

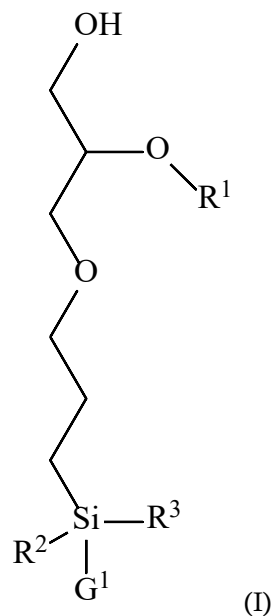
SÍLICE COLOIDAL FUNCIONALIZADA CON POLIOL Y MÉTODOS DE PRODUCCIÓN

ÁMBITO

[0001] La presente tecnología se refiere, en general, a la sílice coloidal funcionalizada, así como a métodos útiles para sintetizar dicha sílice coloidal funcionalizada, incluyendo composiciones que son estables al envejecimiento durante 24 horas o más a una temperatura de 80 °C cuando la composición incluye una solución salina con una fuerza iónica de 0,5 a 3,0.

RESUMEN

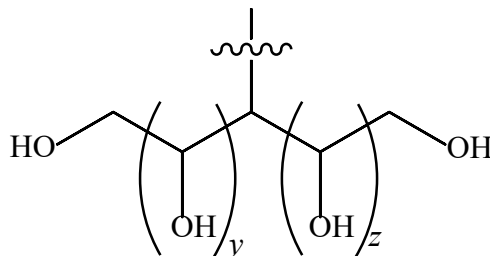
[0002] En un aspecto, la presente tecnología proporciona una composición que incluye agua y sílice coloidal funcionalizada. La sílice coloidal funcionalizada incluye partículas de sílice (donde cada partícula de sílice incluye una superficie) y una unidad estructural según la Fórmula I

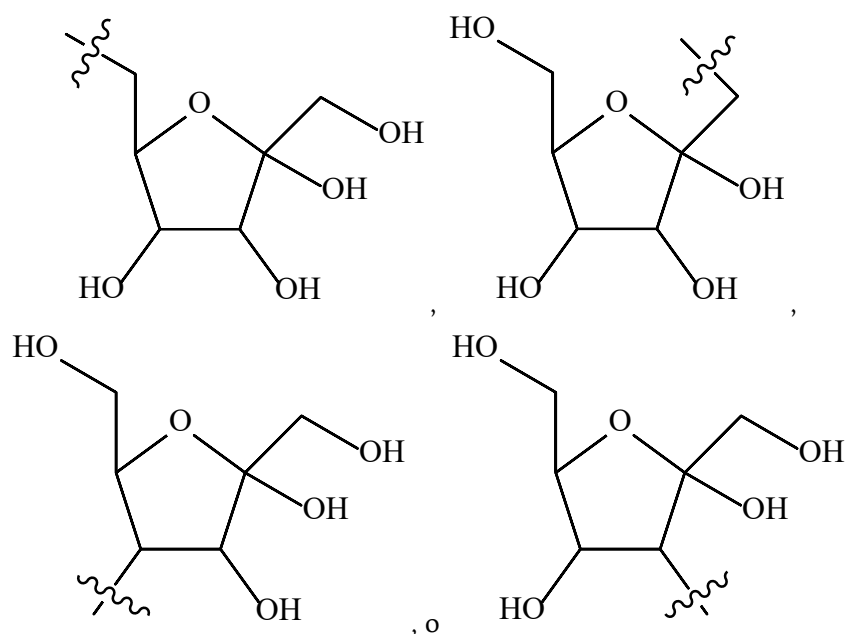
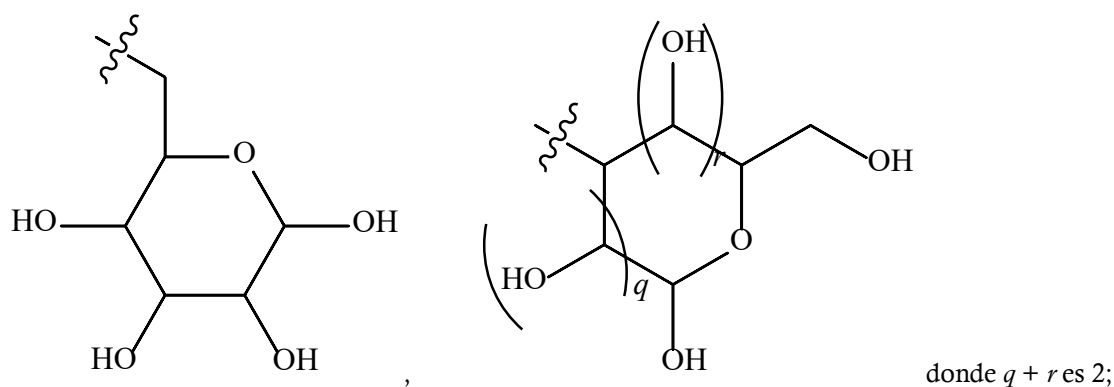


donde

R^1 es

$-\text{CH}_2(\text{CHOH})_x\text{CH}_2\text{OH}$ donde x es 1, 2, 3, 4, 5, o 6,



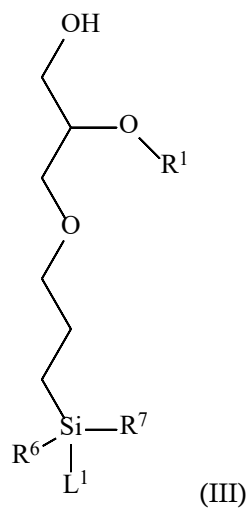


R^2 es un grupo hidroxilo, alcoxi, ariloxi o G^2 ;

R^3 es un grupo hidroxilo, alcoxi, ariloxi o G^3 ; y

G^1 , G^2 y G^3 son, cada uno de forma independiente, un átomo de oxígeno de la superficie de la partícula de sílice, donde G^1 , G^2 y G^3 no son el mismo átomo de oxígeno.

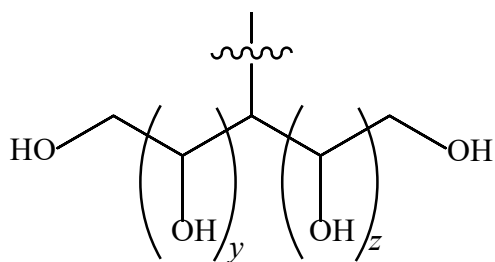
[0003] En otro aspecto, la presente tecnología proporciona un método para fabricar sílice coloidal funcionalizada (por ejemplo, un método para fabricar una composición de cualquier realización aquí descrita). El método incluye poner en contacto sílice coloidal con un silano según la Fórmula III para obtener la sílice coloidal funcionalizada



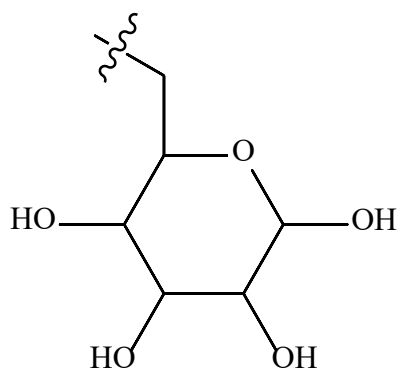
donde

R^1 es

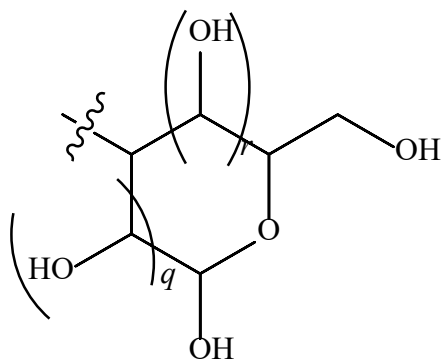
$-\text{CH}_2(\text{CHOH})_x\text{CH}_2\text{OH}$, donde x es 1, 2, 3, 4, 5 o 6,



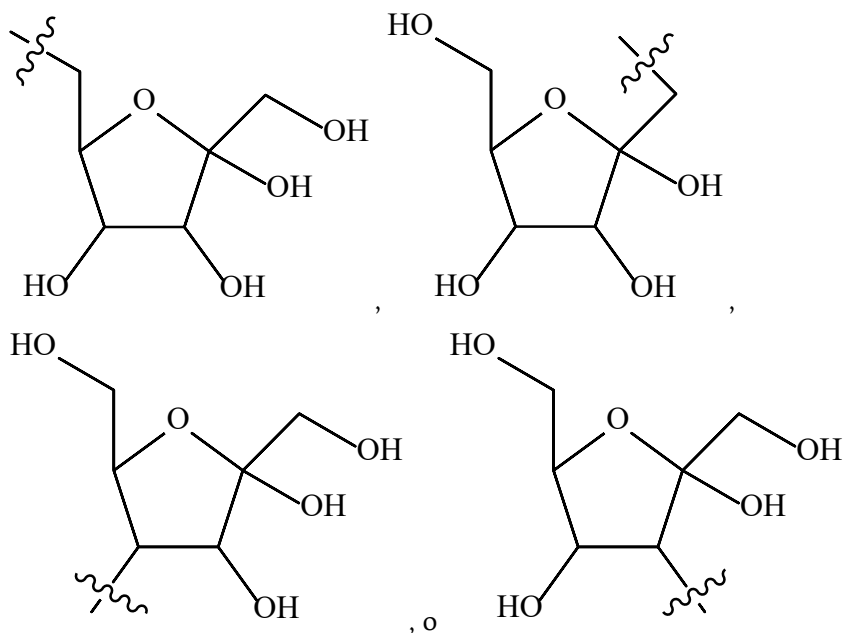
donde $y + z$ es 0, 1, 2, 3, 4 o 5,



,



, donde $q + r$ es 2;



R⁶ es un grupo hidroxilo, alcoxi o ariloxi;

R⁷ es un grupo hidroxilo, alcoxi o ariloxi; y

L¹ es un grupo alcoxi o ariloxi.

[0004] En un aspecto adicional, la presente tecnología proporciona una sílice funcionalizada preparada según un método de cualquier realización descrita en el presente documento.

[0005] Cabe señalar que todas las combinaciones de los conceptos anteriores y los conceptos adicionales que se describen con mayor detalle a continuación (siempre que dichos conceptos no sean mutuamente incompatibles) se contemplan como parte del objeto de la presente divulgación. En particular, todas las combinaciones del objeto reivindicado que aparecen al final de la presente divulgación se contemplan como parte del objeto de la presente divulgación.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

[0006] La FIG. 1 proporciona un esquema de reacción para la funcionalización de la sílice con alcoholes de azúcar.

[0007] La FIG. 2 muestra los espectros de RMN de ¹³C de una dispersión de sílice coloidal funcionalizada con silano de sorbitol (espectro superior), una solución de sorbitol en una mezcla de H₂O y D₂O (espectro del medio) y de una dispersión de sílice coloidal funcionalizada con silano de diol (espectro inferior), de acuerdo con los ejemplos de trabajo.

[0008] La FIG. 3 muestra los resultados de la titulación zeta de LUDOX HS-40 funcionalizado con alcohol, de acuerdo con los ejemplos de trabajo.

[0009] La FIG. 4 muestra los resultados de la titulación de LUDOX HS-40 funcionalizado con alcohol, según los ejemplos prácticos.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

[0010] A continuación se describen y exponen diversas realizaciones. Cabe señalar que las realizaciones específicas no pretenden ser una descripción exhaustiva ni una limitación de los aspectos más amplios aquí discutidos. Un aspecto descrito en relación con una realización concreta no se limita necesariamente a dicha realización y puede ponerse en práctica con cualquier otra realización.

[0011] Tal y como se utilizan en el presente documento y en las reivindicaciones adjuntas, los artículos en singular, tales como «un», «una» y «el», así como los referentes similares en el contexto de la descripción de los elementos (especialmente en el contexto de las siguientes reivindicaciones), deben interpretarse de manera que abarquen tanto el singular como el plural, a menos que se indique lo contrario en el presente documento o que el contexto lo contradiga claramente. La mención de rangos de valores en el presente documento tiene por único objetivo servir como método abreviado para referirse individualmente a cada valor concreto comprendido en el rango, salvo que se indique lo contrario en el presente documento, y cada valor concreto se incorpora a la especificación como si se mencionara individualmente en el presente documento. Todos los métodos divulgados y descritos en el presente documento pueden llevarse a cabo en cualquier orden adecuado, salvo que se indique lo contrario en el presente documento o que el contexto lo contradiga claramente. El uso de todos y cada uno de los ejemplos, o del lenguaje ejemplar (*p. ej.*, «como») que se proporcionan en el presente documento, tiene como único objetivo ilustrar mejor las realizaciones y no supone una limitación del alcance de las reivindicaciones, salvo que se indique lo contrario. Ningún lenguaje de la especificación debe interpretarse como indicativo de que algún elemento no reivindicado sea esencial.

[0012] Tal y como se utiliza en el presente documento, el término «aproximadamente» será entendido por personas con conocimientos técnicos en la materia y variará en cierta medida dependiendo del contexto en el que se utilice. Si hay usos del término que no resulten claros para personas con conocimientos técnicos en la materia, dado el contexto en el que se utiliza, «aproximadamente» significará hasta más o menos un 10 % del término concreto; por ejemplo, «aproximadamente un 10 % en peso» se entendería que significa «del 9 % en peso al 11 % en peso». Debe entenderse que cuando «aproximadamente» precede a un término, dicho término debe interpretarse como que revela «aproximadamente» el término, así como el término sin la modificación de «aproximadamente»; por ejemplo, «aproximadamente el 10 % en peso» revela «del 9 % en peso al 11 % en peso», además de revelar «el 10 % en peso ».

[0013] La expresión «y/o», tal y como se utiliza en la presente divulgación, se entenderá que significa cualquiera de los elementos citados individualmente o una combinación de dos o más de ellos; por ejemplo, «A, B y/o C» significaría «A o B o C; A y B; A y C; B y C; o la combinación de A, B y C».

[0014] En general, la referencia a un determinado elemento, como el hidrógeno o H, pretende incluir todos los isótopos de dicho elemento. Por ejemplo, si se define que un grupo R incluye hidrógeno o H, también incluye deuterio y tritio. Los compuestos que comprenden radioisótopos como el tritio, el C¹⁴, el P³² y el S³⁵ se encuentran, por lo tanto, dentro del alcance de la presente tecnología. Los procedimientos para insertar tales marcadores en los compuestos de la presente tecnología resultarán evidentes para los expertos en la materia a partir de la descripción aquí incluida.

[0015] En general, «sustituido» se refiere a un grupo orgánico tal y como se define a continuación (por ejemplo, un grupo alquilo) en el que uno o más enlaces con un átomo de hidrógeno contenido en él se sustituyen por un enlace con átomos distintos del hidrógeno o del carbono. Los grupos sustituidos también incluyen grupos en los que uno o más enlaces con uno o varios átomos de carbono o hidrógeno se sustituyen por uno o más enlaces, incluidos enlaces dobles o triples, a un heteroátomo. Por lo tanto, un grupo sustituido está sustituido por uno o más sustituyentes, a menos que se especifique lo contrario. En algunas realizaciones, un grupo sustituido está sustituido por 1, 2, 3, 4, 5 o 6 sustituyentes. Entre los ejemplos de grupos sustituyentes se incluyen: halógenos (*es decir*, F, Cl, Br e I); hidroxilos; grupos alcoxi, alquenoxi, ariloxi, aralquiloxi, heterocíclicos, heterocíclicoalquílicos, heterocíclicooxi y heterocíclicoalcoxi; carbonilos (oxo); carboxilatos; ésteres; uretanos; oximas; hidroxilaminas; alcoxiaminas; aralcoxiaminas; tioles; sulfuros; sulfóxidos; sulfones; sulfonilos; pentafluorosulfanilo (*es decir*, SF₅), sulfonamidas; aminas; N-óxidos; hidrazinas; hidrazidas; hidrazonas; azidas; amidas; ureas; amidinas; guanidinas; enaminas; imidas; isocianatos; isotiocianatos; cianatos; tiocianatos; iminas; grupos nitro; y nitrilos (*es decir*, CN).

[0016] Los grupos de anillos sustituidos, tales como los grupos cicloalquilo, arilo, heterocíclicos y heteroarílicos sustituidos también incluyen anillos y sistemas de anillos en los que un enlace a un átomo de hidrógeno se sustituye por un enlace a un átomo de carbono. Por lo tanto, los grupos cicloalquilo, arilo, heterocíclico y heteroarílico sustituidos también pueden estar sustituidos con grupos alquilo, alquenilo y alquinilo sustituidos o no sustituidos, tal y como se definen a continuación.

[0017] Los grupos alquilo incluyen grupos alquilo de cadena lineal y de cadena ramificada que tienen de 1 a 12 átomos de carbono, y típicamente de 1 a 10 átomos de carbono o, en algunas realizaciones, de 1 a 8, de 1 a 6, o de 1 a 4 átomos de carbono. Los grupos alquilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. Entre los ejemplos de grupos alquilo de cadena lineal se incluyen grupos tales como metilo, etilo, n-propilo, n-butilo, n-pentilo, n-hexilo, n-heptilo y n-octilo. Entre los ejemplos de grupos alquilo ramificados se incluyen, entre otros, los grupos isopropilo, isobutilo, sec-butilo, terc-butilo, neopentilo, isopentilo y 2,2-dimetilpropilo. Los grupos alquilo sustituidos representativos pueden estar sustituidos una o más veces

con sustituyentes como los enumerados anteriormente, e incluyen, sin limitación, halogenoalquilo (p. ej., trifluorometilo), hidroxialquilo, tioalquilo, aminoalquilo, alquilaminoalquilo, dialquilaminoalquilo, alcoxi-alquilo, carboxialquilo y similares.

[0018] Los grupos cicloalquilo incluyen grupos alquilo mono-, bi- o tricíclicos que tienen de 3 a 12 átomos de carbono en el anillo o anillos, o, en algunas realizaciones, de 3 a 10, de 3 a 8, o de 3 a 4, 5 o 6 átomos de carbono. Los grupos cicloalquilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. Entre los grupos cicloalquilo monocíclicos ejemplares se incluyen, entre otros, los grupos ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, cicloheptilo y ciclooctilo. En algunas realizaciones, el grupo cicloalquilo tiene de 3 a 8 miembros en el anillo, mientras que en otras realizaciones el número de átomos de carbono del anillo oscila entre 3 y 5, 3 y 6, o 3 y 7. Los sistemas de anillos bicíclicos y tricíclicos incluyen tanto grupos cicloalquílicos puenteados como anillos fusionados, tales como, entre otros, biciclo[2.1.1]hexano, adamantilo, decalino y similares. Los grupos cicloalquílicos sustituidos pueden estar sustituidos una o más veces con grupos distintos del hidrógeno y del carbono, tal y como se ha definido anteriormente. Sin embargo, los grupos cicloalquilo sustituidos también incluyen anillos que están sustituidos con grupos alquilo de cadena lineal o ramificada, tal y como se ha definido anteriormente. Los grupos cicloalquilo sustituidos representativos pueden estar monosustituidos o sustituidos más de una vez, tales como, entre otros, grupos ciclohexilo 2,2-, 2,3-, 2,4-, 2,5- o 2,6-disustituidos, que pueden estar sustituidos con sustituyentes tales como los enumerados anteriormente.

[0019] Los grupos cicloalquilalquilo son grupos alquilo tal y como se han definido anteriormente, en los que un enlace de hidrógeno o de carbono de un grupo alquilo se sustituye por un enlace a un grupo cicloalquilo tal y como se ha definido anteriormente. Los grupos cicloalquilalquilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. En algunas realizaciones, los grupos cicloalquilalquilo tienen de 4 a 16 átomos de carbono, de 4 a 12 átomos de carbono y, típicamente, de 4 a 10 átomos de carbono. Los grupos cicloalquilalquilo sustituidos pueden estar sustituidos en la parte alquilo, en la parte cicloalquilo o en ambas partes del grupo. Los grupos cicloalquilalquilo sustituidos representativos pueden estar monosustituidos o sustituidos más de una vez, como, por ejemplo, pero sin limitarse a ello, mono-, di o trisustituidos con sustituyentes tales como los enumerados anteriormente.

[0020] Los grupos alquenilo incluyen grupos alquilo de cadena lineal y ramificada tal y como se han definido anteriormente, salvo que existe al menos un doble enlace entre dos átomos de carbono. Los grupos alquenilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. Los grupos alquenilo tienen de 2 a 12 átomos de carbono, y típicamente de 2 a 10 átomos de carbono o, en algunas realizaciones, de 2 a 8, de 2 a 6 o de 2 a 4 átomos de carbono. En algunas realizaciones, el grupo alquenilo tiene uno, dos o tres dobles enlaces carbono-carbono. Algunos ejemplos incluyen, entre otros, vinilo, alilo, $-\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_3)$, $-\text{CH}=\text{C}(\text{CH}_3)_2$, $-\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$, $-\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}(\text{CH}_3)$, $-\text{C}(\text{CH}_2\text{CH}_3)=\text{CH}_2$. Los grupos alquenilo sustituidos representativos pueden estar monosustituidos o sustituidos más de una vez, como, entre otros, mono-, di- o trisustituidos con sustituyentes como los enumerados anteriormente.

[0021] Los grupos cicloalquenilo incluyen grupos cicloalquilo tal y como se han definido anteriormente, que tienen al menos un doble enlace entre dos átomos de carbono. Los grupos cicloalquenilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. En algunas realizaciones, el grupo cicloalquenilo puede tener uno, dos o tres dobles enlaces, pero no incluye compuestos aromáticos. Los grupos cicloalquenilo tienen de 4 a 14 átomos de carbono o, en algunas realizaciones, de 5 a 14 átomos de carbono, de 5 a 10 átomos de carbono, o incluso 5, 6, 7 u 8 átomos de carbono. Entre los ejemplos de grupos cicloalquenilo se incluyen el ciclohexenilo, el ciclopentenilo, el ciclohexadienilo, el ciclopentadienilo y el ciclohexadienilo.

[0022] Los grupos cicloalquenilalquilo son grupos alquilo tal y como se han definido anteriormente, en los que un enlace de hidrógeno o de carbono del grupo alquilo se sustituye por un enlace a un grupo cicloalquenilo tal y como se ha definido anteriormente. Los grupos cicloalquenilalquilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. Los grupos cicloalquenilalquilo sustituidos pueden estar sustituidos en la parte alquilo, el cicloalquenilo o tanto en la parte alquílica como en la cicloalquenílica del grupo. Los grupos cicloalquenilalquilo sustituidos representativos pueden estar sustituidos una o más veces con sustituyentes tales como los enumerados anteriormente.

[0023] Los grupos alquinilo incluyen grupos alquilo de cadena lineal y ramificada tal y como se han definido anteriormente, con la excepción de que existe al menos un triple enlace entre dos átomos de carbono. Los grupos alquinilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. Los grupos alquinilo tienen de 2 a 12 átomos de carbono, y típicamente de 2 a 10 átomos de carbono o, en algunas realizaciones, de 2 a 8, de 2 a 6 o de 2 a 4 átomos de carbono. En algunas realizaciones, el grupo alquinilo tiene uno, dos o tres enlaces triples carbono-carbono. Los ejemplos incluyen, pero no se limitan a $-\text{C}\equiv\text{CH}$, $-\text{C}\equiv\text{CCH}_3$, $-\text{CH}_2\text{C}\equiv\text{CCH}_3$ y $-\text{C}\equiv\text{CCH}_2\text{CH}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_2$, entre otros. Los grupos alquinilo sustituidos representativos pueden estar monosustituidos o sustituidos más de una vez, como, por ejemplo, pero sin limitarse a ello, mono-, di- o trisustituidos con sustituyentes tales como los enumerados anteriormente.

[0024] Los grupos arilo son hidrocarburos aromáticos cíclicos que no contienen heteroátomos. Los grupos arilo aquí incluidos abarcan sistemas de anillos monocíclicos, bicíclicos y tricíclicos. Los grupos arilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. Por lo tanto, los grupos arilo incluyen, entre otros, grupos fenilo, azuleno, heptaleno, bifenilo, fluorenilo, fenantreno, antraceno, indenilo, indanilo, pentaleno y naftilo. En algunas realizaciones, los grupos arilo contienen de 6 a 14 átomos de carbono, y en otras, de 6 a 12 o incluso de 6 a 10 átomos de carbono en las partes del anillo de los grupos. En algunas realizaciones, los grupos arilo son fenilo o naftilo. La expresión «grupos arilo» incluye grupos que contienen anillos fusionados, tales como sistemas de anillos aromáticos-alifáticos fusionados (por ejemplo, indanilo, tetrahidronaftilo y similares). Los grupos arilo sustituidos representativos pueden estar monosustituidos (p. ej., tolilo) o sustituidos más de una vez. Por ejemplo, los grupos arilo monosustituidos incluyen, entre otros, grupos fenilo o naftilo sustituidos en las posiciones 2, 3, 4, 5 o 6, que pueden estar sustituidos con sustituyentes tales como los enumerados anteriormente.

[0025] Los grupos aralquilo son grupos alquilo tal y como se han definido anteriormente, en los que un enlace de hidrógeno o de carbono de un grupo alquilo se sustituye por un enlace a un grupo arilo tal y como se ha definido anteriormente. Los grupos aralquilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. En algunas realizaciones, los grupos aralquilo contienen de 7 a 16 átomos de carbono, de 7 a 14 átomos de carbono o de 7 a 10 átomos de carbono. Los grupos aralquilo sustituidos pueden estar sustituidos en la parte alquilo, en la parte arilo o en ambas partes del grupo. Entre los grupos aralquilo representativos se incluyen, entre otros, los grupos bencilo y fenetilo y los grupos (cicloalquil-aril)alquilo fusionados, como el 4-indaniletilo. Los grupos aralquilo sustituidos representativos pueden estar sustituidos una o más veces con sustituyentes tales como los enumerados anteriormente.

[0026] Los grupos heterocíclicos incluyen compuestos de anillos aromáticos (también denominados heteroarílicos) y no aromáticos que contienen 3 o más miembros del anillo, de los cuales uno o más es un heteroátomo, como, entre otros, N, O, y S. Los grupos heterocíclicos pueden estar sustituidos o no sustituidos. En algunas realizaciones, el grupo heterocíclico contiene 1, 2, 3 o 4 heteroátomos. En algunas realizaciones, los grupos heterocíclicos incluyen anillos mono-, bi- y tricíclicos que tienen de 3 a 16 miembros del anillo, mientras que otros grupos de este tipo tienen de 3 a 6, de 3 a 10, de 3 a 12 o de 3 a 14 miembros del anillo. Los grupos heterocíclicos abarcan sistemas de anillos aromáticos, parcialmente insaturados y saturados, tales como, por ejemplo, los grupos imidazolilo, imidazolinilo e imidazolidinilo. La expresión «grupo heterocíclico» incluye especies de anillos fusionados, entre las que se encuentran aquellas que comprenden grupos aromáticos y no aromáticos fusionados, como, por ejemplo, benzotriazolilo, 2,3-dihidrobenzo[1,4]dioxinilo y benzo[1,3]dioxolilo. La expresión también incluye sistemas de anillos policíclicos puenteados que contienen un heteroátomo, como, entre otros, el quinuclidilo. La expresión incluye grupos heterocíclicos que tienen otros grupos, como grupos alquilo, oxo o halógeno, unidos a uno de los miembros del anillo, denominados «grupos heterocíclicos sustituidos». Los grupos heterocíclicos incluyen, entre otros, aziridinilo, azetidínilo, pirrolidinilo, imidazolidinilo, pirazolidinilo, tiazolidinilo, tetrahidrotiofenilo, tetrahidrofurano, dioxolilo, furano, tiofenilo, pirrolilo, pirrolinilo, imidazolilo, imidazolinilo, pirazolilo, pirazolinilo, triazolilo, tetrazolilo, oxazolilo, isoxazolilo, tiazolilo, tiazolinilo, isotiazolilo, tiadiazolilo, oxadiazolilo, piperidilo, piperazinilo, morfolinilo, tiomorfolinilo, tetrahidropiranilo, tetrahidrotio-piranilo, oxatiano, dioxilo, ditianilo, piranilo, piridilo, pirimidinilo, piridazinilo, pirazinilo, triazinilo, dihidropiridilo, dihidroditiinilo, dihidroditiinilo, homopiperazinilo, quinuclidilo, indolilo, indolinilo, isoindolilo, azaindolilo (pirrolopiridilo), indazolilo, indolizínilo, benzotriazolilo, bencimidazolilo, benzofuranilo, benzotiofenilo, benzotiazolilo, benzoxadiazolilo, benzoxazinilo, benzoditiinilo, benzoxatiinilo, benzotiazino, benzoxazolilo, benzotiazolilo, benzotiadiazolilo, benzo[1,3]dioxolilo, pirazolopiridilo, imidazopiridilo (azabenzimidazolilo), triazolopiridilo, isoxazolopiridilo, purinilo, xantinilo, adeninilo, guaninilo, quinolinilo, isoquinolinilo, quinolizínilo, quinoxalinilo, quinazolinilo, cinolinilo, ftalazinilo, naftiridinilo, pteridinilo, tianaftilo, dihidrobenzotiazinilo, dihidrobenzofuranilo, dihidroindolilo, dihidrobenzodioxinilo, tetrahidroindolilo, tetrahidroindazolilo, tetrahidrobenzimidazolilo,

tetrahidrobenzotriazolilo, tetrahidropirrolopiridilo, tetrahidropirazolopiridilo, tetrahidroimidazopiridilo, tetrahidrotriazolopiridilo y tetrahidroquinolinilo. Los grupos heterocíclicos sustituidos representativos pueden estar monosustituidos o sustituidos más de una vez, como, por ejemplo, pero sin limitarse a ello, los grupos piridilo o morfolinilo, que están sustituidos en las posiciones 2, 3, 4-, 5- o 6-sustituidos, o disustituidos con diversos sustituyentes como los enumerados anteriormente.

[0027] Los grupos heteroarilo son compuestos de anillos aromáticos que contienen 5 o más miembros en el anillo, de los cuales uno o más es un heteroátomo, como, entre otros, N, O y S. Los grupos heteroarilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. Los grupos heteroarílicos incluyen, entre otros, grupos tales como pirrolilo, pirazolilo, triazolilo, tetrazolilo, oxazolilo, isoxazolilo, tiazolilo, piridinilo, piridazinilo, pirimidinilo, pirazinilo, tiofenilo, benzotiofenilo, furano, benzofurano, indolilo, azaindolilo (pirrolopiridinilo), indazolilo, benzimidazolilo, imidazopiridinilo (azabenzimidazolilo), pirazolopiridinilo, triazolopiridinilo, benzotriazolilo, benzoxazolilo, benzotiazolilo, benzotiadiazolilo, imidazopiridinilo, isoxazolopiridinilo, tianaftilo, purinilo, xantinilo, adeninilo, guaninilo, quinolinilo, isoquinolinilo, tetrahidroquinolinilo, quinoxalinilo y quinazolinilo. Los grupos heteroarilo incluyen compuestos de anillos fusionados en los que todos los anillos son aromáticos, como los grupos indolilo, e incluyen compuestos de anillos fusionados en los que solo uno de los anillos es aromático, como los grupos 2,3-dihidroindolilo. Los grupos heteroarilo sustituidos representativos pueden estar sustituidos una o más veces con diversos sustituyentes, como los enumerados anteriormente.

[0028] Los grupos heterocicloalquilo son grupos alquilo tal y como se han definido anteriormente, en los que un enlace de hidrógeno o de carbono de un grupo alquilo se sustituye por un enlace a un grupo heterocíclico tal y como se ha definido anteriormente. Los grupos heterocicloalquilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. Los grupos heterocicloalquilo sustituidos pueden estar sustituidos en la parte alquilo, en la parte heterociclo o en ambas partes del grupo. Entre los grupos heterocicloalquilo representativos se incluyen, entre otros, morfolin-4-il-etilo, furano-2-il-metilo, imidazol-4-il-metilo, piridin-3-il-metilo, tetrahidrofurano-2-il-etilo e indol-2-il-propilo. Los grupos heterocicloalquilo sustituidos representativos pueden estar sustituidos una o más veces con sustituyentes tales como los enumerados anteriormente.

[0029] Los grupos heteroaralquilo son grupos alquilo tal y como se han definido anteriormente, en los que un enlace de hidrógeno o de carbono de un grupo alquilo se sustituye por un enlace a un grupo heteroarilo tal y como se ha definido anteriormente. Los grupos heteroaralquilo pueden estar sustituidos o no sustituidos. Los grupos heteroaralquilo sustituidos pueden estar sustituidos en la parte alquilo, en la parte heteroarilo o en ambas partes del grupo. Los grupos heteroaralquilo sustituidos representativos pueden estar sustituidos una o más veces con sustituyentes tales como los enumerados anteriormente.

[0030] Los grupos descritos en el presente documento que tienen dos o más puntos de unión (es decir, divalentes, trivalentes o polivalentes) dentro del compuesto de la presente tecnología se designan mediante

el uso del sufijo «eno». Por ejemplo, los grupos alquilo divalentes son grupos alquileo, los grupos arilo divalentes son grupos arileno, los grupos heteroarilo divalentes son grupos heteroarileno, y así sucesivamente. Los grupos sustituidos que tienen un único punto de unión al compuesto de la presente tecnología no se denominan utilizando la designación «eno». Así, por ejemplo, el cloroetilo no se denomina aquí cloroetileno.

[0031] Los grupos alcoxi son grupos hidroxilo (-OH) en los que el enlace con el átomo de hidrógeno se sustituye por un enlace con un átomo de carbono de un grupo alquilo sustituido o no sustituido, tal y como se ha definido anteriormente. Los grupos alcoxi pueden estar sustituidos o no sustituidos. Entre los ejemplos de grupos alcoxi lineales se incluyen, entre otros, metoxi, etoxi, propoxi, butoxi, pentoxi, hexoxi y similares. Entre los ejemplos de grupos alcoxi ramificados se incluyen, entre otros, isopropoxi, sec-butoxi, terc-butoxi, isopentoxi, isohexoxi y similares. Entre los ejemplos de grupos cicloalcoxi se incluyen, entre otros, el ciclopropiloxi, el ciclobutiloxi, el ciclopentiloxi, el ciclohexiloxi y similares. Los grupos alcoxi sustituidos representativos pueden estar sustituidos una o más veces con sustituyentes como los enumerados anteriormente.

[0032] Los términos «alcanoylo» y «alcanoyloxi» tal y como se utilizan en el presente documento pueden referirse, respectivamente, a grupos -C(O)-alquilo y a grupos -O-C(O)-alquilo, cada uno de los cuales contiene de 2 a 5 átomos de carbono. De manera similar, «ariloil» y «ariloiloxi» se refieren a grupos -C(O)-arilo y a grupos -O-C(O)-arilo.

[0033] Los términos «ariloxi» y «arilalcoxi» se refieren, respectivamente, a un grupo arilo sustituido o no sustituido unido a un átomo de oxígeno y a un grupo aralquilo sustituido o no sustituido unido al átomo de oxígeno en el alquilo. Algunos ejemplos incluyen, entre otros, fenoxi, naftiloxi, y benciloxi. Los grupos ariloxi y arilalcoxi sustituidos representativos pueden estar sustituidos una o más veces con sustituyentes tales como los enumerados anteriormente.

[0034] El término «carboxilato», tal y como se utiliza en el presente documento, se refiere a un grupo -COOH.

[0035] El término «éster», tal y como se utiliza en el presente documento, se refiere a grupos -COOR⁷⁰ y -C(O)O-G. R⁷⁰ es un grupo alquilo, cicloalquilo, alqueno, alquino, arilo, aralquilo, heterocicloalquilo o heterociclo sustituido o no sustituido, tal y como se define en el presente documento. G es un grupo protector de carboxilato. Los grupos protectores de carboxilato son bien conocidos por un experto en la materia. En para la funcionalidad del grupo carboxilato puede encontrarse en Protective Groups in Organic Synthesis, Greene, T.W.; Wuts, P. G. M., John Wiley & Sons, Nueva York, NY, (3.^a edición, 1999), que pueden añadirse o eliminarse utilizando los procedimientos establecidos en dicho libro y que se incorpora aquí por referencia en su totalidad y a todos los efectos, como si se incluyera íntegramente en el presente documento.

[0036] El término «amida» (o «amido») incluye grupos C- y N-amida, es decir, grupos $-C(O)NR^{71}R^{72}$ y $-NR^{71}C(O)R^{72}$, respectivamente. R^{71} y R^{72} son, independientemente, hidrógeno, o un grupo alquilo, alqueno, alquino, cicloalquilo, arilo, aralquilo, heterocicloalquilo o heterociclo sustituido o no sustituido, tal y como se define en el presente documento. Por lo tanto, los grupos amido incluyen, entre otros, los grupos carbamoilo ($-C(O)NH_2$) y formamida ($-NHC(O)H$). En algunas realizaciones, la amida es $-NR^{71}C(O)-(alquilo\ C_{1-5})$ y el grupo se denomina «carbonilamino», y en otras la amida es $-NHC(O)-alquilo$ y el grupo se denomina «alcanoylamino».

[0037] El término «nitrilo» o «ciano», tal y como se utiliza en el presente documento, se refiere al grupo $-CN$.

[0038] Los grupos uretano incluyen grupos N- y O-uretano, es decir, los grupos $-NR^{73}C(O)OR^{74}$ y $-OC(O)NR^{73}R^{74}$, respectivamente. R^{73} y R^{74} son, independientemente, un grupo alquilo, alqueno, alquino, cicloalquilo, arilo, aralquilo, heterocicloalquilo, o heterocíclicos tal y como se definen en el presente documento. R^{73} también puede ser H.

[0039] El término «amina» (o «amino») tal y como se utiliza en el presente documento se refiere a grupos $-NR^{75}R^{76}$, en los que R^{75} y R^{76} son, independientemente, hidrógeno, o un grupo alquilo, alqueno, alquino, cicloalquilo, arilo, aralquilo, heterocicloalquilo o heterociclo sustituido o no sustituido, tal y como se define en el presente documento. En algunas realizaciones, la amina es alquilamino, dialquilamino, arilamino o alquilarilamino. En otras realizaciones, la amina es NH_2 , metilamino, dimetilamino, etilamino, dietilamino, propilamino, isopropilamino, fenilamino o bencilamino.

[0040] El término «sulfonamido» incluye grupos S- y N-sulfonamida, es decir, grupos $-SO_2NR^{78}R^{79}$ y $-NR^{78}SO_2R^{79}$, respectivamente. R^{78} y R^{79} son, independientemente, hidrógeno, o un grupo alquilo, alqueno, alquino, cicloalquilo, arilo, aralquilo, heterocicloalquilo o heterociclo tal y como se definen en el presente documento. Por lo tanto, los grupos sulfonamido incluyen, entre otros, los grupos sulfamoilo ($-SO_2NH_2$). En algunas realizaciones del presente documento, el sulfonamido es $-NHSO_2-alquilo$ y se denomina grupo «alquilsulfonilamino».

[0041] El término «tiol» se refiere a los grupos $-SH$, mientras que los «sulfuros» incluyen los grupos $-SR^{80}$, los «sulfóxidos» incluyen los grupos $-S(O)R^{81}$, las «sulfonas» incluyen los grupos $-SO_2R^{82}$ y los «sulfonilos» incluyen los grupos $-SO_2OR^{83}$. R^{80} , R^{81} , R^{82} y R^{83} son, cada uno de forma independiente, un grupo alquilo, cicloalquilo, alqueno, alquino, arilo, aralquilo, heterocíclico o heterocicloalquilo sustituido o no sustituido, tal y como se define en el presente documento. En algunas realizaciones, el sulfuro es un grupo alquiltio, $-S-alquilo$.

[0042] El término «urea» se refiere a los grupos $\text{-NR}^{84}\text{-C(O)-NR}^{85}\text{R}^{86}$. Los grupos R^{84} , R^{85} y R^{86} son, de forma independiente, hidrógeno, o un grupo alquilo, alquenilo, alquinilo, cicloalquilo, arilo, aralquilo, heterocíclico o heterocíclico-alquilo, tal y como se definen en el presente documento.

[0043] El término «amidina» se refiere a $\text{-C(NR}^{87}\text{)NR}^{88}\text{R}^{89}$ y $\text{-NR}^{87}\text{C(NR}^{88}\text{)R}^{89}$, donde R^{87} , R^{88} y R^{89} son, cada uno de forma independiente, hidrógeno, o un grupo alquilo, cicloalquilo, alquenilo, alquinilo, arilo, aralquilo, heterocíclico o heterocíclicoalquilo sustituido o no sustituido, tal y como se define en el presente documento.

[0044] El término «guanidina» se refiere a $\text{-NR}^{90}\text{C(NR}^{91}\text{)NR}^{92}\text{R}^{93}$, donde R^{90} , R^{91} , R^{92} y R^{93} son, cada uno de forma independiente, hidrógeno, o un grupo alquilo, cicloalquilo, alquenilo, alquinilo, arilo, aralquilo, heterocíclico o heterocíclicoalquilo sustituido o no sustituido, tal y como se define en el presente documento.

[0045] El término «enamina» se refiere a $\text{-C(R}^{94}\text{)=C(R}^{95}\text{)NR}^{96}\text{R}^{97}$ y $\text{-NR}^{94}\text{C(R}^{95}\text{)=C(R}^{96}\text{)R}^{97}$, donde R^{94} , R^{95} , R^{96} y R^{97} son, cada uno de forma independiente, hidrógeno, un grupo alquilo, cicloalquilo, alquenilo, alquinilo, aril aralquilo, heterocíclico o heterocíclicoalquilo sustituido o no sustituido, tal y como se define en el presente documento.

[0046] El término «halógeno» o «halo», tal y como se utiliza en el presente documento, se refiere al bromo, el cloro, el flúor o el yodo. En algunas realizaciones, el halógeno es flúor. En otras realizaciones, el halógeno es cloro o bromo.

[0047] El término «hidroxilo», tal y como se utiliza en el presente documento, puede referirse a -OH o a su forma ionizada, -O^- . Un grupo «hidroxialquilo» es un grupo alquilo sustituido por hidroxilo, tal como $\text{HO-CH}_2\text{-}$.

[0048] El término «imida» se refiere a $\text{-C(O)NR}^{98}\text{C(O)R}^{99}$, donde R^{98} y R^{99} son, cada uno de forma independiente, hidrógeno, o un grupo alquilo, cicloalquilo, alquenilo, alquinilo, arilo, aralquilo, heterociclo o heterocicloalquilo tal y como se definen en el presente documento.

[0049] El término «imino» se refiere a $\text{-CR}^{100}\text{(NR}^{101}\text{)}$ y $\text{-N(CR}^{100}\text{R}^{101}\text{)}$, en los que R^{100} y R^{101} son, cada uno de forma independiente, hidrógeno o un grupo alquilo, cicloalquilo, alquenilo, alquinilo, arilo, aralquilo, heterocíclico o heterocíclicoalquilo sustituido o no sustituido, tal y como se define en el presente documento, con la salvedad de que R^{100} y R^{101} no son ambos hidrógeno al mismo tiempo.

[0050] El término «nitro», tal y como se utiliza en el presente documento, se refiere a un grupo -NO_2 .

[0051] El término «trifluorometilo», tal y como se utiliza en el presente documento, se refiere a -CF_3 .

[0052] El término «trifluorometoxi», tal y como se utiliza en el presente documento, se refiere a $-\text{OCF}_3$.

[0053] El término «azido» se refiere a $-\text{N}_3$.

[0054] El término «trialkilamonio» se refiere a un grupo $-\text{N}(\text{alquilo})_3$. Un grupo trialkilamonio tiene carga positiva y, por lo tanto, suele tener un anión asociado, como un anión halógeno.

[0055] El término «isociano» se refiere a $-\text{NC}$.

[0056] El término «isotiociano» se refiere a $-\text{NCS}$.

[0057] El término «pentafluorosulfanilo» se refiere a $-\text{SF}_5$.

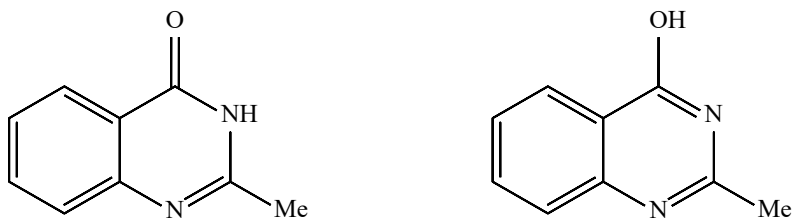
[0058] Como comprenderá un experto en la materia, a todos y cada uno de los efectos, especialmente en lo que se refiere a proporcionar una descripción escrita, todos los intervalos aquí descritos abarcan también todos y cada uno de los subintervalos posibles y combinaciones de estos. Cualquier intervalo enumerado puede reconocerse fácilmente como que describe y permite suficientemente que dicho intervalo se divida en al menos mitades, tercios, cuartos, quintos, décimos, etc. A modo de ejemplo no limitativo, cada rango aquí discutido puede dividirse fácilmente en un tercio inferior, un tercio medio y un tercio superior, etc. Como también comprenderá un experto en la materia, todos los términos como «hasta», «al menos», «mayor que», «menor que» y similares incluyen el número mencionado y se refieren a rangos que pueden dividirse posteriormente en subrangos, tal y como se ha comentado anteriormente. Por último, como comprenderá un experto en la materia, un rango incluye cada miembro individual. Por lo tanto, por ejemplo, un grupo que tiene de 1 a 3 átomos se refiere a grupos que tienen 1, 2 o 3 átomos. De manera similar, un grupo que tiene de 1 a 5 átomos se refiere a grupos que tienen 1, 2, 3, 4 o 5 átomos, y así sucesivamente.

[0059] Como comprenderá un experto en la materia, el «peso molecular» (también conocido como «masa molar relativa») es una magnitud adimensional, pero se convierte en masa molar multiplicándola por 1 g/mol o por 1 Da; por ejemplo, un compuesto con un peso molecular medio ponderado de 5000 tiene una media ponderada de 5.000 g/mol y una masa molar media ponderada de 5.000 Da.

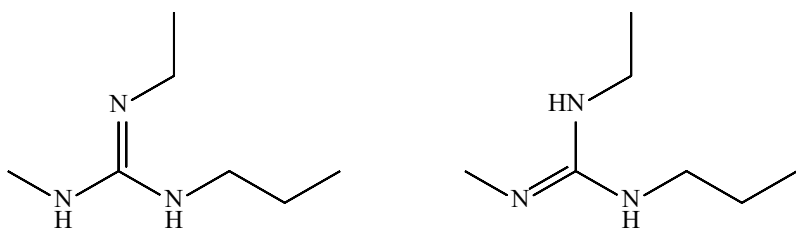
[0060] Los expertos en la materia comprenderán que los compuestos de la presente tecnología pueden presentar fenómenos de tautomería, isomería conformacional, isomería geométrica y/o estereoisomería. Dado que los esquemas de fórmulas incluidos en la descripción y las reivindicaciones solo pueden representar una de las posibles formas tautoméricas, isoméricas conformacionales, estereoquímicas o isoméricas geométricas, debe entenderse que la presente tecnología abarca cualquier forma tautomérica, isomérica conformacional, estereoquímica y/o isomérica geométrica de los compuestos que tengan una

o más de las utilidades divulgadas y descritas en el presente documento, así como mezclas de estas diversas formas.

[0061] El término «tautómeros» se refiere a formas isoméricas de un compuesto que se encuentran en equilibrio entre sí. La presencia y las concentraciones de las formas isoméricas dependerán del entorno en el que se encuentre el compuesto y pueden variar en función de, por ejemplo, si el compuesto es un sólido o se encuentra en una solución orgánica o acuosa. Por ejemplo, en solución acuosa, las quinazolinonas pueden presentar las siguientes formas isoméricas, que se denominan tautómeros entre sí:



[0062] Como otro ejemplo, las guanidinas pueden presentar las siguientes formas isoméricas en solución orgánica protica, también denominadas tautómeros entre sí:



[0063] Debido a las limitaciones de la representación de compuestos mediante fórmulas estructurales, debe entenderse que todas las fórmulas químicas de los compuestos divulgados y descritos en el presente documento representan todas las formas tautoméricas de los compuestos y se encuentran dentro del alcance de la presente tecnología.

[0064] Los estereoisómeros de los compuestos (también conocidos como isómeros ópticos) incluyen todas las formas quirales, diastereoméricas y racémicas de una estructura, a menos que se indique expresamente la estereoquímica específica. Por lo tanto, los compuestos utilizados en la presente tecnología incluyen isómeros ópticos enriquecidos o resueltos en cualquiera o todos los átomos asimétricos, tal y como se desprende de las representaciones. Tanto las mezclas racémicas como las diastereoméricas, así como los isómeros ópticos individuales, pueden aislarse o sintetizarse de modo que estén sustancialmente libres de sus parejas enantioméricas o diastereoméricas, y todos estos estereoisómeros se encuentran dentro del alcance de la presente tecnología.

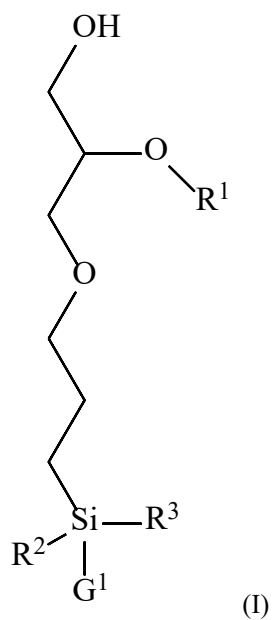
[0065] Los compuestos de la presente tecnología pueden existir como solvatos, especialmente hidratos. Los hidratos pueden formarse durante la fabricación de los compuestos o de las composiciones que comprenden los compuestos, o bien pueden formarse con el tiempo debido a la naturaleza higroscópica de los compuestos. Los compuestos de la presente tecnología también pueden existir como solvatos orgánicos, incluyendo solvatos de DMF, éter y alcohol, entre otros. La identificación y preparación de cualquier solvato concreto está al alcance de un técnico medio en química orgánica sintética.

La presente tecnología

[0066] Para que la sílice coloidal se utilice en condiciones extremas (*p. ej.*, soluciones de sales metálicas divalentes, soluciones de sales metálicas trivalentes, amplio rango de pH y/o altas temperaturas) con aplicaciones tales como la recuperación mejorada de petróleo, tratamientos de superficies metálicas y formulaciones de galvanoplastia, la estabilidad coloidal es un requisito más estricto. De hecho, tal y como muestran los ejemplos comparativos aquí descritos, la sílice coloidal funcionalizada disponible antes de la presente divulgación adolece de problemas de estabilidad en tales condiciones extremas.

[0067] Además, las partículas de sílice coloidal se han utilizado en formulaciones de recubrimientos o pinturas, tal y como se describe en las n.º 8.436.088, 9.598.557 y 10.487.240. En las formulaciones de pintura, especialmente en sistemas acuosos que contienen partículas de aglutinante de látex, están presentes diversos componentes, y componentes tales como tensioactivos, agentes coalescentes, antiespumantes, espesantes, etc. , pueden interactuar de forma indeseable con la sílice coloidal no modificada y afectar a la estabilidad del sistema coloidal. Las silicas coloidales silanizadas (por ejemplo, tal y como se describe en la patente estadounidense n.º 9.249.317) también se han considerado útiles en formulaciones de pintura, pero la estabilidad coloidal puede seguir siendo un problema.

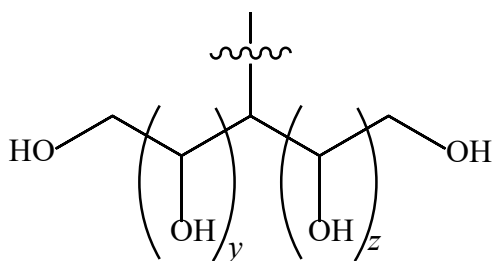
[0068] La presente tecnología aborda las deficiencias mencionadas anteriormente—incluidas las relacionadas con la recuperación mejorada de petróleo, los tratamientos de superficies metálicas (*p. ej.*, tratamientos anticorrosivos de superficies metálicas), la galvanoplastia y los recubrimientos— y, además, ofrece ventajas adicionales. Así, en un aspecto, la presente tecnología proporciona una composición que incluye agua y una sílice coloidal funcionalizada. La sílice coloidal funcionalizada incluye partículas de sílice (donde cada partícula de sílice incluye una superficie) y una unidad estructural según la Fórmula I



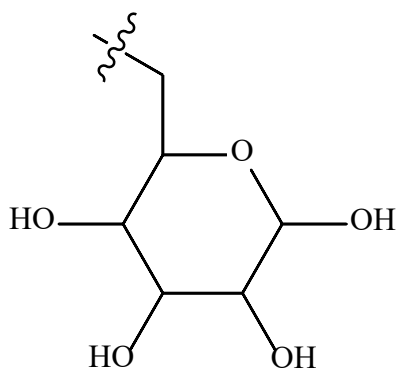
donde

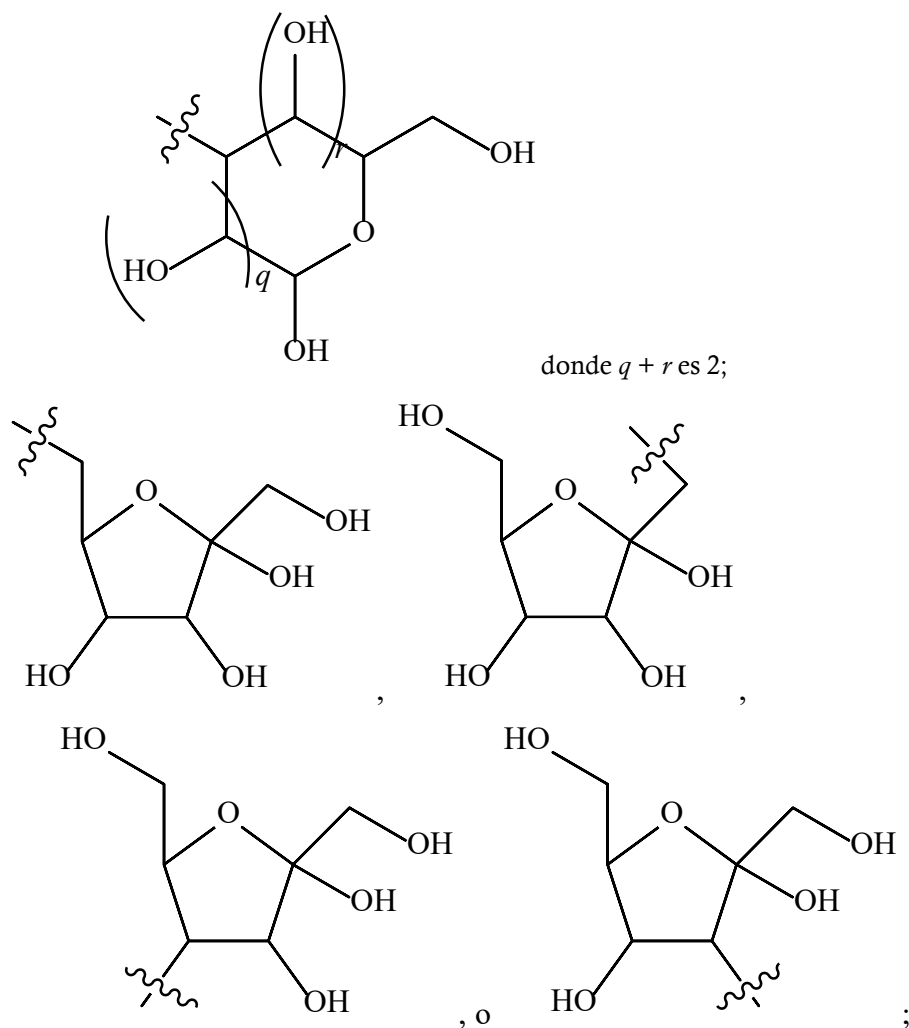
R^1 es

$-\text{CH}_2(\text{CHOH})_x\text{CH}_2\text{OH}$ donde x es 1, 2, 3, 4, 5 o 6,



donde $y + z$ es 0, 1, 2, 3, 4 o 5,





[0069] La composición puede tener un pH de aproximadamente 2 a aproximadamente 11. La composición puede tener un pH de aproximadamente 3, De 5 a aproximadamente 11 o de aproximadamente 7 a aproximadamente 10. La composición puede tener un pH de aproximadamente 11 o inferior; por lo tanto, la composición aquí descrita puede tener un pH de aproximadamente 6,5 a aproximadamente 10,5, aproximadamente 6,5, aproximadamente 7,0, aproximadamente 7,5, aproximadamente 8,0, aproximadamente 8,5, aproximadamente 9,0, aproximadamente 9,5, aproximadamente 10,0, aproximadamente 10,5, aproximadamente 11,0, o cualquier rango que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores.

[0070] En cualquier realización en la que la composición tenga un pH de aproximadamente 3,5 a 11, la sílice coloidal funcionalizada puede tener un potencial zeta neutro o negativo. El potencial zeta negativo de cualquiera de dichas realizaciones aquí descritas puede ser de aproximadamente -1 milivoltio («mV»), aproximadamente -2 mV, aproximadamente -3 mV, aproximadamente -4 mV, aproximadamente -5 mV, aproximadamente -6 mV, aproximadamente -7 mV, aproximadamente -8 mV, aproximadamente -9 mV, aproximadamente -10 mV, aproximadamente -15 mV, aproximadamente -20 mV, aproximadamente -25 mV, aproximadamente -30 mV, aproximadamente -35 mV, aproximadamente -40 mV, aproximadamente -45 mV, aproximadamente -50 mV, aproximadamente -55 mV, aproximadamente -60 mV, o cualquier rango que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores. En cualquier realización en la que la composición incluya un pH de aproximadamente 3,5 a 11, la sílice coloidal funcionalizada puede incluir un potencial zeta de aproximadamente 0 mV a aproximadamente -60 mV.

[0071] En cualquier realización de la presente, las partículas de sílice pueden tener un diámetro mediano, determinado mediante dispersión dinámica de luz o análisis en centrífuga de disco, de aproximadamente 1 nm a aproximadamente 100 nm (D50 en base al volumen). Por lo tanto, el diámetro medio de las partículas de sílice, determinado mediante dispersión dinámica de luz, puede ser de aproximadamente 1 nm, aproximadamente 5 nm, aproximadamente 10 nm, aproximadamente 15 nm, aproximadamente 20 nm, aproximadamente 25 nm, aproximadamente 30 nm, aproximadamente 35 nm, aproximadamente 40 nm, aproximadamente 45 nm, aproximadamente 50 nm, aproximadamente 55 nm, aproximadamente 60 nm, aproximadamente 65 nm, aproximadamente 70 nm, aproximadamente 75 nm, aproximadamente 80 nm, aproximadamente 85 nm, aproximadamente 90 nm, aproximadamente 95 nm, aproximadamente 100 nm, o cualquier intervalo que incluya y/o se encuentre cualquiera de estos valores.

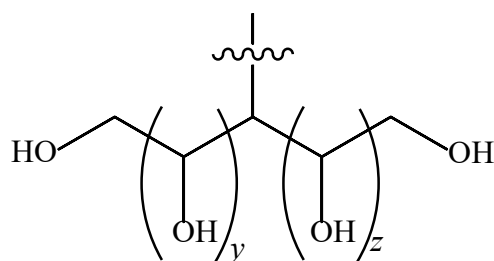
[0072] En cualquier realización de la presente, las partículas de sílice pueden tener un área superficial de Sears de aproximadamente $25 \text{ m}^2/\text{g}$ a aproximadamente $1200 \text{ m}^2/\text{g}$. Véase Sears, «Determination of Specific Area of Colloidal Silica by Titration with Sodium Hydroxide» *Analytical Chemistry* **1956**, 28(12), 1981-1983 <https://doi.org/10.1021/ac60120a048>. Por lo tanto, las partículas de sílice de cualquier realización aquí descrita pueden tener un área superficial de Sears de aproximadamente $25 \text{ m}^2/\text{g}$, $26 \text{ m}^2/\text{g}$, $27 \text{ m}^2/\text{g}$, $28 \text{ m}^2/\text{g}$, $29 \text{ m}^2/\text{g}$, $30 \text{ m}^2/\text{g}$, $35 \text{ m}^2/\text{g}$, $40 \text{ m}^2/\text{g}$, $45 \text{ m}^2/\text{g}$, $50 \text{ m}^2/\text{g}$, $55 \text{ m}^2/\text{g}$, $60 \text{ m}^2/\text{g}$, $70 \text{ m}^2/\text{g}$, $80 \text{ m}^2/\text{g}$, $90 \text{ m}^2/\text{g}$, $100 \text{ m}^2/\text{g}$, $150 \text{ m}^2/\text{g}$, $200 \text{ m}^2/\text{g}$, $250 \text{ m}^2/\text{g}$, $300 \text{ m}^2/\text{g}$, $350 \text{ m}^2/\text{g}$, $400 \text{ m}^2/\text{g}$, $450 \text{ m}^2/\text{g}$, $500 \text{ m}^2/\text{g}$, $550 \text{ m}^2/\text{g}$, $600 \text{ m}^2/\text{g}$, $650 \text{ m}^2/\text{g}$, $700 \text{ m}^2/\text{g}$, $750 \text{ m}^2/\text{g}$, $800 \text{ m}^2/\text{g}$, $850 \text{ m}^2/\text{g}$, $900 \text{ m}^2/\text{g}$, $950 \text{ m}^2/\text{g}$, $1000 \text{ m}^2/\text{g}$, $1100 \text{ m}^2/\text{g}$, $1200 \text{ m}^2/\text{g}$, o cualquier intervalo que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores.

[0073] La composición de cualquier realización aquí descrita puede incluir un número de unidades estructurales según la Fórmula I por nm^2 de superficie de aproximadamente 0,8 a aproximadamente 3,5. En consecuencia, la composición de cualquier realización aquí descrita puede incluir un número de unidades estructurales según la Fórmula I por nm^2 de superficie de aproximadamente 0,8,

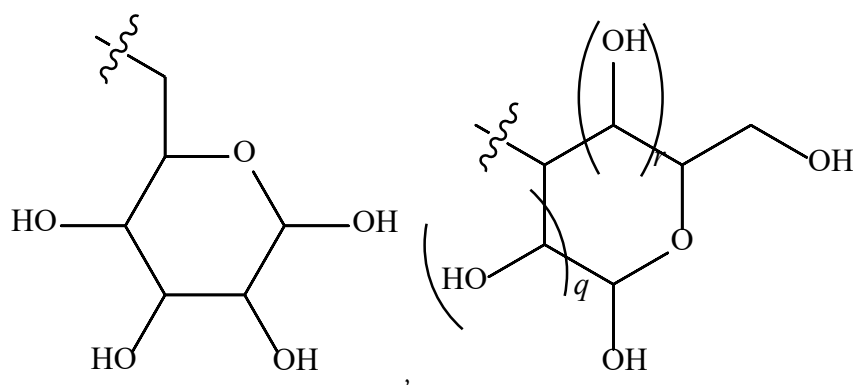
aproximadamente 0,9, aproximadamente 1,0, aproximadamente 1,1, aproximadamente 1,2, aproximadamente 1,3, aproximadamente 1,4, aproximadamente 1,5, aproximadamente 1,6, aproximadamente 1,7, aproximadamente 1,8, aproximadamente 1,9, aproximadamente 2,0, aproximadamente 2,1, aproximadamente 2,2, aproximadamente 2,3, aproximadamente 2,4, aproximadamente 2,5, aproximadamente 2,6, aproximadamente 2,7, aproximadamente 2,8, aproximadamente 2,9, aproximadamente 3,0, aproximadamente 3,1, aproximadamente 3,2, aproximadamente 3,3, aproximadamente 3,4, aproximadamente 3,5, o cualquier intervalo que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores.

[0074] La composición de cualquier realización aquí descrita puede incluir una composición en porcentaje en masa de carbono, determinada mediante análisis elemental, de aproximadamente el 1 %, 2 %, 3 %, 4 %, 5 %, 6 %, 7 %, 8 %, 9 %, 10 %, 11 %, 12 %, 13 %, 14 %, 15 %, 16 %, 17 %, 18 %, 19 %, 20 %, o cualquier intervalo que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores.

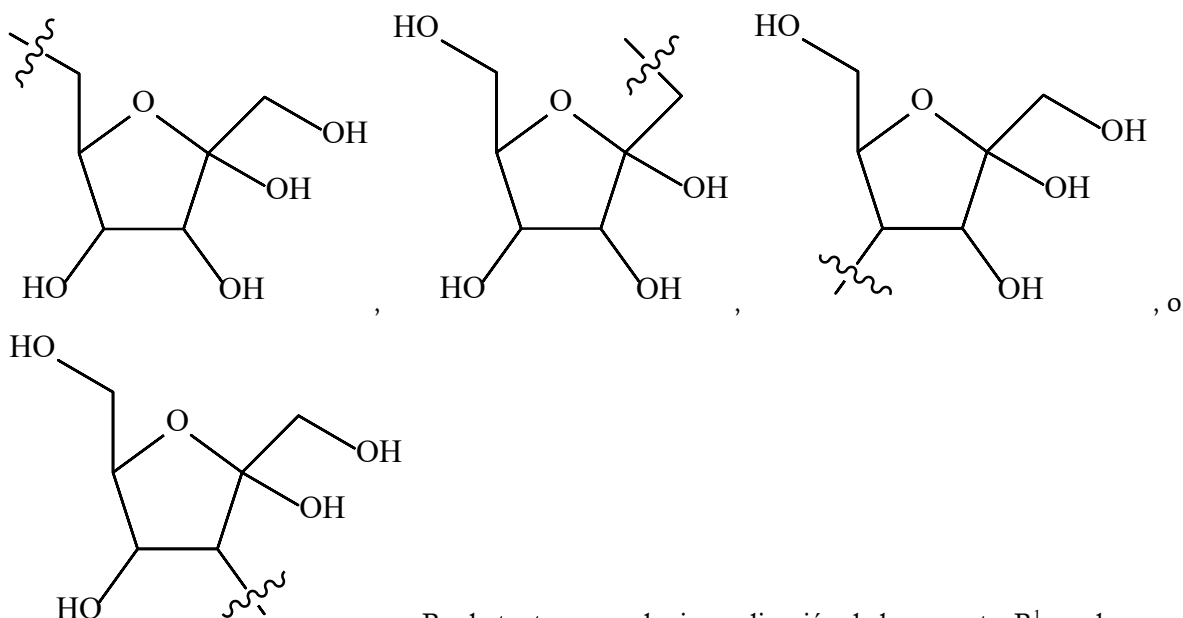
[0075] Como se ha comentado anteriormente, R^1 es $-\text{CH}_2(\text{CHOH})_x\text{CH}_2\text{OH}$, donde x es 1, 2, 3, 4, 5 o 6,



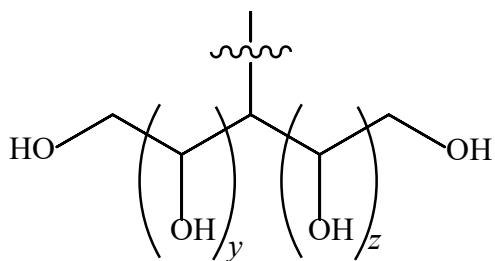
donde $y + z$ es 0, 1, 2, 3, 4 o 5,



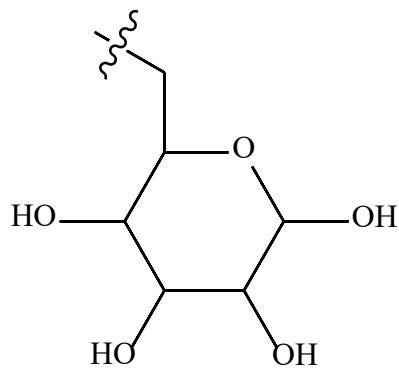
, donde $q + r$ es 2;



. Por lo tanto, en cualquier realización de la presente, R^1 puede ser $-\text{CH}_2(\text{CHOH})_x\text{CH}_2\text{OH}$, donde x es 1, 2, 3, 4, 5 o 6^{3/4} por ejemplo, x puede ser 1 (derivado del glicerol), x puede ser 2 (*p. ej.*, derivado del eritritol), x puede ser 3 (*p. ej.*, derivado del xilitol), x puede ser 4 (*p. ej.*, derivado del sorbitol o del manitol), o x puede ser 5. R^1 puede ser, alternativamente,

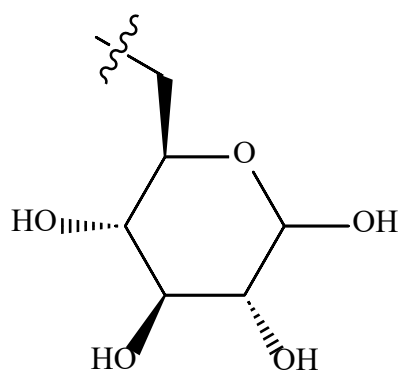


donde $y + z$ es 0, 1, 2, 3, 4 o 5; por ejemplo, y puede ser 0 y z puede ser 0, y puede ser 0 y z puede ser 1, 2, 3, 4 o 5, y puede ser 1 y z puede ser 1, 2, 3, o 4, o bien y puede



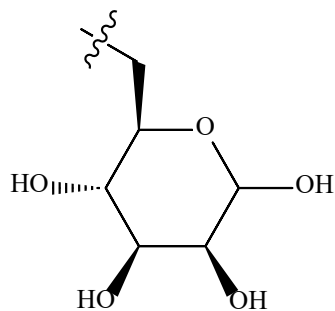
ser 2 y z puede ser 1, 2 o 3. R^1 puede ser, alternativamente,

; así, por

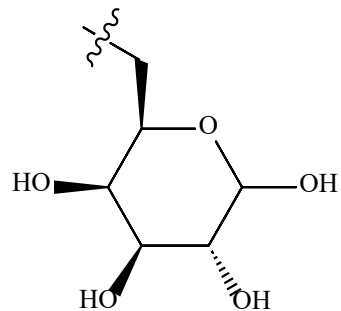


ejemplo, R^1 puede ser

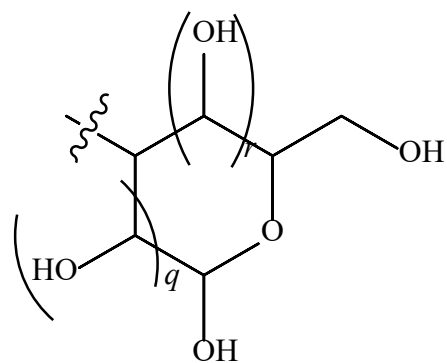
(p. ej., derivado de la D-glucosa),



(p. ej., derivado de la D-manosa) o



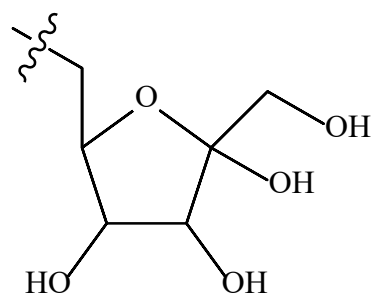
(p. ej.,



derivado de la D-galactosa) . R^1 puede ser, alternatively,

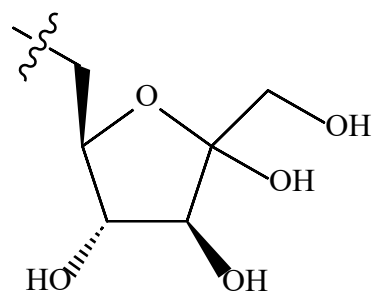
donde $q + r$ es 2 – por ejemplo, q puede ser 0 y r puede ser 2, q puede ser 1 y r puede ser 1, o q puede ser 2

y r puede ser 0. R^1 puede ser, alternatively,

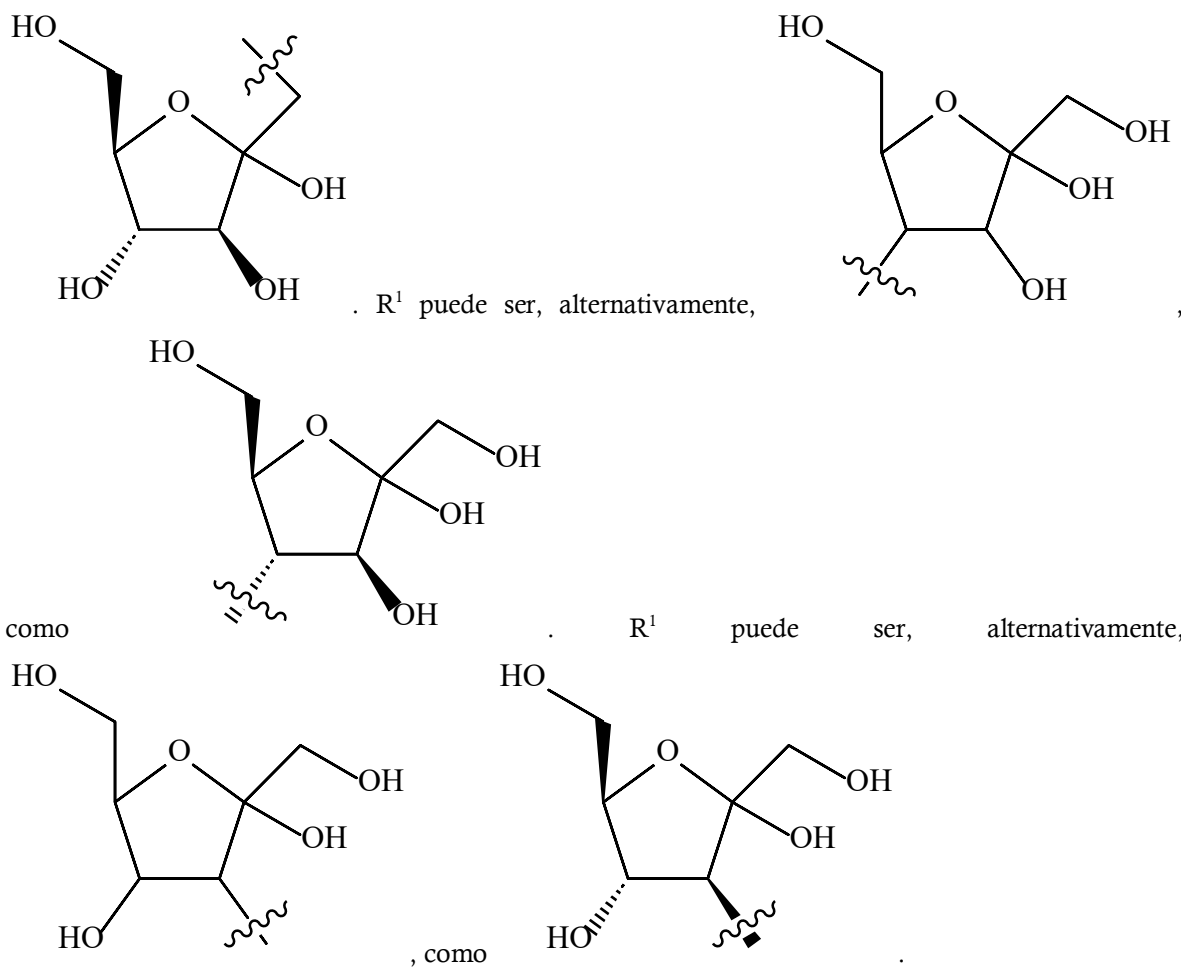


, como (por ejemplo,

derivado de la D-fructosa). R^1 puede ser, alternatively,

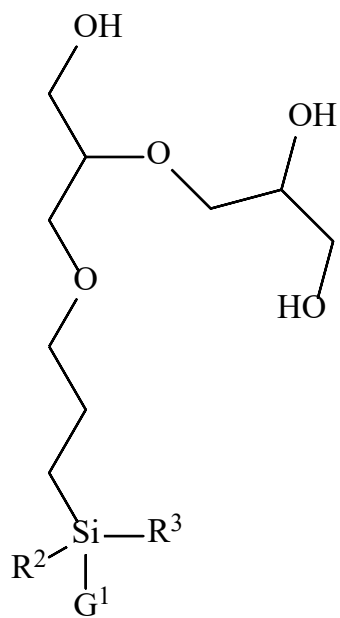


, como

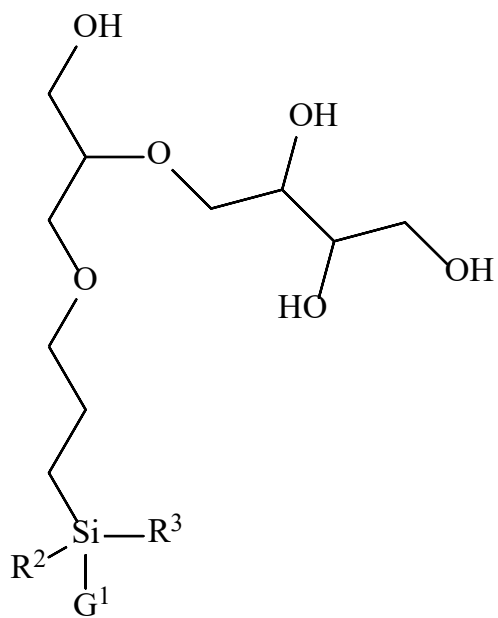


[0076] En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R² sea hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi, fenoxi o G². En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R³ sea hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi, fenoxi o G³. En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R² sea G². En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R³ sea un grupo hidroxilo.

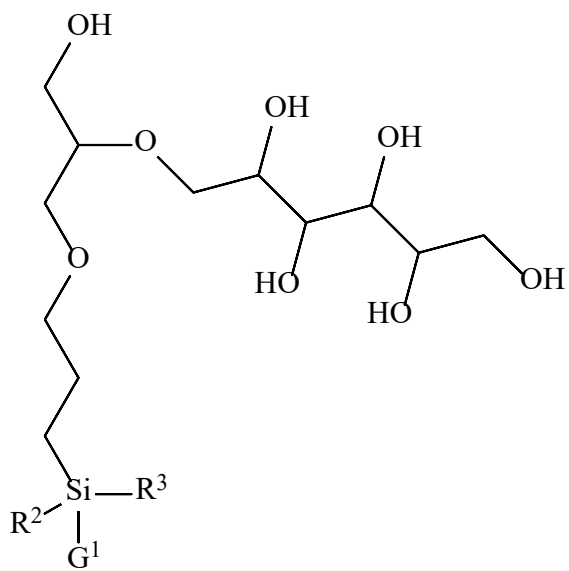
[0077] En cualquier realización de la presente, las partículas de sílice pueden incluir al menos una unidad estructural según la Fórmula Ia, Ib, Ic, Id o Ie



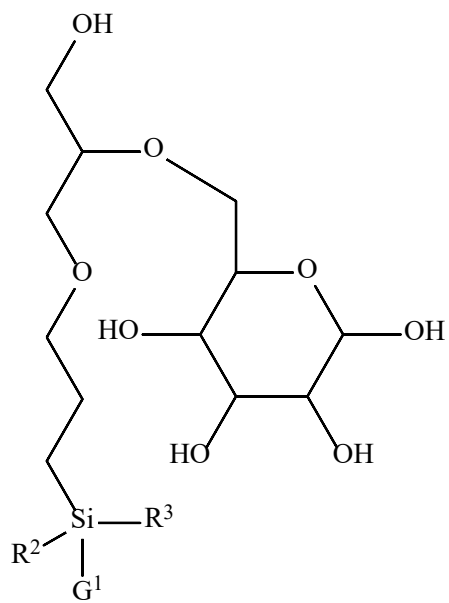
(Ia),



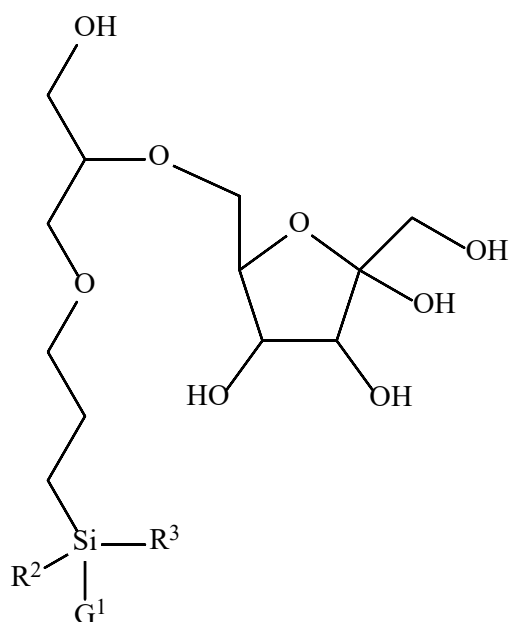
(Ib),



(Ic),

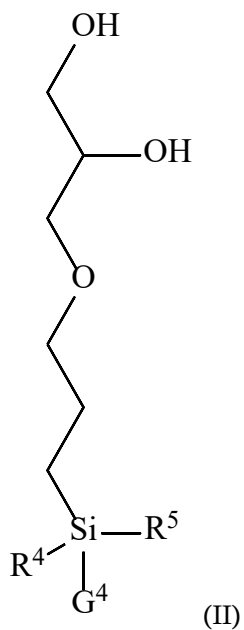


(Id)



(Ie).

[0078] En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que las partículas de sílice incluyan además al menos una unidad estructural según la Fórmula II



(II)

en la que

R⁴ es un grupo hidroxilo, alcoxi, ariloxi o G⁵;

R⁵ es un grupo hidroxilo, alcoxi, ariloxi o G⁶;

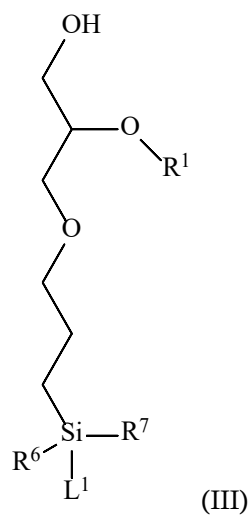
G⁴, G⁵ y G⁶ son, cada uno de forma independiente, un átomo de oxígeno de la superficie de la partícula de sílice, donde G⁴, G⁵ y G⁶ no son el mismo átomo de oxígeno.

[0079] En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R^4 sea un grupo hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi, fenoxi o G^5 . En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R^5 sea un grupo hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi, fenoxi o G^6 .

[0080] La composición de cualquier realización aquí descrita puede incluir entre aproximadamente un 0,1 % en peso y aproximadamente un 50 % en peso de la sílice coloidal funcionalizada. Por lo tanto, en cualquier realización aquí descrita, la composición puede incluir la sílice coloidal funcionalizada en una cantidad de aproximadamente un 0,1 % en peso, un 0,2 % en peso, un 0,3 % en peso, un 0,4 % en peso, 0,5 % en peso, 0,6 % en peso, 0,7 % en peso, 0,8 % en peso, 0,9 % en peso, 1 % en peso, 2 % en peso, 3 % en peso, 4 % en peso, 5 % en peso, 6 % en peso, 7 % en peso, 8 % en peso, 9 % en peso, 10 % en peso, 15 % en peso, 20 % en peso, 25 % en peso, 30 % en peso, 35 % en peso, 40 % en peso, 45 % en peso, 50 % en peso, o cualquier intervalo que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores. Por ejemplo, en cualquier realización de la presente, la composición puede incluir la sílice coloidal funcionalizada en una cantidad de aproximadamente 0,1 % en peso a aproximadamente 30 % en peso, aproximadamente 5 % en peso a aproximadamente 30 % en peso, aproximadamente 10 % en peso a aproximadamente 30 % en peso, o aproximadamente 0,1 % en peso a aproximadamente 5 % en peso.

[0081] La composición de cualquier realización aquí descrita puede ser estable al envejecimiento durante 24 horas o más a una temperatura de 80 °C cuando la composición comprende una solución salina con una fuerza iónica de 0,5 a 3,0. La solución salina de cualquier realización aquí descrita puede incluir NaCl, $CaCl_2$, $MgSO_4$ o una combinación de dos o más de estos. En cualquier realización de la presente, la fuerza iónica puede ser 0,5, 1,0, 2,0, 3,0 o cualquier rango que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores. Cuando la composición comprende una solución salina con una fuerza iónica de 0,5 a 3,0, en cualquiera de dichas realizaciones la composición puede tener un pH de aproximadamente 2 a aproximadamente 11 o de aproximadamente 7 a aproximadamente 10; incluyendo aproximadamente 7,0, aproximadamente 7,1, aproximadamente 7,2, aproximadamente 7,3, aproximadamente 7,4, aproximadamente 7,5, aproximadamente 7,6, aproximadamente 7,7, aproximadamente 7,8, aproximadamente 7,9, aproximadamente 8,0, aproximadamente 8,1, aproximadamente 8,2, aproximadamente 8,3, aproximadamente 8,4, aproximadamente 8,5, aproximadamente 8,6, aproximadamente 8,7, aproximadamente 8,8, aproximadamente 8,9, aproximadamente 9,0, aproximadamente 10,1, aproximadamente 10,2, aproximadamente 10,3, aproximadamente 10,4, aproximadamente 10,5, aproximadamente 10,6, aproximadamente 10,7, aproximadamente 10,8, aproximadamente 10,9, aproximadamente 11,0, o cualquier intervalo que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores.

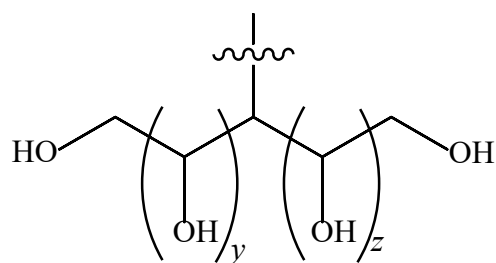
[0082] En otro aspecto, la presente tecnología proporciona un método para fabricar sílice coloidal funcionalizada (por ejemplo, un método para fabricar una composición de cualquier realización aquí descrita). El método incluye poner en contacto una sílice coloidal con un silano según la Fórmula III para obtener la sílice coloidal funcionalizada



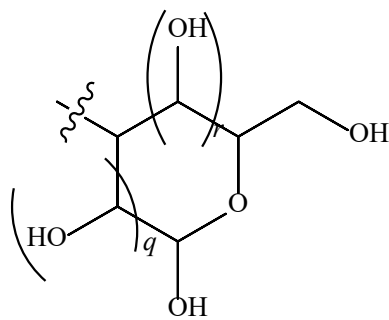
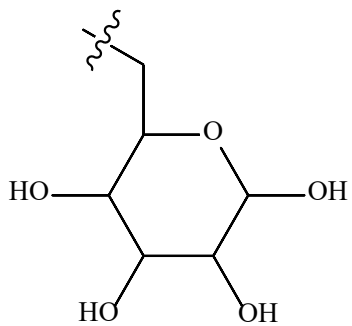
donde

R^1 es

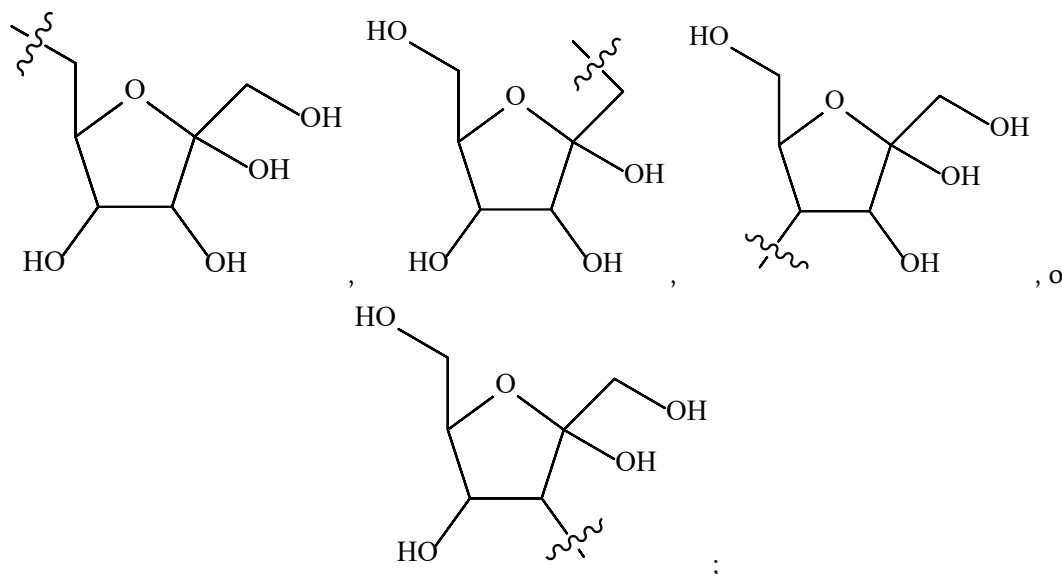
$-\text{CH}_2(\text{CHOH})_x\text{CH}_2\text{OH}$ donde x es 1, 2, 3, 4, 5 o 6,



donde $y + z$ es 0, 1, 2, 3, 4 o 5,



, donde $q + r$ es 2;



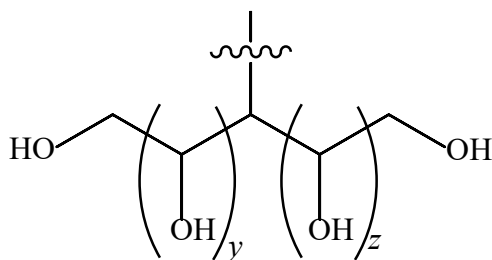
R^6 es hidroxilo, alcoxi o ariloxi;

R^7 es un grupo hidroxilo, alcoxi o ariloxi; y

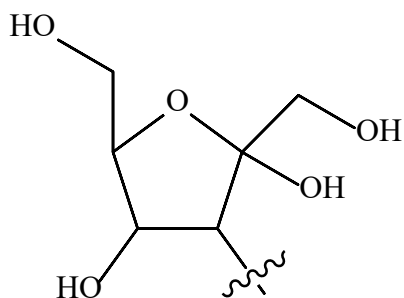
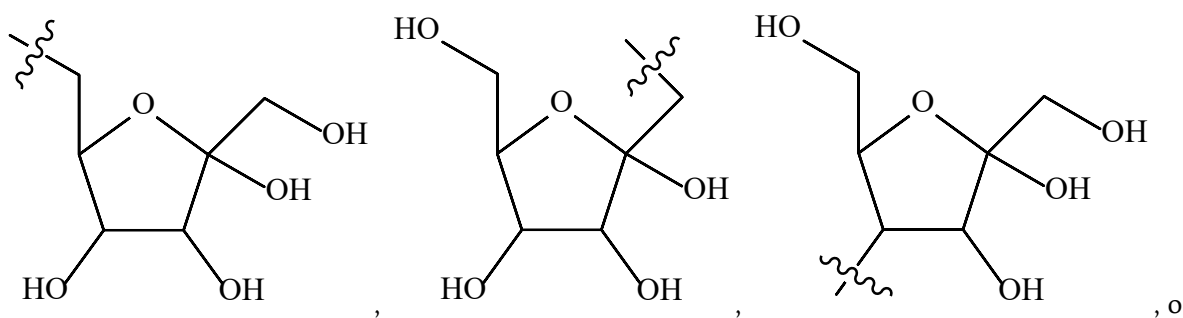
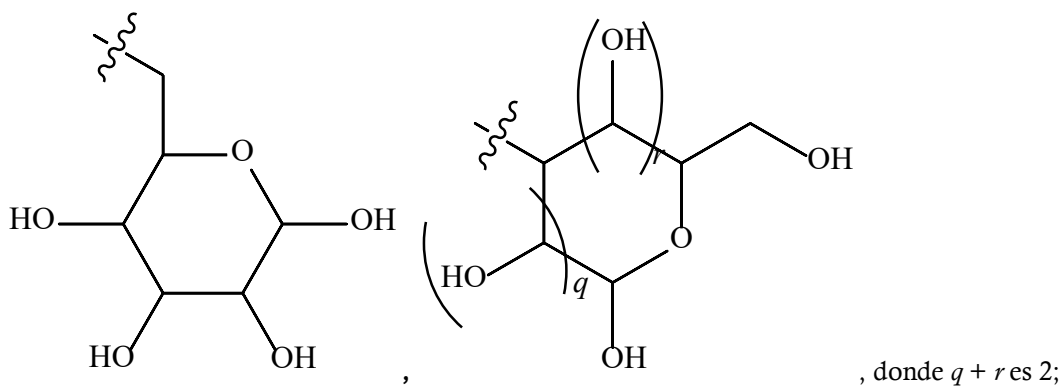
L^1 es un grupo alcoxi o ariloxi.

[0083] La sílice coloidal puede ser una sílice coloidal acuosa. En cualquier realización del método aquí descrita, el método puede incluir poner en contacto la sílice coloidal con un silano según la Fórmula III en presencia de un catalizador ácido. El catalizador ácido puede incluir ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico y/o ácido metanosulfónico. El catalizador ácido puede estar presente en una concentración de aproximadamente 0,01 M, 0,1 M, 0,5 M, 1,0 M, 1,5 M, 2,0 M, o cualquier intervalo que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores cualesquiera.

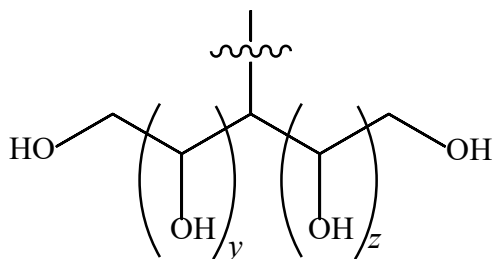
[0084] En cualquier realización aquí descrita, puede darse el caso de que R^6 , R^7 y L^1 sean, cada uno de forma independiente, un grupo alcoxi o ariloxi. Como se ha comentado anteriormente, R^1 es $-CH_2(CHOH)_xCH_2OH$, donde x es 1, 2, 3, 4, 5 o 6,



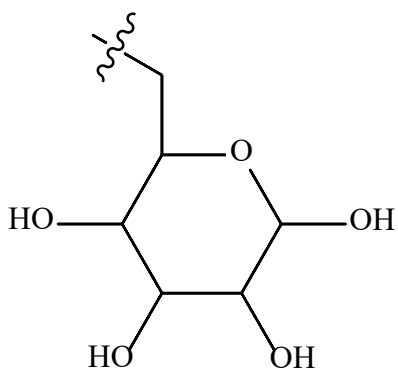
donde $y + z$ es 0, 1, 2, 3, 4 o 5,



. Por lo tanto, en cualquier realización de la presente, R^1 puede ser $-CH_2(CHOH)_xCH_2OH$, donde x es 1, 2, 3, 4, 5 o 6 –por ejemplo, x puede ser 1 (procedente del glicerol), x puede ser 2 (*p. ej.*, procedente del eritritol), x puede ser 3 (*p. ej.*, procedente del xilitol), x puede ser 4 (*p. ej.*, procedente del sorbitol o del manitol), o x puede ser 5. R^1 puede ser, alternativamente,

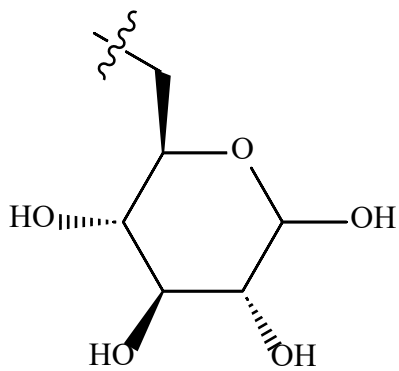


donde $y + z$ es 0, 1, 2, 3, 4 o 5, por ejemplo, y puede ser 0 y z puede ser 0, y puede ser 0 y z puede ser 1, 2, 3, 4 o 5, y puede ser 1 y z puede ser 1, 2, 3 o 4, o y puede ser 2 y z puede ser 1, 2 o 3.

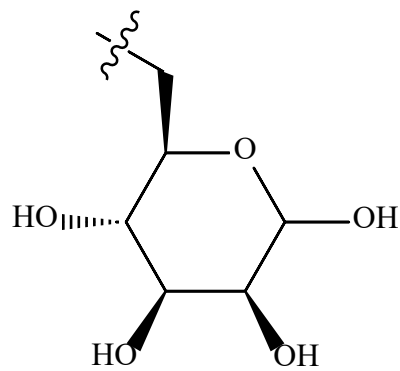


R¹ puede ser, alternativamente,

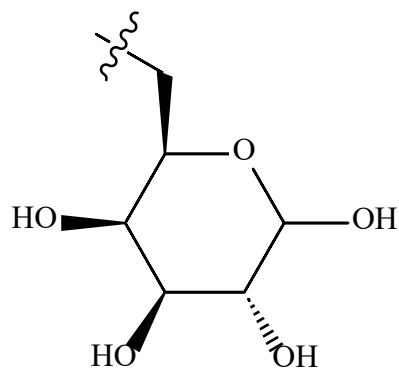
; así, por ejemplo, R¹ puede ser



(p. ej., derivado de D-glucosa),

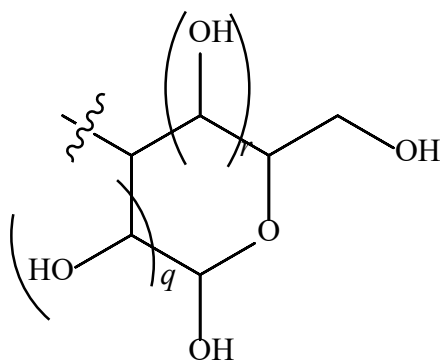


(p.



ej., derivado de D-manosa), o

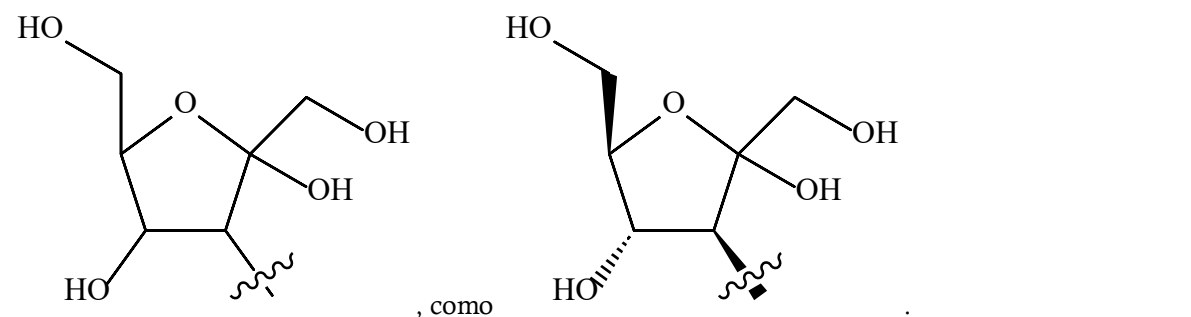
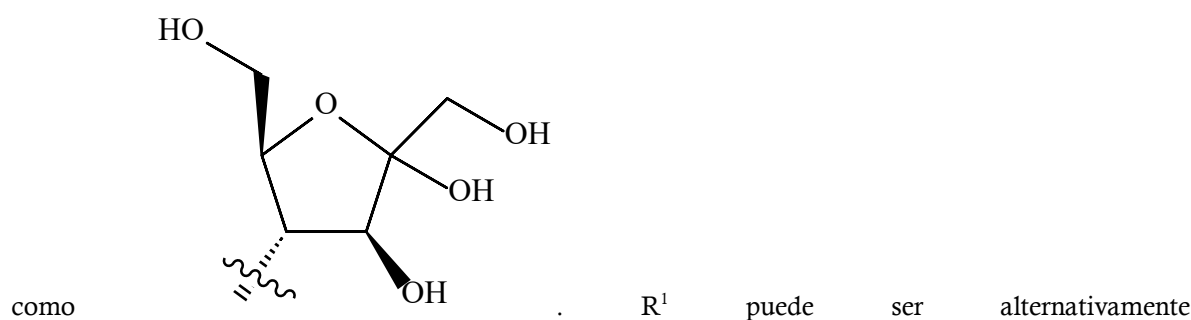
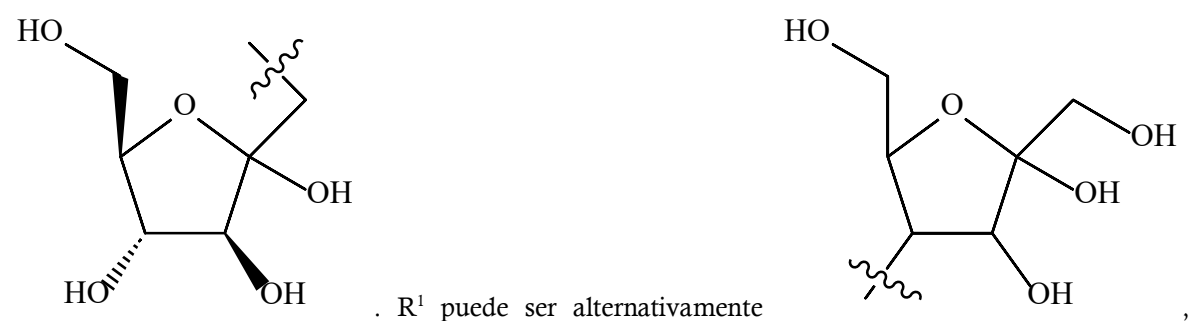
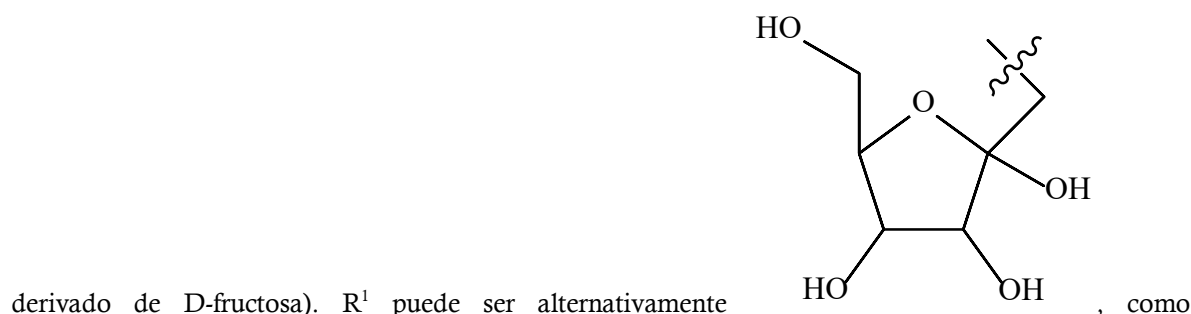
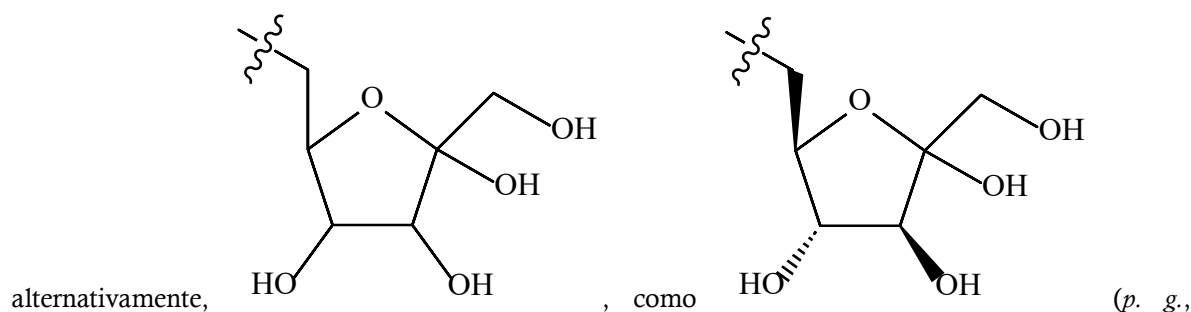
(p. ej., derivado de D-galactosa). R¹



puede ser, alternativamente,

donde $q + r$ es $2\frac{3}{4}$ por ejemplo, q

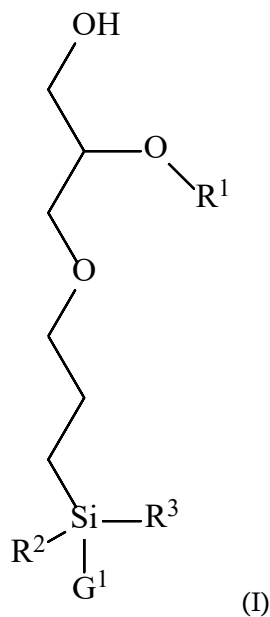
puede ser 0 y r puede ser 2, q puede ser 1 y r puede ser 1, o q puede ser 2 y r puede ser 0. R¹ puede ser,



[0085] En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R^2 sea hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi, fenoxi o G^2 . En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R^3 sea hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi, fenoxi o G^3 . En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que

R^2 sea G^2 . En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R^3 sea hidroxilo. En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R^6 sea hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi o fenoxi. En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R^7 sea hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi o fenoxi. En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que L^1 sea metoxi, etoxi, propoxi o fenoxi.

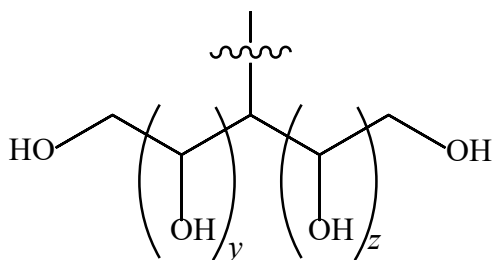
[0086] En cualquier realización del método aquí descrita, la sílice coloidal funcionalizada puede incluir una unidad superficial, así como una unidad estructural, de acuerdo con la Fórmula I



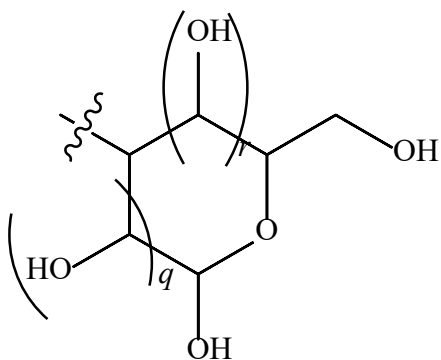
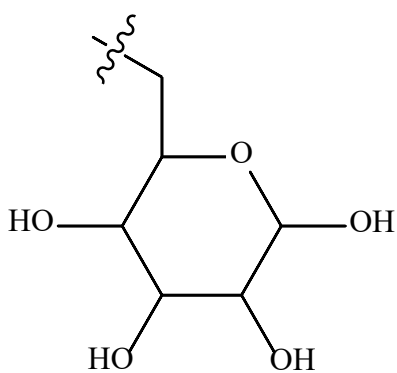
donde

R^1 es

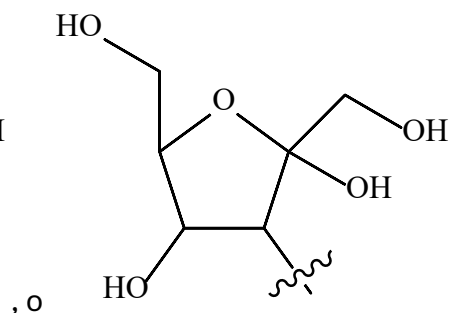
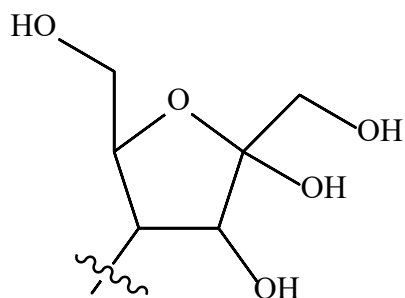
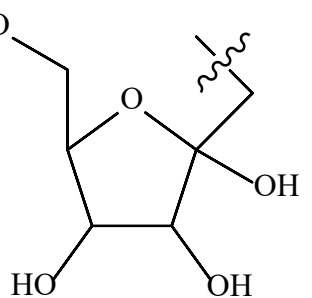
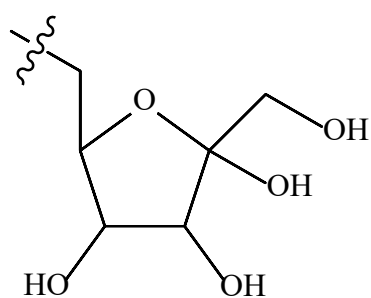
$-\text{CH}_2(\text{CHOH})_x\text{CH}_2\text{OH}$ donde x es 1, 2, 3, 4, 5 o 6,



donde $y + z$ es 0, 1, 2, 3, 4 o 5,



donde $q + r$ es 2;



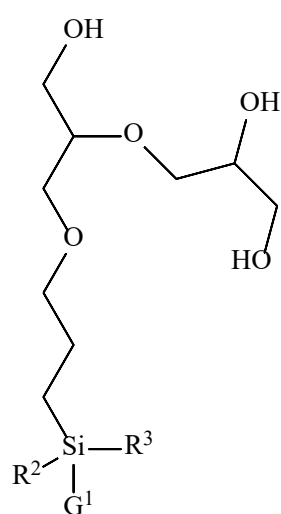
R^2 es un grupo hidroxilo, alcoxi, ariloxi o G^2 ;

R^3 es un grupo hidroxilo, alcoxi, ariloxi o G^3 ; y

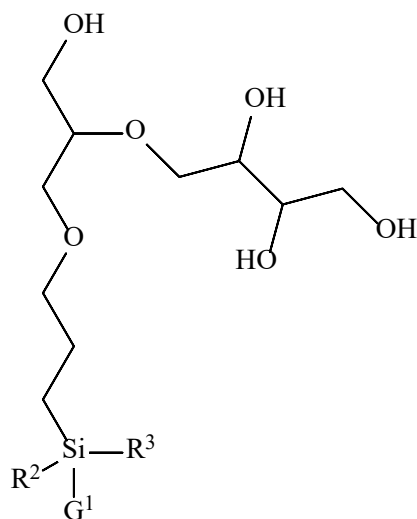
G^1 , G^2 y G^3 son, cada uno de forma independiente, un átomo de oxígeno de la superficie de la partícula de sílice, donde G^1 , G^2 y G^3 no son el mismo átomo de oxígeno.

[0087] En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R^2 sea un grupo hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi, fenoxi o G^2 . En cualquier realización de la presente, puede darse el caso de que R^3 sea un grupo hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi, fenoxi o G^3 .

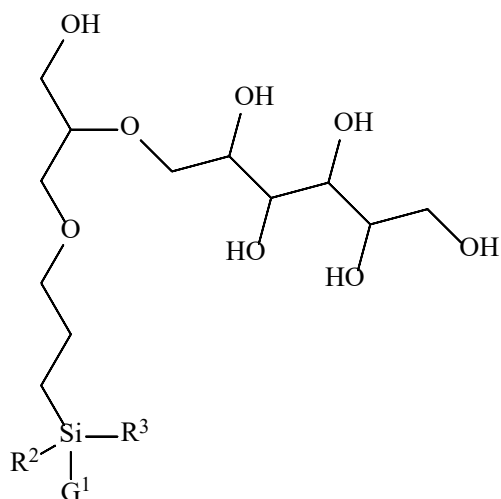
[0088] En cualquier realización del método aquí descrita, la sílice coloidal funcionalizada puede incluir al menos una unidad estructural según la Fórmula Ia, Ib, Ic, Id o Ie



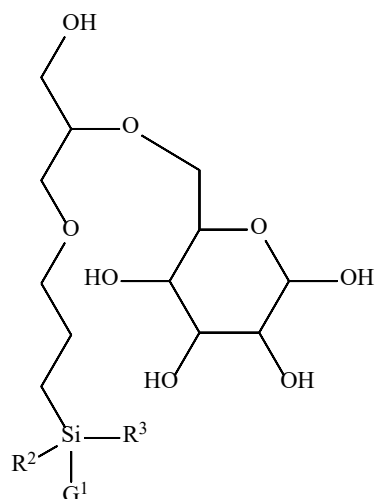
(Ia),



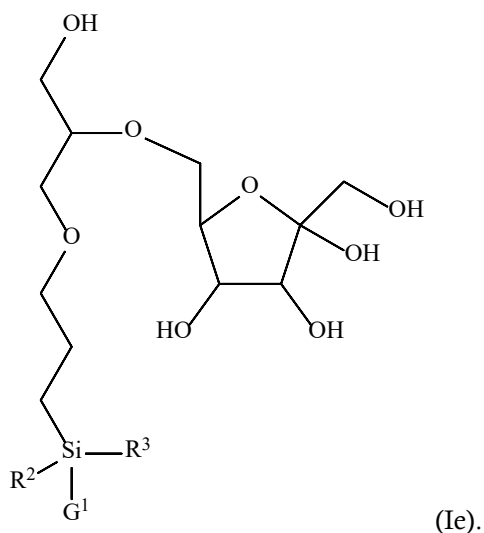
(Ib),



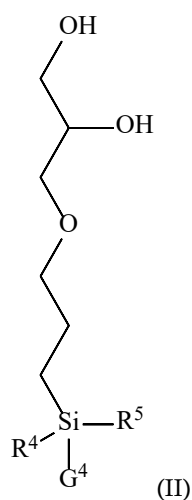
(Ic),



(Id),



[0089] En cualquier realización del método aquí descrita, puede darse el caso de que la sílice coloidal funcionalizada incluya además al menos una unidad estructural según la Fórmula II



en la que

R^4 es hidroxilo, alcoxi, ariloxi o G^5 ;

R^5 es hidroxilo, alcoxi, ariloxi o G^6 ;

G^4 , G^5 y G^6 son, cada uno de forma independiente, un átomo de oxígeno de la superficie de la partícula de sílice, donde G^4 , G^5 y G^6 no son el mismo átomo de oxígeno.

[0090] En cualquier realización del método aquí descrita, puede darse el caso de que R^4 sea un grupo hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi, fenoxi o G^5 . En cualquier realización del método aquí descrita, puede darse el caso de que R^5 sea un grupo hidroxilo, metoxi, etoxi, propoxi, fenoxi o G^6 .

[0091] El método de cualquier realización aquí descrita puede incluir poner en contacto la sílice coloidal con el silano en un medio, donde el medio incluye agua y/o un disolvente orgánico polar (*p. ej.*, un disolvente orgánico polar miscible con agua). En cualquier realización en la que el medio incluya un disolvente orgánico polar, el disolvente orgánico polar puede incluir metanol, etanol, propanol, etilenglicol, acetona, tetrahidrofurano, 1, 4-dioxano, dimetilformamida, N-metilpirrolidona o una combinación de dos o más de estos.

[0092] El método de cualquier realización aquí descrita puede incluir poner en contacto entre aproximadamente 1,5 y aproximadamente 3,0 moléculas de silano por cada 1 nm² de superficie de sílice coloidal. Por lo tanto, en cualquier realización aquí descrita, el método puede incluir poner en contacto una cantidad de moléculas de silano por cada 1 nm² de superficie de sílice coloidal de aproximadamente 1,5, aproximadamente 1,6, aproximadamente 1,7, aproximadamente 1,8, aproximadamente 1,9, aproximadamente 2,0, aproximadamente 2,1, aproximadamente 2,2, aproximadamente 2,3, aproximadamente 2,4, aproximadamente 2,5, aproximadamente 2,6, aproximadamente 2,7, aproximadamente 2,8, aproximadamente 2,9, aproximadamente 3,0, o cualquier rango que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores.

[0093] El método de cualquier realización aquí descrita puede proporcionar una composición que comprenda agua y la sílice coloidal funcionalizada (*p. ej.*, de cualquier realización del aspecto de la composición de la presente tecnología). En tales realizaciones, la composición puede ser estable al envejecimiento durante 24 horas o más a una temperatura de 80 °C cuando la composición comprende una solución salina con una fuerza iónica de 0,5 a 3,0. La solución salina de cualquier realización aquí descrita puede incluir NaCl, CaCl₂, MgSO₄ o una combinación de dos o más de estos. En cualquier realización aquí descrita, la fuerza iónica puede ser 0,5, 1,0, 2,0, 3,0 o cualquier rango que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores. Cuando la composición comprende una solución salina con una fuerza iónica de 0,5 a 3,0, en cualquiera de dichas realizaciones la composición puede tener un pH de aproximadamente 2 a aproximadamente 11 o de aproximadamente 7 a aproximadamente 10; incluyendo aproximadamente 7,0, aproximadamente 7,1, aproximadamente 7,2, aproximadamente 7,3, aproximadamente 7,4, aproximadamente 7,5, aproximadamente 7,6, aproximadamente 7,7, aproximadamente 7,8, aproximadamente 7,9, aproximadamente 8,0, aproximadamente 8,1, aproximadamente 8,2, aproximadamente 8,3, aproximadamente 8,4, aproximadamente 8,5, aproximadamente 8,6, aproximadamente 8,7, aproximadamente 8,8, aproximadamente 8,9, aproximadamente 9, 0, aproximadamente 10,1, aproximadamente 10,2, aproximadamente 10,3, aproximadamente 10,4, aproximadamente 10,5, aproximadamente 10,6, aproximadamente 10,7, aproximadamente 10,8, aproximadamente 10,9, aproximadamente 11,0, o cualquier intervalo que incluya y/o se encuentre entre dos de estos valores cualesquiera.

[0094] El método de cualquier realización aquí descrita puede incluir poner en contacto una sílice coloidal con un silano según la Fórmula III para obtener una mezcla inicial, en la que la mezcla inicial incluye la sílice coloidal funcionalizada, así como silano sin reaccionar, un silano no unido a la sílice coloidal, una impureza o una combinación de dos o más de estos; y purificar la sílice coloidal funcionalizada mediante ultrafiltración de la mezcla inicial para separar la sílice coloidal funcionalizada del silano sin reaccionar, del silano no unido a la sílice coloidal, de la impureza o de una combinación de dos o más de estos.

[0095] En un aspecto adicional, la presente tecnología proporciona una sílice funcionalizada preparada según un método de cualquier realización aquí descrita, como una sílice coloidal funcionalizada de cualquier realización descrita en el presente documento.

[0096] En un aspecto adicional, la presente tecnología proporciona una formulación para su uso en la recuperación mejorada de petróleo, el tratamiento de superficies metálicas, la galvanoplastia, el recubrimiento y/o la pintura, en la que la formulación incluye una composición según cualquier realización descrita en el presente documento, una sílice coloidal funcionalizada de cualquier realización descrita en el presente documento, y/o una sílice funcionalizada preparada según un método de cualquier realización descrita en el presente documento. A modo de ejemplo, y sin estar limitado por la teoría, una composición, una sílice coloidal funcionalizada y/o una sílice funcionalizada de la presente tecnología pueden ser reactivas con otros componentes incluidos en una formulación de recubrimiento y/o pintura (por ejemplo, con isocianatos en una formulación de recubrimiento de poliuretano y/o una formulación de pintura de poliuretano) y, por lo tanto, puede proporcionar un rendimiento mejorado y/o propiedades mecánicas en las capas formadas a partir de la formulación.

[0097] La presente tecnología, descrita así de manera general, se comprenderá más fácilmente haciendo referencia a los siguientes ejemplos, que se proporcionan a modo de ilustración y no pretenden limitar la presente tecnología.

EJEMPLOS

[0098] En estos ejemplos se utilizaron grados de sílice coloidal LUDOX disponibles en el mercado. Estos productos fueron suministrados por W.R. Grace & Co. También pueden utilizarse productos similares, como Levasil, disponible en Nouryon; AMSol, disponible en Applied Material Solutions; Köstrosol1540 de CWK Chemiewerk Bad Köstritz GmbH; Nalco 1140 de Nalco Water; Snowtex de Nissan Chemical, etc.

[0099] Todos los productos químicos utilizados en estos ejemplos procedían de proveedores habituales como Sigma-Aldrich, Fisher Scientific, TCI America y Gelest, Inc. Estos productos químicos se adquirieron y utilizaron sin purificaciones adicionales.

[0100] Para calcular los niveles de tratamiento con silano para las partículas de sílice coloidal, se utilizó un valor de $345 \text{ m}^2/\text{g}$ para el área superficial del grado de 7 nm de sílice coloidal (p. ej., LUDOX SM), un valor de $220 \text{ m}^2/\text{g}$ de área superficial para los grados de 12 nm de sílice coloidal (p. ej., LUDOX HS-40, LUDOX AM o LUDOX CL), un valor de $140 \text{ m}^2/\text{g}$ de área superficial para el grado de sílice coloidal de 22 nm (p. ej., LUDOX TM-40) y un valor de $75 \text{ m}^2/\text{g}$ de área superficial para el grado de 40 nm (p. ej., LUDOX PW-50 (X), un tipo de sílice coloidal con partículas de sílice polidispersas de diferentes tamaños). El nivel de tratamiento (TL) se define como el número de moléculas (NM) por nanómetro cuadrado de área superficial de la partícula sólida, o NM/nm^2 .

[0101] El procedimiento para purificar la sílice coloidal funcionalizada incluyó el uso de membranas de fibra hueca Spectrum MidiKros (p. ej., D02 -E050-10-S mPES/50 kD de peso molecular de corte (MWCO) con una superficie de 75 cm^2), aunque también pueden utilizarse otros tipos de membranas con un peso molecular de corte adecuado). Las muestras de sílice coloidal se hicieron pasar a través de las membranas mediante tubos Tygon con una bomba peristáltica a una presión inferior a 25 psi. Se recogieron los permeados, que contenían impurezas como sales y moléculas orgánicas no unidas, y se midió el volumen total. El contenido típico de sólidos de la sílice coloidal se situaba entre el 5 % y el 25 %, y se añadió agua desionizada fresca para compensar el volumen perdido en los permeados. Normalmente, se acumulaban entre 5 y 10 volúmenes de permeados con respecto al volumen total inicial de las muestras coloidales antes de que finalizara el proceso de ultrafiltración.

[0102] Método general para el análisis elemental de partículas funcionalizadas en cuanto a carbono (C %) e hidrógeno (H %): se colocaron pequeñas cantidades de las muestras coloidales purificadas en viales de vidrio, y los viales se secaron en un horno a 90°C durante toda la noche. Se recogieron los sólidos secos y se sometieron a análisis elementales con el analizador LECO G4 ICARUS Serie 2 o la serie PerkinElmer 2400.

[0103] Métodos de titulación: Para las titulaciones zeta, se utilizó un Colloid Dynamics AcoustoSizer IIX acoplado a una unidad de titulación automática para medir los potenciales zeta en función del pH mediante un método electroacústico. Para los ensayos típicos, se prepararon soles con un 5 % de sólidos coloidales diluyendo la muestra original con agua desionizada. Las titulaciones potenciométricas se realizaron partiendo del pH inicial del sol y se llevaron a cabo hasta un pH de 11 (para soles con pH inicial en el lado ácido) o hasta un pH de 3 (para soles con pH inicial en el lado alcalino) y, a continuación, de vuelta a un pH de 11 o 3, respectivamente. El software utilizó los parámetros del instrumento precargados para SiO_2 (sílice, típicamente amorfa) y agua. Las titulaciones se realizaron con HCl 0,1 N y NaOH 0,1 N.

[0104] Para la medición del tamaño de partícula mediante dispersión dinámica de luz (DLS), se utilizó un Malvern Zetasizer Nano -S90, número de modelo ZEN1690. Se prepararon soluciones de sólidos coloidales al 2 % en peso mediante la dilución de los soles originales con agua desionizada. Una vez

diluidos, los soles se filtraron con un filtro de jeringa de 0,45 micras en la cubeta de medición. Las mediciones se acumularon durante 60 segundos. Los valores indicados son D50 en base al volumen.

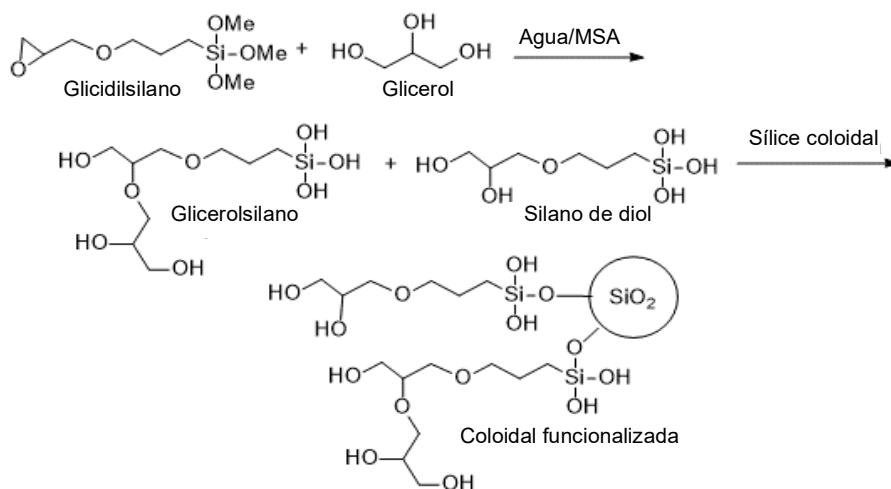
[0105] Se utilizó la resonancia magnética nuclear (RMN) para caracterizar los grupos superficiales de las partículas coloidales funcionalizadas. Las muestras de sílice coloidal funcionalizada tenían aproximadamente un 20 % de sólidos. Antes del análisis, las muestras se sometieron a un procedimiento de purificación por ultrafiltración para eliminar las especies sin reaccionar. Las muestras se diluyeron hasta aproximadamente un 10 % con D₂O y se analizaron en un instrumento de RMN Bruker Avance III de 400 MHz.

[0106] La FIG. 1 proporciona un esquema de reacción generalizado para la funcionalización de la sílice con alcoholes de azúcar.

[0107] Ejemplo 1 (Modificación con glicerol sobre LUDOX SM a 1,5 NM/nm² TL)

[0108] En un vaso de precipitados de 50 ml con una barra agitadora, se añadieron 10,19 g de glicerol. Mientras se mezclaba, se añadieron gota a gota 2,04 g de ácido metanosulfónico (MSA) 2 M. Una vez que la solución se volvió transparente, el vaso de precipitados se colocó en un baño de agua a temperatura ambiente. Se añadieron lentamente 6,12 g de (3-glicidiloxipropil)trimetoxisilano (glicidilsilano) gota a gota con agitación vigorosa (la reacción es fuertemente exotérmica). Se dejó que la solución se volviera transparente y se siguió agitando durante otros 30 minutos. Se formó un líquido viscoso y transparente. En un vaso de precipitados de 250 ml, se pesaron 100 g de LUDOX SM (~30 g de SiO₂ seco). Mientras se agitaba, se añadió lentamente la solución de silano a la sílice coloidal gota a gota, a temperatura ambiente. Una vez añadida, se dejó que la solución se mezclara a temperatura ambiente durante 1 hora. Tras 1 hora, se calentó la muestra a 60-70 °C y se dejó que la solución se mezclara durante otra hora a alta temperatura. Tras la reacción, se dejó que la mezcla se enfriara a temperatura ambiente y se sometió la muestra a diafiltración con 6 volúmenes de agua desionizada (DI). Se tomó una pequeña muestra y se secó a 90 °C durante toda la noche, y se llevó a cabo un análisis elemental para determinar el contenido de carbono de la muestra seca.

[0109] El esquema de reacción I que figura a continuación ilustra la transformación química del ejemplo. Como se muestra, durante la reacción del glicidilsilano y el glicerol en agua con una cantidad catalítica de ácido MSA, dado que tanto la molécula de agua como la de glicerol competirían y reaccionarían con el anillo epoxi del glicidilsilano, se esperaba que se produjera la formación de glicerolsilano (a partir de la reacción con el glicerol) y de silano de diol (a partir de la reacción con el agua), y que la proporción de los dos nuevos silanos podría depender de la cantidad de agua en el sistema y de las condiciones de reacción.

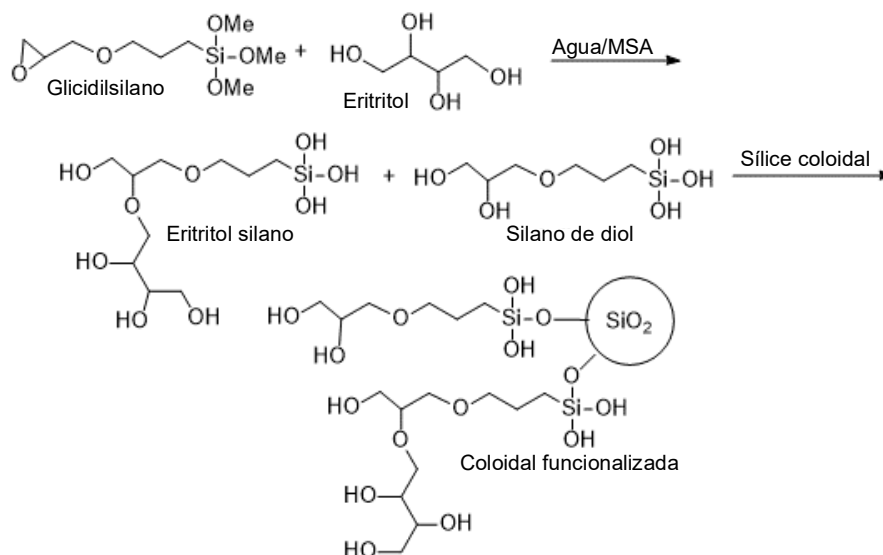


Esquema de reacción I

[0110] Ejemplo 2 (Modificación con eritritol de LUDOX SM a 1,5 NM/nm² TL)

[0111] En un vaso de precipitados de 50 ml con una barra de agitación, se añadieron lentamente 4,08 g de MSA 2 M y 4,08 g de agua desionizada. El vaso de precipitados se calentó a unos 55-60 °C en un baño de agua. A continuación, mientras se agitaba, se añadieron 10,19 g de *meso*-eritritol en pequeñas porciones. Una vez que los sólidos se disolvieron y la solución quedó transparente, se detuvo el calentamiento del baño de agua. Se añadieron lentamente 6,12 g de (3-glicidiloxipropil)trimetoxisilano gota a gota con agitación vigorosa (la reacción fue fuertemente exotérmica). Se dejó que la solución se volviera transparente y se siguió mezclando durante otros 30 minutos a 60 °C. Se formó un líquido transparente y viscoso. En un vaso de precipitados de 250 ml, se pesaron 100 g de LUDOX SM (~30 g de SiO₂ seco). Mientras se agitaba, se añadió lentamente la solución de silano a la sílice coloidal gota a gota, a temperatura ambiente. Una vez añadida, se dejó que la solución se mezclara a temperatura ambiente durante 1 hora. Tras 1 hora, se calentó la muestra a 60-70 °C y se dejó que la solución se mezclara durante otra hora a alta temperatura. Tras la reacción, se dejó que la mezcla se enfriara a temperatura ambiente y se sometió la muestra a diafiltración con 6 volúmenes de agua desionizada. Se tomó una pequeña muestra y se secó a 90 °C durante toda la noche, y se llevó a cabo un análisis elemental para determinar el contenido de carbono de la muestra seca.

[112] El esquema de reacción II ilustra la transformación química del ejemplo. Como se muestra, durante la reacción del glicidilsilano y el eritritol en agua con una cantidad catalítica de ácido MSA, dado que tanto la molécula de agua como la de eritritol competirían y reaccionarían con el anillo epoxi del glicidilsilano, se esperaba que pudiera producirse la formación de eritritol silano (a partir de la reacción con el eritritol) y diol silano (a partir de la reacción con el agua), y que la proporción de los dos nuevos silanos pudiera depender de la cantidad de agua en el sistema y de las condiciones de reacción.



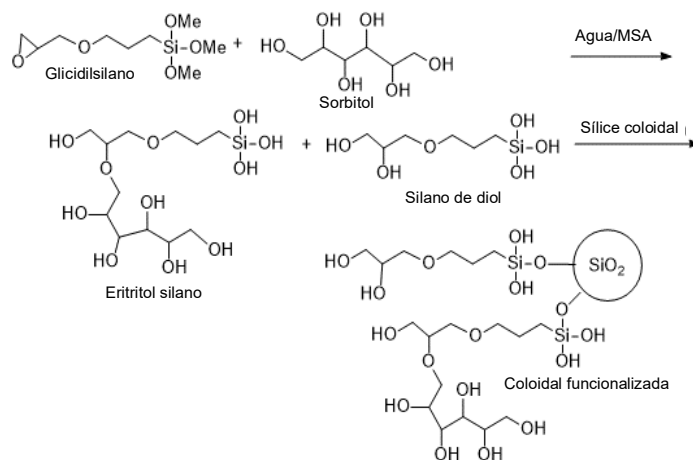
Esquema de reacción II

[0113] Ejemplo 3 (Modificación con sorbitol sobre LUDOX SM a 1,5 nm/nm² TL)

[0114] En un vaso de precipitados de 50 ml con una barra agitadora, se añadieron lentamente 4,08 g de MSA 2 M y 1,22 g de agua desionizada. El vaso de precipitados se calentó a unos 55-60 °C en un baño maría. A continuación, mientras se agitaba, se añadieron 10,19 g de *D*-sorbitol en pequeñas porciones. Una vez que los sólidos se disolvieron y la solución quedó transparente, se detuvo el calentamiento del baño maría. Se añadieron lentamente 6,12 g de (3-glicidiloxipropil)trimetoxisilano gota a gota con agitación vigorosa (la reacción es fuertemente exotérmica). Se dejó que la solución se volviera transparente y se siguió agitando durante otros 30 minutos a 60 °C. Se formó un líquido transparente y viscoso. En un vaso de precipitados de 250 ml, se pesaron 100 g de LUDOX SM (~30 g de SiO₂ seco). Mientras se agitaba, se añadió lentamente la solución de silano gota a gota a la sílice coloidal, a temperatura ambiente (entre 20 °C y 30 °C). Una vez añadida, se dejó que la solución se mezclara a temperatura ambiente durante 1 hora. Tras 1 hora, la muestra se calentó a 60-70 °C y se dejó que la solución se mezclara durante otra hora a alta temperatura. Tras la reacción, se dejó que la mezcla se enfriara a temperatura ambiente y se sometió la muestra a diafiltración con 6 volúmenes de agua desionizada. Se tomó una pequeña muestra y se secó a 90 °C durante toda la noche, y se llevó a cabo un análisis elemental para determinar el contenido de carbono de la muestra seca.

[0115] El esquema de reacción III ilustra la transformación química del ejemplo. Como se muestra, durante la reacción del glicidilsilano y el sorbitol en agua con una cantidad catalítica de ácido MSA, dado que tanto la molécula de agua como la de glicerol competirían y reaccionarían con el anillo epoxi del glicidilsilano, se esperaba que pudiera producirse la formación de sorbitol silano (a partir de la reacción

con el sorbitol) y diol silano (a partir de la reacción con el agua), y que la proporción de los dos nuevos silanos pudiera depender de la cantidad de agua en el sistema y de las condiciones de reacción.

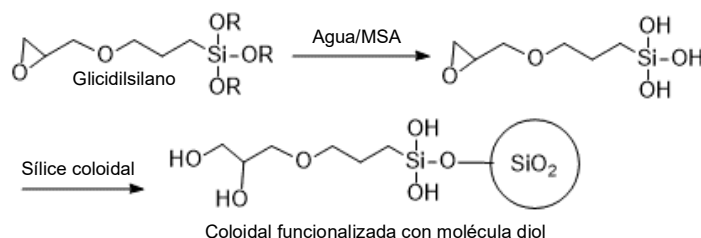


Esquema de reacción III

[0116] Ejemplo comparativo 1 (Modificación con glicidilsilano de LUDOX SM a 1,5 nm/nm² TL: sílice coloidal funcionalizada con diol)

[0117] En primer lugar, se llevó a cabo la hidrólisis del glicidilsilano en agua según un procedimiento descrito en los ejemplos de la patente US9187647 y en Greenwood P., Gevert B., «Aqueous silane modified silica sols: theory and preparation», *Pigment & Resin Technology*, 40(5) (2011) 275-284. Así, en un vaso de precipitados de 50 ml, se mezclaron 6,12 g de glicidilsilano con 30 ml de agua desionizada a temperatura ambiente hasta que se formó una solución transparente. En un vaso de precipitados de 250 ml, se pesaron 100 g de LUDOX SM (~30 g de SiO₂ seco) y 50 g de agua desionizada. La sílice coloidal diluida se calentó a 60 °C en un baño de agua. Mientras se mezclaba, la solución de silano se añadió lentamente a la sílice coloidal gota a gota, durante 1 hora. Una vez añadida, la mezcla se agitó a 60 °C durante otra hora. Tras la reacción, se dejó que la mezcla se enfriara a temperatura ambiente y se sometió la muestra a diafiltración con 6 volúmenes de agua desionizada. Se tomó una pequeña muestra y se secó a 90 °C durante toda la noche, y se llevó a cabo un análisis elemental para determinar el contenido de carbono de la muestra seca.

[0118] El esquema de reacción IV ilustra la reacción química de este ejemplo.



Esquema de reacción IV

[0119] La tabla 1 muestra los contenidos de carbono de las muestras secas correspondientes de los ejemplos 1 a 3 y del ejemplo comparativo 1.

Tabla 1.

Muestra	Tipo de grupo superficial	C% (Basado en muestras secas)
Ejemplo 1	Glicerol	6,94
Ejemplo 2	Eritritol	7,14
Ejemplo 3	Sorbitol	7,82
Ejemplo comparativo 1	Diol	5,11

[0120] Como se muestra, con el mismo nivel de tratamiento, las muestras de los Ejemplos 1-3 presentaban mayores cantidades de grupos orgánicos, indicadas por un mayor contenido de carbono (C%), que la muestra del Ejemplo comparativo 1. Las moléculas de azúcar más grandes presentaban un mayor C%: Ejemplo 3 > Ejemplo 2 > Ejemplo 1 > Ejemplo comparativo 1.

[0121] La FIG. 2 muestra los espectros de RMN de ^{13}C de una dispersión de la sílice coloidal funcionalizada con sorbitol del Ejemplo 3 (espectro superior), una solución de sorbitol en D_2O (espectro central) y una dispersión de la sílice coloidal funcionalizada con diol del Ejemplo comparativo 1 (espectro inferior) en la región de 60 ppm a 80 ppm. Los átomos de carbono a los que se asignaron números en el espectro del medio estaban conectados a grupos OH. Como se muestra, dado que el sorbitol «libre», no unido, se había eliminado mediante ultrafiltración, el espectro superior mostraba un patrón similar al de la molécula de sorbitol, lo que indica la presencia de grupos funcionales superficiales unidos.

[0122] Ensayo de estabilidad salina de los Ejemplos 1-3, el Ejemplo comparativo 1 y la materia prima LUDOX SM

[0123] Los sistemas coloidales formados por nanopartículas cargadas, estabilizados por fuerzas de repulsión electrostática, pueden ser sensibles a una alta fuerza iónica o a soluciones salinas de alta

concentración, debido a la reducción de la longitud de Debye en un entorno con alta concentración de sal. Por ejemplo, una solución de NaCl en agua a 25 °C y con una concentración de 1×10^{-3} M tiene una longitud de Debye de $\lambda_D = 9,6$ nm, lo que corresponde aproximadamente a 40 diámetros de agua; mientras que a una concentración de 0,1 M la longitud de Debye es $\lambda_D = 0,96$ nm, equivalente a solo cuatro diámetros de agua. Smith, Lee y Perkin, «The electrostatic screening length in concentrated electrolytes increases with concentration» (La longitud de pantalla electrostática en electrolitos concentrados aumenta con la concentración). *J. Phys. Chem. Lett.* 2016, 7, 12, 2157–2163. Aunque no está limitado por ninguna teoría, se cree que los grupos orgánicos de superficie unidos a las partículas coloidales pueden introducir un efecto estérico y mejorar la tolerancia a la sal de los sistemas coloidales que comprenden las nanopartículas coloidales funcionalizadas. En este caso, se comparó la estabilidad coloidal con funciones seleccionadas de los ejemplos descritos frente al material de partida, así como frente a las muestras de los ejemplos comparativos.

[0124] Para estandarizar las concentraciones de sal en la prueba de estabilidad, se utilizó cloruro de sodio en 4 concentraciones diferentes para las pruebas de compatibilidad con la sal de estas muestras.

[0125] Las pruebas se llevaron a cabo a un pH de 7-10 (pH natural de estas muestras) para todas las muestras coloidales y a concentraciones de sílice coloidal del 2 %. Así, se mezclaron volúmenes iguales de las soluciones salinas de la tabla (con concentraciones dos veces superiores a las de la Tabla 2) y muestras coloidales al 4 %, y se observó visualmente su estabilidad coloidal durante 4 horas y 24 horas a temperatura ambiente, a 40°C y a 80°C. La cinética de reacciones químicas de Arrhenius sugiere que las temperaturas más altas aceleran las reacciones, a menudo duplicando la velocidad por cada aumento de 10 grados. Por lo tanto, 24 horas a 80 °C (6×10 °C) equivalen aproximadamente a $24 \times 2^6 = 1536$ horas (o 64 días) a 20 °C (temperatura ambiente). La estabilidad coloidal se define como estable, turbia (menos estable) o gelificada (inestable) tras el envejecimiento a estas tres temperaturas diferentes. El término «estable» significa que no se observaron cambios visuales ni físicos en la dispersión coloidal tras el envejecimiento. El término «turbio» significa que la dispersión coloidal adquirió un color más blanquecino y se volvió menos transparente, pero sin que se observara sedimentación visible ni aumento de la viscosidad en las muestras. El término «gelificado» significa que la viscosidad de la dispersión coloidal aumentó hasta el punto de que toda la muestra dejó de fluir como un líquido. La tabla 2 recoge los resultados de la prueba de estabilidad salina.

Tabla 2.

Partículas al 2 % en solución de NaCl (M)	Funcionalización	Estabilidad					
		RT		40 °C		80 °C	
		4 h	24 h	4 h	24 h	4 h	24 h
0,5	LUDOX SM	estable	gelificado	estable	gelificado	gelificado	gelificado
1,0		estable	gelificado	estable	gelificado	gelificado	gelificado
2,0		estable	gelificado	estable	gelificado	gelificado	gelificado

3,0	(sin modificar, control)	estable	<i>gelificado</i>	estable	<i>gelificado</i>	<i>gelificado</i>	<i>gelificado</i>
0,5	Glicidilsilano («Diol»)	estable	estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>	<i>gelificado</i>
1,0		estable	estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>	<i>gelificado</i>
2,0		estable	estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>	<i>gelificado</i>
3,0		estable	estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>	<i>gelificado</i>
0,5	Glicerol	estable	estable	estable	estable	estable	estable
1,0		estable	estable	estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>
2,0		estable	estable	estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>
3,0		estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>	<i>ligeramente turbio</i>	<i>gelificado</i>
0,5	Eritritol	estable	estable	estable	estable	estable	estable
1,0		estable	estable	estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>
2,0		estable	estable	estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>
3,0		estable	estable	estable	estable	estable	<i>gelificado</i>
0,5	Sorbitol	estable	estable	estable	estable	estable	estable
1,0		estable	estable	estable	estable	estable	estable
2,0		estable	estable	estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>
3,0		estable	estable	estable	estable	estable	<i>ligeramente turbio</i>

[0126] Como se muestra en la Tabla 2, la sílice coloidal funcionalizada con alcohol de azúcar (Ejemplos 1, 2 y 3) demostró una estabilidad excelente en comparación con el material de partida SM, así como con la muestra del Ejemplo Comparativo 1, y estas tendencias fueron más pronunciadas a temperaturas más altas. El orden de mejora de la estabilidad fue Sorbitol > Eritritol > Glicerol >> Diol >> SM. Sin estar limitado por la teoría, se cree que estos datos concuerdan con el hecho de que los grupos superficiales de cadena más larga muestran mayores mejoras en la estabilidad coloidal que los de cadena más corta.

[0127] Ejemplo 4 (Modificación con glicerol de LUDOX HS-40 a 1,7 NM/nm² TL)

[0128] Se siguió un procedimiento similar al del Ejemplo 2, salvo que las cantidades de reactivos fueron:

Glicerol: 7,5 g

MSA 2 M: 1,5 g

Glicidilsilano: 4,5 g

HS-40: 75 g (neto de 30 g de SiO₂)

[0129] Ejemplo 5 (Modificación con eritritol en LUDOX HS-40 a 1,7 nm/nm² TL)

[0130] Se siguió un procedimiento similar al del Ejemplo 1, salvo que las cantidades de reactivos fueron:

Eritritol: 7,5 g

MSA 2 M: 3,0 g

Agua desionizada: 3,0 g

Glicidilsilano: 4,5 g

HS-40: 75 g (neto de 30 g de SiO₂)

[0131] Ejemplo 6 (Modificación con sorbitol sobre LUDOX HS-40 a 1,7 nm/nm² TL)

[0132] Se siguió un procedimiento similar al del Ejemplo 3, salvo que las cantidades de reactivos fueron:

Sorbitol: 7,5 g

MSA 2 M: 3,0 g

Agua desionizada: 0,9 g

Glicidilsilano: 4,5 g

HS-40: 75 g (netos de 30 g de SiO₂)

[0133] Ejemplo comparativo 2 (Modificación con glicidilsilano sobre LUDOX HS-40 a 1,7 NM/nm² TL: función diol)

[0134] Se siguió un procedimiento similar al del Ejemplo comparativo 1, salvo que las cantidades de reactivos fueron:

Glicidilsilano: 4,5 g

Agua desionizada: 20 g

HS-40: 75 g (con un contenido neto de 30 g de SiO₂), diluido con 50 g de agua desionizada.

[0135] La Tabla 3 muestra los contenidos de carbono de las muestras secas correspondientes de los Ejemplos 4-6 y del Ejemplo Comparativo 2.

Tabla 3.

Número de ejemplo	Tipo de grupo superficial	C% (Basado en muestras secas)
Ejemplo 4	Glicerol	4,61
Ejemplo 5	Eritritol	4,96
Ejemplo 6	Sorbitol	5,17
Ejemplo comparativo 2	Diol	3,06

[0136] Como se muestra, al mismo nivel de tratamiento, las muestras de los Ejemplos 4-6 presentaban mayores cantidades de grupos orgánicos, indicadas por contenidos de C% más elevados, que la muestra del Ejemplo comparativo 2, y las moléculas de azúcar más grandes presentaban un C% más elevado: Ejemplo 6 > Ejemplo 5 > Ejemplo 4 > Ejemplo comparativo 2.

[0137] La FIG. 3 muestra los gráficos de las titulaciones zeta frente al pH para la muestra coloidal inicial HS-40 sin funcionalizar y los Ejemplos 4-6 y el Ejemplo comparativo 2. Como se muestra, estas muestras tienen un patrón de carga superficial similar al del HS-40, excepto que las cargas netas eran menos negativas que las del HS-40. Las muestras de HS-40 modificadas con alcohol de azúcar tienen exactamente el mismo patrón que la muestra de diol (Ejemplo comparativo 2). Estas modificaciones se basan en moléculas neutras y no afectan a las propiedades de carga superficial de las partículas. Por otra parte, dado que algunos de los silanoles superficiales se unen a estos nuevos silanos, se reducen los grupos ionizables/titrables netos. Por lo tanto, estas muestras modificadas superficialmente presentan una carga menos negativa que la del HS-40 a los mismos pH.

[0138] La FIG. 4 muestra los gráficos de los resultados de la titulación ácido-base para la muestra coloidal inicial de HS-40 sin funcionalizar y los Ejemplos 4-6 y el Ejemplo comparativo 2. Como se muestra, las muestras de los Ejemplos 4-6 tienen un pH natural similar.

[0139] **Ejemplo 7** (Modificación con sorbitol de LUDOX HS-40 a 1,7 NM/nm² TL, 100 g de SiO₂ neto)

[0140] Se siguió un procedimiento similar al descrito en los Ejemplos 1 y 4, salvo que se utilizaron vasos de precipitados de mayor tamaño. Las cantidades de reactivos se enumeran en la Tabla 4. Tras la purificación, la muestra presentaba un contenido de carbono del 4,83 % en su forma seca.

Tabla 4.

Grupo funcional	Cantidad
Sorbitol	25 g
MSA (2 M)	10 g
Agua desionizada	3 g
Glicidilo	15 g
HS-40	250 g

[0141] **Ejemplo 8** (Modificación con sorbitol de LUDOX HS-40 a 1,7 NM/nm² TL, 500 g de SiO₂ neto)

[0142] Se siguió un procedimiento similar al descrito en los Ejemplos 1 y 4, salvo que se utilizaron cantidades mayores y vasos de precipitados de mayor tamaño. Las cantidades de reactivos se indican en la Tabla 5. Tras la purificación, la muestra presentaba un contenido de carbono del 5,11 % en su forma seca.

Tabla 5.

Grupo funcional	Cantidad
Sorbitol	125 g
MSA (2 M)	50 g

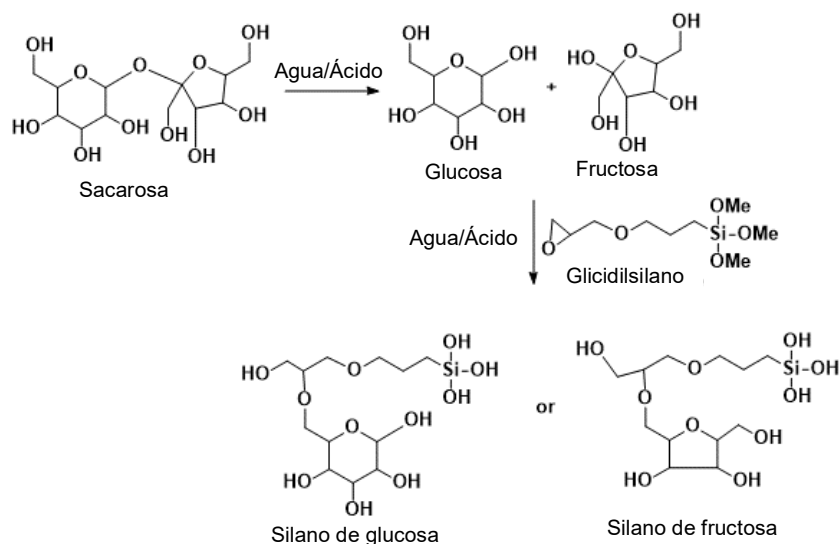
Agua desionizada	10 g
Glicidilo	75 g
HS-40	1250 g

[0143] Ejemplo 9 (Modificación con azúcar de LUDOX HS-40 a 1,7 NM/nm² TL)

[0144] A un vial de 20 mL que contenía una barra de agitación magnética y 0,9 g de agua desionizada se añadieron 3 g de ácido metanosulfónico 2M bajo agitación magnética continua. A continuación, se calentó el vial a 50 °C en un baño de agua, tras lo cual se añadieron 7,5 g de sacarosa con agitación magnética continua y se mantuvo la mezcla hasta la desaparición de todos los sólidos. A la mezcla resultante se añadieron gota a gota 4,5 g de glicidilsilano con agitación magnética continua, tras lo cual la mezcla se mantuvo a 50 °C con agitación durante 30 minutos adicionales para obtener la solución de silano deseada.

[0145] Se introdujeron 75 g de LUDOX HS-40 (30 g netos de SiO₂) a temperatura ambiente en un vaso de precipitados de 300 ml que contenía una barra de agitación magnética y se inició la agitación. A continuación, se añadió la solución de silano mencionada con anterioridad al vaso de precipitados con agitación continua, y luego se enjuagó el vial de 20 ml que contenía la solución de silano con 20 ml de agua desionizada y se añadió el enjuague al vaso de precipitados. La mezcla resultante se agitó durante 1 hora a temperatura ambiente, luego se calentó a 60 °C y se agitó durante otra hora a 60 °C. A continuación, se dejó que la mezcla se enfriara a temperatura ambiente y se sometió a diafiltración con 6 volúmenes de agua desionizada. Se tomó una pequeña muestra y se secó a 90 °C durante toda la noche, y se llevó a cabo un análisis elemental para determinar el contenido de carbono de la muestra seca. Se determinó que la muestra tenía un contenido de carbono del 4,58 % en su forma seca.

[0146] Sin estar limitado por la teoría, el esquema de reacción V ilustra la reacción esperada (pero no representa la estereoquímica). Como se muestra, se espera que la sacarosa sufra una hidrólisis ácida en D-glucosa y D-fructosa en el vial de 20 ml. Son estos productos de hidrólisis —D-glucosa y/o D-fructosa— los que se espera que reaccionen con el glicidilsilano. A efectos de concisión, el Esquema de reacción V solo representa un producto de la D-glucosa que reacciona con el glicidilsilano y solo representa un producto de la D-fructosa que reacciona con el glicidilsilano.



Esquema de reacción V

[0147] **Ejemplo 10** (Modificación con D-glucosa en LUDOX HS-40 a 1,7 NM/nm² TL)

[0148] Se repitió el procedimiento del Ejemplo 9 utilizando D-glucosa en lugar de sacarosa. Tras la purificación, la muestra tenía un contenido de carbono del 4,75 % en su forma seca.

[0149] **Ensayo de estabilidad salina de las muestras de los Ejemplos 9 y 10**

[0150] A continuación, se evaluó la estabilidad coloidal de las muestras de los Ejemplos 9 y 10 de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente en «**Prueba de estabilidad salina de los Ejemplos 1-3, el Ejemplo comparativo 1 y el material de partida HS-40**» a 80 °C durante toda la noche, y utilizando protocolos similares también se evaluó a pH 2 a 80 °C durante toda la noche (donde las muestras se acidificaron mediante la adición de ácido clorhídrico acuoso diluido hasta un pH de 2 y cualquier NaCl indicado se añadió tras dicha acidificación). La Tabla 6 que figura a continuación resume los resultados de la prueba de estabilidad.

Tabla 6.

N.º de ejemplo	Sin NaCl	NaCl 1 M	NaCl 2 M
Ejemplo 9	estable (pH 9)	estable (pH 9)	<i>turbio</i> (pH 9)
	estable (pH 2)	estable (pH 2)	estable (pH 2)
Ejemplo 10	estable (pH 9)	estable (pH 9)	<i>turbio</i> (pH 9)
	estable (pH 2)	estable (pH 2)	estable (pH 2)

[0151] Tal y como ilustran los resultados de la Tabla 6 en comparación con la sílice coloidal no modificada y la sílice coloidal funcionalizada con diol de la Tabla 2, la sílice coloidal funcionalizada con azúcar mostró una estabilidad coloidal mejorada con concentraciones de sal.

[0152] Si bien se han ilustrado y descrito ciertas realizaciones, debe entenderse que pueden introducirse cambios y modificaciones en las mismas de acuerdo con los conocimientos técnicos habituales en la materia sin apartarse de la tecnología en sus aspectos más amplios, tal y como se definen en las siguientes reivindicaciones.

[0153] Las realizaciones descritas a título ilustrativo en el presente documento pueden ponerse en práctica adecuadamente en ausencia de cualquier elemento o elementos, limitación o limitaciones, no divulgados específicamente en el presente documento. Así, por ejemplo, los términos «que comprende», «que incluye», «que contiene», etc., deben interpretarse de manera amplia y sin limitación. Además, los términos y expresiones empleados en el presente documento se han utilizado a título descriptivo y no limitativo, y no existe intención alguna en el uso de dichos términos y expresiones de excluir ningún equivalente de las características mostradas y descritas o de partes de estas, pero se reconoce que son posibles diversas modificaciones dentro del alcance de la tecnología reivindicada. Además, se entenderá que la frase «que consiste esencialmente en» incluye aquellos elementos específicamente mencionados y aquellos elementos adicionales que no afectan de manera significativa a las características básicas y novedosas de la tecnología reivindicada. La frase «que consiste en» excluye cualquier elemento no especificado. Por último, se entenderá que la divulgación de uno de los términos anteriores también divulga realizaciones que utilizan cualquiera de los otros dos términos o sus equivalentes.

[0154] La presente divulgación no debe limitarse a las realizaciones particulares descritas en esta solicitud. Se pueden realizar muchas modificaciones y variaciones sin apartarse de su espíritu y alcance, como resultará evidente para los expertos en la materia. Los métodos y composiciones funcionalmente equivalentes dentro del alcance de la divulgación, además de los enumerados en el presente documento, resultarán evidentes para los expertos en la materia a partir de las descripciones anteriores. Dichas modificaciones y variaciones pretenden estar comprendidas en el alcance de las reivindicaciones adjuntas. La presente divulgación debe limitarse únicamente por los términos de las reivindicaciones adjuntas, junto con el alcance completo de los equivalentes a los que dichas reivindicaciones tienen derecho. Debe entenderse que esta divulgación no se limita a métodos, reactivos, compuestos, composiciones o sistemas biológicos particulares, que, por supuesto, pueden variar. También debe entenderse que la terminología utilizada en el presente documento tiene por objeto describir únicamente realizaciones concretas, y no pretende ser limitativa.

[0155] Además, cuando las características o aspectos de la divulgación se describen en términos de grupos de Markush, los expertos en la materia reconocerán que la divulgación también se describe así en términos de cualquier miembro individual o subgrupo de miembros del grupo de Markush.

[0156] Como comprenderá un experto en la materia, a todos y cada uno de los efectos, en particular en lo que se refiere a proporcionar una descripción escrita, todos los intervalos aquí descritos abarcan también todos y cada uno de los subintervalos posibles y combinaciones de estos. Cualquier intervalo enumerado puede reconocerse fácilmente como que describe y permite suficientemente que dicho intervalo se desglose en al menos mitades, tercios, cuartos, quintos, décimos, etc. A modo de ejemplo no limitativo, cada rango aquí discutido puede dividirse fácilmente en un tercio inferior, un tercio medio y un tercio superior, etc. Como también comprenderá un experto en la materia, todos los términos tales como «hasta», «al menos», «mayor que», «menor que» y similares incluyen el número mencionado y se refieren a rangos que pueden dividirse posteriormente en subrangos, tal y como se ha discutido anteriormente. Por último, como comprenderá un experto en la materia, un intervalo incluye cada elemento individual.

[0157] Todas las publicaciones, solicitudes de patente, patentes concedidas y otros documentos a los que se hace referencia en la presente memoria se incorporan aquí por referencia, como si cada publicación, solicitud de patente, patente concedida u otro documento se hubiera indicado específica e individualmente para ser incorporado por referencia en su totalidad. Las definiciones contenidas en el texto incorporado por referencia quedan excluidas en la medida en que contradigan las definiciones de la presente divulgación.

[0158] En las siguientes reivindicaciones se exponen otras realizaciones.