



發明專利說明書

中文說明書替換頁(94年3月)

(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：093111968

※ 申請日期：93.4.29

※IPC 分類：C08G 11/06(2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

製造聚矽氧水中油型乳液之機械轉化方法

A MECHANICAL INVERSION PROCESS FOR MAKING SILICONE
OIL-IN-WATER EMULSIONS

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

美商道康寧公司

DOW CORNING CORPORATION

代表人：(中文/英文)

羅傑 哥布洛吉

GOBROGGE, ROGER

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國密西根州密蘭市西薩爾茲堡路2200號

2200 W. SALZBURG ROAD, MIDLAND, MICHIGAN 48686-0994,
U.S.A.

國 籍：(中文/英文)

美國 U.S.A.

三、發明人：(共 3 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 安尼 凱加 辛

SHIM, ANNE KATJA

2. 大衛 塔司卡瑞拉

TASCARELLA, DAVID

3. 雷蒙 泰伯

TABLER, RAYMOND

住居所地址：(中文/英文)

1. 美國密西根州密蘭市德蘭其街5405號

5405 DRAKE MIDLAND, MICHIGAN 48640 U.S.A.

2. 美國密西根州密蘭市柯林武德街3720號

3720 COLLINGWOOD STREET MIDLAND, MICHIGAN 48642
U.S.A.

3. 美國密西根州密蘭市武德貝力街5703號

5703 WOODBERRY COURT MIDLAND MICHIGAN 48640 U.S.A.

國 籍：(中文/英文)

1. 丹麥 DENMARK

2.-3. 均美國 U.S.A.

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：

1. 美國；2003年07月23日；60/489,405

2.

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

☐ 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】

本發明係關於一種用於製造含有高黏度聚矽氧之聚矽氧水中油型乳液之機械轉化方法。更詳言之，本發明係關於含有聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體、聚矽氧樹脂或其混合物之聚矽氧水中油型乳液。

【先前技術】

此項技術中已熟知聚矽氧乳液。此聚矽氧乳液可藉由下述方法製得：例如，(i)機械乳化；(ii)藉由轉化之機械乳化；或(iii)乳液聚合。然而，由於一些聚矽氧(例如，聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體及聚矽氧樹脂)具有高黏度，所以對於所有實際用途而言，其乳化已限於乳液聚合。相比之下，具有低黏度及因此具有低分子量的聚矽氧可容易地藉由機械法獲得。

然而，因為難以將界面活性劑或界面活性劑之混合物併入聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體、或聚矽氧樹脂中，所以使用機械方法來乳化聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體及聚矽氧樹脂之嘗試大多已失敗。亦難以將水併入含有高黏度聚矽氧、界面活性劑或界面活性劑的混合物之混合物中，同時難以給予足夠的剪切力以引起轉化。此外，微粒大小之控制已限於涉及在溶劑存在下分批機械乳化之方法。

【發明內容】

與上述方法相比，本發明提供一種用於製造含有聚矽氧

膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體及聚矽氧樹脂之具有受控微粒大小的安定乳液之廉價技術。因為聚矽氧樹脂係用於許多需要水基傳遞之應用中，所以此技術在關於聚矽氧樹脂時尤其有用。

吾人已知：當MQ聚矽氧樹脂含量較高，意即以聚矽氧總含量計為20-90重量%時，難以使MQ型聚矽氧樹脂及MQ聚矽氧樹脂與聚矽氧聚合物之摻和物乳化。儘管利用高剪切力之直接乳化適用於低黏度摻和物，且藉由突變轉化之乳化適用於高黏度摻和物，但是當存在MQ樹脂時二者實際上都不適用。其原因係在聚矽氧樹脂/聚矽氧聚合物之摻和物中高含量聚矽氧MQ樹脂之存在顯著增加了油相黏度；使得利用高剪切力之直接乳化無法得到達成乳液安定性所需之微粒大小。此外，大量聚矽氧MQ樹脂之存在致使油相抵抗轉化，在某種程度上常常致使以水比油之任意比率仍不能使油相轉化。

儘管將揮發性聚矽氧流體、揮發性有機流體或低分子量稀釋液與含有高含量聚矽氧樹脂之油相進行混合可使乳化製程簡易，但是在許多應用中可能不希望存在揮發性及/或低分子量流體及稀釋液。

本發明係關於一種用於製造含有聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體、聚矽氧樹脂或其混合物之聚矽氧水中油型乳液之方法。根據該方法，聚矽氧水中油型乳液之製造係藉由：(i)形成含有聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體、聚矽氧樹脂或其混合物之均質油相；在該均質油相

中之聚矽氧具有至少 100,000,000(100 百萬)厘司(mm^2/s)至 5,000,000,000(50 億)厘司(mm^2/s)的黏度；(ii)將一種或更多界面活性劑與該均質油相混合；(iii)將水添加至該均質油相中以形成含有連續相及分散相之油中水型乳液，其中所添加之水的含量為以該均質油相中聚矽氧之重量計約 0.5-10 重量%；(iv)在長度與直徑之比(L/D)為至少 15 之雙螺桿擠壓機中對油中水型乳液施加高剪切力，以使得該油中水型乳液向水中油型乳液轉化；及(v)藉由添加更多水來稀釋水中油型乳液。

該方法係在除了(i)之聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體或聚矽氧樹脂中所存在的溶劑外無其他溶劑存在下進行。均質油相中之聚矽氧應具有至少 100,000,000(100 百萬)厘司(mm^2/s)至 5,000,000,000(50 億)厘司(mm^2/s)的黏度，較佳為至少 200,000,000(200 百萬)厘司(mm^2/s)至 2,000,000,000(20 億)厘司(mm^2/s)，且最佳其應由具有至少 1,000,000,000(10 億)厘司(mm^2/s)的黏度之聚矽氧樹脂組成。

自如下詳細描述考量，本發明之此等及其它特點將變得明顯。

【實施方式】

本發明提供一種乳化聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體且尤其是聚矽氧樹脂之有效方法。其達成係藉由：(i)僅使用極少量的水，意即以油相中聚矽氧之重量計約 0.5-10 重量%、較佳約 1-5 重量%之水，來轉化聚矽氧油中水型(W/O)乳液並形成聚矽氧水中油型(O/W)乳液；(ii)在轉化過

程中使用長度與直徑之比(L/D)為至少15、較佳為至少30、且更佳為30-60之雙螺桿擠壓機來施加非常高的剪切力；及(iii)在除了存在於所乳化之聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體或聚矽氧樹脂中之溶劑外並未添加其他溶劑下進行轉化。

該方法尤其適合乳化具有至少100,000,000(100百萬)厘司(mm^2/s)至5,000,000,000(50億)厘司(mm^2/s)、較佳至少200,000,000(200百萬)厘司(mm^2/s)至2,000,000,000(20億)厘司(mm^2/s)黏度之聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體及聚矽氧樹脂。此等特點亦使本方法區別於在2003年1月16日申請的標題為"Method of Making Silicone Resin Emulsions"之同在申請中的美國專利申請案第10/346.544號中所描述之方法，該申請案已讓渡給本發明之同一受讓人。

如上所述，本發明係關於聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體及聚矽氧樹脂。基於本發明之目的，將術語聚矽氧橡膠及聚矽氧彈性體視為同義，至少在某種程度上兩種聚矽氧皆能伸長及回復。相比之下，聚矽氧膠能被拉伸，但是其通常不能很快恢復。聚矽氧膠係通常為線形之高分子量聚二有機聚矽氧，其可藉由交聯而自其高黏性塑性狀態轉換成主要為彈性之狀態。常常將聚矽氧膠用作製備聚矽氧彈性體及聚矽氧橡膠中之主要組份之一。

因此，基於本發明之目的，可認為聚矽氧膠包括如下專利中所描述之類型的組合物：美國專利第3,692,737號(1972年9月19日)、美國專利第4,152,416號(1979年5月1日)、美國

專利第 4,885,129 號 (1989 年 8 月 8 日)、及美國專利第 5,057,240 號 (1991 年 10 月 15 日)，感興趣的讀者可參考以上該等專利。

可認為聚矽氧橡膠及聚矽氧彈性體包括如下專利中所描述之類型的組合物：美國專利第 4,882,377 號 (1989 年 11 月 21 日)、美國專利第 5,654,362 號 (1997 年 8 月 5 日)、美國專利第 5,994,459 號 (1999 年 11 月 30 日)、及美國專利第 6,015,858 號 (2000 年 1 月 18 日)，感興趣的讀者可參考以上該等專利。

可認為聚矽氧樹脂包括如下專利中所描述之類型的組合物以及下文將更詳細描述之組合物：美國專利第 2,676,182 號 (1954 年 4 月 20 日)、美國專利第 4,310,678 號 (1982 年 1 月 12 日)、美國專利第 4,423,095 號 (1983 年 12 月 27 日)、及美國專利第 5,356,585 號 (1994 年 10 月 18 日)，感興趣的讀者可參考以上該等專利。

首字母縮寫 MQ 在關於聚矽氧樹脂時係源於符號 M、D、T、及 Q，其中每一符號均代表可存在於含有藉由 $\equiv \text{Si-O-Si} \equiv$ 鍵接合之聚矽氧單元之聚矽氧中的不同類型結構單元之官能度。單官能 (M) 單元代表 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$ ，且雙官能 (D) 單元代表 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{2/2}$ 。三官能 (T) 單元代表 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ ，且其導致支鏈線形聚矽氧之形成。四官能 (Q) 單元代表 $\text{SiO}_{4/2}$ ，其導致樹脂性交聯聚矽氧組合物之形成。因此，MQ 係用於聚矽氧含有所有單官能 M 單元及四官能 Q 單元時，或用於聚矽氧含有至少高百分含量 M 及 Q 單元以使得聚矽氧呈樹脂性時。

本文中有用之聚矽氧樹脂係具有高於 0°C 玻璃轉移溫度

(Tg)之非線形聚矽氧樹脂。玻璃轉移溫度係指諸如較高聚矽氧聚合物之非晶材料自易碎的玻璃狀態轉變為塑性狀態時的溫度。聚矽氧樹脂通常具有式 $R'_aSiO_{(4-a)/2}$ ，其中 R' 係具有 1-6 個碳原子之單價烴基或具有 1-6 個碳原子之經官能基取代的烴基，且 a 具有 1-1.8 的平均值。聚矽氧樹脂較佳由單官能 (M) 單元 $R''_3SiO_{1/2}$ 及四官能 (Q) 單元 $SiO_{4/2}$ 組成，其中 R'' 係具有 1-6 個碳原子之單價烴基，最佳為甲基。M 基團與 Q 基團之數目比一般在 0.5:1 至 1.2:1 範圍內，以提供其中式 $R'_aSiO_{(4-a)/2}$ 中之 a 具有 1.0-1.63 之平均值的當量值。該數目比較佳為 0.6:1 至 0.9:1。最佳係其中每分子之 Q 單元之數目高於 1 且較佳高於 5 之聚矽氧 MQ 樹脂。

聚矽氧樹脂亦可含有 1-5 重量 % 之矽鍵合之烴基，例如二甲基烴基甲矽烷氧基單元 $(HO)(CH_3)_2SiO_{1/2}$ 。若需要，聚矽氧樹脂可含有微量雙官能 (D) 單元及 / 或三官能 (T) 單元。較佳的聚矽氧樹脂係彼等具有至少 100,000,000 (100 百萬) 厘司 (mm^2/s) 黏度及少於約 200°C 之軟化溫度的聚矽氧樹脂。聚矽氧樹脂之組成可為：(i) M_xQ_y 型聚矽氧樹脂，其中 x 及 y 所具有之值使得聚矽氧樹脂每分子含有至少多於 5 個 Q 單元；(ii) M_xT_y 型聚矽氧樹脂，其中 x 及 y 所具有之值使得聚矽氧樹脂每分子含有至少多於 5 個 T 單元；及 (iii) $M_xD_yT_pQ_q$ 型聚矽氧樹脂，其中 x 、 y 、 p 、及 q 所具有之值使得 Q 及 T 單元之總和為每分子至少多於 5 個單元，且 D 單元之數目在 0-100 內變化。

根據本發明之乳液係使用界面活性劑來製備。界面活性

劑可為陰離子界面活性劑、陽離子界面活性劑、非離子界面活性劑、兩性界面活性劑或界面活性劑之混合物。較佳為非離子界面活性劑及陰離子界面活性劑，且最佳為含有陰離子界面活性劑及非離子界面活性劑之混合物或含有兩種非離子界面活性劑之混合物。當使用含有非離子界面活性劑之混合物時，其中一種非離子界面活性劑應具有低親水親油平衡值(HLB)，且其他非離子界面活性劑應具有高HLB，以使得這兩種非離子界面活性劑均具有11-15、較佳為12.5-14.5之組合HLB。

合適的陰離子界面活性劑之代表性實例包括：高級脂肪酸之鹼金屬皂、烷基芳基磺酸鹽(例如，十二烷基苯磺酸鈉)、長鏈脂肪醇硫酸酯、烯烴硫酸酯及烯烴磺酸酯、硫酸化單酸酐油酯、硫酸酯、磺酸化乙氧化醇、磺基琥珀酸酯、烷烴磺酸酯、磷酸酯、烷基羥乙基磺酸酯、烷基牛磺酸鹽、及烷基肌胺酸鹽。較佳陰離子界面活性劑之一實例以Bio-Soft N-300為名市售。其係由Stephan Company, Northfield, Illinois銷售之三乙醇胺線形烷基化磺酸酯組合物。

合適的陽離子界面活性劑之代表性實例包括烷基胺鹽、四級銨鹽、銻鹽及磷鹽。合適的非離子界面活性劑之代表性實例包括：環氧乙烷與長鏈脂肪醇或脂肪酸(例如C₁₂₋₁₆醇)之縮合物、環氧乙烷與胺或醯胺之縮合物、環氧乙烷及環氧丙烷之縮合產品、甘油酯、蔗糖酯、山梨醇酯、脂肪酸醇醯胺、蔗糖酯、氟基界面活性劑及脂肪胺氧化物。合適的兩性界面活性劑之代表性實例包括咪唑啉化合物、烷基

胺基酸鹽及甜菜鹼。

合適的市售非離子界面活性劑之代表性實例包括 Uniqema (ICI Surfactants), Wilmington, Delaware 出售商品名稱為 BRIJ 之聚氧乙烯脂肪醇。一些實例係：BRIJ 35 Liquid，其係已知為聚氧乙烯(23)十二烷酯之乙氧化醇；及 BRIJ 30，其係已知為聚氧乙烯(4)十二烷酯之另一乙氧化醇。一些額外的非離子界面活性劑包括 The Dow Chemical Company, Midland, Michigan 出售的商品名稱為 TERGITOL® 的乙氧化醇。一些實例係：TERGITOL® TMN-6，其係已知為乙氧化三甲基壬醇之乙氧化醇；及各種乙氧化醇，意即 C₁₂-C₁₄ 乙氧化二級醇，其以 TERGITOL® 15-S-5、TERGITOL® 15-S-12、TERGITOL® 15-S-15 及 TERGITOL® 15-S-40 為商品名稱出售。亦可使用含有矽原子之界面活性劑。

相轉化通常發生在分散液之連續相變為分散相或反過來時。將在液態/液態分散液中之相轉化分類為突變轉化或過渡轉化中之任一種。突變轉化係藉由僅改變相比直至出現足夠高比率之分散相以變為連續相而引起。過渡轉化發生在改變兩相之界面活性劑的親和力以引起轉化時。本發明中所發生之轉化係突變轉化。

因此，根據本發明，用於製造聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體及聚矽氧樹脂乳液之轉化方法之進行係藉由：(i)形成含有聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體及/或聚矽氧樹脂之油相；(ii)在雙螺桿擠壓機中混合並攪拌該

油相；(iii)將一種或多種界面活性劑添加至含有聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體及/或聚矽氧樹脂之油相中；及(iv)在雙螺桿擠壓機中攪拌並混合該油相。在步驟(v)中，將有限的極少量水逐步添加至含有該或該等界面活性劑、聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體及/或聚矽氧樹脂之油相中，以發生突變轉化並形成水中油型乳液。

步驟(v)中所需之水量通常為以油相中所存在的聚矽氧之重量計約0.5-10重量%。水量較佳為以油相中所存在的聚矽氧之重量計約1-5重量%。儘管可將水分成2-4部分來添加，但較佳以單一部分來添加水。起始添加的水可包括界面活性劑。在已達到所要之微粒大小後，採用平衡水來稀釋乳液以達成較佳固體含量。

需要雙螺桿擠壓機之高剪切力以誘發轉化。雙螺桿擠壓機之長度與直徑之比(L/D)應為至少15，較佳為至少30，且更佳為30-60之L/D比。若需要，亦可使用包含具有擠出螺桿之雙臂混合器之捏合擠壓機來誘發轉化，只要該捏合擠壓機能以相同於雙螺桿擠壓機之效率起作用。在形成最終組合物中，乳液可含有其他添加劑，例如殺生物劑、增稠劑及冰凍-融化安定劑。視製備中所使用之界面活性劑及聚矽氧之用量及特徵而定，乳液中之聚矽氧之微粒直徑通常在約0.1至25.0微米(micron, micrometer)範圍內。

吾人預期：本發明之方法能形成聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體、聚矽氧樹脂及其混合物之O/W乳液，在該乳液中聚矽氧具有至少100,000,000(100百萬)厘司(mm²/s)

至5,000,000,000(50億)厘司(mm^2/s)的黏度。聚矽氧組份較佳應具有至少200,000,000(200百萬)厘司(mm^2/s)至2,000,000,000(20億)厘司(mm^2/s)的黏度。吾人亦預期：該方法可在除了所乳化之聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體或聚矽氧樹脂中所存在之溶劑外不添加其他溶劑下進行。本發明之乳化方法允許毫無障礙地將活性成份併入水相或油相中。

根據本發明之聚矽氧O/W乳液能傳遞效能性質，例如受控黏著性及潤滑性，且其有助於薄膜形成。其可用於塗層應用、家庭、美容及個人護理應用以提供更大的耐久力、保護品質、耐水性及障壁性。用於個人護理產品之聚矽氧O/W乳液能提供良好的美感。其亦可用於造紙及醫療工業所欲之產品。因為聚矽氧O/W乳液比高黏度聚矽氧更易於處理，所以其便於與其他乳液或水溶性成份混合。

下述實例更詳細地說明本發明。在實例中，雙螺桿擠壓機具有類似於美國專利第5,354,804號(1994年10月11日)所示之雙螺桿擠壓機的構造，感興趣的讀者可參考該專利。該雙螺桿擠壓機長約56英吋(1,400毫米)，且其含有一對螺桿，其中每一螺桿均具有約1英吋(25毫米)之直徑。然而，此項技術中已知之任一雙螺桿擠壓機皆適於進行該方法。舉例而言，雙螺桿擠壓機可為反向旋轉或同步旋轉。其可配備有錐形雙螺桿或平行雙螺桿。雙螺桿擠壓機之桶可分為若干區域並配備有計量設備以沿桶長引入材料。

實例1：含有聚矽氧膠之乳液

藉由將具有約100,000,000厘司(mm^2/s)黏度之聚矽氧膠抽入雙螺桿擠壓機中來乳化該高黏度聚矽氧膠。該聚矽氧膠係含有約0.14%苯甲基矽氧烷單元之以二甲基乙烯基甲矽氧基終止之聚二甲基矽氧烷。基於美國測試與材料協會(ASTM)測試程式D-926中所描述之測試協定，該聚矽氧膠顯示出約55-65密耳之可塑值。將Tergitol 15-S-5及Tergitol 15-S-40非離子界面活性劑添加至聚矽氧膠中並進行混合。將少量水(水1)添加至此預混合物中，且允許混合預混合物中之成份直至已發生轉化並獲得合適之微粒大小。藉由在雙螺桿擠壓機之出口末端以水(水2)稀釋所得超高固態聚矽氧O/W乳液來調節該乳液之固體含量。製程參數如表1所示。表1中所提及之區號係指沿雙螺桿擠壓機之桶長的添加點，其中雙螺桿擠壓機配備有能引入材料之入口。藉由以毫米為單位表示之離雙螺桿擠壓機之入口末端的距離來進一步識別該等區。將操作2中之水1(以星號表示)引入350 mm處之區4中，而不是引入區3中。

表 1

組份	添加點	操作1	操作2
聚矽氧膠，g/min	區1-50mm	150	250
非離子Tergitol 15-S-40，g/min	區2-150 mm	6.0	11.2
非離子Tergitol 15-S-5，g/min	區2-150 mm	2.0	3.84
水1，g/min	區3-250 mm	3.8	12.4*
水2，g/min	區10-950 mm	18.8	26.3
總量，g/min		180.6	303.7

水率1，水之重量%/預混合物之重量%		2.4	4.7
水率2，水之重量%/預混合物之重量%		11.9	9.9
螺桿速度，rpm		608	198
固體之重量百分比		87.0	87.3
微粒大小， μm (微米)		23.4	27.9

實例2：含有聚矽氧樹脂之乳液

藉由將具有約十億厘司(mm^2/s)(意即，1,000,000,000厘司(mm^2/s))黏度之聚矽氧樹脂抽入雙螺桿擠壓機內來乳化該高黏度聚矽氧樹脂。該聚矽氧樹脂係基本上由單官能 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$ M單元及四官能 $\text{SiO}_{4/2}$ Q單元組成之矽氧烷樹脂共聚物的70重量%二甲苯溶液形式。MQ單元以近似0.75:1之莫耳比存在於聚矽氧樹脂中。聚矽氧樹脂含有以固體之重量計約2.4重量%至2.9重量%羥基官能度。根據美國測試與材料協會(ASTM)測試程式E-168中所描述之測試協定，藉由傅立葉變換紅外光譜(FTIR)分析來測定此羥基官能度。將雙螺桿擠壓機加熱至 60°C 。將Brij 30非離子界面活性劑及Bio-Soft N-300陰離子界面活性劑添加至聚矽氧樹脂中並進行混合。將少量水(水1)添加至此預混合物中，並允許混合該預混合物直至已發生轉化並獲得合適的微粒大小。藉由在擠壓機之出口末端以水(水2)稀釋所得超高固態聚矽氧O/W乳液來調節該乳液固體含量。製程參數如表2所示。表2中所提及之區號係指沿雙螺桿擠壓機之桶長的添加點，其中雙螺桿擠壓機配備有能引入材料之入口。

表 2

組份	添加點	操作1	操作2
聚矽氧樹脂，g/min	區 1-50 mm	103.4	102.4
非離子Brij 30，g/min	區 2-150 mm	6.8	4.8
陰離子Bio-Soft N-300，g/min	區 3-250 mm	6.0	4.3
水1，g/min	區 4-350 mm	5.0	5.0
水2，g/min	區 12-1150 mm	19.6	19.6
總量，g/min		140.8	136.1
水率1，水之重量%/預 混合物之重量%		4.3	4.5
水率2，水之重量%/預 混合物之重量%		16.9	17.6
螺桿速度，rpm		317	317
固體之重量百分比		82.6	81.9
微粒大小， μm (微米)		0.34	0.36

實例3：含有聚矽氧彈性體之乳液

藉由將採用美國專利第5,654,362號(1997年8月5日)中所描述的方法製備之聚矽氧彈性體抽入雙螺桿擠壓機中來乳化該聚矽氧彈性體。將雙螺桿擠壓機加熱至30℃。將Tergitol 15-S-12非離子界面活性劑添加至聚矽氧彈性體中並進行混合。將少量水(水1)添加至此預混合物中，且允許混合該預混合物直至已發生轉化並獲得合適的微粒大小。藉由在雙螺桿擠壓機之出口末端以水(水2)稀釋所得聚矽氧O/W乳液來調節該乳液固體含量。製程參數如表3所示。表3中所提及之區號係指沿雙螺桿擠壓機之桶長的添加點，其

中雙螺桿擠壓機配備有能引入材料之入口。

表 3

組份	添加點	操作1	操作2
聚矽氧彈性體，g/min	區1-50 mm	218.0	350.0
非離子Tergitol 15-S-12，g/min	區2-150 mm	5.4	8.2
水1，g/min	區3-250 mm	3.7	4.0
水2，g/min	區12- 1150 mm	19.6	43.8
總量，g/min		246.7	406.0
水率1，水之重量%/預 混合物之重量%		1.7	1.12
水率2，水之重量%/預 混合物之重量%		8.8	12.2
螺桿速度，rpm		1200	1200
固體之重量百分比		90.6	88.2
微粒大小， μm (微米)		17.4	23.7

在不脫離本發明之基本特徵的情況下可對本文所描述之化合物、組合物及方法做出其他變化。本文中特定舉例說明之本發明之實施例僅係示範性，且除了如隨附申請專利範圍所界定外，無意欲對其範疇進行限制。

五、中文發明摘要：

藉由機械轉化將聚矽氧油中水型(W/O)乳液轉化為聚矽氧水中油型(O/W)乳液而得以乳化高黏度聚矽氧組合物，例如聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體及聚矽氧樹脂。已使黏度為約十億厘司(mm^2/s) (意即 1,000,000,000 厘司(mm^2/s)) 之聚矽氧樹脂乳化。此等聚矽氧 O/W 乳液適用於個人護理產品，其中該等乳液能提供改良之美感。此等聚矽氧 O/W 乳液亦適用於造紙工業及醫療工業中所用之產品。該等聚矽氧 O/W 乳液比乳液中之高黏度聚矽氧更易於處理，其能使乳液與其他乳液或其他水溶性成份混合。

六、英文發明摘要：

High viscosity silicone compositions such as silicone gums, silicone rubbers, silicone elastomers, and silicone resins, are emulsified by mechanical inversion in which silicone water-in-oil (W/O) emulsions are inverted to silicone oil-in-water (O/W) emulsions. Silicone resins with a viscosity of about one billion centistoke (mm^2/s), i.e., 1,000,000,000 centistoke (mm^2/s) have been emulsified. These silicone O/W emulsions are useful in personal care products where they are capable of providing improved aesthetics. They are also useful in products used in the paper industry and medical industry. The silicone O/W emulsions are easier to handle than the high viscosity silicone in the emulsion, which enables the emulsions to mixed with other emulsions or other water-soluble ingredients.

十、申請專利範圍：

1. 一種製造聚矽氧水中油型乳液之方法，其包含如下步驟：

(i)形成含有聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體、聚矽氧樹脂、或其混合物之均質油相，在該均質油相中之聚矽氧具有至少100,000,000(100百萬)厘司(mm^2/s)至5,000,000,000(50億)厘司(mm^2/s)的黏度；(ii)將一或多種界面活性劑與該均質油相混合；(iii)將水添加至該均質油相中以形成含有連續相及分散相之油中水型乳液，所添加之該水的量為以該均質油相中之聚矽氧之重量計約0.5-10重量%；(iv)在一具有至少15之長度與直徑L/D之比的雙螺桿擠壓機中對該油中水型乳液施加高剪切力，以引起該油中水型乳液向水中油型乳液轉化；及(v)藉由添加水來稀釋該水中油型乳液；

該方法係在除了(i)中之該聚矽氧膠、聚矽氧橡膠、聚矽氧彈性體或聚矽氧樹脂中所存在的溶劑外無其他溶劑存在下進行。

2. 如請求項1之方法，其中在該均質油相中之聚矽氧具有至少200,000,000(200百萬)厘司(mm^2/s)至2,000,000,000(20億)厘司(mm^2/s)之黏度。
3. 如請求項1之方法，其中在該均質油相中之聚矽氧具有至少100,000,000(100百萬)厘司(mm^2/s)之黏度。
4. 如請求項1之方法，其中在該均質油相中之聚矽氧係聚矽氧樹脂。
5. 如請求項1之方法，其中(iii)中所添加之該水量係以該均

質油相中之聚矽氧之重量計約1-5重量%。

6. 如請求項1之方法，其中該雙螺桿擠壓機之L/D比為15-60。
7. 一種根據請求項1中所定義之方法製備之聚矽氧水中油型乳液。
8. 一種個人護理產品、醫療產品、塗層產品、家庭護理產品或應用於紙張之產品，其含有根據請求項第1項中所定義之方法製備之該聚矽氧水中油型乳液。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：(無)

(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：

(無)