



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103917593 A

(43) 申请公布日 2014. 07. 09

(21) 申请号 201280054477. 7

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2012. 10. 01

C08L 23/08 (2006. 01)

(30) 优先权数据

13/290, 415 2011. 11. 07 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2014. 05. 06

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2012/058304 2012. 10. 01

(87) PCT国际申请的公布数据

W02013/070340 EN 2013. 05. 16

(71) 申请人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州威尔明顿

(72) 发明人 R. A. 哈耶斯

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 邹雪梅 李炳爱

权利要求书3页 说明书12页

(54) 发明名称

形成离聚物-聚烯烃共混物的含水分散体的方法

(57) 摘要

本发明公开了形成包含共混组合物的含水分散体的方法,所述共混组合物包含或基本上由约75至约99.9重量%的离聚物组合物和约0.1至约25重量%的乙烯丙烯酸酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合组成,所述方法包括将固体共混组合物与加热至约80至约100℃的温度的水混合。

1. 含水分散体,其包含水和约 0.001 至约 50 重量%的聚合物的混合物,所述混合物包含

(a) 基于 (a) 和 (b) 的组合计,约 75 至约 99.9 重量%的离聚物组合物,所述离聚物组合物包含母体酸共聚物,所述母体酸共聚物包含乙烯的共聚单元和基于所述母体酸共聚物的总重量计约 18 至约 30 重量%的丙烯酸或甲基丙烯酸的共聚单元,所述酸共聚物具有根据 ASTM D1238 在 190℃下采用 2160g 载荷测量的约 200 至约 1000g/10min 的熔体流动速率 (MFR),其中按照所述未经中和的母体酸共聚物计算,基于所述母体酸共聚物的总羧酸含量计,约 50%至约 70%的共聚物羧酸基团被中和成包含钾阳离子、钠阳离子或它们的组合的羧酸盐;和

(b) 基于 (a) 和 (b) 的组合计,约 0.1 至约 25 重量%的 (i) 至少一种乙烯酯共聚物,其包含乙烯共聚单元和基于所述乙烯酯共聚物的总重量计约 10 至约 45 重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸酯的共聚单元;(ii) 接枝聚烯烃组合物,其包含基于所述接枝聚烯烃的总重量计接枝有约 0.1 至约 5 重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐的母体聚烯烃;或 (iii) 所述乙烯酯共聚物和所述接枝聚烯烃的组合。

2. 根据权利要求 1 所述的含水分散体,其中所述聚合物的混合物基本上由所述离聚物和至少一种乙烯酯共聚物组成。

3. 根据权利要求 2 所述的含水分散体,其中所述至少一种乙烯酯共聚物为乙烯丙烯酸甲酯二聚物。

4. 根据权利要求 1 所述的含水分散体,其中所述聚合物的混合物基本上由所述离聚物和所述接枝聚烯烃组成。

5. 根据权利要求 4 所述的含水分散体,其中所述接枝聚烯烃为接枝有马来酸酐的茂金属聚烯烃。

6. 根据权利要求 1 所述的含水分散体,其中所述聚合物的混合物基本上由所述离聚物、所述乙烯酯共聚物和所述接枝聚烯烃组成。

7. 根据权利要求 6 所述的含水分散体,其中所述乙烯酯共聚物为乙烯丙烯酸甲酯二聚物,并且所述接枝聚烯烃为接枝有马来酸酐的茂金属聚烯烃。

8. 根据权利要求 1 所述的含水分散体,其包含离聚物,其中所述羧酸盐的阳离子基本上由钠阳离子组成。

9. 根据权利要求 1 所述的含水分散体,其包含离聚物,其中所述羧酸盐的阳离子基本上由钾阳离子组成。

10. 制备权利要求 1 的含水分散体的方法,所述含水分散体包含离聚物和乙烯酯共聚物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合的混合物,所述方法包括

(1) 提供固体共混组合物,所述固体共混组合物包含

(a) 基于 (a) 和 (b) 的组合计,约 75 至约 99.9 重量%的离聚物组合物,所述离聚物组合物包含母体酸共聚物,所述母体酸共聚物包含乙烯的共聚单元和基于所述母体酸共聚物的总重量计约 18 至约 30 重量%的丙烯酸或甲基丙烯酸的共聚单元,所述酸共聚物具有根据 ASTM D1238 在 190℃下采用 2160g 载荷测量的约 200 至约 1000g/10min 的熔体流动速率,其中按照所述未经中和的母体酸共聚物计算,基于所述母体酸共聚物的总羧酸含量计,约 50%至约 70%的共聚物羧酸基团被中和成包含钾阳离子、钠阳离子或它们的组合的羧

酸盐 ;和

(b) 基于 (a) 和 (b) 的组合计,约 0.1 至约 25 重量%的 (i) 乙烯酯共聚物,其包含乙烯共聚单元和基于所述乙烯酯共聚物的总重量计约 10 至约 45 重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸酯的共聚单元 ;(ii) 接枝聚烯烃组合物,其包含基于所述接枝聚烯烃的总重量计接枝有约 0.1 至约 5 重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐的母体聚烯烃 ;或 (iii) 所述乙烯酯共聚物和所述接枝聚烯烃的组合 ;

(2) 将固体共混组合物与加热至约 80 至约 100°C 的温度的水混合,以提供受热的含水共混物分散体 ;以及

(3) 任选地冷却所述受热的含水共混物分散体至约 20 至 30°C 的温度,其中所述共混物在液相中保持分散。

11. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述聚合物的混合物基本上由所述离聚物和至少一种乙烯酯共聚物组成。

12. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述聚合物的混合物基本上由所述离聚物和所述接枝聚烯烃组成。

13. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述聚合物的混合物基本上由所述离聚物、所述乙烯酯共聚物和所述接枝聚烯烃组成。

14. 根据权利要求 10 所述的方法,其中包含离聚物,其中所述羧酸盐的阳离子基本上由钠阳离子组成。

15. 根据权利要求 10 所述的方法,其中包含离聚物,其中所述羧酸盐的阳离子基本上由钾阳离子组成。

16. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述酸共聚物具有约 250 至约 400g/10min 的 MFR。

17. 共混组合物,其包含

(a) 基于 (a) 和 (b) 的组合计,约 75 至约 99.9 重量%的离聚物组合物,所述离聚物组合物包含母体酸共聚物,所述母体酸共聚物包含乙烯的共聚单元和基于所述母体酸共聚物的总重量计约 18 至约 30 重量%的丙烯酸或甲基丙烯酸的共聚单元,所述酸共聚物具有根据 ASTM D1238 在 190°C 下采用 2160g 载荷测量的约 200 至约 1000g/10min 的熔体流动速率 (MFR),其中按照所述未经中和的母体酸共聚物计算,基于所述母体酸共聚物的总羧酸含量计,约 50%至约 70%的共聚物羧酸基团被中和成包含钾阳离子、钠阳离子或它们的组合的羧酸盐 ;和

(b) 基于 (a) 和 (b) 的组合计,约 0.1 至约 25 重量%的 (i) 至少一种乙烯酯共聚物,其包含乙烯共聚单元和基于所述乙烯酯共聚物的总重量计约 10 至约 45 重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸酯的共聚单元 ;(ii) 接枝聚烯烃组合物,其包含基于所述接枝聚烯烃的总重量计接枝有约 0.1 至约 5 重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐的母体聚烯烃 ;或 (iii) 所述乙烯酯共聚物和所述接枝聚烯烃的组合。

18. 根据权利要求 17 所述的共混组合物,其中所述聚合物的混合物基本上由所述离聚物和至少一种乙烯酯共聚物组成。

19. 根据权利要求 18 所述的共混组合物,其中所述至少一种乙烯酯共聚物为乙烯丙烯酸甲酯二聚物。

20. 根据权利要求 17 所述的共混组合物,其中所述聚合物的混合物基本上由所述离聚物和所述接枝聚烯烃组成。

21. 根据权利要求 20 所述的共混组合物,其中所述接枝聚烯烃为接枝有马来酸酐的茂金属聚烯烃。

22. 根据权利要求 17 所述的共混组合物,其中所述聚合物的混合物基本上由所述离聚物、所述乙烯酯共聚物和所述接枝聚烯烃组成。

23. 根据权利要求 22 所述的共混组合物,其中所述乙烯酯共聚物为乙烯丙烯酸甲酯二聚物,并且所述接枝聚烯烃为接枝有马来酸酐的茂金属聚烯烃。

24. 根据权利要求 17 所述的共混组合物,其包含离聚物,其中所述羧酸盐的阳离子基本上由钠阳离子组成。

25. 根据权利要求 17 所述的共混组合物,其包含离聚物,其中所述羧酸盐的阳离子基本上由钾阳离子组成。

形成离聚物 - 聚烯烃共混物的含水分散体的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及形成包含离聚物 - 聚烯烃共混物的含水分散体的方法。

背景技术

[0002] 乙烯共聚物与 α , β -烯键式不饱和羧酸的离聚物是本领域中已知的, 其中共聚物的羧酸基团的至少一部分被中和以形成包含碱金属、碱土金属或过渡金属阳离子的羧酸盐。参见例如美国专利 3, 264, 272、3, 338, 739、3, 355, 319、5, 155, 157、5, 244, 969、5, 304, 608、5, 688, 869、6, 245, 858、6, 518, 365 和美国专利申请公布 2009/0297747。

[0003] 离聚物的含水分散体在本领域中也是已知的。参见例如美国专利 3, 904, 569、4, 136, 069、4, 269, 937、4, 508, 804、5, 409, 765 和日本专利申请 JP01009338 和 JP05075769。它们已通过将酸共聚物前体溶于溶剂中, 一般用氨、胺或碱金属离子中和酸官能团, 并且将所述溶液稀释于水中, 随后部分或完全移除溶剂而制备。参见例如美国专利 2, 313, 144、3, 389, 109、3, 562, 196、5, 430, 111、5, 591, 806 ; 日本专利申请 JP50084687 和 JP2009091426。

[0004] 还已通过将酸共聚物前体或离聚物在热氨水和其它中和试剂中加热, 制备含水离聚物分散体。参见例如美国专利 3, 553, 178、3, 644, 258、3, 674, 896、3, 823, 108、3, 872, 039、3, 899, 389、3, 970, 626、3, 983, 268、4, 400, 440、4, 540, 736、5, 160, 484、5, 206, 279、5, 330, 788、5, 387, 635、5, 550, 177、6, 852, 792 ; 美国专利申请公布 2007/0117916 ; 日本专利申请 JP06000872 和 PCT 专利申请公布 W02000/044801。

[0005] 还已通过在高剪切工艺条件下, 在高于水的沸点的温度下将酸共聚物前体分散于中和试剂的含水溶液中, 制备含水离聚物分散体, 需要使用压力容器如高压釜和挤出机。参见例如美国专利 5, 082, 697、5, 374, 687、5, 993, 604、6, 482, 886、7, 279, 513、7, 470, 736 ; 美国专利申请公布 2006/0124554、2007/0243331 ; PCT 专利申请 W02011/087478 ; 和日本专利申请 JP10006640 和 JP50135141。

[0006] 还已通过在高剪切工艺条件下, 在高于水的沸点的温度下将离聚物分散于含水溶液中, 制备含水离聚物分散体, 需要使用压力容器如高压釜和挤出机。参见例如美国专利 4, 173, 669、4, 329, 305、4, 410, 655、6, 458, 897 ; 日本专利申请 JP11158332、JP2005075878、JP200575879 ; 和 PCT 专利申请公布 W01999/10276。

[0007] 还已通过将高度中和的低熔体指数 (MI) 离聚物分散于热水中, 制备含水离聚物分散体。参见例如美国专利 3, 321, 819、3, 472, 825 和 4, 181, 566。

[0008] 掺入聚烯烃与离聚物的共混物是已知的。参见例如美国专利 5, 179, 168、5, 445, 893、5, 542, 677、5, 591, 803、6, 100, 336 ; 美国专利申请公布 US20080132628 ; PCT 专利申请公布 W02009072600 ; 和日本专利申请 JP09-040924、JP09-175592、JP10-060186、JP10-316872、JP11-147288、JP11-291406、JP2868862、JP3356376、JP3878268、JP3926486、JP3985881、JP4197901、JP2002-012722、JP2002-234975、JP2003-026868、JP2003-291283、JP2004-217759、JP2006-026986、JP2007-138004、JP2007-301797、JP2007-302764、

JP2008-138116、JP2008-273998、JP2009-035699、JP2009-084324、JP2009-101677、JP2009-138139、JP2868862、JP09040924、JP09175592 和 JP3599912。

[0009] 掺入大部分的聚烯烃与一般用作聚烯烃的分散剂的小部分的离聚物的含水分散体是已知的。参见例如美国专利 3,296,172、3,356,629、3,896,065、4,174,335、4,336,210、4,440,908、4,775,713、4,970,258、4,978,707、7,439,276、7,528,080、7,588,662；美国专利申请公布 2005/0271888、2007/0137808、2007/0137809、2007/0137810、2007/0137811、2007/0137813、2007/0144697、2007/0284069、2007/0292705、2007/0295464、2007/0295465、2008/0000598、2008/0000602、2008/0009586、2008/0041543、2008/0073045、2008/0073046、2008/0076844、2008/0135195、2008/0230195、2008/0216977、2008/0295985、2009/0202829、2009/0253321；PCT 专利申请公布 W02007/008633、W02008/052122、W02009/035877、W02009/055275、W02009/064993 和日本专利申请 JP2958102、JP2001-1355185。

[0010] 掺入大部分的聚烯烃与小部分的离聚物的含水分散体也已通过在含水溶液中，在高剪切工艺条件下，在高于水的沸点的温度下分散聚烯烃和离聚物而制备，需要使用压力容器，诸如高压釜和挤出机。参见例如美国专利申请公布 2005/0100754、2007/0141323、2008/0118728、2008/0176968、2008/0182040、2008/0292833、2009/0194450、2010/0048784、2010/0137501；和 PCT 专利申请公布 W02005/021638、W02008/005501、W02009/045731、W02011/058121、W02011/068525。

[0011] 制备了掺入大部分的离聚物和小部分的极性聚烯烃的含水分散体，例如通过混合每种组分的预成形分散体。参见例如英国专利 GB1243303、欧洲专利申请 EP1163276；和日本申请 JP2000328046。

[0012] 制备了掺入大部分的离聚物和小部分的极性聚烯烃的含水分散体，例如通过制备酸共聚物与极性聚烯烃的固体共混物，并且用受热的氨水溶液处理共混物（PCT 专利申请公布 W02011/058119）。

发明内容

[0013] 本发明涉及包含或基本上由以下组成的共混组合物：

[0014] (a) 约 75 至约 99.9 重量%的离聚物组合物，所述离聚物组合物包含或基本上由母体酸共聚物组成，所述母体酸共聚物包含乙烯的共聚单元和基于所述母体酸共聚物的总重量计约 18 至约 30 重量%的丙烯酸或甲基丙烯酸的共聚单元，所述酸共聚物具有根据 ASTM D1238 在 190℃ 下采用 2160g 载荷测量的约 200 至约 1000g/10min 的熔体流动速率（MFR），其中按照所述未经中和的母体酸共聚物计算，基于所述母体酸共聚物的总羧酸含量计，约 50%至约 70%的共聚物的羧酸基团被中和成包含钾阳离子、钠阳离子或它们的组合的羧酸盐；和

[0015] (b) 基于 (a) 和 (b) 的组合计，约 0.1 至约 25 重量%的 (i) 至少一种乙烯酯共聚物，其包含乙烯共聚单元和基于所述乙烯酯共聚物的总重量计约 10 至约 45 重量%的 α ， β -烯键式不饱和羧酸酯的共聚单元；(ii) 接枝聚烯烃组合物，其包含基于所述接枝聚烯烃的总重量计接枝有约 0.1 至约 5 重量%的 α ， β -烯键式不饱和羧酸或酸酐的母体聚烯烃；或 (iii) 所述乙烯酯共聚物和所述接枝聚烯烃的组合。

[0016] 本发明提供了用于制备含水分散体的方法,所述含水分散体包含离聚物和乙烯酯共聚物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合的混合物,所述方法包括或基本上由以下组成

[0017] (1) 提供包含或基本上由上文所述的组合物组成的固体共混组合物;

[0018] (2) 将固体共混组合物与加热至约 80 至约 100℃ (在低剪切条件下) 的温度的水混合,以提供受热的含水共混物分散体;以及

[0019] (3) 任选地冷却所述受热的含水共混物分散体至约 20 至 30℃ 的温度,其中所述共混物在液相中保持分散。

[0020] 一个实施例为其中 (2) 包括 (i) 在约 20 至 30℃ 的温度下将由预成形的固体共混组合物形成的制品添加到水中以形成固体共混物 and 水的混合物;并且随后 (ii) 加热混合物至约 80 至约 100℃ 的温度。

[0021] 另一个实施例为其中 (2) 包括将由预成形的固体共混组合物形成的制品添加至预加热至约 80 至约 100℃ 的温度的水中。

[0022] 本发明还提供了如上所述的共混组合物的含水分散体。可使用上述方法制备含水分散体。

具体实施方式

[0023] 除非另外定义,本文所用的所有技术和科学术语具有如本发明所属领域的普通技术人员通常所理解的含义。如发生矛盾,以本说明书及其包括的定义为准。

[0024] 尽管在本发明的实践或测试中可以使用与本文所述的那些类似或等同的方法和材料,但合适的方法和材料描述于本文。

[0025] 除非另外指明,所有百分比、份数、比率等均按重量计。

[0026] 当量、浓度或其它值或参数作为范围、优选的范围或较低优选值和较高优选值的列表给出时,应将其理解为具体公开了由任何一对任何较低范围或优选值与任何较高范围或优选值形成的所有范围,无论范围是否单独公开。凡在本文中引用某一数值范围之处,该范围旨在包括其端点,以及该范围内的所有整数和分数,除非另行指出。不旨在将本发明的范围限制为限定范围时引用的特定值。

[0027] 当术语“约”用于描述值或范围的端点时,本公开应理解为包括特定值或所涉及的端点。

[0028] 如本文所用,术语“包含”、“包括”、“含有”、“含”、“特征在于”、“具有”、“有”或它们的任何其它变型均旨在涵盖非排他性的包括。例如,包括要素列表的工艺、方法、制品或设备不必仅限于那些要素,而是可以包括未明确列出的或该工艺、方法、制品或设备所固有的其它要素。此外,除非有相反的明确说明,“或”是指包含性的“或”,而不是指排他性的“或”。

[0029] 连接短语“基本上由...组成”将权利要求的范围限制为具体的材料或步骤以及不会显著影响受权利要求保护的本发明的一个或多个基本和新型特征的那些要素。当申请人用如“包括”的开放式术语定义本发明或其一部分时,除非另外指明,该描述可被解释为也使用术语“基本上由...组成”对本发明进行描述。

[0030] “一个”或“一种”被用于描述本发明的要素或组分。这仅出于方便考虑并给出本发明的一般性意义。该描述应理解为包括一个或至少一个,并且除非明显地另有所指,单数也包括复数。

[0031] 在描述某些聚合物时,应当理解,有时申请人提及聚合物时使用的是制备该聚合物的单体或用于制备该聚合物的单体的量。尽管此类描述可能不包括用于描述最终聚合物的具体命名或者可能不含以方法限定产品的术语,但是对单体和量的任何此类提及应被解释为是指聚合物包含具有那些单体或那些量的单体的共聚单元,以及对应的聚合物及其组合物。

[0032] 使用术语“共聚物”表示由两种或更多种单体共聚所形成的聚合物。此类共聚物包括基本上由两种共聚的共聚单体组成的二聚物。

[0033] 如本文所用,“分散”、“分散”和相关术语是指其中固体制品如聚合物的粒料与水混合,并且在短暂时间后消失到液相中的过程。术语“含水分散体”和“分散体”描述不具有人眼可见的固体的透明的、自由流动的液体。关于此类含水分散体中聚合物分子与水分子的相互作用,没有进行表征。“可自分散的”是指无需附加的分散剂或试剂,材料易于分散在热(80至100℃)水中。

[0034] 制备包含某些离聚物-聚烯烃共混物的含水分散体的方法公开于本文中。我们已经令人惊讶地发现,当与热水在低剪切条件下混合时,某些离聚物-聚烯烃共混物具有某些组成的特性易于形成含水分散体。相比之下,先前的方法需要显著更严格的条件来形成分散体。

[0035] 分散方法提供了工艺简化,其需要比现有技术分散方法如高压、高剪切、高压釜工艺或挤出工艺中所公开的更少的能量并且本质上更安全。

[0036] 离聚物组合物

[0037] 本文所用离聚物衍生自某些母体酸共聚物,所述母体酸共聚物包含乙烯的共聚单元和约18至约30重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸的共聚单元如丙烯酸或甲基丙烯酸。优选地,本文所用的母体酸共聚物包含基于所述共聚物的总重量计约19至约25重量%,或更优选约19至约23重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸。

[0038] 优选地,所述 α , β -烯键式不饱和羧酸为甲基丙烯酸。值得注意的是基本上由乙烯的共聚单元和 α , β -烯键式不饱和羧酸的共聚单元以及0重量%的附加共聚单体组成的酸共聚物;即乙烯和 α , β -烯键式不饱和羧酸的二聚物。优选的酸共聚物为乙烯-甲基丙烯酸二聚物。

[0039] 本文所用的母体酸共聚物可聚合,如美国专利3,404,134、5,028,674、6,500,888和6,518,365中所公开。

[0040] 如根据ASTM D1238在190℃下采用2160g载荷所测量,本文所用的母体酸共聚物优选具有约200至约1000g/10min的熔体流动速率(MFR)。类似的ISO测试为ISO1133。作为另外一种选择,所述母体酸共聚物具有200、250或300下限至400、500、600或1000上限的MFR。母体酸共聚物的优选熔体流动速率提供最终成型制品中具有最佳物理特性的离聚物,同时还允许在热水中快速自分散。衍生自具有低于约200g/10min熔体流动速率的母体酸共聚物的离聚物具有最小的热水自分散性,而衍生自大于约1000g/10min熔体流动速率的母体酸共聚物的离聚物可降低旨在最终用途中的物理特性。

[0041] 在一些实施例中,可使用两种或更多种乙酸性共聚物的共混物,前提条件是共混物的聚集体组分和特性归于上文对于乙酸性共聚物描述的限制内。例如,可使用两种乙烯-甲基丙烯酸二聚物,使得甲基丙烯酸的总重量%为总聚合材料的约18至约30重量%,

并且共混物的熔体流动速率为约 200 至约 1000g/10min。

[0042] 本文公开的离聚物由母体酸共聚物制备,其中按照未中和的母体酸共聚物计算的母体酸共聚物的总羧酸基团的约 50 至约 70%,或优选约 55 至约 60%,如约 60%被中和以形成具有钾离子、钠离子或它们的组合的羧酸盐。母体酸共聚物可施用例如美国专利 3,404,134 中公开的方法中和。其中羧酸盐的阳离子基本上由钠阳离子组成的离聚物是值得注意的。

[0043] 重要的是,离聚物组合物结合在热水中可自分散的特性连同热塑性,从而允许熔融加工成许多商业制品。优选地,如根据 ASTM D1238 在 190°C 下采用 2160g 载荷所测量,本文所用离聚物具有至少 1g/10min,如约 1 至约 20g/10min 的熔体流动速率 (MFR)。更优选地,所述离聚物组合物具有约 1 至约 10g/10min 的 MFR,并且最优选地,具有约 1 至约 5g/10min 的 MFR。上述母体酸共聚物熔体流动速率与中和水平的组合提供离聚物,所述离聚物结合了易在热水中自分散的特性和易于熔融加工成商业制品的特性。

[0044] 在一些实施例中,可使用两种或更多种离聚物的共混物,前提条件是共混物的聚集组分和特性归于上文对于离聚物描述的限制内。

[0045] 所述离聚物组合物还可包含本领域中已知的其它添加剂。所述添加剂可包括但不限于加工助剂、流动增强添加剂、润滑剂、颜料、染料、阻燃剂、抗冲改性剂、成核剂、抗粘连剂如二氧化硅、热稳定剂、紫外线吸收剂、紫外线稳定剂、表面活性剂、螯合剂和偶联剂。

[0046] 乙烯酯共聚物组合物

[0047] 用于本文的乙烯酯共聚物包含或基本上由乙烯的共聚单元和基于所述乙烯酯共聚物的总重量计约 10 至约 45 重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸酯的共聚单元组成。优选地,乙烯酯共聚物包含基于所述共聚物的总重量计约 15 至约 40 重量%,或更优选约 20 至约 35 重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸酯。值得注意的是基本上由乙烯的共聚单元和 α , β -烯键式不饱和羧酸酯的共聚单元组成的二聚物。

[0048] α , β -烯键式不饱和羧酸酯的共聚单体包括但不限于丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸乙酯、丙烯酸丙酯、甲基丙烯酸丙酯、丙烯酸异丙酯、甲基丙烯酸异丙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸丁酯、丙烯酸异丁酯、甲基丙烯酸异丁酯、丙烯酸叔丁酯、甲基丙烯酸叔丁酯、丙烯酸辛酯、甲基丙烯酸辛酯、丙烯酸十一烷酯、甲基丙烯酸十一烷酯、丙烯酸十八烷酯、甲基丙烯酸十八烷酯、丙烯酸十二烷酯、甲基丙烯酸十二烷酯、丙烯酸-2-乙基己酯、甲基丙烯酸-2-乙基己基酯、丙烯酸异冰片酯、甲基丙烯酸异冰片酯、丙烯酸月桂酯、甲基丙烯酸月桂酯、丙烯酸-2-羟乙酯、甲基丙烯酸-2-羟乙酯、丙烯酸缩水甘油酯、甲基丙烯酸缩水甘油酯、丙烯酸聚乙二醇酯、甲基丙烯酸聚乙二醇酯、丙烯酸聚乙二醇甲醚酯、甲基丙烯酸聚乙二醇甲醚酯、丙烯酸聚乙二醇二十二醚酯、甲基丙烯酸聚乙二醇二十二醚酯、丙烯酸聚乙二醇-4-壬基苯基醚酯、甲基丙烯酸聚乙二醇-4-壬基苯基醚酯、丙烯酸聚乙二醇苯基醚酯、甲基丙烯酸聚乙二醇苯基醚酯、马来酸二甲酯、马来酸二乙酯、马来酸二丁酯、延胡索酸二甲酯、延胡索酸二乙酯、延胡索酸二丁酯、延胡索酸二薄荷酯等等以及它们的组合。优选的 α , β -烯键式不饱和羧酸酯共聚单体包括但不限于丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸异丙酯、丙烯酸丁酯以及它们的组合。更优选地, α , β -烯键式不饱和羧酸酯共聚单体为丙烯酸甲酯。

[0049] 接枝聚烯烃组合物

[0050] 接枝聚烯烃组合物,其包含基于所述接枝聚烯烃的总重量计接枝有约 0.1 至约 5 重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐的母体聚烯烃。

[0051] 母体聚烯烃可包含基于乙烯的聚合物,诸如聚乙烯和乙烯- α 烯烃共聚物,基于丙烯的聚合物,诸如聚丙烯和丙烯- α 烯烃共聚物以及丙烯-乙烯共聚物。例如,母体聚烯烃可为聚丙烯、聚乙烯以及它们的共聚物和它们的共混物,以及乙烯-丙烯-二烯三元共聚物。母体聚烯烃包括描述于美国专利 3,645,992 中的均匀聚合物;如美国专利 4,076,698 中所述的高密度聚乙烯 (HDPE);异质支化的线性低密度聚乙烯 (LLDPE);异质支化的超低线密度聚乙烯 (ULDPE);异质支化的、直链的乙烯/ α -烯烃共聚物;异质支化的、基本上线性的乙烯/ α -烯烃聚合物,其可例如通过公开于美国专利 5,272,236 和 5,278,272 中的工艺制备,它们的公开内容以引用方式并入本文;以及高压、自由基聚合的乙烯聚合物和共聚物,诸如低密度聚乙烯 (LDPE)。描述于美国专利 6,566,446、6,538,070、6,448,341、6,316,549、6,111,023、5,869,575、5,844,045 或 5,677,383 中的母体聚烯烃组合物也适于一些实施例中。同样可使用聚合物的共混物。在一些实施例中,共混物包括两种不同的 Ziegler-Natta 聚合物。在其它实施例中,共混物可包括 Ziegler-Natta 和茂金属聚合物的共混物。在另一个实施例中,用于本文的聚合物为两种不同的茂金属聚合物的共混物。在其它实施例中,可使用单位点催化剂。

[0052] 乙烯- α 烯烃共聚物的例子包括乙烯与至少一种共聚单体的 α -烯烃共聚体,所述共聚单体选自 C_4 - C_{20} 直链、支化或环状二烯和由式 $H_2C = CHR$ 表示的化合物,其中 R 为 C_1 - C_{20} 直链、支化或环状烷基基团或 C_6 - C_{20} 芳基基团。共聚单体的例子包括丙烯、1-丁烯、3-甲基-1-丁烯、4-甲基-1-戊烯、3-甲基-1-戊烯、1-庚烯、1-己烯、1-辛烯、1-癸烯和 1-十二碳烯。在一些实施例中,乙烯的共聚体具有小于约 0.92g/cc 的密度。

[0053] 丙烯- α 烯烃共聚物的例子包括丙烯与至少一种共聚单体的 α -烯烃共聚体,所述共聚单体选自乙烯, C_4 - C_{20} 直链、支化或环状二烯和由式 $H_2C = CHR$ 表示的化合物,其中 R 为 C_1 - C_{20} 直链、支化或环状烷基基团或 C_6 - C_{20} 芳基基团。共聚单体的例子包括乙烯、1-丁烯、3-甲基-1-丁烯、4-甲基-1-戊烯、3-甲基-1-戊烯、1-庚烯、1-己烯、1-辛烯、1-癸烯和 1-十二碳烯。

[0054] 可用的母体聚烯烃另外的例子包括均聚物和(包括弹性体)烯烃,诸如乙烯、丙烯、1-丁烯、3-甲基-1-丁烯、4-甲基-1-戊烯、3-甲基-1-戊烯、1-庚烯、1-己烯、1-辛烯、1-癸烯和 1-十二碳烯的共聚物,如通常由聚乙烯、聚丙烯、聚-1-丁烯、聚-3-甲基-1-丁烯、聚-3-甲基-1-戊烯、聚-4-甲基-1-戊烯、乙烯-丙烯共聚物、乙烯-1-丁烯共聚物和丙烯-1-丁烯共聚物所代表; α -烯烃与共轭或非共轭二烯的共聚物(包括弹性体),如通常由乙烯-丁二烯共聚物和乙烯-亚乙基降冰片烯共聚物所代表;和聚烯烃(包括弹性体),诸如两种或更多种 α -烯烃与共轭或非共轭二烯的共聚物,如通常由乙烯-丙烯-丁二烯共聚物、乙烯-丙烯-二环戊二烯共聚物、乙烯-丙烯-1,5-己二烯共聚物和乙烯-丙烯-亚乙基降冰片烯共聚物所代表。

[0055] 优选接枝聚烯烃由母体聚烯烃制成,所述母体聚烯烃由乙烯和具有 3 至 20 个碳的 α -烯烃制成,具有约 0.92g/cc (ASTM D792) 或更小的密度,被约 0.1 至约 5 重量%的 α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐接枝。接枝聚烯烃通过接枝 α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐至母体聚烯烃上制备。

[0056] 优选地,接枝聚烯烃由具有约 0.92g/cc (ASTM D-792) 或更小,或约 0.90g/cc 或更小,或约 0.88g/cc 或更小,或约 0.88 至约 0.84g/cc 的密度的母体聚烯烃制成。

[0057] 优选地,母体聚烯烃为包含乙烯和 α -烯烃共聚单体的聚烯烃共聚物。母体聚烯烃共聚物包含至少两种单体,但可掺入超过两种的共聚单体,诸如三元共聚物、四元共聚物等。优选地,母体聚烯烃共聚物的含量下限约 5 重量%,约 15 重量%,约 20 重量%,或约 25 重量%至上限约 35 重量%,约 40 重量%,约 45 重量%,或约 50 重量% (所有均基于所述母体聚烯烃共聚物的总重量计)。

[0058] α -烯烃共聚单体包含 3 至 20 个碳,并且可为直链的、支链的或环状的 α -烯烃。优选的 α -烯烃选自丙烯、1-丁烯、3-甲基-1-丁烯、4-甲基-1-戊烯、1-己烯、1-庚烯、1-辛烯、1-癸烯、1-十二碳烯、1-十四烯、1-十六碳烯、1-十八烯、3-环己基-1-丙烯、乙烯基环己烷等以及它们的混合物。 α -烯烃共聚单体优选包含 3 至 10 个碳。 α -烯烃共聚物的密度一般将取决于掺入的 α -烯烃的类型和含量。

[0059] 母体聚烯烃共聚物可任选地包含少量的其它烯属的共聚单体;例如环状的烯烃,诸如降冰片、苯乙烯;二烯,诸如二环戊二烯、亚乙基降冰片烯和乙烯基降冰片等以及它们的混合物。当被包括时,任选的共聚单体可以基于所述母体聚烯烃共聚物的总重量计约 15 重量%或更小的量被掺入。

[0060] 母体聚烯烃可由任何已知的方法制备,并且可用任何已知的聚合反应催化剂催化,诸如例如自由基-、Ziegler-Natta-或茂金属-催化的聚合反应(如,美国专利 3,645,992、5,026,798、5,055,438、5,057,475、5,064,802、5,096,867、5,132,380、5,231,106、5,272,236、5,278,272、5,374,696、5,420,220、5,453,410、5,470,993、5,703,187、5,986,028、6,013,819、6,159,608 和 EP514828)。

[0061] 如果需要,可使用两种或更多种母体聚烯烃共聚物的共混物。

[0062] 接枝聚烯烃包含 α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐接枝到母体聚烯烃上。在接枝聚合物中,没有最初包含于 α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐部分的原子包括在聚合物主链上。 α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐优选选自马来酸酐、马来酸、富马酸、丙烯酸、甲基丙烯酸、衣康酸酐、衣康酸、柠康酸、柠康酸酐、巴豆酸、巴豆酐、甲基巴豆酸、肉桂酸、内型-二环-[2.2.1]-5-庚烯-2,3-二羧酸、内型-二环-[2.2.1]-5-庚烯-2,3-二羧酸酐、反-4-环己烯-1,2-二羧酸、反-4-环己烯-1,2-二羧酸酐等以及它们的混合物。也可使用上述酸金属盐、酸酐、酯、酰胺或酰亚胺。更优选地, α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐为马来酸酐。

[0063] α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐可通过任何已知的方法被接枝到母体聚烯烃上。例如, α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐可通过美国专利 3,236,917、3,932,368、4,612,155、4,888,394、4,950,541、5,194,509、5,346,963、5,523,358、5,705,565、5,744,250、5,955,547、6,545,091、7,408,007、US2008/0078445、US2008/0115825 和 EP0266994 中公开的方法被接枝到母体聚烯烃上。

[0064] α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐接枝到母体聚烯烃上的含量基于所述接枝聚烯烃的总重量计优选为约 0.1 至 5 重量%。 α , β -烯键式不饱和羧酸或酸酐的含量可为基于所述接枝聚烯烃的总重量计约 0.3 至 4 重量%,或约 0.5 至 2 重量%。

[0065] 共混组合物

[0066] 共混组合物包含或基本上由约 75 至约 99.9 重量%的离聚物组合物和约 0.1 至约

25 重量%的乙烯酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合组成。共混组合物包含或基本上由优选约 80 至约 99 重量%，更优选约 90 至约 99 重量%，且最优选约 95 至约 99 重量%的离聚物组合物和优选约 20 至约 1 重量%，更优选约 10 至约 1 重量%，且最优选约 5 至约 1 重量%的乙烯丙烯酸酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合组成。

[0067] 值得注意的是基本上由离聚物和至少一种乙烯酯共聚物组成的共混组合物，诸如共混物包含约 3 至约 15 重量%的乙烯酯共聚物或约 3 至约 15 重量%的两种不同的乙烯酯共聚物的组合。另外值得注意的是基本上由离聚物和接枝聚烯烃组成的共混组合物。另外值得注意的是基本上由离聚物、乙烯酯共聚物和接枝聚烯烃组成的共混组合物，诸如共混物包含约 3 至约 5 重量%的乙烯酯共聚物和约 3 至约 6 重量%的接枝聚烯烃。

[0068] 制备共混物的方法可通过在本领域中是已知的任何高剪切、剧烈的熔融混合方法进行。优选地，此类方法将涉及熔化的离聚物组合物与乙烯丙烯酸酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合剧烈的混合。例如，剧烈的混合可通过静态搅拌器、橡胶磨、希拉本德混合器、Buss 捏合机、单螺杆挤出机或双螺杆挤出机提供。由于它们高通过量、合理的模块化构造和便于组装、多个混合螺杆的选择以及便于控制和保持处理温度，挤出机是最方便使用的。

[0069] 离聚物组合物，乙烯酯共聚物组合物和 / 或接枝聚烯烃组合物可在任何混合步骤之前干燥。在给料于熔融混合处理之前，共混组合物树脂可作为干混物，通常被称为“粒料共混物”被混合。作为另外一种选择，共混组合物树脂可通过两个或更多个不同的喂料机被共同进料。在挤出方法中，共混组合物树脂通常将被进料至挤出机的后部进料区。然而，共混组合物树脂可有利地被独立地进料至挤出机的两个不同的位置。例如，离聚物组合物可被添加至挤出机的后部进料区，然而乙烯酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合被进料至靠近口模的挤出机的前部。设定挤出机温度特征以允许共混物组分在加工条件下熔融。螺杆设计还将提供应力，并且当其混合熔化的共混组合物树脂时，继而向树脂提供加热。一般来讲，共混物组分的熔融加工温度将在约 50℃至约 300℃的范围内。然而，精确的加工条件将取决于所用的共混物树脂组分的化学组成。如上所述，作为另外一种选择，乙烯酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合可作为母体酸共聚物中和作用过程的一部分被共混从而形成离聚物组合物。例如，包含诸如碳酸钠的中和化合物和乙烯酯共聚物的组合物可在挤出机中与对于离聚物的酸共聚物前体混合。

[0070] 在共混组合物已被熔融共混之后，其被从搅拌器中移除并且被允许冷却成固体。例如，熔融共混物通过模头被挤出，切割成粒料并且在冷却浴槽中猝灭。

[0071] 乙烯酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合在缺乏离聚物共混物组分时，在下文所述的分散方法中，在热水中不可分散。包含乙烯酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合的粒料或其它制品甚至在包含可分散的离聚物组合物的粒料或其它制品存在下，在热水中同样不可分散。不愿被理论所束缚，据信乙烯酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合在熔融混配过程中必须提供足够小的粒度以允许全部共混物的自我分散。如上所述，乙烯酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合的含量优选地低以保持其在整个共混组合物中作为分散相。重要地，乙烯酯共聚物组合物、接枝聚烯烃组合物或它们的组合提供与离聚物共混物组分的相容性，所述相容性为提供所需小粒度所必需的。

[0072] 分散方法

[0073] 本文所述分散方法令人惊奇地能够在非常温和的工艺条件下制备共混组合物含水分散体,如低剪切(例如只是搅拌热水和固体共混组合物的混合物)和大气压下低温(低于水的沸点),需要比现有技术分散方法更少的能量。该分散方法通过使用预先形成的共混组合物,能够在分散工艺期间避免强碱如氢氧化钠水溶液(苛性)、含水氢氧化钾或氨气,还提供本身更安全的分散方法。

[0074] 所述分散方法包括在约 80 至约 100℃ 的温度下使包含所述共混组合物的制品接触水。在一些实施例中,温度在约 85 至约 90℃ 的范围。令人惊奇的是,本文所述共混物可分散于 80 至 100℃ 的水中,比根据现有技术预计的更低,并且需要显著更少的能量。然而,可以理解,如果共混物在该温度范围内分散,则它们也可在 100℃ 以上的温度下分散。

[0075] 所述共混组合物制品可采取所期望的任何物理形式,如粉末、粒料、熔融切粒料、涂料、膜、片材、模塑制品等。所述共混物分散体可在任何适宜容器如槽罐、缸、桶等中制备。当分散开始时,使用搅拌从而得到批量共混物制品与水的有效接触。优选地,所述分散体在约 1 小时或更短时间,如在约 30 分钟或在约 20 分钟或更短时间内制备。由于包含共混组合物的制品令人惊奇的快速分散性,还设想所述方法可在管道中进行,其中在管道的一段加入分散体组分,并且随着它们沿管道长度行进,形成分散体。例如,所述制品可与水混合,并且通过加热区域,具有或不具有额外的混合,如通过静态搅拌器。作为另外一种选择,所述制品可与热水混合,并且通过管道,具有或不具有额外的混合,如通过静态搅拌器。

[0076] 在一个实施例中,包含共混组合物的制品在低剪切条件和室温(约 20 至 25℃)下与水混合,然后将温度升至约 80 至约 100℃。在另一个实施例中,包含离聚物组合物的制品在低剪切条件和室温下与水混合,然后将温度升至约 85 至约 90℃。

[0077] 在另一个实施例中,包含共混组合物的制品在低剪切条件下与预热至约 80 至约 100℃ 温度的水混合。在另一个实施例中,包含共混组合物的制品在低剪切条件下与预热至约 85 至约 90℃ 温度的水混合。

[0078] 所述含水共混物分散体优选包含基于共混物组合物和水的总重量计约 0.001 或约 1% 的下限,至约 10、约 20、约 30、或约 50 重量% 的上限的离聚物组合物。

[0079] 实例

[0080] 表 1 总结了用于制备表 2 中离聚物的乙烯-甲基丙烯酸二聚物,所述二聚物具有占总酸共聚物所示重量% 的甲基丙烯酸共聚单元。采用标准条件,由酸共聚物制备离聚物。熔体流动速率(MFR)根据 ASTM D1238 在 190℃ 下采用 2160g 载荷测量。类似的 ISO 测试为 ISO1133。

[0081] 表 1

甲基丙烯酸(重量%)		熔体流动速率(g/10min)
[0082]	ACR-1	19
	ACR-2	15
	ACR-3	19
	ACR-4	19
	ACR-5	21.7
	ACR-6	19
	ACR-7	23
		400
		200
		180
		60
		30
		250
		270

[0083] 离聚物

[0084] 表 2 总结了衍生自乙烯甲基丙烯酸二聚物的离聚物,示出用氢氧化钠中和以形成钠盐或碳酸钾以形成钾盐的羧酸基团百分比。水分散性根据以下通用工序测定。

[0085] 通用工序示出了向热水中添加非中和的酸共聚物或离聚物。所述方法获得水和 10 重量%固体载荷(加入水中之前称量)的混合物。向置于加热夹套元件中的 1 夸脱(946.4mL)金属罐中加入 500mL 蒸馏水。将顶置式桨叶搅拌器(3 桨叶螺旋桨型搅拌器)定位到金属罐中心中,并且开启以提供缓慢混合。将热电偶定位于桨叶搅拌器与金属罐表面之间的水表面下方。通常在进程开始时将桨叶搅拌器设为约 170rpm 速率,并且一般随着分散体形成期间粘度的增大而升至约 300 至 470rpm。然后将蒸馏水用 ω 温度控制器加热至 90℃ 的温度。然后将在表 2 中所示的非中和的酸共聚物树脂 ACR-1 或离聚物(55.5 克,熔融切粒料形式)一次性加入并且所得的混合物搅拌总计 20 分钟。然后使所得混合物冷却至室温。

[0086] 不形成分散体的材料在下文表 2 中表示为“否”。对于形成分散体的那些材料(在表 2 中表示为“是”),分散体一般在少于 10 分钟内形成,并且即使在冷却至室温后仍是稳定的。如本文所用,“稳定的”是指分散体(没有可见固体的澄清液体)在初始冷却后或在室温下储存时不表现出任何可见的变化。实例分散体在室温下储存几周或更久的时间后保持为透明液体,没有沉降。

[0087] 表 2

[0088]

样品	基料共聚物	离子	中和 含量 (%)	MFR (g/10min.)	水分散性 在 90℃ 下
C1	ACR-1	--	0	--	否
ION-1	ACR-2	Na	51	4	否
ION-2	ACR-2	Na	70	0.9	否
ION-3	ACR-1	Na	40	12.7	否
ION-4	ACR-3	Na	45	3.7	否
ION-5	ACR-4	Na	50	0.8	否
ION-6	ACR-5	Na	40	0.7	否
ION-7	ACR-1	Na	50	5.3	是
ION-8	ACR-6	Na	60	1.4	是
ION-9	ACR-1	Na	70	1	是
ION-10	ACR-7	Na	55	1.4	是
ION-11	ACR-2	K	65	2.3	否
ION-12	ACR-4	K	50	0.9	否
ION-13	ACR-6	K	50	3.9	是
ION-14	ACR-1	K	50	5.4	是

[0089]

[0090] 表 2 中的数据示出,使用该方法,即使具有高中和水平(离聚物 ION-1、ION-2 和 ION-11),由具有 15 重量%甲基丙烯酸的酸共聚物制备的离聚物也不形成含水分散体。即使具有高于酸共聚物 19 重量%的酸共聚单体(离聚物 ION-3、ION-4 和 ION-6),具有小于 50%中和水平的离聚物也不形成分散体。离聚物 ION-5、ION-7、ION-12 和 ION-14 涉及具

有相同甲基丙烯酸重量%并且中和至相同水平,但是具有不同熔体流动的酸共聚物。ION-5 和 ION-12,各自衍生自具有 60 的 MFR 的母体酸共聚物,并且具有小于 1 的 MFR,不提供分散体。然而,ION-7 和 ION-14,各自衍生自具有 400 的 MFR 的母体酸共聚物,并且具有大于 1 的 MFR,提供分散体。

[0091] 实例 1-4 和比较例 C2

[0092] 制备描述于下表 3 中的熔融挤塑组成的共混物并且如上文在通用工序中所述,在加热的水中测试分散性,从而提供总结于下表 3 中的结果。EMA-1 为掺入 24 重量%丙烯酸甲酯共聚单体的乙烯-丙烯酸甲酯共聚物,具有 20 的 MFR。LDPE 为低密度聚乙烯。EMA-2 为掺入 35 重量%丙烯酸甲酯共聚单体的乙烯-丙烯酸甲酯共聚物,具有 3 的 MFR。GPO 为接枝有 0.9 重量%马来酸酐的茂金属聚烯烃。

[0093] 表 3

实例	共混组合物		MFR		在 90℃下的水分散性
	组分	(重量%)	(g/10min)		
[0094]	1	ION-14	95.3	6.7	是
		EMA-1	4.7		
	2	ION-14	90.4	8.3	是
		EMA-1	9.6		
	C2	ION-14	90.4	8.1	否
		EMA-1	4.4		
		LDPE	5.2		
	3	ION-14	90.4	8.3	是
		EMA-1	4.4		
		EMA-2	5.2		
	4	ION-14	90.4	6.3	是
		EMA-1	4.4		
[0095]		GPO	5.2		

[0096] 实例 5

[0097] 向置于加热夹套元件中的 1 夸脱 (946. 4mL) 金属罐中加入 300mL 蒸馏水。将顶置式桨叶搅拌器定位到金属罐中心中,并且开启以提供缓慢混合(假定为约 170rpm)。将热电偶定位于桨叶搅拌器与金属罐表面之间的水表面下方。然后用 Omega 温度控制器将蒸馏水加热至 90℃温度。然后一次性加入得自实例 1 的共混物(129 克,熔融切粒料形式),并且将所得混合物搅拌总计 20 分钟以形成粘稠的分散体。然后使所得分散体冷却至室温。所述分散体即使在冷却至室温后仍稳定。

[0098] 实例 6

[0099] 向置于加热夹套元件中的 1 夸脱 (946. 4mL) 金属罐中加入 300mL 蒸馏水。将顶置式桨叶搅拌器定位到金属罐中心中,并且开启以提供缓慢混合(假定为约 170rpm)。将热电偶定位于桨叶搅拌器与金属罐表面之间的水表面下方。然后用 Omega 温度控制器将蒸馏水加热至 90℃温度。然后一次性加入得自实例 2 的共混物(129 克,熔融切粒料形式),并且将所得混合物搅拌总计 7 分钟以形成粘稠的分散体。然后使所得分散体冷却至室温。所述分散体即使在冷却至室温后仍稳定。

[0100] 实例 7-12 和比较例 C3 示出了向冷水中添加共混物,随后根据以下通用工序加热。

[0101] 向置于加热夹套元件中的 1 夸脱 (946. 4mL) 金属罐中加入 500mL 蒸馏水。将顶置式桨叶搅拌器定位到金属罐中心中, 并且开启以提供缓慢混合。然后将热电偶定位于桨叶搅拌器与金属罐表面之间的水表面下方。然后一次性加入熔融切粒料形式的共混物。然后用设至 90℃ 的 Omega 温度控制器将所得搅拌混合物加热至该温度。分散完全后, 使所述混合物冷却至室温。所述分散体即使在冷却至室温后仍稳定。

[0102] 比较例 C3

[0103] 上文所述的 ION-14 的粒料 (52. 9 克) 和 EMA-1 的粒料 (2. 6 克) 各自被一次性加入。在 90℃ 下 10 分钟后, ION-14 被完全转变成含水分散体, 而 EMA-1 的粒料保持彻底地未分散。

[0104] 实例 7

[0105] 上文所述的得自实例 1 的共混物 (55. 5 克) 被一次性加入。当温度接近 90℃ 时, 所述混合物已完全转变成含水分散体。

[0106] 实例 8

[0107] 上文所述的得自实例 2 的共混物 (55. 5 克) 被一次性加入。在达到 90℃ 的温度后, 混合物已被完全转变成含水分散体。

[0108] 实例 9

[0109] 上文所述的得自实例 3 的共混物 (55. 5 克) 被一次性加入。当温度接近 90℃ 时, 所述混合物已完全转变成含水分散体。

[0110] 实例 10

[0111] 上文所述的得自实例 4 的共混物 (55. 5 克) 被一次性加入。当温度接近 90℃ 时, 所述混合物已完全转变成含水分散体。

[0112] 实例 11

[0113] 上文所述的得自实例 1 的共混物 (26. 3 克) 被一次性加入。当温度接近 87℃ 时, 所述混合物已完全转变成含水分散体。

[0114] 实例 12

[0115] 上文所述的得自实例 1 的共混物 (125 克) 被一次性加入。当温度接近 90℃ 时, 所述混合物已完全转变成含水分散体。