

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

D21H 21/12
D21H 17/68
D21C 3/28

[12]发明专利说明书

[21] ZL 专利号 93105758.2

[45]授权公告日 2000 年 5 月 10 日

[11]授权公告号 CN 1052279C

[22]申请日 1993.4.27 [24]颁证日 2000.2.5
[21]申请号 93105758.2
[30]优先权
[32]1992.4.27 [33]JP [31]134185/1992
[73]专利权人 株式会社日光化学研究所
地址 日本东京
共同专利权人 日华化学株式会社
[72]发明人 津田靖孝 小松充
[56]参考文献
US4042528 1977. 8.16
US4384976 1983. 5.24
US5080828 1992. 1.14
审查员 祁建伟

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所
代理人 吴惠中

权利要求书 2 页 说明书 14 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 乳化型消泡剂组合物及其消泡方法
[57]摘要

一种乳化型消泡剂组合物,它由 5—35 份重量的有机液体、0.5—5 份重量的硅油、0.5—5 份重量的疏水性硅石和 1—40 份重量的改性硅油在乳化剂的存在下在水中通过乳化形成。一种消泡方法包括将乳化型消泡剂组合物以恒定的浓度连续加至起泡水溶液流体中。

ISSN 1008-4274



权 利 要 求 书

1.一种乳化型消泡剂组合物,其特征在于该组合物包括由 5-35 份(重量) 的有机液体、 0.5-5 份(重量) 的硅油、 0.5 -5 份(重量) 的疏水性硅石和 1 -40 份(重量) 的改性硅油在乳化剂的存在下在水中通过乳化而形成,其中有机液体是选自石蜡烃、萘烃、芳香烃、石油萘、液体石蜡和合成油中的至少一种物质,所述的合成油是选自通过氧化丙烯或氧化丙烯和乙烯化氧的混合物与 3-10 个碳原子的醇加成而得到的氧化丙烯和乙烯化氧的无规聚合物,通过丙二醇和乙二醇与氧化丙烯的丙氧化反应而得到的聚合物,以及通过将氧化丙烯或氧化丙烯和乙烯化氧的混合物与丙三醇加成而得到的聚合物;其中的改性硅油是一种用聚醚,氟或脂肪酸改性的硅油。

2.如权利要求 1 所述的乳化型消泡剂组合物,其特征在于所述的有机液体是一种通过完全氢化净化而制备的,其碘值为 0 并在 40 ℃ 的动力学粘度为 12-70cst 的液体石蜡。

3.如权利要求 1 所述的乳化型消泡剂组合物,其特征在于所述的有机液体是一种通过氧化丙烯或氧化丙烯和乙烯化氧的混合物与乙醇或乙二醇加成而得到的聚合物的合成油。

4.如权利要求 1 所述的乳化型消泡剂组合物,其特征在于所述的有机液体包括一种通过完全氢化净化制备的具有碘值为 0 以及在 40 ℃ 的动力学粘度为 12-70cst 的液体石蜡和一种通过氧化丙烯或氧化丙烯与乙烯化氧的混合物与乙醇或乙二醇加成所得到的聚合物的合成油。

5.如权利要求 1 、 2 、 3 或 4 所述的乳化型消泡剂组合物,其特征在于所述的改性硅油是一种用聚醚改性的硅油。

6.如权利要求 1 、 2 、 3 或 4 所述的乳化型消泡剂组合物,其

特征在于基于 100 份重量的乳化型消泡剂组合物, 乳化剂的含量范围为 1 -10 份重量。

7. 如权利要求 5 所述的乳化型消泡剂组合物, 其特征在于基于 100 份重量的乳化型消泡剂组合物, 乳化剂的含量范围为 1 -10 份重量。

8. 一种消泡方法, 其特征还在于它包括将权利要求 1、2、3 或 4 所述的乳化型消泡剂组合物以 0.1-1000ppm 恒定的浓度连续加入到起泡水溶液流体中。

9. 一种消泡方法, 其特征还在于它包括将权利要求 5 所述的乳化型消泡剂组合物以 0.1-1000ppm 恒定的浓度连续加入到起泡水溶液流体中。

10. 一种消泡方法, 其特征还在于它包括将权利要求 6 所述的乳化型消泡剂组合物以 0.1-1000ppm 恒定的浓度连续加入到起泡水溶液流体中。

11. 一种消泡方法, 其特征还在于它包括将权利要求 7 所述的乳化型消泡剂组合物以 0.1-1000ppm 恒定的浓度连续加入到起泡水溶液流体中。

说明书

乳化型消泡剂组合物及其消泡方法

本发明涉及一种新的乳化型消泡剂组合物，它能有效抑制水溶液体系、尤其是强碱性水溶液体系的起泡。

在各种工业的生产过程中，水溶液体系中生成的泡沫会引起各种麻烦，如：降低生产率、增加次品、降低产品装载率以及诸如此类的其它问题。尤其在纸浆生产工业中，废水中含有大量能形成泡沫的物质，而抑制泡沫的形成则是必需克服的重要问题。

在目前的纸浆生产的方法中，该加工工艺是一种使用亚硫酸盐的碱性加工工艺，该加工工艺亦是目前的主要生产方法。

在纸浆工艺过程中，纸浆材料(木材碎片)在氢氧化钠和亚硫酸钠的混合溶液中蒸煮，将木材中除纤维外的其它成份溶解在溶液中而除去以得到纸浆成品。

在蒸煮中产生的废水通常称作黑液，它含有大量的木质素钠盐和其它树脂成份。

由于这些物质具有能形成泡沫的属性，导致了在生产过程中，需将这些物质自纸浆中分离，期间产生形成泡沫的问题。当黑液剩留在分离出来的纸浆中时，在纸浆洗涤工序中仍存在形成泡沫的问题。

如上所述，在洗涤过程中，以及在经蒸煮加工生产后的纸浆过筛过程中所形成的泡沫，造成洗涤效率和工艺可操作性的大大降低。在纸浆生产过程中所形成的泡沫引起了种种问题，如：降低成品纸张的强度，由于泡沫在纸张上的斑点，降低成品纸张的品质，以及对纸张机械上纸张的侵蚀和诸如此类的问题。

因此，在纸浆纸生产过程中，应用消泡剂是必不可少的。

现已提出不同类型的消泡剂，例如：一种消泡组合物，包括 1—20% 重量的脂肪族酰胺，1—15% 重量的溶解在油中的有机聚合物，1—50% 重量的烃油和 0—5% 重量的日本专利公开号 1972—7359 所述的脂肪以及一种消泡组合物，包括 70—90% 重量的非极性有机流体，1—5% 重量的疏水性二氧化硅和 1—20% 重量的如日本专利公开号 1977—5686 所述的有机磷化合物。

一种乳化物，包括 0.5—10% 重量的快速冷却的酰胺，0.3—10% 重量的疏水性二氧化硅，0.5—5% 重量的某种聚合物，0.5—5% 重量的乳化剂，15—65% 重量的某种油，20—60% 重量的水，0—3% 重量的硅酮表面活性剂，0—0.5% 重量的甲醛溶液，0—0.5% 重量的如美国专利号 4,225,456 所报道的硅油。

然而，这些消泡剂组合物未必具有所报导的那种完美的消泡性能。大多数用于该工艺生产过程中的消泡剂是不溶于水的。当大量使用这类消泡剂时，由于消泡剂本身凝结，导致不必要的问题，诸如：落脂的形成以及由于带油废水和形成二噁星类(dioxines)污染环境的问题。

本发明的目的是提供可通过简单的方法生产的一种乳化型消泡剂组合物，可防止落脂的形成以及废水带来的环境问题，并具有优异的消泡性能。

本发明同时提供一种用该消泡剂组合物消泡的方法。

本发明者通过对上述目的的大量的研究，从而发现一种通过将改性硅油与某种非极性有机流体和疏水性二氧化硅一起在水中乳化，就能得到一种消泡剂组合物，它可以通过简单的方法生产，可以防止落脂的形成和防止废水带来的环境问题，并具有非常优异的消泡性能。本发明是在基于上述发现完成的。

由此，本发明的乳化型消泡剂组合物是由 5—35 份重量的某种

有机流体,0.5-5 份重量的硅油, 0.5-5 份重量的疏水性二氧化硅和 1-40 份重量的改性硅油在乳化剂的存在下在水中通过乳化形成。

本发明的消泡方法包括将上述乳化型消泡剂组合物以恒定的浓度连续加至一种泡沫水溶液液体中。

本发明的其它目的、特征和优点将在以下说明中进一步揭示。

本发明的详细说明如下:

在用于形成本发明的乳化型消泡剂组合物的组分中, 包括某种有机流体。

该有机液体的例子为石蜡烃、萘烃、芳香烃、石油萘以及诸如此类。它们中较佳例子为石蜡烃。

较佳有机流体的更具体的例子为液体石蜡和完全氢化的石蜡烃。它们当中, 最佳的是液体石蜡。

有机流体可以采用单独组分或者采用二种或多种组合的混合物。

用于形成本发明的乳化型消泡剂组合物的有机液体的数量为 5-35% 重量, 较佳为 8-25% 重量, 更佳为 10-20% 的重量。

用于本发明中的完全氢化纯化的液体石蜡是具有完全饱和价键的(碘值为 0)有机液体。通过使用这种有机流体在优异的工作环境中可以显示极好的消泡性能。

在本发明中, 用完全氢化纯化的液体石蜡, 具有如下性能, 例如, 在使用时于 15 °C 比重为 0.84-0.865, 动力学粘度为 12-70 cst (厘司), 较佳地为 12-50cst, 更佳地为 12-20cst, 氧化值为 0.01, 碘值为 0, 硫含量为 0.1ppm 或更低以及苯胺点为 100-120。

碘值为 0, 作为完全氢化的参数, 意味着该碘值为 0.01 或更少(按日本油化学品学会 2,4,5-71 碘值测试方法测量)。

除了液体石蜡外用于本发明的其它有机流体是合成油。几乎通常作为合成油使用的所有种类的聚合物在某种程度上均可用于本

发明该类型的组合物中，合成油的例子为氧化丙烯和乙烯化氧的无规聚合物，通过将氧化丙烯或氧化丙烯和乙烯化氧的混合物与 3-10 个碳原子的醇加成可得到该聚合物，通过丙二醇和乙二醇与氧化丙烯的丙氧化反应而得到的聚合物，通过将氧化丙烯或氧化丙烯和乙烯化氧的混合物与丙三醇加成而得到的聚合物，以及诸如此类的聚合物。

该合成油可以单独使用或以两种或多种的混合物使用，也可与液体石蜡作为混合物使用。较佳的合成油是通过丙二醇与氧化丙烯丙氧化反应得到的聚合物，诸如：Adeka Karpol DL (Asahi Denka Kogyo Co., Ltd 的一种产品)。

合成油具有以下性能：

比重(25 ℃)	1.004-1.008
pH, 甲醇法	6.2-6.6
粘度(40 ℃)	31.2-149cst
闪点(COC)	201-228 ℃

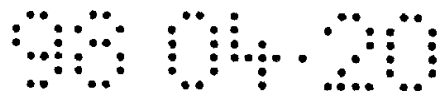
在形成本发明的乳化型消泡剂组合物的组份中包括硅油。该硅油可提供消泡组合物有效的初始消泡性能。

用在本发明中的硅油例子为，由烷基硅氧烷、芳基硅氧烷、脂环族硅氧烷以及诸如此类并具有约 10-3000cst(25 ℃) 的粘度的聚硅氧烷油、氟化硅油以及诸如此类而得到的聚硅氧烷。较佳的例子为得自烷基硅氧烷的聚硅氧烷油。

组合物中使用的硅油数量为 0.5-5 份重量范围，较佳地为 0.8-3 份重量范围而更佳地在 1-2 重量范围。

在形成本发明的乳化型消泡剂组合物中包括疏水性二氧化硅。

疏水性二氧化硅的种类并未作具体规定，各种疏水性二氧化硅均可使用。



在本发明中使用的疏水性二氧化硅具有 M 值较佳地为 50 或更多, 更佳在 60-70 范围。M 值的测量方法在以下说明。

用于本发明的疏水性二氧化硅的平均粒径较佳地为 $10\mu\text{m}$ 或更小, 更佳地为 $5\mu\text{m}$ 或更小, 而最佳地为 $1-3\mu\text{m}$ 的范围。

用于本发明的疏水性二氧化硅的其它的较佳的性能为 pH 值 (4%浓度) 在 7-12 的范围, 体积比重范围为 63-75 克/升, 比表面范围为 $59-113\text{m}^2/\text{g}$, 吸油率范围为 155-210ml/100g, 振荡测试值范围为 25-50 分钟, 以及 DBA 吸附值为 $10\text{mg} \cdot \text{mol}/\text{kg}$ 或更小。该疏水性二氧化硅可以是具有这些性能中的一种或两种或更多种的疏水性二氧化硅。而具备所有这些性能的疏水性二氧化硅是特别较佳的。

pH 值是用 pH 计来测定水和乙醇以 1 : 1 比例的混合物而测得的。M 值为在甲醇水溶液中二氧化硅开始变得润湿时的甲醇体积% 含量。振动测试值为当含 0.5 克的试样硅胶和 50 毫升水的混合物在 100 毫升的锥形(Erlenmeyer)烧瓶中用 Inaki Laboshaker VS® (Iwaki Co., Ltd 的产品) 振荡机以 300 振荡/分振荡时, 试样显示混浊之前所经过的时间(分)。

一般地, 疏水性二氧化硅是通过对亲水性二氧化硅进行疏水处理而制得。亲水性二氧化硅的疏水处理可使用各种方法。在一个疏水处理方法的例子中, 是将二甲基聚硅氧烷的硅油均匀分散在硅胶中, 并在 $250-300\text{ }^\circ\text{C}$ 下加热分散 0.5-2 小时。在日本专利公开号 1967-26179 中披露了该方法。

在组合物中疏水性二氧化硅的数量在 0.5-5%份重量的范围, 较佳地在 1-4 份重量的范围, 以及更佳地在 1.5-3 份/重量的范围。

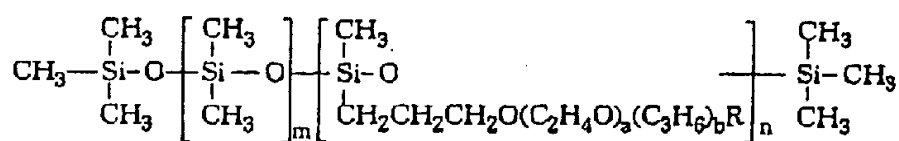
在形成本发明的乳化型消泡剂组合物的组份中包括了一种改性硅油。

改性硅油的例子为用聚醚类改性的硅油，用氟改性的，用脂肪酸以及诸如此类改性的改性硅油。较佳的例子是用聚醚改性的硅油。

改性硅油可以单一使用，也可以二种或多种的混合物使用。

用聚醚改性的硅油包括通过有机聚硅氧烷，如二甲基聚硅氧烷以及诸如此类，与聚乙二醇的反应而得到的改性硅油；由二氧化硅与硅酮和类似的化合物反应而得到的改性硅油。

一个用聚醚改性的硅油的例子具有如下结构式：



式中 R 是具有 6—22 个碳原子的烷基，a 为 5—15 的整数，b 为 0—5 的整数，m 为正数和 n 为 10 至 30 之间的数。

上述改性的硅油可由市场上购到，这类商品油的例子是 KF353 (A)[®] (由 Shinetsu KagaKu Kogyo Co., Ltd 生产，以及 Antifoam FS—80 和 Antifoam FS—81[®] (由 Dow Corning Co., 生产)。

在组合物中改性硅油的数量在 1—40 份重量的范围，较佳地在 3—40 份重量的范围，以及更佳地在 30—40 份重量的范围。

本发明的乳化型消泡剂可通过将上述组份在水中用乳化剂乳化而得到。

作为乳化剂，可用诸如非离子乳化剂、阴离子乳化剂，阳离子乳化剂以及两性乳化剂等各种乳化剂。在乳化剂中较佳地是非离子型乳化剂。

非离子乳化剂的例子是聚氧乙烯壬基苯基醚，聚氧乙烯辛基苯基醚，聚氧乙烯月桂基醚，聚氧乙烯油酸基醚，聚氧乙烯十二烷基醚，聚氧乙烯十六烷基醚，聚氧乙烯十八(烷)酰基醚，聚氧乙烯月桂酸酯，聚氧乙烯油酸酯，聚氧乙烯硬脂酸酯，山梨糖醇月桂酸酯，棕榈酸山梨糖醇酯，硬脂酸山梨糖醇酯，油酸山梨糖醇酯，聚氧乙

烯油酸山梨糖醇酯，聚氧乙烯硬脂酸山梨糖醇酯，以及诸如此类。

阴离子乳化剂的例子为聚氧乙烯壬基苯基醚硫酸盐，辛基苯基氧乙基氧乙基磺酸盐，烷基磷酸盐以及诸如此类。

阳离子乳化剂的例子为烷基苄基铵盐和醋酸与月桂基咪唑啉、油酰基咪唑啉、油酰基胺、十六烷基胺的盐以及诸如此类。

两性乳化剂的例子为烷基三甲铵乙内酯类型或磷酸酯类型的两性表面活性剂。

可以使用单一的或二种或多种类型组合的乳化剂。例如，阳离子乳化剂可与非离子乳化剂混合或者阴离子乳化剂可以与非离子乳化剂混合使用。

上述乳化剂中较佳的是聚氧乙烯烷基芳基醚和山梨醇烷基酯的结合物。其中，更佳的乳化剂是聚氧乙烯壬基苯基醚和山梨糖醇二油酸酯的结合物。形成该乳化剂较佳结合物的组份含量并不具体限定，可以将聚氧乙烯壬基苯基醚和山梨醇二油酸酯的比适当地选择在 1/10 至 10/1 的范围内。

使用在消泡剂组合物中的乳化剂，要有充分的数量来乳化上述组合物的亲脂性消泡组分。一般地，其数量在 1—10 份重量范围，而较佳地在 1—5 份重量的范围。

该乳化型消泡组合物是通过将上述组分在水中乳化而得到。

水的量并不具体限定，可以用各种数量。一般地，水的数量在 30—900 份重量范围，较佳地在 30—300 份重量范围以及更佳地在 30—90 份重量范围。

根据需要，在本发明的乳化型消泡剂组合物中可以加入增稠剂。

增稠剂的例子，为纤维素醚诸如：羧甲基纤维素，羧乙基纤维素以及诸如此类，芳基改性的聚合物，部分皂化的聚乙烯醇，藻酸钠以及诸如此类。一般地，增稠剂的用量按 100 份重量的组合物计

为 1% 或更少，将其在水中乳化以形成消泡剂组合物。

根据需要，在本发明的乳化型消泡剂组合物中，可以加入少量的杀菌剂以防腐。有效杀菌剂的例子为次氯酸钠，山梨酸以及诸如此类。一般地，杀菌剂的数量在 0.05—0.5% 重量（基于消泡剂组合物总量）。

在本发明的乳化型消泡剂组合物中，乳化颗粒的平均尺寸较佳地在 1—10 μm 范围，更佳地在 1—6.0 μm 的范围。

该乳化型消泡剂组合物可通过搅拌均匀混合上述特定数量的各种组分来制备。制备的较佳方法如下：

在 5—35 份重量的有机液体中加入 0.5—5 份重量的硅油和 0.5—5 份重量的疏水性硅石，在搅拌下通过加热到 90—100 $^{\circ}\text{C}$ 将混合物分散。

在由此制备的分散物中，加以适当的数量例如加入 1—10 份重量的乳化剂，1—40 份重量的改性硅油，并加入适当量的水在 40—70 $^{\circ}\text{C}$ 下将混合物乳化来制备乳化物。

本发明的乳化型消泡剂组合物使用于泡沫液体中的用量，可根据消泡要求来适当选择，一般地为 0.1—1000ppm 而较佳地为 1—100ppm。

在本发明的消泡方法中，本发明的乳化型消泡剂组合物的浓度可在—稀释设备中通过稀释调节而将消泡组合物浓度稀释控制至规定浓度。然后将已调节至规定浓度的消泡剂组合物连续地加至形成泡沫的液体中。

作为乳化型消泡剂组合物的稀释介质，一般使用水。在稀释设备中调节浓度至特定值的稀释比并不专门限定，而要根据所使用的乳化型消泡剂组合物的数量而适当地选择。一般地，相对于稀释前的量来说，稀释比的范围为 2—20 倍。

乳化型消泡剂组合物的连续加入包括较精确的均匀添加和间歇

添加。

在本发明的消泡方法中，包括将本发明的乳化型消泡剂组合物稀释，然后加至形成泡沫的液体中，可以减少具有优异消泡性能的乳化型消泡剂组合物，减少运输时的体积，因而具有不需要大的运输工具的优点，并可以小的数量贮存在工厂中，以减少所需的空间和空容器的数目。由此，本方法具有高度地工业应用价值。

为了概括本发明具有的优点，本发明的乳化型消泡剂组合物具有优异的消泡性能，诸如，初始消泡性能和持续消泡性能，消泡剂本身不形成溶脂，在能显示十分优异的消泡性能情况下，仍能防止废水污染。因此，它可用来作为液体系统，尤其是作为强碱性液体系统的消泡剂。特别地，当它施用于纸浆生产工艺中，它显示出十分优异的消泡效果，因而在工业上是十分有用的。

本发明的消泡方法使用上述乳化型消泡剂组合物，它在消泡和防止溶脂的形成的性能上是十分优异的。

参照下列的实施例会很容易地理解本发明；虽然，这些实施例是试图说明本发明而不是对本发明范围的限制。

本发明的乳化型消泡剂的制备在以下的制备实施例中说明。

制备实施例 1：

在搅拌下向 30 份重量的液体石蜡中 (Mobile Sekiyu Co., Ltd 产品：白油 Wo 70, 40℃粘度为 12.4 cts)，加入 1 份重量的硅油 (Shinetsu KagaKu, Kogyo Co., Ltd 产品：硅油 KF 96[®]) 和 3 份重量的疏水性硅石 (Nippon silica Kogyo Co., Ltd 产品) 加热至 100℃进行分散。向由此制备的分散物中加入 1 份重量作为乳化剂的聚氧乙烯壬基苯基醚 (6 摩尔的加成的乙烯化氧，1 份重量的山梨糖醇油酸酯和 3 份重量的用聚醚改性的硅油 (Shinetsu Kagaky Kogyo Co., Ltd 产品：KF 353(A)) 并通过加入 61 份重量的水于 60℃乳化得到一种乳化组合物。该乳化物的平均粒径约为 3 μm 。

此外所用的疏水性硅石具有如下的性能：

pH	11.9
体积比重	67 克/ 升
比表面积	87m ² /g
吸油量	200ml/100g
平均粒径	2.7 μ m
M 值	65%
振荡测试值	50 分钟
DBA 吸附	5mg · mol/kg 或更小 (在硅石表面的硅醇基团数 量)

制备实施例 2:

除了用 3 份重量的另一种由聚乙烯改性的硅油 (Dow corning Co., 的产品: Antifoam FS—80[®]) 代替用于制备实施例 1 中的聚乙烯改性的硅油外, 通过在制备实施例 1 中所使用的相同的方法制备一种乳化物, 其乳化颗粒平均直径约为 2 μ m。

制备实施例 3:

在搅拌下, 向 15 份重量的液体石蜡中加入 2 份重量的硅油和 1.5 份重量的疏水性硅石, 加热至 100 °C 进行分散。向由此制备的分散物中加入 0.5 份重量的作为乳化剂的聚氧乙烯壬基苯基醚 (2 摩尔的加成的乙烯化氧), 1 份重量的山梨糖醇油酸酯和 30 份重量的用聚醚改性的硅油 (Dow Corning co., 的产品: Antifoam FS—81[®]), 然后慢慢地分批加入 50 份重量的水于 60°C 乳化得到一种乳化组合物。该乳化物颗粒的平均直径约为 2 μ m。

制备实施例 4

在搅拌下, 向 14.5 份重量的聚氧乙烯乙二醇中 (Asahi DenKa

Kogyo co., Ltd 产品: Adeka Karpol DL—150) 在搅拌和分散下加入 1 份重量的硅油和 1.5 份重量的疏水性硅石, 加热 100 °C 进行分散。向由此制备的分散物中加入 1 份重量的作为乳化剂的聚氧乙烯壬基苯基醚(6 摩尔的加成的乙烯化氧, 2 份重量的山梨糖醇油酸酯和 30 份重量的用聚醚改性的硅油(Dow corning co., 的产品: Anfi-foam FS—81[®]), 然后慢慢地分批加入 50 份重量的水于 60 °C 乳化得到一种乳化组合物。该乳化颗粒的均匀直径约为 3 μm 。

对比制备实施例 1:

(商业产品 A, 硅石基)

向 88 份重量的锭子油(Nippon Sekiyu co., Ltd 产品: Super Oil AL[®], 40 °C 粘度为 23.22cst) 混合 1 份重量的硅油, 6 份重量的疏水性硅石和 5 份重量的作为分散剂的山梨醇油酸酯并用均化器处理 30 分钟得到商业产品 A。

对比制备实施例 2

(商业产品 B, 酰胺基)

向 17 份重量的锭子油加入 6 份重量的硬脂酸双酰胺。将该混合物加热至 140 °C 以溶解硬脂酸双酰胺, 并在此温度下保持 15 分钟。将溶解在其中的含硬脂酸双酰胺的锭子油加热至 140 °C, 然后将其快速加至室温 25 °C 的 71 份重量的锭子油中以快速冷却, 制得快速冷却的酰胺分散液。向该快速冷却的酰胺分散液中加入 1 份重量的硅油和 5 份重量的作为分散剂的山梨醇油酸酯, 并将该混合物用胶体磨处理(产量 5 立升/分) 得到商业产品 B。

实施例 1:

将取自纸浆生产厂的浓黑液试样用水稀释至 6—10%。将 1500 毫升稀释的黑液置于具有直径 150mm 并装有夹套的量筒中, 然后通过置于量筒底部的离心泵以 3 升/分的速度将该溶液以距液体表面 450mm 的高度并与液体表面成 90°角的方式注入加热至 90 °C 的

量筒至进行连续循环发泡。

黑液形成发泡，溶液表面升高。当溶液表面高于原来表面 50mm 时，加入 15ppm 的在制备实施例 1 中制备的乳化型消泡剂组合物，并立刻测量添加后的溶液高度。

继续循环，随着时间推移泡沫再次增加。连续循环十分钟，在此期间每 2 分钟测量一次溶液表面高度。循环十分钟后，循环停止。将溶液静止 3 分钟，并测量溶液表面的高度，以评价起泡的减弱。然后重新开始循环，在再次循环 3 分钟期间，每分钟测量一次溶液表面的高度。在重新循环 3 分钟之后，停止循环。将溶液静止 3 分钟并测量溶液表面的高度，以评价其去泡性能和消泡的持续效果。

其结果示于表 1 中。

实施例 2:

除了用在制备实施例 2 中制备的乳化型消泡剂组合物代替在制备实施例 1 中制备的乳化型消泡剂组合物外，通过在实施例 1 相同的方法评价该乳化型消泡剂组合物的效果，其结果示于表 1 中。

实施例 3:

除了用在制备实施例 3 中制备的稀释的乳化型消泡剂组合物（用水稀释至原来浓度的 1/10，并使用 10% 的黑液溶液）来代替在制备实施例 1 中制备的乳化型消泡剂组合物外，通过在实施例 1 所使用的相同的方法来评价该乳化型消泡剂组合物的效果，其结果示于表 1 中。

实施例 4:

除了用在制备实施例 4 中制备的稀释的乳化型消泡剂组合物（用水稀释至原始浓度的 1/10 并使用 10% 的黑液溶液）来代替在制备实施例 1 中制备的乳化型消泡剂组合物外，通过实施例 1 所使用的相同的方法来评价该乳化型消泡剂组合物的效果，其结果示于表 1 中。

对比实施例 1 和 2:

除了用在对比制备实施例 1(商业产品 A, 硅石基) 或对比制备实施例 2(商业产品 B, 酰胺基) 分别制备的商业品 A 或 B 代替在制备实施例 1 中制备的乳化型消泡剂组合物外, 用在实施例 1 中所使用的相同的方法来评价商业产品 A 和 B 的效果。其结果示于表 1 中。

溶脂形成的试验方法:

按照以下方法 1 对制备实施例 1—4 中制备的乳化型消泡剂组合物的溶脂形成进行试验。

在 200 cc 不锈钢烧杯中放入约 1g 在制备实施例 1—3 制备的乳化型消泡剂组合物的试样并将试样精确称重, 加入加热的黑液(黑液浓度为 6%, 温度为 70℃) 至总量为 100g, 将混合物在均化器中以 10000rpm 的速度均化 2 分钟。然后, 将该热的混合物用不锈钢筛网(200 目) 趁热过滤(预先将该筛网干燥并称重), 然后用约 50g 的 60℃ 热水洗涤。在洗涤时要避免采用激烈的方法如采用喷淋器洗涤。过滤后, 将不锈钢筛网于 105℃ 干燥 2 小时, 并静置冷却后称重。

溶脂形成量通过以下公式计算:

溶脂形成量 = 沾在筛网的量 / 消泡剂组合物的量 × 100。

在制备实施例 1、2、3 和 4 中制备的乳化型消泡剂组合物的溶脂形成量分别为 0.11, 0.11, 0.13 和 0.10%。在对比制备实施例 1 和 2 中制备的商业产品 A 和 B 的溶脂形成量分别为 2.9 和 3.15%。

表 1(部分 1)

	加入消泡剂组 合物前的溶液 表面高度(m)	加入消泡剂组 合物后的溶液 表面高度(m)	循环期间不同时间溶液的表面高度 的变化(按照该时间显示的最高高 度 mm)				
			2 分	4 分	6 分	8 分	10 分
实施例 1	50	30	45	50	65	65	65
实施例 2	50	30	40	50	60	60	60
实施例 3	50	30	40	40	40	40	40
实施例 4	50	30	30	35	35	35	35
对比实施例 1	50	30	45	55	75	95	110
对比实施例 2	50	35	55	75	100	110	120

表 1(部分 2)

	循环停止后 3 分钟溶液表面 的高度	重新循环试验期间不 同时间溶液表面高度 的变化	重新循环试 验停止后 3 分钟的溶液 表面高度		
			1 分	2 分	3 分 (mm)
实施例 1	0	60	65	65	0
实施例 2	0	60	65	65	0
实施例 3	0	40	40	45	0
实施例 4	0	30	35	35	0
对比实施例 1	50	90	125	140	70
对比实施例 2	60	95	135	155	100

本发明已结合较佳的实施例作了具体的揭示和说明,在本领域中的技术人员在不脱离本发明的构思和范围前提下,可以作出形式上和细节上的其它变换,这是可以理解的。