



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110013690 A

(43)申请公布日 2019.07.16

(21)申请号 201910359397.6

(22)申请日 2019.04.30

(71)申请人 乌鲁木齐市华泰隆化学助剂有限公司

地址 831400 新疆维吾尔自治区乌鲁木齐市米东区化工工业园

(72)发明人 闫世友 魏琪 赵强 马豪杰

(74)专利代理机构 安徽知问律师事务所 34134
代理人 于婉萍 平静

(51)Int.Cl.

B01D 19/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种PVC用有机硅消泡剂及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种PVC用有机硅消泡剂及其制备方法,涉及工业用消泡剂。本发明的有机硅消泡剂,包括如下质量百分比的组分:主消泡剂10~20%;辅消泡剂5~10%;悬浮稳定水1~2%;无离子水70~80%;酸碱调节剂1~3%。其制备方法为:首先将稳定水母液加入到无离子水里面,搅拌15~20分钟,加入酸碱调节剂,缓慢调节稳定水的PH为6~7,待稳定水PH稳定时溶液呈透明状,再加入主消泡剂改性硅、辅助消泡剂水溶醚,搅拌25~30分钟,最后经剪切处理即制备得到有机硅消泡剂。本发明的PVC用有机硅消泡剂,可使消泡剂在高温条件下具有良好的抑泡效果且其生产工艺简单,存放稳定。

1. 一种PVC用有机硅消泡剂,其特征在于,该消泡剂包括如下质量百分比的组分:

主消泡剂	10~20%;
辅消泡剂	5~10%;
悬浮稳定水	1~2%;
无离子水	70~80%;
酸碱调节剂	1~3%。

2. 根据权利要求1所述的一种PVC用有机硅消泡剂,其特征在于:所述的主消泡剂为二甲基硅油、聚醚硅油和多元醇聚醚中的任一种。

3. 根据权利要求2所述的一种PVC用有机硅消泡剂,其特征在于:所述的主消泡剂优选为聚醚硅油。

4. 根据权利要求2或3所述的一种PVC用有机硅消泡剂,其特征在于:所述的辅消泡剂为水溶醚、聚氧丙烯季戊四醇醚、聚氧乙烯聚氧丙醇胺醚和聚氧丙烯甘油醚的任一种。

5. 根据权利要求4所述的一种PVC用有机硅消泡剂,其特征在于:所述的辅消泡剂优选为水溶醚。

6. 根据权利要求1-5中任一项所述的一种PVC用有机硅消泡剂,其特征在于:所述的悬浮稳定水为醇解度为70%的聚乙烯醇溶液、乳化剂吐温80、聚丙烯酸溶液和高级醇硫酸酯盐中的任一种。

7. 根据权利要求6所述的一种PVC用有机硅消泡剂,其特征在于:所述的悬浮稳定水优选为聚丙烯酸溶液。

8. 根据权利要求1-5中任一项所述的一种PVC用有机硅消泡剂,其特征在于:所述的酸碱调节剂采用氢氧化钠溶液。

9. 一种如权利要求1-8中任一项所述的PVC用有机硅消泡剂的制备方法,其特征在于,具体制备步骤如下:首先将稳定水母液加入到无离子水中配制成水溶液,然后加入酸碱调节剂,经搅拌均匀后再依次加入主消泡剂、辅消泡剂搅拌均匀,最后经剪切处理即制备得到所述的有机硅消泡剂。

10. 根据权利要求9所述的PVC用有机硅消泡剂的制备方法,其特征在于:加入酸碱调节剂调节稳定水的PH为6~7,待稳定水的PH值稳定后搅拌10~15分钟;所述剪切时间为5-20min。

一种PVC用有机硅消泡剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于工业用消泡剂技术领域,更具体地说,涉及一种PVC用有机硅消泡剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 在悬浮法生产PVC树脂的过程中,聚合釜中加入了大量分散剂,在高温搅拌作用下,聚合釜中会产生大量泡沫,泡沫中夹带有氯乙烯单体,在釜顶和冷凝器表面发生聚合反应,产生大量的粘壁物并堵塞釜顶通往回流冷凝器的集管,严重影响釜内聚合反应的正常进行。此外,泡沫无法快速消除会导致聚合釜溢泡现象的发生,并在PVC树脂出料过程中,残余泡沫会夹带树脂颗粒进入污水处理系统,这将严重影响树脂产率,也给污水处理带来了较大的困难。因此,PVC树脂生产过程中,需要及时加入消泡剂以减少聚合釜中的泡沫。

[0003] 为了解决PVC树脂生产过程中的这些问题,自80年代初国内开始研制和使用消泡剂,其主要类型有两种,一种是纯聚醚型的,一种是油型的。纯聚醚型消泡剂对氯乙烯聚合体系没有污染,但消泡效果和抑泡效果相对较差。油性消泡剂效果好,属高分子材料,在氯乙烯聚合中不与单体结合或聚合,只能游离在体系中,有污染PVC树脂的问题。

[0004] 目前现有的PVC用有机硅消泡剂,主要是以水乳液为主,将有机硅成分和乳化剂混合进行乳化,但其存放时间相对较短,在放置一段时间后会发生破乳分层,从而影响其使用效果。同时,由于有机硅消泡剂中需要添加多种乳化剂及其助乳化成分,将其复配成水乳液体系,因其复合体系成分较多,从而影响主要成分发挥作用。另外,现有有机硅消泡剂在乳化复配的过程中,需要长时间搅拌,剪切,在乳化的过程中还要对其加热,后低温包装,生产周期较长,生产工艺复杂,不易控制,升温过程易对人员造成伤害,且消泡剂在高温下的使用效果并不理想。因此生产一种高温抑泡效果好,效率高,存放稳定,且工艺简单的PVC有机硅消泡剂是目前研究的重点。

[0005] 经检索,中国专利号2012104516104,授权公告日为2012年11月12日,发明创造名称为:一种消泡剂,该申请案涉及一种消泡剂,包括水10-70份,二甲基硅油32-35份,聚醚改性硅油30-35份,乳化剂20-25份,分散剂0.5-0.8份,所述乳化剂为脂肪醇聚氧乙烯醚,所述二甲基硅油的闪点为295-300℃,所述分散剂为二氧化硅、丙烯酸类共聚物和聚甲基硅烷中的一种或两种以上任意配比的混合物,所述份数均为质量份数。该申请案的消泡剂虽然经济、环保、安全、制备简单,常温下消泡抑泡功效较好,但其在高温环境下的消泡抑泡效果不甚理想,有待进一步提高。

[0006] 又如,中国专利号2007103019207,授权公告日为2008年7月16日,发明创造名称为:聚氯乙烯聚合有机硅接枝聚醚消泡剂的制备方法,该申请案的制备方法是:第一步,含氢中间体的合成:原料及配比:八甲基环四硅氧烷100份,含氢硅油25-30份,六甲基二硅氧烷15-20份,浓硫酸25-30份,碳酸钠15-18份。第二步含氢中间体与聚醚的接枝,原料配比:含氢中间体100份,聚醚300-350份,氯化钡催化剂0.001-0.0015份。该申请案制备的消泡剂虽然具有快速抑泡的功能,且体系较稳定,但其在高温抑泡方面仍有待进一步提高,同时其生

产工艺较为复杂。

发明内容

[0007] 1. 发明要解决的技术问题

[0008] 本发明的目的在于克服现有PVC用有机硅消泡剂的稳定性相对较差,放置一定时间后易发生破乳分层,且其高温下的消泡抑泡效果有待进一步提高的不足,提供了一种PVC用有机硅消泡剂及其制备方法。采用本发明的技术方案可以有效提高消泡剂的存放稳定性,消泡剂可长期放置不分层不影响使用效果,且其消泡抑泡效果,尤其是在高温下的消泡抑泡效果也得到了有效改善。

[0009] 2. 技术方案

[0010] 为达到上述目的,本发明提供的技术方案为:

[0011] 本发明的一种PVC用有机硅消泡剂,该消泡剂包括如下质量百分比的组分:

主消泡剂 10~20%;

辅消泡剂 5~10%;

[0012] 悬浮稳定水 1~2%;

无离子水 70~80%;

酸碱调节剂 1~3%。

[0013] 更进一步的,所述的主消泡剂为二甲基硅油、聚醚硅油和多元醇聚醚中的任一种。

[0014] 更进一步的,所述的主消泡剂优选为聚醚硅油。

[0015] 更进一步的,所述的辅消泡剂为水溶醚、聚氧丙烯季戊四醇醚、聚氧乙烯聚氧丙醇胺醚和聚氧丙烯甘油醚的任一种。

[0016] 更进一步的,所述的辅消泡剂优选为水溶醚。

[0017] 更进一步的,所述的悬浮稳定水为醇解度为70%的聚乙烯醇溶液、乳化剂吐温80、聚丙烯酸溶液和高级醇硫酸酯盐中的任一种。

[0018] 更进一步的,所述的悬浮稳定水优选为聚丙烯酸溶液。

[0019] 更进一步的,所述的酸碱调节剂采用氢氧化钠溶液。

[0020] 本发明的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,具体制备步骤如下:首先将稳定水母液加入到无离子水中配制成水溶液,然后加入酸碱调节剂,经搅拌均匀后再依次加入主消泡剂、辅消泡剂搅拌均匀,最后经剪切处理即制备得到所述的有机硅消泡剂。

[0021] 更进一步的,加入酸碱调节剂调节稳定水的PH为6~7,待稳定水的PH值稳定后搅拌10~15分钟;所述剪切时间为5-20min。

[0022] 3. 有益效果

[0023] 采用本发明提供的技术方案,与现有技术相比,具有如下显著效果:

[0024] (1) 本发明的一种PVC用有机硅消泡剂,包括主消泡剂、辅消泡剂、悬浮稳定水、无离子水和酸碱调节剂,通过对消泡剂的组分及配比进行优化设计,从而可以在保证消泡剂的消泡、抑泡效果的基础上,有效提高消泡剂的稳定性,延长了其存放时间,消泡剂在长期存放过程中不易发生破乳分层,进而保证了其使用效果。

[0025] (2) 本发明的一种PVC用有机硅消泡剂,通过主消泡剂与辅消泡剂的复配,尤其是

当主消泡剂采用聚醚硅油,辅消泡剂采用水溶醚时,可以有效保证消泡剂的消泡效果,其消泡速率较快,平均用时在3秒以下,同时还可以改善消泡剂的抑泡效果,尤其是在高温下的抑泡效果较为优良,可在体系温度为80摄氏度时有效抑泡。

[0026] (3) 本发明的一种PVC用有机硅消泡剂,当悬浮稳定水选用聚丙烯酸溶液时,对消泡剂的稳定性改善效果最好,不仅可以提高消泡剂的常温稳定性,同时还可以有效提高其高温稳定性,进而保证消泡剂在高温下的使用效果。另外,聚丙烯酸稳定水与其他消泡剂组分之间的相容性较好,本发明无需额外添加乳化剂组分,复合体系成分相对简单,因此不会对主要成分作用的发挥造成影响。

[0027] (4) 本发明的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,通过对有机硅消泡剂的组分与配比进行优化设计,尤其通过特定稳定水的选择以及主消泡剂与辅消泡剂的复配,从而可以在有效解决现有有机硅消泡剂存在的消泡抑泡问题的基础上,有效提高消泡剂的存放稳定性及高温稳定性,并且该消泡剂复配简单,大大减少了生产成本。

[0028] (5) 本发明的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,其制备工艺简单,只需要将各组分进行简单的混合处理即可,而无需进行加热升温处理,其生产周期合理,反应过程易控制。同时,本发明通过对各组分的添加顺序进行优化设计,有利于进一步保证所得消泡剂的使用性能,且采用本发明的消泡剂可以有效减少消泡剂的使用量。

具体实施方式

[0029] 本发明的一种PVC用有机硅消泡剂,该消泡剂包括主消泡剂,辅消泡剂,悬浮稳定水,无离子水和酸碱调节剂,其中主消泡剂占消泡剂总量的10~20%,辅消泡剂占消泡剂总量的5~10%,悬浮稳定水占消泡剂总量的1~2%,无离子水占消泡剂总量的70~80%,酸碱调节剂占消泡剂总量的1~3%。上述主消泡剂选用二甲基硅油、聚醚硅油、多元醇聚醚中的任一种,优选为聚醚硅油;辅消泡剂为水溶醚、聚氧丙烯季戊四醇醚、聚氧乙炔聚氧丙醇胺醚和聚氧丙烯甘油醚的任一种,优选为水溶醚(水溶聚醚);悬浮稳定水选用醇解度为70%的聚乙烯醇溶液、乳化剂吐温80、聚丙烯酸溶液、高级醇硫酸酯盐的任一种,优选为聚丙烯酸溶液(丙烯酸/C10~30烷基丙烯酸酯交联聚合物)。

[0030] 现有PVC用有机硅消泡剂通常为乳液,在热力学上是一种不稳定体系,经放置一段时间后会发生破乳分层,且其在高温下的稳定性也较差,从而影响使用效果。针对以上问题,本发明对消泡剂的组成与配比进行优化设计,尤其是通过主消泡剂、辅消泡剂以及稳定水之间的相互协同作用,从而可以在提高消泡剂消泡、抑泡性能的基础上,有效改善消泡剂的存放稳定性及热稳定性。具体的,采用本发明的消泡剂可迅速将起泡体系的泡沫消掉,其平均用时在3秒以下,该消泡剂在高温抑泡方面也效果优良,可在体系温度为80℃时有效抑泡;同时,本发明的消泡剂为一种高分子悬浊液,可长期放置不分层不影响使用效果,放置保质时间长。另外,通过采用本发明的组分配方还可以取消现有有机硅消泡剂中乳化剂的添加,从而可以避免添加剂添加较多对主要消泡成分作用的发挥,且该消泡剂复配简单,大大减少了生产成本。

[0031] 本发明的PVC用有机硅消泡剂的制备方法,首先将1~2%的稳定水母液加入到70~80%的无离子水里面,搅拌15~20分钟形成水溶液,然后加入1~3%的酸碱调节剂,缓慢调节使稳定水的PH为6~7,待稳定水PH稳定时溶液呈透明状,再加入10~20%的主消泡剂、

5~10%的辅助消泡剂,搅拌25~30分钟,最后剪切5-20分钟,完成制备。本发明的消泡剂的制备工艺简单,只需要将各组分进行简单的混合处理即可,而无需进行加热升温处理,其生产周期合理,反应过程易控制。同时,本发明通过对各组分的添加顺序进行优化设计,有利于进一步保证所得消泡剂的使用性能,且采用本发明的消泡剂可以有效减少消泡剂的使用量。

[0032] 为进一步了解本发明的内容,下面结合实施例对本发明作进一步的描述。需要说明的是,由于篇幅有限,此处仅列举部分实施例,具体消泡剂的配比并不局限于具体实施例的范围。

[0033] 实施例1

[0034] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1%的聚丙烯酸母液加入到75%的无离子水里面,搅拌20分钟,然后加入1%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为6,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,搅拌10分钟,加入15%的主消泡剂聚醚硅油,8%的辅消泡剂水溶醚,搅拌30分钟,之后剪切10分钟。

[0035] 样品性能测试:

[0036] 1、热稳定性:

[0037] 将试样在温度100度烘箱中放置1小时后,观察试样水溶液无分层沉淀情况。

[0038] 2、常温稳定性试验

[0039] 将试样常温放置3个月,试样无分层现象,状态良好流动性良好。

[0040] 3、消泡实验

[0041] 该消泡剂的性能:消泡速度(振荡法) $<4S$ 、抑泡效果(鼓泡法) $\leq 90mL/3min$ 。按照 $70m^3$ 聚合釜计算,现用聚醚消泡剂 $13.5kg/釜$,采用本实施例的消泡剂只需 $5kg$ 即可。

[0042] 实施例2

[0043] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1.5%聚丙烯酸母液加入到75%的无离子水里面,搅拌20分钟,加入1.5%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,调节稳定水pH为6,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入13%的主消泡剂改性硅(聚醚硅油),9%的辅消泡剂水溶醚,搅拌30分钟,之后剪切10分钟。本实施例所得消泡剂的稳定性及消泡抑泡效果同实施例1较为接近。

[0044] 实施例3

[0045] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将2%聚丙烯酸母液加入到79%的无离子水里面,搅拌15分钟,加入2%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,调节稳定水pH为7,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入10%的主消泡剂改性硅(聚醚硅油),7%的辅消泡剂水溶醚,搅拌25分钟,之后剪切5分钟。本实施例所得消泡剂的稳定性及消泡抑泡效果同实施例1较为接近。

[0046] 实施例4

[0047] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1.8%的聚丙烯酸母液加入到78%的无离子水里面,搅拌18分钟,加入1.2%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为6,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入14%的主消泡剂聚醚硅油,5%的辅消泡剂水溶醚,搅拌27分钟,之后剪切20分钟。本实施例所得消泡剂的稳定性及消泡抑泡效果同实施例1较为接近。

[0048] 实施例5

[0049] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1%的聚丙烯酸母液加入到70%的无离子水里面,搅拌17分钟,加入3%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为7,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入20%的主消泡剂聚醚硅油,6%的辅消泡剂水溶醚,搅拌25分钟,之后剪切15分钟。本实施例所得消泡剂的常温及高温稳定性现对于现有有机硅消泡剂得到了有效改善,具体与实施例1较为接近,且其消泡时间为5s,抑泡时间可达8min。

[0050] 实施例6

[0051] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1.5%的高级醇硫酸酯盐加入到75%的无离子水里面,搅拌20分钟,加入2.5%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为7,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入15%的主消泡剂聚醚硅油,6%的辅消泡剂水溶醚,搅拌30分钟,之后剪切10分钟。本实施例所得消泡剂可常温下存储2个月不发生分层,但其高温稳定性相对较差,在温度100度烘箱中放置1小时后,观察试样水溶液发生了分层现象。

[0052] 实施例7

[0053] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1%的醇解度为70%的聚乙烯醇加入到70%的无离子水里面,搅拌15分钟,加入2%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为6,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入20%的主消泡剂聚醚硅油,7%的辅消泡剂水溶醚,搅拌27分钟,之后剪切10分钟。本实施例所得消泡剂的高温稳定性相对较好,在温度100度烘箱中放置1小时后不发生分层现象,且其可常温下存储1个月不发生分层。

[0054] 实施例8

[0055] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1%的聚丙烯酸母液加入到70%的无离子水里面,搅拌17分钟,加入3%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为7,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入20%的主消泡剂二甲基硅油,6%的辅消泡剂聚氧丙烯甘油醚,搅拌25分钟,之后剪切15分钟。本实施例所得消泡剂的常温及高温稳定性现对于现有有机硅消泡剂得到了有效改善,其消泡时间为10s,抑泡时间为3min。

[0056] 实施例9

[0057] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1%的聚丙烯酸母液加入到70%的无离子水里面,搅拌17分钟,加入3%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为7,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入20%的主消泡剂聚醚多元醇,6%的辅消泡剂聚氧乙烯聚氧丙醇胺醚,搅拌25分钟,之后剪切15分钟。本实施例所得消泡剂的常温及高温稳定性现对于现有有机硅消泡剂得到了有效改善,其消泡时间为11s,抑泡时间为5min。

[0058] 实施例10

[0059] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1%的聚丙烯酸母液加入到70%的无离子水里面,搅拌17分钟,加入3%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为7,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入20%的主消泡剂二甲基硅

油,6%的辅消泡剂聚氧丙烯季戊四醇醚,搅拌25分钟,之后剪切15分钟。本实施例所得消泡剂的消泡时间为11s,抑泡时间为2min。

[0060] 实施例11

[0061] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1%的聚丙烯酸母液加入到70%的无离子水里面,搅拌17分钟,加入3%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为7,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入20%的主消泡剂聚醚硅油,6%的辅消泡剂聚氧丙烯甘油醚,搅拌25分钟,之后剪切15分钟。本实施例所得消泡剂的消泡时间为6s,抑泡时间为7min。

[0062] 实施例12

[0063] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1%的聚丙烯酸母液加入到70%的无离子水里面,搅拌17分钟,加入3%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为7,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入20%的主消泡剂聚醚多元醇,6%的辅消泡剂聚氧丙烯甘油醚,搅拌25分钟,之后剪切15分钟。本实施例所得消泡剂的消泡时间为13s,抑泡时间为4min。

[0064] 实施例13

[0065] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1%的聚丙烯酸母液加入到70%的无离子水里面,搅拌17分钟,加入3%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为7,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入20%的主消泡剂聚醚硅油,6%的辅消泡剂聚氧丙烯甘油醚,搅拌25分钟,之后剪切15分钟。本实施例所得消泡剂的消泡时间为8s,抑泡时间为3min。

[0066] 实施例14

[0067] 本实施例的一种PVC用有机硅消泡剂的制备方法,包括以下步骤:将1%的聚丙烯酸母液加入到70%的无离子水里面,搅拌17分钟,加入3%的酸碱调节剂氢氧化钠溶液,缓慢调节稳定水pH为7,待稳定水pH稳定时此时溶液呈透明状,加入20%的主消泡剂聚醚硅油,6%的辅消泡剂聚氧乙烯聚氧丙醇胺醚,搅拌25分钟,之后剪切15分钟。本实施例所得消泡剂的消泡时间为6s,抑泡时间为4min。