

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 712 626**

51 Int. Cl.:

**C11D 3/37** (2006.01)

**C11D 3/60** (2006.01)

**B01D 19/04** (2006.01)

**C11D 3/00** (2006.01)

**C08L 83/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.08.2014 PCT/CN2014/084635**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.02.2016 WO16019598**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.08.2014 E 14899269 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2018 EP 3178916**

54 Título: **Agente desespumante para detergente líquido**

30 Prioridad:

**08.08.2014 CN 201410390783**

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

**14.05.2019**

73 Titular/es:

**JIANGSU SIXIN SCIENTIFIC-TECHNOLOGICAL  
APPLICATION RESEARCH INSTITUTE CO., LTD.  
(100.0%)  
Room D11, Zijin, Xiaguan, Technology Incubation  
Special Park, No. 199, MuFu East Road, Nanjing  
Jiangsu 210027, CN**

72 Inventor/es:

**HOU, WEI;  
WU, FEI;  
CAO, TIAN;  
HUANG, WEI y  
YANG, YOUZHONG**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 712 626 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Agente desespumante para detergente líquido

**Antecedentes****Campo técnico**

- 5 La divulgación proporciona un agente desespumante para un detergente líquido, que tiene un fuerte efecto de control sobre la espuma, capaz de asegurar la transparencia de los detergentes, y que pertenece al campo técnico de la química fina.

**Técnica relacionada**

- 10 Entre las necesidades diarias de las personas, los detergentes líquidos se han convertido en los detergentes principales debido a que requieren equipos de procesamiento sencillos, son fáciles de usar, son de rápida disolución, son más suaves para los tejidos y la piel, etc. Debido al alto contenido y a la mucha espuma, los tensioactivos son difíciles de eliminar por enjuagado, no solo se desperdician los recursos hídricos, y aumenta el coste del lavado, sino que también dará como resultado una contaminación del agua a gran escala, y va en contra de la conservación de la energía, la reducción de emisiones y la protección ambiental.

- 15 Debido a la baja tensión superficial, los agentes desespumantes pueden penetrar rápidamente en el sistema de la espuma, dando como resultado el estallido de las burbujas. Cuando se añade a un detergente líquido, el agente desespumante puede resolver eficazmente el problema de la mucha espuma y un enjuague difícil en el proceso de lavado. Actualmente, los agentes desespumantes usados en detergentes son principalmente agentes desespumantes de organosilicona. Sin embargo, para detergentes no estructurales, además del comportamiento antidespumante, la compatibilidad y la transparencia han sido siempre problemas muy acuciantes, especialmente
- 20 la transparencia. Tras la adición de un agente desespumante de organosilicona, un detergente se enturbiará, y fracasará en alcanzar los requerimientos estéticos.

- 25 El polidimetilsiloxano tiene una tensión superficial relativamente pequeña. Pero debido a la mala compatibilidad con los compuestos orgánicos, hay poca afinidad entre los componentes activos de un agente desespumante y la película de espuma, dando como resultado por tanto un mal comportamiento desespumante. El documento DE-A2025722 desvela dispersar la sílice hidrófoba en polidimetilsiloxano, pero el agente desespumante obtenido tiene un mal comportamiento desespumante. El documento DE-B2222998 selecciona introducir un grupo poliéter en polidimetilsiloxano. La introducción del grupo poliéter resuelve el problema de compatibilidad, pero la eficacia desespumante es baja, aumentando por tanto los costes de utilización.

- 30 Tras el injerto de un grupo hidrófobo en la cadena de polidimetilsiloxano, mejora el comportamiento hidrófobo, pero la compatibilidad con los compuestos orgánicos mejora significativamente, y se potencia la afinidad entre las partículas desespumantes y la película de espuma, contribuyendo por tanto al desespumado. El documento EP1075864 desvela un agente de control de la espuma para un detergente líquido, que comprende un material de polisiloxano de base orgánica, una resina de organosilicio y una carga hidrófoba, en la que el material de organopolisiloxano comprende un organopolisiloxano que tiene al menos un sustituyente unido a silicio que tiene la fórmula molecular X-Ar, en la que X representa un grupo alifático divalente unido a silicio a través de un átomo de carbono, y Ar representa un grupo aromático. Se selecciona una resina de base orgánica entre el grupo que consiste en unidades de siloxano que tienen la fórmula  $R_3SiO_{(4-a)/2}$ , en la que R representa un grupo hidroxilo, un grupo hidrocarburo o anhídrido carbonoxi y que tiene un valor promedio de 0,5 a 2,4. El documento EP1075863 desvela un inhibidor de espuma con una composición similar, salvo en que contiene un líquido orgánico insoluble en agua, que puede ser un aceite mineral, un poliisobuteno líquido o un aceite vegetal. El documento CN102307978A desvela también un inhibidor de espuma con una composición similar, que comprende, sobre la base del documento EP1075864, una resina de organopolisiloxano que tiene al menos un grupo polioxiálquilo, en el que la resina de organopolisiloxano comprende unidades de siloxano tetrafuncionales que tienen la fórmula  $R_3SiO_{4/2}$  y unidades de siloxano monofuncionales que tienen la fórmula  $R_3SiO_{4/2}$ . El número total de unidades de siloxano tetrafuncionales en la resina es de al menos un 50 % basándose en el número total de unidades de siloxano, y R representa un grupo hidroxilo. Este inhibidor de espuma líquida se usa en detergentes líquidos de alto rendimiento (HDL) para resolver la estabilidad y el control de la capacidad espumante de la composición en detergentes, pero la turbidez de los detergentes líquidos aumenta en apariencia.

- 50 Poliorganosiloxano se modifica con un grupo alquilo para mejorar la fuerza de unión entre la composición desespumante de organosilicona y los materiales orgánicos, de tal manera que la emulsión de organosilicio sintético tiene un excelente comportamiento desespumante en sistemas aniónicos y no iónicos. El documento EP0578424 desvela un inhibidor de espuma que comprende un polidimetilsiloxano con una cadena secundaria de alquilo, en el que la cadena secundaria de alquilo contiene 9 a 35 átomos de carbono, y 40 a 100 % de la composición de siloxano que transporta un grupo hidroxilo que tiene 9 a 35 átomos de carbono. El documento EP0121210 desvela un polisiloxano modificado que tiene un grupo alquilo que tiene de 6 a 30 átomos de carbono, con la condición de que el número de átomos de carbono represente del 30 al 65 % en el grupo "-CH2-", para obtener un agente desespumante eficaz en combinación con un aceite mineral. El documento CN102698475A introduce una

composición desespumante, que se caracteriza por prepararse mediante las siguientes etapas de: obtener una poliorganosilicona modificada con alquilo mediante la reacción de una poliorganosilicona que contiene hidrógeno, una  $\alpha$ -olefina y una poliorganosilicona de vinilo; y añadir sílice, una resina de silicio orgánico y una aminopoliorganosilicona, mezclar la misma con el fin de obtener una composición desespumante de organosilicona, que se puede usar para un componente desespumante en emulsiones de organosilicona y agentes desespumantes sólidos. Un agente desespumante de partícula sólida preparado utilizando el componente activo obtenido que tiene un efecto de liberación sostenida y un efecto de control de la espuma. Cuando se añade a un polvo de lavado, el agente desespumante de partícula sólida puede garantizar una espuma rica en la etapa inicial del lavado, lavando completamente, con un enjuague conveniente en la última etapa de lavado, y un efecto de ahorro de agua. La adición del aminopoliorganosiloxano al anterior puede mejorar la suavidad de los tejidos. El documento CN103272411A se refiere a un inhibidor de la espuma y a un proceso de preparación del mismo. El proceso de preparación comprende: obtener un poliorganosiloxano modificado por un alquilo y un poliéter insaturado mediante la reacción de un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, un poliéter insaturado y una  $\alpha$ -olefina en presencia de un catalizador ácidos; y a continuación añadir una partícula hidrófoba y una resina de organosilicio, mezclando la misma, preparar una emulsión O/W de agente desespumante mediante la emulsificación del componente activo del inhibidor de espuma obtenido, y añadir la emulsión O/W del agente desespumante a un detergente no estructural. El inhibidor de la espuma puede resolver la transparencia y la atenuación de las propiedades desespumantes, pero tendrá también el problema de la precipitación del agente desespumante tras un almacenamiento prolongado.

El documento CN102307978A desvela un polímero de organosiloxano, cuya preparación comprende: preparar un polímero de siloxano reticulado mediante un poliorganosiloxano lineal que contiene hidrógeno y bivinilpolisiloxano en presencia de un catalizador, e introducir a continuación un polialquilenosiloxano en el polímero reticulado para obtener un polímero de siloxano reticulado con cadenas secundarias. Se usa una composición desespumante preparada a partir del polímero y un material de siloxano de base orgánica que contiene X-Ar para tener mejores propiedades desespumantes. Pero no se desvela su estabilidad en el detergente. Estos polímeros se describen en, por ejemplo, los documentos EP0663225, CN1331278 y EP1167502B1.

El emulsionante usado en la preparación de una emulsión O/W a partir de una composición de organosilicio debe tener una fuerte afinidad con la composición, y puede formar una película monomolecular sobre la superficie de las gotas de aceite. Para una composición de organosilicio con grupos alquilo, debido a la presencia de grupos alquilo, el polímero de siloxano ordinario que contiene un polialquilenosiloxano es menos compatible con la composición de siloxano. Además, un único emulsionante no puede alcanzar el efecto de composición de una pluralidad de emulsionantes.

### **Sumario**

La presente invención se compone de un polímero de siloxano ramificado modificado por un alquilo y un poliéter con polímero de siloxano modificado reticulado preparado a partir de un poliéter insaturado, un poliorganosiloxano terminado en bivinilo y un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, con el fin de alcanzar un mejor efecto de emulsificación y dispersión en composiciones de organosilicio que tienen grupos alquilo. La compatibilidad y el efecto sinérgico entre ambos y otros componentes permiten que la emulsión del agente desespumante preparado tenga excelente comportamiento desespumante y transparencia en un detergente líquido, y tenga también una excelente estabilidad, con el fin de conseguir que el agente desespumante tampoco precipite, ni se agregue en un detergente para lavado de ropa, y resuelva eficazmente los fenómenos, tales como la coagulación y la agregación.

El objeto de la presente invención puede conseguirse a través de las siguientes medidas:

Un agente desespumante para un detergente líquido comprende los siguientes componentes:

un componente A1: 2-25 partes en peso de un poliorganosiloxano modificado formado haciendo reaccionar un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, un poliéter insaturado y una  $\alpha$ -olefina;

un componente A2: 2-25 partes en peso de un poliorganosiloxano modificado formado haciendo reaccionar un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, un poliéter insaturado y un poliorganosiloxano terminado en bivinilo;

un componente B: 2-20 partes en peso de una composición de organosilicio compuesta de un acrilato y un poliorganosiloxano modificado mediante injerto con una  $\alpha$ -olefina, sílice y una resina de organosilicio;

un componente C: 0,5-5 partes en peso de un agente espesante; y

un componente D: 50-90 partes en peso de agua.

El agente desespumante para un detergente líquido al que se hace referencia en la presente invención puede formarse mezclando únicamente los componentes anteriores, puede incluir además otros componentes, tales como un agente regulador del pH o un catalizador existente en los componentes, y pueden añadirse adicionalmente otros componentes sin efectos malos sobre el comportamiento global de la presente invención para mejorar además el comportamiento en un aspecto o en algunos aspectos, por ejemplo, el agente desespumante incluye además un componente E: 1-10 partes en peso de un emulsionante, o puede incluir además un componente F: 0,01-0,5 partes en peso de un conservante. La presente invención puede además solo incluir una cualquiera o una combinación de

dos del componente E y el componente F.

5 En una solución técnica, en los componentes que componen el agente desespumante, el nivel de uso y la relación de mezcla son: componente A1: 4-15 partes en peso, componente A2: 5-20 partes en peso, componente B: 5-15 partes en peso, componente C: 0,5-5 partes en peso, componente D: 60-80 partes en peso, y componente E: 1-10 partes en peso.

En otra solución técnica, en los componentes que componen el agente desespumante, el nivel de uso y la relación de mezcla son: componente A1: 4-10 partes en peso, componente A2: 5-18 partes en peso, componente B: 8-15 partes en peso, componente C: 0,5-5 partes en peso, componente D: 60-80 partes en peso, y componente E: 1-10 partes en peso.

10 Los componentes de la presente invención pueden prepararse utilizando el proceso existente. Por ejemplo, la materia prima de la composición de organosilicio del componente B contiene los componentes que no se usan en la técnica anterior, pero pueden seguir preparándose utilizando el proceso existente.

15 En una solución técnica específica, se obtiene un componente A1 de poliorganosiloxano modificado mediante la reacción de un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, un poliéter insaturado y una  $\alpha$ -olefina en presencia de un catalizador a 80-180 °C.

En una solución preferida, la relación en masa de los monómeros en el componente A1 es: un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno: un poliéter insaturado: una  $\alpha$ -olefina=(40-80): (20-40): (10-30).

20 En una solución técnica específica, se obtiene un componente A2 de poliorganosiloxano modificado mediante la reacción de un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, un poliéter insaturado y un poliorganosiloxano terminado en bivinilo en presencia de un catalizador a 80-180 °C.

En una solución preferida, la relación en masa de los monómeros en el componente A2 es: un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno: un poliéter insaturado: un poliorganosiloxano terminado en bivinilo=(40-80): (20-40): (10-30).

25 En una solución técnica específica, el proceso de preparación del componente B es del siguiente modo: en primer lugar, un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno se mezcla completamente con un acrilato, al cual se añade un catalizador a 60-80 °C. A continuación, después que el sistema se calienta a 90-110 °C y se mantiene a la temperatura, se añade al anterior una  $\alpha$ -olefina, y se mantiene adicionalmente a la temperatura. Finalmente, la sílice y la resina de organosilicio se añaden y mezclan para obtener el componente B.

30 En una solución preferida, la relación másica de las materias primas en el componente B es: un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno: un acrilato: una  $\alpha$ -olefina: sílice: una resina de organosilicio=(40-80): (3-15): (10-30): (1-15): (5-20).

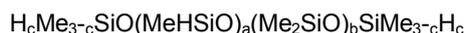
Los contenidos de cada parte de la presente invención se describen además en detalle del siguiente modo.

A. Poliorganosiloxano modificado (incluyendo los componentes A1 y A2)

35 En la presente invención, el poliorganosiloxano modificado se obtiene mediante reacción de un grupo modificador y un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno en presencia de un catalizador. El grupo modificador es de dos o tres seleccionados entre el grupo que consiste en un poliéter insaturado, una  $\alpha$ -olefina y un poliorganosiloxano terminado en bivinilo. La viscosidad promedio del poliorganosiloxano modificado a 25 °C es 10-30.000 mPa• s, preferentemente 100-3.000 mPa• s.

A(I) Poliorganosiloxano que contiene hidrógeno:

40 Un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno tiene al menos una fórmula estructural general del siguiente modo:



45 Me es un grupo metilo, el subíndice c es 0 o 1, y a es un número entero de 2 a 100, preferentemente un número entero de 10 a 70. b es un entero de 20 a 300, preferentemente un número entero de 40 a 200. Cada molécula tiene al menos 2 átomos de hidrógeno unidos a silicio. La viscosidad dinámica del poliorganosiloxano que contiene hidrógeno a 25 °C es 20-5.000 mPa• s. En una solución, hay 40-80 partes en peso de un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno en el poliorganosiloxano modificado.

A (II): Poliéter insaturado

El poliéter insaturado tiene la fórmula de la estructura general del siguiente modo:



50 Vi es a vinilo, R<sup>1</sup> se selecciona entre hidrógeno, un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, un grupo

éster, un grupo epoxi o un grupo amino; EO es óxido de etileno, PO es óxido de propileno, x e y son grados de polimerización, x es un número entero de 0 a 150, preferentemente de 0 a 40; e y es un número entero de 0 a 150, preferentemente de 0 a 100. x e y no pueden ser ambos 0. En una solución, hay 20-40 partes en peso de un poliéter insaturado en el poliorganosiloxano modificado.

5 A(III): $\alpha$ -olefina

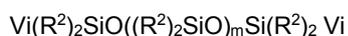
La  $\alpha$ -olefina tiene la fórmula estructural general del siguiente modo:



Vi es un vinilo, y z es un número entero de 1 a 36, preferentemente un número entero seleccionado de 6 a 18. En una solución, hay 10-30 partes en peso de una  $\alpha$ -olefina en el poliorganosiloxano modificado.

10 A (IV): Poliorganosiloxano terminado en bivinilo:

El poliorganosiloxano terminado en bivinilo tiene la fórmula estructural general del siguiente modo:



Vi es a vinilo, m es un número entero de 100 a 500, preferentemente de 200 a 400;  $\text{R}^2$  es un grupo alquilo que tiene 1-6 átomos de carbono, preferentemente un grupo metilo. La viscosidad dinámica del poliorganosiloxano terminado en bivinilo a 25 °C es 50-2.000 mPa•s. En una solución, hay 10-30 partes en peso de un poliorganosiloxano terminado en bivinilo en el poliorganosiloxano modificado.

A (V) Catalizador

El catalizador es uno seleccionado entre el grupo que consiste en un complejo de platino-alcohol, complejo de platino-olefina, complejo de platino-alcóxido, complejo de platino-éter, complejo de platino-cetona, solución en isopropanol de ácido cloroplatínico o complejo de platino-vinilo. El catalizador en este proceso es preferentemente una solución en isopropanol de ácido cloroplatínico con el contenido de platino de 1-20 ppm. En una solución, la relación másica de un catalizador en el poliorganosiloxano modificado es de 0,01-0,2 %.

Componente A1: El poliorganosiloxano A1 modificado se obtiene mediante reacción del poliorganosiloxano a (I) que contiene hidrógeno anterior, poliéter A (II) insaturado, y  $\alpha$ -olefina A (III), así como un catalizador A (V), en un reactor a 80-180 °C durante 0,5-3 horas.

En una solución, hay 5-25 partes en peso de un poliorganosiloxano A1 modificado en un agente desespumante de organosilicona.

Componente A2: El poliorganosiloxano A2 modificado se obtiene mediante reacción del poliorganosiloxano a (I) que contiene hidrógeno anterior, poliéter A (II) insaturado, y poliorganosilicona A (IV) terminada en bivinilo, así como un catalizador A (V), en un reactor a 80-180 °C durante 0,5-3 horas.

En una solución, hay 5-25 partes en peso de un poliorganosiloxano A2 modificado en un agente desespumante de organosilicona.

B. composición de organosilicio

La composición de organosilicona de acuerdo con la presente invención se prepara a partir de un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, un acrilato, un catalizador, una  $\alpha$ -olefina, sílice, y una resina MQ utilizando una técnica anterior conocida por los expertos en la materia. En una solución, hay 2-20 partes en peso de una composición de organosilicona en un agente desespumante, preferentemente 5-20 partes en peso, más preferentemente 8-15 partes en peso.

El intervalo de selección del poliorganosiloxano que contiene hidrógeno es el mismo que el anterior, es decir, A(I). En una solución, hay 40-80 partes en peso del poliorganosiloxano que contiene hidrógeno en una composición de organosilicio.

El intervalo de selección del catalizador es el mismo que el anterior, es decir, A(V), preferentemente una solución en isopropanol de ácido cloroplatínico con el contenido de platino de 1-20 ppm. En una solución, la relación másica de un catalizador en una composición de organosilicio es de 0,01-0,2 %.

El intervalo de selección de la  $\alpha$ -olefina es el mismo que el anterior, es decir, A(III). En una solución, hay 10-30 partes en peso de la  $\alpha$ -olefina en una composición de organosilicio.

La sílice incluye sílice pirolizada hidrofobizada o no hidrofobizada o sílice precipitada que tiene un área superficial específica de 50-500 m<sup>2</sup>/g. La sílice precipitada o sílice pirolizada que tiene un área superficial específica de 90-300 m<sup>2</sup>/g es preferible en la presente invención. En una solución, hay 1-15 partes en peso de sílice en una composición de organosilicona.

La resina de organosilicio se refiere a un poliorganosiloxano muy reticulado que tiene una estructura de malla espacial, y el poliorganosiloxano que tiene una estructura de malla espacial se obtiene usualmente a través de la obtención de un hidrolizado ácido por hidrólisis de varias mezclas de metiltriclorosilano, dimetildiclorosilano, feniltriclorosilano, difenildiclorosilano y metilfenildiclorosilano en un disolvente orgánico, tal como tolueno, y eliminando a continuación el ácido lavando con agua. La resina de organosilicio utilizada en la presente invención es una resina MQ compuesta de unidades de cadena  $\text{CH}_3\text{SiO}_{1/2}$  (denominadas unidades M en la química de la organosilicona) y unidades de cadena  $\text{SiO}_{4/2}$  (unidades Q), y la relación molar entre las dos es (0,4-1,2): 1,0, preferentemente (0,5-0,8): 1,0. En una solución, hay 5-20 partes en peso de una resina MQ en una composición de organosilicona.

El acrilato comprende ésteres de ácido acrílico y su homólogo, incluidos acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de isobutilo, metacrilato de 2-metilo, metacrilato de 2-etilo y metacrilato de 2-butilo. En una solución, hay 3-15 partes en peso de un acrilato en una composición de organosilicona.

Un proceso de preparación específico de una composición B de organosilicona (es decir, el componente B) es del siguiente modo: en primer lugar, el poliorganosiloxano que contiene hidrógeno anterior se mezcla completamente con un acrilato, al cual se añade un catalizador a 70 °C. A continuación, después que el sistema se calienta a 100 °C y se mantiene a la temperatura durante 1 hora, se añade al anterior una  $\alpha$ -olefina, y se mantiene adicionalmente a la temperatura durante 2 horas. Finalmente, la sílice y la resina de organosilicio se añaden y mezclan para obtener la composición B de organosilicona.

#### C. Agente espesante

El agente espesante se selecciona entre el grupo que consiste en poli(acrilamida), carbómero, xantano, celulosa y ácido poliacrílico. En la presente invención se usa preferentemente un agente espesante de ácido poliacrílico para espesar el sistema regulando el valor del pH utilizando un álcali y controlando la viscosidad del sistema a 1000-5000 mPa·s. En una solución, hay 0,5-5 partes en peso de un agente espesante en un agente desespumante.

D. Agua: El agua es agua desionizada. En una solución, hay 50-90 partes en peso de agua en un agente desespumante. El contenido másico del agua en un agente desespumante puede ser del 50-90 %.

#### E. Emulsionante

El emulsionante es un tensioactivo aniónico, catiónico o no iónico, preferentemente un tensioactivo no iónico.

El tensioactivo no iónico se selecciona entre el grupo que consiste en polioxietileno-n-nilfenil éter, polioxietileno-octilfenol éter, polioxietileno-lauril éter, polioxietileno-oleil éter, monoestearato de sorbitán, monooleato de sorbitán, triestearato de sorbitán, trioleato de sorbitán, monoestearato de sorbitán polioxietilenado, monooleato de sorbitán polioxietilenado, triestearato de sorbitán polioxietilenado, y aceite de ricino polioxietilenado. Los emulsionantes pueden utilizarse por separado, o mezclarse antes del uso.

En una solución, hay 1-10 partes en peso de un emulsionante en un agente desespumante de organosilicona.

#### F. Conservante

El conservante es uno o más seleccionado entre el grupo que consiste en metil-p-hidroxibenzoato, etil-p-hidroxibenzoato, propil-p-hidroxibenzoato, butil-p-hidroxibenzoato, diacetato de sodio, ácido benzoico y una sal de sodio del mismo, ácido sórbico y una sal de potasio del mismo, fumarato de dimetilo, 2-metil-4-isotiazolin-3-ona, 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona, 4,5-dicloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona, 2-n-octil-4-isotiazolin-3-ona, 4,5-dicloro-2-n-octil-4-isotiazolin-3-ona, 5-cloro-2-n-octil-4-isotiazolin-3-ona, 1,2-benzo-isotiazolin-3-ona, n-nutil-1,2-benzo-isotiazolin-3-ona, y 2-metil-4,5-propilideno-4-isotiazolin-3-ona. Los conservantes pueden utilizarse por separado, o dos cualquiera o más de ellos pueden mezclarse antes del uso.

En una solución, hay existen 0,01-0,5 partes en peso de un conservante en un agente desespumante de organosilicona.

En la presente invención, un agente desespumante puede prepararse controlando su valor de pH en un intervalo adecuado de acuerdo con un procedimiento existente, con el fin de facilitar la preparación, la producción o el uso del agente desespumante, en el que el intervalo de pH es generalmente de 5,0-7,0, preferentemente 6,5-7,0. El valor del pH del desespumante puede regularse usando un ácido o un álcali comúnmente utilizado en este campo.

En una solución técnica, el agente desespumante de la presente invención puede prepararse utilizando el siguiente proceso: se mezclan un poliorganosiloxano A1 modificado, un poliorganosiloxano A2 modificado y una composición B de organosilicio, se calientan a 50-80 °C, y se agitan completamente; a continuación, en el caso de mantener una temperatura constante mientras se agita, se añaden una parte del agente espesante y agua, y se regula el valor del pH a 6,5-7,0; finalmente, la emulsión obtenida de esta manera se homogeneiza, y se añaden la cantidad restante hasta completar del agente espesante y agua. La cantidad del primer agente espesante añadido es del 70-90 % basándose en la masa total del agente espesante, y la cantidad de la primera agua añadida es del 30-60 %

basándose en la masa total de agua.

En una solución técnica, se puede preparar un agente desespumante de la presente invención usando específicamente un proceso que comprende las siguientes etapas:

- 5 (1) El poliorganosiloxano A1 y A2 anteriormente modificado y la composición de organosilicio B se mezclan, se calientan a 50-80 °C, y se agitan a una velocidad de agitación de 100-400 rpm durante 0,5-1,5 horas;
- (2) en el caso de mantener una temperatura constante, se añaden 30-60 % de agua y 70-90 % de un agente espesante con agitación, y se regula el pH a 6,5-7,0;
- (3) La anterior emulsión se homogeneiza utilizando un molino de coloides, y se diluye con la cantidad restante del agente espesante y agua hasta completar para obtener el producto del agente desespumante.
- 10 Cuando un agente desespumante de organosilicona de la presente invención contiene un emulsionante, el emulsionante se mezcla generalmente con A1 y A2 antes de la adición. Cuando el agente desespumante de organosilicona de la presente invención contiene un conservante, el conservante se añade finalmente al producto.

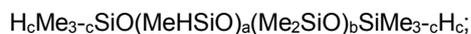
15 El inventor ha descubierto que durante el proceso de preparar un agente desespumante de una composición de organosilicio que tiene un grupo alquilo modificado, se componen los poliorganosiloxanos A1 y A2 modificados, y la compatibilidad y el efecto sinérgico entre los dos y otros componentes permiten a la emulsión del agente desespumante obtenida tener un buen comportamiento desespumante, transparencia y excelente estabilidad en un detergente líquido, con el fin de conseguir que el agente desespumante tampoco precipite, ni se aglomere en un detergente para lavado de ropa, y resuelve eficazmente fenómenos, tales como la coagulación y la agregación.

20 Existen otras muchas combinaciones diferentes de poliorganosiloxano modificado. Los efectos de composición son todos peores que el efecto de composición del poliorganosiloxano A1 y A2 modificado de acuerdo con la presente invención. Diferentes combinaciones de poliorganosiloxanos modificados presentarán diferentes propiedades, que se describirán específicamente mediante ejemplos y ejemplos comparativos.

#### **Descripción detallada**

25 En los siguientes ejemplos, los monómeros utilizados en un poliorganosiloxano modificado son respectivamente del siguiente modo:

A(I) Poliorganosiloxano que contiene hidrógeno:



A (II) Poliéter insaturado: ViCH<sub>2</sub>O(EO)<sub>x</sub>(PO)<sub>y</sub>R<sup>1</sup>;

A(III) α-olefina: Vi(CH<sub>2</sub>)<sub>z</sub>H;

30 A(IV) Poliorganosiloxano terminado en bivinilo: Vi(R<sup>2</sup>)<sub>2</sub>SiO((R<sup>2</sup>)<sub>2</sub>SiO)<sub>m</sub>Si(R<sup>2</sup>)<sub>2</sub>Vi.

Véase la Tabla 1 para los detalles de los materiales utilizados específicamente.

Tabla 1 Componentes A1-1 a A1-4, A2-5 a A2-8 y A-9 a A-14 de un polisiloxano modificado

Monómero	A(I)				A(II)				A(III)			A(IV)	
	a	b	c	Nivel de uso/g	x	y	R'	Nivel de uso/g	x	Nivel de uso/g	m	R <sup>2</sup>	Nivel de uso/g
A1-1	15	45	0	250	0	50	-CH <sub>3</sub>	230	8	120	-	-	0
A1-2	65	190	1	250	20	0	-H	120	16	230	-	-	0
A1-3	100	170	1	300	35	90	-NH <sub>3</sub>	200	12	100	-	-	0
A1-4	30	150	0	450	30	70	-CH <sub>3</sub>	90	16	60	-	-	0
A2-5	15	45	0	250	0	50	-CH <sub>3</sub>	250	-	0	210	-CH <sub>3</sub>	100
A2-6	65	190	1	250	20	0	-H	230	-	0	390	-CH <sub>3</sub>	120
A2-7	100	170	1	300	35	90	-NH <sub>3</sub>	150	-	0	280	-CH <sub>3</sub>	150
A2-8	30	150	0	400	30	70	-CH <sub>3</sub>	100	-	0	340	-CH <sub>3</sub>	100
A-9	15	45	0	250	0	50	-CH <sub>3</sub>	200	8	100	210	-CH <sub>3</sub>	50
A-10	65	190	1	250	20	0	-CH <sub>3</sub>	150	16	130	390	-CH <sub>3</sub>	70
A-11	100	170	1	300	35	90	-CH <sub>3</sub>	120	12	80	280	-CH <sub>3</sub>	100
A-12	30	150	0	350	30	70	-CH <sub>3</sub>	90	16	60	340	-CH <sub>3</sub>	50
A-13	100	170	1	300	35	90	-CH <sub>3</sub>	300	-	0	-	-	0
A-14	30	150	0	450	30	70	-CH <sub>3</sub>	150	-	0	-	-	0

Nota: La viscosidad dinámica del poliorganosiloxano A(I) que contiene hidrógeno a 25 °C es 50-5.000mPa·s; La viscosidad dinámica del poliorganosiloxano A (IV) terminado en bivinilo a 25 °C es 100-2.000 mPa·s.

Polisiloxano A1-1 a A1-4 modificado (es decir, A1-1, A1-2, A1-3 y A1-4) se preparan mediante reacción de A (I), A (II) y A (III) tras mezclarlos, A2-5 a A2-8 (es decir, A2-5, A2-6, A2-7 y A2-8) se preparan mediante reacción de A (I), A (II) y A (IV) tras mezclarlos, A-9 a A-12 se preparan mediante reacción de A (I), A (II), A(III) y A (IV) tras mezclarlos, y A-13 y A-14 se preparan mediante reacción de A (I) y A (II) tras mezclarlos.

- 5 El proceso de preparación de cada polisiloxano modificado comprende en primer lugar añadir el nivel de uso anterior de A (I), A (II), A (III) y A (IV), así como un catalizador A (V), en un reactor a 80-180 °C durante 0,5-3 horas. El catalizador A (V) es una solución en isopropanol de ácido cloroplatínico con el contenido de platino de 5-15 ppm. En la preparación del polisiloxano A1-1 a A1-4 modificado, la temperatura de reacción es de 100-110 °C, y el nivel de uso del catalizados es de 0,05-0,08 % basándose en la masa del polisiloxano modificado. En la preparación de A2-5 a A2-8, la temperatura de reacción es de 110-130 °C, y el nivel de uso del catalizados es de 0,04-0,06 % basándose en la masa del polisiloxano modificado. En la preparación de A-9 a A-12, la temperatura de reacción es de 100-110 °C, y el nivel de uso del catalizados es de 0,05-0,08 % basándose en la masa del polisiloxano modificado.

La composición B1 de organosilicio se preparó del siguiente modo:

- 15 50 g de poliorganosiloxano que contiene hidrógeno  $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{15}(\text{Me}_2\text{SiO})_4\text{SiMe}_3$  se mezclaron completamente con 12 g de acrilato de metilo, al cual se añadió una solución de un catalizador en isopropanol de ácido cloroplatínico (contenido de platino: 10-15 ppm) a 70 °C, en el que el nivel de uso del catalizador fue de 0,05 % basándose en la masa de la composición. El sistema se calentó a 100 °C y se mantuvo a la temperatura durante 1 hora, y a continuación se añadieron al anterior 28 g de  $\alpha$ -olefina  $\text{Vi}(\text{CH}_2)_8\text{H}$ . Finalmente, 13 g de la sílice precipitada ( $60\text{m}^2/\text{g}$ ) y 5 g de una resina de silicio MQ (relación molar de M a Q=0,5: 1,0) se añadieron y mezclaron para obtener el producto diana.

La composición B2 de organosilicio se preparó del siguiente modo:

- 25 60 g de poliorganosiloxano que contiene hidrógeno  $\text{HMe}_2\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{65}(\text{Me}_2\text{SiO})_{190}\text{SiMe}_2\text{H}$  y 14 g de acrilato de metilo se mezclaron completamente, a lo cual se añadió una solución de catalizador en isopropanol de ácido cloroplatínico (contenido de platino: 10-15 ppm) a 69 °C, en el que el nivel de uso del catalizador fue de 0,05 % basándose en la masa de la composición. El sistema se calentó a 100 °C y se mantuvo a la temperatura durante 1 hora, y a continuación se añadieron al anterior 20 g de  $\alpha$ -olefina  $\text{Vi}(\text{CH}_2)_{16}\text{H}$ . Finalmente, 10 g de sílice pirolizada ( $80\text{m}^2/\text{g}$ ) y 10 g de una resina de silicio MQ (relación molar de M a Q=0,6: 1,0) se añadieron y mezclaron para obtener el producto diana.

La composición B3 de organosilicio se preparó del siguiente modo:

- 30 70 g de poliorganosiloxano modificado que contiene hidrógeno  $\text{HMe}_2\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{100}(\text{Me}_2\text{SiO})_{170}\text{SiMe}_2\text{H}$  se mezclaron completamente con 10 g de acrilato de etilo, a lo cual se añadió una solución de catalizador en isopropanol de ácido cloroplatínico (contenido de platino: 10-15 ppm) a 71 °C, en el que el nivel de uso del catalizador fue de 0,05 % basándose en la masa de la composición. El sistema se calentó a 100 °C y se mantuvo a la temperatura durante 1 hora, y a continuación se añadieron al anterior 12 g de  $\alpha$ -olefina  $\text{Vi}(\text{CH}_2)_{12}\text{H}$ . Finalmente, 3 g de sílice pirolizada ( $100\text{m}^2/\text{g}$ ) y 20 g de una resina de silicio MQ (relación molar de M a Q=0,7: 1,0) se añadieron y mezclaron para obtener el producto diana.

La composición B4 de organosilicio se preparó del siguiente modo:

- 40 50 g de poliorganosiloxano que contiene hidrógeno  $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{30}(\text{Me}_2\text{SiO})_{150}\text{SiMe}_3$  se mezclaron completamente con 5 g de acrilato de butilo, a lo cual se añadió una solución de catalizador en isopropanol de ácido cloroplatínico (contenido de platino: 10-15 ppm) a 70 °C, en el que el nivel de uso del catalizador fue de 0,05 % basándose en la masa de la composición. El sistema se calentó a 100 °C y se mantuvo a la temperatura durante 1 hora, y a continuación se añadieron al anterior 28 g de  $\alpha$ -olefina  $\text{Vi}(\text{CH}_2)_8\text{H}$ . Finalmente, 13 g de sílice pirolizada ( $200\text{m}^2/\text{g}$ ) y 5 g de una resina de silicio MQ (relación molar de M a Q=0,9:1,0) se añadieron y mezclaron para obtener el producto diana.

- 45 La composición B5 de organosilicio se preparó del siguiente modo:

- 50 60 g de poliorganosiloxano modificado que contiene hidrógeno  $\text{HMe}_2\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{65}(\text{Me}_2\text{SiO})_{190}\text{SiMe}_2\text{H}$  se mezclaron completamente con 10 g de metacrilato de etilo, a lo cual se añadió una solución de catalizador en isopropanol de ácido cloroplatínico (contenido de platino: 10-15 ppm) a 70 °C, en el que el nivel de uso del catalizador fue de 0,05 % basándose en la masa de la composición. El sistema se calentó a 100 °C y se mantuvo a la temperatura durante 1 hora, y a continuación se añadieron al anterior 12 g de  $\alpha$ -olefina  $\text{Vi}(\text{CH}_2)_{12}\text{H}$ . Finalmente, 3 g de la sílice precipitada ( $300\text{m}^2/\text{g}$ ) y 18 g de una resina de silicio MQ (relación molar de M a Q=0,8: 1,0) se añadieron y mezclaron para obtener el producto diana.

La composición B6 de organosilicio se preparó del siguiente modo:

- 55 70 g de poliorganosiloxano que contiene hidrógeno  $\text{HMe}_2\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{100}(\text{Me}_2\text{SiO})_{170}\text{SiMe}_2\text{H}$  se mezclaron completamente con 10 g de acrilato de metilo, a lo cual se añadió una solución de catalizador en isopropanol de

5 ácido cloroplatínico (contenido de platino: 10-15 ppm) a 70 °C, en el que el nivel de uso del catalizador fue de 0,05 % basándose en la masa de la composición. El sistema se calentó a 100 °C y se mantuvo a la temperatura durante 1 hora, y a continuación se añadieron al anterior 20 g de  $\alpha$ -olefina  $\text{Vi}(\text{CH}_2)_{16}\text{H}$ . Finalmente, 10 g de la sílice precipitada ( $300\text{m}^2/\text{g}$ ) y 10 g de una resina de silicio MQ (relación molar de M a Q=0,6: 1,0) se añadieron y mezclaron para obtener el producto diana.

Consulte la técnica anterior para la composición, las condiciones de funcionamiento y similares que no se mencionan claramente en los siguientes ejemplo.

#### **Ejemplos 1-10**

10 Los productos del agente desespumante en los ejemplos 1-10 se prepararon respectivamente según las fórmulas en la Tabla 2.

Tabla 2

Grupo de Ejemplo	Componente y nivel de uso		Componente B y nivel de uso		Componente C y nivel de uso		Componente D y nivel de uso		Componente E y nivel de uso		Componente F y nivel de uso		Contenido sólido del agente desespumante	
Ejemplo 1	A1-1 10 g	A2-5 20 g	B1	9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g	-	-	-	-	-	40 %	
Ejemplo 2	A1-2 10 g	A2-6 16 g	B2	13 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g	-	-	-	-	-	40 %	
Ejemplo 3	A1-3 10 g	A2-8 16 g	B3	13 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g	-	-	-	-	-	40 %	
Ejemplo 4	A1-4 10 g	A2-7 16 g	B4	13 g	Carbómero 1 g		Agua 60 g	-	-	-	-	-	40 %	
Ejemplo 5	A1-1 10 g	A2-8 16 g	B4	13 g	Poliacrilamida 1 g		Agua 60 g	-	-	-	-	-	40 %	
Ejemplo 6	A1-1 10 g	A2-5 9 g	B1	10 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 70 g	-	-	-	-	-	30 %	
Ejemplo 7	A1-1 4 g	A2-5 6 g	B1	9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 80 g	-	-	-	-	-	20 %	
Ejemplo 8	A1-1 10 g	A2-5 15 g	B1	10 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g	Estearato de sorbitán 60 2 g Monoestearato de sorbitán polioxietileno 60 2 g		-	-	-	40 %	
Ejemplo 9	A1-1 10 g	A2-5 15 g	B1	10 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g	lauril éter polioxietileno 4 g		-	-	-	40 %	
Ejemplo 10	A1-1 7 g	A2-5 9 g	B1	9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 0,7 g		Agua 70 g	Estearato de sorbitán 60 2 g Monoestearato de sorbitán polioxietileno 60 2 g		2-metil-4-isotiazolin-3-ona 0,3		-	30 %	

El agua de la tabla anterior era agua desionizada.

5 El proceso de preparación en los Ejemplos 1-3: El componente A y el componente B en la Tabla 2 se mezclaron, se calentaron a 55 -60 °C, y se agitaron completamente; el sistema se mantuvo a una temperatura constante, 40-50 % del componente D y 90 % del componente C se añadieron lentamente al anterior mientras se agita, y el pH se reguló a 6,5-7. La emulsión anterior se homogeneizó, y se diluyó con la cantidad de equilibrio del componente C y el componente D para obtener el producto de agente desespumante con el contenido sólido correspondiente.

10 El proceso de preparación en los Ejemplos 4-7: El componente A y el componente B en la Tabla 2 se mezclaron, se calentaron a 60 -70 °C, y se agitaron completamente; el sistema se mantuvo a una temperatura constante, 30-35 % del componente D y 85 % del componente C se añadieron lentamente al anterior mientras se agita, y el pH se reguló a 6,5-7. La emulsión anterior se homogeneizó, y se diluyó con la cantidad de equilibrio del componente C y el componente D para obtener el producto de agente desespumante con el contenido sólido correspondiente.

15 El proceso de preparación en los Ejemplos 8-9: El componente A, componente B, y componente E en la Tabla 2 se mezclaron, se calentaron a 50-80 °C, y se agitaron completamente; el sistema se mantuvo a una temperatura constante, 45-50 % del componente D y 90 % del componente C se añadieron lentamente al anterior mientras se agita, y el pH se reguló a 6,5-7. La emulsión anterior se homogeneizó, y se diluyó con la cantidad de equilibrio del componente C y el componente D para obtener el producto de agente desespumante con el contenido sólido correspondiente.

20 El proceso de preparación se encuentra en el Ejemplo 10: El componente A, componente B, y componente E en la Tabla 2 se mezclaron, se calentaron a 50-80 °C, y se agitaron completamente; el sistema se mantuvo a una temperatura constante, 30-40 % del componente D y 85 % del componente C se añadieron lentamente al anterior mientras se agita, y el pH se reguló a 6,5-7. La emulsión anterior se homogeneizó, y se diluyó con la cantidad restante del componente C y el componente D hasta completar, y a continuación el componente F se añadió para obtener el producto de agente desespumante con el contenido sólido correspondiente.

Ejemplos comparativos 1-14

25 Los agentes desespumantes en los ejemplos comparativos 1-14 se prepararon respectivamente según las fórmulas en la Tabla 3. En cada ejemplo comparativo, el agente desespumante con el contenido sólido correspondiente se preparó respectivamente utilizando el proceso en el Ejemplo 1 o el Ejemplo 9.

Tabla 3

Grupo de ejemplo comparativo	Componente A y nivel de uso		Componente B y nivel de uso	Componente C y nivel de uso		Componente D y nivel de uso	Componente E y nivel de uso	Contenido sólido del agente desespumante
Ejemplo comparativo 1	A1-1 30 g	-	B1 9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g		40 %
Ejemplo comparativo 2	-	A2-6 30 g	B1 9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g		40 %
Ejemplo comparativo 3	-	A-9	B1 9 g	Ácido poliacrílico		Agua 60 g		40 %
		30 g		agente espesante 1 g				
Ejemplo comparativo 4	-	A-13 30 g	B1 9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g		40 %
Ejemplo comparativo 5	A1-1 10 g	A-13 20 g	B1 9 g	Poliacrilamida 1 g		Agua 60 g		40 %
Ejemplo comparativo 6	A1-4 10 g	A-9 20 g	B1 9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g		40 %
Ejemplo comparativo 7	A2-5 10 g	A-10 20 g	B1 9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g		40 %
Ejemplo comparativo 8	A2-6 10 g	A-10 20 g	B1 9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g		40 %
Ejemplo comparativo 9	A1-1 10 g	A-13 9 g	B1 10 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 70 g		30 %
Ejemplo comparativo 10	A2-65 g	A-147 g	B1 7 g	Poliacrilamida 1 g		Agua 80 g		20 %
Ejemplo comparativo 11	A-10 10 g	A-14 20 g	B1 9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g		40 %
Ejemplo comparativo 12	A1-1 26 g		B1 10 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g	Estearato de sorbitán 60 2 g Monoestearato de sorbitán polioxietileno 60 2 g	40 %
Ejemplo comparativo 13	A1-1 30 g	-	B3 9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g	-	40 %
Ejemplo comparativo 14	A1-1 10 g	A-13 20 g	B5 9 g	Agente espesante de ácido poliacrílico 1 g		Agua 60 g	-	40 %

El ensayo de comportamiento del agente desespumante en cada ejemplo se realizó respectivamente del siguiente modo.

Ensayo de comportamiento de un agente desespumante de organosilicona:

(1) Ensayo de comportamiento de una máquina de lavado en un detergente líquido

5 La lavadora utilizada en el ensayo fue una lavadora de tambor de la marca Zanussi, modelo: ZWH6125, capacidad: 7 kg. Procedimiento de ensayo: 50 g de detergente disponible en el mercado, 0,1 g de la emulsión de organosilicona preparada y 20 kg de agua se añadieron a la lavadora, y a continuación se seleccionó el programa para algodón y lino. La ventana de observación de la lavadora se marcó con una escala de 5 valores, que representan respectivamente 0, 25 %, 50 %, 75 % y 100 % de la altura de la ventana de observación. "0" es el comienzo que representa sin espuma, mientras que "100 %" representa lleno de espuma. Se registró la altura de la espuma una vez cada 5 minutos, y se registró en el momento de la parada. Cuanto mayor es el valor en la escala de valor de espuma en la lavadora, y cuanto peor es el comportamiento desespumante; cuanto menor es el valor en la escala de la espuma en tiempo equivalente, mejor es el comportamiento desespumante del producto. En la Tabla 4 se muestran los resultados del ensayo.

15

Tabla 4

Tiempo/min	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50
Ejemplo 1	17	24	29	33	37	43	48	54	56	59
Ejemplo 3	15	23	39	34	36	41	45	49	55	58
Ejemplo 6	20	26	33	37	40	44	53	59	61	66
Ejemplo 7	23	30	35	41	45	49	52	57	65	73
Ejemplo 9	19	22	32	35	40	42	47	52	57	60
Ejemplo comparativo 1	21	26	30	36	39	45	52	56	59	64
Ejemplo comparativo 2	23	29	32	37	40	45	54	59	62	66
Ejemplo comparativo 3	20	24	29	34	40	44	54	59	62	65
Ejemplo comparativo 4	28	32	39	45	49	54	57	62	69	76
Ejemplo comparativo 5	24	29	32	36	38	44	49	54	59	64
Ejemplo comparativo 7	25	30	34	37	39	47	51	54	62	67
Ejemplo comparativo 9	26	32	37	45	49	53	57	62	66	68
Ejemplo comparativo 10	26	34	37	48	52	55	60	63	67	70
Ejemplo comparativo 12	39	35	41	45	49	54	59	65	71	79
Ejemplo comparativo 14	40	45	49	53	58	64	68	72	76	80

El comportamiento desespumante del agente desespumante en los Ejemplos 2, 4-5, 8 y 10 está próximo o es equivalente al del agente desespumante en el Ejemplo 1. La comparación en la Tabla 4 muestra que existen una excelente compatibilidad y efecto sinérgico entre los componentes A1 y A2 del agente desespumante. El comportamiento desespumante del agente desespumante en la gran mayoría de ejemplos es mucho mejor o mejor que el del agente desespumante que utiliza solo un único componente A o que utiliza una combinación que tiene una estructura próxima a la estructura de A1 y A2, pero no es A1 o A2 en los ejemplos comparativos.

(2) Compatibilidad: La emulsión de agente desespumante de organosilicona al 1 % se añadió a las muestras de detergente. Tras agitar completamente, se observó si las muestras tenían aceites o agregados en flotación. Tras mantener a 40 °C durante una semana, el estado de la mezcla se observó visualmente. Los resultados del ensayo se mostraron en la Tabla 5.

Observación visual según los siguientes grados:

1=Claro sin aceite en flotación sobre la superficie o la "corona circular" del recipiente.

2=Una pequeña corona circular o aceite en flotación sobre la superficie; redispersable en un detergente.

3=Cantidad moderada de corona circular o aceite en flotación sobre la superficie; difícil de dispersarse de nuevo.

4=Corona circular obvia o aceite en flotación sobre la superficie; muy difícil de dispersarse de nuevo.

5= Agregación o floculación de siloxano observada visualmente; e incapaz de dispersarse de nuevo.

(3) Ensayo de transparencia: se añadió emulsión al 0,5 % a un detergente para lavado de ropa, y se agitó completamente. Después que desaparecieron totalmente las espumas, se observó el nivel de transparencia con papel blanco como sustrato, y se graduó como 1, 2, 3 y 4, siendo respectivamente claro, ligeramente turbio,

turbio y más turbio. Los resultados del ensayo se mostraron en la Tabla 5.

Tabla 5

	Compatibilidad	transparencia
Ejemplo 1	1	2
Ejemplo 3	1	2
Ejemplo 6	1	1
Ejemplo 7	1	1
Ejemplo 9	1	2
Ejemplo comparativo 1	3	2
Ejemplo comparativo 2	4	3
Ejemplo comparativo 3	3	2
Ejemplo comparativo 4	5	2
Ejemplo comparativo 5	3	2
Ejemplo comparativo 7	4	2
Ejemplo comparativo 9	3	2
Ejemplo comparativo 10	4	2
Ejemplo comparativo 12	5	3
Ejemplo comparativo 14	5	3

La compatibilidad y la transparencia del agente desespumante en los Ejemplos 2, 4-5, 8 y 10 están próximas a o equivalentes a la compatibilidad y la transparencia del agente desespumante en el Ejemplo 1. Como se puede observar de la comparación en la Tabla 5, la compatibilidad y el efecto sinérgico entre los componentes A1 y A2 en un agente desespumante le permiten unirse estrechamente con una composición de organosilicio, que tiene no solo un mejor comportamiento desespumante, sino que mejora también la estabilidad de la emulsión, y tiene ventajas más notables en compatibilidad y transparencia. Como se puede observar a partir de los ejemplos comparativos, el efecto es de lejos mejor que el del agente desespumante que utiliza solo un único componente A o que utiliza una combinación que tiene una estructura próxima a la estructura de A1 y A2, pero no es A1 o A2.

## REIVINDICACIONES

1. Un agente desespumante para un detergente líquido, que comprende los siguientes componentes:
  - un componente A1: 2-25 partes en peso de un poliorganosiloxano modificado formado haciendo reaccionar un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, un poliéter insaturado y una  $\alpha$ -olefina;
  - 5 un componente A2: 2-25 partes en peso de un poliorganosiloxano modificado formado haciendo reaccionar un poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, un poliéter insaturado y un poliorganosiloxano terminado en bivinilo;
  - un componente B: 2-20 partes en peso de una composición de organosilicio compuesta de un acrilato, un poliorganosiloxano modificado mediante injerto con una  $\alpha$ -olefina, sílice y una resina de organosilicio;
  - 10 un componente C: 0,5-5 partes en peso de un agente espesante; y
  - un componente D: 50-90 partes en peso de agua.
2. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además un componente E: 1-10 partes en peso de un emulsionante; y un componente F: 0,01-0,5 partes en peso de un conservante.
3. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que en el agente desespumante, hay 4-15 partes en peso del componente A1, 5-20 partes en peso del componente A2, 5-15 partes en peso del componente B, 0,5-5 partes en peso del componente C y 60 -80 partes en peso del componente D.
4. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se obtiene un componente A1 de poliorganosiloxano modificado mediante la reacción del poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, el poliéter insaturado y la  $\alpha$ -olefina en presencia de un catalizador a 80-180 °C.
- 20 5. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la relación de partes en peso de las materias primas usadas en el componente A1 es de: 40-80 partes en peso del poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, 20-40 partes en peso del poliéter insaturado y 10-30 partes en peso de la  $\alpha$ -olefina.
6. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se obtiene el componente A2 de poliorganosiloxano modificado mediante la reacción del poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, el poliéter insaturado y un poliorganosiloxano terminado en bivinilo en presencia de un catalizador a 80-180 °C.
- 25 7. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 6, en el que la relación de partes en peso de las materias primas usadas en el componente A2 es de: 40-80 partes en peso del poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, 20-40 partes en peso del poliéter insaturado y 10-30 partes en peso del poliorganosiloxano terminado en bivinilo.
- 30 8. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el proceso de preparación del componente B es del siguiente modo: en primer lugar, el poliorganosiloxano que contiene hidrógeno anterior se mezcla completamente con el acrilato, al cual se añade un catalizador a 60-80 °C, a continuación, después que el sistema se calienta a 90-110 °C y se mantiene a la temperatura, se añade al anterior la  $\alpha$ -olefina, y se mantiene adicionalmente a la temperatura, y finalmente, la sílice y la resina de organosilicio se añaden y mezclan para obtener el componente B; y en el que preferentemente, la relación de partes en peso de las materias primas utilizadas en el componente B es de: 40-80 partes en peso del poliorganosiloxano que contiene hidrógeno, 3-15 partes en peso del acrilato, 10-30 partes en peso de una  $\alpha$ -olefina, 1-15 partes en peso de la sílice y 5-20 partes en peso de la resina de organosilicio.
- 35 9. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que el poliorganosiloxano que contiene hidrógeno tiene al menos una fórmula estructural general del siguiente modo:  $H_cMe_{3-c}SiO(MeHSiO)_a(Me_2SiO)_bSiMe_{3-c}H_c$ , en la que Me es un grupo metilo, c es 0 o 1, a es un número entero de 2 a 100, y b es un número entero de 20 a 300 y en la que preferentemente a es un número entero de 10 a 70, b es un número entero de 40 a 200, y la viscosidad dinámica del poliorganosiloxano que contiene hidrógeno a 25 °C es 20-5,000mPa•s.
- 45 10. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que el poliéter insaturado tiene una fórmula estructural general del siguiente modo:  $ViCH_2O(EO)_x(PO)_yR^1$ , en la que Vi es un vinilo,  $R^1$  se selecciona entre hidrógeno, un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, un grupo éster, un grupo epoxi o un grupo amino; EO es óxido de etileno, PO es óxido de propileno, x e y son grados de polimerización, x es un número entero de 0 a 150; e y es un número entero de 0 a 150, y x e y no pueden ambos ser 0 y en el que preferentemente x es un número entero de 0 a 40, y es un número entero de 0 a 100, y x e y no pueden ser ambos 0;
- 50 o,
- 55 en el que la  $\alpha$ -olefina tiene la fórmula estructural general del siguiente modo:  $Vi(CH_2)_zH$ , en la que Vi es un vinilo, y z es un número entero de 1 a 36 y en la que preferentemente z es un número entero de 6 a 18;
- o,

en el que el poliorganosiloxano terminado en bivinilo tiene la fórmula estructural general del siguiente modo:  $Vi(R^2)_2SiO((R^2)_2SiO)_mSi(R^2)_2Vi$ , en la que Vi es un vinilo, m es un número entero de 100 a 500, y  $R^2$  es un grupo alquilo que tiene 1-6 átomos de carbono y en la que preferentemente m es un entero de 200 a 400,  $R^2$  es un grupo metilo, y la viscosidad dinámica de un poliorganosiloxano terminado en bivinilo a 25 °C es 50-2.000mPa● s.

- 5 11. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el valor del pH del agente desespumante es de 6,5-7.
12. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que el acrilato es uno o una mezcla de más seleccionados entre el grupo que consiste en acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de isobutilo, metacrilato de 2-metilo, metacrilato de 2-etilo y metacrilato de 2-butilo; la sílice se selecciona entre sílice pirolizada o sílice precipitada; la resina de organosilicio es una resina MQ compuesta de una unidad de cadena  $CH_3SiO_{1/2}$  y una unidad de cadena  $SiO_{4/2}$ ; el catalizador para preparar el componente A1 o el componente A2 se selecciona entre el grupo que consiste en complejo de platino-alcohol, complejo de platino-olefina, complejo de platino-alcóxido, complejo de platino-éter, complejo de platino-cetona, solución en isopropanol de ácido cloroplátinico o complejo de platino-vinilo; o,
- 10 en el que la sílice tiene un área superficial específica de 50-500 m<sup>2</sup>/g, y la relación molar entre las unidades de cadena  $CH_3SiO_{1/2}$  y las unidades de cadena  $SiO_{4/2}$  es (0,4-1,2): 1,0;
- 15 o,
- en el que el agente espesante es uno o más seleccionados entre el grupo que consiste en poliacrilamida, carbómero, xantano, y celulosa o un agente espesante de ácido poliacrílico.
- 20 13. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el emulsionante es uno o más seleccionados entre el grupo que consiste en polioxietileno nonilfenil éter, polioxietileno octilfenol éter, polioxietilenoauril éter, polioxietilenooleil éter, monoestearato de sorbitán, monooleato de sorbitán, triestearato de sorbitán, trioleato de sorbitán, monoestearato de sorbitán polioxietilenado, monooleato de sorbitán polioxietilenado, triestearato de sorbitán polioxietilenado, y aceite de ricino polioxietilenado; y el conservante es uno
- 25 o más seleccionados entre el grupo que consiste en metil-p-hidroxibenzoato, etil-p-hidroxibenzoato, propil-p-hidroxibenzoato, butil-p-hidroxibenzoato, diacetato de sodio, ácido benzoico y una sal de sodio del mismo, ácido sórbico y una sal de potasio del mismo, fumarato de dimetilo, 2-metil-4-isotiazolin-3-ona, 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona, 4,5-dicloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona, 2-n-octil-4-isotiazolina-3-ona, 4,5-dicloro-2-n-octil-4-isotiazolin-3-ona, 5-cloro-2-n-octil-4-isotiazolin-3-ona, 1,2-benzo-isotiazolin-3-ona, n-nutil-1,2-benzo-isotiazolin-3-ona, y 2-metil-4,5-
- 30 propilideno-4-isotiazolin-3-ona.
14. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el agente desespumante se prepara usando el siguiente proceso: el poliorganosiloxano A1 modificado, el poliorganosiloxano A2 modificado y la composición de organosilicio B se mezclaron, se calentaron a 50-80 °C, y se agitaron completamente; a continuación, en el caso de mantener una temperatura constante mientras se agita, se añaden una parte del agente espesante y agua, y se regula el valor del pH a 6,5-7,0; y finalmente, la emulsión obtenida de esta manera se homogeneiza, y se añaden la cantidad restante hasta completar del agente espesante y agua.
- 35 15. El agente desespumante para un detergente líquido de acuerdo con la reivindicación 14, en el que la cantidad del primer agente espesante añadido es del 70-90 % en base a la masa total del agente espesante, y la cantidad de la primera agua añadida es del 30-60 % en base a la masa total de agua.