

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成20年8月7日(2008.8.7)

【公開番号】特開2008-19451(P2008-19451A)

【公開日】平成20年1月31日(2008.1.31)

【年通号数】公開・登録公報2008-004

【出願番号】特願2007-262064(P2007-262064)

【国際特許分類】

C 0 8 F 2/38 (2006.01)

C 0 8 F 2/44 (2006.01)

C 0 8 F 2/22 (2006.01)

C 0 8 F 265/06 (2006.01)

C 0 8 F 283/00 (2006.01)

【F I】

C 0 8 F 2/38

C 0 8 F 2/44 C

C 0 8 F 2/22

C 0 8 F 265/06

C 0 8 F 283/00

【手続補正書】

【提出日】平成20年6月20日(2008.6.20)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも 2 つの異なるモードのポリマー粒子を含有する水性ポリマー分散体の調製方法であって：

a) 水性媒体中に分散された第一モードの第一ポリマー粒子を含有する第一ポリマー分散体を提供する工程；

b) 25 の温度で、1 g / 水 100 ミリリットル未満の水溶性を有する重合ブロッカー（ここで、添加される重合ブロッカーの量は第一ポリマー粒子の重量を基準にして 0.1 ~ 10 重量％である）を前記第一ポリマー分散体に添加する工程；および、続いて

c) 前記第一ポリマー粒子の存在下でエチレン性不飽和モノマーを添加および重合して、第二モードの第二ポリマー粒子を提供する工程；

を含み、前記第一モードおよび前記第二モードは、

i) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも 10 のガラス転移温度の差を有すること；

ii) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも 50 ナノメートルの平均粒子直径の差を有すること；

iii) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも 25,000 g / モルの重量平均分子量の差を有すること；

iv) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、粒子のモルホロジーにおける差異を有すること；

v) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、異なるポリマー組成を有すること；または

v i) これらの組合わせ
によって異なる、方法。

【請求項 2】

少なくとも 2 つの異なるモードのポリマー粒子を含有する水性ポリマー分散体の調製方法であって：

a) 水性媒体中に分散された第一モードの第一ポリマー粒子を含有する第一ポリマー分散体を提供する工程；

b) 0 . 0 5 g / 水 1 0 0 ミリリットル未満の水溶性を有するスチレンまたは環置換スチレンから選択されたスチレン系モノマー重合ブロッカー（ここで、添加される重合ブロッカーの量は第一ポリマー粒子の重量を基準にして 5 ~ 5 0 重量 % である）を前記第一ポリマー分散体に添加する工程；

c) 続いて、エチレン性不飽和モノマーを前記第一ポリマー分散体に添加する工程であって、前記エチレン性不飽和モノマーが、前記エチレン性不飽和モノマーの重量を基準にして、0 ~ 2 0 重量 % のスチレンまたは環置換スチレンを含む工程；および

d) 前記第一ポリマー粒子の存在下で前記エチレン性不飽和モノマーを重合して、第二モードの第二ポリマー粒子を提供する工程；

を含み、前記第一モードおよび前記第二モードは、

i) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも 1 0 のガラス転移温度の差を有すること；

i i) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも 5 0 ナノメートルの平均粒子直径の差を有すること；

i i i) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも 2 5 , 0 0 0 g / モルの重量平均分子量の差を有すること；

i v) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、粒子のモルホロジーにおける差異を有すること；

v) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、異なるポリマー組成を有すること；または

v i) これらの組合わせ
によって異なる、方法。

【請求項 3】

さらに、シードポリマー粒子、界面活性剤、緩衝剤、またはこれらの組み合わせを、前記エチレン性不飽和モノマーの重合に先立って、またはこれと同時に、前記水性第一ポリマー分散体に添加する工程を含む、請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 4】

前記エチレン性不飽和モノマーが、ミニエマルジョンとして前記第一ポリマー分散体に添加される、請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 5】

前記第一ポリマー粒子が付加ポリマーである、請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 6】

前記第一ポリマー粒子が縮合ポリマーを含む、請求項 1 または 2 記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 0 1】

本発明は概して、水性媒体中に分散されたポリマー粒子を含有する水性ポリマー分散体の調製方法に関する。本方法は、ある種の物質、例えば疎水性重合ブロッカーまたはスチレン系モノマー重合ブロッカーの使用を含む。本方法は、少なくとも 2 つの異なるタイプのポリマー粒子を含有する水性ポリマー分散体の調製に有用である。これら 2 つの異なる

タイプのポリマー粒子は、少なくとも1つの属性、例えば粒子直径、分子量、組成、ガラス転移温度、またはモルホロジーが異なる。本発明の方法はまた、粒子サイズの広い分布を有する水性ポリマー分散体の調製にも有用である。同様に、本発明の方法によって調製された水性ポリマー分散体も提供される。本発明の方法によって調製された水性ポリマー分散体は、広い範囲の用途において有用である。これにはペイント、接着剤、不織布用バインダー、およびペーパーコーティング用バインダーが含まれる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0008】

本発明の第一の態様に従って、少なくとも2つの異なるモードのポリマー粒子を含有する水性ポリマー分散体の調製方法であって：

a) 水性媒体中に分散された第一モードの第一ポリマー粒子を含有する第一ポリマー分散体を提供する工程；

b) 25 の温度で、1 g / 水 100 ミリリットル未満の水溶性を有する重合ブロッカー（ここで、添加される重合ブロッカーの量は第一ポリマー粒子の重量を基準にして 0 . 1 ~ 10 重量%である）を前記第一ポリマー分散体に添加する工程；および、続いて

c) 前記第一ポリマー粒子の存在下でエチレン性不飽和モノマーを添加および重合して、第二モードの第二ポリマー粒子を提供する工程；

を含み、前記第一モードおよび前記第二モードは、

i) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも 10 のガラス転移温度の差を有すること；

i i) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも 50 ナノメートルの平均粒子直径の差を有すること；

i i i) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも 25 , 000 g / モルの重量平均分子量の差を有すること；

i v) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、粒子のモルホロジーにおける差異を有すること；

v) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、異なるポリマー組成を有すること；または

v i) これらの組み合わせ

によって異なる、方法が提供される。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

本発明の第二の態様は、少なくとも2つの異なるモードのポリマー粒子を含有する水性ポリマー分散体の調製方法であって：

a) 水性媒体中に分散された第一モードの第一ポリマー粒子を含有する第一ポリマー分散体を提供する工程；

b) 0 . 05 g / 水 100 ミリリットル未満の水溶性を有するスチレンまたは環置換スチレンから選択されたスチレン系モノマー重合ブロッカー（ここで、添加される重合ブロッカーの量は第一ポリマー粒子の重量を基準にして 5 ~ 50 重量%である）を前記第一ポリマー分散体に添加する工程；

c) 続いて、エチレン性不飽和モノマーを前記第一ポリマー分散体に添加する工程であって、前記エチレン性不飽和モノマーが、前記エチレン性不飽和モノマーの重量を基準に

して、0～20重量%のスチレンまたは環置換スチレンを含む工程；および

d) 前記第一ポリマー粒子の存在下で前記エチレン性不飽和モノマーを重合して、第二モードの第二ポリマー粒子を提供する工程；

を含み、前記第一モードおよび前記第二モードは、

i) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも10のガラス転移温度の差を有すること；

ii) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも50ナノメートルの平均粒子直径の差を有すること；

iii) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、少なくとも25,000g/molの重量平均分子量の差を有すること；

iv) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、粒子のモルホロジーにおける差異を有すること；

v) 前記第一ポリマー粒子と前記第二ポリマー粒子とが、異なるポリマー組成を有すること；または

vi) これらの組合わせ

によって異なる、方法を提供する。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0010】

本発明の第三の態様は、さらに、シードポリマー粒子、界面活性剤、緩衝剤、またはこれらの組み合わせを、前記エチレン性不飽和モノマーの重合に先立って、またはこれと同時に、前記水性第一ポリマー分散体に添加する工程を含む、前記第一または第二の方法を提供する。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0022

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0022】

疎水性重合ブロッカーの添加後、1以上のエチレン性不飽和モノマーは、第一ポリマー粒子の存在下で重合されて、第二モードの第二ポリマー粒子を提供する。疎水性重合ブロッカーは、第二ポリマー粒子を形成するために用いられるエチレン性不飽和モノマーの添加に先立って添加される。疎水性重合ブロッカーを、そのまま、または均質化水性エマルジョンなどのエマルジョンとして、または溶媒中溶液として添加することができる。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0049

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0049】

本発明の第二の態様において、少なくとも2つの異なるモードのポリマー粒子を含有する水性ポリマー分散体を調製する方法が提供され、この方法には：水性媒体中に分散された第一モードの第一ポリマー粒子を含有する第一ポリマー分散体を提供する工程；0.05g/水100ミリリットル未満の水溶性を有するスチレンまたは環置換スチレンから選択されるスチレン系モノマー重合ブロッカーを、第一ポリマー分散体に添加する工程；エチレン性不飽和モノマーを第一ポリマー分散体に添加する工程であって、このエチレン性不飽和モノマーが、エチレン性不飽和モノマーの重量を基準にして、0～20重量%のス

チレンまたは環置換スチレンを含む工程；および第一ポリマー粒子の存在下でエチレン性不飽和モノマーを重合して、第二モードの第二ポリマー粒子を提供する工程を含み；ここで第一モードおよび第二モードは、少なくとも2つの異なるモードである。スチレン系モノマー重合プロッকারは、エチレン性不飽和モノマーの重合速度を最小限にするかまたは重合を妨げるスチレン系物質である。環置換スチレンは、スチレンの芳香環に結合している少なくとも1つの置換基を有する。置換基は、芳香環のオルト、メタ、またはパラ位にある。さらには環置換スチレンは、0.05g/水100ミリリットル未満、好ましくは0.02g/水100ミリリットル未満、より好ましくは0.01g/水100ミリリットル未満の水溶性を有する。スチレン系モノマー重合プロッকারの量は典型的に、第一ポリマー粒子の重量を基準にして、5～50重量%、好ましくは10～50重量%、より好ましくは15～50重量%の範囲内である。適切な環置換スチレンの例としては、アルキル基環置換スチレン、例えばo-メチルスチレン、p-メチルスチレン、p-tert-ブチルスチレン、p-プロモスチレン、p-クロロスチレン、およびp-メトキシスチレンが挙げられる。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0050】

スチレン系モノマー重合プロッকারの添加後、1以上のエチレン性不飽和モノマーが、第一ポリマー分散体に添加され、重合されて第二ポリマー粒子を調製する。エチレン性不飽和モノマーは、このエチレン性不飽和モノマーの重量を基準にして、0～20重量%、好ましくは0～15重量%、より好ましくは0～10重量%のスチレンまたは環置換スチレンを含む。本発明の第二態様の1つの実施態様において、スチレン系モノマー重合プロッকারが、第一ポリマー分散体に迅速に添加され、続いて、エチレン性不飽和モノマーの一部または全部が添加され、添加されたエチレン性不飽和モノマーの重合が開始する。好ましくは重合は、このエチレン性不飽和モノマーの一部または全部の添加の直後またはほぼ直後に開始される。別の実施態様において、エチレン性不飽和モノマーの一部または全部が、ミニエマルジョンとして添加される。