

Pilotscale Experiment and Characteristics of Microcapsulated Paraffin by Direct Preparation Process

Zi-di Gu, Hua Yan, Shu-lian Chen, Rong-sheng Yu, Jian-xian Qiao, Yun-jia Zhang

Department of chemical and materials engineering, Logistic Engineering University, 401311, Chongqing, China

Abstract: Microcapsule containing paraffin as an internal phase was prepared by direct preparation process in 100L reactor. The microcapsules were characterized, and the impact of pilotscale experiment on the process was discussed. The thermal analysis results showed that the phase transition temperature ranges from 313K to 353K. The endotherm peak temperature, phase transition enthalpy and heat-resistant temperature are 338K, 114J/g, 523K, respectively. Results showed that the property of pilotscale products is similar with the property of laboratory-scale products.

Keywords: direct preparation process; microcapsulated paraffin; pilotscale experiment; thermal property

石蜡微胶囊的一步法中试及热性能

顾子迪, 晏华, 陈淑莲, 余荣升, 乔建仙, 张云佳

后勤工程学院 化学与材料工程系, 重庆, 中国, 401311

Email: guzidi2004@163.com

摘要: 采用一步法在 100L 反应釜进行石蜡微胶囊制备的中试, 探讨了中试工艺的特点及其对产品热性能的影响。中试石蜡微胶囊相变范围为 40~80℃, 相变峰值和热焓分别为 65℃、120 J/g, 分解温度达 250℃。结果表明中试产品与实验室小试产品的热性能基本接近。

关键词: 一步法; 石蜡微胶囊; 中试; 热性能

1 引言

石蜡微胶囊相变材料不但保留了石蜡相变潜热大, 温度调节能力强的优点, 并且具有致密的结构和稳定的性能, 目前已得到了广泛的应用。石蜡微胶囊相变材料具有优异的热能贮存和温度调节控制功能, 可保持物体表面和内部温度在适宜的范围内, 在建筑节能和军事伪装上具有重要的应用前景^[1]。

目前, 对于石蜡微胶囊的制备、性能及其应用已有大量的研究^[2-3]。本文利用一步法在 100L 反应釜内进行石蜡微胶囊制备的中试, 通过与实验室小试的比较探讨中试工艺的特点, 并考察中试工艺对产物热性能的影响。

2 实验

2.1 石蜡微胶囊的一步法中试制备工艺

原料: 工业石蜡(熔点: 52℃), 尿素(工业级), 甲

基金项目: 重庆市科技攻关计划基金资助项目(CSTC,2010AC4033);

基金项目: 后勤工程学院青年科技基金资助项目(YQ09-42702)。

醛溶液(工业级), 聚乙烯醇(PVA, 工业级), 间苯二酚(工业级), 甲苯(工业级), 盐酸溶液(分析纯)。

中试过程如下: 清洁 100L 反应釜, 加水搅拌升温至 80℃, 加聚乙烯醇(PVA), 返料两次, 使其完全溶解。待 PVA 完全溶解后, 加尿素后再次返料。用盐酸调节反应釜内 PH 值到 2, 保持温度 80℃, 加入工业石蜡。控制温度为 70℃, 分次加入甲醛并反应 2h, 然后加入间苯二酚反应 1.5h。粗料经离心过滤, 用 80℃ 热水洗涤 1-3 次, 再离心过滤, 得到粉末状中试产物。实验室小试制备方法见文献^[2]。

2.2 表征方法

采用差示量热-热重同步热分析仪(DSC-TGA)表征微胶囊的热性能, 气氛为氮气, 升温速率为 5℃/min, 升温区间分别为 20~100℃、20~350℃。

3 结果与讨论

3.1 石蜡微胶囊中试工艺的特点

中试采用工业级原料并且数量放大, 在工艺过程、

样品后处理中均存在差异。

中试原料数量上的增大，使物质传递和热量传导效率降低，必须在 PVA 溶解和石蜡的乳化阶段进行多次返料，否则将影响微胶囊的形成。在后处理方面，实验室小试需依次用热水、乙醇和热石油醚洗涤，而中试产品只是经过简单的 1-3 次热水洗涤，降低成本的同时造成微胶囊表面石蜡等有机物质残留。

3.2 热性能

中试石蜡微胶囊的 DSC-TGA 结果如图 1，与实验室小试产品的结果基本类似。两者比较看出，两种石蜡微胶囊相变范围均为 40~80℃，相变峰值基本相同。中试微胶囊相变热焓为 119.8J/g，较小试产品相变热焓 (98.7J/g) 大。原因可能是石蜡未能充分乳化

成均匀细小的液滴，有部分大石蜡液滴被壁材包裹；或者只经热水洗涤，表面还残留未被包裹的石蜡。

中试产品分别经一、二、三次热水洗涤后热性能差别不大，如图 2 所示。原因可能在于中试工艺洗涤过程为搅拌水洗，比较充分。结果说明可以通过一次水洗代替三次水洗，缩短工艺流程，并进一步降低生产成本。

中试微胶囊耐热性测试结果如图 3 所示：250℃ 内质量变化小于 5%，250℃ 之后开始明显下降。在 275℃ 左右出现吸热峰，此峰可能是样品中的脲醛树脂壁材吸热气化导致。结果表明中试产品可经受 250℃ 高温，是一种热焓高，稳定耐热的相变材料。

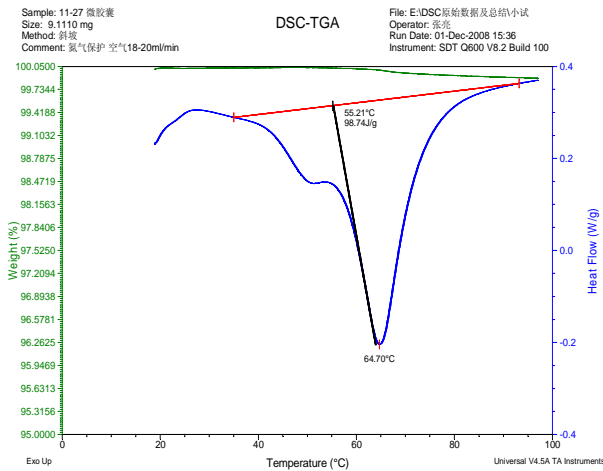


Figure 1: DSC - TGA curve of paraffin microcapsule: laboratory experiment (top), pilotscale experiment (down)

图 1: 石蜡微胶囊的 DSC-TGA 曲线: 实验室小试 (上), 中试 (下)

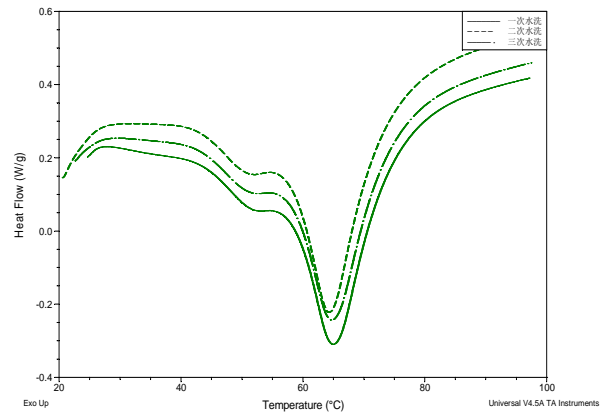


Figure 2: the DSC curve of pilotscale products by one, two and three times of hot water washing

图 2: 中试产品分别经一、二、三次热水洗涤后的 DSC 曲线

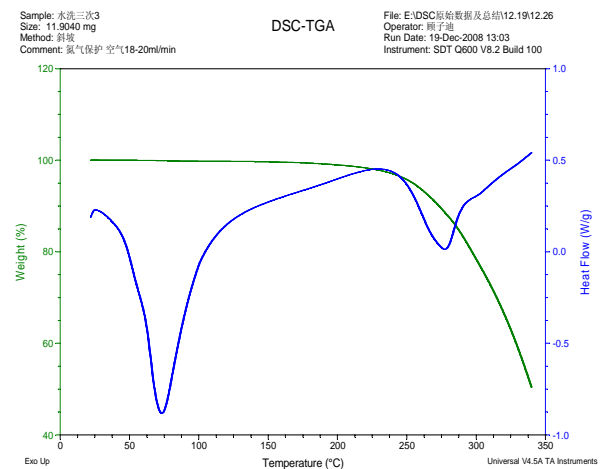
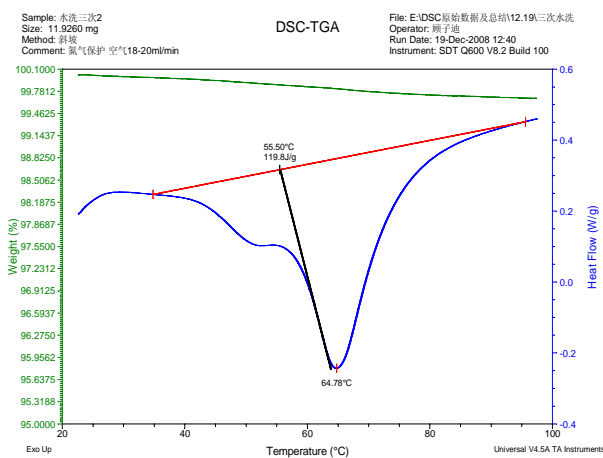


Figure 3: heat resistance of paraffin microcapsule prepared by pilotscale experiment

图 3: 中试石蜡微胶囊的耐热性

4 结论

本文利用一步法成功地对石蜡微胶囊的制备进行中试。与实验室小试工艺相比,中试采用工业级原料,并用1-3次热水洗涤后处理代替过去的热水、乙醇和热石油醚洗涤,降低了制备成本,但中试产品的热性能与实验室小试产品基本接近。相变范围和相变峰值与小试产品基本一致,热焓较高,并可在250℃高温内稳定使用。

References (参考文献)

[1] Huajun Mao, Hua Yan. Review of microencapsulated phase

change materials[J]. Journal of Functional Materials, 2006, 36 (7): 1022-1026.

毛华军,晏华,谢家庆,等.微胶囊相变材料研究进展[J].功能材料,2006,36(7):1022-1026.

[2] Huajun Mao, Hua Yan. Research of preparation of paraffin microcapsules by in situ polymerization[J]. Journal of Functional Materials, 2007, 38 (Supplement): 3172-3174.

毛华军,晏华,谢家庆,等.原位聚合法制备石蜡微胶囊的工艺研究[J].功能材料,2007,38(增刊):3172-3174.

[3] Yi Yang, Tingjie Wang. Direct Preparation Process of Microcapsules by in situ Polymerization of Urea-Formaldehyde[J]. Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 2005, 19(3): 338-343.

杨毅,王亭杰,裴广玲,等.一步法制备脲醛树脂微胶囊过程的研究[J].高等化学工程学报,2005,19(3):338-343.