



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0039639
(43) 공개일자 2023년03월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 3/03 (2006.01) C08L 29/04 (2006.01)
C08L 67/00 (2006.01) C09J 167/00 (2006.01)

(52) CPC특허분류
C08J 3/03 (2013.01)
C08L 29/04 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2023-7000546
(22) 출원일자(국제) 2021년07월13일
심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2023년01월05일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2021/026223
(87) 국제공개번호 WO 2022/014556
국제공개일자 2022년01월20일

(30) 우선권주장
JP-P-2020-120847 2020년07월14일 일본(JP)

(71) 출원인
스미토모 세이카 가부시카이가이샤
일본 효고켄 가코군 하리마초 미야니시 346번치노
1

(72) 발명자
카쿠다카 이쿠미
일본 효고 6728076 히메지시 시카마쿠 이리후네초
1 스미토모 세이카 가부시카이가이샤 내
하시모토 나오키
일본 효고 6728076 히메지시 시카마쿠 이리후네초
1 스미토모 세이카 가부시카이가이샤 내

(74) 대리인
신성특허법인(유한)

전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물 및 그 제조 방법**

(57) 요약

양호한 유화 상태를 가지고, 또한 우수한 접착성을 가지는 폴리에스테르 수성 분산 조성물을 효율 좋게 제조할 수 있는 방법이 제공된다. 보다 구체적으로는, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물에, 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액을, 얻어지는 혼합물 중의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 합계 함유량이 78~88질량%로 되도록 더 혼합하는 것을 포함하는 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물의 제조 방법이 제공된다.

(52) CPC특허분류

C08L 67/00 (2013.01)

C09J 167/00 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

(2) 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물에, 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액을, 얻어지는 혼합물 중의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 합계 함유량이 78~88질량%로 되도록 더 혼합하는 것을 포함하는 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

공정(2) 전에,

(1) 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올을 용융 혼련하는 것을 더 포함하는 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

공정(1)에서, 폴리에스테르 100질량부에 대하여 폴리비닐알코올 0.1~5질량부가 용융 혼련되는 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

공정(2) 후에,

(3) 얻어진 혼합물에 물을 추가하는 것을 더 포함하는 방법.

청구항 5

제4항에 있어서,

공정(3)에서, 물을 추가한 후의 조성물에서의 폴리에스테르 수지 함유량이 40~70질량%로 되도록 물이 추가되는

방법.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서,

공정(2)의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물이, 상기 폴리에스테르의 융점 이상이고, 또한 상기 폴리비닐알코올의 융점 미만의 온도로 이들이 용융 혼련된 것인

방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

공정(2)의 혼합어, 상기 폴리에스테르의 용점 이상이고 또한 상기 폴리비닐알코올의 용점 미만의 온도이며, 또한 상기 용융 혼련물의 조제를 위한 용융 혼련이 실시된 온도 이하의 온도로 실시되는

방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서,

폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련에 이용되는 폴리비닐알코올량과, 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액에 함유되는 폴리비닐알코올량이 전자 1질량부에 대하여 후자 0.8~6질량부인

방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 기재된 제조 방법에 의해 얻어진

폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 개시는 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물의 제조 방법 등에 관한 것이다. 또한, 본 명세서에 기재되는 모든 문헌의 내용은 참조에 의해 본 명세서에 편입된다.

배경 기술

[0002] 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물은 예를 들면, 바인더나 첨유용 처리제 등, 여러 가지 용도로 이용되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0003] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 일본국 특개2001-310944호 공보
- (특허문헌 0002) 특허문헌 2: 일본국 특개평10-139884호 공보
- (특허문헌 0003) 특허문헌 3: 일본국 특표2004-500466호 공보
- (특허문헌 0004) 특허문헌 4: 일본국 특개2011-032471호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 이들의 용도를 고려하면, 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물로서는, 폴리에스테르 수지가 안정적으로 수성 매질에 분산되고, 양호한 유화 상태를 가지며, 또한 우수한 접착성을 가지는 것이 바람직하다.

[0005] 본 발명자들은 해당 바람직한 폴리에스테르 수성 분산 조성물을 효율 좋게 제조할 수 있는 방법을 발견하기 위해 검토를 실시했다.

과제의 해결 수단

[0006] 본 발명자들은 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물에, 특정 농도의 폴리비닐알코올 수용액을, 얻어지는 혼합물 중의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 합계 함유량이 특정 농도로 되도록 더 혼합함으로써 해당 바람직한 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물을 제조할 수 있을 가능성을 발견하고, 더욱 개량을 거듭했다.

[0007] 본 개시는 예를 들면, 이하의 항에 기재된 주제를 포함한다.

[0008] 항 1.

[0009] (2) 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물에, 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액을, 얻어지는 혼합물 중의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 합계 함유량이 78~88질량%로 되도록 더 혼합하는 것을 포함하는 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물의 제조 방법.

[0010] 항 2.

[0011] 공정(2) 전에,

[0012] (1) 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올을 용융 혼련하는 것을 더 포함하는 항 1에 기재된 방법.

[0013] 항 3.

[0014] 공정(1)에서, 폴리에스테르 100질량부에 대하여 폴리비닐알코올 0.1~5질량부가 용융 혼련되는 항 2에 기재된 방법.

[0015] 항 4.

[0016] 공정(2) 후에,

[0017] (3) 얻어진 혼합물에 물을 추가하는 것을 더 포함하는 항 1 내지 3 중 어느 한 항에 기재된 방법.

[0018] 항 5.

[0019] 공정(3)에서, 물을 추가한 후의 조성물에서의 폴리에스테르 수지 함유량이 40~70질량%로 되도록 물이 추가되는 항 4에 기재된 방법.

[0020] 항 6.

[0021] 공정(2)의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물이, 해당 폴리에스테르의 용점 이상이고 또한 해당 폴리비닐알코올의 용점 미만의 온도로 이들이 용융 혼련된 것인 항 1 내지 5 중 어느 한 항에 기재된 방법.

[0022] 항 7.

[0023] 공정(2)의 혼합이, 상기 폴리에스테르의 용점 이상이고 또한 해당 폴리비닐알코올의 용점 미만의 온도이며, 또한 상기 용융 혼련물의 조제를 위한 용융 혼련이 실시된 온도 이하의 온도로 실시되는 항 1 내지 6 중 어느 한 항에 기재된 방법.

[0024] 항 8.

[0025] 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련에 이용되는 폴리비닐알코올량과, 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액에 함유되는 폴리비닐알코올량이 전자 1질량부에 대하여 후자 0.8~6질량부인 항 1 내지 7 중 어느 한 항에 기재된 방법.

[0026] 항 9.

[0027] 상류측으로부터 제 1 공급구와 제 2 공급구를 구비한 2축 압출기에 있어서,

[0028] 제 1 공급구로부터, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올을 투입하여 용융 혼련하는 것 및,

[0029] 제 2 공급구로부터, 얻어지는 혼합물 중의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 합계 함유량이 78~88질량%로 되도록 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액을 공급하고, 혼합하는 것을 포함하는 폴리에스테르 수지 수성 분산

조성물의 제조 방법.

- [0030] 항 10.
- [0031] 상류측으로부터 제 1 공급구와 제 2 공급구와 제 3 공급구를 구비한 2축 압출기에 있어서,
- [0032] 제 1 공급구로부터, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올을 투입하여 용융 혼련하는 것, 제 2 공급구로부터, 얻어지는 혼합물 중의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 합계 함유량이 78~88질량%로 되도록 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액을 공급하고, 혼합하는 것 및,
- [0033] 제 3 공급구로부터, 물을 공급하는 것을 포함하는 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물의 제조 방법.
- [0034] 항 A.
- [0035] 항 1 내지 10 중 어느 한 항에 기재된 제조 방법에 의해 얻어진 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물.

발명의 효과

- [0036] 양호한 유화 상태를 가지고, 또한 우수한 접착성을 가지는 폴리에스테르 수성 분산 조성물을 효율 좋게 제조할 수 있는 방법이 제공된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0037] 이하, 본 개시에 포함되는 각 실시형태에 대하여 더욱 상세히 설명한다. 본 개시는 폴리에스테르 수성 분산 조성물의 제조 방법 등을 바람직하게 포함하지만, 이들에 한정되는 셈은 아니고, 본 개시는 본 명세서에 개시되어, 당업자가 인식할 수 있는 전부를 포함한다.
- [0038] 본 개시에 포함되는 폴리에스테르 수성 분산 조성물의 제조 방법은, (2) 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물에, 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액을, 얻어지는 혼합물 중의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 합계 함유량이 78~88질량%로 되도록 더 혼련하는 것을 포함한다. 본 명세서에 있어서는, 본 개시에 포함되는 해당 제조 방법을 “본 개시의 제조 방법” 이라고 하는 일이 있다.
- [0039] 본 개시의 제조 방법에 이용하는 폴리에스테르로서는, 디카르복실산과 글리콜의 공중합체가 바람직하다. 해당 공중합체는 디카르복실산과 글리콜의 축합 중합에 의해 얻을 수 있다. 해당 축합 중합은 예를 들면, 공지의 방법 또는 공지의 방법으로부터 용이하게 착상할 수 있는 방법에 의해 실시할 수 있다.
- [0040] 또한, 폴리에스테르는 용점이 50~200℃ 정도인 것이 바람직하다. 해당 용점의 상한 또는 하한은 예를 들면, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 또는 190℃이어도 좋다. 예를 들면, 해당 용점은 60~190℃이어도 좋다. 또한, 폴리에스테르는 중량 평균 분자량이 5000~60000 정도인 것이 바람직하다. 해당 범위의 상한 또는 하한은 예를 들면, 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, 또는 59000이어도 좋다. 해당 범위는 예를 들면, 6000~59000이어도 좋다.
- [0041] 상기 디카르복실산으로서, 예를 들면, 테레프탈산, 이소프탈산 및 오르토프탈산 등을 바람직하게 들 수 있다. 디카르복실산은 1종 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 이용할 수 있다.
- [0042] 상기 글리콜로서는, 예를 들면, 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜, 1, 3-프로판디올, 1, 4-부탄디올 및 1, 6-헥산디올 등을 바람직하게 들 수 있다. 글리콜은 1종 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 이용할 수 있다.
- [0043] 본 개시의 제조 방법에 이용하는 폴리비닐알코올로서는, 예를 들면, 중량 평균 분자량이 500~2500 정도의 폴리비닐알코올이 바람직하다. 해당 중량 평균 분자량 범위의 상한 또는 하한은 예를 들면, 600, 700, 800, 900, 1000, 1100, 1200, 1300, 1400, 1500, 1600, 1700, 1800, 1900, 2000, 2100, 2200, 2300, 또는 2400이어도 좋다. 예를 들면, 중량 평균 분자량은 600~2400이어도 좋다. 또한, 비누화도가 70~99몰%인 폴리비닐알코올이 바람직하다. 즉, 폴리비닐알코올은 폴리비닐아세트산을 비누화하여 제조되는 바, 이 비누화도가 70~99몰%인 것이 바람직하다. 해당 비누화도의 상한 또는 하한은 예를 들면, 71, 72, 73, 74, 75, 76, 77, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 또는 98몰%이어도 좋다. 예를 들면,

해당 비누화도는 71~98몰%이어도 좋다.

- [0044] 상기 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물은 예를 들면, 익스트루더(특히, 2축 압출기)를 이용하여 조제할 수 있다. 본 개시의 제조 방법은 상기 공정(2) 전에, (1) 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올을 용융 혼련하는 것을 더 포함하고 있어도 좋다.
- [0045] 또한, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올을 용융 혼련하여 얻어지는 수지를, 본 명세서에서는 폴리에스테르 수지라고도 표기한다. 본 명세서에서의 폴리에스테르 수지는 보다 구체적으로는, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물에 함유되는, 폴리에스테르를 포함하는 수지라고 할 수 있다.
- [0046] 폴리에스테르 수지는 폴리에스테르를 포함하여 이루어지는 수지이면 특별히 제한되지는 않는다. 예를 들면, 실질적으로 폴리에스테르만으로 이루어지는 수지이어도 좋고, 폴리에스테르와 폴리비닐알코올을 포함하여 이루어지는 수지이어도 좋다. 또한, 상기 용융 혼련을, 이용하는 폴리에스테르의 용점 이상이고, 또한 이용하는 폴리비닐알코올의 용점 미만의 온도로 실시하는 경우, 얻어지는 폴리에스테르 수지는 실질적으로 폴리에스테르만으로 이루어지는 수지로 될 수 있다. 실질적으로 폴리에스테르만으로 이루어지는 수지를 얻는 경우, 상기 용융 혼련 온도는, 이용하는 폴리에스테르의 용점에도 따르지만, 예를 들면, 100~180℃ 정도가 예시된다. 해당 범위의 상한 또는 하한은 예를 들면, 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, 또는 179℃이어도 좋다. 예를 들면, 해당 범위는 110~170℃ 또는 120~160℃이어도 좋다.
- [0047] 폴리에스테르 수지가 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올을 포함하여 이루어지는 수지인 경우, 폴리비닐알코올은 폴리에스테르 수지 100질량부에 대하여 예를 들면, 0.5~20질량부 함유되는 것이 바람직하다. 해당 범위의 상한 또는 하한은 예를 들면, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 또는 19질량부 이어도 좋다. 예를 들면, 해당 범위는 1~19질량부 이어도 좋다. 또한, 폴리에스테르와 폴리비닐알코올의 함유 비율은 폴리에스테르 100질량부에 대하여, 폴리비닐알코올 0.1~5질량부인 것이 바람직하다. 해당 범위의 상한 또는 하한은 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1, 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5, 1.6, 1.7, 1.8, 1.9, 2, 2.1, 2.2, 2.3, 2.4, 2.5, 2.6, 2.7, 2.8, 2.9, 3, 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5, 3.6, 3.7, 3.8, 3.9, 4, 4.1, 4.2, 4.3, 4.4, 4.5, 4.6, 4.7, 4.8, 또는 4.9질량부 이어도 좋다. 예를 들면, 해당 범위는 0.2~4질량부 이어도 좋다.
- [0048] 또한, 폴리에스테르 수지에는 폴리에스테르가 90~100질량% 포함되는 것이 바람직하다. 해당 범위의 상한 또는 하한은 예를 들면, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 98, 또는 99질량% 이어도 좋다. 예를 들면, 해당 범위는 91~99질량% 이어도 좋다. 폴리에스테르 수지는 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올 외에, 본 개시의 조성물의 효과를 손상하지 않는 범위에서 별도의 수지가 포함되어 있어도 좋다. 예를 들면, 폴리에스테르 이외의 일반적인 열가소성 수지(폴리올레핀과 그 공중합체, 폴리아미드, 폴리우레탄 등)가 포함되어 있어도 좋다. 또한, 폴리비닐알코올 이외의 고분자계의 유화제(에틸렌옥시드-프로필렌옥시드 공중합체, 폴리비닐에테르, 폴리아크릴아미드, 히드록시에틸셀룰로오스), 방부제 등이 포함되어 있어도 좋다. 이들의 성분은 예를 들면, 용융 혼련의 단계에서 폴리에스테르 수지에 혼합할 수 있다.
- [0049] 또한, 특별히 제한되지는 않지만, 폴리에스테르 수지는 실질적으로 폴리에스테르만으로 이루어지는 수지이거나, 또는 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올만으로 이루어지는 수지인 것이 바람직하다.
- [0050] 폴리에스테르 수지의 중위 입자 직경은 예를 들면, 0.1~5 μm 정도가 바람직하다. 해당 범위는 예를 들면, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1, 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5, 1.6, 1.7, 1.8, 1.9, 2, 2.1, 2.2, 2.3, 2.4, 2.5, 2.6, 2.7, 2.8, 2.9, 3, 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5, 3.6, 3.7, 3.8, 3.9, 4, 4.1, 4.2, 4.3, 4.4, 4.5, 4.6, 4.7, 4.8, 또는 4.9 μm 이어도 좋다. 예를 들면, 해당 범위는 0.5~3 μm 이어도 좋다.
- [0051] 또한, 해당 중위 입자 직경은 메디안 직경이고, 레이저 회절식 입도 분포 측정법에 의해 측정된 값이다. 즉, 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물을 레이저 회절식 입도 분포 측정 장치로 측정했을 때에 얻어지는 값이다. 해당 측정 장치로서는, 예를 들면, SHIMADZU사제 SALD2300을 들 수 있다.
- [0052] 본 개시의 제조 방법에 포함되는 상기 공정(2)에 있어서, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물에 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액을 더 혼합한다. 해당 범위(3~10질량%)의 상한 또는 하한은 예를 들면,

3.5, 4, 4.5, 5, 5.5, 6, 6.5, 7, 7.5, 8, 8.5, 9, 또는 9.5질량%이어도 좋다. 예를 들면, 해당 범위는 3.5~8질량%이어도 좋다.

[0053] 해당 혼합은, 얻어지는 혼합물 중의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 합계 함유량이 78~88질량%로 되도록 실시한다. 즉, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련물 중에 존재하는 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올과, 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액 중에 존재하는 폴리비닐알코올을 모두 합계한 양이, 얻어지는 혼합물의 78~88질량%로 되도록 해당 혼합을 실시한다. 또한, 해당 범위(78~88질량%)의 상한 또는 하한은 예를 들면, 78.5, 79, 79.5, 80, 80.5, 81, 81.5, 82, 82.5, 83, 83.5, 84, 84.5, 85, 85.5, 86, 86.5, 87, 또는 87.5질량%이어도 좋다. 해당 범위는 예를 들면, 78.5~87.5질량%이어도 좋다.

[0054] 해당 혼합은 예를 들면, 익스트루더(특히, 2축 압출기)를 이용하여 실시할 수 있다.

[0055] 또한, 해당 혼합은, 이용하는 폴리에스테르의 용점 이상이고, 또한 이용하는 폴리비닐알코올의 용점 미만의 온도로 실시하는 것이 바람직하다. 또한, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련을 실시한 온도 이하의 온도인 것이 바람직하다. 이용하는 폴리에스테르의 용점에도 따르지만, 예를 들면, 100~170℃ 정도가 예시된다. 해당 범위의 상한 또는 하한은 예를 들면, 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, 또는 169℃이어도 좋다. 예를 들면, 해당 범위는 110~165℃ 또는 120~160℃이어도 좋다.

[0056] 해당 혼합에 의해, 얻어지는 혼합액은 바람직하게 유화될 수 있다.

[0057] 또한, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련에 있어서는, 예를 들면, 폴리에스테르 100질량부에 대하여 폴리비닐알코올 0.1~5질량부 정도가 용융 혼련되는 것이 바람직하다. 해당 범위(0.1~5질량부)의 상한 또는 하한은 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1, 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5, 1.6, 1.7, 1.8, 1.9, 2, 2.1, 2.2, 2.3, 2.4, 2.5, 2.6, 2.7, 2.8, 2.9, 3, 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5, 3.6, 3.7, 3.8, 3.9, 4, 4.1, 4.2, 4.3, 4.4, 4.5, 4.6, 4.7, 4.8, 또는 4.9질량부이어도 좋다. 예를 들면, 해당 범위는 0.2~4질량부이어도 좋다.

[0058] 또한, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 용융 혼련에 이용되는 폴리비닐알코올량과, 공정(2)에서 이용되는 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액에 함유되는 폴리비닐알코올량은 전자 1질량부에 대하여 예를 들면, 후자 0.2~50질량부 정도인 것이 바람직하다. 해당 범위(0.2~50질량부)의 상한 또는 하한은 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 또는 49질량부이어도 좋다. 예를 들면, 해당 범위는 0.6~6.5질량부이어도 좋다. 해당 범위는 보다 바람직하게는 예를 들면, 0.8~6질량부, 또는 1~5질량부이다.

[0059] 해당 공정(2)의 혼합에 의해 얻어지는 혼합물을, 본 개시의 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물로서 바람직하게 이용할 수 있다.

[0060] 또한, 본 개시의 제조 방법은 공정(2) 후에, 필요에 따라서(예를 들면, 폴리에스테르 수지 수성 분산 조성물의 점도 또는 폴리에스테르 수지 농도를 내리기 위해), (3) 얻어진 혼합물에 물을 추가하는 것을 더 포함해도 좋다. 해당 물 첨가는 예를 들면, 물 첨가 후의 조성물의 폴리에스테르 수지 함유량이 40~70질량%로 되도록 실시되는 것이 바람직하다. 해당 범위의 상한 또는 하한은 예를 들면, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 또는 69질량%이어도 좋다. 예를 들면, 해당 범위는 45~65질량%이어도 좋다.

[0061] 또한, 공정(1) 및 (2)는 예를 들면, 상류측으로부터 제 1 공급구와 제 2 공급구를 구비한 2축 압출기를 이용함으로써 한층 효율적으로 실시할 수 있다. 또한, 공정(1)~(3)은 예를 들면, 상류측으로부터 제 1 공급구와 제 2 공급구와 제 3 공급구를 구비한 2축 압출기를 이용함으로써 한층 효율적으로 실시할 수 있다.

[0062] 예를 들면, 제 1 공급구로부터, 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올을 투입하여 용융 혼련하고, 제 2 공급구로부터, 얻어지는 혼합물 중의 폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 합계 함유량이 78~88질량%로 되도록 3~10질량%의 폴리비닐알코올 수용액을 공급하고, 혼합함으로써 공정(1) 및 (2)를 실시할 수 있다.

[0063] 또한 예를 들면, 제 3 공급구로부터 물을 더 공급함으로써 공정(3)을 실시할 수 있다.

- [0064] 또한, 본 명세서에 있어서 “포함하는” 이란, “본질적으로 이루어지는” 과 “로 이루어지는” 도 포함한다(The term “comprising” includes “consisting essentially of” and “consisting of.”). 또한, 본 개시는 본 명세서에 설명한 구성 요건의 임의의 조합을 모두 포함한다.
- [0065] 또한, 상기한 본 개시의 각 실시형태에 대하여 설명한 각종 특성(성질, 구조, 기능 등)은 본 개시에 포함되는 주제를 특정하는 데 있어서, 어떻게 조합되어도 좋다. 즉, 본 개시에는 본 명세서에 기재되는 조합 가능한 각 특성의 모든 조합으로 이루어지는 주제가 전부 포함된다.
- [0066] (실시에)
- [0067] 이하, 예를 나타내어 본 개시의 실시형태를 보다 구체적으로 설명하지만, 본 개시의 실시형태는 하기의 예에 한정되는 것은 아니다.
- [0068] 또한, 이하의 검토에 있어서, 폴리비닐알코올은 모두 쿠라레이 주식회사의 상품명 “포발40-80E” (비누화도 79~81몰%)를 이용했다.
- [0069] 실시에 1
- [0070] 2축 압출기(주식회사 이케가이제 PCM-30, L/D=41.5, 실린더 길이 1260mm)의 상류측의 선단으로부터 80mm의 위치에 설치된 제 1 공급구에 2개의 호퍼를 설치하고, 각각으로부터 폴리에스테르(융점 95℃)를 40kg / 시로, 폴리비닐알코올을 0.48kg / 시로 투입했다.
- [0071] 2축 압출기의 상류측의 선단으로부터 480mm의 위치에 설치된 제 2 공급구까지 실린더 온도 140℃, 회전수 450rpm으로 용융 혼련한 후, 제 2 공급구로부터 플런저 펌프를 이용하여 농도 8질량%의 폴리비닐알코올 수용액을 9.2kg / 시로 공급했다.
- [0072] 제 2 공급구로부터 2축 압출기의 상류측의 선단에서 1000mm의 위치에 설치된 제 3 공급구까지 실린더 온도 120℃, 회전수 450rpm, 고형분(폴리에스테르 및 폴리비닐알코올의 합계) 농도 83질량%의 조건으로 혼련, 유화를 실시한 후, 제 3 공급구로부터 플런저 펌프를 이용하여 순수를 29.5kg / 시로 공급하고, 제 3 공급구로부터 2축 압출기의 출구까지 실린더 온도 90℃, 회전수 450rpm의 조건으로 혼련을 실시한 후, 2축 압출기로부터 배출시켰다. 이 운전을 10분간 가동이 안정될 때까지 실시한 후, 전환 밸브를 열어서 폴리에스테르 수지 수성 분산액을 프로펠러형 교반 막대(프로펠러 직경 58mm, 3매 날개)를 구비한 내용적 5L의 교반조에 투입하고, 500rpm으로 분산액을 교반했다.
- [0073] 상기 교반조에서 교반한 분산액을 냉각관 입구에 투입하고, 냉각 온도 40℃의 조건으로 냉각을 실시한 후, 냉각관 입구에서 10,800mm의 위치에 설치된 냉각관 출구로부터 배출하고, 폴리에스테르 수지의 수성 분산액을 얻었다.
- [0074] 실시에 2
- [0075] 제 2 공급구로부터 제 3 공급구까지의 고형분 농도가 81.3%로 되도록 제 1 공급구로부터 공급하는 폴리비닐알코올을 0.4kg / 시, 제 2 공급구로부터 공급하는 농도 8질량%의 폴리비닐알코올 수용액을 10.3kg / 시로 공급하고, 제 3 공급구로부터 공급하는 순수를 28.6kg / 시로 공급한 이외는, 실시예 1과 동일하게 조작하여, 폴리에스테르 수지의 수성 분산액을 얻었다.
- [0076] 실시에 3
- [0077] 제 2 공급구로부터 제 3 공급구까지의 고형분 농도가 85.3%로 되도록 제 1 공급구로부터 공급하는 폴리비닐알코올을 0.6kg / 시, 제 2 공급구로부터 공급하는 농도 8질량%의 폴리비닐알코올 수용액을 7.7kg / 시로 공급하고, 제 3 공급구로부터 공급하는 순수를 30.9kg / 시로 공급한 이외는, 실시예 1과 동일하게 조작하여, 폴리에스테르 수지의 수성 분산액을 얻었다.
- [0078] 실시에 4
- [0079] 제 3 공급구로부터 공급하는 순수를 19.0kg / 시로 한 이외는, 실시예 1과 동일하게 조작하여, 폴리에스테르 수지의 수성 분산액을 얻었다.
- [0080] 실시에 5
- [0081] 제 1 공급구로부터 공급하는 폴리에스테르 수지를 30kg / 시, 폴리비닐알코올을 0.4kg / 시, 제 2 공급구로부터

공급하는 농도 8질량%의 폴리비닐알코올 수용액을 6.9kg / 시로 공급하고, 제 3 공급구로부터 공급하는 순수를 22.1kg / 시로 공급한 이외는, 실시예 1과 동일하게 조작하여, 폴리에스테르 수지의 수성 분산액을 얻었다.

[0082] 비교예 1

[0083] 제 2 공급구로부터 제 3 공급구까지의 고형분 농도가 72.1%로 되도록 제 1 공급구로부터 공급하는 폴리비닐알코올을 0.20kg / 시, 제 2 공급구로부터 공급하는 농도 8질량%의 폴리비닐알코올 수용액을 17.5kg / 시로 공급하고, 제 3 공급구로부터 공급하는 순수를 22.3kg / 시로 공급한 이외는, 실시예 1과 동일하게 조작하여, 폴리에스테르 수지의 수성 분산액을 얻었다.

[0084] 비교예 2

[0085] 제 2 공급구로부터 제 3 공급구까지의 고형분 농도가 90.0%로 되도록 제 1 공급구로부터 공급하는 폴리비닐알코올을 0.8kg / 시, 제 2 공급구로부터 공급하는 농도 8질량%의 폴리비닐알코올 수용액을 5.0kg / 시로 공급하고, 제 3 공급구로부터 공급하는 순수를 33.4kg / 시로 공급한 이외는, 실시예 1과 동일하게 조작한 바, 미유화의 폴리에스테르 수지에 의하여 2축 압출기 내가 폐색하여, 폴리에스테르 수지의 수성 분산액을 취득할 수 없었다.

[0086] 각 실시예 및 비교예에서 얻어진 폴리에스테르 수지 수성 분산액에 대하여, 중위 입자 직경, 유화 상태의 양부(良否)를 하기 방법으로 평가했다.

[0087] <중위 입자 직경>

[0088] 얻어진 폴리에스테르 수지 수성 분산액에 대하여, 레이저 회절식 입도 분포 측정 장치(주식회사 시마즈 제작소 제의 상품명 “SALD-2300”)를 이용하여 분산 입자의 중위 입자 직경을 측정했다.

[0089] <유화 상태>

[0090] 얻어진 폴리에스테르 수지 수성 분산액의 유화 상태에 대하여, 육안으로 평가했다. 평가의 기준은 하기와 같다.

[0091] ○: 미유화물 없음

[0092] ×: 미유화물 있음

표 1

		중위 입자 직경 (μm)	유화 상태
실시예	1	1.78	○
	2	1.81	○
	3	1.93	○
	4	1.57	○
	5	1.86	○
비교예	1	—	×
	2	—	×(유화 불량에 의해 2축 압출기 내가 폐색)

[0094] 또한, 실시예 1의 폴리에스테르 수지 수성 분산액에 대하여, 접착성에 대해서 하기 방법으로 평가한 바, 평가는 ○이었다.

[0095] <접착성>

[0096] 실시예 1에서 얻어진 폴리에스테르 수지 수성 분산액을 알루미늄박(폭: 25mm, 두께: 30 μm) 상에, 건조 후의 피막의 두께가 약 4 μm 로 되도록 코팅기(일본 시더스 서비스 주식회사의 바코더 No.4)를 이용하여 도포했다. 해당 분산액이 도포된 알루미늄박을 100℃의 오븐에서 1분간 가열 건조하여, 피막을 형성시켰다.

[0097] 이어서, PVC(폴리염화비닐)(폭: 25mm)을 피착체로 하여, 얻어진 피막에 피착체를 히트 시일기(테스터 산업(주)의 상품명 “TP-701형”)에 의해 접착시켰다. 히트 시일의 조건은 시일 온도 140℃, 시일압 2kg / cm^2 , 시일 시간 3초로 하고, 얻어진 히트 시일 기재(PVC / 상기 분산액 피막 / 알루미늄박)(폭: 25mm)를 시험편으로 했다. 시

험편을 냉각한 후, 인장 시험기(시마즈 제작소(주)의 상품명 “오토그래프AGS-J”)에 의해 인장 속도 50mm / 분의 조건으로 T형 박리를 실시했다. 이에 따라, 피막의 박리 강도를 측정하여, 접착성을 평가했다. 평가 기준은 하기와 같다.

[0098] ○: 박리 강도 15N / 25mm 이상

[0099] ×: 박리 강도 15N / 25mm 미만

[0100] 또한, 비교예는 모두 유화 불량에 의해 평가가 불가능했다. 결과를 하기 표에 나타낸다.

표 2

[0101]

	접착성
실시예 1	○(16.6N / 25mm)
비교예 1	×(유화 불량에 의해 평가 불가)
비교예 2	×(유화 불량에 의해 평가 불가)