

(19) 国家知识产权局



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115836104 A

(43) 申请公布日 2023.03.21

(21) 申请号 202180049328.0

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

(22) 申请日 2021.07.13

责任公司 11219

(30) 优先权数据

专利代理人 鲁雯雯 金龙河

2020-120847 2020.07.14 JP

(51) Int.Cl.

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

C08J 3/03 (2006.01)

2023.01.10

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2021/026223 2021.07.13

(87) PCT国际申请的公布数据

W02022/014556 JA 2022.01.20

(71) 申请人 住友精化株式会社

地址 日本兵库县

(72) 发明人 角高育实 桥本直树

权利要求书1页 说明书9页

(54) 发明名称

聚酯树脂水性分散组合物及其制造方法

(57) 摘要

本发明提供能够高效地制造具有良好的乳化状态并且具有优良的粘接性的聚酯水性分散组合物的方法。更具体而言，本发明提供一种聚酯树脂水性分散组合物的制造方法，其包括下述工序：向聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物中进一步混合3~10质量%的聚乙烯醇水溶液，以使所得的混合物中的聚酯和聚乙烯醇的合计含量为78~88质量%。

1. 一种聚酯树脂水性分散组合物的制造方法,其包括下述工序:
 - (2) 向聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物中进一步混合3~10质量%的聚乙烯醇水溶液,以使所得到的混合物中的聚酯和聚乙烯醇的合计含量为78~88质量%。
2. 根据权利要求1所述的方法,其中,在工序(2)之前还包括下述工序:
 - (1) 将聚酯和聚乙烯醇熔融混炼。
3. 根据权利要求2所述的方法,其中,在工序(1)中,相对于聚酯100质量份,熔融混炼聚乙烯醇0.1~5质量份。
4. 根据权利要求1~3中任一项所述的方法,其中,在工序(2)之后还包括下述工序:
 - (3) 向所得到的混合物中加入水。
5. 根据权利要求4所述的方法,其中,在工序(3)中,以使加入水后的组合物中的聚酯树脂含量为40~70质量%的方式加入水。
6. 根据权利要求1~5中任一项所述的方法,其中,工序(2)的聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物为在该聚酯的熔点以上且低于该聚乙烯醇的熔点的温度下将聚酯和聚乙烯醇熔融混炼而得到的物质。
7. 根据权利要求1~6中任一项所述的方法,其中,工序(2)的混合在所述聚酯的熔点以上且低于该聚乙烯醇的熔点、并且进行用于制备所述熔融混炼物的熔融混炼的温度以下的温度下进行。
8. 根据权利要求1~7中任一项所述的方法,其中,相对于聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼中使用的聚乙烯醇量1质量份,3~10质量%的聚乙烯醇水溶液中所含的聚乙烯醇量为0.8~6质量份。
9. 一种聚酯树脂水性分散组合物,其通过权利要求1~8中任一项所述的制造方法得到。

聚酯树脂水性分散组合物及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及聚酯树脂水性分散组合物的制造方法等。需要说明的是，本说明书中记载的所有文献的内容通过参照而整合到本说明书中。

背景技术

[0002] 聚酯树脂水性分散组合物可用于例如粘合剂、纤维用处理剂等各种用途。

[0003] 现有技术文献

[0004] 专利文献

[0005] 专利文献1：日本特开2001-310944号公报

[0006] 专利文献2：日本特开平10-139884号公报

[0007] 专利文献3：日本特表2004-500466号公报

[0008] 专利文献4：日本特开2011-032471号公报

发明内容

[0009] 发明所要解决的问题

[0010] 考虑到这些用途，作为聚酯树脂水性分散组合物，优选聚酯树脂稳定地分散于水性介质中、具有良好的乳化状态并且具有优良的粘接性的聚酯树脂水性分散组合物。

[0011] 本发明人为了找到能够高效地制造该优选的聚酯水性分散组合物的方法而进行了研究。

[0012] 用于解决问题的方法

[0013] 本发明人发现了如下可能性，通过向聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物中进一步混合特定浓度的聚乙烯醇水溶液，以使所得到的混合物中的聚酯和聚乙烯醇的合计含量为特定浓度，能够制造该优选的聚酯树脂水性分散组合物，并进一步反复进行了改良。

[0014] 本发明包括例如以下的项中记载的主题。

[0015] 项1.

[0016] 一种聚酯树脂水性分散组合物的制造方法，其包括下述工序：

[0017] (2) 向聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物中进一步混合3～10质量%的聚乙烯醇水溶液，以使所得到的混合物中的聚酯和聚乙烯醇的合计含量为78～88质量%。

[0018] 项2.

[0019] 根据项1所述的方法，其中，在工序(2)之前还包括下述工序：

[0020] (1) 将聚酯和聚乙烯醇熔融混炼。

[0021] 项3.

[0022] 根据项2所述的方法，其中，在工序(1)中，相对于聚酯100质量份，熔融混炼聚乙烯醇0.1～5质量份。

[0023] 项4.

[0024] 根据项1～3中任一项所述的方法，其中，在工序(2)之后还包括下述工序：

- [0025] (3) 向所得到的混合物中加入水。
- [0026] 项5.
- [0027] 根据项4所述的方法,其中,在工序(3)中,以使加入水后的组合物中的聚酯树脂含量为40~70质量%的方式加入水。
- [0028] 项6.
- [0029] 根据项1~5中任一项所述的方法,其中,工序(2)的聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物为在该聚酯的熔点以上且低于该聚乙烯醇的熔点的温度下将聚酯和聚乙烯醇熔融混炼而得到的物质。
- [0030] 项7.
- [0031] 根据项1~6中任一项所述的方法,其中,工序(2)的混合在前述聚酯的熔点以上且低于该聚乙烯醇的熔点、并且进行用于制备前述熔融混炼物的熔融混炼的温度以下的温度下进行。
- [0032] 项8.
- [0033] 根据项1~7中任一项所述的方法,其中,相对于聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼中使用的聚乙烯醇量1质量份,3~10质量%的聚乙烯醇水溶液中所含的聚乙烯醇量为0.8~6质量份。
- [0034] 项9.
- [0035] 一种聚酯树脂水性分散组合物的制造方法,其包括下述工序:
- [0036] 在上游侧具备第一供给口和第二供给口的双螺杆挤出机中,
- [0037] 从第一供给口投入聚酯和聚乙烯醇并进行熔融混炼;以及
- [0038] 从第二供给口供给3~10质量%的聚乙烯醇水溶液并进行混合,以使所得到的混合物中的聚酯和聚乙烯醇的合计含量为78~88质量%。
- [0039] 项10.
- [0040] 一种聚酯树脂水性分散组合物的制造方法,其包括下述工序:
- [0041] 在上游侧具备第一供给口、第二供给口和第三供给口的双螺杆挤出机中,
- [0042] 从第一供给口投入聚酯和聚乙烯醇并进行熔融混炼;
- [0043] 从第二供给口供给3~10质量%的聚乙烯醇水溶液并进行混合,以使所得到的混合物中的聚酯和聚乙烯醇的合计含量为78~88质量%;以及
- [0044] 从第三供给口供给水。
- [0045] 项A.
- [0046] 一种聚酯树脂水性分散组合物,其通过项1~10中任一项所述的制造方法得到。
- [0047] 发明效果
- [0048] 可提供能够高效地制造具有良好的乳化状态并且具有优良的粘接性的聚酯水性分散组合物。

具体实施方式

[0049] 以下,对本发明中包括的各实施方式进一步详细地进行说明。本发明优选包括聚酯水性分散组合物的制造方法等,但是当然不限于这些,本发明包括本说明书中公开的、本领域技术人员能够意识到的全部内容。

[0050] 本发明中包括的聚酯水性分散组合物的制造方法包括下述工序：(2)向聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物中进一步混合3~10质量%的聚乙烯醇水溶液，以使所得到的混合物中的聚酯和聚乙烯醇的合计含量为78~88质量%。本说明书中，有时将本发明中包括的该制造方法称为“本发明的制造方法”。

[0051] 作为本发明的制造方法中使用的聚酯，优选二羧酸与二醇的共聚物。该共聚物可以通过二羧酸与二醇的缩聚而得到。该缩聚例如可以通过公知的方法或能够由公知的方法容易地想到的方法来进行。

[0052] 另外，聚酯优选熔点为约50℃~约200℃的聚酯。该熔点的上限或下限可以为例如60℃、70℃、80℃、90℃、100℃、110℃、120℃、130℃、140℃、150℃、160℃、170℃、180℃或190℃。例如，该熔点可以为60~190℃。另外，聚酯优选重均分子量为约5000~约60000的聚酯。该范围的上限或下限可以为例如6000、7000、8000、9000、10000、11000、12000、13000、14000、15000、16000、17000、18000、19000、20000、21000、22000、23000、24000、25000、26000、27000、28000、29000、30000、31000、32000、33000、34000、35000、36000、37000、38000、39000、40000、41000、42000、43000、44000、45000、46000、47000、48000、49000、50000、51000、52000、53000、54000、55000、56000、57000、58000或59000。该范围可以为例如6000~59000。

[0053] 作为前述二羧酸，可优选列举例如对苯二甲酸、间苯二甲酸和邻苯二甲酸等。二羧酸可以单独使用1种或组合使用2种以上。

[0054] 作为前述二醇，可优选列举例如乙二醇、二乙二醇、聚乙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇和1,6-己二醇等。二醇可以单独使用1种或组合使用2种以上。

[0055] 作为本发明的制造方法中使用的聚乙烯醇，优选例如重均分子量为约500~约2500的聚乙烯醇。该重均分子量范围的上限或下限可以为例如600、700、800、900、1000、1100、1200、1300、1400、1500、1600、1700、1800、1900、2000、2100、2200、2300或2400。例如，重均分子量可以为600~2400。另外，优选皂化度为70~99摩尔%的聚乙烯醇。即，聚乙烯醇在通过对聚乙酸乙烯酯进行皂化而制造时，优选其皂化度为70~99摩尔%。该皂化度的上限或下限可以为例如71摩尔%、72摩尔%、73摩尔%、74摩尔%、75摩尔%、76摩尔%、77摩尔%、78摩尔%、79摩尔%、80摩尔%、81摩尔%、82摩尔%、83摩尔%、84摩尔%、85摩尔%、86摩尔%、87摩尔%、88摩尔%、89摩尔%、90摩尔%、91摩尔%、92摩尔%、93摩尔%、94摩尔%、95摩尔%、96摩尔%、97摩尔%或98摩尔%。例如，该皂化度可以为71~98摩尔%。

[0056] 前述聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物例如可以使用挤出机(特别是双螺杆挤出机)制备。本发明的制造方法中，可以在上述工序(2)之前还包括(1)将聚酯和聚乙烯醇熔融混炼的工序。

[0057] 需要说明的是，将聚酯和聚乙烯醇熔融混炼而得到的树脂在本说明书中也记作聚酯树脂。更具体而言，本说明书中的聚酯树脂可以称为聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物中所含的、含有聚酯的树脂。

[0058] 聚酯树脂只要是含有聚酯的树脂就没有特别限制。例如，可以为实质上仅由聚酯构成的树脂，也可以是含有聚酯和聚乙烯醇的树脂。需要说明的是，在所使用的聚酯的熔点以上且低于所使用的聚乙烯醇的熔点的温度下进行前述熔融混炼时，所得到的聚酯树脂可以成为实质上仅由聚酯构成的树脂。在得到实质上仅由聚酯构成的树脂的情况下，前述熔

融混炼温度虽然也取决于所使用的聚酯的熔点,但是可例示例如约100℃～约180℃。该范围的上限或下限可以为例如101℃、102℃、103℃、104℃、105℃、106℃、107℃、108℃、109℃、110℃、111℃、112℃、113℃、114℃、115℃、116℃、117℃、118℃、119℃、120℃、121℃、122℃、123℃、124℃、125℃、126℃、127℃、128℃、129℃、130℃、131℃、132℃、133℃、134℃、135℃、136℃、137℃、138℃、139℃、140℃、141℃、142℃、143℃、144℃、145℃、146℃、147℃、148℃、149℃、150℃、151℃、152℃、153℃、154℃、155℃、156℃、157℃、158℃、159℃、160℃、161℃、162℃、163℃、164℃、165℃、166℃、167℃、168℃、169℃、170℃、171℃、172℃、173℃、174℃、175℃、176℃、177℃、178℃或179℃。例如,该范围可以为110～170℃或120～160℃。

[0059] 在聚酯树脂为含有聚酯和聚乙烯醇的树脂的情况下,优选相对于聚酯树脂100质量份含有例如0.5～20质量份的聚乙烯醇。该范围的上限或下限可以为例如1质量份、2质量份、3质量份、4质量份、5质量份、6质量份、7质量份、8质量份、9质量份、10质量份、11质量份、12质量份、13质量份、14质量份、15质量份、16质量份、17质量份、18质量份或19质量份。例如,该范围可以为1～19质量份。另外,关于聚酯与聚乙烯醇的含有比例,优选相对于聚酯100质量份、聚乙烯醇为0.1～5质量份。该范围的上限或下限可以为0.2质量份、0.3质量份、0.4质量份、0.5质量份、0.6质量份、0.7质量份、0.8质量份、0.9质量份、1质量份、1.1质量份、1.2质量份、1.3质量份、1.4质量份、1.5质量份、1.6质量份、1.7质量份、1.8质量份、1.9质量份、2质量份、2.1质量份、2.2质量份、2.3质量份、2.4质量份、2.5质量份、2.6质量份、2.7质量份、2.8质量份、2.9质量份、3质量份、3.1质量份、3.2质量份、3.3质量份、3.4质量份、3.5质量份、3.6质量份、3.7质量份、3.8质量份、3.9质量份、4质量份、4.1质量份、4.2质量份、4.3质量份、4.4质量份、4.5质量份、4.6质量份、4.7质量份、4.8质量份或4.9质量份。例如该范围可以为0.2～4质量份。

[0060] 另外,聚酯树脂中优选含有90～100质量%的聚酯。该范围的上限或下限可以为例如91质量%、92质量%、93质量%、94质量%、95质量%、96质量%、97质量%、98质量%或99质量%。例如,该范围可以为91～99质量%。聚酯树脂中,除了聚酯和聚乙烯醇以外,还可以以不损害本发明的组合物的效果的范围含有其它树脂。例如,可以含有聚酯以外的通常的热塑性树脂(聚烯烃及其共聚物、聚酰胺、聚氨酯等)。另外,可以含有聚乙烯醇以外的高分子系的乳化剂(环氧乙烷-环氧丙烷共聚物、聚乙烯基醚、聚丙烯酰胺、羟乙基纤维素)、防腐剂等。这些成分例如可以在熔融混炼阶段混合到聚酯树脂中。

[0061] 需要说明的是,虽然没有特别限制,但是聚酯树脂优选实质上仅由聚酯构成的树脂或者仅由聚酯和聚乙烯醇构成的树脂。

[0062] 聚酯树脂的中位粒径优选例如为约0.1μm～约5μm。该范围可以为例如0.2μm、0.3μm、0.4μm、0.5μm、0.6μm、0.7μm、0.8μm、0.9μm、1μm、1.1μm、1.2μm、1.3μm、1.4μm、1.5μm、1.6μm、1.7μm、1.8μm、1.9μm、2μm、2.1μm、2.2μm、2.3μm、2.4μm、2.5μm、2.6μm、2.7μm、2.8μm、2.9μm、3μm、3.1μm、3.2μm、3.3μm、3.4μm、3.5μm、3.6μm、3.7μm、3.8μm、3.9μm、4μm、4.1μm、4.2μm、4.3μm、4.4μm、4.5μm、4.6μm、4.7μm、4.8μm或4.9μm。例如该范围可以为0.5～3μm。

[0063] 需要说明的是,该中位粒径为中值粒径,为通过激光衍射式粒度分布测定法测定得到的值。即,为利用激光衍射式粒度分布测定装置对聚酯树脂水性分散组合物进行测定时得到的值。作为该测定装置,可列举例如SHIMADZU公司制造的SALD2300。

[0064] 在本发明的制造方法所包括的上述工序(2)中,向聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物中进一步混合3~10质量%的聚乙烯醇水溶液。该范围(3~10质量%)的上限或下限可以为例如3.5质量%、4质量%、4.5质量%、5质量%、5.5质量%、6质量%、6.5质量%、7质量%、7.5质量%、8质量%、8.5质量%、9质量%或9.5质量%。例如,该范围可以为3.5~8质量%。

[0065] 该混合以使所得到的混合物中的聚酯和聚乙烯醇的合计含量为78~88质量%的方式来进行。即,以使存在于聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼物中的聚酯和聚乙烯醇与存在于3~10质量%的聚乙烯醇水溶液中的聚乙烯醇全部合计的量为所得到的混合物的78~88质量%的方式来进行该混合。需要说明的是,该范围(78~88质量%)的上限或下限可以为例如78.5质量%、79质量%、79.5质量%、80质量%、80.5质量%、81质量%、81.5质量%、82质量%、82.5质量%、83质量%、83.5质量%、84质量%、84.5质量%、85质量%、85.5质量%、86质量%、86.5质量%、87质量%或87.5质量%。该范围可以为例如78.5~87.5质量%。

[0066] 该混合例如可以使用挤出机(特别是双螺杆挤出机)来进行。

[0067] 需要说明的是,该混合优选在所使用的聚酯的熔点以上且低于所使用的聚乙烯醇的熔点的温度下进行。并且,优选为进行聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼的温度以下的温度。虽然也取决于所使用的聚酯的熔点,但是可以例示例如约100℃~约170℃。该范围的上限或下限可以为例如101℃、102℃、103℃、104℃、105℃、106℃、107℃、108℃、109℃、110℃、111℃、112℃、113℃、114℃、115℃、116℃、117℃、118℃、119℃、120℃、121℃、122℃、123℃、124℃、125℃、126℃、127℃、128℃、129℃、130℃、131℃、132℃、133℃、134℃、135℃、136℃、137℃、138℃、139℃、140℃、141℃、142℃、143℃、144℃、145℃、146℃、147℃、148℃、149℃、150℃、151℃、152℃、153℃、154℃、155℃、156℃、157℃、158℃、159℃、160℃、161℃、162℃、163℃、164℃、165℃、166℃、167℃、168℃或169℃。例如,该范围可以为110~165℃或120~160℃。

[0068] 通过该混合,所得到的混合液优选可以被乳化。

[0069] 需要说明的是,聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼中,例如,优选相对于聚酯100质量份、熔融混炼聚乙烯醇约0.1质量份~约5质量份。该范围(0.1~5质量份)的上限或下限可以为0.2质量份、0.3质量份、0.4质量份、0.5质量份、0.6质量份、0.7质量份、0.8质量份、0.9质量份、1质量份、1.1质量份、1.2质量份、1.3质量份、1.4质量份、1.5质量份、1.6质量份、1.7质量份、1.8质量份、1.9质量份、2质量份、2.1质量份、2.2质量份、2.3质量份、2.4质量份、2.5质量份、2.6质量份、2.7质量份、2.8质量份、2.9质量份、3质量份、3.1质量份、3.2质量份、3.3质量份、3.4质量份、3.5质量份、3.6质量份、3.7质量份、3.8质量份、3.9质量份、4质量份、4.1质量份、4.2质量份、4.3质量份、4.4质量份、4.5质量份、4.6质量份、4.7质量份、4.8质量份或4.9质量份。例如,该范围可以为0.2~4质量份。

[0070] 另外,关于聚酯和聚乙烯醇的熔融混炼中使用的聚乙烯醇量与工序(2)中使用的3~10质量%的聚乙烯醇水溶液中所含的聚乙烯醇量,优选相对于前者1质量份、例如后者为约0.2质量份~约50质量份。该范围(0.2~50质量份)的上限或下限可以为0.3质量份、0.4质量份、0.5质量份、0.6质量份、0.7质量份、0.8质量份、0.9质量份、1质量份、2质量份、3质量份、4质量份、5质量份、6质量份、7质量份、8质量份、9质量份、10质量份、11质量份、12质量份、13质量份、14质量份、15质量份、16质量份、17质量份、18质量份、19质量份、20质量份、21质量份、22质量份、23质量份、24质量份、25质量份、26质量份、27质量份、28质量份、29质量份。

份、30质量份、31质量份、32质量份、33质量份、34质量份、35质量份、36质量份、37质量份、38质量份、39质量份、40质量份、41质量份、42质量份、43质量份、44质量份、45质量份、46质量份、47质量份、48质量份或49质量份。例如，该范围可以为0.6～6.5质量份。该范围更优选为例如0.8～6质量份或1～5质量份。

[0071] 可以将通过该工序(2)的混合而得到的混合物优选作为本发明的聚酯树脂水性分散组合物使用。

[0072] 另外，本发明的制造方法中，可以在工序(2)之后根据需要(例如为了降低聚酯树脂水性分散组合物的粘度或聚酯树脂浓度)还包括(3)向所得到的混合物中加入水的工序。该水的加入例如优选以使加入水后的组合物中的聚酯树脂含量为40～70质量%的方式来进行。该范围的上限或下限可以为例如41质量%、42质量%、43质量%、44质量%、45质量%、46质量%、47质量%、48质量%、49质量%、50质量%、51质量%、52质量%、53质量%、54质量%、55质量%、56质量%、57质量%、58质量%、59质量%、60质量%、61质量%、62质量%、63质量%、64质量%、65质量%、66质量%、67质量%、68质量%或69质量%。例如，该范围可以为45～65质量%。

[0073] 需要说明的是，工序(1)和(2)例如可以通过使用在上游侧具备第一供给口和第二供给口的双螺杆挤出机更加高效地进行。另外，工序(1)～(3)例如可以通过使用在上游侧具备第一供给口、第二供给口和第三供给口的双螺杆挤出机更加高效地进行。

[0074] 例如，可以从第一供给口投入聚酯和聚乙烯醇并进行熔融混炼，从第二供给口供给3～10质量%的聚乙烯醇水溶液并进行混合，以使所得到的混合物中的聚酯和聚乙烯醇的合计含量为78～88质量%，由此进行工序(1)和(2)。

[0075] 另外，例如，可以进一步通过从第三供给口供水来进行工序(3)。

[0076] 需要说明的是，本说明书中的“含有”也包括“实质上由……构成”和“由……构成”(The term "comprising" includes "consisting essentially of" and "consisting of.")。另外，本发明包括本说明书中说明的构成要件的所有任意组合。

[0077] 另外，在限定本发明所包括的主题时，上述的本发明的各实施方式中说明的各种特性(性质、结构、功能等)可以任意组合。即，本发明中包括含有本说明书中记载的可组合的各特性的任意组合的所有主题。

[0078] 实施例

[0079] 以下示出例子来更具体地说明本发明的实施方式，但是本发明的实施方式不限于下述例子。

[0080] 需要说明的是，在以下的研究中，聚乙烯醇均使用可乐丽株式会社的商品名“Poval 40-80E”(皂化度79～81摩尔%)。

[0081] 实施例1

[0082] 在双螺杆挤出机(株式会社池贝制造的PCM-30、L/D=41.5、机筒长度1260mm)的上游侧的距前端80mm的位置处设置的第一供给口设置2个料斗，从2个料斗分别以40kg/小时投入聚酯(熔点95℃)、以0.48kg/小时投入聚乙烯醇。

[0083] 至设置于双螺杆挤出机的上游侧的距前端480mm的位置处的第二供给口为止，以机筒温度140℃、转速450rpm进行熔融混炼，然后，使用柱塞泵从第二供给口以9.2kg/小时供给浓度为8质量%的聚乙烯醇水溶液。

[0084] 从第二供给口至设置于双螺杆挤出机的上游侧的距前端1000mm的位置处的第三供给口为止,以机筒温度120℃、转速450rpm、固体成分(聚酯和聚乙烯醇的合计)浓度为83质量%的条件进行混炼、乳化,然后,使用柱塞泵从第三供给口以29.5kg/小时供给纯水,从第三供给口至双螺杆挤出机的出口为止,以机筒温度90℃、转速450rpm的条件进行混炼,然后从双螺杆挤出机排出。在进行10分钟该运转、直至运转稳定后,打开转换阀,将聚酯树脂水性分散液投入到具备螺旋桨型搅拌棒(螺旋桨直径58mm、3片叶片)的内容积为5L的搅拌槽中,以500rpm搅拌分散液。

[0085] 将在前述搅拌槽中搅拌后的分散液投入冷却管入口,以冷却温度40℃的条件进行冷却后,从设置于距冷却管入口10800mm的位置处的冷却管出口排出,得到聚酯树脂的水性分散液。

[0086] 实施例2

[0087] 为了使从第二供给口至第三供给口的固体成分浓度为81.3%,将从第一供给口供给的聚乙烯醇以0.4kg/小时供给、将从第二供给口供给的浓度为8质量%的聚乙烯醇水溶液以10.3kg/小时供给、将从第三供给口供给的纯水以28.6kg/小时供给,除此以外,与实施例1同样地操作,得到聚酯树脂的水性分散液。

[0088] 实施例3

[0089] 为了使从第二供给口至第三供给口的固体成分浓度为85.3%,将从第一供给口供给的聚乙烯醇以0.6kg/小时供给、将从第二供给口供给的浓度为8质量%的聚乙烯醇水溶液以7.7kg/小时供给、将从第三供给口供给的纯水以30.9kg/小时供给,除此以外,与实施例1同样地操作,得到聚酯树脂的水性分散液。

[0090] 实施例4

[0091] 将从第三供给口供给的纯水设为19.0kg/小时,除此以外,与实施例1同样地操作,得到聚酯树脂的水性分散液。

[0092] 实施例5

[0093] 将从第一供给口供给的聚酯树脂以30kg/小时供给、将从第一供给口供给的聚乙烯醇以0.4kg/小时供给、将从第二供给口供给的浓度为8质量%的聚乙烯醇水溶液以6.9kg/小时供给、将从第三供给口进行供给的纯水以22.1kg/小时供给,除此以外,与实施例1同样地操作,得到聚酯树脂的水性分散液。

[0094] 比较例1

[0095] 为了使从第二供给口至第三供给口的固体成分浓度为72.1%,将从第一供给口供给的聚乙烯醇以0.20kg/小时供给、将从第二供给口供给的浓度为8质量%的聚乙烯醇水溶液以17.5kg/小时供给、将从第三供给口供给的纯水以22.3kg/小时供给,除此以外,与实施例1同样地操作,得到聚酯树脂的水性分散液。

[0096] 比较例2

[0097] 为了使从第二供给口至第三供给口的固体成分浓度为90.0%,将从第一供给口供给的聚乙烯醇以0.8kg/小时供给、将从第二供给口供给的浓度为8质量%的聚乙烯醇水溶液以5.0kg/小时供给、将从第三供给口供给的纯水以33.4kg/小时供给,除此以外,与实施例1同样地操作,结果是,双螺杆挤出机内被未乳化的聚酯树脂堵塞,未能得到聚酯树脂的水性分散液。

[0098] 对于各实施例和比较例中得到的聚酯树脂水性分散液,通过下述方法评价中位粒径、乳化状态是否良好。

[0099] <中位粒径>

[0100] 对于所得到的聚酯树脂水性分散液,使用激光衍射式粒度分布测定装置(株式会社岛津制作所制造的商品名“SALD-2300”)测定分散粒子的中位粒径。

[0101] <乳化状态>

[0102] 关于所得到的聚酯树脂水性分散液的乳化状态,通过目视进行评价。评价的基准如下。

[0103] ○:无未乳化物

[0104] ×:有未乳化物

[0105] [表1]

		中位粒径(μm)	乳化状态
[0106] 实施例	1	1.78	○
	2	1.81	○
	3	1.93	○
	4	1.57	○
	5	1.86	○
比较例	1	-	×
	2	-	×(由于乳化不良, 双螺杆挤出机内堵塞)

[0107] 需要说明的是,对于实施例1的聚酯树脂水性分散液,通过下述方法评价粘接性时评价为○。

[0108] <粘接性>

[0109] 使用涂覆机(日本シーダースサービス株式会社的棒涂机No.4)将实施例1中得到的聚酯树脂水性分散液以使干燥后的被膜的厚度为约4μm的方式涂布到铝箔上。将涂布有该分散液的铝箔在100℃的烘箱内加热干燥1分钟,形成被膜。

[0110] 接着,以PVC(聚氯乙烯)(宽度:25mm)作为被粘物,通过热封机(テスター産業株式会社的商品名“TP-701型”)使被粘物与所得到的被膜粘接。热封的条件设为密封温度140℃、密封压力2kg/cm²、密封时间3秒,将所得到的热封基材(PVC/前述分散液被膜/铝箔)(宽度:25mm)作为试验片。将试验片冷却后,利用拉伸试验机(岛津制作所株式会社的商品名“Autograph AGS-J”)在拉伸速度为50mm/分钟的条件下进行T型剥离。由此测定被膜的剥离强度,评价粘接性。评价基准如下。

[0111] ○:剥离强度为15N/25mm以上

[0112] ×:剥离强度小于15N/25mm

[0113] 需要说明的是,比较例均由于乳化不良而无法评价。将结果示于下表。

[0114] [表2]

	粘接性
实施例1	○(16.6N/25mm)

比较例1	× (由于乳化不良而无法评价)
比较例2	× (由于乳化不良而无法评价)