

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-290165

(P2005-290165A)

(43) 公開日 平成17年10月20日(2005.10.20)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
C09D 17/00	C09D 17/00	4J002
C08L 33/02	C08L 33/02	4J037
C08L 35/00	C08L 35/00	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2004-106157 (P2004-106157)	(71) 出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1 0号
(22) 出願日	平成16年3月31日(2004.3.31)	(74) 代理人	100087642 弁理士 古谷 聡
		(74) 代理人	100076680 弁理士 溝部 孝彦
		(74) 代理人	100091845 弁理士 持田 信二
		(74) 代理人	100098408 弁理士 義経 和昌
		(72) 発明者	石橋 洋一 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会 社研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 無機顔料用分散剤

(57) 【要約】

【課題】 シェアの影響による無機顔料スラリー粘度の変化が小さく、また粘度値も低くすることができる無機顔料用分散剤及びそれを含有する顔料分散組成物の提供。

【解決手段】 (A) 構成モノマー単位比率が、不飽和一塩基酸/不飽和二塩基酸(モル比) = 91/9 ~ 74/26で、重量平均分子量(Mw)が25000 ~ 60000である、不飽和一塩基酸と不飽和二塩基酸との共重合体の塩、及び(B) 構成モノマー単位比率が、不飽和一塩基酸/不飽和二塩基酸(モル比) = 63/37 ~ 47/53で、重量平均分子量(Mw)が25000 ~ 60000である、不飽和一塩基酸と不飽和二塩基酸との共重合体の塩を、(A)/(B) = 50/50 ~ 96/4(重量比)の割合で含有する無機顔料用分散剤、及びこの無機顔料用分散剤を含有する顔料分散組成物。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

下記の (A) 成分及び (B) 成分を、 $(A) / (B) = 50 / 50 \sim 96 / 4$  (重量比) の割合で含有する無機顔料用分散剤。

## (A) 成分：

構成モノマー単位比率が、不飽和一塩基酸 / 不飽和二塩基酸 (モル比) =  $91 / 9 \sim 74 / 26$  で、重量平均分子量 (Mw) が  $25000 \sim 60000$  である、不飽和一塩基酸と不飽和二塩基酸との共重合体の塩

## (B) 成分：

構成モノマー単位比率が、不飽和一塩基酸 / 不飽和二塩基酸 (モル比) =  $63 / 37 \sim 47 / 53$  で、重量平均分子量 (Mw) が  $25000 \sim 60000$  である、不飽和一塩基酸と不飽和二塩基酸との共重合体の塩

10

## 【請求項 2】

(A) 成分及び (B) 成分の数平均分子量 (Mn) が、それぞれ  $20000 \sim 40000$  であり、 $Mw / Mn \geq 3$  である請求項 1 記載の無機顔料用分散剤。

## 【請求項 3】

カルシウムイオン  $80 \text{ mg / L}$  存在下でのクレ－分散能が  $15\%$  以上  $50\%$  未満、マグネシウムイオン  $21 \text{ mg / L}$  存在下でのクレ－分散能が  $46\%$  以上  $60\%$  未満であり、カルシウムイオン捕捉能が  $270 \text{ mg CaCO}_3 / \text{g}$  以上  $380 \text{ mg CaCO}_3 / \text{g}$  未満である請求項 1 又は 2 記載の無機顔料用分散剤。

20

## 【請求項 4】

不飽和一塩基酸がアクリル酸及びメタクリル酸から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 ~ 3 いずれか記載の無機顔料用分散剤。

## 【請求項 5】

不飽和二塩基酸がマレイン酸無水物、マレイン酸及びイタコン酸から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 ~ 4 いずれか記載の無機顔料用分散剤。

## 【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 いずれか記載の無機顔料用分散剤を含有する顔料分散組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

30

## 【0001】

本発明は、無機顔料を水等に分散させてスラリーを得る際に好適に用いられる無機顔料用分散剤及びそれを含有する顔料分散組成物に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

無機顔料を水系媒体中に分散し、スラリー化するに際しては、ポリカルボン酸塩系分散剤が使用されている。例えば、アクリル酸とマレイン酸との共重合体の塩が知られているが、スラリーの高濃度化に伴い、十分な分散性能が得られなくなっている。

## 【0003】

特許文献 1 ではアクリル酸とマレイン酸との共重合モル比の異なる 2 種の共重合体の組み合わせにより分散性能の向上を報告している。しかしながら例えば水性塗料用途等で無機顔料スラリーをスプレーのようにシェア (剪断) のかかる状態で塗布する場合と、ハケのようにシェアのかからない状態で塗布する場合、スラリー粘度が大きく異なり (チキソトロピー性が大きい)、作業性に支障を及ぼす点が指摘されていた。

40

【特許文献 1】特開平 8 - 188986 号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0004】

本発明の課題は、シェアの影響による無機顔料スラリー粘度の変化が小さく、また粘度値も低くすることができる無機顔料用分散剤及びそれを含有する顔料分散組成物を提供す

50

ることにある。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明は、下記の(A)成分及び(B)成分を、 $(A)/(B) = 50/50 \sim 96/4$  (重量比)の割合で含有する無機顔料用分散剤、及びこの無機顔料用分散剤を含有する顔料分散組成物を提供する。

(A)成分：

構成モノマー単位比率が、不飽和一塩基酸/不飽和二塩基酸(モル比) =  $91/9 \sim 74/26$ で、重量平均分子量(Mw)が $25000 \sim 60000$ である、不飽和一塩基酸と不飽和二塩基酸との共重合体の塩

(B)成分：

構成モノマー単位比率が、不飽和一塩基酸/不飽和二塩基酸(モル比) =  $63/37 \sim 47/53$ で、重量平均分子量(Mw)が $25000 \sim 60000$ である、不飽和一塩基酸と不飽和二塩基酸との共重合体の塩

【発明の効果】

【0006】

本発明の無機顔料用分散剤は、シアの影響による無機顔料スラリー粘度の変化が小さく、また粘度値も低くすることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0007】

本発明の(A)成分、(B)成分それぞれの共重合体を構成する不飽和一塩基酸としては、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸等が挙げられるが、アクリル酸、メタクリル酸が好ましい。また、不飽和二塩基酸としては、マレイン酸無水物、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸等が挙げられるが、マレイン酸無水物、マレイン酸、イタコン酸が好ましい。

【0008】

本発明の(A)成分、(B)成分それぞれの共重合体の塩としては、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、4級アンモニウム塩、アンモニウム塩、有機アミン塩から選ばれる少なくとも1種が好ましい。

【0009】

塩を構成するアルカリ金属としては、ナトリウム、カリウム、リチウム等が挙げられる。アルカリ土類金属としては、マグネシウム、カルシウム、バリウム等が挙げられる。4級アンモニウムとしては、水酸化テトラメチルアンモニウム、水酸化トリエチルメチルアンモニウム等が挙げられる。有機アミンとしては、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチルアミン、トリブチルアミン等が挙げられる。

【0010】

これらの中で好ましいものは、顔料の高濃度スラリーを低粘度化し、低粘度化スラリーを長期分散安定化する観点において、アルカリ金属塩であり、ナトリウム塩、カリウム塩がより好ましい。また、アンモニウム塩は電子材料等の灰分の残存を嫌う用途への使用に好ましい。

【0011】

本発明の(A)成分、(B)成分それぞれの共重合体の塩の中和度又はアルカリ過剰度は、特に規定されないが、粉体成分の耐分解性、並びに耐着色性及び耐臭気性の観点から、通常それぞれ $50 \sim 120\%$ であり、 $60 \sim 110\%$ が好ましく、 $75 \sim 105\%$ がより好ましい。

【0012】

尚、中和度又はアルカリ過剰度とは、 $[A(塩を構成し得るフリーの塩基の当量 + 塩を構成している酸基の当量) / B(塩を構成し得るフリーの酸基の当量 + 塩を構成している酸基の当量)] \times 100(\%)$ で表される。A/Bが1以下であれば中和度と表現し、A

10

20

30

40

50

/ B = 1 であれば中和度 100% を示す。A / B が 1 より大きいものはアルカリ過剰度と表現し、100% より大きい値を示す。

【0013】

また、(A) 成分、(B) 成分それぞれの共重合体の塩の水溶液の pH は、粉体成分の耐分解性、並びに耐着色性及び耐臭気性の観点から、5 ~ 9 が好ましく、5.5 ~ 8.5 が更に好ましく、6 ~ 8 が特に好ましい。

【0014】

本発明の(A) 成分は、構成モノマー単位比率が、不飽和一塩基酸 / 不飽和二塩基酸 (モル比) = 91 / 9 ~ 74 / 26 であり、91 / 9 ~ 80 / 20 が好ましく、87 / 13 ~ 80 / 20 が更に好ましい。

10

【0015】

また、本発明の(B) 成分は、構成モノマー単位比率が、不飽和一塩基酸 / 不飽和二塩基酸 (モル比) = 63 / 37 ~ 47 / 53 であり、61 / 39 ~ 48 / 52 が好ましく、59 / 41 ~ 50 / 50 が更に好ましい。

【0016】

本発明の(A) 成分、(B) 成分それぞれの重量平均分子量 (Mw) は、顔料の高濃度スラリーを低粘度化し、低粘度化スラリーを長期分散安定化し、高剪断下におけるスラリーの粘度を小さく維持する観点から、25000 ~ 60000 であり、35000 ~ 50000 が好ましく、40000 ~ 50000 が更に好ましい。

【0017】

尚、ここで重量平均分子量 (Mw) は、実施例に記載された測定法により測定された値である。

20

【0018】

また本発明の(A) 成分、(B) 成分それぞれの数平均分子量 (Mn) は、顔料の高濃度スラリーを低粘度化し、低粘度化スラリーを長期分散安定化し、高剪断下におけるスラリーの粘度を小さく維持する観点から、20000 ~ 40000 であることが好ましく、25000 ~ 38000 が更に好ましく、27000 ~ 35000 が特に好ましい。また、(A) 成分 (B) 成分それぞれの Mw / Mn は 3 以下が好ましく、1.25 ~ 3 が更に好ましく、1.25 ~ 2.5 が特に好ましい。

【0019】

本発明の分散剤は、シェアの影響によるスラリー粘度の変化が小さくなり、塗布方法の適応性 (スプレーやハケのいずれの塗布方法でも対応可能) に優れる観点から、(A) 成分及び (B) 成分を、(A) / (B) = 50 / 50 ~ 96 / 4 (重量比) の割合で含有するが、55 / 45 ~ 85 / 15 が好ましく、60 / 40 ~ 80 / 20 が更に好ましい。

30

【0020】

本発明の分散剤は、顔料の高濃度スラリーを低粘度化し、低粘度化スラリーを長期分散安定化し、高剪断下におけるスラリーの粘度を小さく維持する観点から、カルシウムイオン 80 mg / L 存在下でのクレー分散能は 15% 以上 50% 未満が好ましく、20 ~ 45% が更に好ましい。また、マグネシウムイオン 21 mg / L 存在下でのクレー分散能は 46% 以上 60% 未満が好ましく、46 ~ 59% が更に好ましい。カルシウムイオン捕捉能は 270 mg CaCO<sub>3</sub> / g 以上 380 mg CaCO<sub>3</sub> / g 未満が好ましく、290 ~ 379 mg CaCO<sub>3</sub> / g が更に好ましい。

40

【0021】

尚、本発明でいう「クレー分散能」及び「カルシウムイオン捕捉能」は、実施例に記載された測定法により測定されるものであり、無機顔料用分散剤の特性の指標として用いられる値である。

【0022】

本発明の分散剤中の(A) 成分と(B) 成分の合計含有量は、顔料の高濃度スラリーを低粘度化できる範疇において、90 ~ 100 重量% が好ましく、95 ~ 100 重量% が更に好ましい。本発明の分散剤は、(A) 成分及び (B) 成分以外に未反応の不飽和一塩基

50

酸、不飽和二塩基酸等を含有していてもよい。

【0023】

本発明の(A)成分及び(B)成分の製造法は特に限定されないが、例えば以下に示す方法で製造することができる。

【0024】

不飽和二塩基酸及びイオン交換水を不飽和二塩基酸の濃度が37重量%以上となるように反応容器に仕込み、75 に加熱後、NaOH水溶液を不飽和二塩基酸の仕込量の2倍のモル数で仕込み、不飽和二塩基酸のNa塩とする。次に約100 まで加熱した後、この温度で不飽和一塩基酸水溶液を、不飽和一塩基酸/不飽和二塩基酸(モル比)が、上記範囲となるように、また過酸化水素水溶液を過酸化水素が不飽和一塩基酸と不飽和二塩基酸の全仕込みモル数に対して17~50モル%となるように、それぞれを3~5時間かけて滴下し重合反応を行う。滴下終了後、100 で1~10時間熟成する。反応終了後、約60 に冷却し、pHが8~9となるようにアルカリ水溶液を仕込み、不飽和一塩基酸-不飽和二塩基酸共重合体のNa塩とする。

10

【0025】

本発明において対象となる無機顔料は、炭酸カルシウム、リン酸カルシウム、リン酸亜鉛、クレー、ベントナイト、サチンホワイト、亜鉛華、ベンガラ、フェライト、酸化チタン、アルミナ、酸化マグネシウム、タルク、ホワイトカーボン、セメント、石膏、カーボンブラック、チタン酸塩、珪酸塩等が挙げられ、炭酸カルシウムや、チタン酸バリウム等のチタン酸塩が好ましい。

20

【0026】

具体的には、本発明の分散剤は、軽質炭酸カルシウム製造工程用、炭酸カルシウム湿式粉碎用、紙コーティング塗料用、フェライト製造工程用又はチタン酸バリウム等の電子材料用の分散剤として有効である。また、アルミナ等のセラミック用顔料に対しても有効である。

【0027】

本発明の分散剤は、塗工紙用、電子材料用又はセラミック用等の顔料分散組成物を得る際に有効に用いることができ、特に塗工紙用として用いることが好ましい。顔料分散組成物は、本発明の分散剤を用いて無機顔料の粉体、粉体の原鉱石又は粗粒子等を水系媒体中に分散させることにより得ることができる。水系媒体としては水、あるいは水と、エチルアルコール、エチレングリコール等の水溶性有機溶媒との混合溶液が挙げられ、好ましくは水である。

30

【0028】

顔料分散組成物中の顔料の含有量は、特に規定されないが、乾燥効率を向上し、生産性を高める観点から、50重量%以上が好ましく、50~85重量%がより好ましく、65~85重量%が特に好ましい。また、顔料分散組成物中の本発明の分散剤の含有量は特に規定されないが、無機顔料100重量部に対して通常0.01~10重量部が好ましく、0.05~6重量部がさらに好ましく、0.05~5重量部が特に好ましい。

【0029】

本発明の分散剤を使用して、顔料分散組成物を得る方法としては、通常のスラリー化方法が用いられる。例えば分散剤を溶解した水溶液に顔料を添加して攪拌、混合する方法、顔料に水と分散剤を加えて攪拌、混合する方法等が挙げられる。攪拌、混合する方法としては、例えば高速ディスパー、ホモキサー、ボールミル等一般に用いられる攪拌装置を使用することができる。

40

【0030】

また、顔料の鉱石又は粗粒子を粉碎と同時にスラリー化する場合には、顔料の鉱石又は粗粒子に水と分散剤を添加して、粉碎と同時にスラリー化する方法等が挙げられる。粉碎と同時にスラリー化する方法としてはビーズミル等一般に用いられる湿式粉碎機を使用することができる。

【0031】

50

本発明において、シアの影響によるスラリー粘度の変化を検討する方法としてT I 値（チキソトロピック・インデックス）がある。これは調製したスラリーを一定の温度でB型粘度計にてスラリー粘度を測定するが、その際粘度計のローター回転速度を6 r p mと6 0 r p mでそれぞれ測定し、以下の式で算出するものである。

【0032】

$T I 値 = (6 r p m \text{ で測定時の粘度}) / (6 0 r p m \text{ で測定時の粘度})$

6 0 r p mで測定時の粘度の方がシアがかかる状態であり、T I 値が小さい程シアの影響によるスラリー粘度の変化が少なくなる。T I 値は3以下が好ましく、1 ~ 2 . 5が更に好ましい。

【0033】

本発明の顔料分散組成物においては、T I 値が小さい、即ちスラリー粘度の変化が小さい。このような格別顕著に優れた効果を発現する理由は定かではないが、シアの影響を受けることなくスラリー粘度の変化が小さいという観点においては、おそらく無機顔料に対し、( A ) 成分は表面電位の付与による静電斥力の向上に、( B ) 成分は吸着力の向上にそれぞれ寄与していることに基づくものと考えられる。

【実施例】

【0034】

以下の例において、無機顔料用分散剤の物性は以下の方法で測定した。

【0035】

<重量平均分子量>

G P C (ゲルパーミエーションクロマトグラフィー)により、下記条件で測定した。  
カラム：T S K P W X L + G 4000 P W X L + G 2500 P W X L (いずれも東ソー株式会社製)

カラム温度：4 0

検出器：R I又はU V ( 2 1 0 n m )

溶離液：0 . 2 m o l / L リン酸緩衝液 / アセトニトリル ( 9 / 1 )

流速：1 . 0 m L / m i n

注入量：0 . 1 m L

標準：ポリエチレングリコール

<クレ-分散能>

下記の手順で行った。尚、塩化カルシウム・2水和物を用いた方法がカルシウムイオン8 0 m g / L存在下でのクレ-分散能を、また塩化マグネシウム・6水和物を用いた方法がマグネシウムイオン2 1 m g / L存在下でのクレ-分散能を示す。

1) グリシン6 7 . 5 6 g、塩化ナトリウム5 2 . 6 g及び1 N - N a O H水溶液6 0 m Lにイオン交換水を加えて6 0 0 gとしたグリシン緩衝液を調製する。

2) 塩化カルシウム・2水和物0 . 3 2 6 8 g又は塩化マグネシウム・6水和物0 . 1 9 3 7 gと、1)の調製液6 0 gにイオン交換水を加えて1 0 0 0 gとし、分散液を調製する。

3) 0 . 1重量% (固形分換算)無機顔料用分散剤水溶液を2 0 g調製する。

4) 試験管にJ I S試験用粉体1 , 8種 (関東ロ-ム, 微粒:日本粉体工業技術協会)のクレ-0 . 3 gを入れ、2)の調製液2 7 gと3)の調製液3 gを添加する。

5) 試験管をパラフィルムで密封した後、試験管を振り、試験管の底に塊がなくなったのを確認してから、試験管を上下に2 0回振る。

6) 5)の試験管を直射日光のあたらない所に2 0時間静置する。

7) 2 0時間後、分散液の上澄み5 m Lをホールピペットで2 0 m Lのスクリー管に採取する。

8) U V分光器で透過率 ( T % ) を測定する (波長3 8 0 n m、1 c mセル)。

1 0 0からT %の値を差し引いた値をクレ-分散能 (濁度)とする。

【0036】

<カルシウムイオン捕捉能>

10

20

30

40

50

1) カルシウムイオン標準水溶液を調製する。

【0037】

0.01 mol/Lカルシウムイオン水溶液：塩化カルシウム二水和物 1.4701 g をイオン交換水 1 kg に溶解したもの

0.001 mol/Lカルシウムイオン水溶液：上記 0.01 mol/Lカルシウムイオン水溶液 100 g にイオン交換水を加えて 1 kg にしたもの

0.0001 mol/Lカルシウムイオン水溶液：上記 0.001 mol/Lカルシウムイオン水溶液 10 g にイオン交換水を加えて 100 g にしたもの

2) 100 mL ビーカーに無機顔料用分散剤を固形分換算で 10 mg 及び 0.001 mol/L のカルシウムイオン水溶液 50 g を加える。

10

3) 1)の各水溶液 50 g と 2)の水溶液をマグネチックスターラーで攪拌する。

4) 3)の各水溶液に pH が 9 ~ 11 になるように 4.8 重量% NaOH 水溶液を加える。

5) 4)の各水溶液に、4 M - KCl 水溶液を 1 mL 加える。

6) オリオン社製イオンアナライザー EA920 を用いて、オリオン社製カルシウムイオン電極 93-20 によりカルシウムイオン量を測定する。

7) 検量線から無機顔料用分散剤により捕捉されたカルシウムイオン量を測定し、分散剤の固形分 1 g 当たりの捕捉量を炭酸カルシウム換算の mg 数で表し、その値をカルシウムイオン捕捉能とする。

【0038】

製造例 1

20

攪拌機、温度計、還流冷却管、窒素導入管、滴下ロートを備えた反応容器に、マレイン酸無水物 49.0 g 及びイオン交換水 54.3 g を仕込み、75 に加熱後、30 重量% NaOH 水溶液 133.3 g を滴下し、マレイン酸 Na 塩水溶液とした。次に窒素気流下で 100 まで加熱した後、この温度を維持しながら、80 重量% アクリル酸水溶液 225.3 g 及び 35 重量% 過酸化水素水溶液 109.3 g をそれぞれ別の滴下ポートから 3 時間かけて滴下し重合反応を行った。滴下終了後、100 で 7 時間熟成し重合反応を完結させた。反応終了後、冷却し、約 60 を保持しながら pH が 6 ~ 8 となるように 30 重量% NaOH 水溶液で中和して、アクリル酸 マレイン酸共重合体のナトリウム塩を得た。これを共重合体 A1 という。

【0039】

30

製造例 2

表 1 に示すモノマーを用い、製造例 1 と同様にして共重合体 A2 ~ A13 を得た。

【0040】

製造例 1 ~ 2 で得られた共重合体 A1 ~ A13 のモノマー組成、重量平均分子量 (Mw)、数平均分子量 (Mn) 及び Mw/Mn をまとめて表 1 に示す。尚、共重合体 A1 ~ A8, A10, A11 及び A13 が本発明の (A) 成分である。

【0041】

【表 1】

		モノマー組成*1 (モル比)	重量平均 分子量 (Mw)	数平均 分子量 (Mn)	Mw/Mn
共 重 合 体	A1	AA/MA=83/17	40000	32300	1.24
	A2	AA/MA=90/10	28100	20400	1.28
	A3	AA/MA=89/11	30400	23000	1.32
	A4	AA/MA=76/24	51200	37600	1.36
	A5	AA/MA=83/17	45700	32400	1.41
	A6	MAA/MA=85/15	59300	46700	1.27
	A7	AA/IA=81/19	54800	39400	1.39
	A8	MAA/IA=82/18	35600	25100	1.42
	A9	AA/MA=97/3	24500	15200	1.61
	A10	AA/MA=83/17	38900	26500	1.47
	A11	AA/MA=85/15	35500	15700	2.26
	A12	AA/MA=70/30	39600	30500	1.30
	A13	AA/MA=83/17	41300	31100	1.33

\*1 AA:アクリル酸、MAA:メタクリル酸、MA:マレイン酸、IA:イタコン酸を示す。

## 【0042】

## 製造例 3

攪拌機、温度計、還流冷却管、窒素導入管、滴下ロートを備えた反応容器に、マレイン酸無水物 149.6 g 及びイオン交換水 261.8 g を仕込み、75 に加熱後、30 重量% NaOH 水溶液 231.4 g を滴下し、マレイン酸 Na 塩水溶液とした。次に窒素気流下で 100 まで加熱した後、この温度を維持しながら、80 重量% アクリル酸水溶液 172.1 g 及び 35 重量% 過酸化水素水溶液 30.3 g をそれぞれ別の滴下ルートから 3 時間かけて滴下し重合反応を行った。滴下終了後、100 で 7 時間熟成し重合反応を完結させた。反応終了後、冷却し、約 60 を保持しながら pH が 6 ~ 8 となるように 30 重量% NaOH 水溶液で中和して、アクリル酸 マレイン酸共重合体のナトリウム塩を得た。これを共重合体 B 1 という。

## 【0043】

## 製造例 4

表 2 に示すモノマーを用い、製造例 3 と同様にして共重合体 B 2 ~ B 13 を得た。

## 【0044】

製造例 3 ~ 4 で得られた共重合体 B 1 ~ B 13 のモノマー組成、重量平均分子量 (Mw)、数平均分子量 (Mn) 及び Mw/Mn をまとめて表 2 に示す。尚、共重合体 B 1 ~ B 9 及び B 13 が本発明の (B) 成分である。

## 【0045】

10

20

30

40

【表 2】

		モノマー組成* <sup>1</sup> (モル比)	重量平均 分子量 (Mw)	数平均 分子量 (Mn)	Mw/Mn
共 重 合 体	B1	AA/MA=55/45	39500	29300	1.35
	B2	AA/MA=48/52	58300	42600	1.37
	B3	AA/MA=60/40	25600	18300	1.40
	B4	AA/MA=48/52	32400	23500	1.38
	B5	AA/MA=62/38	54100	37800	1.43
	B6	AA/MA=60/40	41700	30000	1.39
	B7	AA/MA=51/49	46200	32100	1.44
	B8	AA/IA=57/43	50900	33700	1.51
	B9	AA/MA=48/52	55800	34900	1.60
	B10	AA/MA=45/55	61700	40600	1.52
	B11	AA/MA=50/50	21500	9400	2.29
	B12	AA/MA=64/36	40300	27000	1.49
	B13	MAA/MA=55/45	37000	27200	1.36

\*1 AA:アクリル酸、MAA:メタクリル酸、MA:マレイン酸、IA:イタコン酸を示す。

## 【0046】

## 実施例 1

製造例で得られた共重合体 A 1 ~ A 1 3 と共重合体 B 1 ~ B 1 3 とを、表 3 に示す割合  
30  
で配合し、本発明の分散剤 1 ~ 8 及び比較分散剤 1 ~ 6 を得た。

## 【0047】

得られた分散剤のカルシウムイオン又はマグネシウムイオン存在下でのクレー分散能、  
及びカルシウムイオン捕捉能をまとめて表 3 に示す。

## 【0048】

【表 3】

		(A)成分	(B)成分	(A)/(B) 重量比	クレー分散能		Caイオン捕捉能 (mgCaCO <sub>3</sub> /g)
					Caイオン存在下 (%)	Mgイオン存在下 (%)	
分散 剤	1	A2	B2	50/50	27	52	365
	2	A3	B3	90/10	41	59	287
	3	A4	B4	80/20	23	50	371
	4	A1	B1	70/30	33	51	346
	5	A5	B5	60/40	28	52	368
	6	A6	B6	85/15	29	48	378
	7	A7	B7	75/25	27	50	362
	8	A8	B8	95/5	30	53	314
比較 分散 剤	1	A9	B9	80/20	46	63	291
	2	A10	B10	30/70	14	32	440
	3	A11	B11	50/50	28	53	340
	4	A12	B12	60/40	26	51	398
	5	A13	—	100/0	42	53	331
	6	—	B13	0/100	14	49	394

10

20

## 【0049】

## 実施例 2

ディスポビーカー 300 mL に平均粒径が 0.4 μm の酸化チタン 148 g、及びスラリー濃度が 75 重量% になるようにイオン交換水と、分散剤 1～8 又は比較分散剤 1～6 (酸化チタン 100 重量部に対して 1 重量部) を仕込んだ後、特殊機化工業株式会社製のホモディスペーで攪拌 (2500 rpm × 2 分間) し、スラリー (顔料分散組成物) を調製した。得られたスラリーを株式会社東京計器製の B 型粘度装置を用いて 25 における B 粘度をローターの回転速度 6 rpm、60 rpm でそれぞれ 1 分後に測定した。また得られた粘度値から TI 値を算出した。結果を表 4 に示す。実施例においては、ローターの回転速度 6 rpm 及び 60 rpm で測定したときのスラリー粘度の値は共に低く、かつ、TI 値が 3 以下であり、良好な顔料分散組成物が得られていることがわかる。

30

## 【0050】

【表 4】

		スラリーのB粘度(mPa·s)		TI値
		ロータ-6rpm	ロータ-60rpm	
分散剤	1	221	96	2.30
	2	260	110	2.36
	3	192	85	2.26
	4	144	67	2.15
	5	165	74	2.23
	6	237	102	2.32
	7	254	108	2.35
	8	213	93	2.29
比較分散剤	1	780	209	3.73
	2	752	205	3.67
	3	1590	296	5.37
	4	1010	252	4.01
	5	1140	270	4.22
	6	1250	288	4.34

10

20

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J002 BG01W BH02X FD096  
4J037 AA08 CC16 CC17