



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102558559 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 11

(21) 申请号 201110454580. 8

(22) 申请日 2011. 12. 30

(71) 申请人 蓝星化工新材料股份有限公司江西
星火有机硅厂

地址 330319 江西省九江市永修县星火工业
园

(72) 发明人 肖赣湘 孙秀珍 廖桂根 贺志江

(74) 专利代理机构 南昌新天下专利商标代理有
限公司 36115

代理人 施秀瑾

(51) Int. Cl.

C08G 77/16 (2006. 01)

C08G 77/06 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 2 页

(54) 发明名称

一种连续法合成小分子羟基硅油的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,将六甲基环三硅氧烷 1000 克、丙酮 1400 克、水 120 克加入到带搅拌的 3000ml 四口瓶中,升温并保持 40-60℃,溶化混合均匀,采用蠕动泵连续通过 2 个加有 100 克强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂的固定床,强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂包括大孔型和凝胶型,有以下牌号:732, D001, KY-2, KY-23;每个固定床反应温度 40-60℃、停留时间控制在 30-70 秒,得到小分子羟基硅油粗产品,粗产品经常压脱溶剂后再减压脱除低组份,得到小分子羟基硅油。本发明方法可以连续化生产,重复性好;产品收率高,外观为无色透明液体,黏度在 15-30mm²/s,羟基含量在 6-10% 之间。

1. 一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,其特征为:将六甲基环三硅氧烷 1000 克、丙酮 1400 克、水 120 克加入到带搅拌的 3000ml 四口瓶中,升温并保持 40-60℃,溶化混合均匀后,采用蠕动泵连续通过 2 个加有 100 克强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂的固定床,每个固定床反应温度 40-60℃、停留时间控制在 50±20 秒,得到小分子羟基硅油粗产品,粗产品经常压脱溶剂后再减压脱除低组份,得到小分子羟基硅油。

2. 如权利要求 1 所述的一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,其特征为:强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂包括大孔型和凝胶型,有以下牌号:732, D001, KY-2, KY-23。

3. 如权利要求 1 所述的一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,其特征为:将六甲基环三硅氧烷 1000 克、丙酮 1400 克、水 120 克加入到带搅拌的 3000ml 四口瓶中,升温并保持 50℃,溶化混合均匀后,采用蠕动泵连续通过 100 克 D001 强酸性离子交换树脂的固定床和 100 克 KY-23 强酸性离子交换树脂的固定床,每个固定床反应温度 50℃、停留时间控制在 50 秒,得到小分子羟基硅油粗产品,粗产品经常压脱溶剂后再减压脱除低组份,得到小分子羟基硅油。

一种连续法合成小分子羟基硅油的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种合成小分子羟基硅油的方法,尤其是一种连续法合成小分子羟基硅油的方法。

背景技术

[0002] 小分子羟基硅油是带有活性基团羟基的物质,是硅橡胶理想的结构控制剂。制备小分子羟基硅油的方法有多种,目前工业化生产使用较多的为 D4 (DMC) 和乙酸酐反应,但产品有醋酸味道。

发明内容

[0003] 本发明提供一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,以有机硅甲基环硅氧烷生产中得到的副产物 D₃ 为原料,制作羟基硅油,消化副产物,提高副产物的附加值,收率高,产品可自用或外销。

[0004] 一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,将六甲基环三硅氧烷 1000 克、丙酮 1400 克、水 120 克加入到带搅拌的 3000ml 四口瓶中,升温并保持 40-60℃,溶化混合均匀后,采用蠕动泵连续通过 2 个加有 100 克强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂的固定床,每个固定床反应温度 40-60℃、停留时间控制在 30-70 秒,得到小分子羟基硅油粗产品,粗产品经常压脱溶剂后再减压脱除低组份,得到小分子羟基硅油。

[0005] 其中强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂包括大孔型和凝胶型,包括以下牌号:732, D001, KY-2, KY-23。

[0006] 本发明方法以六甲基环三硅氧烷为原料,工艺可以连续化生产,重复性好;产品收率高,储存稳定性较好,储存期可以达到 6 个月以上,产品外观为无色透明液体,黏度在 15-30mm²/s,羟基含量在 6-10% 之间;生产过程中工艺无“三废”污染,溶剂和低沸物能够回收利用,可工业化大生产。

[0007] 稳定性体现在储存期 6 个月后,产品外观为无色透明液体,不分层,储存期 6 个月后羟基含量测量与储存期前相比下降不超过 5%。

具体实施方式

[0008] 实施例 1:

一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,将六甲基环三硅氧烷 1000 克、丙酮 1400 克、水 120 克加入到带搅拌的 3000ml 四口瓶中,升温并保持 50℃,溶化混合均匀后,采用蠕动泵连续通过 100 克 D001 强酸性离子交换树脂的固定床和 100 克 KY-23 强酸性离子交换树脂的固定床,每个固定床反应温度 50℃、停留时间控制在 50 秒,得到小分子羟基硅油粗产品,粗产品经常压脱溶剂后再减压脱除低组份,得到小分子羟基硅油,粘度 22CS,羟基含量 9%,收率 94.6%。

[0009] 稳定性体现在储存期 6 个月后,产品外观为无色透明液体,不分层,储存期 6 个月

后羟基含量测量与储存期前相比下降不超过 2%。

[0010] 实施例 2：

一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,将六甲基环三硅氧烷 1000 克、丙酮 1400 克、水 120 克加入到带搅拌的 3000ml 四口瓶中,升温并保持 40℃,溶化混合均匀后,采用蠕动泵连续通过加有 100 克 732 离子交换树脂的固定床和 100 克 KY-2 离子交换树脂的固定床,每个固定床反应温度 40℃、停留时间控制在 30 秒,得到小分子羟基硅油粗产品,粗产品经常压脱溶剂后再减压脱除低组份,得到小分子羟基硅油,粘度 24CS,羟基含量 8%,收率 90.1%。

[0011] 稳定性体现在储存期 6 个月后,产品外观为无色透明液体,不分层,储存期 6 个月后羟基含量测量与储存期前相比下降不超过 5%。

[0012] 实施例 3：

一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,将六甲基环三硅氧烷 1000 克、丙酮 1400 克、水 120 克加入到带搅拌的 3000ml 四口瓶中,升温并保持 60℃,溶化混合均匀后,采用蠕动泵连续通过 2 个加有 100 克 D001 强酸性离子交换树脂的固定床和 100 克 KY-2 离子交换树脂的固定床,每个固定床反应温度 60℃、停留时间控制在 70 秒,得到小分子羟基硅油粗产品,粗产品经常压脱溶剂后再减压脱除低组份,得到小分子羟基硅油,粘度 20CS,羟基含量 9%,收率 93.9%。

[0013] 稳定性体现在储存期 6 个月后,产品外观为无色透明液体,不分层,储存期 6 个月后羟基含量测量与储存期前相比下降不超过 5%。

[0014] 实施例 4：

一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,将六甲基环三硅氧烷 1000 克、丙酮 1400 克、水 120 克加入到带搅拌的 3000ml 四口瓶中,升温并保持 35℃,溶化混合均匀后,采用蠕动泵连续通过 1 个加有 100 克 732 离子交换树脂的固定床,每个固定床反应温度 38℃、停留时间控制在 27 秒,得到小分子羟基硅油粗产品,粗产品经常压脱溶剂后再减压脱除低组份,得到小分子羟基硅油,粘度 13CS,羟基含量 5%,收率 70.7%。

[0015] 稳定性体现在储存期 6 个月后,产品外观为无色透明液体,不分层,储存期 6 个月后羟基含量测量与储存期前相比下降不超过 8%。

[0016] 实施例 5：

一种连续法合成小分子羟基硅油的方法,将六甲基环三硅氧烷 1000 克、丙酮 1400 克、水 120 克加入到带搅拌的 3000ml 四口瓶中,升温并保持 65℃,溶化混合均匀后,采用蠕动泵连续通过 1 个加有 100 克 KY-23 强酸性离子交换树脂的固定床,每个固定床反应温度 65℃、停留时间控制在 75 秒,得到小分子羟基硅油粗产品,粗产品经常压脱溶剂后再减压脱除低组份,得到小分子羟基硅油,粘度 10CS,羟基含量 11%,收率 72.8%。

[0017] 稳定性体现在储存期 6 个月后,产品外观为无色透明液体,不分层,储存期 6 个月后羟基含量测量与储存期前相比下降不超过 10%。