

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷
C08G 77/44
C08G 77/06 C08J 3/03



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 99115974.8

[45] 授权公告日 2003 年 10 月 29 日 [11] 授权公告号 CN 1125843C

[22] 申请日 1999. 12. 2 [21] 申请号 99115974. 8 [30] 优先权 [32] 1998. 12. 2 [33] GB [31] 9826394. 0 [71] 专利权人 陶氏康宁有限公司 地址 比利时瑟内夫 [72] 发明人 F·戴勒 L·马第奥克斯 审查员 朱 颖	[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利 商标事务所 代理人 孙 爱
权利要求书 2 页 说明书 10 页	

[54] 发明名称 制备水包硅氧烷乳化液的方法
[57] 摘要

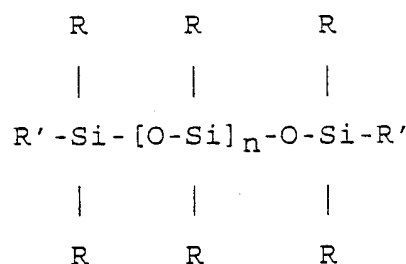
一种含有线性非交联硅氧烷共聚物的水包硅氧烷乳化液，是通过在一种金属催化剂存在下，使一种 OH 封端的聚二有机硅氧烷与一种胺官能化的三烷氧基硅烷进行聚合而制备的。但是，这种聚合反应通过对这种共聚物的乳化作用而中止。在乳化作用之前加入一种羧酸酐。所得到的乳化液特别适用于许多个人护理用品的应用，它们还可用于纺织纤维处理、皮革润滑、纺品软化，作为脱模剂，用于油品减曳、润滑和切割纤维素物质的简化的水基涂层中。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种制备含有线性非交联硅氧烷共聚物的水包硅氧烷乳化液的方法, 其特征在于该方法依次由下列步骤组成: (A) 在一种有机锡催化剂存在下, 使一种 OH 封端的聚二有机硅氧烷与以在聚合反应步骤 (A) 中各组分总重量计, 大于 0 但至多 5 重量% 的一种胺官能化的三烷氧基硅烷进行聚合; (B) 向步骤 (A) 的反应产物中加入一种羧酸酐, 该羧酸酐的量足以将聚合反应慢下来, 和 (C) 接着对在聚合反应步骤 (A) 中所制备的共聚物进行乳化。

2. 根据权利要求 1 所述的方法, 其特征在于所述的羧酸酐是选自由乙酸酐、苯甲酸酐、琥珀酸酐、邻苯二甲酸酐和马来酸酐所组成的组。

3. 权利要求 1 所述的方法, 其特征在于所述的 OH 封端的聚二有机硅氧烷包括一种线性的聚合物, 其结构为:



其中, 每个 R 分别表示具有 1 - 20 个碳原子的烷基或芳基; R' 表示 OH; n 为大于 1 的正整数。

4. 权利要求 1 所述的方法, 其特征在于所述的胺官能化的三烷氧基硅烷单体是选自由 4-氨基丁基三乙氧基硅烷;

N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷;

N-(6-氨基己基)氨基丙基三甲氧基硅烷;

3-氨基丙基三乙氧基硅烷; 3-氨基丙基三甲氧基硅烷;

(3-氨基丙基)三[2-(2-甲氧基乙氧基)乙氧基]硅烷; 和

3-[2-(2-氨基乙氧基)乙氧基]丙基-三甲氧基硅烷所组成的组。

5. 权利要求1所述的方法, 其特征在于所述的有机锡催化剂是选自由辛酸锡、二月桂酸二甲基锡、二月桂酸二丁基锡、二乙酸二丁基锡、二新癸酸二甲基锡、二甲氧基二丁基锡、甘油三蜡酸异丁基锡、二丁酸二甲基锡、酒石酸三乙基锡、油酸锡、环烷酸锡、丁酸锡、乙酸锡、苯甲酸锡、癸二酸锡和琥珀酸锡组成的组。

6. 前述权利要求任一项所述的方法, 其特征在于所述的共聚物是采用一种非离子表面活性剂进行乳化的。

7. 权利要求1-5任一项所述的方法, 其特征在于所述的共聚物是采用非离子表面活性剂和离子表面活性剂联合进行乳化的。

8. 权利要求1-5任一项所述的方法, 其特征在于所述的共聚物是采用一种阳离子表面活性剂进行乳化的。

9. 权利要求1-5任一项所述的方法, 其特征在于所述的共聚物是采用一种阴离子表面活性剂进行乳化的。

10. 权利要求1-5任一项所述的方法, 其特征在于所述的硅氧烷共聚物在25℃其粘度范围在 $30000\text{mm}^2/\text{s}$ - $500000\text{mm}^2/\text{s}$ 之间, 所述的乳化液的平均颗粒尺寸范围在0.3微米-1.5微米之间。

11. 权利要求4所述的方法, 其特征在于所采用的胺官能化的三烷氧基硅烷以低于在聚合反应步骤(A)中各组分总重量计, 大于0但小于3重量%。

制备水包硅氧烷乳化液的方法

技术领域

本发明涉及一种制备乳化液的方法，特别是一种制备含有线性非交联硅氧烷共聚物的水包硅氧烷乳化液的方法。

背景技术

含有一种胺官能化的聚二甲基硅氧烷流体的商用乳化液，在市场需求受到限制，这是由于它们仅含有相对低粘度的胺官能化的聚二甲基硅氧烷流体，它们为在25℃时具有粘度至多为约25000 mm²/s的胺官能化的聚二甲基硅氧烷。但是，对于含有较高分子量和相应较高粘度的直链胺官能化聚二甲基硅氧烷流体的乳化液，仍然存在着需求，尤其是在个人护理用品的领域。

而且，这些商用的乳化液中，除了低粘度的胺官能化聚二甲基硅氧烷流体外，还经常可能含有约1%的挥发性的环状聚二甲基硅氧烷物种，如八甲基环四硅氧烷，可是这种挥发性物种的含量，根据新近的安全和环境规章条例是不合要求的。

尽管挥发性环状物种含量低于0.5%的较高粘度聚硅氧烷聚合物，已经可通过某些聚硅氧烷与交联剂在催化剂存在下进行反应而得到，这类链的延长业已可采用一种OH封端的聚二甲基硅氧烷和一种二烷氧基硅烷来获得。这种方法非常慢，通常要几个星期的时间才能完成。如果企图改进这种方法以加快反应的进行，则采用三烷氧基硅烷替代二烷氧基硅烷，这将会导致交联弹性物质的形成，而这种物质在许多应用中是不希望存在的。

先有技术提及了一种含有胺官能化的聚二甲基硅氧烷的乳化液，但是这些发明都没有提及乳化液中所含有的胺官能化的聚二甲基硅氧烷流体的特定粘度或分子量，或者是虽然提到了胺官能化的聚二甲基硅氧烷流体的粘度或分子量，但却是明显地低于现在私人护理用品领域生产所要求达到的水平。在某些专利中，尽管涉及了较高粘度或较高分子量的胺官能化聚二甲基硅氧烷流体，但是在这些专利中通常都对这种乳化液的制备保持沉默。US5326483就是一个例子。

虽然申请人知道，有许多先有技术充满于专利之中，它们都涉及含有高粘度和高分子量的聚硅氧烷的不同类型的固化体系，但是，采用三烷氧基硅烷以

便在本体相中聚合 OH 封端的聚二有机硅氧烷或聚二甲基硅氧烷, 并从而通过这种方法, 以制备一种呈乳化液形式的高分子量的线性非交联硅氧烷聚合物, 这种方法仍是未知的。

此外, 下面的方法也是未知的, 即进行一种聚合反应, 然后加入一种酸酐并通过乳化作用, 从而中止聚合反应进程, 特别是在基于 OH 封端的聚二甲基硅氧烷或聚二有机硅氧烷的硅氧烷体系中, 已知它是不稳定的而且易于逆转, 如解聚作用或后聚作用。尽管如此, 在其乳化之前通过直接向硅氧烷聚合物中加入少量的一种羧酸酸酐, 申请入业已发现是一种可避免这种逆转的有效方法。

发明内容

本发明提供一种制备含有线性非交联硅氧烷共聚物的水包硅氧烷乳化液的方法, 其特征在于该方法依次由下列步骤组成: (A) 在一种有机锡催化剂存在下, 使一种 OH 封端的聚二有机硅氧烷与以在聚合反应步骤 (A) 中各组分总重量计, 大于 0 但至多 5 重量% 的一种胺官能化的三烷氧基硅烷进行聚合; (B) 向步骤 (A) 的反应产物中加入一种羧酸酸酐, 该羧酸酸酐的量足以将聚合反应慢下来, 和 (C) 接着对在聚合反应步骤 (A) 中所制备的共聚物进行乳化。

本发明能够利用一种其中采用了三烷氧基硅烷的硅氧烷固化体系来制备硅氧烷聚合物, 而且, 当预期的粘度已经达到时, 本发明可通过一个酸酐添加和乳化作用步骤, 使聚合反应中止。尽管这种方法可用来制备含有粘度范围约为 1000 mm²/sec-1000000 mm²/sec 硅氧烷聚合物的乳化液, 但最优选的是乳化液中的硅氧烷聚合物具有的粘度通常其范围约为 30000 mm²/sec-500000 mm²/sec。

这样, 根据本发明, 如果采用少量的三烷氧基硅烷, 而且在聚合物还处于线性时进行一个聚合反应中止步骤, 就可获得线性的硅氧烷聚合物。因此, 实质上, 乳化作用是用来中止聚合反应的。在乳化之前通过向聚合物中引入一种酸酐, 可避免聚合物的逆转。

在由本发明所获得的好处中, 包括可以获得一种有用的硅氧烷乳化液, 它含有更高分子量的线性胺官能聚硅氧烷聚合物, 它比采用目前的制备技术所获得的聚合物具有改善的头发调理性能。

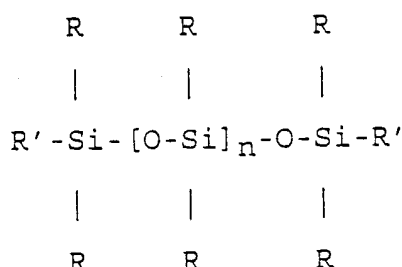
此外, 与采用二烷氧基硅烷技术相比, 采用三烷氧基硅烷可显著是加快聚合反应的动力学速度, 出人意料的是, 如果采用少量的三烷氧基硅烷, 它不会导致交联物质的生成, 而且, 还可通过酸酐的添加和乳化作用使聚合反应中止。虽然三烷氧基硅烷的用量以重量计可高到约 5%, 但优选其用量以重量计通常是

低于约 3%。

根据本发明的方法主要是进行两个步骤。第一个步骤包括 OH 封端的聚二有机硅氧烷优选是聚二甲基硅氧烷，在一种金属催化剂存在下，与胺官能化的三烷氧基硅烷的聚合反应。在第二步骤中，通过加入一种酸酐和通过作为加入一种或多种表面活性剂和水的结果的乳化作用，使在第一步骤中的进行的缩合反应中止。

具体实施方式

用于该方法第一步骤中上述反应中的聚二有机硅氧烷，通常包括一种大体上线性的聚合物，其结构为：



在此结构中，每个 R 分别表示具有可多达 20 个碳原子的烷基，如烷基，代表性的例子有甲基、乙基、丙基或丁基。R 也可是一种芳基如苯基。R' 表示 -OH，n 为大于 1 的正整数。优选的 n 为一个整数，使得聚合物的聚硅氧烷在 25 °C 具有粘度约为 1-1×10⁶ mm²/sec。

如果需要的话，该聚二有机硅氧烷可具有少量的支链，如低于硅氧烷单位的 2 mole%，而不会影响本发明，即，该聚合物大体上是线性的。优选地，所有的 R 基团都是甲基。

在缩合反应中与 OH 封端的聚二有机硅氧烷进行反应的有机硅原料为一种胺官能化的三烷氧基硅烷。这种物质可用分子式 Q-Si-(OR'')₃ 表示，其中的 R'' 为含有 1-6 个碳原子的烷基；Q 表示一种表示式为 -R'''Z 的胺官能化的取代基，其中的 R''' 为一种具有 3-6 个碳原子的二价亚烷基；Z 为一价基团，选自 -NR'''' 和 -NR''''(CH₂)_mNR'''' 所组成的组，其中的 R'''' 表示氢或一种具有 1-4 个碳的烷基，m 的取值为 2-6 的正整数。

合适的 R' 基团分别选自甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基和异丁基。

用 R' ' ' 表示的亚烷基可包括三亚甲基、四亚甲基、五亚甲基、 $-\text{CH}_2\text{CHCH}_3\text{CH}_2-$ 和 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CHCH}_3\text{CH}_2-$ 。其中的 R' ' ' 为三亚甲基或一种烷基取代的三亚甲基如 $-\text{CH}_2\text{CHCH}_3\text{CH}_2-$ 的硅烷是优选的。

有用的 Z 基团包括未取代的氨基 $-\text{NH}_2$ ，烷基取代的氨基如 $-\text{NHCH}_3$ 、 $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ 和 $-\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_2$ 和氨基烷基取代的氨基如 $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_6\text{NH}_2$ 和 $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ 。

可以采用的商业可得的胺官能化的三烷氧基硅烷的部分代表性实例有：

4-氨基丁基三乙氧基硅烷；

N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷；

N-(6-氨基己基)氨基丙基三甲氧基硅烷；

3-氨基丙基三乙氧基硅烷；3-氨基丙基三甲氧基硅烷；

(3-氨基丙基)三[2-(2-甲氧基乙氧基)乙氧基]硅烷；和

3-[2-(2-氨基乙氧基)乙氧基]丙基三甲氧基硅烷。

如果需要的话，其它类型的官能化的三烷氧基硅烷也可用于此地，例如环氧基官能化的三烷氧基硅烷，丙烯酰氧基官能化的三烷氧基硅烷，和甲基丙烯酰氧基官能化的三烷氧基硅烷。可以采用的代表性实例包括：

3-(缩水甘油氧丙基)三甲氧基硅烷，

[β -(3,4-环氧环己基)乙基]三甲氧基硅烷，

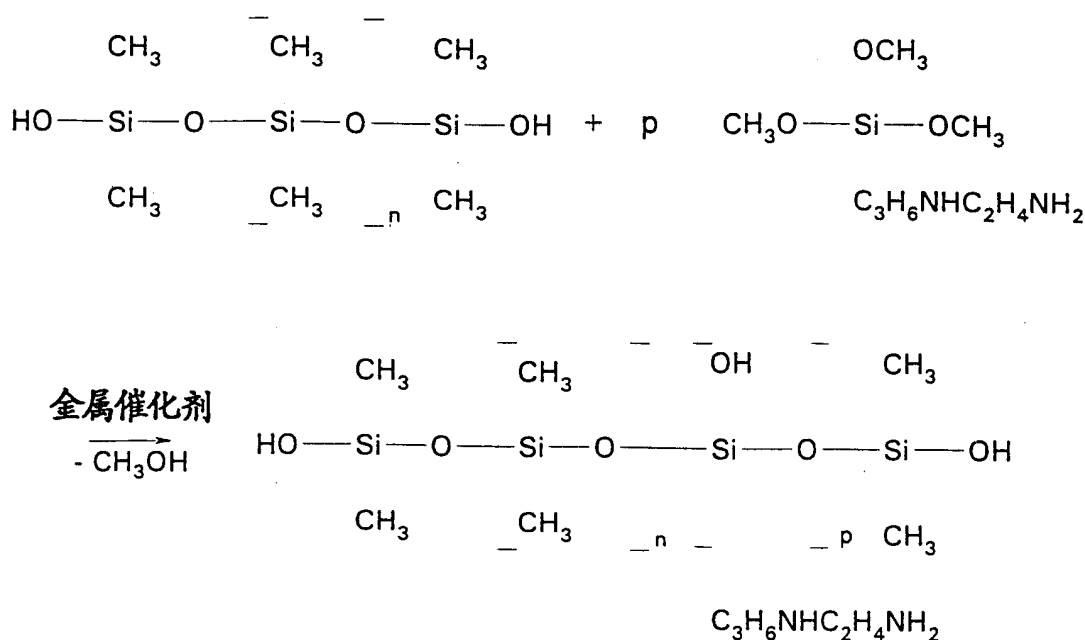
5,6-(环氧基己基)三甲氧基硅烷，

3-(丙烯酰氧基丙基)三甲氧基硅烷，和

3-(甲基丙烯酰氧基丙基)三甲氧基硅烷。

用于 $\equiv\text{Si}-\text{OH}$ 与 $\equiv\text{Si}-\text{OR}$ 反应的金属催化剂优选为一种有机锡盐，部分实例包括辛酸锡、二月桂酸二甲基锡、二月桂酸二丁基锡、二乙酸二丁基锡、二新癸酸二甲基锡、二甲氧基二丁基锡、甘油三蜡酸异丁基锡、二丁酸二甲基锡、酒石酸三乙基锡、油酸锡、环烷酸锡、丁酸锡、乙酸锡、苯甲酸锡、癸二酸锡和琥珀酸锡。一般地，催化剂的用量约为 OH 封端的聚二有机硅氧烷重量的 0.001-10%。

在本方法的第一步骤中进行的聚合反应，是一个缩合反应，它包含有 OH 封端的聚二有机硅氧烷、氨基三烷氧基硅烷和金属催化剂，它可通过下面描述的特例而得到说明。



这种缩合反应可通过添加一种酸酐而使之慢下来, 优选是添加一种羧酸酐, 如乙酸酐 $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ 或苯甲酸酐 $(\text{C}_6\text{H}_5\text{CO})_2\text{O}$ 。其它的羧酸酐也可采用, 如琥珀酸酐、邻苯二甲酸酐和马来酸酐。

在此添加步骤之后, 采用水和一种合适的表面活性剂或表面活性剂的混合物, 使所得到的线性 OH 封端的胺官能化的硅氧烷共聚物发生乳化。

所述的表面活性剂可以是非离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、阴离子表面活性剂、烷基聚糖类或两性表面活性剂。

非离子表面活性剂的实例包括聚氧亚烷基烷基醚、聚氧亚烷基山梨聚糖烷基酯、聚氧亚烷基烷基酯和聚氧亚烷基烷基酚醚、聚亚乙基二元醇、聚亚丙基二元醇和二亚乙基二元醇。

阳离子表面活性剂的实例包括: 季铵盐的氢氧化物如氢氧化四甲基铵、甲基硫酸十六基三甲基铵、乙酸烷基三羟基乙基铵、氢氧化辛基三甲基铵、氢氧化十二基三甲基铵、氢氧化十六烷基三甲基铵、氢氧化辛基二甲基苯基铵、氢氧化癸基二甲基苯基铵、氢氧化二(十二基)二甲基铵、氢氧化二(十八烷基)二甲基铵、氢氧化牛脂三甲基铵、氢氧化椰油三甲基铵, 以及这些物质其相应的盐类;

脂肪酸胺和酰胺和它们的衍生物, 以及脂肪酸胺和酰胺的盐类, 包括脂族脂肪胺和它们的衍生物、具有脂肪链的芳胺同族物、源于脂族二胺的脂族酰胺、源于二取代的胺衍生的脂族酰胺、乙二胺的衍生物、氨基醇类的酰胺衍生物、长链脂肪酸的胺盐、源于二取代二胺的脂族酰胺的季铵碱、苯并咪唑啉的季铵碱、吡啶盐的碱性化合物及其衍生物; 铕的化合物; 甜菜碱的季铵化合物; 乙二胺的尿烷; 聚乙二胺; 和聚丙醇聚乙醇胺。

合适的阴离子表面活性剂实例包括: 硫酸烷基酯如硫酸十二烷基酯; 聚合物如丙烯酸酯/ C_{10-30} 烷基丙烯酸酯交联聚合物; 烷基苯磺酸及其盐, 如己基苯磺酸、辛基苯磺酸、癸基苯磺酸、十二基苯磺酸、十六基苯磺酸和肉豆蔻基苯磺酸; 单烷基聚氧亚乙基醚的硫酸酯; 烷基萘磺酸; 碱金属磺化蓖麻醇酸盐; 磺化的脂肪酸甘油酯, 如磺化的椰子油酸单甘油酯、磺化的一价醇酯的盐、氨基磺酸酰胺、脂肪酸腈的磺化产物、磺化的芳基烃、萘磺酸与甲醛的缩合产物、八氢萘磺酸钠; 碱金属烷基硫酸盐; 硫酸酯; 和烷基芳基磺酸酯。

部分合适的烷基多糖类表面活性剂实例包括: 例如, 结构式为 $R^1-O-(R^2O)_a \cdot (G)_b$ 的物质, 其中的 R^1 表示线性或支链的烷基、线性或支链的烯基或烷基苯基; R^2 表示亚烷基; G 为一种已还原的糖; a 表示 0 或一个正整数; b 表示一个正整数。这些类型的表面活性剂业已详细说明, 例如在 US5035832 中。

合适的两性表面活性剂的实例包括椰油酰胺基丙基甜菜碱和椰油酰胺基丙基羟基硫酸酯。

上述的表面活性剂可单独使用, 也可联合使用。

乳化液中的硅氧烷的颗粒尺寸, 除了其它因素, 还取决于所采用的表面活性剂的用量和种类。表面活性剂的用量随表面活性剂而改变, 但是一般地, 其用量约为 OH 封端的聚二有机硅氧烷总重量的 1-30%。颗粒尺寸范围起始为 $0.2\mu m$, 但是优选为约 $0.3\mu m$ 至 $1.5\mu m$ 。

最后用来形成乳化液的物质为水, 它可形成乳化液的连续相, 硅油小滴可分散到其中去。

如果需要的话, 其它的物质也可加入到乳化液的任一相之中。例如, 可包括香水、着色剂、增稠剂、防腐剂、可塑剂和活性成分如药物。

优选的方法是将线性 OH 封端的胺官能化的硅氧烷共聚物、表面活性剂和水采用简便的搅拌方式进行混合, 形成一种粗的油包水混合物。这种混合物接着进

行乳化。在乳化作用过程中，所述的粗的油包水混合物转化为一种细的硅水包硅氧烷乳化液。这种乳化作用可采用传统的装置如分批混合器、胶体磨或直线混合物（line mixer）。因此，这种乳化方法简便快捷。

线性 OH 封端的胺官能化的硅氧烷共聚物、表面活性剂和水可一次性进行混合，这些物质也可以任意的顺序进行混合，只要水是作为最后的组分就可以了。

本发明的乳化液在许多标准应用硅氧烷乳化液的场合是有用的。因此，它们可适用于个人护理的应用领域。如用于头发、皮肤、粘液和牙齿。在这些应用中，硅氧烷是光滑的，它可改善下列物质的性能，护肤霜、润肤露、增湿剂、面部处理剂如粉刺去除剂或去皱剂、个人和面部清洁剂、浴油、香水、香料、科隆香水、香粉、防晒剂、预剃须液和后剃须液、剃须皂和剃须泡沫。同样地，它还可用于洗发香波、头发调理剂、发胶、摩丝、烫发液、脱发剂和护膜涂层，可用来提供较好的调理效果。在化妆品中，它是用作颜料的均化和铺展剂，用于美容品、加色化妆品、底粉、胭脂、唇膏、眼线膏、睫毛油、除油剂、加色化妆品去除剂和脂粉中。同样地，它也可用作一种油和水可溶的物质的输送体系，如维生素、有机防晒剂、神经酰胺和药物。当被复合成为小棒、凝胶、洗液、气溶胶和滚珠时，本发明的乳化液增加了一个干燥柔滑的补偿作用。

当用于个人护理用品时，乳化液的加入量一般为个人护理用品重量的约 0.01 - 50%，优选约为 0.1-25%。它们可添加到传统的用于个人护理用品的成分之中。因此，它们可与沉积聚合物、表面活性剂、洗涤剂、抗菌剂、去头屑剂、发泡剂、蛋白质、增湿剂、悬浮剂、遮光剂、香水、着色剂、植物提取液、聚合物及其它的传统个人护理用品的组分相混合。

除了个人护理用品之外，本发明的乳化液还可用于其它的应用，如纺织纤维处理、皮革润滑油、织品软化、脱模剂、水基涂料、油的减曳、润滑油和切割纤维素物质的简易化。

在这里所描述的没有远离本发明主要特征的复合物、组合物和方法，也可有其它的变化。

下面给出的实例将对本发明作更为详细的说明。除非另有说明，所有的组分和百分比都是以重量计的，粘度是在 25℃ 下测定的。

实例 1

制备一种阳离子乳化液，是通过混合 49.64 g 的聚合度约为 560 的 OH 封端

的聚二甲基硅氧烷、0.1 g 的锡催化剂和 0.26 g 的 N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷而制备的。在本实例中所用的锡催化剂为二新癸酸二甲基锡。聚合度的意思为在前述的表示聚二甲基硅氧烷单体的分子式中“n”的数值约为 560。因此，该聚二甲基硅氧烷单体具有与分子式 $\text{HO}(\text{CH}_3)_2\text{SiO}[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_{560}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{OH}$ 相应的结构。在 40℃ 下 35 分钟内得到一种粘度为 100000 mm²/s 胺官能化的硅氧烷聚合物。它是可流动的，并能够用来机械乳化。为了停止进一步的聚合反应，接着进行转相乳化作用。它是通过向聚合物中加入 0.4 g 的乙酸酐而实现的，从而避免了任何的逆转解聚反应。之后，再加入 3 g 的 Renex 30、2 g 的 Arquad 16-29 和 4 g 水。需要说明的是，Arquad 16-29 是一种阳离子表面活性剂，和一种氯化 N-烷基三甲基铵。它是 Akzo Chemicals, Inc., Chicago, Illinois 的产品。Renex 30 是一种 HLB 为 14.5 的非离子表面活性剂。它是一种聚氧亚乙基醚醇，是 ICI Surfactants, Wilmington, Delaware 生产的产品。

将混合物充分地剪切，以实现相转化，继续进行剪切作用，直至得到颗粒尺寸减小到约 0.3-0.8 微米范围之内。向经过剪切的混合物中加入 40.6 g 的稀释水。

对本实例所制备和乳化的聚合物的流变学研究表明，没有发生交联作用。这可由 tan delta 或损失因子得到证实，它是粘性系数 G'' 与弹性系数 G' 的比值，对应于 tan deltas 已知的粘度为 100000 mm²/s 的线性胺官能化硅氧烷聚合物，它通常具有的数值在 1 赫兹 (Hz) 时约为 10。需要指出的是，tan delta 是一种通常关于并用来表征交联物质如弹性体的性质，其计算方法和意义在 US5449560 中有详细的说明。

为了保证乳化液中的聚合物小滴不再继续进一步进行聚合反应，可采用经典的甲醇/己烷破乳技术将聚合物从乳化液中萃取出来，并测定其粘度。发现其粘度与乳化作用之前的纯聚合物的粘度保持一致。对其进行气相色谱 (GC) 分析，以确定是否存在挥发性的环硅氧烷，它们在制备过程中可能作为副产物而形成，如物种八甲基环四硅氧烷 (D4)。分析结果表明仅含有约 0.1% 的 D4。

实例 2-4

重复实例 1，所不同的是用于这三个实例中的锡催化剂的用量为 0.2%。用于这三个实例中的 N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷的用量也是不同

的, 可见下面的表1. 实例2和3采用的 OH 封端的聚二甲基硅氧烷具有不同的聚合度(DP), 其 DP 可见表1. 另一方面, 实例4所采用的是含有重量比 80% 的其聚合度约为 560 的 OH 封端的聚二甲基硅氧烷和 20% 的其粘度为 90 mm²/s 的 OH 封端的聚二甲基硅氧烷的混合物.

表 1

	实例 2	实例 3	实例 4
	较短的 PDMS	较长的 PDMS	2 种 PDMS 的混合(DP 560/DP 100)
	DP 472	DP 945	
氨基硅烷的量	0.64%	0.33 %	3 %
达到 100000 mm ² /s 的时间	340 分钟	38 分钟	550 分钟
在 1 Hz 时的 Tan Delta	8.8	10.4	2.7

实例 5-7

采用相同的 OH 封端的 PDMS 重复实例 1, 但是所用的 N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷的用量以重量计为 0.52%. 经转相乳化作用所得到的结果为 100000 mm²/s 的胺官能化的硅氧烷. 在这三个实例中用于乳化作用的表面活性剂的种类, 与实例 1 也是不同的, 可见下面的表 2. 要说明的是, Elfan NS-242 是一种乙氧基化的硫酸烷基酯, 可由 Akzo Chemicals BV, Amersfoort, The Netherlands 获得.

表 2

	实例 5 阳离子表面活性剂	实例 6 非离子表面活性剂	实例 7 阴离子表面活性剂
名称及用量	ARQUAD 16-29 5%	RENEX 30 4%	ELFAN NS-242 4%
转化水用量	0%	4%	15%
颗粒尺寸	1.5 μm	0.4 μm	1 μm

实例 8-10

采用相同的原料重复实例 1。所用的锡催化剂的用量以重量计为 0.2%。用于这三个实例中的 N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷的用量可见下面的表 3。这些实例给出了硅烷用量对粘度为 $100000 \text{ mm}^2/\text{s}$ 共聚物的交联程度(由 Tan Delta 物化)的影响。

表 3

	实例 8	实例 9	实例 10
	0.44%的氨基硅烷	0.52%的氨基硅烷	0.62%的氨基硅烷
到达 $100000 \text{ mm}^2/\text{s}$ 的时间	450 分钟	134 分钟	82 分钟
在 1 Hz 时的 Tan Delta	11.8	9.9	3.7

实例 11

在本实例中, 一种已知经过解聚的胺官能化的硅氧烷树脂, 作为标准以用来进行对比。其粘度约为 $85000 \text{ mm}^2/\text{s}$, 在 1 Hz 处的 tan delta 约为 10.7。采用本发明的方法制备一种粘度为 $85000 \text{ mm}^2/\text{s}$ 的等价的胺官能化的硅氧烷。其 tan delta 约为 13。这表明本发明制备的受官能化的硅氧烷具有更好的可塑性能, 因而具有较弱的弹性。这就证明其中存在非常低数目的支链单体, 证明本发明的方法可用来生产线性的聚合物。