

# 甲基硅油生产工艺改良研究

谭正阳 傅华禹 (浙江传化功能新材料有限公司, 浙江 杭州 311000)

**摘要:** 甲基硅油具有多种应用价值, 能应用于电力绝缘、机械润滑、防尘等工作中, 也能作为部分化学产品的添加剂来使用, 因此各产业对甲基硅油的需求量很多, 同时也提出了甲基硅油质量要求。但传统甲基硅油生产工艺有很多缺陷, 对甲基硅油的产量及质量都有不利影响, 因此需要对甲基硅油生产工艺进行改良, 本文就出于工艺改良目的展开研究, 主要论述甲基硅油生产现状与传统工艺的缺陷, 随后提出改良方案, 同步展开实验测试, 介绍改良工艺效果。

**关键词:** 甲基硅油; 生产工艺改良; 八甲基环四硅氧烷

## 0 引言

目前, 我国甲基硅油产品在种类上虽然很多, 但在产量以及质量上相对滞后, 还远远达不到世界先进水平, 而这一切的原因都可以归结到甲基硅油的传统生产工艺, 因此出于产业乃至国家发展目的, 有必要对传统生产工艺进行改良。但工艺的改良不可盲目, 必须经过多番尝试, 并拿出可靠证据来证实改良后的工艺可行才能实现工艺改良目的, 因此有必要展开相关研究, 这具有重大意义。

## 1 甲基硅油生产现状与传统工艺的缺陷

### 1.1 生产现状

甲基硅油属于有机硅产品, 是此类产品中的大类, 细分之下有许多小类, 诸如甲基含氢硅油、甲基苯基硅油、甲基氯苯基硅油、甲基三氟丙基硅油等, 而这些就是我国目前主要生产的甲基硅油类产品, 但这些产品在质量上相对不足, 属于中低端产品, 类似含氢硅油、聚醚硅油、氨基硅油等高端甲基硅油产品, 我国的产量非常少, 因此此类高端产品依旧依赖进口。在这种情况下, 过度依赖进口不仅会带来较大的成本, 还会导致我国在甲基硅油产业层面上受制于人, 因此为了改变这一格局, 必须对传统工艺进行改良, 利用改良后的工艺生产甲基硅油, 提高其质量与产量<sup>[1]</sup>。

### 1.2 传统工艺缺陷

甲基硅油的传统生产工艺流程为: 依照一定比例称取二甲基环硅氧烷与六甲基二硅氧烷, 随后按批次将两者投入配料釜内进行混合处理; 利用泵送方式将混合料输入反应塔(也可以是聚合釜), 借助固体酸催化作用促成开环聚合反应, 得到硅油粗产品; 将硅油粗产品泵送至脱低设备可去除其中低沸物, 同步展开过滤、分装, 得到甲基硅油产品。在这个流程中反应塔是核心设备, 此类设备具有两种形式, 分别为固定床、搅拌式, 而这两种形式的反应塔就是传统工艺的缺陷所在, 即采用固定床, 会限制甲基硅油的黏度性能, 无法用于黏度要求高的甲基硅油生产, 而此类硅油属于高端硅油产品; 使用搅拌式反应塔, 会导致固体酸催化剂在搅拌作

用下被严重磨损, 带来大量难以去除的悬浮物, 不利于产品外观与性能。

## 2 甲基硅油生产工艺改良方案

### 2.1 改良要求

出于提高甲基硅油黏度性能、与此类硅油产品产量的目的, 本文对甲基硅油生产工艺改良提出的主要要求就是消除传统工艺缺陷, 并且能针对性的提高黏度性能与生产效率, 若改良后的甲基硅油生产工艺满足两项要求, 则说明工艺改良成功, 改良方案有效。

### 2.2 方案详情

结合改良要求, 本文对传统生产工艺进行了改良, 改良后的生产工艺情况为: 依照流量要求将液相物料连续的送入配料釜内, 随后泵入连续反应器, 反应器内预先加入了催化剂, 会对液相物料进行催化反应; 借助连续反应器内的气体压力(压力值可控)进行搅拌, 促使液相物料与催化剂全面接触, 此时产生的催化反应为平衡化反应, 整个反应过程需持续一段时间, 一般为30min; 反应完成后, 得到催化反应作用的液相物料会从出口流出, 进入脱低设备接受低沸物脱出处理, 最终分装即可<sup>[2]</sup>。

### 2.3 改良后工艺优势

改良后的工艺相较于传统工艺有三方面优势: ①产品质量方面, 传统甲基硅油的八甲基环四硅氧烷、六甲基二硅氧烷的质量比例一般为90:3, 但先进产品的比例一般可达93:4, 这种差距在数值上虽不明显, 但在实际产品中会造成明显差异。而通过改良后的工艺, 预计可以让甲基硅油的八甲基环四硅氧烷、六甲基二硅氧烷的质量比例达到95:5以上, 这已经是高等级甲基硅油产品的水平; ②产品生产效率方面, 传统工艺为保障产品质量普遍会选择搅拌式工艺, 造成的磨损等影响会让工艺生产变得不稳定, 经常产生残次品, 反观改良工艺避免了这种影响发生, 因此同速度下改良后工艺的稳定性更高, 用相同数量的原材料能生产出更多的甲基硅油产品; ③工艺生产能力方面, 改良后工艺生产的甲基硅油产品已经可以达到高等级产品档次, 而这一点是传统工艺无

法实现的。

### 3 改良后生产工艺测试

#### 3.1 测试方案

测试过程中主要以八甲基环四硅氧烷、六甲基二硅氧烷作为原料,选择全氟磺酸型阳离子交换树脂作为催化剂,随后采用改良工艺展开甲基硅油生产工作。测试将针对整个生产过程与最终产品进行,重点检验反应温度与平衡反应产品黏度的关系、脱低温度对产品性能的影响程度。

#### 3.2 测试方法

测试过程中准备好相关设备,本文测试中的设备情况见表1。

表1 本文测试设备情况

设备名称	型号
表面张力仪	BZY-1
开口闪点测定仪	SYD-3536
倾点测定仪	DSL-094Z
折光仪	WYA-2W
凝胶渗透色谱仪	1515-GPC

随后进行甲基硅油生产,过程中八甲基环四硅氧烷、六甲基二硅氧烷的质量比例、全氟磺酸型阳离子交换树脂催化剂用量、搅拌时间见表2。

表2 甲基硅油生产工艺要求(改良后)

项目	要求
八甲基环四硅氧烷、六甲基二硅氧烷的质量比例	95:5
全氟磺酸型阳离子交换树脂催化剂用量	反应液相原料质量的0.5%
搅拌时间	50min

在最终测试环节,本文的测试指标与对应测试方法见表3。

表3 测试指标与测试方法

测试指标	测试方法
黏度	HG/T2363-1992《硅油运动黏度试验方法》
闪点	GB267-1988《石油产品闪点与燃点测定法-开口杯法》
挥发分	GB6470-1986《漆料挥发物和不挥发物的测定》

#### 3.3 测试结果

遵照测试方案,本文测试结果见下文。

##### 3.3.1 反应温度与平衡反应产品黏度的关系

在改良后的甲基硅油生产工艺中,甲基硅油的聚合是从八甲基环四硅氧烷、六甲基二硅氧烷之间产生热动力学平衡反应开始的,随即进入开环聚合过程,这时混合液的活性中心会与有张力的环硅氧烷 Si-O 键发生冲突,使得环硅氧烷成为线状硅氧烷。完成后,活性中心还会与无张力硅氧烷、线性聚硅氧烷的 Si-O 键发生冲突,这能让环硅氧烷在开环聚合使变成高摩尔质量的聚硅氧烷,与此同时也让线性聚硅氧烷分子链断裂,断裂后聚合与解聚之间将达成微妙的动态平衡关系。在这个

过程中,热动力学平衡反应是温度会对平衡反应产品的黏度造成影响,因此两者有关,本文就进行了相关的测试统计,主要在50min的反应时间内,测试了50℃、80℃、100℃温度条件下甲基硅油的黏度,结果见表4。

表4 反应温度与平衡反应产品黏度的关系

反应时间	反应温度	产品黏度
50min	50℃	26/mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup>
	80℃	49/mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup>
	100℃	53/mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup>

根据表4,温度越高则产品黏度越大,这就是反应温度与平衡反应产品黏度的关系体现。但值得注意的是,对于甲基硅油而言其黏度并非越大越高,参照市场需求,甲基硅油的黏度一般要保持在48-50/mm<sup>2</sup>·s<sup>-1</sup>之间,那么参照表4结果,80℃是最佳反应温度。

##### 3.3.2 脱低温度对产品性能的影响程度

脱低设备在传统生产工艺及改良后生产工艺中都有存在,因此该设备非常重要,而该设备脱除低沸物的主要原理也是依靠温度,温度越高则脱除效果越好,但如果温度过高又会对产品黏度造成不利影响,因此脱除温度对甲基硅油产品的性能有直接影响,需要选择最佳脱除温度。经本文测试中选择了黏度为49/mm<sup>2</sup>·s<sup>-1</sup>的甲基硅油产品为测试对象,进行了3次60min的脱低处理,每次处理时的温度分别为210℃、230℃、250℃,测试结果见表5。

表5 脱低温度对产品性能的影响程度

脱低温度	闪点	挥发分	黏度
210℃	280℃	2.4%	32/mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup>
230℃	299℃	1.1%	35/mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup>
250℃	311℃	0.06%	48/mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup>

根据表5,在脱低温度在250℃时闪点温度最高、挥发分最小,同时黏度最高,说明该脱低温度的脱低效果最优,且对产品的黏度影响程度最小,因此250℃是最佳脱低温度。

### 4 结语

本文了解了甲基硅油传统生产工艺的缺陷,随即进行了改良,并对改良后的工艺进行了介绍。文中对改良后的工艺进行了测试,结果显示在改良后的工艺中,只要控制好反应温度能够让甲基硅油的黏度性能提升,弥补传统工艺下甲基硅油产品性能的最大缺陷,因此改良工艺有效,同时文中还测试了脱低温度对产品性能的影响程度,确认了最佳脱低温度,对产品最终质量起到保障作用。

#### 参考文献:

- [1] 何志慧. 甲基硅油生产工艺的优化 [J]. 中国化工贸易, 2018(10):79.
- [2] 倪志远. 浅谈二甲基硅油生产工艺及催化剂的选择 [J]. 中国石油和化工标准与质量, 2018,38(22):153-154.