



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本 (11)證書號數：TW I486175 B

(45)公告日：中華民國 104 (2015) 年 06 月 01 日

(21)申請案號：102103884 (22)申請日：中華民國 102 (2013) 年 02 月 01 日
(51)Int. Cl. : A61K8/891 (2006.01) A61K9/107 (2006.01)
(30)優先權：2012/04/11 日本 2012-089871
(71)申請人：信越化學工業股份有限公司 (日本) SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (JP)
日本
(72)發明人：安藤裕司 ANDO, YUJI (JP)
(74)代理人：洪澄文
(56)參考文獻：
JP 2003-252994A
審查人員：李家旭
申請專利範圍項數：3 項 圖式數：0 共 23 頁

(54)名稱

有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法

(57)摘要

提供一種可於短時間作成高黏度之有機聚矽氧烷，八甲基環四矽氧烷(D4)的量為 3000ppm 以下之有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法。

將包含下述之混合物乳化以式 $\text{HO}(\text{R}^1_2 \text{SiO})_n \text{H}$ (R^1 為氫原子或烴基)所表示，D4 含量為 1000ppm 以下之有機聚矽氧烷 100 質量份非離子性界面活性劑、陰離子性界面活性劑，及水 1 至 10 質量份

所得乳液組成物於未達 40°C 的溫度進行乳化聚合，調製聚合時間 15 小時以內生成的有機聚矽氧烷的黏度成為 30 萬 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 以上，且該有機聚矽氧烷所含 D4 的量為 3000ppm 以下之乳液組成物，製造有機聚矽氧烷乳液組成物的方法。

發明摘要

※ 申請案號：102103884

※ 申請日：102 - 2 - 1

※IPC 分類：A61K8/81 (2005.01)

P/57 (2005.01)

【發明名稱】（中文/英文）

有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法

【中文】

提供一種可於短時間作成高黏度之有機聚矽氧烷，八甲基環四矽氧烷(D4)的量為3000ppm以下之有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法。

將包含下述之混合物乳化

以式 $\text{HO}(\text{R}^1_2\text{SiO})_n\text{H}$ (R^1 為氫原子或烴基)所表示，D4含量為1000ppm以下之有機聚矽氧烷 100質量份

非離子性界面活性劑、陰離子性界面活性劑，及
水 1至10質量份

所得乳液組成物於未達 40℃ 的溫度進行乳化聚合，調製聚合時間 15 小時以內生成的有機聚矽氧烷的黏度成為 30 萬 mPa·s 以上，且該有機聚矽氧烷所含 D4 的量為 3000ppm 以下之乳液組成物，製造有機聚矽氧烷乳液組成物的方法。

【英文】

無。

【代表圖】

【本案指定代表圖】：無。

【本代表圖之符號簡單說明】：無。

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：
無。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】 (中文/英文)

有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種在化粧品、家庭、脫模劑等各種各樣領域中有用之有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法。

【先前技術】

【0002】 在化粧品、居家、脫模劑等各種各樣領域中，要求高黏度有機聚矽氧烷的微細乳液。然而，將高黏度有機聚矽氧烷直接乳化，乳液粒子的粒徑為數微米程度為其極限，在其之上的微細者難以獲得。因此，進行可得微細乳液粒子，藉由乳化聚合之乳液製造方法的各種研究。

【0003】 例如，已知環狀矽氧烷寡聚物於經乳化狀態藉由強酸或強鹼而進行乳化聚合的方法(專利文獻1、2)。使用該等手法時，可得到乳液粒子的粒徑為300nm以下的乳液。

【0004】 但是，近年來，八甲基環四矽氧烷為環境負荷物質，成為有所顧慮者，要求八甲基環四矽氧烷的含量受到抑制的製品。專利文獻1及2所揭示的方法中，已知所得乳液所含之有機聚矽氧烷中含有40000ppm以上的八甲基環四矽氧烷，進行研究抑制其生成量的方法。

【0005】 例如，已知有機聚矽氧烷乳液的製造方法的特徵為包含(a) 通式 $\text{HO}(\text{R}_2\text{SiO})_m\text{H}$ (式中，R 為相同或不同的 1 價烴基，m 相當於 25℃ 黏度為 30 至未達 10000 mm^2/s 時的值)所示

且矽原子數 20 以下的非縮合反應性有機矽氧烷寡聚物的含量為 5000ppm 以下的有機聚矽氧烷，(b) 聚合用觸媒(惟，(c)成分使用具有觸媒作用之界面活性劑時，不需要(b)成分)，(c)界面活性劑及(d)水[(a)成分每 100 質量份為 30 至 100 質量份]之乳液，於溫度 40℃ 以下，聚合時間 40 小時以內的條件乳化聚合時，所生成的有機聚矽氧烷中的矽原子數 20 以下的非縮合反應性有機聚矽氧烷寡聚物的含量超過 1000ppm 且為 10000ppm 以下(專利文獻 3)。然而，跟據該方法，即使使用高壓壓碎器(gaulin)等乳化裝置進行 24 小時的乳化聚合，乳液中的有機聚矽氧烷的黏度亦以 100 萬 mm^2/s 為界限，進一步為了獲得高黏度的矽氧烷而延長聚合時間，而有八甲基環四矽氧烷超過 3000ppm 的問題。

【0006】 因此，由較佳以短時間乳化聚合，乳液中的有機聚矽氧烷具有所期望的黏度，不僅製造效率化，抑制乳液中的有機聚矽氧烷所含八甲基環四矽氧烷的方面而言，有強烈需求。

【先前技術文獻】

【專利文獻】

【0007】

【專利文獻 1】日本特公昭 34-2041 號公報

【專利文獻 2】日本特公昭 41-13995 號公報

【專利文獻 3】日本特許第 3145394 號公報

【發明內容】

【發明欲解決的課題】

【0008】 因此，本發明的目的係提供一種有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法，該方法較以往於更短時間在乳液中包含有機聚矽氧烷可為所期望黏度，所製得之乳液中包含有機聚矽氧烷中的八甲基環四矽氧烷的量為 3000ppm 以下。

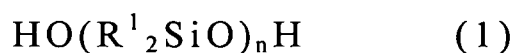
【用於解決課題之手段】

【0009】 本發明者們發現，(1)使用比較高分子量的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷作為原料，(2)原料的有機聚矽氧烷的乳化使用非離子性界面活性劑與陰離子性界面活性劑的質量比為 1:99 至 65:35 的範圍比，(3)起始以少量的水進行乳化，可獲得乳液組成物的乳液粒子的粒徑為 300nm 以下之非常微細者，而且較以往為更短時間，在乳液中包含有機聚矽氧烷可為所期望的高黏度，進一步地，可抑制該有機聚矽氧烷所包含八甲基環四矽氧烷的量，因而完成本發明。

【0010】 亦即，本發明之第 1 態樣為提供包含下述者之有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法

(I) 將包含下述者之混合物進行乳化而調製第 1 乳液組成物

(A)八甲基環四矽氧烷的含量為 1000ppm 以下之下述通式(1)所示有機聚矽氧烷 100 質量份



(式中， R^1 獨立地為氫原子或經取代或未經取代之碳原子數 1 至 20 的烴基， n 為該有機聚矽氧烷之 25℃ 時黏度成為 3000 至 100000mm²/s 的數)

(B) 非離子性界面活性劑 1 至 100 質量份

(C) 陰離子性界面活性劑 1 至 100 質量份

(惟，(B)成分:(C)成分的質量比 = 1:99 至 65:35 的範圍)

(D-1) 水 1 至 10 質量份

(II) 於該第 1 乳液組成物中，不加水，或加入

(D-2) 100000 質量份以下的水後，

於未達 40℃ 的溫度，(E) 酸觸媒的存在下(惟，(C)陰離子性界面活性劑具有觸媒作用時，不需要酸觸媒)，供給至乳化聚合，調製聚合時間 15 小時以內生成有機聚矽氧烷的 25℃ 的黏度為 30 萬 mPa·s 以上，且該有機聚矽氧烷所包含之八甲基環四矽氧烷的量為 3000ppm 以下之目的之乳液組成物。

【0011】 本發明之第 2 態樣為提供以上述製造方法所製得之有機聚矽氧烷乳液組成物。

【0012】 根據本發明，可於 15 小時以內的短時間獲得所期望的乳液組成物。亦即，所得乳液組成物中的乳液粒子的平均粒徑為 300nm 以下之非常細微。乳液組成物中的有機聚矽氧烷的黏度可為超過 100 萬 mPa·s 的高黏度，而即使於此情況中，該有機聚矽氧烷所包含的八甲基環四矽氧烷的含量仍為 3000ppm 以下。

【實施方式】

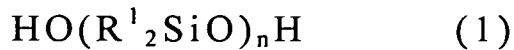
【0013】 -材料-

以下，說明本發明製造方法中所使用之原料及材料。

<(A) 有機聚矽氧烷>

(A)為八甲基環四矽氧烷的含量為 1000ppm 以下之下述通式(1)所示有機聚矽氧烷。

【0014】



【0015】 通式(1)中， R^1 為氫原子或經取代或未經取代之碳原子數 1 至 20 的烴基。未經取代的碳原子數 1 至 20 的烴基，例如，可列舉碳原子數 1 至 20 的烷基、碳原子數 3 至 20 的環烷基、碳原子數 2 至 20 的烯基、碳原子數 6 至 20 的芳基、碳原子數 7 至 20 的芳烷基。具體而言，可列舉甲基、乙基、丙基、丁基、戊基、己基、庚基、辛基、壬基、癸基、十二碳基、十四碳基、十六碳基、十八碳基等烷基，環戊基、環己基等環烷基，乙烯機、烯丙基等烯基，苯基、甲苯基、萘基等芳基等。經取代之碳原子數 1 至 20 的烴基，可例示上文中所例示之碳原子數 1 至 20 的 1 價烴基中的氫原子的一部份經以鹵原子、胺基、丙烯醯氧基、甲基丙烯醯氧基、環氧基、巰基、羧基、經基等取代者。較佳為碳原子數 1 至 6 的烴基，例如甲基、乙基、丙基、丁基、苯基。更較佳為全 R^1 之 80% 以上為甲基。

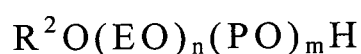
【0016】 通式(1)中， n 為使該有機聚矽氧烷之 25℃ 時黏度為 3000 至 100000 mm^2/s 的值。黏度未達 3000 mm^2/s 時，目的之乳液中所包含的有機聚矽氧烷為了成為所期望的黏度造成乳化聚合的時間必須長，乳化聚合中副生的八甲基環四矽氧烷的量變多。另一方面，黏度過高時，所得目的乳液之安定性變差。因此，較佳為 3000 至 50000 mm^2/s ，特別較佳為 4000 至 20000 mm^2/s 。

【0017】 再者，該有機聚矽氧烷中八甲基環四矽氧烷的含量為 1000ppm 以下。若該量超過 1000ppm 乳化聚合後有機聚

矽氧烷的黏度變成 30 萬 mPa · s 以上時，其中所包含的八甲基環四矽氧烷恐超過 3000ppm，而不佳。為製造八甲基環四矽氧烷的含量為 1000ppm 以下之有機聚矽氧烷，可使用減壓蒸餾、薄膜蒸餾、分子蒸餾等。

【0018】 <(B)非離子性界面活性劑>

(B)成分之非離子性界面活性劑，可例示聚氧伸烷基烷基醚、聚氧伸烷基烷基酚醚、聚氧伸烷基烷基酯、聚氧伸烷基山梨醇烷基酯、聚乙二醇、聚丙二醇、二乙二醇戥。其中，較佳為通式所示者：



(式中， R^2 為碳原子數 8 至 30 的直鏈或支鏈烷基，EO 為乙氧基，PO 為伸烷氧基，其排列可為嵌段狀或無規狀。 n 及 m 獨立地為 0 至 100 的整數，惟， $n+m > 0$)。特別較佳， R^2 為碳原子數 8 至 12 的直鏈或支鏈烷基， n 及 m 獨立地為 0 至 25。

【0019】 相對於(A)成分 100 質量份，本成分的使用量係使用 1 至 100 質量份，較佳為 2 至 25 質量份，特別較佳為 3 至 10 質量份。(B)成分可 1 種單獨或 2 種以上組合使用。

【0020】 <(C)陰離子性界面活性劑>

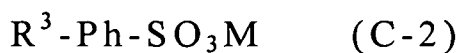
(C)成分之陰離子性界面活性劑，可列舉

・通式(C-1)所示之烷基硫酸或其鹽：



(式中， R^3 為碳原子數 6 至 30 的直鏈或支鏈烷基，M 為氫原子，鉀、鈉等鹼金屬原子，鎂、鈣等鹼土金屬原子，銨離子或四級銨離子)。

• 通式(C-2)所示之烷基苯磺酸或其鹽：



(式中， R^3 及 M 與式(C-1)中相同定義)。

式(C-1)及式(C-2)中，較佳地 R^3 為碳原子數 6 至 12 的直鏈或支鏈烷基， M 為氫原子，鉀、鈉等鹼金屬原子，鎂、鈣等鹼土金屬原子，銨離子或四級銨離子。

【0021】 式(C-1)所示之烷基硫酸或其鹽之具體例，可列舉苳基硫酸、辛基硫酸、癸基硫酸、十二碳基硫酸、十四碳基硫酸、十六碳基硫酸、十八碳基硫酸、二十碳硫酸以及其等之鋰鹽、鈉鹽、鉀鹽等鹼金屬鹽，鎂鹽、鈣鹽等鹼土金屬鹽，三乙醇銨鹽、銨鹽。

【0022】 式(C-2)所示烷基苯磺酸或其鹽之具體例，可列舉己基本黃酸、辛基苯黃酸、癸基苯磺酸、十二碳基苯磺酸、十六碳基苯磺酸、肉豆蔻基苯磺酸以及其等之鋰鹽、鈉鹽、鉀鹽等鹼金屬鹽，鎂鹽、鈣鹽等鹼土金屬鹽，三乙醇銨鹽、銨鹽。

【0023】

• 通式(C-3)所示之聚氧伸乙基烷基醚硫酸或聚氧伸乙基烷基醚硫酸酯鹽：



(式中， R^3 為碳原子數 6 至 30 的直鏈或支鏈烷基， M 為氫原子，鉀、鈉等鹼金屬原子，鎂、鈣等鹼土金屬原子，銨離子或四級銨離子，EO 為伸乙氧基，PO 為伸烷氧基，其排列可為嵌段狀或無規狀。 n 及 m 獨立地為 0 至 100 的整數，惟， $n+m > 0$)。作為具體例，可列舉聚氧伸乙基己基醚硫酸、聚氧伸乙基辛基

醚硫酸、聚氧伸乙基癸基醚硫酸、聚氧伸乙基十二碳基醚硫酸、聚氧伸乙基十四碳基醚硫酸、聚氧伸乙基十六碳基醚硫酸、聚氧伸乙基十八碳基醚硫酸、聚氧伸乙基二十碳基醚硫酸以及其等之鋰鹽、鈉鹽、鉀鹽等鹼金屬鹽，鎂鹽、鈣鹽等鹼土金屬鹽，三乙醇銨鹽、銨鹽。

【0024】

・通式(C-4)所示聚氧伸乙基烷基苯基醚硫酸及聚氧伸乙基烷基苯基醚硫酸酯鹽等：



(式中， R^3 、M、EO、PO、n 及 m 與式(C-3)中相同定義)。作為其具體例，可列舉聚氧伸乙基己基苯基醚硫酸、聚氧伸乙基辛基苯基醚硫酸、聚氧伸乙基癸基苯基醚硫酸、聚氧伸乙基十二碳基苯基醚硫酸、聚氧伸乙基十六碳基苯基醚硫酸、聚氧伸乙基肉豆蔻基苯基醚硫酸以及其等之鋰鹽、鈉鹽、鉀鹽等鹼金屬鹽，鎂鹽、鈣鹽等鹼土金屬鹽，三乙醇銨鹽、銨鹽。

【0025】 此外，作為成分(C)可列舉月桂酸、硬脂酸、油酸、亞麻酸等高級脂肪酸的鹽(較佳為鹼金屬鹽或鹼土金屬鹽)。

【0026】 相對於(A)成分 100 質量份，本(C)成分的使用量為 1 至 100 質量份，較佳為 2 至 25 質量份，特別較佳為 3 至 10 質量份。(C)成分可 1 種單獨或 2 種以上組合使用。

【0027】 再者，(B)成分與(C)成分之質量比，(B):(C)=1:99 至 65:35 的範圍。(B)/(C)為超過 1.86 的範圍時，乳化聚合中的反應速度顯著降低。慮及提高所得乳液組成物的安定性，較佳為(B):(C)=20:80 至 55:45，特別較佳為(B):(C)=30:70 至 45:55。

【0028】 <(D)水>

水於步驟(I)中，作為(D-1)，(A)每 100 質量份，添加 1 至 10 質量份。在此添加超過 10 質量份時，難以獲得乳液粒子的粒徑為 300nm 以下微細之乳液組成物，而未達 1 質量份時，難以成為 O/W 型乳液。較佳地，(A)每 100 質量份為 2 至 8 質量份，特別較佳為 4 至 6 質量份。

【0029】 水於步驟(II)中，可不添加，也可添加，添加的情況中作為(D-2)，(A)每 100 質量份，以 100000 質量份以下的量添加。

【0030】 <(E)酸觸媒>

(E) 成分的酸觸媒，於乳化聚合的步驟(II)中只要存在於聚合系中，可於任何時點添加。作為該酸觸媒，可例示鹽酸、硫酸、陽離子交換樹脂等。惟，(C)成分有作為酸觸媒的作用的情況中，可不使用。作為具有酸觸媒的作用的(C)成分，於上述通式(C-1)、(C-2)、(C-3)、(C-4)中，M 為氫原子時，可列舉己基硫酸、辛基硫酸、癸基硫酸、十二碳基硫酸、十四碳基硫酸、十六碳基硫酸、十八碳基硫酸、二十碳基硫酸、己基苯磺酸、辛基苯磺酸、癸基苯磺酸、十二碳基苯磺酸、十六碳基苯磺酸、肉豆蔻基苯磺酸、聚氧伸乙基己基醚硫酸、聚氧伸乙基辛基醚硫酸、聚氧伸乙基癸基醚硫酸、聚氧伸乙基十二碳基醚硫酸、聚氧伸乙基十四碳基醚硫酸、聚氧伸乙基十六碳基醚硫酸、聚氧伸乙基十八碳基醚硫酸、聚氧伸乙基二十碳基醚硫酸、聚氧伸乙基己基苯基醚硫酸、聚氧伸乙基辛基苯基醚硫酸、聚氧伸乙基癸基苯基醚硫酸、聚氧伸乙基十二碳基苯基醚

硫酸、聚氧伸乙基十六碳基苯基醚硫酸、聚氧伸乙基肉豆蔻基苯基醚硫酸或月桂酸、硬脂酸、油酸、亞麻酸。

【0031】 -步驟(I)-

將(A)、(B)、(C)及(D-1)成分乳化獲得第 1 乳液組成物。此時的乳化，可使用均質機、均質混合機、膠體研磨機、管線混合機、萬能混合機、超音波混合機、行星式混合機、多用途混合器等乳化機進行。

【0032】 此步驟中，所使用之(C)成分具有酸觸媒作用的情況中，或添加(E)成分的情況中，爲了同時進行縮合，必須於未達 40℃ 的溫度進行乳化。如果，於 40℃ 以上的溫度進行乳化時，八甲基環四矽氧烷的生成有變多之虞。因此，較佳於未達 15℃，特別較佳於未達 5℃ 的溫度進行乳化。

【0033】 此步驟(I)中，第 1 乳液組成物的乳液粒子的粒徑至成爲 300nm 以下，較佳爲 200nm 以下，特別較佳爲 150nm 以下爲止，良好地混合(A)、(B)、(C)及(D-1)成分。步驟(I)所得第 1 乳液粒子的粒徑能越小就越小，其結果使步驟(II)中聚合速度提升，縮短聚合時間。再者，第 1 乳液組成物的乳液粒子的粒徑成爲 300nm 以下的結果，其次步驟中所得最終的乳液粒子的粒徑亦成爲 300nm 以下。較佳爲 200nm 以下，特別較佳爲 150nm 以下。

【0034】 <步驟(II)>

此步驟之首先將水(D-2)，以相對於(A)成分 100 質量份爲 0 至 100000 質量份的範圍添加後，提供於乳化聚合。亦即，乳化聚合前的水的添加可爲任意的，也可不添加，添加時以

100000 質量份以下的範圍添加。較佳為 0 至 1000 質量份，特別較佳為 0 至 200 質量份。

【0035】 如上所述，於第 1 乳液組成物中添加水(D-2)的情況，接著可藉由高壓均質機等乳化機，更進一步乳化分散。

【0036】 其次，該乳液組成物，提供於乳化聚合。該聚合步驟係於未達 40℃ 的溫度，於 48 小時以內進行。以 40℃ 以上的溫度進行聚合時，八甲基環四矽氧烷的生成有變多之虞。因此，較佳為未達 15℃，特別較佳為未達 5℃ 的溫度為宜。再者，聚合時間超過 48 小時的情況，八甲基環四矽氧烷的生成有變多之虞。因此，較佳為 1 至 30 小時，特別較佳為 5 至 24 小時以內。

【0037】 藉由乳化聚合所生成之有機聚矽氧烷的黏度為 30 萬 mPa·s 以上，較佳為 100 萬 mPa·s 以上，特別較佳為 500 萬 mPa·s 以上。再者，藉由乳化聚合所生成之有機聚矽氧烷中的八甲基環四矽氧烷的含量為 3000ppm 以下，較佳為 2000ppm 以下，特別較佳為 1000ppm 以下。

【0038】 乳化聚合藉由於(E)酸觸媒的存在進行而促進聚合，可縮短聚合時間。(C)的陰離子性界面活性劑具有酸觸媒的作用時，聚合系中(C)的以外可不另行添加(E)酸觸媒，亦可添加。

【0039】 根據本發明的乳液組成物的製造方法，達成聚合時間於 15 小時以內，通常於 5 至 15 小時的範圍，所生成的有機聚矽氧烷的黏度(25℃)為 30 萬 mPa·s 以上。較佳為 15 小時以內為 50 萬 mPa·s 以上，更較佳為 100 萬 mPa·s 以上，特

別較佳為 500 萬 mPa · s 以上。

【0040】 <其他的處理>

聚合完成時，通常以鹼性物質中和所得之乳液組成物。作為鹼性物質，可列舉例如氫氧化鈉、氫氧化鉀、碳酸氫鈉、三乙醇胺、三乙基胺等胺化合物等。

【0041】 此時可添加水調整聚矽氧濃度。進一步地，為了提高乳液組成物的保存性，可添加防腐劑、防黴劑等。

【0042】 進行乳化之步驟(I)及乳化聚合之步驟(II)，或進行中和後之乳液組成物中，添加如 $R^1_3SiO(R^1_2SiO)_nSiR^1_3$ 方式之有機聚矽氧烷，可獲得末端經惰性三有機矽氧烷封端的有機聚矽氧烷，再者，添加如 $R^1_3SiO(OR^4)_1$ 、 $R^1_2Si(OR^4)_2$ 、 $R^1_1Si(OR^4)_3$ 方式之烷氧基矽烷，所得有機聚矽氧烷鏈中亦可進行分支單元的導入、各種官能基的導入。又，此處 R^1 如前文所述，為氫原子或經取代或未經取代之碳原子數 1 至 20，較佳為 1 至 6 的烴基，例如甲基、乙基、丙基、丁基、苯基。 R^4 為相同或不同的碳原子數 1 至 20 的烷基或是氫原子。 n 為 0 至 100。

【實施例】

【0043】 以下的實施例及比較例的說明中，「份」意指質量份。

【0044】 各例所得乳液組成物的下述特性，根據以下說明的方式予以測定或評估。

● 乳液的平均粒徑：

藉由雷射繞射散亂式粒度分布測定裝置 LA-920(株式會社堀場製作所製造)測定，中徑的值。

- 有機聚矽氧烷的黏度：

所調製之乳液組成物 300g 中，一邊攪拌一邊添加異丙醇 300g，僅分取析出之二甲基矽氧烷，於 105℃乾燥 3 小時後，於 25℃藉由迴轉黏度計測定，25℃的黏度。

- 有機聚矽氧烷中的八甲基環四矽氧烷含量：

將所調製之乳液組成物 0.1g，提供於藉由以含有 20ppm 十四碳烷作為內標準之丙酮 10ml 之萃取(振盪 3 小時)後，放置一晚後採樣丙酮層提供於氣相層析分析，定量八甲基環四矽氧烷。

- 乳液的安定性：

100ml 玻璃瓶中，放入所調製的乳液組成物，於 50℃放至 1 個月後觀察外觀。乳液形成均一的一相確認無分離的情況評估為安定性良好，以「○」表示，確認分離為二相的情況則評估為安定性「不佳」，以「×」表示。

【0045】 [實施例 1]

● 黏度 $5000\text{mm}^2/\text{s}$ 的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷(通式(1)中， $R^1 =$ 甲基，八甲基環四矽氧烷含量 50ppm 以下)100 質量份，與聚氧伸烷基(10 莫耳)分支癸基醚 3.0 質量份與十二碳基苯磺酸 4.0 質量份與水 6.0 質量份藉由均質分散機予以乳化。所得第 1 乳液分別提供於 0℃進行 15 小時的乳化聚合與進行 20 小時的乳化聚合。之後，於所得乳液中添加三乙醇胺 2.4 質量份、水 84.6 質量份，藉由均質混合機進行稀釋分散，獲得目的之乳液組成物。結果如表 1 所示。

【0046】 [實施例 2]

黏度 $5000\text{mm}^2/\text{s}$ 的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷(通式(1)中， $R^1 =$ 甲基，八甲基環四矽氧烷含量 50ppm 以下)100 質量份，與聚氧伸烷基(10 莫耳)分支癸基醚 3.0 質量份與十二碳基苯磺酸 4.0 質量份與水 6.0 質量份藉由均質分散機予以乳化。所得第 1 乳液中，添加水 84.6 質量份，藉由均質混合機予以稀釋分散。所得乳液分別提供於 0°C 進行 10 小時的乳化聚合與進行 15 小時的乳化聚合。之後，於所得乳液中添加三乙醇胺 2.4 質量份予以中和，獲得目的之乳液組成物。結果如表 1 所示。

【0047】 [實施例 3]

黏度 $5000\text{mm}^2/\text{s}$ 的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷(通式(1)中， $R^1 =$ 甲基，八甲基環四矽氧烷含量 50ppm 以下)100 質量份，與聚氧伸烷基(10 莫耳)分支癸基醚 6.0 質量份與十二碳基苯磺酸 8.0 質量份與水 6.0 質量份藉由均質分散機予以乳化。所得第 1 乳液分別提供於 0°C 進行 15 小時的乳化聚合與進行 20 小時的乳化聚合。之後，於所得乳液中添加三乙醇胺 4.8 質量份、水 125.2 質量份，藉由均質混合機進行稀釋分散，獲得目的之乳液組成物。結果如表 1 所示。

【0048】 [實施例 4]

黏度 $5000\text{mm}^2/\text{s}$ 的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷(通式(1)中， $R^1 =$ 甲基，八甲基環四矽氧烷含量 50ppm 以下)100 質量份，與聚氧伸烷基(10 莫耳)分支癸基醚 6.0 質量份與十二碳基苯磺酸 8.0 質量份與水 6.0 質量份藉由均質分散機予以乳化。所得第 1 乳液中，添加水 125.2 質量份，藉由均質

混合機予以稀釋分散。所得乳液分別提供於 0℃ 進行 15 小時的乳化聚合與進行 20 小時的乳化聚合。之後，於所得乳液中添加三乙醇胺 4.8 質量份予以中和，獲得目的之乳液組成物。結果如表 1 所示。

【0049】 [實施例 5]

黏度 $5000\text{mm}^2/\text{s}$ 的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷(通式(1)中， $R^1 =$ 甲基，八甲基環四矽氧烷含量 50ppm 以下)100 質量份，與聚氧伸烷基(10 莫耳)分支癸基醚 4.0 質量份與十二碳基苯磺酸 4.0 質量份與水 6.0 質量份藉由均質分散機予以乳化。所得第 1 乳液中，添加水 83.6 質量份，藉由均質混合機予以稀釋分散後，所得乳液分別提供於 0℃ 進行 15 小時的乳化聚合與進行 20 小時的乳化聚合。之後，以三乙醇胺 2.4 質量份予以中和，獲得目的之乳液組成物。結果如表 1 所示。

【0050】 [比較例 1]

黏度 $5000\text{mm}^2/\text{s}$ 的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷(通式(1)中， $R^1 =$ 甲基，八甲基環四矽氧烷含量 50ppm 以下)100 質量份，與聚氧伸烷基(10 莫耳)分支癸基醚 3.0 質量份與十二碳基苯磺酸 4.0 質量份與水 11.88 質量份藉由均質分散機予以乳化得到第 1 乳液。所得乳液分別提供於 0℃ 進行 15 小時的乳化聚合與進行 20 小時的乳化聚合。之後，添加三乙醇胺 2.4 質量、水 78.72 質量份，藉由均質混合機進行稀釋分散，獲得目的之乳液組成物。結果如表 1 所示。

【0051】 由表 1 結果清楚可知，於此比較例中，由於調製第 1 乳液時使用多量的水(11.88 質量份)，乳液粒子的平均粒徑

無法成爲 300nm 以下。再者，由於粒徑大，即使進行 20 小時乳化聚合黏度只爲 59 萬 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 而無法更爲提高。

【0052】 [比較例 2]

黏度 $60\text{mm}^2/\text{s}$ 的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷(通式(1)中， $\text{R}^1 =$ 甲基，八甲基環四矽氧烷含量 260ppm 以下)100 質量份中，添加 10%月桂基硫酸鈉 10 質量份、水 10 質量份，藉由均質分散機予以乳化。所得第 1 乳液中再添加水 74 質量份，以高壓均質混合機施加壓力 50MPa，進行 3 次乳化分散。之後，於該乳液中添加 10%十二碳基苯磺酸 5.0 質量份，於 0°C 進行 20 小時乳化聚合。聚合後，接著添加 10%碳酸鈉水溶液 1.0 質量份，進行中和而獲得乳液組成物。結果如表 1 所示。

【0053】 然而，如此所得之乳液組成物，原料中作爲原料使用黏度低的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷，乳液組成物中的二甲基聚矽氧烷的黏度即使進行 20 小時乳化聚合，也只爲 55 萬 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 而無法再提高，而且可知八甲基環四矽氧烷的含量也無法爲 3000ppm 以下。

【0054】 [比較例 3]

黏度 $60\text{mm}^2/\text{s}$ 的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷(通式(1)中， $\text{R}^1 =$ 甲基，八甲基環四矽氧烷含量 260ppm 以下)100 質量份中，添加聚氧伸乙基(9 莫耳)月桂基醚 5.0 質量份、十二碳基苯磺酸 5.0 質量份、水 12.5 質量份，藉由均質混合機進行乳化獲得第 1 乳液。該乳液中再添加水 127.5 質量份，以高壓均質混合機施加壓力 50MPa，進行 3 次乳化分散。

之後，於 25℃ 進行 20 小時乳化聚合。接著，添加 10%碳酸鈉水溶液 10 質量份，進行中和而獲得乳液組成物。結果如表 1 所示。

【0055】 然而，如此所得之乳液組成物，原料中作為原料使用黏度低的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷，乳液組成物中的聚矽氧烷的黏度即使進行 20 小時乳化聚合，也只為 32 萬 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 而無法再提高，而且可知八甲基環四矽氧烷的含量也無法為 3000ppm 以下。

【0056】 [比較例 4]

黏度 $5000\text{mm}^2/\text{s}$ 的分子鏈末端具有矽醇基的有機聚矽氧烷(通式(1)中， $\text{R}^1 =$ 甲基，八甲基環四矽氧烷含量 50ppm 以下)100 質量份，與聚氧伸烷基(10 莫耳)分支癸基醚 4.0 質量份與十二碳基苯磺酸 2.0 質量份與水 6.0 質量份藉由均質分散機予以乳化。所得第 1 乳液中，添加水 86.8 質量份，藉由均質混合機予以稀釋分散後，所得乳液提供於 0℃ 進行 20 小時的乳化聚合。聚合後的乳液中添加三乙醇胺 1.2 質量份予以中和，獲得目的之乳液組成物。結果如表 1 所示。

【0057】 然而，可知本比較例中，由於非離子性界面活性劑(B):陰離子性界面活性劑(C) = 66:34，聚合受到阻礙，所得乳液組成物中的二甲基聚矽氧烷的黏度即使進行 20 小時的乳化聚合，也只為 30 萬 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 而無法再提高。

【0058】

【表 1】

	水量 (質量份)	聚合時 間(小時)	非離子性界面活性 劑:陰離子性界面 活性劑	平均粒徑 (nm)	黏度 (mPa · s)	D ₄ 含量 (ppm)	安定性 (50°C , 1 個月)
實施例 1	6	15	43:57	160	740 萬	1000	○
	6	20	43:57	160	1900 萬	1300	○
實施例 2	6	10	43:57	180	70 萬	1000	○
	6	15	43:57	170	800 萬	1400	○
實施例 3	6	15	43:57	140	470 萬	980	○
	6	20	43:57	140	1200 萬	1200	○
實施例 4	6	15	43:57	140	680 萬	1400	○
	6	20	43:57	130	1600 萬	1800	○
實施例 5	6	15	50:50	150	220 萬	1200	○
	6	20	50:50	150	520 萬	1500	○
比較例 1	11.88	15	43:57	560	10 萬	730	×
	11.88	20	43:57	530	59 萬	950	×
比較例 2	10	20	0:100	320	55 萬	18300	○
比較例 3	12.5	20	50:50	270	32 萬	28300	○
比較例 4	6	20	66:34	200	30 萬	-	○

【0059】

(註) D₄: 八甲基環四矽氧烷

水量: 相對於步驟(I)中原料有機聚矽氧烷 100 質量份的
量

【產業上可利用性】

【0060】 本發明之組成物，由於安定性、使用感優異，特別有用於作為化粧料或居家用品，例如，可利用於洗髮乳、潤髮乳等頭髮照護用品。再者，也可利用做為家具或雜貨等的保護材、橡膠製品或塑膠製品加工時使用的模具用的脫模劑、賦予纖維撥水性或柔軟性為目的之纖維處理劑。

【符號說明】

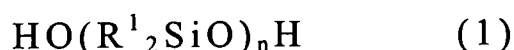
無。

申請專利範圍

1. 一種有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法，

(I) 將包含下述者之混合物進行乳化而調製第 1 乳液組成物

(A) 八甲基環四矽氧烷的含量為 1000ppm 以下之下述通式(1)所示有機聚矽氧烷 100 質量份



(式中， R^1 獨立地為氫原子或碳原子數 1 至 20 的烴基， n 為該有機聚矽氧烷之 25℃ 時黏度成為 3000 至 100000 mm^2/s 的數)

(B) 非離子性界面活性劑 1 至 100 質量份

(C) 陰離子性界面活性劑 1 至 100 質量份

(惟，(B)成分:(C)成分的質量比 = 1:99 至 65:35 的範圍)

(D-1) 水 2 至 8 質量份

(II) 於該第 1 乳液組成物中，不加水，或加入

(D-2) 100000 質量份以下的水後，

於未達 40℃ 的溫度，(E) 酸觸媒的存在下(惟，(C)陰離子性界面活性劑具有觸媒作用時，不需要酸觸媒)，供給於乳化聚合，調製聚合時間 15 小時以內生成有機聚矽氧烷的 25℃ 的黏度為 30 萬 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 以上，且該有機聚矽氧烷所包含之八甲基環四矽氧烷的量為 3000ppm 以下之目的之乳液組成物。

2. 根據申請專利範圍第 1 項之有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法，其中，所製得之目的乳液組成物中乳液粒子的平

均粒徑為 300nm 以下。

3. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項之有機聚矽氧烷乳液組成物的製造方法，其中，所製得之目的乳液組成物的有機聚矽氧烷的 25℃之黏度為 100 萬 mPa·s 以上。

圖式

無。