

公告本

90.1.29 修正
補充
A4
C4

申請日期	88.7.29
案 號	88112897
類 別	0905/03

說明書修正頁(90年1)

486509

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	水可再分散之粉末組合物，其製備及含其之再生乳膠
	英 文	"WATER-REDISPERSIBLE PULVERULENT COMPOSITION, ITS PREPARATION AND RECONSTITUTED LATEX COMPRISING IT"
二、發明 創作人	姓 名	1.威廉 貝特 2.琴-法蘭克斯 哥羅梅
	國 籍	1.英國 2.法國
	住、居所	1.法國巴黎市米歇爾貝茲路33號 2.法國婁曼森市露般賴畢齊路20號
三、申請人	姓 名 (名稱)	法商隆迪亞化學公司
	國 籍	法國
	住、居所 (事務所)	法國考比沃市保羅杜默路25號
	代 表 人 姓 名	菲利普 杜布魯克

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C 分類：

A6
B6

本案已向：

國(地區)	申請專利，申請日期：	案號：	， ☐ 有 ☐ 無主張優先權
法國	1998年7月30日	9809779	☒ 有 ☐ 無主張優先權

有關微生物已寄存於：，寄存日期：，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

五、發明說明 (1)

本發明係關於製自烯不飽和單體之成膜聚合物的水可再分散粉末。

製自烯不飽和單體之成膜聚合物常被用來作為水性無機黏著劑組合物中的輔助劑，以改善其加工性及硬化之後的性質，如：於各種基質上的黏著性、防漏緊密性、柔軟度或機械性質。他們通常以水性分散液形式使用。

它們亦可以粉末形式使用，能夠使該粉末可再度分散於水中。可再分散的聚合物粉末的水性分散液能夠先與備用粉末中組合物其可用以，如：製造建築材料中所用的灰泥和混凝土，製造結合用的灰泥或製造建築物內部或外部的保護或裝飾塗層中的水泥摻合，此為其優點。

噴灑及乾燥成膜聚合物通常是丙烯系聚合物的分散液可得到這些可再分散的粉末。為了得到容易再分散的聚合物粉末，在噴灑之前，在分散液中添加蜜胺—甲醛—磺酸鹽(US-A-3,784,648)或萘—甲醛—磺酸鹽(DE-A-3,143,070)縮合產物和/或乙烯基吡咯啉酮—乙酸乙烯酯共聚物(EP-78,449)。

這些添加物有著因為要合成第一種產物，之後與他者縮合之合成複雜的缺點。

本發明的目的是要提出一種新穎的粉末組合物，其完全或幾乎完全可再分散於水中，且其以製自烯不飽和單體的成膜聚合物為基礎。

本發明的另一目的是要提出用以由成膜聚合物乳膠製備前述類型粉末的方法。

本發明的另一目的是要得到前述類型的可再分散粉末，

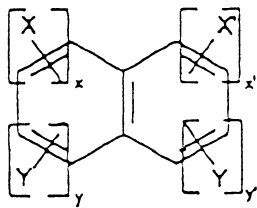
五、發明說明 (2)

其為粉末形式或者在視情況地再度分散於水中之後之再生乳膠形式，其可用於用以製備塗料(特別是用以塗覆紙的塗料或組合物)或黏著劑組合物之乳膠(特別是壓敏黏著劑或瓷磚黏著劑)的所有應用範圍。

本發明的另一目的是要提出前述類型的可再分散粉末(或得自其再生乳膠)，特別關於其於與薄泥漿、灰泥或混凝土之水性黏合劑(水泥或灰漿)之調配物中作為添加劑以改善其性質與各種載體的黏著性、耐衝擊強度和防蝕強度、彎曲和壓縮強度或柔軟度方面之使用。

本發明達到這些目的和其他目的，此與水可再分散的粉末組合物有關，其包含：

- 至少一種非水溶性成膜聚合物，該聚合物(a)製自至少一種烯不飽和單體，及
- 至少一種通式(I)的萘磺酸鹽(b)



其中，
X和X'相同或相異，代表OH或NH₂，
Y代表-SO₃⁻M⁺，其中的M是鹼金屬，
x ≥ 0，x' ≥ 0 且 x + x' ≥ 1，
y ≥ 0，y' ≥ 0 且 y + y' ≥ 1。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

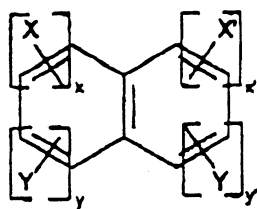
五、發明說明 (3)

本發明亦係關於此可再分散的粉末組合物之製法，此方法中，移除由乳液聚合反應製得之非水溶性成膜聚合物(a)和適量的式(I)萘磺酸鹽(b)及視情況使用的聚酚(c)、經乙氧化處理的界面活性劑(d)和無機填料(e)之水性分散液中的水份。

因此，本發明最初係關於水可再分散的粉末組合物，其包含：

—至少一種非水溶性成膜聚合物，該聚合物(a)製自至少一種烯不飽和單體，及

—至少一種通式(I)的萘磺酸鹽(b)



其中，

X和X'相同或相異，代表OH或NH₂，

Y代表-SO₃⁻M⁺，其中的M是鹼金屬，

$x \geq 0$ ， $x' \geq 0$ 且 $x + x' \geq 1$ ，

$y \geq 0$ ， $y' \geq 0$ 且 $y + y' \geq 1$ 。

根據本發明之組合物，此非水溶性成膜聚合物(a)製自烯不飽和單體。

成膜聚合物(a)的玻璃化轉變溫度介於約-20°C和+50°C之間，以介於約-10°C和+40°C之間為佳。此聚合物可藉目前

五、發明說明 (4)

已知的方式由烯不飽和單體的乳液聚合反應製得，此處，在傳統乳化和/或分散劑存在時，使用聚合反應引發劑。聚合物在乳液中的含量通常介於30和70重量%之間，特別是介於35和65重量%之間。

合成成膜聚合物(a)中所用的單體可以是：

— 乙烯酯，特別是乙酸乙烯酯；

— 丙烯酸酯，如：丙烯酸和異丁烯酸的烷基酯，其中的烷基包含1至10個碳原子，如：甲基、乙基、正丁基或丙烯酸和異丁烯酸的2-乙基己基酯。

— 乙烯基芳族單體，特別是苯乙烯。

這些單體可以彼此共聚或與他種烯不飽和單體共聚。

可以與乙酸乙烯酯和/或丙烯酸酯和/或苯乙烯共聚的單體的非限制性例是乙烯和烯烴，如：異丁烯；帶有支鏈或不帶有支鏈之具1至12個碳原子的飽和一羧酸之乙烯酯，如：丙酸乙烯酯、Versatate(註冊名稱，帶有支鏈的C₉-C₁₁酸酯)乙烯酯、戊酸乙烯酯或月桂酸乙烯酯；具3至6個碳原子的不飽和一或二羧酸與具1至10個碳原子的烷醇之酯類，如：馬來酸或富馬酸的甲、乙、丁或乙基己酯；乙烯基芳族單體，如：甲基苯乙烯或乙烯基甲苯；乙烯鹵，如：乙烯氯或偏氯乙烯；或二烯，特別是丁二烯。

也可以在前面所定義的單體中添加至少一種選自下列者的單體：丙烯醯胺、2-丙烯醯胺基-2-甲基丙磺酸鈉(AMPS)或甲基烯丙磺酸鈉。相對於單體總重量，這些單體的添加量不超過2重量%。於聚合期間內添加這些單體；

五、發明說明 (5)

它們確保乳膠的膠態穩定性。

水可再分散的成膜聚合物以選自下列者為佳：

— 乙烯系或丙烯酸酯均聚物，

— 乙酸乙烯酯、苯乙烯/丁二烯、苯乙烯/丙烯酸酯或苯乙烯/丁二烯/丙烯酸酯共聚物。

單體的聚合物通常於乳液中在有乳化劑和聚合反應引發劑存在時進行。

在聚合反應開始之前，所用單體在單一步驟中，以混合物引入或以多個單一物種形式同時引至反應混合物中，或者，在聚合反應時，分多次或連續引至反應混合物中。

所用的乳化劑通常是慣用的陰離子劑，其特別是脂肪酸、鹼金屬烷基硫酸、烷基磺酸、烷基芳基硫酸、烷基芳基磺酸、芳基硫酸、芳基磺酸、硫代丁二酸或烷基磷酸的鹽類，或松脂酸的氫化或非氫化鹽類。相對於單體總重，它們的用量通常是0.01至5重量%。

乳液聚合反應引發劑特別是過氧化氫(如：過氧化氫、枯烯化過氧、二異丙基苯過氧化氫、對—蓋烷過氧化氫或第三丁基過氧化氫)及過硫酸鹽(如：過硫酸鈉、過硫酸鉀或過硫酸銨)。相對於單體總重，它們的用量通常是0.05至2重量%。這些引發劑視情況地與還原劑(如：亞硫酸氫鈉或甲醛亞磺的亞硫酸氫鹽、聚乙亞胺、糖(右旋糖或蔗糖)或金屬鹽合併。相對於單體總重，還原劑用量通常是0至3重量%。

反應溫度與所用引發劑有關，通常介於0和100°C之間，

五、發明說明 (6)

以介於 30 和 90°C 之間為佳。

可以使用其量相對於單體為 0 至 3 重量 % 的轉移劑，此轉移劑通常選自硫醇如：正-十二烷基硫醇或第三—十二烷基硫醇、環己烯或鹵化烴如：氯仿、溴仿或四氯化碳。其得以調整分子鏈長。其於聚合反應之前或聚合反應期間內加至反應混合物中。

根據本發明的粉末組合物另包含至少一種通式 (I) 的萘磺酸鹽 (b)。更特定言之，此化合物 (b) 是萘磺酸的鹼金屬鹽，此鹼金屬可以被至少一個胺基和 / 或羥基所取代。

與通式 (I) 相符的萘磺酸鹽 (b) 包含至少一個磺酸官能基。若有數個磺酸官能基存在，它們可以位於任一苯環上。

此外，通式 (I) 的萘磺酸鹽 (b) 被至少一個羥基和 / 或胺官能基加以官能化，這些官能基存在於任一苯環上。

此鹼金屬通常是鈉。

以一磺酸化的及 1,4-官能化的萘磺酸鹽 (b) 為佳。因此，較佳之通式 (I) 的萘磺酸鹽 (b) 是 4-胺基-1-萘磺酸鈉和 1-萘酚-4-磺酸鈉。

以聚合物 (a) 計，通式 (I) 的萘磺酸鹽 (b) 含量通常介於 2 和 40 重量 % 之間，以介於 8 和 22 重量 % 之間為佳。

根據本發明的特定形式，此粉末組合物可以包含合成或天然聚酚 (c)。所謂的 "聚酚" 是指源自磺酸化的酚與甲醛之縮合反應的產物。

這些聚酚通常合成自視情況被取代的酚。這些酚藉由與硫酸接觸，之後與甲醛縮合，或反應之，與甲醛縮合之後

五、發明說明 (7)

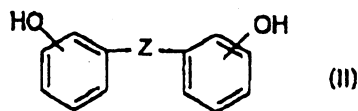
加以磺化。此磺化反應可以是磺烷化反應：其可以將 SO_3H 基團或烷基- SO_3H 基團引至苯環上。縮合反應或磺化反應之後，所得的聚酚進行其他反應；也可以，如：使用鹼鹽或胺加以中和。

可以使用未經取代的酚或經取代的酚，如：鹵酚如：氯酚、烷基酚如：甲酚或二甲酚、間—苯二酚、焦五倍子酸、萘酚或雙酚如：二羥基二苯基丙烷或二羥基二苯基砜。以使用二羥基二苯基砜為佳。

醛化反應中通常使用濃硫酸，縮合反應中通常使用甲醛溶液。

根據第一個較佳的替代形式，聚酚(c)得自：

— 甲醛的縮合反應和通式(II)化合物的縮合反應：



其中，Z 代表 SO_2 、O、 CH_2 、CO、S 或 NR，R 代表 H 或烷基，

— 所得縮合物的磺基甲基化反應。

此磺基甲基化階段將 $\text{CH}_2\text{SO}_3^-\text{H}^+$ 基團引至縮合物的至少一個苯環上，M 代表鹼金屬，通常是。Z 以 SO_2 為佳。

進行下列階段可以得到此聚酚：

— 以過量的酚與硫酸(至少 2 莫耳酚 / 莫耳硫酸)於高溫(以超過 150°C 為佳)反應，藉此合成亞砷，

五、發明說明 (8)

- 以氫氧化鈉中和此磺，
- 經中和的產物與甲醛進行縮合反應，
- 進行縮合物的磺甲基化反應。

根據本發明的第二個較佳的替代形式，聚酚(c)得自磺化的酚與甲醛及含氮有機鹼之縮合反應。此聚酚特別可得自：

- 藉由酚的磺化反應製得酚磺酸，
- 所得的磺酸與甲醛和尿素進行縮合反應，
- 以氫氧化鈉中和縮合物。

可繼而再度酸化，之後以亞硫酸氫鈉脫色。

可以使用 "Synthetic Tannins(合成的單寧酸)", Leather Science, 1971, 第18冊第8-16頁中所述的聚酚。

以聚合物(a)計，聚酚(c)含量介於3和22重量%之間。

根據本發明之粉末組合物也可包含至少一種聚環氧烷基化的界面活性劑(d)。

其可選自下列非離子性聚環氧烷基化的衍生物：

- 乙氧化或乙氧基—丙氧化的脂肪醇，
- 乙氧化或乙氧基—丙氧化的三酸甘油酯，
- 乙氧化或乙氧基—丙氧化的脂肪酸，
- 乙氧化或乙氧基—丙氧化的山梨糖醇酯，
- 乙氧化或乙氧基—丙氧化的脂肪胺，
- 乙氧化或乙氧基—丙氧化的二(1-苯基乙基)酚，
- 乙氧化或乙氧基—丙氧化的三(1-苯基乙基)酚，
- 乙氧化或乙氧基—丙氧化的烷基酚，
- 乙氧化的三苯乙烯基酚或乙氧化的二苯乙烯基酚，

五、發明說明 (9)

—環氧乙烷(OE)/環氧丙烷(OP)二團塊，

—OE/OP/OE三團塊。

這些非離子性界面活性劑中，環氧乙烷(OE)和/或環氧丙烷(OP)單元的數目通常由2至100。更特別地，OE和/或OP單元數目介於2和50之間。OE和/或OP單元數目以介於10和50之間為佳。

乙氧化或乙氧基—丙氧化的脂肪醇通常包含6至22個碳原子，OE和OP單元不算在這些數目中。這些單元以環氧乙烷單元為佳。

乙氧化或乙氧基—丙氧化的三酸甘油酯可以是植物或動物來源(如：豬油、牛油、的乙落花生油、奶油、棉籽油、亞麻子油、橄欖油、魚油、棕櫚油、葡萄籽油、大豆油、海狸油、油菜籽油、椰子乾油或椰子油)的三酸甘油酯，且以經乙氧化者為佳。

乙氧化或乙氧基—丙氧化的脂肪酸是脂肪酸如：油酸或硬脂酸酯，且以經乙氧化者為佳。

乙氧化或乙氧基—丙氧化的山梨糖醇酯是山梨糖醇酯的環酯和包含10至20個碳原子的脂肪酸如：月桂酸、硬脂酸或油酸的環酯，且以經乙氧化者為佳。

本發明中，"乙氧化的三酸甘油酯"是指三酸甘油酯與環氧乙烷之乙氧化反應而得的產物及三酸甘油酯以聚乙二醇之轉酯反應得到的產物。

類似地，所謂"乙氧化的脂肪酸"包括脂肪酸以環氧乙烷的乙氧化反應產物及脂肪酸與聚乙二醇的轉酯反應產物。

五、發明說明 (10)

乙氧化或乙氧基—丙氧化的脂肪胺通常具 10 至 22 個碳原子，OE 和 OP 單元不算在這些數目內，且以經乙氧化者為佳。

乙氧化或乙氧基—丙氧化的烷基酚通常具有一或兩個直鏈或帶有支鏈並具 4 至 12 個碳原子的烷基。特別值得提及的例子是辛基、壬基或十二碳烷基。

特別值得提到的非離子性界面活性劑的例子是乙氧化或乙氧基—丙氧化的烷基酚，乙氧化或乙氧基—丙氧化的二(1-苯基乙基)酚，

乙氧化或乙氧基—丙氧化的三(1-苯基乙基)酚，
以 5 個 OE 單元加以乙氧化的二(1-苯基乙基)酚，
以 10 個 OE 單元加以乙氧化的二(1-苯基乙基)酚，
以 16 個 OE 單元加以乙氧化的三(1-苯基乙基)酚，
以 20 個 OE 單元加以乙氧化的三(1-苯基乙基)酚，
以 25 個 OE 單元加以乙氧化的三(1-苯基乙基)酚，
以 40 個 OE 單元加以乙氧化的三(1-苯基乙基)酚，
以 25 個 OE+OP 單元加以乙氧基—丙氧化的三(1-苯基乙基)酚，
以 2 個 OE 單元加以乙氧化的壬基酚，以 4 個 OE 單元加以乙氧化的壬基酚，以 6 個 OE 單元加以乙氧化的壬基酚，
以 9 個 OE 單元加以乙氧化的壬基酚，

以 25 OE+OP 單元加以乙氧基—丙氧化的壬基酚，
以 30 OE+OP 單元加以乙氧基—丙氧化的壬基酚，
以 40 OE+OP 單元加以乙氧基—丙氧化的壬基酚，
以 55 OE+OP 單元加以乙氧基—丙氧化的壬基酚或
以 80 OE+OP 單元加以乙氧基—丙氧化的壬基酚。

五、發明說明(11)

也可以使用選自前述聚環氧烷化的衍生物作為離子性界面活性劑，如：磺酸鹽、硫酸鹽、磷酸鹽或膦酸鹽形式，其平衡離子可選自 K^+ 、 Na^+ 或 NH_4^+ 。

相對於聚合物(a)，聚環氧烷化的界面活性劑(d)含量(以乾重計)通常介於1和10重量%之間，以介於3和6重量%之間為佳。

根據本發明之組合物另可含有至少一種無機填料(e)，其為粒徑低於20微米的粉末。

建議使用碳酸鈣、高嶺土、硫酸鋇、氧化鈦、滑石、水合礬土、膨潤土和磺基鋁酸鈣緞光白或矽石作為無機填料。

這些無機填料的的存在，藉由避免粉末凝聚即，結塊而促進粉末之製備及儲存時的穩定性。

以非水溶性成膜聚合物(a)計，無機填料(e)量可介於0.5和20重量%之間，以介於5和15重量%之間為佳。

根據本發明之粉末組合物的粒徑通常低於500微米。

根據本發明之粉末組合物容易以再生乳膠形式分散於水中。

因此，它們可直接以粉末形式或與水之預混合物形式使用，以形成再生乳膠。這些粉末儲存時安定：於55℃儲存數天之後，它們維持可再分散性。

本發明亦係關於前述粉末組合物之製法，此方法中，移除由乳液聚合反應製得之非水溶性成膜聚合物(a)和適量的萘磺酸鹽(b)及視情況使用的聚酚(c)、經乙氧化處理的界面活性劑(d)和無機填料(e)之水性分散液中的水份。

五、發明說明 (12)

因此，起始點是非水溶成膜聚合物的水性分散液(a)。此分散液可得自乳液聚合反應。此分散類型一般稱為乳膠。通常，萘磺酸鹽(b)和視情況使用的聚酚(c)、經乙氧化處理的界面活性劑(d)和無機填料(e)加至非水溶性成膜聚合物(a)的分散液中。使用某些萘磺酸鹽(b)如：1-萘酚-4-磺酸鈉時，在與萘磺酸鹽(b)及視情況使用的聚酚(c)和界面活性劑(d)混合之前，將水性聚合物分散液的pH調整至大於7，以超過8.5為佳。此中和反應可藉由添加石灰、氫氧化鈉或氨而達成。以添加石灰為佳。

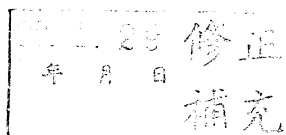
根據本發明的替代形式，在聚合物(a)的乳液聚合反應期間內並因此未形成水性分散液之前添加經聚環氧烷化的界面活性劑(d)。

根據本發明之粉末組合物另可包含目標應用中的標準添加劑，特別是殺蟲劑、制微生物劑、制菌劑、UV穩定劑、抗氧化劑或矽酮和有機抗起泡劑。使用這些添加物時，它們可於聚合反應之後加至分散液中。

選擇各種構份的含量，使得所欲粉末組合物具有前述定義的含量。起始點的固體含量(成膜聚合物(a)+萘磺酸鹽(b)+聚酚(c)+乙氧化的界面活性劑(d))以介於10和70重量%間為佳，介於40和60重量%之間更佳。

通常移除此分散液中的水，以得到粉末。也可以使用冷凍法，之後昇華，或者凍乾法或乾燥法(如：噴霧乾燥法)。這些方法之後，可以研磨至所欲粒徑。

以霧化法乾燥為佳，因為其不須經過研磨便能夠直接得



五、發明說明 (13)

到具所欲粒徑的粉末。以霧化法乾燥可以一般方式在任何已知設備如：具噴嘴的霧化塔或使用熱氣以渦輪噴霧中進行。管柱頂部的熱氣(通常是空氣)入口溫度以介於100和150°C之間為佳，出口溫度以介於55和90°C之間為佳。

可以在聚合物(a)的起始水性分散液中添加無機填料。較佳情況中，於藉霧化法噴霧乾燥階段期間內引入所有或一部分的無機填料。也可以將無機填料直接加至最終的粉末組合物中。

根據此方法的替代形式，可將所得粉末作成粒子，此處，可以使用事後的霧化流化床。

大部分情況中，根據本發明之粉末組合物可以藉由簡單攪拌而完全地再分散於室溫水中。所謂"完全再分散"是指根據本發明之粉末組合物在添加適量的水之後，能夠得到再生乳膠，其中，粒子尺寸幾乎與乾燥之前存在於起始乳液中的乳膠粒子尺寸相同。

本發明亦係關於前述粉末組合物再分散於水中而得之再生乳膠。

最後，本發明係關於前述粉末組合物作為建築、土木工程或油工業之水性黏合劑中之添加物之使用。此水性黏合劑可以是薄泥漿、灰泥或混凝土形式。此水性黏合劑通常是水泥。相關應用有，如：瓷磚黏合用水泥、抹平及至修整塗料、黏著劑和用以隔絕複合物的塗料、修復用灰泥、防漏塗料和用於油井之黏結作用的薄泥漿。

本發明的粉末組合物或由其衍生出之再生乳膠另可用於

五、發明說明 (14)

乳膠應用的所有其他範圍中，更特別地，可用於黏合劑、紙塗料組合物和塗漆範圍中。

下列實例說明本發明，但不欲限制本發明之範圍。

實例

實例 1

起始點是得自異丁烯酸甲酯和丙烯酸丁酯之乳液聚合反應的乳膠，此聚合反應在沒有聚環氧烷界面活性劑存在的情況下進行。此乳膠具有下列性質：

- 平均粒徑：250毫微米，
- 固體含量：50重量%，
- 黏度：100mPa·s，
- pH=7。

將相對於乳膠聚合物，其量為15重量%的4-胺基-1-萘磺酸鈉引至乳膠中。

以噴霧乾燥法將所得分散液轉化成粉末。此乾燥於霧化塔中進行，其中，熱空氣的入口溫度是105°C，出口度是60°C。

霧化期間內，尺寸介於2和3微米之間的高嶺土粒子以使得霧化器的出口處的粉末組合物之高嶺土含量為12重量%的量引至塔中。

再分散試驗

所得的粉末組合物分散於水中，以得到固體含量為30重量%之再生乳膠。使用磁攪拌器混合15分鐘。

使用 Coulter LS230分粒機偵測再生乳膠之懸浮液中的顆

五、發明說明 (15)

粒尺寸分佈。再生乳膠的平均尺寸是250毫微米。

再分散性良好。

實例 2乳膠之製備

在有以25環氧乙烷單元加以乙氧化的脂肪醇(界面活性劑d1)存在時，藉乳液聚合反應合成出以異丁烯酸甲酯和丙烯酸丁酯為基礎的乳膠。

所得乳膠性質如下：

- 平均粒徑：150毫微米，
- 固體含量：41.2重量%，
- 黏度：20mPa·s，
- pH=2.4，
- d1相對於乳膠聚合物之含量：3.9重量%。

粉末組合物之製備

之後，藉由添加氫氧化鈉水溶液而將乳膠的pH調整至約7。將相對於乳膠聚合物，其量為15重量%的4-胺基-1-萘磺酸鈉引至乳膠中。

以實例1中的噴霧法將所得分散液轉變成粉末。

此粉末的平均粒徑是80微米。

再分散試驗

所得的粉末組合物以根據實例1的方式分散於水中。

使用Coulter LS230分粒機偵測再生乳膠之懸浮液中的顆粒尺寸分佈。再生乳膠的平均尺寸是150毫微米。再分散性良好。

五、發明說明 (16)

實例 3 至 11

使用替代形式重覆實例 2，改變下列條件：

- 乳膠本質，
- 乙氧化的界面活性劑(d)本質，
- 引入此劑的時機
- 有或無 4-胺基-1-萘磺酸鈉。

各個起始乳膠的粒徑介於 120 和 150 毫微米之間。

其條件和結果併列於附表 1。

實例 12 和 13

以下列替代形式重覆實例 10：

- 起始乳膠藉由添加石灰而中和至 pH=9。
- 萘磺酸鹽是 1-萘酚-4-磺酸鈉。

其條件和結果併列於附表 1。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

附表 1

乳膠					乙氧化的界面活性劑(d)			添加苯磺酸鹽	再度分散的粒子 平均粒徑
實例	本質	固體含量	黏度	PH	量	本質	添加時機		
2	MMA/BuA	41.2%	20	7	3.9%	d1	聚合反應時	有(ANS)	150毫微米
比較例3	MMA/BuA	41.2%	20	7	3.9%	d1	聚合反應時	無	80微米
4	MMA/BuA/ AMPS	45.3%	31	7	3.5%	d1	聚合反應時	有(ANS)	80%150毫微米
比較例5	MMA/BuA/ AMPS	45.3%	31	7	3.5%	d1	聚合反應時	無	85微米
6	SB	49.4%	70	6.8	4%	d1	聚合反應時	有(ANS)	90%140毫微米
比較例7	SB	49.4%	70	6.8	4%	d1	聚合反應時	無	90微米
8	SB	49.7%	90	7.7	4%	d2	聚合反應之後	有(ANS)	150毫微米
比較例9	SB	49.7%	90	7.7	4%	d2	聚合反應之後	無	80微米
10	SB	49.7%	90	7.7	4%	d2	聚合反應之後	有(ANS)	120毫微米
比較例11	SB	49.7%	90	7.7	4%	d2	聚合反應之後	無	85微米
12	SB	49.7%	90	9	4%	d2	聚合反應之後	有(ANS)	120毫微米
比較例13	SB	49.7%	90	9	4%	d2	聚合反應之後	無	85微米

五、發明說明 (17)

A7
B7

五、發明說明 (18)

附表中的縮寫意義：

- MMA：異丁烯酸甲酯
- B：丁二烯
- BuA：丙烯酸丁酯
- S：苯乙烯
- AMPS：2-丙磺胺基-2-甲基丙磺酸鈉，以相對於MMA+BuA混合物為2重量%的比例引入
- d1：以25環氧乙烷單元加以乙氧化的脂肪醇
- d2：以16環氧乙烷單元加以乙氧化的脂肪醇
- ANS：4-胺基-1-萘磺酸鈉
- NS：1-萘酚-4-磺酸鈉

黏度單位是 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。

此pH相當於添加氫氧化鈉以調整pH之後，起始乳膠的pH。

實例2、8、10和12中得到的粉末具有下列性質：

- 良好流動性，
- 良好的儲存穩定性，
- 極佳的水潤濕性，
- 在去離子水和濃 CaCl_2 溶液(1M)中之自發、迅速和完全的再分散性。發現再生乳膠的平均粒徑類似於起始乳膠的粒徑。

實例4和6中，發現並非所有粒子完全再度分散。此可由顆粒尺寸曲線中有兩個與具有不同粒徑粒子總數的兩個峰的存在而得知。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (19)

因此，已經知道：實例4中之80體積%的粒子再度分散。此再分散者之平均尺寸是150毫微米，其實質上完全再度分散。

至於實例6，90體積%的粒子再度分散。此再分散者之平均尺寸是140毫微米，其實質上完全再度分散。

比較例3、5、7、9、11和13所得粉末無法再度分散。

實例8之組合物的使用性質

以下列組份製得灰泥：

- CPA 55水泥 以重量計之450份
- 標準化的砂，NF-15-403 以重量計之1350份
- 得自實例8的粉末 以重量計之22.5份
- 水 以重量計之225份
- Rhoximat 700 DD防起沫劑 以重量計之1份

比較此灰泥與不含得自實例7之粉末的灰泥之性質。

密度之測定

混合之後，藉由稱得預定體積的重量而測定新製水泥的密度。

附表2

	密度		
	0分鐘時	10分鐘時	20分鐘時
標準灰泥	2.23	2.24	2.26
具粉末的灰泥	2.16	2.18	2.19

塑性之測定

使用振盪桌以標準化的灰泥測定塑性(NPF 15403)。將灰

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (20)

泥引至截頭的圓錐鑄模中，之後以振盪桌脫模及振動。此塑性是灰泥崩塌之後的直徑與截頭的圓錐鑄模直徑之間的差值。其以百分比表示。

附表 3

	塑性		
	0分鐘時	10分鐘時	20分鐘時
標準灰泥	40	30	25
具粉末的灰泥	90	80	70

硬化時間之測定

根據 NFP 標準 15431，使用自動 Vicat 型設備測定硬化時間。

附表 4

	開始硬化時間	結束硬化時間
標準灰泥	4小時30分鐘	6小時0分鐘
具粉末的灰泥	7小時0分鐘	9小時0分鐘

機械性質之測定

在由低碳鋼製的標準鑄模中澆鑄灰泥或薄泥漿，製得試驗樣品 (4×4×16 立方公分)。這些試驗樣品在硬化一小時之後脫模並於常溫乾燥。於這些試樣測定機械性質。

試驗以三點彎曲方式 (NFP 18407) 於試樣上進行，並使用水力試驗機 (200 千牛頓) 於六個試樣上進行壓縮試驗 (NFP 15451)。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (21)

附表 5

	彎曲性(MPa)		壓縮性(Mpa)	
	7天之後	28天之後	7天之後	28天之後
標準灰泥	8	10	26	32
具粉末的灰泥	10	13	36	42

黏著性之測定

以欲進行試驗的灰泥或薄泥漿在石板上製得1公分塗層。一天之後，由乾燥塗層取得核心樣品，使金屬塊黏著於核心樣品部分上。之後使用測定此程序中施力的設備拉開此金屬塊：由施於20至25平方公分上的力定出黏著值。

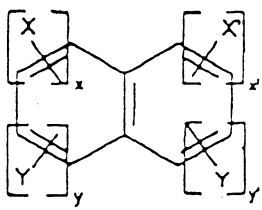
附表 6

	7天之後的拉開力(Mpa)
標準灰泥	1.2
具粉末的灰泥	2.0

這些結果與乳膠在霧化之前所得結果類似，證實粉末具有良好的可再分散性。

四、中文發明摘要 (發明之名稱：水可再分散之粉末組合物，其製備及含其之再生乳膠)

本發明係關於一種水可再分散的粉末組合物，包含
—至少一種非水溶性成膜聚合物，該聚合物(a)製自至少一種烯不飽和單體，及
—至少一種通式(I)的萘磺酸鹽(b)

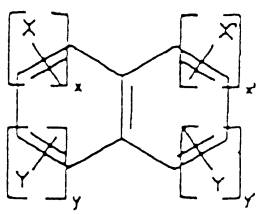


其中，
X和X'相同或相異，代表OH或NH₂，

英文發明摘要 (發明之名稱：“WATER-REDISPERSIBLE PULVERULENT COMPOSITION, ITS PREPARATION AND RECONSTITUTED LATEX COMPRISING IT”)

The invention relates to a water-redispersible pulverulent composition comprising:

- at least one water-insoluble film-forming polymer, the said polymer (a) being prepared from at least one monomer with ethylenic unsaturation, and
- at least one naphthalenesulphonate (b) of general formula (I):



經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

訂
線

四、中文發明摘要 (發明之名稱：)

Y 代表 $-\text{SO}_3^-\text{M}^+$ ，其中的 M 是鹼金屬，

$x \geq 0$ ， $x' \geq 0$ 且 $x + x' \geq 1$ ，

$y \geq 0$ ， $y' \geq 0$ 且 $y + y' \geq 1$ 。

英文發明摘要 (發明之名稱：)

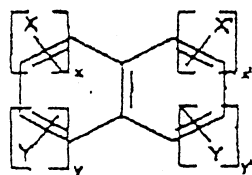
in which:

- X and X', which are identical or different, represent OH or NH_2 ,
- Y represents SO_3^-M^+ , with M alkali metal,
- $x \geq 0$, $x' \geq 0$ and $x + x' \geq 1$,
- $y \geq 0$, $y' \geq 0$ and $y + y' \geq 1$.

六、申請專利範圍

1. 一種水可再分散之粉末組合物，其包含

- 至少一種非水溶性成膜聚合物，該聚合物(a)製自
- 至少一種烯不飽和單體，及
- 至少一種通式(I)的萘磺酸鹽(b)



其中，

X和X'相同或相異，代表OH或NH₂，

Y代表-SO₃⁻M⁺，其中的M是鹼金屬，

$x \geq 0$ ， $x' \geq 0$ 且 $x + x' \geq 1$ ，

$y \geq 0$ ， $y' \geq 0$ 且 $y + y' \geq 1$ 。

2. 根據申請專利範圍第1項之粉末組合物，其中烯不飽和單體係選自：

- 乙烯酯，
- 丙烯酸酯，如：丙烯酸和異丁烯酸的烷基酯，其中的烷基包含1至10個碳原子，
- 乙烯基芳族單體。

3. 根據申請專利範圍第1或2項之粉末組合物，其中非水溶性成膜聚合物選自：

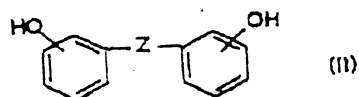
- 乙烯或丙烯酸酯均聚物，

六、申請專利範圍

—乙酸乙烯酯、苯乙烯/丁二烯、苯乙烯/丙烯酸酯或
苯乙烯/丁二烯/丙烯酸酯共聚物。

4. 根據申請專利範圍第1或2項之粉末組合物，其中通式(I)
的萘磺酸鹽(b)是4-胺基-1-萘磺酸鈉或1-萘酚-4-磺酸
鈉。
5. 根據申請專利範圍第1或2項之粉末組合物，其中以聚
合物(a)重量計，通式(I)的萘磺酸鹽(b)含量介於2和40%
之間。
6. 根據申請專利範圍第5項之粉末組合物，其中以聚合物
(a)重量計，通式(I)的萘磺酸鹽(b)含量介於8和22%之
間。
7. 根據申請專利範圍第1或2項之粉末組合物，其係包含
合成或天然聚酚(c)。
8. 根據申請專利範圍第7項之粉末組合物，其中聚酚(c)係
得自：

—甲醛的縮合反應和通式(II)化合物的縮合反應：



其中，Z代表SO₂，

—及所得縮合物的磺基甲基化反應。

9. 根據申請專利範圍第7項之粉末組合物，其中聚酚(c)係
得自磺化的酚與甲醛及含氮有機鹼之縮合反應。

六、申請專利範圍

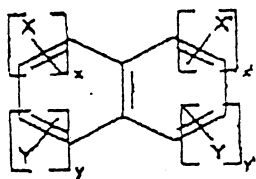
10. 根據申請專利範圍第1或2項之粉末組合物，其係包含聚環氧烷化的界面活性劑(d)。
11. 根據申請專利範圍第10項之粉末組合物，其中聚環氧烷化的界面活性劑(d)為非離子性，並係選自下列聚環氧烷化的衍生物：
 - 乙氧化或乙氧基—丙氧化的脂肪醇，
 - 乙氧化或乙氧基—丙氧化的三酸甘油酯，
 - 乙氧化或乙氧基—丙氧化的脂肪酸，
 - 乙氧化或乙氧基—丙氧化的山梨糖醇酯，
 - 乙氧化或乙氧基—丙氧化的脂肪胺，
 - 乙氧化或乙氧基—丙氧化的二(1-苯基乙基)酚，
 - 乙氧化或乙氧基—丙氧化的三(1-苯基乙基)酚，
 - 乙氧化或乙氧基—丙氧化的烷基酚，
 - 乙氧化的三苯乙烯基酚或乙氧化的二苯乙烯基酚，
 - 環氧乙烷(OE)/環氧丙烷(OP)二團塊，
 - OE/OP/OE三團塊。
12. 根據申請專利範圍第10項之粉末組合物，其中聚環氧烷化的界面活性劑(d)為離子性，並選自申請專利範圍第10項之聚環氧烷化的衍生物中所列者。
13. 根據申請專利範圍第11或12項之粉末組合物，其中相對於聚合物(a)，聚環氧烷化的界面活性劑(d)含量以乾重計介於1和10重量%之間。
14. 根據申請專利範圍第13項之粉末組合物，其中相對於聚

六、申請專利範圍

合物(a)，聚環氧烷化的界面活性劑(d)含量以乾重計介於3和6重量%之間。

15. 根據申請專利範圍第1或2項之粉末組合物，其係含有至少一種無機填料(e)，其為粒徑低於20微米的粉末。
16. 一種製備根據申請專利範圍第1或2項之水可再分散之粉末組合物之方法，其特徵在於移除由乳液聚合反應製得之非水溶性成膜聚合物(a)和適量的式(I)萘磺酸鹽(b)及視情況使用的聚酚(c)、經乙氧化處理的界面活性劑(d)和無機填料(e)之水性分散液中的水份。
17. 根據申請專利範圍第16項之方法，其中水性分散液與界面活性劑(d)和式(I)的萘磺酸鹽(b)混合之前，將水性聚合物分散液的pH調整至大於7。
18. 根據申請專利範圍第16項之方法，其中所選用方法是噴霧乾燥法。
19. 根據申請專利範圍第16項之方法，其中在聚合物(a)的乳液聚合反應之前添加聚環氧烷化的界面活性劑(d)。
20. 一種再生乳膠，其係使包含下列成份之粉末組合物再度分散於水中而得：
 - 至少一種非水溶性成膜聚合物，該聚合物(a)製自至少一種烯不飽和單體，及
 - 至少一種通式(I)的萘磺酸鹽(b)

六、申請專利範圍



其中，

X和X'相同或相異，代表OH或NH₂，

Y代表-SO₃⁻M⁺，其中的M是鹼金屬，

$x \geq 0$ ， $x' \geq 0$ 且 $x+x' \geq 1$ ，

$y \geq 0$ ， $y' \geq 0$ 且 $y+y' \geq 1$ 。

21.根據申請專利範圍第20項之再生乳膠，其係用於作為水性黏合劑、黏著劑、用於塗覆紙的組合物和塗料。

22.根據申請專利範圍第1或2項之粉末組合物，其係用於作為水性黏合劑、黏著劑、用於塗覆紙的組合物和塗料。

23.根據申請專利範圍第20項之再生乳膠，其係用於作為水泥添加物。

24.根據申請專利範圍第1或2項之粉末組合物，其係用於作為水泥添加物。