

85年10月18日修正

399074 補充

399074

3.31

公告本

A4
C4

申請日期	87. 2.18
案號	87102255
類別	C08G77/04

中文說明書修正本(87年10月)

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中文	製備矽氧烷組合物之方法
	英文	PROCESS FOR MAKING SILOXANE COMPOSITIONS
二、發明 人	姓名	1.潤米拜司奇夫 2.理查 泰勒
	國籍	1.法國 2.英國
	住、居所	1.比利時布魯薩斯市迪哈瑞斯大道134A號 2.英國貝瑞市聖保羅斯大道11號
三、申請人	姓名 (名稱)	英商道康寧股份有限公司
	國籍	英國
	住、居所 (事務所)	英國威爾斯郡南格拉莫根市巴瑞鎮加地夫路
	代表 姓名	馬歇爾·巴羅斯

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

85年10月18日修正

399074 補充

399074

3.31

公告本

A4
C4

申請日期	87. 2.18
案號	87102255
類別	C08G77/04

中文說明書修正本(87年10月)

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中文	製備矽氧烷組合物之方法
	英文	PROCESS FOR MAKING SILOXANE COMPOSITIONS
二、發明 人	姓名	1.潤米拜司奇夫 2.理查 泰勒
	國籍	1.法國 2.英國
	住、居所	1.比利時布魯薩斯市迪哈瑞斯大道134A號 2.英國貝瑞市聖保羅斯大道11號
三、申請人	姓名 (名稱)	英商道康寧股份有限公司
	國籍	英國
	住、居所 (事務所)	英國威爾斯郡南格拉莫根市巴瑞鎮加地夫路
	代表 姓名	馬歇爾·巴羅斯

裝訂線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利, 申請日期: 案號: , 有 無主張優先權
 英國 1997年2月20日 970334.7 有 無主張優先權

有關微生物已寄存於: , 寄存日期: , 寄存號碼:

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

五、發明說明(1)

本發明係製備矽氧烷組合物之方法，更特定言之為其中高黏度聚矽氧烷分散在揮發性、環狀聚矽氧烷(亦習知環矽氧烷)之組合物。

環矽氧烷是矽酮工業裡極重要之中間產物，主要用做聚合反應之起始單體。習知數種一般製備環矽氧烷之流程。連同羥基-端結線性之聚二有機矽氧烷，其形成相對應二有機二鹵素矽烷之水解產物。環狀及/或線性之聚二有機矽氧烷之混合物亦可在如鹼之催化劑存在下之反應中平衡或“裂解”形成更喜之環狀和線性反應平衡混合物。

習知各種環矽氧烷聚合反應之催化劑。例如鹼金屬氫氧化物、鹼金屬醇鹽或鹼金屬氫氧化物及醇類之複合物、鹼金屬矽烷醇鹽、及磷氮基鹵化物(有時稱作酸性磷氮基)。該聚合反應可在團聚物、溶劑(例如非極性或極性之有機溶劑)或乳膠中進行。端結劑可用以控制聚合物之分子量及/或加入官能基。聚合反應可使用中和試劑與催化劑反應使其非活性而終止。在大部份情況下，催化劑殘留物保留在聚合物產品中，但較喜如藉過濾加以移除。

高黏度聚矽氧烷在環狀聚矽氧烷之分散液已知一段時間並且已是業間可得。這些分散液具多種有用特性且在許多化妝組合物裡為重要成分。其通常製備為由物理混合高黏度矽氧烷至具低黏度環矽氧烷介質中。此方法為沈悶的且需大量能量以保證或多或少均勻之分散液，因為高黏度材料常具黏度高至數平方米/秒。可能在分散環狀矽氧烷前先溶解高黏度材料在溶劑中，以降低黏度之處理質而使分散

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

款

五、發明說明(2)

容易。然而，此使製造業者增加溶劑存在且需要移除之缺點。此缺點為所有中最嚴重者，因為環狀矽氧烷材料為揮發性至某些程度，且當溶劑移走時，至少能夠部份移除。

歐洲專利號-A-0 503 825揭露藉由在揮發性環矽氧存在下使用磷氮基鹼化物或選定金屬化合物之催化劑以選擇性濃縮可水解矽氧烷而製備高黏度矽氧烷在揮發性環矽氧之分散液的方法。其遭受缺點為需要製造可水解矽氧烷在揮發性環矽氧烷之第一分散液，則最終產物需要過濾以除去催化劑殘留物。

吾人現發現高黏度矽氧烷在揮發性環矽氧烷之分散液可在單一步驟以磷氮基鹼催化之環矽氧烷之開環聚合反應製成。

磷氮基鹼習知為極強之鹼。多種磷氮基鹼及其合成之方法路徑已描述於文獻之中，如史瓦辛格(Schwesinger)等氏之李必格(Liebigs) 1996年年鑑之1055-1081頁。

使用磷氮基鹼催化劑於實驗級的環矽氧烷之開環聚合反應已描述於莫伯(Molenberg)及穆勒(Müller)氏之巨分子快訊(Macromol Rapid Commun.) 1995年出版第16期之449-453頁。

八甲基環四矽氧烷(以下簡稱D4、其中D係指 $-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}-$ 之單元)在甲醇及下式I之磷氮基鹼存在之甲苯溶液中聚合，且式I之磷氮基鹼以己烷中1莫爾溶液應用。

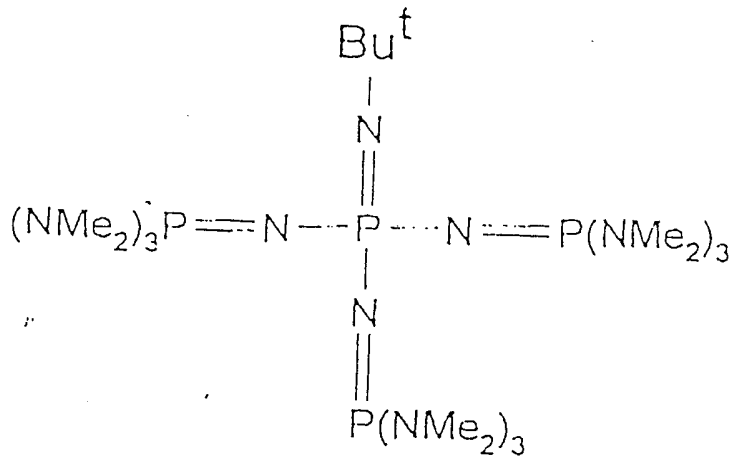
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紙

五、發明說明 (3)



I

所有成分在反應前小心乾燥，其在含少於1ppm氧氣及水之氬氣氛中進行。甲醇以磷氮基鹼去質子化而形成甲醇鹽離子，其起始反應。磷氮基鹼催化劑之使用量，基於D4之重量為準，至少為871ppm。相似之反應系統由凡戴克(Van Dyke)氏及克雷森(Clarson)氏已用於聚合製備美國化學協會(ACS)部門之聚合化學1996年版之37, 668號。在此情況下，四苯基四甲基-環四矽氧烷(D4之苯基甲基類比物)進行聚合反應。催化劑系統相同於如述於莫伯(Molenberg)及穆勒(Müller)氏文獻中，且再次所有之反應成分預先小心地乾燥。磷氮基鹼催化劑之使用量，以D4之重量為準，大於800ppm。

吾人發現磷氮基鹼催化劑聚合反應可調適為產生高黏度聚矽氧烷分散在揮發性環矽氧烷之摻合液。

吾人亦發現己烷/甲醇啓動催化劑可獲得不穩定之聚合反應行爲。吾人因此額外地尋找催化劑介質，其可進行再生之聚合反應，較優不需要溶劑。吾人令人驚訝地發現可在水存在下，以磷氮基鹼催化劑進行環矽氧烷之開環聚合反

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
記

五、發明說明(4)

應。在最簡單之情況中，充份之水可藉沒有採取特別地乾燥環矽氧烷起始材料之步驟而提供。爲了確定水之存在量足以完全地避免無水之情況。非常小量之水、例如一些分子，已發現足以允許聚合反應之發生。再者，吾人已發現如藉由使用甲醇形成甲醇鹽離子不是必要的，此與先前技藝所述有所差別。

本發明因此提供製備高黏度矽氧烷在揮發性環矽氧烷之分散液的方法，其包含下列步驟：以磷氮基鹼催化下進行揮發性環矽氧烷之開環聚合反應之步驟，及在環矽氧烷之開環聚合反應完成發生前，終止聚合反應之步驟。

依照本發明產生在分散液之高黏度矽氧烷典型爲具分子量由100,000到5,000,000，更優由500,000到1,000,000之樹膠。其中分子量在此說明書中，除非另予指明，意謂數目平均分子量。分散液中樹膠重量百分比比較優由5%至40%，更優由15%至35%。在分散液含約15%樹膠的情況下，組合物的黏度在25°C可能是由5,000到10,000平方毫米/秒。

若需要組合物包含15%樹膠，環矽氧烷起始材料之85%必須未聚合。吾人令人驚訝地發現在只有15%環矽氧烷聚合轉化後，可能形成樹膠大小聚合物。當摻合物裡只有15%聚合物時，分散液需要大於350,000之分子量以在25°C達到高於5,000平方毫米/秒之目標黏度。

只有當催化劑的開始濃度爲低的時候，高分子量聚合物才可達成。

磷氮基鹼與所含微量水反應而形成高活性之氫氧化物離

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

號

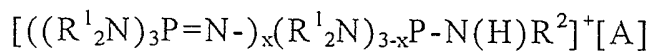
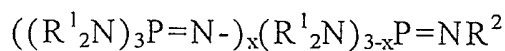
五、發明說明(5)

子，其起始聚合反應。磷氮基鹼亦可與其他可能存在之某些化學基反應，如矽烷醇或醇類以形成相似活性之聚合反應-起始族系。磷氮基鹼可為離子型，具如氟化物或氫氧化物之強陽離子，其在起始聚合反應方面是活性的。

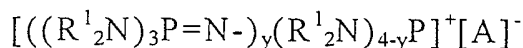
因磷氮基鹼是非常有力之聚合反應之催化劑，其存在量可為較低之比例，例如基於環矽氧烷之重量為準由1-500ppm重量。較優範圍為由2-200ppm重量，更優為由5-50ppm重量。實際所用催化劑比例之選定依所欲聚合反應產品而定。

在反應中存在水之比例，一般每莫耳磷氮基鹼為至少0.5莫耳，較優每莫耳磷氮基鹼由0.5-10莫耳，更優每莫耳磷氮基鹼由1莫耳-10莫耳。可能應用比較高比例之水，且此具能夠較控制聚合反應之利益，如下面更詳細述。

原則上言，任何磷氮基鹼適供用於本發明裡。磷氮基鹼具下列核心結構： $P=N-P=N$ ，其中氮之自由價是連接至氫、煙、 $-P=N$ 或 $=P-N$ ，且磷之自由價是連接至 $-N$ 或 $=N$ 。大範圍適當之磷氮基鹼已描述於史瓦辛格(Schwesinger)等氏之文獻中(如上述)。一些磷氮基鹼可由業間瑞士福路卡化學公司(Fluka Chemie AG)購得。磷氮基鹼較優具至少3個磷-原子。某些較優磷氮基鹼為下列之通式：



或



其中 R^1 ，其在每個位置可能為相同或不同，為氫或視需要

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

款

五、發明說明 (6)

取代之烴基，較優為 C_1-C_4 烷基，或其中鍵結至相同氮原子之二 R^1 基可連接在一起以完成雜環之環，較優為5或6-元環； R^2 是氫或視需要取代烴基，較優為 C_1-C_{20} 烷基，更優為 C_1-C_{10} 烷基； x 是1、2或3，較優2或3； y 是1、2、3或4，較優2、3或4；且 A 為陰離子，較優氟化物、氫氧化物、碳酸鹽、矽烷醇鹽、醇鹽或碳酸氫鹽。

尤為較優化合物時， R^1 是甲基、 R^2 是特-丁基或特-辛基， x 是3， y 是4且 A 為氟化物或氫氧化物。一較優化合物是式1之磷氮基鹼。

聚合反應可在團聚物或溶劑存在下進行。較優聚合反應在團聚物下進行。

磷氮基鹼催化劑作可在烴類溶劑稀釋，如己烷或庚烷，或分散於矽酮液體，如聚二有機矽氧烷。其中磷氮基鹼催化劑最初在如己烷之溶劑中，己烷可在真空下蒸發移除，而催化劑分散矽酮液體內得穩定清晰溶液。當該矽酮溶解催化劑用於聚合反應時，催化劑平均地分散且具再生之結果。催化劑亦可溶在水中，且此具節制及使其比較能控制聚合反應之優點，如下述。

聚合反應可在室溫或加熱下進行。較優溫度範圍為 $20^\circ C$ 至 $200^\circ C$ ，更佳為 80 至 $150^\circ C$ 。當催化劑活性如下述已被節制時，例如至 $100^\circ C$ 或更高之加熱為適當的。聚合反應所需時間將決定於選定系統裡之催化劑活性及所欲聚合物產品。在缺乏節制下，磷氮基鹼催化劑活性足以在數秒內將如D4之環矽氧烷轉化成高分子量聚矽氧烷。

五、發明說明(7)

起始材料為環矽氧烷(亦習知為環狀矽氧烷)。相關於環狀矽氧烷之描述亦可適用於依本發明方法所得分散液之揮發性環矽氧烷部分。所謂揮發性意謂環矽氧分子裏具不超過12個矽原子。有用之環狀矽氧烷為廣為人知及業間可得之材料。其具通式 $(R_2SiO)_n$ ，其中R指氫或具高至8個碳原子之視需要取代烷基、烷烯基、芳香基、烷芳基或芳烷基，n指由3至12整數之值。R可被取代，如被如氟或氯之鹵素。烷基可為例如：甲基、乙基、正-丙基、三氟丙基、正-丁基、另-丁基、和特-丁基。烷烯基可為如乙烯基、烯丙基、丙烯基和丁烯基。芳香基和芳烷基可為如苯基、甲苯基和苯甲醯。較優基為甲基、乙基、苯基、乙烯基、和三氟丙基。較優至少所有之R基之80%為甲基或苯基，最優為甲基。最優為實質上所有R基為甲基。較優n值為由3到6，最優4或5。適當之環狀矽氧烷之例為八甲基環四矽氧烷、十甲基五環矽氧烷、環五(甲基乙烯基)矽氧烷、環四(苯基甲基)矽氧烷及環五甲基氫矽氧烷。特適業間可得之材料為八甲基環四矽氧烷和十甲基環五矽氧烷之混合物。

當R為甲基時，化合物稱為 D_n ；例如當 $n=4$ 時，化合物稱為 D_4 。

反應混合物通常在加入催化劑之前以較優為氮之情氣清洗以除去任何之溶解二氧化碳。因為極迅速之反應，反應混合物激烈地混合以確定催化劑之均勻分散。當催化劑加入反應中時，不適當之混合可造成催化劑被包覆入膠丸中，且催化劑而後需要一些時間分散出膠粒，而使反應較

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

款

五、發明說明(8)

慢。

依本發明產生分散液所需黏度可由在反應時監控黏度且在需要時停止反應而達成。

停止聚合反應以加入中和磷氮基鹼催化劑之試劑達成。適當之試劑為二氧化碳及酸，如乙酸、矽烷基磷酸酯、矽烷基磷酸酯、氯矽烷及聚丙烯酸。較優淬冷劑為氣態或液態型式二氧化碳之二氧化碳。使用“丸狀”乾冰亦為可能，且使用乾冰或使用液態二氧化碳在相同時間內可快速冷卻反應。

端結劑亦可包含在反應中以控制聚合物之分子量及/或加入所欲聚合物端基。適當之端結劑為例如在25°C黏度範圍為由1至150,000平方毫米/秒之聚矽氧烷，尤為具通式 MD_xM 之聚二甲基矽氧烷，其中M為三-甲基矽烷基，D為 $-Si(CH_3)_2O-$ ，且x具由0到20之值。端結劑可具一或多如羥、乙烯基、氫或胺之官能基。水亦可在導入羥官能基時用作端結劑。聚合物特優端基為氫氧化矽或 $SiMe_3$ ，其中Me表示甲基。在加入水存在下，氫氧化矽端結樹膠可以環狀物摻合物得到。水之濃度決定樹膠之分子量。因此可得到任何鏈長之氫氧化矽官能基聚合物。使用水當作端結劑具降緩反應而控制更佳之額外優點。

吾人已發現在磷氮基鹼催化劑製備時，空氣與催化劑溶液非常快速地反應，而獲得朦朧材料，其最後導致不能溶解之液相。此感信乃因催化劑與水及/或二氧化碳反應而形成不能溶解之氫氧化物或碳酸鹽。吾人亦發現此催化劑之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (9)

去活性化可被反向，如由加熱、以惰性氣體沖洗或施以減壓。其使節制或控制聚合反應成爲可能。以當催化劑不被節制之時發生非常迅速之反應而言，此尤爲有利。因爲在這些反應中所用非常少量催化劑(其可能低至1-10ppm)，與水和二氧化碳之反應必須考慮以控制反應而且獲得可再生之結果。由將以磷氮基鹼溶於水中，其爲非常易溶且非常穩定，催化劑活性變成更可管理，而且產生聚合物爲比較低之分子量。此乃因水當作催化劑抑制劑及亦爲端結劑造成。水之抑制效應可由減少存在水之數量而減少，如加熱。在溫度在100°C以下，在水及/或二氧化碳存在下，聚合反應之速率爲相對較慢，例如需要超過24個小時以達樹膠黏度。在高於100°C以上之溫度(例如100-150°C)時，聚合反應變成較快很多，例如需要5-60分鐘以達高黏度。如果水與醇混合或以醇替換(例如C₁-C₆醇類，例如甲醇或乙醇)，也可達成該反應之控制。

吾人亦發現聚合反應可由暴露環矽氧烷和磷氮基鹼催化劑之混合物至大氣及/或二氧化碳而防止。聚合反應然後可簡單由移除空氣及/或二氧化碳而起始(“命令聚合反應”)，例如由加熱混合物(例如至100°C-140°C持續幾分鐘)。D4催化劑混合物(2-50ppm催化劑)在20°C空氣中延長期間(最多可達7天)爲穩定的。

以開環平衡聚合反應產生之矽氧烷聚合物之先前合成方法之產品，其可能典型地由小環狀物(5-10% D4-D10)、巨環狀物(5-10% D11-D50)和聚合物(80-90%)所組成。本發明藉

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (10)

著開環聚合反應使產生具少量巨環狀物之聚合物分散液成爲可能。如依本發明在開環聚合反應中使用磷氮基鹼催化劑，如D4，則可能產生含巨環狀物之總重量少於1%之聚合物分散液。

依照本發明產生聚合物之熱解重量分析(TGA)表示其具增強熱穩定性。高分子量樹膠已被產生，其分解反應開始溫度高於450°C。增強熱穩定性歸因於在產品中留下之非常少量之催化劑殘留物。少量催化劑殘留物也意謂通常不需過濾步驟，其爲非常顯著之方法優點。

下列各項例子舉例說明本發明。除非另予陳述，所有部分和百分比爲重量，且所用磷氮基鹼爲反應式I(業間可得由福路卡公司(Fluka)，產品目錄號79421)。

例1

在矽氧烷液中製備磷氮基鹼溶液

1.33克六甲基二矽氧烷及48.67克八甲基-環四矽氧烷，在舒林(schlenk)細頸瓶中，以冒泡氮氣體通過溶液2小時久而去除氣體。而後在溶液中加入1毫升之磷氮基鹼I於己烷中之1.0M(莫耳體積濃度)溶液。溶液黏度在攪拌後立刻開始上升。在室溫中平衡24小時之後，混合物立即可用做其後二甲基環矽氧烷之聚合反應的催化劑溶液。

例2

在庚烷中製備磷氮基鹼溶液

在庚烷中之催化劑溶液(比起正己烷較不揮發性)如下製備：在氮氣氛下舒林(Schlenck)管中，49立方公分庚烷與1

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

訂

五、發明說明 (11)

毫升磷氮基鹼1莫耳/1升正己烷溶液混合。最終催化劑濃度為0.02莫耳/升。

例3

在乙烯基端結劑存在下之D4之非反應平衡聚合反應在裝有機械攪拌器氮氣氛下之恆溫玻璃反應器下整體團聚進行。溶於水中之催化劑在注射器內稱重且注入反應混合物之內。當磷氮基鹼加入環狀物時立刻按下馬錶。在淬冷後，形成聚合物摻合物以毛細管氣相色層分析法(GC)和大小排斥色層分析法(SEC)分析。

結果如示於下表1、2及3。在表1中，磷氮基濃度為10ppm，在加入催化劑約13分鐘10秒後，反應混合物以二氧化碳冷卻，且以二氧化碳及以乙酸/甲苯溶液淬冷(100倍過量)。產生摻和物之黏度為13,000厘泊(CP)。

在表2中，磷氮基濃度為5ppm，在加入催化劑約6分鐘30秒後，反應混合物以二氧化碳冷卻，且以二氧化碳及以乙酸/甲苯溶液淬冷(100倍過量)。

在表3中，磷氮基濃度為5ppm，在加入催化劑約11分鐘後，反應混合物以二氧化碳冷卻，且以二氧化碳及以乙酸/甲苯溶液淬冷(20倍過量)。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紙

五、發明說明 (14)

因此可能生成具控制分子量含矽烷醇 - 終結聚合物之樹膠 / 環狀物之摻合物。水亦有減慢聚合反應至使聚合反應更能控制之優點。

(請閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要 (發明之名稱：製備矽氧烷組合物之方法)

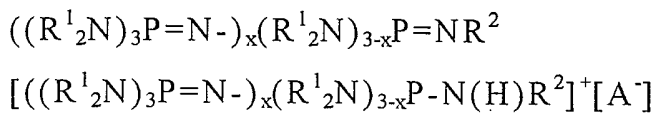
本發明係製備高黏度矽氧烷在揮發性環矽氧烷之分散液的方法，其包含下列步驟：以磷氮基鹼催化下進行揮發性環矽氧烷之開環聚合反應之步驟，及在環矽氧烷之開環聚合反應完成發生前，終止聚合反應之步驟。較優聚合反應之終止為藉加入二氧化碳或酸。

英文發明摘要 (發明之名稱：PROCESS FOR MAKING SILOXANE COMPOSITIONS)

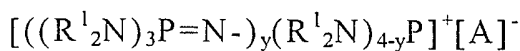
A process for making a dispersion of a high viscosity siloxane in a volatile cyclosiloxane comprises the step of effecting ring-opening polymerisation of a volatile cyclosiloxane under catalysis by a phosphazene base, and the step of stopping the polymerisation reaction before completion of the ring-opening polymerisation of the cyclosiloxane has occurred. Preferably the polymerisation reaction is stopped by adding carbon dioxide or an acid.

六、申請專利範圍

1. 一種製備高黏度矽氧烷在揮發性環矽氧烷之分散液的方法，其包含以磷氮基鹼催化下進行揮發性環矽氧烷之開環聚合反應之步驟，其特徵為在環矽氧烷之開環聚合反應完成發生前，終止聚合反應，其中該環狀矽氧烷具通式 $(R_2SiO)_n$ ，其中 R 表氫或具高至 8 個碳原子之視需要可取代烷基、烷烯基、芳香基、烷芳基或芳烷基，及 n 指由 3 至 12 整數之值，且該磷氮基鹼具有核心結構 $P=N-P=N$ ，其中該磷氮基鹼之存在量為 1-500 ppm 重量，以環矽氧烷之重量為準。
2. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其進一步特徵為該聚合反應由加入二氧化碳而終止。
3. 根據申請專利範圍第 2 項之方法，其進一步特徵為二氧化碳以氣態或液態型式加入。
4. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其進一步特徵為該聚合反應由加入酸而終止。
5. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其進一步特徵為水之存在量為每莫耳磷氮基鹼至少 0.5 莫耳。
6. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其進一步特徵為磷氮基鹼對應於下列一般式之一：

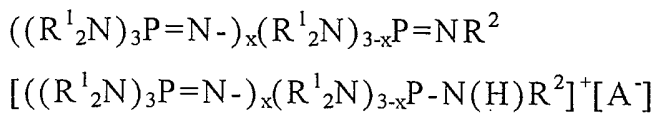


或

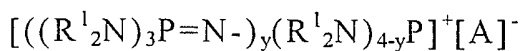


六、申請專利範圍

1. 一種製備高黏度矽氧烷在揮發性環矽氧烷之分散液的方法，其包含以磷氮基鹼催化下進行揮發性環矽氧烷之開環聚合反應之步驟，其特徵為在環矽氧烷之開環聚合反應完成發生前，終止聚合反應，其中該環狀矽氧烷具通式 $(R_2SiO)_n$ ，其中 R 表氫或具高至 8 個碳原子之視需要可取代烷基、烷烯基、芳香基、烷芳基或芳烷基，及 n 指由 3 至 12 整數之值，且該磷氮基鹼具有核心結構 $P=N-P=N$ ，其中該磷氮基鹼之存在量為 1-500 ppm 重量，以環矽氧烷之重量為準。
2. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其進一步特徵為該聚合反應由加入二氧化碳而終止。
3. 根據申請專利範圍第 2 項之方法，其進一步特徵為二氧化碳以氣態或液態型式加入。
4. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其進一步特徵為該聚合反應由加入酸而終止。
5. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其進一步特徵為水之存在量為每莫耳磷氮基鹼至少 0.5 莫耳。
6. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其進一步特徵為磷氮基鹼對應於下列一般式之一：



或



六、申請專利範圍

其中 R^1 ，其在每個位置可能為相同或不同，為氫或視需要取代之烴基，較優為 C_1 - C_4 烷基，或其中鍵結至相同氮原子之二 R^1 基可連接在一起以完成雜環之環； R^2 是氫或視需要取代烴基； x 是 1、2 或 3； y 是 1、2、3 或 4；且 A 為陰離子。

7. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其進一步特徵為抑制催化劑活性之試劑或調質劑開始時即存在，且藉減少抑制試劑或調質劑的效應而啓動聚合反應。
8. 根據申請專利範圍第 7 項之方法，其進一步特徵為抑制試劑為二氧化碳及/或額外水，且該聚合反應藉由加熱啓動。
9. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中端結劑存在量為計算以造成聚合物之需要分子量範圍。
10. 一種高黏度矽氧烷在揮發性環矽氧烷之分散液，其根據申請專利範圍第 1 至 9 項任一項之方法製造，其特徵為其包含 5 至 40 重量%之具分子量 100,000 到 5,000,000 之高黏度聚矽氧烷。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂