

硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液的合成与应用

杨群¹, 赵振河¹, 崔进²

(1. 西安工程科技学院, 西安 710048; 2. 嘉丰纺织化工有限公司, 浙江嘉兴 314001)

摘要: 通过八甲基环四硅氧烷 (D₄) 与端基为乙烯基的硅烷偶联剂聚合, 制得聚硅氧烷乳液; 再与丙烯酸酯单体进行共聚反应, 合成了硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液。讨论了乳化剂配比、反应温度、反应时间等因素对乳液聚合反应的影响。得出了较佳的工艺条件: 阴离子型乳化剂和非离子型乳化剂按 1/1 ~ 1/2 的质量比复配且用量为丙烯酸酯单体质量的 2% ~ 3%, D₄ 开环聚合的反应温度为 65 ~ 75 °C, 反应时间为 2.5 ~ 3.5 h, 硅烷偶联剂的用量为 D₄ 质量的 15.0% ~ 17.5%, 丙烯酸酯硬单体的质量分数为 20% 左右, 即硬/软单体的配比为 1/4 左右; 引发剂的用量为丙烯酸酯单体质量的 1.2% 左右。红外光谱证实, 聚硅氧烷中的双键与丙烯酸酯单体发生了共聚反应。采用由硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液配制的印花涂料印花的织物, 手感柔软、清爽。

关键词: 硅氧烷, 乳液聚合, 粘合剂, 丙烯酸酯, 涂料印花

中图分类号: TQ264.1⁺7

文献标识码: A

文章编号: 1009 - 4369 (2006) 05 - 0233 - 05

涂料印花是将没有亲和力的着色材料 (颜料) 固着在织物上的印花方法。颜料是借粘合剂的粘合作用机械地附着在纤维表面, 因此粘合剂决定了印花织物的摩擦牢度和皂洗牢度, 故粘合剂的性能在印花中起着重要作用^[1]。丙烯酸酯乳液能很好的粘接着色材料, 与织物的粘接力强, 具有良好的成膜性能, 能形成柔韧而富有弹性的膜, 涂层耐光、耐老化^[2], 成本低廉, 因而被广泛应用; 但丙烯酸酯聚合物用于织物染色印花时, 若用量过多, 则手感发硬; 而且颜料着色不透明, 使织物失去了自身的风格。为了克服这些缺点, 人们开始对其进行改性。有机硅聚合物具有良好的耐高温性、耐候性、憎水性等, 被广泛用作织物柔软剂, 以改善织物的手感, 提高织物的档次, 增加产品的附加值。本实验拟用有机硅对丙烯酸酯进行改性, 以弥补丙烯酸酯聚合物的不足^[3]。

1 实验

1.1 主要原料和仪器

八甲基环四硅氧烷 (D₄): 张家港国泰华荣化工有限公司; 十二烷基苯磺酸、非离子型乳化剂: 西安科信有限公司; 丙烯酸、丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯: 工

业级, 北京市旭东化工厂; 涂料翠蓝 (FG): 工业级, 陕西华昌公司; 无甲醛交联剂 A: 上海化学试剂厂; 十二烷基苯磺酸钠: 中国医药集团上海化学试剂公司; 硅烷偶联剂: 美国康普顿公司; 过硫酸钾、氨水 (25% ~ 28%): 西安化学试剂厂。

纯棉平布: 98 cm, 14.5/14.5 267/248, 山西华晋有限公司。

电动搅拌机: D60 - 2F 型, 杭州仪表电机厂; 电热恒温水浴锅: HHS - 2S 型, 上海光地仪器设备有限公司; 电热控温鼓风干燥箱: DHG - 9076A 型, 上海精密实验设备有限公司; 电子天平: BP 221S 型, 德国塞多利斯公司; 台式离心机: TCL - 16B 型, 江苏盐城市大冈离心机泵厂; 实验用小轧车: NM - 450 型, 北京纺织机械器材研究所; 耐水洗牢度机: MU505T, 常州纺织仪器厂; 红外光谱仪: NICOLET 5700, 美国 NICOLET 公司; 分光光度计: UV - 160A 型, 上海第三分析仪器厂; 摩擦牢度测试仪: Y 571B 型, 温州纺织仪器厂。

收稿日期: 2006 - 03 - 28。

作者简介: 杨群 (1981 -), 女, 硕士生, 主要从事印染及印染助剂的研究与开发。

E-mail: yangqun0101@163.com。

1.2 硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳液的合成

将阴离子型乳化剂十二烷基苯磺酸钠和非离子型乳化剂、硅烷偶联剂、去离子水、催化剂十二烷基苯磺酸及 D₄ 按一定配比放入带回流装置、温度计、搅拌器、滴液漏斗的四口烧瓶中，乳化 15 min；然后升至一定温度，反应一定时间；降温，用 NH₃·H₂O 调节 pH 值至中性，得到聚硅氧烷乳液。再升温至 70℃，加入引发剂过硫酸钾继续升温至 75℃，开始滴加丙烯酸酯单体；滴加完毕，追加少量引发剂，升温至 80℃，保温 1 h；冷却、过滤，即得硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳液。

1.3 印花工艺

将 25 g 硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳液、3 g 增稠剂、1~6 g 涂料翠蓝 FG、3 g 无甲醛交联剂 A、余量水混合，配成 100 g 印花涂料；在纯棉织物上印花。印花工艺流程为：印花 烘干 (100℃ × 3 min) 焙烘 (140~150℃ × 3 min) 后处理。

1.4 乳液理化性能的测试

外观：采用目测法观测乳液的色光、有无结块及凝胶量。

离心稳定性：取一定量的乳液放入离心机内，以 3 000 r/min 的转速离心 5、10、15、30、60 min；取出，观察乳液是否分层、结膜及试管壁上的各种现象。

成膜性：精确称取 1 g 乳液于干燥表面皿中，100℃ 烘干；观察膜的色泽，用手撕拉膜，感受膜的弹性和强度，并记下膜被拉断时的长度（用力大小尽量相同）；然后计算膜的伸长率。

固体质量分数：精确称取 2~3 g 乳液，置于已恒重的烧杯中，在 120℃ 恒温烘箱中烘干至恒重；称量。按下式计算固体质量分数：

$$s = \frac{m_{\text{烘干后}} - m_{\text{空烧杯}}}{m_{\text{烘干前}} - m_{\text{空烧杯}}} \times 100\%$$

式中， s 为固体质量分数，%； $m_{\text{烘干前}}$ 、 $m_{\text{烘干后}}$ 、 $m_{\text{空烧杯}}$ 分别为烘干前、后及空烧杯的质量，g。

单体转化率：精确称取约 1 g 样品，在 120℃ 恒温烘箱中烘干至恒量，称量。用下式计算单体的转化率：

$$\text{转化率} = (w_1 - w_2) \times 100\% / w_0$$

式中， w_0 为每克乳液中单体的质量，由投料量

计算； w_1 为每克乳液烘干后的质量； w_2 为每克乳液中因乳化剂、催化剂等存在而形成的不挥发物的质量。

乳液的透光率：采用分光光度计测定，由下式计算透光率：

$A = \lg(I_0/I) = \lg(1/T)$ ，即 $T = \exp(-A)$ 式中， A 为吸光度； I_0 和 I 分别为入射光的强度和透射光的强度； $T = I/I_0$ ，为透光度，%。

1.5 乳液的红外光谱分析

聚硅氧烷乳液的红外光谱：将聚硅氧烷乳液用明矾水溶液破乳后，用乙醚萃取，用分液漏斗分出水层；用蒸馏水反复洗涤直至乙醚层透明，蒸馏，得到液态的聚硅氧烷中间体；将提纯的聚硅氧烷乳液用 KBr 涂膜法及压片法制样，在红外光谱仪上进行测试。

硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳液的红外光谱：硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳液用饱和明矾水溶液破乳，用蒸馏水洗涤至中性，干燥，即得去乳产物；再分别用正己烷和丙酮/甲醇 (3+2) 的混合溶剂萃取聚硅氧烷和聚丙烯酸酯，萃取的剩余物即为硅氧烷-丙烯酸酯共聚物；将提纯的硅氧烷-丙烯酸酯共聚物用 KBr 涂膜法及压片法制样，在红外光谱仪上进行测试。

1.6 硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳液的应用性能

印花后的织物的干、湿摩擦牢度按 GB/T 3920—1997 测试；皂洗牢度按 GB/T 3921.1—1997 测试；手感：以 5~10 人为一组进行闭目触摸比较。

2 结果与讨论

2.1 乳化剂配比和用量对硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳液稳定性的影响

乳化剂的种类和用量直接影响到乳胶粒的大小和体系的稳定性。阴离子型乳化剂由于带电荷附着在乳胶粒表面，相互之间产生静电斥力，致使乳化剂和乳胶粒子之间的结合很脆弱，极易被外界破坏，使乳液失去稳定性。非离子型乳化剂对电解质等的化学稳定性好；但乳化能力不如阴离子型乳化剂。采用阴离子型和非离子型复配乳化体系可利用两类乳化剂交叉吸附在乳胶粒表面，增强乳液的稳定性^[4]。改变阴离子型和非离子型乳化剂的质量比和复配乳化剂的用量进行试验（其它条件同 1.3），结果如表 1、表 2 所示。

表 1 乳化剂比对硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液稳定性的影响

乳化剂质量比 (阴/非离子)	外观	凝聚物	稳定性
2/1	乳白, 泛蓝光强	少量	差
1/1	乳白, 泛蓝光	无	好
1/2	半透明乳液	无	好
1/3	半透明乳液	无	差
1/4	半透明乳液	稍多	差

表 2 乳化剂用量对硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液性能的影响

乳化剂质量分数 ¹⁾ / %	凝胶现象	外观	稳定性
1.5	有少量结块	乳白	差
2.0	无结块	乳白, 有蓝光	好
2.5	无结块	乳白, 有蓝光	好
3.0	无结块	乳白, 有蓝光	好
5.0	无结块	无蓝光	好

注: 1) 相对于丙烯酸酯单体的质量。

由表 1 可知, 阴离子型乳化剂比例较大时, 乳液稳定性差。因为阴离子型乳化剂是一种电解质, 如果过量, 会产生“盐析”。若非离子型乳化剂比例过大, 会增大乳液的粘度, 使体系流动困难, 散热不均, 从而降低反应体系的稳定性。因此, 阴/非离子型乳化剂的质量比选择 1/1 ~ 1/2。

由表 2 可知, 乳化剂用量为丙烯酸酯单体质量的 2% ~ 3% 时, 所制得的乳液没有结块, 呈乳白色, 且泛蓝光, 稳定性好。乳化剂的用量越大, 乳液稳定性越好; 但乳化剂浓度过浓时, 所形成的膜不易干, 而且膜表面会出现涩滞感, 降低与其它材料的粘接力, 从而影响织物的印花效果。

2.2 硅烷偶联剂用量对乳液稳定性影响

表 3 是硅烷偶联剂用量对硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液稳定性的影响。

表 3 硅烷偶联剂用量对硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液稳定性的影响

硅烷偶联剂质量分数 (相对于 D ₄ 的质量) / %	60 下放置不同时间后乳液的外观			
	2d	4d	6d	7d
15.0	基本不变	基本不变	基本不变	基本不变
17.5	基本不变	基本不变	基本不变	基本不变
20.0	基本不变	基本不变	稍微混浊	稍微混浊
22.5	基本不变	稍微混浊	稍微混浊	明显分层
25.0	稍微混浊	稍微混浊	明显分层	明显分层

由表 3 可知, 随着硅烷偶联剂用量的增加, 硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液的稳定性下降。因为硅烷偶联剂上具有可水解基团, 在乳液聚合体系中容易发生水解 - 缩合反应, 导致凝聚物的产生; 因此, 随着硅烷偶联剂用量的增加, 乳液的稳定性下降。但硅烷偶联剂用量太少, 会使聚硅氧烷主链上的乙烯基含量太少, 从而影响聚硅氧烷与丙烯酸酯单体的共聚反应, 最终导致乳液分层。所以, 硅烷偶联剂的质量分数 (相对于 D₄ 的质量) 选择 15% ~ 17.5%。

2.3 D₄ 用量对硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液性能的影响

表 4 是 D₄ 用量对硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液透光率和 D₄ 转化率的影响。

在乳化剂用量不变的前提下, 乳胶粒数目不

表 4 D₄ 用量对硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液的透光率和 D₄ 转化率的影响

D ₄ 质量分数 (相对于第 一步反应乳液的质量) / %	透光率 / %	D ₄ 转化率 / %
5	88.9	86.1
15	87.8	84.5
20	86.3	83.1
25	85.1	80.3
30	80.9	77.1

变, D₄ 加入量增大时, 乳胶粒的体积也增大, 故乳胶粒的平均粒径随 D₄ 的用量的增大而增大。由表 4 可知, 乳液的透光率随着 D₄ 用量的增大而下降。在催化剂用量和反应时间一定的情况下, 参加反应的 D₄ 量基本不变, 所以, 随着 D₄ 用量的增大, D₄ 的转化率降低。

2.4 丙烯酸酯软/硬单体配比对硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳胶膜弹性的影响

图 1 是丙烯酸酯软/硬单体配比对硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳胶膜弹性的影响。

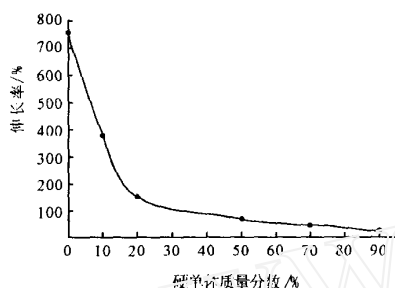


图 1 丙烯酸酯软/硬单体配比对硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳胶膜伸长率的影响

由图 1 可以看出,随着丙烯酸酯单体中硬单体的质量分数的增大,硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳胶膜的伸长率降低。因为,随着硬单体含量的增大,聚合物的玻璃化温度提高,使得膜的延伸性下降,拉伸强度升高,这必然会引起印花织物的手感变粗糙;但硬单体含量过少,乳胶膜的耐磨性下降,影响印花织物的色牢度。因此,适当的软/硬单体配比是 1:4 左右,即硬单体的质量分数选择 20%。

2.5 引发剂用量对硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳液性能的影响

引发剂用量是影响体系中自由基数目的直接因素,会影响聚合反应时间和单体转化率。改变引发剂用量进行实验(其它条件同 1.3),结果见表 5。

表 5 引发剂用量对硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳液性能的影响

引发剂的质量分数(相对于丙烯酸酯单体的质量)/%	丙烯酸酯单体转化率/%	凝聚物	刺激性气味	粘接强度
0.8	75.3	无	重	低
1.0	85.1	无	较轻	较高
1.2	94.6	无	轻	高
1.5	91.2	少量	轻	高
1.8	87.5	较多	轻	较高

由表 5 可见,随着引发剂用量的增加,丙烯酸酯单体的转化率增加;当引发剂质量分数超过 1.2% 后,丙烯酸酯单体的转化率反而降低。因为引发剂用量越大,体系中形成的自由基越多,聚合反应速率越快,反应达到恒速阶段的时间越短;但若引发剂用量过大,则反应过于剧烈,难以控制,体系中容易形成凝聚物,使丙烯酸酯单体的转化率降低。同时,随着引发剂用量的增加,硅氧烷-丙烯酸酯共聚乳胶膜的粘接强度逐渐增加;引发剂用量过多或过少都会降低共聚物乳胶膜的粘接强度。因此,引发剂的质量分数(相对于丙烯酸酯单体的质量)选择 1.2%。

2.6 反应温度和反应时间对 D₄ 开环聚合反应的影响

反应温度和时间是影响乳液聚合反应的重要因素。图 2 是乳液聚合反应温度和时间对 D₄ 转化率的影响。

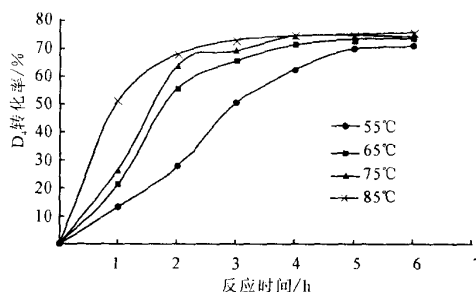


图 2 反应温度和时间对 D₄ 转化率的影响

从图 2 可知,反应时间相同时,反应温度越高, D₄ 的开环聚合反应速度越快,在相同反应时间内 D₄ 转化率越高,反应达到平衡的速度越快。反应速度越快,虽然聚合物的摩尔质量越低;但由于温度高,反应热不易散去,易产生分子聚集,使乳胶粒变大;而聚合物的颗粒太大不利于下一步丙烯酸酯聚合反应的稳定。随着反应时间的延长, D₄ 转化率增加;但反应时间达到

3 h 后, 再延长反应时间对 D₄ 转化率的贡献不大。因此, D₄ 开环聚合的反应温度选择 65 ~ 75 , 反应时间选择 2.5 ~ 3 h。

2.7 硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚物的红外分析

聚硅氧烷和硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚物的红外光谱 (IR) 如图 3 所示。由图 3 可知, 在两个谱图中都有 2 900 cm⁻¹附近的 -CH₃ 不对称伸缩振动吸收峰, 1 400 cm⁻¹附近的 -CH₃ 变形振动吸收峰, 1 260 cm⁻¹附近尖锐的 Si - CH₃ 对称变形的振动吸收峰、1 100 cm⁻¹附近的 Si - O 伸展振动吸收峰和 810 cm⁻¹附近微弱的 Si - CH₃ 对称伸缩振动吸收峰; 但在聚硅氧烷的 IR 谱图中, 在 1 600 cm⁻¹附近有 C = C 的伸缩振动吸收峰, 说明 D₄ 与含乙烯基的硅烷偶联剂发生了共缩聚反应; 而在硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚物的 IR 谱图中, 在 1 600 cm⁻¹附近没有吸收峰, 说明聚硅氧烷上的 C = C 与丙烯酸酯单体在引发剂的作用下发生了共聚反应。

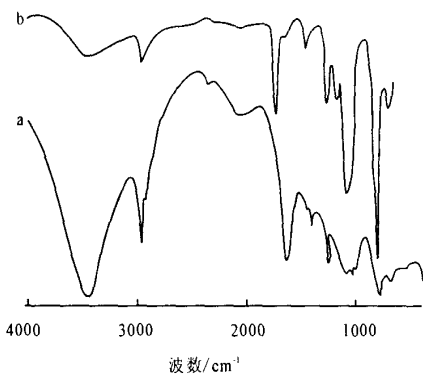


图 3 硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚物的红外光谱图
a—聚硅氧烷; b—硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚物

2.8 硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液的应用性能

2.8.1 印花织物的色牢度

表 6 是用丙烯酸酯乳液 (丙烯酸酯单体的配比与改性时相同) 和硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液配制的印花涂料对织物的色牢度的对比。

由表 6 可知, 用硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液配制的印花涂料对织物的色牢度略好于用丙烯酸酯乳液配制的印花涂料, 即有机硅组分的加入没有降低丙烯酸酯乳液的粘接性能。

2.8.2 印花织物的柔软性能

分别用硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液和丙烯酸

表 6 丙烯酸酯乳液与硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液对织物的色牢度的对比

粘合剂种类	摩擦牢度/级		皂洗牢度/级	
	干摩	湿摩	褪色	沾色
丙烯酸酯乳液	3	3~4	3~4	4~5
硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液	3~4	4	4	4~5

酯乳液配成印花涂料, 在织物上印花。经 5 ~ 10 人触摸比较后发现, 采用硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液配成的印花涂料印花的织物, 手感柔软滑爽; 而采用丙烯酸酯乳液配成的印花涂料印花的织物, 手感粗糙, 且织物有厚重感。

3 结论

采用两步法乳液聚合反应合成硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液的较佳工艺条件为: 阴离子型乳化剂和非离子型乳化剂按 1/1 ~ 1/2 的质量比复配且用量为丙烯酸酯单体质量的 2% ~ 3%, D₄ 开环聚合的反应温度为 65 ~ 75 , 反应时间为 2.5 ~ 3.5 h, 硅烷偶联剂的用量为 D₄ 质量的 15.0% ~ 17.5%, 丙烯酸酯硬单体的质量分数为 20% 左右, 即硬/软单体配比为 1.4 左右; 引发剂的用量为丙烯酸酯单体质量的 1.2% 左右。在此条件下合成的硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液固体质量分数为 25% ~ 30%, pH 值为 6 ~ 7, 稳定性良好, 可用任意比例的水稀释。红外光谱证实, 聚硅氧烷中的双键与丙烯酸酯单体发生了共聚反应。采用由硅氧烷 - 丙烯酸酯共聚乳液配制的印花涂料印花的织物, 手感柔软、滑爽; 而且生产设备简单, 成本低。

参考文献

- 1 王菊生. 染整工艺原理 (第 4 册). 北京: 中国纺织出版社, 2000. 123
- 2 大森英三 (日). 丙烯酸酯聚合物. 北京: 化学工业出版社, 1989. 125
- 3 晨光化工研究院. 有机硅单体及其聚合物. 北京: 化学工业出版社, 1986. 32
- 4 米普科. 有机硅氧烷 - 丙烯酸酯乳液的合成. 胶体与聚合物, 2002 (2): 4

ABSTRACT

Research on polymerization of improved polycarbosilane using divinylbenzene with polydimethylsilane. ZHANG Ying, WANG Jun, SONG Yong-cai, XUE Jir-gen (College of Aerospace and Material Engineering, National University of Defense Technology, Changsha, Hunan 410073). *Youjigui Cailiao*, 2006, 20 (5): 229~232

Abstract: The precursor polycarbosilane with high yield and good spinnability was prepared by adding the proper amount of divinylbenzene (DVB) into the traditional synthesis system via free radical polymerization under normal pressure and high temperature. Based on orthogonal design, the effects of reaction temperature, heating speed, weight percent of DVB, pyrolysis temperature and heat retaining time on the yield of PCS were discussed. The result showed that under the conditions of temperature at 420 °C, 1.5 wt % DVB, heating speed at 6 °C/h, yellow transparent solid PCS with the yield of 50 % could be obtained. In addition, the order of importance of the five factors based on influence was as follows: heating speed > reaction temperature > weight percent of DVB > pyrolysis temperature > heat retaining time.

Key words: polycarbosilane, divinylbenzene, dimethylsilane, pyrolysis, hydrosilylation, SiC

Research on synthesis and application of the siloxane-acrylate copolymer emulsion. YANG Qun¹, ZHAO Zhen-he¹, CUI Jin² (1. Xi'an Institute of Engineering Sci & Tech, Xi'an, Shanxi 710048; 2. Jiafeng Textile Chemical Co., Ltd, Jiaxing, Zhejiang 314001). *Youjigui Cailiao*, 2006, 20 (5): 233-237

Abstract: The siloxane emulsion was synthesized from the polymerization of octamethylcyclotetrasiloxane and the silane coupler containing vinyl. Then it had copolymerization with acrylate, finally the siloxane-acrylate printing adhesive with good performance was synthesized. The effect of proportion of emulsion, temperature and time on the emulsion polymerization was discussed. The result showed that when the mass of anion emulsion and nonion emulsion was 1/1 ~ 1/2, the content of emulsion was 2% ~ 3% of acrylate, the emulsion performed well; the ring-opening temperature was 65 ~ 75 °C, time was 2.5 ~ 3.5 h, the emulsion looked transparent and had good stability. When the content of coupler was 15 ~ 17.5% of D₄, the emulsion had good stability. It would not affect the molecule compatibility of silicone and acrylate. The acrylate hard monomer was 20%, whose hard/soft was 1/4, the polysiloxane acrylate resin film had good extensibility, the film strength was good; the content of initiator was 1.2% the monomer mass of acrylate, the acrylate had high monomer conversion, without agglomerate. IR analysis showed that double bond in polysiloxane reacted with acrylate, the adhesion therefrom had the properties of both silicone and acrylate, giving the fabrics treated with polysiloxane-acrylate printing adhesive with soft and smooth hand-feel.

Key words: siloxane, emulsion polymerization, adhesive, acrylate, pigment printing

Synthesis of quaternary ammonium functional polysiloxane as antibacterial and softening agent. ZHOU Jiar-hua, YU Tao (College of Resource and Environment, Shanxi University of Sci and Tech, Xianyang, Shanxi 712081). *Youjigui Cailiao*, 2006, 20 (5): 238~242

Abstract: The antibacterial and softening agent of quaternary ammonium functional polysiloxane was prepared with γ -dihydroxydimethylpolysiloxane (WS-62M), *N*-aminoethyl- γ -aminopropyl-trimethoxysilane (SG-Si 900) and 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethyl ammonium chloride as materials. The treated fabrics were soft and had good antibiotic property. The optimum reaction conditions of reactivity amino-containing silicone oil were that n (WS-62M) n (SG-Si 900) = 1.33 : 1, the mass fraction of triethylamine was 1.55% (relative to the total weight of WS-62M and SG-Si 900), the temperature was 120 °C, reaction time was 10 hours, and vacuum time under the pressure of 0.01 MPa was 0.5 ~ 1 hour. The optimum reaction conditions of quaternary ammonium functional polysiloxane were that m (isopropanol) / m (RASI + CHPTA) = 1 : 1, n (NaOH) n (CHPTA) = 1 : 1, reaction temperature was 80 °C, and reaction time was 3 hours.

Key words: quaternary ammonium functional polysiloxane, γ -dihydroxydimethylpolysiloxane, reactive aminopolysiloxane, 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethyl ammonium chloride, antibacterial and softening agent

Effect of fillers on the properties of two-component RTV silicone rubber. ZHAO Cui-feng¹, FANG Shi-jiang¹, LUO Jia-liang¹, ZHAN Xue-gui², SHAO Yue-gang² (1. Institute of Polymer Engineering, Zhejiang University, Hangzhou, Zhejiang 310027; 2. Zhejiang Xin'an Chemical Industrial Group Co., Ltd, Jiande, Zhejiang 311600). *Youjigui Cailiao*, 2006, 20 (5): 243~245

Abstract: The effects of reinforced fillers and semi-reinforced fillers, such as diatomite, CaCO₃ or Al₂O₃, on the mechanical properties and dielectric properties of RTV silicone rubber were investigated. The results showed that the property of RTV silicone rubber was improved when taking fumed silica treated by hexamethyldisilazane or sedimentable silica as filler. The RTV silicone rubber using reinforced fillers and semi-reinforced fillers was superior to those using reinforced fillers. As the filler amount increased, the mechanical properties, dielectric constant and dissipation of RTV silicone rubber were improved, while its resistivity decreased.

Key words: silicone rubber, condensation, RTV, filler, silica
Research on influential factors of thermal coefficient of silicone heat protective coating. FAN Zhao-dong, ZHANG Peng, CHENG Xiao-yang, WANG Heng-zhi, WANG Jir-he (Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095). *Youjigui Cailiao*, 2006, 20 (5): 246~248