(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 405 932**

(51) Int. CI.:

C08J 3/12 (2006.01)
C08F 2/24 (2006.01)
C08F 8/00 (2006.01)
G02B 5/02 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.05.2009 E 09750481 (5)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.04.2013 EP 2287233**

(54) Título: **Partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma**

(30) Prioridad:

21.05.2008 JP 2008133144

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
04.06.2013

(73) Titular/es:

SUMITOMO SEIKA CHEMICALS CO. LTD. (100.0%)
346-1, Miyanishi Harima-cho Kako-gun
Hyogo 675-0145, JP

(72) Inventor/es:

HAMAMOTO, SHIGEKI;
KAWATA, HIROTSUGU;
YAMAGUCHI, KIYOSHI y
OKUBO, MASAYOSHI

(74) Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma

Campo técnico

La presente invención se refiere a una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma, más específicamente, a una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma que puede ser usada apropiadamente en una película difusora de luz, una lámina difusora de luz y una placa difusora de luz, así como a un agente difusor de luz como sus materiales y un cosmético y similares.

Técnica antecedente

En los años recientes se ha considerado el uso de partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas en los campos de un agente difusor de luz, una película difusora de luz, una lámina difusora de luz, una placa difusora de luz y cosméticos que usan las mismas debido a la forma única de las partículas de la resina.

Convencionalmente, una partícula de resina con muchas oquedades en su superficie obtenida, por ejemplo, mediante un procedimiento que comprende realizar una polimerización por dispersión con siembra de un monómero vinílico aromático en un disolvente donde hay dispersas partículas esféricas de un polímero de un éster de metacrilato como partículas de siembra, y secar el polímero, se ha conocido como partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas (véase el Documento Patente No. 1).

Sin embargo, las partículas de resina con muchas oquedades tienen problemas, por ejemplo, durante su uso como un agente difusor de luz en una película difusora de luz, en una lámina difusora de luz, en una placa difusora de luz y similares, en un caso donde se aplica una resina en forma de película o en forma de lámina, las partículas de resina se disuelven hasta desaparecer en un disolvente que es un ligante; en un caso donde se forma una placa mediante su mezcla y dispersión en una resina de matriz, las partículas de resina se fusionan hasta desaparecer; y similares.

Consecuentemente, se ha esperado una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma, que posea resistencia al disolvente y resistencia térmica.

[Documento Patente 1]
JP 2002-179708

Resumen de la invención

El propósito de la presente invención es proporcionar una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma, que posea resistencia al disolvente y resistencia térmica.

A saber, la presente invención se refiere a una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma, obtenida mediante el uso de una partícula de siembra, en la que una parte componente de la partícula de siembra para la partícula de resina tiene una estructura reticulada.

Según la presente invención, puede proporcionarse una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma, que posee resistencia al disolvente y resistencia térmica.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es una micrografía electrónica de partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas del Ejemplo 1.
La Fig. 2 es una micrografía electrónica de partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas del Ejemplo 1 después de evaluar la resistencia al disolvente (a 40ºC durante dos meses).
La Fig. 3 es una micrografía electrónica de una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma del Ejemplo 1 después de evaluar la resistencia térmica (amasado en fundido a 300ºC, formación de una lámina moldeada por termocompresión).
La Fig. 4 es una micrografía electrónica de partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas del Ejemplo Comparativo 1.
La Fig. 5 es una micrografía electrónica de partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas del Ejemplo Comparativo 2.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

La partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma según la presente invención es una partícula de resina obtenida mediante el uso de una partícula de siembra donde una parte componente de la

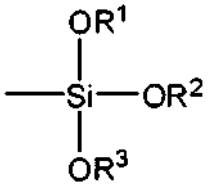
partícula de siembra para la partícula de resina tiene una estructura reticulada.

Algunos ejemplos de la estructura reticulada incluyen, pero no se limitan a, una estructura reticulada de un grupo carboxilo con un grupo glicidilo, un grupo hidroxilo, un grupo amino, una oxazolina, un oxetano, un carbonato, una hidroxialquil amida, un haluro de aluminio, un acetidinio, un isocianato, una halohidrina, un alcoxi silano, etc.; una estructura reticulada de un alcohol con un grupo glicidilo y un isocianato; una estructura autorreticulada de grupos glicidilo; una estructura reticulada con enlaces de siloxano de grupos sililo; y similares.

En la presente invención, la estructura reticulada con enlaces de siloxano de grupos sililo se explica más específicamente como un ejemplo de una forma de realización.

Se prefiere que una partícula de siembra preparada a partir de monómeros con un grupo sililo, de forma que una parte componente de una partícula de siembra para la partícula de resina tenga muchas propiedades, tenga una estructura reticulada con enlaces de siloxano.

El monómero con un grupo sililo incluye, por ejemplo, un compuesto con un grupo sililo representado por la fórmula (1):



(1)

donde R1 a R3 representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo con un número de carbonos de 1 a 5.

El grupo alquilo con un número de carbonos de 1 a 5 incluye, por ejemplos, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo *n*-propilo, un grupo *n*-butilo, un grupo *n*-pentilo y similares.

Algunos ejemplos del monómero con un grupo sililo usado en la presente invención incluyen, por ejemplo, compuestos de vinilo tales como vinil trimetoxisilano, vinil trietoxisilano y etc.; compuestos epoxi tales como 2-(3,4-epoxiciclohexil) etil trimetoxi silano, 3-glicidoxipropil trimetoxisilano, 3-glicidoxipropil metil dietoxisilano, 3-glicidoxipropil trietoxisilano y etc.; compuestos de estirilo tales como p-estiril trimetoxisilano y etc.; compuestos metacriloxi [en lo sucesivo, "acriloxi" y "metacriloxi" se denominan íntegramente como "metacriloxi"] tales como 3-metacriloxipropil metil dimetoxisilano, 3-metacriloxipropil trimetoxisilano, 3-metacriloxipropil metil dietoxisilano, 3-metacriloxipropil trietoxisilano, etc.; compuestos amino tales como N-2-(aminoetil)-3-aminopropil metil dimetoxisilano, N-2-(aminoetil)-3-aminopropil trimetoxisilano, N-2-(aminoetil)-3-aminopropil trietoxisilano, 3-aminopropil trimetoxisilano, 3-aminopropil trietoxisilano, 3-trietoxisilil-N-(1,3-dimetil-butilideno) propilamina, N-fenil-3-aminopropil trimetoxisilano, etc.; compuestos ureido tales como 3-ureidopropil trietoxisilano etc.; compuestos de cloropropilo tales como 3-cloropropil trimetoxisilano etc.; compuestos mercapto tales como 3-mercaptopropil metil dimetoxisilano, 3-mercaptopropil trimetoxisilano, etc.; compuestos de sulfuro tales como tetrasulfuro de bis(trietoxisililpropilo), etc.; y compuestos de isocianato tales como 3-isocianato propiltrietoxisilano, etc. De entre dichos monómeros se usan preferiblemente compuestos metacriloxi tales como 3-metacriloxipropil metil dimetoxisilano, 3-metacriloxipropil trimetoxisilano, 3-metacriloxipropil metil dietoxisilano, 3-metacriloxipropil trietoxisilano, etc. desde los puntos de vista de reactividad y solubilidad en los disolventes de reacción del monómero con un grupo sililo durante la producción de la partícula de siembra. Estos monómeros con un grupo sililo pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma de la presente invención puede obtenerse mediante un procedimiento que comprende obtener un precursor de una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma mediante polimerización con siembra de una partícula de siembra constituida por el monómero con un grupo sililo como componente monomérico constitutivo en presencia de monómeros para la polimerización con siembra, y mediante reticulación de los grupos sililo a través de una reacción química para formar enlaces de siloxano, y similares.

Un proceso para producir una partícula de siembra en la que se usa el monómero con un grupo sililo usado en la presente invención como componente monomérico constitutivo, pero no especialmente limitado a, incluye, por ejemplo, procedimientos de polimerización tales como polimerización por emulsión o polimerización por dispersión convencionalmente conocidos y similares.

En la presente memoria descriptiva, se explica con más detalle un procedimiento de polimerización por dispersión como una forma de realización. En este procedimiento se realiza una reacción de polimerización del monómero con

un grupo sililo, y opcionalmente otros monómeros, en un disolvente de reacción que contiene un agente dispersante mediante el uso de un iniciador de la polimerización.

Algunos ejemplos de los otros monómeros incluyen ésteres metacrílicos tales como metacrilato de metilo [en lo sucesivo, "acriloxi" y "metacriloxi" se denominan íntegramente como "metacriloxi"], metacrilato de etilo, metacrilato de propilo, metacrilato de butilo, metacrilato de n-hexilo, metacrilato de ciclohexilo, metacrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de dodecilo, metacrilato de estearilo, etc.; ésteres de vinilo tales como acetato de vinilo, propionato de vinilo, etc.; vinilos aromáticos tales como estireno, α-metilestireno, viniltolueno, dimetilestireno, etc.; y olefinas tales como etileno, propileno, etc. De entre dichos otros monómeros se usan preferiblemente metacrilato de metilo, metacrilato de butilo y desde los puntos de vista de aumentar la resistencia al disolvente y la resistencia térmica de la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma resultante. Estos otros monómeros pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La cantidad de los otros monómeros que se va a usar es preferiblemente de 100 a 900 partes en masa, más preferiblemente de 150 a 900 partes en masa por 100 partes en masa del monómero con un grupo sililo. Cuando la cantidad de los otros monómeros que se va a usar es menor de 100 partes en masa, las partículas de siembra resultantes tienen a agregarse. Además, cuando la cantidad de los otros monómeros que se va a usar excede las 900 partes en masa, la resistencia al disolvente y la resistencia térmica de la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma resultante tienden a no aumentar lo suficiente.

Algunos ejemplos del iniciador de la polimerización incluyen compuestos azo tales como 2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo), 1,1'-azobis(ciclohexano 1-carbonitrilo), etc.; peróxidos tales como dibenzoildioxidano, peróxido de 2,4-diclorobenzoilo, peroxipivalato de t-butilo, peróxido de 3,5,5-trimetilhexanoil, peróxido de octanoilo, peróxido de decanoilo, peróxido de lauroilo, peróxido de ácido succínico, peróxido de acetilo, peroxi-2-etilhexanoato de t-butilo, peróxido de m-toluilo, peróxido de benzoilo, ácido t-butil peroxi maleico, peroxilaurato de t-butilo, hexanoato de t-butilperoxi-3,5,5-trimetilo, peróxido de ciclohexanona, carbonato de t-butilperoxiisopropilo, 2,5-dimetil-2,5-di(benzoilperoxi) hexano, 2,2-bis(t-butilperoxi) octano, peroxiacetato de t-butilo, 2,2-bis(t-butilperoxi) butano, peroxibenzoato de t-butilo, peroxivalerato de n-butil-4,4-bis(t-butilo), diperoxiisoftalato de di-t-butilo, peróxido de metiletilcetona, peróxido de dicumilo, 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi) hexano, cumilperóxido de t-butilo, y similares. De entre dichos iniciadores de la polimerización se usan preferiblemente 2,2'-azobis (2-metilpropionitrilo), 1,1'-azobis(ciclohexano 1-carbonitrilo) y dibenzoildioxidano desde el punto de vista de facilidad en el control de la reacción de polimerización, y 2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo) y 1,1'-azobis(ciclohexano 1-carbonitrilo) desde el punto de vista de seguridad de las sustancias. Estos iniciadores de la polimerización pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La cantidad de los iniciadores de la polimerización que se va a usar es preferiblemente de 0,5 a 5 partes en masa, más preferiblemente de 0,8 a 4 partes en masa por 100 partes en masa de todos los monómeros que se van a usar en la producción de la partícula de siembra. Cuando la cantidad de iniciadores de la polimerización que se va a usar es menor de 0,5 partes en masa, la reacción de polimerización tiende a requerir mucho tiempo. Además, cuando la cantidad de iniciador de la polimerización que se va a usar excede las 5 partes en masa, tiende a producirse una reacción de polimerización rápida, y además el monómero usado en la producción de una partícula de siembra tiende a descomponerse.

Algunos ejemplos del agente dispersante incluyen goma xántica, goma guar, carboximetilcelulosa, polivinilpirrolidona, polímero de carboxivinilo, ácido poliacrílico, alcohol polivinílico, polietilenglicol, óxido de polietileno, derivados de almidón, polisacáridos y similares. De entre dichos agentes dispersantes se usan preferiblemente polivinilpirrolidona y ácido poliacrílico desde los puntos de vista de solubilidad en un disolvente de reacción, y de control del diámetro de partícula de una partícula de siembra. Estos agentes dispersantes pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La cantidad del agente dispersante que se va a usar es preferiblemente de 30 a 100 partes en masa, más preferiblemente de 50 a 80 partes en masa por 100 partes en masa de todos los monómeros usados en la producción de una partícula de siembra. Cuando la cantidad del agente dispersante que se va a usar es menor de 30 partes en masa, las partículas de siembra resultantes tienen a agregarse. Además, cuando la cantidad del agente dispersante que se va a usar excede las 100 partes en masa, el agente dispersante tiende a no disolverse en un disolvente de reacción.

Algunos ejemplos del disolvente de reacción incluyen acetona, acetonitrilo, *N,N*-dimetilformamida, dimetilsulfóxido, 1-butanol, 2-propanol, 1-propanol, etanol, metanol, agua, etc. De entre dichos disolventes de reacción se usan preferiblemente metanol y etanol desde los puntos de vista de solubilidad de un monómero que se va a usar en la producción de una partícula de siembra, y de estabilidad de una reacción de polimerización. Estos disolventes de reacción pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La cantidad de disolvente de reacción que se va a usar es preferiblemente de 200 a 1.500 partes en masa, más preferiblemente de 500 a 1000 partes en masa por 100 partes en masa de todos los monómeros que se van a usar en la producción de una partícula de siembra. Cuando la cantidad de disolvente de reacción que se va a usar es

menor de 200 partes en masa, el monómero usado en la producción de una partícula de siembra tiende a no disolverse. Además, cuando la cantidad de disolvente de reacción que se va a usar excede las 1.500 partes en masa, la reacción tiende a realizarse de forma dificultosa.

La temperatura de reacción de la reacción de polimerización es preferiblemente de 20 a 100ºC, más preferiblemente de 40 a 80ºC desde los puntos de vista de aumentar la velocidad de la reacción de polimerización, y además de que se produzca de forma suave una reacción de polimerización. El tiempo de reacción es habitualmente de 12 a 48 horas.

Por lo tanto, se realiza una polimerización por dispersión para obtener una partícula de siembra constituida por el monómero con un grupo sililo como componente monomérico constitutivo.

En la presente invención, puede obtenerse un precursor de una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma, por ejemplo, mediante polimerización con siembra de una partícula de siembra constituida por el monómero con un grupo sililo como componente monomérico constitutivo, en presencia de monómeros para la polimerización con siembra. El procedimiento de polimerización con siembra incluye, pero no se limita especialmente a, por ejemplo, procedimientos de polimerización con siembra tales como un procedimiento de polimerización en emulsión con siembra, un procedimiento de polimerización por dispersión con siembra, y similares.

En la presente memoria descriptiva, se explica con más detalle el procedimiento de polimerización por dispersión con siembra como una forma de realización. En este procedimiento puede obtenerse un precursor de una partícula con muchas oquedades mediante la polimerización por dispersión con siembra de monómeros para polimerización con siembra en un disolvente (S1) en el que una partícula de siembra constituida por el monómero con un grupo sililo [en lo sucesivo puede denominarse simplemente como "una partícula de siembra o partículas de siembra"] como componente monomérico constitutivo, y secándolos. En este caso, se prefiere que el monómero para la polimerización con siembra que formará una parte hueca, sea soluble en el disolvente (S1), y que el monómero para la polimerización con siembra sea un polímero de monómeros con una afinidad por el disolvente (S1) menor o igual que la de la partícula de siembra. Por ejemplo, como disolvente se usa un disolvente mixto de metanol/agua (S1). La reacción de polimerización se realiza preferiblemente en la copresencia de un disolvente orgánico (S2) que es un mal disolvente o un no disolvente de un iniciador de la polimerización, de un agente dispersante y de la partícula de siembra, pero que es un buen disolvente de los monómeros de polimerización con siembra y es inmiscible o parcialmente inmiscible en el disolvente mencionado anteriormente (S1).

Algunos ejemplos del disolvente (S1) incluyen acetona, acetonitrilo, *N,N*-dimetilformamida, dimetilsulfóxido, 1-butanol, 2-propanol, 1-propanol, etanol, metanol, agua, y similares. De entre dichos disolventes se usan preferiblemente metanol, etanol y agua desde los puntos de vista de solubilidad de un monómero para la polimerización con siembra y de estabilidad de una reacción de polimerización, y más preferiblemente se usa el disolvente mixto de metanol/agua. Estos disolventes (S1) pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La cantidad del disolvente (S1) que se va a usar es preferiblemente de 500 a 2.500 partes en masa, más preferiblemente de 1.000 a 2.000 partes en masa por 100 partes en masa de la partícula de siembra que se va a usar. Cuando la cantidad del disolvente (S1) que se va a usar es menor de 500 partes en masa, el monómero para la polimerización con siembra tiene a no disolverse. Además, cuando la cantidad del disolvente (S1) que se va a usar excede las 2.500 partes en masa, la reacción tiende a realizarse de forma dificultosa.

Algunos ejemplos del monómero para la polimerización con siembra incluyen ésteres de metacrilato de alquilo con un número de carbonos de 1 a 8 tales como metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de propilo, metacrilato de butilo, etc.; vinilos aromáticos tales como estireno, α-metilestireno, viniltolueno, dimetilestireno, etc.; olefinas tales como etileno, propileno, etc.; y similares. De entre dichos monómeros para la polimerización con siembra se usan preferiblemente metacrilato de butilo, metacrilato de etilo y estireno desde el punto de vista de solubilidad en el disolvente (S1) y de estabilidad de la reacción de polimerización. Estos monómeros para la polimerización con siembra pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La cantidad del monómero que se va a usar en la polimerización con siembra es preferiblemente de 20 a 100 partes en masa, más preferiblemente 30 a 80 partes en masa por 100 partes en masa de la partícula de siembra que se va a usar. Cuando la cantidad del monómero que se va a usar para la polimerización con siembra usada es menor de 20 partes en masa, los huecos tienden a no formarse sobre la superficie de la partícula de siembra. Además, cuando la cantidad del monómero que se va a usar para la polimerización con siembra excede las 100 partes en masa, los huecos tienden a no formarse porque se cubre la superficie de una partícula de siembra.

El disolvente orgánico (S2) no está específicamente limitado si es un mal disolvente o un no disolvente de la partícula de siembra, pero es un buen disolvente de los monómeros de polimerización con siembra y es insoluble o está parcialmente disuelto en el disolvente mencionado anteriormente (S1). Algunos ejemplos del disolvente orgánico (S2) incluyen decahidronaftaleno, ciclohexano, *n*-dodecano, limoneno y similares. De entre dichos disolventes orgánicos se usa preferiblemente *n*-dodecano desde el punto de vista de la solubilidad del polímero

producido en la superficie de la partícula de siembra durante la polimerización por dispersión con siembra. Estos disolventes orgánicos (S2) pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La cantidad del disolvente orgánico (S2) que se va a usar es preferiblemente de 50 a 2.000 partes en masa, más preferiblemente de 100 a 1.500 partes en masa por 100 partes en masa del monómero para la polimerización con siembra. Cuando la cantidad del disolvente orgánico (S2) que se va a usar es menor de 50 partes en masa, los huecos tienden a no formarse sobre la superficie de la partícula de siembra. Además, cuando la cantidad del disolvente orgánico (S2) que se va a usar excede las 2.000 partes en masa, las partículas de siembra tienden a agregarse.

Algunos ejemplos del iniciador de la polimerización incluyen compuestos azo tales como 2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo), 1,1'-azobis(ciclohexano 1-carbonitrilo), etc.; peróxidos tales como dibenzoildioxidano, peróxido de 2,4-diclorobenzoilo, peroxipivalato de t-butilo, peróxido de 3,5,5-trimetilhexanoil, peróxido de octanoilo, peróxido de decanoilo, peróxido de lauroili, peróxido de ácido succínico, peróxido de acetilo, peroxi-2-etilhexanoato de t-butilo, peróxido de m-toluilo, peróxido de benzoilo, ácido t-butil peroxi maleico, peroxilaurato de t-butilo, hexanoato de t-butilperoxi-3,5,5-trimetilo, peróxido de ciclohexanona, carbonato de t-butilperoxiisopropilo, 2,5-dimetil-2,5-di(benzoilperoxi) hexano, 2,2-bis(t-butilperoxi) octano, peroxiacetato de t-butilo, 2,2-bis(t-butilperoxi) butano, peroxibenzoato de t-butilo, peroxivalerato de n-butil-4,4-bis(t-butilo), diperoxiisoftalato de di-t-butilo, peróxido de metiletilcetona, peróxido de dicumilo, 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi) hexano, cumilperóxido de t-butilo, y similares. De entre dichos iniciadores de la polimerización se usan preferiblemente 2,2'-azobis (2-metilpropionitrilo), 1,1'-azobis(ciclohexano 1-carbonitrilo) y dibenzoildioxidano desde el punto de vista de facilidad en el control de la reacción de polimerización, y 2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo) y 1,1'-azobis(ciclohexano 1-carbonitrilo) desde el punto de vista de seguridad de las sustancias. Estos iniciadores de la polimerización pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La cantidad de los iniciadores de la polimerización que se va a usar es preferiblemente de 2 a 10 partes en masa, más preferiblemente de 5 a 8 partes en masa por 100 partes en masa de la partícula de siembra que se va a usar en la producción de una partícula de siembra. Cuando la cantidad de iniciadores de la polimerización que se va a usar es menor de 2 partes en masa, la reacción de polimerización tiende a requerir mucho tiempo. Además, cuando la cantidad de iniciador de la polimerización que se va a usar excede las 10 partes en masa, no sólo tiende a producirse una reacción de polimerización rápida, sino que también el monómero que se va a usar en la producción de una partícula de siembra tiende a descomponerse.

Algunos ejemplos del agente dispersante incluyen goma xántica, goma guar, carboximetilcelulosa, polivinilpirrolidona, polímero de carboxivinilo, ácido poliacrílico, alcohol polivinílico, polietilenglicol, óxido de polietileno, derivados de almidón, polisacáridos y similares. De entre dichos agentes dispersantes se usan preferiblemente polivinilpirrolidona y ácido poliacrílico desde los puntos de vista de solubilidad en un disolvente de reacción, y de estabilidad de una reacción de polimerización. Estos agentes dispersantes pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La cantidad del agente dispersante que se va a usar es preferiblemente de 30 a 100 partes en masa, más preferiblemente de 40 a 90 partes en masa por 100 partes en masa de la partícula de siembra que se va a usar. Cuando la cantidad del agente dispersante que se va a usar es menor de 30 partes en masa, las partículas de siembra tienen a agregarse. Además, cuando la cantidad del agente dispersante usado excede las 100 partes en masa, los huecos tienden a no formarse sobre la superficie de la partícula de siembra.

La temperatura de reacción de la reacción de polimerización con siembra es preferiblemente de 20 a 100ºC, más preferiblemente de 40 a 80ºC desde los puntos de vista de la formación de oquedades en la superficie de la partícula de siembra, y además, de que se produzca de forma suave una reacción de polimerización. El tiempo de reacción es habitualmente de 12 a 48 horas.

Por lo tanto, la polimerización por dispersión con siembra se realiza para obtener un precursor de una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma, por ejemplo, mediante el lavado de las partículas de siembra con un disolvente tal como metanol y etc., secándolas y eliminando gradualmente el disolvente residual de las partículas.

En la presente invención, la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma puede obtenerse, por ejemplo, reticulando los grupos sililo contenidos en el precursor de la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie mencionada anteriormente para formar enlaces de siloxano.

El procedimiento para formar enlaces de siloxano a partir de los grupos sililo no está especialmente limitado, y los enlaces de siloxano pueden formarse, por ejemplo, mediante dispersión en un medio que contiene agua en presencia de un catalizador ácido.

Algunos ejemplos del catalizador ácido incluyen ácido paratoluensulfónico, ácido acético, ácido fórmico, ácido cítrico, ácido oxálico, y similares. De entre dichos catalizadores ácidos, se usan preferiblemente ácido paratoluensulfónico y

ácido acético desde los puntos de vista de solubilidad en un medio que contiene agua y de una formación uniforme de los puentes de siloxano. Estos catalizadores ácidos pueden usarse solos o en combinación de dos o más clases de los mismos.

La cantidad del catalizador ácido que se va a usar es preferiblemente de 20 a 100 partes en masa, más preferiblemente de 40 a 80 partes en masa por 100 partes en masa del precursor de la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma desde el punto de vista de que se produzca de forma suave la reacción de puentes de siloxano.

El anteriormente mencionado medio que contiene agua pueden mezclarse con alcoholes tales como metanol, etanol, isopropanol, etc; y con disolventes orgánicos hidrófilos tales como acetonitrilo, etc.

La cantidad de agua en el medio que contiene agua es preferiblemente de 50 a 3.000 partes en masa, más preferiblemente de 70 a 2.000 partes en masa por 100 partes en masa del precursor de la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma, desde el punto de vista de que se produzca de forma suave la reacción de puentes de siloxano.

Por lo tanto, la reacción de puentes de siloxano se realiza para obtener una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma.

Aunque la razón por la que la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma de la presente invención es excelente en resistencia al disolvente y resistencia térmica no está clara, se cree que es como sigue. A saber, se cree que se forma una fuerte capa frente a un disolvente o al calor debido a que el componente de la partícula de siembra en esta partícula resina tiene una estructura reticulada.

Dado que hay muchas oquedades dispuestas de forma regular en una superficie, y se forman una parte hueca y un cuerpo de partícula con diferentes tipos de resina para formar una estructura compleja, cuando la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma de la presente invención se usa como agente difusor de luz, proporciona un excelente agente difusor de luz así como una película difusora de luz, una lámina difusora de luz y una placa difusora de luz debido a un efecto sinérgico de una propiedad difusora de luz de las muchas oquedades y una diferencia en el índice de refracción entre los diferentes tipos de resina.

Aunque la proporción en contenido de la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma en el agente difusor de luz de la presente invención no está especialmente limitada, es deseable que sea del 1 al 100% en masa, preferiblemente del 5 al 100% en masa por el volumen total del agente difusor de luz. Cuando la proporción en contenido de la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma es menor del 1% en masa, una propiedad difusora de luz tiende a no ejercerse suficientemente.

Además, algunos ejemplos de un aditivo opcional mezclado con el agente difusor de luz incluyen agentes difusores de luz distintos a la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma; un colorante o un pigmento, estabilizantes tales como un antioxidante, y etc.; retardantes de la llama; agentes antiestáticos; y similares.

Con objeto de producir una placa difusora de luz mediante el uso del agente difusor de luz de la presente invención, por ejemplo, hay un procedimiento que comprende mezclar hasta dispersar un agente difusor de luz que contiene la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma y opcionalmente otros aditivos en una resina de matriz transparente, y formar la mezcla con la forma deseada, por ejemplo, mediante el uso de un procedimiento por extrusión, de un proceso de moldeo por inyección y de un procedimiento de moldeo con rodillos. Algunos ejemplos de la resina de matriz transparente incluyen resinas basadas en metacrílico, resinas basadas en policarbonato, resinas basadas en estireno, etc.

Además, con objeto de producir una película difusora de luz o una lámina difusora de luz mediante el uso del agente difusor de luz de la presente invención, por ejemplo, hay un procedimiento que comprende aplicar un agente difusor de luz que contiene la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma con un ligante en uno de los lados o en ambos lados de una resina de matriz formada en una película, en una lámina y similares. Con objeto de aplicar un agente difusor de luz a una resina de matriz, el agente difusor de luz se mezcla hasta dispersarlo en, por ejemplo, un ligante polimérico orgánico disuelto en un disolvente, y aplicándolo sobre la resina de matriz. Como procedimiento de aplicación puede utilizarse un procedimiento por inmersión, un procedimiento de recubrimiento con rodillo, una impresión en pantalla y similares. Como la resina de matriz son apropiados tereftalato de polietileno, poliéster, poliamida, metacrilato de polimetilo, policarbonato, cloruro de polivinilo y similares. De entre dichas resinas de matriz se usa apropiadamente tereftalato de polietileno desde punto de vista de maleabilidad y similares. El espesor de la capa difusora de luz que contiene un agente difusor de luz es habitualmente de 5 a 50 μm, preferiblemente de 10 a 30 μm.

Algunos ejemplos del ligante polimérico orgánico incluyen resina de poliéster, resina de copolímero de etileno-acetato de vinilo, resina de éster acrílico, resina de uretano y similares. De entre dichos ligantes poliméricos

orgánicos se usa apropiadamente resina de poliéster desde los puntos de vista de un índice de refracción, de una propiedad adhesiva con una matriz, de resistencia a la abrasión, de transparencia y similares.

La cantidad mezclada de un agente difusor de luz y de un ligante polimérico orgánico es habitualmente de 50 a 500 partes en masa, preferiblemente de 70 a 350 partes en masa del agente difusor de luz por 100 partes en masa del ligante polimérico orgánico. Cuando la cantidad mezclada está en un intervalo de 50 a 500 partes en masa, las disminuciones en la bruma y la transmitancia de luz total son pequeñas.

Con respecto a las características de la película difusora de luz de la presente invención, la bruma es del 80% o mayor, preferiblemente del 85% o mayor, y la tasa de transmisión de luz es habitualmente del 80% o mayor, preferiblemente en un intervalo del 85 al 95%. Cuando la bruma es menor del 80%, la resolución de las pantallas, por ejemplo, en una pantalla de cristal líquido, y similares, tiende a ser inferior. Cuando la transmisión de la luz es menor del 80%, el brillo de las pantallas tiende a deteriorarse.

Ejemplos

Aunque la presente invención se explicará con detalle a continuación con Ejemplos y Ejemplos Comparativos, la presente invención no está limitada a estos ejemplos en modo alguno.

Se evaluaron la resistencia al disolvente y la resistencia térmica de la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma, obtenida en los Ejemplos 1 - 4 y en los Ejemplos Comparativos 1 - 2, mediante los siguientes procedimientos:

(1) Resistencia al disolvente

Las partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma se sumergieron en un vaso de precipitados en el que se introdujo 2-butanona, y el vaso de precipitados se tapó y se almacenó a 40ºC.

Después de dos meses, las partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma se retiraron, y se observó el estado de la superficie con un microscopio electrónico (JEOL Co., Ltd. Producto Nº JSM-6390LA). Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 1.

(2) Resistencia térmica

Se mezclaron dos partes en masa de las partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma y 98 partes en masa de resina de poliestireno (Toyo Styrene Co. Ltd., artículo Nº HRM40) y se amasaron en fundido a 300ºC. Posteriormente, se moldearon mediante una prensa en caliente para preparar una lámina de 2 mm de espesor.

Las partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas, que estaban contenidas en la lámina, se evaluaron con un microscopio electrónico (JEOL Co., Ltd. Producto Nº JSM-6390LA). Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 1.

[Ejemplo 1]

[Producción de una partícula de siembra constituida por un monómero con un grupo sililo como componente monomérico constitutivo]

Se introdujeron ciento setenta y ocho gramos de metanol, 22 g de estireno, 5,6 g de 3-metacriloxipropil trimetoxisilano, 18 g de polivinilpirrolidona (K - 30) y 0,6 g de 2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo) en un recipiente de reacción de 500 ml equipado con un agitador y un tubo condensador, y se realizó una reacción de polimerización a una velocidad rotatoria de agitación de 300 rpm, y a 60ºC durante 24 horas.

Después de la polimerización, la mezcla de reacción se filtró para obtener 20,2 g de partículas de siembra constituidas por un monómero con un grupo sililo como componente monomérico constitutivo.

[Producción de una partícula de precursor de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma]

En un recipiente de reacción de 500 ml equipado con un agitador y un tubo condensador se introdujeron 48,67 g de metanol y 21,89 g de agua, y se dispersaron en la mezcla 4,19 g de las partículas de siembra constituidas por un monómero con un grupo sililo como componente monomérico constitutivo. Además, se añadieron 2,7 g de polivinilpirrolidona (K - 30) y 2,625 g de polivinilpirrolidona al 8% en masa (K - 90) en una disolución acuosa de metanol (70% en masa de la disolución acuosa de metanol), 0,1398 g de 2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo) y 0,0021 g de 1,1'-azobis(ciclohexano 1-carbonitrilo).

En una atmósfera de gas nitrógeno, se añadió de forma continua un disolvente mixto de 2,1 g de acrilato de *n*-butilo y 7, 54 g de *n*-dodecano a la mezcla durante 5 horas a una velocidad rotatoria de agitación de 300 rpm, y a 60ºC, y se dejaron reaccionar adicionalmente a la misma temperatura durante 5 horas.

Después de la polimerización, la mezcla de reacción se filtró, se lavó con metanol. Subsiguientemente se secó a vacío a 25ºC para obtener 5,56 g de un precursor de partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma.

[Producción de una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma]

Se introdujeron 14,35 g de metanol y 26,98 g de agua en un recipiente de reacción de 200 ml equipado con un agitador y un tubo condensador, y se dispersaron 2,50 g del precursor de la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma. Además, se añadieron 1,518 g de ácido para-toluensulfónico monohidratado, y se dejó reaccionar a una velocidad rotatoria de agitación de 200 rpm, y a 60ºC durante 3 horas en una atmósfera de gas nitrógeno.

Después de la reacción, la mezcla de reacción se filtró para obtener 2,50 g de una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma. La micrografía electrónica de las partículas de resina resultantes con muchas oquedades en la superficie se muestra en la Fig. 1.

[Ejemplo 2]

Según la misma forma que la del Ejemplo 1 [Producción de una partícula de siembra constituida por un monómero con un grupo sililo como componente monomérico constitutivo] excepto porque se sustituyeron 5,6 g de 3-metacriloxipropil trimetoxisilano por 5,2 g de 3-metacriloxipropil metil dimetoxisilano, se obtuvieron 2,50 g de partículas de resina con muchas oquedades en la superficie.

[Ejemplo 3]

Según la misma forma que la del Ejemplo 1 [Producción de una partícula de siembra constituida por un monómero con un grupo sililo como componente monomérico constitutivo] excepto porque se sustituyeron 5,6 g de 3-metacriloxipropil trimetoxisilano por 6,5 g de 3-metacriloxipropil trietoxisilano, se obtuvieron 2,50 g de partículas de resina con muchas oquedades en la superficie.

[Ejemplo 4]

Según la misma forma que la del Ejemplo 1 [Producción de una partícula de siembra constituida por un monómero con un grupo sililo como componente monomérico constitutivo] excepto porque se sustituyeron 5,6 g de 3-metacriloxipropil trimetoxisilano por 5,3 g de 3-acriloxipropil trimetoxisilano, se obtuvieron 2,50 g de partículas de resina con muchas oquedades en la superficie.

[Ejemplo Comparativo 1]

Se introdujeron quinientos cuatro gramos de metanol, 216 g de agua purificada y 54 g de decalin en un recipiente de reacción de 2 l equipado con un agitador y un tubo condensador, y se disolvieron 1,8 g de polivinilpirrolidona (K - 90) en la mezcla, y se añadieron 30 g de partículas esféricas de metacrilato de polimetilo (un diámetro de volumen medio de partícula de 5 mm), y se dispersaron. Además, se añadieron 18 g de estireno y 1,2 g de 2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo), y el espacio interior del recipiente de reacción se modificó a una atmósfera de gas nitrógeno, y después se realizó la reacción de polimerización a una velocidad rotatoria de agitación de 450 rpm, y a 60ºC durante 24 horas.

Se realizó una separación sólido-líquido de la mezcla de reacción tipo emulsión resultante mediante una separación por centrifugación, las partículas de resina aisladas se lavaron con metanol y después se secaron a vacío a 25ºC para obtener 46,5 g de un precursor de partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma. La micrografía electrónica de las partículas de resina resultantes con muchas oquedades en la superficie se muestra en la Fig. 4.

[Ejemplo Comparativo 2]

Se introdujeron doscientos cincuenta gramos de metanol, 750 g de agua purificada y 108 g de estireno en un recipiente de reacción de 2 l equipado con un agitador y un tubo condensador, y se hicieron reaccionar a una velocidad rotatoria de agitación de 450 rpm, y a 70ºC durante 24 horas en una atmósfera de gas nitrógeno para obtener una emulsión de partículas de poliestireno.

Se pusieron treinta gramos (en conversión de contenido sólido) de una emulsión de las partículas de poliestireno según se obtuvieron anteriormente en un recipiente de reacción de 2 l equipado con un agitador y un tubo

condensador, se añadieron 12,9 g de acrilato de *n*-butilo y se dejaron reposar a 0ºC durante 24 horas para absorber el acrilato de *n*-butilo en las partículas de poliestireno para expandir las partículas de poliestireno. Posteriormente, se añadieron 1.000 g de un disolvente mixto de etanol/agua (proporción ponderal: 10/90), y 1 g de persulfato potásico, y se realizó una reacción de polimerización a una velocidad rotatoria de agitación de 450 rpm, y a 70ºC durante 24 horas.

Después de la polimerización, la mezcla de reacción se filtró, se lavó con metanol. Subsiguientemente se secó a vacío a 25ºC para obtener 42,9 g de partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas. La micrografía electrónica de la partícula de resina resultante con muchas oquedades en la superficie se muestra en la Fig. 5.

Tabla 1

	Resistencia al disolvente	Resistencia térmica
Ejemplo 1	Las oquedades permanecieron.	Las oquedades permanecieron.
Ejemplo 2	Las oquedades permanecieron.	Las oquedades permanecieron.
Ejemplo 3	Las oquedades permanecieron.	Las oquedades permanecieron.
Ejemplo 4	Las oquedades permanecieron.	Las oquedades permanecieron.
Ejemplo Comparativo 1	Las partículas desaparecieron después de 30 min.	Las partículas se fusionaron o se dispersaron hasta desaparecer
Ejemplo Comparativo 2	Las partículas desaparecieron después de 30 min.	Las partículas se fusionaron o se dispersaron hasta desaparecer

En la evaluación de la resistencia al disolvente, se confirmó a partir de una micrografía electrónica (por ejemplo, Fig. 2) que después de estar almacenadas en 2-butanona a 40ºC durante dos meses, las partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas de los Ejemplos 1 - 4 mantenían unas propiedades similares a las anteriores a la evaluación. Sin embargo, incluso cuando las partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas de los Ejemplos Comparativos 1 y 2 se almacenaron en 2-butanona a 40ºC sólo durante 30 minutos, las propias partículas de resina se disolvieron hasta desaparecer en el disolvente.

En la evaluación de la resistencia térmica, se confirmó a partir de una micrografía electrónica (por ejemplo, Fig. 3) que las partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas de los Ejemplos 1 - 4 mantenían las oquedades incluso cuando se preparó una lámina mediante moldeo con prensa en caliente después de un amasado en fundido a 300ºC. Sin embargo, las partículas de resina con muchas oquedades en la superficie de las mismas de los Ejemplos Comparativos 1 y 2 se fusionaron o se dispersaron en la resina de poliestireno hasta desaparecer.

Estos resultados indican que la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma de la presente invención es excelente en resistencia al disolvente y resistencia térmica.

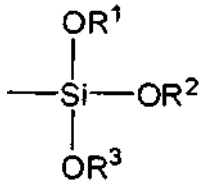
Aplicabilidad industrial

Dado que la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma de la presente invención es excelente en resistencia al disolvente y resistencia térmica, además de las propiedades difusoras de luz, la partícula de resina es apropiada para su uso, por ejemplo, no sólo en cosméticos que contienen aceite de silicona y similares en una preparación, en una película difusora de luz y en una lámina difusora de luz preparada mediante la dispersión de las partículas de resina como un agente difusor de luz en un disolvente orgánico tal como 2-butanona y similares en un proceso de producción, y en una placa difusora de luz preparada amasando con una elevada fuerza de cizallamiento de las partículas de resina como agente difusor de luz con poliestireno, o metacrilato de polimetilo y similares, que funde a una elevada temperatura de aproximadamente 300ºC en un proceso de producción.

REIVINDICACIONES

1. Una partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma, que se obtiene mediante el uso de una partícula de siembra, donde una parte componente de dicha partícula de siembra para dicha partícula de resina tiene una estructura reticulada.

2. La partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma según la reivindicación 1, dicha partícula de siembra es una resina constituida por un monómero con un grupo sililo representado por la fórmula (1):



(1)

donde R1 a R3 representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo con un número de carbonos de 1 a 5.

3. La partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma según la reivindicación 2, donde el monómero con un grupo sililo es al menos uno elegido del grupo que consiste en 3-metacriloxipropil metil dimetoxisilano, 3-metacriloxipropil trimetoxisilano, 3-metacriloxipropil metil dietoxisilano y 3-metacriloxipropil trietoxisilano.

4. La partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma según la reivindicación 1, que se obtiene mediante la polimerización con siembra de un monómero para la polimerización con siembra en presencia de dicha partícula de siembra constituida por un monómero con un grupo reactivo reticulable, y reticulando al menos una parte de dicha partícula de siembra.

5. La partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma según la reivindicación 4, donde el procedimiento para la polimerización con siembra es un procedimiento de polimerización por dispersión con siembra.

6. Un agente difusor de luz que comprende la partícula de resina con muchas oquedades en la superficie de la misma según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

7. Una película difusora de luz obtenida mediante la aplicación del agente difusor de luz de la reivindicación 6 a una resina en película con un ligante.

8. Una lámina difusora de luz obtenida mediante la aplicación del agente difusor de luz de la reivindicación 6 a una resina en lámina con un ligante.

9. Una placa difusora de luz obtenida mezclando hasta dispersar el agente difusor de luz de la reivindicación 6 en una resina de matriz transparente, y formándola.

Fig. 1

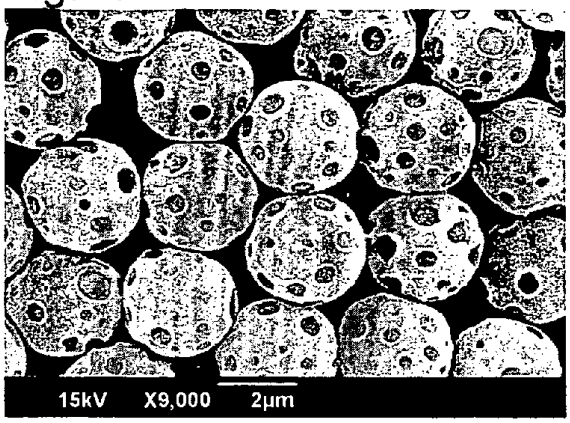


Fig. 2

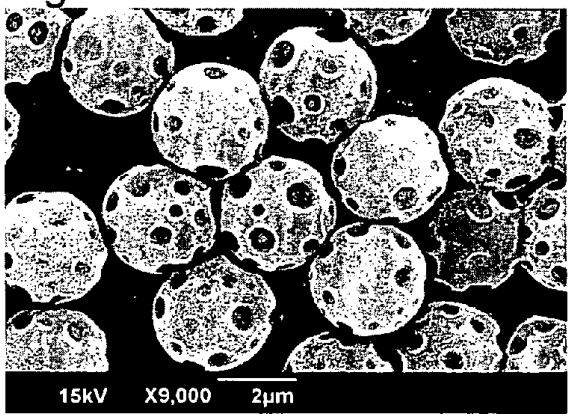


Fig. 3

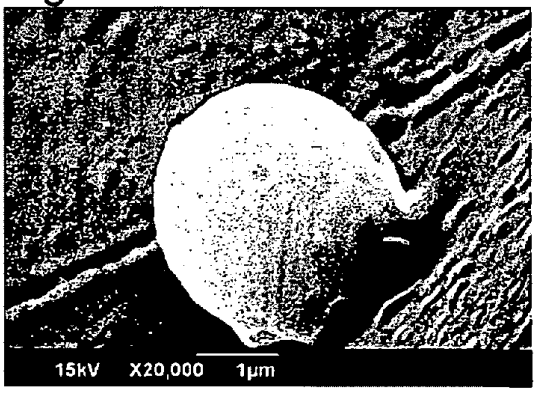


Fig. 4

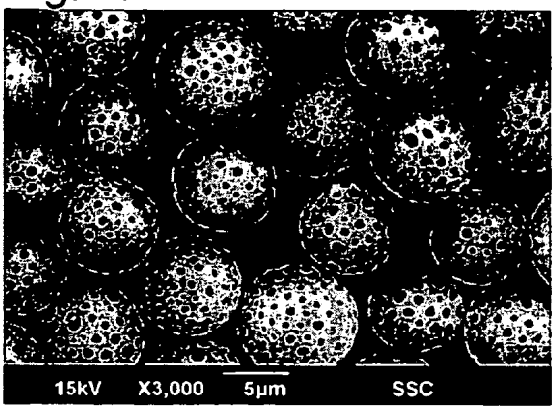
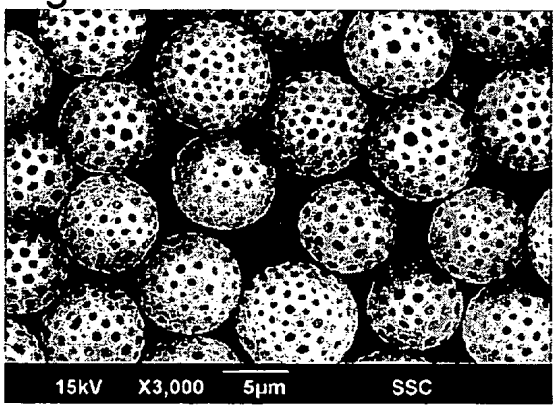



Fig. 5