

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 97.871

REQUERENTE: ROHM AND HAAS COMPANY, norte-americana, com sede em Independence Mall West, Philadelphia, Pennsylvania 19105, Estados Unidos da América

EPÍGRAFE: "Processo para a preparação de agentes espessantes aperfeiçoados para sistemas aquosos"

INVENTORES: Eric Karl Eisenhart,
Richard Foster Merritt,
Eric Alvin Johnson,

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4.º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883.

U.S.A., 5 de Junho de 1990, sob o N.º.: 533 148

**"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE AGENTES ESPESSANTES
APERFEIÇADOS PARA SISTEMAS AQUOSOS"**

A presente invenção diz respeito a um processo para aperfeiçoamento de espessantes utilizados em sistemas aquosos, tais como, por exemplo, composições para tintas de látex aquosas. Em particular, a presente invenção refere-se a determinados espessantes hidrófobos aperfeiçoados utilizados em soluções aquosas, que requerem a presença de co-dissolventes orgânicos. Mais em particular, a invenção diz respeito à utilização de ciclodextrinas para complexar reversivelmente radicais hidrófobos do agente espessante, daí resultando a supressão da viscosidade das soluções aquosas que contêm os referidos agentes espessantes.

Os sistemas aquosos, tais como, por exemplo, revestimentos que contêm ligantes poliméricos em emulsão, contêm tipicamente agentes espessantes para se obter o grau de viscosidade pretendido necessário para a formulação e aplicação apropriadas do sistema aquoso. Um tipo geral de agente espessante utilizado em sistemas aquosos é designado na especialidade pelo termo "associativo". Os agentes espessantes associativos são assim designados devido ao seu mecanismo de actuação que, segundo se pensa, implica associações hidrófobas entre espécies hidrófobas das próprias moléculas do agente espessante e/ou

outras superfícies hidrófobas. Conhecem-se numerosos tipos diferentes de agentes espessantes associativos. Os agentes espessantes associativos típicos incluem, poliuretanos, emulsões solúveis nos alcalis modificadas por hidrofobia, hidroxietilcelulose modificada por hidrofobia ou outros produtos naturais e poliacrilamidas modificadas por hidrofobia.

Alguns agentes espessantes associativos, tais como, por exemplo, agentes espessantes de poliuretano, são comercializados sob a forma de soluções aquosas que contêm co-dissolventes orgânicos. A função do co-dissolvente orgânico, tal como, por exemplo, propilenoglicol, consiste em suprimir a viscosidade da solução aquosa que contém o espessante associativo para permitir o seu fácil manuseamento antes da utilização como agente espessante.

A supressão da viscosidade pode também ser efectuada mediante utilização de agentes tensioactivos.

Existem numerosas referências que descrevem vários compostos hidrófobos que actuam como agentes espessantes associativos. Os agentes espessantes associativos são formulados com co-dissolventes orgânicos ou agentes tensioactivos orgânicos para utilização em sistemas de látices aquosos espessantes.

Por exemplo, as patentes de invenção norte-americanas N^os A-4 155 892 e A-4 079 028 descrevem agentes espessantes de poliuretano, caracterizados por conterem pelo menos três grupos hidrófobos interligados a grupos poliéter hidrófilos, formulados com co-dissolventes orgânicos.

A patente de invenção norte-americana N^o A-4 426 485 descreve um polímero orgânico termoplástico solúvel em água que tem um peso molecular médio de pelo menos cerca de 10 000, constituído por segmentos hidrófobos contendo cada um pelo menos um grupo hidrófobo monovalente ligado por covalência ao polímero, tendo o referido polímero uma quantidade de "cachos" ("bunching") hidrófobos constituídos por pelo menos dois grupos hidrófobos monovalentes por segmento hidrófobo suficiente para se obter os espessantes reforçado das soluções aquosas que contêm o polímero.

Na patente de invenção norte-americana N^o A-4 496 708 descrevem-se agentes espessantes poliméricos "comb" de poliuretano solúveis em água.

Na patente de invenção norte-americana N^o A-4 499 233 descrevem-se agentes espessantes de poliuretano sob a forma de solução num dissolvente compatível com a água.

Na patente de invenção norte-americana Nº A-4 180 491 descrevem-se agentes espessantes associativos de uretano que contêm um diluente orgânico inerte não aquoso.

Na descrição da patente de invenção japonesa Nº 60-49 022 refere-se a utilização de etanol ou de agentes tensioactivos com água para a dissolução de agentes espessantes associativos de uretano.

No entanto, nenhuma das referências anteriormente mencionadas descreve ou sugere um processo apropriado para a preparação de soluções aquosas dos agentes espessantes tendo uma viscosidade que as torne manuseáveis, sem utilização de co-dissolventes orgânicos ou apenas agentes tensioactivos.

Embora os co-dissolventes orgânicos proporcionem a função pretendida, apresentam desvantagens potenciais sob o ponto de vista ambiental, de segurança e da saúde.

Embora os agentes tensioactivos não apresentem perigos específicos para a saúde/ambiente, prejudicam as características das composições.

Deste modo seria vantajoso desenvolver produtos mais aceitáveis e seguros sob o ponto de vista ambiental que pudessem ser utilizados em vez dos co-dissolventes orgânicos ou apenas dos agentes tensioactivos isolados.

Nestas condições, constitui um objectivo da presente invenção proporcionar um processo para aperfeiçoar agentes espessantes associativos mediante eliminação da necessidade de utilizar co-dissolventes orgânicos ou agentes tensioactivos isolados.

De acordo com um primeiro aspecto da presente invenção, proporcionam-se sistemas aquosos que contêm agentes espessantes hidrófobos, sendo os referidos sistemas aquosos caracterizados pelo facto de conterem também uma ciclodextrina.

O termo "ciclodextrina" inclui pelo menos uma ciclodextrina modificada e/ou pelo menos uma ciclodextrina não modificada.

De acordo com um segundo aspecto da presente invenção, proporcionam-se agentes espessantes para a preparação de sistemas aquosos, sendo os referidos agentes espessantes constituídos por uma ciclodextrina complexada com um agente espessante hidrófobo.

De acordo com um terceiro aspecto da presente invenção, proporciona-se a utilização de uma ciclodextrina para a preparação de sistemas aquosos que contêm um agente espessante hidrófobo.

De acordo com um quarto aspecto da presente invenção, proporciona-se a utilização de uma ciclodextrina num sistema aquoso que contém um agente espessante hidrófobo, para se complexar com o referido agente espessante hidrófobo com o objectivo de reduzir a viscosidade do sistema.

De acordo com um quinto aspecto da presente invenção, proporciona-se um processo para a preparação de sistemas aquosos, que consiste em misturar um agente espessante hidrófobo com uma ciclodextrina e, opcionalmente, adicionar subsequentemente ao sistema aquoso um agente de descomplexação para descomplexar ou desadsorver a ciclodextrina do agente espessante hidrófobo.

De acordo com um sexto aspecto da presente invenção, proporcionam-se tintas que contém uma ciclodextrina.

As variantes preferidas da presente invenção estão descritas nas reivindicações.

Outros aspectos da presente invenção incluem, em primeiro lugar, um processo para eliminar a necessidade de utilização de dissolventes orgânicos nos agentes espessantes hidrófobos utilizáveis para o espessamento de sistemas aquosos, que consiste em: complexar o referido agente espessante com uma quantidade eficaz de um composto que contém ciclodextrina,

adicionar uma quantidade eficaz do referido agente espessante complexado ao referido sistema aquoso e descomplexar o referido composto que contém ciclodextrina do referido agente espessante com uma quantidade eficaz de um composto que tem afinidade para o referido composto que contém ciclodextrina.

Em segundo lugar, um processo para reduzir reversivelmente a viscosidade de uma solução aquosa que contém um agente espessante hidrófobo, que consiste em reduzir a viscosidade da referida solução aquosa mediante adição à referida solução de uma quantidade eficaz de um composto que contém ciclodextrina e aumentar a viscosidade da referida solução aquosa que contém o composto que contém ciclodextrina mediante adição à referida solução de pelo menos 1 mole por mole do referido composto que contém ciclodextrina, de um composto que tem afinidade para o referido composto que contém ciclodextrina.

Em terceiro lugar, um processo para a utilização do composto que contém ciclodextrina para reduzir a viscosidade de soluções aquosas que contém agentes espessantes hidrófobos, que consiste em adicionar uma quantidade eficaz do referido composto que contém ciclodextrina à referida solução aquosa que contém o referido agente hidrófobo.

Em quarto lugar, um processo para melhorar a incorporação de um agente espessante associativo modificado por hidro-

fobia numa composição aquosa, que consiste em adicionar à referida composição uma quantidade eficaz de um composto que contém ciclodextrina.

Em quinto lugar, um processo para reduzir a perda de viscosidade de um sistema aquoso que contém um corante, que consiste em adicionar ao referido sistema aquoso que contém o referido corante uma quantidade eficaz de um composto que contém ciclodextrina.

Em sexto lugar, um processo para melhorar a eficiência de agentes espessantes associativos num sistema aquoso, que consiste em adicionar ao referido sistema uma quantidade eficaz de um composto que contém ciclodextrina.

Em sétimo lugar, um processo para reduzir os problemas de coloração associados aos agentes tensioactivos nas composições para tintas aquosas, que consiste em adicionar uma quantidade eficaz de um composto que contém ciclodextrina às referidas composições para tintas.

Em oitavo lugar, um processo para reduzir a formação de espuma numa tinta de látex, que consiste em adicionar uma quantidade eficaz de um composto que contém ciclodextrina à referida tinta de látex.

De preferência o composto que contém ciclodextrina é escolhido no grupo constituído por alfa-, beta- e gama-ciclodextrina e ciclodextrinas etoxiladas e propoxiladas, de modo a obter-se uma tinta que contenha uma ciclodextrina.

De preferência, o composto que tem afinidade para o referido composto que contém ciclodextrina é um agente tensioactivo aniónico, não iónico ou catiónico, de modo a obter-se um agente espessante para um sistema aquoso que contém uma ciclodextrina complexada com um agente espessante hidrófobo.

De preferência, adiciona-se o agente tensioactivo ao referido sistema aquoso com uma concentração de cerca de 1 mole por mole do referido composto que contém ciclodextrina, sendo a ciclodextrina utilizada para a preparação de um sistema aquoso que contém um agente espessante hidrófobo.

De preferência, o agente espessante hidrófobo é escolhido no grupo constituído por uretanos polietoxilados modificados por hidrofobia, emulsões solúveis nos álcalis modificadas por hidrofobia, hidroxietilcelulose modificada por hidrofobia ou outros produtos naturais e poliacrilamidas modificadas por hidrofobia.

De preferência, a quantidade eficaz do referido composto que contém ciclodextrina utilizado para se complexar

com o referido agente espessante é a quantidade que reduz a viscosidade do agente espessante até um valor que o torne manuseável mas não pode ser superior à solubilidade na água do referido composto que contém ciclodextrina.

Deste modo, a presente invenção proporciona um processo para melhorar agentes espessantes associativos mediante adição de pelo menos um composto que contém ciclodextrina a soluções aquosas que contêm agentes espessantes associativos. O composto que contém ciclodextrina suprime a viscosidade das soluções aquosas que contêm agentes espessantes associativos e elimina a necessidade de utilização de co-dissolventes orgânicos. Além disso, as propriedades de supressão da viscosidade apresentadas pelo composto que contém ciclodextrina são facilmente reversíveis, se for necessário, mediante adição de um composto com afinidade para a ciclodextrina, tal como, por exemplo, um agente tensioactivo, proporcionando-se assim um agente espessante associativo eficaz para sistemas aquosos.

De acordo com outras formas de realização da presente invenção, descobriu-se que as ciclodextrinas facilitam a incorporação de agentes associativos modificados por hidrofobia, e que têm uma baixa solubilidade na água, em sistemas aquosos; com o objectivo de diminuir a perda de viscosidade das composições que contêm agentes espessantes associativos após a adição de corantes ou agentes tensioactivos à composição; para

melhorar a eficácia do agente espessante associativo propriamente dito, reduzindo deste modo a quantidade de agente espessante necessária para conseguir uma dada viscosidade para a tinta; para reduzir a formação de espuma em tintas de látex; e para reduzir os problemas de aparecimento de cor provocados pelos agentes tensioactivos em certas composições.

Como se sabe, os compostos contêm ciclodextrinas são oligossacarídeos ciclicamente fechados com 6, 7 ou 8 unidades de alfa-D-glucose por macrociclo. As ciclodextrinas cujo anel apresenta 6 unidades de glucose são designadas por alfa-ciclodextrinas; as ciclodextrinas com um anel de 7 unidades de glucose são designadas por beta-ciclodextrinas; e as ciclodextrinas com um anel de 8 unidades de glucose são designadas por gama-ciclodextrinas. As ciclodextrinas são preparadas a partir do amido proveniente de qualquer variedade vegetal escolhida, tal como milho, batata, milho ceroso ("waxy maize") ou similares, o qual pode ser amido modificado ou não modificado obtido a partir de cereais ou de tubérculos ou as respectivas fracções amilose ou amilopectina. O amido escolhido, sob a forma de uma suspensão aquosa, com uma concentração de até cerca de 30 % em peso de sólidos, é normalmente liquefeito, por exemplo, mediante gelatinização ou tratamento com uma enzima de liquefação, tal como a enzima alfa-amilase bacteriana, e em seguida submetido a um tratamento com uma enzima transglicosilase para se obter as ciclodextrinas. A quantidade de cada uma

das alfa-, beta-, e gama-ciclodextrinas pode variar em função do amido escolhido, da enzima transglicolase escolhida e das condições de processamento.

Na literatura descreve-se a precipitação e separação das diferentes ciclodextrinas utilizando sistemas de dissolventes, compostos de inclusão, tais como, tricloroetileno, e sistemas não dissolventes utilizando resinas permutadoras de iões escolhidas. As ciclodextrinas individuais, bem como as respectivas misturas, estão comercializadas. A beta-ciclodextrina é a forma mais geralmente utilizada e conhecida para a utilização na produção de produtos farmacêuticos e alimentares.

A capacidade das ciclodextrinas formarem complexos de inclusão com compostos orgânicos, aumentando assim a solubilidade na água do composto orgânico, é já conhecida. W. Saenger e A. Muller-Fahrnow em "Ciclodextrinas Increase Surface Tension and Critical Micelle Concentrations of Detergent Solutions", Agnew. Chem. Int. Ed. Engl., 27(3) (1988) 393 - 394 discutem a capacidade da cavidade hidrófoba central dos compostos que contêm ciclodextrinas para alojar a parte alifática hidrófoba de uma molécula de detergente com um diâmetro de cerca de 5 Angstroms. Os estudos efectuados com esses detergentes mostraram que as ciclodextrinas são capazes de aumentar a tensão superficial da molécula do detergente e deslocar a concentração crítica de micelas do detergente para um valor superior, tornando assim

o detergente mais solúvel na água. Foi sugerido que isto é benéfico nos casos em que é necessário destruir as micelas ou em que é necessário aumentar a tensão superficial, como, por exemplo, para evitar a formação de espuma.

Na patente de invenção britânica A-2 189 245, intitulada "Producing Modified Cyclodextrins", publicada a 21 de Outubro de 1987 e cedida à American Maize-Products Company, descreve-se um processo para aumentar a solubilidade das ciclodextrinas na água. Este processo compreende a modificação da estrutura do anel com carbonatos de alquilenos e de preferência carbonato de etileno para se obter éteres hidroxietílicos.

A requerente descobriu que as ciclodextrinas podem ser absorvidas pelas partes hidrófobas dos agentes espessantes associativos uma vez que podem absorver-se ou formar complexos com espécies hidrófobas. A absorção das ciclodextrinas nas partes hidrófobas dos agentes espessantes associativos provoca a supressão da viscosidade de uma solução aquosa que contenha um agente espessante associativo. Descobriu-se que os compostos que contêm ciclodextrinas podem ser facilmente desabsorvidas ou descomplexadas do agente espessante associativo mediante adição de um outro produto que tenha afinidade para a ciclodextrina.

A requerente descobriu que é possível utilizar eficazmente como agentes supressores da viscosidade transiente para

agentes espessantes associativos hidrófobos não apenas as alfa-, beta-, e gama-ciclodextrinas mas também ciclodextrinas modificadas, tais como, por exemplo, as ciclodextrinas preparadas pelo processo descrito na patente de invenção britânica A-2 189 245, que são mais solúveis na água do que as ciclodextrinas não modificadas. De facto, a requerente descobriu ser preferível utilizar hidroxietil- ou hidroxipropil-ciclodextrinas com um maior grau de solubilidade na água do que as ciclodextrinas não modificadas para utilização com soluções aquosas contendo concentrações elevadas de agente espessante associativo.

A ciclodextrina não modificada menos solúvel na água é a beta-ciclodextrina. O limite de solubilidade na água da beta-ciclodextrina é de cerca de 2 g por 100 g de água. Isto limita a concentração de beta-ciclodextrina que pode ser utilizada para suprimir a viscosidade de uma solução aquosa que contenha um agente espessante associativo. Dado que a viscosidade de uma solução aquosa contendo um agente espessante associativo aumenta com a concentração de sólidos do agente espessante associativo, o limite de solubilidade da ciclodextrina determina a quantidade máxima de ciclodextrina que pode ser adicionada à solução sem originar a formação de sólidos indesejáveis. Se a concentração máxima de um agente supressor da viscosidade necessária para reduzir a viscosidade de uma solução aquosa que contenha um agente espessante associativo até um valor da viscosidade manuseável, tal como, por exemplo, uma viscosidade de

cerca de 2 000 cps, exceder o limite de solubilidade do aditivo na água, então o aditivo não é eficaz como aditivo supressor da viscosidade. Por outras palavras, a eficácia de uma ciclodextrina como aditivo supressor da viscosidade é função do limite de solubilidade da ciclodextrina e do teor de sólidos do agente espessante associativo na solução aquosa. Quanto mais elevado for o teor de sólidos do agente espessante associativo maior será a viscosidade da solução aquosa que o contém e, do mesmo modo, maior será a concentração de ciclodextrina que será necessária adicionar para reduzir a viscosidade até um valor de viscosidade manuseável. Esta relação entre o limite de solubilidade da ciclodextrina e a viscosidade de uma solução aquosa que contenha um agente espessante associativo é crítica para a escolha da ciclodextrina eficaz na utilização como aditivo supressor da viscosidade. Tal como se descreve com maior pormenor a seguir, esta relação favorece a selecção de ciclodextrinas não modificadas diferentes da beta-ciclodextrina e aditivos de ciclodextrina modificada com maior solubilidade na água nos casos em que as soluções aquosas contêm elevadas concentrações de sólidos de agentes espessantes associativos.

A requerente descobriu que a utilização de beta-ciclodextrina e dos seus derivados etoxilado e propoxilado é vantajosa para a preparação de composições de tintas de látex, para se obter um certo número de efeitos, tais como, por exemplo: permitir a obtenção de uma solução com alto teor de sólidos e

de baixa viscosidade do agente espessante sem utilizar um dissolvente supressor da viscosidade; facilitar a incorporação nos sistemas aquosos de agentes espessantes associativos modificados por hidrofobia que tenham uma fraca solubilidade na água; reduzir a diminuição de viscosidade nas composições que contenham um agente espessante associativo, após a adição de corantes ou agentes tensioactivos à composição; melhorar a eficácia do agente espessante associativo propriamente dito, reduzindo assim a quantidade de agente espessante necessária para conseguir uma dada viscosidade da tinta; reduzir a formação de espuma na tinta, com ou sem agente espessante associativo, o que é especialmente desejável quando a tinta se destina a ser aplicada com um rolo; e reduzir os problemas com a formação de cor provocados pelos agentes tensioactivos em algumas composições.

Em soluções aquosas contendo baixas concentrações de sólidos de agente espessante associativo, por exemplo da ordem de cerca de 3 % em peso, a requerente descobriu que as ciclodextrinas não modificadas, incluindo a beta-ciclodextrina, são eficazes como aditivos supressores da viscosidade, enquanto nas soluções aquosas contendo altas concentrações de sólidos de agentes espessantes associativos, por exemplo cerca de 10 % em peso ou mais, são preferíveis as ciclodextrinas modificadas, tendo uma solubilidade na água aumentada da ordem de cerca de 50 g por 100 g de água.

Tal como se ilustra nos Exemplos que se seguem, a requerente descobriu que podem obter-se viscosidades manuseáveis com agentes espessantes associativos do tipo poliuretano, para baixas concentrações de sólidos compreendidas entre cerca de 3 % e 12 % em peso, utilizando cerca de 0,5 % a 2 % de uma beta-ciclodextrina que tenha uma solubilidade na água de 2 g por 100 g de água. Podem também utilizar-se eficazmente as ciclodextrinas modificadas com agentes espessantes associativos de baixo teor de sólidos, tais como, por exemplo, as hidroxietil- ou hidroxipropil-ciclodextrinas. No caso dos agentes espessantes associativos com elevado teor de sólidos contendo aproximadamente 20 % em peso de um agente associativo de uretano, a requerente descobriu que apenas as ciclodextrinas modificadas são aditivos supressores da viscosidade eficazes, visto que as concentrações que é necessário utilizar excedem os limites de solubilidade na água das ciclodextrinas não modificadas. No caso dos agentes espessantes associativos do tipo uretano de alto teor de sólidos, a requerente descobriu ser necessário utilizar cerca de 10 % de ciclodextrinas modificadas para conseguir valores de viscosidade utilizáveis.

A capacidade para descomplexar o aditivo de ciclodextrina do agente espessante associativo hidrófobo é exactamente tão importante como a capacidade da ciclodextrina para absorver ou complexar o agente espessante associativo no primeiro passo.

É crítico que a ciclodextrina se descomplexe ou se desabsorva das partes hidrófobas da molécula do agente espessante associativo com objectivo de permitir ao agente espessante efectuar a sua função de aumento de viscosidade pretendida no sistema aquoso, ao qual se adiciona a solução de agente espessante associativo.

A requerente descobriu que as ciclodextrinas são facilmente desabsorvidas ou descomplexadas dos agentes espessantes associativos hidrófobos simplesmente mediante adição de uma substância que tenha afinidade para a ciclodextrina. A este respeito, a requerente descobriu que os agentes tensioactivos convencionais normalmente utilizados nos sistemas de revestimento aquosos, tais como, por exemplo, agentes tensioactivos aniónicos como o lauril-sulfato de sódio, e agentes tensioactivos não iónicos, tais como, por exemplo, Igepal CO-660 (o Igepal CO-660, que é uma marca comercial de Dorset Inc., é um etoxilato de nonilfenol com 10 moles) e agentes tensioactivos catiónicos, podem ser utilizados para descomplexar ou desabsorver a ciclodextrina. Podem também utilizar-se para este fim outros dissolventes orgânicos solúveis na água, tais como, por exemplo, etanol e Texanol (acetato de 2,2,4-trimetil-3-hidroxipentilo).

A requerente descobriu que é preferível utilizar cerca de 1 mole do agente descomplexante por mole de ciclodex-

trina adicionada à solução de agente espessante associativo com o objectivo de conseguir uma completa desabsorção ou descomplexação. Tanto o mecanismo de complexação como o de descomplexação são facilmente realizados mediante adição dos reagentes com mistura. Não é necessário efectuar quaisquer passos de purificação ou separação especiais.

Em experiências com certas composições de tintas de látex, a requerente descobriu inesperadamente que não é necessário adicionar mais agente tensioactivo para efectuar o processo de descomplexação, verificando-se serem suficientes os agentes tensioactivos de formulação já presentes na tinta. Quando se adicionam agentes espessantes modificados com ciclodextrina à composição da tinta em quantidades iguais às do componente agente espessante da formulação, obtêm-se composições modificadas com ciclodextrina que apresentam uma eficiência ligeiramente maior (viscosidade Krebs-Stormer equilibrada mais elevada) do que as composições que contêm agente espessante não modificado. A formulação de agentes tensioactivos na tinta tende a suprimir o desenvolvimento do espessamento associativo. Deste modo, a formação do complexo agente tensioactivo-ciclodextrina, que ocorre quando o agente espessante é activado, reduz a concentração de agente tensioactivo eficaz na composição, aumentando assim a viscosidade equilibrada. A adição à ciclodextrina de mais agentes tensioactivos num largo intervalo de equilíbrios hidrofília-hidrofobia (HLB) e 1 a 5 equivalentes

molares de agente tensioactivo, provoca uma diminuição da viscosidade. Estes agentes espessantes modificados com ciclodextrina, especialmente as ciclodextrinas modificadas com propoxilato, são menos afectados pela adição de agente tensioactivo.

O efeito de estabilização da viscosidade das ciclodextrinas pode ser ainda utilizado mediante pós-adição das ciclodextrinas à composição espessada associativamente. Tal como se demonstra no Exemplo 9 ilustrativo que se apresenta a seguir, a perda de viscosidade que ocorre mediante a adição de corante previamente disperso à composição é reduzida mediante aumento dos níveis de ciclodextrinas. Os dados apresentados no Exemplo 9 demonstram claramente que a instabilidade de viscosidade própria neste tipo de agente espessante associativo pode ser reduzida mediante pós-adição de ciclodextrinas, tornando assim o agente espessante menos sensível à composição.

Uma das limitações na química dos agentes espessantes associativos é a possibilidade de actuar sobre o tamanho da parte hidrófoba em relação à estrutura hidrófila da molécula. À medida que a parte hidrófoba aumenta, torna-se mais associativa e assim mais eficaz. No entanto, há uma limitação prática quando o agente espessante deixa de poder ser incorporado na fase aquosa da tinta. Na tecnologia dos agentes espessantes associativos correntes, a incorporação do agente espessante em muitas composições é indesejavelmente lenta. A requerente

descobriu que é possível aumentar a velocidade de incorporação do agente espessante mediante incorporação de ciclodextrina, tal como se ilustra nos Exemplos apresentados a seguir. Para conseguir este efeito, adicionaram-se agente espessante modificado com ciclodextrina e agente espessante não modificado a composições separadas e determinou-se o tempo necessário para dissolver o agente espessante em cada formulação, sob condições de agitação semelhantes para ambos os agentes espessantes. Os resultados mostraram que os agentes espessantes modificados com ciclodextrinas são incorporados em um quarto do tempo necessário para o agente espessante não modificado.

O efeito complexante de agentes tensioactivos das ciclodextrinas pode também ser benéfico para a obtenção de outras propriedades diferentes da modificação reológica.

Por exemplo, tipicamente quando se preparam tintas coradas, a composição da formulação, especificamente os agentes tensioactivos, deverá ser modificada de modo a manter a estabilidade da dispersão do corante sem afectar desfavoravelmente a dispersão dos restantes componentes. Em algumas composições, os componentes da tinta, tais como o veículo látex, introduzem um agente tensioactivo incompatível na composição. Para corrigir isto, adicionam-se outros agentes tensioactivos à composição para compatibilizar o sistema. Embora sejam eficazes para compatibilizar o sistema, estes agentes tensioactivos podem afectar

desfavoravelmente as características de sensibilidade à água e de formação de espuma da composição. Nos exemplos ilustrativos que se apresentam a seguir, a requerente demonstrou que as ciclodextrinas são utilizáveis para melhorar a compatibilidade de um corante sem a necessidade de juntar outros agentes tensioactivos.

O efeito complexante de agentes tensioactivos das ciclodextrinas é também benéfico para a obtenção das restantes propriedades. Por exemplo, deve actuar-se contra a formação de espuma na tinta obtida devido à elevada quantidade de agente tensioactivo necessária para preparar muitos veículos de tinta de látex. As tecnologias usuais para a diminuição da formação de espuma têm uma eficácia limitada devido aos problemas de formulação e de aplicação que podem causar. Quando se utiliza uma ciclodextrina, que pode ser modificada ou não, tal como, por exemplo, ciclodextrinas etoxiladas, a tendência para a formação de espuma das composições diminuiu sem ocorrência de qualquer fenómeno adverso, tal como defeitos de superfície.

A presente invenção será em seguida descrita unicamente por meio de exemplos.

EXEMPLO 1 : Baixo teor de sólidos.

Este Exemplo demonstra a eficácia da beta-ciclodextrina para suprimir a viscosidade de uma solução aquosa de um agente espessante associativo de poliuretano (Rohm and Haas Company, QR-708) com um baixo teor de sólidos de 3 % em peso (3 g de QR-708 sólido em 97 g de água). Prepara-se a solução aquosa do agente espessante associativo do seguinte modo: adicionam-se diversas quantidades de beta-ciclodextrina (American Maize Company) a alíquotas da solução de agente espessante associativo (3 g de QR-708 sólido em 97 g de água) misturando num recipiente num aparelho de agitação durante 4 horas e deixando em repouso durante uma noite. Determina-se a viscosidade de cada uma das soluções com auxílio de um viscosímetro de Brookfield (veio número 4) a 30 rpm. No Quadro 1 apresentam-se os resultados da adição de beta-ciclodextrina às soluções de agente espessante associativo.

QUADRO 1

Amostra	beta-ciclodextrina (gramas)	viscosidade (cps)
1	0	210
2	0,0009	210
3	0,0117	192
4	0,0512	196
5	0,1010	204
6	0,1996	177
7	0,3030	108
8	0,4016	35
9	0,5056	14
10	1,0077	7

Os resultados mostram que a viscosidade da solução de agente espessante associativo diminuiu regularmente à medida que a quantidade de ciclodextrina aumenta.

EXEMPLO 2 : Recuperação da viscosidade: agentes tensioativos aniônicos e não iônicos.

Em seguida a requerente determinou se era possível recuperar a viscosidade das soluções aquosas que continham 3 %

de QR-708 (3 g de QR-708 sólido em 97 g de água) e 1 g de beta-ciclodextrina até ao valor inicial da viscosidade de uma solução a 3 % de QR-708, mediante adição de lauril-sulfato de sódio ("SLS", 28 %). Com este objectivo, a requerente mediu a viscosidade da solução do modo descrito no Exemplo 1 em função da quantidade de SLS adicionada. Os resultados indicam-se no Quadro 2.

QUADRO 2

Amostra	SLS (gramas)	viscosidade (cps)
11	0,01	10
12	0,09	10
13	0,47	48
14	0,89	191

Os resultados demonstram que a viscosidade inicial da solução é recuperada mediante a adição de 0,25 g de sólidos SLS (0,89 g de SLS a 28 %), o que é equivalente a 1 mole de SLS por mole de beta-ciclodextrina adicionada.

Repetiu-se esta experiência utilizando um agente tensioactivo não iónico, o Igepal CO-660. Os resultados apresentaram-se no Quadro 3.

QUADRO 3

Amostra	Igepal CO-660 (gramas)	viscosidade (cps)
15	0,29	50
16	0,58	725

Estes resultados mostram que a viscosidade inicial é recuperada mediante a adição de 0,58 g de agente tensioactivo não iónico, o que é equivalente a 1 mole por mole de beta-ciclodextrina.

EXEMPLO 3 : Recuperação da viscosidade: agentes tensioactivos catiónicos e dissolventes orgânicos.

Adicionaram-se as quantidades indicadas a seguir de um agente tensioactivo catiónico 18/25 (que é o Ethoquad, que é uma marca comercial registada de Akzo Chemicals Inc. e quimicamente é o cloreto de metilpolioxietileno-(15)octadecil-amónio) a uma solução de 3 g de um QR-708 com 100 % de sólidos (3 g de sólidos QR-708 em 97 g de água) e 1 g de beta-ciclodextrina (comercializada por American Maize) em 97 g de água deionizada (DI). Os resultados apresentam-se no Quadro 4.

QUADRO 4

Amostra	Agente tensioactivo catiônico	18/25	viscosidade, cps	Veio Nº
17				
comparativo	0	g	5	1
18	0,23	g	11	1
19	0,45	g	123	1
20	0,68	g	484	3
21	0,91	g	1 060	4

As viscosidades foram determinadas com um viscosímetro de Brookfield a 30 rpm utilizando os veios cujos números se indicaram no Quadro anterior.

Os resultados mostram que a viscosidade inicial é recuperada mediante a adição de 0,91 g de um agente tensioactivo catiônico.

Além disso, a capacidade do dissolvente orgânico para recuperar a viscosidade inicial foi também analisada utilizando Texanol (acetato de 2,2,4-trimetil-3-hidroxipentilo; Texanol é uma marca comercial de Texaco) e propilenoglicol. Os resultados apresentam-se no Quadro 5.

QUADRO 5

Amostra	Texanol (gramas)	Propilenoglicol (gramas)	Viscosidade (cps)
22	0,10	----	18
23	0,19	----	299
24	----	0,03	7
25	----	0,07	6
26	----	0,14	6
27	----	0,21	8

Os resultados mostram que, neste exemplo particular, os dissolventes orgânicos são menos eficazes do que qualquer dos agentes tensioactivos para a recuperação da viscosidade inicial; e que o Texanol é utilizável e o propilenoglicol não.

EXEMPLO 4 : Alto teor de sólidos.

Este Exemplo demonstra a eficácia da beta-ciclodextrina como aditivo supressor da viscosidade para soluções de agente espessante de uretano com elevado teor de sólidos. Preparou-se uma série de amostras contendo 0 g, 1,5 g e 2 g de beta-ciclodextrina e concentrações variáveis de agente espessante

associativo de uretano (o peso total da solução é de 100 g), de acordo com o procedimento descrito no Exemplo 1. No Quadro 6 apresentam-se os valores da viscosidade para as diversas soluções.

QUADRO 6

Amostra	Beta-ciclodextrina (gramas)	QR-708 % de sólidos	Viscosidade (cps)
28 comparativo	0	3	1 180
29 "	0	5	3 500
30 "	0	7,5	44 700
31 "	0	10	154 800
32 "	0	12,5	353 600
33 "	0	15	454 000
34 "	0	17,5	665 000
35 "	0	20	870 000
36	1,5	3	60
37	1,5	5	70
38	1,5	7,5	4 750
39	1,5	10	4 750
40	1,5	12,5	20 150
41	1,5	15	40 000
42	1,5	17,5	214 000

QUADRO 6 (continuação)

43	1,5	20	478 000
44	2,0	3	7
45	2,0	5	12
46	2,0	7,5	35
47	2,0	10	1 050
48	2,0	12,5	15 650
49	2,0	15	27 800
50	2,0	17,5	86 900
51	2,0	20	240 800

Os resultados indicam que é possível obter uma viscosidade de cerca de 2000 cps com cerca de 10 % de sólidos QR-708 utilizando 2 g de beta-ciclodextrina, enquanto este valor de viscosidade é atingido com cerca de 7 % de sólidos utilizando 1,5 g de beta-ciclodextrina.

EXEMPLO 5 : alfa- e gama-ciclodextrinas.

Este Exemplo demonstra a eficácia da alfa-ciclodextrina e da gama-ciclodextrina como aditivos supressores da viscosidade para agentes espessantes associativos de uretano.

A soluções contendo 3 g de QR-708 (100 % sólidos) adicionaram-se os produtos indicados nos Quadros 7 e 8, respec-

tivamente. Em seguida, cobriram-se as amostras e agitaram-se durante 3 horas e depois colocaram-se num banho de água à temperatura de 25° C durante 16 horas. Em seguida, determinou-se a viscosidade de cada amostra com o auxílio de um viscosímetro de Brookfield, a 30 rpm, utilizando o veio cujo número se indica.

QUADRO 7

Alfa-ciclodextrina

Amostra	Alfa-ciclodextrina (gramas)	Água desio nizada (gramas)	Viscosi- dade (cps)	Veio Nº
52 comparativo	0	97,00	1 540	4
53	0,10	96,90	900	4
54	0,25	96,75	172	3
55	0,50	96,50	14	2
56	1,00	96,00	4	1

QUADRO 8

Amostra	Gama-ciclodextrina			Veio Nº
	Gama-ciclodex- trina (gramas)	Água desio- nizada	Viscosidade (cps)	
57 comparativo	0	97,00	1 540	4
58	0,10	96,90	1 340	4
59	0,25	96,75	1 096	3
60	1,00	96,00	114	2

Os resultados mostram que a viscosidade das soluções de agente espessante associativo diminuiu regularmente à medida que aumenta a quantidade de alfa- ou gama-ciclodextrina.

EXEMPLO 6 : Derivados de ciclodextrina.

Este Exemplo ilustra a utilização de ciclodextrinas modificadas como aditivos supressores da viscosidade para agentes espessantes associativos de uretano tanto de baixo teor de sólidos como de alto teor de sólidos. As ciclodextrinas utilizadas foram ciclodextrinas etoxiladas (EO-CD) e beta-ciclodextrinas propoxiladas (PO-CD) adquiridas a American Maize Company. Prepararam-se as soluções e determinaram-se as viscosi-

dades utilizando o procedimento do Exemplo 1 (o peso total da solução era de 100 g). Os resultados apresentam-se no Quadro 9.

QUADRO 9

ciclodextrinas modificadas

Amostra	Tipo de ciclodextrina (gramas)	QR-708 % sólidos	Viscosidade (cps)
61			
comparativo	0 EO-CD	3	1 364
62	0,1	3	1 436
63	0,2	3	1 184
64	0,5	3	584
65	1,0	3	6
66	0 EO-CD	20	313 600
comparativo			
67	2	20	298 400
68	4	20	181 600
69	5	20	135 200
70	6	20	36 400
71	7	20	20 400
72	8	20	2 984
73	10	20	684
74	2 PO-CD	20	528 000
75	4	20	133 200
76	6	20	9 600
77	8	20	760
78	10	20	460

Os resultados mostram que a viscosidade das soluções de agente espessante associativo diminuiu regularmente à medida que aumenta a quantidade de EO-CD ou PO-CD.

EXEMPLO 7 : Outros agentes espessantes associativos.

Este Exemplo demonstra a utilidade dos aditivos de ciclodextrina como supressores da viscosidade para soluções aquosas que contêm outros tipos de agentes espessantes associativos.

Os agentes espessantes utilizados nesta experiência foram: Acrysol TT-935 (Rohm and Haas Company), que é um agente espessante em emulsão solúvel nos álcalis modificado por hidrofobia; e Natrosol Plus, que é um agente espessante de hidroxietilcelulose modificado por hidrofobia (Natrosol Plus é comercializado por Aqualon). Avaliou-se também um agente espessante de hidroxietilcelulose (não hidrófobo) não modificado (HEC). Prepararam-se soluções aquosas de cada um destes agentes espessantes a várias concentrações e adicionou-se o aditivo de beta-ciclodextrina tal como se descreveu no Exemplo 1. As viscosidades das soluções foram determinadas do modo descrito no Exemplo 1 apresentando-se os resultados no Quadro 10.

QUADRO 10

OUTROS AGENTES ESPESSANTES ASSOCIATIVOS

Amostra	Beta-ciclodex- trina (gramas)	Agente espessante associativo (gramas e tipo)	Viscosidade (cps)
79 comparativo	0	2,0 TT-935 sólido*	411
80	0,25	" "	146
81	0,5	" "	99
82	0,75	" "	33
83	1,0	" "	21
84 comparativo	0	3 Nat. Plus**	4 240
85	0,25	" "	1 380
86	0,50	" "	400
87	0,75	" "	221
88	1,0	" "	165
89 comparativo	0	3 HEC***	3 520
90	0,25	" "	4 680
91	0,50	" "	5 120
92	0,75	" "	4 720
93	1,0	" "	4 880

* (solução a 1 %) em 0,8 g de NaOH a 50 % em peso e 197,2 g de água

** (solução a 1,5 %) em 197 g de água

*** (solução a 1,5 %) em 197 g de água

Os resultados mostram que a beta-ciclodextrina reduz a viscosidade destes dois agentes espessantes modificados por hidrofobia, o TT-935 e o Natrosol Plus, mas não afecta a viscosidade de um agente espessante de hidroxietilcelulose não hidrófobo (HEC).

EXEMPLO 8 : Tinta de látex.

Este Exemplo demonstra a utilização de aditivos de ciclodextrina em composições de tintas de látex aquosas contendo agentes espessantes associativos. Indica-se a composição da formulação de tinta de látex utilizada neste Exemplo no Quadro 11 a seguir e apresentando-se os resultados no Quadro 12 a seguir, no qual BCD significa beta-ciclodextrina, E-BCD significa beta-ciclodextrina etoxilada e P-BCD significa beta-ciclodextrina propoxilada e HEUR é um controlo e corresponde ao agente espessante não modificado QR-708, que é um modificador da reologia de uretano etoxilado modificado por hidrofobia.

QUADRO 11

COMPOSIÇÃO DE TINTA DE LÁTEX Nº 1

Produto	kg	(Libras)
Propilenoglicol	31,75	(70,00)
Dispersante Tamol SG-1 (35 %)	5,44	(12,00)
Agente anti-espuma VL	0,45	(1,00)
Água	20,41	(45,00)
Dióxido de titânio Pure-R-900	95,26	(210,00)
Argila da China	39,92	(88,00)
Água	52,94	(116,70)
Texanol	5,17	(11,40)
Ligante acrílico AC-64	171,46	(378,00)
Foamaster VL	1,36	(3,00)
Água	19,05	(42,00)
Agente espessante mais água	42,09	(92,80)
PVC = 29,81, volume de sólidos = 34,86		

(TAMOL SG-1, que é uma marca comercial de Rhom and Haas, é um sal de amônio de polielectrólito carboxilado (35 % de sólidos) e é utilizado como um dispersante dos pigmentos; Foamaster VL, que é uma marca comercial de Oxy Process Chemicals, é um produto com propriedades anti-espuma; e Texanol, que é uma marca comercial da Texaco, é o acetato de 2,2,4-trimetil-3-hidroxipentilo).

QUADRO 12

EFICIÊNCIA DE ESPESAMENTO NA TINTA DE LÁTEX
 EFEITOS DA ADIÇÃO DE AGENTE TENSIOACTIVO
 TIPO DE AGENTE ESPESSANTE

	HEUR	BCD	E-BCD	P-BCD
Controlo				
Quantidade de agente espessante requerida	$2,72 \times 10^{-3}$	$2,72 \times 10^{-3}$	$2,72 \times 10^{-3}$	$2,72 \times 10^{-3}$
kg/l seco				
(lbs seco/100 gal)	(2,27)	(2,27)	(2,27)	(2,27)
(com base no componente agente espessante)				
Viscosidade - KU equil	102	110	111	105
- ICI	0,8	0,8	0,8	0,8

Adição de Agente Tensioactivo

	Variação de viscosidade (KU)			
Triton X-45				
1 mole equiv.	-5	-4	-5	-3
2	-11	-2	-1	-2
5	-17	-6	-7	-3

QUADRO 12 (continuação)

	Variação de viscosidade (KU)	
Triton X-100		
1 mole equiv.	-9	-4
2	-27	-6
5	-35	-13
Triton X-405		
1 mole equiv.	-19	-8
2	-34	-12
5	-39	-26

Adicionaram-se os agentes espessantes modificados de ciclodextrina à composição de tinta com concentrações iguais às do componente agente espessante da composição. Os agentes espessantes modificados com as ciclodextrinas BCD, E-BCD e P-BCD (BCD significa beta-ciclodextrina, E-BCD significa beta-ciclodextrina etoxilada e P-BCD significa beta-ciclodextrina propoxilada) demonstraram melhor eficiência (viscosidade de Krebs-Stormer equilibrada mais elevada) do que o controle de agente espessante não modificado HEUR (que é QR-708, um modificador da reologia de uretano etoxilado modificado por hidrofobia). A adição de outros agentes tensioactivos Triton X-45 (5 unidades de EO, octilfenol etoxilado), Triton X-100 (9,5 unidades EO) e Triton X-405 (40 unidades de EO) ao longo de um largo intervalo de HLB e 1 a 5 equivalentes molares de agente tensioactivo às composições que contêm ciclodextrina provoca uma diminuição da viscosidade.

EXEMPLO 9 : Tinta de látex: Pós-adição de ciclodextrinas.

Este Exemplo demonstra que o efeito de estabilização da viscosidade da ciclodextrina pode ser também utilizado mediante pós-adição de ciclodextrinas a uma composição de tinta espessada associativamente.

A tinta de látex utilizada neste Exemplo tem a composição indicada no Quadro 13.

QUADRO 13

COMPOSIÇÃO DE TINTA DE LÁTEX Nº 2

Produto	Quantidade	
	kg	(libras)
Água	48,39	(106,7)
Tamol 731 (25 %), dispersante	5,22	(11,5)
Propilenoglicol	11,34	(25,0)
Patcote 810 (anti-espuma)	0,91	(2,0)
Dióxido de titânio Pure R-900	113,4	(250,0)
Optiwhite (argila da China)	45,36	(100,0)
Attagel 50 (argila de atapulgite)	2,27	(5,0)
Ligante polimérico AC-64	158,76	(350,00)
Texanol	4,81	(10,60)
Patcote 801	1,81	(4,00)
Agente espessante mais água	106,46	(234,70)

PVC = 36,8, volume de sólidos = 35,86

(Patcote, que é uma marca comercial de Pacto Designed Chemicals, é um agente anti-espuma; e Attagel, que é uma marca comercial de Phibro Corp., é uma argila coloidal).

Efectuou-se o espessamento da composição de tinta de látex Nº 2 até uma viscosidade de 110 unidades Krebs com um modificador da reologia de uretano etoxilado modificado por hidrofobia. Às amostras de tinta espessada, adicionou-se depois uma quantidade equivalente compreendida entre 0 e 4,53 kg (0 a 10 libras) de ciclodextrina por 378 litros (100 galões) da tinta. Em seguida, corou-se cada uma das tintas até um equivalente de 59 ml (2 onças fluidas) de corante de negro de fumo previamente disperso por 3,78 litros (por galão) de tinta. Depois de agitar, efectuou-se de novo a determinação da viscosidade Krebs-Stormer de cada amostra de tinta. Utilizou-se a diferença entre a viscosidade inicial e a viscosidade depois da adição do corante como uma medida da estabilidade. No Quadro 14 apresentam-se os resultados desta determinação.

QUADRO 14

ESTABILIDADE DA VISCOSIDADE APÓS A ADIÇÃO DE CORANTE

Quantidade de aditivo		Variação de viscosidade (KU)
kg/l	(lbs/100 gal)	
-----		-----
0 kg	0 lbs beta CD	-34
1,1 x 10 ⁻³	(1)	-27
3,57 x 10 ⁻³	(3)	-12
5,95 x 10 ⁻³	(5)	-3
8,33 x 10 ⁻³	(7)	+4
11,9 x 10 ⁻³	(10)	+4
0 kg	0 lbs beta-CD etoxilato	-34
1,19 x 10 ⁻³	(1)	-25
3,57 x 10 ⁻³	(3)	-14
5,95 x 10 ⁻³	(5)	-3
8,33 x 10 ⁻³	(7)	+4
11,9 x 10 ⁻³	(10)	+8
0 lbs beta-CD propoxilato		-34
1,19 x 10 ⁻³	(1)	-25
3,57 x 10 ⁻³	(3)	-8
5,95 x 10 ⁻³	(5)	+1
8,33 x 10 ⁻³	(7)	+4
11,9 x 10 ⁻³	(10)	+5

EXEMPLO 10 : Tempo para incorporar o agente espessante associativo.

Este Exemplo demonstra a capacidade das ciclodextrinas para reduzir o tempo necessário para a incorporação de agentes espessantes associativos numa composição de tinta de látex. Adicionou-se o agente espessante associativo à composição de tinta de látex Nº 1 (ver Quadro 11) e agitou-se. Mediu-se o tempo necessário para dissolver o agente espessante na tinta. Os resultados apresentam-se no Quadro 15.

QUADRO 15

VELOCIDADE DE INCORPORAÇÃO DO AGENTE ESPESSANTE

Agente espessante -----	Tempo para incorporação (minutos) -----
HEUR (uretano etoxilado modificado por hidrofobia, modificador da reologia - controlo)	120
Beta-ciclodextrina	29
Beta-ciclodextrina etoxilada	27
Beta-ciclodextrina propoxilada	29

EXEMPLO 11 : Compatibilidade do corante.

Preparou-se uma composição de base corada (composição de tinta Nº 3: Quadro 16) com e sem outros agentes tensioactivos estabilizantes do corante. Às tintas preparadas sem agente tensioactivo, a requerente adicionou um equivalente de 0 a 4,53 kg (0 a 10 lbs) de ciclodextrina etoxilada por 378,5 litros (100 galões) de tinta. Após o equilíbrio, aplicaram-se as tintas sobre um cartão branco selado Leneta WB utilizando um aplicador Bird 3 mil (0,00762 mm). Deixaram-se secar as películas de tinta à temperatura de 25° C (77° F) e com 1 unidade relativa de 50 % durante 4 dias. Depois de completada a secagem, aplicaram-se cerca de 10 g da mesma tinta sobre uma banda de 7,62 cm (3") de cada cartão com auxílio de um pincel. Continuou a pincelar-se até à secura com o objectivo de proporcionar uma força de corte significativa à tinta que se aplica. Depois de secar durante uma noite à temperatura de 25° C (77° F) e 50 % de humidade relativa, avaliou-se o grau de aceitação da cor de cada uma das tintas medindo a diferença entre a reflectância Y das películas aplicadas com o pincel e com o aparelho Bird, utilizando um reflectómetro de integração esférica. Se o corante e os outros componentes das tintas estiverem adequadamente dispersos, não deverá haver uma alteração da reflectância Y da película dependente da força de corte. Embora não se tenha conseguido uma perfeita aceitação da cor (ver o Quadro 17), os resultados obtidos mostram claramente que a utilização de uma

quantidade equivalente de 2,27 kg (5 lbs) de ciclodextrinas etoxiladas por 378,5 litros (100 galões) proporciona uma melhoria igual à proporcionada por um ou por ambos os agentes tensioactivos indicados na formulação. Embora o defeito na aceitação da cor neste Exemplo seja dificilmente perceptível para um ser humano, a tendência para a melhoria até ao nível de 2,27 kg (5 lbs) foi clara quando se efectuou a determinação.

QUADRO 16

COMPOSIÇÃO DE TINTA Nº 3

Produto	Quantidade	
	kg	(libras)
Introduziram-se os seguintes ingredientes no recipiente :		
Dispersante Tamol 850 (30 %)	4,08	(9,0)
Água	0,91	(2,0)
Propilenoglicol	27,22	(60,0)
agente anti-espuma	0,23	(0,5)
Adicionaram-se os seguintes ingredientes misturando com baixa velocidade :		
Dióxido de titânio rútilo muito brilhante	102,1	(225,0)
Barita (sulfato de bário)	18,14	(40,0)

Em seguida, trituraram-se os ingredientes referidos antes num moinho de velocidade elevada (Cowles 3800 - 4500 ft/minuto, i.e. 1930 - 2286 cm/s) durante 10 a 15 minutos e em seguida misturou-se com os seguintes ingredientes a baixa velocidade de mistura :

	kg	(libras)
Propilenoglicol	43,32	(95,5)
Agente ligante polimérico Rhoplex AC-490 (46,5 %)	238,59	(526,0)
Agente espessante acrílico Acrisol G-110	4,67	(10,3)
"espíritos" minerais	0,45	(1,0)
Água	31,16	(68,7)
Cellosolve de butilo	11,11	(24,5)
Triton N-57, etoxilato de nonilfenol	0,0 ou 1,81	(4,0)
Triton X-207, álcool de poliéter alquilarílico	0,0 ou 1,81	(4,0)
Corante: óxido de ferro vermelho previamente disperso	0,3 g/litros	(4 onças/ /100 galões)

PVC = 23,3 %; volume de sólidos = 33,0 %; brilho (60°) = 40-50.

(Rhoplex, que é uma marca comercial de Rhom and Haas, é um agente ligante polimérico; e Acrisol, que é uma marca comercial de Rhom and Haas, é um agente espessante).

QUADRO 17MODIFICAÇÃO DA ACEITAÇÃO DE COR COM BETA-CICLODEXTRINA ETOXILADA

Agente tensioactivo adicionado para a aceitação de cor	CD etoxilada kg/l (lbs/100gal)		Diferença de reflectância (após corte)
1,81 kg (4lb) Triton N-57 e	0	(0)	0,51
1,81 kg (4lb) Triton X-207	1,19x ⁻³	(1)	0,43
	3,57x ⁻³	(3)	0,52
	5,95x ⁻³	(5)	0,56
	11,9x ⁻³	(10)	0,49
1,81 kg (4lb) Triton N-57	0	(0)	0,33
	1,19x ⁻³	(1)	0,32
	3,57x ⁻³	(3)	0,40
	5,95x ⁻³	(5)	0,35
	11,9x ⁻³	(10)	0,50
1,81 kg (4lb) Triton X-207	0	(0)	0,36
	1,19x ⁻³	(1)	0,36
	5,95x ⁻³	(5)	0,51
	11,9x ⁻³	(10)	0,63
Sem adição de agente tensioactivo	0	(0)	0,49
	1,19x ⁻³	(1)	0,42
	3,57x ⁻³	(3)	0,36
	5,95x ⁻³	(5)	0,32
	11,9x ⁻³	(10)	0,58

EXEMPLO 12 : Redução da formação de espuma na tinta de látex.

Este Exemplo demonstra a utilização de ciclodextrinas para reduzir a formação de espumas em tintas de látex. A composição de tinta de látex utilizada neste Exemplo foi a composição de tinta Nº 4 (Quadro 18).

QUADRO 18**COMPOSIÇÃO DE TINTA Nº 4**

<u>Produto</u>	<u>kg</u>	<u>(libras)</u>
Carbitol de metilo	17,69	(39,0)
Látex acrílico, Rhoplex HG-74 (42,5 %)	271,48	(598,5)
Texanol	16,78	(37,0)
Dowicil 75 pré-misturado	0,45	(1,0)
Água	2,27	(5,0)
Hidróxido de amônio (28 %)	0,91	(2,0)
Água	18,14	(40,0)
Anti-espuma, Foamaster AP	1,91	(4,2)
Negro de fumo, Harshaw W-7012	11,34	(25,0)
Agente espessante acrílico, Acrysol RM-5 (30 %)	10,34	(22,8)
Água pré-misturado	14,61	(32,2)
Hidróxido de amônio (28 %)	0,99	(2,2)
Água	21,27	(46,9)

(Harshaw, que é uma marca comercial Harshaw, é negro de fumo; e Dowicil 75, que é uma marca comercial de Dow, é um agente anti-microbiano).

Para ensaiar esta composição, adicionou-se à tinta uma quantidade equivalente a 0 a 4,54 kg (0 a 10 lbs) de beta-ciclodextrina etoxilada por 378,5 litros (100 galões) de tinta. Depois de se deixar atingir o equilíbrio durante uma noite, aplicaram-se as tintas a um cartão Leneta 12-H-BW selado utilizando um rolo de fibra sintética de pêlo com 7,62 cm, 0,95 cm (3", 3/8"). Deixaram-se secar as películas de tinta às condições ambientes. Avaliaram-se os defeitos de superfície da película mediante determinação de frequência de defeitos numa área quadrada de 2 cm de lado. Os resultados apresentam-se no Quadro 19.

QUADRO 19

DEFEITOS DE SUPERFÍCIE - ENSAIO DE ESPUMA DE ROLLER ADIÇÃO DE BETA-CICLODEXTRINA ETOXILADA

Quantidade de aditivo CD etoxilada kg/l (lbs/100gal)	Formação de espuma (defeitos de superfície/2 cm ²)
0 (0)	5
1,19x10 ⁻³ (1)	2
3,57x10 ⁻³ (3)	1
5,95x10 ⁻³ (5)	0
11,9x10 ⁻³ (10)	0

Os resultados do Quadro 19 mostram que a níveis de 5,95x10⁻³ kg/litro (5 lbs/100 galões) de ciclodextrina etoxilada e a níveis superiores, são eliminados os defeitos devidos à formação de espuma.

REIVINDICAÇÕES

1.- Processo para a preparação de sistemas aquosos, caracterizado pelo facto de se misturar um agente espessante hidrófobo com uma ciclodextrina, estando a quantidade de ciclodextrina compreendida entre cerca de 0,5% e 2% em peso, relativamente ao peso do sistema, se a ciclodextrina for uma ciclodextrina não modificada, e entre cerca de 0,5% e 10% em peso, em relação ao peso do sistema, no caso de uma ciclodextrina modificada; e, opcionalmente, se adicionar depois ao sistema aquoso um agente descomplexante para descomplexar ou desadsorver a ciclodextrina

do agente espessante hidrófobo.

2.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de a ciclodextrina ser alfa-ciclodextrina, beta-ciclodextrina, gama-ciclodextrina, ciclodextrina etolixada ou ciclodextrina propoxilada, de preferência hidroxietilciclodextrina ou hidroxipropilciclodextrina.

3.- Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo facto de se utilizar como agente descomplexante um agente tensioactivo aniónico, um agente tensioactivo não iónico ou um agente tensioactivo catiónico.

4.- Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 3, caracterizado pelo facto de se utilizarem a ciclodextrina e o agente descomplexante em quantidades aproximadamente equimoleculares.

5.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo facto de o agente espessante hidrófobo ser um poliuretano.

6.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo facto de o sistema aquoso ser uma tinta.

7.- Processo para a preparação de agentes espessantes para sistemas aquosos, caracterizado pelo facto de se complexar uma ciclodextrina com um agente espessante hidrófobo.

R E S U M O

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE AGENTES ESPESSANTES APERFEIÇADOS
PARA SISTEMAS AQUOSOS"

Descreve-se um processo para a preparação de sistemas aquosos, que consiste em misturar um agente espessante hidrófobo com uma ciclodextrina, estando a quantidade de ciclodextrina compreendida entre cerca de 0,5% e 2% em peso, relativamente ao peso do sistema, se a ciclodextrina for uma ciclodextrina não modificada, e entre cerca de 0,5% e 10% em peso, em relação ao peso do sistema, no caso de uma ciclodextrina modificada; e, opcionalmente, adicionar depois ao sistema aquoso um agente descomplexante para descomplexar ou desadsorver a ciclodextrina do agente espessante hidrófobo.