

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4404988号  
(P4404988)

(45) 発行日 平成22年1月27日 (2010. 1. 27)

(24) 登録日 平成21年11月13日 (2009. 11. 13)

(51) Int. Cl.

F I

C O 8 L 77/00 (2006. 01)

C O 8 L 77/00

C O 8 J 3/03 (2006. 01)

C O 8 J 3/03 C F G

C O 8 K 3/20 (2006. 01)

C O 8 K 3/20

請求項の数 5 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-113056  
 (22) 出願日 平成11年4月21日 (1999. 4. 21)  
 (65) 公開番号 特開2000-302966 (P2000-302966A)  
 (43) 公開日 平成12年10月31日 (2000. 10. 31)  
 審査請求日 平成18年2月21日 (2006. 2. 21)

(73) 特許権者 000195661  
 住友精化株式会社  
 兵庫県加古郡播磨町宮西 3 4 6 番地の 1  
 (74) 代理人 100086380  
 弁理士 吉田 稔  
 (74) 代理人 100103078  
 弁理士 田中 達也  
 (72) 発明者 荒木 英一  
 兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番地 住友精  
 化株式会社第 2 研究所内  
 (72) 発明者 杉原 範洋  
 兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番地 住友精  
 化株式会社第 2 研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリアミド樹脂水性分散液の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリアミド樹脂を、当該ポリアミド樹脂の末端カルボキシル基 1 モル当たり 0 . 2 ~ 3  
 モルの割合の塩基性物質を含む水性分散媒中に添加するステップと、前記ポリアミド樹脂  
 を前記水性分散媒中に重量平均粒子径が 0 . 1 μ m ~ 1 0 μ m のポリアミド樹脂粒子とし  
 て分散させるステップとを含み、

前記ポリアミド樹脂における末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合は 6 6 / 3 4 ~  
 9 2 / 8 であり、

前記末端カルボキシル基の量は、前記ポリアミド樹脂 1 k g 当たり 9 0 ~ 1 7 0 ミリモ  
 ルであり、

前記ポリアミド樹脂が、- [NH(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>CO]-、- [NH(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>NHCO(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CO]-、- [NH(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>NHCO  
 (CH<sub>2</sub>)<sub>8</sub>CO]-、- [NH(CH<sub>2</sub>)<sub>10</sub>CO]-、- [NH(CH<sub>2</sub>)<sub>11</sub>CO]- からなる群のみより選ばれた少なくとも  
 1 種のみを構造単位としている、ポリアミド樹脂水性分散液の製造方法。

【請求項 2】

前記塩基性物質が、アルカリ金属水酸化物である、請求項 1 に記載のポリアミド樹脂水  
 性分散液の製造方法。

【請求項 3】

前記ポリアミド樹脂の分散を 7 0 ~ 3 0 0 で行なう、請求項 1 または 2 に記載のポ  
 リアミド樹脂水性分散液の製造方法。

【請求項 4】

前記ポリアミド樹脂の分散を剪断力を加えて行なう、請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載のポリアミド樹脂水性分散液の製造方法。

【請求項 5】

ポリアミド樹脂分散粒子と、塩基性物質と、水と、を含み、かつ、

前記ポリアミド樹脂分散粒子は、重量平均粒子径が  $0.1 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$  であり、

前記ポリアミド樹脂における末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が  $66/34 \sim 92/8$  であり、

前記末端カルボキシル基の量は、前記ポリアミド樹脂  $1 \text{ kg}$  当たり  $90 \sim 170$  ミリモルとされており、

前記塩基性物質の添加量は、前記末端カルボキシル基  $1$  モル当たり  $0.2 \sim 3$  モルの割合であり、

前記ポリアミド樹脂が、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_5\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_6\text{NHCO}(\text{CH}_2)_4\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_6\text{NHCO}(\text{CH}_2)_8\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_{11}\text{CO}-$  からなる群のみより選ばれた少なくとも  $1$  種のみを構造単位としている、ポリアミド樹脂水性分散液。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ポリアミド樹脂水性分散液の製造方法に関する。さらに詳しくは、粒子径が小さく静置安定性に優れたポリアミド樹脂水性分散液の製造方法および該製造方法により得られたポリアミド樹脂水性分散液に関する。

【0002】

【従来の技術】

ポリアミド樹脂の水性分散液は、基材に対してポリアミド樹脂のコーティング塗膜を形成することにより、耐油性、耐溶剤性、耐薬品性、耐磨耗性、気体遮断性、接着性等を付与することができることから水性インキ、繊維処理剤、繊維目止め剤、紙処理剤、バインダー、潤滑剤、鋼板表面処理剤、表面改質剤および芯地接着などのホットメルト接着剤等に広く用いられている。

【0003】

ポリアミド樹脂は、製造プロセス上、乳化重合により製造できないため、それを水性媒体中に分散させたポリアミド樹脂水性分散液の製造方法については、従来より種々の提案がなされている。

【0004】

例えば、ポリアミド樹脂を有機溶剤に溶解し再沈殿した後、水溶媒に置換する製造方法が提案されている（特開昭 61 - 223059 号公報、特開昭 63 - 186738 号公報）。しかしながら、再沈殿により得られる粒子はその粒子径が大きいこと、また水溶媒に置換する際に粒子が再凝集する場合が多いこと、プロセスが煩雑であること等の問題がある。

【0005】

一方、水不溶性の有機溶剤に溶解したポリアミド樹脂溶液を、水性媒体中で乳化剤とともに、特殊な乳化装置を使用して高剪断力で攪拌乳化した後、有機溶剤を除去する、いわゆる後乳化法と呼ばれる製造方法も提案されている。しかしながら、ポリアミド樹脂は有機溶剤に対する溶解度が小さいため、後乳化法では非常に生産性が低く経済的な方法とはいえない。また、有機溶剤を除去する際の発泡の制御等、工程が複雑となり経済的に不利となる。さらに、製品中に有機溶剤や乳化剤が残存したり、作業環境の悪化、環境汚染を招く恐れがあるなど工業的に有利な方法とはいえない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、粒子径が小さく、静置安定性に優れたポリアミド樹脂水性分散液を容易に、しかも有機溶剤を使用せず安全にかつ安価に製造する方法を提供することを目的とするものである。

## 【 0 0 0 7 】

## 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討した結果、特定のポリアミド樹脂を特定量の塩基性物質を含む水性分散媒中に分散させると、ポリアミド樹脂中の末端カルボキシル基が親水性の塩となり、その結果、粒子径が小さく静置安定性に優れたポリアミド樹脂水性分散液が工業的に有利に得られることを見だし、本発明を完成した。

## 【 0 0 0 8 】

すなわち、本発明のポリアミド樹脂水性分散液の製造方法は、末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 60 / 40 ~ 100 / 0 であるポリアミド樹脂を、末端カルボキシル基 1 モル当たり 0.2 ~ 3 モルの割合の塩基性物質を含む水性分散媒中に分散させることを特徴とする。

10

## 【 0 0 0 9 】

また、本発明のポリアミド樹脂水性分散液は、末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 60 / 40 ~ 100 / 0 であって、重量平均粒子径 0.1 ~ 10  $\mu\text{m}$  のポリアミド樹脂の分散粒子と、該ポリアミド樹脂の末端カルボキシル基 1 モル当たり 0.2 ~ 3 モルの割合の塩基性物質と、水とを含むものである。

## 【 0 0 1 0 】

## 【発明の実施の形態】

本発明に用いられるポリアミド樹脂は、特に限定されるものではないが、その末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が、60 / 40 ~ 100 / 0 の範囲であるポリアミド樹脂が好適に用いられる。

20

## 【 0 0 1 1 】

前記ポリアミド樹脂の製造方法としては、公知の方法が用いられる。例えば、ジアミン、ジカルボン酸、 $\alpha$ -アミノ- $\beta$ -カルボン酸の重縮合または環状ラクタムの開環重合等の方法が挙げられる。ここで、重縮合または開環重合の際に重合調節剤として、ジカルボン酸またはモノカルボン酸を所定量用いることにより容易に末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 60 / 40 ~ 100 / 0 であるポリアミド樹脂を製造することができる。

## 【 0 0 1 2 】

前記ポリアミド樹脂の製造に用いられるジアミンの具体例としては、エチレンジアミン、トリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、1,7-ジアミノヘプタン、1,8-ジアミノオクタン、1,9-ジアミノノナン、1,10-ジアミノデカン、フェニレンジアミン、メタキシリレンジアミン等が挙げられる。

30

## 【 0 0 1 3 】

前記ポリアミド樹脂の製造に用いられるジカルボン酸の具体例としては、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ノナンジカルボン酸、デカンジカルボン酸、テトラデカンジカルボン酸、オクタデカンジカルボン酸、フマル酸、フタル酸、キシリレンジカルボン酸等が挙げられる。

## 【 0 0 1 4 】

前記ポリアミド樹脂の製造に用いられる $\alpha$ -アミノ- $\beta$ -カルボン酸の具体例としては、6-アミノカプロン酸、7-アミノヘプタン酸、9-アミノノナン酸、11-アミノウンデカン酸、12-アミノドデカン酸等が挙げられる。

40

## 【 0 0 1 5 】

前記ポリアミド樹脂の製造に用いられる環状ラクタムの具体例としては、 $\epsilon$ -カプロラクタム、 $\gamma$ -エナントラクタム、 $\gamma$ -ラウリルラクタム等が挙げられる。

## 【 0 0 1 6 】

前記重合調節剤として用いられるジカルボン酸の具体例としては、前記のジカルボン酸と同様のものが挙げられる。また、モノカルボン酸の具体例としては、カプロン酸、ヘプタン酸、ノナン酸、ウンデカン酸、ドデカン酸等が挙げられる。

## 【 0 0 1 7 】

50

前記の方法で得られるポリアミド樹脂の中、特に $-\text{NH}(\text{CH}_2)_5\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_6\text{NHCO}(\text{CH}_2)_4\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_6\text{NHCO}(\text{CH}_2)_8\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_{11}\text{CO}-$  からなる群より選ばれた少なくとも１種を構造単位とするポリアミド樹脂が好ましく用いられる。

【００１８】

それらの具体例としては、６－ナイロン、６６－ナイロン、６１０－ナイロン、１１－ナイロン、１２－ナイロン、６／６６共重合ナイロン、６／６１０共重合ナイロン、６／１１共重合ナイロン、６／１２共重合ナイロン、６／６６／１１共重合ナイロン、６／６６／１２共重合ナイロン、６／６６／１１／１２共重合ナイロン、６／６６／６１０／１１／１２共重合ナイロンなどが挙げられる。これら重合体または共重合体は、単独であっても２種以上の混合物であってもよい。

10

【００１９】

本発明に用いられる塩基性物質としては、水酸化ナトリウムや水酸化カリウムなどのアルカリ金属水酸化物やアンモニア、アミン化合物等が挙げられる。

とりわけ、水酸化ナトリウムや水酸化カリウムなどのアルカリ金属水酸化物が分散効果の点から好ましく用いられる。

【００２０】

前記塩基性物質の使用量は、ポリアミド樹脂の末端カルボキシル基１モル当たり０．２～３モル、好ましくは０．４～２モル、さらに好ましくは０．６～１．５モルである。塩基性物質の使用量が０．２モル未満では、ポリアミド樹脂の水性分散液を得るのが困難であり、３モルを越える場合、得られる水性分散液が強アルカリ性となり実用的でない。

20

【００２１】

前記末端カルボキシル基の量は特に限定されず、ポリアミド樹脂１ｋｇ当たり５０～３０００ミリモルの範囲が望ましく、１００～２０００ミリモルの範囲がさらに望ましい。末端カルボキシル基の多い方が、粒子径の小さい、安定な水分散液が得られる。

【００２２】

本発明の製造方法においては、ポリアミド樹脂水性分散液の物性を損なわない範囲で、前記塩基性物質の他に、ポリアクリル酸塩、ポリスチレンスルホン酸塩、スチレン無水マレイン酸塩、ポリビニルアルコール、ヒドロキシエチルセルロースなどの高分子分散剤、アルミナゾル、シリカゾル、リン酸カルシウムなどの無機分散剤、ロジン酸塩、脂肪酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩などのアニオン系界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エタノールアミドなどのノニオン性界面活性剤、両性界面活性剤等の添加剤を併用しても良い。また、酸化防止剤等の各種添加剤も添加することができる。

30

【００２３】

また本発明の製造方法は、水性分散媒中でポリアミド樹脂が軟化する温度以上、通常７０℃以上３００℃以下、好ましくは９０℃以上２２０℃以下で行なうと良い結果が得られる。７０℃より低い温度ではポリアミド樹脂の水性分散媒中での軟化が十分ではないため、均一な分散ができず、また３００℃より高い温度ではポリアミド樹脂の劣化が起こり好ましくないためである。

【００２４】

さらに、ポリアミド樹脂の分散を十分に行なうためには剪断力を加えると、より好ましい結果が得られる。剪断力は通常、攪拌手段、例えば攪拌羽根等を回転することにより加えられる。攪拌羽根の回転数は通常、毎分１００～５００回転で行なう。毎分１００回転より少ない回転では分散が十分に行なわれず、また５００回転より多くてもそれに伴う効果が見られず経済的に不利であるためである。

40

【００２５】

本発明に用いられる分散媒としての水の量は、通常ポリアミド樹脂１００重量部に対して３０～１５００重量部、好ましくは１００～５００重量部の範囲である。水の使用量が３０重量部未満であると、ポリアミド樹脂が十分に水中に分散できず、また１５００重量部を超えて使用しても、得られるポリアミド樹脂水性分散液の濃度が薄くなり、その使用上

50

好ましくない。

【0026】

本発明のポリアミド樹脂水性分散液の製造方法としては、

(1) 分散槽中に、所定量のポリアミド樹脂、水および塩基性物質とを一括して供給し、ポリアミド樹脂が水性分散媒中で軟化する温度まで、毎分100～500回転で撹拌しながら加熱する。引き続き、ポリアミド樹脂が水性分散媒中で軟化する温度以上に保持して、毎分100～500回転で10～60分程度撹拌して水性分散液を得る方法、

(2) あらかじめポリアミド樹脂が水性分散媒中で軟化する温度以上に加熱され加圧下にある分散槽中に、毎分100～500回転で撹拌しながら所定量の溶融させたポリアミド樹脂、水および塩基性物質をそれぞれ圧入する。引き続き、ポリアミド樹脂が水性分散媒中で軟化する温度以上に保持して、毎分100～500回転で10～60分程度撹拌することにより剪断力を加えて水性分散液を得る方法が挙げられる。

10

【0027】

得られた水性分散液を室温まで冷却することにより、その過程で何ら凝集することなく重量平均粒子径0.1～10 $\mu$ mの微細なポリアミド樹脂水性分散液が得られる。

【0028】

前記分散槽としては、ポリアミド樹脂が水性分散媒中で軟化する温度以上の温度に加熱できる手段と、内容物に剪断力を与えることのできる撹拌手段を備えた耐圧容器であれば好みに限定されず、例えば、撹拌機付き耐圧オートクレーブ等を使用すれば良い。

【0029】

本発明においては、水性分散媒中で軟化したポリアミド樹脂は、撹拌により、剪断力を受けると共に、本発明の塩基性物質の作用でポリアミド樹脂中の末端カルボシキル基が親水性のアルカリ塩となる結果、水中で安定な乳化剤の役割を果たし、重量平均粒子径が0.1～10 $\mu$ mの微細な樹脂液滴の分散液となる。

20

【0030】

さらに、得られたポリアミド樹脂水性分散液は半透膜等を用いる等、適当な濃縮手段を用いて任意の濃度に調整してもよい。

【0031】

本発明の第2の側面は、かくして得られたカルボキシル基と末端アミノ基の割合が60/40～100/0であって、重量平均粒子径0.1～10 $\mu$ mのポリアミド樹脂の分散粒子と、該ポリアミド樹脂の末端カルボキシル基1モル当たり0.2～3モルの割合の塩基性物質と、水を含むポリアミド樹脂水性分散液である。

30

【0032】

また、得られたポリアミド樹脂水性分散液をそのまま、または遠心分離や濾過により固液分離した後、噴霧乾燥等の乾燥手段によって微粉末化し使用することもできる。

【0033】

【実施例】

以下に実施例および比較例を挙げ、本発明を具体的に説明するが、本発明はこれら実施例によって何ら限定されるものではない。

【0034】

【実施例1】

直径350mmのタービン型撹拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/66/12共重合ナイロン(末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が87/13、末端カルボキシル基130ミリモル/kg)120kg、水179.6kgおよび水酸化ナトリウム0.4kg(10モル)とを仕込み密閉した。次に、撹拌機を始動し毎分150回転で撹拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を150℃まで昇温した。内温を150℃に保ちながら、さらに30分間撹拌した後、内容物を50℃まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

40

【0035】

50

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製SALD2000）で測定したところ、重量平均粒子径は $1.2\text{ }\mu\text{m}$ であり、50で1ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

【0036】

【実施例2】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/66/12共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が92/8、末端カルボキシル基165ミリモル/kg）120kg、水178.8kgおよび水酸化カリウム1.2kg（21.8モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分150回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を150まで昇温した。内温を150に保ちながら、さらに30分間攪拌した後、内容物を50まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

10

【0037】

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製SALD2000）で測定したところ、重量平均粒子径は $0.3\text{ }\mu\text{m}$ であり、50で1ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

【0038】

20

【実施例3】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/66/11/12共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が72/28、末端カルボキシル基170ミリモル/kg）120kg、水179.2kgおよび水酸化ナトリウム0.8kg（20モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分150回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を170まで昇温した。内温を170に保ちながら、さらに30分間攪拌した後、内容物を50まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

【0039】

30

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製SALD2000）で測定したところ、重量平均粒子径は $1.1\text{ }\mu\text{m}$ であり、50で1ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

【0040】

【実施例4】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/12共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が88/12、末端カルボキシル基120ミリモル/kg）120kg、水179.4kgおよび水酸化カリウム0.6kg（10.7モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分150回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を170まで昇温した。内温を170に保ちながら、さらに30分間攪拌した後、内容物を50まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

40

【0041】

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製SALD2000）で測定したところ、重量平均粒子径は $1.8\text{ }\mu\text{m}$ であり、50で1ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

【0042】

50

**【実施例 5】**

直径 350 mm のタービン型攪拌羽根を備えた内径 700 mm、高さ 1500 mm、内容積 450 L のジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6 / 66 / 610 / 11 / 12 共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 66 / 34、末端カルボキシル基 120 ミリモル / kg）120 kg、水 179.5 kg および水酸化ナトリウム 0.5 kg（12.5 モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分 150 回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を 150 まで昇温した。内温を 150 に保ちながら、さらに 30 分間攪拌した後、内容物を 50 まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

10

**【0043】**

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製 SALD 2000）で測定したところ、重量平均粒子径は 2.3  $\mu\text{m}$  であり、50 で 1 ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

**【0044】****【実施例 6】**

直径 350 mm のタービン型攪拌羽根を備えた内径 700 mm、高さ 1500 mm、内容積 450 L のジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、12 - ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 85 / 15、末端カルボキシル基 90 ミリモル / kg）120 kg、水 179.2 kg および水酸化ナトリウム 0.4 kg（10 モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分 150 回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を 200 まで昇温した。内温を 200 に保ちながら、さらに 30 分間攪拌した後、内容物を 50 まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

20

**【0045】**

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製 SALD 2000）で測定したところ、重量平均粒子径は 3.8  $\mu\text{m}$  であり、50 で 1 ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

30

**【0046】****【比較例 1】**

直径 350 mm のタービン型攪拌羽根を備えた内径 700 mm、高さ 1500 mm、内容積 450 L のジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6 / 66 / 12 共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 87 / 13、末端カルボキシル基 130 ミリモル / kg）120 kg および水 180.0 kg を仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分 150 回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を 150 まで昇温した。内温を 150 に保ちながら、さらに 30 分間攪拌した後、内容物を 50 まで冷却した。ポリアミド樹脂は塊状であり、水性分散液は得られなかった。

40

**【0047】****【比較例 2】**

直径 350 mm のタービン型攪拌羽根を備えた内径 700 mm、高さ 1500 mm、内容積 450 L のジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6 / 66 / 12 共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 87 / 13、末端カルボキシル基 130 ミリモル / kg）120 kg、水 179.6 kg および水酸化ナトリウム 0.1 kg（2.5 モル）を仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分 150 回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を 150 まで昇温した。内温を 150 に保ちながら、さらに 30 分間攪拌した後、内容物を 50 まで冷却した。ポリアミド樹脂は凝集した状態であり、水性分散液は得られなかった。

50

## 【 0 0 4 8 】

## 【比較例 3】

直径 3 5 0 m m のタービン型攪拌羽根を備えた内径 7 0 0 m m , 高さ 1 5 0 0 m m 、内容積 4 5 0 L のジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6 / 6 6 / 1 2 共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 1 8 / 8 2 、末端カルボキシル基 3 0 ミリモル / k g ） 1 2 0 k g 、水 1 7 9 . 6 k g および水酸化ナトリウム 0 . 1 4 k g （ 3 . 5 モル）を仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分 1 5 0 回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を 1 5 0 まで昇温した。内温を 1 5 0 に保ちながら、さらに 3 0 分間攪拌した後、内容物を 5 0 まで冷却した。ポリアミド樹脂が凝集した状態であり、水性分散液は得られなかった。

10

## 【 0 0 4 9 】

## 【比較例 4】

直径 3 5 0 m m のタービン型攪拌羽根を備えた内径 7 0 0 m m , 高さ 1 5 0 0 m m 、内容積 4 5 0 L のジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6 / 6 6 / 1 2 共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 1 8 / 8 2 、末端カルボキシル基 3 0 ミリモル / k g ） 1 2 0 k g 、水 1 7 9 . 6 k g および水酸化ナトリウム 0 . 4 k g （ 1 0 モル）を仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分 1 5 0 回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を 1 5 0 まで昇温した。内温を 1 5 0 に保ちながら、さらに 3 0 分間攪拌した後、内容物を 5 0 まで冷却した。ポリアミド樹脂が凝集した状態であり、水性分散液は得られなかった。

20

## 【 0 0 5 0 】

## 【発明の効果】

本発明の製造方法によると、特定のポリアミド樹脂を塩基性物質を含む水性分散媒中に分散させることにより、該ポリアミド樹脂の末端カルボキシル基を親水性の塩とし、その結果、粒子径が小さく静置安定性に優れたポリアミド樹脂水性分散液を容易に、しかも有機溶剤を使用せず安全にかつ安価に製造することができる。



---

フロントページの続き

- (72)発明者 中尾 佳一郎  
兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番地 住友精化株式会社第 2 研究所内
- (72)発明者 眞鍋 浩司  
兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番地 住友精化株式会社第 2 研究所内

審査官 中島 玲奈

- (56)参考文献 特表平 0 6 - 5 0 9 8 2 4 ( J P , A )  
特開昭 6 2 - 2 4 3 6 1 9 ( J P , A )  
特表平 0 5 - 5 0 7 5 2 1 ( J P , A )  
特表平 0 5 - 5 0 7 1 1 4 ( J P , A )  
米国特許第 0 2 9 2 6 1 1 7 ( U S , A )  
特開昭 6 2 - 0 1 0 1 6 4 ( J P , A )  
特開平 0 2 - 0 0 4 8 6 2 ( J P , A )

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
- C08G 69/00 - 69/50  
C08L 77/00  
C08J 3/00 - 3/28  
C08K 3/20  
C09D 1/00 - 10/00  
C09D 101/00 - 201/10