



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102002242 B

(45) 授权公告日 2012.08.22

(21) 申请号 201010513349.7

CN 1613537 A, 2005.05.11, 说明书第 2 至 4 页.

(22) 申请日 2010.10.21

(73) 专利权人 南京四新科技应用研究所有限公司

地址 210037 江苏省南京市下关区黄家圩路 41-1 号 B4-2 幢

张宝银等. 复合型有机硅乳液消泡剂的制备. 《山东化工》. 2001, 第 30 卷 (第 2 期), 第 9 至 10 页 2 实验.

审查员 林荫

(72) 发明人 钟翔 吴飞 许勇 曹添

(51) Int. Cl.

C08L 83/10 (2006.01)

C08L 71/02 (2006.01)

C08L 83/12 (2006.01)

C08J 3/03 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1919936 A, 2007.02.28, 说明书第 2 至 5 页.

US 6451863 B1, 2002.09.17, 第 2 至 4 栏.

权利要求书 2 页 说明书 9 页

(54) 发明名称

一种有机硅乳液及制备方法

(57) 摘要

本发明的有机硅乳液由活性物质、高级脂肪醇聚醚、乳化剂、聚醚改性聚硅氧烷及水组成,其中所述的活性物质由聚有机硅氧烷、疏水粒子在催化剂作用下制备获得。所述的有机硅乳液的制备方法包括以下步骤:A、将活性物质、高级脂肪醇聚醚、乳化剂、聚醚改性聚硅氧烷在搅拌下充分混合 10 ~ 50min ;B、将上述体系的温度升高至 55°C ~ 85°C ;C、保持体系温度,缓慢地加入水,提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液,继续加水至质量浓度为 40% ~ 70% ;D、将粗乳液通过胶体磨进一步乳化,最后用增稠水稀释到所需要的乳液浓度。本方法制备的有机硅乳液,性能稳定,能广泛用于造纸、纺织、涂料、皮革、医药、化妆品等行业。

1. 一种有机硅乳液,其特征在于组成成分为:

(1) 10-30 份的活性物质:由聚有机硅氧烷、疏水粒子在催化剂作用下制备获得,即:将聚有机硅氧烷、疏水粒子在室温下混合均匀;升温到 50 ~ 300℃,加入催化剂反应 2 ~ 8h;降温至室温即得活性物质;

其中:

所述的聚有机硅氧烷选自聚二甲基硅氧烷、聚二乙基硅氧烷、聚甲基三氟丙基硅氧烷、聚甲基乙基硅氧烷,其在 25℃时的动力粘度为 10 ~ 100,000mPa·s,其用量占活性物质质量的 80 ~ 98%;

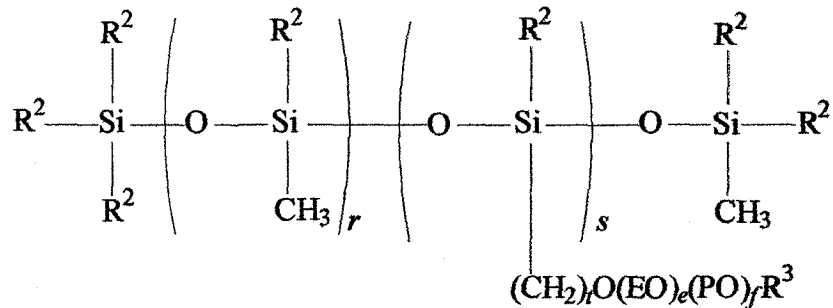
所述的疏水粒子为比表面积至少 50m<sup>2</sup>/g 的二氧化硅,其用量占活性物质质量的 1 ~ 18%;

所述的催化剂为 NaOH,其用量占活性物质质量的 0.5 ~ 3%;

(2) 1-3 份的高级脂肪醇聚醚:其通式为 R<sup>1</sup>O(EO)<sub>m</sub>(PO)<sub>n</sub>H,式中 R<sup>1</sup> 为碳原子数为 12 ~ 24 的直链或支链的烷基;下标 m、n 为聚合度, m 为 5 ~ 50 的整数, n 为 10 ~ 80 的整数;

(3) 0.5-5 份的乳化剂:为非离子表面活性剂,选自下列一种物质或多种物质的混合物,包括:壬基酚聚氧乙烯醚、辛基酚聚氧乙烯醚、月桂酸聚氧乙烯醚、油酸聚氧乙烯醚、失水山梨醇单硬脂酸酯、失水山梨醇单油酸酯、失水山梨醇三硬脂酸酯、失水山梨醇三油酸酯、失水山梨醇单硬脂酸聚氧乙烯醚酯、失水山梨醇单油酸聚氧乙烯醚酯、失水山梨醇三硬脂酸聚氧乙烯醚酯或蓖麻油聚氧乙烯醚;

(4) 5-15 份的聚醚改性聚硅氧烷:其在 25℃时的动力粘度为 10 ~ 30,000mPa·s,其结构式为:



其中,字母 R<sup>2</sup> 为甲基、乙基、丙基、丁基或苯基;R<sup>3</sup> 为氢原子、甲基、乙基、丙基或丁基;下标 s 为 1 ~ 50 的整数, r 为 1 ~ 200 的整数;下标 e 和 f 均为 1 ~ 50 的整数;下标 t 为 1 ~ 6 的整数;

(5) 50-80 份的水;

上述的各组分质量之和为 100 份,制备该有机硅乳液的特征步骤为:

A、将活性物质、高级脂肪醇聚醚、乳化剂、聚醚改性聚硅氧烷在搅拌下充分混合 10 ~ 50min;

B、将上述体系的温度升高至 55℃ ~ 85℃;

C、保持体系温度,缓慢地加入水,提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液;

D、将粗乳液通过胶体磨进一步乳化,最后用增稠剂稀释到所需要的乳液浓度。

2. 权利要求 1 所述的一种有机硅乳液,其特征在于 (2) 所述的高级脂肪醇聚醚,其通式

中的 R<sup>1</sup> 为碳原子数为 16 ~ 20 的直链烷基；下标 m 为 10 ~ 25 的整数，n 为 20 ~ 50 的整数。

## 一种有机硅乳液及制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种有机硅乳液及制备方法,有机硅乳液是重要精细化学品添加剂,因此,本发明隶属于精细化工制剂技术领域。

### 技术背景

[0002] 有机硅乳液是重要的有机硅产品之一,由于它的独特性能和特点,在工业上得到广泛的应用,被广泛用于造纸、纺织、浆料、涂料、建筑、皮革、医药、化妆品等工业领域,并且应用领域还在不断拓展,应用潜能很大。在上述应用领域中,有机硅以水乳液的形式使用最为经济、方便、安全,同时符合环保的要求。

[0003] 工业过程中使用的有机硅乳液主要是水包油型的,水包油型有机硅乳液主要有以下两种制备方法,第一种是通过聚合的方法形成的,将有机硅单体在催化剂和引发剂以及表面活性剂等作用下聚合而成,如织物拒水剂等;第二种是通过机械的方法制备,将制备乳液的各种组分,包括油相组分、乳化剂、水、稳定剂等组成,通过加热搅拌、机械剪切、胶体磨、均质机等方式分散制得,如消泡剂、脱模剂等等。

[0004] 根据有机硅乳液使用用途的不同,选择不同粘度的聚硅氧烷、改性聚硅氧烷作为活性物质,这些聚硅氧烷有的是线性结构,有的是空间三维结构,要用现有的乳液制备方法将活性物质分散于水中是件非常困难的事,专利 CN1807512 和 CN101298027 则通过加入一些辅助物质将高粘度的有机硅混合物分散于水中,制备成有机硅乳液。

[0005] 评价一种有机硅乳液,通常将其功能与其余相关性质紧密联系在一起,例如,有机硅消泡剂乳液在保证消泡性能的同时还必须要考虑到产品的稀释稳定性、抗剪切性、储存稳定性和耐温稳定性等等,如果将稳定性不好的有机硅乳液消泡剂应用于纺织工业中的棉、化纤等染色上消除有害泡沫的话,就很容易形成“硅斑”,严重影响到染色的效率和最终产品的质量,造成经济上的重大损失。因此,有机硅乳液的稳定性相当重要。

[0006] 有机硅乳液的关键组分乳化剂主要是用来分散活性物质的。大量的实验经验表明,乳化剂过多,会影响到有机硅乳液的主要功能;乳化剂过少,得到的有机硅乳液则很不稳定,可能会造成损失。因此,很多有机硅乳液研究者都关注“在保证有机硅乳液的性能安全性时,如何降低乳化剂和活性物质之间的比例?”,以充分发挥活性物质的功能,降低化学耗氧量和生物耗氧量,实现低碳经济和环保经济。

[0007] 目前,通常采用硅聚醚、失水山梨醇聚醚衍生物、烷基酚聚醚衍生物等作为乳化剂来分散有机硅混合物,但是这些乳化剂的乳化效率有待进一步提高。

[0008] 本发明的发明人通过大量实验研究,优选包括聚二甲基硅氧烷、聚二乙基硅氧烷、聚甲基三氟丙基硅氧烷、聚甲基乙烯基硅氧烷等聚有机硅氧烷物质,再将所述的聚有机硅氧烷与疏水粒子在催化剂作用下的反应产物作为活性物质,结合乳化工工艺研究,通过优选乳化剂,引入聚醚改性聚硅氧烷(俗称硅聚醚)、高级脂肪醇聚醚等物质,加工制备成稳定的有机硅乳液。试验结果表明,在乳化有机硅混合物时向混合物中加入高级脂肪醇聚醚,能大大提高乳化剂的乳化效率,得到更稳定的有机硅乳液,这样也就能大大提升活性物质的

功能。

## 发明内容

[0009] 本发明的目的是提供一种有机硅乳液及制备方法,应用本发明制备的有机硅乳液具有较好稳定性,增加了其适用的范围。

[0010] 本发明制备的有机硅乳液,其特征在于包括以下几种组分:

[0011] 1、活性物质:

[0012] 本发明所述的活性物质为聚有机硅氧烷、疏水粒子在催化剂作用下的反应产物。

[0013] (1) 所述的聚有机硅氧烷的结构通式如下:



[0015] 其中R为取代或非取代的一价烃基,碳原子数为1~20,这些基团包括烷基(如甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基)、芳基(苯基、甲苯基、苯甲基)和烯烃基(包括乙烯基、丙烯基),这些基团中的氢原子可以部分被卤原子取代,例如3,3,3-三氟丙基,a的取值为1.9~2.2。

[0016] 满足以上条件的聚有机硅氧烷很多,本发明中优选聚二甲基硅氧烷、聚二乙基硅氧烷、聚甲基三氟丙基硅氧烷、聚甲基乙烯基硅氧烷。所述的聚有机硅氧烷的粘度为10~100,000mPa·s,优选为100~10,000mPa·s,用量为活性物质总质量的80~98%,优选90~95%。

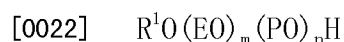
[0017] (2) 所述的疏水粒子包括二氧化硅、氧化镁、氧化锌、三氧化二铝。本发明选择的是疏水二氧化硅,比表面积至少50m<sup>2</sup>/g,优选150~250m<sup>2</sup>/g。用量占活性物质的1~18%,优选3~8%。

[0018] (3) 所述的催化剂是使得聚硅氧烷和二氧化硅之间发生反应,以提高疏水二氧化硅的疏水性。常用的催化剂包括LiOH、CsOH、NaOH、KOH、Me<sub>4</sub>NOH、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>,本发明优选NaOH。催化剂的用量为活性物质的0.5~3%,优选1~2%。

[0019] 所述的活性物质的制备工艺如下:先将聚有机硅氧烷和疏水粒子室温下混合均匀,以保持充分接触。然后升温至50~300℃,优选100~200℃,加入催化剂反应2~8h,优选4~6h。反应完毕降温至室温即得活性物质。以整个有机硅乳液为100质量份计,活性物的用量为10~30份。

[0020] 2、高级脂肪醇聚醚

[0021] 本发明所用的高级脂肪醇聚醚是以高级脂肪醇为起始剂,在催化剂的作用下和环氧乙烷(EO)、环氧丙烷(PO)发生聚合反应得到的聚合物,其制备方法在专业技术资料上可以查询得知,形成的高级脂肪醇聚醚的通式如下:



[0023] 式中,R<sup>1</sup>为碳原子数为12~24的直链或支链烷基,包括十二烷基、十四烷基、十六烷基、十八烷基和二十二烷基。R<sup>1</sup>优选碳原子数为16~20的直链烷基。式中m、n为聚合度,m为5~50的整数,优选10~25,n为10~80的整数,优选20~50。

[0024] 以整个有机硅乳液为100质量份计,高级脂肪醇聚醚的用量为1~3份。

[0025] 3、乳化剂

[0026] 本发明中的乳化剂,其包括非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂、阳离子表面活

性剂和两性表面活性剂。

[0027] 非离子表面活性剂的例子是壬基酚聚氧乙烯醚、辛基酚聚氧乙烯醚、月桂酸聚氧乙烯醚、油酸聚氧乙烯醚、失水山梨醇单硬脂酸酯、失水山梨醇单油酸酯、失水山梨醇三硬脂酸酯、失水山梨醇三油酸酯、失水山梨醇单硬脂酸聚氧乙烯醚酯、失水山梨醇单油酸聚氧乙烯醚酯、失水山梨醇三硬脂酸聚氧乙烯醚酯、蓖麻油聚氧乙烯醚、烷基酚聚氧乙烯醚以及诸如此类。

[0028] 阴离子表面活性剂的例子为壬基酚聚氧乙烯醚硫酸盐、辛基酚聚氧乙烯醚硫酸盐、烷基磷酸盐以及诸如此类的表面活性剂。

[0029] 阳离子表面活性剂的例子为烷基苄基铵盐、月桂酸咪唑啉、油酰基咪唑啉、十六烷基胺的盐以及诸如此类的表面活性剂。

[0030] 两性表面活性剂的例子为烷基三甲铵己内脂类型、磷酸酯类型的两性表面活性剂。

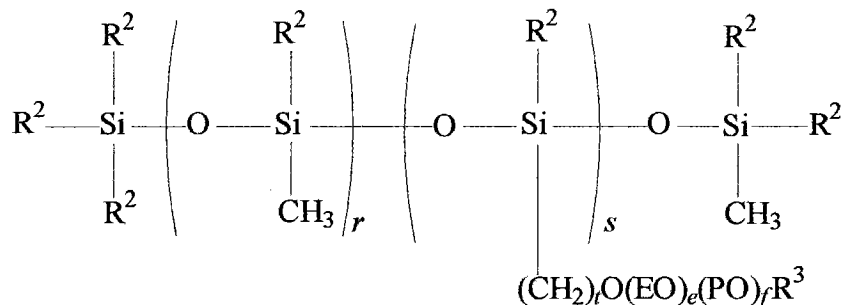
[0031] 优选非离子表面活性剂，使用的非离子表面活性剂为一种或多种的混合物，优选多种的混合物。

[0032] 以整个有机硅乳液为 100 质量份计，乳化剂的用量为 0.5-5 份。

[0033] 4、聚醚改性聚硅氧烷

[0034] 聚醚改性聚硅氧烷，俗称硅聚醚，是由含氢聚硅氧烷与不饱和聚醚在催化剂的作用下发生加成反应制备得到的。所述硅聚醚在 25℃ 时的动力粘度为 10 ~ 30,000mPa·s，优选为在 25℃ 下 60 ~ 5,000mPa·s。硅聚醚的结构式如下：

[0035]



[0036] 其中，字母  $R^2$  为甲基、乙基、丙基、丁基或苯基； $R^3$  为氢原子、甲基、乙基、丙基或丁基；下标  $r$ ,  $s$  是硅链节的聚合度， $s$  为 1 ~ 50 的整数， $r$  为 1 ~ 200 的整数；下标  $e$  和  $f$  分别为环氧乙烷 (EO) 和环氧丙烷 (PO) 的聚合度， $e$  和  $f$  均为 1 ~ 50 的整数；下标  $t$  为  $-CH_2-$  的聚合度，为 1 ~ 6 的整数。

[0037] 以整个有机硅乳液为 100 质量份计，硅聚醚的用量为 5-15 份。

[0038] 5、水

[0039] 以整个有机硅乳液为 100 质量份计，水的用量为 50-80 份。

[0040] 根据对乳液粘度的要求，可加入增稠剂，增稠剂包括聚丙烯酰胺、卡波姆、汉生胶、聚丙烯酸酯、纤维素醚类，增稠剂的加量根据乳液的粘度进行调整。长期储存时需要加入杀菌剂和防腐剂，如次氯酸钠、山梨酸钾、均三嗪、凯松等。

[0041] 制备乳液的方法有“剂在水中法”、“剂在油中法”、“初生皂法”等等，本发明选用“剂在油中法”制备高粘度有机硅组合物的水分散乳液，具体方法如下：

[0042] 室温下,将活性物质、高级脂肪醇聚醚、乳化剂、硅聚醚在搅拌下充分混合 10 ~ 50min,优选 15min ~ 30min;然后将上述体系的温度升高至 55℃ ~ 85℃保持体系温度,缓慢地加入水,提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液,继续加水至所需要的质量浓度,一般为 40% ~ 70%,优选为 50% ~ 65%;粗乳液通过胶体磨进一步乳化;最后用增稠水稀释到所需要的乳液浓度。

具体实施方式:

[0043] 活性物质的制备:

[0044] 采用下表中的反应原料及条件,按照前面提到的活性物质的制备方法,制得活性物质 A、B、C 和 D。

[0045] 表 1

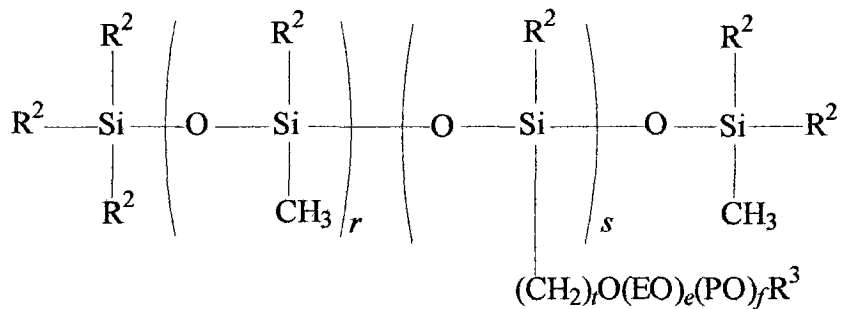
[0046]

活性物质	反应组分及占活性物的百分比			温度及反应时间
	聚有机硅氧烷	白炭黑 (A-200)	催化剂 (NaOH)	
A	聚二甲基硅氧烷 (1000 mPa·s), 94%	4%	2%	150℃, 5h
B	聚二乙基硅氧烷 (10,000 mPa·s), 90%	7%	3%	280℃, 6h
C	聚甲基三氟丙基硅氧烷 (500 mPa·s), 95%	3%	2%	80℃, 3h
D	聚甲基乙烯基硅氧烷 (8,000 mPa·s), 92%	5%	3%	240℃, 7h

[0047] 硅聚醚的制备:

[0048] 制备硅聚醚 E<sub>1</sub>、E<sub>2</sub>、E<sub>3</sub> 和 E<sub>4</sub>, 其结构式为:

[0049]



[0050] 其中 R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、r、s、e、f、t 的取值见表 2。

[0051] 表 2

[0052]

硅聚醚	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>3</sub>	E <sub>4</sub>
R <sup>2</sup>	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>
R <sup>3</sup>	-H	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>3</sub>

r	2	152	84	195
s	3	45	26	38
e	48	22	2	15
f	30	24	46	3
t	3	4	1	6

[0053] 高级脂肪醇聚醚的制备：

[0054] 制备高级脂肪醇聚醚  $F_1$ 、 $F_2$ 、 $F_3$  和  $F_4$ ，其结构通式为  $R^1O(EO)_m(PO)_nH$ ， $R^1$ 、 $m$  和  $n$  的取值见表 3。

[0055] 表 3

[0056]

高级脂肪醇聚醚	$F_1$	$F_2$	$F_3$	$F_4$
$R^1$	正十二烷基	正十六烷基	正二十二烷基	正十六烷基
$m$	5	15	50	20
$n$	35	10	80	40

[0057] 乳液的制备：

[0058] 实施例 1：

[0059] 乳液组成成分为：

[0060]	活性物质 A	5%
[0061]	活性物质 B	15%
[0062]	硅聚醚 $E_1$	3%
[0063]	硅聚醚 $E_2$	3%
[0064]	辛基酚聚氧乙烯 (9) 醚	0.5%
[0065]	高级脂肪醇聚醚 $F_1$	1.5%
[0066]	丙烯酸增稠剂	1%
[0067]	山梨酸钾	0.1%
[0068]	水	余量
[0069]	总计	100%

[0070] 室温下，将活性物质、高级脂肪醇聚醚、硅聚醚在搅拌下充分混合 35min，完成后将上述体系的温度升高至 60℃，然后，保持体系温度，缓慢地加入水，提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液转相，继续加水至所需要的质量浓度，为 50%，粗乳液通过胶体磨进一步乳化，最后用丙烯酸增稠水稀释到含固量为 28% 的乳液  $H_1$ 。

[0071] 实施例 2：

[0072] 乳液组成成分为：



[0073]	活性物质 C	10%
[0074]	活性物质 D	15%
[0075]	硅聚醚 E <sub>1</sub>	4%
[0076]	硅聚醚 E <sub>3</sub>	2.5%
[0077]	失水山梨醇单油酸酯	1.0%
[0078]	高级脂肪醇聚醚 F <sub>2</sub>	2.5%
[0079]	丙烯酸增稠剂	2%
[0080]	凯松	0.1%
[0081]	水	余量
[0082]	总计	100%

[0083] 室温下,将活性物质、高级脂肪醇聚醚、硅聚醚在搅拌下充分混合 40min,完成后将上述体系的温度升高至 80℃,然后,保持体系温度,缓慢地加入水,提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液转相,继续加水至所需要的质量浓度,为 60%,粗乳液通过胶体磨进一步乳化,最后用丙烯酸增稠水稀释到含固量为 35%的乳液 H<sub>2</sub>。

[0084] 实施例 3:

[0085] 乳液组成成分为:

[0086]	活性物质 B	15%
[0087]	活性物质 C	6%
[0088]	硅聚醚 E <sub>2</sub>	3%
[0089]	硅聚醚 E <sub>4</sub>	3%
[0090]	失水山梨醇三油酸酯	1%
[0091]	高级脂肪醇聚醚 F <sub>3</sub>	2%
[0092]	丙烯酸增稠剂	1.5%
[0093]	山梨酸钾	0.1%
[0094]	水	余量
[0095]	总计	100%

[0096] 室温下,将活性物质、高级脂肪醇聚醚、硅聚醚在搅拌下充分混合 25min,完成后将上述体系的温度升高至 70℃,然后,保持体系温度,缓慢地加入水,提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液转相,继续加水至所需要的质量浓度,为 55%,粗乳液通过胶体磨进一步乳化,最后用丙烯酸增稠水稀释到含固量为 30%的乳液 H<sub>3</sub>。

[0097] 实施例 4:

[0098] 乳液组成成分为:

[0099]	活性物质 A	10%
[0100]	活性物质 D	4%
[0101]	硅聚醚 E <sub>3</sub>	3%
[0102]	硅聚醚 E <sub>4</sub>	2.5%
[0103]	烷基酚聚氧乙烯 (3) 醚	0.5%
[0104]	高级脂肪醇聚醚 F <sub>4</sub>	1%
[0105]	丙烯酸增稠剂	2.5%

[0106]	山梨酸钾	0.1%
[0107]	水	余量
[0108]	总计	100%

[0109] 室温下,将活性物质、高级脂肪醇聚醚、硅聚醚在搅拌下充分混合 30min,完成后将上述体系的温度升高至 75℃,然后,保持体系温度,缓慢地加入水,提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液转相,继续加水至所需要的质量浓度,为 50%,粗乳液通过胶体磨进一步乳化,最后用丙烯酸增稠水稀释到含固量为 21%的乳液 H4。

[0110] 对比例 1:

[0111] 乳液组成成分为:

[0112]	活性物质 B	10%
[0113]	活性物质 A	5%
[0114]	硅聚醚 E <sub>1</sub>	6%
[0115]	硅聚醚 E <sub>2</sub>	4%
[0116]	辛基酚聚氧乙烯 (9) 醚	3%
[0117]	丙烯酸增稠剂	1%
[0118]	山梨酸钾	0.1%
[0119]	水	余量
[0120]	总计	100%

[0121] 室温下,将活性物质、乳化剂、硅聚醚在搅拌下充分混合 35min,完成后将上述体系的温度升高至 65℃,然后,保持体系温度,缓慢地加入水,提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液转相,继续加水至所需要的质量浓度,为 50%,粗乳液通过胶体磨进一步乳化,最后用丙烯酸增稠水稀释到含固量为 28%的乳液 T<sub>1</sub>。

[0122] 对比例 2:

[0123] 乳液组成成分为:

[0124]	活性物质 D	9%
[0125]	活性物质 C	8%
[0126]	硅聚醚 E <sub>1</sub>	7%
[0127]	硅聚醚 E <sub>3</sub>	6%
[0128]	失水山梨醇单油酸酯	5%
[0129]	丙烯酸增稠剂	2%
[0130]	山梨酸钾	0.1%
[0131]	水	余量
[0132]	总计	100%

[0133] 室温下,将活性物质、乳化剂、硅聚醚在搅拌下充分混合 40min,完成后将上述体系的温度升高至 75℃,然后,保持体系温度,缓慢地加入水,提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液转相,继续加水至所需要的质量浓度,为 60%,粗乳液通过胶体磨进一步乳化,最后用丙烯酸增稠水稀释到含固量为 35%的乳液 T<sub>2</sub>。

[0134] 对比例 3:

[0135] 乳液组成成分为:

[0136]	活性物质 B	10%
[0137]	活性物质 C	5%
[0138]	硅聚醚 E <sub>2</sub>	5%
[0139]	硅聚醚 E <sub>4</sub>	6%
[0140]	失水山梨醇三油酸酯	4%
[0141]	丙烯酸增稠剂	1.5%
[0142]	凯松	0.1%
[0143]	水	余量
[0144]	总计	100%

[0145] 室温下,将活性物质、乳化剂、硅聚醚在搅拌下充分混合 25min,完成后将上述体系的温度升高至 70℃,然后,保持体系温度,缓慢地加入水,提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液转相,继续加水至所需要的质量浓度,为 55%,粗乳液通过胶体磨进一步乳化,最后用丙烯酸增稠水稀释到含固量为 30%的乳液 T<sub>3</sub>。

[0146] 对比例 4:

[0147] 乳液组成成分为:

[0148]	活性物质 A	7%
[0149]	活性物质 D	4%
[0150]	硅聚醚 E <sub>3</sub>	3.5%
[0151]	硅聚醚 E <sub>4</sub>	4%
[0152]	烷基酚聚氧乙烯(3)醚	2.5%
[0153]	丙烯酸增稠剂	2.5%
[0154]	山梨酸钾	0.1%
[0155]	水	余量
[0156]	总计	100%

[0157] 室温下,将活性物质、乳化剂、硅聚醚在搅拌下充分混合 30min,完成后将上述体系的温度升高至 75℃,然后,保持体系温度,缓慢地加入水,提高搅拌速度使其由油包水型乳液变为水包油型乳液转相,继续加水至所需要的质量浓度,为 50%,粗乳液通过胶体磨进一步乳化,最后用丙烯酸增稠水稀释到含固量为 21%的乳液 T<sub>4</sub>。

[0158] 根据上述实施例和对比例中的配方,可以得出各组分的含量,见下表:

[0159] 表 4 乳液中各组分的含量

[0160]

乳液 组分	H <sub>1</sub>	T <sub>1</sub>	H <sub>2</sub>	T <sub>2</sub>	H <sub>3</sub>	T <sub>3</sub>	H <sub>4</sub>	T <sub>4</sub>
活性物质的含量/%	20	15	25	17	21	15	14	11
硅聚醚的含量/%	6	10	6.5	13	6	11	5.5	7.5
乳化剂的含量/%	0.5	3	1.0	5	1	4	0.5	2.5
高级脂肪醇聚醚/%	1.5	0	2.5	0	2	0	1	0
(硅聚醚+乳化剂+ 高级脂肪醇聚醚)/ 活性物(%)	40	87	40	106	43	100	50	91

[0161] 从表 4 的结果可以看出,加入了高级脂肪醇聚醚,(硅聚醚+乳化剂+高级脂肪醇聚醚)/活性物质之间的比例都变小了,这说明乳化效率提高了。

[0162] 测试方法:

[0163] 本发明方法制备的高粘度有机硅组合物乳液的性能主要从以下几个方面进行评估:

[0164] (1) 乳液的稀释稳定性:

[0165] 按照 1% 的有机硅乳液加入到 99% 的水中,分散均匀后,观察水稀释液的液面状况。

[0166] (2) 乳液的漂油温度:

[0167] 按照 1% 的有机硅乳液加入到 99% 的水中,升温后观察水稀释液的液面状况。

[0168] (3) 乳液的抗剪切性能:

[0169] 常温下,将乳液原液放置在水平振荡器上 100 次/min 的频率振荡 30min,按照 (1) 的方法,比较乳液液面状况。

[0170] 表 5 乳液的性能测试对比

[0171]

乳液 测试项目	H <sub>1</sub>	T <sub>1</sub>	H <sub>2</sub>	T <sub>2</sub>	H <sub>3</sub>	T <sub>3</sub>	H <sub>4</sub>	T <sub>4</sub>
乳液的 稀释稳定性	水面有 薄油膜	水面有薄 油膜	水面有薄 油膜	水面有 薄油膜	水面油膜 较散	水面油膜 厚	水面油膜 较厚	水面有 薄油膜
乳液的 漂油温度/°C	82	76	78	85	60	55	52	63
乳液的 抗剪切性	水面有 薄油膜	水面有薄 油膜	水面有薄 油膜	水面有 薄油膜	水面油膜 很厚	水面有零 星漂油	水面有零 星漂油	水面油 膜很碎

[0172] 综合表 4 和表 5 来看,引入高级脂肪醇聚醚可以很大程度上提高有机硅乳液的稳定性;加入高级脂肪醇聚醚,还可以提高活性物所占的比重,从而减少硅聚醚和乳化剂的使用。