[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl[7]
C08L 33/08
C09D133/08 C09K 3/10
C09J133/08

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 00124282.2

[45] 授权公告日 2004 年 6 月 2 日

[11] 授权公告号 CN 1152085C

[22] 申请日 2000.8.23 [21] 申请号 00124282.2

[30] 优先权

[32] 1999. 8.27 [33] US [31] 60/151,097

[32] 2000. 7. 7 [33] US [31] 09/610,686

[71] 专利权人 罗姆和哈斯公司

地址 美国宾夕法尼亚

[72] 发明人 R·V·斯朗

审查员 叶 楠

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所

代理人 陈季壮

权利要求书 1 页 说明书 11 页

[54] 发明名称 改进的聚合物组合物

[57] 摘要

当干燥时适用作改善的弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂的含水组合物，主要包含丙烯酸系含水乳液聚合物，其中所述乳液聚合物的玻璃化转移温度(Tg)从 -90℃ -20℃，借助至少一种烯属不饱和非离子丙烯酸单体和 0.5 -5%烯属不饱和羧酸单体的游离基聚合，直至 90 -99.7%的单体转换成聚合物为止；而在 0.1 -1.0%氢过氧化叔戊基存在下，使至少一半重量的剩余单体转换成聚合物。还提供乳液聚合物的制备方法，对基材进行涂布形成弹性涂层的方法，将含水填缝料或密封剂组合物施涂至基材上的方法，和将压敏粘合剂提供至基材上的方法。

ISSN1008-4274

1.一种主要包含丙烯酸系含水乳液聚合物的适用作改善的弹性涂层,填缝料,密封剂或压敏粘合剂的含水乳液聚合物的制备方法,包括形成丙烯酸系的含水乳液聚合物,其中所述乳液聚合物的玻璃化转移温度从-90℃至20℃,并且借助至少一种烯属不饱和非离子丙烯酸单体和以所述聚合物总重量计 0.5-5%重量的烯属不饱和羧酸单体的游离基聚合,直至以所述聚合物总重量计 90-99.7%重量的单体转换成聚合物为止而形成;并且,在基于所述聚合物总重量 0.1-1.0%重量的氢过氧化叔戊基存在下,在随后的聚合中,使至少一半重量的剩余单体转换成聚合物。

2.权利要求 1 的方法,其中,只在以所述聚合物重量计 90%重量的所述单体转换成聚合物之后,存在氢过氧化叔戊基。

3.一种用含水组合物对基材进行涂布以便在基材上提供弹性涂层的方法,包括:

形成主要是丙烯酸系含水乳液聚合物的所述含水组合物,所述聚合物的玻璃化转移温度从-40℃至20℃,并且借助至少一种烯属不饱和非离子丙烯酸单体和以所述聚合物总重量计 0.5-5%重量的烯属不饱和羧酸单体的游离基聚合,直至以所述聚合物总重量计 90-99.7%重量的单体转换成聚合物为止而形成;并且,在基于所述聚合物总重量 0.1-1.0%重量的氢过氧化叔戊基存在下,在随后的聚合中,使至少一半重量的剩余单体转换成聚合物;将所述含水组合物施涂至所述基材上;以及对所述的含水组合物进行干燥。

4.权利要求 3 的方法, 其中,只在以所述聚合物重量计 90%重量的所述单体转换成聚合物之后,存在氢过氧化叔戊基。

改进的聚合物组合物

本发明涉及一种当干燥时适用作改善的弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂的含水组合物；一种适用作改善的弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂的含水乳液聚合物的制备方法；以及提供改善的弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂的方法。更准确地说，本发明涉及一种主要包含丙烯酸系含水乳液聚合物、当干燥时适用作改善的弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂的含水组合物，其中所述乳液聚合物的玻璃化转移温度(Tg)从-90℃-20℃，并且借助至少一种烯属不饱和非离子丙烯酸单体和以聚合物总重量计 0.5-5%重量的烯属不饱和羧酸单体的游离基聚合，直至以聚合物总重量计 90-99.7%重量的单体转换成聚合物为止而形成；并且，在基于聚合物总重量 0.1-1.0%重量的氢过氧化叔戊基存在下的后续聚合中，至少一半重量的剩余单体转换成聚合物。

本发明提供当干燥时适用作改善的弹性涂层，填缝料或密封剂的含水组合物，以便甚至在0℃以下的应力下，使其保持完整而不开裂。弹性涂层，填缝料，以及密封剂常用于经受户外温度极端条件的建筑物和其它的结构中，并且在所述条件下希望保留其完整性。另外，本发明还提供当干燥时适用作具有改善粘性的改善的压敏粘合剂的含水组合物，所述改善的粘性其本身是所希望的，或者在保留有用粘性值的同时，另外地给其它粘合性能如剥离强度或撕裂强度的增强提供基础。

US5,540,987 披露了乳液聚合物，该聚合物具有低残余甲醛量并提供具有改善拉伸强度的、饱和的纤维素纸幅。所述聚合物通过在整个反应过程中使用疏水氢氧化物和抗坏血酸抑制剂而形成。

本发明人所面临的问题是提供：当干燥时适用作改善的弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂的含水组合物。出乎意料的是，本发明

人发现，在聚合的最后阶段使用氢过氧化叔戊基将足以提供这样的聚合物，所述聚合物将导致改善的弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂。

本发明的第一方面，提供了一种当干燥时适用作改善的弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂的主要包含丙烯酸系含水乳液聚合物的含水组合物，其中所述乳液聚合物的玻璃化转移温度(Tg)从-90℃-20℃，并且借助至少一种烯属不饱和非离子丙烯酸单体和以聚合物总重量计 0.5-5%重量的烯属不饱和羧酸单体的游离基聚合，直至以聚合物总重量计 90-99.7%重量的单体转换成聚合物为止而形成；并且，在基于聚合物总重量 0.1-1.0%重量的氢过氧化叔戊基存在下，至少一半重量的剩余单体转换成聚合物。

本发明的第二方面，提供了一种：主要包含丙烯酸系含水乳液聚合物适用作改善的弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂的含水乳液聚合物的制备方法，包括形成主要是丙烯酸系含水乳液聚合物，其中所述乳液聚合物的玻璃化转移温度(Tg)从-90℃至20℃，并且借助至少一种烯属不饱和非离子丙烯酸系单体和以聚合物总重量计 0.5-5%重量的烯属不饱和羧酸单体的游离基聚合，直至以聚合物总重量计 90-99.7%重量的单体转换成聚合物为止而形成；并且，在基于聚合物总重量 0.1-1.0%重量的氢过氧化叔戊基存在下，在随后的聚合中，至少一半重量的剩余单体转换成所述聚合物。

本发明的第三方面，提供一种用含水组合物对基材进行涂布以便在基材上提供弹性涂层的方法。本发明的第四方面，提供一种将含水填缝料或密封剂组合物施涂至基材上的方法。本发明的第五方面，提供一种在基材上提供压敏粘合剂的方法。

本发明的第四方面，提供一种用含水组合物对基材进行涂布以便在基材上提供弹性涂层的方法，包括：

形成丙烯酸系含水乳液聚合物的所述含水组合物，所述聚合物的玻璃化转移温度从-40℃至20℃，并且借助至少一种烯属不饱和非离子丙烯酸单体和以所述聚合物总重量计 0.5-5%重量的烯属不饱和羧酸单体的游离基聚合，直至以所述聚合物总重量计 90-99.7%重量的单体转换成聚合物为止而形成；并且，在基于所述聚合物总重量 0.1-1.0%

重量的氢过氧化叔戊基存在下，在随后的聚合中，使至少一半重量的剩余单体转换成聚合物；将所述含水组合物施涂至所述基材上；以及对所述的含水组合物进行干燥。

本发明的第五方面，提供一种将含水填缝料或密封剂组合物施涂至基材上的方法，包括：

形成丙烯酸系含水乳液聚合物的所述含水组合物，所述聚合物的玻璃化转移温度从-60℃至20℃，并且借助至少一种烯属不饱和非离子丙烯酸单体和以所述聚合物总重量计 0.5-5%重量的烯属不饱和羧酸单体的游离基聚合，直至以所述聚合物总重量计 90-99.7%重量的单体转换成聚合物为止而形成；并且，在基于所述聚合物总重量 0.1-1.0%重量的氢过氧化叔戊基存在下，在随后的聚合中，使至少一半重量的剩余单体转换成聚合物；将所述含水组合物施涂至所述基材上；以及对所述的含水组合物进行干燥，或使之干燥。

本发明的第六方面，提供一种将压敏粘合剂提供至基材上的方法，包括：

形成丙烯酸系含水乳液聚合物的所述含水组合物，所述聚合物的玻璃化转移温度从-90℃至 0℃，并且借助至少一种烯属不饱和非离子丙烯酸单体和以所述聚合物总重量计 0.5-5%重量的烯属不饱和羧酸单体的游离基聚合，直至以所述聚合物总重量计 90-99.7%重量的单体转换成聚合物为止而形成；并且，在基于所述聚合物总重量 0.1-1.0%重量的氢过氧化叔戊基存在下，在随后的聚合中，使至少一半重量的剩余单体转换成聚合物；将所述含水组合物施涂至所述基材上；以及对所述的含水组合物进行干燥，或使之干燥。

本发明涉及一种主要包含丙烯酸系含水乳液聚合物、当干燥时适用作改善的弹性涂层的含水组合物，所述涂层具有改善的低温伸长率，其中所述的乳液聚合物的玻璃化转移温度(Tg)从-90℃至20℃，并且借助至少一种烯属不饱和非离子丙烯酸单体和以聚合物总重量计0.5-5%重量的烯属不饱和羧酸单体的游离基聚合，直至以聚合物总重量计 90-99.7%重量的单体转换成聚合物为止而形成；并且，在基于聚

合物总重量 0.1-1.0%重量的氢过氧化叔戊基存在下，在随后的聚合中，至少一半重量的剩余单体转换成所述聚合物。

主要是丙烯酸系含乳液聚合物包含：至少一种共聚的烯属不饱和非离子丙烯酸系单体。在此“主要是丙烯酸系”指的是：所述聚合物包含大于 50%重量的共聚合单元，是由(甲基)丙烯酸系单体，例如(甲基)丙烯酸酯，(甲基)丙烯酰胺，(甲基)丙烯腈，和(甲基)丙烯酸衍生得到的。在整个公开文本中使用的术语“(甲基)”加之以另一术语如丙烯酸酯或丙烯酰胺，分别表示：丙烯酸酯或丙烯酰胺和甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酰胺。在此“非离子单体”意指这样的共聚单体残基，该残基不含 pH=1-14 之间的离子电荷。

烯属不饱和非离子丙烯酸系单体包括：例如，(甲基)丙烯酸酯单体，包括丙烯酸甲酯，丙烯酸乙酯，丙烯酸丁酯，丙烯酸 2-乙基己基，丙烯酸癸酯，丙烯酸月桂酯，甲基丙烯酸甲酯，甲基丙烯酸丁酯，甲基丙烯酸异癸酯，甲基丙烯酸月桂酯，甲基丙烯酸羟乙酯，甲基丙烯酸羟丙酯。其它可以引入聚合物中的烯属不饱和非离子单体包括：例如，苯乙烯和取代的苯乙烯；丁二烯；醋酸乙烯酯，乙烯基缩丁醛和其它的乙烯基酯；以及乙烯基单体如氯乙烯，偏二氯乙烯；前提条件是，所述聚合物其组分必须主要是丙烯酸。优选的是：所有丙烯酸系聚合物，苯乙烯／丙烯酸系聚合物，以及醋酸乙烯酯／丙烯酸系聚合物。

所述乳液聚合物包含：以单体总重量计 0.5-5%重量的共聚单烯属不饱和羧酸单体，例如，丙烯酸，甲基丙烯酸，巴豆酸，衣康酸，富马酸，马来酸，衣康酸单甲酯，富马酸单甲酯，富马酸单丁酯，以及马来酸酐。

用于本发明的乳液聚合物可以包含：以单体重量计 0-1%重量的共聚多烯属不饱和单体，例如甲基丙烯酸烯丙酯，邻苯二甲酸二烯丙酯，二甲基丙烯酸 1,4-丁二醇酯，二甲基丙烯酸 1,2-乙二醇酯，二丙烯酸 1,6-己二醇酯，以及二乙烯基苯。

当根据差示扫描量热法(DSC)，将热流量对温度转移的中点取作 Tg 值而进行测量时，乳液聚合物的玻璃化转移温度(“Tg”)从-90℃至 20℃，正如本领域熟知的那样，对单体以及单体的用量进行选择，以便取

得希望的聚合物(Tg)范围。用于弹性壁涂层的乳液聚合物，其优选的Tg从-40℃至20℃；填缝料和密封剂的Tg从-60℃至20℃；压敏粘合剂的Tg从-90℃至0℃。

用来制备含水乳液聚合物的聚合工艺是本领域熟知的。在乳液聚合法中，可以使用常规的表面活性剂，例如，阴离子和/或非离子乳化剂，例如烷基，芳基，或烷芳基硫酸的碱金属盐或铵盐，磺酸或磷酸的碱金属盐或铵盐；烷基磺酸；磺基琥珀酸盐；脂肪酸；烯属不饱和表面活性剂单体；以及乙氧基化的醇或酚类。以单体重量计，所使用的表面活性剂的用量通常从0.1-6%重量。可以使用热引发的方法或氧化还原引发的方法。在整个反应过程中，反应温度维持在低于 100℃。优选的反应温度在30℃和95℃之间，更优选的是在50℃和90℃之间。可以纯的或水乳液的形式，添加单体混合物。在反应期间，可以分一次或多次添加单体混合物，或连续添加，线性添加或非线性添加，或其组合。

可以使用常规的游离基引发剂，例如过氧化氢，过氧化钠，过氧化钾，氢过氧化叔丁基，氢过氧化枯烯，过硫酸铵和／或过硫酸碱金属盐，过硼酸钠，过磷酸及其盐，高锰酸钾，以及过二硫酸铵或过二硫酸的碱金属盐；以单体总重量计，其通常用量从0.01%至3.0%重量。可以使用偶联有合适还原剂的所述引发剂，所述还原剂例如：甲醛次硫酸钠，抗坏血酸，异抗坏血酸，含硫酸的碱金属盐和铵盐，如亚硫酸钠，酸式亚硫酸钠，硫代硫酸钠，硫化钠，硫氢化钠或连二亚硫酸钠，甲脒(formadine)亚磺酸，羟基甲磺酸，酸式亚硫酸丙酮，胺如乙醇胺，乙二酸，乙醛酸水合物，乳酸，甘油酸，马来酸，酒石酸以及前述酸的盐。可以使用铁，铜，锰，银，铂，钒，镍，铬，钯或钴的氧化还原反应催化金属盐。然而，在以聚合物总重量计90-99.7%，优选95-99.7%重量的单体转换成聚合物之后，在以聚合物总重量计 0.1-1.0%重量的氢过氧化叔戊基存在下，使至少一半的剩余单体转换成聚合物。在90-99.7%，优选 95-99.7%重量的单体转换成聚合物之后，在同一反应容器或罐中立即进行这部分反应。另外，也可以在一段时间之后，在不同的反应容器或罐中进行这部分反应，或者可以以不同于前部分聚合的温度下

进行这部分反应。优选的是，只在 90%,优选 95%的单体转换成聚合物之后,才存在氢过氧化叔戊基。

可以使用链转移剂，例如卤素化合物，如四溴甲烷；烯丙基化合物；或硫醇如硫代羟乙酸烷基酯,巯基链烷酸烷基酯,以及 C_4-C_{22} 直链或支链的烷基硫醇来降低所形成聚合物的分子量,和/或提供不同于利用任何产生游离基的引发剂得到的聚合物的分子分布。优选使用直链或支链的 C_4-C_{22} 烷基硫醇，如正十二烷基硫醇和叔十二烷基硫醇。链转移剂可以分一次或多次添加，或连续地添加，或线性或非线性地添加，其添加时间为整个反应周期的绝大部分或整个反应周期，或在反应周期的有限部分期间，如在罐装料阶段以及残余单体还原阶段。

当通过BI-90粒度计进行测量时,乳液聚合的聚合物颗粒的平均粒径优选从 30 纳米至 500 纳米。

所述含水组合物借助涂布领域中熟知的工艺来制备。首先，如果弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂组合物须进行着色的话，在如借助 COWLES®混合器提供的高剪切力下,使至少一种颜料充分分散于含水介质中;或者对于更为粘稠的组合物如填缝料和密封剂,可在高强度混合器或研磨机中，使至少一种颜料充分分散于含水介质中。然后,在低剪切搅拌下,与其它希望的弹性涂层,填缝料,密封剂或压敏粘合剂配料一起添加水中聚合物另外，也可以在颜料分散步骤中，引入含水乳液聚合物。含水组合物可以包含：常规的弹性涂层，填缝料，密封剂或压敏粘合剂配料，如增粘剂,颜料,乳化剂,凝结剂,缓冲剂,中和剂,增稠剂或流变改性剂,湿润剂,润湿剂,生物杀伤剂,增塑剂,消泡剂,着色剂,蜡,以及抗氧剂。

含水涂料组合物的固含量可以从约 10%至约 85%体积。当利用 Brookfield 粘度计进行测量时,含水组合物的粘度可以从 0.05 至 2000Pa.s(50cps-2,000,000cps);适用于不同用途和使用方法的各种粘度可以在很大范围内改变。

可以借助常规的使用方法，例如，刷涂法和喷涂法，例如辊涂，刮刀涂布，印刷法，气雾喷涂，气助喷涂，无气喷涂,高体积低压喷涂,

气助的无空气喷涂，填缝胶枪，以及抹涂来施涂含水组合物。

可以将含水组合物施涂至基材上，例如，片状和薄膜状塑料，木材，金属，预先涂布的表面，粘固基材，沥青基材等，这些基材有或没有在先的基材处理，如酸蚀或电晕放电，或底漆。

通常，在 20-95℃的温度下，对涂布在基材上的含水组合物进行干燥，或使之干燥。

列出下面的实施例，以便阐明本发明以及测试步骤得到的结果。

缩写

AA=丙烯酸

BA=丙烯酸丁酯

MMA=甲基丙烯酸甲酯

AN=丙烯腈

EHA=丙烯酸 2-乙基己酯

DI 水=去离子水

实施例 1 和对比例 A

制备主要是丙烯酸系乳液聚合物

在装有机械叶片搅拌器，监测温度的热电偶，回流冷凝器，加热和冷却用的机构，以及氮气氛下的 3 升的四颈圆底玻璃烧瓶中进行聚合反应。向烧瓶中装入 400 克 DI 水并加热至 83℃。由 280 克 DI 水，11 克十二烷基苯磺酸钠(23%水溶液)，885 克 BA，100 克 MMA 和 15 克 AA 制备单体预乳液。将 4 克溶解于 20 克 DI 水中的过硫酸铵和 16 克(固体基)100nm 的接种乳胶(含总共 29 克 DI 水)装入反应烧瓶中。用三个小时，添加剩余的预乳液和 1.5 克溶解于 45 克 DI 水中的过硫酸铵。需要时进行加热和冷却，以便保护 83℃的反应温度。当添加完成时，用 30 克 DI 水对预乳液容器进行清洗，并倒入烧瓶中。30 分钟之后，将烧瓶冷却至 60℃。取出试样，借助气相色谱法进行分析，发现单体转换成聚合物的转换率为 99.62%重量。将反应烧瓶内含物等分在两个三升的玻璃烧瓶中，所述烧瓶的装备如上所述。使这两个烧瓶的温度保持在 55℃。

对于实施例 1,添加溶解于 5 克 DI 水中的 0.008 克 $FeSO_4.7H_2O$,然后用一小时的时间滴加 3.0 克 85%的溶解于 45 克 DI 水中的氢过氧化叔戊基水溶液和 2.3 克溶解于 45 克 DI 水中的甲醛次硫酸钠水溶液。将反应混合物冷却至 45℃,并用 14 克 14%的氨水调节 pH 值。在冷却至室温之后，对乳液聚合物进行过滤。实施例 1 的乳液聚合物其固含量为 49.3%重量,粒径为 360 纳米,pH 值为 8.1。借助气相色谱法对单体转换成聚合物的转换率进行分析，结果发现转换率大于 99.99%。

对于对比例 A,添加溶解于 5 克 DI 水中的 0.008 克 $FeSO_4.7H_2O$,然后用一小时的时间滴加 3.0 克 70%的溶解于 45 克 DI 水中的氢过氧化叔丁基水溶液和 2.3 克溶解于 45 克 DI 水中的甲醛次硫酸钠水溶液。将反应混合物冷却至 45℃,并用 14 克 14%的氨水调节 pH 值。在冷却至室温之后，对乳液聚合物进行过滤。对比例 A 的固含量为 49.5%重量,粒径为 360 纳米,pH 值为 8.2。借助气相色谱法对单体转换成聚合物的转换率进行分析，结果发现转换率大于 99.99%。

实施例 2 和对比例 B

制备主要是丙烯酸的乳液聚合物

分别用与实施例 1 和对比例 A 相同的方法,制备实施例 2 和对比例 B，所不同提的是，聚合物组合物为 91.5BA/7AN/1.5AA(以重量计)。在反应的第一阶段结束时，取出试样，借助气相色谱法进行分析，结果发现单体转换成聚合物的转换率为 98.02%重量。

对于实施例 2,添加溶解于 5 克 DI 水中的 0.008 克 $FeSO_4.7H_2O$,然后用一小时的时间滴加 3.0 克 85%的溶解于 45 克 DI 水中的氢过氧化叔戊基水溶液和 2.3 克溶解于 45 克 DI 水中的甲醛次硫酸钠水溶液。将反应混合物冷却至 45℃,并用 14 克 14%的氨水调节 pH 值。在冷却至室温之后，对乳液聚合物进行过滤。实施例 2 的乳液聚合物其固含量为 49.6%重量,粒径为 370 纳米,pH 值为 8.6。借助气相色谱法对单体转换成聚合物的转换率进行分析，结果发现转换率大于 99.99%。

对于对比例 B,添加溶解于 5 克 DI 水中的 0.008 克 $FeSO_4.7H_2O$,然后用一小时的时间滴加 3.0 克 70%的溶解于 45 克 DI 水中的氢过氧化

叔丁基水溶液和 2.3 克溶解于 45 克 DI 水中的甲醛次硫酸钠水溶液。将反应混合物冷却至 45℃，并用 14 克 14%的氨水调节 pH 值。在冷却至室温之后，对乳液聚合物进行过滤。对比例 B 的固含量为 49.8%重量，粒径为 370 纳米，pH 值为 8.1。借助气相色谱法对单体转换成聚合物的转换率进行分析，结果发现转换率大于 99.99%。

实施例 3 和对比例 C

制备主要是丙烯酸系乳液聚合物

通过如下方法合成对比例 C：向空反应器中添加 389.75 克 DI 水，8.30 克聚合晶种，4.00 克硫酸亚铁(含水 0.15%)，以及 3.71 克氢过氧化叔丁基(带 52.00 克 DI 水，70%水溶液)。形成包含 120.00 克 DI 水，36.90 克十二烷基苯磺酸钠表面活性剂，552.00 克 BA，187.50 克 EHA，以及 10.50 克 AA 的单体乳液。在添加氧化剂溶液之前，将反应器内含物加热至 65℃。将单体乳液与独立的还原溶液同时添加至反应罐中，以便通过聚合和外部热量的施涂而使温度保持在 65℃；其中还原液由 2.22 克甲醛次硫酸钠于 52.00 克 DI 水中的溶液组成。在完成单体乳液和引发剂的供给之后，单体转换成聚合物的转换率为 95.5%重量。然后，制备氧化还原捕集(chaser)体系，所述体系由 3.71 克(70%水溶液)溶解于 52.00DI 水中的氢过氧化叔丁基和 2.22 克于 52.00 克 DI 水中的甲醛次硫酸钠组成。立即添加氧化剂溶液，然后将还原剂溶液加入反应器中。在添加后完还原剂之后，将反应器的温度降低至 45℃以下。最终的聚合物包含 69ppm 的残留单体。利用氢氧化铵(28%水溶液)将该批料的 pH 值升至 7.5 并通过 100 目的筛对试样进行过滤。

利用对比例 C 合成实施例 3，所不同的是，在单体乳液和引发剂添加完之后，单体转换成聚合物的转换率为 96.3%重量。所用的 chaser 氧化剂是：与 52.00 克 DI 水一起添加的 3.53 克氢过氧化叔戊基(于叔戊醇中 85%)。最终的聚合物包含 155ppm 残留的单体。

实施例 4.制备含水组合物和对弹性涂层的评估

利用下列配料，以如下的顺序进行添加而制备含水组合物：

配料	用量(克)
水	106.77
Tamol 731[1]	12.28
三聚磷酸钾	3.1
Nopco NXZ[2]	7.2
Acrysol RM 8W[1]	17.7
丙二醇	20.0
Tioxide TR-92[3]	100.0
Durcal 5[4]	447.3
丁基卡必醇[5]	13.6

利用高剪Cowles混合器,将这些配料进行混合,并在搅拌下添加下列用量的一种乳液聚合物。

乳液聚合物	
实施例 1	502.5
对比例 A	500.9
实施例 2	497.4
对比例 B	495.5

1 罗姆和哈斯公司的商标。

2 Diamond Shamrock化学公司的商标。

3 Tioxide Europe Ltd.的商标。

4 OMYA Inc.的商标。

5 联合碳化物公司的商标。

以1毫米的湿厚度,以相同的体积,将含水组合物涂布至防粘纸上,干燥23天(25℃和50%相对湿度)。将其切割成颈宽10毫米,颈长30毫米的哑铃形的试样。利用测微计,测量各试样颈处的厚度。利用the Tinius Olsen UTM(H10K-S 型,Tinius Olsen Testing Machine Co.,Inc.,Willow Grove,PA),测量抻长率。将控温室设置在-10℃。

分离速度设定在 5.08cm/min(2 英寸/分)。

包含乳液聚合物的弹性涂层	低温裂断伸长率
实施例 1	569
对比例 A	416
实施例 2	249
对比例 B	235

与相应的对比例相比,包含本发明实施例 1 和 2 乳液聚合物的弹性涂层显示出更高的低温裂断伸长率。

实施例 5.作为压敏粘合剂时对含水组合物的评估

根据下列方法对实施例 3 和对比例 3 的乳液聚合物的干燥薄膜进行测试。

剥 离 :PSTC-1 Peel Adheson of Single Coated Pressure Sensitive Tapes (180 度)(PSTC=压敏粘带联合会,401N.Michigan Avenue,#00, Chicago,IL 60611),粘合剂施涂至不锈钢上。

环粘性(Loop Tack):用于环粘性的 ASTM D6195 标准测试方法。

剪切: 用于在承受剪切负载下,压敏制品破坏时时间的 ASTM D6463 标准测试方法。

表 5.1 压敏粘合剂性能的评估

实施例的乳液聚合物	氧化还原/捕集	180 度剥离	剪切(分)	剪切	环粘性
		oz/in	1"×1",1kg	断裂方式	oz
对比例 C	tBHP/tBHP	27.3 50C/50A	51	C	30.5A
3	tBHP/tAHP	34.0C	3	C	56.5A

与对比例 C 相比,本发明实施例 3 的压敏粘合剂,干燥的乳液聚合物显示出了改善的粘性。