

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

El presente documento se publica en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

472436

19 ES	11 NÚMERO	10 AI
21	22 FECHA DE PRESENTACION	
	8-8-78	

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NÚMERO		
33 416/77	9 agosto 1977	Inglaterra

47 FECHA DE PUBLICIDAD.	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C02B 9/00; B01F 17/52, 17/54	

54 TITULO DE LA INVENCION

"Procedimiento para la preparación de un desespumante

71 SOLICITANTE (S)

Th. Goldschmidt AG.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Goldschmidtstrasse 100, 4300 Essen (Alemania)

72 INVENTOR (ES)

Dr. Götz Koerner y Hans-Ferdi Fink

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

Carlos Fernández Candelas

El invento concierne a un procedimiento para la producción de un preparado desespumante.

Es conocido producir preparados desespumantes a base de aceites desespumantes insolubles en agua, emulgentes solubles en agua y ácido silícico finamente dividido. Como ejemplo de este estado de la técnica se menciona la DE-OS 24 43 853. Esta concierne a un preparado para desespumar soluciones o -- dispersiones acuosas con un contenido de compuestos organosilícicos y materiales de carga, que está caracterizado porque
10 consiste en 0,2 a 7,5% en peso de ácido silícico altamente disperso o de óxido de aluminio altamente disperso y 92,5 hasta 99,8% en peso de un copolímero por bloques de metilpolisiloxano-polioxialcoholeno, que contiene 10 a 60% en peso de metilpolisiloxano y cuyo bloque de polioxialcoholeno
15 tiene más de 80 hasta 100% en peso de unidades oxipropileno.

En tal caso, de 2 a 10% en peso del copolímero por bloques pueden estar reemplazados por emulgentes no ionógenos, que en promedio tienen un índice HLB (equilibrio hidrófilo-lipófilo) de 8 a 14. La función del aceite desespumante insoluble en agua la toma a su cargo en este caso el denominado copolímero por bloques de metilpolisiloxano-polioxialcoholeno.
20 Como emulgentes solubles en agua sirven los mencionados emulgentes no ionógenos.

Además se ha de hacer mención a la DE-OS 23 45 335.

Esta concierne a un preparado para desespumar soluciones o dispersiones acuosas, caracterizado por un contenido de 80 a 95% en peso de un aceite mineral o un aceite vegetal o animal, 1 a 7,5% en peso de ácido silícico altamente disperso o de óxido de aluminio altamente disperso, 1,0 a 10% en peso de un copolímero por bloques de metilpolisiloxano-polioxialcoholeno que contiene 10 a 60% en peso de metilpolisiloxano y cuyo bloque de polioxialcoholeno tiene 80 a 100% en peso de unidades oxipropileno, y eventualmente 2 a 10% en peso de emulgentes no iónicos, que tienen en promedio un índice HLB de 8 a 14, debiendo dar un valor de 100% en peso la suma de los componentes antes mencionados.

Como aceites desespumantes insolubles en agua se utilizan aquí combinaciones de aceites minerales, de aceites vegetales o animales y de copolímeros por bloques de metilpolisiloxano-polioxialcoholeno insolubles en agua.

Sin embargo, se ha puesto de manifiesto que los aceites desespumantes insolubles en agua con frecuencia no son miscibles con los emulgentes solubles en agua y que la mayor parte de las veces no es posible preparar dispersiones de ambos componentes estables a lo largo de un espacio de tiempo de días o semanas.

El presente invento se basa por lo tanto en la misión de producir un preparado de las sustancias activas des-

pumantes, que posea una elevada estabilidad de dispersión. En tal caso se encontró que pueden obtenerse dispersiones estables, si se mezclan entre sí los aceites desespumantes insolubles en agua y los emulgentes solubles en agua con determinadas mezclas de ácidos silícicos. Estos preparados pueden ser diluídos con agua. Las dispersiones resultantes en tal caso tienen a su vez una excelente estabilidad contra separación de las fases. Tienen una sobresaliente actividad desespumante.

El preparado desespumante obtenido por el procedimiento de acuerdo con el invento está caracterizado, en cuanto a su composición, porque consiste en

- a) 40 a 90 partes en peso de un aceite desespumante insoluble en agua;
- b) 2 a 50 partes en peso de un emulgente soluble en agua, pero insoluble en el componente a);
- c) 3 a 20 partes en peso de una mezcla de ácido silícico hidrófobo finamente dividido y de ácido silícico hidrófilo finamente dividido; y eventualmente
- d) agua en la cantidad necesaria para la preparación de una emulsión de base o una dilución de uso.

Se prefiere especialmente un preparado desespumante cuya porción de ácidos silícicos consiste en 3 a 97% en peso de ácido silícico hidrófobo y en 97 a 3% en peso de ácido silí

cico hidrófilo.

Especialmente se prefiere un preparado desespumante cuya porción de ácidos silícicos contiene por lo menos 50% en peso de ácido silícico hidrófobo.

5 El preparado desespumante, dado que la adición de agua es facultativa, puede ser anhidro. No obstante, se puede preparar también una emulsión de base que contiene en general aproximadamente 10% en peso del preparado según el invento. Pa
10 ra la utilización se puede diluir adicionalmente el preparado de partida a la emulsión de base. Esta dilución es determinada en lo esencial por las posibilidades para la adición dosificada.

Se prefiere en tal caso un preparado desespumante -- con la característica de que el ácido silícico finamente divi
15 dido contenido en él tiene una superficie según BET mayor de 50 m²/g.

Especialmente se prefiere un preparado desespumante - que está caracterizado porque el ácido silícico finamente divi
20 dido contenido en él tiene una superficie según BET mayor de 150 m²/g.

Se ha puesto de manifiesto de modo sorprendente que en el caso de utilizarse una mezcla de ácidos silícicos a base de ácido silícico hidrófobo y ácido silícico hidrófilo coinci-

den el máximo de la estabilidad de la dispersión, el máximo de la estabilidad de los preparados diluidos con agua y el máximo de la actividad desespumante.

Si se ha encontrado mediante ensayos previos y tanteos la mezcla de ácido silícico hidrófobo y de ácido silícico hidrófilo que proporciona el preparado desespumante diluible con agua más estable y más finamente dividido, esto significa que esta estabilidad y esta fina división se pueden volver a encontrar de nuevo también en el preparado diluido con agua y que el preparado tiene entonces también su máximo efecto desespumante. Esto era especialmente sorprendente, toda vez que es sabido para un técnico en la materia que normalmente se encuentra un antagonismo entre la estabilidad en emulsión de preparados desespumantes y su actividad (véase, por ejemplo, W. Noll "Chemie und Technologie der Silicone", Verlag Chemie 2ª edición 1968, página 541, líneas 11-20).

La expresión ácido silícico hidrófilo y ácido silícico hidrófobo, de modo similar a la expresión de un emulgente hidrófilo y un emulgente hidrófobo, no ha de entenderse de modo absoluto sino de un modo relativo. Así, por ejemplo, es posible en el caso de un ácido silícico hidrófilo, hidrofobizar una parte de su superficie, Su grado de hidrofilia está por consiguiente debilitado. Tal ácido silícico parcialmente hidrofobizado ha de ser considerado como hidrófilo, referido a un -

ácido silícico más intensamente hidrofobizado. No obstante, si se le compara con un ácido silícico hidrófilo no tratado, ha - de ser considerado como hidrófobo. Una característica decisiva del presente invento es la utilización de una mezcla de tipos
5 de ácidos silícicos con diversos grasos de hidrofilia o hidrofobia. Similarmente a como una mezcla de emulgentes debe ser acomodada en su relación de hidrofilia/hidrofobia al material a emulsionar, también en el caso del objeto del presente invento deben determinarse mediante ensayos previos el tipo, la cantidad y la proporción de la mezcla de ácidos silícicos. Esto,
10 sin embargo, no exige de ideas inventivas sino que se encuentra en el ámbito de conocimientos atribuible a un técnico en la materia.

Una buena posibilidad para descubrir la óptima relación de mezclado de ácido silícico hidrófobo a ácido silícico
15 hidrófilo con simultánea determinación de la cantidad total de ácido silícico favorable para la correspondiente combinación desespumante, la ofrece un método conocido con la designación de técnica Simplex, que está descrito detalladamente en la revista "Farbe und Lack", 1973, página 79.
20

La producción del preparado desespumante de acuerdo con el invento se realiza en un modo de procedimiento preferido, que está caracterizado porque se mezclan los componentes - a) y b), eventualmente con calentamiento, y en esta mezcla se -

incorpora con intensa agitación primeramente el ácido silícico hidrófobo y luego se añade con agitación adicional la cantidad de ácido silícico hidrófilo necesaria para una distribución lo más fina posible de los componentes a) y b), en que en el caso de la adición de agua se puede realizar la adición del mismo -
5 durante o después de la producción del preparado desespumante.

Los ácidos silícicos finamente divididos, contenidos en el preparado de acuerdo con el invento, pueden ser caracterizados por su superficie. Una medida de la superficie es su
10 denominada superficie según BET. La teoría y medición de la su perficie según BET están descritas en Journ. of Amer. Chem. Soc. 60 (1938) página 309 y son habituales para un técnico en la ma teria.

Tal como ya se ha expuesto, se utiliza preferiblemente
15 un ácido silícico finamente dividido con una superficie según BET de más de $50 \text{ m}^2/\text{g}$, especialmente de más de $150 \text{ m}^2/\text{g}$.

Ácidos silícicos finamente divididos con esta superficie pueden ser preparados de manera en sí conocida mediante diferentes procedimientos. Son utilizables tanto ácidos silíci
20 cos precipitados como también ácidos silícidos obtenidos mediante hidrólisis ígnea. Es especialmente apropiado el ácido silícico obtenido por hidrólisis ígnea.

Como ácidos silícicos hidrofobizados son apropiados aquéllos en los cuales los ácidos silícicos de superficie apro

piada están modificados superficialmente con silanos, siloxanos y silazanos. Esta modificación se efectúa de modo en sí - conocido, por ejemplo por acción de trimetilclorosilano, dimetildiclorosilano, octametilciclotetrasiloxano o hexametildisilano. Agentes de hidrofobización y procedimientos de hidrofobización están descritos por ejemplo en el libro antes mencionado de W. Noll "Chemie und Technologie der Silicone", Verlag Chemie, 2ª edición, 1968, página 369. No obstante, también pueden utilizarse compuestos exentos de silicio, tales como ceras o aminas orgánicas, por ejemplo octilamina o estearilamina. Un ácido hidrofobizado de tal modo ya no puede ser dispersado en agua, sino que sobrenada por encima de la superficie del agua.

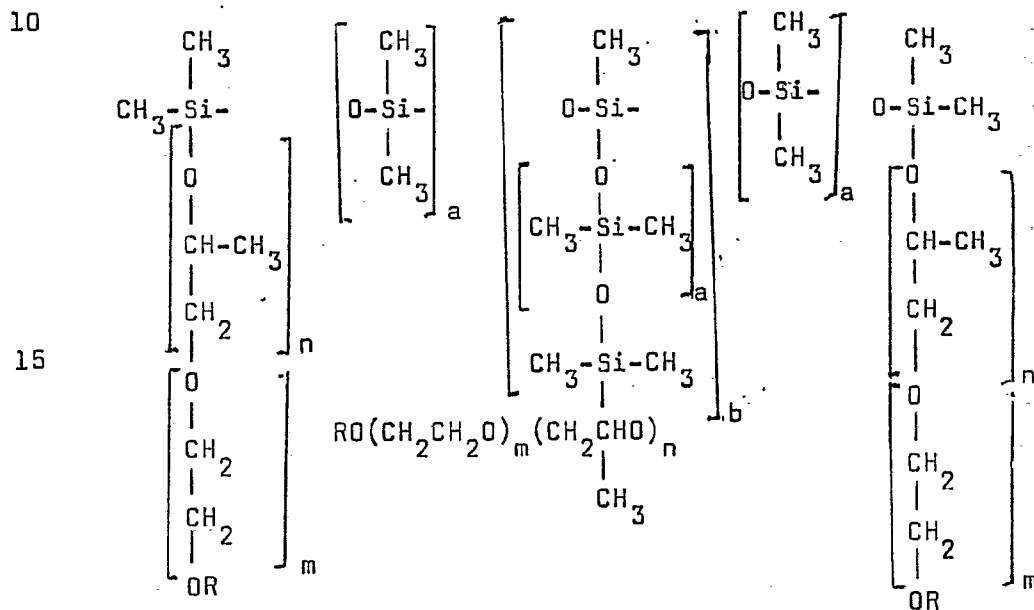
Como ácidos silícicos finamente divididos, hidrófilos se prefieren tipos precipitados con ácidos, que poseen una elevada porción de superficie interna. A diferencia del ácido silícico hidrofobizado, el ácido silícico hidrófilo, no hidrofobizado, es dispersable en agua.

No obstante, tal como ya se ha dicho, pueden utilizarse como participantes en la mezcla ácidos silícicos parcialmente hidrofobizados. Dependiendo del grado de la hidrofobia o de la hidrofilia de los participantes y dependiendo de la proporción de mezclado, las mezclas tienen propiedades que son - comparables con mezclas emulgentes con índices HLB más altos

o más bajos.

Para el preparado de acuerdo con el invento entran en consideración como aceites desespumantes insolubles en agua en principio todos los productos conocidos. Se pueden utilizar preferiblemente copolímeros por bloques de polioxialcoholeno-
 5 polisiloxano hidrófobos, tal como se describen por ejemplo en la DE-OS 23 45 335.

La estructura de tales copolímeros por bloques puede ser reproducida por la fórmula general



Los índices a, b, n ó m son números enteros y se deducen del -
 20 requisito de la reivindicación principal de la DE-OS mencionada, de que en el copolímero por bloques debe estar contenido - de 10 a 60, preferiblemente de 15 a 30% en peso de bloques de metilpolisiloxano, debiendo tener los bloques de polioxialcoholi

leno a su vez de 80 a 100: en peso de unidades oxipropileno. Los índices b y m pueden ser también 0. Si b es = 0 se trata de productos lineales. a y n tienen siempre valores finitos. Como aceites desespumantes insolubles en agua son utilizables tam--
5 bién aceites de silicona, especialmente aceites de dimetilsili-
cona. Son apropiados además poliésteres hidrófobos, a saber es-
pecialmente los que tienen un alto contenido de unidades de óxi-
do de propileno, por ejemplo polipropilenglicoles puros o sus
diésteres o monoésteres. Son especialmente útiles poliésteres hi-
10 drófobos con pesos moleculares por encima de 1.000. No obstan-
te, también se pueden utilizar como componentes desespumantes
aceites vegetales o animales conocidos desde hace largo tiempo.
Son apropiados además alcohilfosfatos, cuyos radicales alcohil-
lo contienen por lo menos 10 átomos de carbono. También se pue-
15 den emplear los denominados aceites ésteres sintéticos, tales
como por ejemplo estearato cetílico, tripelargonato de trime-
tilolpropano, ftalato de dioctilo o sebacato de dioctilo. Ade-
más son apropiados aceites minerales, especialmente aceites pa-
rafínicos. Son apropiados también aceites fluorocarbonados, -
20 por ejemplo polialcoholenglicoles perfluorados tales como per-
fluoropolipropilenglicol.

Se conocen emulgentes solubles en agua, y se prefieren emulgentes no ionógenos, especialmente aquéllos que son lí-
quidos a la temperatura ambiente o funde en el caso de moderado

calentamiento en las condiciones del procedimiento de acuerdo con el invento. Pueden utilizarse también mezclas de tales -- emulgentes. Como emulgentes no ionógenos entran en consideración especialmente: alcoholes grasos oxietilados, ácidos grasos oxietilados, 5 ésteres de ácidos grasos oxietilados de polioles, tales como glicerina, sorbita o sorbitán, alcoholfenolos oxietilados, poliéteres que contienen grupos oxietileno y oxipropileno, y siliconpoliéteres solubles en agua. Copolímeros por bloques de polioxialcoholeno-polisiloxano solubles en agua son muy especialmente apropiados. Además se pueden utilizar 10 aminas, amidas o amidoaminas oxietiladas. También pueden utilizarse agentes tensioactivos ionógenos solubles en agua. Entre los agentes tensioactivos aniónicamente activos han de mencionarse especialmente los sulfatos y sulfonatos de compuestos orgánicos. Como compuestos cationicamente activos son apropiados 15 compuestos de amonio cuaternario con radicales alcohol de cadena larga así como betaínas.

Los preparados desespumantes obtenidos por el procedimiento de acuerdo con el invento son apropiados tanto para 20 desespumar sistemas acuosos como para desespumar sistemas no acuosos. Sin embargo preferiblemente se utilizan para desespumar sistemas acuosos. Los preparados ya son eficaces en pequeña cantidad. Dado que los preparados desespumantes de acuerdo con el invento se distribuyen muy bien en agua, se hace super-

flua con frecuencia la necesidad de la preparaci3n de una emulsi3n de base diluible. Una ventaja de la buena dispersabilidad de los preparados desespumantes consiste en que se evita una separaci3n de las sustancias activas junto a la superficie. Tal separaci3n conduce en el caso de sistemas conocidos, con demasiada frecuencia, a perturbaciones de t3cnica de utilizaci3n de los productos desespumados.

En los siguientes ejemplos se muestran diferentes preparados desespumantes obtenidos por el procedimiento de acuerdo con el invento as3 como su estabilidad y su efecto desespumante.

A t3tulo ilustrativo, complementando esta memoria se acompa1an cinco diagramas correspondientes a ejemplos de diferentes preparados desespumantes, donde

En abscisas figuran los porcentajes:

- de 3cido silicico total en la escala $X_2 - X'_2$
- de 3cido sil3cico hidr3fobo es la es $X - X'$
cala
- de 3cido sil3cico hidr3filo en la es $X_1 - X'_1$
cala

En ordenadas figuran :

- tiempo hasta llegar a 1000 ml de espuma en minutos, en escala OY
- estabilidad de la emulsi3n al 10% en d3as, en escala $Y_1 - Y'_1$
- estabilidad del preparado segun el invento en semanas, en escala $Y_2 - Y'_2$

En dichos ejes de coordenadas se han representado

- por línea de punto y traza la estabilidad de la emulsión al 100.

5 - por línea de círculo y traza la actividad

- por línea de cruz y traza la estabilidad del preparado

EJEMPLO 1

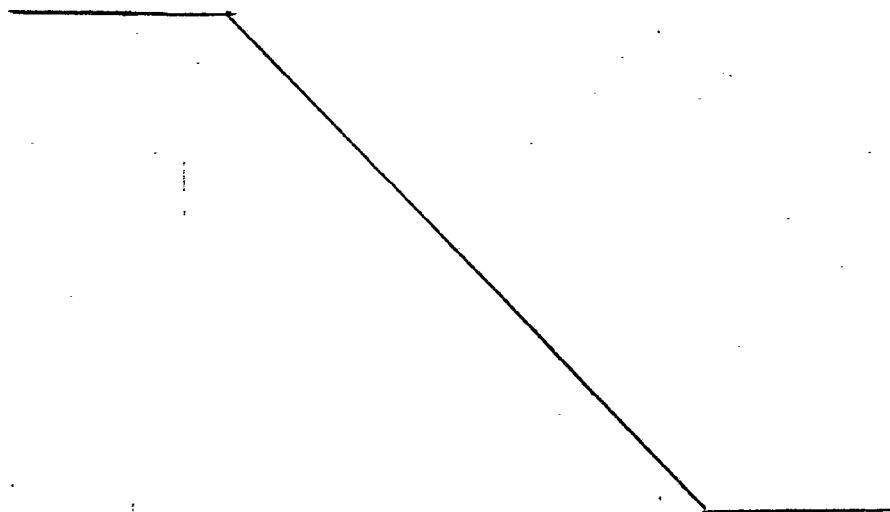
Se producen preparados desespumantes diluibles con agua, que tienen la siguiente composición:

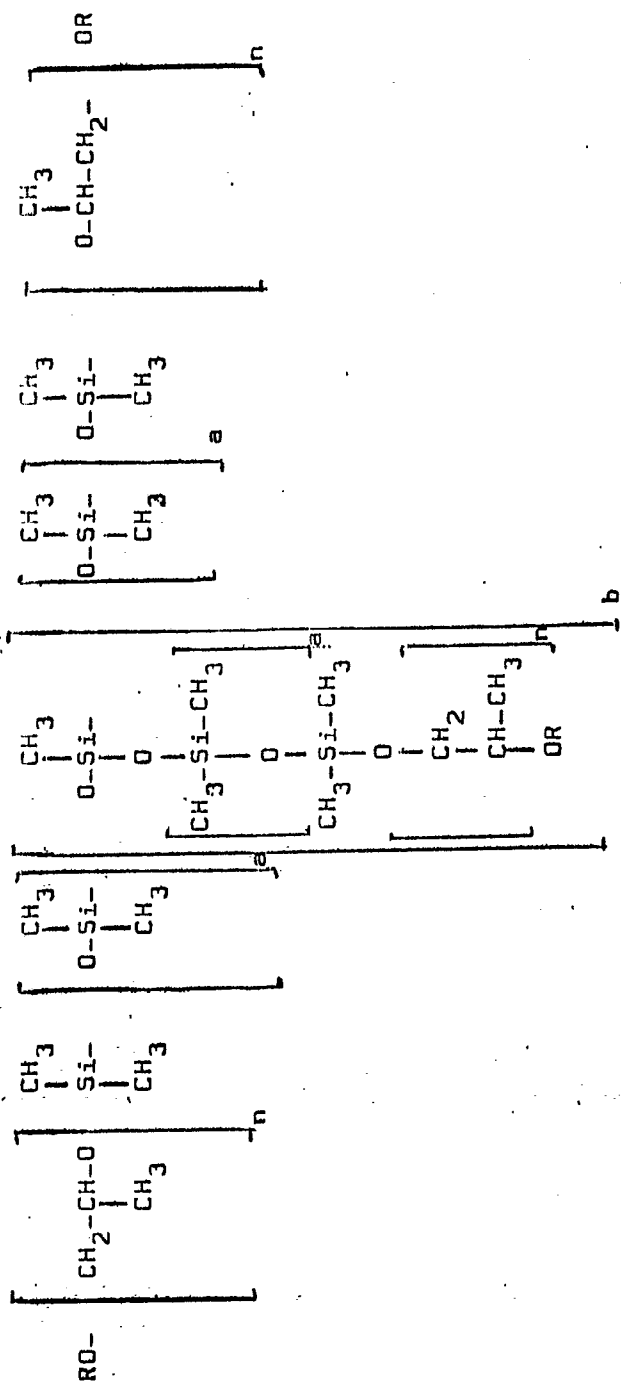
15 83,5 partes en peso de aceite desespumante insoluble en agua,

10,0 partes en peso de emulgente soluble en agua,

6,5% en peso de ácido silícico finamente dividido.

20 Como aceite desespumante se utiliza un copolímero por bloques de polioxipropileno metilpolisiloxano insoluble en agua de la fórmula general





El radical R tiene el significado de un radical butilo -
 $a = 5$, $b = 2$, $n = 30$.

Como emulgente sirve un polioxietilen-polioxipropilen
metilpolisiloxano, que no es soluble en el aceite desespumante
5 pero puede ser disuelto en agua en cualquier proporción y tie
ne un punto de enturbamiento en solución acuosa al 4% de 29°C.

El ácido silícico finamente dividido utilizado cons
ta de una mezcla de ácido silícico totalmente hidrofobizado -
con grupos trimetilsililo con una superficie según BET de 200
10 m^2/g , y un ácido silícico hidrófilo con una superficie según
BET también de 200 m^2/g .

En la serie de ensayos que se describe en este ejem
plo se hace variar la proporción de mezclado de los dos ácidos
silícicos. La composición de las mezclas de ácidos silícicos -
15 se deduce del diagrama 1.

Los preparados desespumantes diluibles con agua son
producidos mezclando primeramente el aceite desespumante y el
emulgente con ayuda de un mecanismo agitador de movimiento rà
pido, y luego en las mismas condiciones de agitación, incorpo
20 rando primeramente el ácido silícico hidrófobo y después la -
correspondiente cantidad de ácido silícico hidrófilo.

La evaluación de los preparados se efectúa en lo esencial
de acuerdo con los siguientes criterios.

1. Se determina la estabilidad de la dispersión obtenida.

Para ello los preparados son almacenados a la temperatura ambiente en un vaso de sedimentación y se observa si se efectúa separación de fases y después de qué tiempo. En el diagrama 1 se registra el tiempo después del cual se hace visible la clara separación entre fases, en función de la composición de la mezcla de ácidos silícicos contenida en el preparado.

2. Se determina la estabilidad de emulsiones acuosas al 10% que son preparadas incorporando lentamente con agitación agua en el preparado desespumante. Una posibilidad para ello es la observación de las dispersiones almacenadas a la temperatura ambiente en cuanto a sedimentaciones, por ejemplo formación de cremas o separación entre fases. En el diagrama 1 se determina el tiempo después del que se ha comprobado una clara formación de espuma de la emulsión al 10% en función de la composición de la mezcla de ácidos silícicos contenida en el preparado.

3. Se determina además de ello el efecto antiespumante del preparado desespumante. Para ello se conduce, a través de 1.000 ml de una solución acuosa al 0,1% de una mezcla de de decilbencenosulfonato y alcohol graso-poliglicol éteres, una corriente de aire exenta de aceite, hasta que hayan resultado 1.000 ml de espuma. Esta corriente de aire es introducida con una velocidad constante de 6 litros/minuto a través de una frita de vidrio con la porosidad 1. Si el volumen de la espuma ha

llegado a 1.000 ml, se interrumpe la aportación de aire mediante retirada de la frita desde el recipiente medidor, y se añaden 0,5 ml de la emulsión al 10% del preparado desespumante. - Esto corresponde a 50 ppm del preparado no diluído. Tras haber se destruído totalmente la espuma, se introduce de nuevo aire y se mide el tiempo que es necesario para que se forme de nuevo un volumen de espuma de 1.000 ml. En el diagrama 1 está registrado este tiempo en función de la composición de la mezcla de ácidos silícicos que está contenida en el preparado.

10. La representación gráfica muestra que son sobresaliente buenas tanto la estabilidad del preparado desespumante como también la estabilidad de la emulsión preparada a partir del preparado desespumante mediante sencilla incorporación de agua con agitación, mediante exacta acomodación de la proporción de mezclado de ambos tipos de ácidos silícicos con una misma y única proporción de mezclado. Asimismo el preparado desespumante más estable manifiesta la máxima actividad en el ensayo de desespumado.

EJEMPLO 2

- 20 Se producen preparados desespumados diluíbles con agua que tienen la siguiente composición:

80 - x % en peso de aceite desespumante insoluble en agua

20 % en peso de emulgente soluble en agua,

x % en peso de ácido silícico finamente dividido.

El ácido silícico finamente dividido empleado, consta de una porción de y % en peso del ácido silícico hidrofobizado descrito en el Ejemplo 1 y una porción de z % en peso del ácido silícico hidrófilo también descrito en el Ejemplo 1, referido a la porción total de ácidos silícicos.

Como aceite desespumante se utiliza un compuesto de silicona de la fórmula mencionada en el Ejemplo 1,

teniendo a un valor de 5,

poseyendo b un valor de 3,

siendo $n = 0$ y

significando $R = C_2H_5$.

Como emulgente se utiliza un polietersiloxano incompatible con el compuesto de silicona, pero soluble en agua.

La producción de los preparados diluibles con agua se realiza del modo descrito en el Ejemplo 1. La evaluación de los preparados se efectúa de acuerdo con los criterios descritos en el Ejemplo 1.

En el diagrama 2 están registrados los valores encontrados en función de la cantidad total de ácidos silícicos; y además con los valores de abscisas están asociadas las proporciones de mezclado pertenecientes a la correspondiente cantidad total de ácidos silícicos, entre el ácido silícico hidrófobo y el ácido silícico hidrófilo.

El diagrama muestra también en este ejemplo que to-

dos los criterios de evaluación descritos tienen su máximo con una única y misma concentración de ácido silícico y adicionalmente con una muy determinada proporción de mezclado entre el ácido silícico hidrófobo y el ácido silícico hidrófilo.

5 EJEMPLO 3

Se producen preparados desespumantes diluibles en agua, que tienen la siguiente composición:

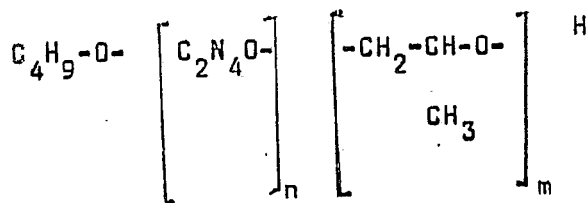
72,0 partes en peso de aceite desespumante insoluble en agua,

10 20,0 partes en peso de emulgente soluble en agua,

8,0 partes en peso de ácido silícico finamente dividido.

15 Como aceite desespumante se utiliza un butilpolipropilenglicoléter insoluble en agua con una viscosidad de aproximadamente $150 \text{ mm}^2/\text{seg}^{-1}$.

Como emulgente, que no se disuelve en el aceite desespumante pero sí en agua, se utiliza un alcoholpoliéter de la fórmula general .



20 que tiene un punto de enturbiamiento en solución al 4% de 34°C.

El ácido silícico finamente dividido utilizado, -

**POOR
QUALITY**

consta de una mezcla de los ácidos silícicos hidrofobizados e hidrófilos que se describen en el Ejemplo 1. En la serie de ensayos descrita en este ejemplo se hace variar la proporción de mezclado de los dos ácidos silícicos. La composición de las mezclas de ácidos silícicos se deduce del diagrama 3.

La producción de los preparados desespumantes se efectúa del modo descrito en el Ejemplo 1. La evaluación de los preparados se realiza de acuerdo con los criterios descritos en el Ejemplo 1.

El diagrama muestra también en este caso que tienen sus valores máximos las estabilidades de los preparados y de la emulsión al 10% preparada a partir de ello, así como la actividad con una determinada proporción de mezclado de los dos ácidos silícicos. La actividad de los preparados fue determinada en esta serie de ensayos sólo con los productos cuya emulsión al 10% en agua es estable durante al menos 1 hora.

EJEMPLO 4

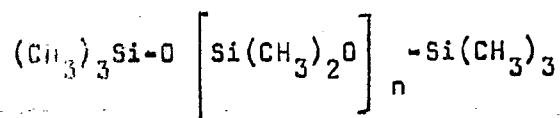
Se producen preparados desespumantes diluibles en agua, que tienen la siguiente composición:

67% en peso de aceite desespumante insoluble en agua,
20% en peso de emulgente soluble en agua,
13% en peso de mezcla de ácidos silícicos finamente divididos.

El ácido silícico finamente empleado, consta de una porción de x % en peso del ácido silícico hidrofobizado des-

descrito en el Ejemplo 1 y una porción de z % en peso del ácido silícico hidrófilo también descrito en el Ejemplo 1, referido a la porción total de ácidos silícicos.

Como aceite desespumante se emplea un compuesto de -
5 silicona de la fórmula general



con un peso molecular medio de aproximadamente 10.000.

Como emulgente se utiliza una mezcla inmisible con el
10 el aceite de silicona, pero soluble en agua, a base de monooleato de sorbitán y monooleato de polioxietilen-sorbitán, que tiene un índice HLB de 11.

La producción del preparado diluible con agua se realiza del modo descrito en el Ejemplo 1. La evaluación de los
15 preparados se efectúa de acuerdo con los criterios descritos en el Ejemplo 1. En el diagrama 4 se registran los valores encontrados de la composición de la mezcla de ácidos silícicos que está contenida en el preparado.

El diagrama 4 muestra que tienen sus máximos las estab
20 tabilidades de los preparados y de la emulsión al 10% preparada a partir de ellos así como la actividad de los preparados con una determinada proporción de mezclado de los ácidos silícicos.

de los preparados se efectuó de acuerdo con los criterios que también se exponen en el Ejemplo 1. En el diagrama 5 están registradas las valores encontrados de la cantidad total de ácidos silícicos; además con los valores de abscisas están asociadas las proporciones de mezclado entre el ácido silícico hidrófobo y el ácido silícico hidrófilo, que pertenecen a la cantidad total correspondiente de ácidos silícicos.

También de este diagrama se deduce que dentro de la serie de ensayos de este ejemplo todos los criterios de evaluación descritos tienen su valor máximo con una única y misma concentración de ácido silícico y adicionalmente con una perfectamente determinada proporción de mezclado entre el ácido silícico hidrófobo y el ácido silícico hidrófilo.

EJEMPLO 6

Se produjeron preparados desespumantes diluibles en agua, que tienen la composición descrita en el Ejemplo 1.

Mientras que el aceite desespumante insoluble en agua y también el emulgente corresponden a los compuestos descritos en el ejemplo, la mezcla de ácidos silícicos consta de una mezcla de un ácido silícico hidrofobizado con 14% de cera con una superficie según BET de $240 \text{ m}^2/\text{g}$ y un ácido silícico hidrófilo con una superficie según BET de $200 \text{ m}^2/\text{g}$.

También de esta serie de ensayos resultó un preparado desespumante, que tiene un valor máximo de todos los criterios

de evaluación descritos en el Ejemplo 1 con una determinada composición que se reproduce en lo que sigue:

81,0 partes en peso del aceite desespumante insoluble en agua de acuerdo con el Ejemplo 1;

5 10,0 partes en peso del emulgente soluble en agua - según el Ejemplo 1, y

9,0 partes en peso de mezcla de ácidos silícicos finamente dividida.

10 El ácido silícico finamente dividido consta de una - mezcla de 82,6% en peso del ácido silícico hidrofobizado arriba descrito y 17,4% en peso de ácido silícico hidrófilo.

EJEMPLO 2

Se producen preparados desespumantes diluibles con - agua que tienen la siguiente composición:

15 100 - x % en peso de aceite desespumante insoluble en agua,

15 % en peso de emulgente soluble en agua,

5 % en peso de agua,

x % en peso de mezcla de ácidos silícicos finamente dividida.

20

El ácido silícico finamente dividido empleado consta de una porción de y % en peso del ácido silícico hidrofobizado descrito en el Ejemplo 1 y una porción de z % en peso del ácido silícico hidrófilo también descrito en el Ejemplo 1, referido

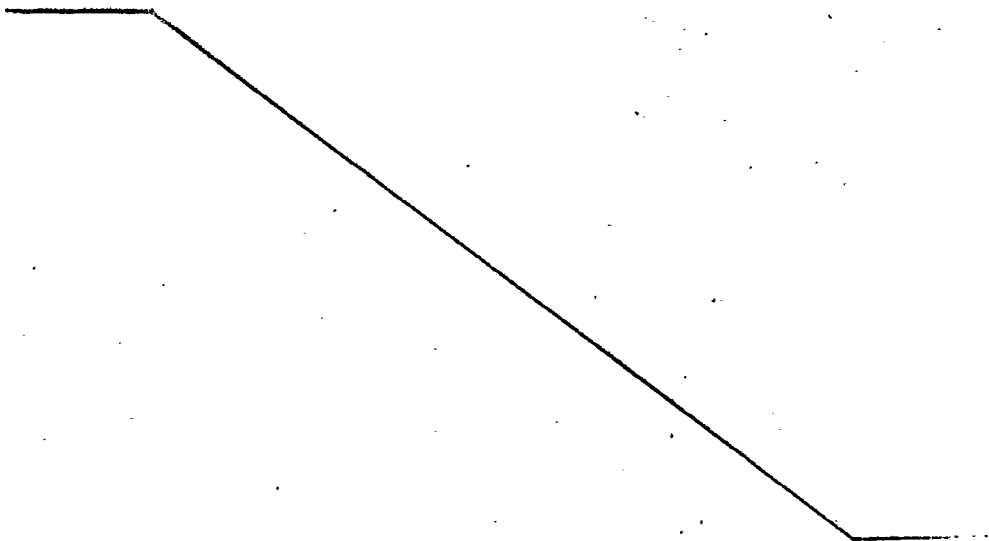
a, la porción total de ácidos silícicos.

Como aceite desespumante se emplea el copolímero por bloques de polipropilenglicol-dimetilpolisiloxano insoluble en agua, que se describe en el Ejemplo 1.

5 Como emulgente sirve una mezcla de 70% en peso del polietileno-polipropilenglicol-polidimetilsiloxano descrito en el Ejemplo 1 con 30% en peso de una amina grasa etoxilada, soluble en agua, con un contenido de nitrógeno de 1,1% y un contenido de C_2H_4O de 80,6%.

10 En esta serie de ensayos se obtuvo un preparado desespumante que tiene un máximo de todos los criterios de evaluación descritos en el Ejemplo 1. Este preparado óptimo tiene un contenido de 7,1% en peso de ácido silícico finamente dividido y éste consta de una mezcla de 88,8% en peso del ácido silícico hidrofobizado y 11,2% en peso del ácido silícico hidrofílico.

15



- REIVINDICACIONES -

1.- Procedimiento para la preparación de un desespumante caracterizado porque se mezclan de 40 a 90 partes en peso de un aceite desespumante insoluble en agua con 2 a 50 partes en peso de un emulgente soluble en agua pero insoluble en el componente anterior, eventualmente con calentamiento; en esta mezcla se incorpora 3 a 20 partes en peso de una mezcla de ácido silícico hidrófobo finamente dividido y ácido silícico hidrófilo finamente dividido, incorporandose con intensa agitación primeramente el ácido silícico hidrófobo y luego la cantidad de ácido silícico hidrófilo necesaria para lograr una distribución lo más fina posible de los componentes de aceite desespumante y emulgente continuando la agitación; y eventualmente se adiciona agua en la cantidad necesaria para la preparación de una emulsión de base o una dilución para uso, pudiendose realizar esta adición durante o después de la producción del preparado desespumante.

2.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado porque la porción de ácidos silícicos consiste en 3 a 97% en peso de ácido silícico hidrófobo y 97 a 3% en peso de ácido silícico hidrófilo y de forma preferente que la porción en peso de ácido silícico hidrófobo sea por lo menos el 50%.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones anterior

res, caracterizado porque el ácido silícico finamente dividido contenido en el tiene una superficie según BET mayor de .50 m²/g.

5. "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN DESES.
PUMANTE".

(al como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva que consta de veintisiete hojas escritas a máquina por una sola cara y de sus correspondientes dibujos.

Madrid, - 8. AGO. 1978

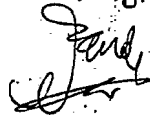
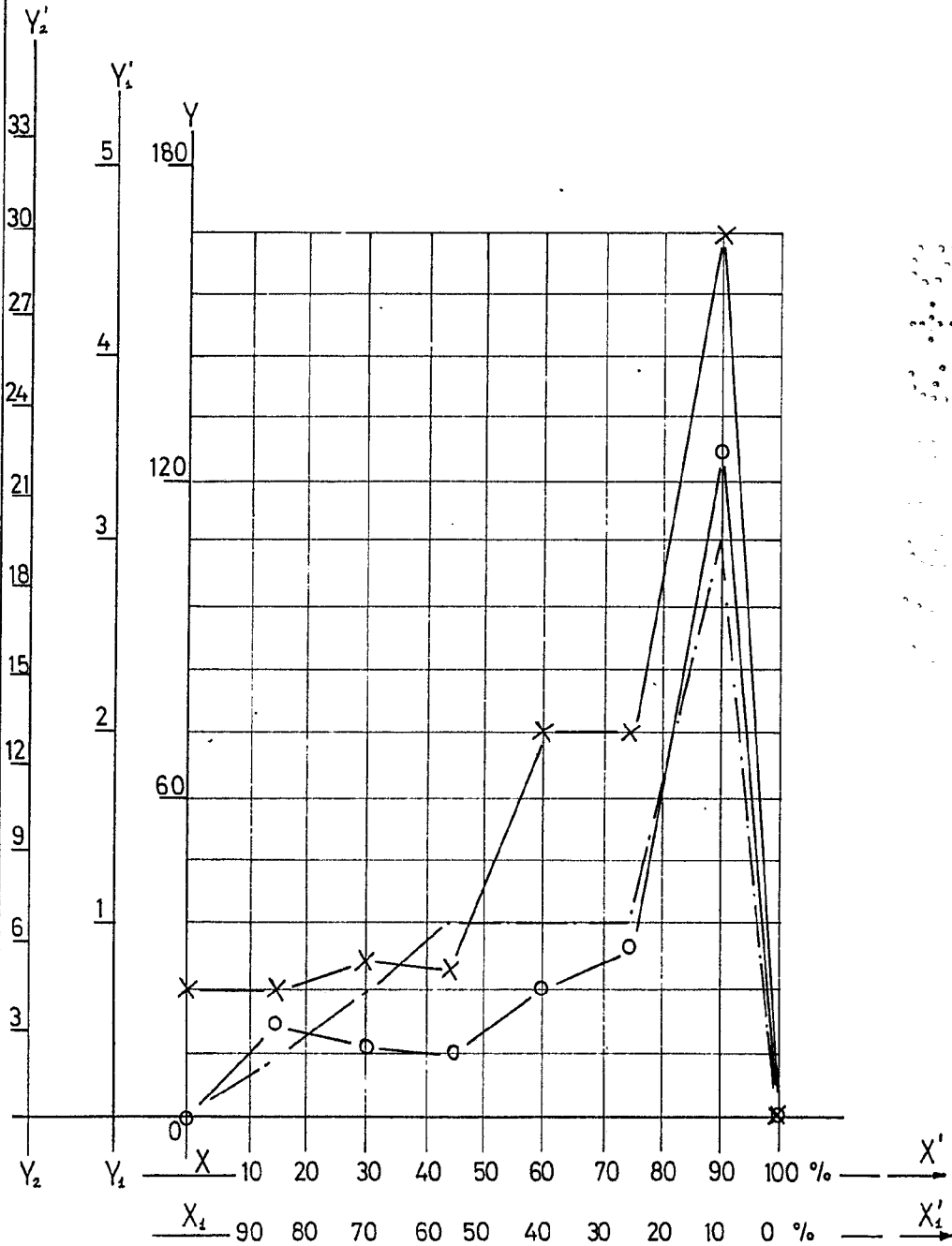


DIAGRAMA 1



Escala variable

Madrid, 8 agosto 1978

Javier

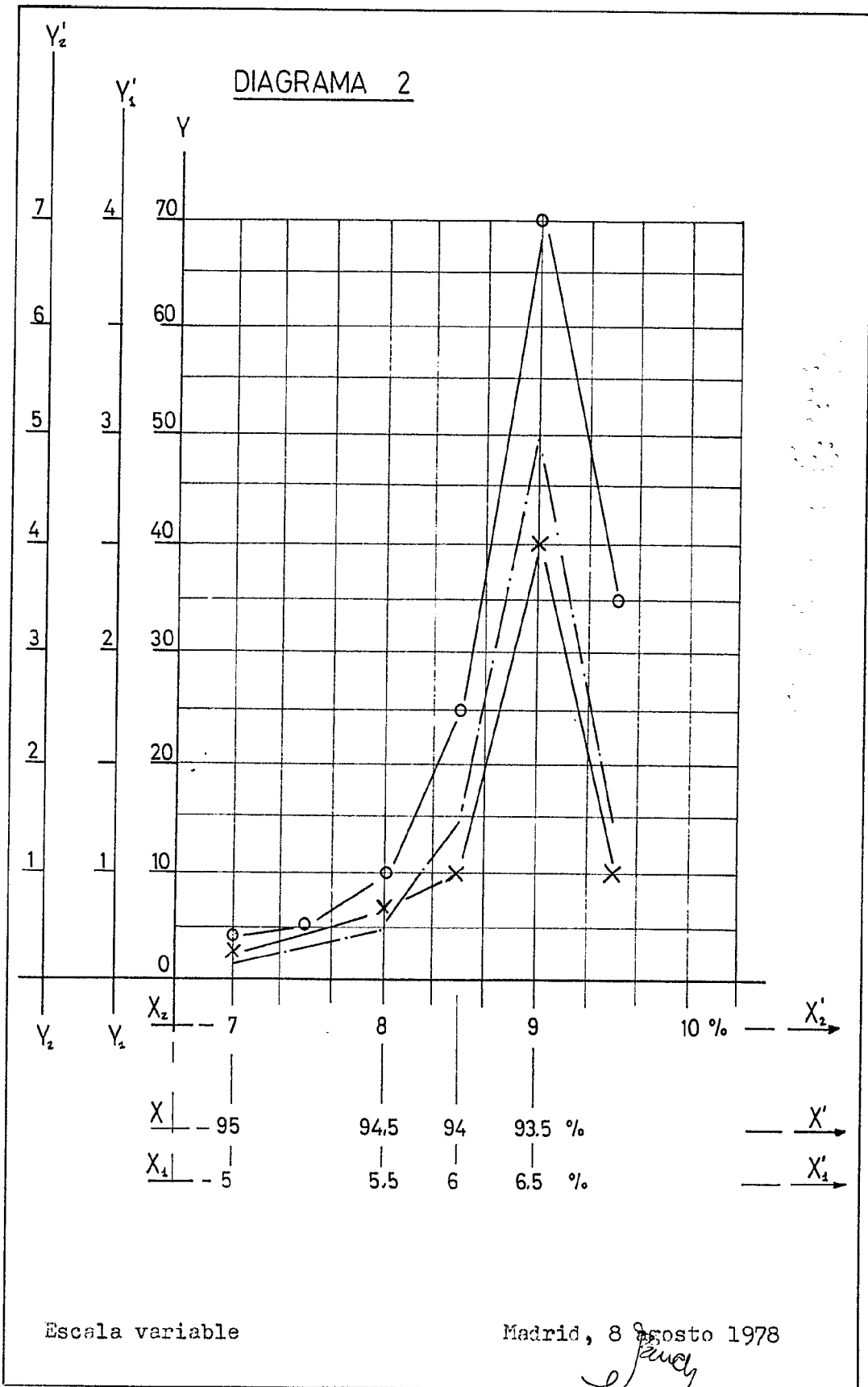
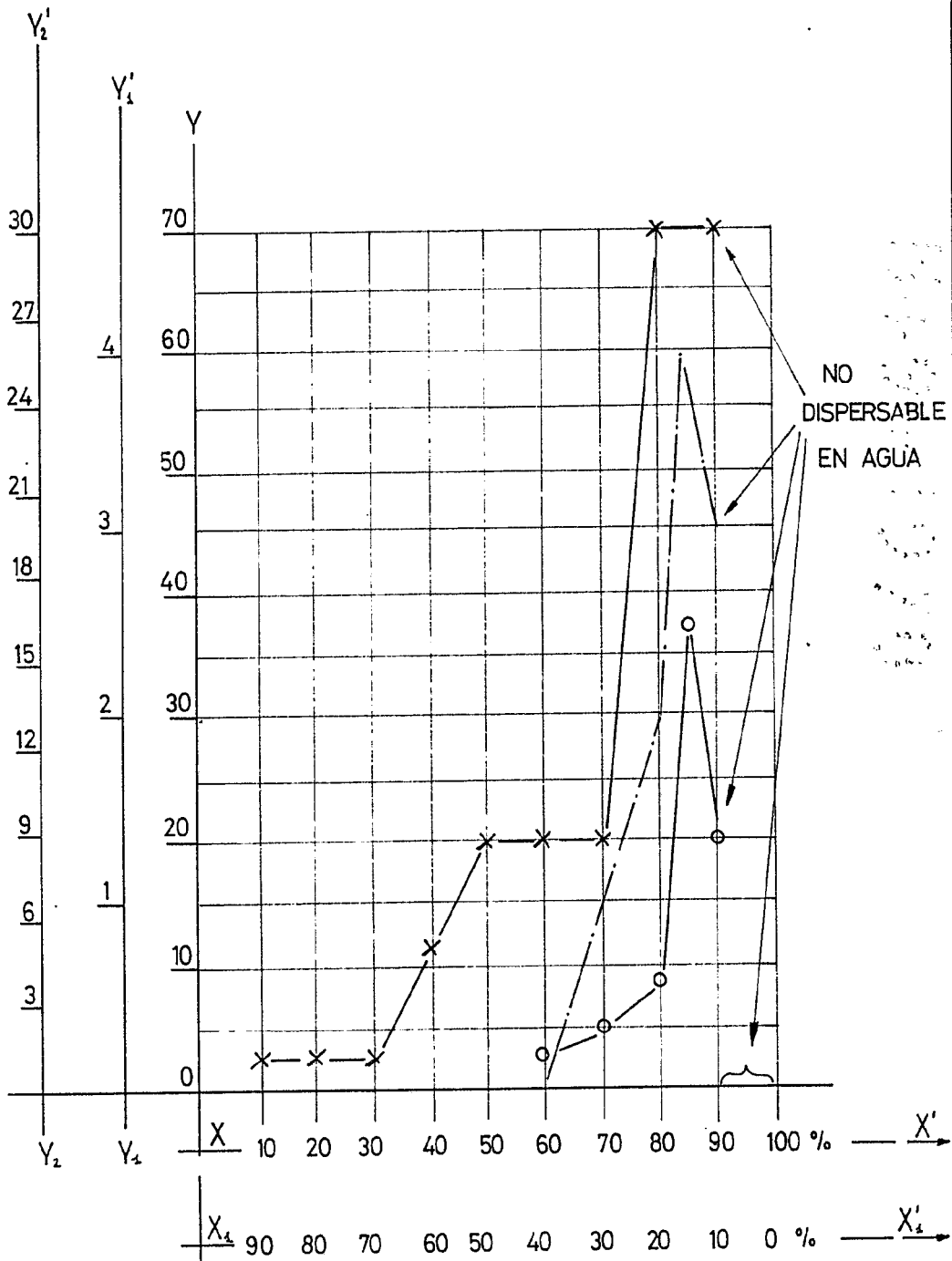


DIAGRAMA 3

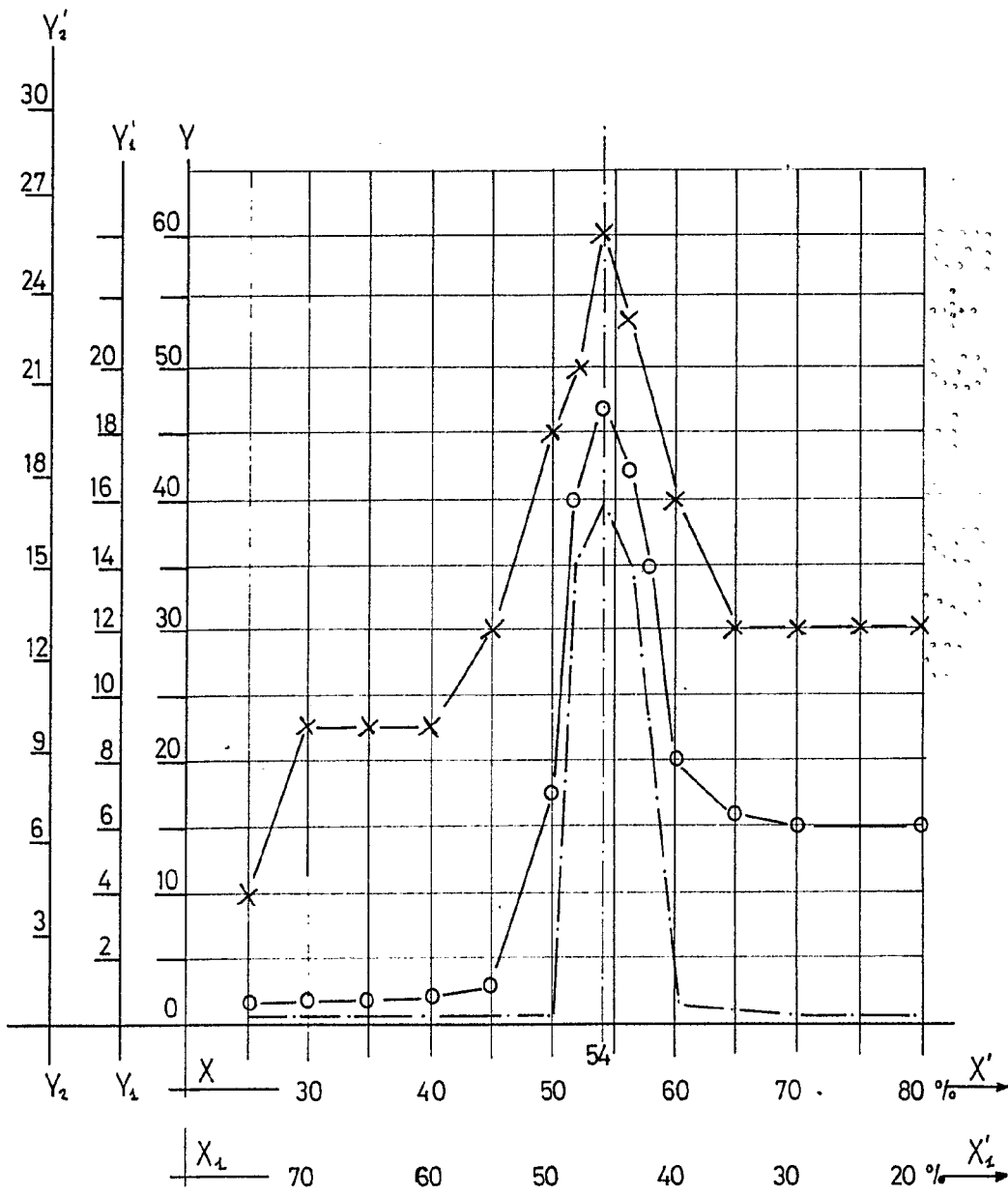


Escala variable

Madrid 8 agosto 1978

J. J. J.

DIAGRAMA 4

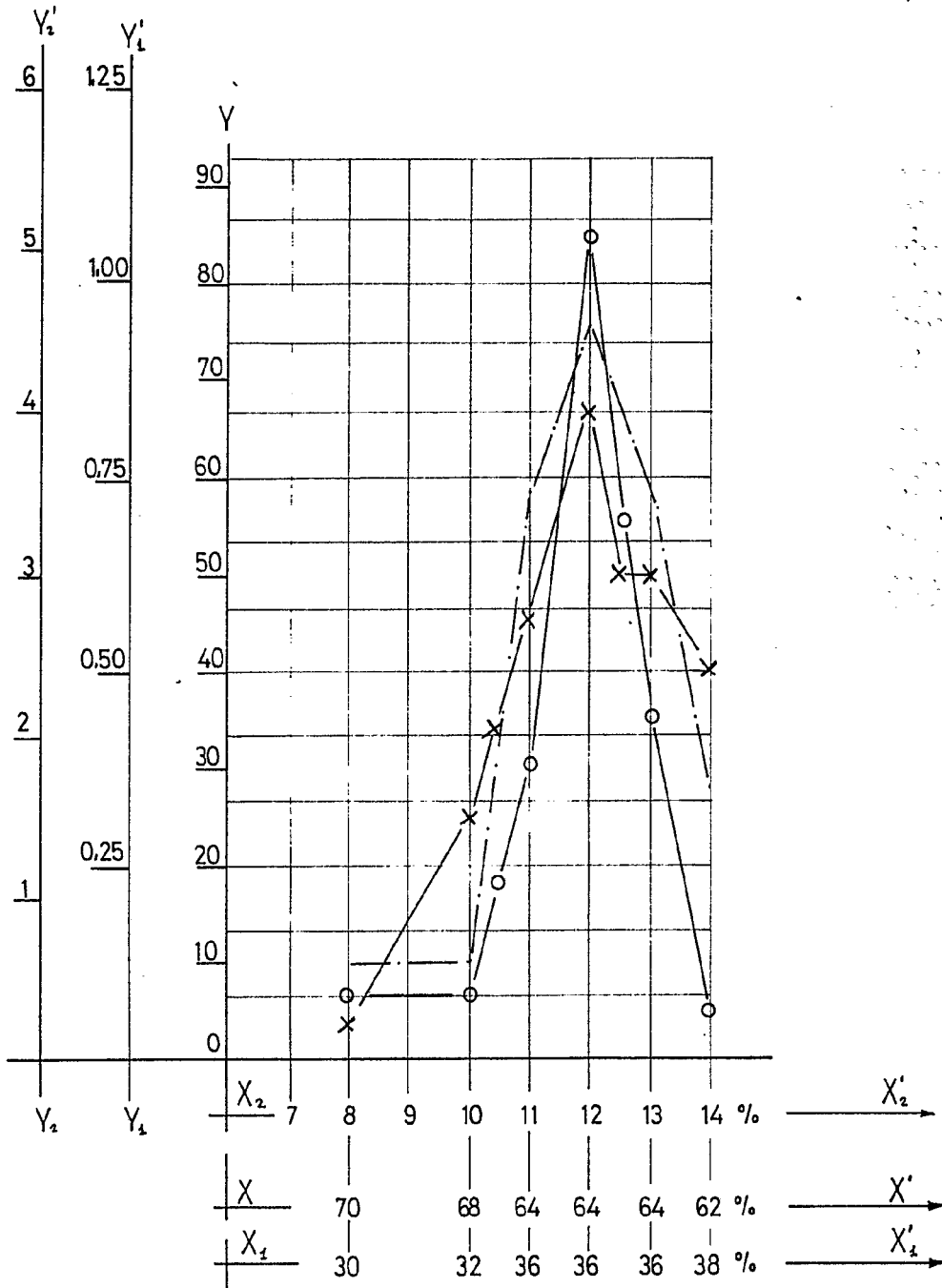


Escala variable

Madrid, 8 agosto 1978

[Handwritten signature]

DIAGRAMA 5



Escale variable

Madrid 8 agosto 1978

J. Ferrer