



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201219491 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 05 月 16 日

(21)申請案號：100134703

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 09 月 27 日

(51)Int. Cl. : **C08L71/00 (2006.01)**

C08L67/00 (2006.01)

(30)優先權：2010/09/29 日本

2010-218842

2011/03/18 日本

2011-060298

(71)申請人：東麗股份有限公司 (日本) TORAY INDUSTRIES, INC. (JP)

日本

(72)發明人：淺野到 ASANO, ITARU (JP) ; 竹崎宏 TAKEZAKI, HIROSHI (JP)

(74)代理人：何金塗；丁國隆

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：4 項 圖式數：0 共 49 頁

(54)名稱

樹脂微粒水分散液

RESIN PARTICLES WATER DISPERSION

(57)摘要

一種樹脂微粒水分液，其特徵為：包含樹脂微粒，該樹脂微粒係由含有脂肪族聚醚單元 10~90 質量%的共聚物而成，且熔點為 120°C 以上，平均粒徑為 1μm 以上 100μm 以下。分散劑相對於共聚物 100 質量份，少於 1 質量份，或不含分散劑時特別有效。又，粒徑分布指數為 1~3 之微粒較佳。依照本發明，可獲得含有脂肪族聚醚單元之包含高耐熱性共聚物而成的樹脂微粒之極為實用的水分散液。



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201219491 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 05 月 16 日

(21)申請案號：100134703

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 09 月 27 日

(51)Int. Cl. : **C08L71/00 (2006.01)**

C08L67/00 (2006.01)

(30)優先權：2010/09/29 日本

2010-218842

2011/03/18 日本

2011-060298

(71)申請人：東麗股份有限公司 (日本) TORAY INDUSTRIES, INC. (JP)

日本

(72)發明人：淺野到 ASANO, ITARU (JP) ; 竹崎宏 TAKEZAKI, HIROSHI (JP)

(74)代理人：何金塗；丁國隆

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：4 項 圖式數：0 共 49 頁

(54)名稱

樹脂微粒水分散液

RESIN PARTICLES WATER DISPERSION

(57)摘要

一種樹脂微粒水分液，其特徵為：包含樹脂微粒，該樹脂微粒係由含有脂肪族聚醚單元 10~90 質量%的共聚物而成，且熔點為 120°C 以上，平均粒徑為 1μm 以上 100μm 以下。分散劑相對於共聚物 100 質量份，少於 1 質量份，或不含分散劑時特別有效。又，粒徑分布指數為 1~3 之微粒較佳。依照本發明，可獲得含有脂肪族聚醚單元之包含高耐熱性共聚物而成的樹脂微粒之極為實用的水分散液。

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於具有耐熱性且適於當做塗料、黏著劑等之黏結劑、塗覆材料的樹脂微粒水分散液。

【先前技術】

高耐熱性的樹脂微粒的水分散液，係以高機能分散液的形式使用在塗料、黏著劑、黏結劑或塗覆劑領域。

聚伸芳基硫醚或聚醯胺醯亞胺等高耐熱性的樹脂，一般而言與水的親和性會有降低的傾向，為了獲得該等之分散液，有人提出使用有機溶劑當做介質的方法，或使用界面活性劑等分散劑而使分散於水的方法(專利文獻 1、2)。

近年來，從環保或勞工安全的觀點，將自以往使用於分散介質的有機溶劑改成高安全性的水的期待要求變得非常之高。

另一方面，於專利文獻 3 揭示包含醚酯嵌段共聚物等熱塑性彈性體的樹脂粒子，並記載使用於熱固性樹脂、光硬化性樹脂或清漆等。

又，專利文獻 4 中，揭示皮膜形成用的樹脂微粒分散液。該專利文獻 4 中，尤其從塗膜外觀、保存安定性的觀點，揭示了較佳的微粒，適合的粒徑，就平均粒徑而言為 250nm 以下。

先前技術文獻

專利文獻

專利文獻 1 日本特開 2007-154166 號公報

專利文獻 2 日本特開 2009-67880 號公報

專利文獻 3 日本特開 2008-239638 號公報

專利文獻 4 日本特開 2007-277497 號公報

【發明內容】

(發明欲解決之課題)

樹脂微粒的水分散液中，為了分散而使用界面活性劑，但是在使用該分散液的次一步驟，亦即，使與塗料或清漆等混合時，在混合時該界面活性劑有時會使成為混合物狀態時的分散性惡化，或無法充分發揮混合物的機能。宜儘量在樹脂微粒的分散液中不要含界面活性劑等。

又，雖視使用環境而異，但若粒徑小時，雖能確保分散性，但是由於粒徑減小，因此比表面積會增大，有會產生該分散液的黏度提高的問題，為了減小其影響，要求粒徑為 500nm 以上，更佳為 1 μ m 以上且分散性良好的樹脂微粒的水分散液。近年來，樹脂微粒的耐熱性的提高，在各種領域中的新材料開發已發揮重要作用，其分散液的進一步改良為重要課題之一。

於如此的狀況下，本發明之課題在於：提供以良好分散性使具有高耐熱性的樹脂微粒分散於水介質中的實用性優異的樹脂微粒水分散液。

本案發明人等努力探討，結果發現：藉由將脂肪族聚醚單元共聚合而成的耐熱樹脂微粒，可達成上述目的，乃完成本發明。

亦即，本發明具有以下構成：

[1]一種樹脂微粒水分散液，其特徵為：包含樹脂微粒，該樹脂微粒係由含有 10~90 質量%的脂肪族聚醚單元之共聚物而成，且熔點為 120℃ 以上，平均粒徑為 1 μ m 以上 100 μ m 以下。

[2]如 [1]之樹脂微粒水分散液，其中樹脂微粒水分散液不含有分散劑，或含有但其量相對於共聚物 100 重量份，少於 1 質量份。

[3]如 [1]或 [2]之樹脂微粒水分散液，其係粒徑分布指數為 1~3 之微粒。

[4]如 [1]至 [3]中任一項之樹脂微粒水分散液，其中含有 10~90 質量%的脂肪族聚醚單元共聚物，係包含脂肪族聚醚單元與結晶性聚酯單元而成的共聚物。

(發明之效果)

依照本發明，可獲得包含由含有脂肪族聚醚單元之高耐熱性共聚物而成的樹脂微粒之極為實用的水分散液。又，本發明使用的由共聚物而成的樹脂微粒，即使實質上不含分散劑仍能良好地分散於水，因此即使不使用分散劑也能獲得分散性優異的水分散液。依照本發明獲得的樹脂微粒水分散液，能應用在塗料、黏著劑、黏結劑或塗覆劑領域、化粧品用途，且可適用於目標為減少該等用途的環境負荷之水性化。又，由於即使不使用分散劑也能成為分散性良好的水分散液，因此可提供於該情形下抑制因分散劑造成之著色及吸水的高耐熱的樹脂微粒水分散液。

【實施方式】

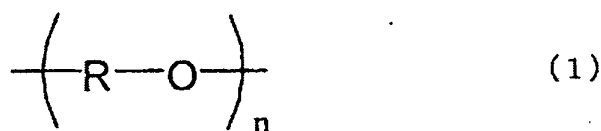
(實施發明之形態)

以下更詳細說明本發明。

本發明中，樹脂微粒水分散液中的樹脂，其特徵為：熔點為 120℃ 以上且含有脂肪族聚醚單元的共聚物。發現尤其可知藉由使脂肪族聚醚單元共聚合，即使是一般與水的親和性低的耐熱樹脂，比起對有機溶劑，對水的分散性為良好，可獲得分散性優異的水分散液。由於分散介質為水，可避開有機溶劑，藉此於環保方面為較佳，可於勞工安全方面，作業環境有所改善等。又，本發明之水分散液，儘管具高耐熱性，但由於對水的分散性優異，因此即使不使用分散劑仍有良好的分散性。因此，不使用分散劑時，可成為抑制由於分散劑造成之著色或耐熱性降低、及耐水性惡化、對於基材的密合性降低、滲出到表面、表現出黏膩之極為實用的水分散液。

本發明使用的共聚物，係含有脂肪族聚醚單元且熔點為 120℃ 以上的共聚物。脂肪族聚醚單元的共聚合狀態，可為無規共聚合、嵌段共聚合、接枝共聚合等任一形態，但嵌段共聚物從能抑制耐熱性降低的觀點為較佳。

本發明之脂肪族聚醚單元，係以下列通式(1)表示：



R 代表 2 價之脂肪族之烴基，具體而言，可列舉：直鏈飽和烴基、分支飽和烴基、直鏈不飽和烴基、分支不飽和烴基。n 為重複單元數，代表正數。上述直鏈飽

和烴基、分支飽和烴基、直鏈不飽和烴基、分支不飽和烴基為碳數 1~20 時，從對水的分散性更優異的觀點而言為較佳，尤其碳數 1~10 更佳。

共聚合的脂肪族聚醚單元的具體例，可列舉：聚乙二醇、聚丙二醇、聚三亞甲基二醇、聚四亞甲基二醇、聚六亞甲基二醇、氧化乙烯與氧化丙烯之共聚物、聚丙二醇之氧化乙烯加成物、及氧化乙烯與四氫呋喃之共聚物等。尤其，從賦予親水性且容易分散於水的觀點，尤佳為聚乙二醇、聚丙二醇、聚三亞甲基二醇、聚四亞甲基二醇等 R 之碳數為 1~10 者。

脂肪族聚醚單元之量，在共聚物中為 10~90 質量%的範圍，較佳為 15~90 質量%，更佳為 20~80 質量%，又更佳為 20~70 質量%。若脂肪族聚醚單元少於 10 質量%，樹脂於水的分散性會惡化，故為不佳。若超過 90 質量%，樹脂之耐熱性會降低，故為不佳。

脂肪族聚醚之重量平均分子量，並無特別限制，通常為 500~20,000，較佳為 500~10,000。又，重量平均分子量，係指溶劑使用二甲基甲醯胺，以凝膠滲透層析 (GPC) 測定，並以標準聚苯乙烯換算得到的重量平均分子量。

本發明中，樹脂的熔點為 120℃ 以上，較佳為 140℃ 以上，更佳為 150℃ 以上，尤佳為 160℃ 以上。若熔點低於 120℃，塗膜等之耐熱性會降低故為不佳。上限並無特別限制，但從對水的分散性的觀點，為 300℃ 以下較佳，280℃ 以下更佳。又，熔點係指使用差示掃描熱量測定器，以升溫速度 10℃/分鐘測定到的熔點。

本發明中，脂肪族聚醚單元的共聚物，只要熔點為120℃以上即可，也可與其他共聚物成分無限定地共聚合。具體而言，可共聚合的其他共聚合成分可列舉例如：聚酯單元、聚醯胺單元、聚碳酸酯單元、聚伸芳基硫醚單元、聚醚醚酮單元、聚醯亞胺單元、或構成該等聚合物之單體單元等。其中，嵌段共聚物較佳，構成嵌段共聚物之單元，較佳為聚酯單元、聚醯胺單元。從即使聚醚單元的比率增加仍能維持耐熱性的觀點，以聚酯單元較佳，尤佳為芳香族二羧酸與二元醇的聚合物單元即聚酯單元。

聚酯單元，只要於主鏈或側鏈具有酯鍵者即可，不特別限定，可將酸成分與二醇成分縮聚而獲得。

構成聚酯單元之酸成分，係對苯二甲酸、間苯二甲酸、鄰苯二甲酸、2,5-二甲基對苯二甲酸、1,4-萘二羧酸、聯苯二羧酸、2,6-萘二羧酸、1,2-雙苯氧基乙烷-p,p'-二羧酸、苯基二氫茛二羧酸、琥珀酸、己二酸、癸二酸、壬二酸、十二烷二酸、二聚酸、1,3-環戊烷二羧酸、1,2-環己烷二羧酸、1,4-環己烷二羧酸等，及此等之酯形成性衍生物等，又，就含磺酸基及其鹼之酸成分而言，係例如使用磺基對苯二甲酸、5-磺基間苯二甲酸、4-磺基間苯二甲酸、4-磺基萘-2,7-二羧酸、磺基-對亞二甲苯二醇、2-磺基-1,4-雙(羥基乙氧基)苯等鹼金屬鹽、鹼土類金屬鹽，及銨鹽等，可將1種或2種以上共聚合。

構成聚酯單元之二醇成分，可使用：乙二醇、二乙二醇、聚乙二醇、丙二醇、聚丙二醇、1,3-丙二醇、1,3-

丁二醇、1,4-丁二醇、1,5-戊二醇、1,6-己二醇、1,7-庚二醇、1,8-辛二醇、1,9-壬二醇、1,10-癸二醇、2,4-二甲基-2-乙基己烷-1,3-二醇、新戊二醇、2-乙基-2-丁基-1,3-丙二醇、2-乙基-2-異丁基-1,3-丙二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、2,2,4-三甲基-1,6-己二醇、1,2-環己烷二甲醇、1,3-環己烷二甲醇、1,4-環己烷二甲醇、2,2,4,4-四甲基-1,3-環丁二醇、4,4'-硫二苯酚、雙酚 A、4,4'-亞甲基二苯酚、4,4'-(2-亞降莖基)二苯酚、環戊烷-1,2-二醇、環己烷-1,2-二醇，及環己烷-1,4-二醇等，可使用 1 種或 2 種以上進行共聚合。該等樹脂可使用 1 種或 2 種以上。

本發明中，於上述中，芳香族二羧酸之二醇縮聚物於樹脂之耐熱性之觀點為較佳。其中，從強度之觀點，較佳為聚對苯二甲酸乙二醇酯、聚對苯二甲酸丁二醇酯等。

本發明之含脂肪族聚醚之共聚物之重量平均分子量，不特別限定，通常為 1,000~100,000，較佳為 10,000~80,000，更佳為 10,000~50,000。又，重量平均分子量，係指使用六氟異丙醇當做溶劑的凝膠滲透層析(GPC)進行測定，並以標準聚苯乙烯換算得到的重量平均分子量。

上述，含有脂肪族聚醚之共聚物，可以用習知的方法製造。

具體例，例如：使二羧酸之低級醇二酯、過量之低分子量二醇及低熔點聚合物鏈段成分，於觸媒存在下進行酯交換反應，並將獲得之反應產物縮聚之方法，及使

二羧酸與過量的二醇及低熔點聚合物鏈段成分於觸媒存在下進行酯化反應，並將獲得之反應產物進行縮聚之方法等任一方法均可。

其次，說明本發明之樹脂微粒水分散液中的樹脂微粒。

本發明中，樹脂微粒水分散液係指樹脂微粒存在於以水當做介質之分散介質中者。

此時，該樹脂微粒水分散液，以樹脂微粒在為分散介質的水中持續浮游者為最佳狀態。但是，視情形，有時隨著時間經過，樹脂微粒會沉降，但本發明中的樹脂微粒水分散液，包含可將樹脂微粒已沉降者藉由機械性的再分散處理而能輕易再分散於樹脂微粒水分散液中者。

樹脂微粒分散體中的樹脂微粒的數量平均粒徑，通常為 $1\sim 100\mu\text{m}$ ，較佳為 $1\sim 50\mu\text{m}$ ，更佳為 $1\sim 20\mu\text{m}$ 。數量平均粒徑小於 $1\mu\text{m}$ 時，微粒會變得容易凝集，若超過 $100\mu\text{m}$ ，由於會在水中沉降，故為不佳。又，樹脂微粒的數量平均粒徑，係指以掃描型電子顯微鏡照片觀測任意粒子 100 個，並測定直徑，以下式(1)計算者。又，粒子非正圓時，係測定長徑。樹脂微粒的粒徑分布指數，為 $1.0\sim 3.0$ 的範圍，較佳為 $1.0\sim 2.0$ ，更佳為 $1.0\sim 1.5$ 。若粒徑分布指數超過 3.0，當做塗覆劑使用時的塗布性會惡化，為不佳。又，粒徑分布指數，係依照以下式(3)，由體積平均粒徑相對於數量平均粒徑的比計算。體積平均粒徑，係以掃描型電子顯微鏡照片觀測任意 100 個粒

子，並測定直徑，依以下式(2)計算。又，粒子非正圓時，係測定長徑。

$$Dn = \frac{\sum_{i=1}^n Di}{n} \quad (1)$$

$$Dv = \frac{\sum_{i=1}^n Di^4}{\sum_{i=1}^n Di^3} \quad (2)$$

$$PDI = \frac{Dv}{Dn} \quad (3)$$

又，Di：各粒子的粒徑，n：測定數 100，Dn：數量平均粒徑，Dv：體積平均粒徑，PDI：粒徑分布指數。

樹脂微粒之形狀，宜為正球狀，但也可為橢圓球狀。

獲得樹脂微粒之方法，可以用習知之任一方法，其中，較佳為使高分子溶液相分離而形成乳化液，並添加不良溶劑，藉此獲得微粒之方法(國際公開第 2009/142231 號)。

例如，可以利用以下方法：於將欲製成微粒的上述樹脂(以下稱為聚合物 A)與溶於聚合物 A 的不良溶劑的聚合物 B 以及有機溶劑溶解混合相分離成以聚合物 A 為主成分的溶液相(以下有時稱為聚合物 A 溶液相)以及以聚合物 B 為主成分的溶液相(以下有時稱為聚合物 B 溶液相)的兩相的系統中，使乳化液形成後，使接觸聚合物 A 之不良溶劑，藉此使聚合物 A 析出。

以下更具體說明上述方法。

上述「使聚合物 A 與聚合物 B 以及有機溶劑溶解混合相分離成以聚合物 A 為主成分的溶液相與以聚合物 B

為主成分的溶液相的兩相的系統」，係指將聚合物 A 與聚合物 B 以及有機溶劑混合時，分成主要含聚合物 A 之溶液相及主要含聚合物 B 之溶液相之兩相之系統。

藉由使用如此相分離之系統，可於相分離的條件下混合、乳化並形成乳化液。

又，上述中，關於聚合物是否溶解，係於實施本發明之溫度，亦即將聚合物 A 與聚合物 B 溶解混合並使兩相分離時的溫度，相對於有機溶劑是否溶解超過 1 質量 % 來判別。

該乳化液，係聚合物 A 溶液相成為分散相，聚合物 B 溶液相成為連續相，且藉由使聚合物 A 之不良溶劑接觸該乳化液，使聚合物 A 從乳化液中的聚合物 A 溶液相析出，可獲得以聚合物 A 構成的樹脂微粒。

本方法中，使用聚合物 A、聚合物 B、溶解該等之有機溶劑及聚合物 A 之不良溶劑，只要能獲得本方法的樹脂微粒，則其組合不特別限定，本方法中，聚合物 A 係指高分子聚合物，較佳為係非天然存在的合成聚合物，更佳為非水溶性聚合物。

本方法中，就聚合物 A 而言，由本發明係於使與不良溶劑接觸時而析出微粒的要旨觀之，宜為不溶於不良溶劑者，不溶於後述不良溶劑之聚合物較佳，尤其非水溶性聚合物較佳。

在此，非水溶性聚合物，係指對水溶解度為 1 質量 % 以下，較佳為 0.5 質量 % 以下，更佳為 0.1 質量 % 以下的聚合物。

聚合物 B 可列舉熱塑性樹脂、熱固性樹脂，但宜為溶解於本方法使用的溶解聚合物 A 的有機溶劑及聚合物 A 之不良溶劑者，其中，溶於上述有機溶劑且溶於醇系溶劑或水者，從工業上操作性優異之觀點為更佳，尤佳為溶於有機溶劑，且溶於甲醇、乙醇或水者。

若具體例示聚合物 B，可列舉：聚(乙烯醇)(完全皂化型或部分皂化型之聚(乙烯醇)亦可)、聚(乙烯醇-乙烯)共聚物(完全皂化型或部分皂化型之聚(乙烯醇-乙烯)共聚物亦可)、聚(乙烯基吡咯啉酮)、聚(乙二醇)、蔗糖脂肪酸酯、聚(氧乙烯脂肪酸酯)、聚(氧乙烯月桂脂脂肪酸酯)、聚(氧乙二醇單脂肪酸酯)、聚(氧乙烯烷基苯醚)、聚(氧烷基醚)、聚丙烯酸、聚丙烯酸鈉、聚甲基丙烯酸、聚甲基丙烯酸鈉、聚苯乙烯磺酸、聚苯乙烯磺酸鈉、聚(乙烯基氯化吡咯啉鎘)、聚(苯乙烯-馬來酸)共聚物、胺基聚(丙烯醯胺)、聚(對乙烯基苯酚)、聚烯丙基胺、聚(乙烯醚)、聚(乙烯甲縮醛)、聚(丙烯醯胺)、聚(甲基丙烯醯胺)、聚(氧乙烯胺)、聚(乙烯基吡咯啉酮)、聚(乙烯基吡啶)、聚胺基砒、聚(乙烯亞胺)等合成樹脂、麥芽糖、纖維二糖、乳糖、蔗糖等雙糖類、纖維素、幾丁聚糖、羥基乙基纖維素、羥基丙基纖維素、甲基纖維素、乙基纖維素、乙基羥基纖維素、羧基甲基乙基纖維素、羧基甲基纖維素、羧基甲基纖維素鈉、纖維素酯等纖維素衍生物、直鏈澱粉及其衍生物、澱粉及其衍生物、糊精、環糊精、藻酸鈉及其衍生物等多糖類或其衍生物、明膠、酪蛋白、膠原蛋白、白蛋白、絲心蛋白(fibroin)、角質素、血纖維

蛋白(fibrin)、鹿角菜膠、軟骨素硫酸、阿拉伯膠、瓊脂、蛋白質等，較佳為聚(乙烯醇)(完全皂化型或部分皂化型之聚(乙烯醇)亦可)、聚(乙烯醇-乙烯)共聚物(完全皂化型或部分皂化型之聚(乙烯醇-乙烯)共聚物亦可)、聚乙二醇、蔗糖脂肪酸酯、聚(氧乙烯烷基苯醚)、聚(氧烷基醚)、聚(丙烯酸)、聚(甲基丙烯酸)、羧基甲基纖維素、羥基乙基纖維素、羥基丙基纖維素、甲基纖維素、乙基纖維素、乙基羥基纖維素、羧基甲基乙基纖維素、羧基甲基纖維素、羧基甲基纖維素鈉、纖維素酯等纖維素衍生物、聚乙烯基吡咯啉酮，更佳為聚(乙烯醇)(完全皂化型或部分皂化型之聚(乙烯醇)亦可)、聚(乙烯醇-乙烯)共聚物(完全皂化型或部分皂化型之聚(乙烯醇-乙烯)共聚物、聚乙二醇、羧基甲基纖維素、羥基乙基纖維素、羥基丙基纖維素、甲基纖維素、乙基纖維素、乙基羥基纖維素、羧基甲基乙基纖維素、羧基甲基纖維素、羧基甲基纖維素鈉、纖維素酯等纖維素衍生物、聚乙烯基吡咯啉酮，尤佳為聚(乙烯醇)(完全皂化型或部分皂化型之聚(乙烯醇)亦可)、聚(乙二醇)、羧基甲基纖維素、羥基乙基纖維素、羥基丙基纖維素、甲基纖維素、乙基纖維素、乙基羥基纖維素等纖維素衍生物、聚乙烯基吡咯啉酮。

聚合物 B 之分子量，較佳為以重量平均分子量計為 1,000~100,000,000，更佳為 1,000~10,000,000，又更佳為 5,000~1,000,000，尤佳為 10,000~500,000 的範圍，最佳的範圍為 10,000~100,000 的範圍。

在此所指重量平均分子量，係使用水當做溶劑，以凝膠滲透層析(GPC)測定，以聚乙二醇換算得到的重量平均分子量。

以水無法測定時，使用二甲基甲醯胺，使用其也無法測定時，使用四氫呋喃，也無法測定時，使用六氟異丙醇。

溶解聚合物 A 與聚合物 B 之有機溶劑，為可溶解所使用的聚合物 A、聚合物 B 之有機溶劑，可視各聚合物的種類選擇。

具體例，例：戊烷、己烷、庚烷、辛烷、壬烷、正癸烷、正十二烷、正十三烷、十四烷、環己烷、環戊烷等脂肪族烴系溶劑、苯、甲苯、二甲苯、2-甲基萘等芳香族烴系溶劑、乙酸乙酯、乙酸甲酯、乙酸丁酯、丙酸丁酯、丁酸丁酯等酯系溶劑、氯仿、溴仿、二氯甲烷、四氯化碳、1,2-二氯乙烷、1,1,1-三氯乙烷、氯苯、2,6-二氯甲苯、六氟異丙醇等鹵化烴系溶劑、丙酮、甲乙酮、甲基異丁酮、甲丁酮等酮系溶劑、甲醇、乙醇、1-丙醇、2-丙醇等醇系溶劑、N-甲基-2-吡咯啉酮(NMP)、二甲基亞砜(DMSO)、N,N-二甲基甲醯胺(DMF)、N,N-二甲基乙醯胺(DMA)、碳酸丙烯酯、三甲基磷酸、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮、環丁砜等非質子性極性溶劑、甲酸、乙酸、丙酸、丁酸、乳酸等羧酸溶劑、苯甲醚、二乙醚、四氫呋喃、二異丙醚、二噁烷、二甘二甲醚、二甲氧基乙烷等醚系溶劑、1-丁基-3-甲基咪唑鎧乙酸酯、1-丁基-3-甲基咪唑鎧硫酸氫酯、1-乙基-3-咪唑鎧乙酸酯、1-乙基-3-

甲基咪唑鎘硫氰酸酯等離子性液體或該等之混合物，可視使用的聚合物 A 成分、聚合物 B 成分之種類適當選擇。較佳為，選自於芳香族烴系溶劑、脂肪族烴系溶劑、鹵化烴系溶劑、醇系溶劑、醚系溶劑、非質子性極性溶劑、羧酸溶劑者，更佳為係水性溶劑的醇系溶劑、非質子性極性溶劑、羧酸溶劑，特別較佳者為非質子性極性溶劑、羧酸溶劑，從取得容易且能溶解廣範圍的聚合物之觀點，且對於聚合物 A 之適用範圍廣，且能與水或醇系溶劑等後述當做不良溶劑使用的溶劑均勻混合的觀點，最佳為 N-甲基-2-吡咯啉酮、二甲基亞碲、N,N-二甲基甲醯胺、N,N-二甲基乙醯胺、碳酸丙烯酯、甲酸、乙酸。

該等有機溶劑可使用多種，也可混合使用，但從可獲得粒徑較小且粒徑分布較小的粒子的觀點，從可避免使用完畢的溶劑回收時的分離步驟的煩雜，減少製造過程負荷的觀點，宜為單一的有機溶劑，更佳為溶解聚合物 A 及聚合物 B 兩者的單一有機溶劑。

本方法中，聚合物 A 之不良溶劑，係指不能使聚合物 A 溶解之溶劑。不溶解於溶劑，係指聚合物 A 對於不良溶劑的溶解度為 1 質量%以下，較佳為 0.5 質量%以下，更佳為 0.1 質量%以下。

本方法中，係使用聚合物 A 之不良溶劑，但該不良溶劑較佳為係聚合物 A 之不良溶劑且溶解聚合物 B 之溶劑。藉此，能使以聚合物 A 構成的聚合物微粒有效率地析出。又，溶解聚合物 A 及聚合物 B 之溶劑與聚合物 A 之不良溶劑為能均勻混合的溶劑較佳。

本方法中，不良溶劑，視使用的聚合物 A 的種類，理想為視使用的聚合物 A、B 兩者的種類而改變為各種類，具體例可列舉從戊烷、己烷、庚烷、辛烷、壬烷、正癸烷、正十二烷、正十三烷、十四烷、環己烷、環戊烷等脂肪族烴系溶劑、苯、甲苯、二甲苯、2-甲基萘等芳香族烴系溶劑、乙酸乙酯、乙酸甲酯、乙酸丁酯、丙酸丁酯、丁酸丁酯等酯系溶劑、氯仿、溴仿、二氯甲烷、四氯化碳、1,2-二氯乙烷、1,1,1-三氯乙烷、氯苯、2,6-二氯甲苯、六氟異丙醇等鹵化烴系溶劑、丙酮、甲乙酮、甲基異丁酮、甲丁酮等酮系溶劑、甲醇、乙醇、1-丙醇、2-丙醇等醇系溶劑、二甲基亞砜(DMSO)、N,N-二甲基甲醯胺(DMF)、N,N-二甲基乙醯胺(DMA)、三甲基磷酸、N-甲基-2-吡咯啉酮、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮、環丁砜等非質子性極性溶劑、甲酸、乙酸、丙酸、丁酸、乳酸等羧酸溶劑、苯甲醚、二乙醚、四氫呋喃、二異丙醚、二噁烷、二甘二甲醚、二甲氧基乙烷等醚系溶劑、水中選出的至少 1 種溶劑。

從使聚合物 A 有效率地粒子化的觀點，較佳為芳香族烴系溶劑、脂肪族烴系溶劑、醇系溶劑、醚系溶劑、水，最佳為醇系溶劑、水，尤佳為水。

本方法中，藉由將聚合物 A、聚合物 B、溶解該等之有機溶劑及聚合物 A 之不良溶劑適當選擇並組合，可以有效率地使聚合物 A 析出而獲得樹脂微粒。

此時，將聚合物 A、聚合物 B、溶解該等之有機溶劑混合溶解而成的液體，必需相分離成以聚合物 A 為主成分的溶液相以及以聚合物 B 為主成分的溶液相兩相。

此時，以聚合物 A 為主成分的溶液相的有機溶劑以及以聚合物 B 為主成分的溶液相的有機溶劑，可為相同也可為不同，但實質上為相同溶劑較佳。

產生兩相分離的狀態的條件，視聚合物 A、B 之種類、聚合物 A、B 之分子量、有機溶劑之種類、聚合物 A、B 之濃度、實施本方法之溫度、壓力而有所不同。

為了獲得容易成為相分離狀態的條件，較佳為聚合物 A 與聚合物 B 的溶解度參數(以下有時稱為 SP 值)的差異大。

此時，SP 值之差為 $1(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上較佳，更佳為 $2(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上，又更佳為 $3(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上，尤佳為 $5(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上，極佳為 $8(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上。若 SP 值為此範圍，則容易相分離。

聚合物 A 與聚合物 B 兩者只要是能溶於有機溶劑者即不特別限定，但 SP 值之差之上限，較佳為 $20(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以下，更佳為 $15(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以下，又更佳為 $10(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以下。

在此所指 SP 值係依據 Fedor 推算法計算者，係根據凝集能量密度與莫耳分子容積為基礎計算者(以下有時也稱為計算法)(「SP 值基礎應用與計算方法」，山本秀樹著，情報機構股份有限公司，平成 17 年 3 月 31 日發行)。

依據該推算法，無法計算時，溶解度參數係依照對於已知溶劑是否溶解而判定之實驗法計算 SP 值(以下有時也稱為實驗法)，並以此代用(「Polymer handbook Fourth Edition」，J. Brand 著，Wiley 公司 1998 年發行)。

為了選擇成為相分離狀態的條件，可以利用改變聚合物 A、聚合物 B 及溶解該等之有機溶劑的三成分的比例的狀態觀察，製作簡單的預備實驗，由三成分的相圖進行判別。

相圖之製作，係將聚合物 A、B 及溶劑以任意比例混合溶解，並靜置時，於至少 3 點以上，較佳為 5 點以上，更佳為 10 點以上實施是否產生界面的判定，藉由區別分離成兩相的區域及為一相的區域，可找出成為相分離狀態的條件。

此時，為了判定是否為相分離狀態，係將聚合物 A、B 於欲實施本發明之溫度、壓力，調整為任意之聚合物 A、B 及溶劑之比後，使聚合物 A、B 完全溶解，於溶解後進行充分攪拌，放置 3 日，確認巨觀上是否相分離。

但是，於成為十分穩定的乳化液時，即使放置 3 日有時在巨觀上仍不會產生相分離。於此情形，使用光學顯微鏡、相位差顯微鏡等，於微觀上判定是否有相分離而判定相分離。

相分離係藉由分離成於有機溶劑中以聚合物 A 為主的聚合物 A 溶液相，及以聚合物 B 為主的聚合物 B 溶液相而形成。於此時，聚合物 A 溶液相係以聚合物 A 為主而分配之相，聚合物 B 溶液相係以聚合物 B 為主而分配的相。於此時，聚合物 A 溶液相及聚合物 B 溶液相會具有因應於聚合物 A、B 之種類及使用量的體積比。

就可獲得相分離之狀態且在工業上可實施之濃度而言，聚合物 A、B 相對於有機溶劑之濃度，係以可溶於

有機溶劑為限度的範圍內為前提，但較佳為超過 1 質量 %~50 質量 %，更佳為超過 1 質量 %~30 質量 %，又更佳為 2 質量 %~20 質量 %。

本方法中，聚合物 A 溶液相與聚合物 B 溶液相的兩相間的界面張力，從兩相均為有機溶劑之觀點，其界面張力小，視其性質，由生成之乳化液能夠穩定維持之觀點，其粒徑分布會減小。尤其，聚合物 A 相與聚合物 B 相的有機溶劑相同時，其效果顯著。

本方法中，兩相間的界面張力，由於界面張力太小，故無法以通常使用的溶液中加入異種溶劑而測定的懸滴法等直接測定，但是藉由從各相與空氣間的表面張力推算，可以估計界面張力。令各相之與空氣的表面張力為 r_1 、 r_2 時，其界面張力 r_{12} 可用 $r_{12}=r_1-r_2$ 的絕對值推算。此時， r_{12} 的較佳範圍，為大於 0 至 10mN/m，更佳為大於 0 至 5mN/m，又更佳為大於 0 至 3mN/m，尤佳為大於 0 至 2mN/m。

本方法中，兩相間的黏度會影響平均粒徑及粒徑分布，黏度比較小者，粒徑分布會有減小的傾向。將黏度比定義為欲實施本發明之溫度條件下的聚合物 A 溶液相/聚合物 B 溶液相時，較佳範圍為 0.1 以上 10 以下，更佳範圍為 0.2 以上 5 以下，又更佳範圍為 0.3 以上 3 以下，尤佳範圍為 0.5 以上 1.5 以下，特佳範圍為 0.8 以上 1.2 以下。

使用如此方式獲得之相分離之系統，製造樹脂微粒。進行微粒化時，係以通常的反應槽進行。適於實施

本發明之較佳溫度，從工業上實用性的觀點，為 $-50^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ 的範圍，較佳為 $-20^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$ ，更佳為 $0\sim 120^{\circ}\text{C}$ ，又更佳為 $10^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ ，尤佳為 $20^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$ ，最佳為 $20^{\circ}\text{C}\sim 50^{\circ}\text{C}$ 的範圍。實施本發明之較佳壓力，從工業上實用性的觀點，為減壓狀態至 100 大氣壓的範圍，更佳為 1 大氣壓至 5 大氣壓的範圍，又更佳為 1 大氣壓至 2 大氣壓，尤佳為大氣壓。

於如此的條件將相分離系統狀態進行混合，使乳化液形成。

亦即，對於上述獲得之相分離溶液施加剪切力，使生成乳化液。

形成乳化液時，係使聚合 A 體溶液相成為粒子狀之液滴，但是一般相分離時，於聚合物 B 溶液相之體積大於聚合物 A 溶液相之體積時，會有容易形成如此形態之乳化液的傾向，尤其聚合物 A 溶液相之體積比相對於兩相合計體積為 0.4 以下較佳，在 0.4~0.1 之間更佳。製作上述相圖時，藉由同時測定在各成分的濃度的體積比，可設定適當範圍。

本製造法獲得之樹脂微粒，係成為粒徑分布小的微粒，但其原因係在於在乳化液形成之階段，獲得了非常均勻的乳化液的原故。此傾向於使用溶解聚合物 A、B 兩者之單一溶劑時更為顯著。所以，為了獲得形成乳化液所需的充分剪切力，使用以往習知的方法攪拌即足夠，可利用以攪拌翼攪拌的液相攪拌法、以連續雙軸混合機攪拌之方法、利用均質機之混合法、超音波照射等通常習知的方法進行混合。

尤其，利用攪拌翼攪拌時，雖視攪拌翼的形狀而不同，但攪拌速度較佳為 50rpm~1200rpm，更佳為 100rpm~1000rpm，又更佳為 200rpm~800rpm，尤佳為 300rpm~600rpm。

又，攪拌翼具體而言，例：螺旋槳型、輪葉型、平面槳型、輪機型、雙錐型、單錐型、單帶型、雙帶型、螺桿型、螺旋帶型等，但只要是能對系統施以充分剪切力即可，不特別限定於該等。又，為了有效率地實施攪拌，也可於槽內設置擾動板等。

又，為了生成乳化液，不一定只能使用攪拌機，也可使用乳化機、分散機等一般廣為人知的裝置。具體例示，可列舉均質機(IKA 公司製)、Polytron(Kinematica 公司製)、TK 自動均質機(特殊機化工業公司製)等批式乳化機、Ebara milder(荏原製作所製)、TK FILMIX、TK PIPELINEHOMOMIXER(特殊機化工業公司製)、COLLOIDMIL(神鋼 Pantech 公司製)、THRASHER、三方濕式微粉碎機(三井三池化工機公司製)、超音波均質機、靜力混合機等。

如此獲得的乳化液，接著可提供於使目的微粒析出的步驟。

為了獲得目的之樹脂微粒，可藉由使對於聚合物 A 為不良溶劑之溶劑與前述步驟製造的乳化液接觸，而以根據乳化液徑的直徑析出目的之樹脂微粒。

不良溶劑與乳化液接觸之方法，可採用於不良溶劑中添加乳化液之方法，也可採用於乳化液中添加不良溶劑之方法，但較佳為於乳化液中添加不良溶劑之方法。

於此時，投入不良溶劑之方法，只要能獲得本發明製造之樹脂微粒即不特別限定，可為連續滴加法、分次添加法、一次添加法任一者，但為了於不良溶劑添加不發生乳化液凝集、熔著、合一且粒徑分布增大，或容易生成超過 $1000\mu\text{m}$ 的塊狀物，較佳為連續滴加法、分次添加法，為了於工業上有效率地實施，最佳者為連續滴加法。

又，添加不良溶劑之時間，為 10 分鐘以上 50 小時以內，更佳為 30 分鐘以上 10 小時以內，又更佳為 1 小時以上 5 小時以內。

若於較該範圍為短的時間實施，則有時伴隨乳化液凝集、熔著、合一，粒徑分布會增大，且生成塊狀物。又，於較該範圍為長的時間實施時，於考慮工業化實施時，為不實用的。

藉由在該時間範圍內實施，當從乳化液轉換為樹脂微粒時，可抑制粒子間凝集，可獲得粒徑分布小的樹脂微粒。

添加之不良溶劑之量，取決於乳化液狀態而異，但較佳為相對於乳化液總重量 1 質量份，添加 0.1 至 10 質量份，更佳為 0.1 至 5 質量份，又更佳為 0.2 至 3 質量份，尤佳為 0.2 質量份至 1 質量份，最佳為 0.2 至 0.5 質量份。

不良溶劑與乳化液之接觸時間，只要是對於微粒析出為充足的時間即可，但為了引起足夠的析出且獲得有效率的生產性，宜為添加不良溶劑後 5 分鐘至 50 小時，更佳為 5 分鐘以上 10 小時以內，又更佳為 10 分鐘以上

5 小時以內，尤佳為 20 分鐘以上 4 小時以內，特佳為 30 分鐘以上 3 小時以內。

以如此方式製作的樹脂微粒分散液，可藉由過濾、傾析、減壓過濾、加壓過濾、離心分離、離心過濾、噴霧乾燥、酸析法、鹽析法、冷凍凝固法等通常習知的方法進行固液分離，回收微粒粉體。

經固液分離之樹脂微粒，視需要可以用溶劑等洗滌，藉此除去附著或含有的雜質等，以進行精製。此時，較佳溶劑為上述不良溶劑，更佳為選自於水、甲醇、乙醇中之 1 種或 2 種以上的混合溶劑。

獲得之樹脂微粒，可進行乾燥，除去殘留溶劑。於此時，乾燥方法可列舉風乾、加熱乾燥、減壓乾燥、冷凍乾燥等。加熱時的溫度，宜為低於玻璃轉移溫度的溫度，具體而言，宜為 50~150℃。

本發明之方法中，活用獲得樹脂微粒時進行的固液分離步驟所分離的有機溶劑及聚合物 B，可進行回收為有利之點。

固液分離獲得之溶劑，為聚合物 B、有機溶劑及不良溶劑的混合物。從該溶劑去除不良溶劑，可以再利用為乳化液形成用之溶劑。除去不良溶劑之方法，可以用通常習知的方法進行，具體而言，可列舉單蒸餾、減壓蒸餾、精密蒸餾、薄膜蒸餾、萃取、膜分離等，較佳為利用單蒸餾、減壓蒸餾、精密蒸餾的方法。

進行單蒸餾、減壓蒸餾等蒸餾操作時，由可能會使系統受熱，造成促進聚合物 B 或有機溶劑之熱分解之觀

點，宜於儘量無氧的狀態進行，更佳為於惰性氣體環境下進行。具體而言，於氮氣、氬氣、氫氣、二氧化碳條件下實施。

其次說明製造本發明之樹脂微粒水分散液之方法。

使上述方法獲得之樹脂微粒分散於為分散介質之水的方法，可使用慣用的混合分散機(例如：行星混合機、三輥、機械式攪動機、自公轉式混合機、均質混合機、球磨機、珠磨機、砂磨機、輥磨機、均質機、粉碎機、溶解器(dissolver)、塗料振盪機(paint shaker)等)方法中任一者，也可組合數種方法調製。又，視需要，也可於加溫或加減壓下進行。

本發明中，樹脂微粒對水的添加量，理想為搭配該樹脂微粒水分散液使用的用途而調整，宜為80質量%以下，更佳為50質量%以下，又更佳為30質量%以下，尤佳為20質量%以下。若超過80質量%，樹脂微粒會有難分散的傾向，需以分散劑使分散。下限無特別限制，可視目的設定即可。

本發明使用之樹脂微粒，由於對水的分散性優異，故只要是上述較佳範圍，可以不特別使用分散劑而分散於水。

因此，本發明由於可以實質上不使用分散劑而獲得樹脂微粒的分散液，故即使於因為分散劑本身之影響造成有發生著色、耐熱性降低、耐水性惡化、對於基材之密合性降低、漏出到表面及黏膩等問題時也能實用的使用。含分散劑之水分散液，尤其於如本發明之使用高耐

熱性之樹脂微粒的用途，熱處理條件為高溫係屬通例，因此起因於分散劑分解的著色會更為顯著，有時對於設計性降低等的不利影響會變得非常大。因此，實質上不含分散劑，在使用樹脂微粒水分散液方面為一大利點。

分散劑之含量，相對於樹脂微粒 100 質量份，少於 1 質量份，較佳為少於 0.2 質量份，最佳為不使用。

分散劑只要是使樹脂微粒分散於水者即可，不特別限定，可列舉高分子分散劑或陰離子界面活性劑、陽離子界面活性劑、兩性離子界面活性劑、非離子界面活性劑等。

高分子分散劑之具體例，可列舉：聚(乙烯醇)(完全皂化型或部分皂化型之聚(乙烯醇)亦可)、聚(乙烯醇-乙烯)共聚物(完全皂化型或部分皂化型之聚(乙烯醇-乙烯)共聚物亦可)、聚乙烯基吡咯啉酮、聚(乙二醇)、蔗糖脂肪酸酯、聚(氧乙烯脂肪酸酯)、聚(氧乙烯月桂脂脂肪酸酯)、聚(氧乙二醇單脂肪酸酯)、聚(氧乙烯烷基苯醚)、聚(氧烷基醚)、聚丙烯酸、聚丙烯酸鈉、聚甲基丙烯酸、聚甲基丙烯酸鈉、聚苯乙烯磺酸、聚苯乙烯磺酸鈉、聚乙烯基氯化吡咯啉鎘、聚(苯乙烯-馬來酸)共聚物、胺基聚(丙烯醯胺)、聚(對乙烯基苯酚)、聚烯丙基胺、聚乙烯醚、聚乙烯甲縮醛、聚(丙烯醯胺)、聚(甲基丙烯醯胺)、聚(氧乙烯胺)、聚(乙烯基吡咯啉酮)、聚(乙烯基吡啶)、聚胺基砒、聚乙烯亞胺等合成樹脂、麥芽糖、纖維二糖、乳糖、蔗糖等雙糖類、纖維素、幾丁聚糖、羥基乙基纖維素、羥基丙基纖維素、甲基纖維素、乙基纖維素、乙

羥基纖維素、羧基甲基乙基纖維素、羧基甲基纖維素、
 羧基甲基纖維素鈉、纖維素酯等纖維素衍生物、直鏈澱
 粉及其衍生物、澱粉及其衍生物、糊精、環糊精、藻酸
 鈉及其衍生物等多糖類或其衍生物、明膠、酪蛋白、膠
 原蛋白、白蛋白、絲心蛋白(fibroin)、角質素、血纖維
 蛋白(fibrin)、鹿角菜膠、軟骨素硫酸、阿拉伯膠、瓊脂、
 蛋白質等，較佳為聚(乙烯醇)(完全皂化型或部分皂化型
 之聚(乙烯醇)亦可)、聚(乙烯醇-乙烯)共聚物(完全皂化型
 或部分皂化型之聚(乙烯醇-乙烯)共聚物亦可)、聚乙二
 醇、蔗糖脂肪酸酯、聚(氧乙烯烷基苯醚)、聚(氧烷基醚)、
 聚(丙烯酸)、聚(甲基丙烯酸)、羧基甲基纖維素、羥基乙
 基纖維素、羥基丙基纖維素、甲基纖維素、乙基纖維素、
 乙基羥基纖維素、羧基甲基乙基纖維素、羧基甲基纖維
 素、羧基甲基纖維素鈉、纖維素酯等纖維素衍生物、聚
 乙烯基吡咯啉酮，更佳為聚(乙烯醇)(完全皂化型或部分
 皂化型之聚(乙烯醇)亦可)、聚(乙烯醇-乙烯)共聚物(完全
 皂化型或部分皂化型之聚(乙烯醇-乙烯)共聚物、聚乙二
 醇、羧基甲基纖維素、羥基乙基纖維素、羥基丙基纖維
 素、甲基纖維素、乙基纖維素、乙基羥基纖維素、羧基
 甲基乙基纖維素、羧基甲基纖維素、羧基甲基纖維素鈉、
 纖維素酯等纖維素衍生物、聚乙烯基吡咯啉酮等。

陰離子系界面活性劑之具體例，可列舉：脂肪酸鈉、
 脂肪酸鉀、烷基苯磺酸鈉、烷基萘磺酸鈉、烷基硫酸酯
 鈉、烷基磺酸鈉、烷基醚硫酸酯鈉、單烷基磷酸酯、聚
 氧乙烯烷基醚磷酸酯鈉、脂肪酸酯磺酸鈉、脂肪酸酯硫

酸酯鈉、脂肪酸烷醇醯胺硫酸酯鈉、脂肪酸醯胺磺酸鈉等。

陽離子系界面活性劑之具體例，可列舉：氯化烷基甲基銨、氯化烷基三甲基銨、氯化二烷基二甲基銨、氯化烷基二甲基苄基銨、氯化烷基吡啶等。

兩性離子界面活性劑之具體例，可列舉：烷基胺基羧酸鹽、羧基甜菜鹼、烷基甜菜鹼、磺基甜菜鹼、磷酸酯甜菜鹼等。

非離子性界面活性劑之具體例，可列舉：蔗糖脂肪酸酯、聚氧乙烯脂肪酸酯、聚氧乙烯月桂脂脂肪酸酯、聚氧乙烯山梨糖醇酐脂肪酸酯、聚氧乙二醇單脂肪酸酯、聚氧乙烯烷基苯醚、聚氧乙烯單苄基苯醚、聚氧乙烯二苄基苯醚、聚氧乙烯三苄基苯醚、聚氧乙烯單苯乙基苯醚、聚氧乙烯二苯乙基苯醚、聚氧乙烯三苯乙基苯醚、聚氧乙烯聯苯醚、聚氧乙烯苯氧基苯醚、聚氧乙烯異丙苯基苯醚、聚氧乙烯烷基醚、脂肪酸烷醇醯胺、脂肪酸單乙醇醯胺、脂肪酸二乙醇醯胺、脂肪酸三乙醇醯胺、聚氧乙烯脂肪酸醯胺、異丙醇醯胺、烷基氧化胺、聚氧乙烯胺等。又，在此例示之烷基，例：碳數1至30的直鏈型飽和烴基，或分支型飽和烴基。烷基也可替代為直鏈型不飽和烴基，或分支型不飽和烴基。

本發明之樹脂微粒水分散液中，在不損及目的之範圍內，也可視需要添加調平劑、消泡劑、防凸起劑(Anti-popping agent)、顏料分散劑、紫外線吸收劑等各種藥劑，或氧化鈦、鋅、碳黑等顏料或染料。

本發明之樹脂微粒水分散液儘管為高耐熱性，但由於實質上不使用分散劑仍能良好地分散於水，故可於汽車內裝用、外裝用塗料、家電、建築材料等塗料用途、黏著劑用途、油墨用途、黏結劑或塗覆劑用途、水系化妝品用途賦予高耐熱性，尤其，實質上不使用分散劑時，可以抑制由於分散劑造成之著色或耐熱性降低、及耐水性惡化、對於基材之密合性降低、滲出於表面、表現出黏膩，而且由於分散介質為水，可藉由避開有機溶劑，而改善基材劣化、環保、職場環境等。

[實施例]

以下依據實施例更詳細說明本發明。本發明不僅限定於該等實施例。實施例中使用的測定如下。

(1)重量平均分子量之測定

重量平均分子量係使用凝膠滲透層析，與由聚苯乙烯獲得之校正曲線比對而計算分子量。

裝置：島津製作所(股)製 LC-10A 系列

管柱：昭和電工(股)製 HFIP-806M 2 支

移動相：六氟異丙醇

流速：0.5ml/分鐘

檢測：差示折射率計

管柱溫度：25℃

(2)數量平均粒徑、體積平均粒徑、粒徑分布指數之計算法-1

以掃描型電子顯微鏡(日本電子公司製掃描型電子顯微鏡 JSM-6301NF)，觀察粒子並測定數量平均粒徑。又，粒子非正圓時，測定長徑當做其粒徑。

數量平均粒徑 (D_n)、體積平均粒徑 (D_v)，係由任意 100 個粒子的平均，依照數式 (1) 及 (2) 算出。粒徑分布指數 (PDI)，係依照數式 (3) 算出。

$$D_n = \frac{\sum_{i=1}^n D_i}{n} \quad (1)$$

$$D_v = \frac{\sum_{i=1}^n D_i^4}{\sum_{i=1}^n D_i^3} \quad (2)$$

$$PDI = \frac{D_v}{D_n} \quad (3)$$

又， D_i ：各粒子的粒徑， n ：測定數 100， D_n ：數量平均粒徑， D_v ：體積平均粒徑， PDI ：粒徑分布指數。

(3) 數量平均粒徑、體積平均粒徑、粒徑分布指數之計算法 -2

將微粒於離子交換水中調整為 0.1% 的漿體後，進行振盪 25kHz、約 100W 的超音波的超音波處理 1 分鐘，當做測定用樣本，使用雷射繞射式粒度分布計 (SALD-2100：島津製作所(股)製) 進行測定，並計算體積平均粒徑、數量平均粒徑。

(4) 熔點之測定

使用精工儀器(股)製自動裝置 DSC RDC220，於氮氣環境下，測定以 10°C/分鐘的升溫速度加熱時的溶解峰部的頂上溫度。

(5) 分散性的評價

(分散評價 1)

將實施例及比較例的水分散液充填於玻璃製樣品瓶，於 40℃放置 1 小時後，以目視觀察組成物的分離狀態，並依照以下基準進行評價。

○：不認為有分離。

×：有分離。

(分散評價 2)

將實施例及比較例之水分散液充填於玻璃製樣品瓶，將經 1 分鐘超音波處理後的樣本幾乎未認為有分離者評為○，有分離者評為×。

(6)塗膜外觀的評價

(塗布評價 1)

依照以下基準評價塗膜之外觀。

◎：不認為有著色。

○：認為稍有著色。

×：認為有著色。

(塗布評價 2)

又，同時形成塗膜，並依以下評價其外觀。

將上述獲得之樹脂微粒水分散液 5g 以桿塗機塗布於聚酯膜(東麗股份有限公司製，210mm×297mm×0.1mm)後，於 150℃×30 分鐘以送風乾燥機乾燥，獲得塗膜。以目視確認獲得之塗膜之外觀。良好者評為○，不良者評為×。

(7)使用樹脂

東麗杜邦股份有限公司製：“HYTREL(註冊商標)”7247

杜邦股份有限公司製： ”HYTREL(註冊商標)”8238

關於其他使用樹脂，依下列參考例進行聚合。

[參考例 1]

將對苯二甲酸 16.0 份、1,4-丁二醇 14.0 份及重量平均分子量約 3000 的聚四亞甲基二醇 70.0 份、四丁氧基鈦 0.01 份、單正丁基單羥基氧化錫 0.005 份，放入配備螺旋帶型攪拌翼之反應容器，於 190~225℃加熱 3 小時，一面將反應水排出系統外一面進行酯化反應。於反應混合物中追加添加四正丁基鈦酸酯 0.06 份，並添加 ”Irganox”1098(Chiba Japan(股)製受阻酚系抗氧化劑)0.02 份後，升溫至 245℃，其次，花費 50 分鐘將系統內壓力減壓至 30Pa，於此條件下進行 2 小時 50 分鐘的聚合，獲得脂肪族聚醚-聚酯共聚物。熔點為 160℃，重量平均分子量為 23,000。

[參考例 2]

將對苯二甲酸 37.3 份、1,4-丁二醇 32.7 份及重量平均分子量約 3000 的聚四亞甲基二醇 30.0 份、四丁氧基鈦 0.01 份、單正丁基單羥基氧化錫 0.005 份，放入配備螺旋帶型攪拌翼之反應容器，於 190~225℃加熱 3 小時，一面將反應水排出系統外一面進行酯化反應。於反應混合物中追加添加四正丁基鈦酸酯 0.06 份，並添加 ”Irganox”1098(Chiba Japan(股)製受阻酚系抗氧化劑)0.02 份後，升溫至 245℃，其次，花費 50 分鐘將系統內壓力減壓至 30Pa，於此條件下進行 2 小時 50 分鐘的聚合，獲得脂肪族聚醚-聚酯共聚物。熔點為 221℃，重量平均分子量為 26,000。

[參考例 3]

將對苯二甲酸 42.7 份、1,4-丁二醇 37.3 份及重量平均分子量約 3000 的聚四亞甲基二醇 20.0 份、四丁氧基鈦 0.01 份、單正丁基單羥基氧化錫 0.005 份，放入配備螺旋帶型攪拌翼之反應容器，於 190~225℃ 加熱 3 小時，一面將反應水排出系統外一面進行酯化反應。於反應混合物中追加添加四正丁基鈦酸酯 0.06 份，並添加 "Irganox"1098(Chiba Japan(股)製受阻酚系抗氧化劑)0.02 份後，升溫至 245℃，其次，花費 50 分鐘將系統內壓力減壓至 30Pa，於此條件下進行 2 小時 50 分鐘的聚合，獲得脂肪族聚醚-聚酯共聚物。熔點為 228℃，重量平均分子量為 25,000。

(8)樹脂微粒之製造

依據以下製造例製造各樹脂微粒。

[製造例 1]

於 100mL 的 4 口燒瓶中，添加參考例 1 製作的脂肪族聚醚-聚酯共聚物(重量平均分子量 23,000)3.5g、當做有機溶劑的 N-甲基-2-吡咯啉酮 43g、聚乙醇醇(日本合成化學工業股份有限公司，Gohsenol(註冊商標)，GL-05)3.5g，加熱至 90℃，並攪拌至聚合物溶解為止。使系統溫度回到 80℃後，於以 450rpm 攪拌的狀態，經由輸液泵浦，以 0.41g/分鐘的速度滴加當做不良溶劑的 50g 的離子交換水。完成加入全量水後，攪拌 30 分鐘，過濾獲得之懸浮液，以離子交換水 100g 洗滌，並於 80℃進行 10 小時真空乾燥，獲得白色固體 3.1g。以掃描型

電子顯微鏡觀察獲得之粉體，結果為正球狀的微粒，為體積平均粒徑 $15.4\mu\text{m}$ 、粒徑分布指數 1.17 的聚醚-聚酯共聚物微粒。

[製造例 2]

於 1000mL 的耐壓玻璃高壓釜(耐壓玻璃工業(股)，Hiperglaster TEM-V1000N)之中，添加為脂肪族聚醚-聚酯共聚物的聚酯彈性體"HYTREL"(註冊商標)7247(東麗杜邦股份有限公司製，重量平均分子量 29,000)28g、N-甲基-2-吡咯啉酮(關東化學股份有限公司製)304.5g、聚乙烯醇(和光純藥工業股份有限公司製 PVA-1500，重量平均分子量 29,000：經以甲醇洗滌，使乙酸鈉含量減低至 0.05 質量%者)17.5g，進行氮氣取代後，加熱至 180°C ，並攪拌 4 小時直到聚合物溶解為止。之後，經由輸液泵浦以 2.92g/分鐘的速度滴加當做不良溶劑的 350g 的離子交換水。完成全量水的添加後，繼續攪拌使降溫，過濾獲得之懸浮液，加入離子交換水 700g 進行再漿體化洗滌，並將經分濾者於 80°C 真空乾燥 10 小時，獲得白色固體 26.5g。以掃描型電子顯微鏡觀察該白色固體，結果平均粒徑為 $5.5\mu\text{m}$ 、粒徑分布指數為 1.12。又，同時將該白色固體以雷射粒度分布計(島津製作所製，SALD-2100)分析，結果為體積平均粒徑 $5.5\mu\text{m}$ 、粒徑分布指數 1.12 的聚醚-聚酯共聚物微粒。

[製造例 3]

於 1000mL 的耐壓玻璃高壓釜(耐壓玻璃工業(股)，Hiperglaster TEM-V1000N)之中，添加為脂肪族聚醚-聚

酯共聚物的聚酯彈性體"HYTREL"(註冊商標)7247(東麗杜邦股份有限公司製，重量平均分子量 29,000)28g、N-甲基-2-吡咯啉酮(關東化學股份有限公司製)308g、聚乙烯醇(和光純藥工業股份有限公司製 PVA-1500，重量平均分子量 29,000：經以甲醇洗滌，使乙酸鈉含量減低至 0.05 質量%者)14g，進行氮氣取代後，加熱至 180℃，並攪拌 4 小時直到聚合物溶解為止。之後，經由輸液泵浦以 2.92g/分鐘的速度滴加當做不良溶劑的 350g 的離子交換水。完成全量水的添加後，繼續攪拌使降溫，過濾獲得之懸浮液，加入離子交換水 700g 進行再漿體化洗滌，並將經分濾者於 80℃真空乾燥 10 小時，獲得白色固體 25.5g。以掃描型電子顯微鏡觀察該白色固體，結果平均粒徑為 8.6 μ m、粒徑分布指數為 1.22。又，同時將該白色固體以雷射粒度分布計(島津製作所製，SALD-2100)分析，結果為體積平均粒徑 8.6 μ m、粒徑分布指數 1.22 的聚醚-聚酯共聚物微粒。

[製造例 4]

於 1000mL 的耐壓玻璃高壓釜(耐壓玻璃工業(股)，Hiperglaster TEM-V1000N)之中，添加為脂肪族聚醚-聚酯共聚物的聚酯彈性體"HYTREL"(註冊商標)7247(東麗杜邦股份有限公司製，重量平均分子量 29,000)28g、N-甲基-2-吡咯啉酮(關東化學股份有限公司製)301g、聚乙烯醇(和光純藥工業股份有限公司製 PVA-1500，重量平均分子量 29,000：經以甲醇洗滌，使乙酸鈉含量減低至 0.05 質量%者)10.5g，進行氮氣取代後，加熱至 180℃，

並攪拌 4 小時直到聚合物溶解為止。之後，經由輸液泵浦以 2.92g/分鐘的速度滴加當做不良溶劑的 350g 的離子交換水。完成全量水的添加後，繼續攪拌使降溫，過濾獲得之懸浮液，加入離子交換水 700g 進行再漿體化洗滌，並將經分濾者於 80℃ 真空乾燥 10 小時，獲得白色固體 26.0g。以掃描型電子顯微鏡觀察該白色固體，結果平均粒徑為 12.6 μ m、粒徑分布指數為 1.22。又，同時將該白色固體以雷射粒度分布計(島津製作所製，SALD-2100)分析，結果為體積平均粒徑 12.5 μ m、粒徑分布指數 1.28 的聚醚-聚酯共聚物微粒。

[製造例 5]

於 1000mL 的耐壓玻璃高壓釜(耐壓玻璃工業(股)，Hiperglaster TEM-V1000N)之中，添加為脂肪族聚醚-聚酯共聚物的聚酯彈性體"HYTREL"(註冊商標)8238(杜邦股份有限公司製，重量平均分子量 27,000)17.5g、N-甲基-2-吡咯啉酮(關東化學股份有限公司製)315g、聚乙烯醇(和光純藥工業股份有限公司製 PVA-1500，重量平均分子量 29,000:經以甲醇洗滌，使乙酸鈉含量減低至 0.05 質量%者)17.5g，進行氮氣取代後，加熱至 180℃，並攪拌 4 小時直到聚合物溶解為止。之後，經由輸液泵浦以 2.92g/分鐘的速度滴加當做不良溶劑的 350g 的離子交換水。完成全量水的添加後，繼續攪拌使降溫，過濾獲得之懸浮液，加入離子交換水 700g 進行再漿體化洗滌，並將經分濾者於 80℃ 真空乾燥 10 小時，獲得白色固體 14.9g。以掃描型電子顯微鏡觀察獲得之粉體，結果為正

球狀之微粒，為平均粒徑為 $4.3\mu\text{m}$ 、粒徑分布指數為 1.25 的聚醚-聚酯共聚物微粒。又，同時將該白色固體以雷射粒度分布計(島津製作所製，SALD-2100)分析，結果為體積平均粒徑 $5.4\mu\text{m}$ 、粒徑分布指數 1.25 的聚醚-聚酯共聚物微粒。

[製造例 6]

於 1000mL 的耐壓玻璃高壓釜(耐壓玻璃工業(股)，Hiperghaster TEM-V1000N)之中，添加為脂肪族聚醚-聚酯共聚物的聚酯彈性體"HYTREL"(註冊商標)8238(杜邦股份有限公司製，重量平均分子量 27,000)33.25g、N-甲基-2-吡咯啉酮(關東化學股份有限公司製)299.25g、聚乙稀醇(和光純藥工業股份有限公司製 PVA-1500，重量平均分子量 29,000：經以甲醇洗滌，使乙酸鈉含量減低至 0.05 質量%者)17.5g，進行氮氣取代後，加熱至 180°C ，並攪拌 4 小時直到聚合物溶解為止。之後，經由輸液泵浦以 2.92g/分鐘的速度滴加當做不良溶劑的 350g 的離子交換水。完成全量水的添加後，繼續攪拌使降溫，過濾獲得之懸浮液，加入離子交換水 700g 進行再漿體化洗滌，並將經分濾者於 80°C 真空乾燥 10 小時，獲得白色固體 28.3g。以掃描型電子顯微鏡觀察獲得之粉體，結果為正球狀之微粒，為平均粒徑為 $12.0\mu\text{m}$ 、粒徑分布指數為 1.23 的聚醚-聚酯共聚物微粒。又，同時將該白色固體以雷射粒度分布計(島津製作所製，SALD-2100)分析，結果為體積平均粒徑 $14.7\mu\text{m}$ 、粒徑分布指數 1.23 的聚醚-聚酯共聚物微粒。

[製造例 7]

於 1000mL 的耐壓玻璃高壓釜(耐壓玻璃工業(股)，Hiperglaster TEM-V1000N)之中，添加參考例 2 獲得之脂肪族聚醚-聚酯共聚物 17.5g、N-甲基-2-吡咯啉酮 315.0g、聚乙烯醇(和光純藥工業股份有限公司製 PVA-1500，重量平均分子量 29,000：經以甲醇洗滌，使乙酸鈉含量減低至 0.05 質量%者)17.5g，進行氮氣取代後，加熱至 180℃，並攪拌 4 小時直到聚合物溶解為止。之後，經由輸液泵浦以 2.92g/分鐘的速度滴加當做不良溶劑的 350g 的離子交換水。完成全量水的添加後，繼續攪拌使降溫，過濾獲得之懸浮液，加入離子交換水 700g 進行再漿體化洗滌，並將經分濾者於 80℃真空乾燥 10 小時，獲得白色固體 17.0g。以掃描型電子顯微鏡觀察獲得之粉體，結果為正球狀之微粒，為平均粒徑為 11.4 μ m、粒徑分布指數為 1.29 的聚醚-聚酯共聚物微粒。

[參考例 8]

於 1000mL 的耐壓玻璃高壓釜(耐壓玻璃工業(股)，Hiperglaster TEM-V1000N)之中，添加參考例 3 獲得之脂肪族聚醚-聚酯共聚物 17.5g、N-甲基-2-吡咯啉酮 350.0g、聚乙烯醇(和光純藥工業股份有限公司製 PVA-1500，重量平均分子量 29,000：經以甲醇洗滌，使乙酸鈉含量減低至 0.05 質量%者)17.5g，進行氮氣取代後，加熱至 180℃，並攪拌 4 小時直到聚合物溶解為止。之後，經由輸液泵浦以 2.92g/分鐘的速度滴加當做不良溶劑的 350g 的離子交換水。完成全量水的添加後，繼續

攪拌使降溫，過濾獲得之懸浮液，加入離子交換水 700g 進行再漿體化洗滌，並將經分濾者於 80℃ 真空乾燥 10 小時，獲得白色固體 17.0g。以掃描型電子顯微鏡觀察獲得之粉體，結果為正球狀之微粒，為平均粒徑為 4.3 μ m、粒徑分布指數為 1.30 的聚醚-聚酯共聚物微粒。

[製造例 9]

於 1000mL 的耐壓玻璃高壓釜(耐壓玻璃工業(股)，Hiperglaster TEM-V1000N)之中，添加參考例 3 獲得之脂肪族聚醚-聚酯共聚物 28.0g、N-甲基-2-吡咯啉酮 308.0g、聚乙醇醇(和光純藥工業股份有限公司製 PVA-1500，重量平均分子量 29,000：經以甲醇洗滌，使乙酸鈉含量減低至 0.05 質量%者)17.5g，進行氮氣取代後，加熱至 180℃，並攪拌 4 小時直到聚合物溶解為止。之後，經由輸液泵浦以 2.92g/分鐘的速度滴加當做不良溶劑的 350g 的離子交換水。完成全量水的添加後，繼續攪拌使降溫，過濾獲得之懸浮液，加入離子交換水 700g 進行再漿體化洗滌，並將經分濾者於 80℃ 真空乾燥 10 小時，獲得白色固體 26.0g。以掃描型電子顯微鏡觀察獲得之粉體，結果為正球狀之微粒，為平均粒徑為 12.3 μ m、粒徑分布指數為 1.31 的聚醚-聚酯共聚物微粒。

[實施例 1~10、比較例 1~4]

<樹脂微粒水分散液之調製、評價>

使用製造例 1~9 獲得之樹脂微粒，使用下列的代表實施例，製備樹脂微粒分散液，並評價其特性。

又，就比較例而言，將介質改成乙酸乙酯，此外使用下列所示樹脂微粒製成樹脂微粒分散液，與實施例獲得之分散液進行對比。

<對比用之樹脂微粒>

尼龍 12 微粒 (Arkema 公司製 Orgasol，熔點 170℃)

[實施例 1]

將製造例 1 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒 20 質量份投入水 80 質量份中，進行 1 分鐘 25KHz 超音波處理，獲得水分散液。進行水分散性評價，結果幾乎未認為有分離。

[實施例 2]

將製造例 1 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒 20 質量份投入於水 80 質量份中，並添加 Triton X-100 (Aldrich 公司製) 0.15 質量份當做分散劑，與實施例 1 同樣進行超音波處理，獲得水分散液。進行水分散性評價，結果幾乎未認為有分離。

[實施例 3]

製備製造例 2 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒之 40 質量%的水分散液時充分分散。相對於該水分散液 50 質量份，添加水 50 質量份，進行 1 分鐘 25KHz 的超音波處理，獲得水分散液。進行水分散性之評價，結果幾乎未認為有分離。

[實施例 4]

製備製造例 3 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒之 40 質量%的水分散液時充分分散。相對於該水分散液

50 質量份，添加水 50 質量份，進行 1 分鐘 25KHz 的超音波處理，獲得水分散液。進行水分散性之評價，結果幾乎未認為有分離。

[實施例 5]

製備製造例 4 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒之 40 質量%的水分散液時為分散。相對於該水分散液 50 質量份，添加水 50 質量份，進行 1 分鐘 25KHz 的超音波處理，獲得水分散液。進行水分散性之評價，結果幾乎未認為有分離。

[實施例 6]

製備製造例 5 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒之 40 質量%的水分散液時為分散。相對於該水分散液 50 質量份，添加水 50 質量份，進行 1 分鐘 25KHz 的超音波處理，獲得水分散液。進行水分散性之評價，結果幾乎未認為有分離。

[實施例 7]

製備製造例 6 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒之 40 質量%的水分散液時為分散。相對於該水分散液 50 質量份，添加水 50 質量份，進行 1 分鐘 25KHz 的超音波處理，獲得水分散液。進行水分散性之評價，結果幾乎未認為有分離。

[實施例 8]

製備製造例 7 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒之 40 質量%的水分散液時為分散。相對於該水分散液 50 質量份，添加水 50 質量份，進行 1 分鐘 25KHz 的超音

波處理，獲得水分散液。進行水分散性之評價，結果幾乎未認為有分離。

[實施例 9]

製備製造例 8 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒之 40 質量%的水分散液時為分散。相對於該水分散液 50 質量份，添加水 50 質量份，進行 1 分鐘 25KHz 的超音波處理，獲得水分散液。進行水分散性之評價，結果幾乎未認為有分離。

[實施例 10]

製備製造例 9 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒之 40 質量%的水分散液時為分散。相對於該水分散液 50 質量份，添加水 50 質量份，進行 1 分鐘 25KHz 的超音波處理，獲得水分散液。進行水分散性之評價，結果幾乎未認為有分離。

[比較例 1]

將製造例 1 製作的聚醚-聚酯嵌段共聚物樹脂微粒 20 質量份投入於乙酸乙酯 80 質量份中，與實施例 1 同樣進行超音波處理，獲得分散液。進行分散性之評價，結果為分離。

[比較例 2]

將市售的尼龍 12 微粒(Arkema 公司製 Orgasol，熔點 170℃)20 質量份投入於水 80 質量份中，並添加 Triton X-100(Aldrich 公司製)0.15 質量份當做分散劑，與實施例 1 同樣進行超音波處理，獲得水分散液。進行水分散液之評價，結果為分離。

[比較例 3]

將市售的尼龍 12 微粒 (Arkema 公司製 Orgasol, 熔點 170°C) 20 質量份投入於水 80 質量份中, 並添加 Triton X-100 (Aldrich 公司製) 1 質量份當做分散劑, 與實施例 1 同樣進行超音波處理, 獲得水分散液。進行水分散液之評價, 結果幾乎未認為有分離。

[比較例 4]

將市售的尼龍 12 微粒 (Arkema 公司製 Orgasol, 熔點 170°C) 20 質量份投入於乙酸乙酯 80 質量份中, 與實施例 1 同樣進行超音波處理, 獲得分散液。進行分散液之評價, 結果幾乎未認為有分離。

上述實施例與比較例之結果如表 1 所示。

比較例 1 中, 係以乙酸乙酯當做分散介質, 但是並未分散, 分散性不佳。

又, 比較例 2 中, 為不具有脂肪族聚醚單元之樹脂, 該樹脂微粒也不分散。

表 1

	分散液組成					分散性		塗膜評價	
	樹脂微粒	製造例	介質	分散劑	分散劑/樹脂微粒(%)	分散評價 1	分散評價 2	塗布評價 1	塗布評價 2
實施例 1	聚醚-聚酯 共聚物	製造例 1	水	無	0	○	○	◎	◎
實施例 2	聚醚-聚酯 共聚物	製造例 1	水	Triton X-100	0.75	○	○	○	○
實施例 3	聚醚-聚酯 共聚物	製造例 2	水	無	0	○	○	○	○
實施例 4	聚醚-聚酯 共聚物	製造例 3	水	無	0	○	○	○	○
實施例 5	聚醚-聚酯 共聚物	製造例 4	水	無	0	○	○	○	○
實施例 6	聚醚-聚酯 共聚物	製造例 5	水	無	0	○	○	○	○
實施例 7	聚醚-聚酯 共聚物	製造例 6	水	無	0	○	○	○	○
實施例 8	聚醚-聚酯 共聚物	製造例 7	水	無	0	○	○	○	○
實施例 9	聚醚-聚酯 共聚物	製造例 8	水	無	0	○	○	○	○
實施例 10	聚醚-聚酯 共聚物	製造例 9	水	無	0	○	○	○	○
比較例 1	聚醚-聚酯 共聚物		乙酸乙酯	無	0	×	×	-	-
比較例 2	尼龍 12		水	Triton X-100	0.75	×	×	-	-
比較例 3	尼龍 12		水	Triton X-100	5	○	○	×	×
比較例 4	尼龍 12		乙酸乙酯	無	0	○	○	-	-

[分散性之評價]

從實施例 1~10 及比較例 1，可知：將脂肪族聚醚單元共聚合而成的樹脂微粒，即使於不含分散劑的條件下，仍會良好的分散於水。另一方面，從實施例 2 與比較例 2~4 可知：不含脂肪族聚醚單元的樹脂微粒，僅會分散於有機溶劑，或含更多分散劑的水中。

<塗膜的外觀評價>

從實施例 1~10 及比較例 3，可知：藉由使用本發明之樹脂微粒水分散液，可獲得防止了分散劑造成的著色的外觀良好的塗膜。

【圖式簡單說明】

無。

【主要元件符號說明】

無。

發明專利說明書

PD1118151(3)

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：100134703

※申請日：100.9.27

※IPC 分類：

C08L 71/00
67/00

(2006.01)

(2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

樹脂微粒水分散液

RESIN PARTICLES WATER DISPERSION

二、中文發明摘要：

一種樹脂微粒水分液，其特徵為：包含樹脂微粒，該樹脂微粒係由含有脂肪族聚醚單元 10~90 質量%的共聚物而成，且熔點為 120℃ 以上，平均粒徑為 1μm 以上 100μm 以下。分散劑相對於共聚物 100 質量份，少於 1 質量份，或不含分散劑時特別有效。又，粒徑分布指數為 1~3 之微粒較佳。依照本發明，可獲得含有脂肪族聚醚單元之包含高耐熱性共聚物而成的樹脂微粒之極為實用的水分散液。

三、英文發明摘要：

Provided is resin particles water dispersion characterized by containing resin particles which are formed by copolymer comprising 10~90 % by mass of aliphatic polyether unit, have the melting point 120°C or more, and have an average particle diameter of 1 μ m or more to 100 μ m or less. It is particularly efficacious that a dispersant is less than 1 mass by part per 100 mass by part of copolymer or the dispersant is not contained in copolymer. Particularly, particle diameter distribution index is 1~3 particles. According to the present invention, it is able to obtain a useful water dispersion containing resin particles which are formed by copolymer having high heat resistance and comprising aliphatic polyether unit.

七、申請專利範圍：

- 1.一種樹脂微粒水分散液，其特徵為：包含樹脂微粒，該樹脂微粒係由含有 10~90 質量%的脂肪族聚醚單元之共聚物而成，且熔點為 120℃ 以上，平均粒徑為 1 μ m 以上 100 μ m 以下。
- 2.如申請專利範圍第 1 項之樹脂微粒水分散液，其中該樹脂微粒水分散液不含有分散劑，或含有但其相對於共聚物 100 質量份，少於 1 質量份。
- 3.如申請專利範圍第 1 項之樹脂微粒水分散液，其係粒徑分布指數為 1~3 之微粒。
- 4.如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之樹脂微粒水分散液，其中該含有 10~90 質量%的脂肪族聚醚單元共聚物，係包含脂肪族聚醚單元與結晶性聚酯單元而成的共聚物。

四、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：

無。

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無。