



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102206349 A

(43) 申请公布日 2011.10.05

(21) 申请号 201110102305.X

(22) 申请日 2011.04.23

(71) 申请人 茂名市信翼化工有限公司

地址 525027 广东省茂名市高新科技工业园
区 28 号

(72) 发明人 李伟瑞

(74) 专利代理机构 广州粤高专利商标代理有限
公司 44102

代理人 陈卫

(51) Int. Cl.

C08G 77/34 (2006.01)

C08G 77/16 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

一种 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷的纯化方法

(57) 摘要

本发明公开了一种 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷的纯化方法。包括如下步骤：首先将 107 胶原料注入薄膜蒸发器中，在 170~220℃、绝对压强为 50~90Pa 的条件下，进行第一级纯化；然后再输入短程蒸馏器中，在 160~200℃、绝对压强为 20~50Pa 的条件下，进行第二级纯化，得到产品。本发明所述方法能够有效地消除 107 胶中的低分子，同时还可以对低分子物进行回收。本发明方法处理的 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷产品，低分子物的脱除率达到 99% 以上，一般情况下，本发明处理后的 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷产品中低分子物的含量为 50~120ppm；这种高纯度的 107 胶制造室温硫化电子硅橡胶，可提高电子电器产品的性能和质量。

1. 一种 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷的纯化方法, 其特征在于, 包括如下步骤:
(1) 将 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷原料注入薄膜蒸发器中, 在 $170\sim 220^{\circ}\text{C}$ 、绝对压强为 $50\sim 90\text{Pa}$ 的条件下, 进行第一级纯化;

(2) 经过步骤(1)处理的 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷原料再输入短程蒸馏器中, 在 $160\sim 200^{\circ}\text{C}$ 、绝对压强为 $20\sim 50\text{Pa}$ 的条件下, 进行第二级纯化, 得到产品。

2. 如权利要求 1 所述的纯化方法, 其特征在于, 所述薄膜蒸发器为刮板式薄膜蒸发器。

3. 如权利要求 1 所述的纯化方法, 其特征在于, 所述 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷原料的流速为 $30\sim 200\text{g/s}$ 。

4. 如权利要求 3 所述的纯化方法, 其特征在于, 所述 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷原料的流速为 150g/s 。

5. 如权利要求 1 所述的纯化方法, 其特征在于, 步骤(1)中, 薄膜蒸发器的温度为 190°C , 绝对压强为 60Pa ; 步骤(2)中, 短程蒸馏器的温度为 170°C , 绝对压强为 35Pa 。

一种 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷的纯化方法

技术领域

[0001] 本发明涉及硅橡胶原料制备领域,具体涉及一种 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷的纯化方法。

背景技术

[0002] α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷(即 107 胶)是生产室温硫化硅橡胶的主要原材料,而室温硫化硅橡胶是一种可用作电子电器元件的灌封、固定、粘接材料。107 胶中含有常常含有以聚二甲基环硅氧烷为主成分的低分子物,这些物质与铜、铝等导体长时间接触,会产生一层雾状膜并具有一定的腐蚀性,当用其制造的硅橡胶用作电子电器元件的灌封、固定、粘接时,会一定程度上影响电子电器产品的导电性能和接触导电性能,甚至直接影响产品的质量和寿命。因此,脱除 107 胶中低分子是制造高品质有机硅室温硫化电子硅橡胶的关键技术。

[0003] 市场上销售的进口、国产 107 胶一般都不作脱除低分子处理,低分子含量在 10000ppm 以上。有些厂家根据客户的要求,只是在生产 107 胶的中间过程中作简单的高温蒸馏处理,如 CN101928399A(公开日 2010 年 12 月 29 日)公开一种 107 硅橡胶的制备方法,其脱除低分子过程在 150~200°C,真空度为 0.095~0.1MPa 下进行。但是这种脱除效果通常很不理想,仍残留大量的低分子,低分子含量仍在 5000ppm 以上。不能用作制造高品质有机硅室温硫化电子硅橡胶的生产材料。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于克服现有技术的不足,提供一种 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷的纯化方法,该方法操作简单,能够有效地消除 107 胶中的低分子,提高 107 胶的纯度。

[0005] 本发明的上述目的通过如下方案予以实现:

(1) 将 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷原料注入薄膜蒸发器中,在 170~220°C、绝对压强为 50~90Pa 的条件下,进行第一级纯化;

(2) 经过步骤(1)处理的 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷原料再输入短程蒸馏器中,在 160~200°C、绝对压强为 20~50Pa 的条件下,进行第二级纯化,得到产品。

[0006] 作为一种优选方案,所述薄膜蒸发器优选为刮板式薄膜蒸发器。

[0007] 作为一种优选方案,所述 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷原料的流速优选为 30~200g/s。

[0008] 作为一种最优选方案,所述 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷原料的流速最优选为 150g/s。

[0009] 作为一种最优选方案,步骤(1)中,薄膜蒸发器的温度最优选为 190°C,绝对压强最优选为 60Pa;步骤(2)中,短程蒸馏器的温度最优选为 170°C,绝对压强最优选为 35Pa。

[0010] α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷原料从刮板式薄膜蒸发器顶部连续注入,沿着薄膜蒸发器内壁往下流的同时,刮膜器将其强制成膜,刮膜器将原料连续地在加热面刮成厚薄

均匀的液膜并向移动,在此过程中低分子被蒸发;被蒸发的低分子通过真空吸进外置的冷凝器,低分子物在冷凝器中冷凝成液后得以回收;

经过薄膜蒸发器第一级提纯后,进入短程蒸馏器中进行第二次提纯。通常的短程蒸馏器包含一个内置冷凝器和外置冷凝器。原料从短程蒸馏器的顶部加入,经转子上的料液分布器被连续均匀地分布在加热面,刮膜器将其刮成一层极薄的液膜。在此过程中,从加热面上逸出的低分子,碰撞到短程蒸馏器的内置冷凝器,冷凝成液,并沿冷凝器管流下,通过位于短程蒸馏器底部的出料管排放到回收罐;还有少部分更轻的低分子被真空吸进外置冷凝器中,冷凝成液后放入回收罐;经过二次提纯的 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷则在短程蒸馏器加热区下的圆形通道中积聚,通过侧面的出料管输入贮罐。

[0011] 本纯化方法,全程经过“两蒸三冷”:经过薄膜蒸发器和短程蒸馏器的两道高温蒸馏反复脱除低分子,能把107胶中的低分子充分蒸发;然后将蒸发出来的低分子依次进行三次低温冷凝,使低分子得到充分回收。

[0012] 经过上述纯化方法得到的 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷产品中,低分子物的脱除率在99%以上,对于普通的 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷原料来说,经本发明处理后的产品中低分子物的含量约为50~120ppm。

[0013] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:

(1) 本发明通过薄膜蒸发器和短程蒸馏器这两种常用的化工装置,即实现了107胶的纯化,操作简便,适用于化工领域的大量生产;

(2) 本发明在纯化107胶的同时,还能对低分子物进行回收,以便资源利用;

(3) 本发明纯化的效果好,经本发明方法处理的 α 、 ω 二羟基聚二甲基硅氧烷产品中,低分子物的脱除率达到99%以上;一般情况下,本发明处理后产品中的低分子物的含量为50~120ppm;这种高纯度的107胶制造室温硫化电子硅橡胶,可提高电子电器产品的性能和质量。

具体实施方式

[0014] 以下结合实施例来进一步解释本发明,但实施例并不对本发明做任何形式的限定。

[0015] 下列实施例中,将 α 、 ω -二羟基聚二甲基硅氧烷原料(即107胶原料)的低分子物含量为11500ppm。

[0016] 薄膜蒸发器使用6 m²薄膜蒸发器,短程蒸馏器使用8 m²短程蒸馏器。

低分子检测方法:将107胶样品干燥一天后,用丙酮萃取,然后通过气相色谱-质谱联用仪分析测定。

[0017] 实施例1

将500kg 107胶原料以150g/s的速度连续注入薄膜蒸发器,在170℃,绝对压强为70Pa条件下进行刮膜蒸发,将被蒸发的低分子用真空吸至外置冷凝器,将其冷凝成液后流入回收罐;将经薄膜蒸发器处理的107胶以150g/s的速度续注入短程蒸馏器,在160℃、绝对压强为40Pa条件下进行蒸馏,将蒸发出来的低分子一部分被吸至外置冷凝器,冷凝成液后流入回收罐;另一部分被短程蒸馏器内置冷凝器冷凝成液直接流入回收罐。纯化后的产品经检测,残留的低分子含量为70ppm。对比处理前的低分子含量11500 ppm,脱

除率为 99.4%。

[0018] 实施例 2

将 500kg 107 胶原料以 150g/s 的速度续注入薄膜蒸发器,在 190℃,绝对压强为 60Pa 条件下进行刮膜蒸发,将被蒸发的低分子用真空吸至外置冷凝器,将其冷凝成液后流入回收罐;将经薄膜蒸发器处理的 107 胶以 150g/s 的速度续注入短程蒸馏器,在 170℃、绝对压强为 35Pa 条件下进行蒸馏,将蒸发出来的低分子一部分被吸至外置冷凝器,冷凝成液后流入回收罐;另一部分被短程蒸馏器内置冷凝器冷凝成液直接流入回收罐。纯化后的产品经检测,残留的低分子含量为 50ppm。对比处理前的低分子含量,脱除率为 99.6%。

[0019] 实施例 3

将 500kg 107 胶原料以 150g/s 的速度续注入薄膜蒸发器,在 210℃,绝对压强为 60Pa 条件下进行刮膜蒸发,将被蒸发的低分子用真空吸至外置冷凝器,将其冷凝成液后流入回收罐;将经薄膜蒸发器处理的 107 胶以 150g/s 的速度续注入短程蒸馏器,在 200℃、绝对压强为 45Pa 条件下进行蒸馏,将蒸发出来的低分子一部分被吸至外置冷凝器,冷凝成液后流入回收罐;另一部分被短程蒸馏器内置冷凝器冷凝成液直接流入回收罐。纯化后的产品经检测,残留的低分子含量为 65ppm。对比处理前的低分子含量,脱除率为 99.4%。

[0020] 实施例 4

将 500kg 107 胶原料以 90g/s 的速度连续注入薄膜蒸发器,在 170℃,绝对压强为 70Pa 条件下进行刮膜蒸发,将被蒸发的低分子用真空吸至外置冷凝器,将其冷凝成液后流入回收罐;将经薄膜蒸发器处理的 107 胶以 90g/s 的速度续注入短程蒸馏器,在 160℃、绝对压强为 40Pa 条件下进行蒸馏,将蒸发出来的低分子一部分被吸至外置冷凝器,冷凝成液后流入回收罐;另一部分被短程蒸馏器内置冷凝器冷凝成液直接流入回收罐。纯化后的产品经检测,残留的低分子含量为 50ppm。对比处理前的低分子含量 11500 ppm,脱除率为 99.6%。可以看出,流速减慢对脱除效果影响不大,但是处理时间明显增长。

[0021] 实施例 5

将 500kg 107 胶原料以 200g/s 的速度连续注入薄膜蒸发器,在 170℃,绝对压强为 70Pa 条件下进行刮膜蒸发,将被蒸发的低分子用真空吸至外置冷凝器,将其冷凝成液后流入回收罐;将经薄膜蒸发器处理的 107 胶以 200g/s 的速度续注入短程蒸馏器,在 160℃、绝对压强为 40Pa 条件下进行蒸馏,将蒸发出来的低分子一部分被吸至外置冷凝器,冷凝成液后流入回收罐;另一部分被短程蒸馏器内置冷凝器冷凝成液直接流入回收罐。纯化后的产品经检测,残留的低分子含量为 117ppm。对比处理前的低分子含量 11500 ppm,脱除率为 99.0%。可以看出,流速加快,处理时间被缩短,但脱除效果稍稍出现下降。

[0022] 对比例 1

将 500kg 107 胶原料以 150g/s 的速度连续注入薄膜蒸发器,在 200℃,绝对压强为 50Pa 的条件下进行刮膜蒸发,将被蒸发的低分子用真空吸排出,最后得到的产品经检测,残留的低分子含量为 1500ppm。对比处理前的低分子含量,脱除率为 87.0%。

[0023] 对比例 2

将 500kg 107 胶原料以 150g/s 的速度连续注入普通蒸馏器,在 200℃,绝对压强为 50Pa 的条件下进行蒸馏,将被蒸发的低分子用真空吸排出,最后得到的产品经检测,残留的低分子含量为 5200ppm。对比处理前的低分子含量,脱除率为 54.8%。

[0024] 从实施例和对比例看出,本发明方法可使 107 胶中的低分子(聚二甲基环硅氧烷)得到最大限度的消除,用这样的 107 胶来制造室温硫化电子硅橡胶,可确保电子电器产品安全可靠;充分回收的低分子可再利用,既可以增加经济效益,也可以减少低分子排出后对环境的污染和对真空泵的腐蚀。