



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101781402 A

(43) 申请公布日 2010.07.21

(21) 申请号 200910028434.1

(22) 申请日 2009.01.20

(71) 申请人 扬州宏远化工新材料有限公司
地址 225000 江苏省江都市邵伯工业园区 2
号路扬州宏远化工新材料有限公司

(72) 发明人 赵国平

(74) 专利代理机构 北京连和连知识产权代理有
限公司 11278

代理人 李海燕

(51) Int. Cl.

C08G 77/26 (2006.01)

C07F 7/21 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种生产氨基硅油的方法

(57) 摘要

一种生产氨基硅油的方法。本发明涉及氨基硅油生产的方法。是以二甲基环硅氧烷、氨烷基硅烷、封头剂和碱性催化剂为原料经过催化聚合而得到氨基硅油的一种方法，所使用的二甲基环硅氧烷以各种硅橡胶工业废料为原料经过催化裂解而得。本发明首先以各种硅橡胶工业废料为原料制备二甲基环硅氧烷，然后在此基础上以二甲基环硅氧烷、氨烷基硅烷、封头剂和碱性催化剂为原料经过催化平衡而得到氨基硅油。该方法不但使硅橡胶工业废料得到了回收再利用，创造了良好的经济效益和环境效益，而且为生产氨基硅油厂家提供了一种降低生产成本新方法，提高了产品的竞争力。

1. 一种生产氨基硅油的方法,以二甲基环硅氧烷、氨烷基硅烷、封头剂和碱性催化剂为原料经过催化平衡而成,其特征在于,二甲基环硅氧烷以各种硅橡胶工业废料为原料经过催化裂解而得,按以下工艺步骤进行生产:

1) 配料:将以下各组分按质量百分比配比:

二甲基环硅氧烷 98% -99% 氨烷基硅烷 0.5% -2%

MDM 封头剂 0.01% 四甲基氢氧化铵 0.03%

2) 投料:启动真空泵,用真空将二甲基环硅氧烷、氨烷基硅烷、MDM 封头剂按配方量抽入反应釜,开动搅拌开始升温.当温度升至 70℃ 时,停真空加入四甲基氢氧化铵,继续升温真空保持在 0.09Mpa。

3) 当反应釜温度升至 100-110℃ 时停止升温,保温聚合 3-4 小时,真空度控制在 0.098Mpa. 停真空然后继续升温至 150℃ 开始抽低分子。真空度控制在 0.098Mpa,继续升温至 200℃ -210℃ 直至无小分子流出为止。

4) 取样检测各项指标符合标准后开始降温。当温度降至 100℃ 以下时包装入库。

2. 根据权利要求 1 所述的一种生产氨基硅油的方法,其特征在于,二甲基环硅氧烷的生产工艺如下:

(1) 备料:以各种硅橡胶工业废料为原料,进行人工分择得所需物料,然后对物料粉碎至粒度 0.6-1 目,备用;

(2) 裂解:往裂解釜内投入上述物料,升温至 180-250℃,时间 35-45 分,脱尽物料里的水分,然后加入酸性催化剂,酸性催化剂的量为物料重量的 1-4%,慢慢抽真空,抽真空 0.6-0.9Mpa,抽出的气体进冷凝器冷却后进储存罐,抽出的液体备用。

(3) 碱催化重排:上述液体物料沉淀 20-30 小时后,重新进行分子排列.重排釜内投入物料并将温度升至 80-120℃,聚合加碱性催化剂,碱性催化剂的量为物料重量的 1-5%,进行降解,时间为 1.5-2.5 小时,然后慢慢抽真空至 0.6-0.9Mpa,温度在 160-210℃,出液体物料备用。

(4) 活性炭脱色过滤:在真空条件下降温至 30-50℃,用活性炭脱色过滤,制得二甲基环硅氧烷。

3. 根据权利要求 1、2 所述的一种生产氨基硅油的方法,其特征在于,二甲基环硅氧烷为环体,其主要成分为八甲基环四硅氧烷 (D4),也可以是 D3、D4、D5、D6 等的混合物,简称 DMC,其中 D4 量不得低于 80%。

一种生产氨基硅油的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及的一种生产氨基硅油的新方法,属于化工技术领域。

技术背景

[0002] 有机硅在纺织行业的用量约占其总量的 20% 以上,主要用于织物后整理。氨基硅油是一类侧链或端基带有胺基的一类聚硅氧烷,具有柔软、疏水、消泡、润滑、上光等多项优异性能,自 20 世纪 90 年代被开发出来,已成为最重要的纺织用有机硅,可应用于纺织工业的许多领域,其中最主要的用途是作为各种纤维、纱线、织物的柔软剂,被称为“柔软剂之王”

[0003] 氨基硅油的合成方法一般有以下几种:(1) 氨烷基硅烷与硅氧烷进行催化平衡;(2) 氨烷基硅烷经水解制得的氧烷低聚物与 D4 进行催化平衡;(3) 二氨丙基四甲二硅氧烷与 D4 进行催化平衡;(4) 含氢聚硅氧烷与不饱和氨进行加成;(5) 阴离子活性、缩合法制单端性氨基硅油;(6) 乳液聚合法制含氨基聚有机硅氧烷水乳液。我公司现采用是氨烷基硅烷与硅氧烷进行催化平衡制备氨基硅油。所使用的主要原料二甲基环硅氧烷,国内生产氨基硅油的厂家一般购自大型有机硅单体厂。生产工艺复杂。生产成本较高。

发明内容

[0004] 本发明针对上述缺陷,目的在于提供一种利用硅橡胶工业废料制取二甲基环硅氧烷(DMC),从而降低氨基硅油的生产成本、同时能使硅橡胶工业废料实现综合利用,降低对环境的污染。

[0005] 本发明的技术方案是:本发明以二甲基环硅氧烷、氨烷基硅烷、封头剂和碱性催化剂为原料经过催化平衡而成,二甲基环硅氧烷以各种硅橡胶工业废料为原料经过催化裂解而得,按以下工艺步骤进行生产:

[0006] 1、配料:将以下各组分按质量百分比配比:

[0007] 二甲基环硅氧烷 98% -99% 氨烷基硅烷 0.5% -2%

[0008] MDM 封头剂 0.01% 四甲基氢氧化铵 0.03%

[0009] 2、投料:启动真空泵,用真空将二甲基环硅氧烷、氨烷基硅烷、MDM 封头剂按配方量抽入反应釜,开动搅拌开始升温。当温度升至 70℃ 时,停真空加入四甲基氢氧化铵,继续升温真空保持在 0.09Mpa。

[0010] 3、当反应釜温度升至 100-110℃ 时停止升温,保温聚合 3-4 小时,真空度控制在 0.098Mpa。停真空然后继续升温至 150℃ 开始抽低分子。真空度控制在 0.098Mpa,继续升温至 200℃ -210℃ 直至无小分子流出为止。

[0011] 4、取样检测各项指标符合标准后开始降温。当温度降至 100℃ 以下时包装入库。

[0012] 本发明的二甲基环硅氧烷的生产工艺如下:

[0013] (1) 备料:以各种硅橡胶工业废料为原料,进行人工分择得所需物料,然后对物料粉碎至粒度 0.6-1 目,备用;

[0014] (2) 裂解:往裂解釜内投入上述物料,升温至 180-250℃,时间 35-45 分,脱尽物料里的水分,然后加入酸性催化剂,酸性催化剂的量为物料重量的 1-4%,慢慢抽真空,抽真空 0.6-0.9Mpa,抽出的气体进冷凝器冷却后进储存罐,抽出的液体备用。

[0015] (3) 碱催化重排:上述液体物料沉淀 20-30 小时后,重新进行分子排列。重排釜内投入物料并将温度升至 80-120℃,聚合加碱性催化剂,碱性催化剂的量为物料重量的 1-5%,进行降解,时间为 1.5-2.5 小时,然后慢慢抽真空至 0.6-0.9Mpa,温度在 160-210℃,出液体物料备用。

[0016] (4) 活性炭脱色过滤:在真空条件下降温至 30-50℃,用活性炭脱色过滤,制得二甲基环硅氧烷(DMC)。

[0017] 二甲基环硅氧烷为环体,其主要成分为八甲基环四硅氧烷(D4),也可以是 D3、D4、D5、D6 等的混合物,简称 DMC,其中 D4 量不得低于 80%。

[0018] 本发明以各种硅橡胶工业废料为原料制取二甲基环硅氧烷,不但使硅橡胶工业废料得到了二次利用,产生二次经济效益,同时减小了对环境的污染,对生产氨基硅油的生产厂家来说,也降低了生产成本。

具体实施方式

[0019] 实施例 1

[0020] 本发明以二甲基环硅氧烷(DMC)、氨烷基硅烷、封头剂和碱性催化剂为原料,二甲基环硅氧烷(DMC)以各种硅橡胶工业废料为原料经过催化裂解而得。二甲基环硅氧烷(DMC)的生产工艺如下:

[0021] (1) 备料:以各种硅橡胶工业废料为原料,进行人工分择得所需物料,然后对物料粉碎至粒度 0.8 目,备用;

[0022] (2) 裂解:往裂解釜内投入上述物料,升温至 200℃,时间 40 分,脱尽物料里的水分,然后加入酸性催化剂,酸性催化剂的量为物料重量的 2%,慢慢抽真空,抽真空 0.7Mpa,抽出的气体进冷凝器冷却后进储存罐,抽出的液体备用。

[0023] (3) 碱催化重排:上述液体物料沉淀 25 小时后,重新进行分子排列。重排釜内投入物料并将温度升至 100℃,聚合加碱性催化剂,碱性催化剂的量为物料重量的 3%,进行降解,时间为 2 小时,然后慢慢抽真空至 0.8Mpa,温度在 180℃,出液体物料备用。

[0024] (4) 活性炭脱色过滤:在真空条件下降温至 40℃,用活性炭脱色过滤,制得二甲基环硅氧烷(DMC)。

[0025] 二甲基环硅氧烷为环体,其主要成分为八甲基环四硅氧烷(D4),是 D3、D4、D5、D6 等的混合物,简称 DMC,其中 D4 量不得低于 80%

[0026] 进一步的,由上述生产出来的二甲基环硅氧烷(DMC)为原料氨基硅油的生产工艺如下:

[0027] 1. 配料:将下述物料按下列重量百分比配量

[0028] DMC 98.56%氨烷基硅烷 1%

[0029] MDM 封头剂 0.01%四甲基氢氧化铵 0.03%

[0030] 2 投料:启动真空泵,用真空将 DMC、氨烷基硅烷、DM 封头剂按配方量抽入反应釜,开动搅拌开始升温,当温度升至 70℃时,停真空加入四甲基氢氧化铵,继续升温真空保持在

0.09Mpa。

[0031] 3. 当反应釜温度升至 100-110℃时停止升温,保温聚合 3 小时,真空度控制在 0.098Mpa,停真空然后继续升温至 150℃开始抽低分子,真空度控制在 0.098Mpa,继续升温至 200℃,直至无小分子流出为止。

[0032] 4. 取样检测各项指标符合标准后开始降温。当温度降至 100℃以下时包装入库。

[0033] 实施例 2

[0034] 本发明以二甲基环硅氧烷 (DMC)、氨烷基硅烷、封头剂和碱性催化剂为原料,二甲基环硅氧烷 (DMC) 以各种硅橡胶工业废料为原料经过催化裂解而得,二甲基环硅氧烷 (DMC) 的生产工艺如下:

[0035] (1) 备料:以各种硅橡胶工业废料为原料,进行人工分择得所需物料,然后对物料粉碎至粒度 1 目,备用;

[0036] (2) 裂解:往裂解釜内投入上述物料,升温至 220℃,时间 35 分,脱尽物料里的水分,然后加入酸性催化剂,酸性催化剂的量为物料重量的 3%,慢慢抽真空,抽真空 0.6Mpa,抽出的气体进冷凝器冷却后进储存罐,抽出的液体备用。

[0037] (3) 碱催化重排:上述液体物料沉淀 30 小时后,重新进行分子排列。重排釜内投入物料并将温度升至 100℃,聚合加碱性催化剂,碱性催化剂的量为物料重量的 4%,进行降解,时间为 2.5 小时,然后慢慢抽真空至 0.9Mpa,温度在 200℃,出液体物料备用。

[0038] (4) 活性炭脱色过滤:在真空条件下降温至 40℃,用活性炭脱色过滤,制得二甲基环硅氧烷 (DMC)。

[0039] 二甲基环硅氧烷 (DMC),其特征就在于,二甲基环硅氧烷为环体,其主要成分为八甲基环四硅氧烷 (D4),是 D3. D4. D5. D6 等的混合物,简称 DMC,其中 D4 量不得低于 80%。

[0040] 进一步的,由上述生产出来的二甲基环硅氧烷 (DMC) 为原料氨基硅油的生产工艺如下:

[0041] 1. 配料:将下述物料按下列重量百分比配量

[0042] DMC 99.46%氨烷基硅烷 0.5%

[0043] MDM 封头剂 0.01%四甲基氢氧化铵 0.03%

[0044] 2 投料:启动真空泵,用真空将 DMC、氨烷基硅烷、MDM 封头剂,按配方量抽入反应釜,开动搅拌开始升温,当温度升至 70℃时,停真空加入四甲基氢氧化铵,继续升温真空保持在 0.09Mpa。

[0045] 3. 当反应釜温度升至 110℃时停止升温,保温聚合 4 小时,真空度控制在 0.098Mpa,停真空然后继续升温至 150℃开始抽低分子,真空度控制在 0.098Mpa,继续升温至 210℃,直至无小分子流出为止。

[0046] 4. 取样检测各项指标符合标准后开始降温。当温度降至 100℃以下时包装入库。