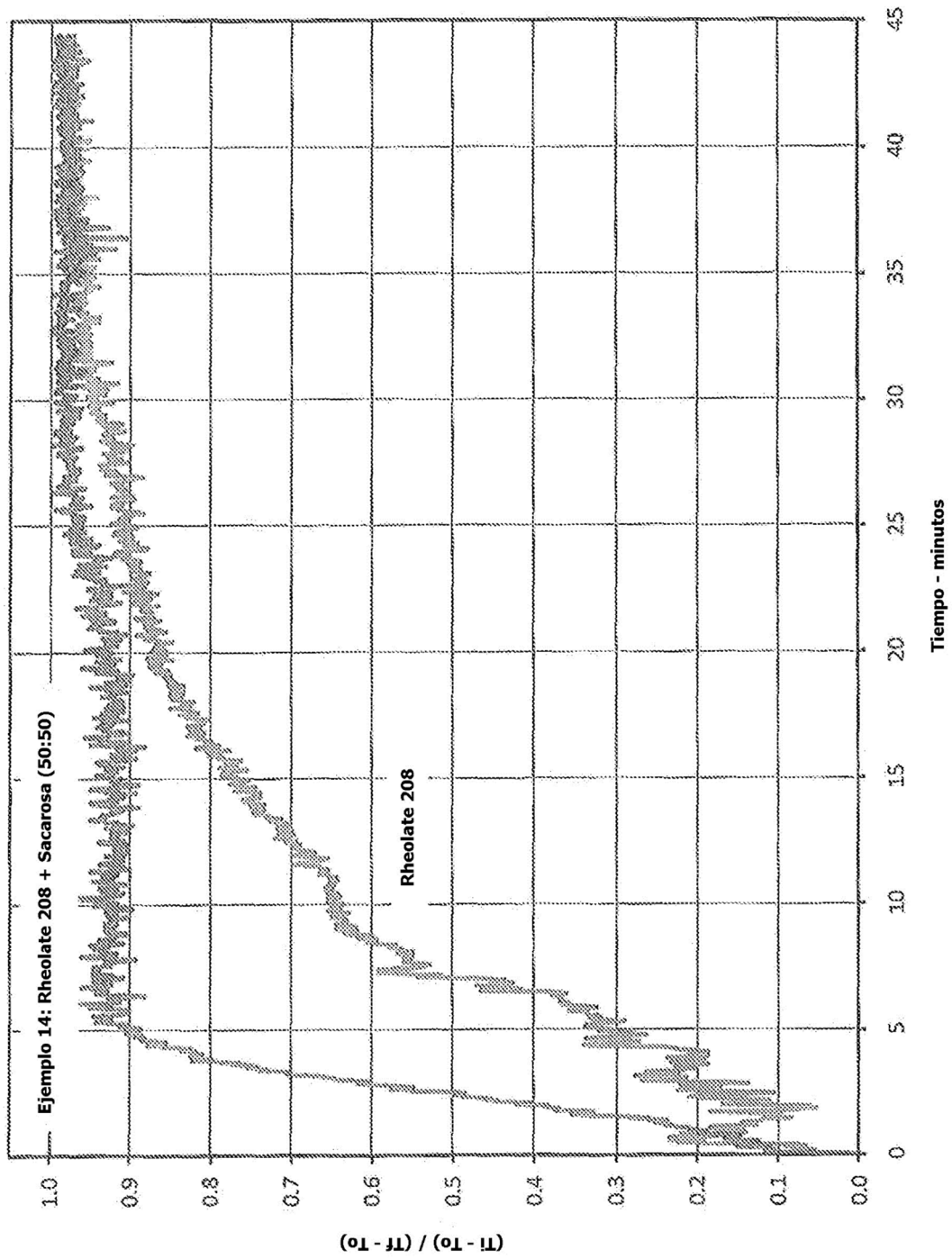


Figura 11

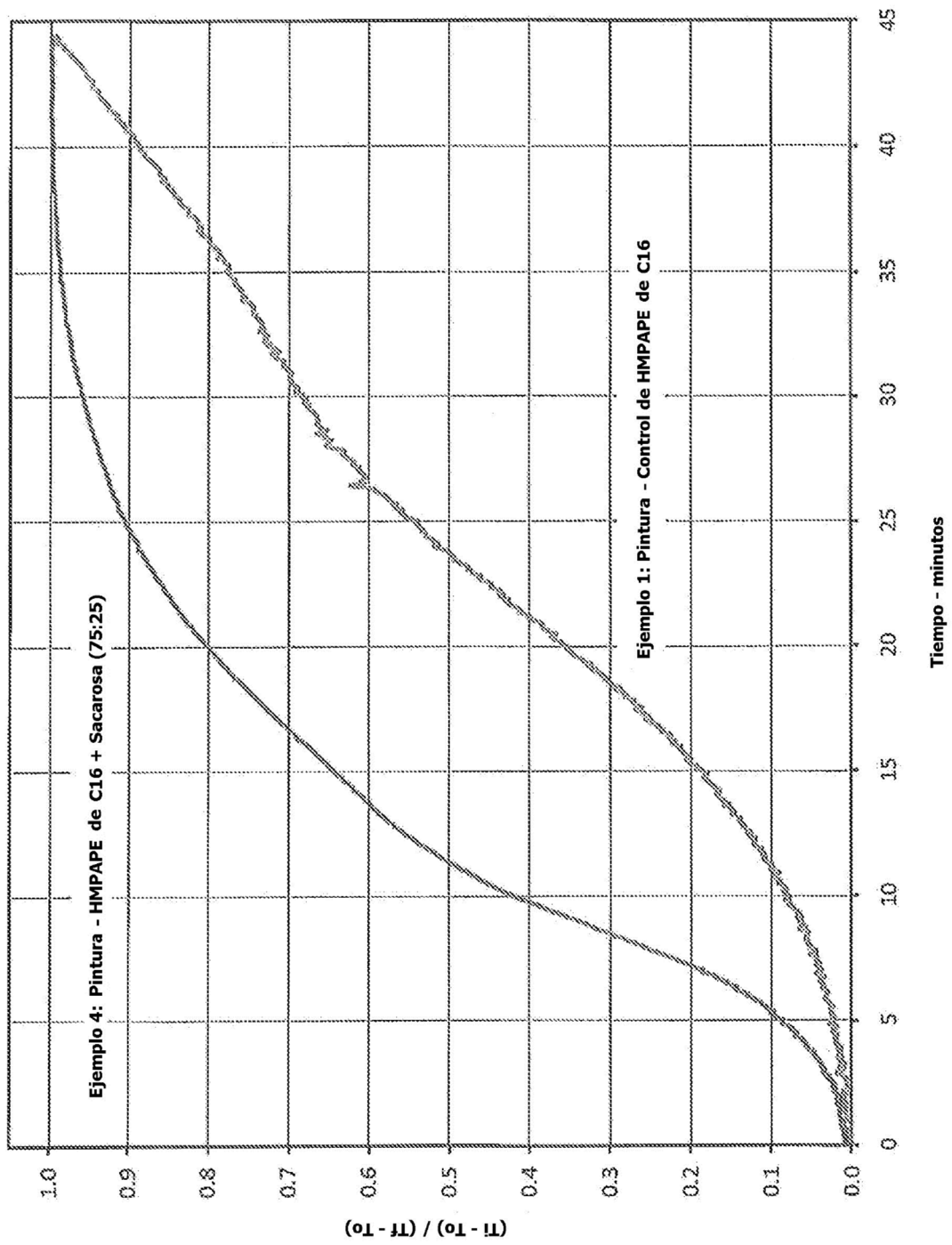


Figura 12