



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410006757.8

[43] 公开日 2004 年 11 月 3 日

[11] 公开号 CN 1542013A

[22] 申请日 2004.2.26

[21] 申请号 200410006757.8

[30] 优先权

[32] 2003.2.27 [33] DE [31] 10308579.3

[71] 申请人 瓦克化学有限公司

地址 联邦德国慕尼黑

[72] 发明人 于尔根·普法伊费尔

[74] 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

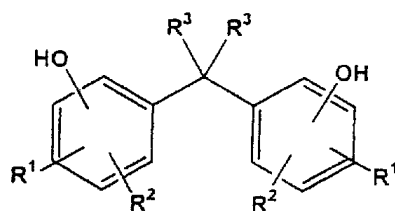
代理人 过晓东

权利要求书 2 页 说明书 12 页

[54] 发明名称 稳定不饱和有机硅化合物的方法

[57] 摘要

一种在制备和/或蒸馏和/或储存期间使用式 I 的化合物稳定通式 II 的具有不饱和基团的有机硅化合物的方法： $\text{H}_2\text{C}=\text{C}(\text{R}^4)[\text{C}(\text{O})\text{O}]_w(\text{O})_x-(\text{R}^5)_y-\text{Si}(\text{R}^6)_z(\text{OR}^7)_{3-z}$ II。 R^4 为氢原子或具有 1 至 10 个碳原子的直链或枝链烷基， R^5 为具有 1 至 40 个碳原子的直链、环状或枝链烷基，其可任选含一个或多个选自氮、氧、硫和磷元素的杂原子， R^6 和 R^7 为具有 1 至 10 个碳原子的直链、环状或枝链烷基， w 的值为 0 或 1， x 的值为 0 或 1， y 的值为 0 或 1 以及 z 的值为 0、1 或 2， w 和 x 两者的值不可同时为 1，式 II 的化合物已经由卤烷基硅烷与不饱和有机酸的盐反应而得到， R^1 和 R^2 为相同或不同的、具有 1 至 20 个碳原子的直链或枝链烷基链，以及 R^3 基为相同或不同的、选自以下组中的取代基：氢或具有 1 至 20 个碳原子的直链或枝链烷基。



I

基氧甲基(二甲氧基)甲基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(二乙氧基)甲基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(二甲基)甲氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(二甲基)乙氧基硅烷或相应的丙烯酰基化合物。

4. 如权利要求 1 的方法, 其中所述式 I 的稳定化合物的用量相当于式 II 的有机硅化合物的 0.005 至 1 重量%。

稳定不饱和有机硅化合物的方法

技术领域

本发明涉及一种稳定不饱和有机硅化合物的方法。

背景技术

具有不饱和有机官能团如乙烯基、丙烯酰基和甲基丙烯酰基的有机硅化合物，广泛地用作无机与有机材料间(例如用于玻璃纤维的胶料中)的粘合促进剂、用作有机聚合物的交联剂、或用于处理填料。

技术领域

此种化合物的制备方法，包括例如以金属化合物催化的具有 SiH 键的硅烷与不饱和有机硅化合物(任选为聚不饱和物)之间的反应(下文也称作氢化硅烷化)、或卤烷基取代的烷氧基硅烷与丙烯酸或甲基丙烯酸酯的盐的反应(下文也称作亲核取代)。这些方法的共同点是高温下进行放热反应。在反应期间，由于不饱和有机基反应，将会产生产物聚合的风险，结果导致产物损失，并且使用的反应设备必须通过复杂的程序清洗。此外，带有不饱和有机基团的硅烷通常也通过蒸馏来纯化，此用途所需要的热负荷也会产生聚合的风险。最终，在这些化合物的储存期间也会有聚合的风险。防止带有不饱和有机基团的有机硅化合物聚合的许多方法都包括使用所谓自由基聚合抑制剂。在制备期间一不考虑制备路径一在蒸馏操作期间以及在携带不饱和基团的有机化合物的储存期间，均使用这些化合物。

US 5,145,979 描述了在通过氢化硅烷化制备具有不饱和有机基团的有机硅化合物中，位阻酚、芳香胺和/或烷基胺的混合物具有稳定

效应。DE 4 437 667 A1、EP 0 483 479 A1 或 EP 0 483 480 A1 描述了在通过亲核取代来制备不饱和有机硅化合物期间，用 N,N'-二苯基-对苯二胺(DPPA)来稳定。

EP 1 004 587 A2 描述了两种不同聚合抑制剂的组合，包括 N,N'-二取代对苯二胺类化合物，以及 2,6-二叔丁基-4-烷基苯酚类化合物。

另一方面，EP 708 081B 描述了在通过亲核基取代制备具有不饱和基团的有机硅化合物期间，使用单独或与其他具有稳定效应的化合物组合的 N,N'-二取代对醌二亚胺 (quinodiimine)。

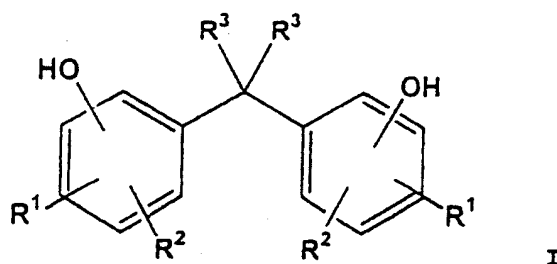
使用多种抑制剂的方法中，通常使用一种具有极高沸点的聚合抑制剂，并因此稳定底部产物，同时使用另一种具有类似于蒸馏产物沸点的聚合抑制剂，由此稳定气相。然而，在蒸馏的热力条件下，使用胺如 N,N'-二取代对苯二胺或含氨基的位阻酚如 2,6-二烷基-4-N,N-二烷基氨基苯酚，导致挥发性胺杂质的形成，使蒸馏的产物带有黄色，同时具有鱼腥的不快异味。

此外，所述方法一般更不利的是，必须要使用相对大量的稳定化合物，而这些化合物通常都是相当昂贵的，并且所述方法，例如当使其接触到含氧气体混合物时，通常必须要评价其安全性的问题。此外，尽管在不饱和有机硅化合物上具有稳定作用，在多数所述化合物中都有剩余的风险，将使不饱和有机硅化合物发生聚合，因而损失。

发明内容

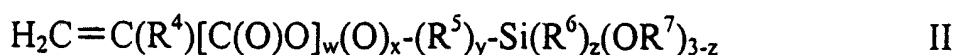
因此，本发明的目标是要提供即使很少量也能够非常有效地避免不饱和有机硅化合物聚合化合物，并由此保护其资源，而不通过形成着色或带有异味的化合物影响到产物的质量。特别是，达成此目标是用蒸馏具有不饱和基团且由卤烷基硅烷与不饱和有机酸的盐反应得到的有机硅化合物。这些目标均可通过本发明达成。

惊奇地发现使用以下通式 I 的化合物：

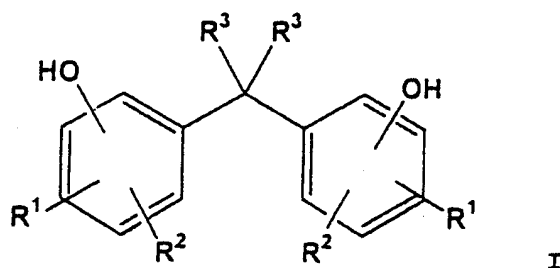


特别适用于在不饱和含硅化合物的制备和/或蒸馏和/或储存期间使其稳定, 该带有不饱和基团的有机硅化合物是通过卤烷基硅烷与不饱和酸的盐反应得到, 并且在无更多稳定剂存在下, 生成高纯度无色产物, 这种产物除其天然的气味外, 不带任何的味道。

本发明涉及一种在制备和/或蒸馏和/或储存期间使用式 I 的化合物稳定具有不饱和基团的且具有通式 II 有机硅化合物的方法:



R^4 为氢原子或具有 1 至 10 个碳原子的直链或枝链烷基, R^5 为具有 1 至 40 个碳原子的直链、环状或枝链烷基, 其可任选含一个或多个选自氮、氧、硫和磷元素的杂原子, R^6 和 R^7 为具有 1 至 10 个碳原子的直链、环状或枝链烷基, w 的值为 0 或 1, x 的值为 0 或 1, y 的值为 0 或 1, 以及 z 的值为 0、1 或 2, w 和 x 两者的值不可同时为 1, 式 II 的化合物已经由卤烷基硅烷与不饱和有机酸的盐反应而得到,



R^1 和 R^2 为相同或不同的、具有 1 至 20 个碳原子的直链或枝链烷基链, 以及 R^3 基为相同或不同的、选自以下组中的取代基: 氢或具有 1 至 20 个碳原子的直链或枝链烷基。

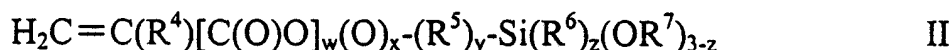
式 I 中的 R^1 和 R^2 为相同或不同的、具有 1 至 20 个碳原子的直链

或枝链烷基链，其可任选含有诸如氧、硫、磷或氮的杂原子。优选诸如异丙基、异丁烷或叔丁基的枝链烷基，特别优选叔丁基。在本发明的式 I 化合物中， R^1 、 R^2 和羟基可在芳香核上任何希望位置；羟基和亚甲基桥优选彼此在邻位或对位，而 R^1 和 R^2 基彼此优选在间位或对位。

R^3 基为相同或不同的选自以下组中的取代基：氢或具有 1 至 20 个碳原子的直链或枝链烷基，其可以是饱和或不饱和的和/或由杂原子取代的。 R^3 基优选是氢或具有 1 至 4 个碳原子的直链或枝链烷基，特别优选氢。

本发明可使用化合物的实例是，4,4'-亚甲基双(2,6-二叔丁基苯酚)、2,2'-亚甲基双(3,5-二叔丁基苯酚)、4,4'-亚甲基双(2,6-二异丙基苯酚)以及 2,2'-亚甲基双(3,5-二异丙基苯酚)。特别优选使用 4,4'-亚甲基双(2,6-二叔丁基苯酚)，其以商品名 Ionex 200 (Degussa AG) 和 Ralox 02 s (Raschig GmbH) 购得。

本发明的化合物特别适用于稳定以下通式的不饱和化合物：



R^1 为氢原子或具有 1 至 10 个碳原子的直链或枝链烷基； R^5 为具有 1 至 40 个碳原子的直链、环状或枝链烷基，其可任选含有一个或多个选自氮、氧、硫和磷元素的杂原子； R^6 和 R^7 为具有 1 至 10 个碳原子的直链、环状或枝链烷基， w 值可为 0 或 1， x 的值为 0 或 1， y 的值为 0 或 1，以及 z 的值为 0、1 或 2， w 和 x 不得同时为 1。

依据本发明，具有不饱和基团且可用通式 I 的化合物稳定的通式 II 的有机硅化合物的实例为丙烯酰基硅烷，例如：

丙烯酰基氧甲基三甲氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基三乙氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基三苯氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基三异丙氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基三(2-甲氧基乙氧基)硅烷、丙烯酰基氧甲基(甲基)二甲氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基(甲基)-二乙氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基(甲

基)二苯氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基(甲基)二异丙氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基(甲基)双(2-甲氧基乙氧基)硅烷, 丙烯酰基氧甲基(二甲基)甲氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基(二甲基)乙氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基(二甲基)苯氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基(二甲基)异丙氧基硅烷、丙烯酰基氧甲基(二甲基)(2-甲氧基乙氧基)硅烷、3-丙烯酰基氧丙基三甲氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基三乙氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基三苯氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基三异丙氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基三(2-甲氧基乙氧基)硅烷、3-丙烯酰基氧丙基(甲基)二甲氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基(甲基)二乙氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基(甲基)二苯氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基(甲基)二异丙氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基(甲基)双(2-甲氧基乙氧基)硅烷、3-丙烯酰基氧丙基(二甲基)甲氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基(二甲基)乙氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基(二甲基)苯氧基硅烷、3-丙烯酰基氧丙基(二甲基)异丙氧基硅烷或 3-丙烯酰基氧丙基(二甲基)(2-甲氧基乙氧基)硅烷, 或是甲基丙烯酰基硅烷, 诸如: 甲基丙烯酰基氧甲基三甲氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基三乙氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基三苯氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基三异丙氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基三(2-甲氧基乙氧基)硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(甲基)二甲氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(甲基)二乙氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(甲基)二苯氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(甲基)二异丙氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(甲基)双(2-甲氧基乙氧基)硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(二甲基)甲氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(二甲基)乙氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(二甲基)苯氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(二甲基)异丙氧基硅烷、甲基丙烯酰基氧甲基(二甲基)(2-甲氧基乙氧基)硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基三甲氧基硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基三乙氧基硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基三苯氧基硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基三异丙氧基硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基三(2-甲氧基乙氧基)硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基(甲基)二甲氧基

硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基(甲基)二乙氧基硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基(甲基)二苯氧基硅烷 3-甲基丙烯酰基氧丙基(甲基)二异丙氧基硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基(甲基)双(2-甲氧基乙氧基)硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基(二甲基)甲氧基硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基(二甲基)乙氧基硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基(二甲基)苯氧基硅烷、3-甲基丙烯酰基氧丙基(二甲基)异丙氧基硅烷及 3-甲基丙烯酰基氧丙基(二甲基)(2-甲氧基乙氧基)硅烷。

本发明使用的式 I 化合物,在制备或蒸馏纯化期间均可用来稳定式 II 的不饱和有机硅化合物,或用于长期储存期间(月或年)的稳定化。

使用式 I 的抑制剂来蒸馏纯化式 II 的具有不饱和基团的有机硅化合物可以使用一般已知的方法来实现,例如使用搅拌器,无论其是否有精馏塔,或通过短程蒸馏,例如使用薄膜或降膜式蒸发器。

本发明使用可以任何希望量使用,只要该量足以防止式 II 的不饱和有机硅化合物聚合。以式 II 的不饱和有机硅化合物为基准,优选式 I 化合物的用量为 0.001 至 1 重量%,特别优选该量为 0.005 至 0.5 重量%。

本发明的式 I 化合物可以任何希望量单独或结合一种或多种其他化合物使用,已知所述其他化合物能够防止式 II 的不饱和有机硅化合物聚合。这些化合物的实例为芳胺或脂族胺如 N,N-二苯基-对苯二胺、或其他位阻酚如 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚或氢醌一甲醚或氢醌、或有机基如 2,2,6,6-四甲基哌啶氧化物(“TEMPO”)。

这些化合物优选以与式 I 化合物相同量使用。

特别优选单独使用式 I 化合物。

使用式 I 的稳定化合物制备具有不饱和基团的式 II 不饱和有机硅化合物时,是任选在相转移催化剂存在下由卤烷基硅化合物与不饱和有机酸的盐反应来完成。实施制备的温度为 80 至 150℃,特别优选为 90—150℃,特别优选 100—120℃。制备可以在任何需要的压力下

完成, 优选为 0.1—3 巴, 特别优选为 250—1013 毫巴。

具体实施方式

实施例 1

在 1% nBu_4PCl 、5%的丙酮及 500 ppm 的 4,4'-亚甲基双(2,6-二叔丁基苯酚)存在下, 将甲基丙烯酸钾和 3-氯丙基-三甲氧基硅烷(摩尔比 1.05: 1)加热到 115°C 4 小时, 并实施过滤, 得到由 5%的丙酮、94%的 3-甲基丙烯酰基氧丙基三甲氧基硅烷及 1%的对应二硅氧烷组成的粗反应混合物。

减压除去丙酮后, 在 3 毫巴静压(沸点 103°C)下, 通过蒸馏头蒸馏, 产生具有 99.6%纯度的 3-甲基丙烯酰基氧丙基三甲氧基硅烷。该产物的 APHA 色值为 3, 且仅具有些微天然的气味。在蒸馏中和蒸馏头或接收器中, 均没有观察到聚物质。蒸馏产量为 95%。

实施例 2

实施例 1 中得到的且含 3-甲基丙烯基丙氧基三甲氧基硅烷的粗反应混合物, 在除去丙酮后, 通过 Leybold-HeraeusKD 3 型的短程蒸馏, 以 100 ml / h 的混合速率, 蒸馏超过 12 小时。通过设定 140°C 和 4 毫巴, 达成大约 5%的卸料。再一次得到纯度为 99.5%的 3-甲基丙烯酰基氧丙基三甲氧基硅烷, 其为无气味的, 且 APHA 色值为 6; 再一次在蒸馏装置、产物接收器和底部(卸料处)没有观察到任何聚合馏分。

实施例 3(未依据本发明)

如实施例 1 得到包括 3-甲基丙烯酰基氧丙基硅烷的粗反应混合物, 只是使用 1000 ppm 的 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚代替 4,4'-亚甲基双(2,6-二叔丁基苯酚)。在除去丙酮之后, 在压力 3 毫巴(沸点 103°C)

下,经过蒸馏头蒸馏出来 1 kg 的此粗产物。得到 30%的预期产物后,因蒸馏中底部产物的凝胶化而中止蒸馏。所得产物具有 99.3%的纯度,APHA 色值为 15,2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚的 GC 含量为 0.11%。此实施例表明,未依照本发明的聚合抑制剂的高挥发性导致产物损失。

实施例 4(未依据本发明)

如实施例 1 得到包括 3-甲基丙烯酰基氧丙基硅烷的粗反应混合物,只是使用 1000 ppm 的 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚和 500 ppm 的 N,N'-二苯基对苯二胺代替 4,4'-亚甲基双(2,6-二叔丁基苯酚)。在除去丙酮之后,在压力 3 毫巴(沸点 103℃)下,经过蒸馏头蒸馏出来 1 kg 的此粗产物。得到 80%的预期产物后,因蒸馏中底部产物的凝胶化而中止蒸馏。所得产物具有 99.3%的纯度,APHA 色值为 35,2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚的 GC 含量为 0.09%。此实施例表明,除了一种聚合抑制剂的挥发性外,使用非挥发性胺聚合抑制剂也是不利的,导致产物的变色和令人不快的气味。

实施例 5(未依据本发明)

如实施例 1 得到包括 3-甲基丙烯酰基氧丙基硅烷的粗反应混合物,只是使用 1000 ppm 的 2,6-二叔丁基-4-(N,N-二甲氨基甲基)苯酚代替 4,4'-亚甲基双(2,6-二叔丁基苯酚)。

在除去丙酮之后,在压力 3 毫巴(沸点 103℃)下,经过蒸馏头蒸馏出来 1 kg 的此粗产物。所得产物具有 99.5%的纯度,APHA 色值为 40,并且具有令人不快的鱼腥味。此实施例表明,使用含胺的酚聚合抑制剂也是不利的,导致产物的变色和令人不快的气味。

在蒸馏包括(甲基)丙烯酰氧烷基硅烷的进一步反应混合物期间观察结果如表 1 所示,该反应混合物各情况下是通过对应卤烷基硅烷和(甲基)丙基酸的盐反应而得到的。

表 1

号数	目标产物	抑制剂 ^{a)}	蒸馏 ^{b)}	纯度	气味 ^{c)}	APHA
6	甲基丙烯酰基氧甲基三甲氧基硅烷 ^{d)}	500 ppm 的 Ionox 220	DH	99.2	N	5
7	甲基丙烯酰基氧甲基三甲氧基硅烷 ^{d)}	500 ppm 的 Ionox 220	TFV	99.1	N	8
8 ^{e)}	甲基丙烯酰基氧甲基三甲氧基硅烷 ^{d)}	1000 ppm 的 BHT + 500 ppm 的 DPPA	DH	99.4 ^{f)}	A	28
9 ^{e)}	甲基丙烯酰基氧甲基三甲氧基硅烷 ^{d)}	1000 ppm 的 BHT + 500 ppm 的 DPPA	TVF	98.7	A	35
10 ^{e)}	甲基丙烯酰基氧甲基三甲氧基硅烷 ^{b)}	1000 ppm 的 Ethanox 703	DH	98.5	A	40
11 ^{e)}	甲基丙烯酰基氧甲基三甲氧基硅烷 ^{b)}	1000 ppm 的 Ethanox 703	TFV	98.4	A	45
12	丙烯酰基氧甲基(二甲基)甲氧基硅烷 ^{h)}	500 ppm 的 Ionox 220	DH	98.9	N	8
13	丙烯酰基氧甲基(二甲基)甲氧基硅烷 ^{h)}	500 ppm 的 Ionox 220	TFV	98.5	N	12
14 ^{e)}	丙烯酰基氧甲基(二甲基)甲氧基硅烷 ^{h)}	1000 ppm 的 BHT + 500 ppm 的 DPPA	DH	98.9 ^{l)}	A	28
15 ^{e)}	丙烯酰基氧甲基(二甲基)甲氧基硅烷 ^{h)}	1000 ppm 的 BHT + 500 ppm 的 DPPA	TFV	98.1 ^{g)}	A	33
16	甲基丙烯酰基氧甲基(二甲氧基)甲基硅烷 ^{j)}	500 ppm 的 Ionox 220	DH	98.7	N	5
17	甲基丙烯酰基氧甲基(二甲氧基)甲基硅烷 ^{j)}	500 ppm 的 Ionox 220	TFV	99.3	N	14
18 ^{e)}	甲基丙烯酰基氧甲基(二乙氧基)甲基硅烷 ^{j)}	1000 ppm 的 Ethanox 703	DH	99.3 ^{k)}	A	35
19 ^{e)}	甲基丙烯酰基氧甲基(二甲氧基)甲基硅烷 ^{j)}	1000 ppm 的 Ethanox 703	TFV	98.7 ^{g)}	A	38

20	甲基丙烯酰基氧甲基(二乙氧基)甲基硅烷 ¹⁾	500 ppm 的 Ionox 220	TFV	98.1	N	12
21 ^{e)}	甲基丙烯酰基氧甲基(二乙氧基)甲基硅烷 ¹⁾	1000 ppm 的 BHT + 500 ppm 的 DPPA	TFV	98.1 ^{g)}	A	26
22 ^{e)}	甲基丙烯酰基氧甲基(二乙氧基)甲基硅烷 ¹⁾	1000 ppm 的 Ethanox 703	TFV	98.2 ^{g)}	A	36

a) Ionox 220: 4,4'-亚甲基双(2,6-二叔丁基苯酚), BHT: 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚, DPPA: N,N'-二苯基对苯二胺, Ethanox 703: 2,6-二叔丁基-4-(N,N-二甲氨基甲基)苯酚,

b) DH: 蒸馏头; TFV: 薄膜蒸发器,

c) N: 中性气味; A: 胺气味,

d) 由甲基丙烯酸酯钾+氯甲基三甲氧基硅烷得到,

e) 未依据本发明的实施例,

f) 得到馏出物的 20% 以后, 蒸馏的底部产物凝胶,

g) 在薄膜蒸发器内形成聚合物后停止,

h) 由丙烯酸三乙铵+氯甲基(二甲基)甲氧基硅烷得到,

i) 得到馏出物的 40% 以后, 蒸馏的底部产物凝胶,

j) 由甲基丙烯酸钾+氯甲基(二甲氧基)甲基硅烷制备,

k) 得到馏出物的 70% 以后, 蒸馏的底部产物凝胶,

l) 由甲基丙烯酸钾+氯甲基(二乙氧基)甲基硅烷制备。

稳定效率

为调查本发明式 I 的化合物稳定式 II 具有不饱和基团的有机硅化合物的效率, 加入不同的稳定剂或稳定剂组合物, 二者均在大气和氩气下, 使由不同的不饱和有机硅化合物合成的粗批料非稳定化, 并实施测试, 测定粗混合物在 140℃ 或 150℃ 时聚合凝胶后的时间。

结果概括于表 2 和表 3 中。

表 2：在氩气下，3-甲基丙烯丙氧基三甲氧硅烷的稳定作用(实施例 1 的天然批料，但制备时不含稳定剂)

号数	稳定剂	结果 (凝胶之后)
23 ^{a)}	0.025%的 4,4-亚甲基双(2,6-二叔丁基苯酚)	150℃32 小时
24 ^{b)}	0.05%的 2,6-二叔丁基-4-N-二甲氨基亚甲基苯酚	150℃10 小时
25 ^{b)}	0.05%的 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚	150℃4 小时
26 ^{b)}	0.05%的 2,6-二叔丁基-4-N-二甲氨基亚甲基苯酚+ 0.05%的 N,N'-二苯基对苯二胺	150℃18 小时
27 ^{b)}	0.05%的 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚+ 0.05%的 N,N'-二苯基对苯二胺	150℃12 小时

a) 依据本发明

b) 未依据本发明

该表清楚显示，与 2,6-二叔丁基-4-N-二甲氨基亚甲基苯酚和 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚相比，即使它们与其他抑制剂一起使用，本发明使用的式 I 化合物在 3-甲基丙烯酰基氧丙基三甲氧基硅烷粗溶液的热稳定性方面产生实质上的改进

在 140℃及在空气气氛下，重复实验 23 至 27。结果如表 3 所示。

表 3：空气中，3-甲基丙烯丙氧基三甲氧硅烷的稳定度

号数	稳定剂	结果(凝胶之后)
28 ^{a)}	0.025%的 4,4-亚甲基双(2,6-二叔丁基苯酚)	140℃72 小时
29 ^{b)}	0.05%的 2,6-二叔丁基-4-N-二甲氨基亚甲基苯酚	140℃45 小时
30 ^{b)}	0.05%的 2,6-二叔丁基-4-N-甲基苯酚	140℃30 小时
31 ^{b)}	0.05%的 2,6-二叔丁基-4-N-二甲氨基亚甲基苯酚+ N,N'-二苯基对苯二胺	140℃65 小时
32 ^{b)}	0.05%的 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚+ 0.05%的 N,N'-二苯基对苯二胺	140℃42 小时

a)依据本发明

b)未依据本发明

再一次发现，可依据本发明使用的式 I 化合物具有最佳的稳定作用。

本发明的优点：

— 稳定不饱和(含硅)化合物所需式 I 化合物的用量比使用已知化合物更低。

— 稳定效应持续更长时间。

— 使用式 I 化合物，在颜色和气味方面实质上改进了式 II 产物的质量。