

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7670472号
(P7670472)

(45)発行日 令和7年4月30日(2025.4.30)

(24)登録日 令和7年4月21日(2025.4.21)

(51)国際特許分類

F I

C 0 9 K 3/00 (2006.01)

C 0 9 D 11/03 (2014.01)

C 0 9 D 7/43 (2018.01)

C 0 9 K 3/00 1 0 3 H

C 0 9 D 11/03

C 0 9 D 7/43

請求項の数 3 (全17頁)

(21)出願番号	特願2020-181192(P2020-181192)	(73)特許権者	390003001
(22)出願日	令和2年10月29日(2020.10.29)		川研ファインケミカル株式会社
(65)公開番号	特開2022-72011(P2022-72011A)		東京都中央区日本橋堀留町2丁目3番3号
(43)公開日	令和4年5月17日(2022.5.17)	(74)代理人	100087398
審査請求日	令和5年10月4日(2023.10.4)		弁理士 水野 勝文
		(74)代理人	100128783
			弁理士 井出 真
		(74)代理人	100128473
			弁理士 須澤 洋
		(74)代理人	100160886
			弁理士 久松 洋輔
		(74)代理人	100192603
			弁理士 網盛 俊
		(72)発明者	馬場 琢朗

最終頁に続く

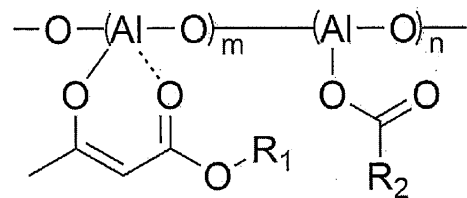
(54)【発明の名称】 UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

一般式（1）で示されるアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤。

【化1】



（上記一般式（1）中、R₁は炭素数1～18の直鎖、または分岐のアルキル基、またはアルケニル基を示し、R₂は炭素数が1～18の直鎖、分岐鎖、または環状の、水酸基で置換されていてもよい、アルキル基、アルケニル基、シクロアルキル基、またはシクロアルケニル基を示す。m+nは、アルミニウムキレートオリゴマー化合物の重合度を示し、mは2～20であり、nは0でもよい。）

【請求項 2】

上記一般式(1)において、 $m:n=1:2\sim 2:0$ であり、かつ、 $m+n=2\sim 20$ である、請求項1記載のUV(紫外線)またはEB(電子線)硬化型インキ用増粘剤。

【請求項 3】

アルミニウムアルコキシドと、

$\text{CH}_3-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{OR}_1$ (R_1 は炭素数1~18の直鎖、または分岐のアルキル基、またはアルケニル基を示す。)で示される α -ケトエステルと、

R_2-COOH (R_2 は炭素数が1~18の直鎖、分岐鎖、または環状の、水酸基で置換されていてもよい、アルキル基、アルケニル基、シクロアルキル基、またはシクロアルケニル基を示す。)で示される脂肪酸と、

水と、を反応させることを特徴とする、

UV(紫外線)またはEB(電子線)硬化型インキ用増粘剤の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、揮発成分の発生がなく、またアクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高い、特定の構造を有するアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV(紫外線)またはEB(電子線)硬化型インキ用増粘剤に関するものである。

【背景技術】

【0002】

長年にわたり、印刷インキ製造において、アルミニウム有機化合物等の金属有機化合物が用いられてきた。金属有機化合物は、インキ製造技術における流動性の制御、光沢度、顔料分散、乾燥度などの性能向上に重要な役割を果たしている。主に、流動性の制御としてゲル化剤あるいは増粘剤が使用される場合の効果は、グロス、降伏値、顔料のぬれ性、浸透力によって説明される。

近年の印刷技術の進歩は目覚しく、印刷速度の高速化、印刷の自動化を達成するために、印刷インキの高機能化が求められている。印刷を高速化すると、ミスチングおよびガイドローラー汚れなどが問題になってくる。これらの欠点を改良するためには、印刷インキのゲルワニス製造時に、適度なゲル化反応によって、印刷インキの粘弾性を適正にする必要があり、ゲル化剤の改良が行われている。さらに、近年の傾向として、従来のインキのような熱硬化型タイプから、UV(紫外線)またはEB(電子線)硬化型インキに置き換わっており、熱硬化に伴う溶媒の排出規制などの環境問題も相まって、その割合が増加してきている(非特許文献1)。

従来の熱硬化タイプのインキ、または塗料の増粘剤として、一般的にエチルアセトアセテートアルミニウムジイソプロピレートのような、一価アルコールのアルコキシ基含有のアルミニウムキレートや、アルミニウム石鹸、環状アルミニウムオキサイドオクチレートのようなアルミニウムオリゴマーである金属有機化合物が使用されている。

しかし、例えば、アルミニウムアルコレートやアルミニウムキレートは、インキ製造時に揮発成分であるアルコールが生成する場合があります、近年問題となっているVOC(Volatile Organic Compounds:揮発性有機化合物)規制の点から好ましくない場合があります、さらにはアクリルモノマーとエステル交換反応により生成する化合物が、臭気の問題となる場合もあった。また、キレート中の一価のアルコキシ基は高い反応性を有する場合があります、局部反応による部分ゲルが生成する場合があります、所望の品質を有する製品が得られない場合があった。

さらには、従来の金属石鹸、もしくはアルミニウムキレートオリゴマーは、UV(紫外線)またはEB(電子線)硬化型インキに使用されるアクリルモノマーや樹脂への溶解性が低い場合があります、予め溶解する溶媒に希釈した状態で添加する場合があります、溶媒を使用してしまうと、樹脂硬化時に溶媒が揮発し、臭気が発生する場合があります、100以下の低温で硬化させる場合には、樹脂中に有機溶媒が残存し、ベタツキや硬化不足を招く場合があった(特許文献1、2)。また、特許文献3には、 α -ケトエステルと、二価または三

10

20

30

40

50

価のアルコールから成る、アルミニウムキレート化合物が報告されている。しかしながら、二価または三価のアルコールも、ベタツキや異臭の原因として問題になる場合があった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【文献】特開2001-181283号公報

【文献】特開2001-181284号公報

【文献】国際公開WO2000/078703号公報

【非特許文献】

【0004】

【文献】奥田竜志、UV印刷インキの特徴と応用、ネットワークポリマー、Vol. 34、No. 5、245-252(2013)

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

このような問題を解決するために、本発明は、揮発成分の発生がなく、またアクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高い、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤を提供することを主な目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者らは、上記の課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、特定の構造を有するアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤にて上記課題が解決できることを見出し、本発明を完成するに至った。

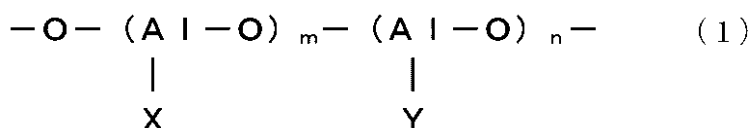
【0007】

即ち本発明は、以下のとおりである。

(1)

一般式(1)で示されるアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤である。

【化1】



(上記一般式(1)中、Xは、 $\text{CH}_3\text{—CO—CH}_2\text{—CO—OR}_1$ で示される β -ケトエステルであり、 R_1 は炭素数1～18の直鎖、または分岐鎖のアルキル基、またはアルケニル基を示す。

Yは、 $\text{R}_2\text{—COOH}$ で示される脂肪酸であり、 R_2 は炭素数が1～18の直鎖、分岐鎖、または環状の、水酸基で置換されていてもよい、アルキル基、アルケニル基、シクロアルキル基、またはシクロアルケニル基を示す。)

(2)

上記一般式(1)において、 $m:n=1:2\sim 2:0$ であり、かつ、 $m+n=2\sim 20$ である、

(1)のUV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤である。

(3)

アルミニウムアルコキシドと、

$\text{CH}_3\text{—CO—CH}_2\text{—CO—OR}_1$ (R_1 は炭素数1～18の直鎖、または分岐鎖のアルキル基、またはアルケニル基を示す。)で示される β -ケトエステルと、

$\text{R}_2\text{—COOH}$ (R_2 は炭素数が1～18の直鎖、分岐鎖、または環状の、水酸基で置換

10

20

30

40

50

されていてもよい、アルキル基、アルケニル基、シクロアルキル基、またはシクロアルケニル基を示す。)で示される脂肪酸と、
水と、を反応させることを特徴とする、
UV (紫外線) またはEB (電子線) 硬化型インキ用増粘剤の製造方法である。

【発明の効果】

【0008】

本発明によれば、特定の構造を有するアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、揮発成分の発生がなく、またアクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高い、UV (紫外線) またはEB (電子線) 硬化型インキ用増粘剤を提供することができる。

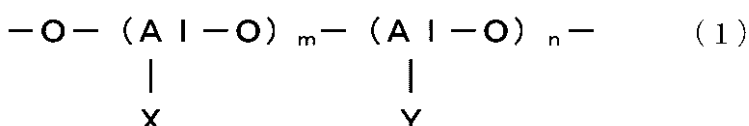
【発明を実施するための形態】

【0009】

以下、本発明の実施形態について説明する。

アルミニウムキレートオリゴマー化合物は、一般式(1)で示される。

【化2】



(上記一般式(1)中、Xは、 $\text{CH}_3\text{—CO—CH}_2\text{—CO—OR}_1$ で示される α -ケトエステルであり、 R_1 は炭素数1～18の直鎖、または分岐鎖のアルキル基、またはアルケニル基を示す。

Yは、 $\text{R}_2\text{—COOH}$ で示される脂肪酸であり、 R_2 は炭素数が1～18の直鎖、分岐鎖、または環状の、水酸基で置換されていてもよい、アルキル基、アルケニル基、シクロアルキル基、またはシクロアルケニル基を示す。)

【0010】

上記一般式(1)において、 $m+n$ は、アルミニウムキレートオリゴマー化合物の重合度を示す。 $m+n=2\sim 20$ の範囲で本発明の効果が得られ、好ましくは $2\sim 10$ 、より好ましくは $3\sim 5$ である。 $m+n$ が2未満の場合、未反応のアルコキシドが残ってしまい、臭気源となる場合がある。 $m+n$ が2以上であれば増粘性には差はないが、 $m+n$ が20を超えると、製造に時間がかかる場合がある。

【0011】

上記一般式(1)において、 $m:n$ は、アルミニウムキレートオリゴマー化合物の配位子の比率を示す。 $m:n=1:2\sim 2:0$ の範囲で本発明の効果が得られ、好ましくは $2:3\sim 2:0$ である。 n は0でもよい。すなわち、上記一般式(1)で示されるアルミニウムキレートオリゴマー化合物1分子において、Yで示される脂肪酸である配位子2分子に対して、Xで示される α -ケトエステルである配位子が1分子以上の範囲で本発明の効果が得られ、好ましくは、Yで示される脂肪酸である配位子3分子に対して、Xで示される α -ケトエステルである配位子が2分子以上の範囲である。Yで示される脂肪酸である配位子は無くてもよい。 $m:n$ が $1:2$ を下回ると、増粘性が低くなる場合があり、また、アルミニウムキレートオリゴマー化合物が固体状となる場合があり、アクリルモノマーへの溶解性が低くなる場合があり、また取り扱い難くなる場合がある。

【0012】

上記一般式(1)中、Xは、 $\text{CH}_3\text{—CO—CH}_2\text{—CO—OR}_1$ で示される α -ケトエステルであり、 R_1 は炭素数1～18の直鎖、または分岐鎖のアルキル基、またはアルケニル基を示す。 α -ケトエステルとして具体的には、アセト酢酸オレイル、アセト酢酸ミリストレイル、アセト酢酸パルミトレイル、アセト酢酸エライジル、アセト酢酸バクセル、アセト酢酸リノロイル、アセト酢酸リノレル、アセト酢酸エチル、アセト酢酸ヘキシル、アセト酢酸オクチル、アセト酢酸ラウリル、アセト酢酸ミリスチル、アセト酢酸ステアリル等が挙げられる。好ましくは、アセト酢酸オレイルが挙げられる。

【 0 0 1 3 】

上記一般式 (1) 中、Y は、 $R_2 - COOH$ で示される脂肪酸であり、 R_2 は炭素数が 1 ~ 18 の直鎖、分岐鎖、または環状の、水酸基で置換されていてもよい、アルキル基、アルケニル基、シクロアルキル基、またはシクロアルケニル基を示す。脂肪酸として具体的には、2 - エチルヘキサン酸、酢酸、酪酸、クロトン酸、オクタン酸、ラウリン酸、ステアリン酸、オレイン酸等の単一組成の脂肪酸、または、ナフテン酸やヤシ油脂肪酸等の混合脂肪酸、または水酸基を有する 12 - ヒドロキシステアリン酸、リシノール酸等が挙げられる。好ましくは、2 - エチルヘキサン酸が挙げられる。

【 0 0 1 4 】

本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV (紫外線) または EB (電子線) 硬化型インキ用増粘剤は、例えば以下のような方法により製造することができる。

アルミニウムキレートオリゴマー化合物の原料となるアルミニウムアルコキシドとしては、アルミニウムトリイソプロポキシド、アルミニウムエチレート、アルミニウム sec - ブチレート、モノ - sec - ブトキシアルミニウムジイソプロピレートなどが挙げられる。高い反応性と経済性、かつ入手し易い点で、アルミニウムトリイソプロポキシドが好ましい。

アルミニウムアルコキシドを溶解する非プロトン性溶媒として、例えば、キシレン、トルエン、ヘキサン、ヘプタンなどの炭化水素系溶剤、酢酸エチル、酢酸ブチル、フタル酸ジ - 2 - エチルヘキシルなどのエステル系溶剤、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンなどのケトン系溶剤、テトラヒドロフランなどのエーテル系溶剤などが挙げられる。アルミニウムアルコキシド溶液に、 - ケトエステルおよび脂肪酸を加え、加熱還流し、配位子の置換反応を行う。その後、水を添加してアルコキシ部位を加水分解して重縮合する。

水の滴下総量が、アルミニウムアルコキシド 1 モルに対して 0 . 8 モル未満の場合、加水分解が足りず、重合が不十分となり、未反応の原料が残る場合がある。一方、水の総量が、アルミニウムアルコキシド 1 モルに対して 1 . 1 モルを超えると、重合物は生成するが、水酸化アルミニウムが副生する場合があります、製品が白濁する場合があります。

水は水溶性の有機溶媒で希釈し滴下することが好ましい。特に限定されないが、例えばイソプロパノール、エタノール、シクロヘキサノール等のアルコール類、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等が挙げられ、水と均一に混合する任意の量が必要である。水の溶解度が高いこと、低沸点で除去し易いこと、および経済性などの点からイソプロパノールが好ましい。

原料のアルコキシドを溶解するために使用した有機溶媒、および加水分解で生成したアルコール、水の希釈剤で使用した有機溶媒は蒸留にて留去する。

【 0 0 1 5 】

このようにして得られた、本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV (紫外線) または EB (電子線) 硬化型インキ用増粘剤は、UV ・ EB 硬化インキ製造や塗料等の製造における、添加時の揮発成分の発生が無く、アクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高い。また、本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV (紫外線) または EB (電子線) 硬化型インキ用増粘剤は、インキ・塗料用樹脂等の架橋、増粘を行う、ゲル化能に優れる化合物である。本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV (紫外線) または EB (電子線) 硬化型インキ用増粘剤は、インキ用ゲル化剤あるいは塗料用架橋剤等としても、常法に従って使用することができる。

【 0 0 1 6 】

特に限定はされないが、例えば、UV 印刷インキの調製は以下のような方法で行うことができる。まず、樹脂 (ジアリルイソフタレート樹脂、アクリル樹脂等) と、アクリルモノマーを 70 ~ 120 で 1 時間程度攪拌した後、本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV (紫外線) または EB (電子線) 硬化型インキ用増粘剤

10

20

30

40

50

を適量添加し、70～120 で1時間攪拌したものをインキ用ワニスとすることができる。これに顔料（任意の有機または無機顔料）や開始剤などを加え、ビーズミル、3本ロールミル等で練肉混合して印刷インキとすることができる。

また、塗料を調製するには、塗料用樹脂（アクリル樹脂等）、溶剤、顔料（任意の有機または無機顔料）、その他の添加物、および、本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤を適量添加して、サンドミル、ビーズミル、ペイントシェーカー等にて混合することができる。

【実施例】

【0017】

本発明の効果に関して、以下の実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例等に限定されるものではない。

実施例において、溶媒と試薬は、シグマ アルドリッチ ジャパン合同会社より購入したものを使用した。アルミニウム含量の測定は、キレート滴定法により行った。分子量はGPC（ゲル浸透クロマトグラフィー）測定により算出した。カラムは、Waters社製のACQUITY（登録商標）APC XT 45を2本、ACQUITY APC XT 200を1本連結したものを使用し、テトラヒドロフランを溶媒に使用し、40 で測定を行った。

【0018】

アセト酢酸オレイルの製造

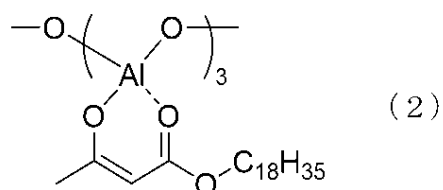
1L四つ口フラスコにアセト酢酸エチル130.1g（1.00モル）、オレイルアルコール268.5g（1.00モル）、およびイソプロパノール100.0gを加えた。83～90 に加熱し、攪拌しながら3時間還流させた。その後、常圧で脱エタノール、脱イソプロパノールの操作を行った。エタノールおよびイソプロパノールの留去が収まったところ、系内を減圧して脱エタノール、脱イソプロパノールの操作を行った。その後、室温に冷却し、淡黄色透明液体352.6gを得た。

【0019】

製造例1

上記一般式（1）において、Xがアセト酢酸オレイル、 $m = 3$ 、 $n = 0$ である、下記一般式（2）のアルミニウムキレートオリゴマー化合物。

【化3】



500mL四つ口フラスコにアルミニウムトリイソプロポキシド81.7g（0.40モル）、キシレン80.8gを仕込み、攪拌しながら50～70 に加熱した。アセト酢酸オレイル141.0g（0.40モル）を30分かけて添加した。60～82 に加熱し、この溶液に水7.2g（0.40モル）、イソプロパノール72.0gの混合溶液を、1時間かけて滴下した。滴下終了後、85～90 に加熱し、20分間還流させた。その後、常圧で脱イソプロパノールの操作を行った。イソプロパノールの留去が収まったところ、138～146 に加熱し、脱キシレンの操作を行った。キシレンの留去が収まったところ、系内を減圧して脱キシレンの操作を行った。その後、室温に冷却し、淡黄色透明液体157.7gを得た。

また、当該化合物の生成を確認するために、アルミニウム含量、GPCによる分子量の測定を行った。

アルミニウム含量：6.7重量%（理論値 6.8重量%）

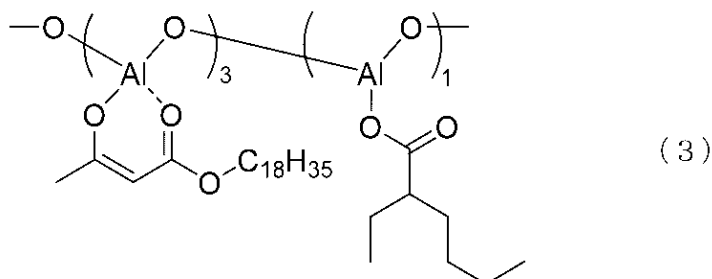
GPC分子量（ M_n ）：1210

【 0 0 2 0 】

製造例 2

上記一般式 (1) において、X がアセト酢酸オレイル、Y が 2 - エチルヘキサン酸、m = 3、n = 1 である、下記一般式 (3) のアルミニウムキレートオリゴマー化合物。

【化 4】



10

500 mL 四つ口フラスコにアルミニウムトリイソプロポキシド 81.6 g (0.40 モル)、キシレン 81.3 g を仕込み、攪拌しながら 50 ~ 70 に加熱した。アセト酢酸オレイル 94.0 g (0.27 モル) を 30 分かけて添加した。60 ~ 82 に加熱し、この溶液に水 7.2 g (0.40 モル)、2 - エチルヘキサン酸 19.2 g (0.13 モル)、イソプロパノール 72.0 g の混合溶液を、1 時間かけて滴下した。滴下終了後、85 ~ 90 に加熱し、20 分間還流させた。その後、常圧で脱イソプロパノールの操作を行った。イソプロパノールの留去が収まったころ、138 ~ 146 に加熱し、脱キシレンの操作を行った。キシレンの留去が収まったころ、系内を減圧して脱キシレンの操作を行った。その後、室温に冷却し、淡黄色透明液体 129.9 g を得た。

20

また、当該化合物の生成を確認するために、アルミニウム含量、GPC による分子量の測定を行った。

アルミニウム含量：8.0 重量% (理論値 8.2 重量%)

GPC 分子量 (Mn) : 1224

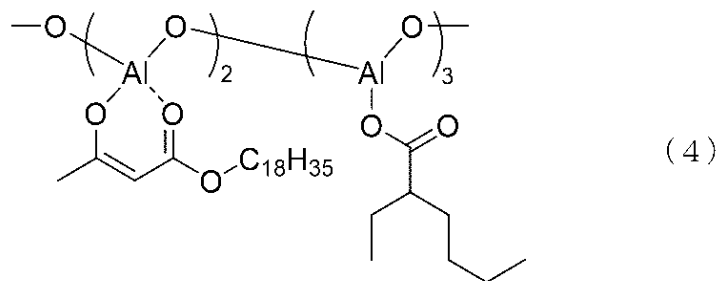
【 0 0 2 1 】

製造例 3

上記一般式 (1) において、X がアセト酢酸オレイル、Y が 2 - エチルヘキサン酸、m = 2、n = 3 である、下記一般式 (4) のアルミニウムキレートオリゴマー化合物。

30

【化 5】



40

500 mL 四つ口フラスコにアルミニウムトリイソプロポキシド 81.8 g (0.40 モル)、キシレン 81.2 g を仕込み、攪拌しながら 50 ~ 70 に加熱した。アセト酢酸オレイル 45.8 g (0.13 モル) を 30 分かけて添加した。60 ~ 82 に加熱し、この溶液に水 7.2 g (0.40 モル)、2 - エチルヘキサン酸 38.9 g (0.27 モル)、イソプロパノール 72.0 g の混合溶液を、1 時間かけて滴下した。滴下終了後、85 ~ 90 に加熱し、20 分間還流させた。その後、常圧で脱イソプロパノールの操作を行った。イソプロパノールの留去が収まったころ、138 ~ 146 に加熱し、脱キシレンの操作を行った。キシレンの留去が収まったころ、系内を減圧して脱キシレンの操作を行った。その後、室温に冷却し、淡黄色液体 106.7 g を得た。

50

また、当該化合物の生成を確認するために、アルミニウム含量、GPC による分子量の測定を行った。

アルミニウム含量：9.8 重量%（理論値 10.5 重量%）

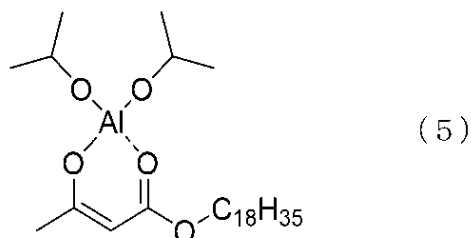
GPC 分子量（Mn）：1229

【0022】

比較製造例 1

下記一般式（5）のアルミニウム化合物。

【化 6】



10

1 L 四つ口フラスコにアルミニウムトリイソプロポキシド 81.7 g（0.40 モル）、イソプロパノール 80.8 g を仕込み、攪拌しながら 50～70 に加熱した。アセト酢酸オレイル 140.8 g（0.4 モル）を 30 分かけて添加し、30 分還流させた。イソプロパノールを留出し、さらに系内を減圧して脱イソプロパノールの操作を行った。その後、室温に冷却し、淡黄色透明液体 198.6 g を得た。

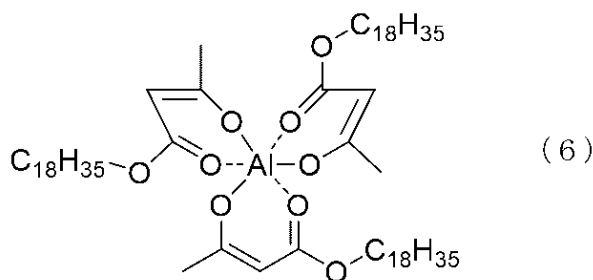
20

【0023】

比較製造例 2

下記一般式（6）のアルミニウム化合物。

【化 7】



30

1 L 四つ口フラスコにアルミニウムトリイソプロポキシド 81.7 g（0.40 モル）、イソプロパノール 80.0 g を仕込み、攪拌しながら 50～70 に加熱した。アセト酢酸オレイル 422.4 g（1.2 モル）を 30 分かけて添加し、30 分還流させた。イソプロパノールを留出し、さらに系内を減圧して脱イソプロパノールの操作を行った。その後、室温に冷却し、黄色透明液体 432.6 g を得た。

【0024】

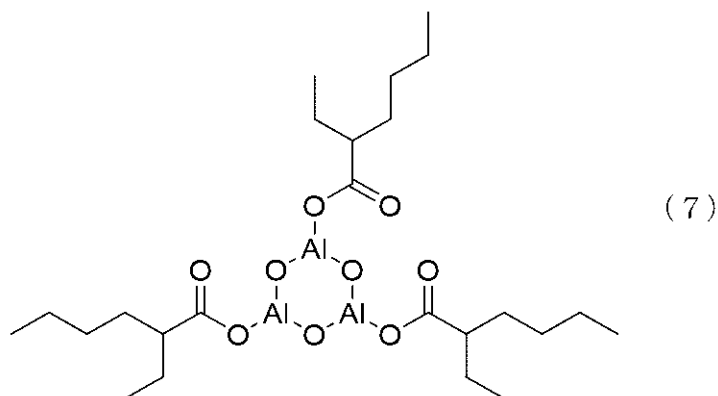
40

比較製造例 3

下記一般式（7）のアルミニウム化合物。

50

【化 8】



10

1 L 四つ口フラスコにアルミニウムトリイソプロポキシド 81.7 g (0.40 モル)、キシレン 80.1 g を仕込み、攪拌しながら 120 ~ 130 に加熱した。この溶液に水 7.2 g (0.4 モル)、2 - エチルヘキサン酸 48.0 g (0.4 モル)、イソプロパノール 64.8 g の混合溶液を、副生するイソプロパノールを留出しながら 2 時間かけて滴下した。その後、138 ~ 146 に加熱し、脱キシレンの操作を行った。その後、系内を減圧して脱キシレンの操作を行い、キシレンの留去が収まったころ、反応液を 190 まで加熱して、30 分間、減圧下攪拌を行った。その後、室温に冷却し、淡黄色透明固体 74.5 g を得た。

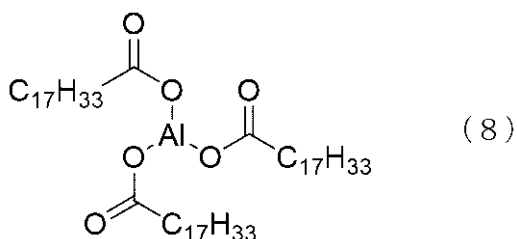
20

【0025】

比較製造例 4

下記一般式 (8) のアルミニウム化合物。

【化 9】



30

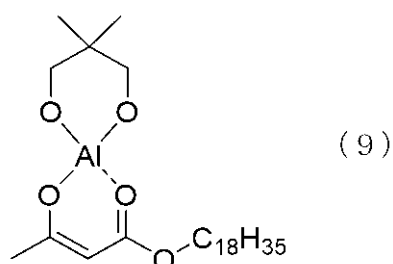
1 L 四つ口フラスコにアルミニウムトリイソプロポキシド 81.7 g (0.40 モル)、キシレン 80.8 g を仕込み、攪拌しながら 80 ~ 90 に加熱した。オレイン酸 338.9 g (1.2 モル) を添加した。常圧で副生するイソプロパノールを留出したのち、136 ~ 143 に加熱し、30 分間還流を行った。その後、常圧で脱キシレン操作を行った。キシレンの留去が収まったころ、系内を減圧して脱キシレンの操作を行った。その後、室温に冷却し、淡黄色固体 348.5 g を得た。

【0026】

比較製造例 5

下記一般式 (9) のアルミニウム化合物。

【化 10】



50

1 L 四つ口フラスコにアルミニウムトリイソプロポキシド 81.7 g (0.40 モル)、トルエン 81.3 g を仕込み、攪拌しながら溶解させた。アセト酢酸オレイル 52.1 g (0.4 モル)、およびネオペンチルグリコール 41.7 (0.4 モル) を添加し、30 分間還流を行った。その後、脱イソプロパノール、および脱トルエン操作を行った。その後、室温に冷却し、淡黄色固体 103.3 g を得た。

【0027】

実施例 1 ~ 21、比較例 1 ~ 42

ジアリルイソフタレート樹脂 33.0 重量部、アクリルモノマー（EO 変性ビスフェノール A ジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ジトリメチロールプロパントラアクリレート、EO 変性トリメチロールプロパントリアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、1,6-ヘキサンジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート）67.0 重量部を、50 で 2 時間加熱攪拌することで、試験用樹脂ワニス調整した。この樹脂ワニス 100 重量部に、製造例 1 ~ 3 で製造したアルミニウムキレートオリゴマー化合物、または比較製造例 1 ~ 5 で製造したアルミニウム化合物を 4 重量部添加した。70 で 30 分間加熱攪拌したのち、コーンプレート型回転粘度計（東機産業社製 RE105R）を用いて、70 での粘度測定を行った。

また、70 での加熱攪拌時の異臭の発生、揮発分の有無（気泡の発生確認）、およびアクリルモノマーへの溶解性の観察を行った。異臭がない場合を○、異臭がある場合を×、気泡の発生がない場合を○、気泡の発生がある場合を×、完全に溶解した場合を、わずかに溶け残りがある場合、または懸濁液になる場合を、溶け残りがある場合、または全く溶解しなかった場合を×と評価した。

観察の評価結果と、粘度測定の結果を表 1 ~ 7 に示す。

【0028】

【表 1】

	アルミニウムキレート オリゴマー化合物 または アルミニウム化合物	アクリルモノマー： EO 変性ビスフェノール A ジアクリレート			
		異臭	揮発分	溶解性	粘度 (mPa・s)
実施例 1	製造例 1	○	○	○	3952
実施例 2	製造例 2	○	○	○	2752
実施例 3	製造例 3	○	○	○	1248
比較例 1	比較製造例 1	×	×	○	393200
比較例 2	比較製造例 2	○	○	△	630
比較例 3	比較製造例 3	○	○	×	668
比較例 4	比較製造例 4	○	○	×	630
比較例 5	比較製造例 5	○	○	○	645
比較例 6	ブランク	○	○	—	629

【0029】

結果

本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）または EB（電子線）硬化型インキ用増粘剤を使用した実施例 1 ~ 3 では、異臭の発生がなく、揮発分の発生がなく、アクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高かった。

一方で、比較製造例 1 のアルミニウム化合物を使用した比較例 1 では、異臭の発生があり、揮発分の発生があり、UV（紫外線）または EB（電子線）硬化型インキ用増粘剤には適していなかった。比較製造例 2 のアルミニウム化合物を使用した比較例 2 では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例 1 ~ 3 よりも低かった。比較製造例 3 のア

ルミニウム化合物を使用した比較例 3 では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例 1 ～ 3 よりも低かった。比較製造例 4 のアルミニウム化合物を使用した比較例 4 では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例 1 ～ 3 よりも低かった。比較製造例 5 のアルミニウム化合物を使用した比較例 5 では、増粘性が実施例 1 ～ 3 よりも低かった。アルミニウムキレートオリゴマー化合物、またはアルミニウム化合物を使用していない比較例 6 では増粘せず、粘度が実施例 1 ～ 3 よりも低かった。

【 0 0 3 0 】

【表 2】

	アルミニウムキレート オリゴマー化合物 または アルミニウム化合物	アクリルモノマー： トリメチロールプロパントリアクリレート			
		異臭	揮発分	溶解性	粘度 (mPa・s)
実施例 4	製造例 1	○	○	○	2 9 7 2 5 9
実施例 5	製造例 2	○	○	○	2 3 1 2
実施例 6	製造例 3	○	○	○	1 3 0 5
比較例 7	比較製造例 1	×	×	○	2 3 1 0
比較例 8	比較製造例 2	○	○	△	2 9 4
比較例 9	比較製造例 3	○	○	×	2 8 2
比較例 1 0	比較製造例 4	○	○	×	2 8 7
比較例 1 1	比較製造例 5	○	○	○	3 2 1
比較例 1 2	ブランク	○	○	—	2 8 1

【 0 0 3 1 】

結果

本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤を使用した実施例 4 ～ 6 では、異臭の発生がなく、揮発分の発生がなく、アクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高かった。

一方で、比較製造例 1 のアルミニウム化合物を使用した比較例 7 では、異臭の発生があり、揮発分の発生があり、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤には適していなかった。比較製造例 2 のアルミニウム化合物を使用した比較例 8 では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例 4 ～ 6 よりも低かった。比較製造例 3 のアルミニウム化合物を使用した比較例 9 では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例 4 ～ 6 よりも低かった。比較製造例 4 のアルミニウム化合物を使用した比較例 1 0 では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例 4 ～ 6 よりも低かった。比較製造例 5 のアルミニウム化合物を使用した比較例 1 1 では、増粘性が実施例 4 ～ 6 よりも低かった。アルミニウムキレートオリゴマー化合物、またはアルミニウム化合物を使用していない比較例 1 2 では増粘せず、粘度が実施例 4 ～ 6 よりも低かった。

【 0 0 3 2 】

10

20

30

40

50

【表 3】

	アルミニウムキレート オリゴマー化合物 または アルミニウム化合物	アクリルモノマー： ジトリメチロールプロパンテトラアクリレート			
		異臭	揮発分	溶解性	粘度 (mPa・s)
実施例 7	製造例 1	○	○	○	7 2 7 4
実施例 8	製造例 2	○	○	○	8 1 9 8
実施例 9	製造例 3	○	○	○	3 2 0 5
比較例 1 3	比較製造例 1	×	×	○	3 9 7 1 3 2
比較例 1 4	比較製造例 2	○	○	△	1 3 0 5
比較例 1 5	比較製造例 3	○	○	×	1 4 4 7
比較例 1 6	比較製造例 4	○	○	×	1 0 4 3
比較例 1 7	比較製造例 5	○	○	○	1 8 9 5
比較例 1 8	ブランク	○	○	—	1 0 3 0

【 0 0 3 3 】

結果

本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤を使用した実施例 7～9 では、異臭の発生がなく、揮発分の発生がなく、アクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高かった。

一方で、比較製造例 1 のアルミニウム化合物を使用した比較例 1 3 では、異臭の発生があり、揮発分の発生があり、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤には適していなかった。比較製造例 2 のアルミニウム化合物を使用した比較例 1 4 では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例 7～9 よりも低かった。比較製造例 3 のアルミニウム化合物を使用した比較例 1 5 では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例 7～9 よりも低かった。比較製造例 4 のアルミニウム化合物を使用した比較例 1 6 では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例 7～9 よりも低かった。比較製造例 5 のアルミニウム化合物を使用した比較例 1 7 では、増粘性が実施例 7～9 よりも低かった。アルミニウムキレートオリゴマー化合物、またはアルミニウム化合物を使用していない比較例 1 8 では増粘せず、粘度が実施例 7～9 よりも低かった。

【 0 0 3 4 】

【表 4】

	アルミニウムキレート オリゴマー化合物 または アルミニウム化合物	アクリルモノマー： EO変性トリメチロールプロパントリアクリレート			
		異臭	揮発分	溶解性	粘度 (mPa・s)
実施例 10	製造例 1	○	○	○	980
実施例 11	製造例 2	○	○	○	547
実施例 12	製造例 3	○	○	○	425
比較例 19	比較製造例 1	×	×	○	491
比較例 20	比較製造例 2	○	○	△	239
比較例 21	比較製造例 3	○	○	×	260
比較例 22	比較製造例 4	○	○	×	210
比較例 23	比較製造例 5	○	○	○	386
比較例 24	ブランク	○	○	—	208

【0035】

結果

本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤を使用した実施例10～12では、異臭の発生がなく、揮発分の発生がなく、アクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高かった。一方で、比較製造例1のアルミニウム化合物を使用した比較例19では、異臭の発生があり、揮発分の発生があり、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤には適していなかった。比較製造例2のアルミニウム化合物を使用した比較例20では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例10～12よりも低かった。比較製造例3のアルミニウム化合物を使用した比較例21では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例10～12よりも低かった。比較製造例4のアルミニウム化合物を使用した比較例22では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例10～12よりも低かった。比較製造例5のアルミニウム化合物を使用した比較例23では、増粘性が実施例10～12よりも低かった。アルミニウムキレートオリゴマー化合物、またはアルミニウム化合物を使用していない比較例24では増粘せず、粘度が実施例10～12よりも低かった。

【0036】

10

20

30

40

50

【表 5】

	アルミニウムキレート オリゴマー化合物 または アルミニウム化合物	アクリルモノマー： ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート			
		異臭	揮発分	溶解性	粘度 (mPa・s)
実施例 13	製造例 1	○	○	○	6772
実施例 14	製造例 2	○	○	○	3863
実施例 15	製造例 3	○	○	○	3735
比較例 25	比較製造例 1	×	×	○	74393
比較例 26	比較製造例 2	○	○	△	1701
比較例 27	比較製造例 3	○	○	×	1623
比較例 28	比較製造例 4	○	○	×	1839
比較例 29	比較製造例 5	○	○	○	2002
比較例 30	ブランク	○	○	—	1620

【0037】

結果

本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤を使用した実施例13～15では、異臭の発生がなく、揮発分の発生がなく、アクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高かった。一方で、比較製造例1のアルミニウム化合物を使用した比較例25では、異臭の発生があり、揮発分の発生があり、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤には適していなかった。比較製造例2のアルミニウム化合物を使用した比較例26では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例13～15よりも低かった。比較製造例3のアルミニウム化合物を使用した比較例27では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例13～15よりも低かった。比較製造例4のアルミニウム化合物を使用した比較例28では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例13～15よりも低かった。比較製造例5のアルミニウム化合物を使用した比較例29では、増粘性が実施例13～15よりも低かった。アルミニウムキレートオリゴマー化合物、またはアルミニウム化合物を使用していない比較例30では増粘せず、粘度が実施例13～15よりも低かった。

【0038】

10

20

30

40

50

【表 6】

	アルミニウムキレート オリゴマー化合物 または アルミニウム化合物	アクリルモノマー： 1, 6-ヘキサジオールジアクリレート			
		異臭	揮発分	溶解性	粘度 (mPa・s)
実施例 16	製造例 1	○	○	○	216
実施例 17	製造例 2	○	○	○	979
実施例 18	製造例 3	○	○	○	299
比較例 31	比較製造例 1	×	×	○	354666
比較例 32	比較製造例 2	○	○	○	59
比較例 33	比較製造例 3	○	○	×	140
比較例 34	比較製造例 4	○	○	×	90
比較例 35	比較製造例 5	○	○	○	111
比較例 36	ブランク	○	○	—	41

【0039】

結果

本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤を使用した実施例16～18では、異臭の発生がなく、揮発分の発生がなく、アクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高かった。一方で、比較製造例1のアルミニウム化合物を使用した比較例31では、異臭の発生があり、揮発分の発生があり、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤には適していなかった。比較製造例2のアルミニウム化合物を使用した比較例32では、増粘性が実施例16～18よりも低かった。比較製造例3のアルミニウム化合物を使用した比較例33では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例16～18よりも低かった。比較製造例4のアルミニウム化合物を使用した比較例34では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例16～18よりも低かった。比較製造例5のアルミニウム化合物を使用した比較例35では、増粘性が実施例16～18よりも低かった。アルミニウムキレートオリゴマー化合物、またはアルミニウム化合物を使用していない比較例36では増粘せず、粘度が実施例16～18よりも低かった。

【0040】

10

20

30

40

50

【表 7】

	アルミニウムキレート オリゴマー化合物 または アルミニウム化合物	アクリルモノマー： ネオペンチルグリコールジアクリレート			
		異臭	揮発分	溶解性	粘度 (mPa・s)
実施例 19	製造例 1	○	○	○	464
実施例 20	製造例 2	○	○	○	507
実施例 21	製造例 3	○	○	○	1392
比較例 37	比較製造例 1	×	×	○	2151
比較例 38	比較製造例 2	○	○	○	89
比較例 39	比較製造例 3	○	○	×	46
比較例 40	比較製造例 4	○	○	×	97
比較例 41	比較製造例 5	○	○	○	366
比較例 42	ブランク	○	○	—	45

【0041】

結果

本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤を使用した実施例19～21では、異臭の発生がなく、揮発分の発生がなく、アクリルモノマーへの溶解性が高く、増粘性が高かった。一方で、比較製造例1のアルミニウム化合物を使用した比較例37では、異臭の発生があり、揮発分の発生があり、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤には適していなかった。比較製造例2のアルミニウム化合物を使用した比較例38では、増粘性が実施例19～21よりも低かった。比較製造例3のアルミニウム化合物を使用した比較例39では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例19～21よりも低かった。比較製造例4のアルミニウム化合物を使用した比較例40では、アクリルモノマーへの溶解性が低く、増粘性が実施例19～21よりも低かった。比較製造例5のアルミニウム化合物を使用した比較例41では、増粘性が実施例19～21よりも低かった。アルミニウムキレートオリゴマー化合物、またはアルミニウム化合物を使用していない比較例42では増粘せず、粘度が実施例19～21よりも低かった。

【産業上の利用可能性】

【0042】

本発明の、特定のアルミニウムキレートオリゴマー化合物からなる、UV（紫外線）またはEB（電子線）硬化型インキ用増粘剤は、各種インキ、各種塗料等の増粘剤、架橋剤、ゲル化剤として使用することができる。

フロントページの続き

福井県越前市北府 1 - 3 - 3 4 川研ファインケミカル株式会社内

審査官 松原 宜史

- (56)参考文献 特開 2 0 0 1 - 1 8 1 2 8 3 (J P , A)
特開平 0 4 - 2 5 4 4 1 4 (J P , A)
特開 2 0 1 3 - 0 9 1 7 1 5 (J P , A)
特開昭 6 2 - 1 9 7 4 7 8 (J P , A)
特表 2 0 0 1 - 5 1 8 5 3 1 (J P , A)
特開昭 6 2 - 1 0 1 6 7 0 (J P , A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
C 0 9 K 3 / 0 0
C 0 9 D