

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 743 737**

51 Int. Cl.:

**C08B 11/08** (2006.01)

**C08B 15/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.02.2013 PCT/KR2013/001251**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.06.2014 WO14088154**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.02.2013 E 13859988 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.07.2019 EP 2930190**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de éteres de celulosa acetilada que tienen propiedades antiincrustantes mejoradas y éteres de celulosa acetilada preparados mediante el mismo**

30 Prioridad:

**07.12.2012 KR 20120142218**

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

**20.02.2020**

73 Titular/es:

**LOTTE FINE CHEMICAL CO., LTD. (100.0%)  
19, Yeocheon-ro 217beon-gil, Nam-gu  
Ulsan, 44714 , KR**

72 Inventor/es:

**KIM, TAE HONG y  
SON, BYOUNG HEE**

74 Agente/Representante:

**DURAN-CORRETJER, S.L.P**

**ES 2 743 737 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 la preparación de éteres de celulosa acetilada que tienen propiedades antiincrustantes mejoradas y éteres de celulosa acetilada preparados mediante el mismo

5 [Sector técnico]

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un éter de celulosa acetilada que tiene propiedades antiincrustantes mejoradas y un éter de celulosa acetilada preparado mediante el mismo. Más particularmente, la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un éter de celulosa acetilada que tiene propiedades antiincrustantes mejoradas, en el que el éter de celulosa acetilada se obtiene mediante acetilación de un éter de celulosa reticulado para introducir grupos hidrófilos adicionales, y a un éter de celulosa acetilada preparada mediante el mismo.

15 [Estado de la técnica anterior]

Los materiales para las membranas en el tratamiento de aguas deben tener propiedades antiincrustantes, resistencia al cloro y resistencia a la tracción, a la vez que muestran propiedades muy hidrófilas. De manera específica, el riesgo de contaminación se puede reducir a medida que aumentan las propiedades hidrófilas, las membranas se pueden lavar sin ningún daño a medida que aumenta la resistencia al cloro y las membranas pueden soportar una cierta presión, incluso cuando se utilizan durante un largo periodo de tiempo a medida que aumenta la resistencia a la tracción.

En el estado de la técnica, el acetato de celulosa, que es capaz de disminuir la contaminación de las membranas debido a una resistencia a la tracción y resistencia al cloro bajas, pero propiedades hidrófilas elevadas, para extender los ciclos de lavado, y el fluoruro de polivinilideno, favorable para el lavado debido a las bajas propiedades hidrófilas, pero alta resistencia al cloro, se han utilizado ampliamente como materiales para membranas en el tratamiento de aguas.

Sin embargo, el acetato de celulosa presenta la ventaja de que es posible minimizar la contaminación de las membranas debido a las excelentes propiedades hidrófilas, pero presenta el problema de que tiene una baja resistencia mecánica. Es decir, dado que la celulosa es un material de origen que debe acetilarse, a la vez que se destruye la estructura cristalina de la celulosa en la preparación del acetato de celulosa, se utiliza un catalizador polar, tal como un ácido inorgánico, para la acetilación. Por lo tanto, el acetato de celulosa preparado finalmente mediante la escisión de la cadena principal de la celulosa presenta el problema de que tiene un peso molecular pequeño y una resistencia mecánica notablemente baja.

Además, dado que el fluoruro de polivinilideno presenta una resistencia mecánica y resistencia al cloro excelentes, pero bajas propiedades hidrófilas, de este modo, las membranas que incluyen el fluoruro de polivinilideno presentan el problema de que se pueden contaminar con facilidad, y, de este modo, deben lavarse a menudo.

Como resultado, se propone actualmente utilizar un éter de celulosa acetilada sintetizado mediante acetilación de un éter de celulosa para membranas en el tratamiento de aguas. Sin embargo, las membranas en el tratamiento de aguas pueden estar contaminadas debido al fenómeno de las incrustaciones causado por materia orgánica cuando el éter de celulosa acetilada se utiliza realmente para membranas en el tratamiento de aguas, lo que da lugar a una durabilidad degradada de las membranas y roturas frecuentes. Además, la Patente EP 2 888 289 A0 se refiere a un éter de celulosa esterificada parcialmente reticulada que tiene A) grupos de la fórmula  $-C(O)-R-COOA$  o una combinación de grupos acilo monovalentes alifáticos y grupos de la fórmula  $-C(O)-R-COOA$ , en la que R es un grupo hidrocarburo alifático o aromático divalente y A es hidrógeno o un catión, y B) que tiene una distribución de peso molecular tal que  $[Wf(>100k) - Wf(>100k)XL] / Wf(>100k)XL$  es, como mínimo, de 0,20, en la que  $Wf(>100 k)$  es la fracción en peso total del éter de celulosa esterificada que supera 100.000 g/mol, y  $Wf(>100k)XL$  es la fracción en peso que supera 100.000 g/mol del éter de celulosa esterificada metilada. Por lo tanto, se exige el desarrollo de materiales capaces de mejorar las incrustaciones en las membranas por materia orgánica.

Por consiguiente, los inventores de la presente invención han descubierto que, cuando se reticula un éter de celulosa que es un material de origen para la preparación de un éter de celulosa acetilada para mejorar las propiedades hidrófilas, y se acetila para mejorar las propiedades antiincrustantes de un material de membrana, es posible preparar un éter de celulosa acetilada, cuyas propiedades hidrófilas son mejoradas por grupos hidroxilo presentes en el material reticulado, y que las propiedades antiincrustantes de las membranas en el tratamiento de aguas se pueden mejorar notablemente debido a la presencia del éter de celulosa acetilada que tiene dichos grupos hidrófilos adicionales introducidos en el mismo. Por lo tanto, la presente invención se ha desarrollado en base a estos hechos.

[Divulgación]

[Problema técnico]

5 Por lo tanto, la presente invención está diseñada para resolver los problemas de la técnica anterior y, por tanto, un objetivo de la presente invención es dar a conocer un procedimiento para la preparación de un éter de celulosa acetilada que tenga propiedades antiincrustantes mejoradas.

10 Otro objetivo de la presente invención es dar a conocer un éter de celulosa acetilada que tenga propiedades antiincrustantes mejoradas.

[Solución técnica]

15 Según un aspecto de la presente invención, se da a conocer un procedimiento para la preparación de un éter de celulosa acetilada que tiene propiedades antiincrustantes mejoradas, que incluye las etapas de reticular un éter de celulosa y acetilar el éter de celulosa reticulado.

20 El éter de celulosa, de manera preferente, puede tener, como mínimo, un sustituyente seleccionado del grupo que comprende los grupos metilo, etilo, propilo, hidroximetilo, hidroxietilo e hidroxipropilo. De manera particularmente preferente, el éter de celulosa puede ser, como mínimo, uno seleccionado del grupo que comprende metilcelulosa, hidroxipropil metilcelulosa e hidroxietil metilcelulosa.

25 Un material para la reticulación del éter de celulosa puede ser, de manera preferente, como mínimo, uno seleccionado del grupo que comprende glioxal y glutaraldehído. De manera preferente, el glioxal y glutaraldehído se pueden reticular con el éter de celulosa en un contenido del 0,5 al 2,5 % en peso, basado en el peso total del éter de celulosa.

30 El éter de celulosa acetilada puede tener, de manera preferente, un grado de sustitución con grupos alquilo (DS) de 1 a 2, un grado de sustitución con grupos hidroxialquilo (MS) de 0 a 1 y un grado de sustitución con grupos acetilo (DS) de 1 a 2.

35 Según otro aspecto de la presente invención, se da a conocer un éter de celulosa acetilada que está reticulado con un material para la reticulación del éter de celulosa seleccionado del grupo que comprende glioxal y glutaraldehído, y en el que los átomos de hidrógeno en los grupos hidroxilo incluidos en un monómero del éter de celulosa reticulado están sustituidos por grupos acetilo.

[Efectos ventajosos]

40 El éter de celulosa acetilada obtenido mediante acetilación de un éter de celulosa reticulado para introducir grupos hidrófilos adicionales al mismo puede ser útil en la activación de grupos hidroxilo que son bloqueados por aglomeración entre polímeros mediante reticulación, y en la introducción de grupos hidrófilos adicionales al mismo para provocar un aumento en las propiedades hidrófilas, mejorando así las propiedades antiincrustantes.

[Descripción de las figuras]

45 Estas y otras características, aspectos y ventajas de realizaciones preferentes de la presente invención se describirán con más detalle en la siguiente descripción detallada, tomada acompañando al dibujo. En el dibujo:

50 La figura 1 es un gráfico que ilustra los resultados obtenidos mediante la medición de las propiedades antiincrustantes de éteres de celulosa acetilada preparados según una realización de ejemplo de la presente invención.

[Modo óptimo]

55 En lo sucesivo, el procedimiento para la preparación de un éter de celulosa acetilada, según una realización de ejemplo de la presente invención, y el éter de celulosa acetilada preparado mediante el mismo, se describirán con más detalle.

60 El procedimiento para la preparación de un éter de celulosa acetilada que tiene propiedades antiincrustantes mejoradas, según una realización de ejemplo de la presente invención, incluye las etapas de reticular un éter de celulosa y acetilar el éter de celulosa reticulado.

65 En la etapa de reticulación del éter de celulosa, se mezcla un material para la reticulación del éter de celulosa y se agita a una temperatura entre 60 °C y 100 °C, de manera preferente, 80 °C, durante un tiempo de 0,5 horas a 2 horas, de manera preferente, durante una hora, para reticular el éter de celulosa.

El material para la reticulación de un éter de celulosa se selecciona, de manera preferente, del grupo que comprende glioxal y glutaraldehído, y, de manera más preferente, glioxal.

5 A medida que el éter de celulosa se reticula, en especial, se reticula con glioxal, se pueden activar los grupos hidroxilo bloqueados por la aglomeración entre los polímeros de éter de celulosa. Además, se pueden mejorar las propiedades hidrófilas a medida que más grupos hidrófilos se introducen en el éter de celulosa acetilada, mejorando así las propiedades antiincrustantes.

10 El material para la reticulación de un éter de celulosa se reticula, de manera preferente, con el éter de celulosa con un contenido del 0,5 % al 2,5 % en peso, en base al peso total del éter de celulosa. Cuando el material está presente con un contenido de menos del 0,5 % en peso y más del 2,5 % en peso para reticular el éter de celulosa, este intervalo del contenido no es deseable, ya que es imposible obtener las propiedades antiincrustantes descritas anteriormente.

15 El éter de celulosa reticulado se prepara mediante la eterificación de los grupos hidroxilo de la celulosa. Es decir, se forma un éter de celulosa mediante el bloqueo de algunos de los grupos hidroxilo en la estructura de la celulosa por eterificación de la celulosa o por sustitución de los átomos de hidrógeno en los grupos hidroxilo por otro sustituyente. En este caso, la cadena principal de la celulosa no se escinde, sino que se mantiene intacta. Sin embargo, la celulosa se convierte en una estructura amorfa debido a la destrucción de los enlaces de hidrógeno en la celulosa, dando lugar así a un éter de celulosa soluble en agua que tiene un peso molecular elevado.

20 En el caso del éter de celulosa reticulado, los grupos hidroxilo están presentes en el material para la reticulación del éter de celulosa, además de los tres grupos hidroxilo presentes en el monómero. En este caso, la reacción de acetilación se produce sólo en los grupos hidroxilo presentes en el monómero de éter de celulosa.

25 Los grupos hidroxilo reticulados se escinden bajo condiciones de pH neutro con el tiempo. Para verificar este resultado, se mide el grado de acetilación del éter de celulosa acetilada sintetizado utilizando el éter de celulosa reticulado con el tiempo. Cuando los grupos hidroxilo reticulados están acetilados, el valor del grado de acetilación disminuye con el tiempo. Sin embargo, los resultados de las mediciones muestran que no se observa un cambio en el grado de acetilación con el tiempo.

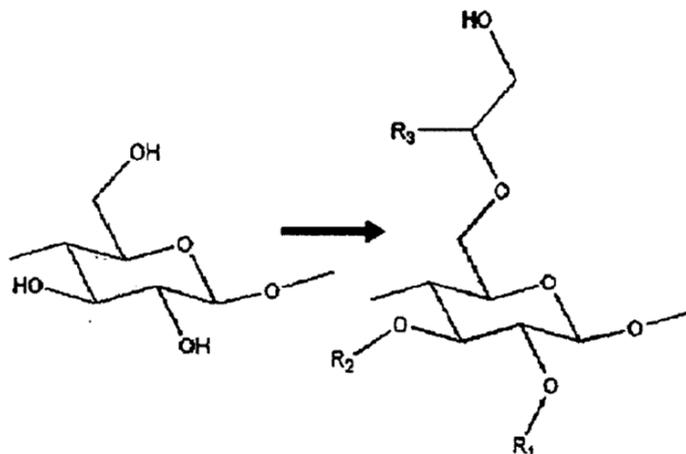
30 El éter de celulosa tiene, como mínimo, un sustituyente seleccionado del grupo que comprende los grupos metilo, etilo, propilo, hidroximetilo, hidroxietilo e hidroxipropilo. Por ejemplo, el éter de celulosa puede incluir hidroxietil metilcelulosa, hidroxipropil metilcelulosa o metilcelulosa.

35 Además, el grado de sustitución con grupos alquilo (tales como un grupo metilo, un grupo etilo o un grupo propilo) (DS) y el grado de sustitución con grupos hidroxialquilo (tales como un grupo hidroximetilo, un grupo hidroxietilo o un grupo hidroxipropilo) (MS) son grados básicos de sustitución de los éteres de celulosa utilizados, en general, en el estado de la técnica relacionado. De manera específica, el grado de sustitución con grupos alquilo (DS) está en un intervalo de 1 a 2, el grado de sustitución con grupos hidroxialquilo (MS) está en un intervalo de 0 a 1.

40 El término "grado de sustitución (DS)" se refiere a un número promedio de grupos hidroxilo sustituidos por grupos alquilo por unidad de glucosa anhidra. Cuando tres grupos hidroxilo están presentes por unidad de glucosa anhidra, el grado teórico de sustitución (DS) es 3. Sin embargo, dado que sustituyentes multifuncionales o polimerizables reaccionan con átomos de hidrógeno en los grupos hidroxilo incluidos en la unidad de glucosa anhidra y también reaccionan con ellos mismos, el grado de sustitución (DS) no se limita a 3.

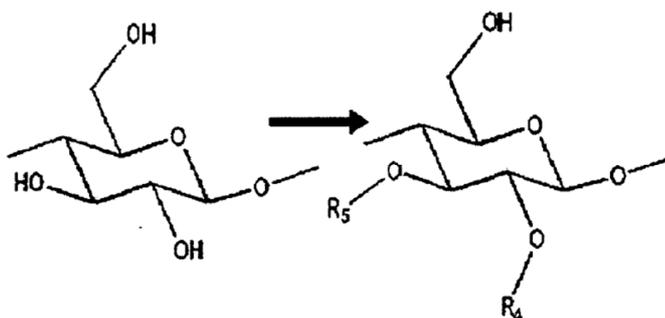
45 Las siguientes fórmulas 1 y 2 muestran un proceso de eterificación de una glucosa anhidra que es una unidad de repetición básica de celulosa. En particular, la fórmula 1 muestra que la celulosa es eterificada para convertirse en una hidroxialquil alquilcelulosa, la fórmula 2 muestra que la celulosa es eterificada para convertirse en una alquilcelulosa.

[Fórmula 1]



- 5 En la fórmula 1, R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son cada uno, independientemente, un hidrógeno, grupo metilo, etilo, propilo, hidroximetilo, hidroxietilo o hidroxipropilo, y R<sub>3</sub> es hidrógeno o un grupo metilo.

[Fórmula 2]



- 10 En la fórmula 2, R<sub>4</sub> y R<sub>5</sub> son cada uno, independientemente, hidrógeno, o un grupo metilo, etilo o propilo.

15 Las unidades de repetición básicas del éter de celulosa representadas por las fórmulas 1 y 2 preparadas de este modo se reticulan con el material para la reticulación del éter de celulosa para introducir grupos hidrófilos adicionales en el éter de celulosa acetilada.

20 En la etapa de acetilación del éter de celulosa reticulado, los átomos de hidrógeno en los grupos hidroxilo incluidos en el éter de celulosa se sustituyen por grupos acetilo (CH<sub>3</sub>CO<sup>-</sup>). Para este propósito, el éter de celulosa reticulado se puede acetilar mediante la mezcla de ácido acético, ácido acético anhidro, acetato de sodio o una combinación de los mismos con el éter de celulosa reticulado, y la agitación de la mezcla resultante a una temperatura de 60 °C a 80 °C durante 6 a 8 horas. Aquí, se pueden utilizar ácido acético, piridina, alcohol isopropílico (IPA) o similares como disolvente de reacción, y el acetato de sodio o el ácido fosfórico se pueden utilizar también como catalizador.

25 Además, el éter de celulosa acetilada obtenido mediante el procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, tiene un grado de sustitución con grupos acetilo de 1 a 2.

30 El éter de celulosa acetilada obtenido mediante el procedimiento de preparación, tal como se ha descrito anteriormente, tiene un peso molecular promedio en número de 300.000 a 1.000.000, un ángulo de contacto de 25° a 45° y una resistencia a la tracción de 45 MPa a 75 MPa. Aquí, el término "ángulo de contacto" se refiere a un ángulo formado entre una superficie libre de agua y una superficie plana de una película cuando la película preparada a partir del éter de celulosa acetilada entra en contacto con el agua. Asimismo, el término "resistencia a la tracción" se refiere a la resistencia a la tracción de la película preparada a partir del éter de celulosa acetilada.

35 El éter de celulosa acetilada tiene un grado de sustitución con grupos alquilo (DS) de 1 a 2, un grado de sustitución con grupos hidroxialquilo (MS) de 0 a 1 y un grado de sustitución con grupos acetilo (DS) de 1 a 2.

40 Dado que el éter de celulosa acetilada descrita anteriormente no se disuelve en agua, pero se disuelve fácilmente en un disolvente orgánico, tal como acetona, y tiene un peso molecular elevado para mostrar una excelente resistencia mecánica, se puede utilizar el éter de celulosa acetilada para membranas en el tratamiento de aguas, y similares.

[Modo de la invención]

5 En lo sucesivo, la presente invención se describirá en detalle con referencia a los siguientes ejemplos. Sin embargo, debe entenderse que los siguientes ejemplos no pretenden limitar el alcance de la presente invención.

Ejemplos 1 a 5: Preparación de éteres de celulosa acetilada

10 Se añadieron 150 g de un éter de celulosa a un reactor de 3 litros equipado con un condensador, un termómetro y un agitador, y se añadió glioxal al reactor con el contenido que se indica en la siguiente tabla 1. A continuación, la mezcla resultante se hizo reaccionar a 80 °C durante una hora mientras se agitaba a 150 rpm para reticular el glioxal con el éter de celulosa. Se añadieron 1.050 g de ácido acético, 300 g de acetato de sodio y 750 g de anhídrido acético al éter de celulosa reticulado con glioxal y, a continuación, se hizo reaccionar a 70 °C durante 7 horas mientras se agitaba a 650 rpm para preparar un éter de celulosa acetilada. En este caso, el ácido acético se utilizó como disolvente y el acetato de sodio se utilizó como catalizador. Posteriormente, se pulverizó el contenido en el reactor, se coaguló en un baño coagulante de 10 litros, se lavó cinco veces con agua limpia y, a continuación, se secó. El grado de sustitución con grupos metilo (DS) y el grado de sustitución con grupos hidroxipropilo (MS) del éter de celulosa utilizado en cada uno de los ejemplos, la cantidad de glioxal utilizada y la proporción molar del anhídrido acético utilizado por unidad de glucosa anhidra incluida en cada uno de los éteres de celulosa se indican en la siguiente tabla 1.

Ejemplo comparativo 1

25 Se preparó un éter de celulosa acetilada de la misma manera que en los ejemplos 1 a 5, excepto que el éter de celulosa no se reticuló con glioxal.

[Tabla 1]

	Éter de celulosa reticulada con glioxal				proporción de ácido acético anhidro/unidad de glucosa anhidra (proporción molar)
	Tipo de éter de celulosa	Grado de sustitución con grupos metilo	Grado de sustitución con grupos hidroxipropilo	Glioxal (% en peso)	
Ejemplo 1	HPMC	1,84	0,25	0,5	5,95
Ejemplo 2	HPMC	1,84	0,25	1,0	5,95
Ejemplo 3	HPMC	1,84	0,25	1,5	5,95
Ejemplo 4	HPMC	1,84	0,25	2,0	5,95
Ejemplo 5	HPMC	1,84	0,25	2,5	5,95
Ejemplo comparativo 1	HPMC	1,84	0,25	-	5,95

30 Tal como se indica en la tabla 1, la hidroxipropil metilcelulosa (HPMC) utilizada en el presente documento como éter de celulosa es un patrón comercializado producido por Samsung Fine Chemicals Co., Ltd.

Ejemplo experimental

35 El grado de sustitución con grupos acetilo, el ángulo de contacto con el agua, la resistencia a la tracción, el peso molecular y las propiedades antiincrustantes de cada uno de los éteres de celulosa acetilada preparados en los ejemplos 1 a 5 y el ejemplo comparativo 1 se midieron de la siguiente manera. Los resultados de las mediciones se indican en la siguiente tabla 2.

Medición del grado de sustitución con grupos acetilo

40 Se valoró con una sustancia alcalina el ácido acético libre formado mediante saponificación de una muestra de cada uno de los éteres de celulosa acetilada preparados en los ejemplos 1 a 5 y en el ejemplo comparativo 1, y se midió el grado de sustitución con grupos acetilo de cada una de las muestras, según la norma ASTM D871-96.

Medición del ángulo de contacto y de la resistencia a la tracción

45 Se disolvieron 10 g de cada una de las muestras preparadas en los ejemplos 1 a 5 y en el ejemplo comparativo 1 en 90 g de dimetilformamida (DMF), y se extrajeron 10 g de la solución resultante, se colocaron sobre una placa de vidrio hasta un grosor de 2 mm y, a continuación, se secaron en un horno de vacío. En este caso, el horno de vacío

se mantuvo a una temperatura de 60 °C y el grosor de la película final fue de 0,2±0,02 mm.

(1) Medición del ángulo de contacto

5 El ángulo de contacto entre el agua y cada una de las películas preparadas se midió utilizando una máquina que medía el ángulo de contacto (tensímetro óptico KSV, Theta) en un estado en el que cada película entró en contacto con el agua. Aquí, un ángulo de contacto inferior significa propiedades hidrófilas más elevadas.

(2) Medición de la resistencia a la tracción

10 La resistencia a la tracción de cada una de las películas se midió utilizando una máquina de medición de la resistencia (Instron, No. 5569).

Medición del peso molecular

15 Se midió el peso molecular promedio en peso (Mw) de cada una de las muestras utilizando cromatografía de exclusión por tamaño (Agilent, HP 1100). De manera específica, se disolvieron 0,1 g de cada muestra en 100 g de dimetilformamida (grado HPLC) y la solución resultante se midió en condiciones de temperatura de 25 °C y caudal de 10 ml/min utilizando dimetilformamida como fase móvil.

20

[Tabla 2]

Elementos	Grado de sustitución con grupos acetilo	Ángulo de contacto (°)	Resistencia a la tracción (MPa)	Peso molecular (Dalton)
Ejemplo 1	1,16	43	50	425.000
Ejemplo 2	1,15	40	48	482.000
Ejemplo 3	1,14	36	68	420.000
Ejemplo 4	1,19	39	75	415.000
Ejemplo 5	1,10	37	51	455.000
Ejemplo comparativo 1	1,15	49	66	472.000

25 Tal como se indica en la tabla 2, se pudo observar que los respectivos éteres de celulosa acetilada preparados a partir del éter de celulosa reticulado con glioxal en los ejemplos 1 a 5 presentaban una resistencia a la tracción y peso molecular similares al éter de celulosa acetilada preparado a partir del éter de celulosa no reticulado en el ejemplo comparativo 1, pero los éteres de celulosa acetilada de los ejemplos 1 a 5 presentaban un ángulo de contacto menor que el del ejemplo comparativo 1, lo que indica que los éteres de celulosa acetilada de los ejemplos 1 a 5 presentaban propiedades hidrófilas mejoradas.

30 Evaluación de las propiedades antiincrustantes – flujo

35 Cada uno de los éteres de celulosa acetilada obtenidos en los ejemplos 1 a 5 y en el ejemplo comparativo 1 se montó como una membrana en una celda de membrana de flujo cruzado fabricada de un material inoxidable y se comprimió con 10 litros de agua ultrapura a una presión de 2 kgf/cm<sup>2</sup>. A continuación, se añadió BSA 100 ppm al agua ultrapura y se midió el cambio en la permeabilidad al agua a una presión de 1 kgf/cm<sup>2</sup>. Los resultados se muestran en la figura 1. El flujo normalizado en una dirección longitudinal de la gráfica que se muestra en la figura 1 representa LMH (volumen, área y tiempo), es decir, la cantidad de agua permeada por unidad de área con el tiempo ( $\Delta V/A \Delta t$ ).

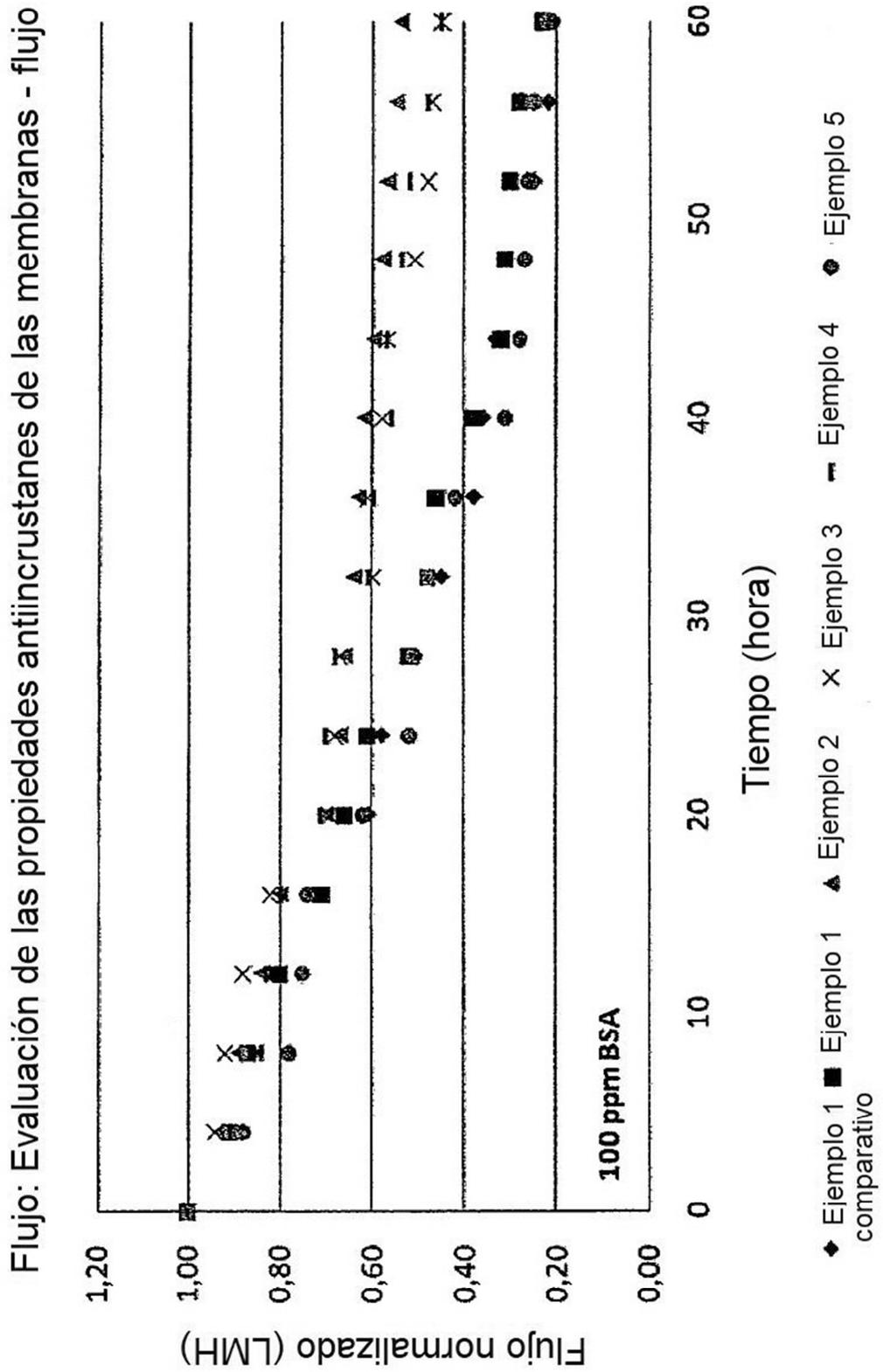
40 Tal como se muestra en la figura 1, se reveló que la disminución en el flujo con el tiempo era notablemente baja en el caso de los ejemplos 2 a 4 en comparación con la de los ejemplos comparativos, y que la disminución en el flujo en los ejemplos 1 y 5, en los que el contenido del glioxal reticulado era un valor crítico, fue similar a la de los ejemplos comparativos, lo que indica que los éteres de celulosa acetilada preparados a partir del éter de celulosa reticulado en el que el glioxal estaba presente en un contenido predeterminado, presentaban propiedades antiincrustantes notablemente mejoradas.

45

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento para la preparación de un éter de celulosa acetilada que tiene propiedades antiincrustantes mejoradas, que comprende las etapas de:
- reticular un éter de celulosa; y  
acetilar el éter de celulosa reticulado.
- 10 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el éter de celulosa tiene, como mínimo, un sustituyente seleccionado del grupo que comprende grupos metilo, etilo, propilo, hidroximetilo, hidroxietilo e hidroxipropilo.
3. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el éter de celulosa es, como mínimo, uno seleccionado del grupo que comprende metilcelulosa, hidroxipropil metilcelulosa e hidroxietil metilcelulosa.
- 15 4. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que un material para la reticulación del éter de celulosa es, como mínimo, uno seleccionado del grupo que comprende glioxal y glutaraldehído.
- 20 5. Procedimiento, según la reivindicación 4, en el que el material para la reticulación del éter de celulosa se utiliza en un contenido del 0,5 % al 2,5 % en peso, basado en el peso total del éter de celulosa.
6. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el éter de celulosa acetilada tiene un grado de sustitución con grupos alquilo (DS) de 1 a 2, un grado de sustitución con grupos hidroxialquilo (MS) de 0 a 1 y un grado de sustitución con grupos acetilo (DS) de 1 a 2.
- 25 7. Éter de celulosa acetilada preparada, según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que se reticula con un material para la reticulación del éter de celulosa seleccionado del grupo que comprende glioxal y glutaraldehído, y en el que los átomos de hidrógeno en grupos hidroxilo incluidos en el monómero del éter de celulosa reticulado están sustituidos por grupos acetilo.

Figura 1



**REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN**

5 *Esta lista de referencias citada por el solicitante es únicamente para mayor comodidad del lector. No forman parte del documento de la Patente Europea. Incluso teniendo en cuenta que la compilación de las referencias se ha efectuado con gran cuidado, los errores u omisiones no pueden descartarse; la EPO se exime de toda responsabilidad al respecto.*

**Documentos de patentes citados en la descripción**

10

- EP 2888289 A0