



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI 0712727-8 A2**

(22) Data de Depósito: 17/05/2007  
(43) Data da Publicação: 11/12/2012  
(RPI 2188)



(51) *Int.Cl.:*  
B01D 19/04  
D21H 21/12

**(54) Título:** PROCESSO PARA FABRICAÇÃO E USO DE COMPOSIÇÕES DE CONTROLE DE ESPUMA

**(30) Prioridade Unionista:** 31/05/2006 GB 0610622.3

**(73) Titular(es):** Dow Corning Corporation

**(72) Inventor(es):** Alain Hilberer, Emilie Navel, Laurent Vermeire

**(74) Procurador(es):** Orlando de Souza

**(86) Pedido Internacional:** PCT EP2007054799 de 17/05/2007

**(87) Publicação Internacional:** WO 2007/137948 de 06/12/2007

**(57) Resumo:** PROCESSO PARA FABRICAÇÃO E USO DE COMPOSIÇÕES DE CONTROLE DE ESPUMA .Processo para fabricação de uma composição de controle de espuma compreendendo um poliorganossiloxano reticulado no qual é disperso um enchimento, com superfície hidrofóbica, compreendendo o passo (A) de misturar (i) um enchimento finamente dividido, (ii) um poliorganossiloxano com pelo menos dois substituintes reativos, por exemplo, numa média de dois substituintes reativos, e (iii) um poliorganossiloxano com pelo menos três substituintes reativos, capaz de efetuar reação de adição através da hidrossililação; (B) reação de hidrossililação dos componentes (ii) e (iii) até a mistura gelificar pelo menos parcialmente, seguido pela aplicação de forças de cisalhamento a essa mistura pelo menos parcialmente gelificada. Opcionalmente o passo (A) compreende um diluente ou solvente e depois do passo (E) um passo de emulsificação é executado para tornar a composição de controle de espuma numa emulsão O/w (óleo/água) . Também um processo para controlar espuma num ambiente aquoso pelo uso de uma composição de controle de espuma, de acordo com a invenção, selecionada de tintas, revestimentos, pinturas, detergentes, líquido negro daqueles encontrados durante a manufatura de polpa e papel, tratamento de água de rejeito, processos de tintura têxtil, ou depuração do gás natural.

**PROCESSO PARA FABRICAÇÃO E USO DE COMPOSIÇÕES DE CONTROLE  
DE ESPUMA**

A presente invenção se refere a um Processo para fabricação composições de controle de espuma, especialmente  
5 composições as quais sejam para uso em meio aquoso, tais como para fazer papel e processo de redução a polpa, tintas, revestimentos, pinturas, detergentes, tratamento de água de rejeito, a depuração do gás natural e processos de trabalhos metálicos. Particularmente, a invenção se refere  
10 a um Processo para fabricação composições de controle de espuma as quais compreendem materiais de silicone, particularmente materiais de silicone lineares ou reticulados. A invenção também se refere às composições de controle de espuma feitas dessa forma e a diferentes  
15 sistemas e processos, tais como a manufatura de tintas, revestimentos, pinturas, detergentes, líquido negro e polpa e papel, tratamento de água de rejeito, processos de tintura têxtil, processos de trabalhos metálicas e o remoção de impurezas de gás natural, usando tais  
20 composições de controle de espuma.

Composições de controle de espuma para processos de redução a polpa têm sido conhecidas e usadas por algum tempo e forma descritas numa variedade de publicações. Um tipo muito importante de tais composições de controle de  
25 espuma de processos de redução a polpa são baseados em materiais de silicone. Por exemplo, GB1296308, publicada em 1972, descreve composições anti-espuma para sistemas aquosos as quais compreendem líquidos orgânicos insolúveis em água, por exemplo, óleo mineral, um polímero de  
30 siloxano, um enchimento e um ingrediente o qual torne o

enchimento compatível com o polímero de siloxano. As composições são reivindicadas como sendo úteis na indústria de polpa e de papel. Na US 6656975 composições de silicone são descritas, as quais compreendem uma fase contínua de um líquido orgânico polar tendo nele dispersas partículas de um material anti-espuma de silicone encapsulado dentro de um material encapsulante orgânico de certas características. O antiespumante de silicone é indicado como compreendendo um fluido de poliorganossiloxano e um enchimento hidrofóbico, onde o fluido poliorganossiloxano é um polidiorganossiloxano linear, ramificado ou reticulado com um nível de silanol de 0,01 a 0,05% em peso. A composição de silicone é usada para controlar a espuma num meio aquoso, e aquelas usando poliorganossiloxanos ramificados têm sido descritas como sendo particularmente úteis para composições detergentes. Por exemplo, EP 0434060 descreve uma composição de agente antiespumante de silicone, compreendendo um polidiorganossiloxano, sílica e de 1 a 200 partes em peso por 100 partes em peso do polidiorganossiloxano e sílica combinados, de um polímero de organopolissiloxano reticulado exibindo fluidez. Na GB 2257709, é descrito o método A para preparar um agente de controle de espuma de silicone o qual compreende os passos de formação de uma mistura de um vinilpolidiroganossiloxano de extremidade bloqueada, um organoidrogenssiloxano volátil e de baixa viscosidade, com pelo menos 3 átomos de hidrogênio ligados ao silício e um solvente; a reação da referida mistura na presença de um catalisador de metal nobre para fazer um organopolissiloxano ramificado, e a adição à mistura de um material particulado finamente

dividido com uma superfície tornada hidrofóbica pelo contato com um agente de tratamento.

Deste modo, bases de silicone ou silicone compreendendo composições de controle de espuma podem ser preparadas pela mistura de pelo menos 2 materiais líquidos os quais, a seguir, sofrem uma reação química na fase líquida, a qual é, por exemplo, uma reação do tipo condensação ou adição, tal como hidrossililação (também chamada de hidrosilação) ou reação silanol-silil. Um material particular, por exemplo, enchimento é geralmente adicionado, o que pode ser feito antes ou após a reação. Por exemplo, na EP 0217501 é descrita uma composição de controle de espuma compreendendo (A) um componente siloxano líquido e (B) um enchimento finamente dividido com a sua superfície tornada hidrofóbica, caracterizada pelo fato de que o componente siloxano líquido (A) tem uma viscosidade a 25 °C de pelo menos  $7 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$  e é obtida pela, mistura (1) de 100 partes em peso de um polidiorganossiloxano com grupos de extremidade triorganossilóxi; (2) de 10 a 125 partes em peso de um polidiorganossiloxano com pelo menos um grupo silanol terminal e pelo menos 40 átomos de Si, e (3) de 0,5 a 10 partes em peso de uma resina de organopolissiloxano compreendendo unidades  $\text{R}''_3\text{SiO}_{1/2}$  e unidades  $\text{SiO}_2$  numa proporção de 0,5:1 até 1,2:1, e na qual  $\text{R}''$  denota um grupo hidrocarboneto monovalente contendo de 1 a 6 átomos de carbono, a referida resina com em média pelo menos um grupo hidroxila ligado ao silício por molécula e, depois disso, o aquecimento da mistura.

EP 0 270 273 descreve a reação de uma mistura de componentes incluindo um fluido poliorganossiloxano com

pelo menos um grupo hidroxila e/ou hidrocarbonóxi, um siloxano resinoso ou um composto de silício produtor de resina de silicone, um material de enchimento finamente dividido e um catalisador para promover a reação dos

5 componentes. EP0047630 A descreve um agente anti-espumante composto formado pela mistura e reação de um óleo de organopolissiloxano e/ou de um óleo de hidrocarboneto; um organoidrogenopolissiloxano; uma sílica finamente dividida; e opcionalmente um catalisador para a reação de átomos de

10 hidrogênio ligados ao silício com radicais hidroxila ligados ao silício. EP 0 254 499 B descreve uma composição desespumante de silicone obtida a partir de diferentes componentes poliorganossiloxano, os quais são primeiramente misturados e reagidos com aquecimento. Um enchimento é

15 adicionado antes ou depois da reação de condensação. US 4 741 861 descreve uma composição anti-espumante baseada em silicone compreendendo 3 tipos de diorganopolissiloxanos incluindo uma cadeia molecular terminada em ambas as extremidades com um grupo vinildiorganossilil e uma

20 terminada em ambas as extremidades da cadeia molecular com um grupo diorganossilil com um átomo de hidrogênio ligado ao silício, um pó de sílica finamente dividido e um composto de platina como catalisador. O aumento no peso molecular do diorganopolissiloxano, o qual é escolhido com

25 uma viscosidade relativamente baixa e pode ser emulsificado em meio aquoso, é sugerido para ocorrer depois da emulsificação pela reação de adição. EP 0 516 109 B1 descreve composições desespumantes de silicone preparadas pelo aquecimento de uma mistura de componentes os quais

30 incluem um dimetilpolissiloxano terminado com

trimetilssilóxi, um dimetilpolissiloxano terminado em vinildimetilssilóxi, um copolímero de dimetilsiloxano-metilhidrogensiloxano, um trimetilsiloxissilicato, sílica microparticulada e catalisador de platina.

5        Existe uma necessidade constante por proporcionar agentes de controle de melhorados para meio aquoso, tais como para fazer papel e indústria de polpa, aplicações de tintura têxtil e aplicações de trabalhos metálicos, porém particularmente para processos de redução a polpa, tais  
10       como processos de redução a polpa Kraft®. Um processo preferido para fazer composições de controle de espuma adequadas compreendendo um material de poliorganossiloxanoramificado ou reticulado no qual é disperso um enchimento finamente dividido, cuja superfície  
15       é hidrofóbica, compreende os passos de

      a) misturar (i) um enchimento finamente dividido, (ii) um poliorganossiloxano com em média pelo menos dois substituintes reativos, capaz de efetuar reação de adição com o componente (iii) através de hidrossililação e (iii)  
20       um poliorganossiloxano com pelo menos três substituintes reativos, capaz de efetuar reação de adição com o componente (ii) através da hidrossililação;

      b) seguido por causar a reação de hidrossililação dos componentes (ii) e (iii) na presença de um catalisador de  
25       metal de transição.

      Foi agora surpreendentemente descoberto que se o Processo para fabricação um agente de controle de espuma, o qual compreenda um silicone ramificado, levemente, parcialmente ou totalmente reticulado, preferivelmente  
30       poliorganossiloxano, inclui tanto a adição de um enchimento

finamente dividido antes da formação do poliorganossiloxano ramificado ou reticulado e a formação de uma estrutura ou mistura pelo menos parcialmente gelificada do poliorganossiloxano ramificado ou reticulado para a qual as  
5 forças de cisalhamento são aplicadas, composições de controle de espuma melhoradas podem ser obtidas.

Concordantemente, num de seus aspectos, a presente invenção proporciona um Processo para fabricação de uma composição de controle de espuma compreendendo um material  
10 poliorganossiloxano ramificado ou reticulado no qual é disperso um enchimento finamente dividido, cuja superfície é hidrofóbica, o qual compreende os passos de

A) Misturar, antes do passo (B) (i) um enchimento finamente dividido, (ii) um poliorganossiloxano com pelo  
15 menos dois substituintes reativos, preferivelmente em média dois substituintes reativos, capazes de efetuar reação de adição com o componente (iii) através de hidrossililação e (iii) um poliorganossiloxano com pelo menos três substituintes reativos, capaz de efetuar reação de adição  
20 com o componente (ii) via hidrossililação;

B) Seguido por causar a reação de hidrossililação dos componentes (ii) e (iii) na presença de um catalisador de metal de transição,

em que a reação de hidrossililação é efetuada até a  
25 mistura reacional gelificar pelo menos parcialmente, e forças de cisalhamento são aplicadas a essa mistura pelo menos parcialmente gelificada.

O enchimento finamente dividido (i) a ser usado no passo (A) do processo da invenção é um material particulado  
30 finamente dividido. Ele pode ser de qualquer um dos

enchimentos inorgânicos conhecidos adequados para a formulação de composições de controle de espuma. Tais enchimentos são descritos em muitos pedidos de patentes e são comercialmente disponíveis. Eles incluem  $\text{TiO}_2$  fumegado, 5  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , aluminossilicatos, óxido de zinco, óxido de magnésio, sais dos ácidos carboxílicos alifáticos, cera de polietileno, produtos reacionais de isocianatos com certos materiais, por exemplo, cicloexilamina, alquilamidas, por exemplo, etileno ou metileno bis estearamida e  $\text{SiO}_2$  com uma 10 área superficial conforme medido pela medição BET de pelo menos  $50 \text{ m}^2/\text{g}$ . Enchimentos preferidos são enchimentos de sílica os quais podem ser feitos de acordo com qualquer uma das técnicas de produção padrões, por exemplo, decomposição térmica de um haleto de silício, uma decomposição e 15 precipitação de um sal metálico do ácido silícico, por exemplo, silicato de sódio e um método de formação de gel. É preferível que a sílica usada num processo de acordo com a invenção seja uma sílica precipitada ou uma sílica de formação de gel, mais preferivelmente sílica precipitada. O 20 tamanho de partícula médio desses enchimentos pode variar de  $0,1$  a  $20 \text{ }\mu\text{m}$ , porém preferivelmente é de  $0,5$  a  $2,0 \text{ }\mu\text{m}$ .

A superfície das partículas de enchimento finamente divididas é hidrofóbica para tornar a composição de controle de espuma suficientemente eficaz em sistemas 25 aquosos. Onde elas não são naturalmente hidrofóbicas, as partículas de enchimento devem ser conferidas hidrofóbicas, o que pode ser feito ou antes ou depois da dispersão das partículas de enchimento no passo (A) do processo da invenção. Isso pode ser efetuado pelo tratamento das 30 partículas de enchimento com agentes de tratamento, por



exemplo, ácidos graxos, silanos ou siloxanos reativos, por exemplo ácido esteárico, dimetildiclorossilano, trimetilclorossilano, hexametildissilazano, polidimetilsiloxanos com extremidade bloqueada com hidroxila ou extremidade bloqueada com metila e resinas de siloxano. Os enchimentos os quais já tenham sido tratados com tais compostos são comercialmente disponíveis a partir de muitas companhias, por exemplo, Sipernat® D10 da Degussa. A superfície do enchimento pode ser alternativamente tornada hidrofóbica *in situ*, isto é, após o enchimento ter sido disperso no componente siloxano líquido. Isso pode ser efetuado pela adição do componente siloxano líquido antes de, durante ou após a dispersão do enchimento, por exemplo, durante o passo (A) do processo da invenção, a quantidade apropriada de um agente de tratamento, por exemplo do tipo descrito acima, e fazendo com que ocorra um pouco de reação, por exemplo, pelo aquecimento da mistura até uma temperatura acima de 40 °C. A quantidade do agente de tratamento a ser empregada irá depender, por exemplo, da natureza do agente e do enchimento e será evidente ou determinável pelas pessoas versadas na técnica. O suficiente deve ser empregado para dotar o enchimento com pelo menos um grau discernível de hidrofobicidade. Preferivelmente, a superfície do enchimento é tornada hidrofóbica antes da dispersão na mistura reagente.

É importante para a invenção que o enchimento finamente dividido (i) seja adicionado antes da reação de hidrossililação do passo (B). A adição posterior não proporciona todos os benefícios na qualidade das

composições de controle de espuma. O enchimento (i) é adicionado aos agentes de controle de espuma numa quantidade de cerca de 1 a 15, preferivelmente de 2 a 5% em peso.

5 Durante a manufatura de produtos, tais como composições de controle de espuma de acordo com a invenção, por reação química de reagentes líquidos ou fluidos, uma pessoa geralmente quer obter um produto ou material de viscosidade baixa a média. Se a viscosidade da mistura  
10 reacional se tornar muito elevada (por exemplo, acima de 60.000 centistokes), o material é mais difícil de manusear e/ou de emulsificar. Se o material gelificar, ele pode se fixar no equipamento de manufatura, resultando em desperdício de reagentes, perda de tempo de produção e  
15 saída de produção, assim como uma necessidade por tempo extra e esforço para a limpeza do equipamento. Isto é suportado, por exemplo, pela EP 0 516 109 B, onde nas páginas 3 e 4 ela ensina a limitar a densidade de reticulação e a usar reagentes de baixa viscosidade, caso  
20 contrário "a gelificação se torna um risco substancial". O peticionário descobriu surpreendentemente que a mistura reacional pode ser deixada gelificar pelo menos parcialmente e pode ser recuperada (por exemplo, liquefeita ou redispersa) pela aplicação de forças de cisalhamento.  
25 Além disso, as composições deste modo obtidas tendem a apresentar melhores propriedades anti-espumantes do que as composições as quais não permitem a gelificação, independentemente de suas viscosidades finais.

Os substituintes reativos dos componentes (ii) e (iii)  
30 são átomos de hidrogênio ligados ao silício e grupos de

hidrocarboneto alifaticamente insaturados ligados ao silício, onde a insaturação fica entre os átomos de carbono terminais do referido grupo. Não é importante se os grupos de hidrogênio ligados ao silício ou os grupos insaturados estão no componente (ii) ou no componente (iii), com a condição de que um seja predominantemente, preferivelmente unicamente, encontrado no componente (ii) e o outro seja predominantemente, preferivelmente unicamente, encontrado no componente (iii).

Embora o componente (ii) possa compreender alguma ramificação de algumas unidades de siloxano "penduradas" numa estrutura predominantemente linear, é mais preferível que o componente (ii) seja um material de poliorganossiloxano linear. É particularmente preferível que os substituintes reativos estejam localizados nos átomos de silício terminais do poliorganossiloxano. Embora é para ser notado que ter tais grupos em diferentes átomos de silício na cadeia polimérica, cuja cadeia poderia ser cíclica ou linear, poderia ser esperado que também funcionasse, sabe-se que tais materiais são mais difíceis de se obter e são geralmente mais caros para serem produzidos.

em relação ao componente (iii), não é crucial se ele é um material poliorganossiloxano linear, ramificado, resinoso ou cíclico. É preferível que os grupos reativos sejam espaçados no polímero de tal forma que eles sejam substituídos em diferentes átomos de silício, preferivelmente suficientemente distantes para permitir a fácil reação com uma quantidade de materiais de poliorganossiloxano do componente (ii).

É preferível que os grupos de hidrocarboneto alifaticamente insaturados ligados ao silício sejam grupos alquenil, preferivelmente grupos vinil ou alil, mais preferivelmente grupos vinil. A descrição que se segue irá  
5 usar a opção do componente (ii) com os grupos de hidrocarbonetos alifaticamente insaturados como substituintes e o componente (iii) com os átomos de hidrogênio ligados ao silício, porém é para ser entendido que a situação reversa é igualmente plausível e eficaz, e  
10 que a descrição deve ser lida como incluindo a opção alternativa, com os detalhes aplicáveis de forma concordante.

O componente particularmente preferido (ii), o qual é útil no passo (A) dos processos da invenção, é um  
15 vinilpolidiorganossiloxano com extremidade bloqueada com a fórmula geral  $Vi-[Si(R_2)O]_n-Si(R_2)Vi$ , em que R denota um grupo orgânico monovalente e Vi denota um grupo vinil. O grupo orgânico R é preferivelmente um grupo hidrocarboneto de até 8 átomos de carbono, mais preferivelmente um grupo  
20 alquil ou um grupo aril, por exemplo, metil, etil, propil, hexil ou fenil. É particularmente preferível que pelo menos 80% de todos os grupos R sejam grupos metil, mais preferivelmente 100%. O valor de  $n$ , o qual denota um número inteiro, é tal que a viscosidade do  
25 vinilpolidiorganossiloxano com extremidade bloqueada está na faixa de 200 a 100.000 mPa.s, mais preferivelmente de 2000 a 55.000 mPa.s, numa temperatura de 25 °C.

No passo (A) de um processo de acordo com a invenção, o componente (iii), sendo um poliorganossiloxano com átomos  
30 de hidrogênio ligados ao silício, também algumas vezes

referido como um poliorganoidrogenssiloxano, pode ser cíclico, linear, ramificado ou resinoso, ou pode ser uma mistura incluindo dois ou mais de tais poliorganoidrogenssiloxanos. A viscosidade do componente

5 (iii) é tal que ela é substancialmente mais baixa do que aquela do componente (ii), preferivelmente não maior do que 1000 m.Pa.s a 25 °C. Poliorganoidrogenssiloxanos cíclicos adequados incluem aqueles de fórmula  $(RR'SiO)_x$ , no qual R é conforme definido acima e R' é um grupo R ou um átomo de

10 hidrogênio, com a condição de que existem pelo menos três átomos de silício os quais têm um átomo de hidrogênio neles substituídos, e  $x$  é um número inteiro com um valor de 3 a 10. Preferivelmente R é um radical alquil ou aril com de 1 a 6 átomos de carbono, preferivelmente metil, cada R' sendo

15 hidrogênio e  $x$  sendo um número inteiro de 3 a 5. Poliorganoidrogenssiloxanos lineares adequados para uso como o componente (iii) incluem aqueles de fórmula geral  $R'_3SiO(RR'SiO)_ySiR'_3$ , onde R e R' são os mesmos que o definido acima e  $y$  é de 2 a 300, preferivelmente de 2 a 40,

20 mais preferivelmente de 3 a 25, com a condição de que existem pelo menos 3 átomos de hidrogênio ligados ao silício por molécula. Materiais poliorganoidrogenssiloxanos resinosos ou ramificados para uso como o componente (iii) terão uma estrutura tridimensional e podem incluir unidades

25 monovalentes  $(R'_3SiO_{1/2})$ , unidades divalentes  $(R'_2SiO_{2/2})$ , unidades trivalentes  $(R'SiO_{3/2})$  e/ou unidades tetravalentes  $((SiO_4/2))$ , em que R' tem o mesmo significado que o identificado acima, com a condição de que existem pelo menos 3 grupos hidrogênio ligados ao silício por molécula.

30 Os materiais de poliorganoidrogenssiloxanos resinosos para

uso como o componente (iii) têm um peso molecular não maior do que 15.000. É particularmente preferido que o componente (iii) tenha de 3 a 10, mais preferivelmente de 3 a 5 átomos de hidrogênio ligados ao silício por molécula, com cada átomo de hidrogênio sendo substituído num átomo de silício diferente.

Conforme indicado acima, os componentes (ii) e (iii) podem ter Si-H e o Si-alquenil respectivamente funcionalmente, ao invés daqueles especificamente descritos acima. em tal caso, o componente (ii) pode ser um poliorganoidrogenssiloxano, preferivelmente um polidialquilsiloxano com grupos Si-H terminais, por exemplo, um polidimetilsiloxano com unidades dimetilhidrogensiloxano terminais e uma viscosidade a 25 °C de 200 a 100.000, preferivelmente de 2000 a 55.000 mPa.s. Adicionalmente, o componente (iii) poderia ser, por exemplo, um material resinoso com unidades monofuncionais ( $R''_3SiO_{1/2}$ ), unidades difuncionais ( $R''_2SiO_{2/2}$ ), unidades trifuncionais ( $R''SiO_{3/2}$ ) e unidades tetrafuncionais ( $SiO_{4/2}$ ), em que  $R''$  denota um grupo R ou um grupo hidrocarboneto alifático insaturado monovalente. Alguns grupos OH também podem ser substituídos em alguns átomos de silício. Um material resinoso particularmente preferido poderia ser uma resina de vinilsiloxano substituída principalmente com unidades monofuncionais e tetrafuncionais, um peso molecular de cerca de 5.000 e uma média de 3 a 5 unidades de vinil substituídas em diferentes átomos de silício.

É importante que a proporção dos componentes (ii) e (iii) seja cuidadosamente selecionada de modo que a reação

de hidrossililação seja bem conduzida e controlada. Pela escolha do nível correto dos grupos reativos de cada tipo, a densidade de reticulação ou ramificação pode ser controlada e pré-determinada. Além disso, usando o excesso de um grupo funcional, preferivelmente o grupo hidrocarboneto alifaticamente insaturado, a quantidade de grupos que não reagiu no poliorganossiloxano ramificado ou reticulado final pode ser controlada. Isso é particularmente importante onde a presença de grupos SiH não-reagidos é para ser minimizada, por exemplo, por razões de segurança. Preferivelmente, a proporção da quantidade de grupos SiH em relação a grupos de hidrocarboneto ligados ao Si alifaticamente insaturados está na faixa de 1/10 até 10/1, mais preferivelmente a proporção será de 1/3 até 3/1, mais preferivelmente de 1/2 até 1/1.

Durante o passo (B), os componentes (ii) e (iii) reagem pela reação de hidrossililação na presença de um catalisador de metal de transição. O catalisador de metal de transição para uso no passo (B) do processo da invenção catalisa a reação de hidrossililação e pode ser selecionada a partir de uma variedade de catalisadores de hidrossililação conhecidos por promover a reação de radicais vinil funcionais com átomos de hidrogênio ligados ao silício. Catalisadores de metais de transição adequados incluem compostos e complexos contendo ródio e platina. Catalisadores de platina, tais como acetilacetato de platina ou ácido cloroplatínico são representativos desses compostos e adequados para o uso. Um catalisador de metal de transição preferido é um complexo de diviniltetrametildissiloxano diluído em polidimetilsiloxano

com extremidade bloqueada por dimetilvinilsilóxi, o qual pode ser preparado de acordo com os métodos descritos por Willing na Patente Americana No. 3.419.593. Mais preferivelmente, essa mistura contém cerca de 0,6 por cento em peso de platina.

É possível incluir o catalisador do metal de transição ao mesmo tempo em que os componentes (i) a (iii), porém se isso for feito, é preferível que um método seja usado para fazer parar a atividade do catalisador até o processo estar pronto para prosseguir. Tais opções incluem o uso de um inibidor, o qual é discutido abaixo e o uso de separação física, tal como encapsulamento, o que é desfeito imediatamente antes do passo de início (B) do processo de acordo com a invenção. Alternativamente, e mais preferivelmente, o catalisador do metal de transição é adicionado imediatamente antes do passo de partida (B) do processo da invenção, o que pode ser feito por quaisquer formas conhecidas, e irá requerer alguma dispersão eficiente do catalisador na mistura. E particularmente preferido preparar a mistura do passo (A) e trazê-la para a temperatura correta para permitir que ocorra a reação de hidrossililação, em cujo estágio o catalisador, seja puro ou na forma diluída (por exemplo, numa pequena porção do componente (ii) ou (iii), preferivelmente o componente com os substituintes de hidrocarboneto alifaticamente insaturados ou numa pequena porção de um diluente ou solvente conforme discutido abaixo) é introduzido e misturado para causar uma boa dispersão na mistura. A reação poderia, deste modo, proceder imediatamente.

Catalisadores de hidrossililação, os quais são úteis

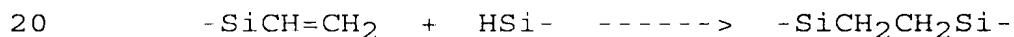


como catalisadores de metal de transição para uso no passo (B) do processo de acordo com a invenção são bem conhecidos na técnica e o leitor interessado é referido Às seguintes patentes para descrições detalhadas, considerando suas

5   preparações e usos: Speier, Patente Americana No. 2.823.218; Willing. Patente Americana No. 3.419.359; Kookootsedes. Patente Americana No. 3.445.420; Polmanteer et al. Patente Americana No. 3.697.473; Nitzsche. Patente Americana No. 3.814.731; Chandra. Patente Americana No.

10   3.890.359 e Sandford. Patente Americana No. 4.123.604. Muitos dos catalisadores conhecidos na técnica requerem que os reagentes sejam aquecidos para que a reação ocorra. Quando tais catalisadores são empregados, esse requerimento deve ser levado em consideração.

15       Nos termos mais simples, a reação de hidrossililação para formar o poliorganossiloxano ramificado ou reticulado usando os componentes preferidos (ii) e (iii), o qual é uma rede polimérica tridimensional, no passo (B) do processo da presente invenção pode ser caracterizado como:



A reação pode ser executada em qualquer forma conveniente, porém nós preferimos misturar o vinilpolidiorganossiloxano com extremidade bloqueada, poliorganoidrogenssiloxano, opcionalmente um solvente ou

25   diluente e trazer aquela mistura combinada até a temperatura reacional requerida, em cujo tempo o catalisador do metal de transição é adicionado para permitir a reação. A reação de hidrossililação pode ocorrer em temperatura ambiente, porém é preferivelmente executada

30   numa temperatura de 30 a 100 °C, mais preferivelmente de

cerca de 70 °C.

Preferivelmente, onde o componente (ii) é o grupo hidrocarboneto alifaticamente insaturado contendo poliorganossiloxano, por exemplo, o

5 vinilpolidiorganossiloxano com extremidade bloqueada, ele é incluído na solução reagente numa quantidade de até 98%, preferivelmente de 80 a 92% em peso baseando-se no peso dos componentes (i), (ii) e (iii) combinados no passo (A). Na mesma base, a quantidade de enchimento finamente dividido

10 (i) poderia ser adicionada na faixa de 2 a 15% em peso e a quantidade do componente (iii) poderia estar na faixa de 0,1 a 5% em peso baseando-se no peso total dos componentes (i), (ii) e (iii). A quantidade ótima será determinada até alguma extensão na escolha dos outros ingredientes, a  
15 quantidade de reticulação a qual é desejada e a viscosidade final da composição de controle de espuma a qual é almejada, e alguma experimentação de rotina pode ser necessária para alcançar a combinação ótima. É, conseqüentemente, particularmente útil selecionar a  
20 quantidade de tais componentes cuidadosamente. A presença de ingredientes ótimos pode, de modo claro, afetar as quantidades absolutas e as quantidades relativas de cada um desses ingredientes usados.

As concentrações do catalisador de metal de transição  
25 e do inibidor opcional a ser usado na presente invenção podem ser determinadas por experimentação de rotina. Tipicamente, a quantidade efetiva de catalisador deve estar numa faixa de modo a proporcionar de 0,1 a 1000 partes por milhão (ppm) do metal efetivo (por exemplo, platina) em  
30 peso baseando-se no peso dos componentes (ii) e (iii)

combinados na mistura usada no passo (B) do processo de acordo com a presente invenção. Como um exemplo, quando a mistura catalisadora preferida (isto é, o complexo do ácido cloroplatínico do diviniltetrametildissiloxano contendo  
5 cerca de 0,6% em peso de platina) e o inibidor (isto é, bis(2-metóxi-1-metiletil)maleato) são empregados, uma proporção em peso de inibidor para mistura catalisadora variando de zero até cerca de 0,6 proporciona uma faixa adequadamente ampla de inibição, a qual é adequada sob as  
10 condições mais práticas de manufatura.

O poliorganossiloxano ramificado ou reticulado preparado no passo (B) do processo de acordo com a presente invenção tem uma rede tridimensional e preferivelmente é tal que a composição de controle de espuma final tem uma  
15 viscosidade de 20.000 a 100.000 mPa.s medida a 25 °C, mais preferivelmente de 40.000 a 75.000 mPa.s. Para propósitos de composições de controle de espuma de acordo com a presente invenção, o próprio poliorganossiloxano ramificado ou reticulado poderia ter uma viscosidade de 20.000 até  
20 vários milhões de mPa.s a 25 °C. É preferível que a densidade de reticulação do poliorganossiloxano resultante seja o tão alta quanto possível, uma vez que isso proporciona um melhor desempenho nas aplicações de controle de espuma. Para manusear esses materiais, a quantidade de  
25 solvente ou diluente é para ser selecionada de modo que a viscosidade final da composição de controle de espuma seja conforme desejado.

No passo (A) do processo de acordo com a invenção, é opcional incluir extensores de cadeia. São materiais  
30 semelhantes ao componente (ii), e especialmente o tipo

preferido do componente (ii), sendo um material de poliorganossiloxano substancialmente linear onde o grupo ativo está presente nos átomos de silício terminais do siloxano. Esses materiais irão desempenhar o papel de tomar parte na reação de hidrossililação, porém com o efeito de "espaçamento" dos locais onde o poliorganossiloxano final é ramificado. É, conseqüentemente, sugerido que o grupo reativo do extensor de cadeia seja o mesmo que o grupo reativo do componente (iii). Exemplos de extensores de cadeia adequados poderiam ser  $\alpha, \omega$ -divinilpolidimetilssiloxano, se o componente (iii) estiver usando os grupos reativos de hidrocarboneto alifaticamente insaturados.

No passo (A) do processo de acordo com a invenção é opcional, porém preferível que um solvente ou diluente seja empregado, o qual seja preferivelmente um polidiorganossiloxano. Solventes ou diluentes de polidiorganossiloxano adequados são polímeros substancialmente lineares ou cíclicos, embora suas misturas também possam ser usadas, em que os substituintes ligados ao silício sejam grupos R, conforme definido acima. Mais preferivelmente, pelo menos 80% de todos os substituintes ligados ao silício são grupos alquil, preferivelmente grupos metil. Solventes ou diluentes mais preferidos incluem trimetilsiloxipolidimetilssiloxanos de extremidade bloqueada com uma viscosidade de 500 a 12.500 mPa.s, mais preferivelmente de 500 a 5000 mPa.s medida a 25 °C. Os solventes ou diluentes são principalmente presentes para solubilizar o poliorganossiloxano ramificado ou reticulado feito no passo (B) do processo da invenção, o qual é

particularmente útil para os polidiorganossiloxans ramificados ou reticulados de viscosidade superior.

A quantidade de solvente ou diluente, a qual pode ser usada, pode variar amplamente, e é preferível que as maiores quantidades de solvente ou diluente sejam usadas onde o poliorganossiloxano ramificado ou reticulado tenha por si só uma viscosidade maior. As quantidades de solvente ou diluente usadas poderiam ser tão altas quanto 90% em peso baseando-se na formulação total da composição de controle de espuma, porém preferivelmente de 50 a 80% é usada. É mais apropriado determinar a quantidade e tipo, incluindo viscosidade, do solvente ou diluente usado por tentativa e erro baseando-se na viscosidade desejada da composição de controle de espuma final. A última pode variar amplamente, e é geralmente determinada pela aplicação na qual ela deva ser usada, porém está preferivelmente na faixa de 20.000 a 100.000 mPa.s a 25 °C, mais preferivelmente de 40.000 a 75.000 mPa.s.

Quando catalisadores do metal de transição, tais como catalisadores de platina são usados no passo (B) do processo da invenção, um inibidor pode ser desejável para melhorar a vida de prateleira dos materiais de partida ou para controlar o perfil viscosidade-tempo das composições de controle de espuma finais. Esses inibidores também são conhecidos na técnica e incluem isocianuratos etilenicamente insaturados, tais como triálquilisocianurato, dialquilacetilenodicarboxilatos, alquilmaleatos, diallilmaleato, fosfina, fosfitos, aminoalquilsilanos, sulfóxidos, derivados de acrilonitrila e alcoóis acetilênicos tais como 2-metil-3-buten-2-ol e

outros.

Inibidores particulares preferivelmente usados são dietilfumarato, bis(2-metóxi-1-metileno)maleato, bis(2-metóxi-1-metiletil)maleato e 1-etinil-1-cicloexanol. Todos  
5 esses materiais são bem conhecidos na técnica e são produtos comercialmente disponíveis. A quantidade de inibidor a qual poderia ser usada na composição de controle de espuma pode variar de 0,001 a 2% em peso baseando-se no peso total da composição de controle de espuma, porém mais  
10 preferivelmente poderia variar na faixa de 0,005 a 0,5% em peso. A seleção dos inibidores apropriados também dependerá do uso final do agente de controle de espuma, uma vez que alguns dos inibidores nomeados não são aceitáveis para propósitos de contato com alimentos.

15 Na finalização do passo (B) do processo de acordo com a invenção, pode ser possível usar o agente de controle de espuma em qualquer forma adequada, incluindo como um componente puro como obtido a partir do passo (B), na forma diluída, na forma de uma dispersão, na forma de uma emulsão  
20 ou na forma de um grânulo. A composição de controle de espuma pura é geralmente um líquido relativamente viscoso. Pelo menos a gelificação parcial da mistura reacional terá ocorrido durante o passo (B). Um material gelificado é tipo geléia, com um estado físico intermediário entre o estado  
25 sólido e o estado líquido, geralmente fluido sob pressão, porém sem ser livremente fluido sob pressão atmosférica. Onde o material não é suficientemente fluido, ta como obtido depois da gelificação pelo menos parcial, as forças de cisalhamento devem ser aplicadas, por exemplo, através  
30 da completa agitação ou pela passagem do material através

de um homogeneizador ou outra mistura para melhorar a sua fluidez. A melhoria na fluidez pode ser alcançada pela dispersão, redispersão ou liquefação do material através da aplicação das forças de cisalhamento. Isso pode ser feito  
5 antes do uso do material puro ou antes de manipulação adicional para proporcioná-lo em outra forma adequada, tal como uma emulsão. Uma certa quantidade de fluidez das composições de controle de espuma de acordo com a invenção é importante para as composições de controle de espuma  
10 funcionarem efetivamente num ambiente líquido ou contendo líquido.

Pare a maioria das aplicações, é preferível que a composição de controle de espuma seja emulsificada, uma vez que isso auxilia a dosagem e dispersão da composição de  
15 controle de espuma na sua aplicação final. As emulsões podem ser obtidas por processos de emulsificação padrões (mecânicos) num passo subsequente no processo de acordo com a invenção. Alternativamente a emulsificação pode ser obtida pela formação de uma emulsão durante o passo (A),  
20 seguido pela reação de reticulação do passo (B) sendo executada nas partículas de emulsão. Tal processo é geralmente referido como um processo de polimerização de emulsão. Tensoativos adequados para a emulsificação dos agentes de controle de espuma são bem conhecidos e foram  
25 descritos numa variedade de publicações. Em emulsões típicas, a fase contínua é preferivelmente água, porém alguns materiais alternativos ou adicionais podem ser usados, os quais sejam compatíveis com água, tais como alcoóis ou polioalquilenos. Preferivelmente a fase contínua  
30 é preferivelmente água e está presente em quantidades de 30

a 95% em peso do peso total da composição de controle de espuma emulsificada. Os componentes (i), (ii) e (iii) poderiam normalmente proporcionar de 5 a 50% em peso de tal emulsão e os tensoativos poderiam representar de 1 a 20% em peso.

Tensoativos adequados podem compreender um tensoativo não-iônico, um tensoativo catiônico, um tensoativo aniônico, um tensoativo anfotérico ou uma mistura de tais tensoativos. Preferivelmente são usados os tensoativos não-iônicos. Eles poderiam ser um emulsificante não-iônico contendo átomo de silício, porém para a emulsificação na maioria das vezes emulsificantes não-iônicos sem conter silício são usados. Tensoativos não-iônicos adequados incluem ésteres graxos de sorbitan, ésteres graxos de sorbitan etoxilados, ésteres de glicerila, etoxilatos de ácido graxo, etoxilatos de álcool  $R^3-(OCH_2CH_2)_aOH$ , particularmente etoxilatos de álcool graxo e copolímeros de organossiloxanopolioxietileno. Etoxilatos de álcool graxo contêm o grupo característico  $-(OCH_2CH_2)_aOH$ , o qual é ligado a um resíduo de hidrocarboneto graxo monovalente  $R^3$ , o qual contém cerca de oito até cerca de vinte átomos de carbono, tais como lauril (C12), cetil (C16) e estearil (C18). Enquanto o valor de "a" pode variar de 1 até cerca de 100, seu valor está tipicamente na faixa de cerca de 2 até cerca de 40, preferivelmente de 2 a 24. É algumas vezes útil usar uma combinação de tensoativos para auxiliar na emulsificação.

Alguns exemplos de tensoativos não-iônicos adequados são lauril éter de polioxietileno (4), lauril éter de polioxietileno (5), lauril éter de polioxietileno (23),



cetil éter de polioxietileno (2), cetil éter de polioxietileno (10), cetil éter de polioxietileno (20), estearil éter de polioxietileno (2), estearil éter de polioxietileno (10), estearil éter de polioxietileno (20),  
 5 estearil éter de polioxietileno (21), estearil éter de polioxietileno (100), oleil éter de polioxietileno (2) e oleil éter de polioxietileno (10). Esses e outros etoxilatos de álcool graxo são comercialmente disponíveis sob as marcas comerciais e os nomes comerciais tais como  
 10 ALFONICO, BRIJ, GENAPOL (S), NEODOL, SURFONIC, TERGITOL e TRYCOL. Alquilfenóis etoxilados também podem ser usados, tais como octilfenol etoxilado, vendido sob a marca comercial TRITONS.

Tensoativos catiônicos úteis na invenção incluem  
 15 compostos contendo porções hidrofílicas de amônio quaternário na molécula, os quais são positivamente carregados, tais como sais de amônio quaternários representados por  $R^4_4N^+X^-$ , onde cada  $R^4$  é independentemente um grupo alquil contendo de 1 a 30 átomos de carbono, ou  
 20 grupos alquil derivados de sebo, óleo de coco ou soja; e X é halogênio, isto é, cloro ou bromo. São mais preferidos os sais de dialquildimetilamônio representados por  $R^5_2N^+(CH_3)_2X^-$ , onde cada  $R^5$  é um grupo alquil contendo de 12 a 30 átomos de carbono, ou grupos alquil derivados de sebo, óleo de  
 25 coco ou soja, e X é conforme definido acima. Sais de monoalquiltrimetilamônio também podem ser empregados, e são representados por  $R^5N^+(CH_3)_3X^-$ , onde  $R^5$  e X são conforme definido acima.

Alguns sais de amônio quaternários representativos são  
 30 brometo de dodeciltrimetilamônio (DTAB), brometo de

didodecildimetilamônio, cloreto de diexadecildimetilamônio, brometo de diexadecildimetilamônio, cloreto de dioctadecildimetilamônio, cloreto de dieicosildimetilamônio, cloreto de didocosildimetilamônio, 5 cloreto de dicocodimetilamônio, cloreto de disebodimetilamônio e brometo de disebodimetilamônio. Esses e outros sais de amônio quaternários são comercialmente disponíveis sob os nomes comerciais tais como ADOGEN, ARQUAD, TOMAH e VARIQUAT.

10 Dentre os vários tipos de tensoativos aniônicos os quais podem ser usados estão os ácidos sulfônicos e seus derivados de sal; sulfossuccinatos de metais alcalinos; gliceril ésteres de sulfonato de ácidos graxos, tais como sulfonato monoglicerídeos de ácidos de óleo de coco; sais 15 de ésteres de álcool monovalente sulfonato tais como oleilisotionato de sódio; amidas dos ácidos aminossulfônicos, tais como o sal de sódio de oleilmetiltauride; produtos de sulfonato de nitrilas de ácido graxo, tais como palmitonitrilossulfonato; 20 hidrocarbonetos aromáticos de sulfonato, tais como alfa-naftaleno monossulfonato de sódio; produtos de condensação dos ácidos naftalenossulfônicos com formaldeído; octaidroantracenossulfonato de sódio; alquilsulfatos de metais alcalinos, tais como 25 lauril(dodecil)sulfato de sódio (SDS); éter sulfatos com grupos alquil de oito ou mais átomos de carbono; e alquilarilsulfonatos com um ou mais grupos alquil de oito ou mais átomos de carbono.

Alguns exemplos de tensoativos aniônicos comerciais 30 úteis nessa invenção incluem alquilsulfonato linear de

trietanolamina vendido com o nome comercial BIO-SOFT N-300 por Stepan Company, Northfield, Illinois; sulfatos vendidos com o nome comercial POLYSTEP por Stepan Company; e n-hexadecildifeniloxidodissulfonato de sódio vendido sob o  
5 nome comercial DOWFAX 8390 por The Dow Chemical Company, Midland, Michigan.

Tensoativos anfotéricos também podem ser usados, o que geralmente compreende composições de tensoativos tais como alquilbetaínas, alquilamidobetaínas e óxidos de amina,  
10 exemplos específicos dos quais são conhecidos na técnica.

Ingredientes opcionais também podem estar incluídos nas emulsões de composições de controle de espuma de acordo com a invenção. Esses são bem conhecidos na técnica e incluem, por exemplo, espessantes, conservantes,  
15 estabilizantes de pH, etc. Exemplos adequados de espessantes incluem alginato de sódio, goma arábica, polioxietileno, goma guar, goma hidroxipropilguar, alcoóis etoxilados, tais como laureth-4 ou polietilenoglicol 400, derivados de celulose exemplificados por metilcelulose,  
20 metilhidroxipropilcelulose, hidroxipropilcelulose, polipropilidroxietilcelulose, amido e derivados de amido exemplificados por hidroxietilamilose e amilose de amido, goma de alfarroba, eletrólitos exemplificados por cloreto de sódio e cloreto de amônio e sacarídeos, tais como  
25 frutose e glicose, e derivados de sacarídeos tais como diolato de PEG-120 metilglicose ou misturas de 2 ou mais desses e espessantes de polímero acrílico (por exemplo, aqueles vendidos sob os nomes comerciais PEMULEN e CARBOPOL). Conservantes adequados incluem os parabenos,  
30 BHT, BHA e outros ingredientes bem conhecidos, tais como

isotiazolina ou misturas de ácidos orgânicos como ácido benzóico e ácido ascórbico.

Onde é tencionada a emulsificação, é preferível introduzir outro ingrediente opcional. Este pode ser  
5 incluído com os ingredientes no passo (A) do processo de acordo com a invenção ou pode ser adicionado imediatamente antes do processo de emulsificação. Esse ingrediente opcional é uma resina de silicone com unidades monofuncionais (M) e tetrafuncionais (Q) e opcionalmente  
10 unidades difuncionais (D) e/ou trifuncionais (T). A resina de silicone pode ser, por exemplo, um composto de organossilício com as unidades médias de fórmula geral  $R^6_dSiX_{4-d}$ , na qual  $R^6$  é um grupo hidrocarboneto monovalente com de 1 a 5 átomos de carbono, X é um grupo hidrolisável e  
15  $d$  tem um valor médio de um ou menos. Alternativamente, ela pode ser um condensato parcialmente hidrolisável do composto de organossilício descrito imediatamente acima. Exemplos são alquilpolissilicato, em que o grupo alquil tem de um a cinco átomos de carbono, tais como  
20 metilpolissilicato, etilpolissilicato e propilpolissilicato.

Preferivelmente ela é uma resina a qual somente tem unidades M e Q e também é conhecida como resina MQ. As resinas MQ preferidas são aquelas consistindo  
25 essencialmente de unidades  $(CH_3)_3SiO_{1/2}$  e unidades  $SiO_{4/2}$ , em que a proporção de unidades  $(CH_3)_3SiO_{1/2}$  em relação às unidades  $SiO_{4/2}$  é de 0,4:1 até 1,2:1 ou um condensato da referida resina MQ com o composto organossilício descrito acima. Essas resinas de silicone são conhecidas e descritas  
30 numa variedade de publicações e são comercialmente

disponíveis. Os exemplos preferidos de uma resina MQ adequada são copolímeros de resina de siloxano consistindo essencialmente de unidades  $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$  e unidades  $\text{SiO}_2$  numa proporção molar de aproximadamente 0,75:1.

5 O principal benefício para o uso da resina de silicone é que foi surpreendentemente descoberto que o uso de pequenas quantidades de tal resina facilita substancialmente a emulsificação das composições de controle de espuma de acordo com essa invenção. De fato, a  
10 adição de tão pouco quanto até 0,5% de uma resina de silicone em peso, baseando-se no peso da composição de controle de espuma irá permitir que os agentes de controle de espuma com poliorganossiloxanos ramificados ou reticulados de alta viscosidade ou alto peso molecular  
15 sejam prontamente emulsificados por meios mecânicos, o que poderia, de outra forma, ser extremamente difícil. Também foi descoberto que a adição de tais quantidades pequenas de resina de silício fornece emulsões com um tamanho de partícula menor para processos de emulsificação idênticos.  
20 Isso, claramente, levará a uma maior estabilidade da emulsão. Quantidades maiores do que 0,5% podem também ser adicionadas, porém não proporcionam qualquer benefício adicional ao passo de emulsificação do processo de acordo com a invenção.

25 Formas alternativas de proporcionar as composições de controle de espuma de acordo com a invenção incluem suas dispersões. Por exemplo, US 6656975 descreve uma composição de silicone compreendendo uma fase contínua de um líquido orgânico polar tendo nela partículas dispersas de um  
30 material ativo de silicone (tal como anti-espuma de

silicone) encapsulado num material de encapsulamento orgânico o qual seja sólido a 25 °C, sendo frugalmente solúvel no líquido orgânico polar a 25 °C, porém sendo substancialmente dissolvida no líquido orgânico polar numa temperatura elevada na faixa de 40 a 100 °C, em que o ângulo de contato das três fases entre o material de encapsulamento orgânico, o anti-espumante de silicone e o líquido orgânico polar com o ângulo medido através do silicone seja menor do que 130 °. A descoberta inclui uma composição de controle de espuma compreendendo uma fase contínua de um de um líquido orgânico polar tendo nele disperso um fluido de poliorganossiloxano combinado com um tensoativo de HLB abaixo de 8 e um material silicáceo hidrofóbico. Exemplos particulares de líquidos orgânicos polares adequados incluem propilenoglicol, polietilenoglicóis, polipropilenoglicóis e copolímeros de poliéteres, tais como materiais vendidos sob os nomes comerciais de Pluriol® e Pluronic®. Copolímeros de poliorganossiloxano oxipolialquilenos podem também ser adicionados para ajudar a tornar as dispersões auto-emulsificáveis em meio aquoso.

Ainda outra abordagem para distribuir as composições de controle de espuma de acordo com a presente invenção é pelo fornecimento delas na forma particulada ou granular.

Composições de controle de espuma particuladas geralmente contêm um material carreador para o agente de controle de espuma para tornar a composição de controle de espuma num material particulado sólido mais substancial e facilitar o seu manuseio. As composições de controle de espuma particuladas são usadas, por exemplo, pela pós-mistura

delas como um pó com o resto de uma composição detergente em pó. Materiais que tenham sido sugeridas como materiais carreadores para composições de controle de espuma baseadas em silicone particulado incluem materiais dispersáveis em água, solúveis em água e insolúveis em água. Exemplos dos materiais carreadores sugeridos são sulfatos, carbonatos, tais como carbonato de sódio, fosfatos, polifosfatos, silicatos de sílicas, barros, amidos, materiais celulósicos e aluminossilicatos. Geralmente, os materiais encapsuladores ou protetores são usados juntamente com o material carreador.

Uma composição de controle de espuma compreendendo um material encapsulador ou protetor é conhecida da EP636684, a qual compreende de 1 a 30 partes em peso de uma anti-espuma de silicone, de 70 a 99 partes em peso de um carreador de zeólito para o anti-espumante, de 1 a 60% em peso do anti-espumante de silicone de um agente de superfície ativo o qual tenha sido depositado no carreador de zeólito não depois do anti-espumante de silicone e de 1 a 40 partes em peso de um ligante tipo policarboxilato ou encapsulante. Na Patente Americana 6165968, é revelado que tal ligante tipo policarboxilato preferivelmente tem um pH de 3 ou menos quando dissolvido em água. Processos para fazer composições de controle de espuma na forma granular são conhecidos a partir desses e de outros documentos, e incluem atomização, processos de granulação aglomerado e semelhantes e podem ser aplicados nas composições de controle de espuma dessa invenção para proporcionar o material particulado ou granular para uso em muitas aplicações, tais como em formulações de detergente em pó.

Foi descoberto que as composições de controle de espuma da presente invenção oferecem vantagens particulares quando o sistema de espumação compreende ambientes aquosos altamente ácidos ou altamente básicos, tais como aqueles com um pH menor do que cerca de 3 ou maior do que cerca de 12. Isso é particularmente considerado para sistemas altamente ácidos ou básicos em temperaturas elevadas. Deste modo, por exemplo, sob as condições extremamente severas encontradas na manufatura de polpa de papel, em que o meio de espumação aquoso ("líquido negro" processo Kraft®) tem um pH de 12 a 14 e uma temperatura de 50 °C a 100 °C, as composições de controle de espuma da presente invenção foram consideradas como proporcionadoras de atividade desespumante para períodos de tempo consideravelmente maiores do que os agentes antiespumantes da técnica anterior. Elas também tendem a proporcionar um bom efeito anti-espumante pelo fato de que elas abaixam a espuma existente de modo efetivo.

As composições de controle de espuma da presente invenção podem ser usadas como qualquer tipo de composições de controle de espuma, isto é, como agentes desespumantes e/ou agentes anti-espumantes. Agentes desespumantes são geralmente considerados como redutores de espuma, enquanto que agentes anti-espumantes são geralmente consideradas como agentes de prevenção de espuma. As composições de controle de espuma da presente invenção encontram utilidade em vários meios tais como tintas, revestimentos, pinturas, detergentes, incluindo lavagem têxtil, lavanderias e auto-lavagem de louças, líquido negro e manufatura de polpa e papel, tratamento de águas de rejeito, processos de tintura



têxtil e depuração do gás natural.

Nos seguintes exemplos agentes de controle de espuma foram preparados para exemplificar a invenção. Eles são para serem vistos como representativos, porém não como restritivos da invenção. Todas as partes e porcentagens são em peso, a não ser que seja definido de outra forma e todas as viscosidades são viscosidades dinâmicas, medidas a 25 °C, a não ser que seja indicado de outra forma.

#### EXEMPLO COMPARATIVO 1

10 Num béquer foram misturadas 20 partes de uma mistura de 52% de vinilpoliorganossiloxano resinoso com um peso molecular de cerca de 13.000 numa mistura de grupos finais de trimetilsilóxi e vinildimetilsilóxi e 48% de polidimetilsiloxano com extremidade bloqueada por  
15 vinildimetila com um grau médio de polimerização (DP) de 14, 580 partes de um polidimetilsiloxano com extremidade bloqueada de dimetilhidrogênio com uma viscosidade de 13.000 mPa.s com 125 partes de Sipernat D10 da Degussa e como um diluente foram adicionadas 2366 partes de  
20 polidimetilsiloxano com extremidade bloqueada de trimetil com uma viscosidade de 1000 mPa.s e 31 partes de um poliorganossiloxano resinoso com um peso molecular de cerca de 13.000 e com grupos de extremidade trimetilsilóxi. A proporção de grupos Si-vinil em relação a átomos de Si-  
25 hidrogênio foi de 0,65. Os componentes foram misturados num misturador Hauschild® Dental por 100 segundos. Depois da mistura se encontrar bem dispersa em temperatura ambiente, em cujo tempo 3 partes em peso de um catalisador o qual foi um complexo do ácido cloroplatínico de  
30 diviniltetrametildissiloxano diluído em 70% em peso de

dimetilvinilsilóxi polidimetilsiloxano de extremidade bloqueada, o qual pode ser preparado de acordo com os métodos descritos por Willing na Patente Americana No. 3.419.593 foram adicionados e misturados. A mistura foi  
5 deixada reagir por um período de 24 horas em temperatura ambiente, em cujo tempo 10 partes de maleato de dialila foram adicionadas por mistura e homogeneização. Depois da reação, um líquido viscoso homogêneo foi obtido, o qual foi usado como tal. A viscosidade final da composição de  
10 controle de espuma foi de 44.600 mPa.s a 25 °C.

#### EXEMPLO 2

Uma composição de controle de espuma foi preparada ao longo das linhas do Exemplo 1, exceto que ao invés de 580 partes do dimetilidrogênio polidimetilsiloxano com  
15 extremidade bloqueada com uma viscosidade de 13.000 mPa.s, somente 434 partes foram usadas, ao invés das 20 partes da mistura de vinil poliorganossiloxano resinoso funcional 52% com um peso molecular de cerca de 13.000 e uma mistura de grupos de extremidade trimetilsilóxi e vinildimetilsilóxi e  
20 48% de vinildimetilpolidimetilsiloxano de extremidade bloqueada com uma DP média de 14, somente 0,16 parte foi usada, e ao invés de 2366 partes do trimetilolidimetilsiloxano de extremidade bloqueada com uma viscosidade de 1000 mPa.s, 2516 partes foram usadas. Depois  
25 da reação, uma mistura gelificada foi obtida a qual foi fixada ao equipamento de produção e não pôde ser manuseada ou emulsificada como tal. Ela foi, a seguir, misturada com cisalhamento e o gel foi transformado num líquido viscoso. A proporção de grupos vinil ligados ao silício em relação  
30 aos átomos de hidrogênio ligados ao silício foi de 0,7 e a

viscosidade final foi de 35000 mPa.s.

### EXEMPLO 3

As composições de controle de espuma do Exemplo Comparativo 1 e do Exemplo 2 foram, a seguir, emulsificadas, usando os seguintes processos.

105 partes das composições de controle de espuma do Exemplo Comparativo 1 e do Exemplo 2 foram cada uma colocadas num receptáculo separado, o qual foi aquecido a 70 °C. Uma mistura de 9,3 partes de Volpo S2 e 9,3 partes de tensoativos Brij 78 foi pré-aquecida até 60 °C e misturada com as composições. 45 partes de uma mistura de 0,76 parte de Keltrol RD, 2,32 partes de Natrosol 250LR, 0,16 parte de ácido sórbico, 0,32 parte de ácido benzóico, 0,77 parte de uma solução 10% de ácido sulfúrico e 95,66 partes de água foram adicionadas e depois da total mistura, outras 112 partes da mistura foram adicionadas e misturadas. A seguir 219,5 partes de água também foram adicionadas, resultando numa emulsão das composições de controle de espuma do Exemplo Comparativo 1 e do Exemplo 2.

### EXEMPLO 4

As composições de controle de espuma emulsificadas do Exemplo 3 foram testadas numa célula de espuma usando um líquido de madeira de coníferas. Para esse efeito 600 mL de madeira de coníferas é pré-aquecida a 90 °C e introduzida num cilindro de vidro termostaticamente controlado e graduado com um diâmetro interno de 5 cm. Esse líquido espumável foi circulado através de um tubo de circulação numa temperatura ajustada para 89 °C. A taxa do fluxo de circulação é controlada usando uma bomba MDR Johnson ajustada numa frequência de 50 Hz. Quando a altura da

espuma de 30 cm é alcançada, 150 µL de emulsão da composição de controle de espuma testada são injetados no jato líquido. A evolução da altura da espuma foi monitorada e registrada. A altura da espuma foi medida em cm por um período suficiente para permitir que a composição de controle de espuma tenha exaurido a sua capacidade, o que ocorre quando a altura da espuma de 29 cm é novamente atingida na célula de espuma, e o tempo quando isso ocorreu foi medido, uma vez que isso indica a longevidade da composição de controle de espuma. A primeira vez que o transbordamento é mencionado abaixo, o tempo (em segundos) quando o transbordamento ocorreu é dado na tabela.

Os resultados foram conforme demonstrados na Tabela 1:

**TABELA 1**

Tempo (segundos)	Altura da Espuma Ex. Comp. 1 (cm)	Altura da Espuma Ex. 2 (cm)
0	30	30
20	17	17
40	18	17.5
60	19.5	18
80	22.5	20
100	25.5	22
120	27	24
140	28	24
160	27.5	26
180	28	26.5
200	29	27.5
220	Transbordamento-210	27.5
240	Transbordamento	27
260	Transbordamento	28

280	Transbordamento	28.5
300	Transbordamento	Transbordamento-300

Conforme pode ser visto na tabela acima, a composição do Exemplo 2 apresentou uma persistência melhorada em comparação com a composição do Exemplo Comparativo 1, mostrando que um material de poliorganossiloxano mais  
 5 altamente reticulado (resultante de uma proporção Si-vinil/Si-H maior) de fato melhora a capacidade de controle de espuma.

#### EXEMPLO COMPARATIVO 5

Uma composição de controle de espuma (Exemplo  
 10 Comparativo 5a) foi preparada pela mistura de 1820 partes de um trimetilsiloxano polidimetilsiloxano de extremidade bloqueada com uma viscosidade de 1000 mPa.s, 834 partes de um dimetilvinilsiloxano polidimetilsiloxano de extremidade bloqueada com uma viscosidade de 9000 mPa.s, 140 partes de  
 15 uma mistura 31% de poliorganossiloxano resinoso com um peso molecular de cerca de 13.000 e grupos de extremidade trimetilsilóxi e 69% de um trimetil polidimetilsiloxano de extremidade bloqueada com uma viscosidade de 1000 mPa.s, 7,5 partes de um copolímero de extremidade bloqueada de  
 20 trimetilsiloxano de unidades dimetilsiloxano e unidades metilidrogensiloxano, com uma viscosidade de cerca de 7 mPa.s e 0,3% de grupos SiH e 3,5 partes do catalisador usado no Exemplo 1 foram misturadas e a mistura foi deixada reagir sob agitação numa temperatura de 40 °C por 2,5  
 25 horas. A mistura gelificada resultante foi homogeneizada sob forças de cisalhamento antes de 1,1 parte de maleato dialila e 12 partes de sílica Sipernat D10 serem dispersas no composto. O Exemplo Comparativo 5 resultante tinha uma

viscosidade de 80.600 mPa.s.

Uma composição de controle de espuma semelhante (Exemplo Comparativo 5b) foi efetuada usando um enchimento de sílica diferente (Sipernat D17, o qual tem um tamanho de partícula médio maior, uma área superficial específica maior e é tornado hidrofóbico através de um tratamento diferente). A viscosidade do material final foi de 50.800 mPa.s.

#### EXEMPLO 6

10 Uma composição de controle de espuma (6a) foi preparada pela mistura de 193,9 partes de um polidimetilsiloxano de extremidade bloqueada de trimetilsiloxano com uma viscosidade de 1000 mPa.s, 88,8 partes de um polidimetilsiloxano com extremidade bloqueada  
15 de dimetilvinilsiloxano com uma viscosidade de 9000 mPa.s, 15,2 partes de uma mistura 31% de poliorganossiloxano resinoso com um peso molecular de cerca de 13.000 e grupos de extremidade de trimetilsilóxi e 69% de um polidimetilsiloxano com extremidade bloqueada de trimetil  
20 com uma viscosidade de 1000 mPa.s, 0,8 parte de um copolímero de extremidade bloqueada de trimetilsiloxano de unidades de dimetilsiloxano e unidades de metilidrogensiloxano, com uma viscosidade de cerca de 7 mPa.s e 0,3% de grupos SiH e 0,34 partes do catalisador  
25 usado no Exemplo 1 e 1,24 parte de Sipernat D 10 foram misturados, deixados reagir sob agitação numa temperatura de 40 °C por 2,5 horas. A mistura gelificada resultante foi homogeneizada sob forças de cisalhamento antes de 0,11 parte de maleato de dialila serem dispersos no composto. O  
30 Exemplo resultante 6a tinha uma viscosidade de 59.600

mPa.s.

Uma composição de controle de espuma similar (Exemplo 6b) foi efetuada usando um enchimento de sílica diferente (Sipernat D17, o qual tinha um tamanho de partícula médio maior, uma área superficial específica maior e é tornado hidrofóbico através de um tratamento diferente). A viscosidade do material final foi de 49.200 mPa.s.

#### EXEMPLO 7

As composições de controle de espuma dos Exemplos 5 e 6 foram testadas na célula de espuma no líquido negro de madeira de coníferas, conforme detalhado no Exemplo 4 acima. Os resultados são fornecidos na Tabela 2 abaixo. Novamente a primeira vez que o transbordamento ocorreu é dada em segundos depois da primeira menção do transbordamento na tabela abaixo.

Tabela 2: Altura da espuma em função do tempo.

Tempo (seg)	Ex. Comp. 5a	Ex. Comp. 5b	Exemplo 6a	Exemplo 6b
0	30	30	30	30
20	15,5	17	16	17
40	16	16,5	17,5	18
60	17,5	19,5	17,5	18
80	19,5	21,5	19,5	19,5
100	22,5	20	21	20,5
120	24	22	22,5	21
150	26,5	22,5	23	21,5
180	27	24	25	21,5
200	27,5	24,5	25	22
250	Transbordamento-250	26,5	25	24,5

300	Transbordame nto	28,5	26	25
400	Transbordame nto	Transbordame nto-320	27	27
500	Transbordame nto	Transbordame nto	Transborda mento-500	28,5

É observado que a composição de controle de espuma, a qual está de acordo com a invenção, tem uma excelente persistência, enquanto todas as outras apresentam somente uma persistência moderada (tempo para o nível de espuma 5 alcançar o máximo). A adição de sílica depois da reação proporciona composições de persistência mais baixas.

#### EXEMPLO 8

Composições de controle de espuma foram preparadas usando os ingredientes do Exemplo 6, exceto que a mistura 10 de 31% de poliorganossiloxano resinoso e 69% de um polidimetilsiloxano de extremidade bloqueada com trimetila foi omitida e que o copolímero de extremidade bloqueada de trimetilsiloxano de unidades de dimetilsiloxano e unidades de metilidrogensiloxano, com uma viscosidade de cerca de 7 15 mPa.s foi substituída no Exemplo 8a por um copolímero de extremidade bloqueada de trimetilsiloxano de unidades de dimetilsiloxano e unidades de metilidrogensiloxano, com DP de 100 e com 6% de átomos de silício com um substituinte hidrogênio, no Exemplo 8b com um material resinoso com 20 átomos de hidrogênio ligados ao silício, no Exemplo 8c com um copolímero de extremidade bloqueada de trimetilsiloxano de unidades de dimetilsiloxano e unidades de metilidrogensiloxano, com DP de 33, dos quais seis átomos de silício tinham um substituinte hidrogênio e no Exemplo



8d com outra resina de silício contendo SiH e que a reação de hidrossililação foi efetuada a 60 °C por 3 horas e que a proporção de Si-vinil em relação ao SiH foi de 2,1/1 nos casos dos Exemplo 8a, 8c e 8d. No Exemplo 8b, a reação foi executada a 37 °C por 2,5 horas e proporção de SiVi/SiH foi de 1,3/1. Depois da aplicação do cisalhamento, as viscosidades das composições de controle de espuma resultantes foram respectivamente de 52.400, 41.600, 48.600 e 56.000 mPa.s. Em todos os casos a composição de controle de espuma proporcionou uma excelente capacidade de controlar a espuma no experimento do líquido negro descrito no Exemplo 4.

#### EXEMPLO 9

Composições de controle de espuma foram preparadas de acordo com o Exemplo 6, usando 12,5 partes do Sipernat D10, 150 partes do polidimetilsiloxano de extremidade bloqueada de dimetilvinilsiloxano com uma viscosidade de 9000 mPa.s com 0,8 parte de copolímero com extremidade bloqueada de trimetilsiloxano de unidades de dimetilsiloxano e unidades de metilidrogensiloxano, com uma viscosidade de cerca de 7 mPa.s, com 148,9 partes da combinação de poliorganossiloxano resinoso com um peso molecular de cerca de 13.000 e grupos de extremidade de trimetilsilóxi e polidimetilsiloxano com extremidade bloqueada de trimetil com uma viscosidade de 1000 mPa.s, porém com a quantidade de resina variando de 2% para o Exemplo 9a, em 1% do Exemplo 9b, 0,5% para o Exemplo 9c, 0,1% para o Exemplo 9d e 0% para o Exemplo comparativo 9e baseando-se no peso total da composição de controle de espuma, e usando uma temperatura reacional de 60 °C por 3 horas. Todas as

composições foram, a seguir, emulsificadas de acordo com o processo detalhado conforme mostrado no Exemplo 3, imediatamente após a reação de hidrossililação.

Os resultados estão resumidos na Tabela abaixo.

Exemplo	Emulsificação após a reação
9a	OK / boa emulsão
9b	OK / boa emulsão
9c	OK / boa emulsão
9d	Limítrofe / não-homogêneo
9e (comp)	Difícil / Muito não-homogêneo

5 Isto demonstra que o composto sem resina foi muito difícil de emulsificar e proporcionou uma emulsão muito não-homogênea. Também pôde ser visto que a adição de 0,1% de resina melhorou a emulsificação, porém ainda proporcionou alguma não-homogeneidade, enquanto que a  
10 presença de 0,5% de resina produziu uma emulsão perfeita. Quantidades maiores de resina não proporcionaram uma melhoria adicional visível na emulsificação. Além disso, foi descoberto que a presença da resina melhorou a consistência do tamanho de partícula das partículas de  
15 emulsão, e mesmo gerenciaram para reduzir o tamanho de partícula e, deste modo, melhoraram a estabilidade e homogeneidade da emulsão.

Os detalhes são fornecidos na Tabela abaixo.

Exemplo	Emulsificação após a reação
9a	Variando de 0,5 a <10 $\mu$
9b	Média levemente abaixo de 10 $\mu$
9c	Média de 10 $\mu$
9d	Variando de cerca de 10 até <50 $\mu$
9e (comp)	Variando de cerca de 10 até >200 $\mu$

Esses resultados confirmam que a adição de resina aumenta muito ou restabelece a emulsificação das composições de controle de espuma de acordo com a invenção. Somente níveis de adição muito pequenos são necessários.

### REIVINDICAÇÕES

1. Processo para fabricação de uma composição de controle de espuma compreendendo um material de poliorganossiloxano ramificado ou reticulado, no qual está  
5 disperso um enchimento finamente dividido, cuja superfície é hidrofóbica, caracterizado pelo fato de compreender os passos de

A) Misturar, antes do passo (B) (i) um enchimento finamente dividido, (ii) um poliorganossiloxano com pelo  
10 menos dois substituintes reativos, preferivelmente em média dois substituintes reativos, capazes de efetuar reação de adição com o componente (iii) através de hidrossililação e (iii) um poliorganossiloxano com pelo menos três substituintes reativos, capaz de efetuar reação de adição  
15 com o componente (ii) via hidrossililação;

B) Seguido por causar a reação de hidrossililação dos componentes (ii) e (iii) na presença de um catalisador de metal de transição

em que a reação de hidrossililação é efetuada até a  
20 mistura reacional gelificar pelo menos parcialmente, e forças de cisalhamento são aplicadas a essa mistura pelo menos parcialmente gelificada.

2. Processo, de acordo com a Reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o enchimento finamente  
25 dividido (i) é uma sílica com uma área superficial conforme medido por BET de pelo menos 50m<sup>2</sup>/g, selecionado de sílica precipitada e sílica de formação de gel com um tamanho de partícula de 0,5 a 2 µm.

3. Processo, de acordo com a Reivindicação 1 ou 2,  
30 caracterizado pelo fato de que o componente (i) é

adicionado numa quantidade de 2 a 15% em peso, componente (ii) numa quantidade de 80 a 92% em peso e componente (iii) numa quantidade de 0,1 a 5% em peso baseando-se no peso total dos componentes (i), (ii) e (iii) e a quantidade do catalisador de metal de transição está na faixa de proporcionamento de 0,1 a 1000 partes por milhão do metal por peso baseando-se no peso combinado dos componentes (ii) e (iii).

4. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2 ou 3, caracterizado pelo fato de que o componente (ii) e o componente (iii) tem substituintes reativos selecionados de átomos de hidrogênio ligados a silício e grupos hidrocarboneto insaturados alifaticamente ligados a silício, onde a insaturação está entre os átomos de carbono terminais do referido grupo.

5. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3 ou 4, caracterizado pelo fato de que o componente (ii) é um material de poliorganossiloxano linear com os grupos reativos situados nos seus átomos de silício terminais.

6. Processo, de acordo com as reivindicações 4 ou 5, caracterizado pelo fato de que o hidrocarboneto alifaticamente insaturado é um grupo vinila ou alila.

7. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5 ou 6, caracterizado pelo fato de que o componente (iii) é selecionado de poliorganossiloxanos cíclicos, lineares, ramificados ou resinosos ou de uma mistura, incluindo dois ou mais dos referidos poliorganossiloxanos, do que a viscosidade é substancialmente mais baixa do que a do componente (ii).

8. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o material poliorganossiloxano resinoso para uso como componente (iii) tem um peso molecular não maior do que 15.000, tem de 3 a 10 grupos reativos ligados ao silício por molécula, com cada uma sendo substituída num átomo de silício diferente.

9. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 ou 8, caracterizado pelo fato de que a proporção dos grupos reativos nos componentes (ii) e (iii) é tal que em média de 3/1 até 1/3 de grupos SiH são usados para todo grupo hidrocarboneto alifaticamente ligado insaturado.

10. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 ou 9, caracterizado pelo fato de que a composição de controle de espuma final tem uma viscosidade de 20.000 a 100.000 mPa.s medida a 25 °C,

11. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 ou 10, caracterizado pelo fato de também compreender no passo (A) de 50 a 80% em peso de um polidiorganossiloxano como um solvente ou diluente com uma viscosidade de 500 a 12.500 mPa.s a 25 °C, baseando-se no peso total da composição de controle de espuma.

12. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 ou 11, caracterizado pelo fato de que a composição de controle de espuma tem uma viscosidade na faixa de 40.000 a 75.000 mPa.s a 25 °C.

13. Processo, de acordo com qualquer uma das

reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 ou 12, caracterizado pelo fato de que depois do passo (B), a composição de controle de espuma é emulsificada como uma emulsão óleo-em-água.

5           14. Processo, de acordo com a Reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que uma resina de silicone com unidades monofuncionais e tetrafuncionais, é adicionada em quantidades de até 5% em peso do peso total da composição de controle de espuma.

10           15. Processo para controlar espuma num ambiente aquoso pelo uso de uma composição de controle de espuma de qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13 ou 14 caracterizado pelo fato de que o referido ambiente aquoso sendo selecionado de tintas, 15 revestimentos, pinturas, detergentes, líquidos negros ou daqueles encontrados durante a manufatura de polpa e papel, tratamento de água de rejeito, processos de tintura têxtil ou da depuração do gás natural.

          16. Processo, de acordo com a Reivindicação 15, 20 caracterizado pelo fato de que o ambiente aquoso tem um pH menor do que 3 ou maior do que 12.

          17. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15 ou 16, caracterizado pelo fato de que as forças de 25 cisalhamento são aplicadas na composição de controle de espuma compreendendo a mistura reacional pelo menos parcialmente gelificada através de um passo selecionado dentre a total agitação da mistura, a passagem da mistura por um homogeneizador e a passagem da mistura através de um 30 misturador para melhorar a sua fluidez.

18. Processo, de acordo com a Reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que a fluidez da mistura reacional pelo menos parcialmente gelificada resultante do passo (B) é melhorada pela dispersão, redispersão ou  
5 liquefação da mistura através da aplicação das forças de cisalhamento.

19. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 17 ou 18, caracterizado pelo fato de que a aplicação das forças de cisalhamento é aplicada antes do  
10 uso da composição de controle de espuma como o material puro ou antes da manipulação adicional da mistura resultante do passo (B) para torná-la em uma forma de emulsão.



**PROCESSO PARA FABRICAÇÃO E USO DE COMPOSIÇÕES DE CONTROLE  
DE ESPUMA**

Processo para fabricação de uma composição de controle de espuma compreendendo um poliorganossiloxano reticulado no qual é disperso um enchimento, com superfície hidrofóbica, compreendendo o passo (A) de misturar (i) um enchimento finamente dividido, (ii) um poliorganossiloxano com pelo menos dois substituintes reativos, por exemplo, numa média de dois substituintes reativos, e (iii) um poliorganossiloxano com pelo menos três substituintes reativos, capaz de efetuar reação de adição através da hidrossililação; (B) reação de hidrossililação dos componentes (ii) e (iii) até a mistura gelificar pelo menos parcialmente, seguido pela aplicação de forças de cisalhamento a essa mistura pelo menos parcialmente gelificada. Opcionalmente o passo (A) compreende um diluente ou solvente e depois do passo (B) um passo de emulsificação é executado para tornar a composição de controle de espuma numa emulsão O/W (óleo/água). Também um processo para controlar espuma num ambiente aquoso pelo uso de uma composição de controle de espuma, de acordo com a invenção, selecionada de tintas, revestimentos, pinturas, detergentes, líquido negro daqueles encontrados durante a manufatura de polpa e papel, tratamento de água de rejeito, processos de tintura têxtil, ou depuração do gás natural.