

(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2015-178072

(P2015-178072A)

(43) 公開日 平成27年10月8日(2015.10.8)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>BO1F 17/42 (2006.01)</b>	BO1F 17/42	4D077
<b>BO1F 17/04 (2006.01)</b>	BO1F 17/04	4J002
<b>BO1F 17/14 (2006.01)</b>	BO1F 17/14	4J038
<b>BO1F 17/52 (2006.01)</b>	BO1F 17/52	
<b>CO9D 201/00 (2006.01)</b>	CO9D 201/00	

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 25 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2014-56772 (P2014-56772)  
 (22) 出願日 平成26年3月19日 (2014. 3. 19)

(71) 出願人 000003506  
 第一工業製薬株式会社  
 京都府京都市下京区西七条東久保町55番地  
 (72) 発明者 浅井 千穂  
 京都府京都市下京区西七条東久保町55番地 第一工業製薬株式会社内  
 (72) 発明者 鍵政 俊夫  
 京都府京都市下京区西七条東久保町55番地 第一工業製薬株式会社内

最終頁に続く

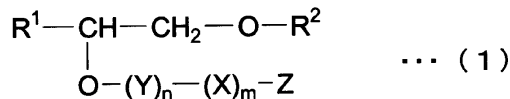
(54) 【発明の名称】 非水性分散媒用分散剤

(57) 【要約】

【課題】 分散性や分散安定性に優れ、これを用いて得られる樹脂硬化物における樹脂物性の低下を大幅に改善できる非水性分散媒用分散剤を提供する。

【解決手段】 下記一般式(1)で示される化合物を含有する分散剤を用いる。

【化1】



但し、R<sup>1</sup>は炭素数6~30のアルキル基又はアルケニル基、R<sup>2</sup>は重合性の炭素-炭素二重結合を有する基、YはC(=O)-A-Oで示される基(Aは炭素数1~30の炭化水素基)、nは0より大きく30以下の数、Xは連結基、mは0又は1の数、Zはカルボキシル基、スルホ基、硫酸エステル基、又はリン酸エステル基のいずれかの基またはこれらの塩である。

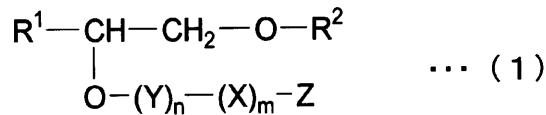
【選択図】なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

下記一般式(1)で示される化合物を含有する非水性分散媒用分散剤。

## 【化 1】



但し、一般式(1)中、 $\text{R}^1$ は炭素数6~30のアルキル基又はアルケニル基を表し、 $\text{R}^2$ は重合性の炭素-炭素二重結合を有する基を表し、

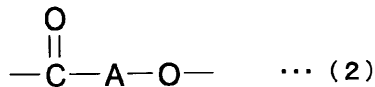
10

$\text{Y}$ は下記一般式(2)で示される置換基であり、 $n$ は繰り返し単位数を表し、0より大きく30以下の数であり、

$\text{X}$ は少なくとも1個の炭素原子と、少なくとも1個の水素原子及び/又は少なくとも1個の酸素原子とを有する連結基であり、 $m$ は0又は1の数であり、

$\text{Z}$ はカルボキシル基、スルホ基、硫酸エステル基、又はリン酸エステル基のいずれかの基を表し、これらの基が塩を形成していてもよい。

## 【化 2】



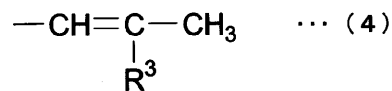
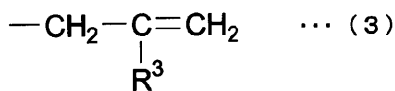
20

但し、一般式(2)中、 $\text{A}$ は炭素数1~30の炭化水素基である。

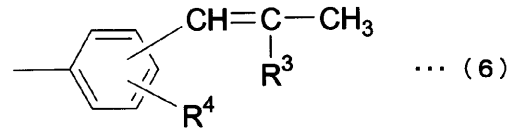
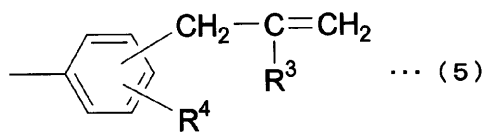
## 【請求項 2】

一般式(1)の $\text{R}^2$ が下記式(3)~(6)で示される基のいずれかであることを特徴とする、請求項1に記載の非水性分散媒用分散剤。

## 【化 3】



30

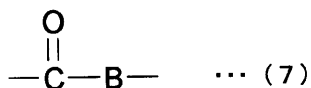


但し、式(3)~(6)の $\text{R}^3$ 及び $\text{R}^4$ は、それぞれ水素原子又はメチル基を表す。

## 【請求項 3】

一般式(1)の $\text{X}$ が、炭素数1~15のアルキレン基または下記一般式(7)で示される基であることを特徴とする、請求項1又は2に記載の非水性分散媒用分散剤。

## 【化 4】



40

但し、一般式(7)の $\text{B}$ は、炭素数1~15のアルキレン基、ビニレン基、フェニレン基及びカルボキシル基含有フェニレン基の中から選択されるいずれかである。

## 【請求項 4】

一般式(1)の $\text{Z}$ がカルボキシル基又はリン酸エステル基であることを特徴とする、請求項1~3のいずれか1項に記載の非水性分散媒用分散剤。

## 【請求項 5】

請求項1~4のいずれか1項に記載の非水性分散媒用分散剤により被覆及び/又は含浸の処理がなされた固体粒子。

50

**【請求項 6】**

請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の非水性分散媒用分散剤を用いて、有機物粒子又は無機物粒子を非水性分散媒中に分散してなる固体粒子分散体組成物。

**【請求項 7】**

前記非水性分散媒が溶剤であることを特徴とする、請求項 6 に記載の固体粒子分散体組成物。

**【請求項 8】**

前記非水性分散媒が重合性不飽和モノマー又はオリゴマーであることを特徴とする、請求項 6 に記載の固体粒子分散体組成物。

**【請求項 9】**

請求項 7 又は 8 に記載の固体粒子分散体組成物を含有することを特徴とする、コーティング組成物。

10

**【請求項 10】**

請求項 9 に記載のコーティング組成物を硬化させてなる硬化物。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明は、固体微粒子を非水性分散媒に分散させる反応性分散剤及びその分散剤を用いてなる固体粒子分散体等に関するものである。

20

**【背景技術】****【0002】**

無機又は有機材料からなる微細な固体粒子を、水性分散媒や非水性分散媒中に分散させた分散体が塗料その他の種々の用途で使用され、その分散性の向上のために種々の分散剤が使用されている（特許文献 1, 2）。

**【0003】**

このような分散体は、分散質の素材変更や粒子サイズの微小化により分散安定性が低下し、分散質が分散媒中で凝集し易くなり、分散質の凝集は分散体の製造において、生産性低下、加工特性低下、ハンドリング性低下及び歩留低下を招くに留まらず、最終製品の製品特性、素材物性及び品質の低下を引き起こすため、分散性のより一層の向上が望まれている。

30

**【0004】**

また、ナノメートルサイズの微粒子（粒子径 1 ~ 100 nm）は凝集しやすく、樹脂に対する親和性が低いために樹脂中に均一に分散させるには、水性分散媒では極めて困難であり、通常は非水性分散媒中に分散剤を用いてナノ粒子を均一に分散させた分散体を調製し、この分散体に樹脂を溶解させて混合するか、又は樹脂を溶媒に溶解させた溶液状態のものの上記分散体とを混合し、溶解及び分散させる方法が用いられている。

**【0005】**

例えば、特許文献 1 にはカルボキシル基を有する無機粉末用分散剤が開示されている。また、特許文献 2 では無機系ナノ粒子の表面変性を目的とするカルボキシル基を有する分散剤が開示されている。しかし、これら従来分散剤は、分散安定性が十分でないという問題を有する。

40

**【0006】**

また、非水性媒体中に微粒子を分散させるには多量の分散剤が必要であり、そのように多量の分散剤を使用して粒子を分散させた場合、それを硬化させて得られる樹脂は、分散剤のブリードアウトを生じ易く、ブリードアウトはさらに、耐水性や硬度、引っ掻き強度等の樹脂物性の低下を引き起こす。

**【0007】**

これらの問題を解決するために、モノマーと共重合可能な炭素 - 炭素二重結合を分子内に有する反応性分散剤が近年提案されている。

50

## 【 0 0 0 8 】

例えば、特許文献 3 には、オキシアルキレン鎖の末端に（メタ）アクリル基を有するフォトレジスト用反応性分散剤が開示されている。

## 【 0 0 0 9 】

また、特許文献 4 には、エポキシ基を有するビニル化合物重合体にカルボキシル基含有（メタ）アクリル化合物を付加反応させて得られる、金属酸化物微粒子用反応性分散剤が開示されている。

## 【 0 0 1 0 】

しかしながら、これら従来 of 反応性乳化剤は、分散媒又は分散質の種類によっては分散性や分散安定性が低く、また樹脂物性の低下抑制効果もなお十分ではない。

10

## 【 先行技術文献 】

## 【 特許文献 】

## 【 0 0 1 1 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 0 0 - 2 6 2 8 8 3 号 公 報

【 特許文献 2 】 特表 2 0 0 5 - 5 1 9 1 4 3 号 公 報

【 特許文献 3 】 特開 2 0 1 0 - 1 3 4 0 1 4 号 公 報

【 特許文献 4 】 特開 2 0 0 7 - 2 8 9 9 4 3 号 公 報

## 【 発明の概要 】

## 【 発明が解決しようとする課題 】

## 【 0 0 1 2 】

本発明は上記のような従来技術の問題に鑑みてなされたものであり、分散性や分散安定性がより向上し、これを用いて得られる樹脂硬化物において、分散剤のブリードアウト等による樹脂物性低下がさらに抑制される、非水性分散媒用の反応性分散剤を提供することを目的とする。

20

## 【 課題を解決するための手段 】

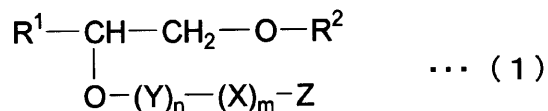
## 【 0 0 1 3 】

本発明の非水性分散媒用分散剤（以下、単に「分散剤」という）は、上記の課題を解決するために、下記一般式（1）で示される化合物を含有するものとする。

## 【 0 0 1 4 】

## 【 化 1 】

30



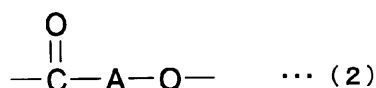
## 【 0 0 1 5 】

但し、一般式（1）中、 $\text{R}^1$  は炭素数 6 ~ 30 の直鎖又は分岐のアルキル基又はアルケニル基を表し、 $\text{R}^2$  は重合性の炭素 - 炭素二重結合を有する基を表し、 $\text{Y}$  は下記一般式（2）で示される置換基であり、 $n$  は繰り返し単位数を表し、0 より大きく 30 以下の数であり、 $\text{X}$  は少なくとも 1 個の炭素原子と、少なくとも 1 個の水素原子及び / 又は少なくとも 1 個の酸素原子とを有する連結基であり、 $m$  は 0 又は 1 の数であり、 $\text{Z}$  はカルボキシル基、スルホ基、硫酸エステル基、又はリン酸エステル基のいずれかの基を表し、これらの基が塩を形成していてもよい。

40

## 【 0 0 1 6 】

## 【 化 2 】



但し、一般式（2）中、 $\text{A}$  は炭素数 1 ~ 30 の炭化水素基である。

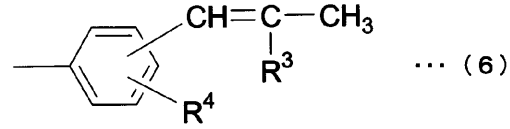
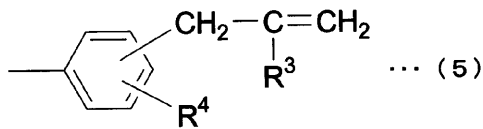
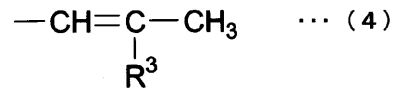
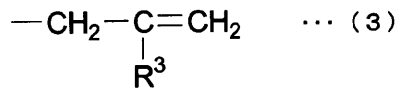
## 【 0 0 1 7 】

50

上記本発明の分散剤において、一般式(1)の $R^2$ は下記式(3)~(6)で示される基のいずれかであることが好ましい。

【0018】

【化3】



10

【0019】

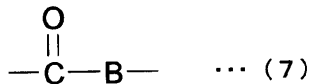
ただし、式(3)~(6)の $R^3$ 及び $R^4$ は、それぞれ水素原子又はメチル基を表す。

【0020】

また、一般式(1)のXは、炭素数1~15のアルキレン基または下記一般式(7)で示される基であることが好ましい。

【0021】

【化4】



20

【0022】

但し、一般式(7)のBは、炭素数1~15のアルキレン基、ビニレン基、フェニレン基及びカルボキシル基含有フェニレン基の中から選択されるいずれかである。

【0023】

一般式(1)のZはカルボキシル基又はリン酸エステル基であることが好ましい。

【0024】

本発明の固体粒子は、上記本発明の分散剤による被覆及び/又は含浸の処理を行うことにより得ることができる。

30

【0025】

本発明の固体粒子分散体組成物は、上記本発明の分散剤を用いて、有機物粒子又は無機物粒子を非水性分散媒中に分散することにより得られる。

【0026】

上記固体粒子分散体組成物において、非水性分散媒としては、溶剤、重合性不飽和モノマー又はオリゴマーのいずれも使用可能である。

【0027】

本発明のコーティング組成物は、上記本発明の固体粒子分散体組成物を含有するものとする。

【0028】

上記本発明のコーティング組成物を硬化させることにより本発明の硬化物が得られる。

40

【発明の効果】

【0029】

本発明の分散剤は、一般式(1)で表される構造を有することにより、従来の分散剤よりも分散性及び分散安定性がより優れ、少量の添加で優れた分散安定性を発揮するものとなる。また、この分散剤を用いてなる分散体組成物を硬化させる際に分散剤とモノマーを共重合させた場合、得られるフィルムその他の樹脂硬化物において、分散剤のブリードアウト等による樹脂物性への悪影響を従来の反応性分散剤よりも大きく低減し、硬度、引っ掻き強度、耐水性等がより向上した樹脂硬化物を得ることができる。

【発明を実施するための形態】

50

【 0 0 3 0 】

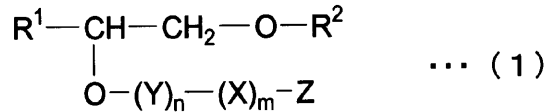
以下、本発明の好ましい実施形態について、詳細に説明する。

【 0 0 3 1 】

本発明の分散剤は、上記の通り、一般式 ( 1 ) で示される化合物を含有する。

【 0 0 3 2 】

【化 5】



10

【 0 0 3 3 】

一般式 ( 1 ) に示す通り、本化合物は重合性の炭素 - 炭素二重結合を有し、一般式 ( 2 ) で示される置換基を含む分散媒親和性部位と Z で示される分散質親和性部位を有し、これらの分散媒親和性部と分散質親和性部とが連結基 X で連結されたものである。

【 0 0 3 4 】

本発明の分散剤における R<sup>1</sup>、炭素数 6 ~ 30 の疎水基であり、具体的には直鎖又は分岐のアルキル基及び / 又はアルケニル基である。具体例としては、ヘキシル基、イソヘキシル基、ヘプチル基、イソヘプチル基、オクチル基、2 - エチルヘキシル基、イソオクチル基、ノニル基、イソノニル基、デシル基、イソデシル基、ウンデシル基、イソウンデシル基、ドデシル基、イソドデシル基、トリデシル基、イソトリデシル基、テトラデシル基、イソテトラデシル基、ペンタデシル基、イソペンタデシル基、ヘキサデシル基、イソヘキサデシル基、2 - ヘキシルデシル基、ヘプタデシル基、イソヘプタデシル基、オクタデシル基、イソオクタデシル基、2 - オクチルデシル基、2 - ヘキシルドデシル基、ノナデシル基、イソノナデシル基、エイコシル基、イソエイコシル基、ヘンエイコシル基、イソヘンエイコシル基、ドコシル基、イソドコシル基、トリコシル基、イソトリコシル基、テトラコシル基、イソテトラコシル基、ペンタコシル基、イソペンタコシル基、ヘキサコシル基、イソヘキサコシル基、ヘプタコシル基、イソヘプタコシル基等のアルキル基；ヘキセニル基、ヘプテニル基、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、ウンデセニル基、ドデセニル基、テトラデセニル基、オレイル基等のアルケニル基が挙げられる。

20

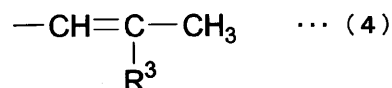
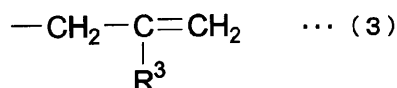
【 0 0 3 5 】

次に、重合性の炭素 - 炭素二重結合を有する基 R<sup>2</sup> について、重合性炭素 - 炭素二重結合の例としては、アリル基、2 - プロペニル基、メタリル基、ビニル基、アクリル基、メタクリル基が挙げられ、安定性の観点からアリル基、2 - プロペニル基、メタリル基が好ましい。重合性の炭素 - 炭素二重結合を有する基 R<sup>2</sup> は、これらの炭素 - 炭素二重結合を 1 つ以上有する置換基であり、下記式 ( 3 ) ~ ( 6 ) で示される基のいずれかであることが好ましい。

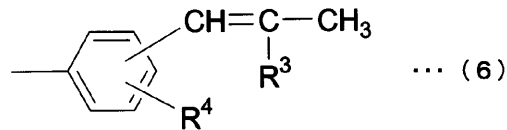
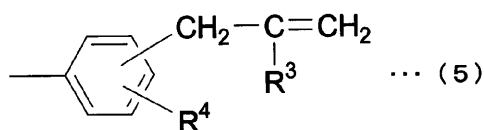
30

【 0 0 3 6 】

【化 6】



40



【 0 0 3 7 】

ただし、式 ( 3 ) ~ ( 6 ) の R<sup>3</sup> 及び R<sup>4</sup> は水素原子又はメチル基を表す。

【 0 0 3 8 】

本発明の分散剤において、分子中の R<sup>2</sup> 基は、重合性の炭素 - 炭素二重結合を有し、ラ

50

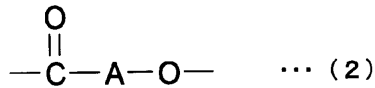
ジカル重合触媒又はカチオン重合触媒の存在下で、紫外線、電子線、又は熱により、重合性不飽和モノマーと共重合させることが可能である。これにより分散剤のブリードアウトを抑制し、樹脂物性への悪影響を低減することができる。

【0039】

次に、一般式(1)における置換基Yは、一般式(2)で示される置換基である。

【0040】

【化7】



10

【0041】

但し、一般式(2)において、Aは炭素数1~30の炭化水素基であり、炭素数が1~20であることが好ましい。また、炭化水素基は、アルキレン基、分岐アルキレン基、であることが好ましい。

【0042】

一般式(1)の置換基Yの繰り返し単位数を示すnは0より大きく30以下の数であるが、3~20の範囲にあることが好ましい。

【0043】

次に、連結基Xは少なくとも1個の炭素原子を有し、さらに少なくとも1個の水素原子及び/又は少なくとも1個の酸素原子を有する公知の構造から選択可能であるが、好ましくは飽和炭化水素基、不飽和炭化水素基、エーテル基、カルボニル基、エステル基から選ばれるいずれかひとつの基またはこれらの2つ以上の組み合わせから形成される基であり、脂環構造、芳香環構造を有していてもよく、また、繰り返し単位を有していてもよい。2種以上の基の組み合わせの例としては、2個の飽和又は不飽和炭化水素基が、エーテル基、カルボニル基又はエステル基を介して連結された基が挙げられる。

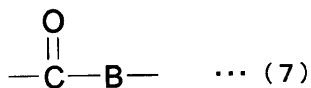
20

【0044】

また、Xは炭素数1~15のアルキレン基または下記一般式(7)で示される基であることが好ましい。

【0045】

【化8】



30

【0046】

但し、一般式(7)のBは、炭素数1~15のアルキレン基、ビニレン基、フェニレン基及びカルボキシル基含有フェニレン基の中から選択されるいずれかである。

【0047】

Xがアルキレン基である場合、炭素数が1~8であることがより好ましく1~4であることがさらに好ましく、炭素数1~2であることが最も好ましい。

40

【0048】

Xが一般式(7)である場合、Bはアルキレン基またはビニレン基であることがより好ましい。また、Bは、炭素数が1~8であることがより好ましい。

【0049】

次に分散質親和性部位Zは、カルボキシル基、スルホ基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、又はそれらの塩を表し、カルボキシル基又はリン酸エステル基であることが好ましい。リン酸エステルはモノエステル、ジエステル及びこれらの混合物を指す。

【0050】

Zは酸型でも塩を形成していてもよい。形成する塩としては、アルカリ金属塩、アルカ

50

リ土類金属塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩が挙げられる。以下にその具体例を示す。

【0051】

アルカリ金属塩の例としては、ナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩等が挙げられる。アルカリ土類金属塩の例としては、カルシウム塩及びマグネシウム塩等が挙げられる。アルカノールアミン塩の例としては、モノエタノールアミン塩、ジエタノールアミン塩、トリエタノールアミン塩、トリスプロパノールアミン塩等が挙げられる。

【0052】

次に、本発明の分散剤の製造方法について説明する。本発明の分散剤は公知の方法で製造することができ、以下にその例を示すが、これらの方法に限定されるものではない。例えば、 $\alpha$ -オレフィンエポキシドと重合性炭素-炭素二重結合を有するアルコール誘導体又はフェノール誘導体を反応させた後に、公知の方法でラクトン化合物を開環重合あるいはヒドロキシカルボン酸を縮合重合した後、分散質親和性部位Zを導入する方法を用いることができる。

【0053】

ラクトン化合物の例としては、 $\epsilon$ -プロピオラクトン、 $\gamma$ -ブチロラクトン、 $\delta$ -バレロラクトン、 $\epsilon$ -バレロラクトン、 $\epsilon$ -カプロラクトン等が挙げられる。

【0054】

ヒドロキシカルボン酸の例としては、リシノレイン酸、リシノール酸、1,2-ヒドロキシステアリン酸、ひまし油脂肪酸、水添ひまし油脂肪酸、 $\alpha$ -ヒドロキシ吉草酸、乳酸、グリコール酸、ヒドロキシイソフタル酸、ヒドロキシピバリン酸、4-ヒドロキシイソフタル酸サリチル酸、1,1-オキシヘキサデカン酸、2-オキシドデカン酸、2,2-ジメチロールプロピオン酸、2,2-ジメチロール酪酸、2,2-ジメチロール吉草酸、2,2-ジメチロールペンタン酸、リンゴ酸、酒石酸、グルコン酸、4,4-ビス(ヒドロキシフェニル)酪酸、グルクロン酸、3-ヒドロキシブタン酸等が挙げられる。

【0055】

分散質親和性部位Zがカルボキシル基である場合、モノハロゲン化低級カルボン酸又はその塩を用い、塩基存在下で末端水酸基と反応させる方法、又は、酸無水物を用いて末端水酸基との開環反応による方法により製造することができる。

【0056】

分散質親和性部位Zがリン酸エステル基である場合、無水リン酸、オルトリン酸、ポリリン酸、オキシ塩化リン酸等のリン酸化剤を末端水酸基と反応させる方法により製造することができる。製造方法によっては、モノエステル型の化合物とジエステル型の化合物が混合体として得られるが、これらは分離してもよいし、そのまま混合物として使用してもよい。また、水の存在下で反応させ、モノエステル化合物の含有割合を高めて使用することもできる。

【0057】

本発明の非水性分散媒用分散剤は、本発明の効果を発現するために上記のように限定した範囲内で、疎水基の種類、ラクトンまたはヒドロキシカルボン酸の種類とその付加形態、付加モル量、連結基の構造などを最適化することにより、公知の分散剤よりも、より広範な種類の分散質を分散でき、より広範な種類の分散媒に分散質を分散安定化できる点で産業上の利用価値が大きい。

【0058】

なお、本発明の分散剤は、含有するイオン量、特にアルカリ金属イオン、アルカリ土類金属イオン、重金属イオン、ハロゲンイオンの各イオンの含有量を公知の精製法により低減して用いることができる。分散剤中のイオンは、分散体の分散安定性、耐触性、耐酸性、分散塗膜の電気特性(導電特性、絶縁特性)、経時安定性、耐熱性、低湿性、耐候性に大きく影響するため、上記イオンの含有量は適宜決定することができるが、好ましくは分散剤中で50ppm未満であることが望ましい。

【0059】

10

20

30

40

50



次に、本発明で使用できる分散質である固体粒子について説明する。本発明の分散剤により分散される分散質粒子は、特に限定されず、無機物由来粒子（無機物粒子）又は有機物由来粒子（有機物粒子）のいずれでもよい。また、分散質粒子は2種以上を混合して用いることもできる。

#### 【0060】

無機物由来粒子の例としては、鉄、アルミニウム、クロム、ニッケル、コバルト、亜鉛、タングステン、インジウム、スズ、パラジウム、ジルコニウム、チタン、銅、銀、金、白金など、及びそれらの合金、又はそれらの混合物が挙げられる。その際、後述するように金属粒子を媒体中から安定に取り出す為に、アルカン酸類や脂肪酸類、ヒドロキシカルボン酸類、脂環族、芳香族カルボン酸類、アルケニルコハク酸無水物類、チオール類、フェノール誘導体類、アミン類、両親媒性ポリマー、高分子界面活性剤、低分子界面活性剤などの保護剤で被覆されていてもよい。その他、カオリン、クレー、タルク、マイカ、ベントナイト、ドロマイト、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、アスベスト、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、炭酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸アルミニウム、水酸化アルミニウム、水酸化鉄、ケイ酸アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化鉄、酸化亜鉛、三酸化アンチモン、酸化インジウム、酸化インジウムスズ、炭化ケイ素、窒化ケイ素、窒化ホウ素、チタン酸バリウム、珪藻土、カーボンブラック、黒鉛、ロックウール、グラスウール、ガラス繊維、炭素繊維、カーボンナノファイバー、カーボンナノチューブ（シングルウォールナノチューブ、ダブルウォールナノチューブ、マルチウォールナノチューブ）等がある。

10

20

#### 【0061】

有機物由来粒子の例としては、アゾ系、ジアゾ系、縮合アゾ系、チオインジゴ系、インダンスロン系、キナクリドン系、アントラキノン系、ベンゾイミダゾロン系、ペリレン系、フタロシアニン系、アントラピリジン系、ジオキサジン系等の有機顔料、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリエステル樹脂、ナイロン樹脂、ポリアミド樹脂、アラミド樹脂、アクリル樹脂、ビニロン樹脂、ウレタン樹脂、メラミン樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリ乳酸、アセテート繊維、セルロース、ヘミセルロース、リグニン、キチン、キトサン、澱粉、ポリアセタール、アラミド樹脂、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルケトンポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリブチレンナフタレート、ポリスルホン、ポリフェニレンスルファイド、ポリイミド等がある。

30

40

#### 【0062】

本発明で分散質となる上記固体粒子は、結晶状であってもアモルファス状であってもよい。また、本発明の分散剤により分散される分散質粒子は、等方性粒子であっても異方性粒子であってもよく、繊維状であってもよい。

#### 【0063】

上記固体粒子の大きさは特に限定されないが、通常は粒子径（繊維状であれば長さ）1～500nm程度である。特に、凝集しやすく、従来は分散が困難であった粒子径1～1000nm程度のナノメータサイズの粒子でも、本発明の分散剤によれば分散安定化が可能となる。

#### 【0064】

上記固体粒子は、公知の方法で得たものが使用できる。微粒子の調製方法としては、粗大粒子を機械的に解砕、微細化していくブレイクダウン方式と、いくつかの単位粒子を生成させ、それが凝集したクラスター状態を経由して粒子が形成されるビルドアップ方式の2通りの方式があるが、いずれの方法で調製されたものであっても好適に使用できる。また、それらは湿式法、乾式法のいずれの方法によるものであってもよい。

#### 【0065】

次に、本発明で使用できる非水性分散媒について説明する。

#### 【0066】

本発明で使用できる非水性分散媒は特に限定されないが、例としては、メタノール、エ

50

タノール、*n*-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、*n*-ブチルアルコール、  
 イソブチルアルコール、*sec*-ブチルアルコール、*t*-ブチルアルコール、アミルアル  
 コール、シクロペンタノール、ヘキシルアルコール、シクロヘキサノール、ヘプチルアル  
 コール、*n*-オクチルアルコール、2-エチルヘキシルアルコール、ノニルアルコール、  
 デシルアルコール、ウンデシルアルコール、ドデシルアルコール、ラウリルアルコール、  
 トリデシルアルコール、オクチルドデカノール、オレイルアルコール、フルフリルアルコ  
 ール、アリルアルコール、エチレンクロロヒドリン、ベンジルアルコール、 $\alpha$ -テルピネ  
 オール、ターピネオール類、3-メトキシブタノール、ジアセトンアルコールなどのアル  
 コール系溶剤、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素系溶剤、*n*-ヘキサン、シクロ  
 ヘキサン、*n*-ヘプタンなどの炭化水素系溶剤、エチルエーテル、イソプロピルエーテル  
 、ジオキサン、テトラヒドロフラン、ジブチルエーテル、ブチルエチルエーテル、メチル  
 -*t*-ブチルエーテル、ターピニルメチルエーテル、ジヒドロターピニルメチルエーテル  
 、ジグライムなどのエーテル系溶剤、アセトン、メチルエチルケトン、メチルプロピルケ  
 トン、ジエチルケトン、メチル-*n*-ブチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジプロピ  
 ルケトン、ジイソブチルケトン、アセトニルアセトン、イソホロン、シクロヘキサノン、  
 メチルシクロヘキサノンなどのケトン系溶剤、ギ酸エチル、ギ酸プロピル、ギ酸ブチル、  
 ギ酸イソブチル、ギ酸ペンチル、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸-*n*-プロピル、酢酸イ  
 ソプロピル、酢酸-*n*-ブチル、酢酸イソブチル、酢酸アミル、酢酸シクロヘキシル、乳  
 酸エチル、酢酸-3-メトキシブチル、酢酸ヘキシル、酢酸-2-エチルヘキシル、酢酸  
 ベンジル、プロピオン酸メチル、プロピオン酸エチル、プロピオン酸ブチル、プロピオン  
 酸イソアミル、アセト酢酸メチル、アセト酢酸エチル、 $\gamma$ -ブチロラクトンなどのエステル  
 系溶剤、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノイソプロピ  
 ルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチル  
 エーテル、ジエチレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル、プロピレングリコールモノ  
 メチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノ  
 -*n*-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル、ジプロピレ  
 ングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロ  
 ピレングリコールモノ-*n*-プロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-*n*-ブチ  
 ルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノ  
 エチルエーテル、トリエチレングリコールモノ-*n*-プロピルエーテル、トリエチレング  
 リコールモノ-*n*-ブチルエーテル、トリプロピレングリコールモノエチルエーテル、トリ  
 プロピレングリコールモノ-*n*-プロピルエーテル、トリプロピレングリコールモノ-  
*n*-ブチルエーテルなどのグリコールエーテル系溶剤、及び、それらモノエーテル類の酢  
 酸エステル系溶剤、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエ  
 チルエーテル、ジエチレングリコールメチルイソブチルエーテル、ジプロピレングリコ  
 ールジメチルエーテル、ジプロピレングリコールジエチルエーテルなどのジアルキルエー  
 テル系溶剤が挙げられる。エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレング  
 リコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール  
 、1,4-ブタンジオール、ヘキシレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロ  
 ピレングリコールなどのアルキレングリコール系溶剤が挙げられる。その他、ハロゲン化  
 炭化水素系溶剤、ジメチルアセトアミドなどのアミド系溶剤などが挙げられる。なお、上  
 記例示した溶剤において、アルキル組成は直鎖構造であっても分岐構造であってもそれら  
 の混合物であってもよい。

#### 【0067】

また、非水性分散媒として、通常の塗料用や粘着用、接着用、成型用に利用されている  
 各種樹脂類も特に制限無く使用できる。具体的には、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、  
 アルキド樹脂、ウレタン樹脂、シリコーン系樹脂、フッ素系樹脂、エポキシ樹脂、ポリカ  
 ーボネート樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリビニルアルコールなどが挙げられる。

#### 【0068】

非水性分散媒としては、炭素-炭素二重結合を分子中に少なくとも1個有する重合性不

飽和モノマー及びオリゴマー類も使用できる。その例として、単官能(メタ)アクリレートとしては、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、ブチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、ステアリル(メタ)アクリレート、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート、フェニル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート、フェノキシエチル(メタ)アクリレート、フェノキシプロピル(メタ)アクリレート、ポリオキシエチレンフェニルエーテル(メタ)アクリレート、2-[2-(エトキシ)エトキシ]エチル(メタ)アクリレート、ポリオキシエチレン-2-エチルヘキシルエーテル(メタ)アクリレート、フェニルグリセリルエーテル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレート、ジシクロペンテニル(メタ)アクリレート、ジシクロペンテニルオキシエチル(メタ)アクリレート等が挙げられる。また、ヒドロキシル基を有する(メタ)アクリレートとしては、ヒドロキシメチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート等が挙げられる。また、ビニルモノマーとしては、N-ビニルピロリドン、N-ビニルカプロラクトン、スチレン等が使用できる。その他、マレイン酸ジエチル、フマル酸ジブチル等も使用できる。

10

**【0069】**

また、二官能(メタ)アクリレートとしては、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ジエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ジプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、1,3-ブチレングリコールジ(メタ)アクリレート、1,4-ブタンジオールジ(メタ)アクリレート、1,6-ヘキサジオールジ(メタ)アクリレート、その他のアルキレンジオールジ(メタ)アクリレート、ネオペンチルグリコールジ(メタ)アクリレート、トリシクロデカンジメチロールジ(メタ)アクリレート、ポリオキシアルキレンビスフェノールAジ(メタ)アクリレート等が挙げられる。

20

**【0070】**

また、三官能(メタ)アクリレートとしては、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパンアルコキシレートトリ(メタ)アクリレート、トリス(アクリロキシエチル)イソシアヌレートなどが挙げられる。その他、四官能以上のモノマーとしては、ペンタエリスリトール(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールポリ(メタ)アクリレート等が挙げられる。

30

**【0071】**

また、(メタ)アクリレート系オリゴマーとしては、分子内にウレタン構造を有するウレタン(メタ)アクリレート、エポキシ化合物と(メタ)アクリル酸との反応によってエポキシ基が開環してできるエポキシ(メタ)アクリレート、分子内にポリエステル構造を有するポリエステル(メタ)アクリレート、ポリブタジエン(メタ)アクリレート等が挙げられる。

40

**【0072】**

以上例示した分散媒は本発明で使用できる分散媒の一例であり、分散媒はこれらに限定されるものではない。なお、分散媒は1種単独で使用することも、2種以上を混合して使用することもできる。また、本発明は非水性環境下で微粒子分散体を得られる分散剤を提供することを目的としているが、上記分散媒に対して意図的か偶発的かを問わず、微粒子分散体の製造工程中又は最終製品設計段階のいずれにおいても、水が混入又は混合した場合を除外するものではない。

**【0073】**

本発明の分散剤は重合性の炭素-炭素二重結合を分子内に有することから、非水性分散媒として重合性不飽和モノマー及びオリゴマー類を選択した場合には、ラジカル重合触媒

50

又はカチオン重合触媒の存在下で、紫外線や電子線等のエネルギー線、又は熱により、本発明の分散剤を重合性不飽和モノマーと共重合させて樹脂成分として固定化することにより、非反応性分散剤使用の際に問題となっていた分散剤のブリードアウトによる樹脂物性への悪影響を低減できる。

【0074】

上記のようにエネルギー線照射や加熱により本発明の分散体組成物を硬化させるに際しては、重合開始剤を併用することが望ましい。この重合開始剤種としては、ラジカル重合触媒、又はカチオン重合触媒があり、重合開始の手段によって光（エネルギー線）重合用、又は熱重合用に区分することができる。本発明の反応性分散剤は、そのいずれにも適用可能である。

【0075】

重合開始剤としては、公知の重合開始剤を適宜選択して利用できる。例えば、ラジカル光重合開始剤として、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、メチルフェニルグリオキシレート、アセトフェノン、ベンゾフェノン、2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン、2-メチル[4-(メチルチオ)フェニル]モルフォリノ-1-プロパノン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、2-クロロチオキサントン、イソプロピルチオキサントン、2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニル-フォスフィンオキサイド、ビス-(2,6-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4-トリメチルペンチル-フォスフィンオキサイド等が挙げられる。これらは一種又は二種以上を併用して用いてもよい。また、ラジカル熱重合開始剤として、過硫酸アンモニウム、過酸化ベンゾイル、アゾビスイソプロチロニトリル等が挙げられる。カチオン光重合開始剤として、トリフェニルスルホニウムヘキサクロロホスフェートのようなオニウム塩やアリアルジアゾニウム塩など、カチオン熱重合開始剤として、三フッ化ホウ素エーテル錯塩等のルイス酸等が挙げられる。

【0076】

本発明で好適に採用される分散質粒子の分散媒中の含有量は、上記非水性分散媒中で均一に分散することができれば特に限定されるものではなく、用途などによって異なるものであるが、0.5~70質量%の範囲内であることが好ましい。また、本発明の分散剤の好適な使用濃度は、分散質粒子に対して1~5,000質量%の範囲内であり、1~1,000質量%の範囲がより好適である。

【0077】

また、本発明の分散体組成物は、公知の攪拌手段、均一化手段、又は分散化手段を用いて調製することができる。使用可能な分散機の例としては、2本ロール、3本ロールなどのロールミル、ボールミル、振動ボールミルなどのボールミル、ペイントシェーカー、連続ディスク型ビーズミル、連続アニュラー型ビーズミルなどのビーズミル、サンドミル、ジェットミルなどが挙げられる。また、超音波発生浴中において分散処理を行うこともできる。

【0078】

また、本発明の分散剤は、非水性分散媒中での分散質粒子の分散安定化に対して、公知技術に比べて優れた分散安定化効果を発揮するのみならず、分散質粒子を媒体中から安定に取り出すための保護剤として使用することができる。分散剤を固体粒子の保護剤として使用するための具体的方法は特に限定されないが、例えば微粒子製造を分散剤の存在下で行う方法が挙げられる。

【0079】

分散質粒子を媒体中から安定に取り出すための保護剤の機能としては、生成粒子の凝集抑制、容器壁面への吸着抑制及び汚染防止、易再分散性付与、金属粒子の酸化防止、粒子表面の表面改質、機能性表面の劣化防止、溶媒の置換や極性変更時のショック緩和、粉末の流動性改良、粉末の固化防止などが挙げられる。本発明の分散剤は公知の保護剤よりもこれらの機能に優れ、疎水基の組成、アルキレンオキシドの付加形態とその付加モル量、疎水基の種類や連結基などを最適選定することにより、公知の保護剤よりも一層広範な分

10

20

30

40

50

分散媒に所望の分散質を分散安定化できるという利点を有する。

【0080】

非水性分散媒として樹脂を用いた本発明の分散体組成物を含有するコーティング組成物又は非水性分散媒として溶剤を用いた本発明の分散体組成物と樹脂との混合物を含有するコーティング組成物を塗布する基材としては、例えば、ガラス、樹脂フィルム、ガラスコンポジット、セラミックス、金属・鋼板などを使用することができる。

【実施例】

【0081】

以下に本発明の実施例及び比較例について説明する。なお、以下において、配合量を示す「部」は「質量部」を示し、「%」は「質量%」を示す。但し、本発明は下記実施例に限定されるものではなく、本発明の技術的範囲を逸脱しない範囲において適宜変更や修正が可能である。

10

【0082】

<分散剤の合成>

[製造例1(分散剤1の合成)]

攪拌機、温度計及び還流管を備えた反応容器に、アリルアルコール64g(1.1モル)、触媒として苛性ソーダ0.3gを仕込み、次に、炭素数12,14の $\alpha$ -オレフィンオキシド(DIC(株)製、商品名エポサイザーM-24)196g(1モル)を滴下し、90℃にて10時間攪拌しながら反応させた。その後、110℃に加温し、減圧にて過剰のアリルアルコールを除去した。次いで、 $\epsilon$ -カプロラクトン1141.4g(10モル)、テトラブチルチタネート1.0gを加え、残存する $\epsilon$ -カプロラクトンが1%以下になるまで窒素雰囲気下180℃で反応させた。

20

【0083】

次に、トルエン1000gを加え均一になるよう攪拌した後、反応系の温度を60℃以下に保ちながらモノクロ酢酸ナトリウム151g(1.3モル)、水酸化ナトリウム52g(1.3モル)を徐々に添加した後、80℃で3時間反応させた。反応後、98%硫酸120g(1.2モル)を滴下することにより、白色懸濁溶液を得た。この白色懸濁溶液を蒸留水で洗浄し、溶媒を減圧留去することにより分散剤1(R<sup>1</sup>:C10,12アルキル基、R<sup>2</sup>:アリル基、Y:-C(=O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>-O-、n:10、X:CH<sub>2</sub>、m:1、Z:COOH)を得た。

30

【0084】

[製造例2(分散剤2の合成)]

炭素数12,14の $\alpha$ -オレフィンオキシドに代えて、炭素数16,18の $\alpha$ -オレフィンオキシド(DIC(株)製、商品名エポサイザーM-68)252g(1モル)を用いた以外は製造例1と同様の操作を行い、分散剤2(R<sup>1</sup>:C14,16アルキル基、R<sup>2</sup>:アリル基、Y:-C(=O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>-O-、n:10、X:CH<sub>2</sub>、m:1、Z:COOH)を得た。

【0085】

[製造例3(分散剤3の合成)]

アリルアルコールに代えてメタリルアルコール79g(1.1モル)を用いた以外は製造例1と同様の操作を行い、分散剤3(R<sup>1</sup>:C10,12アルキル基、R<sup>2</sup>:メタリル基、Y:-C(=O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>-O-、n:10、X:CH<sub>2</sub>、m:1、Z:COOH)を得た。

40

【0086】

[製造例4(分散剤4の合成)]

アリルアルコールに代えて1-プロペニルフェニル134g(1.0モル)を用いた以外は製造例1と同様の操作を行い、分散剤4(R<sup>1</sup>:C10,12アルキル基、R<sup>2</sup>:1-プロペニルフェニル基、Y:-C(=O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>-O-、n:10、X:CH<sub>2</sub>、m:1、Z:COOH)を得た。

【0087】

50

## [ 製造例 5 (分散剤 5 の合成) ]

- カプロラク톤の使用量を 570.7 g (5 モル) にした以外は製造例 1 と同様の操作を行い、分散剤 5 ( $R^1$ : C10, 12 アルキル基、 $R^2$ : アリル基、 $Y$ :  $-C(=O)-(CH_2)_5-O-$ 、 $n$ : 5、 $X$ :  $CH_2$ 、 $m$ : 1、 $Z$ :  $COOH$ ) を得た。

【0088】

## [ 製造例 6 (分散剤 6 の合成) ]

- カプロラク톤の使用量を 2282.8 g (20 モル) にした以外は製造例 1 と同様の操作を行い、分散剤 6 ( $R^1$ : C10, 12 アルキル基、 $R^2$ : アリル基、 $Y$ :  $-C(=O)-(CH_2)_5-O-$ 、 $n$ : 20、 $X$ :  $CH_2$ 、 $m$ : 1、 $Z$ :  $COOH$ ) を得た。

。

【0089】

## [ 製造例 7 (分散剤 7 の合成) ]

- カプロラク톤に代えて - ブチロラクトン 860.9 g (10 モル) を用いた以外は製造例 1 と同様の操作を行い、分散剤 7 ( $R^1$ : C10, 12 アルキル基、 $R^2$ : アリル基、 $Y$ :  $-C(=O)-(CH_2)_3-O-$ 、 $n$ : 10、 $X$ :  $CH_2$ 、 $m$ : 1、 $Z$ :  $COOH$ ) を得た。

【0090】

## [ 製造例 8 (分散剤 8 の合成) ]

- カプロラク톤に代えて、 - バレロラクトン 1001.2 (10 モル) を用いた以外は製造例 1 と同様の操作を行い、分散剤 8 ( $R^1$ : C10, 12 アルキル基、 $R^2$ : アリル基、 $Y$ :  $-C(=O)-(CH_2)_4-O-$ 、 $n$ : 10、 $X$ :  $CH_2$ 、 $m$ : 1、 $Z$ :  $COOH$ ) を得た。

【0091】

## [ 製造例 9 (分散剤 9 の合成) ]

攪拌機、温度計及び還流管を備えた反応容器に、アリルアルコール 64 g (1.1 モル)、触媒として苛性ソーダ 0.3 g を仕込み、次に、炭素数 12, 14 の  $\alpha$ -オレフィンオキシド (DIC (株) 製、商品名エポサイザー M-24) 196 g (1 モル) を滴下し、90 にて 10 時間攪拌しながら反応させた。その後、110 に加温し、減圧にて過剰のアリルアルコールを除去した。次いで、反応器に検水管を取り付け、12-ヒドロキシステアリン酸 1802.9 g (6 モル)、テトラブチルチタネート 1.0 g を加え、残

存する酸価が 2 mg KOH / g 以下になるまで窒素雰囲気下 180 で反応させた。

【0092】

続いて、トルエン 1000 g を加え均一になるよう攪拌した後、反応系の温度を 60 以下に保ちながらモノクロロ酢酸ナトリウム 151 g (1.3 モル)、水酸化ナトリウム 52 g (1.3 モル) を徐々に添加した後、80 で 3 時間反応させた。反応後、98% 硫酸 120 g (1.2 モル) を滴下することにより、白色懸濁溶液を得た。この白色懸濁溶液を蒸留水で洗浄し、溶媒を減圧留去することにより分散剤 1 ( $R^1$ : C10, 12 アルキル基、 $R^2$ : アリル基、 $Y$ :  $-C(=O)-(CH_2)_{10}-CH(C_6H_{13})O-$ 、 $n$ : 6、 $X$ :  $CH_2$ 、 $m$ : 1、 $Z$ :  $COOH$ ) を得た。

【0093】

## [ 製造例 10 (分散剤 10 の合成) ]

製造例 1 と同様にして得た - カプロラクトン 10 モル付加体にスベリン酸無水物 156 g (1 モル) を 120 で 2 時間反応させることで分散剤 10 ( $R^1$ : C10, 12 アルキル基、 $R^2$ : アリル基、 $Y$ :  $-C(=O)-(CH_2)_5-O-$ 、 $n$ : 10、 $X$ :  $-C(=O)-(CH_2)_6-$ 、 $m$ : 1、 $Z$ :  $COOH$ ) を得た。

【0094】

## [ 製造例 11 (分散剤 11 の合成) ]

製造例 1 と同様にして得た - カプロラクトン 10 モル付加体にコハク酸無水物 100 g (1 モル) を 120 で 2 時間反応させることで分散剤 11 ( $R^1$ : C10, 12 アルキル基、 $R^2$ : アリル基、 $Y$ :  $-C(=O)-(CH_2)_5-O-$ 、 $n$ : 10、 $X$ :  $-C$

10

20

30

40

50

(=O) - CH<sub>2</sub> - CH<sub>2</sub> -、m : 1、Z : COOH) を得た。

【0095】

[ 製造例 12 (分散剤 12 の合成) ]

製造例 1 と同様にして得た  $\epsilon$ -カプロラクトン 10 モル付加体に無水マレイン酸 198 g (1 モル) を 120 で 2 時間反応させることで分散剤 12 (R<sup>1</sup> : C10, 12 アルキル基、R<sup>2</sup> : アリル基、Y : -C(=O) - (CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub> - O -、n : 10、X : -C(=O) - CH=CH -、m : 1、Z : COOH) を得た。

【0096】

[ 製造例 13 (分散剤 13 の合成) ]

製造例 1 と同様にして得た  $\epsilon$ -カプロラクトン 10 モル付加体に無水リン酸 47 g (0.33 モル) を 80 で 5 時間反応させることで分散剤 13 (R<sup>1</sup> : C10, 12 アルキル基、R<sup>2</sup> : アリル基、Y : -C(=O) - (CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub> - O -、n : 10、m : 0、Z : リン酸モノエステル PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub> / リン酸ジエステル PO<sub>2</sub>H) を得た。

【0097】

[ 製造例 14 (分散剤 14 の合成) ]

製造例 1 と同様にして得た  $\epsilon$ -カプロラクトン 10 モル付加体を反応基にとりにクロロスルホン酸 117 g (1.0 モル) を約 1 時間かけて滴下した。液温は 10 ~ 15 に維持した。クロルスルホン酸滴下終了後、反応液中に窒素ガスを流し、副生の塩化水素ガスを除去し、分散剤 14 (R<sup>1</sup> : C10, 12 アルキル基、R<sup>2</sup> : アリル基、Y : -C(=O) - (CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub> - O -、n : 10、m : 0、Z : スルホン基) を得た。

【0098】

[ 比較製造例 1 (比較例 1 の分散剤の合成) ]

攪拌機、温度計及び還流管を備えた反応容器に、アリルアルコール 58 g (1.0 モル)、 $\epsilon$ -カプロラクトン 1141.4 g (10 モル)、テトラブチルチタネート 1.0 g を加え、窒素雰囲気下で 4 時間かけて 180 度まで昇温した。180 で反応を行い残存する  $\epsilon$ -カプロラクトンが 1% 以下になるまで反応させた。

【0099】

以降は製造例 1 と同様の操作を行い、比較例 1 の分散剤 (R<sup>1</sup> : H、R<sup>2</sup> : アリル基、Y : -C(=O) - (CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub> - O -、n : 10、X : CH<sub>2</sub>、m : 1、Z : COOH) を得た。

【0100】

[ 比較製造例 2 (比較例 2 の分散剤の合成) ]

$\epsilon$ -カプロラクトン付加操作を行わない以外は製造例 1 と同様の操作を行い、比較例 2 の分散剤 (R<sup>1</sup> : C10, 12 アルキル基、R<sup>2</sup> : アリル基、n : 0、X : CH<sub>2</sub>、m : 1、Z : COOH) を得た。

【0101】

[ 比較製造例 3 (比較例 3 の分散剤の合成) ]

製造例 1 において  $\epsilon$ -カプロラクトン付加終了時に得られた組成物を比較例 3 の分散剤 (R<sup>1</sup> : C10, 12 アルキル基、R<sup>2</sup> : アリル基、Y : -C(=O) - (CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub> - O -、n : 10、m : 0、Z : H) とした。

【0102】

[ 分散試験 1 ]

以下の表 1 に示す本発明の分散剤 1.5 部 (固形分換算) 及び表 2 に示す比較分散剤 1.5 部 (固形分換算) を、分散媒としての溶剤 (イソプロパノール又はメチルエチルケトン) 68.5 部に溶解し、さらに、分散質としての酸化マグネシウム (MgO) 30 部及び直径 0.5 mm のジルコニアビーズ 100 ml を加えたものに、ペイントシェーカーで 12 時間微細化処理を実施した。その結果、得られた処理液を透明の容器に移して容器内の処理液の分散性について、その処理液を目視にて観察することによって、以下の基準で評価した。その結果を表 1 と表 2 に示す。

: すべての分散質が液中に分散し、容器の底部に沈降物は見られない

10

20

30

40

50

：ほとんどの分散質が液中に分散しているが、容器の底部にごくわずかの沈降物が見られる

×：ほとんどの分散質が底部に沈降している

【 0 1 0 3 】



【表 1】

分散剤 No.	分散剤構造					酸化マグネシウム分散体分散性評価			
	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	-(Y)n-		-Z	メチルエチルグトン	トルエン	酢酸ブチル	プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート
			Y	n					
1	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-COOH	◎	◎	◎	◎
2	C14,167ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> O-	10	-COOH	◎	◎	◎	◎
3	C10,127ルキル基	メチル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-COOH	◎	◎	◎	◎
4	C10,127ルキル基	1-プロパニルフェニル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-COOH	◎	◎	◎	◎
5	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	5	-COOH	◎	◎	◎	◎
6	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	20	-COOH	◎	◎	◎	◎
7	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-COOH	◎	◎	◎	◎
8	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> O-	10	-COOH	◎	◎	◎	◎
9	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> CHO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>	6	-COOH	◎	◎	◎	◎
10	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>8</sub> -	◎	◎	◎	◎
11	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CO-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -	◎	◎	◎	◎
12	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CO-CH=CH-	◎	◎	◎	◎
13	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10		◎	◎	◎	◎
14	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-SO <sub>3</sub> H	◎	◎	◎	◎

【表 2】

比較分散剤 No.	分散剤構造						酸化マグネシウム分散体分散性評価			
	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	-(Y)n-		-(X)m-	-Z	分散媒			
			Y	n			メチルエチルケトン	トルエン	酢酸ブチル	プロピレングリコールモノエーテルアセテート
1	H	アシル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	x	x	x	x
2	C10,12アルキル基	アシル基	-	0	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	x	x	x	x
3	C10,12アルキル基	アシル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-	-H	x	x	x	x
4	ポリオキシエチレン(10)インデシルエーテル酢酸Na(20%水溶液)						x	x	x	x
5	オクチルアミン						x	x	x	x
6	ブタン酸						x	x	x	x
7	2-エチルヘキサノ酸						x	x	x	x
8	デカン酸						x	x	x	x
9	安息香酸						x	x	x	x
10	ポリエチレングリコール(600)二酢酸						x	x	x	x
11	ポリオキシエチレン(6)イントリデシルエーテルリン酸エステル						x	x	x	x
12	ドデシルベンゼンスルホン酸						x	x	x	x
13	ドデシルベンゼンスルホン酸Ca塩						x	x	x	x
14	ポリビニルピロリドン(第一工業製薬(株)製 ピツコールK-30)						x	x	x	x
15	ポリビニルアルコール部分けん化物((株)クラレ製 クラレポバールPVA403)						x	x	x	x
16	スチレンマレイン酸共重合体(ATOFINA社製 SMA1000)						x	x	x	x
17	高分子系顔料分散剤(BYK Chemie社製 DISPERBYK-163)						x	x	x	x
18	高分子系顔料分散剤(BYK Chemie社製 DISPERBYK-2001)						x	x	x	x
19	高分子系顔料分散剤(味の素ファインテクノ(株)製 アジスパ-822)						x	x	x	x

【0105】

表1及び表2に示した結果から、本発明の分散剤を用いた分散体は比較例のものと比較して分散性がより優れていることが分かる。

【0106】

〔分散試験2〕

以下の表3に示す本発明の分散剤及び比較例の分散剤の所定量を、それぞれ表3に示す分散媒の所定量に溶解し、さらに、分散質としての酸化ジルコニウム ( $ZrO_2$ ) 5部を加えたものに、ピーズミル(寿工業(株)製、商品名ウルトラアペックスミルUAM 005、直径50 $\mu m$ のジルコニアピーズ使用、周速10m/秒)で2時間微細化処理を実施した。その結果得られた処理液を透明の容器に移して、微細化処理直後の容器内の処理液の分散性と、24時間後の容器内の処理液(分散剤が0.25部で分散質が5部の処理液)の分散安定性について、処理液を目視にて観察することによって、同上基準で評価した。また、一部の処理液(分散剤が0.25部で分散質が5部の処理液)について、粒度分布計(日機装株式会社製、マイクロトラックUPAMODEL 9230)を使用して動的光散乱法により測定した50%体積粒径(D50)を微細化処理直後の酸化ジルコニウムの粒子径とした。なお、分散剤に対する分散媒の配合量は、分散剤0.5部、0.25部、0.15部、0.05部に対して、それぞれ分散媒94.5部、94.75部、94.85部、94.95部である。また、表3における分散剤使用量(対酸化ジルコニウム)は、10%が分散剤0.5部、5%が分散剤0.25部、3%が分散剤0.15部、1%が分散剤0.05部にそれぞれ対応する。上記分散性と分散安定性の目視評価と酸化ジルコニウムの粒子径測定結果を表3に示す。

10

## 【0107】

また、以下の表3に示す組成を有する本発明の分散剤又は比較分散剤と、酸化ジルコニウム、分散媒からなる上記酸化ジルコニウム分散体(分散剤0.25部、酸化ジルコニウム5.00部、メチルエチルケトン94.75部)の70部を、アクリル樹脂(三菱レイヨン(株)製の商品名アクリペットVH)25部を溶解させた溶液70部に混合してなる分散液について、ピーズミル(寿工業(株)製、商品名ウルトラアペックスミルUAM-005、直径50 $\mu m$ のジルコニアピーズ使用、周速10m/秒)で2時間微細化処理を実施した。その結果、得られた処理液を透明の容器に移して容器内の処理液の分散性について、処理液を目視にて観察することによって、上記基準で評価した。その結果を表3に示す。

20

## 【0108】

また、上記分散液(2時間の微細化処理後のもの)を厚さ10mmの清浄なガラス板上に塗布した後、乾燥機にて120で1時間乾燥して塗膜を得た。次いで、上記ガラス板の下に12ポイントで印字したアルファベットを記した紙を置き、ガラス板上に得られた塗膜の透明性について、その塗膜越しにアルファベットを判別できるかどうかの点から、以下の基準で評価した。その結果を表3に示す。

30

○：12ポイントのアルファベット文字を鮮明に判別することができる

△：塗膜にごく僅かの濁りを生じているが、12ポイントのアルファベット文字を判別することができる

×：塗膜に濁りがあり、12ポイントのアルファベット文字を判別することができない

## 【0109】

【表 3】

No.	分散剤	分散剤構造					分散媒	酸化ジメチルニウム分散体の評価結果					アクリル樹脂混合液 評価				
		R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	-(Y)n-		-(X)m-		-Z	分散性			分散安定性 (24時間後)	粒子径 (nm)	分散性	混濁の 透明性		
				Y	n				10%	3%	1%						
実施例1	分散剤1	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	メチルエチルケトン	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例2	分散剤1	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	トルエン	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例3	分散剤1	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	酢酸アセチル	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例4	分散剤1	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	プロピレングリコール モノメチルエーテル アセテート	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例5	分散剤2	C14,167ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	メチルエチルケトン	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例6	分散剤3	C10,127ルキル基	メチル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	メチルエチルケトン	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例7	分散剤4	C10,127ルキル基	1-ブドウ糖 フェニル エーテル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	メチルエチルケトン	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例8	分散剤9	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> CHO- (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>	6	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	メチルエチルケトン	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例9	分散剤11	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CO-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -	-COOH	メチルエチルケトン	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例10	分散剤13	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-	-P(=O)(OH) <sub>2</sub>	メチルエチルケトン	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
比較例1	比較分散剤1	H	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	メチルエチルケトン	x	x	x	x	x	x	x	x	
比較例2	比較分散剤2	C10,127ルキル基	アリル基	-	-	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	メチルエチルケトン	x	x	x	x	x	x	x	x	
比較例3	比較分散剤3	C10,127ルキル基	アリル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> O-	10	-	-H	メチルエチルケトン	x	x	x	x	x	x	x	x	
比較例4	比較分散剤4	ポリオキシエチレン(10)イソシランエーテル酢酸Na(20%水溶液)							メチルエチルケトン	x	x	x	x	x	x	x	
比較例5	比較分散剤10	ポリエチレングリコール(600)二酢酸							メチルエチルケトン	x	x	x	x	x	x	x	x

【0110】

表3に示すように、本発明の分散剤を用いたものの分散性と分散安定性は比較例のもの

10

20

30

40

50

と比較して優れていた。また、同表に示すように、本発明の分散剤を用いてなる分散体中の分散質の粒径は比較例の分散体中の分散質の粒径に比べてはるかに小さく、このことから本発明の分散剤の効果は明らかである。さらに、同表に示すように、本発明の分散体からなる塗膜の透明性は優れており、本発明の分散体の優れた分散性が実証されている。

#### 【0111】

##### 〔分散試験3〕

##### 1. 酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体(1)の作製

酸化ジルコニウム粉末(日本電工(株)製、商品名PCS、一次粒子径30nm)100部とメチルエチルケトン400部とを混合したものに、以下の表4に示す本発明の分散剤又は比較分散剤10部を添加したものを、ピーズミル(寿工業(株)製、商品名ウルトラアベックスミルUAM-005、直径50 $\mu$ mのジルコニアピーズ使用、周速10m/秒)で4時間微細化処理を実施して、酸化ジルコニウム分散体を作製した。得られた酸化ジルコニウム分散体100部に、フェノキシエチルアクリレート(第一工業製薬(株)製、商品名ニューフロンティアPHE)10部と、ペンタエリスリトールトリアクリレート(第一工業製薬(株)製、商品名ニューフロンティアPET-3)10部とを添加して混合した後、溶媒のメチルエチルケトンを用いて減圧除去し、酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体(1)を得た。

10

#### 【0112】

##### 2. 酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体(2)の作製

市販の酸化ジルコニウム分散体(堺化学(株)製、商品名SZR-M、一次粒子径3nm、30質量%のメタノールを含有する分散体)100部に、以下の表4に示す組成を有する本発明の分散剤又は比較分散剤3部と、フェノキシエチルアクリレート(第一工業製薬(株)製、商品名ニューフロンティアPHE)15部と、ペンタエリスリトールトリアクリレート(第一工業製薬(株)製、商品名ニューフロンティアPET-3)15部とを添加して混合した後、溶媒のメタノールを用いて減圧除去し、酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体(2)を得た。

20

#### 【0113】

##### 3. 酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体(3)の作製

市販の酸化ジルコニウム分散体(堺化学(株)製、商品名SZR-M、一次粒子径3nm、30質量%のメタノールを含有する分散体)100部に、以下の表4に示す組成を有する本発明の分散剤又は比較分散剤3部と、o-フェニルフェノキシエチルアクリレート(日本化薬(株)製、商品名KAYARADOPP-1)28.5部を添加して混合した後、溶媒のメタノールを用いて減圧除去し、酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体(3)を得た。

30

#### 【0114】

##### <アクリレートモノマー分散体の特性評価>

上記により得られたアクリレートモノマー分散体(1)、(2)及び(3)の分散性に関し、透明性、粘度及び屈折率を、以下の方法で評価又は測定した。それらの結果を表4に示す。

#### 【0115】

40

##### a. 透明性

酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体を透明のガラス容器に入れ、上記ガラス容器の下に12ポイントで印字したアルファベットを記した紙を置き、分散体の透明性について、その分散体越しにアルファベットを判別できるかどうかの点から、以下の基準で評価した。

○：分散体を5cm深さのガラス容器に入れたときに、12ポイントのアルファベット文字が見える(分散体が透明である)

△：分散体を1cm深さのガラス容器に入れたときに、12ポイントのアルファベット文字がはっきり見える(分散体に僅かな濁りがある)

×：分散体を1cm深さのガラス容器に入れたときに、12ポイントのアルファベット

50

文字がはっきり見えない（分散体に濁りがある）

【0116】

b．粘度

酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体の粘度を、E型粘度計（東機産業（株）製の商品名RE-80R）を用いて25℃で測定した。

【0117】

c．屈折率

酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体の屈折率を、アッペ屈折率計（アタゴ（株）製、商品名NAR-1T）を用いて25℃で測定した。

【0118】

<光重合硬化膜の作成及び特性評価>

さらに、上記酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体（1）、（2）及び（3）の光重合硬化膜の作製及び評価を以下の通り行った。

【0119】

すなわち、上記酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体（1）、（2）又は（3）100部に、光重合開始剤（BASFS社製、商品名IRGACURE184）1部を添加して混合し、酸化ジルコニウムペーストを得た。その酸化ジルコニウムペーストを、ポリエチレンテレフタレートフィルム上にアプリケーション（小平製作所製、YA型）を用いて約50μmの膜厚で塗布した後、高圧水銀灯を用いて80W/cmの強さで約200mJ/cm<sup>2</sup>のエネルギーの紫外線を照射することにより、酸化ジルコニウムのアクリレートモノマー分散体の光重合硬化膜を得た。得られた塗膜の透明性、屈折率、鉛筆硬度及び耐水性を、以下の通り評価又は測定した。それらの結果を表4に示す。

【0120】

a．透明性

上記ポリエチレンテレフタレートフィルムの下に12ポイントで印字したアルファベットを記した紙を置き、ポリエチレンテレフタレートフィルム上に得られた光重合硬化膜の透明性について、その硬化膜越しにアルファベットを判別できるかどうかの点から、以下の基準で評価した。

○：12ポイントのアルファベット文字を鮮明に判別することができる

△：硬化膜にごく僅かの濁りを生じているが、12ポイントのアルファベット文字を判別することができる

×：硬化膜に濁りがあり、12ポイントのアルファベット文字を判別することができない

【0121】

b．屈折率

光重合硬化膜の屈折率を、プリズムカブラ（セキテクノトロン社製、MODEL 2010/M）を用いて25℃で測定した。

【0122】

c．鉛筆硬度

光重合硬化膜の鉛筆硬度を、JISK5400に準拠して所定硬さの鉛筆で引っ掻き試験で測定した。

【0123】

d．耐水性

光重合硬化膜を60℃の恒温水槽で3日間浸漬し、光重合硬化膜の透明性について、aと同様の基準で評価した。

【0124】

10

20

30

40

【表 4】

No.	分散体種別	分散剤	分散剤構造						酸化シロキサン分散体の評価結果 (分散媒:アクリルモノマー)					UV硬化後の塗膜評価			
			R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	-(Y)n-		-CO-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -	-Z	透明性	粘度	屈折率	透明度	屈折率	鉛筆硬度	耐水性		
					Y	n											
実施例12	(1)	分散剤1	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	○	5,800	1.594	○	1.614	3H	○		
実施例13	(1)	分散剤2	C14.167nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	○	5,700	1.591	○	1.614	3H	○		
実施例14	(1)	分散剤3	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	○	5,600	1.593	○	1.614	3H	○		
実施例15	(1)	分散剤4	C10.127nキル基	1-ブタニル 7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	○	7,200	1.594	○	1.615	3H	○		
実施例16	(1)	分散剤9	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> CHO (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>	6	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	○	6,100	1.591	○	1.615	2H	○		
実施例17	(1)	分散剤11	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CO-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -	-COOH	○	5,700	1.593	○	1.614	3H	○		
実施例18	(1)	分散剤13	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-		○	5,500	1.592	○	1.615	3H	○		
実施例19	(2)	分散剤1	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	5,900	1.592	◎	1.613	3H	◎		
実施例20	(2)	分散剤2	C14.167nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	6,000	1.592	◎	1.613	3H	◎		
実施例21	(2)	分散剤3	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	6,100	1.591	◎	1.612	3H	◎		
実施例22	(2)	分散剤4	C10.127nキル基	1-ブタニル 7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	6,000	1.593	◎	1.613	3H	◎		
実施例23	(2)	分散剤8	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> CHO (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>	6	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	6,800	1.592	◎	1.612	2H	◎		
実施例24	(2)	分散剤11	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CO-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	6,500	1.591	◎	1.612	3H	◎		
実施例25	(2)	分散剤13	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-		◎	6,100	1.592	◎	1.612	3H	◎		
実施例26	(3)	分散剤1	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	61,000	1.632	◎	1.653	3H	◎		
実施例27	(3)	分散剤2	C14.167nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	60,000	1.632	◎	1.652	3H	◎		
実施例28	(3)	分散剤3	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	62,000	1.631	◎	1.653	3H	◎		
実施例29	(3)	分散剤4	C10.127nキル基	1-ブタニル 7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	64,000	1.632	◎	1.653	3H	◎		
実施例30	(3)	分散剤8	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> CHO (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>	6	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	63,000	1.632	◎	1.652	2H	◎		
実施例31	(3)	分散剤11	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CO-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -	-COOH	◎	62,000	1.632	◎	1.652	3H	◎		
実施例32	(3)	分散剤13	C10.127nキル基	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-		◎	65,000	1.632	◎	1.653	3H	◎		
比較例6	(1)	比較分散剤1	H	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	x	凝集	評価不可	x	評価不可	2H	x		
比較例7	(1)	比較分散剤2	C10.127nキル基	7nル基	-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	x	凝集	評価不可	x	評価不可	2H	x		
比較例8	(2)	比較分散剤1	H	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	x	凝集	評価不可	x	評価不可	2H	x		
比較例9	(2)	比較分散剤2	C10.127nキル基	7nル基	-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	x	凝集	評価不可	x	評価不可	2H	x		
比較例10	(3)	比較分散剤1	H	7nル基	-C(=O)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> O-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	x	凝集	評価不可	x	評価不可	2H	x		
比較例11	(3)	比較分散剤2	C10.127nキル基	7nル基	-	10	-CH <sub>2</sub> -	-COOH	x	凝集	評価不可	x	評価不可	2H	x		

【0125】

表4に示すように、本発明の分散体は優れた分散性（外観の透明性）と高い屈折率を有し、本発明の分散体の光重合硬化膜は優れた透明性と高い屈折率と良好な鉛筆硬度と高い耐水性を備えている。

【産業上の利用可能性】

【0126】

本発明の分散体組成物は、ハイブリッド材料、表面保護剤、導電性ペースト、導電性イ

ンク、センサー、精密分析素子、光メモリ、液晶表示素子、ナノ磁石、熱伝媒体、燃料電池用高機能触媒、有機太陽電池、ナノガラスデバイス、研磨剤、ドラッグキャリアー、環境触媒、塗料、印刷インキ、インクジェット用インキ、カラーフィルター用レジスト、筆記具用インキ、光学薄膜、粘着剤、反射防止膜、ハードコート膜等の分野で使用できる。本発明の分散剤は上記用途製品及びその製造工程で主体成分となるナノサイズの無機物由来又は有機物由来の等方性材料及び/又は異方性材料を非水性分散媒中で分散安定化させて、分散媒中における分散質の凝集を抑制し、長期間分散安定化を達成することで所望する製品特性、加工特性、品質安定化、生産性向上を得るために有効である。



## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	テーマコード(参考)
<b>C 0 9 D</b>	<b>7/12</b>	<b>(2006.01)</b>	C 0 9 D 7/12
<b>C 0 8 L</b>	<b>101/00</b>	<b>(2006.01)</b>	C 0 8 L 101/00
<b>C 0 8 L</b>	<b>67/04</b>	<b>(2006.01)</b>	C 0 8 L 67/04

Fターム(参考) 4D077 AA01 AA03 AA08 AB05 AB06 AB20 AC05 BA01 BA03 DC01X  
DC02X DC04X DC19X DC26X DC32X DC53X DC54X DC67X DD04X DD08X  
DD38X DE02X DE04X DE07X DE10X DE29X DE32X  
4J002 AA001 AC111 CD081 CF192 CF211 CK021 FD202 FD312 GH00 HA08  
4J038 GA01 KA09 MA09 MA10