

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5199472号
(P5199472)

(45) 発行日 平成25年5月15日 (2013.5.15)

(24) 登録日 平成25年2月15日 (2013.2.15)

(51) Int.Cl.

F I

B O 1 F 17/34 (2006.01)

B O 1 F 17/34

C O 8 L 101/00 (2006.01)

C O 8 L 101/00

C O 8 K 5/101 (2006.01)

C O 8 K 5/101

C O 9 D 17/00 (2006.01)

C O 9 D 17/00

C O 9 D 201/00 (2006.01)

C O 9 D 201/00

請求項の数 14 (全 16 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2011-525454 (P2011-525454)
 (86) (22) 出願日 平成21年9月1日 (2009.9.1)
 (65) 公表番号 特表2012-501380 (P2012-501380A)
 (43) 公表日 平成24年1月19日 (2012.1.19)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2009/006322
 (87) 国際公開番号 W02010/025889
 (87) 国際公開日 平成22年3月11日 (2010.3.11)
 審査請求日 平成23年10月7日 (2011.10.7)
 (31) 優先権主張番号 102008045296.3
 (32) 優先日 平成20年9月2日 (2008.9.2)
 (33) 優先権主張国 ドイツ (DE)

(73) 特許権者 598067245
 ベーイプシロンカー ヘミー ゲゼルシャ
 フト ミット ベシュレンクター ハフト
 ウング
 ドイツ連邦共和国, ベーゼル D-464
 83, アーベルシュトラッセ45
 (74) 代理人 100078732
 弁理士 大谷 保
 (72) 発明者 フィッシャー マーティン
 ドイツ連邦共和国, ベーゼル46485,
 ブルーメンシュトラッセ 7b
 (72) 発明者 プリッツィンス ヴォルフガング
 ドイツ連邦共和国, ベーゼル46487,
 クライストシュトラッセ 4

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 固体調製品用モノカルボン酸エステル含有分散媒

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

顔料、充填剤、つや消し剤、安定化剤、難燃剤および発泡剤からなる群より選択される粉末および/または繊維形状の1種以上の固体を、以下の成分(A)および(B)を含んでなる分散媒に分散することにより得られるミルベースの使用であって、該分散媒が、

成分(A)として：一般式： $R^1 - CO - OR^2$ 〔式中、 R^1 は、11～23個の炭素原子を有する飽和もしくは不飽和の分枝もしくは直鎖脂肪族基であり；また R^2 は、1～13個の炭素原子を有する分枝もしくは直鎖脂肪族基、環状脂肪族基または芳香族基であり； R^1 および R^2 の炭素原子数の合計は30個以下〕で示される1種以上のモノカルボン酸エステル10～97重量%（分散媒総重量に基づく）〔該モノカルボン酸エステルもしくはエステル類は、101.3kPaの標準圧下に250 を超える沸点を有する〕；および

成分(B)として：(a) アミノ含有オリゴマーまたはポリマーのリンエステル塩；(b) リン酸のモノエステルまたはジエステル；(c) 酸性ジカルボン酸モノエステル；(d) ポリウレタン-ポリアミン付加物；(e) ポリアルコキシル化モノアミンまたはジアミン；および(f) 不飽和脂肪酸と、モノアミン、ジアミンおよびポリアミンとの反応生成物、アミノアルコール、および不飽和1,2-ジカルボン酸およびそれらの無水物およびその塩およびアルコールおよび/またはアミンとの置換生成物；からなる群より選択される1種以上の分散剤3～90重量%（分散媒総重量に基づく）；

を含んでなり、25 で5000mPas未満の粘度を有する分散媒である、ペイントお

よび熱可塑性樹脂または熱硬化性樹脂を製造するためのミルベースの使用。

【請求項 2】

該熱可塑性樹脂が、ポリオレフィン、アクリル樹脂、スチレンポリマー、ポリカルボン酸エステル、ポリアミド、ポリエステル、熱可塑性ポリウレタン、ポリエーテルスルホン、ポリスルホン、ビニルポリマー、および上記の熱可塑性樹脂の混合物からなる群より選択され、また該熱硬化性樹脂が、不飽和ポリエステル、エポキシ樹脂およびポリウレタンおよびその混合物からなる群より選択されることを特徴とする請求項 1 記載の使用。

【請求項 3】

該ビニルポリマーが P V C プラスチゾルである請求項 2 記載の使用。

【請求項 4】

成分 (A) として：一般式： $R^1 - CO - OR^2$ 〔式中、 R^1 は、11～23 個の炭素原子を有する飽和もしくは不飽和の分枝もしくは直鎖脂肪族基であり；また R^2 は、1～13 個の炭素原子を有する分枝もしくは直鎖脂肪族基、環状脂肪族基または芳香族基であり； R^1 および R^2 の炭素原子数の合計は 30 個以下〕で示される 1 種以上のモノカルボン酸エステル 10～97 重量%（組成物総重量に基づく）〔該モノカルボン酸エステルもしくはエステル類は、101.3 kPa の標準圧下に 250 を超える沸点を有する〕；および

成分 (B) として：(a) アミノ含有オリゴマーまたはポリマーのリンエステル塩；(b) リン酸のモノエステルまたはジエステル；(c) 酸性ジカルボン酸モノエステル；(d) ポリウレタン - ポリアミン付加物；(e) ポリアルコキシ化モノアミンまたはジアミン；および (f) 不飽和脂肪酸と、モノアミン、ジアミンおよびポリアミンとの反応生成物、アミノアルコール、および不飽和 1, 2 - ジカルボン酸およびそれらの無水物およびその塩およびアルコールおよびノまたはアミンとの置換生成物；からなる群より選択される 1 種以上の分散剤 3～90 重量%（組成物総重量に基づく）；

を含有してなり、25 で 5000 mPa s 未満の粘度を有する組成物。

【請求項 5】

成分 (A) および成分 (B) の重量の割合の合計が、組成物総重量に基づき、少なくとも 90 重量%であることを特徴とする請求項 4 記載の組成物。

【請求項 6】

少なくとも 75 重量%の成分 (A) および 25 重量%以下の成分 (B) を含有することを特徴とする請求項 4 および 5 のいずれかに記載の組成物。

【請求項 7】

該組成物が 25 で 500 mPa s 未満の粘度を有することを特徴とする請求項 4～6 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 8】

該モノカルボン酸エステルが 280 を超える沸点を有することを特徴とする請求項 4～7 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 9】

$R^1 - CO - O$ が 14～18 個の炭素原子を含む直鎖脂肪族モノカルボン酸 $R^1 - COOH$ に相当し、およびノまたは R^2 が 8 個以下の炭素原子、好ましくは 1 個の炭素原子を含むアルコール性エステル化成分 $R^2 - OH$ に相当することを特徴とする請求項 4～8 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 10】

さらなる成分 (C) を含有してなり、成分 (C) が、流動制御剤、薄膜形成添加物、レオロジー添加物、消泡剤、接着促進剤、光安定剤、殺生剤、液状もしくは可溶性安定剤および触媒からなる群より選択される 1 種以上の添加物から構成されることを特徴とする請求項 4～9 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 11】

該組成物が、分散媒であることを特徴とする請求項 4～10 のいずれか 1 項に記載の組成物。

10

20

30

40

50

【請求項 1 2】

請求項 4 ~ 1 1 のいずれか 1 種以上の組成物の分散媒としての使用。

【請求項 1 3】

顔料、充填剤、つや消し剤、安定化剤、難燃剤および発泡剤からなる群より選択される粉末および / または繊維形状の 1 種以上の固体を分散するための、請求項 1 2 記載の使用。

【請求項 1 4】

顔料、充填剤、つや消し剤、安定化剤、難燃剤および発泡剤からなる群より選択される粉末および / または繊維形状の 1 種以上の固体を、請求項 1 1 記載の分散媒に分散することにより得られるミルベース。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、固体調製品用分散媒として有用な組成物、該分散媒を含有してなるミルベース、および該ミルベースのさらなる使用に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

分散媒は、流体および取り扱い容易な粒状の固体調製品を製造するために使用される。

【0 0 0 3】

固体を液状媒体に取り込ませるためには、高度の機械的力が必要である。分散力を低下させるために、また粒状固体の凝集をほぐすために必要なエネルギー系への総入力量を最少化するために、分散剤を使用することが通常であり、またそれ故、分散時間を最短化することが通常である。この種類の分散剤は、アニオン性、カチオン性または中性構造の界面活性物質である。これらの物質は、少量を固体に直接塗布するか、または分散媒に加える。集塊した固体を一次粒子に完全にほぐして、分散操作を終えた後にも、再集塊する例があり、その場合には、分散の努力が完全に、または部分的に無効になってしまう。不適切な分散の結果として、および / または再集塊の結果として、望ましくない影響、例えば、液状系の粘度の増大、ペイントとコーティングにおける遮光ドリフトおよび光沢喪失、およびプラスチックにおける機械強度の低下が生じる。

【0 0 0 4】

無溶媒媒体に使用する固体調製品（濃縮物）、例えば、熱可塑性樹脂は、一般に、可塑剤または媒質としての低分子量ポリマーの先行技術にしたがって、製造される。使用される可塑剤は、通常、フタル酸エステル、例えば、フタル酸ジブチル、フタル酸ジオクチル、フタル酸ジイソデシル、またはアジピン酸エステル、例えば、アジピン酸ジオクチル、アジピン酸ジイソノニルもしくはアジピン酸ジイソデシルである。

【0 0 0 5】

今日まで知られている分散媒は、これらの問題を、一部解決したに過ぎない。最近使用されている多様な有機および無機の顔料および充填材料に鑑みて、分散すべき粒状固体の十分な安定化は、表面の脱着安定なコーティングにより、十分には保証されていない。その結果、必要とする有効な立体的遮蔽が無いために、集塊する例がある。さらに、この方法で製造し得る固体調製品の粘度が非常に高く、このことは低固形分のみで可能であること、また取り扱いが難しいことを意味している。

【発明の概要】

【0 0 0 6】

したがって、本発明の目的は、既知分散媒の上記の欠点を除去すること、換言すると、顔料または充填剤を有効に安定化させる一方で、処理過程で高度の充填を可能とする程度まで固体調製品のミルベース粘度を低下させる分散媒を開発することである。同時に、とりわけ、顔料ペーストおよび充填剤ペーストの場合に、多くの異なる結合剤とコーティング材料にてこれらのペーストを使用し得るためには、広い相溶性を確実にすることが必要である。さらに、本発明の分散性添加剤は、ペーストを、またはこれらのペーストで製造

10

20

30

40

50

される結合剤もしくは可塑性化合物を、集塊を生じさせずに互いに混和し得るように使用することが必要である。それによって製造される固体調製品は、できる限り、揮発性の有機化合物（VOC）を含有すべきでなく、また環境上嫌われる可塑剤、とりわけ、フタル酸エステルを含むべきではない；代わりに、できるだけ、再生可能な原材料に基づいて生産し得るようにすべきである。

ここでVOCとは、101.3 kPaの標準圧下で250以下の初留点を有する有機化合物を意味する。分散媒は取り扱い易い性質を有するべきである；すなわち、液状であり、低粘度のものであるべきであり、多くの不都合な計測ステップをできるだけ少なくすることにより、使用者が処理加工し易いようにすべきである。

【0007】

10

驚くべきことに、以下に記載する本発明の組成物を使用するならば、結合剤、顔料ペーストもしくは可塑性樹脂の調製品中の顔料もしくは充填剤粒子の分散と安定化に、重要な改善のなされ得ることが見出された。

【0008】

さらに、これら分散媒の相溶性が驚くほど広く、またそれらは多くの無溶媒系で使用することができる。それらは分散過程でミルベース粘度が低いという特徴があり、したがって、高固形分の調製品の製造を可能とする。さらに、より微細な分散手法の結果として、本発明にしたがって製造される顔料濃縮物の色の濃さは、一般に、先行技術にしたがって製造されたものよりも有意に高く、またそれ故に、同一量の着色顔料でより深い着色を達成することが可能であるか、または原料およびしたがって費用の節減を達成しながら、着色を維持することが可能である。

20

【0009】

驚くべきことに、上記の目的は、以下の成分（A）および（B）を含有してなる組成物を提供することにより達成されることが見出された：成分（A）として：一般式： $R^1-CO-OR^2$ 〔式中、 R^1 は、11～23個の炭素原子を有する飽和もしくは不飽和の分枝もしくは直鎖脂肪族基であり；また R^2 は、1～13個の炭素原子を有する分枝もしくは直鎖脂肪族基、環状脂肪族基または芳香族基であり； R^1 および R^2 の炭素原子数の合計は30個以下〕で示される1種以上のモノカルボン酸エステル10～97重量%（組成物総重量に基づく）（該モノカルボン酸エステルもしくはエステル類は、101.3 kPaの標準圧下で250を超える沸点を有する）；および成分（B）として：1種以上の分散剤3～90重量%（組成物総重量に基づく）；当該組成物は、25で5000 mPa s未満の粘度を有する。粘度は、20 rpmでブルックフィールド回転式粘度計（RV T回転式粘度計）を用いて測定した。回転軸は、読み取るべき値が測定目盛りの10～90%の範囲に位置するように、また可能な限り、測定目盛りの50%の値に接近する粘度に合わせて選択する。

30

【0010】

好適な一実施態様において、成分（A）の重量パーセントで表わされる割合は、組成物総重量に基づいて、少なくとも15重量%、好ましくは少なくとも25重量%、より好ましくは少なくとも50重量%、さらに好ましくは少なくとも75重量%である。最大の割合は、組成物総重量に基づいて、好ましくは96重量%である。

40

【0011】

成分（B）の重量パーセントで表わされる割合は、好適な一実施態様において、組成物総重量に基づき、少なくとも4重量%、より好ましくは、少なくとも6重量%である。最大の割合は、組成物総重量に基づいて、好ましくは75重量%、より好ましくは50重量%、さらに好ましくは25重量%である。

【0012】

該組成物の総重量に対する割合として、成分（A）および（B）の割合の重量パーセントの合計は、好ましくは、少なくとも50重量%、より好ましくは、少なくとも70重量%、さらに好ましくは、少なくとも90重量%であり、理想的には、少なくとも95重量%である。

50

【0013】

本発明の組成物が成分(A)および(B)のみで構成されていない場合、組成物はコーティング材料またはプラスチックを代表とする1種以上の添加物(C)をさらに含有していてもよく、それらは(A)および(B)とは異なるものであり、好ましくは、流動制御剤および薄膜形成添加物、レオロジー添加物、消泡剤、接着促進剤、光安定剤、殺生剤、液状もしくは可溶性安定剤および触媒からなる群より選択される。コーティング材料および/またはプラスチックを代表とする添加物が存在する場合、本発明組成物は、組成物(A)、(B)および(C)から構成される。本発明の組成物は一般に、また好ましくは、結合剤およびVOCを含まない。揮発性有機化合物を含まないということは、本明細書において、該組成物が揮発性有機化合物を1重量%未満、好ましくは0.1重量%未満、さらに好ましくは0.01重量%未満しか含まないことを意味する。

10

【0014】

好適な一実施態様において、該組成物は、もっぱら組成物(A)および組成物(B)のみから構成される。

【0015】

該組成物は、25 での粘度を上記に特定したように測定して、5000 mPa s 未満、好ましくは2000 mPa s 未満、より好ましくは1000 mPa s 未満、さらに好ましくは500 mPa s 未満の粘度を有する。粘度が5000 mPa s 以上となった場合、適切な流動性とポンプ送液性が、特に比較的低い温度で最早確保されず、また取り込まれ得る固体は少量のみである。

20

【0016】

本発明の組成物は、分散媒として非常に適している。本明細書にて使用する場合、「分散媒」という用語は、ミルベースの連続する相、すなわち、液状の相を意味し、溶媒[ここでは成分(A)に相当する]および分散剤[ここでは成分(B)に相当する]、および所望により、ミルベースを代表するさらなる添加物[ここでは成分(C)に相当する]を含有してなる。該分散媒においては、例えば、本明細書にて分散媒に属すると考えられるような成分を用いずに、結合剤などのミルベース成分をさらに分散または溶解することが可能である。本発明の組成物は、そのまま、肉眼では連続した均一の液体であるように見える好適に透明な、均一の溶液を構成する。

【0017】

成分(A)、(B)および所望による(C)から構成される本発明の組成物は、それ自体で分散剤として既に顕著に適しているため、原理的にはフタル酸エステルに対して相溶性を有しているにも拘わらず、それらは好ましくは、いずれのフタル酸エステルをも包含しない。

30

【0018】

成分(A)

成分(A)として使用されるモノカルボン酸エステルは、天然資源由来のものでもよいし、または好ましくは、高温と高圧で脂肪酸をエステル化することにより、もしくは例えば、トリグリセリドなどのグリセリドを化学的もしくは酵素的にエステル交換反応することにより、合成的に入手してもよい。

40

【0019】

相当するモノカルボン酸 $R^1 - COOH$ は、飽和もしくは不飽和の、分枝もしくは直鎖の、炭素原子12~24個、好ましくは12~18個、より好ましくは14~18個、さらに好ましくは16~18個を有する脂肪族モノカルボン酸である。直鎖のモノカルボン酸が好適である。

【0020】

適切な脂肪酸は、例えば、ヒマワリ油、ダイズ油、ナタネ油、菜種油、アマニ油、トール油、ラッカセイ油、ケシ油、サフラワー油、アーモンド油、ヒマシ油、ヤシ油、綿実油、魚油、果実油、ぶどう種油、ヘーゼルナッツ油、獣脂、麻実油、コーン油、ミンク油、カラシ油、牛脚油、オリーブ油、パーム油およびパーム核油などの加水分解に由来するも

50

のである。

【 0 0 2 1 】

適切なアルコール性エステル化成分 ($R^2 - OH$) は、直鎖もしくは分枝の脂肪族、環状脂肪族および/または芳香族モノアルコールであり、炭素原子 1 ~ 13 個、好ましくは 8 個以下、より好ましくは 4 個以下である。適切なモノアルコールの例は、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、エチルヘキサノール、デカノール、ラウリルアルコール、イソトリデシルアルコール、モノフェニルグリコールおよびベンジルアルコールである。好ましくは、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノールおよび 2 - エチルヘキサノールであり、メタノールが特に好適である。

【 0 0 2 2 】

とりわけ、好適なものは、例えば、ダイズ油メチルエステル、ナタネ油メチルエステル、獣脂酸メチル、オレイン酸メチル、ステアリン酸ブチル、オレイン酸ブチル、オレイン酸 2 - エチルヘキシル、パルミチン酸エチルヘキシル、ステアリン酸エチルヘキシル、カカオ酸エチルヘキシル、ステアリン酸イソトリデシルであり、これらの中で、とりわけ、好適なものは、ダイズ油メチルエステル、ナタネ油メチルエステルおよび獣脂酸メチル、カカオ酸エチルヘキシルである。

【 0 0 2 3 】

一般式 $R^1 - CO - O - R^2$ [遊離基 R^1 および R^2 は上記定義のとおりである] の範疇のモノカルボン酸エステルの内、本発明組成物において成分 (A) として使用し得る化合物は、101.3 kPa の標準圧のもとで、250 を超える沸点、好ましくは、280 を超える沸点、より好ましくは 300 を超える沸点を有する化合物のみである。沸点が 250 以下である場合、これらの物質は VOC と見做される。

【 0 0 2 4 】

この種の化合物は、通常、市販の製品であるが、しばしば純品の形態ではなく、類似の構造の化合物の混合物から構成されている。

【 0 0 2 5 】

成分 (B)

成分 (B) は、1 種以上の分散剤、換言すると、粉末もしくは繊維形状の物質、例えば、顔料もしくは充填剤などを、粉末もしくは繊維状物質とその周囲の媒体との間の界面の張力を低下させることにより、分散し易くする界面活性物質を含んでなる。分散剤は、集塊の形状で存在する粉末物質の二次粒子の一次粒子への分裂を容易にし、再凝集を阻害する。分散剤が粒子の湿潤をも容易にする場合、それらは湿潤剤および分散剤という。したがって、これらも同様に分散剤の概念に包含される。

【 0 0 2 6 】

分散剤は、顔料および/または充填剤親和性をもつ 1 個以上の基 X を含み、したがって、共有結合的に、イオンの、および/または物理的吸着により、顔料または充填剤の表面に結合するものである。さらに、それらは一次顔料および充填剤粒子の安定化に影響し、したがって、集塊形成を防止するが、これがなければ、固体の沈降、およびさらにミルベース系の分離または色度濃縮が起こる。一般に、分散剤中の 1 個以上の基 Y が、この安定化、周囲の媒体との相溶性を確実なものとする作用がある。

【 0 0 2 7 】

例えば、レシチン、脂肪酸とその塩、およびアルキルフェノールエトキシラートなど、低分子量の単純な化合物に加えて、複雑な構造の化合物もまた、使用される分散剤に含まれる。

【 0 0 2 8 】

使用される分散剤は、好ましくは、比較的分子量の高い分散剤、より詳しくは機能的ポリマーに基づくポリマー性分散剤、好ましくは数平均分子量 (M_n) が少なくとも 400 g/mol、好ましくは、少なくとも 800 g/mol、より好ましくは、少なくとも 2000 g/mol を有するポリマーである。最大分子量 M_n は、有効には 100,000 g/mol、好ましくは 50,000 g/mol、より好ましくは 25,000 g/mol

10

20

30

40

50

1 である。数平均分子量は、ポリスチレン標準に対するゲルパーミエーションクロマトグラフィーにより決定することができる。

【 0 0 2 9 】

より詳しくは、本発明において用いられる分散剤は、官能基および／または顔料親和性基をもつポリマーとコポリマー、ポリマーとコポリマーのアルキルアンモニウム塩、酸性基をもつポリマーとコポリマー、櫛形およびブロックコポリマー（とりわけ、顔料親和性をもつ塩基性基を含むブロックコポリマーなど）、未変性もしくは変性アクリル酸ブロックコポリマー、未変性もしくは変性ポリウレタン、未変性もしくは変性および／またはポリアミンもしくはポリアミン塩、エポキシド - アミン付加物、リン酸エステル（とりわけ、ポリエーテル、ポリエステルおよびポリエーテル - エステルのエステル）、塩基性もしくは酸性エトキシラート（アルコキシ化モノアミンもしくはポリアミン）、またはアルコキシ化モノアルコールの無水 1, 2 - ジカルボン酸モノエステル、不飽和脂肪酸とモノアミン、ジアミンおよびポリアミンとの反応生成物、アミノアルコール、および不飽和 1, 2 - ジカルボン酸およびそれらの無水物とその塩およびアルコールおよび／またはアミンとの置換生成物；脂肪酸遊離基をもつポリマーとコポリマー；未変性もしくは変性ポリアクリル酸エステル（エステル転移ポリアクリル酸エステルなど）、未変性もしくは変性ポリエステル（酸官能性および／またはアミノ官能性ポリエステルなど）、ポリリン酸エステルおよびその混合物の群から選択し得る。

【 0 0 3 0 】

分散剤としては、より具体的には以下の公開特許に記載されている化合物を選択するのが好ましい： E P 0 1 5 4 6 7 8 B 1 ; E P 0 2 7 0 1 2 6 B 1 ; E P 0 3 1 8 9 9 9 B 1 ; E P 0 4 1 7 4 9 0 B 1 ; E P 0 8 7 9 8 6 0 B 1 ; E P 0 8 9 3 1 5 5 B 1 ; E P 1 0 8 1 1 6 9 B 1 ; E P 1 4 1 6 0 1 9 A 1 ; E P 1 4 8 6 5 2 4 A 1 ; E P 1 5 9 3 7 0 0 B 1 ; E P 1 6 4 0 3 8 9 A 1 ; E P 1 6 5 0 2 4 6 A 1 ; E P 1 7 4 2 9 9 0 ; E P 1 8 0 3 7 5 3 ; E P 1 8 3 7 3 5 5 ; D E 1 0 2 0 0 6 0 4 8 1 4 4 ; D E 1 0 2 0 0 6 0 6 2 4 3 9 ; D E 1 0 2 0 0 6 0 6 2 4 4 0 ; D E 1 0 2 0 0 6 0 6 2 4 4 1 ; および D E 1 0 2 0 0 7 0 0 5 7 2 0 ; より好ましくは、 E P 0 8 9 3 1 5 5 B 1 に特許請求されている分散剤。

【 0 0 3 1 】

ポリイソシアネートに基づくポリマー分散剤は、例えば、 E P 0 1 5 4 6 7 8 ; E P 3 1 8 9 9 9 ; および E P 0 4 3 8 8 3 6 に記載されている。これらの生成物は、モノヒドロキシ化合物、ジイソシアネート官能性化合物および三級アミノ基をもつ化合物と、イソシアヌレート、ビュレット、ウレタンおよび／またはアロファン酸エステル基を含むポリイソシアヌレートの存在する N C O 基との付加反応により調製する。

【 0 0 3 2 】

好適な一実施態様において、成分 (B) として使用される分散剤は、アミノ官能性化合物の酸による塩形成により入手し得る；該アミノ官能性化合物は少なくとも 3 個のアミノ基を有するポリアミンであり、以下の群からの “ 未変性の脂肪族直鎖もしくは分枝ポリアミンからなる群よりのポリアミンである： “ ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ヘキサメチレンヘプタミン；一般式 $\text{NH}_2 - (\text{C}_2\text{H}_4\text{NH})_n - \text{C}_2\text{H}_4 - \text{NH}_2$ ($n > 5$) で示される高級直鎖ポリマー；これらの化合物において、窒素上のプロトンは、アルキル、アリールおよび／またはアラルキル基と置き換わってもよく、および／または窒素が四級化形態であってもよい；分枝 ($\text{C}_2 - \text{C}_4$) - アルキレンアミンおよび三級アミノ基を有し、数平均分子量が 1, 0 0 0 , 0 0 0 g / m o l までのポリ ($\text{C}_2 - \text{C}_4$) - アルキレンイミン、またはかかるアミン類の混合物 ” ；上記未変性ポリアミンに基づく変性ポリアミン これらは v 個の N C O 基を有するモノイソシアネートまたはポリイソシアネートと反応させたポリアミン (($v - 1$) の N C O 基は予め他の反応剤と反応させてある) 、エポキシ官能性物質と反応させたポリアミン、環状炭酸エステルと反応させたポリアミン、マイケル反応により α , β

- 不飽和化合物と反応させたポリアミン、アルキル化および/または四級化ポリアミン、および/またはカルボン酸でアミド化したポリアミン ; ただし、変性後には、1分子当たりなお3個の塩形成性アミノ基が存在するか、またはかかるポリアミンの混合物および/または下記群のポリアミンの混合物が存在する: “アミン-官能性(メタ)アクリル酸エステルもしくはビニル化合物のホモポリマーまたはコポリマー、およびアミン-官能性ホモポリマーまたはコポリマーであって、そのアミノ基がポリマー類似反応により、予め作製したポリマーに挿入してあるか、または当該ポリマー上に生成させたポリアミン、またはかかるポリアミンの混合物”; 該ホモポリマーまたはコポリマーは、数平均分子量が1,000,000g/molまでである”、また使用する酸が、一般式:“(OH)₃-_nPO(OR^a)_n [n=1または2]で示されるリン酸エステル、一般式:HO₂SO₂R^bで示されるスルホン酸、一般式:HO₂SO₃R^bで示される酸性硫酸エステル”〔式中、R^aおよびR^bは、少なくとも5個のC原子を有するアルキル、アリールもしくはアラルキルの遊離基、および/または100~5000g/molの数平均分子量を有するオキサリル化アルコールの遊離基、および/または100~5000g/molの数平均分子量を有する少なくとも1個のカルボン酸エステル基および/またはウレタン基をもつ遊離基〕、またはかかる物質の混合物〔式中、R^aおよびR^bは、同一であるか、または異なり、所望により、遊離基R^aおよびR^bの脂肪族基中の水素原子の一部は、ハロゲン原子と置換わっており、また該酸は、適切な場合、塩形成上の挙動が不活性である官能基をさらに担持する; また1分子当たり少なくとも1個のアミノ基が塩形成形態である〕。

【0033】

以下の群の分散剤は、本発明の分散系において、特に良好な作用を示す: (a) アミノ含有オリゴマーまたはポリマーのリンエステル塩、例えば、任意に脂肪酸-変性もしくはアルコキシ化した(より具体的にはエトキシ化した)ポリアミンのリンエステル塩、エポキシド-ポリアミン付加物のリンエステル塩、アミノ含有アクリル酸エステルもしくはメタアクリル酸エステルコポリマーのリンエステル塩、およびアクリル酸エステル-ポリアミン付加物のリンエステル塩; (b) リン酸のモノエステルまたはジエステル、例えば、リン酸とアルキル、アリール、アラルキルもしくはアルキルアリールアルコキシレートとのモノエステルまたはジエステル(例、ノニルフェノールエトキシレート、イソトリデシルアルコールエトキシレート、ブタノールから出発して調製されるアルキレンオキシドポリエーテルのリン酸モノエステルまたはジエステル); リン酸とポリエステルとのモノエステルまたはジエステル(例、カプロラクトンポリエーテルまたは混合カプロラクトン/バレロラクトンポリエステルなどのラクトンポリエステル); (c) 酸性ジカルボン酸モノエステル、例えば、アルキル、アリール、アラルキルもしくはアルキルアリールアルコキシレート(例、ノニルフェノールエトキシレート、イソトリデシルアルコールエトキシレート、ブタノールから出発して調製されるアルキレンオキシドポリエーテル)との酸性ジカルボン酸モノエステル(より具体的には、コハク酸、マレイン酸またはフタル酸のモノエステル); (d) ポリウレタン-ポリアミン付加物; (e) ポリアルコキシ化モノアミンまたはジアミン(例、エトキシ化オレイルアミンまたはアルコキシ化エチレンジアミン; および(f) 不飽和脂肪酸と、モノアミン、ジアミンおよびポリアミンとの反応生成物、アミノアルコール、および不飽和1,2-ジカルボン酸およびそれらの無水物およびその塩およびアルコールおよび/またはアミンとの置換生成物。

【0034】

この種類の分散剤は、例えば、市販製品として、ウェッセルの会社、BYK-ヘミーから、以下の市販名称にて入手可能である: BYK-220S、BYK-9076、BYK-9077、BYK-P104、BYK-P104S、BYK-P105、BYK-W9010、BYK-W920、BYK-W935、BYK-W940、BYK-W960、BYK-W965、BYK-W966、BYK-W975、BYK-W980、BYK-W990、BYK-W995、BYK-W996、BYKUMEN、LACTIMON、ANTI-TERRA-202、ANTI-TERRA-203、ANTI-TERRA-204、ANTI-TERRA-205、ANTI-TERRA-206、ANTI-

TERRA - 207、ANTI - TERRA - U100、ANTI - TERRA - U80、ANTI - TERRA - U、DISPERBYK、DISPERBYK - 101、DISPERBYK - 102、DISPERBYK - 103、DISPERBYK - 106、DISPERBYK - 107、DISPERBYK - 108、DISPERBYK - 109、DISPERBYK - 110、DISPERBYK - 111、DISPERBYK - 112、DISPERBYK - 115、DISPERBYK - 116、DISPERBYK - 130、DISPERBYK - 140、DISPERBYK - 142、DISPERBYK - 145、DISPERBYK - 160、DISPERBYK - 161、DISPERBYK - 162、DISPERBYK - 163、DISPERBYK - 164、DISPERBYK - 165、DISPERBYK - 166、DISPERBYK - 167、DISPERBYK - 168、DISPERBYK - 169、DISPERBYK - 170、DISPERBYK - 171、DISPERBYK - 171、DISPERBYK - 174、DISPERBYK - 176、DISPERBYK - 180、DISPERBYK - 181、DISPERBYK - 182、DISPERBYK - 183、DISPERBYK - 184、DISPERBYK - 185、DISPERBYK - 187、DISPERBYK - 190、DISPERBYK - 191、DISPERBYK - 192、DISPERBYK - 193、DISPERBYK - 194、DISPERBYK - 2000、DISPERBYK - 2001、DISPERBYK - 2009、DISPERBYK - 2010、DISPERBYK - 2020、DISPERBYK - 2025、DISPERBYK - 2050、DISPERBYK - 2070、DISPERBYK - 2090、DISPERBYK - 2091、DISPERBYK - 2095、DISPERBYK - 2096、DISPERBYK - 2150、DISPERBYK - 2155、DISPERBYK - 2163、DISPERBYK - 2164、DISPERPLAST - 1010、DISPERPLAST - 1011、DISPERPLAST - 1012、DISPERPLAST - 1018、DISPERPLAST - I、DISPERPLAST - P。VOCの存在を望まない場合、上記の市販製品は、できるだけ、無溶媒活性物質の形状として使用すべきであり、適切な場合には、例えば、蒸留により揮発性成分を除去すべきである。

【0035】

異なる分散剤の混合物により調製する分散媒が好ましい；その理由は、これらの組成物が、一般に、使用し得る固体およびポリマーに対して広範囲の相溶性を有しており、広範囲の用途に適用できるからである。

【0036】

顔料および/または充填剤に対して親和性をもつ基Xを一方で変え、また他方で媒体に対して相溶性を有する基Yを変えることにより、またその比率および/またはその分子量を変えることにより、本発明の分散剤の相溶性を、非常に多様な溶媒、媒質、結合剤、樹脂、固体、および適切な場合には、さらに本発明による調製品が採用される場合のコーティング材料および成形材料中のポリマー化合物のいずれかに合わせて作ることができる。

【0037】

高い極性の系で使用する場合、基Yは、特定の分野の使用に十分な極性を得るために、例えば、ポリエチレンオキシドのような十分に高い極性基を有する部分を含むべきである。しかしながら、親水性基を有するこの部分はまた、極性が高すぎではない；その理由は、特定の適用において、この部分が水に対する感受性を望ましくない程度に増加させるからである。

【0038】

長鎖油アルキドワニス、PVCプラスチックまたはポリオレフィンなどの非極性系にて使用する場合、好ましくは、相当する非極性基部分が存在すべきであり、また幅広い相溶性が重要である系において使用する場合には、例えば、顔料濃縮物など、極性基と非極性基のバランスの取れた組み合わせが有利である。

【0039】

調製品を、例えば、ポリウレタン樹脂中で、またはその結合剤がポリウレタンであるペイント中で使用する場合、それらの分子中に、ウレタン基を含むか、または当業者が熟知するような、ポリウレタンと共存し得る類似の基を含む分散剤を使用することが有用である。したがって、同様のことは、例えば、ポリアクリル酸エステル、ポリエステルおよびアルキド樹脂、および他のすべての種類のポリマーにも当てはまる。

【0040】

このことはまた、したがって、使用するべき、また分散すべき固体に対して、本発明の付加化合物の親和性に、とりわけ、影響を与える基にも当てはまる。

【0041】

分散剤は単独で、または当該技術において慣例となっているさらなる補助剤と共に使用することができる。

【0042】

分散剤は、分散すべき固体に基づいて、一般に、0.5 ~ 100重量%の量で使用する。しかし、特定の固体の分散のためには、より多量の分散剤が必要になる場合がある。

【0043】

分散剤の量は、分散すべき固体の被覆表面積に本質的に左右される。例えば、カーボンブラックは、例えば、二酸化チタンよりも実質的に多量の分散剤を必要とする。

【0044】

本発明の組成物は、粉末または繊維形状の多様な固体のいずれをも分散するための分散媒として使用することができる。したがって、本発明は粉末および/または繊維形状の固体、より具体的にはかかる種類の顔料および充填剤の分散媒として、本発明の組成物の使用を提供する。使用すべき本発明の組成物の量は、そこに含まれる生成物(B)、すなわち、分散剤の量により、また上記で的を絞った分散すべき固体の表面積により、導かれる。

【0045】

粉末または繊維形状の固体の例は、より具体的には、ペイント、コーティング材料、成形組成物または他のプラスチックにて使用される有機および無機顔料、およびペイント、コーティング材料、成形組成物または他のプラスチックに充填するか、もしくは補強するために使用する有機または無機の充填剤である。かかる充填剤のサブグループは、有機および/または無機タイプの繊維であり、同様に充填剤または補強剤として使用する。

【0046】

顔料の例は、モノ - 、ジ - 、トリ - およびポリ - アゾ顔料、オキサジン、ジオキサジンまたはチアジン顔料、ジケトピロロピロール、フタロシアンニンおよび他の金属複合体顔料、インジゴイド顔料、ジフェニルメタン、トリアリールメタン、キサンテン、アクリジン、キナクリドンおよびメチン顔料、アントラキノン、ピラントロン、ペリレンおよび他の多環状カルボニル顔料；カーボンブラック、グラファイト、二酸化チタン、酸化亜鉛、硫化亜鉛、リン酸亜鉛、硫酸バリウム、リトポン、酸化鉄、群青、リン酸マグネシウム、アルミン酸コバルト、スズ酸コバルト、亜鉛酸コバルト、酸化アンチモン、硫化アンチモン、酸化クロム、クロム酸亜鉛に基づく無機顔料；ニッケル、チタン、亜鉛、マンガン、コバルト、鉄、クロム、アンチモン、マグネシウム、アルミニウムなどの混合金属酸化物（例えば、ニッケル・チタン・イエローまたはクロム・チタン・イエロー）；純粋鉄、酸化鉄および酸化クロムまたは混合酸化物に基づく磁気顔料；アルミニウム青銅などの金属作用顔料；パールエッセンス顔料；および蛍光と燐光、発光顔料などである。

【0047】

粉末または繊維形状の充填剤の例は、例えば、酸化アルミニウム、水酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、珪藻土、珪質土、石英、シリカゲル、タルク、カオリン、雲母、パーライト、長石、微破碎スレート、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、炭酸カルシウム、方解石、ドロマイト、ガラスまたは炭素などの粉状または繊維状粒子から作製される充填剤である。顔料または充填剤のさらなる例は、EP - A - 0 270 126に見出される。

【0048】

さらに、同様の鉱物充填剤、例えば、酸化カルシウム、および難燃剤、例えば、水酸化マグネシウムなどを分散し得る。つや消し剤も同様に分散、安定化可能であり、顕著な効果が得られる。

【0049】

分散性固体のさらなる例は、安定化剤と発泡剤であり、これらは取り扱いを改善するために、液状濃縮物の形状、例えば、アゾジカルボンアミド（ADC）、泡状ポリマー生産の有機化学的発泡剤に変換される；これらについて見出されている主たる用途は、PVCプラスチック、熱可塑性樹脂の発泡であり、例えば、非可塑化および可塑化PVC、ポリスチレン（PS）、アクリロニトリルおよびスチレンのブタジエンゴムへのグラフトコポリマー（ABSポリマーとしても知られる）、ポリエチレン（PE）、ポリプロピレン（PP）、エチレン-酢酸ビニル（EVA）および天然および合成ゴム、例えば、スチレン-ブタジエンゴム（SBR）、エチレン-プロピレン-ジエンゴム（EPDM）、ニトリル-ブタジエンゴム（NBR）およびクロロプレンゴム（CR）などの発泡である。

【0050】

本発明はさらに、粉末および/または繊維形状の1種以上の固体を本発明の組成物に分散することにより得られるミルベースを提供する。この分散操作は、例えば、結合剤などのさらなる物質の存在下に起こり得る。この場合の結合剤は、好ましくは、固体または固体類を本発明の組成物（すなわち、分散媒）に分散する前に、またはその間に、分散、乳化または溶解させる。この方法で得られるミルベースは、高固形分のために重要である。かかるミルベースは、好ましくは、揮発性有機化合物を含まない。

【0051】

本発明のミルベースは、ペイントおよび熱可塑性樹脂または熱硬化性樹脂の生産に好ましく採用することができる。熱可塑性樹脂の例は、ポリオレフィン、アクリル樹脂、スチレンポリマー、ポリカルボン酸エステル、ポリアミド、ポリエステル、熱可塑性ポリウレタン、ポリエーテルスルホン、ポリスルホン、ビニルポリマー（塩化ポリビニルまたはその混合物など）であり、PVCプラスチックが、とりわけ、適切である。上記熱可塑性樹脂の混合物もまた使用し得る。適切な熱硬化性樹脂の例は、不飽和ポリエステル、エポキシ樹脂およびポリウレタンまたはそれらの混合物である。

【0052】

したがって、本発明はさらに、ペイントおよび熱可塑性樹脂または熱硬化性樹脂のための本発明のミルベースの使用を提供する。

【実施例】

【0053】

本発明について、実施例を参照しながら以下に説明する。分子的に不均一な物質の場合に記載している分子量は、数平均の平均値を表す（この値はさらに、他に断りのない限り、本明細書全体に当てはまる）。数平均分子量 M_n は、ポリスチレンを標準として、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーにより測定することができる。他に特に記載しない限り、部およびパーセントは重量による。

【0054】

成分（A）- モノカルボン酸エステル

以下の実施例においては、成分（A）のモノカルボン酸エステルとして、ナタネ油メチルエーテル（RME）、ダイズ油メチルエステル（SME）、カカオ酸エチルヘキシル（EHC）および獣脂酸メチル（MT）を使用する。上記エステルはすべて300を超え沸点を有する。

【0055】

成分（B）- 分散剤

下記分散剤の例において、製造法の結果として、なお揮発性溶媒が存在する場合には、本発明にしたがって使用する前に、できるだけそれらを真空蒸留により除去し、残余揮発成分含有率が1%以下となるようにした。表1は使用例で用いられた分散剤のリストである。

【 0 0 5 6 】

【 表 1 】

表 1

(B)	物理的組成物
B1	EP893155 の製造例 5、ポリアミンのリンエステル塩
B2	EP893155 の製造例 7、ポリアミンのリンエステル塩
B3	EP893155 の製造例 10、ポリアミンのリンエステル塩
B4	EP893155 の製造例 12、ポリアミンのリンエステル塩
B5	EP893155 の製造例 14、ポリアミンのリンエステル塩
B6	EP893155 の製造例 16、脂肪酸・変性ポリアミンのリンエステル塩
B7	EP893155 の製造例 19、脂肪酸・変性ポリアミンのリンエステル塩
B8	EP893155 の製造例 24、エポキシド・ポリアミン付加物のリンエステル塩
B9	EP893155 の製造例 25、アミノ含有アクリル酸エステルコポリマーのリンエステル塩
B10	EP893155 の製造例 26、エトキシ化ポリアミンのリンエステル塩
B11	EP893155 の製造例 28、アクリル酸エステル・ポリアミン付加物のリンエステル塩
B12	EP1486524 の製造例 6、エポキシド/アミン付加物のリンエステル塩
B13	EP1486524 の製造例 11、エポキシド/アミン付加物の脂肪酸縮合物
B14	5 個の EO (エチレンオキシド) 単位を有するノニルフェノールエトキシラートのリン酸モノエステル
B15	10 個の EO 単位を有するノニルフェノールエトキシラートのリン酸モノジエステル
B16	10 個の EO 単位を有するイソトリデシルアルコールエトキシラートのリン酸モノエステル
B17	ブタノールから出発して製造した PO ポリエーテルのリン酸モノエステル、 M _n =700 (PO=プロピレンオキシド)
B18	EP417490 の製造例 1、カプロラクトンポリエステルのリン酸モノエステル
B19	EP417490 の製造例 2、カプロラクトンポリエステルのリン酸モノジエステル
B20	EP417490 の製造例 8、カプロラクトンポリエステルのリン酸モノエステル
B21	EP417490 の製造例 12、カプロラクトンポリエステルのリン酸モノエステル
B22	脂肪酸 1 モル当たり 1 モルの無水マレイン酸でマレイン酸化したヒマワリ油脂肪酸
B23	脂肪酸 1 モル当たり 1 モルの無水マレイン酸でマレイン酸化し、さらに 1 モルのオレイルアミンと反応させたヒマワリ脂肪酸
B24	10 モルの EO によるエトキシ化オレイルアミン
B25	2 モルの EO によるエトキシ化オレイルアミン
B26	60 モルの PO と 30 モルの EO でアルコキシ化したエチレンジアミン
B27	10 個の EO 単位を有するイソトリデシルアルコールエトキシラートの酸性コハク酸モノエステル
B28	ブタノールから出発して製造された PO ポリエーテルの酸性マレイン酸モノエステル、 M _n =1100
B29	7 個の EO 単位を有するノニルフェノールエトキシラートの酸性フタル酸モノエステル
B30	EP1593700 の製造例 1、ポリウレタン・ポリアミン付加物
B31	EP1593700 の製造例 14、ポリウレタン・ポリアミン付加物
B32	EP1593700 の製造例 23、ポリウレタン・ポリアミン付加物

10

20

30

【 0 0 5 7 】

本発明組成物

本発明の組成物は、成分 (A) および (B) を単に混合することにより得られた。表 2 は成分 (A) と (B) の組成を示す。該組成物は専ら成分 (A) および (B) のみから構成される。パーセントは全組成物に基づく重量パーセントである。

【 0 0 5 8 】

40

【表 2】

表 2

実施例	成分 (A)	成分 (B)
Z1	90% RME	10% B1
Z2	95% SME	5% B2
Z3	80% EHC	20% B3
Z4	90% RME	5% B4+5% B24
Z5	85% EHC	15% B5
Z6	92% RME	4% B6+4% B22
Z7	91% SME	3% B7+3% B18+3% B29
Z8	92% MT	3% B8+3% B17+2% B28
Z9	93% SME	3% B9+3% B26
Z10	95% RME	5% B10+2% B23
Z11	92% SME	5% B11+3% B27
Z12	88% MT	6% B12+4% B14+2% B25
Z13	90% RME	5% B13+2% B15+3% B19
Z14	92% RME	3% B16+5% B30
Z15	92% EHC	3% B20+5% B31
Z16	94% RME	3% B21+3% B15
Z17	93% SME	7% B23
Z18	93% RME	3.5% B11+3.5% B26
Z19	90% MT	10% B29
Z20	90% SME	10% B32
Z21	92% RME	8% B27
Z22	85% SME	15% B30
Z23	68% SME	16% B11+16% B26
Z24	30% SME	35% B11+35% B26
Z25	50% SME	25% B11+25% B26

主要語：

RME=ナタネ油メチルエステル、b.p.>300℃；VOC 不含

SME=ダイズメチルエステル、b.p.>300℃；VOC 不含

EHC=カカオ酸エチルヘキシル、b.p.>300℃；VOC 不含

MT=獣脂酸メチル、b.p.>300℃；VOC 不含

【 0 0 5 9 】

上記に特定した本発明組成物はすべてが 5 0 0 m P a s 以下のブルックフィールド粘度 (2 5) を有し、また揮発性有機化合物 (V O C) を含有しない。

【 0 0 6 0 】

使用例

本発明の分散媒を評価するために、それらを用いて異なる有機および無機固体の濃縮物を製造し、先行技術によるフタル酸エステル可塑剤〔 D I N P = フタル酸ジイソノニルエステル、 D I D P = フタル酸ジイソデシル〕または純脂肪酸メチルエステル〔 S M E = ダイズ油メチルエステル〕の濃縮物と比較した。使用した固体は、二酸化チタン〔例、 T i - P u r e (登録商標) R 9 0 0、金紅石、デュポンから〕、カーボンブラック〔 C I ブラック 7 - 7 7 2 6 6、正規色ファーンエスブラック、例、スペシャルブラック 4；デグッサから〕および A D C〔アゾジカルボンアミド、例、A D C ポロフォア (Porofor；登録商標) A D C / M - C 1；ランキセス (Lanxess) から〕であった。

【 0 0 6 1 】

分散条件：

二酸化チタンペーストおよび A D C ペーストは、顔料を分散装置〔ディスパーマット F E；ゲッツマン (Getzmann) から〕により、 8 0 0 0 r p m で該分散媒に 5 分間分散することにより製造した。

【 0 0 6 2 】

カーボンブラックペーストは、ビューラー (Buhler) S D Y トリプル - ロールミルに通

10

20

30

40

50

過させることにより製造した。

【 0 0 6 3 】

分散媒と顔料のそれぞれの重量比を表 3、4 および 5 に記載する。

【 0 0 6 4 】

粘度測定条件：

顔料濃縮物の粘度は、23、24 時間後に、ハーケ（Haake）RS 1 粘度計により測定した〔Z10 DIN、D（秒⁻¹）：400〕。

【 0 0 6 5 】

A D C 濃縮物：

【 0 0 6 6 】

【表 3】

表 3

実施例	分散媒	%	顔料 %	粘度 mPas	分離*	沈降物*
1	DINP**	60	40	905	少量	あり
2	SME**	60	40	150	多量	あり
3	DINP**	40	60	調製不可		
4	SME**	40	60	調製不可		
5	Z17	35	65	1405	僅少	なし
6	Z18	35	65	1145	僅少	少量
7	Z17	30	70	2390	僅少	なし
8	Z18	30	70	2351	僅少	少量
9	Z19	40	60	1181	なし	なし
10	Z20	30	70	2359	なし	なし

*：5 日間の保存後の外観

**：非発明品

【 0 0 6 7 】

表 3 から分かるように、本発明例では、5 日間の保存後でもなお、沈降物を形成する傾向または系の分離する傾向は殆ど、または全く示さない。60 重量%以上の顔料含有率をもつ本発明のミルベースが得られ、良好な処理加工粘度を示す；一方、非発明例 3 および 4 の濃縮物は、60 重量%の顔料の重量部で、もはや処理加工できなくなる。非発明例 1 および 2 の濃縮物は、調製することはできるが、対照的に保存安定性を有しない。

【 0 0 6 8 】

二酸化チタン濃縮物：

【 0 0 6 9 】

【表 4】

表 4

実施例	分散媒	%	顔料 %	粘度 mPas	分離*	沈降物*
11	DINP**	60	40	1698	少量	あり
12	DINP**	40	60	調製不可		
13	Z21	20	80	580	僅少	なし
14	Z17	20	80	1844	なし	なし
15	Z16	35	65	1780	なし	なし

*：5 日間の保存後の外観

**：非発明品

【 0 0 7 0 】

表 4 では、発明例 14 および 15 と非発明例 11 との比較が、同様の粘度の場合に、濃縮物中に有意により高いレベルの顔料を達成することが可能であることを示す。さらに、発明例 14 および 15 の濃縮物が、実施例 11 に対照的に、保存に対して安定である；すなわち、それらは 5 日間の保存の後にも、分離も沈降も示さない。実施例 13 は、顔料の

含有量が極端に高い（８０重量％）にも拘わらず、十分に比較実験の粘度以下になる粘度を達成し得ることを特に強力に示している。

【００７１】

カーボンブラック濃縮物：

【００７２】

【表５】

表 5

実施例	分散媒	%	顔料 %	粘度 mPas	分離*	沈降物*
16	DINP**	80	20	1179	なし	なし
17	DINP**	65	35	調製不可		
18	Z18	65	35	488	なし	なし
19	Z22	65	35	418	なし	なし
20	Z23	60	40	872	なし	なし
21	Z24	60	40	4173	なし	なし
22	Z25	60	40	2277	なし	なし

*：５日間の保存後の外観

**：非発明品；DIDP=フタル酸ジイソデシル

【００７３】

表５から明らかなことは、従来の分散媒（DIDP、DINP）では、比較的少量のカーボンブラックのみ取り込むことが可能なことである。本発明のミルベース（濃縮物）は、遥かに高い部分のカーボンブラックを含んでなり、その粘度は顕著に良好である。

 フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 9 D 7/12 (2006.01) C 0 9 D 7/12
C 0 9 D 5/18 (2006.01) C 0 9 D 5/18

(72)発明者 ヴェンホフ フランク
 ドイツ連邦共和国, アルペン 4 6 5 1 9 , ベルグシュトラッセ 1

(72)発明者 スピッカー - ハイレン ルシア
 ドイツ連邦共和国, アルペン 4 6 5 1 9 , アルテ シュトラッセ 6 4 a

(72)発明者 エサー アンドレア
 ドイツ連邦共和国, ベーゼル 4 6 4 8 5 , グラフ フォン スタウフェンベルグ シュトラッセ
 1 5 0

審査官 岩田 行剛

(56)参考文献 特開 2 0 0 8 - 1 4 3 9 3 9 (J P , A)
 特開平 0 6 - 2 8 0 1 6 0 (J P , A)
 特表平 0 4 - 5 0 0 8 2 8 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B01F 17/34
 C08K 5/101
 C08L 101/00
 C09D 5/18
 C09D 7/12
 C09D 17/00
 C09D 201/00