



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0606894-4 B1



(22) Data do Depósito: 26/01/2006

(45) Data de Concessão: 30/11/2021

(54) Título: PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA EMULSÃO ESTÁVEL TENDO TAMANHO DE PARTÍCULA (VALOR D50) DE ATÉ 150 NANÔMETROS

(51) Int.Cl.: C08G 77/06; C08G 77/08; C08G 77/10; C08J 3/03.

(30) Prioridade Unionista: 02/02/2005 IN 63/KOL/2005.

(73) Titular(es): WACKER CHEMIE AG.

(72) Inventor(es): AMIT KUMAR PAUL.

(86) Pedido PCT: PCT EP2006000690 de 26/01/2006

(87) Publicação PCT: WO 2006/081978 de 10/08/2006

(85) Data do Início da Fase Nacional: 02/08/2007

(57) Resumo: PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA EMULSÃO DE ORGANOPOLISSILOXANO ESTÁVEL. A presente invenção refere-se a um processo para produção de emulsão de organopolissiloxano de alta viscosidade estável tendo tamanho de partícula até 150 nanômetros e, em particular, a um processo de polimerização de emulsão envolvendo um completamento simples, de custo efetivo, e mais rápida de emulsificação de organopolissiloxano pelo uso de um homogeneizador padrão, e também polimerização subsequente do organopolissiloxano a temperatura controlada. O processo envolve uma combinação seletiva de emulsificador não-iônico junto com um pelo menos um emulsificador aniônico para alcançar a emulsão de tamanho de partícula desejada. Importaneamente, a mistura seletiva de emulsificadores não-iônicos e emulsificadores aniônicos tendo valor de HBL da mistura perto de 12-15, e mantendo uma temperatura de até 50°C é encontrada para favorecer a obtenção de emulsão estável de partícula baixa com qualquer homogeneizador padrão, evitando a necessidade de homogeneização de alta pressão.

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA EMULSÃO ESTÁVEL TENDO TAMANHO DE PARTÍCULA (VALOR D50) DE ATÉ 150 NANÔMETROS"

[001] A presente invenção refere-se a um processo para produção de emulsão de organopolissiloxano de alta viscosidade estável e, em particular, a um processo de polimerização de emulsão envolvendo um completamento simples, de custo efetivo, e mais rápido de emulsificação de organopolissiloxano, e também polimerização subsequente do organopolissiloxano. O processo é direcionado para ser simples e de custo efetivo, e pode ser facilmente adaptado para produção de emulsão de emulsões de organopolissiloxano estáveis para uso e aplicação final benéfica diversa. Importantemente, a emulsão de silicone produzida pelo processo da invenção está na faixa de média (isto é, valor D50) até 150 nanômetros com uma distribuição de tamanho de partícula muito estreita que é altamente estável e encontrada para ter uso diverso benéfico e vantajoso em várias aplicações finais, incluindo cuidado pessoal, aplicações/usos em têxtil, borracha, papel e outros similares.

HISTÓRICO

[002] É bem-conhecido proporcionar-se emulsões de organopolissiloxano com variação de tamanhos de partícula para adequar-se a aplicações finais diferentes.

[003] Emulsões de organopolissiloxano tendo tamanho de partícula baixo preparadas por processo de polimerização de emulsão são geralmente preferidas, podendo proporcionar a produção mais rápida e simples desejada, com foco na estabilidade da emulsão e polimerização de organopolissiloxano mais rápida durante emulsificação. Tais produtos polimerizados de emulsão são conhecidos por serem preparados por vários métodos. Por exemplo, JP-B 34-2041 descreve um processo de polimerização no qual um ácido forte e base forte são usados como um catalisador de polimerização. O documento US 3697469 usa resina de troca de íon como catalisador de polimerização. Os documentos

US 3360491; US 3697469; US 4228054; US 5726270; US 5817714; US 5895794; US 5925469 e US 6071975 descrevem polimerização usando ácido alquil benzeno sulfônico, ácido alquil naftaleno sulfônico, ácido alifático sulfônico, ácido sililalquil sulfônico, ácido sulfônico de éter difenil alifaticamente substituído ou hidrogênossulfatos de alquila como um catalisador. Contudo, todos estes processos tomam tempo de polimerização mais longos e completamento do processo de produção da emulsão. Muitos dos processos são também apenas restritos a ciclossiloxanos.

[004] O documento US 6245852 descreve um processo de preparação de emulsão de organopolissiloxano tendo estabilidade aperfeiçoada dentro de um tempo curto. O processo compreende as etapas de emulsificação e dispersão de organopolissiloxano de peso molecular baixo em água na presença de essencialmente pelo menos um tensoativo aniônico selecionado a partir de ácido sulfônico orgânico e sulfatos orgânicos pelo uso de um homegeneizador de alta pressão com uma faixa de pressão de operação de 700 a 3000 kg/cm², e produz uma emulsão inicial tendo tamanho de partícula até 300 nm, permitindo-se em seguida que a emulsão polimerize e, subsequente, neutralize no final.

[005] Conforme seria claramente aparente a partir da descrição no documento US'852, o processo necessariamente envolve o uso de sistema de máquina muito sofisticado e de capital altamente intensivo para redução do tempo de emulsão no processo de polimerização da emulsão. Também visto que o processo usa um sistema de alta pressão, a máquina de emulsão necessita de grande quantidade de sistema de controle para operar seguramente na área de produção.

[006] Desse modo, enquanto o processo de acordo com o documento US'852 acima citado para reduzir o tempo de emulsificação pelo uso de um homegeneizador de alta pressão sofisticado, mas o referido processo não parece encontrar o requerimento de completamento mais rápido do processo de

emulsão total, incluindo polimerização mais rápida. O processo de polimerização de emulsão consiste usualmente em emulsificação de organopolissiloxano e polimerização subsequente do organopolissiloxano. Desse modo, emulsificação mais rápida em si próprio não é suficiente para completar o processo de polimerização da emulsão ou tornar o processo mais rápido. Portanto, é também importante tornar a polimerização mais rápida nos processos de polimerização da emulsão.

[007] O estado da técnica acima descreve a necessidade de desenvolverem-se processos de tornar mais rápido o processo de polimerização da emulsão. Também a redução no tamanho de partícula que é verificada ser de relevância para uma variedade de aplicações/uso final envolvendo um processo de polimerização mais rápido é desejável para preparação comercial de larga escala e uso de tais emulsões para aplicações diversas.

[008] É, desse modo, o objetivo básico da invenção proporcionar um processo de produção de emulsão de silicone tendo tamanho de partícula até 150 nm que seria, por um lado, simples, de custo efetivo e rápido e, por outro lado, proporcionaria uma alternativa simples e de custo efetivo à necessidade de maquinaria complexa para emulsificação mais rápida, e também reduziria o tempo de polimerização no processo de polimerização de emulsão e, desse modo, poderia ser prontamente adaptado para preparação comercial de custo efetivo de larga escala de tais emulsões de silicone de tamanho de partícula baixo para aplicações diversas tais como em cuidado pessoal e similares.

[009] Outro objetivo da invenção é dirigido a proporcionar um processo simples de produção de emulsão de silicone tendo tamanho de partícula até 150 nanômetros, que reduziria o "tempo de polimerização de emulsão" total significativamente.

[0010] Outro objetivo da presente invenção é dirigido a um processo para a preparação de emulsão de silicone tendo tamanho de partícula até 150 nanômetros que auxiliaria no crescimento de polímero mais rápido do

organopolissiloxano durante processo de emulsão.

[0011] Ainda outro objetivo da presente invenção é dirigido a produção de emulsão de silicone estável envolvendo homogeneizador padrão tendo tamanho de partícula até 150 nanômetros por meio de uma formulação de emulsão seletiva, e evitando a necessidade de maquinaria complexa para reduzir os estágios de emulsificação e polimerização em tal preparação de emulsão de silicone.

[0012] Desse modo, de acordo com o aspecto básico da presente invenção, é provido um processo para a preparação de uma emulsão estável tendo tamanho de partícula até 150 nanômetros, compreendendo:

i) provisão de uma formulação seletiva compreendendo (a) organopolixiloxano ou misturas deste em uma quantidade de 20 a 80% em peso, (b) água em uma quantidade de 5 a 30% em peso, (c) emulsificador(es) não-iônico(s) seletivo(s) tendo HLB na faixa de 10-19 em quantidades de 1 a 25% em peso, e (d) emulsificador aniônico seletivo tendo HLB na faixa de 8-19 em uma quantidade de 1 a 15% em peso;

ii) homogeneização da mistura (i) usando homogeneizador padrão, e mantendo uma temperatura de até 50°C, preferivelmente na faixa de 10-40°C, tal como para favorecer a taxa de crescimento de polímero organopolissiloxano, ou elevar a viscosidade do polímero para pelo menos 20000 mPa.s; e

iii) neutralização da emulsão por álcali a uma faixa de pH de 6-8.

[0013] Importantemente, é verificado por meio da invenção que um dos aspectos críticos que capacita a obtenção de emulsão até 150 nanômetros seguindo um processo simples é o uso seletivo de uma combinação de emulsificador não-iônico junto com um pelo menos um emulsificador aniônico para alcançar a emulsão de tamanho de partícula desejado. Para emulsão de organopolissiloxano, valor de HLB perto de 12-15 é verificado ser o valor ótimo do emulsificador ou de uma mistura de emulsificadores, que ajudam a produzir emulsão de partícula inferior. É também verificado que uma mistura de

emulsificadores não-iônico e aniônico tendo valor de HLB da mistura perto de 12-15 mostra combinações ótimas para produzir emulsão estável de partícula inferior com um homogeneizador padrão.

[0014] Também a quantidade dos emulsificadores usados na formulação seletiva acima tem contribuição seletiva para tornar a emulsão estável. Em particular, no processo acima de produção de emulsão de organopolissiloxano de partícula inferior, a emulsão é também estabilizada pelo uso de tensoativos tendo valores de HLB críticos que ajudam a tornar a emulsão de partícula inferior mais rápida pelo uso de homogeneizador padrão sem necessidade de homogeneizador de alta pressão ultracomplexo.

[0015] Além disso, é também importante controlar a temperatura para alcançar tamanho de partícula inferior com distribuição estreita da partícula. Vantajosamente a produção da emulsão com uma temperatura de até 50°C é verificada ajudar adicionalmente no crescimento mais rápido do polímero de organopolissiloxano na emulsão. A temperatura durante a preparação da emulsão é verificada ter grande importância não apenas para controlar o tamanho de partícula, mas também para controlar a distribuição do tamanho de partícula e crescimento mais rápido da viscosidade de fase interna.

[0016] No processo acima da invenção, preferivelmente, um biocida é adicionado para impedir crescimento microbial.

[0017] Desde que o processo usa uma mistura de tensoativos para produção de organopolissiloxano de partícula inferior pelo uso de homogeneizador padrão, é importante manter a formulação seletiva envolvendo produção de uma receita correta de mistura de tensoativos e receita de organopolissiloxano e tensoativos para alcançar tamanho de partícula até 150 nanômetros.

[0018] De acordo com um aspecto preferido do processo acima para a preparação de produção estável e mais rápida de emulsão de tamanho de partícula baixo tendo viscosidade de óleo de fase interna alta

compreendendo:

- i) provisão de uma formulação seletiva compreendendo provisão de água em uma quantidade de 5 a 30% da emulsão, 8 a 30% de emulsificadores misturados compreendendo pelo menos um emulsificador aniônico e pelo menos um emulsificador não-iônico tendo valor de HLB dos emulsificadores na faixa de 10-19, e um organopolissiloxano ou mistura de organopolissiloxanos na faixa de 20-80% da emulsão;
- ii) homogeneização da mistura com homogeneizador padrão, enquanto mantém uma temperatura na faixa até 50°C, preferivelmente na faixa de 20-40°C por um período de 10 minutos a 2 horas, dependendo das características desejadas da emulsão;
- iii) envelhecimento da emulsão na faixa de 5 a 30°C para favorecer crescimento mais rápido de viscosidade do óleo de fase interna;
- iv) neutralização da emulsão com álcali, e finalmente adição de biocida para prevenção microbiana na emulsão.

[0019] A temperatura do material pode ser controlada durante homogeneização pela passagem de água arrefecida. No processo acima a temperatura de envelhecimento desejada para crescimento de viscosidade de óleo interna muito alta está na faixa de 5 a 30°C. Geralmente, 1 a 12 horas são requeridas para alcançar viscosidade de óleo de fase interna de viscosidade muito alta. Se a viscosidade de óleo interna é necessária ser menor do que 500.000 mPa.s, então neutralização da emulsão é efetuada imediatamente após completamento da mistura. Além disso, é verificado que tempo de mistura desejado também varia para viscosidade alvo do polímero e distribuição das partículas na emulsão.

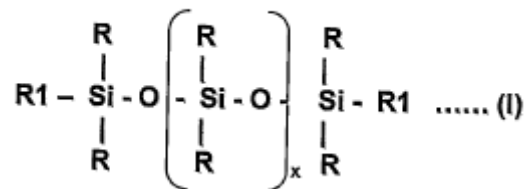
[0020] Neutraliza-se a emulsão após completamento das etapas de diluição. Geralmente, hidróxido alcalino inorgânico solúvel em água ou amina álcool orgânica é usada para neutralização. Preferivelmente, hidróxido de sódio ou hidróxido de potássio ou trietanol amina é usado para neutralizar a emulsão.

[0021] De acordo com a presente invenção, um dos parâmetros críticos inclui a seleção dos emulsificadores corretos e combinação dos emulsificadores para alcançar a emulsão de tamanho de partícula baixo desejada. A presente invenção, desse modo, alcança produção de emulsão de partícula baixa em um modo simples, onde combinação de emulsificador seletiva e temperatura de emulsificação e polimerização que têm uma parte crítica para tornar o processo simples, e evitando o uso de maquinaria de custo extensivo e complexa.

[0022] A invenção desse modo proporciona um processo para produção de emulsão de partícula baixa estável de um organopolissiloxano molecular baixo ou uma mistura de organopolissiloxano. Os organopolissiloxanos referidos aqui para a proposta da invenção incluem organopolissiloxanos moleculares baixos tais como organopolissiloxano terminado em alfa ômega hidróxi; organopolissiloxano terminado em alfa ômega alcóxi; organociclopilissiloxanos, ou misturas destes.

[0023] No caso de emulsão de polissiloxano ramificado, um trifuncional ou tetrafuncional, ou uma mistura destes, é usado junto com os organopolissiloxanos acima.

[0024] O organopolissiloxano linear terminal funcional alfa ômega usado aqui são preferivelmente aqueles da fórmula geral I:



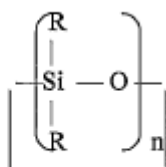
onde R1 é hidrogênio e/ou um grupo hidrocarboneto monovalente de 1 a 10 átomos de carbono, e/ou um grupo hidroxil, e/ou um grupo alcóxi tendo 1 a 8 átomos de carbono. Exemplos de R1 como grupos de hidrocarboneto monovalente são metila, etila, n-propila, isopropila, n-butila, isobutila, terc-butila, n-pentila, isopentila, neopentila, terc-pentila, hexila tal como n-hexila, heptila tal

como n-heptila, octila tal como n-octila e isooctila tal como 2,2,4-trimetila pentila, nonila tal como n-nonila, decila tal como n-decila, dodecila tal como n-dodecila, octadecila tal como n-octadecila; alquenila tais como vinila e alila, cicloalquila, tais como ciclopentila, ciclohexila, cicloheptila e metila ciclohexila, arila tais como fenila, naftila, antrila e fenantrila; alquilarila tais como o-, m-, p-tolila, xilila e etilfenila; aralquila, tais como benzila, α - e β -feniletila; dos quais metila, etila, n-propila, isopropila são preferidos, e metila é particularmente preferida. Exemplos de R1 como grupos alcóxi são metóxi, etóxi, propóxi, butóxi, pentóxi, hexóxi ou um grupo fenóxi, mas não limitados a referidos grupos.

[0025] Onde R, que pode diferir, é um radical de hidrocarboneto monovalente. Exemplos de R são radicais alquila, tais como metila, etila, n-propila, isopropila, n-butila, isobutila, terc-butila, n-pentila, isopentila, neopentila, terc-pentila, hexila tal como n-hexila, heptila tal como n-heptila, octila tal como n-octila e isooctila tal como 2,2,4-trimetila pentila, nonila tal como n-nonila, decila tal como n-decila, dodecila tal como n-dodecila, octadecila tal como n-octadecila; alquenila tais como vinila e alila, cicloalquila, tais como ciclopentila, ciclohexila, cicloheptila e metila ciclohexila, aril tais como fenila, naftila, antrila e fenantrila; alquilarila tais como o-, m-, p-tolila, xilila e etilfenila; aralquila, tais como benzila, α - e β -feniletil; dos quais metila, etila, n-propila, isopropila são preferidos, e metila é particularmente preferido.

[0026] x é um inteiro de 1 a 100.

[0027] Os organociclossiloxanos aqui usados têm a seguinte estrutura:



..... (II)

onde R é independentemente hidrogênio ou grupos hidrocarbonetos

monovalentes de 3 a 10 átomos de carbono incluindo um grupo alquila tal como metila, etila, n-propila, isopropila, n-butila, isobutila, terc-butila, n-pentila, isopentila, neopentila, terc-pentila, hexila tal como n-hexila, heptila tal como n-heptila, octila tal como n-octila e isooctila tal como 2,2,4-trimetil pentila, nonila tal como n-nonila, decila tal como n-decila, dodecila tal como n-dodecila, octadecila tal como n-octadecila; alquenila tais como vinila e alila, cicloalquila, tais como ciclopentila, ciclohexila, cicloheptila e metila ciclohexila, arila tais como fenila, naftila, antrila e fenantrila; alquilarila tais como o-, m-, p-tolila, xilila e etilfenila; aralquila, tais como benzila, α - e β -feniletil; dos quais metila, etila, n-propila, isopropila são preferidos, e metila é particularmente preferido. 'n' é um inteiro de 3 a 10. Organociclossiloxanos mais preferidos são octametilciclotetrassiloxano; decametilciclopentassiloxano; dodecametil ciclohexassiloxano; 1,2,3,4-tetrametil-1,2,3,4-tetravinil ciclotetrassiloxano; 1,2,3,4-tetrametil-1,2,3,4-tetrafenil ciclotetrassiloxano.

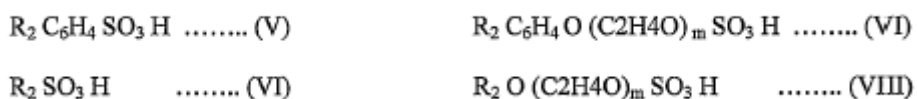
[0028] O organopolissiloxano usado de acordo com a presente invenção pode ser ramificado por meio de incorporação de unidades de ramificação. As unidades de ramificação podem ser introduzidas para aperfeiçoar o comportamento de formação de película de organopolissiloxano. A unidade de ramificação pode ser silano trifuncional ou silano tetrafuncional, ou uma mistura destes. Os silanos trifuncionais (III) e silanos tetrafuncionais (IV) têm a seguinte estrutura:



onde R, que pode diferir, é um radical hidrocarboneto monovalente. Exemplos de R são radicais alquila, tais como metila, etila, n-propila, isopropila, n-butila, isobutila, terc-butila, n-pentila, isopentila, neopentila, terc-pentila, hexila tal como n-hexila, heptila tal como n-heptila, octila tal como n-octila e isooctila tal como 2,2,4-trimetila pentila, nonila tal como n-nonila, decila tal como n-decila, dodecila tal como n-dodecila, octadecila tal como n-octadecila; alquenila tais como vinila e alila, cicloalquila, tais como ciclopentila, ciclohexila, cicloheptila e

metila ciclohexila, arila tais como fenila, naftila, antrila e fenantrila; alquilarila tais como o-, m-, p-tolila, xilila e etilfenila; aralquila, tais como benzila, α - e β -feniletila; dos quais metila, etila, n-propila, isopropila são preferidos, e metila é particularmente preferida. Dependendo do requerimento desejado de ramificação do organopolissiloxano, as unidades de ramificação são adicionadas durante o processo de emulsificação. 0,1 a 5% de unidades de ramificação é útil para produzir uma emulsão contendo organopolissiloxano tendo estrutura altamente ramificada. A quantidade usada na emulsão deve ser controlada cuidadosamente; de outro modo, gelificação do polímero pode ocorrer durante o processo de emulsão e a emulsão desestabiliza. Se polissiloxano ramificado não é requerido, a adição de silano é evitada.

[0029] De acordo com a presente invenção, o emulsificador aniônico tem um papel importante no processo de emulsão simples e mais rápido de emulsão de viscosidade de fase interna alta tendo tamanho de partícula até 150 nm. O tensoativo aniônico é selecionado a partir de ácidos sulfônicos orgânicos. Os ácidos sulfônicos mais comuns usados no presente processo são ácido alquil aril sulfônico; ácido alquil aril polioxietileno sulfônico; ácido alquil sulfônico e ácido alquil polioxietileno sulfônico. Estruturas de ácidos sulfônicos são conforme abaixo:



onde R_2 , que pode diferir, é um radical hidrocarboneto monovalente tendo pelo menos 6 átomos de carbono. Os grupos R_2 mais preferíveis, mas não limitados aos seguintes grupos, são hexila, octila, decila, dodecila, cetila, estearila, miristila e oleila. 'm' é um inteiro de 1 a 25. Tensoativos aniônicos mais preferíveis usados na presente invenção são ácido octil benzeno sulfônico; ácido dodecil benzeno sulfônico; ácido cetil benzeno sulfônico; ácido alfa octil sulfônico; ácido alfa dodecil sulfônico; ácido alfa cetil sulfônico; ácido

polioxietileno octil benzeno sulfônico; ácido polioxietileno dodecil benzeno sulfônico; ácido polioxietileno cetil benzeno sulfônico; ácido polioxietileno octil sulfônico, ácido polioxietileno dodecil sulfônico e ácido polioxietileno cetil sulfônico. Geralmente, 1 a 15% de tensoativo aniônico é usado no presente processo de processamento de emulsão. Preferivelmente, 3-10% de tensoativo aniônico é usado na presente emulsão para obter-se o resultado ótimo. O tensoativo aniônico tem um papel duplo no presente processo de emulsão. O tensoativo aniônico age como um catalisador de condensação/abertura de anel junto com um tensoativo para produção de emulsão. Desse modo, pelo uso do emulsificador aniônico, o processo não necessita de qualquer catalisador para crescimento do polímero de organopolissiloxano durante o processo de emulsão.

[0030] É também observado de acordo com a presente invenção que pelo menos um emulsificador adicional junto com emulsificador aniônico é essencial junto com a temperatura controlada de emulsificação e polimerização para produção da emulsão em um modo simples e mais rápido. É especialmente verificado por meio da presente invenção que pelo menos um emulsificador não-iônico junto com emulsificador aniônico ajuda a produção de emulsão mais rápida e simples. Emulsificadores não-iônicos tendo valor de HLB entre 10-19 são adequados para tornar o processo de emulsão mais simples. Os tensoativos mais úteis para esta categoria são alquil éter de polioxialquilenos, alquilfenil éteres de polioxialquilenos e éteres de polioxialquilenos sorbitano. Alguns tensoativos úteis tendo valor de HLB entre 10-19 são octil éter de polietileno glicol; lauril éter de polietileno glicol; tridecil éter de polietileno glicol; cetil éter de polietileno glicol; estearil éter de polietileno glicol; nonilfenil éter de polietileno glicol; dodecilfenil éter de polietileno glicol; cetilfenil éter de polietileno glicol; estearilfenil éter de polietileno glicol; polietileno glicol monoestearato sorbitano, e monooleato sorbitano de polietileno. Tensoativo não-iônico tendo valor de HLB entre 10-19 tem uma grande importância na presente invenção para tornar o processo mais simples.

[0031] Geralmente, 1 a 25% de tensoativo não-iônico é usado no processo de processamento da emulsão. Preferivelmente, 5-20% de tensoativo não-iônico é usado na presente invenção para obter-se o resultado ótimo. É bem-conhecido na técnica que tensoativo(s) tendo valor de HLB entre 12-15 é útil para produzir emulsão de organopolissiloxano pelo uso de homogeneizador padrão em período mais curto, e é também bem-conhecido usar-se uma mistura de tensoativo que tenha valor de HLB entre 12-15 para obter-se uma emulsão de organopolissiloxano tendo estabilidade longa.

[0032] De acordo com a presente invenção, é também importante proporcionar formulação seletiva dos emulsificadores em uma razão tal que a mistura tenha valor de HLB preferivelmente entre 12-15 com pelo menos um tensoativo aniônico, e um tensoativo não-iônico na mistura.

[0033] Um aspecto importante no presente processo de emulsão é o uso seletivo de uma mistura de tensoativos que não apenas torne a emulsão estável em modo mais rápido pelo uso de homogeneizador padrão, mas também produza uma emulsão de partícula inferior até 150 nm. O tamanho de partícula da emulsão é altamente dependente da razão de emulsificador(es) aniônico(s) ou não-iônico(s) tendo valor de HLB da mistura entre 12-15.

[0034] É também bem-conhecido da técnica que a taxa de crescimento de polímero do organopolissiloxano é também altamente dependente do tamanho de partícula da emulsão. Desse modo, a taxa de crescimento de polímero do organopolissiloxano durante o processo de emulsão é muito mais alta comparada a emulsão de organopolissiloxano tendo tamanho de partícula acima de 150 nm.

[0035] De acordo com a presente invenção, a temperatura durante o processo de emulsão tem um papel importante para controlar o tamanho de partícula da emulsão, a distribuição da distribuição do tamanho de partícula (isto é, polidispersibilidade de valor 1 é pobre, e de valor 0,1 ou menor do que 0,1 é muito bom), e a taxa de crescimento de polímero do organopolissiloxano durante

processo de emulsão. É também observado no presente processo de emulsão que o tamanho de partícula, a distribuição da partícula, e a viscosidade do polímero tornam-se fora de controle se a temperatura não é mantida dentro de um limite seletivo. É verificado que um desvio significativo das especificações de emulsão finais ocorre onde o controle da temperatura não está dentro da referida faixa seletiva, mesmo embora a emulsão seja produzida pelo uso de uma combinação ótima de emulsificadores com uma combinação correta de fluido para emulsificador. A manutenção de uma temperatura abaixo de 50°C é útil para controlar o tamanho de partícula, a distribuição de partícula na emulsão, e a taxa de crescimento de polímero do organopolissiloxano na emulsão.

[0036] Adicionalmente, é também importante controlar a temperatura da emulsão durante o envelhecimento da emulsão no caso de polímero de organopolissiloxano ultra-alto (mais do que 2 milhões mPa.s) na emulsão. Uma temperatura abaixo de 30°C é útil para tornar a polimerização mais rápida no caso de polímero de organopolissiloxano ultra-alto requerido na fase interna da emulsão. A polimerização da emulsão é significativamente diminuída se a temperatura é mais do que 30°C durante o processo de envelhecimento, ainda difícil de alcançar viscosidade ultra-alta em temperatura alta. Desse modo, é claro que completamente mais rápido do processo de emulsão para polímero de organopolissiloxano alto para emulsão de polímero ultra-alta pelo processo de polimerização da emulsão, a temperatura tem grande papel durante o processo de envelhecimento. Desse modo, de acordo com o presente processo, uma combinação de emulsificadores misturados tendo valor de HLB 12-15 (contém pelo menos um emulsificador aniônico e pelo menos um emulsificador não-iônico) junto com o controle de temperatura durante produção de emulsão e durante envelhecimento ajuda o processo de emulsão útil para produzir emulsão abaixo de 150 nm por homogeneizador padrão.

[0037] Os componentes são homogeneizados por homogeneizadores padrão. Sistema de agitação de cisalhamento padrão útil

pode ser usado tal como homogeneizador de estator-rotor de estágio simples convencional ou outros tipos de homogeneizador padrão que são usados no processo de homogeneização normal. A homogeneização pode ser efetuada em batelada ou continuamente, dependendo do desenho do processo de emulsão. A partir do ponto de vista de investimento de capital, fica claro que o processo também necessita de um sistema de homogeneização econômico e evite o uso do sistema de homogeneização de alta pressão muito custoso.

[0038] Importaneamente, é verificado por meio da presente invenção que a emulsão obtida seguindo o processo da invenção foi altamente estável. Em particular, testes revelaram que quando a emulsão obtida posta no forno na faixa de 45 a 60°C, e mais preferivelmente, 55°C por um mês, nenhuma cremosidade ou separação ou deformação na emulsão foi observada. Um estudo de 12 horas em ciclos de congelamento/descongelamento em temperaturas de 10°C/50°C por um mês também não mostrou cremosidade ou separação ou deformação na emulsão.

[0039] Os detalhes da invenção, seus objetivos e vantagens são explanados abaixo em maiores detalhes em relação às ilustrações exemplares não-limitativas do processo:

Exemplos

Exemplo I

[0040] No processo de emulsão, transfere-se 4,5 kg de ácido alquil sulfônico benzeno linear, 7 kg de álcool tridecílico etoxilatado tendo valor de HLB 14, 4,5 kg de água em um tanque de mistura de 100 litros tendo jaqueta de água fria. Mistura-se os componentes por 5 minutos. Adiciona-se 31,22 kg de siloxano Waker PDM (polidimetil siloxano terminado em um alfa ômega hidróxi de 40 MPa.s), e mistura-se o componente por homogeneizador de estator-rotor de estágio simples até o tamanho de partícula cair para 70 nm. A mistura foi continuada por 25 minutos para alcançar tamanho de partícula de 70 nm. Durante a mistura, a temperatura dos componentes foi mantida abaixo de 30°C.

Em seguida, a emulsão foi diluída com 30 kg de água, e o material mantido à temperatura abaixo de 30°C. Em seguida, neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina, e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG como um biocida. O processo total foi completado dentro de uma hora.

[0041] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 185.000 MPa.s.

[0042] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 70,3 nm da emulsão tendo 0,09 de polidispersibilidade.

[0043] Exemplo Comparativo IA

[0044] Uma emulsão leitosa branca foi preparada pelo Exemplo I seguinte, exceto o tensoativo não-iônico substituído por ácido alquil benzeno sulfônico linear. Mantém-se a temperatura abaixo de 30°C similar ao Exemplo I, e completa-se o processo de emulsificação total dentro de uma hora. Finalmente neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG.

[0045] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 70.000 MPa.s.

[0046] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 168 nm da emulsão tendo 0,40 de polidispersibilidade.

[0047] O acima descreve que devido ao uso de um emulsificador no exemplo comparativo IA, não foi possível alcançar a mesma partícula similar ao exemplo I, e emulsão de tamanho de partícula mais alto em IA comparado a I impediu o crescimento do polímero. Desse modo, após alcançar o tamanho de

partícula 168 nm, a viscosidade do dimetilpolissiloxano foi muito menor do que o exemplo I. Também a polidispersibilidade em IA é mais alta comparada a I.

Exemplo Comparativo IB

[0048] Uma emulsão leitosa branca foi preparada pelo Exemplo I seguinte, exceto o tensoativo não-iônico substituído por ácido alquil benzeno sulfônico linear e nenhum controle de temperatura durante o processo de emulsificação. A temperatura foi aumentada para 55°C durante o processo de emulsificação e processo de emulsificação total completado dentro de uma hora. Finalmente neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG.

[0049] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 8.000 MPa.s.

[0050] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 185 nm da emulsão tendo 0,80 de polidispersibilidade.

[0051] Visto que a temperatura não foi mantida durante o processo de emulsificação, não foi possível alcançar a mesma viscosidade de fluido e tamanho de partícula similar a IA.

Exemplo Comparativo IC

[0052] Uma emulsão leitosa branca foi preparada pelo Exemplo I seguinte, exceto que a temperatura não foi mantida dentro da faixa seletiva durante o processo de emulsificação. A temperatura foi aumentada para 55°C durante o processo de emulsificação e o processo de emulsificação total completado dentro de uma hora. Finalmente neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG.

[0053] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada

de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 80.000 MPa.s.

[0054] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 125 nm da emulsão tendo 0,80 de polidispersibilidade.

[0055] Visto que a temperatura não foi mantida durante o processo de emulsificação, não foi possível alcançar a mesma viscosidade de fluido e tamanho de partícula similar a IA.

Exemplo II

[0056] No processo de emulsão, transfere-se 3,0 kg de ácido alquil benzeno sulfônico linear, 3 kg de álcool tridecílico etoxilado tendo valor de HLB 14, 4,5 kg de água em um tanque de mistura de 100 litros tendo jaqueta de água fria. Mistura-se os componentes por 5 minutos. Adiciona-se 31,22 kg de siloxano Waker PDM (polidimetil siloxano terminado em um alfa ômega hidróxi de 40 MPa.s), e mistura-se o componente por homogeneizador de estator-rotor de estágio simples até o tamanho de partícula cair para 117 nm. A mistura foi continuada por 25 minutos para alcançar tamanho de partícula de 117 nm. Durante a mistura, a temperatura dos componentes foi mantida abaixo de 30°C. Adiciona-se 0,22 kg de metil trietóxi silano e continua-se a mistura por 10 minutos. Em seguida, dilui-se a emulsão com 31 kg de água, e mantém-se a temperatura do material abaixo de 30°C. Neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina, e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG como um biocida. O processo total foi completado dentro de uma hora.

[0057] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 826.000 MPa.s.

[0058] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 116 nm da

emulsão tendo 0,03 de polidispersibilidade.

Exemplo Comparativo IIA

[0059] Uma emulsão leitosa branca foi preparada pelo Exemplo II seguinte, exceto o tensoativo não-iônico substituído por ácido alquil benzeno sulfônico linear. Mantém-se a temperatura abaixo de 30°C similar ao Exemplo II, e completa-se o processo de emulsificação total dentro de uma hora. Finalmente neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG.

[0060] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 196.000 MPa.s.

[0061] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 185 nm da emulsão tendo 0,40 de polidispersibilidade.

[0062] Desde que, sob este exemplo (exemplo comparativo IIA) apenas um emulsificador foi usado, não foi possível alcançar a mesma partícula similar ao exemplo II, e emulsão de tamanho de partícula mais alto em IIA em comparação a II impediu o crescimento do polímero. Desse modo, após alcançar o tamanho de partícula 185 nm, a viscosidade do dimetilpolissiloxano foi muito menor do que o exemplo II.

Exemplo Comparativo IIB

[0063] Uma emulsão leitosa branca foi preparada pelo Exemplo II seguinte, exceto o tensoativo não-iônico substituído por ácido alquil benzeno sulfônico linear e não manutenção da temperatura como por a faixa seletiva proposta da invenção durante o processo de emulsificação. A temperatura foi aumentada para 55°C durante o processo de emulsificação e processo de emulsificação total completado dentro de uma hora. Finalmente neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG.

[0064] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 87.000 MPa.s.

[0065] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 235 nm da emulsão tendo 0,70 de polidispersibilidade.

[0066] Visto que a temperatura não foi mantida durante o processo de emulsificação, não foi possível alcançar a mesma viscosidade de fluido e tamanho de partícula similar a IIA.

Exemplo Comparativo IIC

[0067] Uma emulsão leitosa branca foi preparada como no Exemplo II, exceto que não se manteve a temperatura na faixa seletiva conforme proposto sob a invenção durante o processo de emulsificação. A temperatura foi aumentada para 55°C durante o processo de emulsificação e o processo de emulsificação total completado dentro de uma hora. Finalmente neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG.

[0068] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 180.000 MPa.s.

[0069] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 140 nm da emulsão tendo 0,80 de polidispersibilidade.

[0070] Visto que a temperatura não foi mantida durante o processo de emulsificação, não foi possível alcançar a mesma viscosidade de fluido e tamanho de partícula similar a II.

Exemplo III

[0071] No processo de emulsão, transfere-se 4,0 kg de ácido alquil

benzeno sulfônico linear, 7 kg de álcool tridecílico etoxilado tendo valor de HLB 14, 4,5 kg de água em um tanque de mistura de 100 litros tendo jaqueta de água fria. Mistura-se os componentes por 5 minutos. Adiciona-se 31,22 kg de siloxano Wacker PDM (polidimetil siloxano terminado em um alfa ômega hidróxi de 40 MPa.s), e mistura-se o componente por homogeneizador de estator-rotor de estágio simples até o tamanho de partícula cair para 117 nm. A mistura foi continuada por 25 minutos para alcançar tamanho de partícula de 117 nm. Durante a mistura, a temperatura dos componentes foi mantida abaixo de 30°C. Adiciona-se 0,22 gm de ortossilicato de tetraetila, e continua-se a mistura por 10 minutos. Em seguida, dilui-se a emulsão com 31 kg de água, mantém-se a temperatura do material abaixo de 30°C. Em seguida, mantém-se a emulsão 5 horas abaixo de 25°C. Neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina após 5 horas de envelhecimento e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG como um biocida. O processo total incluindo envelhecimento foi completado dentro de seis horas.

[0072] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 4.526.000 MPa.s.

[0073] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 117 nm da emulsão tendo 0,09 de polidispersibilidade.

Exemplo Comparativo IIIA

[0074] Uma emulsão leitosa branca foi preparada pelo Exemplo III seguinte, exceto o tensoativo não-iônico substituído por uma mistura de 5,5 kg de ácido alquil benzeno sulfônico e 5,5 kg de lauril sulfato de sódio. Mantém-se a temperatura abaixo de 30°C similar ao Exemplo III. Em seguida, mantém-se a emulsão 5 horas abaixo de 25°C. Neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina após 5 horas de envelhecimento e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG como um biocida. O processo total incluindo envelhecimento foi completado dentro de

seis horas.

[0075] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 750.000 MPa.s.

[0076] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 170 nm da emulsão tendo 0,50 de polidispersibilidade.

[0077] Visto que, sob este exemplo comparativo IIIA dois emulsificadores aniônicos foram usados, não foi possível alcançar a mesma partícula similar ao exemplo III e emulsão de tamanho de partícula mais alto em IIIA comparado a III impediu o crescimento do polímero. Desse modo, após alcançar o tamanho de partícula de 170 nm, a viscosidade do dimetilpolissiloxano foi muito menor do que o exemplo III.

Exemplo Comparativo IIIB

[0078] Uma emulsão leitosa branca foi preparada como no Exemplo III, exceto o tensoativo não-iônico substituído por ácido alquil benzeno sulfônico e nenhuma manutenção da temperatura durante o processo de emulsificação. A temperatura foi aumentada para 55°C durante o processo de emulsificação. Em seguida, mantém-se a emulsão 5 horas a 40-45°C. Neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina após 5 horas de envelhecimento e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG como um biocida. O processo total incluindo envelhecimento foi completado dentro de seis horas.

[0079] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 150.000 MPa.s.

[0080] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 230 nm da

emulsão tendo 0,78 de polidispersibilidade.

[0081] Visto que a temperatura não foi mantida durante o processo de emulsificação, não foi possível alcançar a mesma viscosidade de fluido e tamanho de partícula similar a IIIA.

Exemplo Comparativo IIIC

[0082] Uma emulsão leitosa branca foi preparada pelo Exemplo III seguinte, exceto que a temperatura não foi mantida dentro da faixa seletiva durante o processo de emulsificação. A temperatura foi aumentada para 55°C durante o processo de emulsificação. Em seguida, manteve-se a emulsão 5 horas a 40-45°C. Neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina após 5 horas de envelhecimento e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG como um biocida. O processo total incluindo envelhecimento foi completado dentro de seis horas.

[0083] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 973.000 MPa.s.

[0084] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 138 nm da emulsão tendo 0,80 de polidispersibilidade.

[0085] Visto que a temperatura não foi mantida durante o processo de emulsificação, não foi possível alcançar a mesma viscosidade de fluido e tamanho de partícula similar a III.

Exemplo IV

[0086] No processo de emulsão, transfere-se 4,5 kg de ácido alquil benzeno sulfônico, 7 kg de álcool tridecílico etoxilatado tendo valor de HLB 14, 4,5 kg de água em um tanque de mistura de 100 litros tendo jaqueta de água fria. Mistura-se os componentes por 5 minutos. Adiciona-se 31,22 kg de decametilciclopentassiloxano e mistura-se o componente por homogeneizador de estator-rotor de estágio simples até o tamanho de partícula cair para 70 nm.

A mistura foi continuada por 25 minutos para alcançar tamanho de partícula de 70 nm. Durante a mistura, a temperatura dos componentes foi mantida abaixo de 30°C. Em seguida, dilui-se a emulsão com 30 kg de água e mantém-se a temperatura do material abaixo de 30°C. Neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG como um biocida. O processo total incluindo envelhecimento foi completado dentro de uma hora.

[0087] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 105.000 MPa.s.

[0088] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 90,5 nm da emulsão tendo 0,08 de polidispersibilidade.

Exemplo Comparativo IVA

[0089] Uma emulsão leitosa branca foi preparada pelo Exemplo IV seguinte, exceto o tensoativo não-iônico substituído por ácido alquil benzeno sulfônico. Mantém-se a temperatura abaixo de 30°C similar ao Exemplo IV, e o processo de emulsificação total completado dentro de uma hora. Finalmente, neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG.

[0090] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 24.500 MPa.s.

[0091] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 180 nm da emulsão tendo 0,30 de polidispersibilidade.

[0092] Visto que, sob este exemplo comparativo IVA somente um emulsificador foi usado, não foi possível alcançar a mesma partícula similar ao

exemplo IV e emulsão de tamanho de partícula mais alto em IVA comparado a IV impediu o crescimento do polímero. Desse modo, após alcançar o tamanho de partícula de 180 nm, a viscosidade do dimetilpolissiloxano foi muito menor do que o exemplo IV.

Exemplo Comparativo IVB

[0093] Uma emulsão leitosa branca foi preparada pelo Exemplo IV seguinte, exceto o tensoativo não-iônico substituído por ácido alquil benzeno sulfônico e nenhuma manutenção da temperatura dentro da faixa selecionada sob a invenção durante o processo de emulsificação. A temperatura foi aumentada para 55°C durante o processo de emulsificação, e processo de emulsificação total completado dentro de uma hora. Finalmente, neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG.

[0094] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 6.000 MPa.s.

[0095] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 185 nm da emulsão tendo 0,80 de polidispersibilidade.

[0096] Visto que a temperatura não foi mantida durante o processo de emulsificação, não foi ainda capaz alcançar a mesma viscosidade de fluido e tamanho de partícula similar a IVA.

Exemplo IVC

[0097] Uma emulsão leitosa branca foi preparada pelo Exemplo IV seguinte, exceto que não se manteve a temperatura na faixa seletiva sob a invenção durante o processo de emulsificação. A temperatura foi aumentada para 55°C durante o processo de emulsificação e o processo de emulsificação total completado dentro de uma hora. Finalmente, neutraliza-se a emulsão com 85% de trietanol amina e adiciona-se 4 ppm de Kathon CG.

[0098] Separa-se o polímero pela adição de isopropanol na emulsão em uma razão de 3:1 de isopropanol para emulsão. Drena-se a camada de isopropanol e lava-se a camada de fluido três vezes por isopropanol. Seca-se o polímero em forno à vácuo. A viscosidade do polímero foi 7.000 MPa.s.

[0099] O tamanho de partícula da emulsão foi medido por Malvern Zetasizer Nano-ZS. O resultado mostrou tamanho de partícula de 148,5 nm da emulsão tendo 0,80 de polidispersibilidade.

[00100] Visto que a temperatura não foi mantida durante o processo de emulsificação, não foi possível alcançar a mesma viscosidade de fluido e tamanho de partícula similar a IV.

[00101] Os resultados acima demonstram claramente os achados da invenção que emulsão de organopolissiloxano tendo tamanho de partícula abaixo é somente possível produzir por homogeneizador de estator-rotor de estágio único simples quando a mistura de emulsificador compreende pelo menos um emulsificador aniônico e pelo menos um emulsificador não-iônico. Emulsificadores aniônicos ou uma mistura de emulsificador aniônico não podem produzir uma emulsão de organopolissiloxano abaixo de 150 nm pelo uso de homogeneizador simples. De acordo com a presente invenção, é também claramente compreendido que o controle da temperatura durante o processo de emulsão tem um papel importante para controlar o tamanho de partícula, a polidispersibilidade das partículas de emulsão e a taxa de crescimento de polímero. É também observado nos exemplos que quando a mesma receita seguida com falta de controle da temperatura, a emulsão produzida no processo tem pior resultado comparado a emulsão produzida com a mesma receita na temperatura controlada durante o processo de emulsão. É observado que temperatura de envelhecimento baixa para polímero ultra-alto também aumenta a taxa de crescimento de polímero em comparação ao envelhecimento em temperatura mais alta. Também os resultados acima demonstram adicionalmente que tamanho de partícula abaixo de 150 nm tem uma influência substancial no crescimento de polímero de organopolissiloxano mais rápido em comparação a emulsão de silicone tendo tamanho de partícula maior do que 150 nm.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de uma emulsão estável tendo tamanho de partícula (valor D50) de até 150 nanômetros, **caracterizado** pelo fato de que compreende:

- i) provisão de uma formulação compreendendo
 - (a) organopolissiloxano de fórmula geral I



onde R1 é um grupo hidroxila e/ou um grupo alcóxi tendo 1 a 8 átomos de carbono e onde R, que pode ser diferente, é um radical de hidrocarboneto monovalente,

x é um inteiro de 1 a 100,

ou misturas do mesmo em uma quantidade de 20 a 80% em peso,

(b) água em uma quantidade de 5 a 30% em peso,

(c) emulsificador(es) não-iônico(s) tendo HLB na faixa de 10-19 em quantidades de 1 a 25% em peso, e

(d) emulsificador aniônico selecionado de ácidos sulfônicos orgânicos tendo HLB na faixa de 8-19 em uma quantidade de 1 a 15% em peso;

- ii) homogeneização da mistura (i) usando qualquer homogeneizador padrão e mantendo uma temperatura na faixa de 10-40°C, tal como para obter um polímero organopolissiloxano com viscosidade de pelo menos 20000 mPa.s; e

- iii) neutralização da emulsão por álcali a uma faixa de pH de 6-8.

2. Processo para a preparação de uma emulsão estável, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o emulsificador ou uma mistura de emulsificadores usada tem valor de HLB na faixa de 12-15 para

emulsão de organopolissiloxano de partícula baixa.

3. Processo para a preparação de uma emulsão estável, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 2, **caracterizado** pelo fato de que para a viscosidade de óleo interna de menos do que 500.000 mPa.s, a referida neutralização da emulsão é efetuada imediatamente após término da mistura.

4. Processo para a preparação de uma emulsão estável, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado** pelo fato de que os organopolissiloxanos da fórmula (I) são organopolissiloxano terminado em alfa ômega hidróxi; organopolissiloxano terminado em alfa ômega alcóxi; ou misturas dos mesmos.

5. Processo para a preparação de uma emulsão estável, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, **caracterizado** pelo fato de que, para emulsão de polissiloxano ramificado, um silano trifuncional ou silano tetrafuncional ou uma mistura do mesmo é usado junto com os organopolissiloxanos.

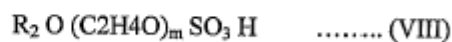
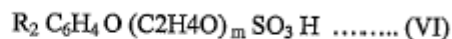
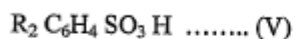
6. Processo para a preparação de uma emulsão estável, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **caracterizado** pelo fato de que os organopolissiloxanos usados são ramificados por meio de incorporação de unidades de ramificação, que são silano trifuncional ou silano tetrafuncional, ou uma mistura dos mesmos, tendo a seguinte estrutura:



onde R, que pode diferir, é um radical de hidrocarboneto monovalente.

7. Processo para a preparação de uma emulsão estável, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, **caracterizado** pelo fato de que o referido emulsificador aniônico usado é selecionado a partir de ácido alquil aril sulfônico; ácido alquil aril polioxietileno sulfônico; ácido alquil sulfônico e ácido alquil polioxietileno sulfônico.

8. Processo para a preparação de uma emulsão estável, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado** pelo fato de que as estruturas de ácidos sulfônicos usados compreendem:



onde R_2 , que pode diferir, é um radical de hidrocarboneto monovalente tendo pelo menos 6 átomos de carbono e 'm' é um inteiro de 1 a 25.

9. Processo para a preparação de uma emulsão estável, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, **caracterizado** pelo fato de que os tensoativos aniônicos são usados em quantidades de 1-15% e são selecionados de ácido octil benzeno sulfônico; ácido dodecil benzeno sulfônico; ácido cetil benzeno sulfônico; ácido alfa octil sulfônico; ácido alfa dodecil sulfônico; ácido alfa cetil sulfônico; ácido polioxietileno octil benzeno sulfônico; ácido polioxietileno dodecil benzeno sulfônico; ácido polioxietileno cetil benzeno sulfônico; ácido polioxietileno octil sulfônico, ácido polioxietileno dodecil sulfônico e ácido polioxietileno cetil sulfônico.

10. Processo para a preparação de uma emulsão estável, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, **caracterizado** pelo fato de que os referidos emulsificadores não-iônicos usados compreendem tensoativos não-iônicos em uma quantidade de 1 a 25% e selecionados a partir de alquil éter de polioxialquilenos, alquilfenil éteres de polioxialquilenos e ésteres de polioxialquilenos sorbitano.