

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成26年2月6日(2014.2.6)

【公表番号】特表2012-528910(P2012-528910A)

【公表日】平成24年11月15日(2012.11.15)

【年通号数】公開・登録公報2012-048

【出願番号】特願2012-513593(P2012-513593)

【国際特許分類】

C 08 F 2/44 (2006.01)

C 08 F 257/02 (2006.01)

D 21 H 21/16 (2006.01)

【F I】

C 08 F 2/44 C

C 08 F 257/02

D 21 H 21/16

【誤訳訂正書】

【提出日】平成25年12月11日(2013.12.11)

【誤訳訂正1】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0049

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0049】

本発明の有利な実施形態では、溶液重合及び／又は乳化重合は、重合調節剤の存在において実施される。例えば、適した調節剤は、メルカブタン、例えばエチルメルカブタン、n-ブチルメルカブタン、tert-ブチルメルカブタン、n-ドデシルメルカブタン又はtert-ドデシルメルカブタン、チオグリコール酸又は四臭化炭素である。さらに、適した調節剤は、テルペンの類から、有利には単環式テルペンの類から、及びとりわけ有利にはメンタジエンの類から成る。メンタジエンの群の上述の調節剤の中で、テルピノレンが極めて有利である。重合調節剤が使用される場合、調節剤の量は、例えば、0.1～10質量%、有利には0.5～5質量%である。

【誤訳訂正2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0066

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0066】

実施例3

攪拌機及び内部温度測定を備えた21の平面すり合わせフラスコ中に、無水酢酸(冰酢酸)101.4gを装入し、かつ窒素雰囲気下で105に加熱した。攪拌下で、スチレン165g、N,N-ジメチルアミノエチルアクリレート10g、N,N-ジメチルアミノプロピルメタクリルアミド55g、アクリル酸5gならびにテルピノレン2.5gを、45分の間にわたって105で配量した。モノマー供給と同時に、イソプロパノール18.2g中のtert-ブチルペルオクトエート8.8gの供給を開始し、かつ60分にわたり配量した。反応混合物を、引き続き105で60分間、後重合した。

【誤訳訂正3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0070

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0070】

均一なポリマー材料に、次いで85で脱イオン水870gを混ぜた。10質量%の硫酸鉄(II)溶液1.5g及び10質量%のアスコルビン酸溶液10gの添加後、5質量%の過酸化水素溶液20gを、30分にわたり80で添加した。その後、80で、スチレン40g、tert-ブチルアクリレート225gならびにテルピノレン2.5gから成る混合物を、120分の時間にわたって配量した。同時に、別個の供給において5質量%の過酸化水素溶液80gを、150分の時間にわたって添加した。開始剤供給の終了後、30分間、後重合した。引き続き、10質量%のアスコルビン酸溶液5gを添加した。その後、5分間にわたり、5質量%の過酸化水素溶液20gを配量した。その後、反応混合物を30分間、後攪拌し、その際、70に冷却した。最後に、市販の泡止め剤(BASF SEのAfraniol<sup>(R)</sup>T)5gならびに脱イオン水65gを添加し、かつ室温に冷却した。

【誤訳訂正4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0078

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0078】

実施例7

攪拌機及び内部温度測定を備えた21の平面すり合わせフラスコ中に、無水酢酸(冰酢酸)101.4gを装入し、かつ窒素雰囲気下で105に加熱した。攪拌下で、スチレン165g、N,N-ジメチルアミノエチルアクリレート30g、N,N-ジメチルアミノプロピルメタクリルアミド5g、N,N-ジメチルアミノエチルメタクリレート30g、アクリル酸5gならびにテルピノレン2.5gを、45分の時間にわたって105で配量した。モノマー供給と同時に、イソプロパノール18.2g中のtert-ブチルペルオクトエート8.8gの供給を開始し、かつ60分にわたり配量した。反応混合物を、引き続き105で60分間、後重合した。

【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0082

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0082】

均一なポリマー材料に、次いで85で脱イオン水870gを混ぜた。10質量%の硫酸鉄(II)溶液1.5g及び10質量%のアスコルビン酸溶液10gの添加後、5質量%の過酸化水素溶液20gを、30分にわたり80で添加した。その後、80で、スチレン40g、tert-ブチルアクリレート225gならびにテルピノレン2.5gから成る混合物を、120分の時間にわたって配量した。同時に、別個の供給において5質量%の過酸化水素溶液80gを、150分の時間にわたって添加した。開始剤供給の終了後、30分間、後重合した。引き続き、10質量%のアスコルビン酸溶液5gを添加した。その後、5分にわたり5%の過酸化水素溶液20gを配量した。その後、反応混合物を30分間、後攪拌し、その際、70に冷却した。最後に、市販の泡止め剤(BASF SEのAfraniol<sup>(R)</sup>T)5gならびに脱イオン水65gを添加し、かつ室温に冷却した。

【誤訳訂正6】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

## 【訂正の内容】

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

分散剤としてカチオン性プレポリマーの水溶液中でのエチレン性不飽和モノマーの乳化重合によって得られる微細なカチオン性水性ポリマー分散液であって、

まず、該カチオン性プレポリマーを重合開始剤の存在において

(a) 少なくとも2種の異なる、それぞれアミノ基及び/又は第四級アンモニウム基を有する(メタ)アクリル酸エステル、及び/又はそれぞれアミノ基及び/又は第四級アンモニウム基を有する(メタ)アクリルアミドの混合物15~40質量%、

(b) 少なくとも1種の置換された又は置換されていないスチレン40~85質量%、

(c) 酸基を含有する少なくとも1種のエチレン性不飽和モノマー0.5~5質量%及び

(d) (b)とは異なる少なくとも1種の非イオン性エチレン性不飽和モノマー0~20質量%、その際、(a)+(b)+(c)+(d)からの合計=100質量%である、を溶液重合において、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、アセトン、メチルエチルケトン、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、プロピレンカーボネート、エチレンカーボネート及びテトラヒドロフランからなる群から選択される溶媒中で重合させることによって製造し、該プレポリマーの溶液/分散液に、次いで水を混ぜ、

引き続き、該プレポリマーの水溶液中で重合開始剤の存在において

(i) スチレン0~29質量%、及び

(ii) n-ブチルアクリレート、tert-ブチルアクリレート又は質量比3:1~1:3のn-ブチルアクリレートとtert-ブチルアクリレートの混合物71~100質量%

からのモノマー混合物の乳化重合を実施することにより得られ、

ここで、前記溶液重合及び/又は乳化重合を少なくとも1種の重合調節剤0~10質量%の存在下又は非存在下において実施する、微細なカチオン性水性ポリマー分散液。

## 【請求項2】

前記カチオン性プレポリマーが、

(a) N,N-ジメチルアミノプロピルメタクリルアミド、N,N-ジメチルアミノエチルメタクリレート及びN,N-ジメチルアミノエチルアクリレートから選択された少なくとも2種の化合物からの混合物15~40質量%、

(b) スチレン40~85質量%、及び

(c) アクリル酸及び/又はメタクリル酸0.5~5質量%

の重合によって得られることを特徴とする、請求項1記載の微細なカチオン性水性ポリマー分散液。

## 【請求項3】

前記溶液重合及び/又は乳化重合を、少なくとも1種の重合調節剤0.1~10質量%の存在において実施することを特徴とする、請求項1または2記載の微細なカチオン性水性ポリマー分散液。

## 【請求項4】

重合調節剤としてテルピノレンを使用することを特徴とする、請求項3記載の微細なカチオン性水性ポリマー分散液。

## 【請求項5】

二段階の重合反応によって請求項1から4までのいずれか1項記載の微細なカチオン性水性ポリマー分散液を製造する方法であって、

まず、該カチオン性プレポリマーを重合開始剤の存在において

(a) 少なくとも2種の異なる、それぞれアミノ基及び/又は第四級アンモニウム基を有する(メタ)アクリル酸エステル、及び/又はそれぞれアミノ基及び/又は第四級アンモニウム基を有する(メタ)アクリルアミドの混合物15~40質量%、

( b ) 少なくとも 1 種の置換された又は置換されていないスチレン 40 ~ 85 質量 %、  
( c ) 酸基を含有する少なくとも 1 種のエチレン性不飽和モノマー 0.5 ~ 5 質量 % 及び

( d ) ( b ) とは異なる少なくとも 1 種の非イオン性エチレン性不飽和モノマー 0 ~ 20 質量 %、その際、( a ) + ( b ) + ( c ) + ( d ) からの合計 = 100 質量 % である、を溶液重合において、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、アセトン、メチルエチルケトン、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、プロピレンカーボネート、エチレンカーボネート及びテトラヒドロフランからなる群から選択される溶媒中で重合させることによって製造し、該プレポリマーの溶液 / 分散液に、次いで水を混ぜ、

引き続き、該プレポリマーの水溶液中で重合開始剤の存在において

( i ) スチレン 0 ~ 29 質量 %、及び

( ii ) n - ブチルアクリレート、tert - ブチルアクリレート又は質量比 3 : 1 ~ 1 : 3 の n - ブチルアクリレートと tert - ブチルアクリレートの混合物 71 ~ 100 質量 %

からのモノマー混合物の乳化重合を実施し、

ここで、前記溶液重合及び / 又は乳化重合を少なくとも 1 種の重合調節剤 0 ~ 10 質量 % の存在下又は非存在下において実施する、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の微細なカチオン性水性ポリマー分散液を製造する方法。

#### 【請求項 6】

紙、ボール紙及び厚紙用のサイズ剤としての、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の微細なカチオン性水性ポリマー分散液の使用。