

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

德國、2004-12-01、10 2004 057 996.2

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

以乙烯基酯、氯乙烯、(甲基)丙烯酸酯單體、苯乙烯、丁二烯及乙烯為基本成分之聚合物(尤其為其水中可再分散聚合物粉末形式者)有許多用法，例如：作為種類繁多之底塗層之塗層劑或黏合劑。再分散粉末亦用作液壓固化塗膜中之黏結劑或黏合劑，例如：熱絕緣砂漿、瓦黏合劑、以水泥或熟石膏為基本成分之粉刷的頭道漿及灌縫料。若係用石灰或水泥黏在一起的建築材料，例如：粉刷的頭道漿、細填料、灌縫料及建築黏合劑，經常要求具有不受風化(例如：雨或雪)影響之特性。所以需將該等建築材料加以疏水化。

【先前技術】

在先前技術中，總是用以改良機械強度之再分散粉末藉助於少量疏水化劑改性。歐洲專利 EP 493168 A1 中曾述及以不溶於水、薄膜形成之聚合物為基本成分、經疏水化改性過之再分散粉末，含有 0.5 至 20% 重量比之聚矽氧作為疏水性成分。專利 WO 2004/080909 A2 中曾述及再分散粉末，其中含有 0.1 至 20% 重量比(以有機聚合物部分為基礎)、具有長鏈烴基之聚烷基烷基矽氧烷以實施疏水化作用。歐洲專利 EP 1193287 A2 中曾述及，除一部分不溶於水、薄膜形成之聚合物之外，並使用再分散粉末組成物，該組成物含有 0.1 至 30% 重量比之羧酸酯作為疏水化成分。歐洲專利 EP 1394193 A1 中曾述及類似再分散粉末，其中

所包括之羧酸酯含有甘油、二甘油或三甘油作為醇成分。歐洲專利 EP 0741759 B1 及 EP 0741760 B1 中曾述及分散粉末組成物，該組成物之基本成分為：不溶於水、聚矽氧化合物所佔比例為 0.1 至 30% 重量比（以有機聚合物之含量為基礎）之薄膜形成有機聚合物。在製作溶液之所有起始點，基本成分為薄膜形成之聚合物、主要用以改良建築材料組成物機械強度之再分散粉末混以少量疏水化劑，矽化物與薄膜形成聚合物之比例有限度。因此，疏水化作用之程度並不能獨立設定，蓋因再分散粉末之使用量視待改性建築材料之預期機械強度而定，（因此）主要視聚合物在該粉末內所佔比例而定。

實施純疏水化作用（包含建築材料）使用由疏水化成分所組成之可再分散疏水化劑以確保可再分散性。歐洲專利 EP 279373 B1 及 EP 508155 B1 中曾述及疏水化劑，該疏水化劑包括有機聚矽氧烷及保護膠體且係在有水溶性聚合物（保護膠體）存在之情況下，藉烘乾該矽氧烷成分而製得。德國專利 DE 10323205 A 中曾述及一包括保護膠體及脂肪酸（衍生物）之疏水化添加劑，其中該脂肪酸或脂肪酸衍生物係在有 30 至 95% 重量比保護膠體存在之情況下加以烘乾者。德國專利 DE-A 19542443 曾建議使用由再分散粉末及可再分散有機矽化合物所形成之組合體。使用藉助於保護膠體安定化之疏水化劑之缺點是：要該疏水化劑再分散，必須使用高量之保護膠體。但，此保護膠體係水溶性者，無

助於建築材料之凝結且與水密集接觸容易被洗除。

【發明內容】

本發明之內容係疏水化添加劑、其製造方法及用途。

本發明之目的係發展一種疏水化添加劑，該疏水化添加劑可用作可再分散粉末或水性分散體，且黏合劑性能最輕微及保護膠體含量極低。

使用不溶於水之聚合物可達成此目標令人驚奇，該不溶於水之聚合物係用保護膠體加以安定化，且首先將疏水性成分充分安定化，其次使安定之該疏水性成分具有黏合劑之特性。

【實施方式】

本發明提供一呈水中可再分散粉末形式或呈水性分散體形式之疏水化添加劑，包括：

- a) 一種或多種不溶於水、薄膜形成之基本聚合物，該基本聚合物之基本成分係一種或多種單體之同元聚合物或共聚合物，該單體係選自一個族群，該族群包括：具有 1 至 15 個碳原子、非分支型或分支型烷基羧酸之乙烯基酯、具有 1 至 15 個碳原子醇之甲基丙烯酸酯及丙烯酸酯、乙烯基芳烴、烯、二烯及鹵乙烯，
- b) 選自一個族群之一種或多種疏水性化合物，該族群包括：有機矽化合物、脂肪酸及其脂肪酸衍生物及烴蠟，及
- c) 一種或多種保護膠體，

其中成分 b) 所佔之比例(以成分 a)之總重量為基礎)超過 30%重

量比。

適用於基本聚合物 a) 之乙烯基酯係具有 1 至 15 個碳原子羧酸之乙烯基酯。合適之乙烯基酯是：乙酸乙烯基酯、丙酸乙烯基酯、丁酸乙烯基酯、2-乙基己酸乙烯基酯、月桂酸乙烯基酯、乙酸 1-甲基乙烯基酯、三甲基乙酸乙烯基酯及具有 5 至 13 個碳原子、 α -分支型單羧酸之乙烯基酯，例如：VeoVa9^R 或 VeoVa10^R (貝殼公司之商標名稱)。

適當之甲基丙烯酸酯或丙烯酸酯是具有 1 至 15 個碳原子、非分支型或分支型醇之酯：例如：丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸乙酯、丙烯酸丙酯、甲基丙烯酸丙酯、丙烯酸正-丁酯、甲基丙烯酸正-丁酯、丙烯酸 2-乙基己基酯、丙烯酸去甲萆烷基酯。其中尤以丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸正-丁酯及丙烯酸 2-乙基己基酯更適當。

烯及二烯之實例是：乙烯、丙烯及 1,3-丁二烯。適當之乙烯基芳烴是：苯乙烯及乙烯基甲苯。一種適當之鹵乙烯是氯乙烯。

必要時，0.05 至 50% 重量比，尤以 1 至 10% 重量比更佳 (以基本聚合物之總重量為基礎) 之輔助單體可以共聚合之形式出現。輔助單體之實例是：乙烯型不飽和單羧酸及二羧酸，尤以丙烯酸、甲基丙烯酸、反丁烯二酸及順丁烯二酸更佳；乙烯型不飽和羧醯胺及脛，尤以丙烯醯胺及丙烯脛更佳；反丁烯二酸及順丁烯二酸之一酯及二酯，例如：二乙基酯及二異丙基酯，以及順丁

烯二酐；乙烯型不飽和磺酸或其鹽，尤以乙烯基磺酸、2-丙烯醯胺基-2-甲基丙烷磺酸更佳。其他諸實例係預交聯共聚單體，例如：多乙烯型不飽和共聚單體，例如：己二酸二乙烯基酯、順丁烯二酸二烯丙基酯、甲基丙烯酸烯丙基酯或三聚氰酸三烯丙基酯，或後交聯共聚單體，例如：丙烯醯胺基羥基乙酸 (AGA)、甲基丙烯醯胺基羥基乙酸甲酯 (MAGME)、N-羥甲基丙烯醯胺 (NMA)、N-羥甲基甲基丙烯醯胺 (NMMA)、N-羥甲基胺基甲酸烯丙基酯，烷基醚，例如：異丁氧基醚或 N-羥甲基丙烯醯胺之酯、N-羥甲基甲基丙烯醯胺之酯及 N-羥甲基胺基甲酸烯丙基酯之酯。環氧基-官能共聚單體，例如：甲基丙烯酸縮水甘油基酯及丙烯酸縮水甘油基酯亦屬適當。其他實例係：矽-官能共聚單體，例如：丙烯醯基氧基丙基三(烷氧基)-矽烷及甲基丙烯醯基氧基丙基三(烷氧基)-矽烷、乙烯基三烷氧基矽烷及乙烯基甲基二烷氧基矽烷，舉例言之，可能出現之烷氧基是：甲氧基、乙氧基及乙氧基丙二醇醚基。亦可提及者係具有羥基 CO 基之單體，例如：甲基丙烯酸或丙烯酸之羥基烷基酯，亦即羥基乙基、羥基丙基或羥基丁基之丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯以及其他化合物，例如：二丙酮丙烯醯胺及乙醯基乙醯氧基乙基之丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯。

適當同元聚合物及共聚物之實例是：乙酸乙烯基酯同元聚合物、乙酸乙烯酯與乙烯及一種或多種其他乙烯基酯之共聚物、乙酸乙烯基酯與乙烯及丙烯酸酯之共聚物、乙酸乙烯酯與乙烯及氯

乙烯之共聚物、苯乙烯-丙烯酸酯共聚物、苯乙烯-1,3-丁二烯共聚物。

合適者係：乙酸乙烯基酯同元聚合物；乙酸乙烯基酯與 1 至 40%重量比乙烯之共聚物，

乙酸乙烯基酯與 1 至 40%重量比乙烯及 1 至 50%重量比之一種或多種其他共聚單體之共聚物，該等其他共聚單體係選自一個族群，該族群包括：羧酸基內具有 1 至 15 個碳原子之乙烯基酯，亦即丙酸乙烯基酯，月桂酸乙烯基酯，具有 9 至 13 個碳原子、 α -分支型羧酸之乙烯基酯，亦即 VeoVa9^R、VeoVa10^R、VeoVa11^R；由乙酸乙烯基酯、1 至 40%重量比乙烯及(尤其)1 至 60%重量比、具有 1 至 15 個碳原子、非分支型或分支型醇之丙烯酸酯(尤其丙烯酸正-丁基酯或丙烯酸 2-乙基丁基酯)所形成之共聚物；及

共聚物，其中包括：30 至 75%重量比之乙酸乙烯基酯、1 至 30%重量比之月桂酸乙烯基酯或具有 9 至 13 個碳原子、 α -分支型羧酸之乙烯基酯，及 1 至 30%重量比、具有 1 至 15 個碳原子、非分支型或分支型醇之丙烯酸酯(尤其丙烯酸正-丁酯或丙烯酸 2-乙基己基酯)，及更包括 1 至 40%重量比之乙烯；

共聚物，其中包括：乙酸乙烯基酯、1 至 40%重量比乙烯及 1 至 60%重量比氯乙烯；其中

該聚合物尚可包括所列數量之該上述輔助單體且該百分率重量比加起來總是高達 100%重量比。

亦合適者是：(甲基)丙烯酸酯聚合物，例如：丙烯酸正-丁酯或丙烯酸 2-乙基己基酯之共聚物或丙烯酸甲酯與丙烯酸正-丁酯及/或丙烯酸 2-乙基己基酯之共聚物；

苯乙烯-丙烯酸酯共聚物，更合適者包括一種或多種單體，該等單體係選自一個族群，該族群包括：丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丙酯、丙烯酸正-丁酯、丙烯酸 2-乙基己基酯；

乙酸乙烯基酯-乙烯酸酯共聚物，更合適者包括一種或多種單體，該等單體係選自一個族群，該族群包括：丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丙酯、丙烯酸正-丁酯、丙烯酸 2-乙基己基酯及(必要時) 乙烯；

苯乙烯-1,3-丁二烯共聚物；

其中該聚合物尚可包括所列數量之該上述輔助單體且該百分率重量比加起來總是高達 100% 重量比。

適當選擇單體或適當選擇共聚單體所佔部分之重量比，通常可形成玻璃轉移溫度 T_g -50°C 至 +50°C (尤以 -30°C 至 +40°C 更佳)。該聚合物之玻璃轉移溫度 T_g 可以習知之方式藉助於微差掃描熱量測定法 (DSC) 測定之。該 T_g 亦可藉助於福斯方程式事先加以近似計算求得。依照福斯，美國物理學會公報 1, 3, 第 123 頁 (1956)： $1/T_g = x_1/T_{g1} + x_2/T_{g2} + \dots + x_n/T_{gn}$ ，其中 x_n 係單體 n 之質量分數 (% 重量比/100) 及 T_{gn} 係單體 n 之同元聚合物之玻璃轉移溫度 (絕對溫度)。同元諸 T_g 值詳載於 "聚合物手冊"，第

二版，威利出版公司，紐約(1975)。

同元聚合物及共聚物係藉乳化聚合法或藉懸浮聚合法製得，而以乳化聚合法為佳，聚合溫度通常為 40°C 至 100°C ，而以 60°C 至 90°C 更佳。氣態共聚單體(例如：乙烯、1,3-丁二烯或氯乙烯)之聚合作用亦可在超大氣壓力下(通常為 5 巴至 100 巴)實施。

實施聚合作用之引發作用係藉助於乳化聚合作用或懸浮聚合作用常用之水溶性或可溶於單體之引發劑或還原氧化引發劑組合體。水溶性引發劑之實例是：過氧二硫酸之鈉、鉀及銨鹽，過氧化氫、過氧化第三級-丁基、過氧化氫第三級-丁基、過氧化氫異丙基苯、一過氧化氫異丙基苯、偶氮雙異丁基脒。可溶於單體之引發劑實例是：過氧二碳酸二鯨蠟基酯、過氧二碳酸二環己基酯、過氧化二苯甲醯基。上述諸引發劑之使用量通常為 0.001 至 0.02% 重量比，而以 0.001 至 0.01% 重量比更佳(總是以單體之總重量為基礎)。

作為還原氧化引發劑，係使用上述引發劑與還原劑之組合體。適當之還原劑是：鹼金屬及銨之亞硫酸鹽及亞硫酸氫鹽，例如：亞硫酸鈉、羥硫酸之衍生物，亦即鋅或鹼金屬之甲醛羥硫酸鹽，例如：羥甲亞磺酸鈉，及抗壞血酸。還原劑之使用量通常為 0.001 至 0.03% 重量比，尤以 0.001 至 0.015% 重量比更佳(總是以單體之總重量為基礎)。

為控制分子量，聚合作用期間可使用調節物質。若使用調節物質，其使用量通常為 0.01 至 5.0% 重量比（以待聚合之單體為基礎），且係分開加入之方式或與反應成分預行混合之方式引進。該物質之實例是：正-十二硫醇、第三級-十二硫醇、氫硫基丙酸、氫硫基丙酸甲酯、異丙醇及乙醛。

聚合作用所用適當保護膠體 c) 是：聚乙烯醇；聚乙烯基縮醛；聚乙烯基吡咯啉酮；水溶性形式之多糖，亦即澱粉（直鏈澱粉及支鏈澱粉），纖維素及其羧基甲基、甲基、羥乙基、羥丙基衍生物；蛋白質，例如：酪蛋白及酪蛋白鹽、大豆蛋白質、明膠；木質素基磺酸酯；合成聚合物，例如：聚（甲基）丙烯酸、（甲基）丙烯酸酯與羧基-官能共聚單體單元之共聚物、聚（甲基）丙烯醯胺、聚乙烯基磺酸及其水溶性共聚物；三聚氰胺甲醛磺酸酯、苯甲醛磺酸酯、苯乙烯-順丁烯二酸及乙烯基醚-順丁烯二酸共聚物。

合適者係水解度為 80 至 100% 莫耳比之部分水解或完全水解之聚乙烯醇，更合適者係水解度為 80 至 95% 莫耳比及 4% 濃度水溶液之賀普勒黏度為 1 至 30 毫帕斯卡·秒（賀普勒法，20°C 溫度下測定，聯邦德國工業標準 DIN 53015）之部分水解聚乙烯醇。亦合適者係水解度為 80 至 95% 莫耳比及 4% 濃度水溶液之賀普勒黏度為 1 至 30 毫帕斯卡·秒之部分水解、業經疏水化改性之聚乙烯醇。其實例是：乙酸乙烷基酯與疏水性共聚單體（例如：乙酸異丙烷基酯、三甲基乙酸乙烷基酯、乙基己酸乙烷基酯、具有 5

個或 9 至 11 個碳原子、飽和 α -分支單羧酸之乙烯基酯、順丁烯二酸二烷基酯及反丁烯二酸二烷基酯，亦即順丁烯二酸二異丙酯及反丁烯二酸二異丙酯、氯乙烯，乙烯基烷基醚，例如：乙烯基丁基醚，烯，例如：乙烯及癸烯)之部分水解共聚物。疏水性單元所佔之比例最好是 0.1 至 10% 重量比(以部分水解聚乙烯醇之總重量為基礎)。

最合適者是水解度為 85 至 94% 莫耳比及 4% 濃度水溶液之賀普勒黏度為 3 至 15 毫帕斯卡·秒(賀普勒法，在 20°C 溫度下測定，聯邦德國工業標準 DIN 53015)之聚乙烯醇。上述保護膠體可藉助於精於此項技術者習知之方法製得且在聚合作用期間添加之總重量通常為 1 至 20% 重量比(以單體之總重量為基礎)。

若該聚合作用係在有乳化劑存在之情況下實施，該乳化劑之使用量為 1 至 5% 重量比(以單體之數量為基礎)。適當之乳化劑是：陰離子型、陽離子型及非離子型乳化劑，例如：陰離子型界面活性劑，例如：鏈長度為 8 至 18 個碳原子之烷基硫酸酯，疏水基內具有 8 至 18 個碳原子及高達 40 個環氧乙烷或環氧丙烷單元之烷基或烷基芳基醚硫酸酯，具有 8 至 18 個碳原子之烷基磺酸酯或烷基芳基磺酸酯、磺酸基琥珀酸與一元醇或烷基酚之酯及單酯，或非離子型界面活性劑，例如：具有 8 至 40 個環氧乙烷單元之烷基聚乙二醇醚或烷基芳基聚乙二醇醚。

聚合作用結束之後，可利用習知之方法實施後聚合作用以移

除殘留之單體，通常係藉助於還原氧化催化劑引發之後聚合作用。藉助於蒸餾作用（最好在減壓下及（也許）使空氣、氮或水蒸汽惰性夾帶氣體通過反應混合物之內部或上方）亦可將揮發性殘留單體移除。如此製得之水性分散體，其固體含量為 30 至 75% 重量比，尤以 50 至 60% 重量比更佳。

不溶於水、薄膜形成之聚加成及聚縮合聚合物，例如：聚胺基甲酸酯、聚酯、聚醚、聚醯胺、三聚氰胺-甲醛樹脂、萘-甲醛樹脂、酚-甲醛樹脂，（也許）呈其低聚型先驅物之形式，亦適用作聚合作用之保護膠體。

適用作疏水化添加劑成分 b) 之有機矽化合物是：矽酸酯（尤以具有化學通式 $\text{Si}(\text{OR}')_4$ 者為佳），矽烷，例如：四有機矽烷 SiR_4 及有機有機氧基矽烷 $\text{SiR}_n(\text{OR}')_{4-n}$ ，其中 $n=1$ 至 3，聚矽烷（最好具有化學通式 $\text{R}_3\text{Si}(\text{SiR}_2)_n\text{SiR}_3$ ，其中 $n=0$ 至 500），有機矽醇（最好具有化學通式 $\text{SiR}_n(\text{OH})_{4-n}$ ，二矽氧烷，低聚矽氧烷及高聚矽氧烷（最好包括具有化學通式 $\text{R}_c\text{H}_d\text{Si}(\text{OR}')_e(\text{OH})_f\text{O}_{(4-c-d-e-f)/2}$ 之單元，其中 $c=0$ 至 3， $d=0$ 至 1， $e=0$ 至 3， $f=0$ 至 3，且每個單元內 $c+d+e+f$ 之和不超過 3.5，其中該等 R 基總是相同或不同且係：具有 1 至 22 個碳原子之分支型或非分支型烷基、具有 3 至 10 個碳原子之環烷基、具有 2 至 4 個碳原子之烯基、具有 6 至 18 個碳原子之芳烴基、芳烷基、烷芳基，及 R' 基係相同或不同、具有 1 至 4 個碳原子之烷基及烷

氧基伸烷基，尤以甲基及乙基更佳，其中 R 及 R' 基亦可由鹵素（例如：氯）加以取代，由醚、硫醚、酯、醯胺、腈、羥基、胺、羧基、磺酸、羧酐及羧基加以取代，在高聚矽烷中，R 亦可以是 OR'。碳矽烷、聚碳矽烷、碳矽氧烷、聚碳矽氧烷、聚伸矽烷基矽氧烷、環矽氧烷亦屬適當。

合適之有機矽化合物是：四甲氧基矽烷、四乙氧基矽烷、甲基三丙氧基矽烷、甲基三(乙氧基乙氧基)矽烷、乙烯基三(甲氧基乙氧基)矽烷、(甲基)丙烯醯基氧基丙基三甲氧基矽烷、(甲基)丙烯醯基氧基丙基三乙氧基矽烷、 γ -氯丙基三乙氧基矽烷、 β -腈基乙基三乙氧基矽烷、 γ -氫硫基丙基三甲氧基矽烷、 γ -氫硫基丙基三乙氧基矽烷、苯基三乙氧基矽烷、異辛基三乙氧基矽烷、正辛基三乙氧基矽烷、十六基三乙氧基矽烷、二丙基二乙氧基矽烷、甲基苯基二乙氧基矽烷、二苯基二甲氧基矽烷、甲基乙烯基三(乙氧基乙氧基)矽烷、四甲基二乙氧基二矽烷、三甲基三甲氧基矽烷、三甲基三乙氧基矽烷、二甲基四甲氧基矽烷、二甲基四乙氧基矽烷、由三甲基矽氧基終端茲封閉之甲基氫聚矽氧烷、二甲基矽氧烷及由三甲基矽氧基終端基封閉之甲基氫矽氧烷單元所形成之共聚物、二甲基聚矽氧烷、終端單元內具有 Si-OH 基之二甲基聚矽氧烷。亦合適者是：直鏈型及分支型低聚矽氧烷及高聚矽氧烷以及聚矽氧樹脂（該等聚矽氧樹脂可由一種或多種上述低分子量矽化合物之縮合反應製得），更合適者係利用甲基烷氧基矽烷、

乙基烷氧基矽烷、苯基烷氧基矽烷、異辛基烷氧基矽烷、正-辛基烷氧基矽烷、十六基烷氧基矽烷及 H-矽烷所製得者。

最合適者係有機有機氧基矽烷 $\text{SiR}_n(\text{OR}')_{4-n}$ ，其中 $n=1$ 至 3，尤其異辛基三乙氧基矽烷、正-辛基三乙氧基矽烷、十六基三乙氧基矽烷及有機聚矽氧烷 $\text{R}_c\text{H}_d\text{Si}(\text{OR}')_e(\text{OH})_f\text{O}_{(4-c-d-e-f)/2}$ ，其中 $c=0$ 至 3， $d=0$ 至 1， $e=0$ 至 3， $f=0$ 至 3，且每個單元內 $c+d+e+f$ 之和不超過 3.5，尤以甲基聚矽氧樹脂、乙基聚矽氧樹脂、苯基聚矽氧樹脂及 H-聚矽氧樹脂更佳。

本發明所用有機矽化合物係商品或可由矽化學常用之方法製得，亦即諾爾所著"聚矽氧化學及技術"第二版，1968，威海姆，及郝本-威爾所著"有機化學方法"，第 E20 卷，喬格席姆出版公司，司圖加(1987)中所述之方法。上述該矽化合物可以單獨或疏水化添加劑內混合物之形式出現。

其他適當成分 b) 係：脂肪酸及可釋出脂肪酸之脂肪酸衍生物或在鹼性情況下(尤以酸度值 >8 更佳)之對應脂肪酸陰離子。更合適者係選自一個族群之脂肪酸化合物，該族群包括：具有 8 至 22 個碳原子之脂肪酸，以及其與具有 1 至 14 個碳原子之一元醇，與乙二醇、與聚乙二醇、與聚伸烷基二醇、與丙三醇、與一乙醇胺、二乙醇胺或三乙醇胺、與一多醣及與聚羥基化合物所形成之金屬皂、鹽胺及酯。

適當之脂肪酸是：每個具有 8 至 22 個碳原子之分支型及非

分支型、飽和及不飽和脂肪酸。其實例是：月桂酸(正-十二酸)、肉豆蔻酸(正-十四酸)、棕櫚酸(正-十六酸)、硬脂酸(正-十八酸)及油酸(9-十二酸)。

適當之金屬皂係上述脂肪酸與元素週期表內第一至第三主族或第二過渡族之金屬以及銨化合物 NX_4^+ 所形成者，其中 X 係相同或不同且各自係氫、一 C_1 至 C_8 -烷基或一 C_1 - C_8 -羥烷基。合適者係與鋰、鈉、鉀、鎂、鈣、鋁、鋅及銨化合物所形成之金屬皂。

適當脂肪酸醯胺係由一乙醇胺或二乙醇胺及上述 C_8 至 C_{22} -脂肪酸所製得之脂肪酸醯胺。

適用作成分 b) 之脂肪酸酯係：上述 C_8 至 C_{22} -脂肪酸之 C_1 至 C_{14} -烷基酯及-烷基芳基酯，合適者是：甲基、乙基、丙基、丁基、乙基己基酯以及苯甲基酯。

其他適當脂肪酸酯係聚乙二醇及/或具有高達 20 個氧伸烷基單元之聚伸烷基二醇之一酯或二酯，例如：聚乙二醇及聚丙二醇。

亦適當者係丙三醇與上述 C_8 至 C_{22} -脂肪酸所形成之一酯、二酯及三酯，以及一乙醇胺、二乙醇胺及三乙醇胺與上述 C_8 至 C_{22} -脂肪酸所形成之脂肪酸一酯、二酯及三酯。亦適當者係山梨醇及甘露醇之脂肪酸酯。

特別合適者係月桂酸及油酸之 C_1 至 C_{14} -烷基酯及-烷基芳基酯、月桂酸及油酸之一二元醇及二元醇酯，以及丙三醇與月桂

酸及油酸所形成之脂肪酸一酯、二酯及三酯。

其他適當之疏水化劑 b) 係烴蠟，例如：石蠟及聚伸烷基蠟。

所述疏水化劑 b) 總是可單獨或以混合物之形式使用。該疏水化添加劑最好包括 35 至 500% 重量比之成分 b) (以成分 a) 之量為基礎)。

為製造疏水化添加劑，成分 b) 可以不同方式與聚合物分散體混合及(必要時)隨後加以烘乾。如歐洲專利 EP 0741759 B1 中所述，由乙烯型不飽和單體形成水溶性同元聚合物或共聚物之聚合作用可在有矽化合物存在之情況下實施。亦可在高剪力作用、有聚合物分散體存在及(也許)添加其他乳化作用助劑(例如：乳化劑或水溶性保護膠體)之情況下將成分 b) 加以乳化。將成分 b) 加入聚合分散體內時最好呈乳化液之形式。如此製得之疏水化添加劑(呈其水性分散體形式)，其固體含量通常為 40 至 80%。

為乳化成分 b)，可使用：純淨形式或混合物、可與上述可用於聚合作用之乳化劑及保護膠體相同或不同之乳化劑或保護膠體。可能之乳化劑包含陰離子型、陽離子型及非離子型乳化劑。合適者係：不溶於保護膠體及其分子量(與保護膠體者不同)低於 2000 者。適當之乳化劑係精於此項技術者所熟知者且可自郝本-威爾所著"有機化學方法"，第 XIV 卷，1，巨分子材料，喬格席姆出版公司，司圖加，1961，第 192 至 208 頁查得。乳化劑之使用量通常高達 5% 重量比(以成分 b) 為基礎)。

在一合適具體實施例中，所製成分 b) 之乳化液，其保護膠體含量為 5 至 50% 重量比，尤以 10 至 35% 重量比更佳 (以成分 b) 之總質量為基礎)。適當之保護膠體 c) 與聚合作用所用之保護膠體 c) 相同，例如：部分水解之聚乙烯醇；聚乙烯基吡咯啉酮；水溶性形式之多醣，亦即澱粉 (直鏈澱粉及支鏈澱粉)、纖維素及其羧基甲基、甲基、羥乙基、羥丙基衍生物；蛋白質，例如：酪蛋白及酪蛋白鹽、大豆蛋白質、明膠；木質素基磺酸酯；合成聚合物，例如：聚 (甲基) 丙烯酸、(甲基) 丙烯酸酯與羧基-官能共聚單體單元之共聚物、聚 (甲基) 丙烯醯胺、聚乙烯基磺酸及其水溶性共聚物；三聚氰胺甲醛磺酸酯、苯甲醛磺酸酯、苯乙烯-順丁烯二酸及乙烯基醚-順丁烯二酸共聚物。在一合適具體實施例中，該聚矽氧化合物之乳化液係用水解度為 85 至 94% 莫耳比及 4% 濃度水溶液之賀普勒黏度為 3 至 15 毫帕斯卡·秒 (賀普勒法，20°C 溫度下測定，聯邦德國工業標準 DIN 53015) 之聚乙烯醇加以安定化。

再者，可用作霧化作用助劑之保護膠體 c) 可另外用於水中可再分散粉末之製造、在一具體實施例中，若所加成分 b) 係作為基本粉末 a) 分散體 (該分散體業經藉助於保護膠體加以安定化) 之預乳化液，於實施霧化作用之前最好不再添加其他保護膠體。適用作霧化作用之保護膠體族群與適用作成分 b) 聚合作用或乳化作用之上述保護膠體 c) 族群相同。舉例言之，分散粉末組成物包

括： $\geq 3\%$ 重量比（尤以 7 至 30%重量比更佳之保護膠體（以疏水化成分 b）之總重量為基礎）。成分 b）乳化作用所用之保護膠體與霧化作用所用之保護膠體無須相同或屬於同一化學族群（雖然此種情形較為合適）。在分散粉末組成物之特別合適具體實施例中，該等聚乙炔醇（尤以上述者為合適）係用於成分 b）之乳化作用及作為霧化作用助劑。

出現於合適具體實施例內之分散粉末組成物其他組成成分係有機及無機添加劑。可能之添加劑（但不限於下述之化合物）可以是：防泡劑、無機或礦質抗結塊劑或填料。該等添加劑可各自出現在本發明分散粉末組成物之量高達 50%重量比，但以高達 30%重量比較佳，尤以 20%重量比更佳（以水溶性、薄膜形成聚合物及成分 b）所佔諸重量比之和為基礎）。本發明分散粉末組成物內防泡劑之含量通常高達 5%重量比。

呈粉末形式之疏水化添加劑可含有無機或礦質化合物，在分散粉末組成物內所佔比例以 5 至 30%重量比為佳。藉改良結塊之安定性，該等無機添加劑可增加分散粉末組成物之儲存安定性，尤其玻璃轉移溫度低之粉末效果更為顯著。傳統抗結塊劑之實例係：碳酸鈣或碳酸鎂、滑石、石膏、矽石、高嶺土、粒徑最好為 10 奈米至 100 微米之矽酸鹽。該等無機或礦質添加劑亦可影響分散粉末組成物在用途方面之特性（例如：塗層之硬度）。

為製造分散粉末組成物，該成分 b）之水性分散體及乳化液係

藉助於流化床烘乾、凍乾或噴乾分別或以混合物之形式加以烘乾（也許在添加霧化作用助劑保護膠體或其他添加劑之後）。其中以噴乾方式為佳。噴乾作用係於一常用之噴乾裝置內實施，其中霧化作用可藉助於單-流體、雙-流體或多-流體噴嘴或一轉動霧化盤實施。該待烘乾之分散體或乳化液可以混合物之方式加以霧化或分別及同時或先後依序分別加以霧化。視所用裝置、樹脂之玻璃轉移溫度 T_g 及預期烘乾程度而定，出口之溫度通常設定在 45°C 至 120°C ，尤以 60°C 至 90°C 更佳。

在噴乾作用中，經常發現有利的是，防泡劑之含量高達 1.5% 重量比（以基本聚合物為基礎）。

待霧化進料之黏度係經由固體含量而加以適當設定者，俾所得之值 <1000 毫帕斯卡·秒（布魯克斯費爾德黏度，在 20 轉及 23°C 溫度下測得），尤以 <350 毫帕斯卡·秒更佳。待霧化分散體之固體含量 $>30\%$ ，尤以 $>40\%$ 更佳。

為改良用途特性，於實施霧化作用期間可添加其他添加劑。舉例言之，合適具體實施例中出現之分散粉末組成物之其他組成分是：防泡劑、顏料、泡沫安定劑。

在典型用途中，疏水化添加劑可用作水性分散體或用作水中可再分散之粉末。該疏水化添加劑可單獨使用或結合傳統聚合物分散體或再分散粉末，例如：在建築化學品中，（也許）結合水固型黏合劑，例如：水泥（卜特蘭水泥、高鋁水泥、火山灰水泥、礦

渣水泥、鎂質水泥、磷酸鹽水泥)、熟石膏及水玻璃，用以製造建築黏著劑，尤其瓦黏合劑及熱絕緣黏合劑、粉刷的頭道漿、罩面層、細填料、地板刮板、自動找平料 (self-leveling compositions)、密封稀砂漿、灌縫砂漿及油漆。合適之用途是：粉刷的頭道漿、細填料及灌縫砂漿。該疏水化添加劑亦可用作砂、黏土、紙、紡織品、天然或合成纖維之疏水化劑。舉例言之，塗層、塗油漆及塗清漆時，亦可用該疏水化添加劑將表面改性或塗覆。

實施例：

首先實施之實驗係針對疏水化成分 b) 之乳化作用及所製分散體之安定性。

實施例 A (分散體 1)：

將 159 公克、20%濃度重量比之聚乙醇溶液 (賀普勒黏度：4 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比) 及 172 公克、11%濃度比之聚乙醇溶液 (賀普勒黏度：13 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比) 置入一 3 公升攪拌器內。在強烈攪拌之情況下，將 192 公克、由甲基聚矽氧與聚二甲基矽氧烷以 1：1 形成之混合物混入，歷經 5 分鐘時段。將 1000 公克、用聚乙醇安定化、乙酸乙烯基酯-VeoVa10-乙烯共聚物之 54.9%濃度重量比水性聚合物分散體加入該乳化液內。用 350 公克之水將該整個混合物加以稀釋。其黏度為 125 毫帕斯卡·秒。

實施例 B (分散體 2)：

將實施例 A 之程序重複一遍，但甲基聚矽氧及聚二甲基矽氧烷之 1:1 混合物係添加於由實施例 A 內所述聚乙烯醇溶液及實施例 A 內所述聚合物分散體所組成之混合物內。其黏度為 115 毫帕斯卡·秒。

乳化作用實施例之結果：

該混合物品質之評估係藉助於微粒分佈 (雷射光散射，Coulter LS 230，粒徑分析器，貝克曼公司出品) 及儲存後之目視。

實施例 A 之混合物不含大於 15 微米之微粒，即使在 50°C 溫度下，歷經許多天仍甚安定。

實施例 B 之混合物含有高達 30 微米之微粒且粒徑分佈較實施例 A 之混合物更廣。三天之後，觀察到輕度相分離現象。

實施例 A 及 B 之混合物經測試後兩者均屬安定。實施例 A 內所用之方法可達成較狹窄之粒徑分佈。所以下列諸實驗內採用該程序。

實施例 1 (粉末 1)：

用 2.72 公克、20% 濃度重量比之聚乙烯醇溶液 (賀普勒黏度：4 毫帕斯卡·秒、水解度：88% 莫耳比) 及 1.90 公斤、11% 濃度比之聚乙烯醇溶液 (賀普勒黏度：13 毫帕斯卡·秒、水解度：88% 莫耳比)，將 2.79 公斤、甲基聚矽氧樹脂及聚二甲基矽氧烷之 1:1 混合物加以乳化。將此混合物添加於 13.00 公斤、用聚

乙烯醇安定化、乙酸乙烯基酯-VeoVa10-乙烯共聚物之 53.6% 濃度重量比水性聚合物分散體內。用約 8.00 公斤之水將該整個混合物加以稀釋，俾其黏度低於 100 毫帕斯卡·秒。

依照先前技術利用逆流原理，於一噴乾器內將該水性混合物烘乾。該業經熱至約 75°C 之液體之霧化作用係在 30 巴之霧化壓力下，藉助於壓力噴嘴(單流體噴嘴)實施。噴乾器入口處空氣之溫度為 150°C 及在噴乾器出口處則為 85°C。在烘乾期間，乾燥氣體內添加 10% 重量比之抗結塊劑(以粉末之總重量為基礎)。矽化合物 b) 與不溶於水聚合物 a) 之重量比為 40 : 100。

實施例 2 (粉末 2)：

混合物之製造及烘乾程序對應於實施例 1。

所用之數量是：

4.82 公斤、甲基聚矽氧樹脂與聚二甲基矽氧烷之 1 : 1 混合物，
3.62 公斤、20% 濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：4 毫帕斯卡·秒、水解度：88% 莫耳比)，

2.63 公斤、11% 濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：13 毫帕斯卡·秒、水解度：88% 莫耳比)，

9.00 公斤、用聚乙烯醇安定化、乙酸乙烯基酯-VeoVa10-乙烯共聚物之 53.6% 濃度重量比水性聚合物分散體，

8.75 公斤之水，用以稀釋該混合物，俾其黏度低於 100 毫帕斯卡·秒，

10%重量比之抗結塊劑在粉末內。

矽化合物 b) 與不溶於水之聚合物 a) 之重量比為 100:100。

實施例 3 (粉末 3)：

混合物之製造及烘乾程序對應於實施例 1。

所用之數量是：

6.43 公斤、甲基聚矽氧樹脂與聚二甲基矽氧烷之 1:1 混合物，

4.34 公斤、20%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：4 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，

3.22 公斤、11%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：13 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，

6.00 公斤、用聚乙烯醇安定化、乙酸乙烯基酯-VeoVa10-乙烯共聚物之 53.6%濃度重量比水性聚合物分散體，

9.40 公斤之水，用以稀釋該混合物，俾其黏度低於 100 毫帕斯卡·秒，

10%重量比之抗結塊劑在粉末內。

矽化合物 b) 與不溶於水之聚合物 a) 之重量比為 200:100。

實施例 4 (粉末 4)：

混合物之製造及烘乾程序對應於實施例 1。

所用之諸數量是：

7.50 公斤、甲基聚矽氧樹脂與聚二甲基矽氧烷之 1:1 混合物，

4.78 公斤、20%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：4 毫帕

斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，

3.58 公斤、11%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：13 毫帕

斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，

3.50 公斤、用聚乙烯醇安定化、乙酸乙烯基酯-VeoVa10- 乙烯
共聚物之 53.6%濃度重量比水性聚合物分散體，

9.60 公斤之水，用以稀釋該混合物，俾其黏度低於 100 毫帕斯
卡·秒，

10%重量比之抗結塊劑在粉末內。

矽化合物 b) 與不溶於水之聚合物 a) 之重量比為 400:100。

比較例 5 (粉末 V5)：

混合物之製造及烘乾程序對應於實施例 1。於配製品中另外
添加一脂肪酸之甲基酯。 所用之諸數量是：

0.66 公斤、甲基聚矽氧樹脂與聚二甲基矽氧烷之 1:1 混合物，

0.35 公斤、一脂肪酸之甲基酯(艾登諾 MEC 12/70)，

1.44 公斤、20%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：4 毫帕
斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，

0.93 公斤、11%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：13 毫帕
斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，

13.00 公斤、用聚乙烯醇安定化、乙酸乙烯基酯-VeoVa10- 乙烯
共聚物之 53.6%濃度重量比水性聚合物分散體，

8.20 公斤之水，用以稀釋該混合物，俾其黏度低於 100 毫帕斯

卡·秒，

10%重量比之抗結塊劑在粉末內。

矽化合物+脂肪酸酯 b) 與不溶於水之聚合物 a) 之重量比為
14.5 : 100。

實施例 6 (粉末 6) :

混合物之製造及烘乾程序似於實施例 5。所用之諸數量是：

1.88 公斤、甲基聚矽氧樹脂與聚二甲基矽氧烷之 1 : 1 混合物，

1.13 公斤、一脂肪酸之甲基酯 (艾登諾 MEC 12/70)，

2.25 公斤、20%濃度重量比聚乙烯醇溶液 (賀普勒黏度：4 毫帕
斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，

1.53 公斤、11%濃度重量比聚乙烯醇溶液 (賀普勒黏度：13 毫帕
斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，

14.00 公斤、用聚乙烯醇安定化、乙酸乙烯基酯-VeoVa10- 乙烯
共聚物之 53.6%濃度重量比水性聚合物分散體，

9.30 公斤之水，用以稀釋該混合物，俾其黏度低於 100 毫帕斯
卡·秒，

10%重量比之抗結塊劑在粉末內。

矽化合物+脂肪酸酯 b) 與不溶於水之聚合物 a) 之重量比為
40 : 100。

實施例 7 (粉末 7) :

混合物之製造及烘乾程序似於實施例 5。所用之諸數量是：

- 1.50 公斤、甲基聚矽氧樹脂與聚二甲基矽氧烷之 1:1 混合物，
- 1.13 公斤、一脂肪酸之甲基酯(艾登諾 MEC 12/70)，
- 2.03 公斤、20%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：4 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，
- 1.36 公斤、11%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：13 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，
- 14.00 公斤、用聚乙烯醇安定化、乙酸乙烯基酯-VeoVa10-乙烯共聚物之 53.6%濃度重量比水性聚合物分散體，
- 5.60 公斤之水，用以稀釋該混合物，俾其黏度低於 100 毫帕斯卡·秒，
- 10%重量比之抗結塊劑在粉末內。

矽化合物+脂肪酸酯 b) 與不溶於水之聚合物 a) 之重量比為 35:100。

實施例 8(粉末 8)：

- 混合物之製造及烘乾程序似於實施例 5。所用之諸數量是：
- 6.00 公斤、甲基聚矽氧樹脂與聚二甲基矽氧烷之 1:1 混合物，
- 2.64 公斤、20%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：4 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，
- 4.80 公斤、11%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：13 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)，
- 2.45 公斤、用聚乙烯醇安定化、氯乙烯-月桂酸乙烯基酯-乙烯

共聚物之 53.6% 濃度重量比水性聚合物分散體，

11.00 公斤之水，用以稀釋該混合物，俾其黏度低於 100 毫帕斯卡·秒，

10% 重量比之抗結塊劑在粉末內。

矽化合物 b) 與不溶於水之聚合物 a) 之重量比為 500:100。

實施例 9 (粉末 9)：

實施例粉末 9 與實施例 8 之不同處僅在矽化合物之選擇。所選之矽化合物是甲基聚矽氧樹脂與異辛基三乙氧基矽烷之 92:8 混合物以替代甲基聚矽氧樹脂與聚二甲基矽氧烷之 1:1 化合物。

混合物之製造及烘乾程序對於於實施例 1。所用之諸數量是：6.00 公斤、甲基聚矽氧樹脂與異辛基三乙氧基矽烷之 92:8 混合物，

2.64 公斤、20% 濃度重量比聚乙烯醇溶液 (賀普勒黏度：4 毫帕斯卡·秒、水解度：88% 莫耳比)，

4.80 公斤、11% 濃度重量比聚乙烯醇溶液 (賀普勒黏度：13 毫帕斯卡·秒、水解度：88% 莫耳比)，

2.45 公斤、用聚乙烯醇安定化、氯乙烯-月桂酸乙烯基酯-乙烯共聚物之 49.0% 濃度重量比水性聚合物分散體，

11.00 公斤之水，用以稀釋該混合物，俾其黏度低於 100 毫帕斯卡·秒，

10% 重量比之抗結塊劑在粉末內。

矽化合物 b) 與不溶於水之聚合物 a) 之重量比為 500:100。

比較例 10 (粉末 V10) :

不用不溶於水、薄膜形成之聚合物 a)，如歐洲專利 EP 0754737 A2 中所述製得一粉末。用 3.60 公斤、20%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：4 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)及 2.73 公斤、11%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：13 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)將 6.00 公斤、甲基聚矽氧樹脂與聚二甲基矽氧烷之 1:1 混合物加以乳化。藉添加 9.00 公斤之水將黏度調節至低於 100 毫帕斯卡·秒。依照類似於實施例 1 之方式實施烘乾作用。

比較例 11 (粉末 V11) :

不用疏水性成分 b) 製得分散粉末。

將 14.00 公斤、用聚乙烯醇安定化、乙酸乙烯基酯-VeoVa10-乙烯共聚物之 53.6%濃度重量比水性聚合物分散體混以 1.88 公斤、20%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：4 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)及 3.41 公斤、11%濃度重量比聚乙烯醇溶液(賀普勒黏度：13 毫帕斯卡·秒、水解度：88%莫耳比)。藉添加 2.00 公斤之水將黏度調節至低於 100 毫帕斯卡·秒。依照如同實施例 1 之方式實施烘乾作用。

測試

測試所製粉末之粉末特性及作為含水泥及含石膏多項用途

之效果。

粉末特性之測試：

藉助於下列方法以評估粉末之含水量、粉末流動、結塊安定性及水內 50%濃度再分散體之品質。

粉末流動 RF 之測定：

將 150 公克之粉末置入一出口孔直徑為 15 公厘之金屬漏斗內。藉助於一停錶測定全部粉末流出漏斗所花費之時間。在整個粉末全部流出之前若粉末流動停止，藉輕敲振動漏斗。

粉末流動係依照下列標準分類：

第 1 級：粉末流動甚佳：粉末自由流動，流完之時間甚短。

第 2 級：粉末流動佳：粉末自由流動，流完之時間遠較第 1 級者為長。

第 3 級：粉末流動合格：粉末流出甚慢或粉末流動停止。但，振動漏斗，粉末再度開始流動。

第 4 級：無粉末流動：僅部分粉末自漏斗流出或形成粉末橋。振動漏斗不能改善粉末流動。

粉末再分散體 RD 品質之測定：

將 50 公克分散粉末再分散於 50 毫升水中。量測所得再分散體之微粒分佈並與該粉末之基本成分分散體或乳化液之微粒分佈加以比較。

依照下列標準將再分散體之品質加以分類：

第 1 級：再分散體甚佳

第 2 級：再分散體佳

第 3 級：再分散體合格

第 4 級：再分散甚差

粉末結塊安定性 BS 之測定：

為測定結塊安定性，將分散粉末置入一具有螺旋蓋之鐵管內，之後藉助於衝頭裝載。裝載時，該鐵管已在烘乾罐內 50℃ 溫度下儲存 16 小時。冷卻至室溫之後，將粉末自該器具中取出，並藉壓縮該粉末以定量方式測其結塊安定性。結塊安定性係依照下列標準加以分類：

第 1 級：結塊安定性甚佳

第 2 級：結塊安定性佳

第 3 級：結塊安定性合格

第 4 級：結塊不安定

測試結果(將粉末之含水量納入考量)經彙整如表 1 所示。

表 1：粉末 1 至粉末 11 之粉末特性

粉末	1	2	3	4	V5	6	7	8	9	V10	V11
含水量(%)	1.5	1.5	1.8	1.8	2.0	2.8	2.1	1.3	2.4	1.4	1.0
粉末流動 RF	2	2	3	3	2	3	3	3	3	3	2
結塊安定性 BS	2	2	1	3	1	2	2	2	2	2	1
再分散體品質 RD	1	1	2	3	1	1	1	2	2	3	1

由該等結果顯示：可製得疏水化成分 b) 與不溶於水聚合物之重量比遠超過 0.30 之自由流動及結塊安定之分散粉末組成物。在疏水化成分 b) 與不溶水聚合物之重量比為 500 : 100 (粉末 8 及粉末 9) 之情況下，粉末及分散體之特性仍可達到合格至佳之等級。

含水泥灌縫砂漿內分散粉末組成物之測試：

灌縫砂漿之配製品如表 2 內所示。

表 2：灌縫砂漿配製品之組成物

白水泥	250
疏水化添加劑	10
砂砂	460
碳酸鈣	280
總計	1000.0

特乾砂漿混以：每 100 公克乾混合料 23.6 公克之水。

在不添加疏水化添加劑之測試中，該乾砂漿係每 100 公克混以 24.0 公克之水。

依照 EN 12808 測定用本發明疏水化添加劑所改性含水泥灌縫砂漿之疏水化作用、抗彎強度及抗壓強度。

依照 EN 12808 實施測試，用一模板 (直徑：50 公厘，厚度：10 公厘) 將砂漿塗敷在一混凝土平板上以製造試樣。

疏水化作用(水分吸收)：

在標準情況下儲存 1 天(WA 1 天)、7 天(WA 7 天)及 14 天(WA 14 天)之後，總是藉助於一吸管加一滴水並將該水滴完全滲透該試樣之時間(分鐘)加以測定。

依照 EN 12808-5 實施水吸收%之測試。

表 3：含有 1%重量比疏水化添加劑之灌縫砂漿測試結果：

粉末	1	2	V10/V11 (1:1)	8	9	無
水分吸收 1 天(分鐘)	80	50	60	90	420	5
水分吸收 7 天(分鐘)	100	70	75	150	420	5
水分吸收 14 天(分鐘)	100	90	90	150	420	5
抗彎強度 BZ (牛頓/平方公厘) 28 天 標準狀況	4.62	3.09	2.49	3.01	3.39	4.46
抗彎強度 BZ (牛頓/平方公厘) 凍結-融化	3.11	2.82	2.32	2.58	3.09	3.91
抗壓強度 DF (牛頓/平方公厘) 28 天 標準狀況	14.19	11.52	8.22	9.88	12.82	15.55
抗壓強度 DF (牛頓/平方公厘) 凍結-融化	11.57	10.52	8.01	9.64	12.50	14.07
水分吸收 30 分鐘 (%)	0.57	1.90	2.31	2.67	1.86	2.97
水分吸收 240 分鐘 (%)	1.88	3.50	3.54	5.86	3.71	6.54

表 3 之測試結果足以確認：具有高比例矽化合物之疏水化添加劑作為含水泥混合物(此處係一灌縫砂漿)內疏水化劑之可用

性。添加百分之一聚合物粉末於含水泥之乾混合料內增加該水滴之滲透時間遠比未添加聚合物之空白者為長且減少試樣之水分吸收。

為與實施例 2 之粉末 2 加以比較，測試比較例 10 及 11 之粉末 V10 及 V11 之 1：1 混合物。表 3 內之結果確認本發明疏水化添加劑之疏水性及黏合劑特性確實較先前技術疏水化作用所用未改性再分散粉末 (V11) 及可再分散疏水化劑 (V10) 之組合體為佳。

含水泥組成物內分散粉末組成物之測試：

測試用添加疏水化添加劑所造成如表 4 內所示含水泥組成物之疏水化作用。

為製造試樣，將砂漿倒入一稜柱體模具 (10x40x160 公厘) 內。在標準情況下儲存 6 天之後，量測水滴滲透試樣表面內之滲透時間 (EZ)。

此外，用水噴灑斜立之試樣，歷時 3 天，並用目視評估表面潤濕及水結珠之效果 (BAW)。

評估指標如下：

第 1 級：表面無水潤濕現象。水滴完全消失。

第 2 級：部分表面受水潤濕。水結珠效果仍部分出現。

第 3 級：試樣表面完全潤濕或試樣完全濕透。水結珠效果不再出現。

表 4：含水泥測試配製品之組成物

卜特蘭水泥 CFM I 42.5 R	270
矽砂	470
疏水化添加劑	20
碳酸鈣	240
總計	1000.0

砂漿內混以每 100 公克乾混合料 27.5 公克之水。

表 5：

粉末	1	2	3	4	V5	6	7	8	9	V10/V11 (4 : 10)	V10/V11 (1 : 1)	V10/V11 (2 : 1)	V11	無
滲透 時間 6 天 (小 時)	3.5	7.5	>9	>9	4.8	>9	>9	>9	>9	2.8	5.0	8.7	0.1	0.0
表 面 潤 濕 及 水 結 珠	2	1.2	1	1	2.3	1	2	1	1	2	2	1.2	3	3

表 5 內之諸結果確認：作為含水泥配製品內疏水化劑，該等疏水化添加劑之影響。藉助於分散粉末組成物內矽化合物之比例增加及含水泥配製品內聚合物粉末之使用量恆常不變可達成所增加之疏水化作用（由水滴之滲透時間較長或持久之水結珠效果可以看出）。該疏水化作用優於利用由一未改性聚合物粉末與包括矽化合物之粉末所形成之粉末混合物所得者：請將實施例粉末 2 與 (V10/V11；1：1) 比較。此外，獲得水結珠效果（若使用先前技

術所用由再分散粉末及可再分散疏水化劑所形成之組合體則看不到該結珠效果)。撞擊在以疏水化添加劑處理過之試樣傾斜表面上之水滴，歷經一長久時段而消失，並不潤濕該表面。

含 CaSO_4 細填料內疏水化添加劑之測試：

將表 6 內所示之熟石膏細填料混以水並倒入一稜柱體模具 (10×40×160 公厘) 內。烘乾 7 天之後，測試一水滴 (1 毫升) 之滲透率 (EG)。此外，烘乾 7 天之後測定：於一水浴內儲存 30 分鐘後與時間無關之水分吸收 (WA 30) 及儲存 120 分鐘後之與時間無關之水分吸收 (WA 120)。

表 6：熟石膏細填料之組成物

Alabastergips (Alabaster plaster)	800
碳酸鈣	161
纖維素	9
疏水化添加劑	20
硫酸鉀	10
總計	1000

該熟石膏細填料係混以每 100 公克乾混合料 54 公克水。

表 7：熟石膏細填料之疏水化作用結果

粉末	1	2	3	V5	6	7	V10/v11 (4 : 10)	V10/v11 (1 : 1)	V10/v11 (2 : 1)	無
滲透率 7 天 (分鐘)	13	14	12	7.5	11	10	13	10	11.5	4
水分吸 收 30 分 鐘 (%)	21.6	20.6	30.5	37.3	33.3	32.2	24.3	20.4	31.0	41.2
水分吸 收 120 分鐘 (%)	23.6	22.3	33.0	39.2	34.2	35.4	26.3	23.5	32.7	41.4

表 7 內結果確認：本發明之分散粉末組成物亦可用作含石膏建築用途之疏水化劑且在該用途中亦優於先前技術之組合體：請將實施例 2 與 (V10/V11；1：1) 加以比較。

【圖式簡單說明】

本申請案無圖式。

五、中文發明摘要：

本發明之內容係一呈水中可再分散粉末形式或呈水性分散體形式之疏水化添加劑，包括：

a) 一種或多種不溶於水、薄膜形成之基本聚合物，該基本聚合物之基本成分係一種或多種單體之同元聚合物或共聚合物，該等單體係選自一個族群，該族群包括：具有 1 至 15 個碳原子、非分支型或分支型烷基羧酸之乙烯基酯、具有 1 至 15 個碳原子醇之甲基丙烯酸酯及丙烯酸酯、乙烯基芳烴、烯、二烯及鹵乙烯，

b) 選自一個族群之一種或多種疏水性化合物，該族群包括：有機矽化合物、脂肪酸及其脂肪酸衍生物及煙蠟，及

c) 一種或多種保護膠體，

其中成分 b) 所佔之比例 (以成分 a) 之總重量為基礎) 超過 30% 重量比。

六、英文發明摘要：

The invention relates to a hydrophobicizing additive in the form of a water-redispersible powder or of an aqueous dispersion comprising

a) one or more water-insoluble, film-forming base polymers based on homopolymers or copolymers of one or more monomers from the group consisting of vinyl esters of unbranched or branched alkylcarboxylic acids having from 1 to 15 carbon atoms, methacrylic esters and acrylic esters of alcohols having from 1 to 15 carbon atoms, vinylaromatics, olefins, dienes and vinyl halides,

b) one or more hydrophobic compounds from the group consisting of organosilicon compounds, fatty acids and their fatty acid derivatives and hydrocarbon waxes, and

c) one or more protective colloids,

wherein the proportion of the component b) based on the total weight of the component a) is more than 30% by weight.

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 () 圖。(本申請案無圖式)

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

I306876

第 094141969 號專利申請案

中文說明書替換頁(無劃線版本)(97 年 10 月)

97年10月21日修(更)正替換頁

發明專利說明書

公告本

本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：94141969

※申請日期：941129

※IPC 分類：

C08K 5/54 5/04 (2006.01)

C04B 24/08 24/24 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

疏水化添加劑 / HYDROPHOBICIZING ADDITIVE

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

瓦克化學公司 / WACKER CHEMIE AG

代表人：(中文/英文)

1. 卡爾-漢斯 林伯克 / RIMBÖCK, KARL-HEINZ
2. 安吉利卡 布辛斯基 / BUDCZINSKI, ANGELIKA

住居所或營業所地址：(中文/英文)

德國慕尼黑市 81737 漢斯-西德爾廣場 4 號 /

HANNS-SEIDEL-PLATZ 4, 81737 MÜNCHEN, GERMANY

國 籍：(中文/英文) 德國 / DE

三、發明人：(共 2 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 司台芬·開勒特博士 / DR. STEFAN KILLAT
2. 彼特·符瑞茲博士 / DR. PETER FRITZE

國 籍：(中文/英文)

1. 德國 / DE
2. 德國 / DE

公告本

97年7月18日修(更)正本

十、申請專利範圍：

1. 一種呈水中可再分散粉末形式或呈水性分散體形式之疏水化添加劑，包括：

a) 一種或多種不溶於水、薄膜形成之基本聚合物，該基本聚合物之基本成分係一種或多種單體之同元聚合物 (homopolymers) 或共聚合物，該單體係選自以下群組：具有 1 至 15 個碳原子之非分支型或分支型烷基羧酸的乙烯基酯、具有 1 至 15 個碳原子之醇類的甲基丙烯酸酯及丙烯酸酯、乙烯基芳烴、烯、二烯及鹵乙烯，其中，該乙烯基芳烴係選自以下群組：苯乙烯及乙烯基甲苯，該烯係選自以下群組：乙烯及丙烯，該二烯係 1,3-丁二烯，

b) 一種或多種疏水性化合物，其係選自以下群組：有機矽化合物、脂肪酸及其脂肪酸衍生物、及烴蠟，以及

c) 一種或多種保護膠體，

其中，以成分 a) 之總重量為基礎，成分 b) 之比例係超過 30% 重量比。

2. 如請求項 1 所述之疏水化添加劑，其中含有一種或多種有機矽化合物作為成分 b)，該有機矽化合物係選自以下群組：矽酸酯、矽烷、聚矽烷、有機矽醇、二矽氧烷、低聚矽氧烷及高聚矽氧烷、碳矽烷，聚碳矽烷、碳矽氧

烷、聚碳矽氧烷、聚伸矽烷基二矽氧烷、環矽氧烷。

3. 如請求項 1 或 2 所述之疏水化添加劑，其中含有一種或多種化合物作為成分 b)，該化合物係選自以下群組：
具有 8 至 22 個碳原子之脂肪酸，以及其與具有 1 至 14 個碳原子之一元醇，與乙二醇、與聚乙二醇、與聚伸烷基二醇、與丙三醇、與一乙醇胺、二乙醇胺或三乙醇胺、與一多醣及與聚烴基化合物所形成之金屬皂、鹽胺及酯。

4. 如請求項 1 或 2 所述之疏水化添加劑，其中含有一種或多種聚合物作為基本聚合物 a)，該聚合物係選自以下群組：

乙酸乙烯基酯同元聚合物；

乙酸乙烯基酯與 1 至 40% 重量比乙烯之共聚物；

乙酸乙烯基酯與 1 至 40% 重量比乙烯及 1 至 50% 重量比之一種或多種其他共聚單體的共聚物，該其他共聚單體係選自以下群組：於羧酸基內具有 1 至 15 個碳原子之乙烯基酯；

由乙酸乙烯基酯、1 至 40% 重量比乙烯及 1 至 60% 重量比之具有 1 至 15 個碳原子且非分支型或分支型之醇的丙烯酸酯所形成的共聚物；

共聚物，包含：30 至 75% 重量比之乙酸乙烯基酯、1 至 30% 重量比之月桂酸乙烯基酯或具有 9 至 13 個碳原子之 α -分支型羧酸的乙烯基酯、1 至 30% 重量比之具有 1 至

15 個碳原子且非分支型或分支型之醇的丙烯酸酯，以及更包含 1%至 40%重量比之乙烯；

包含乙酸乙烯基酯、1 至 40%重量比之乙烯、及 1%至 60%重量比之氯乙烯的共聚物；

(甲基)丙烯酸酯聚合物；

苯乙烯-丙烯酸酯共聚物；

乙酸乙烯基酯-丙烯酸酯共聚物；以及

苯乙烯-1,3-丁二烯共聚物。

5. 如請求項 1 或 2 所述之疏水化添加劑，其中係使用部分水解或全部水解之聚乙烯醇作為保護膠體 c)，該聚乙烯醇具水解度為 80 至 100%莫耳比、4%濃度水溶液之賀普勒黏度為 1 至 30 毫帕斯卡·秒（賀普勒法，於 20°C 下測定，聯邦德國工業標準 DIN 53015）。
6. 如請求項 5 所述之疏水化添加劑，其中係使用部分水解或全部水解之經疏水化改性的聚乙烯醇作為保護膠體 c)，該聚乙烯醇具水解度為 80%至 100%莫耳比、4%濃度水溶液之賀普勒黏度為 1 至 30 毫帕斯卡·秒（賀普勒法，於 20°C 下測定，聯邦德國工業標準 DIN 53015）。
7. 一種用於製造如請求項 1 至 6 中任一項所述之疏水化添加劑之方法，其中包括：將成分 b) 加入至基本聚合物 a) 之水性分散體中，其中，該成分 b) 可為單獨或與其他添加劑組成之混合物的形式，且該基本聚合物 a) 可為純淨形式或預乳化液之形式；或者，於製造水中可再

分散粉末的情況中，於烘乾期間將該成分 b) 連同聚合物分散體霧化，或於烘乾後將該成分 b) 加入至聚合物粉末中。

8. 一種如請求項 1 至 6 中任一項所述之疏水化添加劑的用途，係用於建築化學產品。
9. 如請求項 8 所述之用途，其中該建築化學產品係與水固型黏合劑結合。
10. 如請求項 9 所述之用途，其中該水固型黏合劑係水泥、熟石膏（plaster of Paris）及水玻璃。
11. 一種如請求項 1 至 6 中任一項所述之疏水化添加劑的用途，係用於製造建築黏合劑、瓦黏合劑及熱絕緣黏合劑、粉刷的頭道漿、罩面層、細填料、地板刮板、自動找平料（self-leveling compositions）、密封稀砂漿、灌縫砂漿及油漆。
12. 一種如請求項 1 至 6 中任一項所述之疏水化添加劑的用途，係作為改性砂或黏結砂、黏土、紙、紡織品、天然或合成纖維之疏水化劑。
13. 一種如請求項 1 至 6 中任一項所述之疏水化添加劑的用途，係用於塗層、塗油漆、以及塗清漆之應用。