



(12)

BREVET DE INVENTIE

Hotarirea de acordare a brevetului de inventie poate fi revocata
in termen de 6 luni de la data publicarii

(21) Nr. cerere: **139739**

(22) Data de depozit: **15.05.89**

(30) Prioritate:

(41) Data publicarii cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicarii hotaririi de acordare a brevetului:
31.05.93 BOPI nr. 5/93

(45) Data publicarii brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfectionare la brevet:
Nr.

(62) Divizata din cererea:
Nr.

(86) Cerere internationala PCT:
Nr.

(87) Publicare internationala:
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
FR 1257811; Chemical Abstracts vol.111 (1989),
9281 K

(71) Solicitant: Institutul de Chimie Macromoleculara "Petru Poni", Iasi, RO

(73) Titular: S.C. "Chimcomplex" S.A., Borzesti, judetul Bacau, RO

(72) Inventatori: Giurgiu Dieana-Elisabeta, Bancila Margareta, Chelaru Natasa, Hamciuc Viorica, Ionescu Catalin,
Pricop Lucia, RO

(54) Procedeu de obtinere a unei emulsii siliconice, antispumante

(57) Rezumat: Prezenta inventie se refera la un procedeu de obtinere a unei emulsii siliconice, antispumante, care consta in dispersarea avansata, in apa, a 10...20 parti in greutate ulei polidimetil-siloxanic cu viscozitate intre 350 si 2000 cSt, aditivat cu 1...2% SiO₂, urmata de incalzire si agitare la 140...150°C, timp de 3...4 h, in pre-

zenta de 3...6% emulgator neionic si 0,5...1% alcool polivinilic, fata de apa, prin introducerea treptata a cantitatii corespunzatoare de apa si omogenizare prin treceri succesive, printr-o moara coloidala, urmata de sterilizare la 120...130°C, timp de 1...2 ore.

Revendicări: 1

RO 106513 B1



Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a emulsiei siliconice antispumante pentru medii apoase, utilizată pentru combaterea spumei în industria chimică, farmaceutică și textilă.

Prevenirea și combaterea fenomenelor de spumare în unele procese din industria chimică, fermentație, vopsirea textilelor se realizează în mod frecvent prin introducerea în mediu a unor agenți antispummanți.

Dintre agenții antispummanți folosiți în industria chimică, farmaceutică sau alimentară, cei pe bază de polimeri siloxanici lichizi s-au dovedit superiori prin capacitate mare de distrugere a spumei și rezistență în timp a efectului antispumant la concentrații mici de produs.

Se cunosc numeroase procedee de obținere a antispummanților pentru medii apoase ce conțin lichide siliconice condiționate sub formă de emulsii apoase.

Aceste procedee utilizează siliconi de tipul uleiurilor polidimetilsiloxanice, polimetilsiloxani cu grupe reactive Si - H sau alfa - W siloxandioli, cu diferite viscozități, sau copolimeri polisiloxani - polietylenglicol, uneori cu adaosuri de materiale de umplură de natură anorganică și emulgatori de tip anionic, cationic și neionic [Brevete Franța: nr. **1257811**; RO **71092**; FR **1577374**; CA vol. 111 (1989; 9281 K)]

Procedeele cunoscute, prezintă dezavantajul că folosesc produse de plecare siliconice și aditivi de stabilizare mai greu accesibili, sau emulgatori formați *in situ*, iar emulsiile nu sunt suficient de stabile în timp.

Procedeu conform invenției constă în dispersarea avansată în apă a 10 ... 20 părți în greutate ulei polidimetilsiloxanic

(UMD de 350 ... 2000 cSt), aditivat în prealabil cu 1 ... 2 % SiO₂ de ardere, cu suprafață specifică de minimum 200 m²/g, prin încălzire și agitare la 140 ... 150°C, timp de 3 ... 4 h, în prezență de 3 ... 6 % emulgator, ales dintre alcoolii grași sintetici sau alchilfenoli polietoxilați și a 0,5 ... 1 % față de apă, alcool polivinilic, prin introducerea treptată a cantității corespunzătoare de apă și omogenizare prin treceri succesive printr-o moară coloidală, urmată de sterilizare la 120 ... 130°C, timp de 1 ... 2 h.

Procedeu conform invenției, prezintă avantaj prin faptul că este simplu și accesibil, conducând la emulsii care prezintă performanțe, cum sunt:

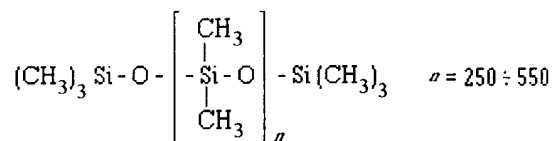
- emulsia siliconică antispumantă, datorită proprietăților specifice componentei siliconice (insolubilitate în mediu care spumează, capacitate mare de răspândire pe suprafețe lichide), acționează prin reducerea tensiunii superficiale la interfața lichid/gaz, cu formarea unor pelicule superficiale condensate pe suprafața lamelei de spumă, îi reduce elasticitatea superficială și provoacă spargerea bulelor de spumă;

- acționează, în concentrații reduse, cu efect prelungit, utilizându-se în condiții economice avantajoase:

- se dispersează cu ușurință în apă;
- ca și componenta siliconică utilizată, produsul nu este toxic și poate fi utilizat în industria farmaceutică și alimentară;

- poate fi supus sterilizării termice pentru utilizare în procese de biosinteză.

Procedeu conform invenției utilizează pentru prepararea emulsiei siliconice antispumante un ulei polidimetilsiloxanic cu structură liniară, blocat cu unități trimetilsiloxi denumit "MOLDOSIL UMD", de tipul:



obținute prin echilibrarea ciclurilor polidimetil-siloxanice cu 4 ... 6 unități dimetilsiloxi, în prezența hexametildisiloxanului ca întrerupător de lanț și sursă de grupe trimetilsiloxi, în cataliză acidă.

Viscozitatea polidimetilsiloxanului utilizat este de 500 ... 2000 cSt.

Îmbunătățirea efectului antispumant conform prezentei invenții s-a realizat prin aditivarea uleiului polidimetilsiloxanic cu bioxid de siliciu de ardere tip SIOPIR, cu suprafața specifică de circa 200 m²/g.

Dispersarea avansată a uleiului siliconic aditivat în apă pentru obținerea unei emulsii de tip U/A stabile, conform prezentei invenții s-a realizat în prezența unui emulgator neionic AG - 5 din clasa alcoolilor grași sintetici cu peste 15 atomi de carbon pe lanț polietoxilat. Valoarea balanței hidrofil - lipofil (HLB) a emulgatorului pentru stabilizarea dispersiilor de ulei siliconic trebuie să fie 9 ... 12. Pentru o mai bună stabilizare a emulsiei, se utilizează conform prezentei invenții o soluție de alcool polivinilic 10 % în apă.

Emulsia siliconică antispumantă a fost obținută în concentrație de 10, 15 și 20 % silicon, în funcție de domeniul de utilizare.

În cele ce urmează se dau 5 exemple de realizare a invenției, în laborator și pilot.

Exemplul 1. A. Într-un vas de reacție din sticlă, prevăzut cu capac, sistem de agitare, s-au introdus 500 g ulei polidimetilsiloxanic (MOLDOSIL UMD), cu viscozitatea de 350 cSt, 10 g SiO₂ de ardere SIOPIR - cu suprafața specifică 200 m²/g și 0,5 g stearat de zinc. Amestecul a fost încălzit la 140... 150°C cu agitare moderată timp de 3 ... 4 h. După răcire, uleiul aditivat are aspect omogen, translucid și o viscozitate de 600 cSt.

B. Din uleiul siliconic aditivat s-au transvazat 480 g într-un vas de emulsio-

nare cu capacitatea de 6 l, prevăzut cu capac metalic, agitator tip ancoră, antrenat de un motor electric, pâlnie de picurare. S-au introdus sub agitare 172 g emulgator AG - 5, topit la circa 50°C, și 250 ml soluție de alcool polivinilic 10 % și 4000 ml apă demineralizată în porțiuni mici. După terminarea adăugării componentelor, s-a mai agitat o oră, după care emulsia formată a fost recirculată de 2 ... 3 ori într-o moară coloidală, pentru omogenizare avansată.

Produsul obținut este o emulsie albă, omogenă și stabilă de tip U/A, cu un conținut de 10 % silicon, stabilitate bună la centrifugare la 3000 rotații/minut și la diluție.

Emulsia are un efect antispumant în soluție de alchilbenzensulfonat de sodiu la concentrație de 0,2 ... 0,4 g/l, în timp de maximum 70 s are loc distrugerea spumei.

Exemplul 2. S-a procedat ca la exemplul 1, cu deosebirea că s-a utilizat un ulei polidimetilsiloxanic de 960 cSt, care, după aditivare cu SiO₂ (2 %), a ajuns la 1765 cSt. Cu acest ulei s-a preparat o emulsie 10 % componentă siliconică, în condițiile arătate la punctul 1B.

Exemplul 3. S-a procedat ca la exemplul 2, cu deosebirea că s-au utilizat 500 g ulei aditivat cu viscozitatea de 1765 cSt, cu 100 g emulgator AG - 5, 125 ml soluție alcool polivinilic 4 % și 1775 ml apă demineralizată. Emulsia obținută conține 20 % componentă siliconică, este omogenă și stabilă la centrifugare și la diluție. Are un efect antispumant la o concentrație de 0,1 %, timpul de distrugere a spumei de maximum 30 s.

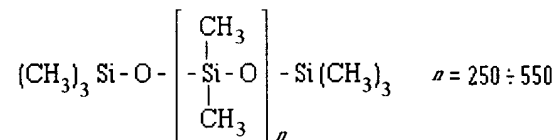
Exemplul 4. S-a procedat ca la exemplul 3, cu deosebirea că, după omogenizarea emulsiei, a fost supusă unui tratament de sterilizare termică. Emulsia a fost introdusă într-un vas de reacție și încălzită sub agitare la 120 ... 130°C, timp de o oră. S-a continuat agitarea până la răcire la tempe-

ratura camerei. Emulsia își păstrează aspectul și structura uniformă. Efectul antispumant a fost testat în procesul de obținere a penicilinei la o concentrație de 0,2 g/l, cu rezultate bune.

Exemplul 5. S-a procedat ca la exemplul 1, cu deosebirea că emulsia a fost obținută într-o instalație pilot.

A. Aditivarea uleiului siliconic s-a făcut într-o autoclavă emailată de 20 l, prevăzută cu încălzire și agitare, în care s-a introdus 10,3 kg ulei polidimetilsiloxanic (MOLDOSIL UMD), cu viscozitatea inițială de 700 cSt, cu 200 g SiO₂ aerosil cu suprafața specifică 380 g/cm² și 20 g stearat de zinc, la 140°C, timp de 4 h, cu agitare moderată. După aditivare, uleiul are o viscozitate de 1100 cSt.

B. 10,3 kg ulei aditivat a fost transvazat în vasul de preemulsionare cu capacitatea de 100 l, prevăzut cu agitator centrifugal. S-au adăugat sub agitare 3 kg emulgator AG - 5, topit la 50°C, și 3 kg soluție alcool polivinilic 10 %, după care, în porțiuni mici, la intervale de 3 ... 10 min, s-au introdus 34 l apă. După dozarea componentelor și a apei se mai continuă agitarea 30 min. Omogenizarea emulsiei se realizează în moara coloidală prin



cu viscozitate de 350 ... 2000 cSt, aditivat în prealabil cu 1 ... 2 % SiO₂ de ardere cu suprafață specifică la minimum 200 m²/g prin încălzire și agitare la 140 ... 150°C, timp de 3 ... 4 h, în prezența unui emulgator neionic din clasa alcoolilor grași sintetici sau a alchilfenolilor polietoxilați

2 --- 3 treceri consecutive.

S-au obținut 48,5 kg emulsie siliconică antispumantă omogenă, stabilă, cu un conținut de 20 % silicon. Efectul antispumant a fost testat cu rezultate bune pentru combaterea spumei la latexurile de ABS și cauciuc natural, la fabricația abrazivilor pe suport, la fabricarea suspensiilor apoase de erbicide, la obținerea concentratelor emulsionabile de ungere și răcire pentru industria de rulmenți, în procesele de biosinteză a penicilinei și la prepaarea sucurilor din fructe.

Revendicare

Procedeu de obținere a unei emulsii siliconice, antispumante, pentru medii apoase și biosinteză, prin emulsionarea unui sortiment de ulei polidimetilsiloxanic aditivat cu silice, în prezența alcoolului polivinilic ca agent de dispersie, cu apă și omogenizarea compoziției într-o moară coloidală, caracterizat prin aceea că se realizează prin dispersarea avansată în apă a 10 ... 20 % în greutate ulei polidimetilsiloxanic, cu structură lineară, blocat cu unități trimetilsiloxi de tipul:

în proporție de 3 ... 6 % și a unui agent de dispersie, ca, alcoolul polivinilic 0,5 ... 1 % față de apă, prin introducerea treptată a cantității corespunzătoare de apă și omogenizarea, prin treceri succesive printr-o moară coloidală, urmată de sterilizare la temperatura de 120 ... 130°C, timp de 1 ... 2 h.

Președintele comisiei de invenții: ing. Orășanu Cornelia

Examinator: chim. Gruia Amelia

Grupa 5

Preț lei 1278