

ÖZET

BLOKLAMA VE PARMAK İZİNE KARŞI DİRENÇLİ OLAN VE İYİLEŞTİRİLMİŞ BİR SERTLİĞE SAHİP OLAN SULU KAPLAMALAR İÇİN ÇOK YAPILI PARTİKÜLLER

BAZLI SULU POLİMER DAĞILTISI

5

Buluş, çapraz bağlanabilir veya bağlanamaz, yapışkan polimer partikülleri bazlı sulu bir polimer dağıtısıyla ilgili olup; söz konusu partiküller, 60 ila 120°C arasında değişen Tg1'e sahip olan bir polimer (P1) bazlı bir maça polimer fazı-60 ila 40°C arasında değişen Tg2'ye sahip olan bir polimer bazlı söz konusu maçayla sarmalayan bir ikinci polimer fazı ve 120°C'yi aşmayan Tg2'den daha yüksek olan Tg3'e sahip olan ve 150.000'i aşmayan bir Mn'e sahip olan, bir polimer (P3) bazlı üçüncü döl (veya kabuk) polimer fazı içermektedir, söz konusu polimerlerin (P1, P2 ve P3) ağırlık oranları polimerin toplamına göre (P1 + P2 + P3): P1 %5 ila 60, P2 %40 ila 85, P3 %5 ila 25 oranındadır. söz konusu ağırlık oranları toplamı %100'dür. Buluş aynı zamanda buluş dağıtısının preparasyonuna yönelik bir yöntem ve bu dağıtının koruma ve/veya dekoratif amaçlı sulu kaplama bileşimlerinde bağlayıcı olarak kullanılması ile ilgilidir. Buluşun dağıtılarla homojen bir film ile toplama sırasında filmin mükemmel bir şekilde oluşmasını olanak sağlamaktadır ve oluşturulan partiküllerin kontrollü yapısı ve mükemmel yeniden üretilebilirliği nedeniyle ve TMF'in önceden tahmin edilebilirliği nedeniyle yüksek bir kohezyona sahiptir. Bu mükemmel kontrol, özellikle kimyasal ve mekanik direnç, özellikle esneklik, sertlik, parmak izi ve bloklamaya karşı dirençli olma açısından mükemmel mekanik ve başka performanslara sahip olmaya olanak sağlamaktadır.

10

15

20

İSTEMLER

1. Çok yapılı (en az 3 ayrı polimer faz) polimer partikülleri bazlı sululu polimer dağılılıp, söz konusu partikülün aşağıdakileri içermesi ile:

5

-maça olarak, bir monomer (M1) bileşiminin emülsiyon polimerizasyonundan türetilen polimer (P1) bazlı bir polimer fazı burada (P1) 60 ila 120°C arasında, tercihen 60 ila 100°C arasında değişen, Fox'a göre hesaplanmış olan bir cam geçiş sıcaklığında (Tg1) sahiptir,

10

-söz konusu maça sarmalayan, bir monomer (M2) bileşiminin emülsiyon polimerizasyonundan türetilen polimer (P2) bazlı bir ikinci polimer fazı burada (P2) -60 ila 40°C arasında, tercihen -30 ila 30°C arasında değişen, Fox'a göre hesaplanmış olan bir cam geçiş sıcaklığında (Tg2) sahiptir,

15

-söz konusu faz (P2) sarmalayan, bir monomer bileşiminin (M3) emülsiyon polimerizasyonundan türetilen polimer (P3) bazlı bir üçüncü dış (veya kabuk) polimer fazı burada (P3) Tg2'den daha yüksek, özellikle de 5°C daha yüksek olan ve 120°C'yi aşmayan, tercihen 60 ila 120°C arasında ve daha tercihen ise 60 ila 115°C arasında bulunan, Fox'a göre hesaplanmış olan bir cam geçiş sıcaklığında (Tg3) ve 150.000'i aşmayan, tercihen 1.000 ila 150.000 arasında değişen sayıca ortalama moleküler kütlesine (Mn) sahiptir,

20

burada toplam polimer (P1 + P2 + P3) ağırlığına göre ağırlık oranı aşağıdaki şekildedir:

25

- %5 ila 50 oranında P1
- %40 ila 85, tercihen %45 ila 80 oranında P2
- %5 ila 25, tercihen %10 ila 20 oranında P3

30

söz konusu ağırlık oranları toplam (P1 + P2 + P3) %100'e eşittir ve ve (P3)'ten türetilen söz konusu bileşimin (M3) ve isteğe bağlı olarak (P2)'den türetilen söz konusu bileşimin (M2), fonksiyonel (X) grup taşıyan birden fazla monomerin varlığı durumunda, söz konusu gruplar (X) söz konusu dağılımı preparasyonu sırasında veya depolama sırasında kendi aralarında reaksiyona girememesi şartıyla, etilenik doymamışlığına ek olarak, şunlar arasından seçilen en az bir fonksiyonel grubu (X) taşıyan etilenik olarak doymamış en az bir monomer içermesi ile karakterize edilmektedir:

asetoasetoksi, diaseton, metilol veya alkoksisilan, karboksi/anhidrit, hidroksi, amin, epoksi

35

(veya oksiran), fosfat, fosfonat, fosfinat, sülfat, sülfonat, amid, imid, aziridin, oksazolin, imidazol, siklik karbonat, benzofenon, üreido.

2. Söz konusu bileşimin (M1) söz konusu emülsiyon polimerizasyonunun, bir tohum monomer bileşimi (M0) içinde bir anyonik yüzey aktif madde ve monomer bileşimi (M'1) içinde iki farklı yüzey aktif madde olmak üzere üç anyonik yüzey aktif madde varlığında gerçekleştirilmesi, burada (M0) ve (M'1)'den türetilen genel bileşimin söz konusu monomer bileşimine (M1) karşılık gelmesi **ile** ve söz konusu bileşimin (M2) söz konusu emülsiyon polimerizasyonunun en az iki yüzey aktif madde varlığında gerçekleştirilmesi; bunlardan birisinin iyonik olmaması tercihen alkoksillenmiş yağ alkollerini arasından seçilmesi ve diğerinin ise anyonik olması ve (M1) için yukarıda belirtilen iki yüzey aktif maddeden birisi ile aynı veya farklılabilmesi ile ve (M1) ve (M2) içindeki söz konusu anyonik yüzey aktif maddelerden en az birisinin en az bir sülfosüksinat olması **ile karakterize edilen**, İstem 1'e göre dağılıp

3. Söz konusu bileşimin (M2) ve dolayısıyla (M2)'den türetilen söz konusu polimerin (P2) suda çözünabilen en az bir transfer ajanı içermesi **ile**, söz konusu bileşimin (M3) ve dolayısıyla (M3)'ten türetilen söz konusu polimerin (P3), bir suda çözünabilen ve bir yağda çözünabilen olmak üzere en az iki transfer ajanı içermesi ve fazları P2 ve P3 (P2 + P3) tümü için suda çözünabilen (saf) transfer ajanları yağda çözünabilen (saf) transfer ajanları ağırlık oranları 2'nin altında ve tercihen 0,5'in altında olması **ile karakterize edilen**, İstem 1 veya 2'ye göre dağılıp

4. İstemler 1 ile 3'ten birine göre dağılıp, grubu (X) taşıyan söz konusu monomerin grup (X) başına aşağıdaki şekilde seçilmesi **ile karakterize edilmektedir:**

-karboksi/anhidrit için: (met)akrilik asit, itakonik asit/anhidrit, fumarik asit, maleik anhidrit, tetrahidroftalik asit/anhidrit (THP)

-hidroksi için: isteğe bağlı olarak alkoksillenmiş, alkil C₂ ile C₄ ile, hidroksialkil (met)akrilatlar, özellikle alkoksillenmiş veya alkoksillenmemiş hidroksietil (met)akrilat (HE(M)A), hidroksipropil (met)akrilat (HP(M)A), hidroksibütil (met)akrilat HB(M)A

-epoksi için: MAGLY glisidil (met)akrilat, (met)akrilat; epoksitlenmiş disiklopentenil, epoksitlenmiş sikloheksenil, epoksitlenmiş tetrahidroftalik, epoksitlenmiş norbornenil arasından seçilen epoksitlenmiş bir sikloalifatik grubunu taşımaktadır

-amin için: C₂ ile C₄ alkil ile aminoalkil (met)akrilatlar veya aminoalkil

(met)akrilamidler, örneğin MADAME (Dimetil amino etil metakrilat) veya MATBAE (t-bütil aminoetil metakrilat)

-amid için: (met)akrilamid

-imid: maleimid

5 -siklik karbonat için: gliserol karbonat (met)akrilat

-fosfat için: isteğe bağlı olarak alkoksillenmiş, hidroksi alkil (met)akrilatlar mono ve/veya diester fosfatlar

-fosfonat için: isteğe bağlı olarak alkoksillenmiş, hidroksialkil (met)akrilatlar ester fosfatlar

10 -fosfinat için: isteğe bağlı olarak alkoksillenmiş, fosfinik asit ile hidroksialkil (met)akrilat esterleri

-sülfat için: isteğe bağlı olarak alkoksillenmiş alkil ile, hidroksi alkil (met)akrilat esterleri

15 -sülfonat için: isteğe bağlı olarak alkoksillenmiş, hidroksialkil (met)akrilatlar veya hidroksialkil (met)akrilamidler sülfonat esterleri; hidroksi etil sülfonat (met)akrilat veya akrilamid propan sülfonat (asit veya tuz formunda) gibi sülfonatlar

-imidazol için: 2-etil(2-okso-imidazolidin-1-il) metakrilat

-üreido için: N-(2-metakriloiloksietil)etilen üre

-oksazolin için: hidroksi alkil 2-oksazolin (met)akrilatlar

20 -benzofenon için: benzofenon (met)akrilat

-aziridin için: 1-(2-hidroksietil) aziridin metakrilat

-asetoasetoksi için: asetoasetoksietil(met)akrilat (AAEM)

-diaseton: diaseton akrilamid (DAAM)

-metilol: N-metilolakrilamid (NMA)

25 -alkoksisilan için: alkoksisilan (met)akrilatlar

5. İstemler 1 ila 4'ten birine göre dağılıp, söz konusu grup (X) reaktif bir grup olması ve şunlar arasından seçilmesi **ile karakterize edilmektedir**: asetoasetoksi, diaseton, N-metilol, alkoksisilan; söz konusu grubu (X) taşıyan tercih edilen monomerler asetoasetoksietil (met)akrilat (AAEM), diaseton diakrilamid (DAAM), N-metilol akrilamid, alkoksisilan (met)akrilatlar arasından seçilmektedir.

6. İstemler 1 ila 4'ten birine göre dağılıp, söz konusu grubun (X) şunlar arasından seçilmesi **ile karakterize edilmektedir**: karboksi/anhidrit, hidroksi, amin, epoksi (veya oksiran), imid, aziridin, oksazolin, imidazol, siklik karbonat.

7. mmol/g polimer (polimer: P1 + P2 + P3) cinsinden verilen grupların (X) indisinin, 0,002 ile 0,5, tercihen 0,005 ile 0,5, daha tercihen 0,01 ile 0,5 ve daha da tercihen 0,02 ile 0,5 arasında değişmesi **ile karakterize edilen**, İstemler 1 ile 6'dan birine göre dağılımı

5

8. Söz konusu polimerlerin (P1, P2 ve P3) sırasıyla, sadece (met)akrilik monomerler veya (met)akrilik monomerlerin en az bir aromatik vinil monomeri ile karışımlarından oluşan söz konusu monomer bileşimlerinden (M1, M2 ve M3) türetilmesi, stirenin tercih edilen aromatik vinil monomeri olması **ile** ve söz konusu polimerin (P1), iç çapraz bağlama ajanı olarak en az bir monomer içeren bir monomer bileşiminden (M1) türetilmesi **ile karakterize edilen**, İstemler 1 ile 7'den birine göre dağılımı

10

9. İstemler 1 ile 8'den birine göre bir dağılımı preparasyonuna yönelik yöntem olup, söz konusu yöntemin aşağıdaki emülsiyon polimerizasyonu aşamalarını içermesi **ile karakterize edilmektedir**:

15

i) bir tohum monomeri bileşiminin (M0) bir emülsiyon ön polimerizasyonunu içeren bir tohumlama aşaması, burada tohum partikülleri, 40 nm'ye eşit veya daha düşük bir boyaya sahiptir ve söz konusu polimer fazı (P1) ağırlığına göre ağırlık olarak %2 ile 25 arasında ve tercihen %5 ile 20 arasında bir oranı oluşturmaktadır

20

ii) bir polimer (P'1) veren, böylece aşama i)'de elde edilen tohum polimeri (P0) ile birlikte partikülün söz konusu maçasını söz konusu polimer fazı (P1) oluşturan bir monomer bileşiminin (M'1) emülsiyon polimerizasyonu aşaması, söz konusu monomer bileşimi (M'1) söz konusu tohum bileşimi (M0) ile aynı veya farklıdır (eğer (M0) ile aynı ise söz konusu monomerlerinkine (M1) karşılık gelmektedir) ve bunların ağırlık olarak genel ortalama bileşimi (M0 + M'1) söz konusu monomerlerinkine (M1) karşılık gelmektedir, opsiyonel olarak aşama ii)'deki ürün (dağılımı) depolanabilmektedir ve daha sonra sonraki aşama iii) için ham madde olarak kullanılabilir,

25

iii) söz konusu polimer fazı (P2) oluşturan bir monomer bileşiminin (M2) emülsiyon polimerizasyonuna yönelik bir aşama; söz konusu aşama iii) başlangıçta bir tohumlama içermektedir ve isteğe bağlı olarak suda çözünebilen bir transfer ajanı varlığında gerçekleştirilmektedir,

30

iv) dördüncü katmanda söz konusu polimerin (P3) elde edilmesi amacıyla, söz konusu polimer fazı (P3) oluşturan bir monomer bileşiminin (M3), tercihen merkaptanlar

35

arasından seçilen, isteğe bağlanarak biri suda çözünebilen ve diğer ise yağda çözünebilen olmak üzere iki transfer ajanı varlığında emülsiyon polimerizasyonuna yönelik bir aşama.

5 **10. İstem 9'a göre yöntem olup, aşağıdakiler ile:**

-tohumlama aşaması), toplam ağırlığa ($P1 + P2 + P3$) göre ağırlık olarak %0,01 ila 0,5, tercihen %0,05 ila 0,2 oranında anyonik bir yüzey aktif madde varlığında gerçekleştirilmektedir

10 -monomer bileşiminin ($M'1$) emülsiyon polimerizasyonu aşamasıi), toplam ağırlığa ($P1 + P2 + P3$) göre ağırlık olarak %0,1 ila 3, tercihen %0,1 ila 1,5 oranında, tohumunki ($M0$) ile aynı veya farklı olan bir birinci anyonik yüzey aktif madde ve bu aşama ii)'nin birincisinden farklı olan bir ikinci anyonik yüzey aktif madde varlığında gerçekleştirilmektedir; fazla ($P1$) bu iki anyonik yüzey aktif maddesinin ağırlık olarak oranı toplam ağırlığa ($P1 + P2 + P3$) göre ağırlık olarak %0,1 ila 3, tercihen %0,1 ila 1,5 oranındadır

15 -monomer bileşiminin ($M2$) emülsiyon polimerizasyonu aşamasıii), toplam ağırlığa ($P1 + P2 + P3$) göre ağırlık olarak %0,1 ila 3, tercihen %0,2 ila 2,5 arasında en az iki yüzey aktif madde a) ve b) varlığında; a) alkoksillenmiş yağ alkolleri, daha tercihen alkoksillenmiş C_{12} ila C_{16} yağ alkolleri, daha da tercihen etoksi ve/veya propoksi ünitelerinin alkoksi üniteleri gibi, özellikle etoksi üniteleri arasından seçilmiş olan iyonik olmayan bir birinci yüzey aktif maddedir ve daha özellikle söz konusu alkoksi ünitelerinin sayıları 3 ila 50 arasında ve daha tercihen 5 ila 40 arasında değişmektedir ve b) aşama ii)'ninki ile aynı veya farklı olabilen bir anyonik yüzey aktif maddedir, söz konusu aşama iii) başlangıçta bir tohumlama içermektedir ve opsiyonel olarak (söz konusu aşama iii) için) suda çözünebilen en az bir transfer ajan varlığında gerçekleştirilmektedir

20 -söz konusu bileşimin ($M3$) polimerizasyon aşamasıiv), yüzey aktif maddelerin varlığında veya yokluğunda gerçekleştirilmektedir ve yüzey aktif maddelerin varlığında gerçekleştirilir ise aşama iii) ile aynı koşullarda ve opsiyonel olarak bir suda çözünebilen ve bir yağda çözünebilen olmak üzere en az iki transfer ajan varlığında gerçekleştirilmektedir ve aşağıdakiler ile karakterize edilmektedir:

25 -aşamalar i) ve ii) 75 ila 90°C'lik bir sıcaklıkta gerçekleştirilmektedir

30 -söz konusu monomer bileşiminin ($M3$) polimerizasyon aşamasıv) gibi söz konusu monomer bileşiminin ($M2$) polimerizasyon aşamasıii), söz konusu yöntem atmosfer

başında uygulandığı zaman Tg1'in altında bir sıcaklıkta gerçekleştirilmektedir.

11. Polimeri (P1) veren genel monomer bileşiminin (M1) emülsiyon polimerizasyonu aşaması ii) ve polimeri (P2) veren söz konusu monomer bileşiminin (M2) emülsiyon polimerizasyonu aşaması iii)ün, söz konusu monomer bileşiminin (M3) eklenmesinden önce en az %95 oranında, daha tercihen en az %98 oranında ve daha tercihen %100 oranında bir dönüşüm oranında devam etmesi **ile karakterize edilen**, İstem 9 veya 10'a göre yöntem.
12. İstemler 1 ila 8'den birine göre olan veya İstemler 9 ila 11'den birine göre yöntem ile elde edilen en az bir sulu dağıtım içermesi **ile karakterize edilen**, sulu polimer dağıtım bileşimi.
13. Söz konusu dağıtım bileşiminin İstem 6'ya göre olması ve söz konusu grubun (X) bir asetoasetoksi veya diaseton olduğu durumda; söz konusu bileşimin, söz konusu gruplar (X) ile gizli reaksiyon (polimer patiküllerinin filmleşme kuruması sırasında) yoluyla en az iki grup taşıyan en az bir katkı maddesini dağıtım halinde içermesi; tercihen söz konusu gizli reaksiyon katkı maddesinin bir dihidrazit olması özellikle (X)'in bir diaseton olduğu durumda adipik asit dihidrazit olması ve (X)'in bir asetoasetoksi olması söz konusu katkı maddesinin tercihen bir poliamin olması özellikle diamin veya akrilat gruplarında multifonksiyonel olan (MFA) bir ester akrilat olması **ile karakterize edilen**, İstem 12'ye göre bileşim.
14. İstem 12 ila 13'e göre bileşim olup, söz konusu dağıtım ek olarak en az bir başka sulu polimer dağıtım içermektedir; tercihen söz konusu diğer dağıtım şunlar arasından seçilen reçineler veya polimerler dağıtım olması **ile karakterize edilmektedir**: doymuş ve/veya doymamış tercihen doymamış polyester bazı polyester dağıtım ve daha tercihen modifiye edilmiş veya modifiye edilmemiş alkid reçineleri dağıtım akrilik, tamamen akrilik ve stiren-akrilikler dahil olmak üzere akrilik kopolimer dağıtım (emülsiyonu), vinilik kopolimer dağıtım akrillenmiş akrilik oligomer dağıtım özellikle akrillenmiş, doymamış poliüretanlar dahil olmak üzere poliüretan dağıtım hidrokarbon reçineleri dağıtım veya kolofan reçineleri veya kolofan ile modifiye edilmiş reçineler dağıtım
15. İstem 6'ya göre bir dağıtım içermesi ile ve üstelik söz konusu gruplar (X) ile en az iki reaktif grubu taşıyan en az bir çapraz bağlama ajanı içermesi **ile karakterize edilen**,

İstemler 12 ila 14'den birine göre bileşim.

5 **16.** İstemler 1 ila 8'den birine göre olan veya İstemler 9 ila 11'den birine göre yöntem ile elde edilen en az bir sulu dağıtıcı veya İstem 12 ila 15'ten birine göre bir dağıtıcı bileşimi içermesi **ile karakterize edilen** kaplama bileşimi.

17. Toplaşma ajanı içermemesi **ile karakterize edilen**, İstem 16'ya göre bileşim.

10 **18.** İstemler 1 ila 8'den birine göre olan veya İstemler 9 ila 11'den birine göre yöntem ile elde edilen en az bir sulu dağıtıcı, kendiliğinden çapraz bağlanabilir olanlar dahil olmak üzere, çapraz bağlanabilir sulu kaplamalar için organik bağlayıcı olarak kullanılır.

15 **19.** İstem 18'e göre kullanılır olup, özellikle şunlar arasından seçilen endüstriyel kaplamalar, koruyucu kaplamalar ve/veya dekoratif kaplamalara ilişkin olması **ile karakterize edilmektedir**: boyalar, vernikler, cilalar, astarlar, mürekkepler, yapışkanlar ve/veya bitirme (topcoats), sızdırmazlık, cam işleme, fiber, özellikle kumaş işleme, dokunmuş veya dokunmamış doku işleme kaplamaları.

20 **20.** İstemler 1 ila 8'den birine göre olan veya İstemler 9 ila 11'den birine göre yöntem ile elde edilen en az bir sulu dağıtıcı kullanılır veya İstemler 12 ila 15'den birine göre bir dağıtıcı bileşiminin kullanılması ile ortaya çıkması **ile karakterize edilen** kaplama.

TARİFNAME

BLOKLAMA VE PARMAK İZİNE KARŞI DİRENÇLİ OLAN VE İYİLEŞTİRİLMİŞ BİR SERTLİĞE SAHİP OLAN SULU KAPLAMALAR İÇİN ÇOK YAPILI PARTİKÜLLER

BAZLI SULU POLİMER DAĞILTISI

5

Mevcut buluş, spesifik bileşim ve çok yapılı partiküllere sahip olan sulu polimer dağılımları ile ilgilidir.

- 10 Buluşun dağılımları homojen bir film ile toplama sırasında filmin mükemmel bir şekilde oluşmasını olanak sağlamaktadır ve oluşturulan partiküllerin kontrollü yapısı ve mükemmel yeniden üretilebilirliği nedeniyle ve TMF'in önceden tahmin edilebilirliği nedeniyle yüksek bir kohezyona sahiptir. Bu mükemmel kontrol, özellikle kimyasal ve mekanik direnç, özellikle sertlik, yapışkanlık, yaş aşınma, ve bloklama ve parmak izine karşı direnç açısından
- 15 mükemmel mekanik ve diğer özelliklerin elde edilmesine olanak sağlamaktadır. Parmak izine karşı direnç burada ve aşağıda, kaplama filmi üzerinde yüksek bir basınç oluşturulduğu zaman kaplamanın leke veya yapışma sergilememe kapasitesini belirtmektedir.

- WO 2011/009560 numaralı patent dokümanının 60 ila 120°C'lik Tg1'e sahip sert bir maça (P1) ve -20 ila 40°C'lik Tg2'ye sahip yumuşak bir kabuk (P2) ile çift fazlı maça/kabuk yapılı partiküllere ve P1 + P2 üzerinde %15 ila 60'ün temsil eden P1 ila 0 ila 50°C'lik bir TMF sahip olan, özellikle kendiliğinden çapraz bağlanabilir olan sulu kaplamalar içinde uygulamalara yönelik olan stabil sulu dağılımları açıklamaktadır. Filmleşmeye iyi bir şekilde uygun olma ve bu sürecin filmleşmenin ve performansların iyi bir şekilde yeniden üretilebilirliği ile kontrolüne
- 25 rağmen bu dağılımlar, bazı uygulamalar için, özellikle de elde edilen filmin mekanik direnci ve iyi bir şekilde kohezyonu ile bloklama ve parmak izine karşı direnç, sertlik açısından yetersiz performanslar sergilemektedir. Daha özellikle bu tür kaplamaların bloklama ve parmak izi dirençleri ve sertliği bu tür performanslar gerektiren bazı uygulamalar için, özellikle kaplanmış ağaç objelerin (kapılar, pencereler, mobilyalar, levhalar) kaplamanın uygulanmasından sonra
- 30 yığılma haline getirildiği endüstriyel uygulamalar ve sırtı karşı iyi bir direnç (mutfak, banyo) veya parmak izine karşı iyi bir direnç (çizilmeye ve aşınmaya karşı dayanıklı olan, yüksek dirençli duvar boyaları) gerektiren dekoratif uygulamalarda yetersizdir (sert maça tarafından kuvvetlendirilmesine rağmen çok yumuşaktır).

- 35 Nitekim WO 2011/009560 numaralı patent dokümanının spesifik bir yöntem doğrultusunda sert

maça kabuk şeklinde bir lateks yapıda yapılmaktadır. Bu tür bir yapı ideal olarak takviye için nano dolgular işlevi gören ve birinci aşamada in situ olarak sentetize edilen sert organik partiküllerden yapılandırılmış olan bir dağılımı tarafından takviye edilmiş kauçuksu bir yumuşak faz içeren polimer bir film (kaplama) vermektedir. Bu şekilde elde edilen film esnektir (kesintisiz yumuşak faz) ve sert organik nano dolguların (maça) düzenli olarak dahil edilmesi ile mekanik takviye, aşamalı bir takviyeyi temsil eden, uzama ile artan çekiş gerilimine dönüşmektedir. Yumuşak faz kesintisiz fazdır ve bu nedenle filmleşme kalitesi homojen bir film ile çok iyidir. Filmin mükemmel oluşumu sayesinde elde edilen, filmin mekanik özellikle iyi bir dayanıklılıkla zaman içinde stabildir. Açıklanan yöntem öngörülebilir, yeniden üretilebilir ve zaman içinde stabil bir TMF'in elde edilmesine olanak sağlamaktadır. Bununla birlikte, endüstriyel uygulama koşullarında doğrultusunda, bloklama veya parmak izine karşı direnç ve sertlik açısından yeni gereksinimlere, filmin kesintisiz fazı oluşturan yumuşak maça bir partikül ile ulaşmak zordur.

WO2008/028062 numaralı patent dokümanı bir aşılama polimeri, bir maça polimeri ve bir kabuk polimeri içeren çok sınırlı lateks polimer bileşimlerini açıklamakta olup, burada lateks, düşük VOC (<50 g/l) oranında boyalar için uygundur ve iyi bir bloklama direncine, iyileştirilmiş bir açılma zamanı ve artmış bir su direncine (yumuşama direncine) sahiptir. İyi bloke edici direnç için tohum ve maça polimeri, sert bir niteliğe ve daha yüksek bir Tg'ye sahip polimerler oluşturan monomerler içerirken, kabuk polimer daha yumuşak bir niteliğe ve daha düşük bir Tg'ye sahip olan monomerleri içermektedir. Açılma zamanını iyileştirmek için, lateks, suyu tutmak için gerekli olan uygun bir hidrofilik monomer seviyesini içermektedir. Su direncini (su ile yumuşama direncini) arttırmak için hidrofobik monomerler, kabuk veya maça katmanlarındaki hidrofilik bölümleri üzerine tohumlanmaktadır.

Yüksek bloklama direnci ve sertliğinin elde edilmesine olanak sağlayan, yumuşak maça ve sert kabuklu, yapılandırılmış polimer partiküllerine sahip olan polimer dağılımlarına sahip olan başka çözümler de açıklanmıştır. Bununla birlikte, partikül yapısıyla, bu tür polimer dağılımları sert ve çapraz bağlanmış olan kesintisiz faz gerildiği zaman hızlı bir şekilde kendini berraklaştırma için nispeten daha az yapışkan olan bir filme neden olmaktadır. Son olarak, partikülün etrafında sert bir kabuğun varlığı, yüksek bir mükemmellik seviyesi arzu edildiği zaman, emülsiyonun düşük TMF'sine rağmen toplama ajanları kullanılması gerektirmektedir.

Önceki tekniğin dezavantajları giderilmesi için, mevcut buluşa göre, sert bir maça fazı (P1)

ve yumuşak bir kabuk fazı (P2) kullanan WO 2011/009560 numaralı patent dokümanında açıklanan önceki tekniğin yapılandırılmış bir dağılımı modifiye edilmesi önerilmektedir; bu modifikasyon özellikle, yumuşak kabuğa (P2) ek olarak ikinci fazı (P3) eklenmesinden oluşmakta olup, (P3) oligomerik olan veya olmayan, fonksiyonelize olan veya olmayan sert veya (P2)'den daha sert bir fazdır. Bu modifikasyon, ikinci kabuğun (P3) fizikokimyasal özellikleri, birinci kabuğun (P2) iyi bir şekilde biçim değiştirmesini ve dolayısıyla filmin iyi bir şekilde oluşmasını engellemediği sürede WO 2011/009560 numaralı patent dokümanına göre yapıya bağlı olan özellikler kaybedilmeden hedeflenen özelliklere kolayca ulaşılmasını olanak sağlamaktadır. Bu şekilde modifiye edilmiş partikül burada mevcut buluş için, "çok yapı ve özellikle açıldığında şekilde (P1, P2, P3) olmak üzere 3 faza ve dolayısıyla "üç katman"a sahip olan bir partikülü belirtmektedir. Fazları (Fox'a göre hesaplanmış olan) Tg'si, ağırlık %'leri, moleküler kütle ve fonksiyonelizasyon açısından, üç fazlı bu yeni yapı için mümkün olan çok çeşitli seçenekler ve spesifik yöntem ve bunun uygulama kolaylığı hedeflenen uygulamalar doğrultusunda spesifik piyasa gereksinimleri ve taleplerine iyileştirilmiş ve uygun bir yanıt verilmesine, yani daha düşük maliyete ve mevcut endüstriyel tesislerde herhangi bir modifikasyona gerek duyulmadan, başka bir ifadeyle mevcut tesisler üzerinde uygulama kolaylığı sağlayarak olanak tanınmaktadır.

Buluşa göre, sert olan veya (P2)'den daha sert olan "üç katmanlı" (P1 sert/P2 yumuşak/P3 sert) bu yeni yapı durumunda nihai kaplamanın çekme davranış aşamalı bir takviyenin davranış değil, yumuşak maça/sert kabuk türünde piyasada bilinen partiküllerin durumunda olduğu gibi bir azalma veya bir düşüş yerine sabit bir takviyeyi takip eden yüksek Young (ikinci sert kabuk (P3) tarafından indüklenen) modülünü sergileyen bir davranış ve WO 2011/009560 numaralı patent dokümanına göre bir dağılıma (P1/P2) göre belirli bir uzama için daha yüksek mekanik gerilime sahiptir. Bu, yüksek sertlik seviyelerine ulaşmaya ve mükemmel esnekliği korurken filmlerin mekanik direncini daha da arttırmaya olanak sağlamaktadır. Bu, mevcut buluşa göre elde edilen kaplama filmlerinin, önceki tekniğe ait yukarıda bahsedilen dağılımlar ile karşılaştırıldığında, korunmuş bir esnekliğe sahip daha yüksek bir kohezyon enerjisine sahip olduğu anlamına gelmektedir.

Dolayısıyla mevcut buluş, iyi bir esneklik, çok iyi bir filmleşme kontrolü ve yeniden üretilebilirliği muhafaza edilirken, bloklamaya ve parmak izine karşı iyi dirençler ve iyi bir sertlik sergileyen mükemmel kaplama formülasyonu için, kontrollü TMF'e sahip ve yeniden üretilebilir stabil bir dağılım geliştirilmesini amaçlamaktadır. Bu nedenle mevcut buluş, atmosfer basıncında radikal polimerizasyonun standart koşullarda, önceki tekniğe ait yapılar

ile, zor bir sertlik/esneklik/kohezyon uzlaşımı ile takviye edilmiş mekanik özellikler sergileyen bir kaplama filminin elde edilmesine olanak sağlamaktadır. Dolayısıyla kaplama filmi, kontrollü TMF'e sahip olan bir emülsiyon için, önceki teknikten bilinen güncel çözümlerinkinden çok daha iyi bir bloklama ve parmak izi direnci sunmaktadır.

5

Mevcut buluşun bir birinci amacı, üç katmanlı bir partikül oluşturan, çok yapışkan ve özellikle de 3 spesifik faza (katmana) (P1, P2 ve P3) sahip olan polimer partikülleri içeren sulu bir polimer dağılımı ile ilgilidir.

10 Buluşun bir ikinci amacı, spesifik aşamalara sahip olan söz konusu dağılımın spesifik bir preparasyon yöntemi ile ilgilidir.

Daha sonra buluş, buluşa göre en az bir sulu polimer dağılımı içeren sulu bir polimer dağılımı bileşimini kapsamaktadır.

15

Buluşa göre belirtildiği üzere en az bir sulu dağılımı ve en az bir sulu polimer dağılımı içeren bir kaplama bileşimi, buluşun bir parçası oluşturmaktadır.

20 Buluş aynı zamanda, buluşa göre göre belirlendiği üzere bir dağılım, sulu kaplamalar için organik bağlayıcı ve söz konusu dağılım bileşimi veya söz konusu dağılımın kullanılması ile ortaya çıkan bir kaplama olarak kullanılması ile ilgilidir.

Dolayısıyla buluşun bir birinci amacı, aşağıdakileri içeren söz konusu partikül ile çok yapışkan en az 3 ayrı polimer fazı polimer partikülleri bazlı sulu bir polimer dağılımı ile ilgilidir:

25

- maça olarak, bir monomer (M1) bileşiminin emülsiyon polimerizasyonundan türetilen bir polimer (P1) bazlı bir polimer fazı burada (P1) 60 ila 120°C arasında, tercihen 60 ila 100°C arasında değişen, (Fox'a göre hesaplanmış olan) bir cam geçiş sıcaklığında (Tg1) sahiptir,

30 - söz konusu maçayla sarmalayan, bir monomer (M2) bileşiminin emülsiyon polimerizasyonundan çıkan bir polimer (P2) bazlı bir ikinci polimer fazı burada (P2) -60 ila 40°C arasında, tercihen -30 ila 30°C arasında değişen (Fox'a göre hesaplanmış olan) bir cam geçiş sıcaklığında (Tg2) sahiptir,

35 - söz konusu faz (P2) sarmalayan, bir monomer bileşiminin (M3) emülsiyon polimerizasyonundan çıkan bir polimer (P3) bazlı bir üçüncü döl (veya kabuk) polimer fazı

burada (P3), Tg2'den daha yüksek, özellikle de (Tg2'den) 5°C daha yüksek olan ve 120°C'yi aşmayan, tercihen 60 ila 120°C arasında ve daha tercihen ise 60 ila 115°C arasında bulunan (Fox'a göre hesaplanmıř olan) bir cam geçiř sıcaklıđına (Tg3) ve 150.000'i aşmayan, tercihen 1.000 ila 150.000 arasında deđiřen, polistrien ayarlama ile, THF içinde boyut dıřlama Kromatografisi veya GPC ile ölçülen sayıca ortalama moleküler bir mükttleye (Mn) sahiptir.

burada toplam polimer (P1 + P2 + P3) ađıllıđına göre ađıllık oranı ařađıdaki řekildedir:

- 10 - %5 ila 50 oranında P1
- %40 ila 85, tercihen %45 ila 80 oranında P2
- %5 ila 25, tercihen %10 ila 20 oranında P3

ve söz konusu ađıllık oranları toplam (P1 + P2 + P3) %100'e eřittir ve

- 15 ve (P3)'ten türetilen söz konusu bileřimin (M3) ve (P2)'den türetilen söz konusu bileřimin (M2), etilenik doymamıřla ek olarak, řunlar arasından seřilen: asetoasetoksi, diaseton, metilol veya alkoksisilan, karboksi/anhidrit, hidroksi, amin, epoksi (veya oksiran), fosfat, fosfonat, fosfinat, sülfat, sülfonat, amid, imid, aziridin, oksazolin, imidazol, siklik karbonat, benzofenon, üreido en az bir fonksiyonel grubu (X) tařıyan etilenik olarak doymamıř en az bir
- 20 monomer içermektedir; fonksiyonel (X) grup tařıyan birden fazla monomerin varlıđı durumunda, söz konusu gruplar (X) söz konusu dađıllık preparasyonu sırasında veya depolama sırasında kendi aralarında reaksiyona girememektedir.

- 25 Tercihen faz (P1 ve P2) polimerleri, 150.000'in üzerinde, daha özellikle 1.000.000'a yakını veya daha fazla Mn'e sahiptir.

Daha özellikle (P3), (P2)'den daha az hidrofobiktir ve daha özellikle (P2), (P1)'den daha hidrofobiktir.

- 30 Genel bir řekilde "hidrofobik" monomer ile su ile az afiniteye sahip olan veya su içinde az çözünebilen bir monomer anlařılmaktadır. Bu hidrofobikliđin tahmin edilmesine yönelik bir yöntem, üleřim katsayılarının loagirtması ile ifade edilen hidrofobiklik ile, oktanol ve su arasında deđerlendirilecek olan maddenin bu üleřim katsayılarının ölçülmesidir. Bir monomer için hidrofobiklik deđerı (logKow), tahmin için SRC'nin (Syracure Research Corporation)
- 35 KowWin yazılımını kullanılarak, molekülün yapısal fragmentleri ve atomları katılmıř

yöntemi ile oktanol ve su arasındaki üleşim katsayısının logaritması ($\log P$) hesaplanmıştır bir tahminidir. Bu yöntem, Pharm. Sci. 84:83-92'de "Atom/fragment contribution method for estimating octanol-water partition coefficients"de 1995'te W. M. Meylan ve P.H. Howard tarafından açıklanmıştır. Üleşim katsayısı (P) dengeli iki faza sahip olan bir sistemde sulu faz içindeki kimyasal konsantrasyona göre oktanol fazında kimyasal konsantrasyonun oranına karşı gelmektedir. Bir kopolimer, özellikle de buluşa göre bir polimere ilişkin olarak, oktanol/su üleşim katsayısının logaritması dayanan, buluşa göre genel hidrofobi değeri, söz konusu polimeri oluşturan monomerlerin tümü üzerinde alınarak ortalama değer şeklinde belirlenmektedir ve bu özellikle, yukarıda açıklanan ve dolayısıyla bu tanıma göre aşağıdakiye karşı gelen, KowWin yöntemi ile hesaplanan ayrı $\log Kow$ değerlerinin, bileşen monomerlerinin tümü üzerinde alınarak ortalama olarak hesaplanmıştır genel hidrofobi değeri:

$$\text{genel hidrofobi değeri: } \sum_i [x_i \cdot (\log Kow)_i]$$

burada,

$\sum_i$: i üzerinde bileşen monomerlerinin toplamı

x_i : söz konusu kopolimerde i monomerin alınarak fraksiyonu,

$(\log Kow)_i$: söz konusu monomer i için KowWin yöntemi ile hesaplanmış olan hidrofobi değeri,

burada Kow, oktanol/su üleşiminin hesaplanan katsayısına karşı gelmektedir ve $\log Kow$, bu katsayısının logaritmasıdır

Tercihen bu prensibe göre hesaplanmış ortalama hidrofobi değeri (P_3) ve (P_2) arasında en az 0,2, özellikle en az 0,5 olmak zorundadır (P_2), (P_3)'ten daha yüksek (daha hidrofobik) olan hesaplanmış ortalama bir $\log Kow$ değerine sahiptir.

Buluş dağın özellikle, bir tohum monomerleri bileşimi (M_0) içinde bir anyonik yüzey aktif madde ve monomerler (M'_1) bileşimi içinde iki farklı yüzey aktif madde olmak üzere üç anyonik yüzey aktif madde varlığında gerçekleştirilmekte olup, burada (M_0) ve (M'_1)'den türetilen genel bileşim söz konusu monomer bileşimine (M_1) karşı gelmektedir ve söz konusu bileşimin (M_2) söz konusu emülsiyon polimerizasyonu en az iki yüzey aktif madde varlığında gerçekleştirilmektedir; bunlardan birisi iyonik değildir, tercihen alkoksillenmiş yağ

alkollerinden seçilmektedir ve diğeri ise anyonik olan ve (M1) için yukarıda belirtilen iki yüzey aktif maddeden birisi ile aynı veya farklılabilmektedir, daha özellikle tohum bileşimininki (M0) ile aynı veya farklılabilmektedir.

5 (M0, M'1 ve M2)'de kullanılmaya uygun olan anyonik yüzey aktif maddeler olarak sülfat, sülfonat, fosfat veya fosfonat veya fosfinat grubunu taşıyan yüzey aktif maddelerden, özellikle aşağıdakilerden bahsedilebilmektedir:

- 10 - isteğe bağlanarak alkoksillenmiş, C₈-C₁₈ alkil sülfosüksinatlar (isteğe bağlanarak alkoksillenmiş C₈-C₁₈ alkoller ile sülfosüksinik asit diesterleri)
- isteğe bağlanarak alkoksillenmiş C₈-C₁₈, tercihen C₉-C₁₄ alkil sülfat, sülfonat, fosfat veya fosfonat veya fosfinat
- isteğe bağlanarak alkoksillenmiş C₈-C₁₈ alkil ile (alkil ile ikame edilmiş aril) aril alkil sülfat, sülfonat, fosfat veya fosfonat veya fosfinat.

15

Söz konusu alkoller alkoksillenmiş olduğu zaman alkoksi ünitesi etoksi ve/veya propoksi olabilmektedir, etoksi en tercih edilen ünedir. Alkoksi ünitelerinin sayı 5 ila 30 arasında, tercihen 2 ila 10 arasında değişebilmektedir.

20 Daha özellikle, söz konusu anyonik yüzey aktif madde dodesilbenzensülfonat, sodyum sülfat loril, etoksillenmiş sodyum sülfat loril, etoksilenmiş sodyum izotridesilsülfat, etoksillenmiş amonyum fosfat loril veya sülfosüksinatlar arasından ve daha tercihen sülfosüksinatlar arasından seçilmektedir.

25 Tercihen (M1 ve M2) içindeki söz konusu yüzey aktif maddelerden en az birisi sülfosüksinat

Buluş dağılımı özellikle tercih edilen bir opsiyonuna göre söz konusu bileşim (M2) ve sonuç olarak (M2)'den türetilen söz konusu polimer (P2) en az bir suda çözünabilir transfer ajanı içermektedir. Daha özellikle söz konusu bileşim (M3) ve sonuç olarak (M3)'ten türetilen söz konusu polimer (P3) en az iki transfer ajanı içermektedir; bunlardan birisi suda çözünabilir, başka bir ifadeyle su içinde çözünebilen bir transfer ajanı ve bir yağ içinde çözünabilir, başka bir ifadeyle organik fazda çözünebilen, başka bir ifadeyle monomer içinde çözünebilen bir transfer ajanı. Daha tercihen bu tür bir durumda, fazlar tümü P2 ve P3 (P2 + P3) için su içinde çözünebilen (saf) transfer ajanı yağ içinde çözünebilen (saf) transfer ajanı ağırlık

olarak oran ≤ 2 'nin altındadır ve tercihen 0,5'in altındadır. Tercihen bu transfer ajanları merkaptanlardır.

5 Uygun suda çözünebilen transfer ajanları olarak, düşük bir sayıda karbon atomuna, örneğin en fazla 4 karbon atomuna sahip olan iyonik veya iyonize edilebilir bir grup içeren transfer ajanlarından bahsedilebilmektedir. İyonik ve iyonize edilebilir gruplara örnek olarak $-\text{CO}_2\text{H}$ veya $-\text{SO}_3\text{H}$ gruplarından bahsedilebilmektedir.

10 Uygun yağda çözünebilen transfer ajanları olarak, yüksek sayıda karbon atomuna, örneğin en az 6 karbon atomuna sahip olan transfer ajanlarından bahsedilebilmektedir.

15 Söz konusu gruplar (X), söz konusu dağıtım preparasyonu sırasında veya depolama sırasında kendi aralarında reaksiyona girememektedir. Nitekim bu tür fonksiyonalize (X) monomerden birden fazla bulunduğu zaman, fonksiyonalite (X) üzerindeki bu sınırlama, nihai uygulama veya kullanımdan önce sulu dağıtım herhangi bir şekilde prematüre çapraz bağlanmasını önlenmesini gerektirmektedir.

Grup (X)'in fonksiyonu olarak, grup (X)'i taşıyan söz konusu monomer grup (X) ile aşağıdaki şekilde seçilebilmektedir:

20

- karboksi/anhidrit için: (met)akrilik asit, itakonik asit/anhidrit, fumarik asit, maleik anhidrit, tetrahidroftalik asit/anhidrit (THP)
- hidroksi için: isteğe bağlı olarak alkoksillenmiş, alkil C_2 ila C_4 ile hidroksil (met)akrilatlar, özellikle alkoksillenmiş veya alkoksillenmemiş hidroksietil (met)akrilat (HE(M)A),
- 25 hidroksipropil (met)akrilat (HP(M)A), hidroksibütil (met)akrilat HB(M)A
- epoksi için: (M)AGLY glisidil (met)akrilat, (met)akrilat epoksitlenmiş disiklopentenil, epositlenmiş sikloheksenil, epokstilenmiş tetrahidroftalik, epoksitlenmiş norbornenil arasından seçilen epoksitlenmiş bir sikloalifatik grubunu taşımaktadır
- amin için: C_2 ila C_4 alkil ile aminoalkil (met)akrilatlar veya aminoalkil (met)akrilamidler,
- 30 örneğin MADAME (Dimetil amino etil metakrilat) MATBAE (t-bütil aminoetil metakrilat)
- amid için: (met)akrilamid
- imid: maleimid
- siklik karbonat için: gliserol karbonat (met)akrilat
- fosfat için: isteğe bağlı olarak alkoksillenmiş olan, hidroksi alkil (met)akrilatlar mono
- 35 ve/veya diester fosfatları alkoksillenmiş tercihen etoksillenmiş ve/veya propoksillenmiştir

- fosfonat için: isteğe bağlanarak alkoksillenmiş olan, hidroksialkil (met)akrilatlar ester fosfatlar, alkoksillenmiş tercihen etoksillenmiş ve/veya propoksillenmiştir
- fosfinat için: fosfinik asit ile hidroksialkil (met)akrilat esterler, alkoksillenmiş tercihen etoksillenmiş ve/veya propoksillenmiştir
- 5 - sülfat için: hidroksi alkil (met)akrilatlar esterleri, alkoksillenmiş tercihen etoksillenmiş ve/veya propoksillenmiştir
- sülfonat için: isteğe bağlanarak (alkil) alkoksillenmiş, hidroksialkil (met)akrilatlar veya hidroksialkil (met)akrilamidler sülfonat esterleri; alkoksillenmiş tercihen etoksillenmiş ve/veya propoksillenmiştir, hidroksi etil sülfonat (met)akrilat veya akrilamid propan sülfonat (asit veya tuz formu da dahildir) gibi sülfonatlar
- 10 - imidazol için: 2-etil(2-okso-imidazolidin-1-il) metakrilat
- oksazolin için: hidroksi alkil 2-oksazolin (met)akrilatlar
- üreido için: N-(2-metakriloiloksietil) etilen üre
- benzofenon için: benzofenon (met)akrilat
- 15 - aziridin için: 1-(2-hidroksietil) aziridin metakrilat
- asetoasetoksi: asetoasetoksietil (met)akrilat (AAEM)
- diaseton: diaseton akrilamid (DAAM)
- metilol: N-metilolakrilamid (NMA)
- alkoksilan için: alkoksilanlar (met)akrilatlar

20

Daha tercih edilen bir opsiyona göre söz konusu grup (X) reaktif bir gruptur ve şunlar arasından seçilmektedir: asetoasetoksi, diaseton, N-metilol, alkoksilan; söz konusu grubu (X) taşıyan tercih edilen monomerler asetoasetoksietil (met)akrilat (AAEM), diaseton diakrilamid (DAAM), N-metilol akrilamid, alkoksilan (met)akrilatlar. Alkoksilanlar aslında

25 alkoksi gruplar tarafından bloke edilmiş silanlardır. Bu tür gruplar (X) ve bu tür bir grubu taşıyan ilgili monomerlerin ilgi çeken yönü, kurutma esnasında, başka bir ifadeyle filmin oluşumu ve suyun giderilmesi sırasında kendiliğinden çapraz bağlanabilen sulu dağılımların elde edilmesinde yatmaktadır ve dolayısıyla kendiliğinden çapraz bağlanabilen sulu kaplamalar için ilgi çekmektedir.

30

Özel bir başka opsiyona göre söz konusu grup (X) şunlar arasından seçilmektedir: karboksi/anhidrit, hidroksi, amin, epoksi (veya oksiran), imid, aziridin, oksazolin, imidazol, siklik karbonat. Bu gruplar ve bunları taşıyan monomerlerin ilgi çeken yönü, dağılımların bileşimlerinin ve daha özellikle çapraz bağlanabilir kaplama bileşimlerinin, söz konusu

35 polimerin söz konusu gruplar (X) ile reaktif en az iki grubu taşıyan bir çapraz bağlanma

ajanların uygulanması nihai bileşim içine eklenmesi ile elde edilmesidir.

Grubu (X) taşıyan bir monomer mevcut olduğu zaman, mmol/g polimer (polimer burada: P1 + P2 + P3'tür) cinsinden verilen grupların (X) indisi, 0,002 ila 0,5, tercihen 0,005 ila 0,5, daha tercihen 0,01 ila 0,5 ve daha da tercihen 0,02 ila 0,5 arasında değişmektedir.

Tercih edilen bir olasılığa göre söz konusu polimerlerin (P1, P2 ve P3) her birisi, sadece (met)akrilik monomerler veya (met)arkilik monomerlerin en az bir aromatik vinil ile karışımlarından oluşan söz konusu monomer bileşimlerinden (M1, M2 ve M3) türetilmektedir, stiren tercih edilen aromatik vinil monomeridir.

Özel bir başka olasılığa göre söz konusu polimer (P1), iç çapraz bağlama ajanı olarak en az bir monomer içeren bir monomer bileşiminden (M1) türetilmektedir. Bu, söz konusu çapraz bağlama ajanı, çapraz bağlanmış bir polimer (P1) vermek için söz konusu bileşimin (M1) emülsiyon polimerizasyonu sırasında polimerize edilebilir en az iki etilenik doymamışlığa sahip olduğu anlamına gelmektedir. Çapraz bağlama ajanına uygun örnek olarak, en az 2 akrilik (metakrilik de dahildir), allilik veya vinilik grubu fonksiyonlitesine sahip multifonksiyonel monomerlerden bahsedilebilmektedir. Akrilik çapraz bağlayıcı ajanlara uygun örnekler olarak etilen glikol di(met)akrilat, propilen glikol di(met)akrilat, bütan diol di(met)akrilat, heksan diol di(met)akrilat, trimetilol propran tri(met)akrilat, vs.'den bahsedilebilmektedir. "Akrilikler" terimi burada hem akrilik hem de metakrilik anlamına gelmektedir ve "akrilatlar" terimi ise hem akrilatlar hem de metakrilatlar anlamına gelmektedir. Akrilik ve allilik çapraz bağlama ajanına örnek olarak allik metakrilattan bahsedilebilmektedir. Vinilik çapraz bağlama ajanı olarak, en az iki vinilik doymamışlığı taşıyan bir monomerden, örneğin di- ve tri-vinil benzenlerden söz edilebilmektedir.

Buluşun ikinci amacı buluşun çeşitlerinden birisinde belirtildiği üzere bir dağılım için bir preparasyon yöntemi ile ilgilidir, bu yöntem aşağıdaki emülsiyon polimerizasyonu aşamalarını içermektedir:

- i) bir tohum monomeri bileşiminin (M0) bir emülsiyon ön polimerizasyonunu içeren bir tohumlama aşaması burada tohum partikülleri, 40 nm'ye eşit veya daha düşük bir boyaya sahiptir ve söz konusu polimer fazında (P1) ağırlığına göre ağırlık olarak %2 ila 25 arasında ve tercihen %5 ila 20 arasında bir oran oluşturulmaktadır
- ii) bir polimer (P'1) veren, böylece aşama i)'de elde edilen tohum polimeri (P0) ile

birlikte partikülün söz konusu maçasında söz konusu polimer fazı (P1) oluşturan bir monomer bileşiminin (M'1) emülsiyon polimerizasyonu aşamasında söz konusu monomer bileşimi (M'1) söz konusu tohum bileşimi (M0) ile aynı veya farklıdır (eğer M0 ile aynı ise söz konusu monomerlerinkine (M1) karşı gelmektedir) ve bunlar arasında ağırlık olarak genel ortalama bileşimi (M0 + M'1) söz konusu monomerlerinkine (M1) karşı gelmektedir, opsiyonel olarak aşama ii)'deki ürün (dağılım) depolanabilmektedir ve daha sonra sonraki aşama iii) için ham madde olarak, başka bir ifadeyle söz konusu monomer bileşiminin (M2) eklenmesi ve polimerizasyonu için kullanılabilmektedir,

iii) söz konusu polimer fazı (P2) oluşturan bir monomer bileşiminin (M2) emülsiyon polimerizasyonuna yönelik bir aşama; söz konusu aşama iii) başlangıçta bir tohumlama içermektedir ve isteğe bağlı olarak suda çözünebilen bir transfer ajanı varlığında gerçekleştirilmektedir,

iv) dördüncü katmanda söz konusu polimerin (P3) elde edilmesi amacıyla, söz konusu polimer fazı (P3) oluşturan bir monomer bileşiminin (M3), tercihen merkaptanlar arasından seçilen, isteğe bağlı olarak biri suda çözünebilen ve diğer ise yağda çözünebilen olmak üzere iki transfer ajanı varlığında emülsiyon polimerizasyonuna yönelik bir aşama.

Karşılaştırma (M0+M'1) ağırlık olarak ortalama genel bileşimi, söz konusu polimer fazdan (P1) türetilen söz konusu monomer bileşimine (M1) karşı gelmektedir.

Opsiyonel olarak aşama ii)'deki ürün (dağılım) depolanabilmektedir ve daha sonra sonraki aşama iii) için ham madde olarak, başka bir ifadeyle söz konusu monomer bileşiminin (M2) eklenmesi ve polimerizasyonu için kullanılabilmektedir.

Söz konusu yöntemin bir birinci çeşidine göre:

- tohumlama aşamasında, toplam ağırlıkta (P1 + P2 + P3) göre ağırlık olarak %0,01 ila 0,5, tercihen %0,05 ila 0,2 oranında anyonik bir yüzey aktif madde (yüzey aktif madde ürünü kuru olarak varsayılmaktadır) başka bir ifadeyle %100 oranında yüzey aktif madde) varlığında gerçekleştirilmektedir
- monomer bileşiminin (M'1) emülsiyon polimerizasyonu aşamasında, toplam ağırlıkta (P1 + P2 + P3) göre ağırlık olarak %0,1 ila 3, tercihen %0,1 ila 1,5 oranında, tohumunkine (M0) ile, başka bir ifadeyle tohumlama aşamasında'de kullanılan ile aynı veya farklı olan, ancak aynı olduğu zaman söz konusu aşama ii)'ye eklendiği anlamına gelen bir birinci anyonik yüzey aktif madde ve bu aşama ii)'nin birincisinden farklı olan bir ikinci anyonik yüzey

aktif madde varlığında gerçekleştirilmektedir; fazla (P1) bu iki anyonik yüzey aktif maddesinin ağırlık olarak oranı toplam ağırlığa (P1 + P2 + P3) göre ağırlık olarak %0,1 ila 3, tercihen %0,1 ila 1,5 oranındadır

- monomer bileşiminin (M2) emülsiyon polimerizasyonu aşaması ii), toplam ağırlığa (P1 + P2 + P3) göre ağırlık olarak %0,1 ila 3, tercihen %0,2 ila 2,5 arasında en az iki yüzey aktif madde a) ve b) varlığında; a) alkoksillenmiş yağ alkolleri, daha tercihen alkoksillenmiş C₁₂ ila C₁₆ yağ alkolleri, daha da tercihen etoksi ve/veya propoksi ünitelerinin alkoksi üniteleri gibi, özellikle etoksi üniteleri arasından seçilmiş olan iyonik olmayan bir birinci yüzey aktif maddedir ve daha özellikle söz konusu alkoksi ünitelerinin sayısal olarak 3 ila 50 arasında ve daha tercihen 5 ila 40 arasında değişmektedir ve b) aşama ii)'ninki ile aynı veya farklı olabilen bir anyonik yüzey aktif maddedir, söz konusu aşama iii) başlangıçta bir tohumlama içermektedir ve opsiyonel olarak suda çözünebilir en az bir transfer ajan varlığında gerçekleştirilmektedir

- söz konusu bileşimin (M3) polimerizasyon aşaması iv), yüzey aktif maddelerin varlığında veya yokluğunda gerçekleştirilmektedir ve yüzey aktif maddelerin varlığında (gerçekleştirilir) ise bu durumda aşama iii) ile aynı koşullarda yüzey aktif maddeler varlığında ve opsiyonel olarak bir suda çözünebilir ve bir yağda çözünebilir olmak üzere en az iki transfer ajan varlığında gerçekleştirilmektedir.

Daha özellikle buluşa göre söz konusu yönteme ilişkin olarak:

- aşamalar i) ve ii) 75 ila 90°C'lik bir sıcaklıkta gerçekleştirilmektedir
- söz konusu monomer bileşiminin (M3) polimerizasyon aşaması iv) gibi söz konusu monomer bileşiminin (M2) polimerizasyon aşaması iii), söz konusu yöntem atmosfer basıncında uygulandığında zaman Tg1'in altında bir sıcaklıkta gerçekleştirilmektedir.

Daha tercihen söz konusu aşamaya ilişkin olarak, söz konusu polimeri (P1) veren genel monomer bileşiminin (M1) emülsiyon polimerizasyonu aşaması i) ve söz konusu polimeri (P2) veren söz konusu bileşimin (M2) emülsiyon polimerizasyonu aşaması ii), söz konusu monomer bileşiminin (M3) eklenmesinden önce en az %95 oranında, daha tercihen en az %98 oranında ve daha tercihen %100 oranında bir dönüşüm oranında devam etmektedir.

Buluşun üçüncü amacı bir sulu polimer dağılımı ile ilgili olup; bu bileşim, buluşa göre yukarıda açıklanan çeşitlerden birisinde belirtildiği üzere ve buluşa göre yöntem ile elde edilen en az bir sulu dağılımı içermektedir.

Söz konusu dağılım bileşiminin özel ve tercih edilen bir durumuna göre söz konusu dağılım (P3)'te ve isteğe bağlı olarak (P2)'de fonksiyonalize monomerler (X) içeren yukarıda belirtildiği üzere bir dağılım olup; burada söz konusu grup (X) bir asetoasetoksi veya diasetondur; söz konusu bileşim, söz konusu gruplar (X) ile gizli reaksiyon (polimer patiküllerinin filmleşme kuruması sırasında) yoluyla en az iki grup taşıyan en az bir katkı maddesini dağılım halinde içermektedir; tercihen söz konusu gizli reaksiyon katkı maddesi bir dihidrazittir, özellikle (X)'in bir diaseton olduğu durumda adipik asit dihidrazittir ve (X) bir asetoasetoksidir, söz konusu katkı maddesi tercihen bir poliamindir, özellikle diamin veya akrilat gruplarında multifonksiyonel olan (MFA) bir ester akrilattır. Bu tür bir bileşimin ilgili çeken yönü, kuruma ve suyun giderilmesi ile filmleşme sırasında bileşimlerin ve daha özellikle kendiliğinden çapraz bağlanabilir olan sulu kaplama bileşimlerinin elde edilmesidir.

Tercih edilen özel bir çeşide göre söz konusu sulu polimer dağılım bileşimi, buluşa göre söz konusu dağılıma ek olarak en az bir başka sulu polimer dağılım içermektedir; tercihen söz konusu diğer dağılımlar arasında seçilen reçineler veya polimerler dağılımdır - doymuş ve/veya doymamış; tercihen doymamış polyester bazı polyester dağılım ve daha tercihen modifiye edilmiş veya modifiye edilmemiş alkid reçineleri dağılım, akrilik, tamamen akrilik ve stiren-akrilik kopolimer dağılım (emülsiyonu), vinilik kopolimer dağılım, akrillenmiş akrilik oligomer dağılım, doymamış poliüretanlar, özellikle de akrillenmiş olanlar dahil olmak üzere poliüretanlar dağılım, kolofan ile modifiye edilmiş reçineler dağılım veya kolofan esterleri dahil olmak üzere kolofan reçinesi dağılım veya hidrokarbon reçinesi dağılım.

Alkid dağılımlar arasında modifiye edilmiş, özellikle de akrilik monomerler ile veya stiren gibi atomatik vinil monomerler ile veya üretan motifleri ile veya amid motifleri ile modifiye edilmiş veya kolofan ile ve özellikle düşük yağ ile modifiye edilmiş alkid dağılımlar bulunmaktadır. Daha özellikle söz konusu alkid, kullanılan ham maddelere göre biyokaynaklıdır. Bu tür bir biyokaynaklı reçine WO 2012/042153 numaralı patent dokümanında açıklanmaktadır.

Söz konusu dağılım bileşimi, buluşa göre sulu dağılımın preparasyon sıcaklığında veya düşük bir sıcaklıkta gerçekleştirilen söz konusu dağılımların karışımı ile hazırlanabilmektedir.

Bir opsiyona göre söz konusu polimer dağılım bileşimi yukarıda belirtildiği üzere sırasıyla monomer bileşimlerinden çıkan (P3) ve isteğe bağlı olarak (P2) ile yukarıda belirtildiği üzere buluşa göre bir dağılım içermektedir; (P3) için ve isteğe bağlı olarak (P2) için;

karboksi/anhidrit, hidroksi, amin, epoksi (veya oksiran), imid, aziridin, oksazolin, imidazol, siklik karbonat arasından seçilen X ile fonksiyonalize monomerler içermektedir ve (söz konusu dağılımı) ayrı söz konusu gruplar (X) ile en az iki reaktif grup taşıyan en az bir çapraz bağlama ajanı içermektedir. Bu tür bir bileşim, çapraz bağlanabilir bileşimler ve özellikle de çapraz bağlanabilir kaplama bileşimleri için özel bir ilgi oluşturmaktadır

Buluşun bir başka amacı bir kaplama bileşimi, özellikle de sulu kaplama bileşimi ile ilgilidir; bu bileşim, buluşa göre belirlendiği üzere bir yöntem ile elde edilen veya yukarıda belirtildiği üzere buluşa göre belirlendiği üzere en az bir sulu dağılımı içermektedir veya söz konusu kaplama bileşimi yukarıda buluşa göre belirlendiği üzere en az bir dağılımı içermektedir.

Özellikle, buluşa göre söz konusu kaplama bileşimi kendiliğinden çapraz bağlanabilmektedir ve dolayısıyla kendiliğinden çapraz bağlanabilir kaplama bileşimleri için yukarıda açıklandığı üzere söz konusu dağılımı veya söz konusu dağılımı içermektedir.

Bir çeşide göre söz konusu kaplama bileşim; karboksi/anhidrit, hidroksi, amin, epoksi (veya oksiran), imid, aziridin, oksazolin, imidazol, siklik karbonat arasından seçilen fonksiyonalize monomerler (X) içeren monomer bileşimlerinden türetilen polimer (P3) ve isteğe bağlı olarak polimere (P2) sahip olan (barındıran) söz konusu kaplama bileşimi, söz konusu dağılımı söz konusu polimerinin söz konusu grupları (X) sahip olan en az iki grubu taşıyan en az bir çapraz bağlama ajanı içermektedir veya söz konusu kaplama bileşimi, söz konusu dağılımı içeren en az bir dağılımı içermektedir.

Daha özellikle söz konusu kaplama bileşimi toplama ajanı içermemektedir. Bu, filmleşme ve toplama için bu tür bir ajana ihtiyaç duyulmadığı anlamına gelmektedir.

Mevcut buluşun kapsamı bir başka amaç, buluşa göre olan ve buluşa göre bir yöntem ile elde edilen bir sulu dağılımı, sulu kaplamalar için, başka bir ifadeyle sulu kaplama bileşimleri içinde organik bağlayıcı olarak kullanılmasıdır

Daha özellikle bu kullanımı, kendiliğinden çapraz bağlanabilenler dahil olmak üzere, çapraz bağlanabilir sulu kaplamalara ilişkin olabilmektedir.

Söz konusu kullanımı özellikle şunlar arasından seçilen, endüstriyel kaplamalar, koruyucu

kaplamalar ve/veya dekoratif kaplamalar ile ilgilidir: boyalar, vernikler, cilalar, astarlar, mürekkepler, yapıştırıcılar ve/veya bitirme (topcoats), sızdırmazlık cam işleme, fiber, özellikle kumaş işleme, dokunmuş veya dokunmamış doku işleme kaplamaları.

- 5 Özel bir opsiyona göre söz konusu kullanımlar, altlıkların kimyasal ve/veya mekanik koruma kaplamaları arasından seçilen koruma kaplamaları ile ilgili olup, altlıklar özellikler şunlar arasından seçilmektedir: metal, beton, fiber çimento, alçı ahşap, karton, plastik, kompozit, cam, (oyuk veya oyuk olmayan) fiberler, kumaş, bakır ve sentetik veya selülozik dokular olabilen dokunmuş veya dokunmamış ürünler.

10

Son olarak buluş aynı zamanda, buluşa göre yukarıda açıklanan şekilde olan veya yukarıda açıklanan üzere buluş yöntemi ile elde edilen en az bir dağıtım kullanımı ve yukarıda buluşa göre açıklanan üzere bir dağıtım bileşiminin kullanımdan geçen, nihai ürün olarak bir kaplamayı kapsamaktadır. Daha özellikle söz konusu kaplama çapraz bağlanmaktadır.

15

Aşağıda gösterilen örnekler, buluşun ve buluşun performanslarını gösterme amaçlı olarak verilmiştir ve hiçbir şekilde buluşu kısımlayıcı nitelikte değildir.

Deneyisel kısım

20

A) Sulu polimer dağıtıcıların preparasyonu ve özellikleri

1) Kullanılan ham maddeler (bakınız aşağıdaki tablo 1)

Tablo 1: Dağıtıcıların sentezi içinde kullanılan ham maddeler

Ticari bileşen ismi veya kimyasal isim	Teknik fonksiyon	Kimyasal nitelik	Tedarikçi
Aerosol® A102	Anyonik yüzey aktif madde	Etoksillenmiş yağ alkolü sülfosüksinat su içinde %30 oranında çözelti halinde sodyum tuzu (C ₁₀ -C ₁₂)	Cytec

Disponil® FES 32	Anyonik yüzey aktif madde	Eter poliglolikol yağ alkol sülfatı su içinde %31 oranında çözelti halinde sodyum tuzu	Cognis
Emulan® TO 4070	İyonik olmayan yüzey aktif madde;	%70 oranında, 40 etoksi ile ikincil etoksillenmiş yağ alkolü	BASF
SR 351	Çapraz bağlayıcı ajan	Triakrilat propan trimetilol	Sartomer
ABu	Monomer	Bütil akrilat	Arkema
MAM	Monomer	Metil metakrilat	Arkema
Sty	Monomer	Stiren	Arkema
AA	Monomer	Akrilik asit	Arkema
AMA	Monomer	Metakrilik asit	Arkema
DAA	Çapraz bağlayıcı	Diaseton akrilamid	DSM
AADH	çapraz bağlayıcı ajan vs X	Dihidrazit adipik asit	DSM
nDDM	Yağda çözünebilen transfer ajanı	N-dodesilmerkaptan	Acros
MAA	Suda çözünebilen transfer ajanı	Merkaptoasetik asit	Acros
Na ₂ S ₂ O ₈	Peroksit	Sodyum persülfat	Aldrich
TBHP	Peroksit	%70 oranında hidroperoksit ter-bütil	Aldrich
SFS	İndirgeyici	Sodyum sülfoksilat formaldehit	Bruggeman
Amonyak	Nötralizasyon ajanı	Amonyum hidroksidi	Prolabo
Acticide MBS	Biyosit	Metilzotiyazolin (MIT) ve benzizotiyazolinon (BIT) sulu çözeltisi (%2,5 MIT / %2,5 BIT) 2,5% BIT)	Thor

Polimer fazları (P1, P2 et P3) Tg'leri, aşağıda belirtildiği üzere, homopolimerlerin Tg değerlerinden Fox bağıntısı doğrultusunda hesaplanmaktadır.

Monomerler	Kısaltma	Tg (°C)
Akrilik asit	AA	106
Metakrilik asit	AMA	228
Bütil akrilat	ABu	-54
Stiren	STY	100
Metil metakrilat	MAM	105
Diaseton akrilamid	DAA	77

Buluşa göre aşağıda açılan deneyin durumunda, farklı fazları hesaplanan Tg'leri, ağırlık dağılımları ve Mn'leri aşağıdaki tablo 2'de belirtilmiştir:

Tablo 2: Fazlar (P1, P2, P3) %'leri, Tg'leri ve Mn'leri

	P1	P2	P3
°C cinsinden Tg Fox	80,5	-26,5	81,6
% ağır	15	67	18
Mn	$\geq 1.10^6$	$\geq 1.10^6$	$1.10^3-1,5.10^5$

2) Dağıtım preparasyonunun genel işletim biçimi

Aşağıda açıklanan işletim biçimi, aşağıda açıklanan örnek doğrultusunda buluş dağıtım preparasyonununkine karşı gelmektedir.

2.1) Kullanılan materyal

10 l'lik (iç hacim), çelikten yapılmış çift muhafaza ile donatılmış etkili bir karıştırma (vorteks), üçlü akış bir soğutucu bir kontrol ve madde sıcaklığı ayarlaması ile donatılmış bir reaktör kullanılmaktadır. Reaktör, farklı bileşenlerin ayrı olarak girmesinin yanı sıra, inert atmosfer altında çalışmak için azota tahsis edilmiş bir giriş için gerekli sayıda talimat bağlantıları içermektedir. Sızdırmazlık her bir preparasyondan önce doğrulanmaktadır. Tesis, bileşenlerin giriş debilerinin kontrol edilmesine olanak sağlayan bir sistem ile donatılmaktadır. Polimerizasyon, atmosfer basıncında gerçekleştirilir.

2.2) Teknenin ayağında başlangıç dolgusunun preparasyonu

17,5 g Disponil® FES 32, teknenin ayağında 1912,8 g demineralize su içinde çözündürülmektedir. Teknenin ayağının sıcaklığı 80°C'ye getirilmektedir.

2.3) MO tohumunun preparasyonu

82 g MAM ve 9,45 g ABu karıştırılmaktadır.

2.4) Monomerlerin bileşimin (M'1) preparasyonu

35 g Aerosol® A102, 58,33 g Disponil® FES 32, iyice karıştırılarak 284,7 g su içinde dağıtılmaktadır.

Daha sonra aşağıdakiler sıralı bir şekilde ve iyice karıştırılarak eklenmektedir:

- 373,70 g MAM
- 43,05 g ABu
- 5 - 6,30 g TMPTA
- 10,50 g AMA

Bu şekilde oluşturulan ön emülsiyon (M'1) beyazdır ve stabildir ve hafifçe karıştırılarak tutulacaktır

10

(M'1), M'1 ($P_1 = P_0 + P'_1$)'den türetilen (P'_1) ve (M0)'dan çıkan (P_0) bileşiği olan partikülün (P_1) maçaşın sentezi için (M0) ile birlikte kullanılacaktır

2.5) Monomerlerin bileşimin (M2) preparasyonu

15

35 g Aerosol® A102, 75 g Emulan® TO 4070, iyice karıştırılarak 590 g su içinde dağılmaktadır

Daha sonra aşağıdakiler sıralı bir şekilde ve karıştırılarak eklenmektedir:

20

- 492,45 g Stiren
- 1735,30 g ABu

Böylece beyaz ve stabil bir ön emülsiyon elde edilmektedir.

25

Bu ön emülsiyonun %5'i, yani 146,4 g alınmaktadır ve monomer bileşiminin (M2) kalan akışından önce bir tohumlamanın gerçekleştirilmesi için kullanılmaktadır

Daha sonra aşağıdakiler yine iyice karıştırılarak ön emülsiyon içine eklenmektedir:

30

- 78,05 g AMA
- 39,20 g DAA
- 5,52 g MAA

35 Bu beyaz ve stabil ön emülsiyon yukarıda bahsedilen tohum (146,4 g) ile partikülün birinci

kabuğunun (P2) oluşumuna yardımcı edecektir.

Monomer bileşimi (M2), eklenen monomerlerin genel bileşimine karşı gelmektedir.

5 2.6) Monomer bileşiminin (M3) preparasyonu

Aşağıdakiler sıralı bir şekilde ve karıştırılarak eklenmektedir:

- 515,90 g MAM
- 10 - 66,50 g ABu
- 26,60 g AMA
- 12,60 g AA
- 8,40 g DAA
- 35 g nDDM
- 15 - 1,48 g MAA

Saydam ve stabil bir ön emülsiyon elde edilmektedir.

Bu monomer çözeltisi (M3), partikülün ikinci kabuğunun (P3) sentezine yarayacaktır.

20

2.7) Sodyum persülfat çözeltisinin preparasyonu

- 8,75 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$
- 175 g su

25

2.8) TBHP çözeltisinin preparasyonu

- 10 g TBHP
- 43,85 g su

30

2.9) SFS çözeltisinin preparasyonu

- 7 g SFS
- 80,50 g su

35

2.10) Emülsiyon polimerizasyonu ile dağılım preparasyonu

i) Tohum PO

- 5 80°C'de stabil olan başlangıçtaki dolgu ile teknenin ayağına, tohumlama (P0) için, 82 g MAM ve 9,45 g ABu girmektedir. Stabilize sıcaklık elde edildikten sonra, %100 sodyum persülfat çözeltisi eklenmektedir. Egzotermimin maksimum olmasından aşamanın sonuna gelindiğini belirtmektedir, partikül boyu yaklaşık olarak 40 nm'dir ve dönüşüm ise %70'in üzerindedir.

10 ii) P1 maça sentezi

Ön emülsiyon (M'1), 80°C'lik bir polimerizasyon sıcaklığında 60 dakika girmektedir.

- 15 Sıcaklık ek 60 dakika boyunca 80°C'de tutulmaktadır (pişirme sonrası) Daha sonra reaksiyonel ortam 65°C'de soğutulmaktadır Dönüşüm %100'e yakındır

iii) P2 kabuk sentezi

- 20 65°C'de, ön emülsiyon fraksiyonunun 146,4 g'ın blüşturan tohum (2.5 numaralı başlıkta belirtildiği üzere) reaktör içine sokulmaktadır En az 5 dakika boyunca karıştırılmaktadır

Ayrı girişi debileri aşağıdaki şekildedir:

- yukarıda bahsedilen tohumlamadan sonra %100 ön emülsiyon
- 25 - %65,5 oranında TBHP çözeltisi
- %65,5 oranında SFS çözeltisi

- 30 120 dakika devam eden akışlar boyunca ortam sıcaklığı 65°C'de tutulmaktadır Bu aşama 65°C'de 60 dakikalık bir süre boyunca bir sonraki pişirmeyi takip etmektedir. Dönüşüm %100'e yakındır

iv) P3 kabuk sentezi

65°C'de 45 dakika boyunca aşağıdaki ayrı girişler gerçekleşmektedir:

- %100 monomer bileşimin (M3)
- %24,5 oranında TBHP çözeltisi
- %24,5 oranında SFS çözeltisi

5 Bu aşama 65°C'de 30 dakikalık bir süre boyunca bir sonraki pişirmeyi takip etmektedir. Dönüşüm %100'e yakındır

v) Kalan monomerlerin işlenmesi

10 TBHP ve SFS çözeltileri 30 dakika boyunca 60°C'de eklenmektedir. Bu redoks işlemi, oda sıcaklığında soğutmadan önce 30 dakika boyunca 60°C'de tutma tarafından takip edilmektedir.

- %10 oranında TBHP çözeltisi

15 - %10 oranında SFS çözeltisi

vi) Nihai eklemeler

30-35°C'de soğumadan sonra elde edilen dağılım, yaklaşık olarak 30 dakika boyunca eklenen, 20 kg başına yaklaşık olarak 6 g lateks, %28 oranında amonyak çözeltisinin eklenmesi ile iyice karıştırılarak nötrale edilmektedir. pH 8 ve 9 arasında bulunmaktadır. Daha sonra iyice karıştırılarak (vorteks) 2,75 g AADH sonradan eklenmektedir. 60 dakikalık karıştırmadan sonra bir biyosit sistemi eklenmektedir. Daha sonra dağılım 100 µm'lik tuval üzerinde filtrelenmektedir ve karakterize edilmektedir.

25

3) Kullanılan karakterizasyon yöntemleri ve testleri

3.1) pH

30 Sulu dağılımın pH'ı ISO 976 standardına göre ölçülmektedir.

3.2) Kuru özüt

Sulu dağılımın kuru özütü ISO 3251 standardına göre ölçülmektedir.

35

3.3) Viskozite

Sulu dağılımların viskozitesi ISO 2555 standardına göre ölçülmektedir.

5 3.4) Partikül boyu

Partiküllerin boyu, Beckman Coulter N4+ aparatı yardımıyla, Foton Korelasyon Spektroskopisi (PCS) ile ölçülmektedir. Numune, 0,22 µm'lik selüloz asetat bir filtre üzerinde iyonu giderilmiş su yardımıyla polistiren tekne içinde seyreltilmektedir (50 ml su için 3 ila 5 damla).

10 Partiküllerin boyu 90°'lik bir açıyla 633 nm'lik bir lazer dalga boyuyla 25°C'lik bir sıcaklıkta ölçülmektedir.

3.5) Filmin minimal oluşum sıcaklığı (TMF)

15 Sulu dağılımların TMF'si ISO 2115 standardına göre ölçülmektedir.

4) Dağılım karakterizasyonu

pH 8.5'tir.

20

Kuru özüt %51 oranındadır

Viskozite 1150 mPa.s'dir

25 Nihai partikül boyu yaklaşık olarak 125 nm'dir.

Ölçülen TMF 6°C'dir.