

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4972540号
(P4972540)

(45) 発行日 平成24年7月11日(2012.7.11)

(24) 登録日 平成24年4月13日(2012.4.13)

(51) Int.Cl.

F I

C O 9 D 11/02 (2006.01)

C O 9 D 11/02

請求項の数 17 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2007-505609 (P2007-505609)	(73) 特許権者	596024024
(86) (22) 出願日	平成17年3月17日 (2005.3.17)		サン・ケミカル・コーポレーション
(65) 公表番号	特表2007-531804 (P2007-531804A)		アメリカ合衆国 ニュージャージー州 O
(43) 公表日	平成19年11月8日 (2007.11.8)		7024 フォート リー ブリッジ プ
(86) 国際出願番号	PCT/GB2005/000990		ラザ サウス 222
(87) 国際公開番号	W02005/097919	(74) 代理人	100140109
(87) 国際公開日	平成17年10月20日 (2005.10.20)		弁理士 小野 新次郎
審査請求日	平成20年3月14日 (2008.3.14)	(74) 代理人	100089705
(31) 優先権主張番号	0407701.2		弁理士 社本 一夫
(32) 優先日	平成16年4月5日 (2004.4.5)	(74) 代理人	100075270
(33) 優先権主張国	英国 (GB)		弁理士 小林 泰
		(74) 代理人	100080137
			弁理士 千葉 昭男
		(74) 代理人	100096013
			弁理士 富田 博行

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 接着促進化合物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

印刷インク剤に使用するのに適切な、印刷インクの基材への接着を促進するための接着促進剤であって、

(a) ヒドロキシル基を有するポリマー又は合成樹脂の溶液を、P-OH基を有する有機リン化合物又はその塩と混合し、そして

(b) (a) で形成された混合物を、ハロゲン化チタン、チタンアルコキシド、チタンハロ-アルコキシド又は縮合チタンアルコキシドからなる群の一つ以上から選ばれるチタン化合物と混合した

生成物を含む接着促進剤。

【請求項 2】

有機リン化合物が、リン酸エステル又はその塩、ホスホン酸エステル又はその塩、アルキルもしくはアリールピロホスフェート、アルキルもしくはアリールホスホン酸又はそのアルキルもしくはアリールエステル又はその塩、ジアルキルもしくはアリールホスフィン酸又はその塩、又は前述の化合物の二つ以上の混合物から選ばれる、請求項 1 に記載の接着促進剤。

【請求項 3】

有機リン化合物が、ジアルキルホスフェート、ジアリールホスフェート、モノアルキルホスフェート、モノアリールホスフェート、又はジアルキルホスフェート、ジアリールホスフェート、モノアルキルホスフェート及びモノアリールホスフェートの二つ以上の混合

物を含む、請求項 2 に記載の接着促進剤。

【請求項 4】

有機リン化合物が、モノもしくはジアルキルホスフェート、又はモノ及びジアルキルホスフェートの混合物を含む、請求項 3 に記載の接着促進剤。

【請求項 5】

有機リン化合物が、式 $(R^1O)PO(OH)_2$ を有するモノアルキルホスフェート又は式 $(R^2O)(R^3O)PO(OH)$ を有するジアルキルホスフェート（式中、 R^1 、 R^2 及び R^3 はそれぞれ通常 8 個までの炭素原子を含有する直鎖又は分枝アルキル基を表す）、又は前記モノ及びジアルキルホスフェートの混合物を含む、請求項 4 に記載の接着促進剤。

10

【請求項 6】

樹脂が、印刷インクに使用するのに適切な合成ヒドロキシル含有樹脂である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の接着促進剤。

【請求項 7】

ヒドロキシル含有樹脂が、 $mg\ KOH/g$ で 100 ~ 500 のヒドロキシル価を有する（DIN 53 240 による試験）、請求項 6 に記載の接着促進剤。

【請求項 8】

ヒドロキシル含有樹脂が、 $mg\ KOH/g$ で 200 ~ 400 のヒドロキシル価を有する（DIN 53 240 による試験）、請求項 6 に記載の接着促進剤。

【請求項 9】

20

チタン化合物が、一般式 $Ti(OR)_4$ を有するチタンアルコキシドであり、式中、 R は 1 ~ 8 個の炭素原子を有するアルキル基で、各 R 基は互いの R 基と同じ又は異なっている、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の接着促進剤。

【請求項 10】

ステップ (a) で使用される樹脂とステップ (b) で使用されるチタン化合物の量が、0.25 : 1 ~ 4 : 1 の範囲の $OH : Ti$ のモル比を提供し、ここで、 OH の含有量は、 $mg\ KOH/g$ で表された樹脂のヒドロキシル価をもとに計算した樹脂成分由来の OH の量である、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の接着促進剤。

【請求項 11】

ステップ (a) で使用される有機リン化合物とステップ (b) で使用されるチタン化合物の量が、0.25 : 1 ~ 2 : 1 の範囲の $P - OH$ 及び / 又は $P - OM$ 基 : Ti 原子のモル比を提供するように選ばれる、請求項 1 ~ 10 のいずれか一項に記載の接着促進剤。

30

【請求項 12】

ステップ (a) で使用される有機リン成分とステップ (b) で使用されるチタン化合物の量が、10 : 1 ~ 0.5 : 1 の範囲の $P : Ti$ のモル比を提供する、請求項 1 ~ 11 のいずれか一項に記載の接着促進剤。

【請求項 13】

印刷インクであって、

i) 少なくとも一つの高分子バインダと、

ii) 前記高分子バインダ用の溶媒と、そして

iii) 請求項 1 ~ 11 のいずれか一項に記載の接着促進剤と

40

を含む印刷インク。

【請求項 14】

染料又は顔料をさらに含む、請求項 13 に記載の印刷インク。

【請求項 15】

接着促進剤が、インクの総重量を基にして 1 ~ 20 重量 % の濃度で存在する、請求項 13 又は請求項 14 に記載の印刷インク。

【請求項 16】

接着促進剤が、インクの総重量を基にして 1 ~ 6 重量 % の濃度で存在する、請求項 15 に記載の印刷インク。

50

【請求項 17】

請求項 1 ~ 12 のいずれか一項に記載の接着促進化合物の製造法であって、

(a) ヒドロキシル基を有するポリマー又は合成樹脂の溶液を、P - OH 基を有する有機リン化合物又はその塩と混合するステップと、そして

(b) (a) で形成された混合物を、ハロゲン化チタン、チタンアルコキシド、チタンハロ - アルコキシド又は縮合チタンアルコキシドからなる群の一つ以上から選ばれるチタン化合物と混合するステップと

を含む製造法。

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

10

【0001】

本発明は、接着促進剤、特に印刷インクの該インクが適用される基材への接着を促進するための接着促進剤、及び該接着促進剤を含有する印刷インク剤に関する。

接着促進化合物は、インクと該インクが印刷される基材との間の接着を増進するために商業用インク剤に使用されている。接着不良は、印刷工程における困難や印刷物の不慮の剥離をもたらす。プラスチック製の食品包装材への印刷は汎用されており、そのような用途では、印刷されたインクが包装材上に留まり、インク組成物の一部が製品を汚染しないことが特に重要である。

【0002】

チタン化合物系の接着促進剤は知られており、何年も商業的に使用されている。チタンアセチルアセトネートのような単純チタン化合物は、インクと基材間の良好な接着を提供するが、該化合物はインクに望ましくない黄ばみを付与しがちである。GB - A - 2161811には、チタンオルトエステルと少なくとも一つモノアルキルホスフェート（例えばモノアルキルホスフェートとジアルキルホスフェートの混合物）との反応生成物を含む有機チタネートの接着促進剤が記載されている。前記アルキル基は6個までの炭素原子を含有し、前記生成物中のP : Tiの総モル比は2未満である。そのような組成物は、前述のチタン化合物より黄変がずっと少なく効果的な接着促進を提供し、市場で成功を収めている。

20

【0003】

我々は今回、改良された性質を有する接着促進剤を見出した。

30

本発明に従って、我々は、印刷インク剤に使用するのに適切な、印刷インクの基材への接着を促進するための接着促進剤を提供する。該接着促進剤は、

(a) ポリマー又は合成樹脂の溶液を有機リン化合物と混合し、そして

(b) (a) で形成された混合物を、ハロゲン化チタン、チタンアルコキシド、チタンハロ - アルコキシド又は縮合チタンアルコキシドからなる群の一つ以上から選ばれるチタン化合物と混合した

生成物を含む。

【0004】

本発明の第二の側面に従って、我々は印刷インクを提供する。該インクは、

i) 高分子バインダと、

40

ii) 前記高分子バインダ用の溶媒と、そして

iii) 印刷インクの基材への接着を促進するための、

(a) ポリマー又は合成樹脂の溶液を有機リン化合物と混合し、そして

(b) (a) で形成された混合物を、ハロゲン化チタン、チタンアルコキシド、チタンハロ - アルコキシド又は縮合チタンアルコキシドからなる群の一つ以上から選ばれるチタン化合物と混合した生成物を含む接着促進剤と

を含む。

【0005】

本発明の第三の側面に従って、我々は接着促進化合物の製造法を提供する。該製造法は、

50

(a) ポリマー又は合成樹脂の溶液を有機リン化合物と混合するステップと、そして
(b) (a) で形成された混合物を、ハロゲン化チタン、チタンアルコキシド、チタンハロ - アルコキシド又は縮合チタンアルコキシドからなる群の一つ以上から選ばれるチタン化合物と混合するステップとを含む。

【0006】

本明細書において、“接着促進剤”及び“接着促進化合物”という用語は本質的に同じ意味を有し、互換的に使用されうる。

ポリマー又は合成樹脂は、好ましくは、印刷インクに使用するのに適切なヒドロキシル含有樹脂である。適切なヒドロキシル含有樹脂は、好ましくは、約100～約500、特に約200～約400mg KOH/gのヒドロキシル価を有する(DIN 53 240による試験)。適切な合成樹脂の例は、ケトン - アルデヒド樹脂、特にケトン - ホルムアルデヒド樹脂、例えば水素化アセトフェノンホルムアルデヒド縮合樹脂、シクロヘキサノン - ホルムアルデヒド縮合樹脂及びウレタン変性ケトンアルデヒド樹脂などである。そのような樹脂は、例えば、Degussa AG社よりSynthetic Resins 1201、CA及びSKとして入手できる。

【0007】

ポリマー又は合成樹脂は、アルコール又はエステル、例えば酢酸プロピル、酢酸エチル、エタノール又はそれらの混合物のような適切な溶媒に溶解される。該溶液は、好ましくは約10%～約70重量%の樹脂、特に20%～60重量%の樹脂を含有する。使用される樹脂の量は、溶媒中のその溶解度及び最終的な接着促進化合物の流動度によって異なる。

【0008】

有機リン化合物は、好ましくは、ジアルキルホスフェート、ジアリールホスフェート、モノアルキルホスフェート、モノアリールホスフェート、又はジアルキルホスフェート、ジアリールホスフェート、モノアルキルホスフェート及びモノアリールホスフェートの二つ以上の混合物を含むリン酸エステル又はその塩、アルキルもしくはアリールホスホネート又はその塩を含むホスホン酸エステル又はその塩、アルキルもしくはアリールピロホスフェート、アルキルもしくはアリールホスホン酸又はそのアルキルもしくはアリールエステル又はその塩、ジアルキルもしくはアリールホスフィン酸又はその塩、から選ばれる。いずれの場合も有機リン化合物は、P - OH基、すなわち酸性基、又はその塩、すなわちP - O⁻M⁺基(Mは金属又はアンモニウム)を含有する。適切な塩は、アルカリ金属、アルカリ土類金属又はアンモニウム(アルキルアンモニウムを含む)塩、例えばNa⁺又はNR₄⁺(RはH又はアルキル)である。好適な有機リン化合物は、反応性の酸部位、すなわちP - OH基を有するが、有機リン化合物が極めて酸性の場合、塩のほうが好適なこともある。有機リン化合物は、前記化合物の二つ以上の混合物であってもよい。簡明な説明のために、以後有機リン化合物の反応性基を示すのにP - OH基を引き合いに出すが、これを以てP - OH基の塩を除外していると受け取るべきではない。

【0009】

有機リン化合物は好ましくはアルキルホスフェート化合物である。これは、モノ又はジアルキルホスフェートでありうるか、又は便宜的にモノ及びジアルキルホスフェートの混合物である。そのような混合物のほうが純粋なモノ又はジアルキルホスフェートよりも入手しやすい。モノアルキルホスフェートは一般的に式(R¹O)PO(OH)₂を有する。ジアルキルホスフェートは一般的に式(R²O)(R³O)PO(OH)を有する。R¹、R²及びR³はそれぞれ通常8個までの炭素原子を含有する、好ましくは5個までの炭素原子を含有する直鎖又は分枝アルキル基を表す。通常、R¹、R²及びR³は同一であるが、必ずしも同一というわけではない。好ましくは、R¹、R²及びR³は、n - ブチル、sec - ブチル、tert - ブチル、イソプロピル、n - プロピル、エチル、メチル、フェニル、アミル及びエチルヘキシルから選ばれる。

【0010】

ホスホン酸エステル、ホスホン酸、ホスフィン酸又はそれらの塩は、アルキルもしくはアリールホスホネート、ホスホン酸又はそれらの塩を含み、一般的に式 $(R^4)_n PO(OR^5)_{2-n}(OH)$ を有する。式中、 R^4 及び R^5 はそれぞれ水素原子又はアリール基又は8個までの炭素原子を含有する、好ましくは5個までの炭素原子を含有するアルキル基を表し、 n は1又は2である。

【0011】

チタン化合物は、チタンのハロゲン化物、アルコキシド、ハロ-アルコキシド又は縮合チタンアルコキシド、又は二つ以上のこれらの化合物である。好ましくは、チタン化合物は、一般式 $Ti(OR)_4$ を有するチタンアルコキシドであり、式中、 R は好ましくは1~8個の炭素原子を有するアルキル基である。各 R 基は他の R 基と同じ又は異なっていてよい。特に適切なアルコキシドは、テトライソプロポキシチタン、テトラ- n -ブトキシチタン及びテトラエトキシチタンなどである。

10

【0012】

縮合アルコキシドは、典型的にはチタンアルコキシドの注意深い加水分解によって製造され、式 $R^6 O [Ti(OR^6)_2 O]_n R^6$ で表すことができる。式中、 R^6 はアルキル基を表す。好ましくは n は20未満で、さらに好ましくは10未満である。好ましくは R^6 は1~6個の炭素原子を含有する。有用な縮合アルコキシドは、ポリブチルチタネート及びポリイソプロピルチタネートとして知られる化合物などである。

【0013】

接着促進剤の製造に使用される樹脂溶液、チタン化合物及び有機リン化合物の量は、選択した化合物の性質によって多少異なる。チタン化合物と樹脂の量は、0.25:1~4:1、さらに好ましくは0.5~2:1の範囲の $OH:Ti$ のモル比を提供するのが好ましい。 OH の含有量は、 $mg KOH/g$ で表された樹脂のヒドロキシル価をもとに計算した樹脂成分由来の OH の量である。

20

【0014】

使用される有機リン化合物とチタン化合物の量は、好ましくは、0.25~2:1の範囲の $P-OH$ 基(及び/又は塩を使用する場合、 $P-OM$ 基): Ti 原子のモル比を提供するように選ばれる。1~1.75:1の範囲であることが多い。使用されるチタン化合物と有機リン成分の量は、10:1~0.5:1の範囲の $P:Ti$ のモル比を提供するのが好適であるが、この範囲は必要に応じてこれより多い又は少ない P を提供するために変動することもある。 $P:Ti$ のモル比は0.5:1~2:1の範囲にあることが多いと思われる。 P 原子のモル数は $P-OH$ 基のモル数と同じである必要はないことに注意する。なぜならば、1個の有機リン分子は、前述のように1~3個、通常1~2個の遊離 $P-OH$ 基を有しうるからである。例えばアルキルリン酸エステルの場合、市販品は通常モノアルキル及びジアルキルホスフェートの混合物であるが、 $P-OH$ 基を持たないトリアルキルホスフェートをいくらか含有することもある。トリアルキルホスフェートは、従ってチタン化合物と結合しないが、それでもなお反応混合物中には存在しうる。

30

【0015】

接着促進剤は、まず樹脂溶液を有機リン化合物と混合し、得られた混合物をチタン化合物と混合することによって製造される。チタン化合物を樹脂溶液と有機リン化合物の混合物に加えるのが好適である。樹脂溶液と有機リン化合物の混合物をチタン化合物に加えることも可能ではあるが、あまり好ましくない。樹脂溶液と有機リン化合物の混合は、目に見える色の変化又は発熱を伴い、混合物の成分間の反応を示す。樹脂/有機リン化合物の混合物とチタン化合物の反応は通常発熱性で、混合物の増粘ももたらす。発熱は、反応混合物の冷却や、チタン化合物をゆっくり注意深く添加することによって制御できる。増粘が発生した場合、より多くのチタン化合物を添加すれば混合物の粘度が低下することが多い。

40

【0016】

本発明の接着促進剤は、例えば金属用などの様々なコーティング組成物に有用でありうるが、架橋可能で適当な有機溶媒に溶解する高分子バインダを含有するフレキシソ印刷及び

50

グラビア印刷用のインクに特に有用である。本発明の印刷インクも典型的にはこのタイプのものである。そのようなインクに使用される典型的なバインダは、ニトロセルロース又はエステルタイプの変性セルロース、例えばセルロースアセテートプロピオネート系のものである。そのような高分子バインダは、しばしば、ポリアミド、ポリウレタン又はその他の樹脂との混合形で使用される。インクは、通常、一つ以上の顔料及び／又は一つ以上の染料も含有する。使用できる典型的な顔料は、着色無機顔料、白色無機顔料及び着色有機顔料である。有機染料は、インクを適切な色にするのに使用でき、二酸化チタンのような不透明化白色無機顔料と併用される。本発明の印刷インクは必ずしも顔料及び／又は染料を含む必要はない。顔料又は染料が存在しない場合、該インク組成物はしばしばワニスと呼ばれる。ワニスは、基材に無着色状態で塗布するために調製されてもよいし、顔料又は染料の添加によって後で着色インク又はコーティングにするための配合物として調製されてもよい。この場合、顔料又は染料は、類似のインク組成物に使用されるのと同じ量のコンセントレート又はマスターバッチとして分散させればよい。本発明のインクは、スリップ補助剤及び可塑剤のようなその他の添加剤を含有することもできる。

【 0 0 1 7 】

本発明のインクは、通常、インクの総重量の 1 0 重量 % までの量、好ましくはインクの 1 ~ 6 重量 % の量の接着促進剤を含有する。我々は、本発明の接着促進剤は特に効果的であるがゆえに、公知の接着促進剤より低濃度で使用できることを見出した。従って、用途によっては、接着促進剤はインクの総重量の 1 ~ 3 % の量でインクに添加されることもある。接着促進剤をマスターバッチ組成物に入れて使用する場合、その濃度はずっと高く、例えば最大 2 0 % になりうるが、これは通常印刷前にインクのその他の成分で希釈されることになる。

【 0 0 1 8 】

本発明のインクは、包装、特に食品包装に使用されるようなプラスチック材料、特にフィルムで作られた基材に印刷するのに特に有用である。そのような基材の例は、ポリエステル、ポリエチレン又は同時押出ポリプロピレン / ポリエチレンフィルム又はシート及びポリビニリデンジクロリド被覆プラスチック材料などである。このリストは制限を意図しているのではない。

インク接着試験

試験される接着促進化合物を TiO_2 系インクに加えて 3 重量 % の接着促進化合物を含有する混合物を製造した。インクの引落しは、コロナ放電処理ポリプロピレンフィルム上にナンバー 2 K - バーを用いて行った。フィルムを、6 0 のシリカバーの上を 4 回通過させて乾燥させ、その後、5 0 mm 幅の赤色不透明 Scapa テープ “Cellulose Splice Red Tape Type 1112” を用いてテープ接着試験を実施した。結果は、接着テープ除去後に試験領域に残るインクのパーセント割合によって決定する。比較する 2 種類のインクを同じ基材フィルムに並列して塗布し、試験条件の同一性を確保するために 1 片の接着テープを両印刷サンプルを覆うように貼る。この試験シリーズで、一つのインクサンプルは表に記載の接着促進剤を含有していたが、他方のインクは接着促進剤を含有しない対照であった。その後、基材上に残った各タイプのインクの量が直接比較できる。

試験インク

標準の試験インクは下記成分を用いて製造する。数字は重量部。

成分	溶液 1	溶液 2
変性アルコール	6 2 . 6	7 5 . 2
酢酸エチル	9 3 . 9	1 1 2 . 7
ニトロセルロース D L X 3 / 5 *	5 7 . 4	6 8 . 9
U N I R E Z 7 1 0 * *	-	1 0 . 0
S K 樹脂 * * *	-	2 5 . 1
T i O 2 顔料	3 6 5 . 4	-

溶液 2	2 4 3 . 2	-
ポリウレタン樹脂 * * * *	1 7 7 . 5	-
合計	1 0 0 0 . 0	

* Nobel Enterprises社製

* * Union Camp Corp社製

* * * Degussa AG社製

* * * * Cray Valley Ltd社製のUnithane™671S

溶液 1 及び 2 を調製する。TiO₂ を溶液 1 に加え、分散させる。溶液 2 をミルベースに加え、混合する。PUを加え、混合する。ろ過し、50 : 50 の酢酸エチル / アルコールで印刷粘度に調整する (No. 2 の Zahn カップで約 25 秒)。接着促進剤をインクの最終成分として添加し、混合する。

【0019】

記載の全実施例の組成物において、使用したリン酸エステルは、モル比約 1 : 1 のモノアルキル及びジアルキルエステルの混合物として供給されている市販品である。

実施例 1

Degussa AG 社より入手した、ヒドロキシル価約 325 (製造業者のデータシートによる) の “Synthetic Resin SK” (登録商標) の 50% (w/w) 溶液を酢酸 n - プロピル中に製造した。この溶液は以後 SK50 溶液と呼ぶ。87.7 g の SK50 溶液に 50.7 g (0.25 モル) のアミル酸ホスフェート (約 1 : 1 のモノ及びジエステル) を混合しながら加えた。溶液はごく薄い黄色からオレンジ色に変化した。全てのホスフェートを樹脂溶液に加え、該溶液を 5 分間混合した後、71 g (0.25 モル) のテトラ (イソプロピル) チタネート (Johnson Matthey Catalysts 社より入手した VERTEC (登録商標) T IPT) を該オレンジ色溶液に混合しながらゆっくり加えた。混合物は T IPT の添加で増粘したが、添加の進行につれてさらさらになった。添加が完了したら生成物をさらに 5 分間混合し、その後気密サンプル容器に移した。次に該サンプル生成物を上記の試験インク剤に加え、上記インク試験に記載のように接着促進効果について試験し評価した。結果を表 1 に示す。

実施例 2 ~ 7

接着促進剤を実施例 1 に記載の一般法を用いて製造した。成分については表 1 に示した成分を使用した。

実施例 3 では、87 g の代わりに 43.5 g の SK 樹脂溶液しか使用しなかった。

実施例 4 では、SK 樹脂の代わりに Degussa AG 社より入手した、ヒドロキシル価約 200 (製造業者のデータシートによる) の Synthetic Resin 1201 (登録商標) を 50% (w/w) 溶液として用いた。

すべての接着促進剤生成物とも黄 - オレンジ色に着色していた。

実施例 8

本発明の接着促進剤を実施例 1 に記載の一般法を用いて製造した。ただし、樹脂溶液は、24.5 g の市販のニトロセルロース樹脂 (ヒドロキシル価約 67) を、42 g のエタノール / 酢酸エチル混合物 (TSDA として知られる変性アルコール) と 63 g の酢酸 n - プロピルを含有する溶媒混合物中に溶解して製造した。溶液はオレンジ - ブラウン色であった。

【0020】

10

20

30

40

【表 1】

表 1

接着促進剤	樹脂	溶媒	有機リン化合物	Ti化合物	試験結果 (%)
なし					20
実施例 1	SK50	酢酸 n - プロピル	アミル酸ホスフェート	TIPT	98
実施例 2*	SK50	酢酸 n - プロピル	イソプロピルホスフェート	TIPT	98
実施例 3	SK50 (43.5 g)	酢酸 n - プロピル	アミル酸ホスフェート	TIPT	98
実施例 4	1201***	酢酸エチル	アミル酸ホスフェート	TIPT	95
実施例 5	SK50	酢酸 n - プロピル	アミル酸ホスフェート	テトラ(エチル) チタネート	95
実施例 6	SK50	酢酸 n - プロピル	アミル酸ホスフェート	テトラ(n -ブチル) チタネート	95
実施例 7**	SK50	酢酸 n - プロピル	ブチル酸ホスフェート	TIPT	95
実施例 8	N/C	TSDA + 酢酸 n - プロピル	アミル酸ホスフェート	TIPT	90
VERTEC™ PI2					95

注：* 実施例 2 は濁った液体であった。

** 実施例 7 はいくらか固体を含有する透明液体であった。

【0021】

実施例 9 実施例 1～8 の接着促進剤を含有するインクの試験

試験インクを前述の手順に従って製造し試験した。表 1 の結果は、本発明の接着促進剤を 3 重量 % の濃度で含有するインクの接着を示す。同じ添加濃度の VERTEC P12 接着促進剤 (> 8.5 重量 % のチタンを含有する) を用いた比較例は、本発明の接着促進剤を含有するインクの接着が、市販の接着促進剤を含有するインクの接着と少なくとも同程度に良好であることを示している。しかしながら、P12 接着促進剤は、白色の試験インクが黄変しやすく、いくらか残留臭気があるという欠点を有する。

【0022】

印刷された試験インク及び VERTEC P12 を含有するか又は接着促進剤を含有しない比較インクの色を比色計を用いて測定し、CieLab 表色系の色値を決定した。結果を表 2 に示す。この表は各サンプルについて測定した a (赤) 及び b (黄) 値を示している。結果は、VERTEC P12 は、添加剤を含まないインクと比べて緑 (-a) と黄 (b) の増加を起こしていることを示している。実施例 1 の接着促進剤を用いて製造したインクは測定した色に実質的に影響を及ぼしていないことを示している。

【0023】

【表 2】

表 2

接着促進剤	a 値	b 値
なし	-0.44	0.80
VERTEC PI2	-0.59	1.23
実施例 1	-0.43	0.73

10

【0024】

実施例 1 の接着促進剤を 3 % の濃度で使用し、比較の市販 V E R T E C P 1 2 を試験インクに 2 % の濃度で加えた（すなわち、各インクのチタン量がほぼ同じになるような量）更なるセットのインク試験を実施した。結果は、V E R T E C P 1 2 促進インクは 80 % の接着を提供したのに対し、本発明の接着促進剤を含有するインクは 98 % の接着をみせたことを示した。

フロントページの続き

(74)代理人 100133765

弁理士 中田 尚志

(72)発明者 ダンカン, ロバート・ヒューム

イギリス国クリーブランド ティーエス 19・7ディーイー, ストックトン・オン・ティーズ, フェアフィールド, ライム・グローブ 29

審査官 仁科 努

(56)参考文献 特開平 10 - 067959 (JP, A)

特開昭 61 - 044893 (JP, A)

特開昭 61 - 037851 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09D 11/02