

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4844397号  
(P4844397)

(45) 発行日 平成23年12月28日 (2011.12.28)

(24) 登録日 平成23年10月21日 (2011.10.21)

(51) Int. Cl. F I  
**C 0 9 K 3/00 (2006.01)** C O 9 K 3/00 1 O 3 M  
**C 1 1 B 15/00 (2006.01)** C O 9 K 3/00 1 O 3 K  
**C 0 9 K 3/32 (2006.01)** C 1 1 B 15/00  
C O 9 K 3/32 R

請求項の数 13 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2006-544795 (P2006-544795)	(73) 特許権者	000168414
(86) (22) 出願日	平成17年9月27日 (2005.9.27)		荒川化学工業株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2005/017746		大阪府大阪市中央区平野町 1 丁目 3 番 7 号
(87) 国際公開番号	W02006/051653	(74) 代理人	110000729
(87) 国際公開日	平成18年5月18日 (2006.5.18)		特許業務法人 ユニアス国際特許事務所
審査請求日	平成20年3月6日 (2008.3.6)	(74) 代理人	100105717
(31) 優先権主張番号	特願2004-327353 (P2004-327353)		弁理士 尾崎 雄三
(32) 優先日	平成16年11月11日 (2004.11.11)	(74) 代理人	100104422
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 梶崎 弘一
(31) 優先権主張番号	特願2005-114459 (P2005-114459)	(74) 代理人	100104101
(32) 優先日	平成17年4月12日 (2005.4.12)		弁理士 谷口 俊彦
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	恵崎 陽一郎
			茨城県つくば市大久保5番地 荒川化学工業株式会社筑波研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ゲル化剤組成物、有機溶剤および／または油脂類のゲル化方法、有機溶剤および／または油脂類の吸収体ならびに有機溶剤および／または油脂類の処理方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ゲル化剤組成物および水の存在下、ゲル化対象物である有機溶剤および／または油脂類をゲル化させる有機溶剤および／または油脂類のゲル化方法であって、

前記ゲル化組成物は、樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種、ならびにアルカリ土類金属化合物の混合物を含有する、

但し、前記アルカリ土類金属化合物は、アルカリ土類金属酸化物およびアルカリ土類金属水酸化物のいずれか単独または2種以上であって、樹脂酸類やロジン類と反応して塩を形成するアルカリ土類金属化合物である、

ことを特徴とする有機溶剤および／または油脂類のゲル化方法。

【請求項 2】

樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種が、ロジン類をアルカリ土類金属塩で中和率5～60%に中和したものである請求項1記載のゲル化方法。

【請求項 3】

アルカリ土類金属化合物が、水酸化カルシウム、水酸化ストロンチウム、水酸化バリウム、酸化カルシウム、酸化ストロンチウムおよび酸化バリウムよりなる群より選ばれる少なくとも1種である請求項1または2記載のゲル化方法。

【請求項 4】

ゲル化対象物が有機溶剤、動植物油および鉱物油からなる群より選ばれる少なくとも1

種である請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載のゲル化方法。

【請求項 5】

樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種ならびにアルカリ土類金属化合物の混合物、但し、前記アルカリ土類金属化合物は、アルカリ土類金属酸化物およびアルカリ土類金属水酸化物のいずれか単独または２種以上であって、樹脂酸類やロジン類と反応して塩を形成するアルカリ土類金属化合物である、および吸油性材料を含有する有機溶剤および／または油脂類の水の存在下で用いるゲル化剤組成物。

【請求項 6】

樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種が、ロジン類をアルカリ土類金属塩で中和率 5 ~ 60 % に中和したものである請求項 5 記載のゲル化剤組成物。

【請求項 7】

アルカリ土類金属化合物が、水酸化カルシウム、水酸化ストロンチウム、水酸化バリウム、酸化カルシウム、酸化ストロンチウムおよび酸化バリウムよりなる群より選ばれる少なくとも１種である請求項 5 または 6 記載のゲル化剤組成物。

【請求項 8】

吸油性材料が多孔質または多層構造を有する粉体である請求項 5 ~ 7 のいずれかに記載のゲル化剤組成物。

【請求項 9】

請求項 5 ~ 8 のいずれかに記載のゲル化剤組成物および当該ゲル化剤組成物を含有させる媒体を含有する有機溶剤および／または油脂類の吸収体。

【請求項 10】

請求項 5 ~ 8 のいずれかに記載のゲル化剤組成物または請求項 9 に記載の吸収体、および水の存在下、ゲル化対象物である有機溶剤および／または油脂類をゲル化させることを特徴とする有機溶剤および／または油脂類のゲル化方法。

【請求項 11】

ゲル化対象物が有機溶剤、動植物油および鉱物油からなる群より選ばれる少なくとも１種である請求項 10 記載のゲル化方法。

【請求項 12】

ゲル化対象物である有機溶剤および／または油脂類に、請求項 5 ~ 8 のいずれかに記載のゲル化剤組成物および／または請求項 9 に記載の吸収体を水の存在下に添加することを特徴とする有機溶剤および／または油脂類の処理方法。

【請求項 13】

ゲル化対象物が有機溶剤、動植物油および鉱物油からなる群より選ばれる少なくとも１種である請求項 12 記載の処理方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はゲル化剤組成物、有機溶剤および／または油脂類のゲル化方法、有機溶剤および／または油脂類の吸収体ならびに有機溶剤および／または油脂類の処理方法に関する。さらに詳しくは有機溶剤、動植物油、鉱物油等のゲル化方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ゲル化剤は種々の用途、すなわち油回収剤、化粧品、医薬部外品、インキなどの粘度調節剤、農薬、香料などの徐放剤、プラスチック、ゴムの加工助剤などに広く用いられている。近年、低分子の有機ゲル化剤が注目されており、その機能が種々研究されている。公知の低分子有機ゲル化剤としては、ソルビトールジアセタール、1,2-ヒドロキシステアリン酸、コレステロール系アミド化合物、糖誘導体などがあげられる（例えば、非特許文献 1 参照）。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 0 3 】

しかしながら、かかる公知の低分子有機ゲル化剤は十分な機能を発現できていない。例えば、一般的にはゲル化対象物に対して高添加量で使用しなければ所望のゲル強度を発現できない。また当該ゲル化剤のほとんどは、ゲル化対象物に添加し、一旦加熱して溶解させた後、冷却してゲル化させる必要があるため、操作が煩雑であったり、適用可能な用途が非常に制限されるなどの不利がある。そのため、低添加量かつ加熱、冷却操作不要で高ゲル強度のゲルを形成しうる新規な低分子有機ゲル化剤やゲル化方法の開発が強く求められている。

## 【 0 0 0 4 】

本発明者はすでに、樹脂酸類およびアルカリ土類金属化合物、樹脂酸類のアルカリ土類金属塩を、ゲル化対象物に添加してゲル化させることができる有機溶剤または油脂類のゲル化剤やその使用方法を提案している。（特許文献 1、特許文献 2 参照）この方法はゲル化対象物を室温でゲル化できるという利点があるが、当該ゲル化を進行させるには、ゲル化対象物に溶解した樹脂酸が固体のアルカリ土類金属化合物と反応して、樹脂酸のアルカリ土類金属塩となることが必要である。しかしながら、この反応はゲル化対象物に溶解した樹脂酸溶液と固体との不均一反応であり、ゲル化対象物の粘度やゲル化させる際の攪拌状態によっては、ゲルの生成時間にばらつきがあり、非常に時間を要する場合もあった。

## 【 0 0 0 5 】

【非特許文献 1】（株）エヌティーエス刊、「ゲルハンドブック」初版、1997 年 11 月 28 日発行、312 ページ

【特許文献 1】特開 2004 - 67736 号公報

【特許文献 2】特開 2004 - 67737 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

## 【 0 0 0 6 】

本発明は、低添加量でゲル強度の高いゲルを短時間で、再現性良く形成させることができ、かつ加温、冷却することなく、室温でゲル化対象物に添加するだけで容易にゲル化できる、有機溶剤および／または油脂類の新規なゲル化剤組成物およびゲル化方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

## 【 0 0 0 7 】

かかる目的を達成するために、本発明者は、樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種とアルカリ土類金属化合物をゲル化剤組成物として用いゲル化対象物にどのような態様で作用させるかにつき鋭意検討した。その結果、特定の添加方法を選択することにより、当該目的を達成しうることを見出した。

## 【 0 0 0 8 】

すなわち、本発明は、樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種、ならびにアルカリ土類金属化合物の混合物を含有する水の存在下で用いるゲル化剤組成物；前記ゲル化剤組成物を用いて水の存在下、ゲル化対象物をゲル化させることを特徴とする有機溶剤および／または油脂類のゲル化方法；樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種ならびにアルカリ土類金属化合物の混合物および吸油性材料を含有する水の存在下で用いるゲル化剤組成物；前記ゲル化剤組成物を含有する有機溶剤および／または油脂類の吸収体；前記ゲル化剤組成物または吸収体を用いて水の存在下、ゲル化対象物をゲル化させることを特徴とする有機溶剤および／または油脂類のゲル化方法；ゲル化対象物に、前記ゲル化剤組成物または前記吸収体を水の存在下に添加することを特徴とする有機溶剤および／または油脂類の処理方法に係る。

【発明の効果】

## 【 0 0 0 9 】

本発明のゲル化剤組成物を用いた有機ゲル化方法は、各種のゲル化対象物、例えば、ヘキサン、ヘプタン、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレンなどの非極性～中極性の溶剤（例えば、誘電率が3.0以下程度の溶剤）；ガソリン、灯油、軽油、重油、原油流動パラフィン、マシン油、切削油、エンジンオイルなどの鉱油類；大豆油、菜種油、サラダ油などの一般的な動植物油などに対し、低添加率で適用でき、優れたゲル化効果を発現できる。本発明の有機ゲル化方法により得られる有機ゲルは、従来の低分子有機ゲル化剤から得られる有機ゲルと異なり、加熱、冷却操作が不要であるという特徴を有する。そのため本発明のゲル化剤組成物および有機ゲル化方法は、油回収剤、化粧品、医薬部外品、インキなどの粘度調節剤、農薬、香料などの徐放剤、プラスチック、ゴムの加工助剤などに広く適用できる。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

本発明に用いる樹脂酸類としては、公知のものを用いることができるが、ゲル化能の点から、デヒドロアピエチン酸およびジヒドロアピエチン酸類が好ましい。デヒドロアピエチン酸は、ジャーナル・オブ・オーガニック・ケミストリー 1966年、31巻、4246～4247頁に記載の方法、ジヒドロアピエチン酸類である138-8-ジヒドロアピエチン酸の場合は、特開昭51-149256号公報に記載の方法で調製することができる。

【0011】

本発明に用いられるロジン類としては、特に限定されず公知のものを使用することができるが、具体的には、ウッドロジン、トール油ロジン、ガムロジン等の原料ロジンの他、当該原料ロジンを用いて得られる、水素化ロジン、不均化ロジン、重合ロジン、脱水素化ロジン等が挙げられる。これらのなかでは、ゲル化能の点からデヒドロアピエチン酸およびジヒドロアピエチン酸を豊富に含有するロジン類を使用することが好ましい。例えばデヒドロアピエチン酸が主成分の不均化ロジンや脱水素化ロジン、ジヒドロアピエチン酸類が主成分の水素化ロジンなどをあげることができる。

20

【0012】

本発明に用いられるロジン類のアルカリ土類金属塩としては、特に限定されず公知のものを用いることができる。具体的には、前記ロジン類をアルカリ土類金属で中和したものが挙げられる。これらの中では、アルカリ土類金属塩として、例えば、マグネシウム塩、カルシウム塩、ストロンチウム塩、バリウム塩などが用いられる。とりわけ、不均化ロジンや脱水素化ロジンや水素化ロジンのマグネシウム塩やカルシウム塩などが工業的に有利であり、好適に使用できる。これらのロジンのアルカリ土類金属塩は、いずれかを単独で使用したり、2種以上を適宜に併用したりすることができる。

30

【0013】

ロジン類とロジン類のアルカリ土類金属塩の混合物については、各成分を調製後混合してもよいが、ロジン類をアルカリ土類金属塩とする際の中和率を制御してもよい。ロジン類をアルカリ土類金属塩とする際の中和率は、格別限定されないが、好ましくはロジン類の酸価に対し5～60％程度であり、さらに好ましくは15～50％である。中和率が5％に満たない場合、当該金属塩の軟化点が低くなったり、アルカリ土類金属化合物との混合時や、当該混合後の保存中に、当該金属塩がアルカリ土類金属化合物と反応して組成が変化し、ゲル化性能が低下する傾向がある。中和率が60％を超える場合、ゲル化性能が低下したり、ゲル化対象物への溶解速度が遅くなる傾向がある。

40

【0014】

また、本発明で用いるアルカリ土類金属化合物としては、上記樹脂酸類やロジン類と反応して塩を形成するアルカリ土類金属化合物であれば特に限定なく使用できるが、反応性を考慮すれば、アルカリ土類金属酸化物またはアルカリ土類金属水酸化物が好ましい。当該金属化合物の具体例としては、水酸化マグネシウム、酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、酸化カルシウム、水酸化ストロンチウム、酸化ストロンチウム、水酸化バリウム、酸化バリウムなどを挙げることができる。これらのアルカリ土類金属化合物は、いずれか

50

を単独で使用したり、２種以上を適宜に併用することができる。これらのうちでは水酸化カルシウム、水酸化ストロンチウム、水酸化バリウム、酸化カルシウム、酸化ストロンチウム、酸化バリウムがゲル化能の点で好ましい。

【００１５】

本発明のゲル化方法では、水の存在が不可欠である。水が存在することにより、アルカリ土類金属酸化物またはアルカリ土類金属水酸化物が、水に溶解し樹脂酸類との反応が加速されるものと考えられる。水の使用量は、ゲル化対象物の重量に対して０．０５重量％以上である。０．０５重量％に満たない場合、ゲル化時間が長くなり、実用性が低下する場合がある。

【００１６】

これら樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種とアルカリ土類金属化合物との組み合わせについては格別限定されず、ゲル化対象物の種類や水の使用量などを考慮して、適宜に選択決定できる。例えば、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレンなどの非極性～中極性の有機溶剤（具体的には、誘電率が３．０以下程度の溶剤）；ガソリン、灯油、軽油、重油、原油、流動パラフィン、マシン油、切削油、エンジンオイルなどの鉱物油；大豆油、菜種油、サラダ油などの一般的な動植物油などに対して優れたゲル化能を発現し、ゲル化時間が非常に短く有効である。以下に本発明のゲル化方法について詳しく説明する。

【００１７】

第一には、ゲル化対象物に水を加えた後、樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種とアルカリ土類金属化合物との混合物を添加する方法がある。この場合、アルカリ土類金属化合物がゲル化対象物全体に分散するように攪拌することにより、また場合によっては攪拌後その後静置することにより所望のゲル化が実現できる。

【００１８】

第二には、ゲル化対象物に樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種とアルカリ土類金属化合物との混合物を添加し、次いで水を添加するという方法である。この場合にも攪拌し、その後も攪拌するあるいは静置すればよい。

【００１９】

上記のようにゲル化対象物への樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種とアルカリ土類金属化合物との混合物（以下、必要に応じ、当該ゲル化剤という）および水の添加順序は任意であり、作業性や用途に応じて、適宜に好適な方法を採用できる。

【００２０】

なお、樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種、アルカリ土類金属化合物ならびに水の添加方法としては、前述したようにあらかじめロジン類および／またはロジン類のアルカリ土類金属塩ならびにアルカリ土類金属化合物を混合した混合物を用いることが、ゲル化の操作の点で好ましいが、樹脂酸類、ロジン類および／またはロジン類、樹脂酸類のアルカリ土類金属塩、アルカリ土類金属化合物ならびに水をあらかじめ混合することなく、それぞれをゲル化対象物に添加してもよい。

【００２１】

上記いずれの方法を採用する場合でも、ゲル化対象物に対する当該ゲル化剤の添加量は、ゲル化対象物の種類に応じて適宜に決定することができる。通常はゲル化対象物に対して、１～３０重量％程度、好ましくは２～１０重量％である。１％に満たない場合はゲル化が起こらない場合が多く、３０％を超えて使用してもあまりメリットが無い。

【００２２】

上記の各方法において、樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からな

10

20

30

40

50

る群より選ばれる少なくとも一種ならびにアルカリ土類金属化合物の形状や大きさは特に限定されないが、樹脂酸類やゲル化対象物への溶解速度や分散性を高める観点から、樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種ならびにアルカリ土類金属化合物がどちらも比較的均一な形状の粉末とするのがよい。当該ゲル化剤において、樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種とアルカリ土類金属化合物との混合比は樹脂酸類および／またはロジン類および／またはロジン類のアルカリ金属塩に残存する遊離の樹脂酸（ロジン類の樹脂酸を含む）とアルカリ土類金属化合物のモル比（遊離の樹脂酸（モル数）／アルカリ土類金属化合物（モル数））が、 $1/0.5 \sim 1/10$ であるのが望ましい。当該モル比が $1/0.5$ に満たない場合、十分なゲル化が生じない場合がある。また当該モル比が $1/10$ を超える場合、所望のゲル化を実現できるものの、未反応のアルカリ土類金属が多量に残存したり、高コストとなるだけであり、特に有利な点はない。なお、アルカリ土類金属塩の種類によっては、遊離の樹脂酸は必要ない。例えば、マグネシウム塩の場合には遊離の樹脂酸は特に必要はない。ただし、マグネシウム塩の場合にも前記の通り、遊離の樹脂酸を有するのが好ましい。一方、カルシウム塩の場合には、前記の通り、遊離の樹脂酸を有するのが好ましい。

10

#### 【0023】

本発明においては、ゲル化対象物をゲル化させるための温度については特に限定はなく、通常は室温からゲル化対象物の沸点までの範囲内で適宜に設定できるが、室温で速やかにゲル化できる点が本発明の特徴である。尚、粘度の高い動植物油や鉱物油をゲル化させる場合、樹脂酸類の溶解速度を上げるために加熱することにより、ゲル化が完了するまでの時間をさらに短縮できる。

20

#### 【0024】

上記いずれの方法を採用する場合でも、ゲル化対象物の存在下に樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種とアルカリ土類金属化合物が反応して樹脂酸類のアルカリ土類金属塩が生成し、当該金属塩がゲル化対象物に対するゲル化剤として作用するものと推定される。

#### 【0025】

本発明のゲル化方法は、溶剤や油脂が水と共存している場合の処理に適用できる。具体的には水に浮いた溶剤や油脂をゲル化させ、その回収、処理を容易にすることができる。この場合も溶剤や油脂と水の混合物を攪拌しながら、上記のゲル化方法を採用することができる。水が多く存在する場合は多くの場合、溶剤や油脂の層がゲル化し、水から容易に掬い取ることができるようになる。水が少なく存在する場合は、溶剤や油脂と水の混合物が全体的にゲル化することもあり、その取り扱い、回収、処理が容易になる。

30

#### 【0026】

なお、当該ゲル化の際、樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種とアルカリ土類金属化合物との混合物を含有するゲル化剤、水と吸油性材料を共存させると、溶剤や油脂等のゲル化対象物の拡散を高めることができるため、攪拌をすることなく、ゲル化対象物をゲル化させることができる。吸油性材料としては、油脂類を吸収することができる材料であれば、特に限定されず公知のものをを用いることができる。具体的には、例えば、多孔質を有する粉体、多層構造を有する粉体などが挙げられる。多孔質を有する粉体としては、例えば、パーライト、珪藻土、カオリン、活性白土、モンモリロナイト、タルク、ホワイトカーボン、シリカゲル、活性炭、粉末セルロース、木粉、おが屑などが挙げられる。多層構造を有する粉体としては、例えば、パーミキコライト、マイカ（雲母）などが挙げられる。当該吸油性材料の使用量は特に限定されないが、通常、ゲル化対象物100重量部に対して、10～5000重量部程度、好ましくはゲル化対象物100重量部に対して、50～2000重量部程度となるように用いればよい。ゲル化対象物100重量部に対して、吸油性材料を50重量部以上用いることにより、油を吸収する速度が向上するため好ましく、ゲル化対象物100重量部に対して、吸油性材料を2000重量部以下用いることにより、吸油した油がゲル化し、

40

50

そのゲル強度が向上するため好ましい。

【 0 0 2 7 】

本発明の樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種とアルカリ土類金属化合物に、さらに前記吸油性材料を加えたゲル化剤組成物は、水の存在下でゲル化能が高いため、当該ゲル化剤組成物を媒体としたものを吸収体とすることができる。例えば、各種繊維や不織布に混抄したり、複合化させるなどして、有機溶剤および/または油脂類の吸収体とすることができる。当該繊維や不織布としては、具体的にはセルロース系繊維、カボック繊維などの天然繊維やポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミドなどの合成繊維やそれらを用いた不織布などをあげることができる。また、樹脂酸類、ロジン類およびこれらのアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一種とアルカリ土類金属化合物および水を含む組成物を上記の吸油性材料となる繊維（例えば、セルロース系繊維等）等に混抄したり、複合化させたりしたものはそれだけで、有機溶剤および/または油脂類の吸収体とすることができる。当該吸収体は、その使用目的により前記ゲル化剤組成物の含有量を変更させればよいが、通常、ゲル化剤 1 0 0 重量部に対して、吸油性材料 1 0 ~ 5 0 0 0 重量部程度含有させればよい。

10

【 0 0 2 8 】

本発明のゲル化剤組成物または本発明の有機溶剤および/または油脂類の吸収体を、有機溶剤、動植物油および鉱物油からなる群より選ばれる少なくとも 1 種のゲル化対象物に添加した場合に、有機溶剤および/または油脂類を効率よくゲル化し固化させることができる。この際に用いる本発明のゲル化剤組成物、有機溶剤および/または油脂類の吸収体の使用量は、通常、ゲル化対象物 1 0 0 重量部に対して、1 0 ~ 2 0 0 重量部程度、好ましくはゲル化対象物 1 0 0 重量部に対して、2 0 ~ 1 0 0 重量部である。

20

【実施例】

【 0 0 2 9 】

以下に実施例をあげて本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【 0 0 3 0 】

調製例 1

脱水素化ロジン部分マグネシウム塩（荒川化学工業（株）製、商品名「パインクリスタル K M - 1 6 0 0」、軟化点 1 0 8、中和率 2 0 %）5 0 . 0 g と水酸化カルシウム 1 0 g（宇部マテリアルズ（株）製：商品名 C H - 2 N）とを卓上型ボールミルにて混合した。

30

【 0 0 3 1 】

調製例 2

脱水素化ロジン部分マグネシウム塩（荒川化学工業（株）製、商品名「パインクリスタル K M - 1 6 0 0」、軟化点 1 0 8、中和率 2 0 %）5 0 . 0 g と水酸化カルシウム 2 5 g（宇部マテリアルズ（株）製：商品名 C H - 2 N）とを卓上型ボールミルにて混合した。

【 0 0 3 2 】

調製例 3

脱水素化ロジン部分カルシウム塩（荒川化学工業（株）製、商品名「パインクリスタル K R - 5 0 M」、酸価：9 4 . 6、軟化点：1 5 3、中和率 4 7 %）5 0 . 0 g と水酸化カルシウム（宇部マテリアルズ（株）製：商品名 C H - 2 N）2 5 g とを卓上型ボールミルにて混合した。

40

【 0 0 3 3 】

調製例 4

パーライト（宇部興産（株）製、商品名「宇部パーライト 1 型」）に水を加え混合し、含水率 1 0 . 0 % に調整した。該含水パーライト 1 5 0 g に脱水素化ロジン部分マグネシウム塩（荒川化学工業（株）製、商品名「パインクリスタル K M - 1 6 0 0」、軟化点 1

50

0.8、中和率20%)50.0gと水酸化カルシウム(宇部マテリアルズ(株)製:商品名CH-2N)25gを加え卓上型ボールミルにて混合し、ゲル化剤組成物を得た。

#### 【0034】

##### 調製例5

パーライト(宇部興産(株)製、商品名「宇部パーライト1型」)に水を加え混合し、含水率10.0%に調整した。該含水パーライト150gに脱水素化ロジン部分マグネシウム塩(荒川化学工業(株)製、商品名「パインクリスタルKM-1600」、軟化点108、中和率20%)25.0gと水酸化カルシウム(宇部マテリアルズ(株)製:商品名CH-2N)12.5gを加え卓上型ボールミルにて混合し、ゲル化剤組成物を得た。

10

#### 【0035】

##### 調製例6

パーライト(宇部興産(株)製、商品名「宇部パーライト1型」)に水を加え混合し、含水率10.0%に調整した。該含水パーライト150gに脱水素化ロジン部分マグネシウム塩(荒川化学工業(株)製、商品名「パインクリスタルKM-1600」、軟化点108、中和率20%)15.0gと水酸化カルシウム(宇部マテリアルズ(株)製:商品名CH-2N)7.5gを加え卓上型ボールミルにて混合し、ゲル化剤組成物を得た。

#### 【0036】

##### 調製例7

珪藻土(含水率4.5%)150gに脱水素化ロジン部分マグネシウム塩(荒川化学工業(株)製、商品名「パインクリスタルKM-1600」、軟化点108、中和率20%)25.0gと水酸化カルシウム(宇部マテリアルズ(株)製:商品名CH-2N)12.5gを加え卓上型ボールミルにて混合し、ゲル化剤組成物を得た。

20

#### 【0037】

##### 調製例8

パーライト(宇部興産(株)製、商品名「宇部パーライト1型」)に水を加え混合し、含水率10.0%に調整した。該含水パーライト150gに脱水素化ロジン部分カルシウム塩(荒川化学工業(株)製、商品名「パインクリスタルKR-50M」、酸価:94.6、軟化点:153、中和率47%)25.0gと水酸化カルシウム(宇部マテリアルズ(株)製:商品名CH-2N)12.5gを卓上型ボールミルにて混合し、ゲル化剤組成物を得た。

30

#### 【0038】

##### 調製例9

調製例5で得られたゲル化剤組成物10gをポリプロピレンの不織布に封入し、長さ7cm、幅7cm、厚さ8mmのシート状成型体を調製した。

#### 【0039】

##### 調製例10

水分量10.0%に調整したパーライト10gをポリプロピレンの不織布に封入し、長さ7cm、幅7cm、厚さ8mmのシート状成型体を調製した。

#### 【0040】

40

##### 実施例1

トルエン10gに水0.1gを加え、デヒドロアピエチン酸300mg(1mmol)を添加し、溶解させた。当該溶液に水酸化カルシウム(宇部マテリアルズ(株)製:商品名CH-2N)34mg(0.5mmol)を添加し、室温で攪拌し、トルエンがゲル化し流動性が消失するまでの時間を測定した。結果を表1に示す。

#### 【0041】

##### 実施例2

実施例1において、デヒドロアピエチン酸300mgを13B-3-ジヒドロアピエチン酸304mg(1mmol)に変更したほかは同様にしてゲル化試験を実施した。結果を表1に示す。

50



【 0 0 4 2 】

【表 1】

	実施例1	実施例2
トルエンの ゲル化時間	1分未満	1分未満

【 0 0 4 3 】

比較例 1

実施例 1 において、トルエンに水を加えなかった以外は同様な操作を行い、表 2 のよう  
な結果を得た。

10

【 0 0 4 4 】

比較例 2

実施例 2 において、トルエンに水を加えなかった以外は同様な操作を行い、表 2 のよう  
な結果を得た。

【 0 0 4 5 】

【表 2】

	比較例1	比較例2
トルエンの ゲル化時間	8時間	ゲル化せず

20

\* 表中、ゲル化せずとは 9 6 時間経ってもゲル化しなかったことを示す。

【 0 0 4 6 】

実施例 3

表 3 に示したゲル化対象物各 1 0 g に、水 0 . 1 g を加え、脱水素化ロジン（荒川化学  
工業（株）製：K R - 6 1 4、酸価：1 7 2、中和率 0 %）を 3 0 0 m g 加え溶解させた。  
これに水酸化カルシウム（宇部マテリアルズ（株）：商品名 C H - 2 N）9 0 m g を添  
加し、室温で攪拌し、ゲル化対象物がゲル化し流動性が消失するまでの時間を測定した。  
結果を表 3 に示す。

【 0 0 4 7 】

30

実施例 4

実施例 3 において、水酸化カルシウム（宇部マテリアルズ（株）：商品名 C H - 2 N）  
の使用量を 1 5 0 m g に変更したほかは同様にしてゲル化試験を実施した。結果を表 3 に  
示す。

【 0 0 4 8 】

【表 3】

	実施例3	実施例4
灯油	1分未満	1分未満
ガソリン	1分未満	1分未満
トルエン	1分未満	1分未満
流動パラフィン	11分	5. 5分
エンジンオイル	4分	2. 5分
サラダ油	3. 5分	2. 5分

40

【 0 0 4 9 】

実施例 5

実施例 3 において、脱水素化ロジンを不均化ロジン（荒川化学工業（株）製：ロンヂス  
R、酸価：1 5 8、中和率 0 %）に変えた他は同様にしてゲル化試験を実施した。結果を  
表 4 に示す。

【 0 0 5 0 】

50

## 実施例 6

実施例 4 において、脱水素化ロジンを不均化ロジン（荒川化学工業（株）製：ロンヂス R、酸価：158、中和率 0%）に変えた他は同様にしてゲル化試験を実施した。結果を表 4 に示す。

【0051】

【表 4】

	実施例5	実施例6
灯油	1分未満	1分未満
ガソリン	1分未満	1分未満
トルエン	1分未満	1分未満
流動パラフィン	20分	9分
エンジンオイル	4分	3.5分
サラダ油	5分	3分

10

【0052】

## 実施例 7

実施例 3 において、脱水素化ロジンを水素化ロジン（荒川化学工業（株）製：ハイパール CH、酸価：163、中和率 0%）に変えた他は同様にしてゲル化試験を実施した。結果を表 5 に示す。

【0053】

20

## 実施例 8

実施例 4 において、脱水素化ロジンを水素化ロジン（荒川化学工業（株）製：ハイパール CH、酸価：163、中和率 0%）に変えた他は同様にしてゲル化試験を実施した。結果を表 5 に示す。

【0054】

【表 5】

	実施例7	実施例8
灯油	1分未満	1分未満
ガソリン	1分未満	1分未満
トルエン	1分未満	1分未満
流動パラフィン	85分	35分
エンジンオイル	7分	5.5分
サラダ油	3.5分	2.5分

30

【0055】

## 実施例 9 ~ 実施例 12

表 6 に示したゲル化対象物各 10 g に、水 0.1 g を加え、調製例 1 ~ 調製例 3 で調製した混合物を表 6 に示した量添加し、室温で激しく攪拌し、ゲル化し流動性が消失するまでの時間を測定した。結果を表 6 に示す。

【0056】

40

【表 6】

ゲル化 対象物		実施例9	実施例10	実施例11	実施例12
	調整例1	0. 5g	—	—	—
	調整例2	—	0. 3g	0. 5g	—
	調整例3	—	—	—	0. 5g
灯油		1分未満	1分未満	1分未満	1分未満
ガソリン		1分未満	1分未満	1分未満	1分未満
トルエン		1分未満	1分未満	1分未満	1分未満
流動パラフィン		55分	30分	7分	40分
エンジンオイル		9分	10分	5分	9分
サラダ油		4分	3. 5分	2分	3分

10

## 【 0 0 5 7 】

実施例 9 A ~ 実施例 1 2 A

表 6 A に示したゲル化対象物各 1 0 g に、水 0 . 1 g を加え、調製例 1 A ~ 調製例 3 A で調製した混合物を表 6 A に示した量添加し、室温で攪拌し、ゲル化し流動性が消失するまでの時間を測定した。なお、調製例 1 A ~ 調製例 3 A で調製した混合物は、調製例 1 ~ 調製例 3 において、水酸化カルシウム（宇部マテリアルズ（株）製：商品名 C H - 2 N ）の代わりに、水酸化カルシウム（和光純薬工業（株）製）を用いたこと以外は、調製例 1 ~ 調製例 3 と同様にして調製したものである。結果を表 6 A に示す。

20

## 【 0 0 5 8 】

【表 6 A】

ゲル化 対象物		実施例9A	実施例10A	実施例11A	実施例12A
	調整例1A	0. 5g	—	—	—
	調整例2A	—	0. 3g	0. 5g	—
	調整例3A	—	—	—	0. 5g
灯油		2分	1分未満	1分未満	1分未満
ガソリン		2分	1分未満	1分未満	1分未満
トルエン		3分	1分未満	1分未満	1分未満
流動パラフィン		5時間	5時間	2時間	3時間
エンジンオイル		3時間	2時間	50分	50分
サラダ油		45分	1時間	30分	40分

30

## 【 0 0 5 9 】

評価例 1

実施例 1 1 で得られたゲルの一日経過後のゲル強度を測定した。結果を表 7 に示す。なお、ゲル強度は（株）サン科学社製、レオテックスSD - 7 0 0 を用い、直径 1 c m の円柱バーをゲルに 4 m m 浸漬させたときにかかる応力から算出した。

## 【 0 0 6 0 】

【表 7】

40

ゲル化対象物	ゲル化強度(g/cm <sup>2</sup> )
灯油	42
ガソリン	81
トルエン	223
流動パラフィン	195
エンジンオイル	139
サラダ油	511

## 【 0 0 6 1 】

比較例 3 ~ 比較例 6

50

表 8 に示したゲル化対象物各 10 g に、水を加えることなく、調製例 1 A ~ 調製例 3 A で調製した混合物を表 8 に示す。

【 0 0 6 2 】

【表 8】

ゲル化 対象物		比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
	調整例1A	0. 5g	—	—	—
	調整例2A	—	0. 3g	0. 5g	—
	調整例3A	—	—	—	0. 5g
灯油		10分	1分	1分	30分
ガソリン		15分	20分	2分	50分
トルエン		18時間	12時間	12時間	36時間
流動パラフィン		12時間	12時間	8時間	6時間
エンジンオイル		ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず
サラダ油		48時間	72時間	36時間	36時間

10

\* 表中、ゲル化せずとは 9 6 時間経ってもゲル化しなかったことを示す。

【 0 0 6 3 】

実施例 1 3

ガソリン 10 g と水 10 g の混合物を攪拌しながら調製例 2 で調製した混合物を 0 . 3 g 添加し、攪拌後静置した。ガソリンの層がゲル化し、水層より容易に分離できた。

20

【 0 0 6 4 】

実施例 1 4

トルエン 10 g と水 10 g の混合物を攪拌しながら調製例 2 で調製した混合物を 0 . 3 g 添加し、攪拌後静置した。トルエンの層がゲル化し、水層より容易に分離できた。

【 0 0 6 5 】

実施例 1 5

サラダ油 10 g と水 10 g の混合物を攪拌しながら調製例 2 で調製した混合物を 0 . 3 g 添加し、攪拌後静置した。サラダ油の層がゲル化し、水層より容易に分離できた。

【 0 0 6 6 】

実施例 1 6

灯油 10 g を内径 60 ミリメートルのシャーレに入れ、調製例 4 で得られたゲル化剤組成物 4 g を均一となるように散布した。5 分後には全体が固化した。

30

【 0 0 6 7 】

実施例 1 7

サラダ油 10 g を内径 60 ミリメートルのシャーレに入れ、調製例 5 で得られたゲル化剤組成物 3 g を均一となるように散布した。1 時間後には全体が固化した。

【 0 0 6 8 】

実施例 1 8

エンジンオイル 10 g を内径 60 ミリメートルのシャーレに入れ、調製例 6 で得られたゲル化剤組成物 2 , 5 g を均一となるように散布した。2 時間後には全体が固化した。

40

【 0 0 6 9 】

実施例 1 9

サラダ油 10 g を内径 60 ミリメートルのシャーレに入れ、調製例 7 で得られたゲル化剤組成物 7 g を均一となるように散布した。2 時間後には全体が固化した。

【 0 0 7 0 】

実施例 2 0

サラダ油 10 g を内径 60 ミリメートルのシャーレに入れ、調製例 8 で得られたゲル化剤組成物 5 g を均一となるように散布した。1 時間後には全体が固化した。

【 0 0 7 1 】

比較例 7

50

灯油10 gを内径60ミリメートルのシャーレに入れ、水分量10.0%に調整したパーライト（宇部興産（株）製、商品名「宇部ノミ」ライト1型）5 gを均一となるように散布した。18時間後でも固化しなかった。

【0072】

実施例21

サラダ油30 gを内径120 mmのシャーレに入れ、これに調製例9で得られたシート状成型体を投入した。サラダ油はほとんどシート状成型体に吸収され、2時間後には固化し、圧力をかけてもサラダ油の漏洩はなかった。

【0073】

比較例8

サラダ油30 gを内径120 mmのシャーレに入れ、これに調製例10で得られたシート状成型体を投入した。サラダ油はほとんどシート状成型体に吸収されたが、18時間たっても固化せず、圧力をかけるとサラダ油が漏洩した。

【産業上の利用可能性】

【0074】

本発明のゲル化剤組成物を用いた、有機溶剤および/または油脂類のゲル化方法は、油回収剤、化粧品、医薬部外品、インキなどの粘度調節剤、農薬、香料などの徐放剤、プラスチック、ゴムの加工助剤などに広く適用できる。

---

フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 義昌

茨城県つくば市大久保5番地 荒川化学工業株式会社筑波研究所内

審査官 小川 由美

(56)参考文献 特開2004-067736(JP,A)

特開2004-067737(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09K 3/00

C09K 3/32

C11B 15/00