

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6560981号
(P6560981)

(45) 発行日 令和1年8月14日(2019.8.14)

(24) 登録日 令和1年7月26日(2019.7.26)

(51) Int.Cl.		F I	
CO8F	6/16	(2006.01)	CO8F 6/16
CO8F	2/24	(2006.01)	CO8F 2/24 Z
B32B	27/20	(2006.01)	B32B 27/20 Z
CO8J	7/04	(2006.01)	CO8J 7/04 CEYZ
GO2B	1/04	(2006.01)	GO2B 1/04

請求項の数 11 (全 62 頁)

(21) 出願番号 特願2015-532218 (P2015-532218)
 (86) (22) 出願日 平成27年2月16日 (2015.2.16)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2015/054179
 (87) 国際公開番号 W02016/051814
 (87) 国際公開日 平成28年4月7日 (2016.4.7)
 審査請求日 平成30年2月1日 (2018.2.1)
 (31) 優先権主張番号 特願2014-201702 (P2014-201702)
 (32) 優先日 平成26年9月30日 (2014.9.30)
 (33) 優先権主張国・地域又は機関
 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000002440
 積水化成品工業株式会社
 大阪府大阪市北区西天満二丁目4番4号
 (74) 代理人 110000947
 特許業務法人あーく特許事務所
 (72) 発明者 ▲高▼橋 智之
 滋賀県甲賀市水口町泉1259番地 積水
 化成品工業株式会社内
 審査官 藤本 保

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 重合体粒子、その製造方法、及びその用途

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含有する重合体粒子であって、
前記重合体粒子が、(メタ)アクリル系重合体、スチレン系重合体、及び(メタ)アクリル-スチレン系共重合体の少なくとも1つで構成され、

粒子径の変動係数が15.0%以下であり、

前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が2.0~15.0×10⁻³g/m²であり、

前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が10.0×10⁻⁵g/m²以下であることを特徴とする重合体粒子。

10

【請求項2】

請求項1に記載の重合体粒子であって、

重合体粒子5.0gに水15.0gを添加し、超音波洗浄器を用いて60分間分散処理を行うことにより重合体粒子を水中に分散させ、内径24mmの遠心管に入れて遠心分離機を用いてKファクタ6943、回転時間30分間の条件で遠心分離した後、上澄み液を回収したときに、上澄み液中における非揮発成分の濃度が1.0重量%未満であることを特徴とする重合体粒子。

【請求項3】

請求項1又は2に記載の重合体粒子であって、

前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤が、ポリオキシエチレン鎖を有するアニ

20

オン性界面活性剤及びポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤の少なくとも一方を含むことを特徴とする重合体粒子。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の重合体粒子であって、ゲル分率が 90% 以上であることを特徴とする重合体粒子。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の重合体粒子であって、屈折率が 1.490 ~ 1.600 であることを特徴とする重合体粒子。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の重合体粒子であって、ビニル系単量体を種粒子に吸収させて、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤の存在下で重合することによって得られることを特徴とする重合体粒子。

10

【請求項 7】

請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の重合体粒子であって、光学部材用であることを特徴とする重合体粒子。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の重合体粒子であって、防眩部材用であることを特徴とする重合体粒子。

【請求項 9】

請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の重合体粒子と、バインダーとを含むコーティング用樹脂組成物を、フィルム基材上に塗工してなることを特徴とする光学フィルム。

20

【請求項 10】

請求項 9 に記載の光学フィルムであって、防眩用であることを特徴とする光学フィルム。

【請求項 11】

重合体粒子の製造方法であって、液状の媒体中、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤の存在下で、ビニル系単量体を重合させて、前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む重合体粒子と前記媒体とを含む粗生成物を得る重合工程と、

濾過器に前記粗生成物を投入し、投入した前記粗生成物に含まれる媒体を前記濾過器の濾材に通過させる一方、前記粗生成物に含まれる重合体粒子を前記濾材上に保持させる固液分離工程と、

30

前記重合体粒子を前記濾材上に保持した前記濾過器に洗浄液を投入し、前記洗浄液を前記重合体粒子と接触させて、前記重合体粒子と接触した前記洗浄液を前記濾材に通過させることによって、前記洗浄液で洗浄された重合体粒子を前記濾材上に得る洗浄工程とを含み、

前記固液分離工程において、前記濾材を通過した前記媒体の単位時間当たりの量が、下記条件式 (1) ;

$$X \leq 5.50 \times A \quad \dots (1)$$

(式 (1) 中、X は、前記濾材を通過した前記媒体の単位時間当たりの量 (kg/min) を意味し、A は、濾材と被濾過物との界面の面積 (m²) を意味する) を満たし、

40

前記洗浄工程において、前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量が、下記条件式 (2) ;

$$2.50 \times A \leq Y \leq 8.50 \times A \quad \dots (2)$$

(式 (2) 中、Y は、前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量 (kg/min) を意味し、A は、濾材と被濾過物との界面の面積 (m²) を意味する。) を満たし、

前記洗浄工程では、前記濾材上に保持された重合体粒子の重量の 9 倍以上 18 倍以下の重量の洗浄液を用いることを特徴とする重合体粒子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

50

【技術分野】

【0001】

本発明は、光拡散フィルムや防眩フィルム等の光学部材の原料として好適に用いられる重合体粒子及びその製造方法、並びにその重合体粒子の用途（光学フィルム）に関する。より具体的には、本発明は、重合体粒子の単位表面積あたり所定量のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含有する重合体粒子及びその製造方法、並びにその重合体粒子の用途（光学フィルム）に関する。

【背景技術】

【0002】

体積平均粒子径が1～100 μm の重合体粒子は、例えば、塗料等のコーティング剤用の添加剤（艶消し剤等）、インク用の添加剤（艶消し剤等）、接着剤の主成分または添加剤、人工大理石用の添加剤（低吸収化剤等）、紙処理剤、化粧品等の外用剤の充填材（滑り性向上のための充填剤）、クロマトグラフィーに用いるカラム充填材、静電荷像現像に使用されるトナー用の添加剤、フィルム用のアンチブロッキング剤、光学部材（光拡散フィルム、防眩フィルム等の光学フィルム、光拡散体等）用の光拡散剤等の用途で使用されている。

10

【0003】

このような重合体粒子は、重合性の単量体を重合させることによって製造することができる。重合性の単量体を重合させるための重合法としては、懸濁重合、シード重合、乳化重合等が知られている。これら重合方法では、通常、安定に重合反応を行って、粗大粒子の発生が抑えられるように、界面活性剤が使用される。

20

【0004】

例えば、特許文献1には、光拡散剤として使用される樹脂微粒子（重合体粒子）として、界面活性剤（実施例ではポリオキシエチレン鎖を有しない他の界面活性剤）を含む媒体中でビニル系単量体を重合することによって得られ、当該樹脂微粒子に残留する界面活性剤量が、樹脂微粒子100重量部に対し、0.05重量部以下（実施例では0.005～0.036重量部）のものが開示されている。

【0005】

また、特許文献2には、エポキシ系樹脂組成物に配合される有機系粒子として、乳化重合または懸濁重合により得られた界面活性剤が表面に付着した有機系粒子（重合体粒子）を洗浄処理したものが開示されている。特許文献2には、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤が開示されておらず、また、洗浄処理した有機系粒子における界面活性剤の残存量が開示されていない。

30

【0006】

特許文献3には、静電潜像現像用トナーとして用いられる着色樹脂粒子として、洗浄を行うことによって着色樹脂粒子の分散液から取り出された着色樹脂粒子が開示されている。特許文献3には、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤が開示されておらず、また、洗浄した有機系粒子における界面活性剤の残存量が開示されていない。

【0007】

特許文献4には、結着樹脂、着色剤、及び特定の繰り返し単位を有する荷電制御性樹脂を含有する静電荷像現像用トナーであって、残留する界面活性剤（実施例ではポリオキシエチレン鎖を有しない他の界面活性剤）が1～1000ppmである静電荷像現像用トナーが開示されている。

40

【0008】

特許文献5には、有機粒子と、界面活性剤とを含有する塗料組成物であって、前記界面活性剤の含有量が、前記有機粒子に対して500～2000ppmである塗料組成物が開示されている。さらに、特許文献5の実施例5には、変動係数が6.2%であり、ポリオキシエチレンジスチリルフェニルエーテル硫酸エステルアンモニウム塩（ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の1種）を520～1550ppm（0.1200%）含有し、他の界面活性剤を含有しない有機粒子が開示されている。特許文献5の実施例2・4に

50

は、変動係数が35.5～37.1%であり、ポリオキシエチレンジスチリルフェニルエーテル硫酸エステルアンモニウム塩を520～1550ppm(0.0520～0.1550%)含有し、他の界面活性剤を含有しない有機粒子が開示されている。また、特許文献5の実施例3には、ポリオキシエチレンジスチリルフェニルエーテル硫酸エステルアンモニウム塩及びビラウリル硫酸ナトリウム(ポリオキシエチレン鎖を有しない他の界面活性剤の1種)を合計で1950ppm(0.1950%)含有する有機粒子が開示されている。

【0009】

特許文献6には、結着樹脂、着色剤、帯電制御剤、及び離型剤を含有するトナー用の原料を、洗浄処理を施すことなく、有機溶剤中に溶解又は分散させて油性原料液を調製し、当該油性原料液をスプレードライヤーに供給して噴霧乾燥しながら造粒を行い、着色樹脂粒子を形成するトナー粒子の製造方法が開示されている。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献1】特開2006-233055号公報

【特許文献2】特開2007-161830号公報

【特許文献3】特開2011-158889号公報

【特許文献4】特開2002-189317号公報

【特許文献5】特開2009-203378号公報

20

【特許文献6】特開2009-175632号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

ところで、光拡散フィルムや防眩フィルム等の光学フィルムとして、重合体粒子とバインダーとを含む樹脂組成物をフィルム基材上に塗工してなるものがある。

【0012】

このような光学フィルムを作製する場合には、フィルム基材上の上記樹脂組成物からなる塗膜により、均一な光学特性が得られるように、フィルム基材上に樹脂組成物を塗工する前に、その樹脂組成物中(具体的には、バインダー中)に均一に重合体粒子を分散させておく必要がある。

30

【0013】

しかしながら、特許文献1～5に開示の界面活性剤を使用して製造された重合体粒子をバインダー及び有機溶剤の混合物中に均一に分散させて樹脂組成物を作製しても、作製した樹脂組成物を上記フィルム基材上へ塗工して塗膜を形成する過程において、その樹脂組成物中での重合体粒子の分散状態が不均一となる場合がある。例えば、特許文献1～5に開示の重合体粒子を使用して上記光学フィルムを作製する場合には、上記樹脂組成物中の重合体粒子の分散状態が安定せず、前記塗工により塗膜が形成される過程で上記樹脂組成物中の重合体粒子の分散状態が不均一となり、重合体粒子が局所的に過度に凝集してしまうことがあった。この結果、上記基材フィルム上に形成された塗膜全体に、重合体粒子が均一に広がらず、光学フィルムの光学特性が不均一となり、所望の光学特性が光学フィルム全体で得られないことがあった。

40

【0014】

上記樹脂組成物中の重合体粒子の分散状態が不安定で、前記塗工により塗膜が形成される過程で上記樹脂組成物中の重合体粒子の分散状態が不均一となる原因は、重合体粒子表面における表面残留成分量のばらつき及びそれによる表面状態のばらつきにあると考えられるため、重合体粒子表面における表面残留成分量を一定(一様)にすることが望まれる。重合体粒子表面における表面残留成分量を一定にするためには、重合体粒子表面に強く結合して重合体粒子表面の修飾に寄与する成分(例えば、重合体粒子表面の修飾に寄与するような量のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤)を除いて重合体粒子表面にお

50

る表面残留成分量を可能な限り低減すればよいと考えられる。

【0015】

光拡散フィルムや防眩フィルム等の光学フィルムに重合体粒子を使用する場合、通常、重合体粒子の屈折率を所望の屈折率に調整することが必要であるため、重合体粒子の組成を調整することによって重合体粒子の屈折率を調整している。重合体粒子をバインダー及び有機溶剤の混合物中に分散させた樹脂組成物を用いて光学フィルムを作製する場合、重合体粒子の組成によっては、溶解度パラメータ（以下、「SP値」と称する）が高い有機溶剤への均一な分散が困難な場合がある。例えば、（メタ）アクリル系重合体、スチレン系重合体、及び（メタ）アクリル-スチレン系共重合体の少なくとも1つで構成される重合体粒子は、SP値が $14.3 \sim 19.4 \text{ (MPa)}^{1/2}$ ($7.0 \sim 9.0 \text{ (cal/cm}^3)^{1/2}$)と低く、SP値が高い有機溶剤（以下、「高SP値有機溶剤」と称する）、特にSP値が $20.5 \text{ (MPa)}^{1/2}$ ($10 \text{ (cal/cm}^3)^{1/2}$)以上である有機溶剤、例えばSP値が $24.3 \text{ (MPa)}^{1/2}$ ($11.9 \text{ (cal/cm}^3)^{1/2}$)であるイソプロピルアルコール中へ分散させようとしても、凝集が顕著となって、均一な分散が困難な場合がある。

10

【0016】

高SP値有機溶剤中への重合体粒子の分散性を改善するための手法としては、重合体粒子の製造に使用する単量体中に親水性の高い単量体を添加することにより、重合体粒子の表面を改質することが考えられる。しかしながら、重合体粒子の製造に使用する単量体中に親水性の高い単量体を添加して高SP値有機溶剤中への分散性を重合体粒子に付与させようとする、重合体粒子自体の組成が変わってしまうため、屈折率の制御が難しくなってしまう。

20

【0017】

また、特許文献6の製造方法では、洗浄処理を施すことなく噴霧乾燥することによって着色樹脂粒子を製造しているため、もし製造に使用した結着樹脂が重合に使用した添加剤（他の界面活性剤、分散安定剤、重合禁止剤等）を含むものである場合や、製造に使用した結着樹脂が重合反応時に発生する副生成物（乳化重合生成物）を含む樹脂粒子である場合には、他の界面活性剤等の添加剤や、副生成物（乳化重合生成物）の除去が困難となり、バインダーや有機溶剤に対する着色樹脂粒子の分散性が不均一となる原因となってしまう。

30

【0018】

なお、ここで、「乳化重合生成物」とは、粒子径の揃った重合体粒子を製造するためのシード重合において、副反応である水相中での乳化重合により生成する、目的とする重合体粒子の粒子径と比較して顕著に小さい粒子径（例えば300nm以下の粒子径）を有する重合体粒子を意味する。シード重合においては、副生成物（乳化重合生成物）の発生を抑制するために重合禁止剤の存在下で重合を行うことがしばしばあるが、重合禁止剤を使用しても副生成物（乳化重合生成物）の発生を完全に防止することは困難である。また、重合禁止剤の添加量を増やすことにより、その副生成物（乳化重合生成物）の発生を抑制する効果を高めることができるが、他方で、得られる重合体粒子における残存単量体の量が増えてしまい、重合体粒子の品質に影響を及ぼしてしまう。

40

【0019】

これらの結果、上記基材フィルム上に形成された塗膜全体に、重合体粒子が均一に広がらず、光学フィルムの光学特性が不均一となり、所望の光学特性が光学フィルム全体で得られないことがあった。

【0020】

そこで、高SP値有機溶剤に対する分散性が良く、重合体粒子をバインダーに分散させて得られる樹脂組成物を上記フィルム基材上へ塗工して塗膜を形成する過程において、均一な分散状態が得られ、光学フィルムに均一な光学特性を付与できる分散均一性（分散状態の均一性）に優れた重合体粒子の開発が望まれていた。

【0021】

50

本発明は、上記した状況に鑑みてなされたものであって、分散性及び分散均一性に優れた重合体粒子及びその製造方法、並びに重合体粒子を用いた光学フィルムを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0022】

本願発明者らは、上記課題に鑑みて鋭意検討を行った結果、重合体粒子の表面の状態が分散性及び分散均一性に影響しており、分散性及び分散均一性の向上には、重合体粒子表面に対してポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を適量付着させ、かつ他の界面活性剤の含有量を所定量以下に抑えることが重要であることを見出し、本発明を完成するに至った。

10

【0023】

本発明の重合体粒子は、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含有する重合体粒子であって、粒子径の変動係数が15.0%以下であり、前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ であり、前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤（ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤以外の界面活性剤、すなわちポリオキシエチレン鎖を有しない界面活性剤）の含有量が $10.0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下であることを特徴としている。

【0024】

上記構成の重合体粒子は、前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ 以上であり、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤由来の親水性部位が重合体粒子の表面に適量展開する（重合体粒子の表面が上記親水性部位で修飾される）ため、重合体粒子を構成する重合体の組成に親水性の高い単量体由来の親水性部位を含めることなく、高SP値有機溶剤中への分散性を向上させることができる。

20

【0025】

さらに、上記構成の重合体粒子は、粒子径の変動係数が15.0%以下であり、前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ 以下に抑えられたものであり、かつ前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が $10.0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下に抑えられたものであるから、重合体粒子同士の表面状態の差が少ないので、バインダーと混合して使用される場合において、前記バインダー中での分散均一性に優れる。特に、上記構成の重合体粒子は、前述したように前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ 以上であることにより高SP値有機溶剤中への分散性が向上したものであるから、高SP値有機溶剤中への分散にばらつきがなく、高SP値有機溶剤とバインダーとの混合物中で均一な分散状態を形成することができ、分散均一性に優れる。また、上記構成の重合体粒子をバインダー中に（特に、高SP値有機溶剤とバインダーとの混合物中に）分散させて得られる樹脂組成物をフィルム基材上に塗工する場合には、その樹脂組成物中での重合体粒子の均一な分散状態が、前記塗工により塗膜が形成される過程においてほぼ安定に維持され、前記塗工時における重合体粒子の過度な凝集が抑制される。この結果、前記重合体粒子は、フィルム基材上にむらなく広がり、前記塗工により形成された塗膜全体にむらのない均一な光拡散性や防眩性等の光学特性を付与できる。

30

40

【0026】

また、上記構成の重合体粒子は、粒子径の変動係数が15.0%以下であるから、防眩フィルムや光拡散フィルム等の光学部材に重合体粒子を使用したときに、光学部材の防眩性や光拡散性等の光学特性を向上させることができる。

【0027】

本発明の光学フィルムは、本発明の重合体粒子と、バインダーとを含むコーティング用樹脂組成物を、フィルム基材上に塗工してなることを特徴とする。

50

【0028】

本発明の光学フィルムは、分散性及び分散均一性に優れた本発明の重合体粒子を含むコーティング用樹脂組成物を基材に塗工してなるものであるから、前記塗工により形成された塗膜全体において、むらのない均一な光拡散性や防眩性等の光学特性が得られる。

【0029】

重合体粒子の製造方法は、重合工程を含んでおり、さらに必要に応じて、固液分離工程、洗浄工程、乾燥工程、及び分級工程を含んでいる。重合体粒子表面における残留成分量の均一性及びそれによってもたせられる表面状態の均一性に差異を及ぼしうる工程は、固液分離工程及び洗浄工程であり、これらの工程が不安定になってしまうと、重合体粒子の製造に使用した界面活性剤のうちの不要分（重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤、及び必要に応じて使用される他の界面活性剤）や必要に応じて使用される高分子分散安定剤等の除去処理に悪影響を及ぼし、重合体粒子表面における残留成分量にばらつきが生じる。そこで、本願発明者は、固液分離工程及び洗浄工程における濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量と、洗浄工程における洗浄液の量とを所定の範囲内に調整することで、分散均一性に優れ、かつ、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤で表面が修飾されることによって分散性が向上した重合体粒子を製造できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0030】

本発明の重合体粒子の製造方法は、液状の媒体中、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤の存在下で、ビニル系単量体を重合させて、前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む重合体粒子と前記媒体とを含む粗生成物を得る重合工程と、濾過器に前記粗生成物を投入し、投入した前記粗生成物に含まれる媒体を前記濾過器の濾材に通過させる一方、前記粗生成物に含まれる重合体粒子を前記濾材上に保持させる固液分離工程と、前記重合体粒子を前記濾材上に保持した前記濾過器に洗浄液を投入し、前記洗浄液を前記重合体粒子と接触させて、前記重合体粒子と接触した前記洗浄液を前記濾材に通過させることによって、前記洗浄液で洗浄された重合体粒子を前記濾材上に得る洗浄工程とを含み、前記固液分離工程において、前記濾材を通過した前記媒体の単位時間当たりの量が、下記条件式(1)；

$$X \leq 5.50 \times A \quad \dots (1)$$

(式(1)中、Xは、前記濾材を通過した前記媒体の単位時間当たりの量(kg/min)を意味し、Aは、濾材と被濾過物との界面の面積(m²)を意味する)を満たし、前記洗浄工程において、前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量が、下記条件式(2)；

$$2.50 \times A \leq Y \leq 8.50 \times A \quad \dots (2)$$

(式(2)中、Yは、前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量(kg/min)を意味し、Aは、濾材と被濾過物との界面の面積(m²)を意味する。)を満たし、前記洗浄工程では、前記濾材上に保持された重合体粒子の重量の9倍以上18倍以下の重量の洗浄液を用いることを特徴とする。

【0031】

上記製造方法では、固液分離工程において、濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量が条件式(1)を満たし、洗浄工程において、濾材を通過した洗浄液の単位時間当たりの量が条件式(2)を満たし、尚且つ、その洗浄工程において、濾材上に保持された重合体粒子の重量の9倍以上18倍以下の重量の洗浄液を用いることから、重合工程において重合体粒子に付着したポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤(重合体粒子表面の修飾に寄与しない分)を、媒体及び洗浄液と共に適量(重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の量)除去することができる。さらに、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤及び他の界面活性剤の両方を含む界面活性剤の存在下で重合を行う場合、他の界面活性剤の大部分を、媒体及び洗浄液と共に十分に除去することができる。その結果、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量(残存量)が適量(2.0~15.0×1

10

20

30

40

50

$0 \sim 3 \text{ g/m}^2$) であり、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量(残存量)が極めて少ない($10 \sim 0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下である)、分散性及び分散均一性に優れた重合体粒子を得ることができる。

【0032】

なお、上記製造方法により(メタ)アクリル系重合体、スチレン系重合体、及び(メタ)アクリル-スチレン系共重合体の少なくとも1つで構成される重合体粒子を製造する場合に、他の界面活性剤は、洗浄によってほぼ除去される(重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が $10 \sim 0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下となる)のに対し、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤は、洗浄によって除去されにくく、重合体粒子の単位表面積あたりの含有量が $2 \sim 15 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ というレベルで重合体粒子表面に残留する(重合体粒子表面を被覆する)ことが確認されている。これは、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤のポリオキシエチレン鎖のSP値が $14 \sim 19 \cdot 4 \text{ (MPa)}^{1/2}$ ($7 \sim 9 \cdot 0 \text{ (cal/cm}^3)^{1/2}$) 程度であり、(メタ)アクリル系重合体、スチレン系重合体、及び(メタ)アクリル-スチレン系共重合体のSP値($14 \sim 19 \cdot 4 \text{ (MPa)}^{1/2}$ ($7 \sim 9 \cdot 0 \text{ (cal/cm}^3)^{1/2}$) 程度)に近いことから、重合体粒子との結びつきが強く、水や温水では除去されにくいことに起因しているものと推察される。

10

【発明の効果】

【0033】

本発明によれば、分散性及び分散均一性に優れた重合体粒子及びその製造方法、並びに重合体粒子を用いた光学フィルムを提供することができる。

20

【図面の簡単な説明】

【0034】

【図1】図1は、本発明の実施の形態で使用可能な加圧濾過器の概略構成を示す概略図であり、(a)は前記加圧濾過器の概略断面図であり、(b)は前記加圧濾過器の耐圧容器の内部を示す概略上面図である。

【図2】図2は、実施例1で得られた重合体粒子のSEM(走査型電子顕微鏡)像を示す図である。

【図3】図3は、実施例1の固液分離工程及び洗浄工程の後に得られた重合体粒子のSEM像を示す図である。

30

【発明を実施するための形態】

【0035】

以下に、本発明について詳細に説明する。

【0036】

〔重合体粒子〕

本発明の重合体粒子は、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含有する重合体粒子であって、粒子径の変動係数が $15 \cdot 0\%$ 以下であり、前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2 \sim 15 \cdot 0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ であり、前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が $10 \sim 0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下である。

40

【0037】

上記構成の重合体粒子は、前述したように、重合体粒子を構成する重合体の組成に親水性の高い単量体由来の親水性部位を含めることなく、高SP値有機溶剤中への分散性を向上させることができる。さらに、上記構成の重合体粒子は、前述したように、重合体粒子同士の表面状態の差が少ないので、バインダー(特に、高SP値有機溶剤とバインダーとの混合物)に混合して使用される場合において前記バインダー中での(特に、高SP値有機溶剤とバインダーとの混合物中での)分散均一性に優れる。また、上記構成の重合体粒子は、重合体粒子の表面状態の時間的変化や重合体粒子の製造ロット間での表面状態の差が小さいので、品質安定性に優れている。その結果として、上記構成の重合体粒子は、バインダーに分散させて樹脂組成物として使用される場合において、樹脂組成物の製造ロツ

50

ト間での分散状態の差が小さく、分散安定性に優れる。

【0038】

上記構成の重合体粒子は、重合体粒子5.0gに水15.0gを添加し、超音波洗浄器を用いて60分間分散処理を行うことにより重合体粒子を水中に分散させ、内径24mmの遠心管に入れて遠心分離機を用いてKファクタ6943、回転時間30分間の条件で遠心分離した後、上澄み液を回収したときに、上澄み液中における非揮発成分（重合体粒子がシード重合で製造されたものである場合には副生成物（乳化重合生成物）に相当）の濃度が、1.0重量%未満であることが好ましく、0.5重量%未満であることがより好ましく、0.3重量%未満であることがさらに好ましい。これにより、重合体粒子同士の表面に存在する副生成物（乳化重合生成物）等の量の差を少なくすることができるので、重合体粒子をバインダー（特に、高SP値有機溶剤とバインダーとの混合物）に混合して使用する場合に、前記バインダー中での（特に、高SP値有機溶剤とバインダーとの混合物中での）重合体粒子の分散均一性をさらに向上させることができる。

10

【0039】

前記重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量は、 $3.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ であることがより好ましい。これにより、上記重合体粒子の高SP値有効溶媒に対する分散性をさらに向上させることができる。また、前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量は、 $4.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ であることがさらに好ましい。これにより、上記重合体粒子の分散均一性をさらに向上させることができる。

20

【0040】

前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量は、 $7.0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下であることがより好ましく、 $5.0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下であることがさらに好ましく、 $3.0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下であることが最も好ましい。これにより、上記重合体粒子の分散均一性をさらに向上させることができる。

【0041】

上記重合体粒子の粒子径の変動係数は、12.0%以下であることがより好ましく、10.0%以下であることがさらに好ましい。これにより、上記重合体粒子の分散均一性をさらに向上させることができる。

【0042】

なお、重合体粒子中におけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤及び他の界面活性剤の含有量は、例えば、液体クロマトグラフ質量分析法（LC-MS-MS）を用いて測定した重合体粒子中におけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤及び他の界面活性剤の含有量をそれぞれ、BET法（窒素吸着法）を用いて測定した重合体粒子の比表面積で割ることにより算出することができる。

30

【0043】

本発明の重合体粒子に含まれる界面活性剤は、当該重合体粒子の製造において使用した界面活性剤が残存したものである。このため、上記界面活性剤としては、重合体粒子の製造に通常使用されるあらゆる界面活性剤、例えば、後述する〔重合体粒子の製造方法〕の項に記載のようなポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤、ポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤、ポリオキシエチレン鎖を有するカチオン性界面活性剤、ポリオキシエチレン鎖を有する両イオン性界面活性剤を挙げることができる。また、本発明の重合体粒子に含まれる界面活性剤は、アニオン性界面活性剤及びノニオン性界面活性剤の少なくとも一方を含むことが好ましく、アニオン性界面活性剤を含むことがより好ましい。本発明の重合体粒子がアニオン性界面活性剤を含む場合、重合反応時の分散安定性を確保することができる。これに対し、本発明の重合体粒子に含まれる界面活性剤がノニオン性界面活性剤のみである場合、重合反応時にノニオン性界面活性剤のみが存在することになり、重合反応時に著しい凝集が発生する場合がある。

40

【0044】

また、本発明の重合体粒子に含まれるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤は、ポ

50

リオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤及びポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤の少なくとも一方を含むことが好ましく、ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤を含むことがより好ましい。本発明の重合体粒子がポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤を含む場合、重合反応時の分散安定性を確保することができる。これに対し、本発明の重合体粒子に含まれるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤がポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤のみである場合、重合反応時に存在するポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤がポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤のみが存在することになり、重合反応時に著しい凝集が発生する場合がある。

【0045】

本発明の重合体粒子を構成する重合体は、例えば、ビニル系単量体の重合体である。上記ビニル系単量体としては、1つのエチレン性不飽和基を有する単官能ビニル系単量体と、2つ以上のエチレン性不飽和基を有する多官能ビニル系単量体を挙げるができる。

【0046】

上記単官能ビニル系単量体としては、例えば、(メタ)アクリル酸エステル系単量体；スチレン系単量体(芳香族ビニル系単量体)；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、パーサチック酸ビニル等の飽和脂肪酸ビニル系単量体；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のシアン化ビニル系単量体；アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、シトラコン酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸等のエチレン性不飽和カルボン酸；無水マレイン酸等のエチレン性不飽和カルボン酸無水物；モノブチルマレイン酸等のエチレン性不飽和ジカルボン酸モノアルキルエステル；上記エチレン性不飽和カルボン酸やエチレン性不飽和ジカルボン酸モノアルキルエステルのアンモニウム塩又はアルカリ金属塩等のエチレン性不飽和カルボン酸塩類；アクリルアミド、メタクリルアミド、ジアセトンアクリルアミド等のエチレン性不飽和カルボン酸アミド類；N-メチロールアクリルアミド、N-メチロールメタクリルアミド、メチロール化ジアセトンアクリルアミド、及び、これら単量体と炭素数1~8のアルコール類とのエーテル化物(例えば、N-イソブトキシメチルアクリルアミド)等のエチレン性不飽和カルボン酸アミド類のメチロール化物及びその誘導体等が挙げられる。

【0047】

上記(メタ)アクリル酸エステル系単量体としては、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸n-オクチル、アクリル酸イソノニル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸ステアリル等のアクリル酸アルキル系単量体；メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸n-ブチル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ステアリル等のメタクリル酸アルキル系単量体；グリシジルアクリレート、グリシジルメタクリレート等のエポキシ基(グリシジル基)を有する(メタ)アクリル酸エステル；2-ヒドロキシエチルメタクリレート、2-ヒドロキシプロピルアクリレート等のヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート；ジメチルアミノエチルメタクリレート、ジエチルアミノエチルメタクリレート等のアミノ基を有する(メタ)アクリル酸エステル等が挙げられる。上記(メタ)アクリル酸エステル系単量体は、アクリル酸アルキル系単量体及びメタクリル酸アルキル系単量体の少なくとも一方を含むことが好ましい。なお、本出願書類において、「(メタ)アクリレート」はアクリレート又はメタクリレートを意味し、「(メタ)アクリル」はアクリル又はメタクリルを意味するものとする。

【0048】

上記スチレン系単量体としては、スチレン、 α -メチルスチレン、ビニルトルエン、エチルビニルベンゼン等が挙げられる。

【0049】

上記多官能ビニル系単量体としては、例えば、(メタ)アクリル酸アリル、ジビニルベンゼン、ジアリルフタレート、トリアリルシアヌレート、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ジエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、プロピレングリコールジ

10

20

30

40

50

(メタ)アクリレート、トリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート等が挙げられる。

【0050】

上記したビニル系単量体は、1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

【0051】

上記重合体粒子は、(メタ)アクリル系重合体、スチレン系重合体、及び(メタ)アクリル-スチレン系共重合体の少なくとも1つで構成されることが好ましい。これにより、光透過性の高い重合体粒子を実現できる。上記(メタ)アクリル系重合体は、(メタ)アクリル酸エステル系単量体の重合体、または、(メタ)アクリル酸エステル系単量体と、(メタ)アクリル酸エステル系単量体及びスチレン系単量体以外のビニル系単量体との共重合体である。上記スチレン系重合体は、スチレン系単量体の重合体、または、スチレン系単量体と、(メタ)アクリル酸エステル系単量体及びスチレン系単量体以外のビニル系単量体の共重合体である。また、上記(メタ)アクリル-スチレン系共重合体は、(メタ)アクリル酸エステル系単量体とスチレン系単量体との共重合体、または、(メタ)アクリル酸エステル系単量体と、スチレン系単量体と、(メタ)アクリル酸エステル系単量体及びスチレン系単量体以外のビニル系単量体との共重合体である。上記重合体粒子は、これらの中でも(メタ)アクリル-スチレン系共重合体で構成されることが、光拡散性及び防眩性の点で好ましい。

【0052】

上記重合体粒子を構成する重合体は、上記単官能ビニル系単量体と上記多官能ビニル系単量体との共重合体(架橋重合体)であることが好ましい。したがって、上記重合体粒子を構成する重合体は、(メタ)アクリル-スチレン系架橋共重合体であることが、光拡散性及び防眩性の点で特に好ましい。例えば、上記重合体における上記多官能ビニル系単量体に由来する構成単位の量は、上記重合体100重量%に対して5~50重量%の範囲内であることが好ましい。上記多官能ビニル系単量体に由来する構成単位の量が上記範囲より少ない場合、上記重合体の架橋度が低くなる。その結果、重合体粒子をバインダーと混合して樹脂組成物として塗工する場合に、重合体粒子が膨潤して樹脂組成物の粘度上昇が起こり塗工の作業性が低下する恐れがある。さらに、上記重合体の架橋度が低くなる結果、重合体粒子をバインダーと混合して成形する用途(いわゆる練り込み用途)において混合時や成形時に重合体粒子に熱をかけたときに、重合体粒子が溶解又は変形しやすくなる。上記多官能ビニル系単量体に由来する構成単位の量が上記範囲より多い場合、上記多官能ビニル系単量体の使用量に見合った効果の向上が認められず、生産コストが上昇する場合がある。

【0053】

本発明の重合体粒子のゲル分率は、90%以上であることが好ましく、97%以上であることがより好ましい。ゲル分率が90%未満であると、十分な耐溶剤性が確保できないため、例えば、重合体粒子をバインダーと共に有機溶剤と混合してフィルム基材上に塗工して、防眩フィルムや光拡散フィルム等の光学フィルムとする場合において、有機溶剤に重合体粒子が溶解してしまい、光拡散性や防眩性等の光学特性が十分に得られないおそれがある。なお、本出願書類において、ゲル分率は、例えば実施例の項に記載の方法によって測定されたゲル分率を指すものとする。

【0054】

本発明の重合体粒子の屈折率は、1.490~1.600であることが好ましい。これにより、上記構成の重合体粒子は、防眩フィルムや光拡散フィルム等の光学部材に使用されたときに、良好な光学特性(例えば、光透過性、防眩性、光拡散性等)を有する光学部材を実現できる。また、単独重合体の屈折率が高い単量体(例えばスチレン系単量体)に親水性の高い単量体を添加することにより製造された重合体粒子は、親水性の高い単量体が一般的に単独重合体の屈折率が低い(例えば1.488以下)ために、親水性の高い単

10

20

30

40

50

量体を添加することなく製造された重合体粒子と比較して屈折率が低い。そのため、そのような構成の重合体粒子では、屈折率が1.570～1.600の重合体粒子を実現するのは難しい。これに対し、本発明の重合体粒子は、親水性の高い単量体の添加を必要としないので、屈折率が1.570～1.600の重合体粒子を容易に実現できる。

【0055】

また、上記重合体粒子の体積平均粒子径は、0.5～100 μmであることが好ましく、1～30 μmの範囲内であることがより好ましい。これにより、防眩フィルムや光拡散フィルム等の光学部材に重合体粒子を使用したときに、光学部材の防眩性や光拡散性等の光学特性を向上させることができる。なお、本出願書類において、重合体粒子の体積平均粒子径は、コールター法、例えば実施例の項に記載の方法によって測定された体積基準の粒度分布の算術平均を指すものとする。

10

【0056】

上記重合体粒子は、界面活性剤の存在下で、特にポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤の存在下で重合することによって得られたものであることが好ましく、ビニル系単量体を種粒子に吸収させて、界面活性剤の存在下で、特にポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤の存在下で重合する（すなわち、シード重合する）ことによって得られたものであることがより好ましい。シード重合により得られる重合体粒子は、粒子径のばらつきが少ないため、これにより、防眩フィルムや光拡散フィルム等の光学部材に使用されたときに、光学部材の防眩性や光拡散性等の光学特性を向上させることができる。

20

【0057】

〔重合体粒子の製造方法〕

本発明の重合体粒子は、本発明の製造方法によって製造できる。

【0058】

本発明の重合体粒子の製造方法は、液状の媒体中、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤の存在下で、ビニル系単量体を重合させて、前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む重合体粒子と前記媒体とを含む粗生成物を得る重合工程と、濾過器に前記粗生成物を投入し、投入した前記粗生成物に含まれる媒体を前記濾過器の濾材に通過させる一方、前記粗生成物に含まれる重合体粒子を前記濾材上に保持させる固液分離工程と、前記重合体粒子を前記濾材上に保持した前記濾過器に洗浄液を投入し、前記洗浄液を前記重合体粒子と接触させて、前記重合体粒子と接触した前記洗浄液を前記濾材に通過させることによって、前記洗浄液で洗浄された重合体粒子を前記濾材上に得る洗浄工程とを含む。本発明の製造方法は、前述した本発明の重合体粒子を製造する方法として好適である。

30

【0059】

以下、本発明の製造方法の各工程について、詳述する。

【0060】

〔重合工程〕

重合工程では、液状の媒体中、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤の存在下で、ビニル系単量体を重合させて、前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む重合体粒子と前記媒体とを含む粗生成物を得る。

40

【0061】

液状の媒体（粗生成物に含まれる媒体）としては、水性媒体が好ましく、例えば、水；メチルアルコール、エチルアルコール等の低級アルコール（炭素数5以下のアルコール）；水と低級アルコールとの混合物等が挙げられる。

【0062】

また、上記重合工程において、上記界面活性剤は、液状の媒体中でのビニル系単量体の分散を安定化させる。上記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤としては、ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤、ポリオキシエチレン鎖を有するカチオン性界面活性剤、ポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤、及びポリオキシエチ

50

レン鎖を有する両イオン性界面活性剤の何れをも用いることができるが、上記重合工程において、液状の媒体中でのビニル系単量体の分散をより安定に確保することができ、且つ粒子径の揃った重合体粒子を得ることができることから、ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤及びポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤の少なくとも一方を用いることが好ましい。上記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤として、ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤を少なくとも用いることがより好ましい。これにより、重合反応時の分散安定性を確保することができる。これに対し、上記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤として、ポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤のみを使用した場合、重合反応時に著しい凝集が発生する場合がある。

【 0 0 6 3 】

上記ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤としては、脂肪酸塩型、硫酸エステル塩型、スルホン酸塩型、リン酸エステル塩型、リン酸エステル型等公知のアニオン性界面活性剤をいずれも用いることができ、例えば、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩；ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム等のポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩；ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル；ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸エステルアンモニウム等のポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸エステル塩；ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸塩（例えばポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウム）等のポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルリン酸塩；ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテルリン酸エステル；ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸エステル等が挙げられる。これらのポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤は1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

【 0 0 6 4 】

上記ポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤としては、エステル型、エーテル型、エステル・エーテル型等の公知のノニオン性界面活性剤をいずれも用いることができ、例えば、ポリオキシエチレントリデシルエーテル等のポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル等のポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビタンなどのポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、オキシエチレン-オキシプロピレンブロック重合体等が挙げられる。これらのポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤は1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

【 0 0 6 5 】

上記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤は、1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。上記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤としては、液温25℃の水に対する溶解度が、0.3g/100ml～5.0g/100mlのものが好ましく、0.5g/100ml～3.0g/100mlのものがより好ましい。上記溶解度が0.3g/100ml未満のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を使用すると、上記重合工程において、上記液状の媒体が水性媒体である場合に、当該水性媒体中でビニル系単量体が安定に分散しないおそれがあり、また、当該界面活性剤の水への溶出が困難であることから、重合体粒子を洗浄する後述の洗浄工程において、多量の洗浄液を必要とし、生産性の面で好ましくない。一方、上記溶解度が5.0g/100mlを超えるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤は、疎水基の効力が乏しく、水性媒体中でビニル系単量体の分散を安定化させる効果に乏しいことから、当該ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を使用すると、上記重合工程において、上記液状の媒体が水性媒体である場合に、当該水性媒体中でのビニル系単量体の分散を安定化させるために、多量のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を必要とし、生産性の面で好ましくない。

【 0 0 6 6 】

上記界面活性剤は、他の界面活性剤（ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤以外の

10

20

30

40

50

界面活性剤、すなわちポリオキシエチレン鎖を有しない界面活性剤)を含んでいてもよい。上記他の界面活性剤としては、ポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤、ポリオキシエチレン鎖を有しないカチオン性界面活性剤、ポリオキシエチレン鎖を有しないノニオン性界面活性剤、及びポリオキシエチレン鎖を有しない両イオン性界面活性剤の何れをも用いることができるが、上記重合工程において、液状の媒体中でのビニル系単量体の分散をより安定に確保することができ、且つ粒子径の揃った重合体粒子を得ることができることから、ポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤及びポリオキシエチレン鎖を有しないノニオン性界面活性剤の少なくとも一方を用いることが好ましい。上記界面活性剤として、少なくともアニオン性界面活性剤を用いることがより好ましい。これにより、重合反応時の分散安定性を確保することができる。これに対し、上記界面活性剤としてノニオン性界面活性剤のみを使用した場合、重合反応時に著しい凝集が発生する場合がある。

10

【0067】

上記ポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤としては、脂肪酸塩型、硫酸エステル塩型、スルホン酸塩型、リン酸エステル塩型等公知のアニオン性界面活性剤をいずれも用いることができ、例えば、オレイン酸ナトリウム、ヒマシ油カリ石鹼等の脂肪酸石鹼；ラウリル硫酸塩（例えば、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸アンモニウム等）等のアルキル硫酸エステル塩；ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム等のアルキルベンゼンスルホン酸塩；アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルカンスルホン酸塩、ジ（2-エチルヘキシル）スルホコハク酸塩（ナトリウム塩）、ジオクチルスルホコハク酸塩（ナトリウム塩）等のジアルキルスルホコハク酸塩；アルケニルコハク酸塩（ジカリウム塩）；アルキルリン酸エステル塩；ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物等が挙げられる。これらのポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤は1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

20

【0068】

上記ポリオキシエチレン鎖を有しないノニオン性界面活性剤としては、エステル型、エーテル型、エステル・エーテル型等の公知のノニオン性界面活性剤をいずれも用いることができ、例えば、アルキレン基の炭素数が3以上であるポリオキシアルキレントリデシルエーテルなどのポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル等が挙げられる。これらのポリオキシエチレン鎖を有しないノニオン性界面活性剤は1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

30

【0069】

上記ポリオキシエチレン鎖を有しないカチオン性界面活性剤としては、アミン塩型、第4級アンモニウム塩型等の公知のカチオン性界面活性剤をいずれも用いることができるが、水溶性のカチオン性界面活性剤がその取扱い上から有利である。上記ポリオキシエチレン鎖を有しないカチオン性界面活性剤の具体例としては、ラウリルアミンアセテート、ステアリルアミンアセテート等のアルキルアミン塩；ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムクロライド、ココイルトリメチルアンモニウムクロライド、ドデシルトリメチルアンモニウムクロライド等のアルキルトリメチルアンモニウムクロライド；ヘキサデシルジメチルベンジルアンモニウムクロライド、ラウリルジメチルベンジルアンモニウムクロライド等のアルキルジメチルベンジルクロライド等が挙げられる。これらのポリオキシエチレン鎖を有しないカチオン性界面活性剤は1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

40

【0070】

上記ポリオキシエチレン鎖を有しない両イオン性界面活性剤としては、ラウリルジメチルアミンオキサライド、リン酸エステル系界面活性剤、亜リン酸エステル系界面活性剤等が挙げられる。これらのポリオキシエチレン鎖を有しない両イオン性界面活性剤は1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

【0071】

上記ポリオキシエチレン鎖を有しない界面活性剤は、1種を単独で用いてもよく、2種

50

以上を組み合わせ用いてもよい。上記ポリオキシエチレン鎖を有しない界面活性剤としては、液温25℃の水に対する溶解度が、0.3g/100ml以上～15.0g/100mlのものが好ましく、0.5g/100ml～5.0g/100mlのものがより好ましい。上記溶解度が0.3g/100ml未満のポリオキシエチレン鎖を有しない界面活性剤を使用すると、上記重合工程において、上記液状の媒体が水性媒体である場合に、当該水性媒体中でビニル系単量体が安定に分散しないおそれがあり、また、当該界面活性剤の水への溶出が困難であることから、重合体粒子を洗浄する後述の洗浄工程において、多量の洗浄液を必要とし、生産性の面で好ましくない。一方、上記溶解度が15.0g/100mlを超えるポリオキシエチレン鎖を有しない界面活性剤は、疎水基の効力が乏しく、水性媒体中でビニル系単量体の分散を安定化させる効果に乏しいことから、当該ポリ

10

【0072】

上記ビニル系単量体の重合における界面活性剤の使用量（界面活性剤としてポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤のみを使用する場合にはポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤の使用量、界面活性剤としてポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤と他の界面活性剤とを使用する場合にはポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤の使用量と他の界面活性剤の使用量との合計）は、

20

【0073】

ビニル系単量体の重合法としては、液状の媒体と界面活性剤を使用する公知の重合方法であれば特に限定されるものではなく、例えば、シード重合、乳化重合、懸濁重合等の方法が挙げられる。これら重合法のうち、得られる重合体粒子の粒子径のばらつきが最も少ないことから、シード重合が最も好ましい。

【0074】

上記乳化重合とは、液状の媒体と、この媒体に溶解し難いビニル系単量体と、界面活性剤（乳化剤）とを混合し、そこに媒体に溶解可能な重合開始剤を加えて重合を行う重合法である。上記乳化重合には、得られる重合体粒子の粒子径のばらつきが少ないという特徴がある。上記懸濁重合とは、ビニル系単量体と水等の水性媒体とを機械的に攪拌して、ビニル系単量体を水性媒体中に懸濁させて重合させる重合法である。上記懸濁重合には、粒子径が小さく、かつ粒子径が比較的整った重合体粒子を得ることができるという特徴がある。

30

【0075】

上記シード重合は、ビニル系単量体の重合を開始する際に、別途作製されたビニル系単量体の重合体からなる種（シード）粒子を入れて、重合を行う方法である。より詳細には、上記シード重合は、ビニル系単量体の重合体からなる重合体粒子を種粒子として用い、水性媒体中で上記種粒子にビニル系単量体を吸収させ、種粒子内でビニル系単量体を重合させる方法である。この方法では、種粒子を成長させることにより、元の種粒子よりも大きな粒子径の重合体粒子を得ることができる。上記した通り、ビニル系単量体の重合法としては、シード重合が最も好ましいことから、本発明の製造方法において、上記重合工程は、液状の媒体中、種粒子とポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤との存在下で、ビニル系単量体をシード重合させて、前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む重合体粒子と前記媒体とを含む粗生成物を得ることを含むことが好ましい。

40

【0076】

50

以下にシード重合の一般的な方法を述べるが、本発明の製造方法における重合法は、この方法に限定されるものではない。

【0077】

シード重合では、まず、ビニル系単量体と水性媒体とポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤とを含む乳化液（懸濁液）に種粒子を添加する。上記乳化液は、公知の方法により作製できる。例えば、ビニル系単量体とポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤とを水性媒体に添加し、ホモジナイザー、超音波処理機、ナノマイザー（登録商標）等の微細乳化機により分散させることで、乳化液を得ることができる。上記水性媒体としては、水、又は、水と有機溶媒（例えば、低級アルコール（炭素数5以下のアルコール））との混合物を用いることができる。

10

【0078】

上記シード重合における界面活性剤の使用量は、ビニル系単量体100重量部に対して0.01～5重量部の範囲内であることが好ましい。界面活性剤の使用量が上記範囲より少ない場合には、重合安定性が低くなる恐れがある。また、界面活性剤の使用量が上記範囲より多い場合には、コスト的に不経済である。

【0079】

種粒子は、そのまま乳化液に添加されてもよく、水性媒体に分散された形態で乳化液に添加されてもよい。種粒子が乳化液へ添加された後、ビニル系単量体が種粒子に吸収される。この吸収は、通常、乳化液を、室温（約20℃）で1～12時間攪拌することにより行うことができる。また、種粒子へのビニル系単量体の吸収を促進するために、乳化液を30～50℃程度に加熱してもよい。

20

【0080】

種粒子は、ビニル系単量体を吸収することにより膨潤する。ビニル系単量体と種粒子との混合比率は、種粒子1重量部に対して、ビニル系単量体が5～300重量部の範囲内であることが好ましく、50～250重量部の範囲内であることがより好ましい。ビニル系単量体の混合比率が上記範囲より小さくなると、重合による粒子径の増加が小さくなるので、製造効率が低下する。一方、ビニル系単量体の混合比率が上記範囲より大きくなると、ビニル系単量体が完全に種粒子に吸収されず、水性媒体中で独自に懸濁重合して、目的外の異常な粒子径の重合体粒子が生成されることがある。なお、種粒子へのビニル系単量体の吸収の終了は、光学顕微鏡の観察で粒子径の拡大を確認することにより判定できる。

30

【0081】

次に、種粒子に吸収されたビニル系単量体を重合させることにより、重合体粒子が得られる。なお、ビニル系単量体を種粒子に吸収させて重合させる工程を複数回繰り返すことにより重合体粒子を得てもよい。

【0082】

上記ビニル系単量体には、必要に応じて重合開始剤を添加していてもよい。上記重合開始剤は、上記重合開始剤をビニル系単量体に混合した後、得られた混合物を水性媒体中に分散させてもよいし、重合開始剤とビニル系単量体との両者を別々に水性媒体に分散させたものを混合してもよい。得られた乳化液中に存するビニル系単量体の液滴の粒子径は、種粒子の粒子径よりも小さい方が、ビニル系単量体が種粒子に効率よく吸収されるので好ましい。

40

【0083】

上記重合開始剤としては、特に限定されるものではないが、例えば、過酸化ベンゾイル、過酸化ラウロイル、*o*-クロロ過酸化ベンゾイル、*o*-メトキシ過酸化ベンゾイル、3,5,5-トリメチルヘキサノイルパーオキシド、*t*-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエート、ジ-*tert*-ブチルパーオキシド等の有機過酸化物；2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)、2,2'-アゾビス(2,3-ジメチルブチロニトリル)、2,2'-アゾビス(2-メチルブチロニトリル)、2,2'-アゾビス(2,3,3-トリメチルブチロニトリル)、2,2'-アゾビス(2-イソプロピルブチロニトリル)、1,1'-アゾビス(シク

50

ロヘキサン - 1 - カルボニトリル)、2, 2' - アゾビス(4 - メトキシ - 2, 4 - ジメチルバレロニトリル)、(2 - カルバモイルアゾ)イソブチロニトリル、4, 4' - アゾビス(4 - シアノバレリン酸)、ジメチル - 2, 2' - アゾビスイソブチレート等のアゾ化合物等が挙げられる。上記重合開始剤は、ビニル系単量体100重量部に対して、0.1 ~ 1.0重量部の範囲内で使用されることが好ましい。

【0084】

上記シード重合の重合温度は、ビニル系単量体の種類や、必要に応じて用いられる重合開始剤の種類に応じて適宜選択できる。上記シード重合の重合温度は、具体的には、25 ~ 110 であることが好ましく、50 ~ 100 であることがより好ましい。また、上記シード重合の重合時間は、1 ~ 12時間であることが好ましい。上記シード重合の重合反応は、重合に対して不活性な不活性ガス(例えば窒素)の雰囲気下で行ってもよい。なお、上記シード重合の重合反応は、ビニル系単量体及び必要に応じて用いられる重合開始剤が種粒子に完全に吸収された後に、昇温して行われるのが好ましい。

10

【0085】

上記シード重合においては、重合体粒子の分散安定性を向上させるために、高分子分散安定剤を重合反応系に添加してもよい。上記高分子分散安定剤としては、例えば、ポリビニルアルコール、ポリカルボン酸、セルロース類(ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等)、ポリビニルピロリドン等が挙げられる。また、上記高分子分散安定剤と、トリポリリン酸ナトリウム等の無機系水溶性高分子化合物とが併用されてもよい。これら高分子分散安定剤のうち、ポリビニルアルコール及びポリビニルピロリドンが好ましい。上記高分子分散安定剤の添加量は、ビニル系単量体100重量部に対して1 ~ 10重量部の範囲内であることが好ましい。

20

【0086】

また、上記重合反応における水性媒体中での乳化重合生成物(粒子径の小さすぎる重合体粒子)の発生を抑えるために、亜硝酸ナトリウム等の亜硝酸塩類、亜硫酸塩類、ハイドロキノン類、アスコルビン酸類、水溶性ビタミンB類、クエン酸、ポリフェノール類等の水溶性の重合禁止剤を水性媒体に添加してもよい。上記重合禁止剤の添加量は、ビニル系単量体100重量部に対して0.02 ~ 0.2重量部の範囲内であることが好ましい。

【0087】

なお、ビニル系単量体を重合して種粒子を得るための重合法については、特に限定されないが、分散重合、乳化重合、ソープフリー乳化重合(乳化剤としての界面活性剤を用いない乳化重合)、シード重合、懸濁重合等を用いることができる。シード重合によって略均一な粒子径の重合体粒子を得るためには、最初に略均一の粒子径の種粒子を使用し、これらの種粒子を略一様に成長させることが必要になる。原料となる略均一な粒子径の種粒子は、ビニル系単量体をソープフリー乳化重合(界面活性剤を使用しない乳化重合)及び分散重合等の重合法で重合することによって作ることができる。したがって、ビニル系単量体を重合して種粒子を得るための重合法としては、乳化重合、ソープフリー乳化重合、シード重合及び分散重合が好ましい。

30

【0088】

種粒子を得るための重合においても、必要に応じて重合開始剤が使用される。前記重合開始剤としては、例えば、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム等の過硫酸塩類; 過酸化ベンゾイル、過酸化ラウロイル、o - クロロ過酸化ベンゾイル、o - メトキシ過酸化ベンゾイル、3, 5, 5 - トリメチルヘキサノイルパーオキシド、tert - ブチルパーオキシ - 2 - エチルヘキサノエート、ジ - tert - ブチルパーオキシド等の有機過酸化物; 2, 2' - アゾビスイソブチロニトリル、1, 1' - アゾビスシクロヘキサンカルボニトリル、2, 2' - アゾビス(2, 4 - ジメチルバレロニトリル)等のアゾ系化合物等が挙げられる。上記重合開始剤の使用量は、種粒子を得るために使用するビニル系単量体100重量部に対して0.1 ~ 3重量部の範囲内であることが好ましい。上記重合開始剤の使用量の加減により、得られる種粒子の重量平均分子量を調整することができる。

40

50

【 0 0 8 9 】

種粒子を得るための重合においては、得られる種粒子の重量平均分子量を調整するために、分子量調整剤を使用してもよい。前記分子量調整剤としては、n - オクチルメルカプタン、tert - ドデシルメルカプタン等のメルカプタン類； - メチルスチレンダイマー； - テルピネン、ジベンテン等のテルペン類；クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン化炭化水素類等を使用できる。上記分子量調整剤の使用量の加減により、得られる種粒子の重量平均分子量を調整することができる。

【 0 0 9 0 】

〔 固液分離工程 〕

固液分離工程では、濾過器に前記粗生成物を投入し、投入した前記粗生成物に含まれる媒体を前記濾過器の濾材に通過させる一方、前記粗生成物に含まれる重合体粒子を前記濾材上に保持させる。

10

【 0 0 9 1 】

上記固液分離工程では、前記濾材を通過した前記媒体の単位時間当たりの量が、下記条件式(1)；

$$X \leq 5.50 \times A \quad \dots (1)$$

(式(1)中、Xは、前記濾材を通過した前記媒体の単位時間当たりの量(kg/min)を意味し、Aは、濾材と被濾過物との界面の面積(m²)を意味する)を満たす。

【 0 0 9 2 】

上記固液分離工程において、前記濾材を通過した前記媒体の単位時間当たりの量を、上記条件式(1)を満たすように制御することで、媒体と共に、粗生成物に含まれる、重合反応中に発生した副生成物(乳化重合生成物)、必要に応じて使用されるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤のうちで重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤、必要に応じて使用される他の界面活性剤、必要に応じて使用される高分子分散安定剤、必要に応じて使用される重合添加物(例えば重合禁止剤)等の不要成分を除去することができ、濾材上に残った重合体粒子における上記不要成分の残存量(具体的には、重合体粒子の表面への付着量)を減らすことができる。

20

【 0 0 9 3 】

上記固液分離工程において、前記濾過器としては、特に限定されないが、例えば、図1に示されるような、円柱状の内部空間を有する耐圧容器2と、この耐圧容器2の内底部に配置された濾材3と、圧縮気体(窒素等の不活性ガス、空気等)を耐圧容器内に供給する圧縮気体供給機(不図示)とを備える加圧濾過器1を挙げることができる。図1に示す加圧濾過器1では、耐圧容器2の円柱状の内部空間の底面の面積(図1(b)参照)が、濾材3と被濾過物(粗生成物P)との界面の面積と略同じとなる。

30

【 0 0 9 4 】

上記加圧濾過器1を用いた固液分離工程では、例えば、加圧濾過器1の耐圧容器2に粗生成物Pをスラリー溶液の形態で投入して、耐圧容器2内の濾材3上に粗生成物Pを充填し、圧縮気体供給機によって耐圧容器2内における濾材3の上側空間Sに圧縮気体を供給することによって耐圧容器2の内部における濾材3の上側空間Sを加圧する。これにより、粗生成物Pが濾材3に押し付けられて、粗生成物Pに含まれる液状の媒体が濾材3を通過し、その液状の媒体が濾液として耐圧容器2の外に排出される。そして、濾材3上に重合体粒子のケーキが残る。

40

【 0 0 9 5 】

前記耐圧容器2としては、例えば、ステンレス鋼製で、0.50MPa以上の耐圧性を備えているものが好ましい。

【 0 0 9 6 】

濾材3としては、重合体粒子を確実に捕集できるものであれば特に限定されず、例えば、天然繊維、合成繊維等からなる、織布、不織布等の濾布；焼結金属からなる金網；焼結金属からなる不織布；天然繊維、ガラス繊維等からなる濾過板(多孔板)；合成樹脂からなる網；濾紙；ガラス繊維フィルター等が挙げられるが、濾布が好ましい。

50

【 0 0 9 7 】

上記固液分離工程において、加圧濾過器 1 を使用して耐圧容器 2 内における濾材 3 の上側空間 S を加圧する際の加圧条件は、上記条件式 (1) を満たす圧力であれば、特に限定されないが、耐圧容器 2 の内圧が 0 . 0 1 M P a ~ 0 . 5 0 M P a の範囲内となるように加圧することが好ましい。なお、固体分離工程において、耐圧容器 2 の内圧は、加圧開始から固液分離工程の終了まで、上記条件式 (1) を満たすように、ほぼ一定に保たれていることが好ましいが、耐圧容器 2 の内圧は、加圧後、粗生成物 P に含まれる媒体が濾材 3 を通過するにつれて、耐圧容器 2 内の圧が徐々に低下する。具体的には、濾材 3 を通過する媒体が少なくなる、もしくはほぼ無くなると、耐圧容器 2 内の圧縮空気圧が底から抜け、耐圧容器 2 の内圧を加圧時の圧力に維持することが難しくなり、前記加圧時の圧力を下

10

【 0 0 9 8 】

また、上記固液分離工程では、濾過器 (加圧濾過器 1) に投入した粗生成物 P に含まれる媒体の量 (重合工程で得られた全ての粗生成物を濾過器に投入した場合は、重合工程で使用した媒体の量) 1 0 0 重量 % に対して、7 0 重量 % 以上の量の媒体を濾材 3 に通過させて、粗生成物 P に含まれる媒体を除去することが好ましい。上記固液分離工程において、濾過器 (加圧濾過器 1) に投入した粗生成物 P に含まれる媒体の量 1 0 0 重量 % に対して、7 0 重量 % 以上の量の媒体を濾材 3 に通過させることで、濾材 3 上に残った重合体粒子表面に付着した、重合反応中に発生した副生成物 (乳化重合生成物) 、必要に応じて使用されるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤のうちで重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤、必要に応じて使用される他の界面活性剤、必要に応じて使用される高分子分散安定剤、必要に応じて使用される重合添加物 (例えば重合禁止剤) 等の不要成分を媒体と共に十分に除去することができ、重合体粒子における上記不要成分の残存量を減らすことができる。上記固液分離工程において濾材 3 に通過させる媒体の量 (排出量) が、粗生成物 P に含まれる媒体の量 1 0 0 重量 % に対して 7 0 重量 % 未満である場合には、重合反応中に発生した副生成物 (乳化重合生成物) 、必要に応じて使用されるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤のうちで重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤、必要に応じて使用される他の界面活性剤、必要に応じて使用される高分子分散安定剤、必要に応じて使用される重合添加物 (例えば重合禁止剤) 等の不要成分を十分に取り除くことができない

20

30

【 0 0 9 9 】

例えば、上記固液分離工程において、濾過器として、加圧濾過器 1 を使用した場合は、当該固液分離工程は、加圧濾過器 1 に投入した粗生成物 P に含まれる媒体の量 (重合工程で得られた全ての粗生成物 P を加圧濾過器 1 に投入した場合は、重合工程で使用した媒体の量) 1 0 0 重量 % に対して、7 0 重量 % 以上の量の媒体が濾材 3 を通過し、且つ、耐圧容器 2 の内圧が、加圧時の圧力の 2 / 3 以下になったときに、終了することが好ましい。これにより、濾材 3 上に残った重合体粒子における、重合反応中に発生した副生成物 (乳化重合生成物) 、必要に応じて使用されるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤のうちで重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤、必要に応じて使用される他の界面活性剤、必要に応じて使用される高分子分散安定剤、必要に応じて使用される重合添加物 (例えば重合禁止剤) 等の不要成分の残存量を確実に減らすことができる。

40

【 0 1 0 0 】

〔 洗 浄 工 程 〕

洗浄工程では、前記重合体粒子を前記濾材上に保持した前記濾過器に洗浄液を投入し、前記洗浄液を前記重合体粒子と接触させて、前記重合体粒子と接触した前記洗浄液を前記濾材に通過させることによって、前記洗浄液で洗浄された重合体粒子を前記濾材上に得る。

【 0 1 0 1 】

50

前記洗浄工程では、前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量が、下記条件式(2)；

$$2.50 \times A < Y < 8.50 \times A \quad \dots (2)$$

(式(2)中、Yは、前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量(kg/min)を意味し、Aは、濾材と被濾過物との界面の面積(m²)を意味する。)を満たす。前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量Yが、2.50×Aより少ない場合には、洗浄工程に時間がかかり過ぎてしまい、生産性が低くなるおそれがある。前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量Yが、8.50×Aより多い場合には、重合体粒子と洗浄液とが接している時間が短いために、重合体粒子の表面に付着した、重合反応中に発生した副生成物(乳化重合生成物)、必要に応じて使用されるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤のうちで重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤、必要に応じて使用される他の界面活性剤、必要に応じて使用される高分子分散安定剤、必要に応じて使用される重合添加物(例えば重合禁止剤)等の不要成分が十分に取り除かれず、最終的に得られる重合体粒子に上記不要成分が多量に残存してしまうおそれがある。

【0102】

また、前記洗浄工程における前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量は、前記洗浄液を濾材に通過させることによる前記重合体粒子の洗浄の開始から終了まで、平均して、下記条件式(3)；

$$2.50 \times A < Y < 8.50 \times A \quad \dots (3)$$

(式(3)中、Yは前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量(kg/min)を意味し、Aは、濾材と被濾過物との界面の面積(m²)を意味する。)を満たすことが好ましい。前記洗浄工程における前記濾材を通過した前記洗浄液の単位時間当たりの量が、平均して、上記条件式(3)を満たす場合、効率よく、重合体粒子の表面に付着した、重合反応中に発生した副生成物(乳化重合生成物)、必要に応じて使用されるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤のうちで重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤、必要に応じて使用される他の界面活性剤、必要に応じて使用される高分子分散安定剤、必要に応じて使用される重合添加物(例えば重合禁止剤)等の不要成分を十分に取り除いて、最終的に得られる重合体粒子における上記不要成分の残存量を減らすことができる。

【0103】

例えば、上記固液分離工程において図1に示すような加圧濾過器1を用いた場合、濾材3上に残った重合体粒子のケーキを、そのまま、濾材3上に保持させたままで、洗浄液を耐圧容器2内に供給することによって前記ケーキと洗浄液を接触させ、圧縮気体供給機によって耐圧容器2内における濾材3の上側空間Sに圧縮気体を供給することにより濾材3の上側空間Sを加圧する。これにより、前記ケーキが洗浄液に接触して洗浄され、そして、洗浄後の洗浄液が濾液として耐圧容器2の外へ排出される。なお、洗浄液を供給した後、加圧を行う前に、攪拌機を用いて耐圧容器2内に供給した洗浄液を前記ケーキと混合することでスラリー化してもよい。また、洗浄用の洗浄液を供給する前に、攪拌機を用いて、ケーキのクラックを修復してもよい。これにより、洗浄液のショートパスがなくなり、効率的な洗浄が行える。

【0104】

上記洗浄工程において、加圧濾過器1を使用して耐圧容器2内における濾材3の上側空間Sを加圧する際の加圧条件は、上記条件式(2)を満たす圧力であれば、特に限定されないが、耐圧容器2の内圧が0.01MPa~0.50MPaの範囲内となるように加圧することが好ましい。また、濾材3の上側空間Sは、0.01~0.30MPa/minの速度で加圧されることが好ましい。なお、洗浄工程において、耐圧容器2の内圧は、加圧開始から洗浄工程の終了まで、上記条件式(2)を満たすように、ほぼ一定に保たれていることが好ましいが、耐圧容器2の内圧は、加圧後、耐圧容器2に投入した洗浄液が濾材3を通過するにつれて、耐圧容器2内の圧が徐々に低下する。具体的には、濾材3を通

10

20

30

40

50

過する洗浄液が少なくなる、もしくはほぼ無くなると、耐圧容器 2 内の圧縮空気圧が底から抜け、耐圧容器 2 の内圧を加圧時の圧力に維持することが難しくなり、前記加圧時の圧力を下回ることとなる。

【 0 1 0 5 】

前記洗浄工程において使用する洗浄液としては、水性媒体が好ましく、例えば、水；メチルアルコール、エチルアルコール等の低級アルコール（炭素数 5 以下のアルコール）；水と低級アルコールとの混合物等が挙げられるが、上記重合工程で使用した媒体と同様のものを用いることが好ましい。

【 0 1 0 6 】

洗浄工程で用いる洗浄液の重量は、上記重合工程で少なくとも 1 種類の他の界面活性剤を使用するか否かにかかわらず、濾材 3 上に保持されている重合体粒子の重量（固液分離工程において重合工程で得られた全ての粗生成物を濾過器に投入した場合は、重合工程で使用したビニル系単量体の総量）の 9 倍以上 18 倍以下である。洗浄工程で用いる洗浄液の重量が、濾材 3 上に保持されている重合体粒子の重量の 9 倍未満であると、重合体粒子に含まれる、重合反応中に発生した副生成物（乳化重合生成物）、必要に応じて使用されるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤のうちで重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤、必要に応じて使用される他の界面活性剤、必要に応じて使用される高分子分散安定剤、必要に応じて使用される重合添加物（例えば重合禁止剤）等の不要成分の除去が不十分となり、所望の重合体粒子（特に、前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が $10.0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下である重合体粒子）が得られないおそれがある。洗浄工程で用いる洗浄液の重量が、濾材 3 上に保持されている重合体粒子の重量の 18 倍以下であることにより、洗浄工程において、余剰でない分（重合体粒子表面の修飾に寄与する分）のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤が溶出することを防止して、前記重合体粒子の単位表面積あたりにおける前記ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が 2.0 g/m^2 以上である重合体粒子を確実に得ることができる。したがって、高 S P 値有機溶媒に対する分散性に優れた重合体粒子を確実に得ることができる。

【 0 1 0 7 】

また、上記重合工程で少なくとも 1 種類の他の界面活性剤を使用する場合、洗浄工程で用いる洗浄液の重量 B (kg) は、上記重合工程で使用した他の界面活性剤の種類毎に以下の算出式 (4) により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L (kg) の合計量 B_L (上記重合工程で 1 種類の他の界面活性剤を使用する場合には B_L に等しい) (kg) 以上であり、上記重合工程で使用した他の界面活性剤の種類毎に以下の算出式 (5) により算出した洗浄液の重量の上限値 B_H (kg) の合計量 B_H (上記重合工程で 1 種類の他の界面活性剤を使用する場合には B_H に等しい) 以下であることが好ましい。すなわち、洗浄工程で用いる洗浄液の重量 B (kg) は、以下の不等式 (6) を満たすことが好ましい。上記重合工程で 1 種類の他の界面活性剤を使用する場合には、以下の不等式 (6) は、以下の不等式 (7) となる。

【 0 1 0 8 】

$$B_L = (C \div D) \times 1.8 \dots (4)$$

$$B_H = (C \div D) \times 2.3 \dots (5)$$

$$B_L \leq B \leq B_H \dots (6)$$

$$B_L \leq B \leq B_H \dots (7)$$

(式 (4) 及び式 (5) 中において、 C は 1 種の他の界面活性剤の使用量 (g) を表し、 D は液温 25 の洗浄液に対する前記 1 種の他の界面活性剤の溶解度 (g / 100 ml) を表す)

【 0 1 0 9 】

洗浄工程で用いる洗浄液の重量が、上記重合工程で使用した他の界面活性剤の種類毎に上記算出式 (4) により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L (kg) の合計量 B_L (kg) 以上であると、重合体粒子中における、重合体粒子の表面に付着した、重合反応中に

10

20

30

40

50

発生した副生成物（乳化重合生成物）、必要に応じて使用されるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤のうちで重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤、必要に応じて使用される他の界面活性剤、必要に応じて使用される高分子分散安定剤、必要に応じて使用される重合添加物（例えば重合禁止剤）等の不要成分の含有量をさらに、低減させることができる。ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤及び他の界面活性剤の両方を含む界面活性剤の存在下で重合を行う場合、洗浄工程で用いる洗浄液の重量が、上記重合工程で使用した他の界面活性剤の種類毎に上記算出式（5）により算出した洗浄液の重量の上限値 B_H (kg) の合計量 B_H (kg) を超えると、余剰でない分（重合体粒子表面の修飾に寄与する分）のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤も、徐々に溶出してしまい、重合体粒子表面におけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤による修飾量が不均一になってしまう。

10

【0110】

また、洗浄に用いる洗浄液の温度は、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤及び他の界面活性剤が十分に溶出する温度であることが好ましく、例えば、40～80 であることが好ましく、50～80 であることがより好ましい。なお、洗浄液を上記温度に加熱して洗浄を行う方法としては、加熱した洗浄液を濾過器（例えば、加圧濾過器1の耐压容器2）に供給する方法を用いてもよく、洗浄液を濾過器に供給した後、濾過器の周囲に配設したヒータジャケットによって洗浄液を加熱する方法を用いてもよい。

【0111】

上記洗浄工程は、濾材3を通過した洗浄液の導電率が、濾過器（加圧濾過器1）に投入する前の洗浄液の導電率の2.0倍以下となり、且つ、耐压容器2の内圧が、加圧時の圧力の2/3以下になったときに終了することが好ましい。濾材3を通過した洗浄液の導電率が、濾過器（加圧濾過器1）に投入する前の洗浄液の導電率の2.0倍以下となるまで、洗浄液を耐压容器2に投入することで、最終的に得られる重合体粒子に含まれる、重合反応中に発生した副生成物（乳化重合生成物）、必要に応じて使用されるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤のうちで重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤、必要に応じて使用される他の界面活性剤、必要に応じて使用される高分子分散安定剤、必要に応じて使用される重合添加物（例えば重合禁止剤）等の不要成分の残存量を確実に減らすことができる。また、耐压容器2の内圧が、加圧時の圧力の2/3以下となるまで、耐压容器2に投入した洗浄液を濾材3に通過させること

20

30

【0112】

洗浄工程で得られた重合体粒子は、真空乾燥機で乾燥することによって、洗浄液をほぼ完全に除去し、必要に応じて分級（好ましくは、気流分級）することによって、製品として利用可能な重合体粒子とすることができる。

【0113】

上記した重合体粒子の製造方法によれば、固液分離工程において、濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量が条件式（1）を満たし、洗浄工程において、濾材を通過した洗浄液の単位時間当たりの量が条件式（2）を満たし、尚且つ、その洗浄工程において、濾材上に保持された重合体粒子の重量の9倍以上18倍以下の重量の洗浄液を用いることから、重合工程において重合体粒子に付着したポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を含む界面活性剤（重合体粒子表面の修飾に寄与しない分）を、媒体及び洗浄液と共に適量（重合体粒子表面の修飾に寄与しない余剰のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の量）除去することができる。さらに、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤及び他の界面活性剤の両方を含む界面活性剤の存在下で重合を行う場合、他の界面活性剤の大部分を、媒体及び洗浄液と共に十分に除去することができる。その結果、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量（残存量）が適量（特に $2.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ ）であり、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量（残存量）が極めて少ない（特に $10.0 \times 10^{-5} \text{ g/m}$

40

50

²以下である)、分散性及び分散均一性に優れた重合体粒子を得ることができる。

【0114】

さらに、上記製造方法によれば、重合反応中に発生した副生成物(乳化重合生成物)、必要に応じて使用される高分子分散安定剤、必要に応じて使用される重合添加物(例えば重合禁止剤)等の不要成分も固液分離工程及び洗浄工程で多量に除去される。このため、上記製造方法で得られる重合体粒子は、これらの不要成分の量も少ないものとなり得る。

【0115】

〔重合体粒子の用途〕

本発明の重合体粒子は、防眩フィルムや光拡散フィルム等の光学フィルムや光拡散体等の光学部材用として好適であり、特に防眩部材用として好適である。

10

【0116】

〔光学フィルム〕

本発明の光学フィルムは、本発明の重合体粒子と、バインダーとを含むコーティング用樹脂組成物を、フィルム基材上に塗工してなる。本発明の光学フィルムは、例えば、バインダー中に上記重合体粒子を分散させてコーティング用樹脂組成物を得て、得られたコーティング用樹脂組成物をフィルム基材上に塗工して、上記コーティング用樹脂組成物からなる塗膜を上記フィルム基材上に形成することにより得られる。

【0117】

上記バインダーとしては、透明性、重合体粒子分散性、耐光性、耐湿性及び耐熱性等の要求される特性に応じて、当該分野において使用されるものであれば特に限定されるものではない。上記バインダーとしては、例えば、(メタ)アクリル系樹脂; (メタ)アクリル-ウレタン系樹脂; ウレタン系樹脂; ポリ塩化ビニル系樹脂; ポリ塩化ビニリデン系樹脂; メラミン系樹脂; スチレン系樹脂; アルキド系樹脂; フェノール系樹脂; エポキシ系樹脂; ポリエステル系樹脂; アルキルポリシロキサン系樹脂等のシリコーン系樹脂; (メタ)アクリル-シリコーン系樹脂、シリコーン-アルキド系樹脂、シリコーン-ウレタン系樹脂、シリコーン-ポリエステル樹脂等の変性シリコーン樹脂; ポリフッ化ビニリデン、フルオロオレフィンビニルエーテル重合体等のフッ素系樹脂等のバインダー樹脂が挙げられる。

20

【0118】

上記バインダー樹脂は、コーティング用樹脂組成物の耐久性を向上させる観点から、架橋反応により架橋構造を形成できる硬化性樹脂であることが好ましい。上記硬化性樹脂は、種々の硬化条件で硬化させることができる。上記硬化性樹脂は、硬化のタイプにより、紫外線硬化性樹脂、電子線硬化性樹脂等の電離放射線硬化性樹脂、熱硬化性樹脂、温気硬化性樹脂等に分類される。

30

【0119】

上記熱硬化性樹脂としては、アクリルポリオールとイソシアネートプレ重合体とからなる熱硬化型ウレタン樹脂、フェノール樹脂、尿素メラミン樹脂、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、シリコーン樹脂等が挙げられる。

【0120】

上記電離放射線硬化性樹脂としては、多価アルコール多官能(メタ)アクリレート等のような多官能(メタ)アクリレート樹脂; ジイソシアネート、多価アルコール、及びヒドロキシ基を有する(メタ)アクリル酸エステル等から合成されるような多官能ウレタンアクリレート樹脂等が挙げられる。上記電離放射線硬化性樹脂としては、多官能(メタ)アクリレート樹脂が好ましく、1分子中に3個以上の(メタ)アクリロイル基を有する多価アルコール多官能(メタ)アクリレートがより好ましい。1分子中に3個以上の(メタ)アクリロイル基を有する多価アルコール多官能(メタ)アクリレートとしては、具体的には、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、トリメチロールエタントリ(メタ)アクリレート、1,2,4-シクロヘキサントリ(メタ)アクリレート、ペンタグリセロールトリアクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールトリアクリレート、

40

50

ジペンタエリスリトールペンタアクリレート、ジペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、トリペンタエリスリトールトリアクリレート、トリペンタエリスリトールヘキサアクリレート等が挙げられる。上記電離放射線硬化性樹脂は、二種類以上を併用してもよい。

【0121】

上記電離放射線硬化性樹脂としては、これらの他にも、アクリレート系の官能基を有するポリエーテル樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、アルキッド樹脂、スピロアセタール樹脂、ポリブタジエン樹脂、ポリチオールポリエン樹脂等も使用できる。

【0122】

上記電離放射線硬化性樹脂のうち紫外線硬化性樹脂を用いる場合、紫外線硬化性樹脂に光重合開始剤を加えてバインダーとする。上記光重合開始剤は、どのようなものを用いてもよいが、用いる紫外線硬化性樹脂にあったものを用いることが好ましい。

10

【0123】

上記光重合開始剤としては、アセトフェノン類、ベンゾイン類、ベンゾフェノン類、ホスフィンオキシド類、ケタール類、 α -ヒドロキシアルキルフェノン類、 α -アミノアルキルフェノン、アントラキノン類、チオキサントン類、アゾ化合物、過酸化物類(特開2001-139663号公報等に記載)、2,3-ジアルキルジオン化合物類、ジスルフィド化合物類、フルオロアミン化合物類、芳香族スルホニウム類、オニウム塩類、ポレート塩、活性ハロゲン化合物、 α -アシルオキシムエステル等が挙げられる。

【0124】

上記アセトフェノン類としては、例えば、アセトフェノン、2,2-ジエトキシアセトフェノン、p-ジメチルアセトフェノン、1-ヒドロキシジメチルフェニルケトン、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-メチル-4-メチルチオ-2-モルフォリノプロピオフェノン、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルフォリノフェニル)-ブタノン等が挙げられる。上記ベンゾイン類としては、例えば、ベンゾイン、ベンゾインベンゾエート、ベンゾインベンゼンスルホン酸エステル、ベンゾイントルエンズルホン酸エステル、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル等が挙げられる。上記ベンゾフェノン類としては、例えば、ベンゾフェノン、2,4-ジクロロベンゾフェノン、4,4'-ジクロロベンゾフェノン、p-クロロベンゾフェノン等が挙げられる。上記ホスフィンオキシド類としては、例えば、2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド等が挙げられる。上記ケタール類としては、例えば、2,2-ジメトキシ-1,2-ジフェニルエタン-1-オン等のベンジルメチルケタール類が挙げられる。上記 α -ヒドロキシアルキルフェノン類としては、例えば、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトンが挙げられる。上記 α -アミノアルキルフェノン類としては、例えば、2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-(4-モルホリニル)-1-プロパノンが挙げられる。

20

【0125】

市販の光ラジカル重合開始剤としては、BASFジャパン株式会社製の商品名「イルガキュア(登録商標)651」(2,2-ジメトキシ-1,2-ジフェニルエタン-1-オン)、BASFジャパン株式会社製の商品名「イルガキュア(登録商標)184」、BASFジャパン株式会社製の商品名「イルガキュア(登録商標)907」(2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-(4-モルホリニル)-1-プロパノン)等が好ましい例として挙げられる。

30

40

【0126】

上記光重合開始剤の使用量は、バインダー100重量%に対し、通常、0.5~20重量%の範囲内であり、好ましくは1~5重量%の範囲内である。

【0127】

上記バインダー樹脂として、上記硬化性樹脂以外に、熱可塑性樹脂を用いることができる。上記熱可塑性樹脂としては、アセチルセルロース、ニトロセルロース、アセチルブチルセルロース、エチルセルロース、メチルセルロース等のセルロース誘導体；酢酸ビニル

50

の単独重合体及び共重合体、塩化ビニルの単独重合体及び共重合体、塩化ビニリデンの単独重合体及び共重合体等のビニル系樹脂；ポリビニルホルマール、ポリビニルブチラール等のアセタール樹脂；アクリル酸エステルの単独重合体及び共重合体、メタクリル酸エステルの単独重合体及び共重合体等の（メタ）アクリル系樹脂；ポリスチレン樹脂；ポリアミド樹脂；線状ポリエステル樹脂；ポリカーボネート樹脂等が挙げられる。

【0128】

また、上記バインダーとして、上記バインダー樹脂の他に、合成ゴムや天然ゴム等のゴム系バインダーや、無機系結着剤等を用いることもできる。上記ゴム系バインダー樹脂としては、エチレン-プロピレン共重合ゴム、ポリブタジエンゴム、スチレン-ブタジエンゴム、アクリロニトリル-ブタジエンゴム等が挙げられる。これらゴム系バインダー樹脂は、単独で用いられてもよいし、2種類以上が併用されてもよい。

10

【0129】

上記無機系結着剤としては、シリカゾル、アルカリ珪酸塩、シリコンアルコキシド、リン酸塩等が挙げられる。上記無機系結着剤として、金属アルコキシド又はシリコンアルコキシドを加水分解及び脱水縮合して得られる無機系又は有機無機複合系マトリックスを用いることもできる。上記無機系又は有機無機複合系マトリックスとしては、シリコンアルコキシド、例えばテトラエトキシシラン等を加水分解及び脱水縮合して得られる酸化珪素系マトリックスを使用できる。これら無機系結着剤は、単独で用いられてもよいし、2種類以上が併用されてもよい。

20

【0130】

上記コーティング用樹脂組成物における重合体粒子の量は、バインダーの固形分100重量部に対して、2重量部以上であることが好ましく、4重量部以上であることがより好ましく、6重量部以上であることがさらに好ましい。上記重合体粒子の量をバインダーの固形分100重量部に対して2重量部以上にするにより、コーティング用樹脂組成物によって形成される塗膜の艶消し性を十分なものにし易くなる。したがって、コーティング用樹脂組成物をフィルム基材上に塗工してなるフィルムの防眩性や光拡散性等の光学特性を十分なものにし易くなる。上記コーティング用樹脂組成物における重合体粒子の量は、バインダーの固形分100重量部に対して、300重量部以下であることが好ましく、200重量部以下であることがより好ましく、100重量部以下であることがさらに好ましい。上記重合体粒子の量をバインダーの固形分100重量部に対して300重量部以下にするにより、コーティング用樹脂組成物によって形成される塗膜の直線透過性を十分なものにし易くなる。

30

【0131】

上記コーティング用樹脂組成物は、有機溶剤をさらに含んでいてもよい。後述するフィルム基材等の基材に上記コーティング用樹脂組成物を塗工する場合、上記有機溶剤は、それをコーティング用樹脂組成物に含有させることによって、基材へのコーティング用樹脂組成物の塗工が容易になるものであれば、特に限定されるものではない。上記有機溶剤としては、例えば、トルエン、キシレン等の芳香族系溶媒；メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、イソブチルアルコール、プロピレングリコールモノメチルエーテル等のアルコール系溶媒；酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル系溶媒；アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロペンタノン、シクロヘキサノン等のケトン系溶媒；2-メトキシエタノール、2-エトキシエタノール、2-ブトキシエタノール、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、プロピレングリコールメチルエーテル等のグリコールエーテル類；2-メトキシエチルアセタート、酢酸2-エトキシエチルアセタート（セロソルブアセタート）、2-ブトキシエチルアセタート、プロピレングリコールメチルエーテルアセタート等のグリコールエーテルエステル類；クロロホルム、ジクロロメタン、トリクロロメタン、塩化メチレン等の塩素系溶媒；テトラヒドロフラン、ジエチルエーテル、1,4-ジオキサン、1,3-ジオキソラン等のエーテル系溶媒；N-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミ

40

50

ド、ジメチルスルホキシド、ジメチルアセトアミド等のアミド系溶媒等を用いることができる。これら有機溶剤は、1種を単独で用いてもよく、2種以上を混合して用いてもよい。

【0132】

本発明の重合体粒子は、高SP値有機溶剤に対する分散性に優れているため、本発明の重合体粒子とバインダーと有機溶剤とを含むコーティング用樹脂組成物をフィルム基材上に塗工して本発明の光学フィルムを製造する場合に、効果が顕著である。高SP値有機溶剤としては、具体的には、例えば、Fedors法より算出されたSP値が $24.3(\text{MPa})^{1/2}(11.9(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2})$ であるイソプロピルアルコール、SP値が $28.2(\text{MPa})^{1/2}(13.8(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2})$ であるメチルアルコール、SP値が $26.2(\text{MPa})^{1/2}(12.6(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2})$ であるエチルアルコール等のような、SP値が $20.5(\text{MPa})^{1/2}(10(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2})$ 以上である有機溶剤が挙げられる。なお、本明細書において、「SP値」は、Fedors法より算出された溶解度パラメータを指すものとする。

10

【0133】

上記フィルム基材は、透明であることが好ましい。透明のフィルム基材としては、例えば、ポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリエチレンナフタレート等のポリエステル系重合体、ジアセチルセルロース、トリアセチルセルロース(TAC)等のセルロース系重合体、ポリカーボネート系重合体、ポリメチルメタクリレート等の(メタ)アクリル系重合体等の重合体からなるフィルムが挙げられる。また、透明のフィルム基材として、ポリスチレン、アクリロニトリル・スチレン共重合体等のスチレン系重合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、環状ないしノルボルネン構造を有するポリオレフィン、エチレン・プロピレン共重合体等のオレフィン系重合体、塩化ビニル系重合体、ナイロンや芳香族ポリアミド等のアミド系重合体等の重合体からなるフィルムも挙げられる。さらに、透明のフィルム基材として、イミド系重合体、サルホン系重合体、ポリエーテルサルホン系重合体、ポリエーテルエーテルケトン系重合体、ポリフェニルスルフィド系重合体、ビニルアルコール系重合体、塩化ビニリデン系重合体、ビニルブチラル系重合体、アリレート系重合体、ポリオキシメチレン系重合体、エポキシ系重合体や上記重合体のブレンド物等の重合体からなるフィルム等も挙げられる。上記フィルム基材として、特に複屈折率の少ないものが好適に用いられる。また、これらフィルムにさらに(メタ)アクリル系樹脂、共重合ポリエステル系樹脂、ポリウレタン系樹脂、スチレン-マレイン酸グラフトポリエステル樹脂、アクリルグラフトポリエステル樹脂等の易接着層を設けたフィルムも上記フィルム基材として用いることができる。

20

30

【0134】

上記フィルム基材の厚さは、適宜に決定しうるが、一般には、強度や取り扱い等の作業性、薄層性等の点より $10\sim 500\mu\text{m}$ の範囲内であり、 $20\sim 300\mu\text{m}$ の範囲内であることが好ましく、 $30\sim 200\mu\text{m}$ の範囲内であることがより好ましい。

【0135】

また、フィルム基材には、添加剤を加えてもよい。上記添加剤としては、例えば、紫外線吸収剤、赤外線吸収剤、帯電防止剤、屈折率調整剤、増強剤等が挙げられる。

40

【0136】

上記コーティング用樹脂組成物をフィルム基材上に塗布する方法としては、バーコーティング、ブレードコーティング、スピニング、リバースコーティング、ダイコーティング、スプレーコーティング、ロールコーティング、グラビアコーティング、マイクログラビアコーティング、リップコーティング、エアナイフコーティング、ディッピング法等の公知の塗工方法が挙げられる。

【0137】

上記コーティング用樹脂組成物に含まれるバインダーが電離放射線硬化性樹脂である場合、上記コーティング用樹脂組成物の塗布後に、必要に応じ溶剤を乾燥させ、さらに活性エネルギー線を照射することにより電離放射線硬化性樹脂を硬化させればよい。

50

【0138】

上記活性エネルギー線としては、例えば、キセノンランプ、低圧水銀灯、高圧水銀灯、超高圧水銀灯、メタルハライドランプ、カーボンアーク灯、タングステンランプ等の光源から発せられる紫外線；通常20～2000KeVのコッククロフト・ワルトン型、バンデグラフ型、共振変圧型、絶縁コア変圧器型、直線型、ダイナミトロン型、高周波型等の電子線加速器から取り出される電子線、線、線、線等を用いることができる。

【0139】

コーティング用樹脂組成物の塗布（及び硬化）によって形成される、バインダー中に重合体粒子が分散された層の厚みは、特に限定されず、重合体粒子の粒子径により適宜決定されるが、1～10 μ mの範囲内であることが好ましく、3～7 μ mの範囲内であることがより好ましい。

10

【0140】

上記した本発明の光学フィルムは、光拡散用又は防眩用として、すなわち、光拡散フィルム又は防眩フィルムとして好適に使用することができる。

【0141】

〔樹脂成形体〕

本発明の重合体粒子は、樹脂成形体に使用することもできる。上記樹脂成形体は、本発明の重合体粒子と透明樹脂とを含む成形用樹脂組成物を成形してなるものである。上記樹脂成形体中において、上記重合体粒子は光拡散粒子として機能する。したがって、上記樹脂成形体は、光拡散板等の光拡散体として機能し、LED照明カバー等として利用できる。

20

【0142】

上記透明樹脂は、上記樹脂成形体の基材であり、例えば、（メタ）アクリル系樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリスチレン樹脂、（メタ）アクリル-スチレン樹脂（（メタ）アクリル）酸エステルとスチレンとの共重合体）等が挙げられる。それらの中でも、ポリスチレン樹脂又は（メタ）アクリル-スチレン樹脂が上記透明樹脂として好ましい。

【0143】

上記樹脂組成物に含まれる重合体粒子の量は、透明樹脂100重量部に対して、0.01～5重量部の範囲内であることが好ましく、0.1～5重量部の範囲内であることがより好ましい。上記樹脂組成物には、紫外線吸収剤、酸化防止剤、熱安定剤、光安定剤、蛍光増白剤等の添加剤を加えてもよい。

30

【0144】

上記樹脂成形体の厚み及び形状等は、樹脂成形体の用途によって適宜選択することができる。

【0145】

上記樹脂成形体は、上記透明樹脂と上記重合体粒子とを一軸押出機や二軸押出機等で熔融混練することにより得ることができる。また、熔融混練によって得られた樹脂組成物を、Tダイ及びロールユニットを介して板状に成形して樹脂成形体を得てもよい。また、熔融混練によって得られた樹脂組成物をペレット化し、ペレットを射出成形やプレス成形等により板状に成形して樹脂成形体を得てもよい。

40

【0146】

上記樹脂成形体は、分散均一性に優れた本発明の重合体粒子を含む成形用樹脂組成物を成形してなるものであるから、その樹脂成形体において、むらのない均一な光拡散性や防眩性等の光学特性が得られる。

【実施例】

【0147】

以下、実施例及び比較例により本発明を説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。まず、以下の実施例及び比較例における、重合体粒子の体積平均粒子径及び粒子径の変動係数の測定方法、重合体粒子の製造に使用した種粒子の体積平均粒子径の測定方法、重合体粒子の製造の固液分離工程におけるX値（濾材を通過した媒体の単位時間当た

50

りの量 (kg/min) の測定方法、重合体粒子の製造の洗浄工程における Y 値 (濾材を通過した洗浄液の単位時間当たりの量 (kg/min)) の測定方法、重合体粒子中の界面活性剤の含有量の測定方法、重合体粒子の単位表面積あたりにおける界面活性剤の含有量の算出方法、重合体粒子中の副生成物 (乳化重合生成物) の含有量の測定方法、重合体粒子のゲル分率の測定方法、重合体粒子の屈折率の測定方法、高 SP 値有機溶剤中への重合体粒子の分散性の評価方法、並びに液温 25 の洗浄液に対する 1 種の他の界面活性剤の溶解度の測定方法を説明する。

【0148】

〔重合体粒子の体積平均粒子径及び粒子径の変動係数の測定方法〕

重合体粒子の体積平均粒子径は、コールター MultisizerTM 3 (ベックマン・コールター株式会社製測定装置) により測定する。測定は、ベックマン・コールター株式会社発行の MultisizerTM 3 ユーザーズマニュアルに従って校正されたアパチャーを用いて実施するものとする。

10

【0149】

なお、測定に用いるアパチャーは、測定する重合体粒子の大きさによって、適宜選択する。Current (アパチャー電流) 及び Gain (ゲイン) は、選択したアパチャーのサイズによって、適宜設定する。例えば、50 μm のサイズを有するアパチャーを選択した場合、Current (アパチャー電流) は -800、Gain (ゲイン) は 4 と設定する。

【0150】

測定用試料としては、重合体粒子 0.1 g を 0.1 重量% ノニオン性界面活性剤水溶液 10 ml 中にタッチミキサー (ヤマト科学株式会社製、「TOUCHMIXER MT-31」) 及び超音波洗浄器 (株式会社ヴェルヴォクリア製、「ULTRASONIC CLEANER VS-150」) を用いて分散させ、分散液としたものを使用する。測定中はビーカー内を気泡が入らない程度に緩く攪拌しておき、重合体粒子を 10 万個測定した時点で測定を終了する。重合体粒子の体積平均粒子径は、10 万個の粒子の体積基準の粒度分布における算術平均である。

20

【0151】

重合体粒子の粒子径の変動係数 (CV 値) は、以下の数式によって算出する。

【0152】

重合体粒子の粒子径の変動係数
= (重合体粒子の体積基準の粒度分布の標準偏差
÷ 重合体粒子の体積平均粒子径) × 100

30

【0153】

〔種粒子の体積平均粒子径の測定方法〕

重合体粒子の製造に使用した種粒子の体積平均粒子径の測定は、レーザー回折・散乱方式粒度分布測定装置 (ベックマン・コールター株式会社製「LS 13320」) 及びユニバーサルリキッドサンプルモジュールによって行う。

【0154】

具体的には、種粒子を含有するスラリー 0.1 g を 0.1 重量% ノニオン性界面活性剤水溶液 10 ml 中にタッチミキサー (ヤマト科学株式会社製、「TOUCHMIXER MT-31」) 及び超音波洗浄器 (株式会社ヴェルヴォクリア製、「ULTRASONIC CLEANER VS-150」) を用いて分散させ、分散液としたものを使用する。

40

【0155】

測定は、ユニバーサルリキッドサンプルモジュール中でポンプ循環を行うことによって上記種粒子を分散させた状態、かつ、超音波ユニット (ULM ULTRASONIC MODULE) を起動させた状態で行い、種粒子の体積平均粒子径 (体積基準の粒度分布における算術平均径) を算出する。測定条件を下記に示す。

【0156】

50

媒体 = 水

媒体の屈折率 = 1.333

固体の屈折率 = 種粒子の屈折率

PIDS 相対濃度 : 40 ~ 55 % 程度

【0157】

〔X 値の測定方法〕

固液分離工程において、粗生成物に含まれる媒体を濾材に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材の通過を終了させるまでの時間 T_1 (min) を測定する。また、固液分離工程において得られた濾液 (媒体) の総重量 G_1 (kg) を計量する。そして、以下の算出式により、濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X (kg/min) を求める。

$$X \text{ (kg/min)} = G_1 \text{ (kg)} / T_1 \text{ (min)}$$

【0158】

〔Y 値の測定方法〕

洗浄工程で用いた洗浄液の重量 G_2 (kg) を測定する。また、洗浄工程において、洗浄液を濾材に通過させることを開始してから、洗浄工程に用いた洗浄液の重量 G_2 (g) の 0.8 倍の重量の洗浄液が濾材を通過するまでに費やした時間 T_2 (min) を測定する。そして、以下の算出式により、濾材を通過した洗浄液の単位時間当たりの量 Y (kg/min) を求める。

$$Y \text{ (kg/min)} = 0.8 \times G_2 \text{ (kg)} / T_2 \text{ (min)}$$

【0159】

〔重合体粒子中の界面活性剤の含有量の測定方法〕

重合体粒子中の界面活性剤の含有量は、重合体粒子を溶媒により抽出し、液体クロマトグラフ質量分析計 (LC/MS/MS 装置) を用いて測定する。

【0160】

なお、後述する実施例及び比較例の重合体粒子における界面活性剤の含有量の測定には、LC/MS/MS 装置として、Thermo Fisher Scientific 製の「UHPLC ACCELA」、及び Thermo Fisher Scientific 製の「Linear Ion Trap LC/MSⁿ LXQ」を用いた。

【0161】

また、後述する実施例及び比較例における重合体粒子は、界面活性剤として、ジ(2-エチルヘキシル)スルホコハク酸塩、ポリオキシエチレンニルフェニルエーテルリン酸塩、ラウリル硫酸塩、アルケニルコハク酸塩、ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸エステル塩、及びポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテルリン酸エステルの少なくとも1つを使用しており、実施例及び比較例の重合体粒子における界面活性剤の含有量は、以下に示す方法により、測定した。

【0162】

試料としての重合体粒子約 0.10 g を遠沈管に精秤し、抽出液としてのメタノール 5 mL をホールピペットで注加して、重合体粒子と抽出液とをよく混合させる。15 分間、室温で超音波抽出を行った後、回転数 3500 rpm で 15 分間遠心分離を行い、これにより得られた上澄みを試験液とする。

【0163】

この試験液中の界面活性剤濃度を LC/MS/MS 装置を用いて測定する。そして、測定された試験液中の界面活性剤濃度 ($\mu\text{g/ml}$) と、試料として用いた重合体粒子の重量 (試料重量 (g)) と、抽出液の量 (抽出液量 (ml)) とから、下記算出式により、重合体粒子中の界面活性剤の含有量 ($\mu\text{g/g}$) を求める。なお、抽出液量は、5 mL である。

【0164】

界面活性剤の含有量 ($\mu\text{g/g}$)

$$= \{ \text{試験液中の界面活性剤濃度} (\mu\text{g/ml}) \times \text{抽出液量} (\text{ml}) \} \div \text{試料重量} (\text{g})$$

なお、界面活性剤濃度は、LC/M S/M S装置を用い、得られたクロマトグラム上のピーク面積値から予め作成した検量線より含有量を算出する。また、重合体粒子が、複数種の界面活性剤を含む場合には、それら界面活性剤の各々について、検量線を作成して、作成した検量線により界面活性剤濃度を算出し、算出した各界面活性剤の界面活性剤濃度の合計を、上記算出式における「試験液中の界面活性剤濃度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)」として、重合体粒子中の界面活性剤の含有量を求める。

【0165】

検量線作成方法は、実施例及び比較例で使用した界面活性剤の種類に応じて、以下の通りである。

【0166】

- ジ(2-エチルヘキシル)スルホコハク酸塩の検量線作成方法 -

ジ(2-エチルヘキシル)スルホコハク酸塩の約1000ppm中間標準液(メタノール溶液)を調製後、さらにメタノールで段階的に希釈して0.1ppm、0.2ppm、0.5ppm、1.0ppm、2.0ppmの検量線作成用標準液を調製する。各濃度の検量線作成用標準液を後述するLC測定条件及びMS測定条件にて測定し、モニターイオン $m/z = 421.3$ (プリカーサーイオン) 227.2(プロダクトイオン)のクロマトグラム上のピーク面積値を得る。各濃度と面積値をプロットして最小二乗法により近似曲線(二次曲線)を求め、これを定量用の検量線とする。

【0167】

- ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸塩の検量線作成方法 -

ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸塩の約1000ppm中間標準液(メタノール溶液)を調製後、さらにメタノールで段階的に希釈して0.1ppm、0.5ppm、1.0ppm、2.0ppm、10.0ppmの検量線作成用標準液を調製する。各濃度の検量線作成用標準液を後述するLC測定条件及びMS測定条件にて測定し、モニターイオン $m/z = 502.3$ (プリカーサーイオン) 485.2(プロダクトイオン)のクロマトグラム上のピーク面積値を得る。各濃度と面積値をプロットして最小二乗法により近似曲線(二次曲線)を求め、これを定量用の検量線とする。

【0168】

- ラウリル硫酸塩の検量線作成方法 -

ラウリル硫酸塩の約1000ppm中間標準液(メタノール溶液)を調製後、さらにメタノールで段階的に希釈して0.1ppm、0.2ppm、0.5ppm、1.0ppm、2.0ppmの検量線作成用標準液を調製する。各濃度の検量線作成用標準液を後述するLC測定条件及びMS測定条件にて測定し、モニターイオン $m/z = 421.3$ (プリカーサーイオン) 227.2(プロダクトイオン)のクロマトグラム上のピーク面積値を得る。各濃度と面積値をプロットして最小二乗法により近似曲線(二次曲線)を求め、これを定量用の検量線とする。

【0169】

- アルケニルコハク酸塩の検量線作成方法 -

アルケニルコハク酸塩の約1000ppm中間標準液(メタノール溶液)を調製後、さらにメタノールで段階的に希釈して0.03ppm、0.15ppm、0.60ppm、1.5ppm、3.0ppmの検量線作成用標準液を調製する。各濃度の検量線作成用標準液を後述するLC測定条件及びMS測定条件にて測定し、モニターイオン $m/z = 339.3$ (プリカーサーイオン) 295.2(プロダクトイオン)のクロマトグラム上のピーク面積値を得る。各濃度と面積値をプロットして最小二乗法により近似曲線(二次曲線)を求め、これを定量用の検量線とする。

【0170】

- ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸エステル塩の検量線作成方法 -

ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸エステル塩の約1000ppm中間標準液(メタノール溶液)を調製後、さらにメタノールで段階的に希釈して0.1ppm、0.5ppm、1.0ppm、2.0ppm、10.0ppmの検量線作成用標準液

10

20

30

40

50

を調製する。各濃度の検量線作成用標準液を後述するLC測定条件及びMS測定条件にて測定し、モニターイオン $m/z = 601.4$ （プリカーサーイオン） 301.2 （プロダクトイオン）のクロマトグラム上のピーク面積値を得る。各濃度と面積値をプロットして最小二乗法により近似曲線（二次曲線）を求め、これを定量用の検量線とする。

【0171】

- ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテルリン酸エステルの検量線作成方法 -
ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテルリン酸エステルの約1000ppm中間標準液（メタノール溶液）を調製後、さらにメタノールで段階的に希釈して0.1ppm、0.5ppm、1.0ppm、2.0ppm、10.0ppmの検量線作成用標準液を調製する。各濃度の検量線作成用標準液を後述するLC測定条件及びMS測定条件にて測定し、モニターイオン $m/z = 601.4$ （プリカーサーイオン） 301.2 （プロダクトイオン）のクロマトグラム上のピーク面積値を得る。各濃度と面積値をプロットして最小二乗法により近似曲線（二次曲線）を求め、これを定量用の検量線とする。

10

【0172】

- LC測定条件 -
測定装置：UHPLC ACCELA（Thermo Fisher Scientific製）
カラム：Thermo Fisher Scientific製 Hypersil GOLD C18 $1.9\mu\text{m}$ （内径2.1mm、長さ100mm）

20

【0173】

- MS測定条件 -
測定装置：Linear Ion Trap LC/MSⁿ LXQ（Thermo Fisher Scientific製）
イオン化法（Ionization）：（ESI/negative）
シースガス（Sheath Gas）：30arb
補助ガス（AUX Gas）：10arb
スイープガス（Sweep Gas）：0arb
スプレー電圧（I Spray Voltage）：5.0kV
キャピラリー温度（Capillary Temp）：350
キャピラリー電圧（Capillary voltage）：-20V
チューブレンズ電圧（Tube lens Voltage）：-100V
モニターイオン（Monitoring ion）（ m/Z ）：

30

ジ（2-エチルヘキシル）スルホコハク酸塩（ $n = 421.3 / n_2 = 227.2$ ）

ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸塩（ $n = 502.3 / n_2 = 485.2$ ）

ラウリル硫酸塩（ $n = 421.3 / n_2 = 227.2$ ）

アルケニルコハク酸塩（ $n = 339.3 / n_2 = 295.2$ ）

ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸エステル塩（ $n = 601.4 / n_2 = 301.2$ ）

ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテルリン酸エステル（ $n = 601.4 / n_2 = 301.2$ ）

40

【0174】

〔重合体粒子の比表面積の測定方法〕

重合体粒子の比表面積は、ISO 9277第1版 JIS Z 8830：2001記載のBET法（窒素吸着法）により測定した。対象となる重合体粒子について、株式会社島津製作所製の自動比表面積/細孔分布測定装置Tristar 3000を用いてBET窒素吸着等温線を測定し、窒素吸着量からBET多点法を用いて比表面積を算出した。加熱ガスパージによる前処理を実施した後、吸着質として窒素を用い、吸着質断面積 0.162nm^2 の条件下で定容量法を用いて測定を行った。なお、前記前処理は、具体的には、重合体粒子が入った容器を65で加熱しながら、窒素パージを20分行い、室温

50

放冷した後、その容器を65で加熱しながら、前記容器内の圧力が0.05 mmHg以下になるまで真空脱気を行うことにより、行った。

【0175】

〔重合体粒子の単位表面積あたりにおける界面活性剤の含有量の算出方法〕

上述の測定方法により測定された重合体粒子中の界面活性剤の含有量と、上述の測定方法により測定された重合体粒子の比表面積とから、以下の算出式により重合体粒子の単位表面積あたりにおける界面活性剤の含有量を算出した。

【0176】

(重合体粒子の単位表面積あたりにおける界面活性剤の含有量) (g/m²) = (重合体粒子中の界面活性剤の含有量) (g/重合体粒子1gあたり)

÷ 重合体粒子の比表面積 (m²/重合体粒子1gあたり)

10

【0177】

〔重合体粒子中の副生成物(乳化重合生成物)の含有量の測定方法(溶剤分散法)〕

重合体粒子を水中に分散させ遠心分離すると、目的とする粒子径を有する重合体粒子は沈降する一方、重合体粒子中に含有される副生成物(乳化重合生成物)は、浮遊して少量の水と共に上澄み液を構成する。そこで、ここでは、重合体粒子中におけるシード重合の副生成物(乳化重合生成物)の含有量を、上澄み液中における非揮発成分の含有量として測定する。

【0178】

〔上澄み液の作製〕

まず、各実施例及び各比較例で得られた重合体粒子5.0gを内容量50mlのサンプル瓶に入れ、水15.0gを添加する。その後、超音波洗浄器(株式会社ヴェルヴォクリーア製「ULTRASONIC CLEANER VS-150」、発振周波数:50Hz、高周波出力:150W)を用いて60分間分散処理を行うことにより重合体粒子を水中に分散させて、分散液を得る。なお、重合体粒子が水に分散しにくい場合には、重合体粒子を微量(上限0.8g)のアルコール(例えばエタノール)で湿潤させた後、水に分散させてもよい。

20

【0179】

次に、内径24mmの遠心管、例えば内容量50mLで内径24mmの遠心管(Thermo Fisher Scientific社製、商品名「ナルゲン(登録商標)3119-0050」)に上記分散液を20.0g入れ、その遠心管をローター、例えばアングルローター(型番「RR24A」、日立工機株式会社製、内容量50mLの遠心管が8本セットされるもの)にセットし、遠心分離機、例えば高速冷却遠心機(high-speed refrigerated centrifuge)(型番「CR22GII」、日立工機株式会社製)に前記のローターをセットし、前記高速冷却遠心機を用いてKファクタ6943(前記アングルローターを使用した場合、回転数4800rpmのときにKファクタが6943となる)、回転時間30分間の条件で遠心分離した後、上澄み液を回収する。

30

【0180】

〔副生成物(乳化重合生成物)の定量評価〕

次に、回収した上澄み液5.0g中に含まれる副生成物(乳化重合生成物)の含有量を評価する。すなわち、まず、予め重量を計量した内容量10mlのサンプル瓶に、上澄み液5.0gを秤り取り、温度60の真空オープンに5時間入れて水分を蒸発させる。蒸発乾固した残留物、すなわち非揮発成分を含むサンプル瓶の重量(g)を計量する。

40

【0181】

そして、非揮発成分を含むサンプル瓶の重量(g)と、サンプル瓶の重量(g)と、サンプル瓶に入れた上澄み液の重量(g)(=5.0g)とから、以下の算出式によって、上澄み液中における非揮発成分(副生成物(乳化重合生成物)に相当)の濃度(重量%)を算出する。

【0182】

50

(上澄み液中における非揮発成分の濃度)(重量%)
 = { (非揮発成分を含むサンプル瓶の重量)(g)
 - (サンプル瓶の重量)(g) }
 ÷ (サンプル瓶に入れた上澄み液の重量)(g) × 100

【0183】

〔重合体粒子のゲル分率の測定方法〕

重合体粒子のゲル分率は、重合体粒子の架橋度を示すものであり、以下の方法で測定される。すなわち、まず、200 mL ナスフラスコに、試料としての重合体粒子 1.0 g と、沸騰石 0.03 g とを精秤して投入し、更にトルエン 100 mL を注加した後、前記ナスフラスコに冷却管を装着し、130 に保ったオイルバスに前記ナスフラスコを浸けて 24 時間還流する。

10

【0184】

還流後、前記ナスフラスコ内の内容物(溶解液)を、ADVANTEC社製のガラスファイバーフィルター「GB-140(37mm)」及び「GA-200(37mm)」を装着して秤量したTOP社製のブフナーロート型フィルター3G(硝子粒子細孔直径20~30 μm、容量30 mL)を用いて濾過し、前記ブフナーロート型フィルター3G内に固形分を回収する。そして、前記ブフナーロート型フィルター3G内に回収した固形分を、前記ブフナーロート型フィルター3Gごと、130 の真空オープンにて1時間乾燥させた後、ゲージ圧0.06 MPaで2時間乾燥させてトルエンを除去し、室温まで冷却する。

20

【0185】

冷却後、前記ブフナーロート型フィルター3G内に前記固形分を含んだ状態で、ブフナーロート型フィルター3Gとガラスファイバーフィルターと固形分の総重量を測定する。そして、測定した総重量から、ブフナーロート型フィルター3Gとガラスファイバーフィルターの重量および沸騰石の重量を差し引きし、乾燥粉体の重量(g)を求める。

【0186】

そして、乾燥粉体の重量(g)と、ナスフラスコに投入した試料の重量(g)とを用いて、以下の算出式により、ゲル分率を算出する。

$$\text{ゲル分率(重量\%)} = \{ \text{乾燥粉体(g)} / \text{試料重量(g)} \} \times 100$$

【0187】

〔重合体粒子の屈折率の測定方法〕

重合体粒子の屈折率測定はベッケ法により行った。まず、スライドガラス上に重合体粒子を載せ、屈折液(CARGILLE社製:カーギル標準屈折液、屈折率n_D25が1.538~1.562の屈折液を、屈折率差0.002刻みで複数準備)を滴下する。そして、重合体粒子と屈折液をよく混ぜた後、下から岩崎電気株式会社製高圧ナトリウムランプ「NX35」(中心波長589 nm)の光を照射しながら、上部から光学顕微鏡により重合体粒子の輪郭を観察した。そして、輪郭が見えない場合を、屈折液と重合体粒子の屈折率が等しいと判断した。

30

【0188】

なお、光学顕微鏡による観察は、重合体粒子の輪郭が確認できる倍率での観察であれば特に問題ないが、粒子径5 μmの重合体粒子であれば500倍程度の観察倍率が適当である。上記操作により、重合体粒子と屈折液の屈折率が近いほど重合体粒子の輪郭が見えにくくなることから、重合体粒子の輪郭が判りにくい屈折液の屈折率をその重合体粒子の屈折率と等しいと判断した。

40

【0189】

また、屈折率差が0.002の2種類の屈折液の間で重合体粒子の見え方に違いがない場合は、これら2種類の屈折液の中間の値を当該重合体粒子の屈折率と判断した。例えば、屈折率1.554と1.556の屈折液それぞれで試験をしたときに、両屈折液で重合体粒子の見え方に違いがない場合は、これら屈折液の中間値1.555を重合体粒子の屈折率と判定した。

50

【 0 1 9 0 】

なお、上記の測定においては試験室気温 23 ~ 27 の環境下で測定を実施した。

【 0 1 9 1 】

〔高SP値有機溶剤中への重合体粒子の分散性の評価方法（溶剤分散法）〕

専用のプラスチック容器に、重合体粒子 0.05 g と、高SP値有機溶剤としてのイソプロピルアルコール 5.0 g とを秤り取り、攪拌脱泡機（製品名「あわとり練太郎 AR-100」、株式会社シンキー社製）を用いて5分間攪拌し、重合体粒子分散液を得る。

【 0 1 9 2 】

その後、スライドガラス上に重合体粒子分散液を1滴たらし、カバーガラスを被せてデジタルマイクロスコープ（型番「VHX-500」、株式会社キーエンス製）により倍率 1000 倍、視野 300 μm × 300 μm で観察した。そして、以下の評価基準により高SP値有機溶剤中への分散性を評価した。

【 0 1 9 3 】

< 評価基準 >

：重合体粒子が凝集せず極めて均一に分散している（重合体粒子が5個以上集まって凝集している凝集体が3箇所未満；高SP値有機溶剤中への分散性が非常に良い）

：重合体粒子が凝集せず均一に分散している（重合体粒子が5個以上集まって凝集している凝集体が3箇所以上5箇所以下；高SP値有機溶剤中への分散性が良い）

：重合体粒子の一部が凝集している（重合体粒子が5個以上集まって凝集している凝集体が6箇所以上15箇所以下；高SP値有機溶剤中への分散性がやや悪い）

×：重合体粒子が凝集している（重合体粒子が5個以上集まって凝集している凝集体が16箇所以上；高SP値有機溶剤中への分散性が悪い）

【 0 1 9 4 】

〔液温 25 の洗浄液に対する1種の他の界面活性剤の溶解度の測定方法〕

溶媒への液体溶質の溶解度は、液体溶質を溶媒に溶解させてなる溶液の「曇度」や「白濁度」で判定することが一般的であるため、ここでは、液温 25 の洗浄液に対する1種の他の界面活性剤の溶解度（D）の測定を、1種の他の界面活性剤を洗浄液に溶解させてなる液温 25 の溶液の「透過率」を測定することによって行った。なお、液体溶質の一部が溶媒に溶解せずに析出することにより、透明液体（溶液）への白濁が発生し、溶液の透過率の低下が起こる。

【 0 1 9 5 】

液温 25 の洗浄液としての純水に対する1種の他の界面活性剤の溶解度（D）の測定の手順を、以下に記載する。

1) まず、専用セルに 4 ml の純水を入れ、波長 380 nm での純水の透過率 T_{water} を測定する。

2) 次に、室温雰囲気下（25）で、1種の他の界面活性剤 X g を純水 100 g に溶解させることにより調整液を作製し、調整液を専用セルに 4 ml 注液して、波長 380 nm での調整液の透過率 T_s を測定する。

3) 次に、純水の透過率に対する調整液の相対透過率 T を以下の式により算出する。

$$T = (T_s) \div (T_{water})$$

【 0 1 9 6 】

そして、X を繰り返し変更しながら、調整液の相対透過率 T を算出し、次式

$$T = (T_s) \div (T_{water}) = 0.98$$

が成り立つ X の値を、1種の他の界面活性剤の溶解度 S_0 (g / 4 ml) として求める。そして、この溶解度 S_0 (g / 4 ml) を、次式

$$D = S_0 \times 100 / 4$$

により、1種の他の界面活性剤の溶解度 D (g / 100 ml) に換算する。なお、透過率 T_{water} 及び透過率 T_s の測定は、紫外線可視分光光度計（UV-VISIBLE SPECTROPHOTOMETER）（型番：UV-2450、株式会社島津製作所製）を用いて行う。

10

20

30

40

50

【 0 1 9 7 】

〔 種 粒 子 の 製 造 例 1 〕

攪拌機、温度計及び還流コンデンサーを備えたセパラブルフラスコに、水性媒体としての水1250gと、(メタ)アクリル酸エステル系単量体としてのメタクリル酸メチル64gと、分子量調整剤としてのn-オクチルメルカプタン0.64gとを仕込み、セパラブルフラスコの内容物を攪拌しながらセパラブルフラスコの内部を窒素置換し、セパラブルフラスコの内温を70に昇温した。さらにセパラブルフラスコの内温を70に保ちながら、重合開始剤としての過硫酸カリウム0.32gを水50gに溶解させた水溶液を、セパラブルフラスコ内の内容物に添加した後、5時間重合反応させた。

【 0 1 9 8 】

その後、新たにメタクリル酸メチル256gと、分子量調整剤としてn-オクチルメルカプタン2.56gとを仕込み、重合反応液中に投入後、再度セパラブルフラスコの内温を窒素置換し、セパラブルフラスコの内温を70に昇温した。セパラブルフラスコの内温を70に保ちながら、重合開始剤としての過硫酸カリウム1.28gを水50gに溶解させた水溶液を、セパラブルフラスコ内の内容物に添加した後、12時間重合反応させた。

【 0 1 9 9 】

重合後の反応液を400メッシュ(目開き32 μ m)の金網で濾過し、固形分としてポリメタクリル酸メチルからなる種粒子(種粒子(1)という)を20重量%含有するスラリーを作製した。このスラリーに含まれる種粒子(1)は、体積平均粒子径が0.54 μ mの真球状粒子であった。

【 0 2 0 0 】

〔 種 粒 子 の 製 造 例 2 〕

攪拌機、温度計及び還流コンデンサーを備えたセパラブルフラスコに、水性媒体としての水1450gと、(メタ)アクリル酸エステル系単量体としてのメタクリル酸メチル250gと、分子量調整剤としてのn-オクチルメルカプタン2.5gとを仕込み、セパラブルフラスコの内容物を攪拌しながらセパラブルフラスコの内温を窒素置換し、セパラブルフラスコの内温を70に昇温した。さらにセパラブルフラスコの内温を70に保ちながら、重合開始剤としての過硫酸カリウム1.25gを水50gに溶解させた水溶液を、セパラブルフラスコ内の内容物に添加した後、12時間重合反応させた。

【 0 2 0 1 】

重合後の反応液を400メッシュ(目開き32 μ m)の金網で濾過し、固形分としてポリメタクリル酸メチルからなる種粒子(種粒子(2)という)を14重量%含有するスラリーを作製した。このスラリーに含まれる種粒子(2)は、体積平均粒子径が0.42 μ mの真球状粒子であった。

【 0 2 0 2 】

〔 種 粒 子 の 製 造 例 3 〕

攪拌機及び温度計を備えた5Lの反応器に、水性媒体としての水3300gと、(メタ)アクリル酸エステル系単量体としてのメタクリル酸メチル360gと、分子量調整剤としてのn-オクチルメルカプタン3.6gとを仕込み、種粒子の製造例2で製造した種粒子(2)のスラリーを、固形分(種粒子)として35.0gとなるように加え、内容物を攪拌しながら内部を窒素置換し、反応器の内温を70に昇温した。さらに反応器の内温を70に保ちながら、重合開始剤としての過硫酸カリウム1.8gを水60gに溶解させた水溶液を、反応器内の内容物に添加した後、12時間重合反応させた。

【 0 2 0 3 】

重合後の反応液を400メッシュ(目開き32 μ m)の金網で濾過し、固形分としてポリメタクリル酸メチルからなる種粒子(以下、種粒子(3)という)を10重量%含有するスラリーを作製した。このスラリーに含まれる種粒子(3)は、体積平均粒子径が1.02 μ mの真球状粒子であった。

【 0 2 0 4 】

〔実施例 1：重合体粒子の製造例〕

(1) 重合工程

(メタ)アクリル酸エステル系単量体としてのメタクリル酸メチル(MMA)400gと、スチレン系単量体としてのスチレン(St)300gと、多官能ビニル系単量体としてのエチレングリコールジメタクリレート(EGDMA)300gとに、重合開始剤としての過酸化ベンゾイル6gを溶解して得られた単量体混合物を、水性媒体としてのイオン交換水1000gにポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤(他の界面活性剤)としてのジ(2-エチルヘキシル)スルホコハク酸ナトリウム(日油株式会社製、製品名「ラピゾール(登録商標)A-80」、液温25℃の水に対する溶解度;1.5g/100ml)を純分として10g添加したものと混合し、ホモミキサー(プライミクス株式会社製の「T.K.ホモミキサーMARKII 2.5型」)に入れて回転数1000rpmで10分間処理して乳化液を得た。この乳化液に、種粒子の製造例1で得られた種粒子(1)のスラリーを、固形分(種粒子)として9.6gとなるように加え、30

10

【0205】

この分散液に、ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤としてのポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウム(東邦化学株式会社製、製品名「フォスファノール(登録商標)LO-529」)を純分として10gと、重合禁止剤としての亜硝酸ナトリウム0.60gとを溶解させた水溶液2000gを加え、その後80℃で5時間、次いで105℃で3時間攪拌して重合反応を行い、重合体粒子のスラリー(以下、スラリー(1)という)を、粗生成物として得た。

20

【0206】

(2) 固液分離工程

図1に示す構成を有する加圧濾過器1の耐圧容器2に、粗生成物Pとして重合体粒子のスラリー(1)を投入して、耐圧容器2内の濾材3としての濾布(敷島カンバス株式会社製の「T713」)上に重合体粒子のスラリー(1)を充填した後、圧縮気体供給機によって耐圧容器2内における濾材3の上側空間Sに圧縮気体を供給することによって耐圧容器2の内部(具体的には、濾材3の上側空間S)を、0.15MPaに加圧した。これにより、粗生成物Pとしての重合体粒子のスラリー(1)を加圧濾過・脱水して、重合体粒子のスラリー(1)から水性媒体としての水を濾液として除去した。濾液の量が2.10kg(重合工程で使用した水の重量の70%)以上となり、かつ耐圧容器2の内圧が0.10MPa(加圧時の圧力の2/3)以下となった時点で、加圧を終了した。これにより、濾材3上に重合体粒子のケーキが得られた。

30

【0207】

なお、本実施例で使用した加圧濾過器1の濾材3(濾布)と被濾過物(すなわち、粗生成物P)との界面は、円形状であり、その直径は、耐圧容器2の内部空間の底面の径(図1の符号Rで示す径)と同じ、0.115mである。よって、本実施例で使用した加圧濾過器1の濾材3(濾布)と被濾過物(すなわち、粗生成物P)との界面の面積Aは、0.0104m²である。

【0208】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液(媒体)の総重量G₁は2.24kgであり、粗生成物Pに含まれる媒体(水)を濾材3に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間T₁は45.0分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量Xは、0.0498kg/minであった。

40

【0209】

(3) 洗浄工程

濾材3上に上記重合体粒子のケーキを保持させたままで、洗浄液としての60℃の水(他の実施例及び比較例における洗浄工程でも60℃の水を使用した)を耐圧容器2内の濾材3上に供給した後、圧縮気体供給機によって耐圧容器2内における濾材3の上側空間S

50

に圧縮気体を供給することによって耐圧容器 2 の内部（具体的には、濾材 3 の上側空間 S）を、 0.10 MPa に加圧した。これにより、加圧濾過・脱水が行われて、上記重合体粒子のケーキが洗浄されると共に、洗浄後の水が濾液として除去され、濾材 3 上に洗浄後の重合体粒子が得られた。洗浄は、重合工程で得られた重合体粒子（重合工程で使用したビニル系単量体の合計量 1000 g ）の重量の 10 倍以上の重量の洗浄液を用い、濾液の導電率が、洗浄前の水の導電率の 2.0 倍以下（具体的には、 $15 \mu\text{S}$ 以下）となり、かつ耐圧容器 2 の内圧が 0.066 MPa （加圧時の圧力の $2/3$ ）以下となるまで行った。

【0210】

なお、上記重合工程で使用した 1 種類の他の界面活性剤について前記の算出式（4）及び（5）により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L （kg）及び上限値 B_H （kg）は、以下の通りであった。

【0211】

$$B_L = (10 \text{ (g)} \div 1.5 \text{ (g/100ml)}) \times 1.8 = 12.0 \text{ (kg)}$$

$$B_H = (10 \text{ (g)} \div 1.5 \text{ (g/100ml)}) \times 2.3 = 15.3 \text{ (kg)}$$

本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は 13.0 kg （重合工程で得られた重合体粒子の 13.0 倍の重量）であり、前記下限値 B_L 以上、前記上限値 B_H 以下の範囲内の重量であった。

【0212】

また、本実施例の洗浄工程において、洗浄液を濾材 3 に通過させることを開始してから、 10.4 kg （洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量）の洗浄液が濾材 3 を通過するまでに費やした時間 T_2 （min）は、 140.5 分であった。したがって、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、 0.0740 kg/min であった。

【0213】

（4）後処理工程

〔乾燥工程〕

洗浄工程により得られた洗浄後の重合体粒子を、真空乾燥機（解砕乾燥機）を用いて、以下の乾燥条件で、カールフィッシャー法で測定した重合体粒子の水分値が 1.0 重量% 未満となるまで乾燥させた。

（乾燥条件）

真空度： $-0.1 \sim -0.3 \text{ MPa}$

温度： $50 \sim 60$

【0214】

〔分級工程（粗大粒子除去）〕

乾燥工程により得られた乾燥後の重合体粒子を気流分級機（日清エンジニアリング株式会社製の「ターボクラシファイア（登録商標）TC-15」）を用いて、目的とする重合体粒子の粒子径の 2.5 倍以上の粒子径を有する粒子が除去されるように分級し、目的の重合体粒子を得た。

【0215】

（ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の、重合体粒子表面への修飾の確認）

実施例 1 の重合体粒子について、前述した界面活性剤の含有量の測定方法（超音波抽出時間 15 分間）によりポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤としてのポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムの含有量を測定したところ、 0.79 重量% であった。

【0216】

この測定結果のみでは、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤が重合体粒子内部に取り込まれている可能性が否定的できない。そこで、重合体粒子をメタノールに浸漬させて抽出し、抽出成分に含まれるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の量の経時的な変化を観察した。抽出時間が短い（15 分間～30 分間）場合には、抽出成分は、概ね重

10

20

30

40

50

合体粒子表面から抽出される成分のみからなり、抽出時間が長くなるにつれて、抽出成分に含まれる重合体粒子内部から抽出された成分の割合が増加するものと考えられる。

【0217】

実施例1の重合体粒子について、超音波抽出時間を30分間、12時間、24時間にそれぞれ変更したこと以外は、前述した界面活性剤の含有量の測定方法と同様にして、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムの含有量（抽出成分に含まれるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の量）を測定したところ、それぞれ、0.79重量%、0.80重量%、0.80重量%であった。

【0218】

また、実施例1の重合体粒子について、抽出液としてメタノールに代えて水を使用し、超音波抽出時間を30分間、12時間、24時間にそれぞれ変更したこと以外は、前述した界面活性剤の含有量の測定方法と同様にして、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムの含有量（抽出成分に含まれるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の量）を測定したところ、それぞれ、0.003重量%、0.004重量%、0.004重量%であった。これらの測定結果を表1にまとめて示す。

【0219】

【表1】

溶媒\抽出時間	30分間	12時間	24時間
メタノール	0.79重量%	0.80重量%	0.80重量%
水	0.003重量%	0.004重量%	0.004重量%

【0220】

表1の結果から分かるように、抽出液としてメタノール及び水の何れを用いた場合についても、抽出時間が30分間 12時間 24時間となるまで観察しても、抽出成分に含まれるポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムの量の顕著な増加が確認されなかった。このことから、重合体粒子内部からのポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムの抽出はない（ごく僅か）、即ち、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤が重合体粒子内部への取り込みはないものと判断された。

【0221】

（副生成物（乳化重合生成物）の確認）

実施例1で得られた重合反応直後の重合体粒子のSEM像を図2に示し、実施例1の固液分離工程及び洗浄工程の後に得られた重合体粒子のSEM像を図3に示す。図2より、副生成物（乳化重合生成物）である粒子径100～200nm程度の粒子が重合体粒子表面に付着していることが確認された。図3より、副生成物（乳化重合生成物）が重合体粒子表面にほとんど付着していない（ごく僅か付着している）ことが確認された。

【0222】

〔実施例2：重合体粒子の製造例〕

ポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤（他の界面活性剤）として、ジ（2-エチルヘキシル）スルホコハク酸ナトリウムを純分として10gに代えてラウリル硫酸ナトリウム（花王株式会社製、製品名「エマール（登録商標）2FG」、液温25の水に対する溶解度；10g/100ml）を純分として50g使用し、固液分離工程で得られる濾液（媒体）の総重量 G_1 が2.30kgとなり、粗生成物Pに含まれる媒体（水）を濾材3に通過させることを開始してから前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 が50.0分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗浄工程で用いる洗浄液としての水の重量 G_2 を10.5kg（重合工程で得られた重合体粒子の10.5倍の重量）に変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから8.4kg（洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の0.8倍の重量）の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 （min）が150.2分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【 0 2 2 3 】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は $0.0460 \text{ kg} / \text{min}$ であり、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は $0.0559 \text{ kg} / \text{min}$ であった。

【 0 2 2 4 】

また、上記重合工程で使用した 1 種類の他の界面活性剤について前記の算出式 (4) 及び (5) により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L (kg) 及び上限値 B_H (kg) は、以下の通りであった。

【 0 2 2 5 】

$$B_L = (50 (\text{g}) \div 10 (\text{g} / 100 \text{ml})) \times 1.8 = 9.0 (\text{kg})$$

$$B_H = (50 (\text{g}) \div 10 (\text{g} / 100 \text{ml})) \times 2.3 = 11.5 (\text{kg})$$

本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は 10.5 kg (重合工程で得られた重合体粒子の 10.5 倍の重量) であり、前記下限値 B_L 以上、前記上限値 B_H 以下の範囲内の重量であった。

【 0 2 2 6 】

〔実施例 3 : 重合体粒子の製造例〕

ポリオキシエチレン鎖を有しないアニオン性界面活性剤 (他の界面活性剤) として、ジ (2 - エチルヘキシル) スルホコハク酸ナトリウムを純分として純分 10 g に代えてアルケニルコハク酸ジカリウム (花王株式会社製、製品名「ラテムル (登録商標) ASK」、液温 25 の水に対する溶解度 ; $1.7 \text{ g} / 100 \text{ml}$) を純分として 10 g 使用したこと以外は、実施例 1 と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【 0 2 2 7 】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液 (媒体) の総重量 G_1 は 2.30 kg であり、粗生成物 P に含まれる媒体 (水) を濾材 3 に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材 3 の通過を終了させるまでの時間 T_1 は 40.9 分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、 $0.0562 \text{ kg} / \text{min}$ であった。

【 0 2 2 8 】

また、上記重合工程で使用した 1 種類の他の界面活性剤について前記の算出式 (4) 及び (5) により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L (kg) 及び上限値 B_H (kg) は、以下の通りであった。

【 0 2 2 9 】

$$B_L = (10 (\text{g}) \div 1.7 (\text{g} / 100 \text{ml})) \times 1.8 = 10.6 (\text{kg})$$

$$B_H = (10 (\text{g}) \div 1.7 (\text{g} / 100 \text{ml})) \times 2.3 = 13.5 (\text{kg})$$

本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は 13.0 kg (重合工程で得られた重合体粒子の 13.0 倍の重量) であり、前記下限値 B_L 以上、前記上限値 B_H 以下の範囲内の重量であった。

【 0 2 3 0 】

また、本実施例の洗浄工程において、洗浄液を濾材 3 に通過させることを開始してから、 10.4 kg (洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量) の洗浄液が濾材 3 を通過するまでに費やした時間 T_2 (min) は、 132.0 分であった。したがって、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、 $0.0788 \text{ kg} / \text{min}$ であった。

【 0 2 3 1 】

〔実施例 4 : 重合体粒子の製造例〕

ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤として、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムを純分として 10 g に代えてポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸エステルアンモニウム (第一工業製薬株式会社製、製品名「ハイテノール (登録商標) NF - 08」) を純分として 10 g 使用し、洗浄液を濾材 3 に通過させることを開始してから 10.4 kg (洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重

10

20

30

40

50

量 G_2 の 0.8 倍の重量) の洗浄液が濾材 3 を通過するまでに費やす時間 T_2 (min) が 129.0 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【0232】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液(媒体)の総重量 G_1 は 2.28 kg であり、粗生成物 P に含まれる媒体(水)を濾材 3 に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材 3 の通過を終了させるまでの時間 T_1 は 41.0 分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、0.0556 kg/min であった。また、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、0.0806 kg/min であった。

10

【0233】

また、上記重合工程で使用した 1 種類の他の界面活性剤について前記の算出式(4)及び(5)により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L (kg) 及び上限値 B_H (kg) は、実施例 1 と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は 13.0 kg (重合工程で得られた重合体粒子の 13.0 倍の重量) であり、前記下限値 B_L (= 12.0 (kg)) 以上、前記上限値 B_H (= 15.3 (kg)) 以下の範囲内の重量であった。

【0234】

〔実施例 5：重合体粒子の製造例〕

ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤として、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムを純分として 10 g に代えてポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテルリン酸エステル(第一工業製薬株式会社製、製品名「プライサーフ(登録商標)AL」)を純分として 10 g 使用し、固液分離工程で得られる濾液(媒体)の総重量 G_1 が 2.25 kg となり、粗生成物 P に含まれる媒体(水)を濾材 3 に通過させることを開始してから前記媒体の濾材 3 の通過を終了させるまでの時間 T_1 が 40.8 分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗浄液を濾材 3 に通過させることを開始してから 10.4 kg (洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量) の洗浄液が濾材 3 を通過するまでに費やす時間 T_2 (min) が 133.5 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

20

30

【0235】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、0.0551 kg/min であった。洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、0.0779 kg/min であった。

【0236】

また、上記重合工程で使用した 1 種類の他の界面活性剤について前記の算出式(4)及び(5)により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L (kg) 及び上限値 B_H (kg) は、実施例 1 と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は 13.0 kg (重合工程で得られた重合体粒子の 13.0 倍の重量) であり、前記下限値 B_L (= 12.0 (kg)) 以上、前記上限値 B_H (= 15.3 (kg)) 以下の範囲内の重量であった。

40

【0237】

〔実施例 6：重合体粒子の製造例〕

重合工程において乳化液を得るために使用する界面活性剤として、ジ(2-エチルヘキシル)スルホコハク酸ナトリウムを純分として純分 10 g に代えて、ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤としてのポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウム(東邦化学株式会社製、製品名「フォスファノール(登録商標)LO-529」)を純分として 20 g 使用したこと、重合工程において分散液に対してポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムを添加しなかった(分散液に加える水溶液として、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムを純分として

50

10 gと亜硝酸ナトリウム0.60 gとを溶解させた水溶液2000 gに代えて、亜硝酸ナトリウム0.60 gを溶解させた水溶液2000 gを使用した)こと、及び、本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 を10.0 kg(重合工程で得られた重合体粒子の10.0倍の重量)に変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから8.0 kg(洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の0.8倍の重量)の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 (min)が100.6分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【0238】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液(媒体)の総重量 G_1 は2.29 kgであり、粗生成物Pに含まれる媒体(水)を濾材3に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 は43.0分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、0.0533 kg/minであった。また、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、0.0795 kg/minであった。

10

【0239】

〔実施例7：重合体粒子の製造例〕

スチレン(St)を使用せず、メタクリル酸メチル(MMA)の使用量を700 gに変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから10.4 kg(洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の0.8倍の重量)の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 (min)が143.8分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

20

【0240】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液(媒体)の総重量 G_1 は2.31 kgであり、粗生成物Pに含まれる媒体(水)を濾材3に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 は43.2分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、0.0535 kg/minであった。また、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、0.0723 kg/minであった。

【0241】

また、上記重合工程で使用した1種類の他の界面活性剤について前記の算出式(4)及び(5)により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L (kg)及び上限値 B_H (kg)は、実施例1と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は13.0 kg(重合工程で得られた重合体粒子の13.0倍の重量)であり、前記下限値 B_L (=12.0(kg))以上、前記上限値 B_H (=15.3(kg))以下の範囲内の重量であった。

30

【0242】

〔実施例8：重合体粒子の製造例〕

メタクリル酸メチル(MMA)を使用せず、スチレン(St)の使用量を900 gに変更し、エチレングリコールジメタクリレート(EGDMA)の使用量を100 gに変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから10.4 kg(洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の0.8倍の重量)の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 (min)が137.5分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

40

【0243】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液(媒体)の総重量 G_1 は2.30 kgであり、粗生成物Pに含まれる媒体(水)を濾材3に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 は44.0分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、0.0523 kg/minであった。また、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、0.0756 kg/minであった。

50

【0244】

また、上記重合工程で使用した1種類の他の界面活性剤について前記の算出式(4)及び(5)により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L (kg)及び上限値 B_H (kg)は、実施例1と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は13.0kg(重合工程で得られた重合体粒子の13.0倍の重量)であり、前記下限値 B_L (=12.0(kg))以上、前記上限値 B_H (=15.3(kg))以下の範囲内の重量であった。

【0245】

〔実施例9：重合体粒子の製造例〕

種粒子(1)のスラリーを固形分(種粒子)として9.6gとなるように加えるのに代えて、種粒子の製造例3で得られた種粒子(3)のスラリーを固形分(種粒子)として4.7gとなるように加え、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから10.4kg(洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の0.8倍の重量)の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 (min)が130.0分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

10

【0246】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液(媒体)の総重量 G_1 は2.45kgであり、粗生成物Pに含まれる媒体(水)を濾材3に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 は45.0分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、0.0544kg/minであった。また、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、0.0800kg/minであった。

20

【0247】

また、上記重合工程で使用した1種類の他の界面活性剤について前記の算出式(4)及び(5)により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L (kg)及び上限値 B_H (kg)は、実施例1と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は13.0kg(重合工程で得られた重合体粒子の13.0倍の重量)であり、前記下限値 B_L (=12.0(kg))以上、前記上限値 B_H (=15.3(kg))以下の範囲内の重量であった。

【0248】

〔比較例1：重合体粒子の製造例〕

固液分離工程で得られる濾液(媒体)の総重量 G_1 が2.33kgとなり、粗生成物Pに含まれる媒体(水)を濾材3に通過させることを開始してから前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 が47.5分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗浄工程を省略した(洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 を0とした)こと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、0.0491kg/minであった。

30

【0249】

〔比較例2：重合体粒子の製造例〕

固液分離工程で得られる濾液(媒体)の総重量 G_1 が2.41kgとなり、粗生成物Pに含まれる媒体(水)を濾材3に通過させることを開始してから前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 が45.0分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗浄工程で用いる洗浄液としての水の重量 G_2 を5.0kg(重合工程で得られた重合体粒子の5.0倍の重量)に変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから、4.0kg(洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の0.8倍の重量)の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 (min)が48.6分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

40

【0250】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は0.0536kg/minであり、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は0.0

50

823 kg/minであった。

【0251】

〔比較例3：重合体粒子の製造例〕

固液分離工程で得られる濾液（媒体）の総重量 G_1 が2.39 kgとなり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材3に通過させることを開始してから前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 が47.7分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗浄工程で用いる洗浄液としての水の重量 G_2 を5.0 kg（重合工程で得られた重合体粒子の5.0倍の重量）に変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから、4.0 kg（洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の0.8倍の重量）の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 （min）が55.2分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例4と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

10

【0252】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は0.0501 kg/minであり、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は0.0725 kg/minであった。

【0253】

〔比較例4：重合体粒子の製造例〕

ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムを純分として10 gに代えて高分子分散安定剤としてのポリビニルアルコール（PVA）（日本合成化学工業株式会社製、製品名「ゴーセノールGM-14L」）を純分として50 g使用し、固液分離工程で得られる濾液（媒体）の総重量 G_1 が2.35 kgとなり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材3に通過させることを開始してから前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 が44.8分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから、10.4 kg（洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の0.8倍の重量）の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 （min）が142.9分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

20

【0254】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は0.0525 kg/minであり、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は0.0728 kg/minであった。

30

【0255】

〔実施例10：重合体粒子の製造例〕

ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤としてのポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムを純分として10 gに代えて、ポリオキシエチレン鎖を有するノニオン性界面活性剤としてのポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル（第一工業製薬株式会社製、製品名「ノイゲン（登録商標）EA-167」）を純分として10 g使用し、固液分離工程で得られる濾液（媒体）の総重量 G_1 が2.29 kgとなり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材3に通過させることを開始してから前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 が51.0分となるように固液分離工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

40

【0256】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、0.0499 kg/minであった。

【0257】

また、上記重合工程で使用した1種類の他の界面活性剤について前記の算出式（4）及び（5）により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L （kg）及び上限値 B_H （kg）は、実施例1と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は13.0 kg（重合工程で得られた重合体粒子の13.0倍の重量）であった。

【0258】

50

また、本実施例の洗浄工程において、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから、 10.4 kg （洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量）の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やした時間 T_2 （min）は、 170.0 分であった。したがって、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、 0.0612 kg/min であった。

【0259】

〔実施例11：重合体粒子の製造例〕

ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤としてのポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウム（東邦化学株式会社製、製品名「フォスファノール（登録商標）LO-529」）の純分としての添加量を 10 g から 25 g に変更し、固液分離工程で得られる濾液（媒体）の総重量 G_1 が 2.35 kg となり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材3に通過させることを開始してから前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 が 43.3 分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから 10.4 kg （洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量）の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 （min）が 126.8 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【0260】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は 0.0543 kg/min であり、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は 0.0820 kg/min であった。

【0261】

また、上記重合工程で使用した1種類の他の界面活性剤について前記の算出式（4）及び（5）により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L （kg）及び上限値 B_H （kg）は、実施例1と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は 13.0 kg （重合工程で得られた重合体粒子の 13.0 倍の重量）であり、前記下限値 B_L （ $= 12.0$ （kg））以上、前記上限値 B_H （ $= 15.3$ （kg））以下の範囲内の重量であった。

【0262】

〔実施例12：重合体粒子の製造例〕

ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤としてのポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウム（東邦化学株式会社製、製品名「フォスファノール（登録商標）LO-529」）の純分としての添加量を 10 g から 5 g に変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから 10.4 kg （洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量）の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 （min）が 135.5 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【0263】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液（媒体）の総重量 G_1 は 2.32 kg であり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材3に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 は 45.5 分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、 0.0510 kg/min であった。また、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、 0.0768 kg/min であった。

【0264】

また、上記重合工程で使用した1種類の他の界面活性剤について前記の算出式（4）及び（5）により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L （kg）及び上限値 B_H （kg）は、実施例1と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は 13.0 kg （重合工程で得られた重合体粒子の 13.0 倍の重量）であり、前記下限値 B_L （ $= 12.0$ （kg））以上、前記上限値 B_H （ $= 15.3$ （kg））以下の範囲内の重

10

20

30

40

50

量であった。

【0265】

〔実施例13：重合体粒子の製造例〕

洗浄工程で用いる洗浄液としての水の重量 G_2 を 12.1 kg （重合工程で得られた重合体粒子の 12.1 倍の重量）に変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから、 9.68 kg （洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量）の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 （min）が 110.0 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。本実施例の洗浄工程において、濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、 0.0880 kg/min である。

10

【0266】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液（媒体）の総重量 G_1 は 2.37 kg であり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材3に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 は 43.2 分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、 0.0549 kg/min であった。

【0267】

また、上記重合工程で使用した1種類の他の界面活性剤について前記の算出式（4）及び（5）により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L （kg）及び上限値 B_H （kg）は、実施例1と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 （ $= 12.1 \text{ kg}$ ）は、前記下限値 B_L （ $= 12.0$ （kg））以上、前記上限値 B_H （ $= 15.3$ （kg））以下の範囲内の重量である。

20

【0268】

〔実施例14：重合体粒子の製造例〕

洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから、 10.4 kg （洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量）の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 （min）が 357.4 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た。本実施例の洗浄工程において、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、 0.0291 kg/min である。

30

【0269】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液（媒体）の総重量 G_1 は 2.34 kg であり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材3に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 は 50.2 分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、 0.0466 kg/min であった。

【0270】

また、上記重合工程で使用した1種類の他の界面活性剤について前記の算出式（4）及び（5）により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L （kg）及び上限値 B_H （kg）は、実施例1と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 は 13.0 kg （重合工程で得られた重合体粒子の 13.0 倍の重量）であり、前記下限値 B_L （ $= 12.0$ （kg））以上、前記上限値 B_H （ $= 15.3$ （kg））以下の範囲内の重量であった。

40

【0271】

〔実施例15：重合体粒子の製造例〕

洗浄工程で用いる洗浄液としての水の重量 G_2 を 12.0 kg （重合工程で得られた重合体粒子の 12.0 倍の重量）に変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから、 9.60 kg （洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量）の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 （min）が 109.0 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例1と同様にして、目的の重合体粒子を得た

50

。洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、 0.0881 kg/min である。

【0272】

なお、本実施例の固液分離工程で得られた濾液（媒体）の総重量 G_1 は 2.30 kg であり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材 3 に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材 3 の通過を終了させるまでの時間 T_1 は 41.5 分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、 0.0554 kg/min であった。

【0273】

また、上記重合工程で使用した 1 種類の他の界面活性剤について前記の算出式（4）及び（5）により算出した洗浄液の重量の下限値 B_L （ kg ）及び上限値 B_H （ kg ）は、実施例 1 と同様である。本実施例の洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 （ $= 12.0 \text{ kg}$ ）は、前記下限値 B_L （ $= 12.0$ （ kg ））以上、前記上限値 B_H （ $= 15.3$ （ kg ））以下の範囲内の重量である。

【0274】

〔比較例 5：重合体粒子の製造例〕

ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤としてのポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウム（東邦化学株式会社製、製品名「フォスファノール（登録商標）LO-529」）の純分としての添加量を 10 g から 40 g に変更し、洗浄工程で用いる洗浄液としての水の重量 G_2 を 5.0 kg （重合工程で得られた重合体粒子の 5.0 倍の重量）に変更し、固液分離工程で得られる濾液（媒体）の総重量 G_1 が 2.30 kg となり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材 3 に通過させることを開始してから前記媒体の濾材 3 の通過を終了させるまでの時間 T_1 が 42.8 分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗浄液を濾材 3 に通過させることを開始してから 4.0 kg （洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量）の洗浄液が濾材 3 を通過するまでに費やす時間 T_2 （ min ）が 49.7 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【0275】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は 0.0537 kg/min であり、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は 0.0805 kg/min であった。

【0276】

〔比較例 6：重合体粒子の製造例〕

洗浄工程で用いる洗浄液としての水の重量 G_2 を 25.0 kg （重合工程で得られた重合体粒子の 25.0 倍の重量）に変更し、固液分離工程で得られる濾液（媒体）の総重量 G_1 が 2.31 kg となり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材 3 に通過させることを開始してから前記媒体の濾材 3 の通過を終了させるまでの時間 T_1 が 54.2 分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗浄液を濾材 3 に通過させることを開始してから 20.0 kg （洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量）の洗浄液が濾材 3 を通過するまでに費やす時間 T_2 （ min ）が 250.0 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【0277】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は 0.0426 kg/min であり、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は 0.0800 kg/min であった。

【0278】

〔比較例 7：重合体粒子の製造例〕

固液分離工程で得られる濾液（媒体）の総重量 G_1 が 2.25 kg となり、粗生成物 P に含まれる媒体（水）を濾材 3 に通過させることを開始してから前記媒体の濾材 3 の通過を終了させるまでの時間 T_1 が 21.8 分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗

10

20

30

40

50

浄液を濾材 3 に通過させることを開始してから、 10.4 kg (洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量) の洗浄液が濾材 3 を通過するまでに費やす時間 T_2 (min) が 93.3 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【0279】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は 0.1032 kg/min であり、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は 0.1115 kg/min であった。

【0280】

〔比較例 8：重合体粒子の製造例〕

固液分離工程で得られる濾液 (媒体) の総重量 G_1 が 2.25 kg となり、粗生成物 P に含まれる媒体 (水) を濾材 3 に通過させることを開始してから前記媒体の濾材 3 の通過を終了させるまでの時間 T_1 が 17.7 分となるように固液分離工程の条件を変更し、洗浄液を濾材 3 に通過させることを開始してから 10.4 kg (洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量) の洗浄液が濾材 3 を通過するまでに費やす時間 T_2 (min) が 118.3 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【0281】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、 0.1271 kg/min であり、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、 0.0879 kg/min であった。

【0282】

〔比較例 9：重合体粒子の製造例〕

洗浄液を濾材 3 に通過させることを開始してから 10.4 kg (洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量) の洗浄液が濾材 3 を通過するまでに費やす時間 T_2 (min) が 90.0 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして、目的の重合体粒子を得た。洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は 0.1156 kg/min であった。

【0283】

なお、本比較例の固液分離工程で得られた濾液 (媒体) の総重量 G_1 は 2.33 kg であり、粗生成物 P に含まれる媒体 (水) を濾材 3 に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材 3 の通過を終了させるまでの時間 T_1 は 55.2 分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、 0.0422 kg/min であった。

【0284】

〔比較例 10：重合体粒子の製造例〕

洗浄工程で用いる洗浄液としての水の重量 G_2 を 3.0 kg (重合工程で得られた重合体粒子の 3.0 倍の重量) に変更し、洗浄液を濾材 3 に通過させることを開始してから 2.4 kg (洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の 0.8 倍の重量) の洗浄液が濾材 3 を通過するまでに費やす時間 T_2 (min) が 27.3 分となるように洗浄工程の条件を変更したこと以外は、実施例 6 と同様にして、目的の重合体粒子を得た。

【0285】

なお、本比較例の固液分離工程で得られた濾液 (媒体) の総重量 G_1 は 2.25 kg であり、粗生成物 P に含まれる媒体 (水) を濾材 3 に通過させることを開始してから、前記媒体の濾材 3 の通過を終了させるまでの時間 T_1 は 40.2 分であった。したがって、固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、 0.0560 kg/min であった。洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 Y は、 0.0880 kg/min であった。

【0286】

〔比較例 11：重合体粒子の製造例〕

10

20

30

40

50

特許文献5（特開2009-203378号公報）の実施例5に従って重合体粒子を調製した。すなわち、まず、冷却管、温度計、及び滴下口を備えた四つ口フラスコに、イオン交換水529g、25モル%アンモニア水溶液1.6g、及びメタノール118gを入れ、攪拌しながらこの混合液に3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン（信越化学工業株式会社製、KBM-503）25gを滴下口から添加して、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシランの加水分解、縮合を行ってオルガノポリシロキサン粒子を調製した。反応開始から2時間後、得られたオルガノポリシロキサン粒子の乳濁液をサンプリングし、〔重合体粒子の体積平均粒子径及び粒子径の変動係数の測定方法〕記載の測定方法にて体積平均粒子径を測定したところ、体積平均粒子径は1.9 μ mであった。

【0287】

続いて、ポリオキシエチレン鎖を有するアニオン性界面活性剤であるポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸エステルアンモニウム塩（第一工業製薬株式会社製、製品名「ハイテノール（登録商標）NF-08」）20.0g（純分として約19g程度）をイオン交換水1750gで溶解した溶液に、スチレン（St）600g、1,6-ヘキサジオールジメタクリレート（HDDMA）400g、2,2'-アゾビス（2,4-ジメチルバレロニトリル）（和光純薬工業株式会社製、V-65）20gを溶解した溶液を加えてTKホモミキサー（プライミクス株式会社（旧・特殊機化工業株式会社）製）により6000rpmで5分間乳化分散させて乳化液を調製し、得られたモノマーエマルションをオルガノポリシロキサン粒子の乳濁液中に添加して、さらに攪拌を行った。モノマーエマルション添加から2時間後、反応液をサンプリングして顕微鏡で観察したところ、オルガノポリシロキサン粒子がモノマーを吸収して肥大化していることが確認された。

【0288】

次いで、反応液を窒素雰囲気下で65 $^{\circ}$ Cに昇温させて、65 $^{\circ}$ Cで2時間保持しモノマーのラジカル重合を行った。反応液を冷却した後、濾過して、重合生成物を濾取した。このとき、回収物（濾取された重合生成物）の固形分濃度は67重量%であった。

【0289】

回収物にイオン交換水1kgを加えて固形分濃度を40重量%とし、30分間攪拌した後、濾過して洗浄済重合生成物を回収した。このとき、洗浄後回収物の固形分濃度は60重量%であった。

【0290】

洗浄後回収物を乾燥機にて100 $^{\circ}$ Cで6時間乾燥して有機無機複合粒子を得た。得られた有機無機複合粒子について、前述の測定方法により体積平均粒子径及び粒子径の変動係数を測定したところ、体積平均粒子径は3.82 μ m、粒子径の変動係数は7.22%であった。また、得られた有機無機複合粒子について、前述の測定方法により界面活性剤の含有量を測定したところ、1940重量ppm（0.19重量%）であった。

【0291】

なお、1回目の濾過は、濾材3として濾布に代えて定量濾紙（アドバンテック東洋株式会社製、定量濾紙No.5C）を用い、固液分離工程で得られる濾液（媒体）の総重量 G_1 が0.80kgとなり、粗生成物Pに含まれる媒体（水）を濾材3に通過させることを開始してから前記媒体の濾材3の通過を終了させるまでの時間 T_1 が18.5分となるように固液分離工程の条件を変更したこと以外は、実施例1の固液分離工程と同様にして行った。2回目の濾過は、固形分濃度が40重量%となるように洗浄工程で用いる洗浄液としての水の重量 G_2 を1.0kg（重合工程で得られた重合体粒子の1.0倍の重量）に変更し、洗浄液を濾材3に通過させることを開始してから、0.8kg（洗浄工程で用いた洗浄液としての水の重量 G_2 の0.8倍の重量）の洗浄液が濾材3を通過するまでに費やす時間 T_2 （min）が28.9分となるように洗浄工程の条件を変更し、濾材3として濾布に代えて定量濾紙（アドバンテック東洋株式会社製、定量濾紙No.5C）を用いたこと以外は、実施例1の洗浄工程と同様にして行った。

【0292】

固液分離工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量 X は、0.0432 /

10

20

30

40

50

minであり、洗浄工程において濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量Yは、0.0277kg/minであった。

【0293】

〔実施例16：光学フィルムの製造例〕

10mlのサンプル管に、実施例1で得られた重合体粒子0.20gと、高SP値有機溶剤としてのイソプロピルアルコール1.00gとを添加し、超音波洗浄器（株式会社ヴェルヴォクリア製「ULTRASONIC CLEANER VS-150」）を用いて1分間攪拌し、有機溶剤としての酢酸ブチル中に重合体粒子を分散させて、分散液を得た。この分散液に、さらに、アクリル系樹脂（DIC株式会社製の「アクリディック（登録商標）A-817」、有機溶剤としてのトルエン及び酢酸ブチルを49.0～51.0重量%含有）を1.50g添加し、上記超音波洗浄器で2分程度攪拌して、コーティング用樹脂組成物を得た。このコーティング用樹脂組成物を4時間静置させた後、コーティング用樹脂組成物に有機溶剤としての酢酸ブチル5.50gを添加し、上記超音波洗浄器にて1分間攪拌して、コーティング用樹脂組成物の希釈液を得た。

10

【0294】

得られたコーティング用樹脂組成物の希釈液を厚み100μmのPETフィルム（富士フィルム株式会社製、商品名「複写機用FUJIX（登録商標）OHPフィルム」）上に、75μmスリットのコーターを使用して塗工した。塗工後、温度を70℃に保った乾燥機に入れて1時間放置することにより、光学フィルムを得た。

【0295】

20

〔実施例17：光学フィルムの製造例〕

実施例1で得られた重合体粒子0.20gに代えて、実施例2で得られた重合体粒子0.20gを使用した以外は、実施例16と同様にして、光学フィルムを得た。

【0296】

〔実施例18：光学フィルムの製造例〕

実施例1で得られた重合体粒子0.20gに代えて、実施例3で得られた重合体粒子0.20gを使用した以外は、実施例16と同様にして、光学フィルムを得た。

【0297】

〔実施例19：光学フィルムの製造例〕

実施例1で得られた重合体粒子0.20gに代えて、実施例4で得られた重合体粒子0.20gを使用した以外は、実施例16と同様にして、光学フィルムを得た。

30

【0298】

〔実施例20：光学フィルムの製造例〕

実施例1で得られた重合体粒子0.20gに代えて、実施例5で得られた重合体粒子0.20gを使用した以外は、実施例16と同様にして、光学フィルムを得た。

【0299】

〔実施例21：光学フィルムの製造例〕

実施例1で得られた重合体粒子0.20gに代えて、実施例6で得られた重合体粒子0.20gを使用した以外は、実施例16と同様にして、光学フィルムを得た。

【0300】

40

〔実施例22：光学フィルムの製造例〕

実施例1で得られた重合体粒子0.20gに代えて、実施例7で得られた重合体粒子0.20gを使用した以外は、実施例16と同様にして、光学フィルムを得た。

【0301】

〔実施例23：光学フィルムの製造例〕

実施例1で得られた重合体粒子0.20gに代えて、実施例8で得られた重合体粒子0.20gを使用した以外は、実施例16と同様にして、光学フィルムを得た。

【0302】

〔実施例24：光学フィルムの製造例〕

実施例1で得られた重合体粒子0.20gに代えて、実施例9で得られた重合体粒子0

50

． 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0303 】

〔 比較例 12 : 光学フィルムの比較製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、比較例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0304 】

〔 比較例 13 : 光学フィルムの比較製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、比較例 2 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0305 】

〔 比較例 14 : 光学フィルムの比較製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、比較例 3 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0306 】

〔 比較例 15 : 光学フィルムの比較製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、比較例 4 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0307 】

〔 実施例 25 : 光学フィルムの製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、実施例 10 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0308 】

〔 実施例 26 : 光学フィルムの製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、実施例 11 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0309 】

〔 実施例 27 : 光学フィルムの製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、実施例 12 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0310 】

〔 実施例 28 : 光学フィルムの製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、実施例 13 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0311 】

〔 実施例 29 : 光学フィルムの製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、実施例 14 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0312 】

〔 実施例 30 : 光学フィルムの製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、実施例 15 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0313 】

〔 比較例 16 : 光学フィルムの比較製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、比較例 5 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0314 】

〔 比較例 17 : 光学フィルムの比較製造例 〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0 . 20 g に代えて、比較例 6 で得られた重合体粒子 0 . 20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【 0315 】

10

20

30

40

50

〔比較例 18：光学フィルムの比較製造例〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0.20 g に代えて、比較例 7 で得られた重合体粒子 0.20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【0316】

〔比較例 19：光学フィルムの比較製造例〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0.20 g に代えて、比較例 8 で得られた重合体粒子 0.20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【0317】

〔比較例 20：光学フィルムの比較製造例〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0.20 g に代えて、比較例 9 で得られた重合体粒子 0.20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

10

【0318】

〔比較例 21：光学フィルムの比較製造例〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0.20 g に代えて、比較例 10 で得られた重合体粒子 0.20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【0319】

〔比較例 22：光学フィルムの比較製造例〕

実施例 1 で得られた重合体粒子 0.20 g に代えて、比較例 11 で得られた重合体粒子 0.20 g を使用した以外は、実施例 16 と同様にして、光学フィルムを得た。

【0320】

20

実施例 16 ~ 30 及び比較例 12 ~ 22 の光学フィルムについて、以下に示す方法により、光学特性を評価した。

【0321】

〔光学特性（ヘイズのばらつきの少なさ）の評価方法〕

光学フィルムを 6 cm × 6 cm の正方形にカットしたものを試験片とする。試験片のコーティング用樹脂組成物が塗工された面の上下左右の 4 つの端部及び中央部（計 5 箇所）のそれぞれのヘイズを、JIS K 7136 に従って、日本電色工業株式会社製の「NDH-4000」を使用して測定する。そして、測定した 5 箇所のヘイズ（％）の最大値、最小値、及び平均値を用いて、以下の算出式により、ヘイズ差（％）を算出し、そのヘイズ差（％）を、以下の評価基準により評価した。

30

【0322】

<ヘイズ差（％）の算出式>

$$R = \{ (H Z_{M A X} - H Z_{M I N}) / H Z_{A V E} \} \times 100$$

R：ヘイズ差（％）

H Z_{MAX}：5 箇所のヘイズ（％）の最大値

H Z_{MIN}：5 箇所のヘイズ（％）の最小値

H Z_{AVE}：5 箇所のヘイズ（％）の平均値

【0323】

<評価基準>

：ヘイズ差が 0.5 % 未満

：ヘイズ差が 0.5 % 以上 1.0 % 未満

：ヘイズ差が 1.0 % 以上 3.0 % 未満

×：ヘイズ差が 3.0 % 以上

40

【0324】

実施例 1 ~ 15 及び比較例 1 ~ 11 について、重合工程に使用した種粒子の番号（種粒子番号）、重合工程に使用した単量体の組成（単量体組成）、重合工程に使用した他の界面活性剤及びポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の種類、重合工程に使用した高分子分散安定剤の種類、固液分離工程における X 値（濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量（kg/min））の測定結果、洗浄工程における Y 値（濾材を通過した洗浄液の単位時間当たりの量（kg/min））の測定結果、洗浄工程で用いた洗浄液（水）の量（

50

kg)、得られた重合体粒子の体積平均粒子径(μm)及び粒子径の変動係数(CV値(%))の測定結果、得られた重合体粒子の屈折率の測定結果、並びに得られた重合体粒子のゲル分率(%)の測定結果を表2及び表4に示す。

【0325】

また、実施例1~15及び比較例1~11で得られた重合体粒子について、重合体粒子の比表面積(m^2/g)の測定結果、重合体粒子中の他の界面活性剤の含有量(重量ppm)の測定結果、重合体粒子中のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量(重量ppm)の測定結果、重合体粒子の単位表面積あたりにおける重合体粒子中の他の界面活性剤の含有量($\times 10^{-3}\text{g}/\text{m}^2$)の測定結果、重合体粒子の単位表面積あたりにおける重合体粒子中のポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量($\times 10^{-5}\text{g}/\text{m}^2$)の測定結果、高SP値有機溶剤中への重合体粒子の分散性の評価結果、並びに重合体粒子中の副生成物(乳化重合生成物)の含有量の測定結果を表3及び表5に示す。また、実施例16~30及び比較例12~22の光学フィルムについて、光学フィルムのヘイズ差(%)の測定結果、及び光学フィルムの光学特性の評価結果を表3及び表5に併せて示す。

10

【0326】

なお、表2及び表4中において、DSSはジ(2-エチルヘキシル)スルホコハク酸ナトリウムを表し、LSはラウリル硫酸ナトリウムを表し、ASKはアルケニルコハク酸ジカリウムを表し、POEPSはポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸ナトリウムを表し、ASPSEはポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸エステルアンモニウムを表し、POESEはポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテルリン酸エステルを表し、PVAはポリビニルアルコールを表し、PSEはポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテルを表す。

20

【0327】

【 表 2 】

種 粒 子 番 号	単 量 体 組 成	界 面 活 性 剤		高 分 子 分 散 安 定 剤	X 値 (kg/min)	Y 値 (kg/min)	洗 浄 液 量 (kg)	体 積 平 均 粒 子 径 (μ m)	CV 値 (%)	屈 折 率	ゲ ル 分 率 (重 量 %)
		他 の 界 面 活 	ポ リ オ キ シ エ チ レ ン 鎖 含 有 界 面 活 性 剤								
実 施 例 1	MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0498	0.0740	13.0	2.95	7.90	1.525	98.2
実 施 例 2	MMA-St-EGDMA	LS	POEPS	-	0.0460	0.0559	10.5	2.94	7.78	1.525	98.9
実 施 例 3	MMA-St-EGDMA	ASK	POEPS	-	0.0562	0.0788	13.0	2.95	8.01	1.525	97.8
実 施 例 4	MMA-St-EGDMA	DSS	ASPSE	-	0.0556	0.0806	13.0	2.95	7.72	1.525	97.9
実 施 例 5	MMA-St-EGDMA	DSS	POESE	-	0.0551	0.0779	13.0	2.94	7.66	1.525	98.2
実 施 例 6	MMA-St-EGDMA	-	POEPS	-	0.0533	0.0795	10.0	2.96	8.00	1.525	98.0
実 施 例 7	MMA-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0535	0.0723	13.0	2.95	7.53	1.495	96.7
実 施 例 8	St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0523	0.0756	13.0	2.97	7.72	1.580	97.3
実 施 例 9	MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0544	0.0800	13.0	6.01	6.33	1.525	98.2
比 較 例 1	MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0491	-	-	2.95	7.64	1.525	98.0
比 較 例 2	MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0536	0.0823	5.0	2.96	7.63	1.525	97.2
比 較 例 3	MMA-St-EGDMA	DSS	ASPSE	-	0.0501	0.0725	5.0	2.96	7.61	1.525	96.9
比 較 例 4	MMA-St-EGDMA	DSS	-	PVA	0.0525	0.0728	13.0	2.95	7.53	1.525	97.8

【 0 3 2 8 】

10

20

30

40

【 表 3 】

	比表面積 (m ² /g)	界面活性剤含有量		単位表面積あたりにおける 界面活性剤含有量		分散性	副生成 物含有量 (重量%)	光学特性		
		ポリオキシ エチレン鎖含有 界面活性剤 (重量%)	他の界面 活性剤 (重量ppm)	ポリオキシ エチレン鎖含有 界面活性剤 ×10 ⁻³ (g/m ²)	他の界面 活性剤 ×10 ⁻⁵ (g/m ²)			Δイズ差 (%)	評価結果	
実施例1	1.87	0.79	23	4.22	1.23	○	0.12	実施例16	0.33	◎
実施例2	1.85	0.76	21	4.11	1.14	○	0.11	実施例17	0.29	◎
実施例3	1.92	0.80	29	4.17	1.51	○	0.09	実施例18	0.44	◎
実施例4	1.90	0.81	29	4.26	1.53	○	0.13	実施例19	0.42	◎
実施例5	1.91	0.79	26	4.14	1.36	○	0.13	実施例20	0.38	◎
実施例6	1.88	1.77	—	9.41	—	○	0.11	実施例21	0.39	◎
実施例7	1.88	0.78	25	4.15	1.33	○	0.08	実施例22	0.48	◎
実施例8	1.95	0.75	27	3.85	1.38	○	0.10	実施例23	0.43	◎
実施例9	1.11	0.66	28	5.95	2.52	○	0.05	実施例24	0.42	◎
比較例1	1.99	0.92	8231	4.62	413.62	△	4.33	比較例12	4.01	×
比較例2	1.93	0.82	2543	4.25	131.76	△	2.03	比較例13	3.11	×
比較例3	1.98	0.77	2898	3.89	146.36	△	1.99	比較例14	3.11	×
比較例4	1.95	—	23	—	1.18	×	0.08	比較例15	1.44	△

【 0 3 2 9 】

【 表 4 】

種 粒 子 番 号	単 量 体 組 成	界 面 活 性 剤		高 分 子 分 散 安 定 剤	X 値 (kg/min)	Y 値 (kg/min)	洗 浄 液 量 (kg)	体 積 平 均 粒 子 径 (μm)	CV 値 (%)	屈 折 率	ゲ ル 分 率 (重 量 %)
		ポ リ オ キ シ エ チ レ ン 鎖 含 有 界 面 活 性 剤	他 の 界 面 活 性 剤								
実 施 例 10	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	PSE	-	0.0499	0.0612	13.0	2.98	7.89	1.525	98.1
実 施 例 11	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0543	0.0820	13.0	2.98	7.81	1.525	98.3
実 施 例 12	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0510	0.0768	13.0	2.97	7.84	1.525	98.0
実 施 例 13	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0549	0.0880	12.1	2.97	7.69	1.525	97.5
実 施 例 14	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0466	0.0291	13.0	2.97	7.77	1.525	97.7
実 施 例 15	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0554	0.0881	12.0	2.96	7.83	1.525	98.0
比 較 例 5	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0537	0.0805	5.0	2.96	7.80	1.525	97.9
比 較 例 6	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0426	0.0800	25.0	2.97	7.79	1.525	98.4
比 較 例 7	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.1032	0.1115	13.0	2.98	7.66	1.525	98.1
比 較 例 8	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.1271	0.0879	13.0	2.98	7.85	1.525	98.0
比 較 例 9	(1) MMA-St-EGDMA	DSS	POEPS	-	0.0422	0.1156	13.0	2.97	7.99	1.525	98.5
比 較 例 10	(1) MMA-St-EGDMA	-	POEPS	-	0.0560	0.0880	3.0	2.96	7.60	1.525	98.2
比 較 例 11	他 St-HDDMA	-	ASPSE	-	0.0432	0.0277	1.0	3.82	7.22	1.525	96.5

【 0 3 3 0 】

10

20

30

40

【 表 5 】

	比表面積 (m^2/g)	界面活性剤含有量		単位表面積あたりにおける 界面活性剤含有量		分散性	副生成物 含有量 (重量%)	光学特性	
		ポリオキシ エチレン鎖含有 界面活性剤 (重量%)	他の界面 活性剤 (重量ppm)	ポリオキシ エチレン鎖含有 界面活性剤 $\times 10^{-3}(g/m^2)$	他の界面 活性剤 $\times 10^{-5}(g/m^2)$			ヘイズ 差 (%)	評価結果
実施例10	1.97	0.76	23	3.86	1.17	○	0.19	0.44	◎
実施例11	1.90	2.34	35	12.32	1.84	◎	0.25	0.35	◎
実施例12	1.95	0.42	29	2.15	1.49	○	0.13	0.61	○
実施例13	1.85	0.79	155	4.27	8.38	◎	0.14	0.63	○
実施例14	1.82	0.60	16	3.30	0.88	○	0.14	0.64	○
実施例15	1.88	0.88	98	4.68	5.21	○	0.82	0.73	○
比較例5	1.85	3.22	3543	17.41	191.51	×	2.78	4.20	×
比較例6	1.92	0.28	19	1.46	0.99	×	0.19	3.33	×
比較例7	1.90	0.81	566	4.26	29.79	△	2.33	1.99	△
比較例8	1.89	0.80	233	4.23	12.33	△	1.98	2.01	△
比較例9	1.95	0.55	233	2.82	11.95	△	1.89	2.22	△
比較例10	1.88	2.85	-	15.16	-	×	3.33	4.31	×
比較例11	1.76	0.19	-	1.08	-	×	2.22	1.08	△

【 0 3 3 1 】

実施例1～15及び比較例1～11の固液分離工程及び洗浄工程で使用した加圧濾過器1(図1参照)の濾材3(濾布)と濾過物(すなわち、粗生成物P)との界面の面積Aは、 $0.0104(m^2)$ である。このため、実施例1～15及び比較例1～11において、前記条件式(1)を満たすX値(濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量(kg/min))の上限値は、 $0.0572kg/min$ となる。また、上記条件式(2)を満た

す Y 値（濾材を通過した洗浄液の単位時間当たりの量（ kg/min ））の下限値は $0.0260 \text{ kg}/\text{min}$ 、上限値は $0.0884 \text{ kg}/\text{min}$ となる。

【0332】

表 2～5 に示す結果より、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤と他の界面活性剤とを併用した実施例・比較例で得られる重合体粒子のうちで、洗浄に使用した洗浄液（水）の量が重合体粒子の重量の 9 倍以上（ 9 kg 以上）、具体的には $10.0 \sim 13.0$ 倍である実施例 1～15 で得られる重合体粒子は、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が $10.0 \times 10^{-5} \text{ g}/\text{m}^2$ 以下、具体的には $0.88 \sim 8.38 \times 10^{-5} \text{ g}/\text{m}^2$ と少ないのに対し、洗浄工程を省略した（洗浄に使用した洗浄液（水）の量が 0 の場合に相当）比較例 1、及び洗浄に使用した洗浄液（水）の量が重合体粒子の重量の 9 倍未満（ 9 kg 未満）、具体的には 5.0 倍である比較例 2、3、5 で得られる重合体粒子は、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が $10.0 \times 10^{-5} \text{ g}/\text{m}^2$ 超、具体的には $131.76 \sim 413.62 \times 10^{-5} \text{ g}/\text{m}^2$ と多かった。したがって、洗浄に使用した洗浄液（水）の量が重合体粒子の重量の 9 倍以上である本発明の製造方法によれば、重合工程で使用した他の界面活性剤の重合体粒子表面への単位表面積あたりの付着量を低減できることが認められた。

10

【0333】

表 2～5 に示す結果より、洗浄に使用した洗浄液（水）の量が重合体粒子の重量の 1.8 倍以下（ 1.8 kg 以下）、具体的には $10.0 \sim 13.0$ 倍である実施例 1～15 で得られる重合体粒子は、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \times 10^{-3} \text{ g}/\text{m}^2 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g}/\text{m}^2$ 、具体的には $2.15 \sim 12.32 \times 10^{-3} \text{ g}/\text{m}^2$ であるのに対し、洗浄に使用した洗浄液（水）の量が重合体粒子の重量の 1.8 倍超（ 1.8 kg 超）、具体的には 2.5.0 倍（ $2.5.0 \text{ kg}$ ）である比較例 6 で得られる重合体粒子は、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \times 10^{-3} \text{ g}/\text{m}^2$ 未満、具体的には $1.46 \times 10^{-3} \text{ g}/\text{m}^2$ と少なかった。したがって、洗浄に使用した洗浄液（水）の量が重合体粒子の重量の 9 倍以上 1.8 倍以下である本発明の製造方法によれば、重合工程で使用したポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の重合体粒子表面への単位表面積あたりの付着量を適度な範囲 $2.0 \times 10^{-3} \text{ g}/\text{m}^2 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g}/\text{m}^2$ にすることができることが認められた。

20

30

【0334】

また、洗浄に使用した洗浄液（水）の量が重合体粒子の重量の 9 倍以上（ 9 kg 以上）、具体的には $10.0 \sim 13.0$ 倍である実施例 1～15 で得られる重合体粒子は、副生成物（乳化重合生成物）の含有量の測定値が 1.0 重量% 未満、具体的には $0.05 \sim 0.82$ 重量% と少なかったのに対し、洗浄工程を省略した（洗浄に使用した洗浄液（水）の量が 0 の場合に相当）比較例 1、及び洗浄に使用した洗浄液（水）の量が重合体粒子の重量の 9 倍未満（ 9 kg 未満）、具体的には $1.0 \sim 5.0$ 倍である比較例 2、3、5、10、11 で得られる重合体粒子は、副生成物（乳化重合生成物）の含有量の測定値が 1.0 重量% 以上、具体的には $1.99 \sim 4.33$ 重量% と多かった。したがって、洗浄に使用した洗浄液（水）の量が重合体粒子の重量の 9 倍以上である本発明の製造方法によれば、重合体粒子における副生成物（乳化重合生成物）の含有量を低減できることが認められた。

40

【0335】

また、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤と他の界面活性剤とを併用した実施例・比較例で得られる重合体粒子のうちで、X 値（濾材を通過した媒体の単位時間当たりの量）が、前記条件式（1）を満たす上限値 0.0572 （ kg/min ）以下（具体的には $0.0460 \sim 0.0566$ （ kg/min ））である実施例 1～15 で得られる重合体粒子は、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が $10.0 \times 10^{-5} \text{ g}/\text{m}^2$ 以下、具体的には $0.88 \sim 8.38 \times 10^{-5} \text{ g}/\text{m}^2$ と少ないのに対し、X 値が、前記条件式（1）を満たす上限値 0.0572 （ kg/min ）より大き

50

い(具体的には $0.1032 \sim 0.1271$ (kg/min)である)比較例7、8で得られる重合体粒子は、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が 10.0×10^{-5} g/m²超(具体的には $12.33 \sim 29.79 \times 10^{-5}$ g/m²)と多かった。したがって、X値が、前記条件式(1)を満たす本発明の製造方法によれば、重合工程で使用した他の界面活性剤の重合体粒子表面への単位表面積あたりの付着量を低減できることが認められた。

【0336】

また、X値が、前記条件式(1)を満たす上限値 0.0572 (kg/min)以下(具体的には $0.0460 \sim 0.0566$ (kg/min))である実施例1~15で得られる重合体粒子は、副生成物(乳化重合生成物)の含有量の測定値が1.0重量%未満、具体的には $0.05 \sim 0.82$ 重量%と少なかったのに対し、X値が、前記条件式(1)を満たす上限値 0.0572 (kg/min)より大きい(具体的には $0.0762 \sim 0.1271$ (kg/min)である)比較例7、8、11で得られる重合体粒子は、副生成物(乳化重合生成物)の含有量の測定値が1.0重量%以上(具体的には $1.98 \sim 2.33$ 重量%)と多かった。したがって、X値が、前記条件式(1)を満たす本発明の製造方法によれば、重合体粒子における副生成物(乳化重合生成物)の含有量を低減できることが認められた。

【0337】

また、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤と他の界面活性剤とを併用した実施例・比較例で得られる重合体粒子のうちで、Y値(濾材を通過した洗浄液の単位時間当たりの量)が、前記条件式(2)を満たす 0.0260 (kg/min)~ 0.0884 (kg/min)の範囲内(具体的には $0.0291 \sim 0.0881$ (kg/min)である)実施例1~15で得られる重合体粒子は、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が 10.0×10^{-5} g/m²以下、具体的には $0.88 \sim 8.38 \times 10^{-5}$ g/m²と少ないのに対し、Y値が、前記条件式(2)を満たす上限値 0.0884 kg/minより大きい(具体的には $0.1115 \sim 0.1156$ (kg/min)である)比較例7、9で得られる重合体粒子は、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が 10.0×10^{-5} g/m²超(具体的には $11.95 \sim 29.79 \times 10^{-5}$ g/m²)と多かった。したがって、Y値が、前記条件式(2)を満たす本発明の製造方法によれば、重合工程で使用した他の界面活性剤の重合体粒子表面への単位表面積あたりの付着量を低減できることが認められた。

【0338】

また、Y値が、前記条件式(2)を満たす(具体的には $0.0291 \sim 0.0881$ (kg/min)である)実施例1~15で得られる重合体粒子は、副生成物(乳化重合生成物)の含有量の測定値が1.0重量%未満、具体的には $0.05 \sim 0.82$ 重量%と少なかったのに対し、Y値が、前記条件式(2)を満たす上限値 0.0884 kg/minより大きい(具体的には $0.1115 \sim 0.1156$ (kg/min)である)比較例7、9で得られる重合体粒子は、副生成物(乳化重合生成物)の含有量の測定値が1.0重量%以上(具体的には $1.89 \sim 2.33$ 重量%)と多かった。したがって、Y値が、前記条件式(2)を満たす本発明の製造方法によれば、重合体粒子における副生成物(乳化重合生成物)の含有量を低減できることが認められた。

【0339】

また、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が 10.0×10^{-5} g/m²以下(具体的には $0.88 \sim 8.38 \times 10^{-5}$ g/m²)である実施例1~15の重合体粒子は、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が 10.0×10^{-5} g/m²超(具体的には $11.95 \sim 413.62 \times 10^{-5}$ g/m²)である比較例1~3、5、7~9の重合体粒子と比べて、高SP値有機溶剤に対する分散性に優れることが認められた。

【0340】

また、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が 10.0×1

10

20

30

40

50

0.5 g/m^2 以下である実施例 1 ~ 15 の重合体粒子を含むコーティング用樹脂組成物を塗工してなる実施例 16 ~ 30 の光学フィルムは、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が $10.0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 超である比較例 1 ~ 3、5、7 ~ 9 の重合体粒子を含むコーティング用樹脂組成物を塗工してなる比較例 12 ~ 14、16、18 ~ 20 の光学フィルムと比べて、ヘイズ差が少なく、光拡散性のむらが少ないものであることが認められた。すなわち、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が $10.0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下である重合体粒子を含む光学フィルムでは、より均一な光学特性（防眩性及び光拡散性）が得られることが認められた。これは、重合体粒子の単位表面積あたりにおける他の界面活性剤の含有量が $10.0 \times 10^{-5} \text{ g/m}^2$ 以下である重合体粒子が、分散均一性に優れていることを示している。

10

【0341】

また、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ （具体的には $2.15 \sim 12.32 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ ）である実施例 1 ~ 15 の重合体粒子は、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を使用しなかった（重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が 0 の場合に相当）比較例 4 の重合体粒子、及び重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ 未満（具体的には $0.80 \sim 1.46 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ ）である比較例 6、11 の重合体粒子と比べて、高 SP 値有機溶剤に対する分散性に優れることが認められた。

20

【0342】

また、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ である実施例 1 ~ 15 の重合体粒子を含むコーティング用樹脂組成物を塗工してなる実施例 16 ~ 30 の光学フィルムは、ポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤を使用しなかった（重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が 0 の場合に相当）比較例 4 の重合体粒子を含むコーティング用樹脂組成物を塗工してなる比較例 15 の光学フィルム、及び重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ 未満である比較例 6、11 の重合体粒子を含むコーティング用樹脂組成物を塗工してなる比較例 17、22 の光学フィルムと比べて、ヘイズ差が少なく、光拡散性のむらが少ないものであることが認められた。すなわち、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ である重合体粒子を含む光学フィルムでは、より均一な光学特性（防眩性及び光拡散性）が得られることが認められた。これは、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ である重合体粒子が、分散均一性に優れていることを示している。

30

【0343】

また、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ （具体的には $2.15 \sim 12.32 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ ）である実施例 1 ~ 15 の重合体粒子は、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ 超（具体的には $15.16 \sim 17.41 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ ）である比較例 5、10 の重合体粒子と比べて、高 SP 値有機溶剤に対する分散性に優れることが認められた。

40

【0344】

また、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ である実施例 1 ~ 15 の重合体粒子を含むコーティング用樹脂組成物を塗工してなる実施例 16 ~ 30 の光学フィルムは、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ 超である比較例 5、10 の重合体粒子を含むコーティング用

50

樹脂組成物を塗工してなる比較例 16、21 の光学フィルムと比べて、ヘイズ差が少なく、光拡散性のむらが少ないものであることが認められた。すなわち、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ である重合体粒子を含む光学フィルムでは、より均一な光学特性（防眩性及び光拡散性）が得られることが認められた。これは、重合体粒子の単位表面積あたりにおけるポリオキシエチレン鎖を有する界面活性剤の含有量が $2.0 \sim 15.0 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2$ である重合体粒子が、分散均一性に優れていることを示している。

【0345】

また、副生成物（乳化重合生成物）の含有量の測定値が 1.0 重量%未満（具体的には 0.05 ~ 0.82 重量%）である実施例 1 ~ 15 の重合体粒子は、副生成物（乳化重合生成物）の含有量の測定値が 1.0 重量%以上である比較例 1 ~ 3、5、7 ~ 11 の重合体粒子と比べて、高SP値有機溶剤に対する分散性に優れることが認められた。

10

【0346】

また、副生成物（乳化重合生成物）の含有量の測定値が 1.0 重量%未満である実施例 1 ~ 15 の重合体粒子を含むコーティング用樹脂組成物を塗工してなる実施例 16 ~ 30 の光学フィルムは、副生成物（乳化重合生成物）の含有量の測定値が 1.0 重量%以上である比較例 1 ~ 3、5、7 ~ 11 の重合体粒子を含むコーティング用樹脂組成物を塗工してなる比較例 12 ~ 14、16、18 ~ 22 の光学フィルムと比べて、ヘイズ差が少なく、光拡散性のむらが少ないものであることが認められた。すなわち、副生成物（乳化重合生成物）の含有量の測定値が 1.0 重量%未満である重合体粒子を含む光学フィルムでは、より均一な光学特性（防眩性及び光拡散性）が得られることが認められた。これは、副生成物（乳化重合生成物）の含有量の測定値が 1.0 重量%未満である重合体粒子が、分散均一性に優れていることを示している。

20

【0347】

本発明は、その精神又は主要な特徴から逸脱することなく、他のいろいろな形で実施することができる。そのため、上述の実施例はあらゆる点で単なる例示にすぎず、限定的に解釈してはならない。本発明の範囲は特許請求の範囲によって示すものであって、明細書本文には、なんら拘束されない。さらに、特許請求の範囲の均等範囲に属する変形や変更は、全て本発明の範囲内のものである。

【0348】

また、この出願は、2014年9月30日に日本で出願された特願2014-201702に基づく優先権を請求する。これに言及することにより、その全ての内容は本出願に組み込まれるものである。

30

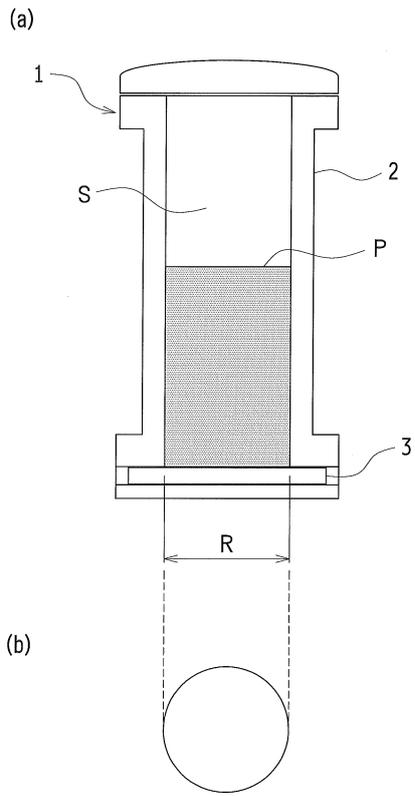
【符号の説明】

【0349】

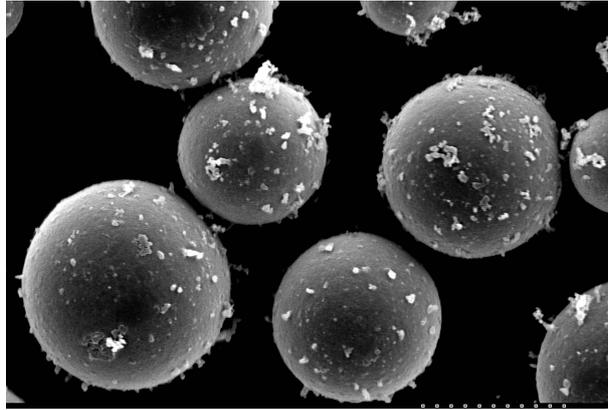
- 1 加圧濾過器
- 2 耐圧容器
- 3 濾材
- R 濾材と被濾過物との界面（脱液面）の径
- P 粗生成物
- S 濾材の上側空間

40

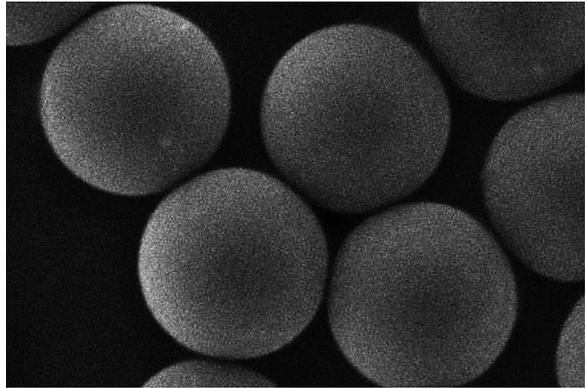
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2010-248275(JP,A)
特開平03-162405(JP,A)
国際公開第2011/046186(WO,A1)
特開2003-040915(JP,A)
特開平08-217809(JP,A)
特開2009-203378(JP,A)
特開2006-233055(JP,A)
特開2013-030439(JP,A)
国際公開第2008/023648(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08F6/00-6/28
C08F2/22-2/30
C08J7/04
B32B27/20
G02B1/04