

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6574424号  
(P6574424)

(45) 発行日 令和1年9月11日 (2019.9.11)

(24) 登録日 令和1年8月23日 (2019.8.23)

(51) Int. Cl. F I  
**BO1F 17/42 (2006.01)** BO1F 17/42  
**BO1F 17/16 (2006.01)** BO1F 17/16  
**BO1F 17/52 (2006.01)** BO1F 17/52

請求項の数 14 (全 45 頁)

(21) 出願番号	特願2016-540398 (P2016-540398)	(73) 特許権者	506347528
(86) (22) 出願日	平成26年9月5日 (2014.9.5)		ルブリゾル アドバンスド マテリアルズ
(65) 公表番号	特表2016-530386 (P2016-530386A)		, インコーポレイテッド
(43) 公表日	平成28年9月29日 (2016.9.29)		アメリカ合衆国 オハイオ 44141-
(86) 国際出願番号	PCT/US2014/054182		3247, クリーブランド, ブレック
(87) 国際公開番号	W02015/035107		スビル ロード 9911
(87) 国際公開日	平成27年3月12日 (2015.3.12)	(74) 代理人	100078282
審査請求日	平成29年9月4日 (2017.9.4)		弁理士 山本 秀策
(31) 優先権主張番号	61/874,384	(74) 代理人	100113413
(32) 優先日	平成25年9月6日 (2013.9.6)		弁理士 森下 夏樹
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多酸多塩基グラフトコポリマー分散剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

有機媒質と微粒子状固体との間の接触面において使用するための分散剤であって、前記分散剤は、アミン系多塩基種およびその塩と反応させたポリエーテル官能化ポリ酸の表面活性反応生成物を含み、

ここで、前記ポリエーテル官能化ポリ酸種は、10から500の繰り返し単位のポリ酸部分を含み、前記繰り返し単位の少なくとも45モル%は、1つまたは複数のカルボン酸基を持つフリーラジカル重合可能な不飽和モノマー由来であり、前記ポリ酸部分は、カルボン酸、カルボン酸の塩、ジカルボン酸の無水物、リン由来の酸および硫黄由来の酸からなる種類から選択される少なくとも2つの遊離酸基を含み、前記繰り返し単位は、重合可能な炭素-炭素二重結合を含有していたフリーラジカル重合性モノマーから誘導され、

ここで、前記ポリエーテル官能化ポリ酸は、前記ポリエーテルの末端付近に酸素またはアミン系基 (J) を持ち、エステル、アミドおよび/またはイミド結合を介して前記ポリ酸部分と接続された2つまたはそれ超のポリエーテルセグメントを含み、前記2つまたはそれ超のポリエーテルセグメントは、式-J-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-O)<sub>T</sub>-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>X</sub>-R<sub>2</sub>を有するQ'型のポリエーテルセグメント[式中、<sub>T</sub>は3および/または4であり、-J-は、-O-、-N(H)-または>N-であり、<sub>T</sub>は、4から45であり、<sub>X</sub>は、最大45であり、R<sub>2</sub>は、最大36個の炭素原子を持つヒドロカルビル基である]、および/または式-J-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-O)<sub>L</sub>-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>M</sub>-R<sub>1</sub>を有するG'型のポリエーテルセグメント[式中、<sub>L</sub>は3および/または4であり、-J-は、-O-

10

20

-、-N(H)-または>N-であり、 $M$ は、3から60であり、 $L$ は、最大20であり、 $R_1$ は、最大36個の炭素原子を持つヒドロカルビル基であり、 $M$ は $L$ より大きい]を含み、

前記ポリ酸の前記酸基対G'型ポリエーテルセグメントで官能化されたエステル、アミドまたはイミド型の形態のカルボニル基対Q'型ポリエーテルセグメントで官能化されたエステル、アミドまたはイミド型の形態のカルボニルの数の比は、20~90:0~35:5~80であり、ここで、Q'の量は、変数 $Q_{a'} + Q_{b'}$ の和[式中、 $Q_{a'}$ はQの一部であり、ここで、Jは-N(H)-または>N-であり、 $Q_{b'}$ はQ'の一部であり、ここでJは-O-である]としてさらに定義され、但し、a)  $G' + Q_{a'}$ の和は合計して少なくとも2.5であり、b)  $Q_{a'} + Q_{b'} + G'$ は少なくとも10であり、  
ここで、前記アミン系多塩基種は、140から100,000g/molの分子量を有する直鎖状または分枝鎖状であるポリアミンを含み、そしてここで、前記アミン系多塩基種は、分子1個当たり少なくとも4つの第1級および/または第2級アミン基を含み、

10

ここで、前記反応生成物は、前記ポリエーテル官能化ポリ酸と前記アミン系多塩基種との間に2つまたはそれ超のイオン性および/または共有結合を含み、前記ポリエーテル官能化ポリ酸対前記アミン系多塩基種の重量比は、1:1から35:1である、分散剤。

#### 【請求項2】

前記ポリエーテルセグメントが、 $C_{1-18}$ 直鎖状、分枝鎖状もしくは環状アルキル；アリール；アルキルアリール；またはアリールアルキル末端を含む末端基 $R_1$ および $R_2$ を有する、請求項1に記載の分散剤。

20

#### 【請求項3】

酸基対G'型ポリエーテルセグメントで官能化されたカルボニル基対Q'型ポリエーテルセグメントで官能化されたカルボニル基の比が、60~90:0~35:5~40である、請求項1に記載の分散剤。

#### 【請求項4】

前記G'型の前記ポリエーテルセグメントが、セグメント当たり5から25のエチレンオキシド繰り返し単位ならびに最大5つの $C_3$ および $C_4$ アルキレンオキシドの合計繰り返し単位を有し、前記Q'型の前記ポリエーテルセグメントが、ポリエーテルセグメント当たり5~30のそれらの $C_3$ および $C_4$ アルキレンオキシドの合計の単位ならびに40以下のエチレンオキシドの繰り返し単位を有する、請求項1に記載の分散剤。

30

#### 【請求項5】

前記ポリエーテル官能化ポリ酸の前記ポリ酸部分が、10から200の、酸基を含有する前記繰り返し単位を有する、請求項1に記載の分散剤。

#### 【請求項6】

前記多塩基アミン系種が、140から75,000g/molの分子量を有するポリアリルアミンまたはポリエチレンジイミンを含み、前記ポリエーテル官能化ポリ酸の前記ポリ酸部分が、酸基のないフリーラジカル重合可能なモノマー由来の繰り返し単位のポリ酸に基づき、最大5mol%を任意選択で占め、前記酸基が、カルボン酸基、硫黄由来の酸基、およびリン由来の酸基からなる群から選択される、請求項1に記載の分散剤。

#### 【請求項7】

前記アミン系多塩基種が、ポリアルキレンジイミンを含む、請求項1~5のいずれか1項に記載の分散剤。

40

#### 【請求項8】

前記アミン系多塩基種が、ポリエチレンジイミンを含む、請求項1~7のいずれか1項に記載の分散剤。

#### 【請求項9】

請求項1に記載の分散剤、ならびに2つまたはそれ超のヒドロキシル官能基および200から5000g/molの間の分子量を有する少なくとも20重量%のポリオールを含む有機連続媒質を含む、組成物。

#### 【請求項10】

50

請求項 1 に記載の分散剤、および有機連続媒質、および分散した微粒子状物質を含む、分散体。

【請求項 1 1】

前記有機連続媒質が、少なくとも 5000 g / モルの数平均分子量のポリウレタンの前記媒質の重量に基づき、少なくとも 20 重量%を占め、前記ポリウレタンが、1つまたは複数のポリイソシアネートを、ポリエーテル、ポリエステルおよびポリカーボネート巨大分子からなる群から選択される少なくとも1つの巨大分子と反応させることによって誘導された繰り返し単位を含む、請求項 1 0 に記載の分散体。

【請求項 1 2】

前記分散した微粒子が顔料であり、前記分散体が色濃縮物またはミルベースとして使用され、任意選択で、前記顔料が、前記反応生成物および前記有機連続媒質の重量に基づき、少なくとも 10 重量%の濃度で存在する、請求項 1 0 に記載の分散体。

【請求項 1 3】

請求項 1 0 に記載の分散体を含む、インクまたはコーティング組成物。

【請求項 1 4】

前記有機連続媒質が、熱硬化性樹脂または溶融加工可能な熱可塑性樹脂を含む、請求項 1 0 に記載の分散体に配合された分散剤。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

開示されている技術は、アミン系多塩基種と反応させたポリエーテル官能化ポリ酸由来の分散剤に関する。ポリ酸は、主としてカルボン酸型のものである。本発明はさらに、アミン系多塩基種と反応させた、特定のポリエーテルで官能化されたポリカルボン酸コポリマーの、有機溶媒および/またはポリマー中の微粒子のための分散剤としての使用に関する。

【背景技術】

【0002】

先行技術特許は、ポリエステル鎖と反応させたポリエチレンイミンについて記述している。これらは、ヒドロキシステアリン酸またはリシノール酸繰り返し単位を持つポリエステルについて記述している US 4, 224, 212 を含む。US 5, 700, 395 は、カプロラクトン、ヒドロキシステアリン酸および/またはリシノール酸繰り返し単位を持つポリエステルについて記述している。US 4, 861, 380 は、カプロラクトン由来のポリエステルについて記述している。US 6, 197, 877 は、カプロラクトンおよびバレロラクTONの両方由来のポリエステルについて記述している。

【0003】

US 7, 767, 750 は、微粒子状固体と、有機媒質または水と、ポリアミンまたはポリイミン、二塩基酸およびアミン末端ポリ(アルキレンオキシ(alkylenoxy))の残基である化合物との組成物について記述している。

【0004】

WO 2007 / 060070 および US 2006 / 0183815 は、分散剤を作製するためにホスフェートまたはカルボキシレート官能基等のアミン反応性基を有する1つまたは複数のポリエーテル鎖と組み合わせた1つまたは複数のポリエステルポリマー鎖と反応させた、アミン官能性ポリマーを開示している。

【0005】

US 6, 111, 054 は、アミン官能化合物と酸化合物との塩形成、より具体的には、少なくとも3つのアミノ基を持つポリアミンを、リン酸基、硫酸またはスルホン酸基を含有する化合物と組み合わせることによって取得される分散化剤を開示しており、ここで、酸基は、エステル官能基によってラジカルに付着しており、ラジカルは、ポリエステル、ポリエーテルもしくはポリウレタンまたはそれらの混合物で構成されていた。

【0006】

10

20

30

40

50

2011年11月に公開されたWO2011/139580は、分散剤として使用されるポリ(アルキレンオキシ)セグメントで官能化された(メタ)アクリルポリマーに関する。2012年3月に公開されたWO2012/125609は、モノ-ビニルモノマーを1つまたは複数のカルボン酸基と重合してポリマーを形成し、該ポリマーを第1級ヒドロカルビルアミンおよびポリ(オキシアルキレン)第1級アミンと反応させることによるポリマーに関する。

「Physicochemical properties of pH-controlled polyion complex (PIC) micelles of poly(acrylic acid)-based double hydrophilic block copolymers and various polyamines」、Analytical and Bioanalytical Chemistry(2012年)、403巻(5号)、1395~1404頁、J. Warnat、N. Marcotte、J. Reboul、G. Layrac、A. Aqil、C. Jerome、D. A. LernerおよびC. Gerardin著は、ポリ(アクリル酸)-b-ポリ(アクリレートメトキシポリ(エチレンオキシド))と直鎖状ポリ(エチレンイミン)塩酸塩とのポリマーについて論じている。

US2013/0018121およびUS2012/0029104は、Byk Chemieによる特許公報である。

#### 【先行技術文献】

#### 【特許文献】

#### 【0007】

【特許文献1】米国特許第4,224,212号明細書

【特許文献2】米国特許第5,700,395号明細書

【特許文献3】米国特許第4,861,380号明細書

【特許文献4】米国特許第6,197,877号明細書

【特許文献5】米国特許第7,767,750号明細書

【特許文献6】国際公開第2007/060070号

【特許文献7】米国特許出願公開第2006/0183815号明細書

【特許文献8】米国特許第6,111,054号明細書

【特許文献9】国際公開第2011/139580号

【特許文献10】国際公開第2012/125609号

【特許文献11】米国特許出願公開第2013/0018121号明細書

【特許文献12】米国特許出願公開第2012/0029104号明細書

#### 【非特許文献】

#### 【0008】

【非特許文献1】「Physicochemical properties of pH-controlled polyion complex (PIC) micelles of poly(acrylic acid)-based double hydrophilic block copolymers and various polyamines」、Analytical and Bioanalytical Chemistry(2012年)、403巻(5号)、1395~1404頁、J. Warnat、N. Marcotte、J. Reboul、G. Layrac、A. Aqil、C. Jerome、D. A. LernerおよびC. Gerardin著

#### 【発明の概要】

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0009】

一実施形態において、例えば、以下の項目が提供される。

#### (項目1)

有機媒質と微粒子状固体との間の接触面において使用するための分散剤であって、前記分散剤は、アミン系多塩基種およびその塩と反応させたポリエーテル官能化ポリ酸の表面活性反応生成物を含み、

ここで、前記ポリエーテル官能化ポリ酸種は、10から500の繰り返し単位のポリ酸部分を含み、前記ポリ酸部分は、カルボン酸、カルボン酸の塩、ジカルボン酸の無水物、リン由来の酸および硫黄由来の酸からなる種類から選択される少なくとも2つの遊離酸基を含み、前記繰り返し単位は、重合可能な炭素-炭素二重結合を含有していたフリーラジカ

10

20

30

40

50

ル重合性モノマーから誘導され、

ここで、前記ポリエーテル官能化ポリ酸は、前記ポリエーテルの末端付近に酸素またはアミン系基（J）を持ち、エステル、アミドおよび／またはイミド結合を介して前記ポリ酸部分と接続された2つまたはそれ超のポリエーテルセグメントを含み、前記2つまたはそれ超のポリエーテルセグメントは、式-J-（C<sub>3</sub>H<sub>2</sub>-O）<sub>T</sub>-（C<sub>3</sub>H<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O）<sub>X</sub>-R<sub>2</sub>を有するQ'型のポリエーテルセグメント〔式中、<sub>T</sub>は3および／または4であり、-J-は、-O-、-N（H）-または>N-であり、<sub>T</sub>は、4から45のC<sub>3</sub>およびC<sub>4</sub>アルキレンオキシドの合計繰り返し単位であり、<sub>X</sub>は、セグメント当たり最大45のエチレンオキシドの繰り返し単位であり、R<sub>2</sub>は、最大36個の炭素原子を持つヒドロカルビル基である〕、および／または式-J-（C<sub>3</sub>H<sub>2</sub>-O）<sub>L</sub>-（C<sub>3</sub>H<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O）<sub>M</sub>-R<sub>1</sub>を有するG'型のポリエーテルセグメント〔式中、<sub>L</sub>は3および／または4であり、-J-は、-O-、-N（H）-または>N-であり、<sub>M</sub>は、3から60のエチレンオキシド単位であり、<sub>L</sub>は、セグメント当たり最大20のC<sub>3</sub>およびC<sub>4</sub>アルキレンオキシドの合計単位であり、R<sub>1</sub>は、最大36個の炭素原子を持つヒドロカルビル基であり、一実施形態では、<sub>M</sub>は<sub>L</sub>より大きくなくてはならず、一実施形態では、小数点以下第2位に四捨五入した後の<sub>M</sub>：<sub>L</sub>の比は、少なくとも1.50：1またはより望ましくは少なくとも2.00：1であり、一実施形態では、<sub>T</sub>+<sub>X</sub>は、8と等しいかまたはそれより大きくなくてはならず、小数点以下第2位に四捨五入した後の<sub>X</sub>：<sub>T</sub>の比は、1.50：1未満、より望ましくは1.40：1未満である〕を含み、

前記ポリ酸の前記酸基対G'型ポリエーテルセグメントで官能化されたエステル、アミドまたはイミド型の形態のカルボニル基対Q'型ポリエーテルセグメントで官能化されたエステル、アミドまたはイミド型の形態のカルボニルの数の比は、20～90：0～35：5～80であり、ここで、Q'の量は、変数Q<sub>a</sub>' + Q<sub>b</sub>'の和〔式中、Q<sub>a</sub>'はQの一部であり、ここで、Jは-N（H）-または>N-であり、Q<sub>b</sub>'はQ'の一部であり、ここでJは-O-である〕としてさらに定義され、但し、a）G' + Q<sub>a</sub>'の和は合計して少なくとも2.5、より望ましくは5でなくてはならず、b）Q<sub>a</sub>' + Q<sub>b</sub>' + G'は合計少なくとも10でなくてはならず、

ここで、前記アミン系多塩基種は、約140から100,000g/molの分子量を有する直鎖状または分枝鎖状であってよいポリアミンを含み、

ここで、前記反応生成物は、前記ポリエーテル官能化ポリ酸と前記アミン系多塩基種との間に2つまたはそれ超のイオン性および／または共有結合を含み、前記ポリエーテル官能化ポリ酸対前記アミン系多塩基種の重量比は、1：1から35：1、より望ましくは1：1から30：1、好ましくは2：1から30：1である、分散剤。

（項目2）

前記ポリエーテルセグメントが、C<sub>1-18</sub>直鎖状、分枝鎖状もしくは環状アルキル；アリール；アルキルアリール；またはアリールアルキル末端を含む末端基R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>を有する、項目1に記載の分散剤。

（項目3）

酸基対G'型ポリエーテルセグメントで官能化されたカルボニル基対Q'型ポリエーテルセグメントで官能化されたカルボニル基の比が、60～90：0～35：5～40；より望ましくは60～70：5～10：20～30である、前記項目のいずれかに記載の分散剤。

（項目4）

前記G'型の前記ポリエーテルセグメントが、セグメント当たり5から25のエチレンオキシド繰り返し単位ならびに最大5つのC<sub>3</sub>およびC<sub>4</sub>アルキレンオキシドの合計繰り返し単位を有し、前記Q'型の前記ポリエーテルセグメントが、ポリエーテルセグメント当たり5～30のそれらのC<sub>3</sub>およびC<sub>4</sub>アルキレンオキシドの合計の単位ならびに40以下のエチレンオキシドの繰り返し単位を有する、前記項目のいずれかに記載の分散剤。

（項目5）

前記ポリエーテル官能化ポリ酸の前記ポリ酸部分が、10から200（より望ましくは

10

20

30

40

50

10 から 100) の、酸基を含有する前記繰り返し単位を有する、前記項目のいずれかに記載の分散剤。

(項目6)

前記多塩基アミン系種が、約 140 から約 75,000 g/mol、より好ましくは約 200 から約 20,000、最も好ましくは約 200 から約 10,000 g/mol の分子量を有するポリアリルアミンまたはポリエチレンジアミンを含み、前記ポリエーテル官能化ポリ酸の前記ポリ酸部分が、酸基のないフリーラジカル重合可能なモノマー由来の繰り返し単位のポリ酸に基づき、最大 5 モル% を任意選択で占め、前記酸基が、カルボン酸基、硫黄由来の酸基、およびリン由来の酸基からなる群から選択される、前記項目のいずれかに記載の分散剤。

10

(項目7)

2 つまたはそれ超のヒドロキシル官能基および 200 から 5000 g/mol の間の分子量を有する少なくとも 20 重量% のポリオールを含む有機連続媒質をさらに含む、前記項目のいずれかに記載の分散剤。

(項目8)

分散体に配合され、前記分散体が有機連続媒質および分散した微粒子状物質をさらに含む、項目 1 から 6 のいずれかに記載の分散剤。

(項目9)

前記有機連続媒質が、少なくとも 5000 g/mol の数平均分子量のポリウレタンの前記媒質の重量に基づき、少なくとも 20 重量% を占め、前記ポリウレタンが、1 つまたは複数のポリイソシアネートを、ポリエーテル、ポリエステルおよびポリカーボネート巨大分子からなる群から選択される少なくとも 1 つの巨大分子と反応させることによって誘導された繰り返し単位を含む、項目 8 に記載の分散体に配合された分散剤。

20

(項目10)

前記分散した微粒子が顔料であり、前記分散体が色濃縮物またはミルベースとして使用され、任意選択で、前記顔料が、前記反応生成物および前記有機連続媒質の重量に基づき、少なくとも 10 重量% の濃度で存在する、項目 8 に記載の分散体に配合された分散剤。

(項目11)

前記分散体が、インクまたはコーティング組成物として使用される、項目 8 に記載の分散体に配合された分散剤。

30

(項目12)

前記有機連続媒質が、熱硬化性樹脂または溶融加工可能な熱可塑性樹脂を含む、項目 8 に記載の分散体に配合された分散剤。

(項目13)

アミン系多塩基種およびその塩と反応させたポリエーテル官能化ポリ酸の表面活性反応生成物を含む分散剤であって、

前記ポリエーテル官能化ポリ酸が、少なくとも 95 モルパーセントの式

- [CH(A) - C(D)(B)] -

の繰り返し単位を含む、分散剤

[式中、

A は、H、近接する J が - N < である場合には - C(=O) -、もしくは B またはそれらの混合物であり、

B は、独立に、E、G または Q であり、

E は、-CO<sub>2</sub>H、-W-P(=O)-(OH) {ここで、は 1 または 2 である} または -W-S(=O)<sub>2</sub>-OH であり、ここで、W は、a) 骨格炭素原子とリンまたは硫黄原子との間の直接連結、b) エーテル、エステルもしくはアミド連結基および/またはヒドロキシルペンダント基を任意選択で含むと定義されている 1 ~ 7 個の炭素原子のいずれかのヒドロカルビレン連結基、または c) 最大 7 つの繰り返し単位の、エーテル、エステルまたはアミド連結基を任意選択で含むポリ(C<sub>2-4</sub>-アルキレンオキシド)であり

40

、

50

AがHである場合、Dは、各繰り返し単位において独立に、YまたはZであり；YはHまたは $\text{CH}_3$ であり；Zは $-\text{CH}_2-\text{C}(=\text{O})\text{OH}$ であり、

Aが $\text{C}(=\text{O})-\text{O}-$ または $\text{C}(=\text{O})-\text{OH}$ である場合、DはYであり；Yは、各繰り返し単位において独立に、Hまたは $\text{CH}_3$ であり；Eは $\text{C}(=\text{O})-\text{O}-$ のみであり、リンまたは硫黄含有酸ではあり得ず、

Gは、 $-\text{C}(=\text{O})-\text{J}-(\text{CH}_2-\text{O})_L-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_M-\text{R}_1$  {ここで、 $L$ は3および/または4であり、繰り返し単位 $(\text{CH}_2-\text{O})_L$ および $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_M$ は、ランダムまたはブロック配置であってよい}であり、

Jは、 $-\text{O}-$ 、近接するBもしくはAが $-\text{C}(=\text{O})-$ である場合は $-\text{N}-$ 、または $-\text{N}(\text{H})-$ であり、

$L$ は、0～20、望ましくは0～5であり、

$M$ は、3～60、望ましくは5～25であり、

$M$ は $L$ より大きくなくてはならず、一実施形態では、小数点以下第2位に四捨五入した後の $M:L$ の比は、少なくとも1.50:1またはより望ましくは少なくとも2.00:1であり、

$\text{R}_1$ は、分枝鎖状、環状、非分枝鎖状アルキル；アリール、アルキルアリールまたはアリールアルキルであってよい、 $\text{C}_1\sim\text{C}_{36}$ ヒドロカルビル基、望ましくは $\text{C}_1\sim\text{C}_{18}$ ヒドロカルビル基であり、

Qは、 $-\text{C}(=\text{O})-\text{J}-(\text{CH}_2-\text{O})_T-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_X-\text{R}_2$  {ここで、 $T$ は3および/または4であり、繰り返し単位 $(\text{CH}_2-\text{O})_T$ および $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_X$ は、ランダムまたはブロック配置であってよい}であり、

Jは、 $-\text{O}-$ 、近接するBもしくはAが $-\text{C}(=\text{O})-$ である場合は $>\text{N}-$ 、または上記で定義した通りのNHであり、

$T$ は、4～45、望ましくは5～30であり、

$X$ は、0～45、望ましくは0～40であり、

$T+X$ は、8と等しいかまたはそれより大きくなくてはならず、一実施形態では、小数点以下第2位に四捨五入した後の $X:T$ の比は、1.50:1未満、より望ましくは1.40:1未満であり、

$\text{R}_2$ は、ヒドロカルビル基が、分枝鎖状、環状または非分枝鎖状アルキル；アリール、アルキルアリールまたはアリールアルキルであってよい、 $\text{C}_1\sim\text{C}_{36}$ ヒドロカルビル基、望ましくは $\text{C}_1\sim\text{C}_{18}$ 、望ましくは $\text{C}_1\sim\text{C}_7$ であり、

ここで、Qは、変数 $Q_a+Q_b$ の和[式中、 $Q_a$ はQの一部であり、ここで、Jは $-\text{N}(\text{H})-$ または $>\text{N}-$  [例えば、 $-\text{C}(=\text{O})-\text{N}(\text{H})-(\text{CH}_2-\text{O})_T-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_X-\text{R}_2$ ]であり、 $Q_b$ はQの一部であり、ここで、Jは $-\text{O}-$  [例えば、 $-\text{C}(=\text{O})-\text{O}-(\text{CH}_2-\text{O})_T-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_X-\text{R}_2$ ]である]としてさらに定義され、

但し、a)  $G+Q_a$ の和は合計して少なくとも2.5、より望ましくは5でなくてはならず[そのため、Gは、約0、1、2、3、4または5であってよく、 $Q_a$ は、合計少なくとも5となるよう補足する量(例えば、少なくとも5、4、3、2、1または0)と予想される]、b)  $Q_a+Q_b+G$ の和は少なくとも10でなくてはならず、

E対G対Qの比は、E+G+Qの合計に対して：

Eは、20から90、望ましくは60から90数量%、望ましくは60から70%であってよく、

Gは、0から35数量%、望ましくは5～10%であってよく、

Qは、5から80、望ましくは5から40数量%、望ましくは15から35%であってよい]

であって、

ここで、前記ポリエーテル官能化ポリ酸中における繰り返し単位( )の数は、約10～500、望ましくは約10～200または約10～100であり、

但し、前記 $-\text{CH}(\text{A})-\text{C}(\text{D})(\text{B})-$ 繰り返し単位のいくつかは、Jが $>\text{N}$

10

20

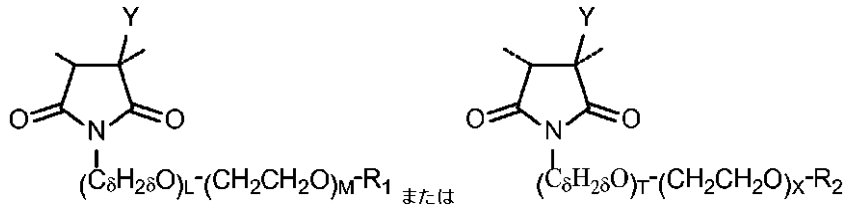
30

40

50

- ならば、単一の繰り返し単位から 5 員環として構成されることができ、ここで、前記 A および B 置換基の一方はカルボン酸であり、他方はアミド結合であり、前記繰り返し単位は、構造

【化 7】

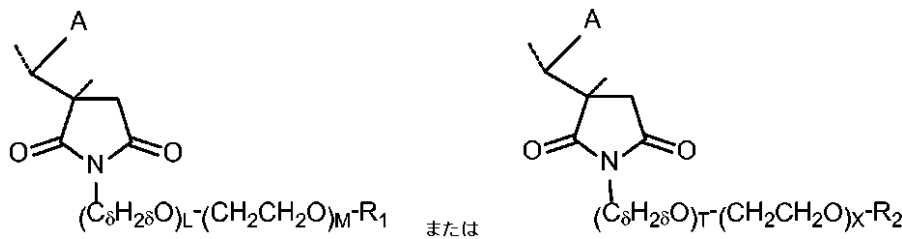


10

を有するか、および / または

D が -CH<sub>2</sub>-CO<sub>2</sub>H または -CH<sub>2</sub>-C(=O)-O<sup>-</sup> である場合、前記繰り返し単位のいくつかは、以下に示す通りの 5 員のイミド：

【化 8】

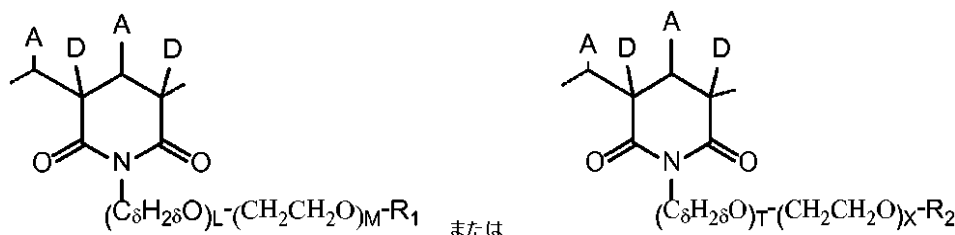


20

を得るように構成されてよいが、および / または

1 つの単位上の 1 つの B が -C(=O)OH であり、隣接する単位上の B がアミド結合である場合に、前記ポリカルボン酸の前記繰り返し単位の 2 つが単一の窒素基と反応して、アミン系多塩基種がポリアミンであり、直鎖状および / または分枝鎖状であってよく、約 150 から約 100,000 g / モルの数平均分子量を有する 6 員環

【化 9】



30

を形成する場合、前記反応生成物は、前記ポリエーテル官能化ポリ酸と前記アミン系多塩基種との間に 1 つまたは複数のイオン性および / または共有結合を含み、前記ポリエーテル官能化ポリ酸対前記アミン系多塩基種の重量比は、1 : 1 から 22 : 1、より望ましくは 2 : 1 から 22 : 1、好ましくは 2 : 1 から 15 : 1 である、分散剤。

40

(項目 14)

前記ポリエーテルセグメントが、C<sub>1-18</sub> 直鎖状、分枝鎖状もしくは環状アルキル；アリール；アルキルアリール；またはアリールアルキル末端を独立に含む末端基 R<sub>1</sub> および R<sub>2</sub> を有する、項目 13 に記載の分散剤。

(項目 15)

酸または塩形態の非官能化カルボニル基対 G 型ポリエーテルセグメントで官能化されたカルボニル基対 Q 型ポリエーテルセグメントで官能化されたカルボニル基の比が、20 ~ 90 : 0 ~ 35 : 5 ~ 80、より望ましくは 60 ~ 90 : 0 ~ 35 : 5 ~ 40、好ましくは 60 ~ 70 : 5 ~ 10 : 20 ~ 30 である、項目 13 または 14 のいずれかに記載の分

50



散剤。

(項目 16)

前記 G 型の前記ポリエーテルセグメントが、セグメント当たり 5 から 25 のエチレンオキシド繰り返し単位および最大 5 つの  $C_3$  および  $C_4$  アルキレンオキシドの合計繰り返し単位を有し、前記 Q 型の前記ポリエーテルセグメントが、ポリエーテルセグメント当たり 5 ~ 30 のそれらの酸化プロピレンおよび / またはブチレンオキシドの合計の単位ならびに 40 以下のエチレンオキシドの繰り返し単位を有する、項目 13 から 15 のいずれかに記載の分散剤。

(項目 17)

前記ポリエーテル官能化ポリ酸が、10 から 200 (より望ましくは 10 から 100) の、酸基を含有する前記繰り返し単位を有する、項目 13 から 16 のいずれかに記載の分散剤。

(項目 18)

前記多塩基アミン系種が、約 140 から約 75,000、より好ましくは約 200 から約 20,000、最も好ましくは約 200 から約 10,000 g / モルの分子量を有するポリアリルアミンまたはポリエチレンジアミンを含み、前記ポリエーテル官能化ポリ酸が、酸基のないフリーラジカル重合可能なモノマー由来の繰り返し単位のポリ酸に基づき、最大 5 モル % を任意選択で占め、前記酸基が、カルボン酸基、硫黄由来の酸基、およびリン由来の酸基からなる群から選択される、項目 13 から 17 のいずれかに記載の分散剤。

(項目 19)

2 つまたはそれ超のヒドロキシル官能基および 200 から 5000 g / モルの間の分子量を有する少なくとも 20 重量 % のポリオールを含む有機連続媒質をさらに含む、項目 13 から 18 のいずれかに記載の分散剤。

(項目 20)

分散体に配合され、前記分散体が有機連続媒質および分散した微粒子状物質をさらに含む、項目 13 から 18 のいずれかに記載の分散剤。

(項目 21)

前記有機連続媒質が、少なくとも 5000 g / モルの数平均分子量のポリウレタンの前記媒質の重量に基づき、少なくとも 20 重量 % を占め、前記ポリウレタンが、1 つまたは複数のポリイソシアネートを、ポリエーテル、ポリエステルおよびポリカーボネート巨大分子からなる群から選択される少なくとも 1 つの巨大分子と反応させることによって誘導された繰り返し単位を含む、項目 20 に記載の分散体。

(項目 22)

前記分散した微粒子が顔料であり、前記分散体が色濃縮物またはミルベースとして使用され、任意選択で、前記顔料が、前記反応生成物および前記有機連続媒質の重量に基づき、少なくとも 10 重量 % の濃度で存在する、項目 20 に記載の分散体。

(項目 23)

前記分散体が、インクまたはコーティング組成物として使用される、項目 20 に記載の分散体。

(項目 24)

前記有機連続媒質が、熱硬化性樹脂または溶融加工可能な熱可塑性樹脂を含む、項目 20 に記載の分散体。

分散した微粒子状固体 (典型的には、顔料または充填剤) と、有機連続媒質 (典型的には、有機媒質は、プラスチック材料または有機液体であってよい) と、アミン系多塩基種と反応させたポリエーテル官能化ポリ酸の表面活性反応生成物とを含む分散体であって、ここで、ポリ酸種は 10 から 500 の繰り返し単位を含み、前記ポリ酸は、カルボン酸、ジカルボン酸の無水物、硫黄またはリン由来の酸およびそれらの塩からなる種類から選択される少なくとも 2 つの遊離酸基を含み、前記繰り返し単位は、重合可能な炭素 - 炭素二重結合および前記酸基を含有していたフリーラジカル重合性モノマーから誘導され、遊離酸基は、アミン系多塩基種のアミン基と反応するために利用可能な形態である酸基を意味

10

20

30

40

50

し、

#### 【0010】

ここで、前記ポリ酸は、ポリ酸種の前記カルボニル基とポリエーテルセグメントの酸素またはアミン系基との間のエステル、アミドおよび/またはイミド結合を介して2つまたはそれ超のポリエーテルセグメントで官能化されており、前記2つまたはそれ超のポリエーテルセグメントは、式  $-J-(CH_2-O)_T-(CH_2CH_2O)_X-R_2$  を有するQ'型のポリエーテルセグメント[式中、 $T$ は3および/または4であり、 $-J-$ は、 $-O-$ 、 $-N(H)-$ または $>N-$ であり、 $T$ は、4から45の酸化プロピレンおよび/またはブチレンオキシドの合計繰り返し単位であり、 $X$ は、セグメント当たり最大45のエチレンオキシドの繰り返し単位であり、 $R_2$ は、最大36個の炭素原子を持つヒドロカルビル基であり、 $T+X$ は、8と等しいかまたはそれより大きくなくてはならず、一実施形態では、小数点以下第2位に四捨五入した後の $X:T$ の比は、1.50:1未満、より望ましくは1.40:1未満である]、および/または式  $-J-(CH_2-O)_L-(CH_2CH_2O)_M-R_1$  を有するG'のポリエーテルセグメント[式中、 $L$ は3および/または4であり、 $-J-$ は、 $-O-$ 、 $-N(H)-$ または $>N-$ であり、 $M$ は、3から60のエチレンオキシド単位であり、 $L$ は、セグメント当たり最大20の酸化プロピレンおよび/またはブチレンオキシドの合計単位であり、 $R_1$ は、最大36個の炭素原子を持つヒドロカルビル基であり、 $M$ は $L$ より大きくなくてはならず、一実施形態では、小数点以下第2位に四捨五入した後の $M:L$ の比は、少なくとも1.50:1またはより望ましくは少なくとも2.00:1である]を含み、

#### 【0011】

ここで、ポリ酸中の全酸基対G'型ポリエーテルセグメントで官能化されたエステル、アミドまたはイミド型の形態のポリ酸中のカルボニル対Q'型ポリエーテルセグメントで官能化されたエステル、アミドまたはイミド型の形態のポリ酸中のカルボニルの数の比は、20~90:0~35:5~80(ポリ酸:G':Q')であり、但し、Q'は、変数 $Q_a'+Q_b'$ の和[式中、 $Q_a'$ はQ'の一部であり、ここで、 $J$ は $-N(H)-$ または $>N-$ [例えば、 $-C(=O)-N(H)-(CH_2-O)_T-(CH_2CH_2O)_X-R_2$ ]であり、 $Q_b'$ はQ'の一部であり、ここで $J$ は $-O-$ [例えば、 $-C(=O)-O-(CH_2-O)_T-(CH_2CH_2O)_X-R_2$ ]である]としてさらに定義され、但し、a)G'+ $Q_a'$ の和は合計して少なくとも2.5、より望ましくは5でなくてはならず[そのため、G'は、約0、1、2、3、4または5であってよく、 $Q_a'$ は、少なくとも5の和となるよう補足する量(例えば、少なくとも5、4、3、2、1または0)と予想される]、b) $Q_a'+Q_b'+G'$ の和は少なくとも10でなくてはならず、

#### 【0012】

ここで、前記アミン系多塩基種は、約140から100,000g/モルの分子量を有する直鎖状または分枝鎖状であってよい種類等のポリアミンを含み、ポリビニルアミン、アルキレンポリアミン、ポリアリルアミンおよび/または $C_{2-6}$ -アルキレンイミンが好ましく、ポリ( $C_{2-6}$ -アルキレンイミン)およびポリエチレンイミンが最も好ましく、前記アミン系多塩基種は、分子1個当たり少なくとも4つの第1級および/または第2級アミン基を含み、

#### 【0013】

ここで、前記反応生成物は、前記ポリエーテル官能化ポリ酸と前記アミン系多塩基種との間に2つまたはそれ超のイオン性および/または共有結合を含み、ポリエーテル官能化ポリ酸対アミン系多塩基種の重量比は、1:1から35:1、より望ましくは1:1から30:1、好ましくは2:1から30:1である、分散剤。

#### 【0014】

アミン系多塩基種と反応させたポリエーテル官能化ポリ酸を含むポリマー性分散剤が記

述されている。ポリエーテル官能化ポリ酸は、構造  $-CH(A)-C(D)(B)-$  の 1 つまたは複数のカルボン酸基（アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、メサコン酸またはシトラコン酸等）を持つフリーラジカル重合可能な不飽和モノマー由来の（少なくとも 45 モル%、より望ましくは少なくとも 50 モル%、より好ましくは少なくとも 80 または 95、98 または 99 モル%の）繰り返し単位 [パーセントは  $(x \times 100) /$  である]、任意選択で、硫黄またはリンベースの酸を含有する不飽和モノマーから誘導された最大 50 モル%の繰り返し単位、および任意選択で、カルボン酸または硫黄もしくはリンベースの酸を有するモノマーから誘導されたものの以外の他のフリーラジカル的に共重合可能なモノマーの最大 5、2 または 1 モルパーセントの繰り返し単位を含み、 $\bar{x}$  は、ポリ酸中における繰り返し単位の平均数を表し、 $x$  は、以下の式 [

$CH(A)-C(D)(B)-$  の酸、エステル、アミドまたはイミド型の繰り返し単位の総数であり、 $y$  は、非酸繰り返し単位（式  $[CH(A)-C(D)(B)-]$  のものではない単位）の数であり、 $e$  は、遊離酸または塩形態の  $x$  由来の、すなわち、Q または G でエステル化、アミド化 (amidized) またはイミド化されていない繰り返し単位の数であり、 $q$  は、Q でエステル化、アミド化またはイミド化されている繰り返し単位の数であり、 $g$  は、G でエステル化、アミド化またはイミド化されている繰り返し単位の数である。 $g + q + e$  は  $x$  と等しく、

【0015】

ここで、ポリエーテル官能化ポリ酸は、一実施形態では、少なくとも 95、98 または 99 重量パーセントの式

$-[CH(A)-C(D)(B)]-$

の繰り返し単位

[式中、

A は、H、近接する J が  $-N<$  である場合には  $-C(=O)-$ 、もしくは B またはそれらの混合物であり、

B は、独立に、E、G または Q であり、

E は、 $-CO_2H$ 、 $-W-P(=O)-(OH)$  {ここで、 $\bar{x}$  は 1 または 2 である} または  $-W-S(=O)_2-OH$  であり、ここで、各繰り返し単位における W は、独立に、

a) 骨格炭素原子とリンまたは硫黄原子との間の直接連結、b) エーテル、エステルもしくはアミド連結基および / またはヒドロキシルペンダント基を任意選択で含むと定義されている 1 ~ 7 個の炭素原子のいずれかのヒドロカルビレン連結基、または c) 最大 7 つの繰り返し単位の、エーテル、エステルまたはアミド連結基を任意選択で含むポリ ( $C_2 - C_4$  - アルキレンオキシド) であり、

【0016】

A が H である場合、D は、各繰り返し単位において独立に、Y または Z であり；Y は H または  $CH_3$  であり；Z は、 $-CH_2-C(=O)-OH$ 、 $-CH_2-G$  または  $-CH_2-Q$  であり、

望ましくは A が  $-C(=O)-OH$  である場合、D は Y であり；Y は、各繰り返し単位において独立に、H または  $CH_3$  であり；E は  $-C(=O)-OH$  のみであり、リンまたは硫黄含有酸ではあり得ず、

G は、 $CO-J-(CH_2-O)_L-(CH_2CH_2O)_M-R_1$  {ここで、 $\bar{x}$  は 3 および / または 4 であり、繰り返し単位  $(CH_2-O)$  および  $(CH_2CH_2O)$  は、ランダムまたはブロック配置であってよい} であり、G' は、 $-CO-$  基のない G (カルボン酸の  $-CO-$  基のないポリエーテル反応物質) または  $-J-(CH_2-O)_L-(CH_2CH_2O)_M-R_1$  であり、

【0017】

J は、 $-O-$ 、隣接する A もしくは B が  $-C(=O)-OH$  であるかもしくは D が  $-CH_2-C(=O)-OH$  である場合は  $>N-$ 、または  $-N(H)-$  である] を含む。誤解を避けるために、本発明者らが明細書および特許請求の範囲において、A、B および D を、A もしくは B が  $-C(=O)-OH$  であるまたは D がそれを含むように定義する場合、

本発明者らは、カルボニルが近接する窒素原子と連結しているならば、これらの成分 A および B が、酸形態、イオン化形態または  $-C(=O)-$  形態であるか、または D の事例ではそれらのそれぞれを含み得ることを意味し、

$L$  は、0 ~ 20、望ましくは 0 ~ 5 であり、

$M$  は、3 ~ 60、望ましくは 5 ~ 25 であり、

$M$  は  $L$  より大きくなくてはならず、一実施形態では、小数点以下第 2 位に四捨五入した後の  $M : L$  の比は、少なくとも 1.50 : 1 またはより望ましくは少なくとも 2.00 : 1 であり、

【0018】

$R_1$  は、環状、分枝鎖状または非分枝鎖状アルキル、アリール、アルキルアリールまたはアリールアルキルであってよい、 $C_1 \sim C_{36}$  ヒドロカルビル基、望ましくは  $C_1 \sim C_{18}$ 、より望ましくは  $C_1 \sim C_7$  ヒドロカルビル基であり、

【0019】

$Q$  は、 $CO-J-(CH_2-O)_T-(CH_2CH_2O)_X-R_2$  {ここで、 $J$  は 3 および / または 4 であり、繰り返し単位  $(CH_2-O)$  および  $(CH_2CH_2O)$  は、ランダムまたはブロック配置であってよい} である。 $Q'$  は、 $-CO-$  基のない  $Q$  基 (カルボン酸の  $-CO-$  基のないポリエーテル反応物質) または  $-J-(CH_2-O)_T-(CH_2CH_2O)_X-R_2$  であり、

$J$  は、 $G$  および  $G'$  について上記で定義された通りであり、

$T$  は、4 ~ 45、望ましくは 5 ~ 30 であり、

$X$  は、0 ~ 45、望ましくは 0 ~ 40 であり、

$T + X$  は、8 と等しいかまたはそれより大きくなくてはならず、一実施形態では、小数点以下第 2 位に四捨五入した後の  $X : T$  の比は、1.50 : 1 未満、より望ましくは 1.40 : 1 未満であり、

$R_2$  は、ヒドロカルビル基が、環状、分枝鎖状もしくは非分枝鎖状アルキル ; アリール ; アルキルアリールまたはアリールアルキルであってよい、 $C_1 \sim C_{36}$  ヒドロカルビル基、より望ましくは  $C_1 \sim C_{18}$  であり、

ここで、 $Q$  の量は、変数  $Q_a + Q_b$  の和 [ 式中、 $Q_a$  は  $Q$  の一部であり、ここで、 $J$  は  $-N(H)-$  または  $>N-$  [ 例えば、 $CO-N(H)-(CH_2-O)_T-(CH_2CH_2O)_X-R_2$  ] であり、 $Q_b$  は  $Q$  の一部であり、ここで、 $J$  は  $-O-$  [ 例えば、 $CO-O-(CH_2-O)_T-(CH_2CH_2O)_X-R_2$  ] である ] としてさらに定義され、但し、a)  $G + Q_a$  の和は合計して少なくとも 2.5、より望ましくは 5 でなくてはならず [ そのため、 $G$  は、約 0、1、2、3、4 または 5 であってよく、 $Q_a$  は、少なくとも 5 の和となるよう補足する量 (例えば、少なくとも 5、4、3、2、1 または 0) と予想される ]、b)  $Q_a + Q_b + G$  の和は少なくとも 10 でなくてはならず、

【0020】

ここで、 $Q'$  の量は、変数  $Q_a' + Q_b'$  の和 [ 式中、 $Q_a'$  は  $Q$  の一部であり、ここで、 $J$  は  $-N(H)-$  または  $>N-$  であり、 $Q_b'$  は  $Q'$  の一部であり、ここで  $J$  は  $-O-$  である ] としてさらに定義され、但し、a)  $G' + Q_a'$  の和は合計して少なくとも 2.5、より望ましくは 5 でなくてはならず、b)  $Q_a' + Q_b' + G'$  は合計少なくとも 10 でなくてはならず、

$E$  は、望ましくは 20 から 90 数量%、より望ましくは 60 から 90%、とりわけ 60 から 70% であってよく、

$G$  または  $G'$  は、0 から 35 数量%、望ましくは 5 から 10% であってよく、

$Q$  または  $Q'$  は、ポリ酸の構造が式によって示されるか反応生成物として記述されているかに応じて、 $E + G + Q$  または  $E + G' + Q'$  の総数の 5 から 80 数量%、望ましくは 5 から 40%、望ましくは 20 から 30% であってよく、数の比での  $E : G : Q$  または  $E : G' : Q'$  は、望ましくは 20 ~ 90 : 0 ~ 35 : 5 ~ 80 (但し、 $G + Q$  または  $G' + Q'$  が 10 と等しくなくてはならない)、より望ましくは 60 ~ 90 : 0 ~ 35 : 5 ~ 40 好ましくは 60 ~ 70 : 5 ~ 10 : 20 ~ 30 である ]

10

20

30

40

50

を含む。

【0021】

ポリ酸中における繰り返し単位の数( )は、10～500、望ましくは10から200、とりわけ10から100である。ポリエーテルによる官能化前のポリ酸の数平均分子量は、概して、約700から50,000g/mol、より望ましくは約700から28,000、好ましくは約700から14,000g/molである。

【0022】

アミン系多塩基種は、ポリ(ビニルアミン)、アルキレンポリアミンもしくはポリアリルアミン等のポリアミンまたはポリ(C<sub>2</sub>～6-アルキレンイミン)であってよく、1つの好ましい実施形態では、ポリエチレンイミンである。ポリアミンまたはポリアルキレンイミンは、直鎖状であっても分枝鎖状であってもよい。ポリアミンまたはポリアルキレンイミンは、140～100,000g/mol、より望ましくは140から75,000、または好ましくは200から10,000もしくは20,000の数平均分子量を有してよい。望ましくは、アミン多塩基種は、分子1個当たり合計少なくとも4つの第1級および/または第2級アミン基、より望ましくは少なくとも6つの第1級および/または第2級アミン基を有する。

【0023】

ポリアミンの例は、Aldrich Chemical Co.製のポリ(リシン)等のアミノ官能ポリアミノ酸；Degussa AGから商品名Tegomer(登録商標)ASi2122で入手可能なアミノ官能シリコン；Aldrich Chemical Co.から商品名Polypox(登録商標)、Aradur(登録商標)または「Starburst(登録商標)」デンドリマーで入手可能なポリアミドアミン；日東紡績株式会社から商品名PAAで入手可能なポリアリルアミンおよびポリ(N-アルキル)アリルアミン；三菱化成株式会社(現：三菱化学株式会社)から、およびBASF AGから商品名Lupamin(登録商標)で入手可能なポリビニルアミン；商品名Epomin(登録商標)(株式会社日本触媒)およびLupasol(登録商標)(BASF AG)で入手可能なポリエチレンイミン等のポリアルキレンイミン；ならびにDSM AGから商品名Astamol(登録商標)で入手可能なポリプロピレンイミンを含むがこれらに限定されない。直鎖状ポリエチレンイミンは、例えば、Takeo Saegusaらによって、Macromolecules、1972年、5巻、4470頁において記述されている通りのポリ(N-アシル)アルキレンイミンの加水分解によって調製され得る。ポリプロピレンイミンデンドリマーはDSM Fine Chemicalsから市販されており、ポリ(アミドアミン)デンドリマーはAldrich Chemical Companyから「Starburst」デンドリマーとして入手可能である。アルキレンポリアミンは、約200未満で2%未満、通常は1%未満(重量で)の材料沸点を有するとして特徴付けられ、Texas州FreeportのDow Chemical Companyから取得されたエチレンポリアミン蒸留塔底部残渣(still bottoms)等の蒸留塔底部残渣を含み得る。

【0024】

アミン系多塩基種がポリイミンである場合、好ましくはポリ(C<sub>2</sub>～6-アルキレンイミン)、とりわけポリエチレンイミン(PEI)である。ポリイミンは、直鎖状またはとりわけ分枝鎖状であってよい。

【0025】

ポリエーテル官能化ポリ酸およびアミン系多塩基種が一緒に反応し、そのため、-CO<sub>2</sub>Hまたは-CO<sub>2</sub><sup>-</sup>(Bにおいて定義され、さらにEの通りに定義される)が多塩基種中のアミン基と反応して、イオン性塩結合および/もしくは共有結合またはイオン性塩結合と共有結合との混合物を得る。ポリエーテル官能化ポリ酸対アミン系多塩基種の重量比は、1:1から35:1、より望ましくは1:1から30:1、好ましくは2:1から30:1である。ポリエーテル官能化ポリ酸中におけるポリエーテル(J接続基を含む)対ポリ酸(C=O基を含む)の重量比は、望ましくは1.5:1から1:20、より望まし

10

20

30

40

50

くは 1 : 2 から 1 : 10 である。ポリエーテル官能性ポリ酸とアミン系多塩基種との反応は、概して、ポリ酸を官能化するためのポリエーテルの反応（概して 120 超）よりも低い温度（例えば、概して 120 またはそれ未満）で行われる。故に、ポリ酸とポリエーテルとの間の化学結合（例えば、エステル、アミドおよびイミド）は、より高い温度に関連するものであってよく、ポリ酸とアミン系多塩基種との間の化学結合（塩、アミドおよびイミド）は、より低い反応温度に関連している。

【0026】

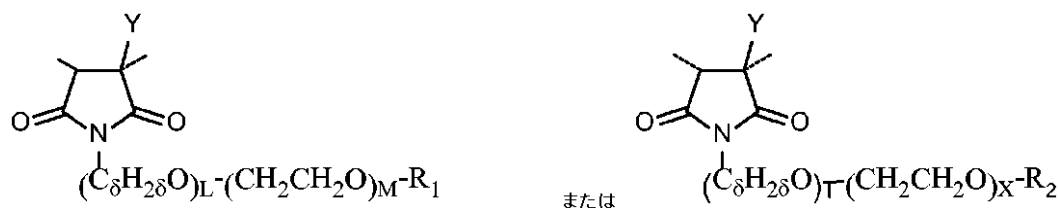
ポリエーテル官能化ポリ酸およびアミン系多塩基種はいずれも複数の共反応性基を有するため、それらの間には 1 つを超える結合（上記で定義した通り）があることになると予想される。1 つを超えるポリエーテル官能化ポリ酸が単一のアミン系多塩基種と結合することも認められる。同様に、単一のポリエーテル官能化ポリ酸と化学的に結合している 1 つを超えるアミン系多塩基種があってもよい。

10

【0027】

J が NH である場合、NH の 0 ~ 100 % が、隣接する  $-CO_2H$  または  $-C(=O)-O^-$ （A または B によって定義される）と反応して、 $-N<$ （以下に示す通りの 5 員環イミド環繰り返し単位）：

【化 1】

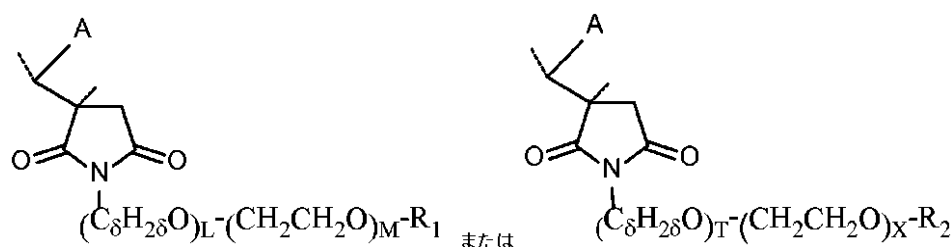


20

を得るか、

および / または  $-CH_2-CO_2H$  または  $-CH_2-C(=O)-O^-$ （Z によって定義される）と反応して、以下に示す通りの 5 員のイミドを得ることができ、繰り返し単位は構造

【化 2】

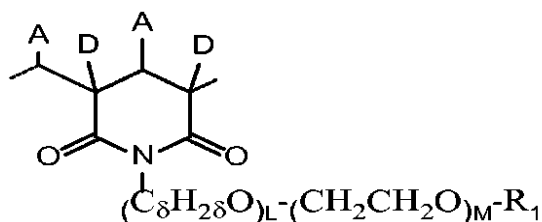
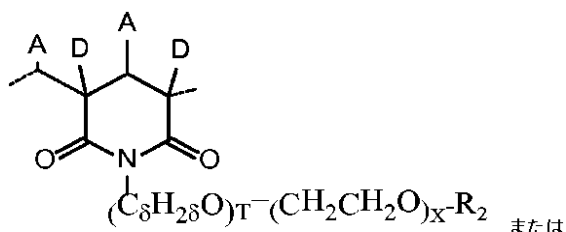


30

を有するか、

および / またはポリ酸由来の隣接する繰り返し単位の 2 つは、近接する B が  $-CO_2H$  または  $-C(=O)-O^-$  であり、J が以下に示す通りの  $-N(H)-$

## 【化 3】



10

〔式中、Y、A、D、, L、M、T、X、R<sub>1</sub> および R<sub>2</sub> は、上記の通りに定義され、破線は、ポリ酸分子の残りが繰り返し単位に付着している場合を示す〕

である場合に、6員のイミド環を形成するかもしれない。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0028】

定義。物事を簡略化するために、本発明者らは、(メタ)アクリル酸がメタクリル酸および/またはアクリル酸を指し、メチル(メタ)アクリレートがメタクリレートおよび/またはアクリレートを指す等、ある名称の分子がメチル置換基を任意選択で含み得ることを示す「メタ」を囲む括弧を使用する。ポリエーテル式において、本発明者らは、より大きいアルキレンオキシド単位が、直鎖状および分枝鎖状形態を含む、酸化プロピレン、ブチレンオキシドまたは酸化プロピレンおよびブチレンオキシドの組合せを含むことを意図している。本発明者らは、この概念を表現するために、C H<sub>2</sub> O〔ここで、 は3および/または4である〕も使用する。本発明者らは、ポリエーテルがランダムであってもブロック状であってもよいことを意図しており、ポリエーテルをいかなる特定の繰り返し単位のブロック(単一または複数)にも限定することは意図していない。本発明者らは、酸形態、塩形態、または2つのカルボン酸が物理的に隣接しており、無水物環を形成することができるとは無水物形態等、あらゆる形態のカルボン酸を表すために、記号表現 C(=O)-OH を使用する。C(=O)-OH がアミド結合の窒素と隣接しているならば、本発明者らは、これがイミドの一部として C(=O)- に変換され得ることも予想される。本発明者らは、1個の水素が除去された炭化水素型の基について記述するために、用語ヒドロカルビルを使用する。本明細書におけるヒドロカルビルは、炭化水素様のものを意味し、基中の4個の炭素原子ごとに最大1個の酸素または窒素を含み得るが、好ましくは単に炭素および水素原子である。ヒドロカルビレンは、2個の水素原子が除去された炭化水素を意味する。ヒドロカルビレンは、基中の2個の炭素原子ごとに最大1個の酸素および窒素原子も任意選択で含むが、好ましくは単に炭素および水素である。誤解を避けるために、本発明者らがカルボン酸またはカルボニル基を考慮する場合、本発明者らは、ジカルボン酸およびイミドの無水物を、2つのカルボニル基を有するものとして考慮することになる。

20

30

40

## 【0029】

ポリアクリル酸コアクリレートエステル/アミド/イミド等のマルチ酸性コポリマーと P E I 等のアミン系多塩基種との反応によって調製された分散剤は、ポリオール等の非水性媒質中で良好な分散特性を有する。これらは、プラスチックもしくはエラストマー用の種々の色濃縮物において、またはミルベース、ペンキ、インク、プラスチックおよびエラストマーに分散剤として使用され得る。分散剤は、アミン系多塩基種およびその塩と反応させたポリエーテル官能化ポリ酸(ポリ酸中に 繰り返し単位を有する)の反応生成物であるとして記述されてよく、

50

## 【0030】

ここで、ポリエーテル官能化ポリ酸は、少なくとも95、98または99重量パーセントの式

- [CH(A) - C(D)(B)] -

の繰り返し単位

[式中、

Aは、H、近接するJが-N<である場合には-C(=O)-、もしくはBまたはそれらの混合物であり、

Bは、独立に、E、GまたはQであり、

## 【0031】

10

Eは、-CO<sub>2</sub>H、-W-P(=O)-(OH) {ここで、は1または2である} または-W-S(=O)<sub>2</sub>-OHであり、ここで、Wは、a) 骨格炭素原子とリンまたは硫黄原子との間の直接連結、b) エーテル、エステルもしくはアミド連結基および/またはヒドロキシルペンダント基を任意選択で含むと定義されている1~7個の炭素原子のいずれかのヒドロカルビルン連結基、またはc) 最大7つの繰り返し単位の、エーテル、エステルまたはアミド連結基を任意選択で含むポリ(C<sub>2-4</sub>-アルキレンオキシド)であり、

## 【0032】

AがHである場合、Dは、各繰り返し単位において独立に、YまたはZであり；YはHまたはCH<sub>3</sub>であり；Zは、-CH<sub>2</sub>-C(=O)-OH、-CH<sub>2</sub>-Gまたは-CH<sub>2</sub>-Qであり、

20

望ましくはAが-C(=O)-OHである場合、DはYであり；Yは、各繰り返し単位において独立に、HまたはCH<sub>3</sub>であり；Eは-C(=O)-OHのみであり、リンまたは硫黄含有酸ではあり得ず、

Gは、CO-J-(CH<sub>2</sub>-O)<sub>L</sub>-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>M</sub>-R<sub>1</sub> {ここで、は3および/または4であり、繰り返し単位(CH<sub>2</sub>-O)および(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)は、ランダムまたはブロック配置であってよい}であり、G'は、-CO-基のないG(カルボン酸の-CO-基のないポリエーテル反応物質)または-J-(CH<sub>2</sub>-O)<sub>L</sub>-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>M</sub>-R<sub>1</sub>であり、

## 【0033】

30

Jは、-O-、隣接するBもしくはAが-C(=O)-OHであるかもしくはDが-CH<sub>2</sub>-C(=O)-OHである場合は>N-、または-N(H)-である]

を含む。誤解を避けるために、本発明者らが明細書および請求項において、A、BおよびDを、AもしくはBが-C(=O)-OHであるまたはDがそれを含むように定義する場合、本発明者らは、カルボニルが近接する窒素原子と連結しているならば、これらの成分AおよびBが、酸形態、イオン化形態または-C(=O)-形態であるか、またはDの事例ではそれらのそれぞれを含み得ることを意味し、

Lは、0~20、望ましくは0~5であり、

Mは、3~60、望ましくは5~25であり、

MはLより大きくなくてはならず、一実施形態では、小数点以下第2位に四捨五入した後のM:Lの比は、少なくとも1.50:1またはより望ましくは少なくとも2.00:1であり、

40

## 【0034】

R<sub>1</sub>は、ヒドロカルビル基が、分枝鎖状、環状、非分枝鎖状アルキル；アリール、アルキルアリールまたはアリールアルキルであってよい、C<sub>1-36</sub>ヒドロカルビル基、望ましくはC<sub>1-18</sub>、とりわけC<sub>1-7</sub>であり、

Qは、-C(=O)-J-(CH<sub>2</sub>-O)<sub>T</sub>-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>X</sub>-R<sub>2</sub> {ここで、は3および/または4であり、繰り返し単位(CH<sub>2</sub>-O)および(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)は、ランダムまたはブロック配置であってよい}であり、Q'は、-CO-基のないQ基(カルボン酸の-CO-基のないポリエーテル反応物質)または-J-(CH<sub>2</sub>

50



- O )<sub>T</sub> - ( C H<sub>2</sub> C H<sub>2</sub> O )<sub>X</sub> - R<sub>2</sub> であり、  
J は、 - O - 、近接する B もしくは A が - C ( = O ) - である場合は > N - 、または上記  
で定義した通りの N ( H ) であり、

T は、 4 ~ 45 、とりわけ 5 ~ 30 であり、

X は、 0 ~ 45 、とりわけ 0 ~ 40 であり、

T + X は、 8 と等しいかまたはそれより大きくなくてはならず、一実施形態では、小数点  
以下第 2 位に四捨五入した後の X : T の比は、 1 . 50 : 1 未満、より望ましくは 1 . 4  
0 : 1 未満であり、

【 0 0 3 5 】

R<sub>2</sub> は、ヒドロカルビル基が、分枝鎖状、環状または非分枝鎖状アルキル ; アリール、  
アルキルアリールまたはアリールアルキルであってよい、C<sub>1</sub> ~ C<sub>36</sub> ヒドロカルビル基  
、望ましくは C<sub>1</sub> ~ C<sub>18</sub> であり、

但し、Q は、変数 Q<sub>a</sub> + Q<sub>b</sub> の和 [ 式中、Q<sub>a</sub> は Q の一部であり、ここで、J は - N ( H )  
- または > N - [ 例えば、 - C ( = O ) - N ( H ) - ( C H<sub>2</sub> - O )<sub>T</sub> - ( C H<sub>2</sub>  
C H<sub>2</sub> O )<sub>X</sub> - R<sub>2</sub> ] であり、Q<sub>b</sub> は Q の一部であり、ここで、J は - O - [ 例えば、  
- C ( = O ) - O - ( C H<sub>2</sub> - O )<sub>T</sub> - ( C H<sub>2</sub> C H<sub>2</sub> O )<sub>X</sub> - R<sub>2</sub> ] である ] として  
さらに定義され、

但し、a ) G + Q<sub>a</sub> の和は合計して少なくとも 2 . 5 、より望ましくは 5 でなくてはな  
らず [ そのため、G は、約 0 、 1 、 2 、 3 、 4 または 5 であってよく、Q<sub>a</sub> は、合計少な  
くとも 5 となるよう補足する量 ( 例えば、少なくとも 5 、 4 、 3 、 2 、 1 または 0 ) と予  
想される ] 、 b ) Q<sub>a</sub> + Q<sub>b</sub> + G の和は少なくとも 10 でなくてはならず、  
E 対 G 対 Q の比は、E + G + Q の合計に対して :

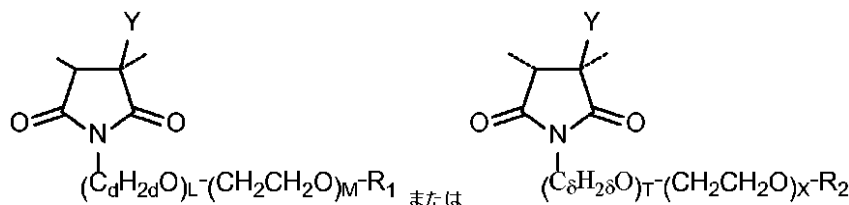
E は、 20 から 90 、望ましくは 60 から 90 数量 % 、とりわけ 60 から 70 % であって  
よく、

G は、 0 から 35 数量 % 、望ましくは 5 ~ 10 % であってよく、

Q は、 5 から 80 、望ましくは 5 から 40 数量 % 、とりわけ 20 から 30 であってよく、  
ここで、ポリエーテル官能化ポリ酸中における x または式 [ C H ( A ) - C ( D ) ( B )  
] のものを含む繰り返し単位 ( ) の数は、約 10 ~ 500 、とりわけ約 10 ~ 200  
または約 10 ~ 100 であり、

但し、 - [ C H ( A ) - C ( D ) ( B ) ] - 繰り返し単位のいくつかは、J が > N - な  
らば、単一の繰り返し単位から 5 員環として構成されることができ、ここで、A および B  
置換基の一方はカルボン酸であり、他方はアミド結合であり、得られた繰り返し単位は、  
構造

【 化 4 】



を有するか、および / または

D が - C H<sub>2</sub> - C O<sub>2</sub> H または - C H<sub>2</sub> - C ( = O ) - O - であれば、以下に示す通りの  
5 員のイミド繰り返し単位 :

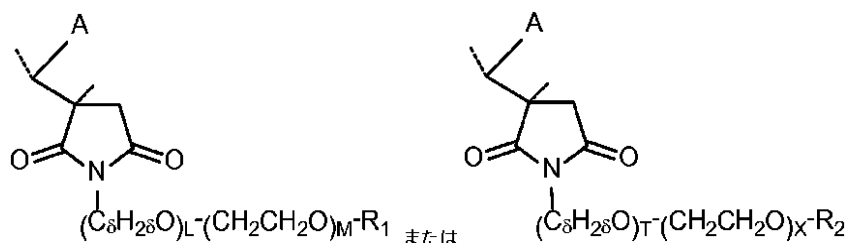
10

20

30

40

## 【化 5】

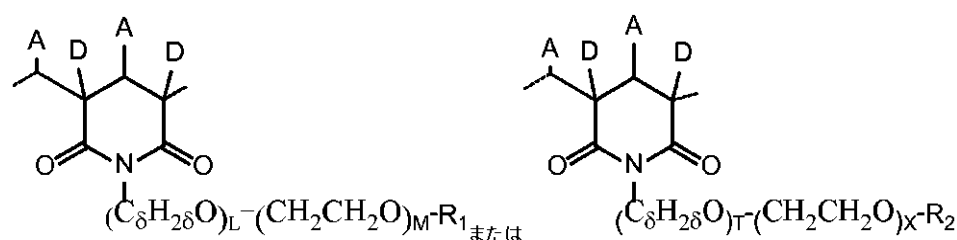


を得るためのものであるか、

および / または

1つの単位上の1つのBが - C ( = O ) O Hであり、隣接する単位上のBがアミド結合である場合に、ポリ酸の繰り返し単位の2つが単一の窒素と反応して、アミン系多塩基種がポリアミンであり、直鎖状および / または分枝鎖状であってよく、約 1 4 0 から約 1 0 0 , 0 0 0 g / モルの数平均分子量を有する 6 員環

## 【化 6】



{ 式中、Y、A、D、  
、L、M、T、X、R<sub>1</sub> および R<sub>2</sub> は、上記の通りに定義される }

を形成するならば、前記反応生成物は、前記ポリエーテル官能化ポリ酸と前記アミン系多塩基種の間に1つまたは複数のイオン性および / または共有結合を含み、ポリエーテル官能化ポリ酸対アミン系多塩基種の重量比は、1 : 1 から 2 2 : 1、より望ましくは 2 : 1 から 2 2 : 1、好ましくは 2 : 1 から 1 5 : 1 である。

## 【0036】

一実施形態では、ポリ酸の繰り返し単位の最大 5 0 モル % が、遊離酸形態または塩であってよいスルホン酸基および / またはリン酸基および / またはホスホン酸基を含有する、アニオン性モノエチレン性不飽和モノマーであってよい。本明細書において使用される場合、リン含有繰り返し単位の用語「リン酸基」および「ホスホン酸基」は、水素原子がイオン化可能である P O H 部分を有するリンオキソ酸を指す。用語「リン酸基」および「ホスホン酸基」には、リンオキソ酸の塩も含まれる。その塩または塩基性形態では、リン酸基は、少なくとも 1 つの酸プロトン置き換える、アルカリ土類もしくはアルカリ性土類金属、アンモニウム、置換アンモニウム、第 4 級アンモニウムまたはピリジニウムイオン等のカチオンを有する。その塩または塩基性形態では、スルホン酸基は、少なくとも 1 つの酸プロトン置き換える、アルカリ土類もしくはアルカリ性土類金属、アンモニウム、置換アンモニウム、第 4 級アンモニウムまたはピリジニウムイオン等のカチオンを有する。

## 【0037】

遊離酸形態または塩であってよいスルホン酸基を含有するアニオン性モノエチレン性不飽和モノマーの例は、アリルスルホン酸、メタリルスルホン酸、スチレンスルホン酸、ビニルスルホン酸、ビニルベンジルスルホン酸、アリロキシベンゼンスルホン酸、2 - アクリルアミド - 2 - メチルエタンスルホン酸、2 - アクリルアミド - 2 - メチルプロパンスルホン酸、2 - アクリルアミド - 2 - メチルブタンスルホン酸、2 - メタクリルアミド - 2 - メチルエタンスルホン酸、2 - メタクリルアミド - 2 - メチルプロパンスルホン酸、2 - メタクリルアミド - 2 - メチルブタンスルホン酸、アクリロイルオキシメチルスルホン酸、2 - (アクリロイル)オキシエチルスルホン酸、3 - (アクリロイル)オキシブ

ロピルスルホン酸、4 - (アクリロイル)オキシブチルスルホン酸、メタクリロイルオキシメチルスルホン酸、2 - (メタクリロイル)オキシエチルスルホン酸、3 - (メタクリロイル)オキシプロピルスルホン酸、4 - (メタクリロイル)オキシブチルスルホン酸、およびそれらの塩を含む。

#### 【0038】

遊離酸形態または塩であってよいリン酸またはホスホン酸基を含有するアニオン性モノエチレン性不飽和モノマーの例は、モノビニルホスフェート、モノアリルホスフェート、3 - ブテニルホスホン酸、モノ - 3 - ブテニルホスフェート、モノ(4 - ビニルオキシブチル)ホスフェート、[ヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート、ヒドロキシアルキル(メタ)アクリルアミドまたは2 - ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレートおよび4 - ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート等の分子量  $M_n$  150 ~ 700 のそれらのポリアルコキシレート誘導体、N - ヒドロキシエチルアクリルアミド、N - ヒドロキシエチルメタクリルアミドヒドロキシポリ(エチレンオキシド)(メタ)アクリレート、ならびにポリプロピレングリコール(メタ)アクリレート]のリン酸エステル、モノ(2 - ヒドロキシ - 3 - ビニルオキシプロピル)ホスフェート、モノ(1 - ホスホノキシメチル - 2 - ビニルオキシエチル)ホスフェート、モノ(3 - アリルオキシ - 2 - ヒドロキシプロピル)ホスフェート、モノ(2 - アリルオキシ - 1 - ホスホノキシメチルエチル)ホスフェート、それらの塩および/またはエステル、とりわけ、リン酸および/またはホスホン酸基を含有するモノマーの、C1 から C8 モノアルキル、ジアルキル、および適切ならば、トリアルキルエステルを含む。他の好適なホスホン酸モノマーは、WO 99 / 25780 A1において開示されており、ビニルホスホン酸、アリルホスホン酸、2 - アクリルアミド - 2 - メチルプロパンホスホン酸、 - ホスホノスチレン、2 - メチルアクリルアミド - 2 - メチルプロパンホスホン酸を含む。さらなる好適なリン官能性モノマーは、US 4,733,005において開示されている1,2 - エチレン性不飽和(ヒドロキシ)ホスフィニルアルキル(メタ)アクリレートモノマーであり、(ヒドロキシ)ホスフィニルメチルメタクリレートを含む。1つの好ましいモノマーは、ビニルホスホン酸、またはその加水分解性エステルである。

#### 【0039】

一実施形態では、ポリ酸成分の繰り返し単位の最大5モル%(より望ましくは最大2または最大1モル%)が、炭素 - 炭素二重結合を含有し、硫黄またはリン由来のカルボン基も酸もないフリーラジカル重合可能なモノマーから、誘導されることができ、そのような繰り返し単位は、スチレン、エチレン、プロペン、ブテン; (メタ)アクリル酸およびC<sub>1</sub> ~ C<sub>18</sub> アルコールの(メタ)アクリレートエステル; ならびにヒドロキシルエチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシルブチル(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリレートヒドロキシルエステル; 酢酸ビニル、(メタ)アクリルアミド; ビニルピロリジノン、ビニルイミダゾール、ビニルカルバゾール、2 - ビニルピリジンおよび4 - ビニルピリジン等のビニル置換ヘテロ環由来となる。ポリエーテル種による官能化の前のポリ酸成分について記述しているならば、本発明者らは、最大5、2または1モル%が、ポリエーテルによる官能化前のポリ酸成分の重量に基づき、およそ最大5、2または1重量パーセント(の異なるモノマー)であると言える。

#### 【0040】

一実施形態では、アミン系多塩基種と反応しないポリ酸成分の酸種のいずれかは、3つまたはそれ未満の第1級または第2級アミン基を持つモノまたはポリアミンと反応し得る。

#### 【0041】

一実施形態では、ポリ酸、ポリエーテル官能化ポリ酸、またはポリ酸とアミン系多塩基種との反応生成物のE基は、-CO<sub>2</sub>H形態または-CO<sub>2</sub><sup>-</sup>形態において最大100%であり得る。-CO<sub>2</sub><sup>-</sup>形態は、概して、一価アルカリ金属(Li、Na、K、Rb、CsおよびFr)または二価アルカリ性土類金属(Be、Mg、Ca、Sr、BaおよびRa)等の対イオンを担持することになる。リチウム、ナトリウムおよびカリウムが好まし

い対イオンである。これらは、構造： $-\text{CO}_2^- \text{Li}^+$ 、 $-\text{CO}_2^- \text{Na}^+$ または $-\text{CO}_2^- \text{K}^+$ を与える。ポリ酸成分が硫黄またはリン由来の酸を含む場合、またはEが $-\text{W}-\text{P}(=\text{O})-(\text{OH})$  [ここで、 $\text{W}$ は1または2である]または $-\text{W}-\text{S}(=\text{O})_2-\text{OH}$ である場合、任意選択で、硫黄またはリンを含む酸は、上記の対イオンを持つ塩の形態であってよい。優先的に、20、10、5または2モル%未満（好ましくは2モル%未満）の酸基が金属で中和される。

#### 【0042】

上記で注記した通り、分散剤は塩の形態で存在し得る。分散剤がカルボン酸基を含有する場合、塩は、リチウム、カリウムまたはナトリウム等のアルカリ金属のものであってよい。代替として、塩は、アンモニア、アミン、第4級アンモニウムまたはピリジニウムカチオンと形成されてよい。アミンの例は、メチルアミン、ジエチルアミン、エタノールアミン、ジエタノールアミン、ヘキシルアミン、2-エチルヘキシルアミンおよびオクタデシルアミンである。第4級アンモニウムカチオンは、第4級アンモニウムカチオンまたはベンザルコニウムカチオンであってよい。第4級アンモニウムカチオンは、6から20個の炭素原子を含有する1つまたは2つのアルキル基を含有してよい。第4級アンモニウムカチオンの例は、テトラエチルアンモニウム、N-オクタデシル-N,N,N-トリメチルアンモニウム；N,N-ジドデシル-N,N-ジメチルアンモニウム、N-ベンジル-N,N,N-トリメチルアンモニウムおよびN-ベンジル-N-オクタデシル-N,N-ジメチルアンモニウムカチオンである。

#### 【0043】

一実施形態では、ポリエーテル官能化ポリ酸を多塩基種と反応させることによる反応生成物またはコポリマー生成物は、未希釈ポリマーとして、または有機溶媒中のポリマーとして提示され得る。これは、未希釈反応生成物またはコポリマー生成物を溶媒に溶解することによって、または溶媒中で反応生成物またはコポリマー生成物の合成を行うことによって、達成することができる。

#### 【0044】

一実施形態では、ポリエーテル官能化ポリ酸を多塩基種と反応させることによる反応生成物をさらに官能化して、それらの特性および適用性能を、特定の要件に適合させることができる。必要な場合は以下の修飾反応を組み合わせ、多重修飾ポリ酸多塩基付加化合物を得ることができる。2つまたはそれ超の修飾反応を連続して行う場合、分子中で1つまたは複数の後続反応に対して反応性である十分な基が利用可能であることを確実にすべきである。

#### 【0045】

述べられている修飾は、本発明の有利な実施形態であり、

- a) アミン系多塩基種の残りの遊離アミノ基の1つまたは複数と、イソシアネート、ラクトン、無水物、エポキシド、環状カーボネートまたは(メタ)アクリレートとの反応、
  - b) アミン系多塩基種の残りの遊離アミノ基の1つまたは複数の塩化、ならびに/またはモノもしくはポリカルボン酸、鉍酸、リン、および酸もしくは強酸を含有するポリオキシメタレート(polyoxometallate)との反応、
  - c) アミン系多塩基種の残りの遊離アミノ基の1つまたは複数の、窒素酸化物への酸化、
  - d) アミン系多塩基種の残りの遊離アミノ基の1つまたは複数の4級化、または
  - e) アミン系多塩基種の残りの遊離アミノ基の1つまたは複数と、MW 150 ~ 3000の1つまたは複数のモノアミノ反応性基末端ポリマーとの反応
- によって実現することができる。

#### 【0046】

任意の残りのアミノ基の修飾は、当業者に公知の手法で行われ得る。例えば、アミノ窒素原子の塩化および4級化は、鉍酸、強酸、アルキルスルフェート、アルキルもしくはアラキルハロゲン化物、ハロカルボン酸エステル、アルキルオキサレートまたはエポキシドを使用して達成することができる。そのような4級化は、例えば、アミノ基が、顔料ペーストが組み込まれている結合剤系と反応して、凝集を引き起こす場合に好ましい。この

目的に好適な試薬は、塩酸、酢酸、硫酸、アルキルスルホン酸、硫酸水素アルキルまたはアリールスルホン酸を含む。4級化剤は、硫酸ジメチル、塩化ベンジル；塩素、臭素およびヨウ素等のメチルハロゲン化物；ジメチルオキサレート、エチレンオキシド、酸化プロピレンおよびスチレンオキシドを、酸およびプロパン（またはブタン）スルトンの存在下で含む。

#### 【0047】

アミン系多塩基種の残りの遊離アミノ基の1つまたは複数の塩化、ならびに/またはモノもしくはポリカルボン酸もしくはリン含有酸との反応は、JP 9157374、US 2010/0017973およびUS 2013/0126804において開示されている。好適なモノカルボン酸の具体例は、酢酸、プロピオン酸、カプロン酸、カプリル酸、2-エチルヘキサン酸、ノナン酸、デカン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、オレイン酸、リノール酸、ステアリン酸、アラキジン酸、エルカ酸、ベヘン酸、メトキシ酢酸等の任意選択で置換されている $C_{1-50}$ 脂肪族モノカルボン酸；ヒマワリ油、菜種油、ヒマシ油およびオリーブ油等の自然発生源由来の油から誘導された脂肪酸の混合物；Baker Hughesから市販されている直鎖状 $C_{25-50}$ 合成第1級酸である、商標Isocar（商標）（先のSasol）、Unicid（商標）酸で入手可能な分枝鎖状アルキルカルボン酸、ならびに、安息香酸、サリチル酸およびナフトエ酸等の芳香族カルボン酸を含む。好適なポリカルボン酸の具体例は、コハク酸、マロン酸、アジピン酸、セバシン酸、リンゴ酸、フマル酸、クエン酸および酒石酸を含む。好適なリン含有酸の具体例は、リン酸および亜リン酸を含む。好適なポリオキサメタレート含有酸の具体例は、リンモリブデン酸、リントングステン酸およびケイモリブデン酸を含む。

#### 【0048】

アミン系多塩基種の残りの遊離アミノ基の1つまたは複数と無水物との反応は、US 6878799および7767750において開示されている。好適な無水物の具体例は、マレイン酸無水物、コハク酸無水物、フタル酸無水物（anhydride）、テトラヒドロフタル酸無水物、メチルテトラヒドロフタル酸無水物、ヘキサヒドロフタル酸無水物、メチルヘキサヒドロフタル酸無水物、トリメリット酸無水物、 $C_{1-20}$ アルケニルおよびアルキルコハク酸無水物を含む。

#### 【0049】

アミン系多塩基種の残りの遊離アミノ基の1つまたは複数の反応は、JP 4031471において開示されている。好適なエポキシドの具体例は、スチレンオキシド、酸化プロピレンおよびエチレンオキシドを含む。

#### 【0050】

アミン系多塩基種カルボン酸、スルホン酸、硫酸、ホスホン酸、リン酸、イソシアネート、エポキシド、（メタ）アクリレート、アセトアセトキシまたはシクロカーボネート末端ポリマーの残りの遊離アミノ基の1つまたは複数の反応。反応生成物は、カルボン酸末端ポリマーが使用される場合にはアミドおよび/または対応する塩、スルホン酸、硫酸、ホスホン酸およびリン酸末端ポリマーが使用される場合には塩の形態であってよく、共有結合が、アミノ基のNH官能基と、i) イソシアネート末端ポリマーとの間に形成されて尿素を得、ii) エポキシド末端ポリマーとの間に形成されてエポキシ基を開環してアミノアルコールを得、iii) （メタ）アクリレート末端ポリマーとの間に二重結合全体にわたるマイケル付加を介して形成される。これらのモノ反応性末端ポリマーは、ポリエステル、ポリエーテル、ポリエーテル/ポリエステル、ポリアミド、ポリエステルアミド、ポリ（メタ）アクリレート、ポリウレタンおよびそれらの混合物に基づくものであってよい。特に有用なモノ反応性ポリマーは、種々の特許において開示されている。

#### 【0051】

カルボン酸末端ポリエステル、ポリエステルアミドおよびポリアミドポリマーの好適な例は、US 4224212、4861380、5700395、5760257、6197877、8202935、JP 4866255、JP 8010601、JP 9157361、WO 2006/113258およびWO 2007/039605において開示され

10

20

30

40

50

ており、その中で、

a) ポリエステルは、

ヒドロキシカルボン酸および／またはラクTONの1つまたは複数の、任意選択で、カルボン酸またはエステル官能基を含有する開始剤分子の存在下；または

ジオールの1つまたは複数と二塩基酸／無水物の1つまたは複数との、任意選択で、カルボン酸またはエステル官能基を含有する開始剤分子の存在下

の重合によって誘導され、

b) ポリエステルアミドは、

ヒドロキシカルボン酸および／またはラクTONの1つまたは複数と、アミノカルボン酸および／またはラクタムの1つまたは複数との、任意選択で、カルボン酸またはエステル官

10

能基を含有する開始剤分子の存在下

の重合によって誘導され、

c) ポリアミドは、

アミノカルボン酸および／またはラクタムの1つまたは複数の、任意選択で、カルボン酸またはエステル官能基を含有する開始剤分子の存在下、または

ジアミンの1つまたは複数と、二塩基酸／無水物の1つまたは複数との、任意選択で、カルボン酸またはエステル官能基を含有する開始剤分子の存在下

の重合によって誘導される。

【0052】

好適なヒドロキシカルボン酸およびラクTONの具体例は、リシノール酸、12-ヒドロキシステアリン酸、6-ヒドロキシカプロン酸、5-ヒドロキシ吉草酸、12-ヒドロキシドデカン酸、5-ヒドロキシドデカン酸、5-ヒドロキシデカン酸、4-ヒドロキシデカン酸、10-ヒドロキシウンデカン酸、乳酸、グリコール酸、 $\epsilon$ -プロピオラクTON、 $\gamma$ -ブチロラクTON； $\epsilon$ -カプロラクTONならびに7-メチル-、3-メチル-、5-メチル-、6-メチル-、4-メチル-、5-テトラ-ブチル-、4,4,6-トリメチル-および4,6,6-トリメチル- $\epsilon$ -カプロラクTON、 $\epsilon$ -バレロラクTON、 $\gamma$ -メチル- $\epsilon$ -バレロラクTONまたはそれらの混合物等の、任意選択でC<sub>1</sub>-6-アルキル置換された $\epsilon$ -カプロラクTONおよび任意選択でC<sub>1</sub>-6-アルキル置換された $\epsilon$ -バレロラクTONを含む。

20

【0053】

好適なジオールの具体例は、エチレングリコール、プロピレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサングリコール；ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコールおよびトリエチレングリコール等のエーテル結合を持つジオール等の、アルキレングリコールを含む。好適なポリアルキレングリコールの例は、MW1000未満の、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリブチレングリコール、ポリエチレングリコールおよびポリプロピレングリコールの混合されたブロックおよびランダムコポリマー（プルロニックおよびリバースプルロニック、先のBASF）を含む。

30

【0054】

好適な二塩基酸および無水物の具体例は、マレイン酸無水物、コハク酸無水物、グルタル酸無水物、フマル酸、マロン酸、アジピン酸、セバシン酸、フタル酸無水物およびシクロヘキサジカルボン酸無水物を含む。

40

【0055】

好適なアミノカルボン酸の具体例は、サルコシン、ベータ-アラニン、4-アミノ酪酸、6-アミノカプロン酸および11-アミノウンデカン酸を含む。

【0056】

好適なラクタムの具体例は、ラウロラクタムおよびカプロラクタムを含む。

【0057】

好適なジアミンの具体例は、エチレンジアミン、1,2-プロピレンジアミン、1,3-プロピレンジアミン等のアルキレンジアミン；異性ブチレンジアミン、ペタンジアミ

50

ン、ヘキサンジアミン、ヘプタンジアミン、1, 12 - ジアミノドデカン、ジアミノシクロヘキサン；および1, 2 - ビス(2 - アミノエトキシ)エタン等のエーテル結合を持つジアミンを含む。好適なポリエーテルジアミンの例は、D 2 3 0、D 4 0 0、E D 6 0 0等のHuntsmannから市販されているジェファーマミンジアミンを含む。

#### 【0058】

カルボン酸またはエステル基を含有する好適な開始剤分子の例は、上述した通りの任意選択で置換されている $C_{1-50}$ 脂肪族モノカルボン酸およびそれらのメチルまたはエチルエステルを含む。

#### 【0059】

ホスフェート、スルフェートおよびスルホネート末端ポリエステルポリマーの好適な例は、US 4 8 6 1 3 8 0および6 1 9 7 8 7 7において開示されており、その中で、ポリエステルは、ヒドロキシルまたはアミノ官能基を含有する開始剤分子を使用する、上記で開示されている通りのヒドロキシカルボン酸および/またはラク톤の重合によって誘導される。ヒドロキシル官能基を含有する好適な開始剤分子の具体例は、メタノール、エタノール、プロパン - 1 - オール、プロパン - 2 - オール、ブタノール、イソブタノール、ネオペンチルアルコール、ヘキサノール、オクタン - 1 - オール、2 - エチルヘキサノール、デカノール、ドデカノール、オレイルアルコール(alcohol)、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール、フェノール、オクチルフェノール、ノニルフェノール、フェニルエタノール等の任意選択で置換されている $C_{1-50}$ ヒドロカルビルン基を持つアルコール；1 H, 1 H, 2 H, 2 H - ペルフルオロ - 1 - デカノール等のフッ素化アルコール、商標Isofol(商標)(先のSasol)で入手可能な $C_{8-36}$ 分枝鎖状アルコール、Baker Hughesから市販されている直鎖状 $C_{25-50}$ 合成第1級アルコールであるUnilin(商標)アルコールを含む。アミノ官能基を含有する好適な開始剤分子の具体例は、ブチルアミン、ドデシルアミン、ステアリルアミン等のアミンを含む。

#### 【0060】

(メタ)アクリレート末端ポリエステル、ポリエステルアミドおよびポリアミドポリマーの好適な例は、EP 7 1 3 8 9 4、JP 3 4 8 8 0 0 1、JP 2 0 1 0 2 2 2 5 2 2およびUS 8 2 0 2 9 3 5において開示されており、その中で、ポリエステルは、

i. 2 - ヒドロキシエチルアクリレート等の開始剤分子を直接的に、

ii. ヒドロキシル官能基を含有する開始剤分子、次いでその後の(メタ)アクリレートエステルとのトランスエステル化反応、

iii. 上述した通りのカルボン酸またはエステル官能基を含有する開始剤分子、次いでその後の2 - ヒドロキシエチルアクリレート等のヒドロキシル官能基またはグリシジルメタクリレート等のエポキシ官能基を含有する(メタ)アクリレートエステルとの反応を使用する、上記で開示されている通りのヒドロキシカルボン酸および/またはラク톤の重合によって誘導される。

ホスフェート、スルフェートおよびスルホネート末端ポリエーテル、ポリエーテル/ポリエステル、ポリエーテル/ポリウレタンおよびポリエーテル/ポリエステル/ポリウレタンポリマーの好適な例は、US 5 1 3 0 4 6 3、5 1 5 1 2 1 8、6 1 1 1 0 5 4、6 3 1 0 1 2 3、7 5 9 5 4 1 6および8 2 0 2 9 3 5において開示されており、その中で、ポリエーテルは、上記で開示されている通りのヒドロキシルまたはアミノ官能基を含有する開始剤分子を使用する、エチレンオキシド、酸化プロピレン、ブチレンオキシドおよびスチレンオキシド等のアルキレンおよびアルカリーレン(alkarylene)オキシドの重合によって誘導される。これらのポリエーテルモノアルコールを、上記で開示されている通りの1つまたは複数のヒドロキシカルボン酸またはラク톤と、または上述した通りのジオールおよび二酸とさらに反応させて、アルコール基を含有するポリエーテルポリエステルポリマーを得ることができ、次いでこれをUS 5 1 3 0 4 6 3において開示されている通りにリン酸化することができる。ポリエーテルモノアルコールおよびポリエーテルポリエステルモノアルコールを、ジイソシアネートと組み合わせた上記で開示されている通り

10

20

30

40

50

のジオールとさらに反応させて、アルコール基をそれぞれ含有するポリエーテルポリウレタンおよびポリエーテルポリエステルポリウレタンポリマーを得ることができ、次いでこれをUS 5 1 3 0 4 6 3において開示されている通りにリン酸化することができる。好適なジイソシアネートの具体例は、ヘキサメチレンジイソシアネート(HDI)、2,4-および2,6-トルエンジイソシアネート(TDI)、イソホロンジイソシアネート(IPDI)、-テトラメチルキシレンジイソシアネート(TMIXDI)、ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート(4,4'-MDI)、ジフェニルメタン-2,4'-ジイソシアネート(2,4'-MDI)ならびにジシクロヘキシルメタン-4,4'-ジイソシアネート(HMDI)を含む。

【0061】

(メタ)アクリレート末端ポリエーテルポリマーの好適な例は、US 7 9 2 3 4 7 4およびJP 2 0 1 0 2 2 2 5 2 2において開示されている。

【0062】

カルボン酸末端ポリエーテルポリマーの好適な例は、JP 4 2 4 8 2 0 7、US 7 7 6 7 7 5 0、7 6 7 1 1 1 9、7 8 7 2 0 7 0、8 0 7 6 4 0 9および8 1 6 8 7 1 3において開示されており、その中で、ポリマーは、i) ポリアルキレングリコールモノ置換エーテルと、モノクロロ酢酸ナトリウム等のハロカルボン酸塩との反応、次いで塩酸を使用して酸性化される；ii) ポリアルキレングリコールモノ置換エーテルとアクリロニトリルとの反応、次いで塩酸等の酸の存在下で加水分解される、ならびにiii) ポリエーテルアミンと無水物との反応によって誘導される。

【0063】

イソシアネート末端ポリエステルおよびポリエーテルポリマーの好適な例は、JP 4 0 3 1 4 7 1、JP 7 1 4 9 8 5 5およびWO 2 0 0 7 / 0 3 9 6 0 5において開示されている。エポキシドまたはアセトアセトキシまたはシクロカーボネート末端ポリアクリレートポリマーの好適な例は、US 5 1 0 0 9 6 9において開示されている。

【0064】

一実施形態では、この反応生成物またはコポリマー生成物は、適切なポリマーとの混合物として提示されてよい。これは、未希釈分散剤反応生成物またはコポリマー生成物を、反応性モノマーまたはポリマーと混合することによって、または分散剤反応生成物またはコポリマー生成物の合成を前駆体モノマーまたはポリマーから所望のポリマーの存在下で行うことによって、達成することができる。一実施形態では、ポリオール希釈剤を使用し、分散剤反応生成物またはコポリマーの形成後に、微粒子(顔料等)をポリオールに分散し、次いでポリイソシアネートと反応させることによってポリオールをウレタンプレポリマーまたはポリマーに変換させる。

【0065】

本発明の発明者らは、本明細書で開示されている組成物が、微粒子固体ロードを増大させること、および/または有機媒質中で還元粘度の改善された分散体を形成することのうち少なくとも1つができることを発見した。

【0066】

以下で開示する通りの分散剤は、有機媒質中で高い分散剤活性を有し、したがって、混合物の粘度の効率的な低減により有機媒質に添加することができる微粒子状物質(充填剤または顔料等)の増大を可能にする。さらに、分散剤は、有機媒質中における微粒子の粒径低減を容易にして、低減されてより均一な粒径の分散体を形成する。分散剤は、凝集を最小化し、粒径低減を容易にして、新たに形成された粒子表面をコロイド状に安定させるように機能する。

【0067】

一実施形態では、本発明は、簡単に修飾されるポリマー性分散剤を提供し、ここで、固定種は、様々な微粒子状物質に固定するための分子サイズおよび塩基性度の観点から修飾でき、ポリエーテル修飾ポリ酸は、種々の異なる連続相および最終使用用に分散剤の可溶化部分を最適化するために、極性をより高くまたは低く、分子量をより大きくまたは小さ

10

20

30

40

50



く、分枝をより多くまたは少なく等、為され得る。

【0068】

一実施形態では、本発明は、微粒子状固体（典型的には、顔料または充填剤）と、分散剤材料と、有機媒質（典型的には、有機媒質は、プラスチック材料、エラストマー材料、プラスチックもしくはエラストマー材料への前駆体、または有機液体であってよい）と、連続相中に分散させ、分散剤材料によってコロイド状に安定させた微粉化した微粒子状固体とを含む、組成物を提供する。

【0069】

一実施形態では、本発明は、微粒子状固体、分散剤および媒質の上記分散体を、色濃縮物、ミルベース、インクまたはコーティングとして含む、組成物を提供する。コーティングの事例では、分散体は、所望の種類のコーティングにおいて有用なバインダー樹脂および任意選択の配合添加物をさらに含むと予想される。

【0070】

カーボンブラック顔料は、ポリウレタンプラスチック適用において色を提供するために使用され、これらのプラスチックは、車のダッシュボード内部および靴底を含む様々な製品において使用される。カーボンブラック顔料をポリウレタンプラスチックに組み込むためには、望ましくは、最初に該顔料をポリオール中に分散させて、黒色スラリーを得る。次いでこのスラリーをジ-イソシアネートと混合して、ポリウレタンプラスチックを形成することができる。したがって、カーボンブラックスラリーの粒径、固体ローディング、コロイド安定性および粘度は、灰色または黒色ポリウレタンプラスチックの製造において非常に重要である。より高い顔料濃度を持つ、より低い粘度のカーボンブラックスラリーが望ましい。

【0071】

一実施形態では、ポリ酸は、主としてポリアクリル酸となる（例えば、50%超の繰返し単位は、重合するアクリル酸由来の従来の繰返し単位となる）。一実施形態では、ポリ酸は、マレイン酸またはマレイン酸無水物由来の5から50数量パーセントの繰返し単位を含むことになる。

【0072】

種々の好ましい特色および実施形態を、非限定的な例証を利用して以下に記述する。

【0073】

Jが-NH-または-N<である場合、G、G'、QまたはQ'基は、ポリ（アルキレンオキシド）モノアルキルエーテルモノアミンから誘導されてよい。この種類のモノアミン化合物は、Huntsman CorporationからSurfonamine（登録商標）またはJeffamine（商標）アミンとして市販されている。Surfonamine（登録商標）アミンの具体例は、B-60（9：1の酸化プロピレン対エチレンオキシドモル比）、L-100（3：19の酸化プロピレン対エチレンオキシドモル比）、B-200（29：6の酸化プロピレン対エチレンオキシドモル比）およびL-207（10：32の酸化プロピレン対エチレンオキシドモル比）、L-200（3：41の酸化プロピレン対エチレンオキシドモル比）、L-300（8：58の酸化プロピレン対エチレンオキシドモル比）である。

【0074】

Jが酸素である場合、G、G'、QまたはQ'基は、ポリ（アルキレンオキシド）モノアルキルエーテルから誘導されてよい。これらのモノ-アルキルエーテルは、Sigma-Aldrich、Croda、BASFおよびIneos等の様々な供給源から入手可能である。

【0075】

ポリ酸は、当業者に公知のプロセスによって調製され、当業者に公知の任意の方法によってポリエーテル種で官能化されてよい。例えば、ポリ酸は、ポリ（メタ）アクリル酸またはポリ（メタ）アクリル酸/マレイン酸コポリマーのエステル化またはアミド化、または（メタ）アクリル酸と（メタ）アクリル酸エステルおよび/もしくはアミドとの重合ま

10

20

30

40

50

たは(メタ)アクリル酸とマレイン酸(またはマレイン酸無水物)、(メタ)アクリル酸エステルおよび/もしくはアミドならびにマレイン酸エステルおよび/もしくはアミドとの重合により、バルク、溶液、懸濁液またはエマルションプロセスを使用する任意の公知の重合技術または重合技術の組合せによって、調製され得る。重合は、ラジカル、アニオン性、カチオン性、原子移動もしくは基移動重合プロセスまたはそれらの組合せを含み得る。

#### 【0076】

一実施形態では、本発明は、微粒子状固体(典型的には、顔料または充填剤)と、分散剤と、有機媒質(典型的には、有機媒質は、プラスチック材料、エラストマー材料、プラスチックもしくはエラストマー材料への前駆体、または有機液体であってよい)とを含む、組成物をさらに提供する。

10

#### 【0077】

一実施形態では、本発明は、ポリ酸(典型的には、700から50,000、または700から28,000の間の数平均分子量を持つ)を、水溶液または固体のいずれかとして、本明細書で定義されている通りのQ'-HおよびG'-Hと、ポリエーテル(G'-HおよびQ'-H)対ポリ酸の重量比が1:1.5から1:20、より望ましくは1:2から1:10で、任意選択で、触媒、典型的には酸または塩基触媒の存在下、セ氏120から200度の間の温度で、不活性雰囲気下、2から72時間の間の持続時間にわたり、反応物中に存在するまたは反応中に生じた水が除去されることを確実にしながら反応させることによって取得される、または取得可能な、化合物を提供する。これによって中間体が生じ、これをその後、アミン系多塩基種と、1:1から22:1のポリエーテル官能化ポリ酸(上記で形成されたもの)対アミン系多塩基種の重量比で、30から130の間の温度で、0.25から24時間の間の持続時間にわたり、不活性雰囲気下、水の非存在下で反応させる。時に、これは適切な溶媒またはポリマー性担体中で行われるが、他の状況では、反応物質は未希釈のまま(溶媒なしで)任意選択で溶融物として加工される。

20

#### 【0078】

本明細書において使用される場合、水が実質的にないという表現は、反応物が、必要最低限の水、例えば正常な加工では除去されない汚染物質または微量を含有することを示す。

#### 【0079】

ポリエーテル官能化ポリ酸とアミン系多塩基種との反応生成物は、1000から300,000、またはより望ましくは2000もしくは5000から75,000もしくは150,000 g/molの数平均分子量を有し得る。

30

#### 【0080】

一実施形態では、上記のプロセスは、当業者により、ポリ(メタ)アクリル酸の代わりに、ポリ(メタ)アクリル-co-マレイン酸; ポリアクリル-co-イタコン酸; ポリアクリル-co-AMPS酸、ポリイタコン-co-アクリレート酸; ポリイタコン-co-アクリルアミド酸等の様々なコポリマーを使用して、行うことができる。

#### 【0081】

微粉化した微粒子状固体(典型的には、顔料または充填剤)は、光散乱技術によって測定される、直径10ナノメートルから10ミクロン、または望ましくは10ナノメートルから1、2、3もしくは5ミクロン、または好ましくは20ナノメートルから1、2、3もしくは5ミクロンの平均粒径を有し得る。粒径範囲はかなり幅広く、なぜなら、一部の実施形態では、より大きい粒径が最初に存在し、次いで粒径は本明細書の分散剤の存在下でさらに低減するからである。

40

#### 【産業上の利用可能性】

#### 【0082】

一実施形態では、本明細書で開示されている反応生成物またはコポリマーは、典型的には微粒子状固体材料を分散させるために使用される、分散剤である。

#### 【0083】

50

本明細書で開示されている反応生成物またはコポリマーは、異なる実施形態では、本発明の組成物中に、有機媒質中における微粒子の分散体の重量に基づき、0.1から50wt. %、または0.25から35wt. %、および0.5から30wt. %から選択される範囲で存在する。

【0084】

組成物中に存在する微粒子状固体は、該当する温度で有機媒質に実質的に不溶性であり、該媒質中において微粉化した形態で安定することが所望される、任意の無機または有機固体材料であってよい。微粒子状固体は、顆粒状材料、繊維、プレートレットの形態、または粉末、多くの場合、褐色粉末の形態であってよい。一実施形態では、微粒子状固体は充填剤または顔料である。

10

【0085】

好適な固体の例は、プラスチック材料のための顔料、増量剤、充填剤、発泡剤および難燃剤；染料、とりわけ分散染料；金属；セラミックのための微粒子状セラミック材料および磁性材料、セラミック顔料、研磨剤、コンデンサー、または燃料電池、強磁性流体；有機および無機ナノ分散固体；複合材料のための木材、紙、ガラス、鋼、または炭素およびホウ素等の繊維である。

【0086】

一実施形態では、固体は、例えば、Colour Index (1971年)の第3版ならびにその後の改訂版および付録において、「Pigments」という見出しの章で記述されている、認められているクラスの顔料のいずれかの有機顔料である。有機顔料の例は、アゾ、ジスアゾ、トリスアゾ、縮合アゾ、アゾレーキ、ナフトール顔料、アントラントロン、アントラピリミジン、アントラキノ、ベンズイミダゾロン、カルバゾール、ジケトピロロピロール、フラバントロン、インジゴイド顔料、インダントロン、イソジベンズアントロン、イソインダントロン、イソインドリノン、イソインドリン、イソピオラントロン、金属錯体顔料、オキサジン、ペリレン、ペリノン、ピラントロン、ピラゾロキナゾロン、キナクリドン、キノフタロン、チオインジゴ、トリアリールカルボニウム顔料、トリフェンジオキサジン、キサンテンおよびフタロシアニンシリーズのもの、とりわけ銅フタロシアニンおよびその核ハロゲン化誘導体、ならびに酸、塩基性および媒染染料のレーキもである。カーボンブラックは、厳密には無機であるが、その分散特性においてむしろ有機顔料に近い挙動をする。一実施形態では、有機顔料は、フタロシアニン、とりわけ銅フタロシアニン、

20

30

【0087】

無機顔料の例は、二酸化チタン、ルチル二酸化チタンおよび表面コーティングした二酸化チタン等の金属酸化物；黄色および黒色等の異なる色の酸化チタン；黄色、赤色、褐色および黒色等の異なる色の酸化鉄；酸化亜鉛、酸化ジルコニウム、酸化アルミニウム；バナジウム酸ビスマス、アルミン酸コバルト、スズ酸コバルト、亜鉛酸コバルト、クロム酸亜鉛、およびマンガン、ニッケル、チタン、クロム、アンチモン、マグネシウム、コバルト、鉄またはアルミニウムの2つまたはそれ超の混合金属酸化物等のオキシ金属化合物；ブルシアンプルー、パーミリオン、ウルトラマリン、リン酸亜鉛、硫化亜鉛；カルシウムおよび亜鉛のモリブデートおよびクロメート；アルミニウムフレーク、銅および銅/亜鉛合金等の金属効果顔料；炭酸鉛およびオキシ塩化ビスマス等の真珠光沢フレークを含む。

40

【0088】

無機固体は、重質および沈降炭酸カルシウム、硫酸カルシウム、酸化カルシウム、シュウ酸カルシウム、リン酸カルシウム、ホスホン酸カルシウム、硫酸バリウム、炭酸バリウム、酸化マグネシウム、水酸化マグネシウム、天然水酸化マグネシウムまたは水滑石、沈降水酸化マグネシウム、炭酸マグネシウム、ドロマイト、三水酸化アルミニウム、アルミニウムヒドロペルオキシドまたはベーマイト、ケイ酸カルシウムおよびマグネシウム、ナノクレイを含むアルミノシリケート、カオリン；ベントナイト、ヘクトライトおよびサポナイトを含むモンモリロナイト；雲母；白雲母、金雲母、鱗雲母および緑泥石を含むタル

50

ク；石粉、合成および沈降シリカ、ヒュームドシリカ、金属繊維および粉末、亜鉛、アルミニウム、ガラス繊維、難燃繊維；単一壁および多壁カーボンナノチューブ、補強および非補強カーボンブラックを含むカーボンブラック；黒鉛、バックミンスターフラレン、アスファルテン、グラフェン、ダイヤモンド、アルミナ、石英、シリカゲル、木粉、柔らかいおよび堅い木材を含む木フレーク、おがくず、粉末状紙／繊維、ケナフ等のセルロース繊維、大麻、サイザル麻、亜麻、綿、綿糸くず、ジュート、ラミー、コメの殻またはもみ殻、ラフィア、ガマアシ（typha reed）、ココナツ繊維、コイア、油ヤシ繊維、カボック、バナナの葉、カロ（caro）、クラワ、エネケンの葉、ハラケケの葉、アバカ、サイトウキビのバガス、麦わら、タケノコの皮、小麦粉、MDF等、パーミキュライト、ゼオライト、ハイドロタルサイト、発電所からのフライアッシュ、焼却下水汚泥灰、ポゾラン（pozzolanes）、高炉スラグ、アスベスト、クリソタイル、直閃石（anthophyllite）、クロシドライト、珪灰石、アタパルジャイト等；アルミナ、ジルコニア、チタニア、セリア、窒化ケイ素、窒化アルミニウム、窒化ホウ素、炭化ケイ素、炭化ホウ素、ケイ素－アルミニウム混合窒化物およびチタン酸金属等の微粒子状セラミック材料；遷移金属の磁性酸化物、多くの場合、鉄およびクロム、例えば、ガンマ－ $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 、およびコバルトドーパ酸化鉄、フェライト、例えば、バリウムフェライト等の微粒子状磁性材料；ならびに、金属粒子、例えば、金属アルミニウム、鉄、ニッケル、コバルト、銅、銀、金、パラジウムおよび白金ならびにそれらの合金等の、増量剤および充填剤を含む。

【0089】

他の有用な固体材料は、ペンタブロモジフェニルエーテル、オクタブロモジフェニルエーテル、デカブロモジフェニルエーテル、ヘキサブロモシクロデカン、ポリリン酸アンモニウム、メラミン、シアヌル酸メラミン、酸化アンチモンおよびボレート等の難燃剤を含む。

【0090】

本発明の組成物中に存在する有機媒質は、一実施形態では、プラスチックまたはエラストマー材料、またはプラスチックもしくはエラストマー材料への前駆体であり、別の実施形態では、有機液体である。有機液体は、非極性または極性有機液体であってよいが、極性有機液体が典型的には使用される。有機液体に関連する用語「極性」は、「A Three Dimensional Approach to Solubility」と題された論文、Crowleyら著、Journal of Paint Technology、38巻、1966年、269頁において記述されている通り、有機液体が、中程度から強い結合を形成できることを意味している。そのような有機液体は、概して、上述の論文において定義されている通りの5またはそれ超の水素結合数を有する。

【0091】

好適な極性有機液体の例は、アミン、エーテル、とりわけ低級アルキルエーテル、有機酸、エステル、ケトン、グリコール、アルコールおよびアミドである。そのような適度に強く水素結合している液体の多数の具体例は、「Compatibility and Solubility」と題された書籍、Ibert Mellan著（Noyes Development Corporationにより1968年発行）、39～40頁の表2.14において記載されており、これらの液体はいずれも、本明細書において使用される場合、極性有機液体という用語の範囲内にある。

【0092】

一実施形態では、極性有機液体は、ジアルキルケトン、アルカンカルボン酸のアルキルエステルおよびアルカノールを含み、とりわけ、そのような液体は、合計6から8個の炭素原子を最大で含有し、含む。極性有機液体の例は、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、ジ－イソプロピルケトン、メチルイソブチルケトン、ジ－イソブチルケトン、メチルイソアミルケトン、メチルn－アミルケトンおよびシクロヘキサノン等のジアルキルおよびシクロアルキルケトン；酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸イソプロピル、酢酸ブチル、ギ酸エチル、プロピオン酸メチル、酢酸メトキシプロピルおよび酪酸エチル等のアルキルエステル；エチレングリコール、2－エトキシエタノール、3－メトキシプロピルプロパノール、3－エトキシプロピルプロパノール、2－ブトキシエチルアセテート、

3 - メトキシプロピルアセテート、3 - エトキシプロピルアセテートおよび2 - エトキシエチルアセテート等のグリコールならびにグリコールエステルおよびエーテル；メタノール、エタノール、n - プロパノール、イソプロパノール、n - ブタノールおよびイソブタノールならびにジアルキル等のアルカノール；ならびに、ジエチルエーテルおよびテトラヒドロフラン等の環状エーテルを含む。一実施形態では、溶媒は、アルカノール、アルカンカルボン酸、およびアルカンカルボン酸のエステルである。

【0093】

極性有機液体として使用され得る有機液体の例は、フィルム形成樹脂である。そのような樹脂の例は、Versamid（商標）およびWolfamid（商標）等のポリアミド、ならびにエチルセルロースおよびエチルヒドロキシエチルセルロース等のセルロースエーテル、それらの混合物を含むニトロセルロースおよび酢酸酪酸セルロース樹脂を含む。樹脂の例は、短油アルキド/メラミン - ホルムアルデヒド、ポリエステル/メラミン - ホルムアルデヒド、熱硬化性アクリル酸/メラミン - ホルムアルデヒド、長油アルキド、ポリエーテルポリオール、ならびにアクリル酸および尿素/アルデヒド等のマルチメディア樹脂を含む。

10

【0094】

有機液体は、ポリオール、換言すると、2つまたはそれ超のヒドロキシ基を持つ有機液体であってよい。一実施形態では、ポリオールは、アルファ - オメガジオールまたはアルファ - オメガジオールエトキシレートを含む。

【0095】

20

一実施形態では、非極性有機液体は、脂肪族基、芳香族基、またはそれらの混合物を含有する化合物である。非極性有機液体は、非ハロゲン化芳香族炭化水素（例えば、トルエンおよびキシレン）、ハロゲン化芳香族炭化水素（例えば、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン、クロロトルエン）、非ハロゲン化脂肪族炭化水素（例えば、完全および部分飽和両方の6個またはそれ超の炭素原子を含有する直鎖状および分枝鎖状脂肪族炭化水素）、ハロゲン化脂肪族炭化水素（例えば、ジクロロメタン、四塩化炭素、クロロホルム、トリクロロエタン）および天然非極性有機物（例えば、植物油、ヒマワリ油、亜麻仁油、テルペンおよびグリセリド）を含む。

【0096】

一実施形態では、有機液体は、全有機液体に基づき、少なくとも0.1重量%、または1重量%またはそれ超の極性有機液体を含む。

30

【0097】

一実施形態では、有機液体には水がない。一実施形態では、有機連続媒質は、有機連続媒質の重量に基づき、5wt.%未満の水、より望ましくは2または1wt.%未満の水、別の実施形態では0.5wt.%未満の水を有する。

【0098】

プラスチック材料は、熱硬化性樹脂または熱可塑性樹脂であってよい。本発明において有用な熱硬化性樹脂は、加熱され、触媒され、または紫外線、レーザー光、赤外線、カチオン性、電子ビームもしくはマイクロ波放射に供された場合に化学反応を受けて比較的不溶解性になる樹脂を含む。熱硬化性樹脂における典型的な反応は、不飽和二重結合の酸化、エポキシ/アミン、エポキシ/カルボニル、エポキシ/ヒドロキシルが関与する反応、エポキシと、ルイス酸もしくはルイス塩基、ポリイソシアネート/ヒドロキシ、アミノ樹脂/ヒドロキシ部分との反応、エポキシ樹脂とビニルエーテルとのフリーラジカル反応またはポリアクリレート、カチオン性重合、およびシラノールの縮合を含む。不飽和樹脂の例は、1つまたは複数の二酸または無水物と1つまたは複数のジオールとの反応によって作製されたポリエステル樹脂を含む。そのような樹脂は、スチレンまたはビニルトルエン等の反応性モノマーとの混合物として一般に供給され、多くの場合、オルトフタル酸樹脂およびイソフタル酸樹脂と称される。さらなる例は、ジシクロペンタジエン（DCPD）をポリエステル鎖中の共反応物質として使用する樹脂を含む。さらなる例は、ビスフェノールAジグリシジルエーテルとメタクリル酸等の不飽和カルボン酸との反応生成物も含み

40

50

、その後、スチレン中の溶液として供給され、一般にビニルエステル樹脂と称される。

【0099】

ヒドロキシ官能基（高頻度でポリオール）を持つポリマーは、熱硬化系において、アミノ樹脂またはポリイソシアネートと架橋するために広く使用されている。ポリオールは、アクリル酸ポリオール、アルキドポリオール、ポリエステルポリオール、ポリエーテルポリオールおよびポリウレタンポリオールを含む。典型的なアミノ樹脂は、メラミンホルムアルデヒド樹脂、ベンゾグアナミンホルムアルデヒド樹脂、尿素ホルムアルデヒド樹脂およびグリコールウリルホルムアルデヒド樹脂を含む。ポリイソシアネートは、モノマー性脂肪族ジイソシアネート、モノマー性芳香族ジイソシアネートの両方およびそれらのポリマーを含む2つまたはそれ超のイソシアネート基を持つ樹脂である。典型的な脂肪族ジイソシアネートは、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネートおよび水素化ジフェニルメタンジイソシアネートを含む。典型的な芳香族イソシアネートは、トルエンジイソシアネートおよびジフェニルメタンジイソシアネートを含む。

10

【0100】

熱硬化性樹脂等のプラスチック材料は、ボート船体、浴槽、シャワートレイ、座席、列車、電車、船舶、航空機用の電線管およびバルクヘッド、自動車車両およびトラックの荷台用の車体パネルにおける部品に有用となり得る。

【0101】

所望ならば、プラスチック材料を含有する組成物は、他の原料、例えば、本発明の化合物以外の分散剤、防曇剤、核剤、発泡剤、難燃剤、加工助剤、界面活性剤、可塑剤、熱安定剤、UV吸収剤、酸化防止剤、香料、離型助剤、帯電防止剤、抗菌剤、殺生物剤、カップリング剤、滑沢剤（外部および内部）、衝撃改質剤、スリッパ剤、排気剤および粘度抑制剤を含有してよい。

20

【0102】

組成物は、典型的には1から95重量%の微粒子状固体を含有し、正確な分量は、固体の性質ならびに固体および極性有機液体の相対密度によって決まる。例えば、固体が有機顔料等の有機材料である組成物は、一実施形態では、組成物の総重量に基づき、15から60重量%の固体を含有するのに対し、固体が、無機顔料、充填剤または増量剤等の無機材料である組成物は、一実施形態では、40から90重量%の固体を含有する。

【0103】

組成物は、分散体を調製するための公知の従来の方法のいずれかによって調製され得る。故に、固体、有機媒質および分散剤はいかなる順序で混合してもよく、次いで混合物を、機械的処理に供して、分散体が形成されるまで、固体の粒子を、例えば、ボールミリング、ピーズミリング、グラベルミリング、高せん断混合またはプラスチックミリングによって適切なサイズに低減させる。代替として、固体を、独立に、または有機媒質もしくは分散剤のいずれかと混和して処理して、その粒径を低減してよく、次いで他の原料を添加し、混合物をかき混ぜて組成物を提供する。

30

【0104】

一実施形態では、本発明の組成物は、液体分散体に適している。一実施形態では、そのような分散体組成物は、(a) 0.5から40部の微粒子状固体、(b) 0.5から30部の、本明細書で開示されているコポリマーとしても公知であるポリエーテル官能化ポリ酸とアミン系多塩基化合物との反応生成物、および(c) 30から99部の有機媒質を含み、ここで、全部が重量および量で(a) + (b) + (c) = 100である。

40

【0105】

一実施形態では、成分a)は、0.5から40部の顔料を含み、そのような分散体はミルベースとして有用である。

【0106】

以上で開示されている通り、本発明の組成物は、ミルベースを調製するのに好適であり、ここで、微粒子状固体は、ポリエーテル官能化ポリ酸と、本明細書で開示されているコポリマーとしても公知であるアミン系多塩基種またはその塩との反応生成物の存在下、有

50

機液体中で粉碎される。

【0107】

故に、本発明のまたさらなる実施形態によれば、微粒子状固体、有機液体、およびポリエーテル官能化ポリ酸と、本明細書で開示されているコポリマーとしても公知であるアミン系多塩基種またはその塩との反応生成物を含む、ミルベースが提供される。

【0108】

典型的には、ミルベースは、ミルベースの総重量に基づき、20から70重量%の微粒子状固体を含有する。一実施形態では、微粒子状固体は、ミルベースの10重量%以上または20重量%以上である。そのようなミルベースは、ミリングの前後いずれかに添加された結合剤を任意選択で含有してよい。結合剤は、有機液体の揮発時に組成物を結合することができるポリマー性材料である。

10

【0109】

結合剤は、天然および合成材料を含むポリマー性材料である。一実施形態では、結合剤は、ポリ(メタ)アクリレート、ポリスチレニック、ポリエステル、ポリウレタン、アルキド、セルロース等の多糖、およびカゼイン等の天然タンパク質を含む。一実施形態では、結合剤は、組成物中に、微粒子状固体の量に基づき、100%超、200%超、300%超または400%超で存在する。

【0110】

ミルベース中における任意選択の結合剤の量は、広い範囲にわたって変動し得るが、典型的には、ミルベースの連続/液相の、10%以上、多くの場合、20重量%以上である。一実施形態では、結合剤の量は、ミルベースの連続/液相の50%以下、または40重量%以下である。

20

【0111】

ミルベース中における分散剤の量は、微粒子状固体の量に依存するが、典型的には、ミルベースの0.5から20重量%である。一部のカーボンブラックおよびナノ粒子のような高表面積材料には、より高い濃度が望ましい。

【0112】

本発明の組成物から作製されている分散体およびミルベースは、エネルギー硬化系(紫外線、レーザー光、赤外線、カチオン性、電子ビーム、マイクロ波)が、配合物中に存在するモノマー、オリゴマー等、または組合せとともに用いられる、非水性で溶媒非含有の配合物において使用するために特に好適である。これらは、プラスチック; ポリオールおよびプラスチック分散体; 非水性セラミックプロセス、とりわけテープ鋳込み、ゲル鋳込み、ドクターブレード、ピエゾセラミック印刷、押出および射出成型型プロセスにおいて使用するために特に好適である。さらなる例は、静水圧プレスのための乾燥セラミック粉末; シート成形およびバルク成形化合物、樹脂トランスファー成形、引き抜き、ハンドレイアップおよびスプレーレイアッププロセス、マッチドダイ成形等の複合; 鋳込み用樹脂およびプラスチック材料のような構築材料の調製におけるものと予想される。これらは、顔料および充填剤の表面修飾において、上記の用途で使用される乾燥粉末の分散性を改善するために有用である。コーティング材料のさらなる例は、Bodo Muller、Ulrich Poth、LackformulierungおよびLackrezeptur、Lehrbuch für Ausbildung und Praxis、Vincentz Verlag、Hanover(2003年)ならびにP.G.Garrat、Strahlenhartung、Vincentz Verlag、Hanover(1996年)において記載されている。印刷用インク配合物の例は、E.W.Flick、Printing Ink and Overprint Varnish Formulations - Recent Developments、Noyes Publications、Park Ridge NJ(1990年)およびその後の版において記載されている。

30

40

【0113】

一実施形態では、本発明の組成物は、1つまたは複数の追加の公知の分散剤をさらに含む。

【0114】

下記の例は、本発明の例証を提供するものである。これらの例は包括的でなく、本発明

50

の範囲を限定することを意図していない。

【実施例】

【0115】

原料の一覧

Carbosperse (商標) K752、重量平均分子量2000 g / モルを持つポリ  
アクリル酸、水中63 wt. % 活性でLubrizolから入手可能。

Carbosperse K732、重量平均分子量6000 g / モルを持つポリアクリ  
ル酸、水中50 % 活性でLubrizolから入手可能。

ポリ(アクリル - co - マレイン酸)、分子量3000 g / モル、水中50 % 活性として  
Sigma - Aldrichから入手可能。

Surfonamine (商標) L - 100、ポリエーテルアミン、Huntsmanから入  
手可能。

Surfonamine B - 200、ポリエーテルアミン、Huntsmanから入  
手可能。

ポリ(エチレングリコール - ran - プロピレングリコール)モノブチルエーテル、分子  
量970 g / モル、Sigma - Aldrichから入手可能

ポリ(エチレングリコール - ran - プロピレングリコール)モノブチルエーテル、分子  
量1700 g / モル、Sigma - Aldrichから入手可能

ポリエーテルアミン、C12 ~ 15 アルコールを酸化プロピレン (MW1660) と反応  
させ、続いて、結果として得られたポリエーテルアルコールのアクリロニトリルへの塩基  
触媒添加、その後の水素化により、アミン (85 % 活性) を得たものからなる、Lubri  
zolから入手可能。

ポリエーテルアミン、C12 ~ 15 アルコールをブチレンオキシド (MW1700) と反  
応させ、続いて、結果として得られたポリエーテルアルコールのアクリロニトリルへの塩  
基触媒添加、その後の水素化により、アミン (80 % 活性) を得たものからなる、先のL  
ubrizol。

ポリ(エチレングリコール)メチルエーテル、分子量750 g / モル、Sigma - Al  
drichから入手可能。

ポリ(エチレングリコール)メチルエーテル、分子量500 g / モル、Ineosから入  
手可能。

ポリ(エチレングリコール)メチルエーテル、分子量350 g / モル、Ineosから入  
手可能。

Synperonic (商標) A11 (50 % 直鎖状および50 % 単分枝鎖状 (monobran  
ched) であるC13 / 15 アルコール混合物を、エチレンオキシド (MW484) と反応  
させたものからなるポリエーテルアルコール)、Crodaから入手可能。

ポリ(プロピレングリコール)モノブチルエーテル、分子量1000 g / モル、Sig  
ma - Aldrichから入手可能。

トルエン、Fisherから入手可能。

ポリプロピレングリコール、分子量1000 g / モル、Sigma - Aldrichから  
入手可能。

テトラエチレンペンタミン、Sigma - Aldrichから入手可能。

Epomin (商標) SP - 006、分子量600 g / モル、株式会社日本触媒から入  
手可能。

Epomin SP - 018、分子量1800 g / モル、株式会社日本触媒から入手可能  
。

Epomin P - 1050、分子量70,000 g / モル、株式会社日本触媒から入  
手可能。

オルトリン酸、水中85 % 溶液としてFisherから入手可能。

コハク酸無水物、Sigma - Aldrichから入手可能。

硫酸ジメチル、Sigma - Aldrichから入手可能。

10

20

30

40

50



ホスフェートポリアルキレングリコールモノアルキルエーテル、US 6 0 5 1 6 2 7 の実施例 9 に従って合成したもの。

Printex (商標) 60、Evonik から入手可能。

ポリ(イタコン酸)、分子量 30,000 g/mol、水中 46% 活性で Lubrizol から入手可能。

イソプロピルアルコール、Fisher から入手可能。

アルブリテクト CP-30、重量平均分子量 30,000 ~ 90,000 g/mol を持つ

ポリアクリル-co-ビニルホスホン酸、水中 20% 活性で Rhodia から入手可能。

Carbosperse (商標) K-775、重量平均分子量 15,000 g/mol を持つスルホン酸基を含有するポリアクリル酸コポリマー、水中 50% 活性で Lubrizol から入手可能。

10

ポリ(メタクリル酸)、分子量 3,000 g/mol、水中 35.37% 活性で Lubrizol から入手可能。

Surfonamine B-100、ポリエーテルアミン、Huntsman から入手可能。

Surfonamine L-207、ポリエーテルアミン、Huntsman から入手可能。

ポリアリルアミン、水中 15% 活性で日東紡績株式会社から PAA-01 として入手可能。

ジメチルアミノプロピルアミン、Sigma-Aldrich から入手可能。

20

過酸化水素、Sigma-Aldrich から入手可能。

イソシアン酸フェニル、Sigma-Aldrich から入手可能。

中間体の実施例

#### 【0116】

(実施例 1)

Carbosperse K752 (26.52 部) および Surfonamine L-100 (23.20 部) およびポリ(エチレングリコール-ran-プロピレングリコール)モノブチルエーテル (MW 970、69.62 部) を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で 120 に加熱し、3 時間攪拌し、次いで 140 に加熱し、1 時間半攪拌し、次いで 180 に加熱し、24 時間攪拌して、透明な褐色液体を得る。これが中間体 1 である。

30

#### 【0117】

(実施例 2)

Carbosperse K752 (20.75 部) およびポリ(エチレングリコール)メチルエーテル (MW 750、13.62 部) およびオルトリン酸 (0.24 部) を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で 120 に加熱し、2 時間攪拌し、次いでポリ(エチレングリコール-ran-プロピレングリコール)モノブチルエーテル (MW 970、52.83 部) を投入し、180 に加熱し、24 時間攪拌して、液体を得る。これが中間体 2 である。

#### 【0118】

(実施例 3)

Carbosperse K752 (151.73 部) およびポリ(エチレングリコール)メチルエーテル (MW 500、66.38 部) およびポリ(エチレングリコール-ran-プロピレングリコール)モノブチルエーテル (MW 970、398.29 部) を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で 120 に加熱し、2 時間攪拌し、次いで 140 に加熱し、3 時間攪拌し、次いで 180 に加熱し、24 時間攪拌して、透明な液体を得る。これが中間体 3 である。

40

#### 【0119】

(実施例 4)

Carbosperse K752 (27.05 部) およびポリ(エチレングリコール

50

メチルエーテル (MW 500、5.92部) およびポリ (エチレングリコール - ran - プロピレングリコール) モノブチルエーテル (MW 970、71.00部) を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で 120 に加熱し、1時間攪拌し、次いで 140 に加熱し、1時間半攪拌し、次いで 180 に加熱し、24時間攪拌して、濁った黄色液体を得る。これが中間体 4 である。

#### 【0120】

(実施例 5)

Carbosperse K752 (51.14部) およびポリ (エチレングリコール) メチルエーテル (MW 500、22.38部) およびオルトリン酸 (0.84部) を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で 120 に加熱し、4時間攪拌し、次いでポリ (エチレングリコール - ran - プロピレングリコール) モノブチルエーテル (MW 1700、228.21部) を投入し、180 に加熱し、24時間攪拌して、橙色液体を得る。これが中間体 5 である。

10

#### 【0121】

(実施例 6)

Carbosperse K752 (11.73部) およびポリ (エチレングリコール) メチルエーテル (MW 500、5.13部) および Surfonamine B-200 (61.56部) を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で 120 に加熱し、3時間攪拌し、次いで 140 に加熱し、2時間半攪拌し、次いで 160 に加熱し、18時間半攪拌して、透明な橙色液体を得る。これが中間体 6 である。

20

#### 【0122】

(実施例 7)

Carbosperse K752 (39.66部) およびポリ (エチレングリコール) メチルエーテル (MW 500、17.35部) およびポリ (プロピレングリコール) モノブチルエーテル (MW 1000、104.10部) を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で 120 に加熱し、3時間攪拌し、次いで 140 に加熱し、2時間攪拌し、次いで 180 に加熱し、30時間攪拌して、透明な液体を得る。これが中間体 7 である。

#### 【0123】

(実施例 8)

Carbosperse K732 (21.91部) およびポリ (エチレングリコール) メチルエーテル (MW 500、7.61部) およびポリ (エチレングリコール - ran - プロピレングリコール) モノブチルエーテル (MW 970、45.64部) を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で 120 に加熱し、2時間攪拌し、次いで 140 に加熱し、1時間半攪拌し、次いで 180 に加熱し、24時間攪拌して、透明な黄色液体を得る。これが中間体 8 である。

30

#### 【0124】

(実施例 9)

ポリ (アクリル - co - マレイン酸) (46.10部) およびポリ (エチレングリコール) メチルエーテル (MW 500、18.38部) およびオルトリン酸 (0.45部) を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で 150 に加熱し、2時間半攪拌し、次いでポリ (エチレングリコール - ran - プロピレングリコール) モノブチルエーテル (MW 970、106.98部) を投入し、180 に加熱し、30時間攪拌して、液体を得る。これが中間体 9 である。

40

#### 【0125】

(実施例 10)

Carbosperse K752 (70.55部) およびポリ (エチレングリコール) メチルエーテル (MW 500、30.87部) およびポリエーテルアミン (C12 ~ 15 アルコールを酸化プロピレン (MW 1660) と反応させ、続いて、結果として得られ

50

たポリエーテルアルコールのアクリロニトリルへの塩基触媒添加、その後の水素化により、アミン（８５％活性）を得たものからなる）（MW 2000、先のLubrizol、450.79部）を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で120 に加熱し、2時間攪拌し、次いで140 に加熱し、3時間攪拌し、次いで160 に加熱し、17時間攪拌し、次いで180 に加熱し、24時間攪拌して、褐色液体を得る。これが中間体10である。

## 【0126】

## （実施例11）

Carbosperse K752（27.04部）およびSynperonic A 11（15.97部）を、反応フラスコに投入し、トラップを装着した窒素ブランケット下で120 に加熱し、1.5時間攪拌し、次いで140 に加熱し、18時間攪拌し、温度を160 に上昇させ、温（70 ）ポリ（エチレングリコール-ran-プロピレングリコール）モノブチルエーテル（MW 970、15.89部）を投入し、1時間攪拌し、ポリ（エチレングリコール-ran-プロピレングリコール）モノブチルエーテル（MW 970、55.09部）を30分間かけて投入し、次いで反応混合物をさらに30分間攪拌し、温度を180 に上昇させ、19時間攪拌して、透明な黄色液体を得る。これが中間体11である。

10

## 【0127】

## （実施例12）

Carbosperse K752（13.32部）およびポリエーテルアミン（C12~15アルコールをブチレンオキシド（MW 1700）と反応させ、続いて、結果として得られたポリエーテルアルコールのアクリロニトリルへの塩基触媒添加、その後の水素化により、アミン（80％活性）を得たものからなる）（MW 2300、先のLubrizol、81.00部）を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で80 に加熱し、2時間攪拌し、次いで冷却器をトラップに交換し、120 に加熱し、1時間攪拌し、次いで140 に加熱し、16時間攪拌して、褐色液体を得る。これが中間体12である。

20

## 【0128】

## （実施例13）

Carbosperse K752（11.46部）およびポリエーテルアミン（C12~15アルコールを酸化プロピレン（MW 1660）と反応させ、続いて、結果として得られたポリエーテルアルコールのアクリロニトリルへの塩基触媒添加、その後の水素化により、アミン（85％活性）を得たものからなる）（MW 2100、先のLubrizol、64.64部）を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で80 に加熱し、2.5時間攪拌し、次いで冷却器をトラップに交換し、120 に加熱し、16時間攪拌し、次いで160 に加熱し、6時間攪拌して、褐色液体を得る。これが中間体13である。

30

## 【0129】

## （実施例14）

Carbosperse K752（3.67部）およびSurfonamine B-200（60.35部）を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で80 に加熱し、1時間攪拌し、次いで冷却器をトラップに交換し、120 に加熱し、3.5時間攪拌し、次いで140 に加熱し、2時間攪拌し、次いで160 に加熱し、19時間攪拌して、褐色液体を得る。これが中間体14である。

40

## 【0130】

## （実施例15）

Carbosperse K752（17.45部）およびポリ（エチレングリコール）メチルエーテル（MW 750、2.86部）およびポリ（エチレングリコール-ran-プロピレングリコール）モノブチルエーテル（MW 970、45.81部）を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で80 に加熱し、1時間攪拌し

50

、次いで冷却器をトラップで置き換え、120 に加熱し、2.5時間攪拌し、次いで140 に加熱し、1時間攪拌し、次いで180 に加熱し、17時間攪拌して、透明な液体を得る。これが中間体15である。

【0131】

(実施例16)

Carbosperse K752(44.15部)およびポリ(エチレングリコール)メチルエーテル(MW350、47.32部)およびSurfonamine B-200(45.31部)を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で80 に加熱し、2時間攪拌し、次いで冷却器をトラップで置き換え、120 に加熱し、2時間攪拌し、次いで140 に加熱し、1.5時間攪拌し、次いで160 に加熱し、21時間攪拌して、透明な液体を得る。これが中間体16である。

10

【0132】

(実施例17)

ポリタコン酸(11.88部)を、反応フラスコ中のイソプロピルアルコール(39.25部)および蒸留水(50部)に溶解し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で70 に加熱し、Surfonamine B-200(30.25部)を投入する。これを70 で2時間加熱する。トラップを添加し、110 に加熱し、4時間攪拌し、次いで130 に加熱し、3時間攪拌する。トラップおよび冷却器を除去し、160 に加熱し、16時間攪拌して、非常に粘性の褐色液体を得る。これが中間体17である。

【0133】

20

(実施例18)

ポリタコン酸(9.37部)を、反応フラスコ中のイソプロピルアルコール(39.25部)および蒸留水(50部)に溶解し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で70 に加熱し、Surfonamine B-200(47.71部)を投入する。これを70 で2時間加熱する。トラップを添加し、110 に加熱し、3時間攪拌し、次いで130 に加熱し、2.5時間攪拌する。トラップおよび冷却器を除去し、160 に加熱し、30時間攪拌して、粘性の褐色液体を得る。これが中間体18である。

【0134】

(実施例19)

アルブリテクトCP30(13.93部)、イソプロピルアルコール(39.25部)、蒸留水(50部)およびSurfonamine B-200(24.75部)を、反応フラスコに投入し、冷却器およびトラップを装着した窒素ブランケット下で100 に加熱し、3時間攪拌し、次いで130 に加熱し、2時間攪拌する。トラップおよび冷却器を除去し、130 で3時間加熱する。冷却したら混合物をトルエン(27部)に溶解し、トルエンを含有するディーン・アンド・スタークトラップを装着して115 に加熱し、3.5時間攪拌し、次いで120 に加熱し、40時間攪拌して、透明な橙色液体を得る。これが中間体19である。

30

【0135】

(実施例20)

Carbosperse K-775(23.04部)、Surfonamine B-200(56.90部)およびイソプロピルアルコール(12部)を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で50 に加熱し、1時間攪拌し、次いで70 に加熱し、1.5時間攪拌する。トラップを添加し、120 に加熱し、3時間攪拌する。トラップおよび冷却器を除去し、120 で加熱し、17時間攪拌し、次いで160 に加熱し、24時間攪拌して、透明な橙色液体を得る。これが中間体20である。

40

【0136】

(実施例21)

Carbosperse K-752(19.12部)およびSurfonamine B-200(120.46部)を、反応フラスコに投入し、窒素ブランケットおよび冷却器装着下で、80 に加熱する。トラップを添加し、130 に加熱し、4時間攪拌す

50

る。トラップおよび冷却器を除去し、150 に加熱し、34時間攪拌して、琥珀色の粘性液体を得る。これが中間体21である。

【0137】

(実施例22)

Surfonamine B-200(120.46部)およびイソプロピルアルコール(11.10部)を、反応フラスコに投入し、窒素ブランケットおよび冷却器装着下で、50 に加熱する。ポリメタクリル酸(17.05部)をゆっくり投入し、50 で0.5時間攪拌した後、70 に加熱し、1時間攪拌する。トラップを添加し、120 に加熱し、3.5時間攪拌する。トラップおよび冷却器を除去し、160 に加熱し、16時間攪拌して、暗褐色の粘性液体を得る。これが中間体22である。

10

【0138】

(実施例23)

Surfonamine B-100(18.55部)、Surfonamine L-207(37.33部)およびイソプロピルアルコール(7.00部)を、反応フラスコに投入し、窒素ブランケットおよび冷却器装着下で、50 に加熱する。Carbosperse K-752(10.05部)をゆっくり投入し、50 で0.5時間攪拌した後、70 に加熱し、1時間攪拌する。トラップを添加し、120 に加熱し、3.5時間攪拌する。トラップおよび冷却器を除去し、160 に加熱し、16時間攪拌して、暗赤色液体を得る。これが中間体23である。

分散剤実施例

20

【0139】

(実施例24)

中間体1(25.58部)を反応フラスコに投入し、窒素下で120 に加熱し、予熱した(70)Epomin SP-006(1.97部)を投入し、6時間攪拌して、橙色のゲルを得る。これが分散剤1(D1)である。

【0140】

(実施例25)

中間体2(38.61部)およびEpomin SP-006(2.97部)およびポリプロピレングリコール(MW1000、41.58部)を、反応フラスコに投入し、窒素下で70 に加熱し、6時間攪拌して、液体を得る。これが分散剤2(D2)である。

30

【0141】

(実施例26)

中間体3(45.49部)およびEpomin SP-006(3.50部)およびポリプロピレングリコール(MW1000、48.99部)を、反応フラスコに投入し、窒素下で70 に加熱し、30分間攪拌して、液体を得る。これが分散剤3(D3)である。

【0142】

(実施例27)

中間体3(35.10部)およびEpomin SP-006(4.15部)およびポリプロピレングリコール(MW1000、39.25部)を、反応フラスコに投入し、窒素下で70 に加熱し、6時間攪拌して、液体を得る。これが分散剤4(D4)である。

40

【0143】

(実施例28)

中間体3(51.84部)を反応フラスコに投入し、窒素下で120 に加熱し、予熱した(70)Epomin SP-006(3.99部)を投入し、5時間攪拌し、70 に冷却し、予熱した(50)ポリプロピレングリコール(MW1000、55.83部)を投入し、2時間攪拌して、透明な橙色液体を得る。これが分散剤5(D5)である。

【0144】

(実施例29)

50

中間体 3 ( 25 . 58 部 ) を反応フラスコに投入し、窒素下で 120 に加熱し、予熱した ( 70 ) Epomin SP - 006 ( 1 . 71 部 ) を投入し、5 時間攪拌し、70 に冷却し、ポリプロピレングリコール ( MW 1000、27 . 29 部 ) を投入し、1 時間攪拌して、黄色液体を得る。これが分散剤 6 ( D6 ) である。

【 0145 】

( 実施例 30 )

中間体 3 ( 16 . 55 部 ) を反応フラスコに投入し、窒素下で 120 に加熱し、予熱した ( 70 ) Epomin SP - 006 ( 0 . 83 部 ) を投入し、5 時間攪拌し、70 に冷却し、ポリプロピレングリコール ( MW 1000、17 . 38 部 ) を投入し、1 時間攪拌して、黄色液体を得る。これが分散剤 7 ( D7 ) である。

10

【 0146 】

( 実施例 31 )

中間体 3 ( 48 . 36 部 ) および Epomin SP - 018 ( 3 . 72 部 ) およびポリプロピレングリコール ( MW 1000、50 . 08 部 ) を、反応フラスコに投入し、窒素下で 70 に加熱し、6 時間攪拌して、液体を得る。これが分散剤 8 ( D8 ) である。

【 0147 】

( 実施例 32 )

中間体 3 ( 10 . 55 部 ) および Epomin P - 1050 ( 1 . 62 部 ) およびポリプロピレングリコール ( MW 1000、11 . 36 部 ) を、反応フラスコに投入し、窒素下で 120 に加熱し、6 時間攪拌して、透明な黄色液体を得る。これが分散剤 9 ( D9 ) である。

20

【 0148 】

( 実施例 33 )

中間体 4 ( 23 . 88 部 ) を反応フラスコに投入し、窒素下で 120 に加熱し、予熱した ( 70 ) Epomin SP - 006 ( 1 . 84 部 ) を投入し、6 時間攪拌して、橙色のゲルを得る。これが分散剤 10 ( D10 ) である。

【 0149 】

( 実施例 34 )

中間体 5 ( 43 . 58 部 ) および Epomin SP - 006 ( 3 . 35 部 ) およびポリプロピレングリコール ( MW 1000、46 . 93 部 ) を、反応フラスコに投入し、窒素下で 70 に加熱し、6 時間攪拌して、液体を得る。これが分散剤 11 ( D11 ) である。

30

【 0150 】

( 実施例 35 )

中間体 6 ( 25 . 74 部 ) を反応フラスコに投入し、窒素下で 120 に加熱し、予熱した ( 70 ) Epomin SP - 006 ( 1 . 98 部 ) を投入し、5 時間攪拌して、橙色のゲルを得る。これが分散剤 12 ( D12 ) である。

【 0151 】

( 実施例 36 )

中間体 7 ( 38 . 37 部 ) を反応フラスコに投入し、窒素下で 120 に加熱し、予熱した ( 70 ) Epomin SP - 006 ( 2 . 95 部 ) を投入し、6 時間攪拌して、橙色のゲルを得る。これが分散剤 13 ( D13 ) である。

40

【 0152 】

( 実施例 37 )

中間体 8 ( 22 . 66 部 ) を反応フラスコに投入し、窒素下で 120 に加熱し、予熱した ( 70 ) Epomin SP - 006 ( 1 . 74 部 ) を投入し、6 時間攪拌して、橙色のゲルを得る。これが分散剤 14 ( D14 ) である。

【 0153 】

( 実施例 38 )

中間体 9 ( 9 . 93 部 ) およびポリプロピレングリコール ( MW 1000、10 . 69

50

部)を、反応フラスコに投入し、窒素下で120 に加熱し、予熱した(70 ) Epomin SP-006(0.76部)を投入し、6時間攪拌して、褐色の透明液体を得る。これが分散剤15(D15)である。

【0154】

(実施例39)

中間体3(10.66部)およびトルエン(11.77部)を、反応フラスコに投入し、フラスコに冷却器を装着して窒素下で70 に加熱し、予熱した(70 ) Epomin SP-006(0.89部)を投入し、温度を111 に上昇させ、2時間攪拌する。反応温度を70 に低減させ、次いでコハク酸無水物(0.22部)を添加し、温度を111 に上昇させ、1.5時間攪拌して、黄色液体を得る。これが分散剤16(D16)である。

10

【0155】

(実施例40)

中間体3(18.49部)およびトルエン(20.42部)を、反応フラスコに投入し、フラスコに冷却器を装着して窒素下で70 に加熱し、予熱した(70 ) Epomin SP-006(1.54部)を投入し、温度を111 に上昇させ、2.5時間攪拌する。反応温度を70 に低減させ、次いで硫酸ジメチル(0.39部)を添加し、温度を111 に上昇させ、2時間攪拌して、黄色液体を得る。これが分散剤17(D17)である。

【0156】

20

(実施例41)

中間体3(18.14部)およびトルエン(21.16部)を、反応フラスコに投入し、フラスコに冷却器を装着して窒素下で70 に加熱し、予熱した(70 ) Epomin SP-006(1.51部)を投入し、温度を111 に上昇させ、2.5時間攪拌する。反応温度を70 に低減させ、次いでUS6051627の実施例9(先のLubrizol、1.51部)を添加し、2時間攪拌して、黄色液体を得る。これが分散剤18(D18)である。

【0157】

(実施例42)

中間体3(310.19部)を反応フラスコに投入し、窒素下で120 に加熱し、予熱した(70 ) Epomin SP-006(23.92部)を投入し、6時間攪拌する。橙色の粘性液体を得る。これが分散剤19(D19)である。

30

【0158】

(実施例43)

中間体10(46.94部)を反応フラスコに投入し、窒素下で120 に加熱し、予熱した(70 ) Epomin SP-006(1.77部)を投入し、6時間攪拌する。暗褐色の液体を得る。これが分散剤20(D20)である。

【0159】

(実施例44)

中間体11(36.12部)を反応フラスコに投入し、窒素下で120 に加熱し、予熱した(70 ) Epomin SP-006(2.78部)を投入し、6時間攪拌する。透明な橙色の非常に粘性の液体を得る。これが分散剤21(D21)である。

40

【0160】

(実施例45)

中間体12(37.69部)を反応フラスコに投入し、窒素下で70 に加熱し、予熱した(70 ) Epomin SP-006(2.90部)を投入し、120 に加熱し、6時間攪拌する。粘性液体を得る。これが分散剤22(D22)である。

【0161】

(実施例46)

中間体13(21.52部)およびトルエン(23.18部)を、反応フラスコに投入

50

し、冷却器を装着して窒素下で80 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(1.66部)を投入し、111 に加熱し、4時間攪拌する。褐色液体を得る。これが分散剤23(D23)である。

【0162】

(実施例47)

中間体14(21.52部)を反応フラスコに投入し、窒素下で70 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(2.53部)を投入し、120 に加熱し、6時間攪拌する。褐色の粘性液体を得る。これが分散剤24(D24)である。

【0163】

(実施例48)

中間体15(22.36部)およびトルエン(24.08部)を、反応フラスコに投入し、フラスコに冷却器を装着して窒素下で70 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(1.72部)を投入し、温度を111 に上昇させ、3時間攪拌して、橙色液体を得る。これが分散剤25(D25)である。

【0164】

(実施例49)

中間体16(33.83部)およびトルエン(36.43部)を、反応フラスコに投入し、フラスコに冷却器を装着して窒素下で70 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(2.60部)を投入し、温度を111 に上昇させ、6時間攪拌して、粘性液体を得る。これが分散剤26(D26)である。

【0165】

(実施例50)

中間体3(40.47部)を反応フラスコに投入し、窒素下で70 に加熱し、テトラエチレンペンタミン(2.76部)を投入し、120 に加熱し、5時間攪拌し、70 に冷却し、ポリプロピレングリコール(MW1000、43.23部)を投入し、1時間攪拌して、液体を得る。これが分散剤27(D27)である。

【0166】

(実施例51)

中間体3(30.23部)およびトルエン(45.35部)を、反応フラスコに投入し、フラスコに冷却器を装着して窒素下で70 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(15.11部)を投入し、温度を105 に上昇させ、5時間攪拌して、液体を得る。これが分散剤28(D28)である。

【0167】

(実施例52)

中間体17(5.24部)およびトルエン(22.56部)を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で100 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(0.40部)を投入し、100 で4時間攪拌して、橙色液体を得る。これが分散剤29(D29)である。

【0168】

(実施例53)

中間体18(6.43部)およびトルエン(6.93部)を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で100 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(0.50部)を投入し、100 で4時間攪拌して、橙色液体を得る。これが分散剤30(D30)である。

【0169】

(実施例54)

中間体19(トルエン中49%活性、5.24部)およびトルエン(0.18部)を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で100 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(0.31部)を投入し、100 で2.5時間攪拌して、黄色液体を得る。これが分散剤31(D31)である。

10

20

30

40

50



## 【0170】

(実施例55)

中間体20(6.71部)およびトルエン(14.46部)を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で100 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(0.52部)を投入し、100 で2.5時間攪拌して、琥珀色液体を得る。これが分散剤32(D32)である。

## 【0171】

(実施例56)

中間体21(4.39部)およびトルエン(4.73部)を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で100 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(0.34部)を投入し、6時間攪拌して、琥珀色液体を得る。これが分散剤33(D33)である。

## 【0172】

(実施例57)

中間体21(6.46部)およびイソプロピルアルコール(6.46部)を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で50 に加熱する。ポリアリルアミン(3.31部)を投入し、50 で3時間攪拌する。冷却器を除去し、混合物を70 に加熱し、1.5時間攪拌し、次いで100 に加熱し、0.5時間攪拌する。トルエン(7部)を投入し、トルエンを含有するディーン・アンド・スタークトラップをフラスコに装着した。混合物を100 で1.5時間攪拌し、次いで115 に加熱し、9.5時間攪拌して、琥珀色液体を得た。これが分散剤34(D34)である。

## 【0173】

(実施例58)

中間体22(12.47部)およびトルエン(13.50部)を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で70 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(0.96部)を投入する。温度を100 に上昇させ、3.5時間攪拌させて、暗橙色液体を得る。これが分散剤35(D35)である。

## 【0174】

(実施例59)

中間体21(95.05部)を反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で70 に加熱し、予熱した(70) Epomin SP-006(13.58部)を投入する。トルエン(36.15部)も投入し、0.5時間攪拌する。温度を100 に上昇させ、3時間攪拌して、褐色の粘性液体を得る。これが分散剤36(D36)である。

## 【0175】

(実施例60)

中間体21(11.93部)を反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で50 に加熱し、ジメチルアミノプロピルアミン(0.16部)を投入し、3時間攪拌する。トルエン(13.00部)を投入し、1時間攪拌する。予熱した(70) Epomin SP-006(0.92部)を投入し、2時間攪拌して、褐色液体を得る。これが分散剤37(D37)である。

## 【0176】

(実施例61)

中間体22(12.15部)およびポリカプロラクトン-co-バレロラクトンポリエステル(米国特許第6,197,877号の実施例19の通りに調製したもの;1.26部)を、反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で80 に加熱し、1時間攪拌する。予熱した(70) Epomin SP-006(1.03部)。温度を120 に上昇させ、5時間攪拌して、極めて粘性の黄色液体を得る。これが分散剤38(D38)である。

## 【0177】

10

20

30

40

50

## (実施例 6 2)

中間体 2 1 ( 1 0 9 . 9 1 部 ) を反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で 7 0 に加熱し、予熱した ( 7 0 ) E p o m i n S P - 0 0 6 ( 7 . 3 1 部 ) およびトルエン ( 3 9 . 1 6 部 ) を投入する。温度を 9 0 に上昇させ、0 . 5 撪拌し、次いで 1 0 0 にし、5 時間撪拌して、褐色液体を得る。これが分散剤 3 9 ( D 3 9 ) である。

## 【 0 1 7 8 】

## (実施例 6 3)

分散剤 3 9 ( 1 9 . 4 3 部、トルエン中 7 5 % 活性 ) を反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で 8 0 に加熱し、過酸化水素 ( 0 . 5 4 部 ) を滴下投入し、6 時間撪拌して、極めて粘性の橙色液体を得る。これが分散剤 4 0 ( D 4 0 ) である。

10

## 【 0 1 7 9 】

## (実施例 6 4)

分散剤 3 9 ( 1 3 . 7 1 部、トルエン中 7 5 % 活性 ) を反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で 8 0 に加熱し、イソシアン酸フェニル ( 0 . 5 1 部 ) およびトルエン ( 8 . 6 5 部 ) を滴下投入し、4 時間撪拌して、黄色液体を得る。これが分散剤 4 1 ( D 4 1 ) である。

## 【 0 1 8 0 】

## (実施例 6 5)

中間体 2 3 ( 1 1 . 5 5 部 ) を反応フラスコに投入し、冷却器を装着した窒素ブランケット下で 7 0 に加熱し、予熱した ( 7 0 ) E p o m i n S P - 0 0 6 ( 0 . 8 9 部 ) を投入する。温度を 1 2 0 に上昇させ、2 . 5 時間撪拌して、粘性の褐色液体を得る。これが分散剤 4 2 ( D 4 2 ) である。

20

三つ叉のバイアルによるミリング試験。

## 【 0 1 8 1 】

各分散剤 ( 0 . 5 部 ) をトルエン ( 7 . 5 部 ) に別個に溶解し ( 必要ならば加温することにより ) 、3 mm のガラスビーズ ( 1 6 部 ) および黒色顔料 ( 2 部、P r i n t e x 6 0、先の E v o n i k ) を添加する。得られた混合物を、水平シェーカー上で 1 6 時間粉砕する。次いで、得られた分散体の粘度を、表 1 に示す通りの A から E ( A は非常に流動性の液体であり、E は粘性の不動ゲルである ) の任意の尺度を使用して評価する。

30

## 【 0 1 8 2 】

分散剤中にポリプロピレングリコールまたはトルエンが存在するならば、0 . 5 部の活性分散剤が依然として使用されるように余分の分散剤を使用し、同量のトルエンを系から除去する。例えば、5 0 % のポリプロピレングリコールを含有する分散剤 9 ( D 9 ) では、1 部の分散剤 9 および 7 部のトルエンを使用する。

【表 1】

表1;三つ又のバイアルによるミリング試験

作用物質	粘度評定		作用物質	粘度評定
CEx A	D/E		D20	A
CEx A*	D/E		D21	A
CEx B	E		D22	A
CEx B*	E		D23	A
D1	B		D24	A
D2	A		D25	A
D3	B		D26	B
D4	A		D27	C
D5	A		D28	A
D6	B		D29	A
D7	D		D30	A
D8	B		D31	A/B
D9	B		D32	A
D10	B		D33	A*
D11	A		D34	A
D12	A		D35	A
D13	A		D36	A
D14	A		D37	A
D15	A/B		D38	A
D16	C/D		D39	A
D17	B		D40	A
D18	B		D41	A
D19	A		D42	A

10

20

30

\*これらの試料については、追加で0.5部のポリプロピレングリコールをトルエンに溶解し、7部のトルエンしか使用しなかったことに留意されたい。

分散体評価：

## 【0183】

ポリプロピレングリコール（MW1000、先のSigma-Aldrich、69.54部）および各実施例の分散剤（7.16部の活性内容物、実施例ステップからの試料中のいかなるポリプロピレングリコールも、活性内容物とはみなされない）をディスパーマットポットに投入し、鋸歯状羽根車（impellor）を用いて1000rpmで30秒間混合する。スピードを800rpmに設定し、Printex 60（先のEvonik、25.56部）を1分間かけて投入する。スピードを1000rpmに10分間設定する。鋸歯状羽根車を3段羽根車で置き換え、3mmのガラスビーズ（190部）を投入する。3000rpmで30から60分間にわたり、ヘグマンゲージ測定により粒径が5ミクロン未満になるまで、粉碎する。得られたスラリーを400ミクロンの篩に通して篩過して、試験試料を得る。

40

## 【0184】

各試験試料を流量測定モードのTA Instruments AR500応力制御レ

50

オメーターで、250ミクロンの間隙を持つ40mmのステンレス鋼板を使用して測定する。実験は25での連続傾斜測定である。試料を0.1/秒から5000/秒の速度でせん断する。取得された粘度データ(Pas)は表2の次の通りである。

【表2】

表2;TA Instruments AR500における粘度

せん断 速度/秒	粘度(Pas)					
	CEx A	D2	D4	D7	D8	D11
0.1	-	4.495	6.258	26.58	4.594	3.328
1.0	-	6.772	7.835	52.87	5.671	2.929
10	-	4.32	5.101	11.75	4.048	2.053
100	-	1.972	2.043	2.839	2.058	1.063
1000	-	1.372	1.273	1.719	1.628	1.378

注記:CEx Aが粉砕されなかったのは粘度が高すぎたためであり、これは2倍量のCEx Aを試験において使用した場合にも起こると予想される。

## 【0185】

あらゆる先行出願を含む、上記で参照した文書のそれぞれは、上記で具体的に収載されているか否かにかかわらず、参照により本明細書に組み込まれ、その優先権が主張されている。任意の文書の言及は、そのような文書が先行技術として適格であること、またはいかなる権限においても当業者の一般知識の構成要素であることの承認ではない。実施例中または別段の明示がある場合を除いて、材料の量、反応条件、分子量、炭素原子の数等を指定する本明細書中のすべての数量は、語「約」によって修飾されているものとして理解されたい。本明細書で説明されている量、範囲および比の上限および下限を独立に組み合わせでよいことを理解されたい。同様に、本発明の各要素についての範囲および量は、他の要素のいずれかについての範囲または量と一緒に使用することができる。

## 【0186】

本明細書において使用される場合、移行句「を含む(comprising)」は、「を含む(including)」、「を含有する」または「を特徴とする」と同義であり、包含的でオープンエンドであり、追加の列挙されていない要素または方法ステップを除外しない。しかしながら、本明細書における「を含む(comprising)」の各列挙において、該用語は、代替的な下位実施形態として、語句「から本質的になる」および「からなる」も網羅し、ここで、「からなる」は、指定されていないあらゆる要素またはステップを除外し、「から本質的になる」は、検討中の組成物または方法の基本的なまたは新規の特徴に物質的に影響を及ぼさない追加の列挙されていない要素またはステップの包含を許可することが意図されている。

## 【0187】

主題発明を例証する目的で、ある特定の代表的な実施形態および詳細を示してきたが、主題発明の範囲を逸脱することなく、その中で種々の変更および修正が為され得ることが、当業者には明らかと予想される。これに関して、本発明の範囲は、下記の特許請求の範囲によってのみ限定される。

## フロントページの続き

- (72)発明者 コールベック, エリオット  
イギリス国 エム9 8ゼットエス グレイター マンチェスター, ブラックリー, ヘキサゴン  
タワー, ピー.オー. ボックス 42, ルブリゾル リミテッド
- (72)発明者 スコフィールド, ジョン ディー.  
イギリス国 エム9 8ゼットエス グレイター マンチェスター, ブラックリー, ヘキサゴン  
タワー, ピー.オー. ボックス 42, ルブリゾル リミテッド
- (72)発明者 サンダーランド, パトリック ジェイ.  
イギリス国 エム9 8ゼットエス グレイター マンチェスター, ブラックリー, ヘキサゴン  
タワー, ピー.オー. ボックス 42, ルブリゾル リミテッド
- (72)発明者 セトフォード, ディーン  
イギリス国 エム9 8ゼットエス グレイター マンチェスター, ブラックリー, ヘキサゴン  
タワー, ピー.オー. ボックス 42, ルブリゾル リミテッド

審査官 吉岡 沙織

- (56)参考文献 特開2009-161621(JP, A)  
国際公開第2013/063199(WO, A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
B01F 17/  
C08K  
C08L  
C08G  
C09D 11/