(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第4399459号
(P4399459)
(45)発行日　平成22年1月13日(2010.1.13)　(24)登録日　平成21年10月30日(2009.10.30)

(51)Int.Cl.		F I	
C09D 201/00	(2006.01)	C09D	201/00
C09J 201/00	(2006.01)	C09J	201/00
C08L 101/00	(2006.01)	C08L	101/00
C08K 5/10	(2006.01)	C08K	5/10
C08K 5/06	(2006.01)	C08K	5/06

請求項の数 10　(全 15 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2006-525799 (P2006-525799)
(86)(22)出願日　平成16年7月16日 (2004.7.16)
(65)公表番号　特表2007-533777 (P2007-533777A)
(43)公表日　平成19年11月22日 (2007.11.22)
(86)国際出願番号　PCT/EP2004/051523
(87)国際公開番号　WO2005/026249
(87)国際公開日　平成17年3月24日 (2005.3.24)
審査請求日　平成18年10月18日 (2006.10.18)
(31)優先権主張番号　10341428.2
(32)優先日　平成15年9月9日 (2003.9.9)
(33)優先権主張国　ドイツ(DE)

(73)特許権者　398054432
エボニック　オクセノ　ゲゼルシャフト　ミット　ベシュレンクテル　ハフツング
Ｅｖｏｎｉｋ　Ｏｘｅｎｏ　ＧｍｂＨ
ドイツ連邦共和国　マール　パウル－バウマン－シュトラーセ　１
Ｐａｕｌ－Ｂａｕｍａｎｎ－Ｓｔｒａｓｓｅ　１，　Ｄ－４５７６４　Ｍａｒｌ，　Ｇｅｒｍａｎｙ
(74)代理人　100061815
弁理士　矢野　敏雄
(74)代理人　100094798
弁理士　山崎　利臣
(74)代理人　100099483
弁理士　久野　琢也
最終頁に続く

(54)【発明の名称】皮膜形成剤としてのイソノニルベンゾエートの使用

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
ホモポリマー、コポリマーまたはターポリマーから選択された少なくとも１種の皮膜形成性ポリマーおよび少なくとも１種の皮膜形成剤の水性分散液を含有する組成物において、少なくとも１種の皮膜形成剤として安息香酸イソノニルエステルを含有し、この安息香酸イソノニルエステルはポリマーの乾燥質量に対して０．１～３０質量％の濃度で存在することを特徴とする組成物。
【請求項２】
異性体安息香酸イソノニルエステルの鹸化により得られるノニルアルコールが３，５，５－トリメチルヘキサノールを１０モル％未満含有する、安息香酸イソノニルエステルを含有する、請求項１記載の組成物。
【請求項３】
皮膜形成剤として安息香酸イソノニルエステルと、ジエチレングリコールジベンゾエート、ジプロピレングリコールジベンゾエート、トリエチレングリコールジベンゾエート、トリプロピレングリコールジベンゾエート、ジエチレングリコールモノベンゾエート、ジプロピレングリコールモノベンゾエート、トリエチレングリコールモノベンゾエート、トリプロピレングリコールモノベンゾエート、安息香酸－ｎ－ブチルエステル、安息香酸イソブチルエステル、安息香酸－ｎ－ヘプチルエステル、安息香酸イソヘプチルエステル、安息香酸－ｎ－オクチルエステル、安息香酸－２－エチルヘキシルエステル、安息香酸－イソオクチルエステル、安息香酸－ｎ－ノニルエステル、安息香酸－ｎ－デシルエステル

、安息香酸イソデシルエステル、安息香酸－２－プロピルヘプチルエステル、安息香酸－ｎ－ウンデシルエステル、安息香酸－イソウンデシルエステル、安息香酸－ｎ－ドデシルエステル、安息香酸－イソドデシルエステル、安息香酸－イソトリドデシルエステル、安息香酸－ｎ－トリドデシルエステル、C_{13}の多い安息香酸C_{11}～C_{14}－アルキルエステル、ジメチルフタレート、ジエチルフタレート、ジ－ｎ－プロピルフタレート、ジ－ｎ－ブチルフタレート、ジイソブチルフタレート、ジ－ｎ－ペンチルフタレート、ジイソペンチルフタレート、ジイソヘプチルフタレート、ジイソオクチルフタレート、ジ－２－エチルヘキシルフタレート、ジ－イソノニルフタレート、ジ－イソデシルフタレート、ジ－２－プロピルヘプチルフタレート、ジ－ｎ－ウンデシルフタレート、ジ－イソウンデシルフタレート、ジイソトリデシルフタレート、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、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プロピルエーテル、ジエチレングリコールモノ－ｎ－ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ－イソ－ブチルエーテル、ジエチレングリコール－モノ－ペンチルエーテル、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、トリエチレングリコールモノ－イソ－ブチルエーテル、トリエチレングリコール－モノ－ペンチルエーテル、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、ジプロピレングリコールモノ－イソ－ブチルエーテル、ジプロピレングリコール－モノ－ペンチルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル、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、トリプロピレングリコールモノ－イソ－ブチルエーテル、トリプロピレングリコールモノ－ペンチルエーテル、２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオール－モノイソブチレート、２，２，４－トリメチルペンタンジオール－ジイソブチレート、C_4～C_6－ジカルボン酸のジイソブチルエステルの混合物および２－エチルヘキシル－２－エチルヘキサノエートとの混合物を包含する群からの１つまたはそれ以上の物質とからなる混合物を有する、請求項１または２記載の組成物。

【請求項４】

付加的に充填材、添加物および／または顔料をポリマーの乾燥質量に対して０．１～５０質量％の量で含有する、請求項１から３までのいずれか１項記載の組成物。

【請求項５】

皮膜形成助剤を有する、請求項１から４までのいずれか１項記載の組成物。

【請求項６】

ポリマーとして不飽和エステルのホモポリマー、コポリマーまたはターポリマーを有する、請求項１から５までのいずれか１項記載の組成物。

【請求項７】

ビニルエステル、アクリレートまたはメタクリレートから選択された、少なくとも１種のモノマーを単独重合、共重合または三元共重合することにより得られたポリマーを有する、請求項６記載の組成物。

【請求項８】

請求項１から７までのいずれか１項記載の組成物の、塗料、接着剤としての、または塗料または接着剤の製造のための使用。

【請求項９】

皮膜形成剤が安息香酸イソノニルエステルであることを特徴とする、請求項１から７までのいずれか１項記載の組成物中に使用するための皮膜形成剤。

【請求項１０】

異性体安息香酸イソノニルエステルの鹸化により得られるノニルアルコールが３，５，５－トリメチルヘキサノールを１０モル％未満含有する安息香酸イソノニルエステルである、請求項９記載の皮膜形成剤。

【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、組成物、例えばラテックス塗料（Dispersionsfarben）、モルタル、漆喰、接着剤およびワニス（Lacken）中への皮膜形成剤としての安息香酸のイソノニルエステルの使用、並びに皮膜形成性ポリマーと安息香酸のイソノニルエステルとを有する組成物に関する。
【０００２】
皮膜形成性ホモー、コーまたはターポリマーの水性分散液は、例えば内部領域および外部領域のための塗料のための結合剤として使用することができる。塗料の加工のために重要な基準は最低造膜温度（ＭＦＴ）であり、これは周囲温度を下回り、外部用塗料においては通常約５℃でなくてはならず、こうして良好な塗布性が達せられる。最低造膜温度の調節は、原則的に２つの異なる方法で行われる。
【０００３】
ＭＦＴの調節の第１の可能性は、その構造によるガラス転移温度Ｔｇの低下、こうしてＭＦＴの低下に寄与することのできるモノマーとの共重合または三元共重合にある（内部可塑化）。好適なモノマーは例えばアクリレートである。
【０００４】
しかしながら、一般に、ＭＦＴの低下のために皮膜形成剤の添加は安価な方法である。ＰＶＣの外部可塑化においてと同様に、ここでもＭＦＴは皮膜形成剤の効果および量に依存して明らかに低下する。
【０００５】
ヨーロッパにおいては、皮膜形成剤としては、主に２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオール－モノイソブチレート（例えば、ＴＥＸＡＮＯＬ、Eastman社）およびジプロピレングリコール－ｎ－ブチルエーテル（ＤＰｎＢ）またはトリプロピレングリコール－ｎ－ブチルエーテル（ＴＰｎＢ）のタイプのグリコールエーテル、またはジメチルフタレート（ＤＭＰ）を使用している。ＴＥＸＡＮＯＬは長い間、皮膜形成剤のスタンダードであった。しかしながら、この製品の比較的高い蒸気圧は、揮発性の有機内容物（ＶＯＣ）に関してますます厳格になる規制ともはや相容れない。
【０００６】
特に、ドイツにおいては屋内塗料のための品質保証票“Ｂｌａｕｅｒ　Ｅｎｇｅｌ”（ＲＡＬ-ＵＺ　１０２）が消費者市場のためにますます重要な役割を担っている。塗料産業社団法人の団体から出版されている“Richtlinie Zur Deklaration von Inhaltstoffen in Bautenlacken, Bautenfarben und verwandten Produkten（建築ワニス、建築塗料および類似の製品における内容物の表示のための指導要綱）”（ＶｄＬ－ＲＬ０１、第２の修正、２０００年４月）と組み合わせて、前記の製品のほとんどの使用が、この環境指標の認定にとって妨害的である。こうして、ＤＰｎＢおよびＴＥＸＡＮＯＬはその低い沸点（＜２５０℃）のためにすでに排除されている。グリコールエーテルおよびフタレートは、ＶｄＬ－ＲＬ０１（第２の修正、２０００年４月）により“可塑剤”として分類されている。完成品１リットル中にこの“可塑剤”が１ｇより多量に存在する製品はＢｌａｕｅｒ　Ｅｎｇｅｌの認定から排除されている。
【０００７】
従って、ＭＦＴの強力な低下を低い濃度で可能にし、同時に前記の規定を保持することのできる低い蒸気圧を有する、その他の特に経済的な製品を開発するための必要性がある。
【０００８】
ＰＶＣのための可塑剤としてのＣ原子８から１３個を有する鎖長のアルコールからの安息香酸エステルの使用はＤＥ１９６２５００中に記載されている。
【０００９】
ＵＳ５２３６９８７には、他のＣ$_{8}$～Ｃ$_{12}$の鎖長の安息香酸エステルの使用も記載さ

れている。公知技術からは、そのようなモノアルキルベンゾエート、例えば２－エチルヘキシルベンゾエート（ＷＯ０１／２９１４０）またはイソデシルベンゾエート（ＵＳ５２３６９８７）の皮膜形成剤としての使用は公知である。これらはスタンダードなＴＥＸＡＮＯＬに対して低い揮発性および明らかに低い臭気により優れている。

【００１０】

まだ未公開の出願ＤＥ１０２１７１８６においては、３，５，５－トリメチルヘキシルベンゾエートを１０％未満の割合で有する異性体ノニルベンゾエートのワニス、塗料、接着剤または接着剤成分のための可撓性付与剤としての、およびＰＶＣのための可塑剤としての使用が記載されている。

【００１１】

本発明の課題は、低い揮発性を有し、簡単でその結果安価に製造することのできる皮膜形成剤およびこの皮膜形成剤を有する組成物の提供である。特に、この皮膜形成剤はＶｄＬ－ＲＬ　０１第２の修正、２０００年４月の要求を満たす塗料に使用するために好適でなければならない。

【００１２】

準同族体である２－エチルヘキシル－およびイソデシルベンゾエートに対して異性体C_9－アルコール（イソノナノール）と安息香酸とのエステルは水性結合剤分散液中に皮膜形成剤として使用する際に改善された特性を示すということが、意外にも見いだされた。２－エチルヘキシルベンゾエートに対して、イソノニルベンゾエートはその高い沸点および熱重量測定法で検出可能な僅かな揮発性にもかかわらず、少なくとも同じ効果で塗膜から少なくとも比較可能な良好な蒸発を示す（最低造膜温度の低下）。イソデシルベンゾエートに比較して、イソノニルベンゾエートは改善されたＭＦＴの低下、および特に明らかに改善された蒸発挙動（迅速な乾燥が可能）を示す。アルコールの鎖長が長くなると共に沸点が上昇する、すなわち揮発性が低下するだけでなく、高い沸点のために塗膜からの蒸発挙動も悪くなると思われていたので、この関係は特に意外であった。しかしながら、この大きさに関して、同族列のC_8－、C_9－、C_{10}－ベンゾエート中でイソノニルベンゾエートにおいて最適にあると思われることが見いだされたことは意外であった。

【００１３】

従って、本発明の対象は、分散液、特にホモポリマー、コポリマーまたはターポリマーから選択された少なくとも１種の皮膜形成性ポリマーおよび少なくとも１種の皮膜形成剤の水性分散液を有する組成物であって、これは少なくとも１種の皮膜形成剤として安息香酸イソノニルエステルを含有し、この安息香酸イソノニルエステルはポリマーの乾燥質量に対して０．１～３０質量％の濃度で存在することを特徴とする。

【００１４】

同様に本発明の対象は、本発明による１または複数の組成物の塗料、接着剤としての、または塗料または接着剤の製造のための使用に関する。

【００１５】

良好な皮膜形成剤は実質的に４つの重要な基準を満たさなければならない。先ず、しばしば結合剤とも呼ばれるベースポリマーに対する高い相容性を有さなければならない、すなわち分離してはならない。更に、最低造膜温度の低下に関して効果を示さなければならず、かつ揮発性は低いのがよい。この際、揮発性が低すぎると皮膜形成剤が表面に過度に長く付着して残り、その結果ゴミが結合するということに導くことを考慮しなければならない。こうして、揮発性に関しては良好な妥協が見いだされるべきである。専門家の間ではすでに“Ｂｌａｕｅｎ　Ｅｎｇｅｌｓ”の認定のために将来的な基準として皮膜形成剤の最少沸点を２８０または３００℃に上げることが考慮されており、３００℃を僅かに越える沸点を有する製品が特に好適であると思われる。最後に水溶性は著しく低いのがよく、こうして皮膜形成剤は、粒子の表面上での乾燥工程の間に効果を最も効果的に発現する。

【００１６】

異性体ノニルベンゾエートはこの基準を満たし、従来公知のもしくは市販されているシ

ステムと少なくとも同等であるか、またはより良好である。エステルアルコール（ＴＥＸＡＮＯＬ）またはグリコールモノブチルエーテル（例えば、ＤＯＷＡＮＯＬ、Dow Chemical社）に対して、これは比較可能な効果において低い水溶性という利点を有する。この沸点範囲は３１０℃を上回り、例えば、例から明らかなように３１６～３２６℃である。これに対して、例えば２－エチルヘキシルベンゾエートは約２９７℃の沸点を有する（製造者の記載、Velsicol）。従って、本発明の対象は、例えば本発明による組成物に使用するために好適であり、かつ安息香酸イソノニルエステルである皮膜形成剤でもある。
皮膜形成剤が、異性体安息香酸イソノニルエステルの鹸化により得られるノニルアルコールが３，５，５－トリメチルヘキサノールを１０モル％未満含有する安息香酸イソノニルエステルであるのが有利である。

【００１７】
本発明による皮膜形成剤は清浄剤としてもまたは清浄剤の内容物としても、特に塗装道路を清浄にするための清浄剤のためにも好適である。

【００１８】
本発明による皮膜形成剤を有する本発明による組成物は、特に２－エチルヘキシルベンゾエートを有する組成物に対して明らかに高い沸点を有するにもかかわらず、同様に塗膜および／またはフィルムからの良好な蒸発挙動を示すという利点を有し、このことは塗料の迅速な硬化のために有利である。イソデシルベンゾエートを有する組成物に対して、本発明による安息香酸イソノニルエステル（異性体ノニルエステル、イソノニルベンゾエート、ＩＮＢ）を有する組成物は、同じ濃度でより良好なＭＦＴの低下を示す。ＩＮＢのアルコール成分、イソノナノールは年間当たりナフサをベースとする大規模工業において数百トン製造され、かつ明らかに高価な、純粋なノナノールの異性体、例えばｎ－ノナノールに基づく安息香酸エステルを使用する必要はないので、本発明による組成物は非常に容易にかつ安価に製造することができる。

【００１９】
組成物中の皮膜形成剤としての安息香酸イソノニルエステルの本発明による使用並びにその組成物およびその使用を以下に例示的に記載するが、本発明はこの記載に制限されるべきものではない。

【００２０】
水性分散液がホモポリマー、コポリマーまたはターポリマーから選択された少なくとも１種の皮膜形成性ポリマーおよび少なくとも１種の皮膜形成剤の水性分散液を含有する本発明による組成物は、これが少なくとも１種の皮膜形成剤として安息香酸イソノニルエステルを含有し、この安息香酸イソノニルエステルはポリマーの乾燥質量に対して０．１～３０質量％、有利に０．３～２０質量％、特に有利に０．５～１０質量％の濃度で存在することを特徴とする。皮膜形成剤の量は、最終生成物に要求される最少塗膜形成温度および未変性のポリマーの最少塗膜形成温度に依存する。ラテックス塗料においては、一般に５℃を下回る最少塗膜形成温度が要求される。

【００２１】
組成物のそれぞれの使用目的により、組成物をそれぞれポリマー（結合剤）の乾燥質量に対してラテックス塗料においては０．５～１５質量％、有利に０．５～３質量％、およびワニスにおいては５～３０質量％、有利に１５～３０質量％含有するのが有利である。

【００２２】
組成物は、異性体安息香酸イソノニルエステルの鹸化により得られるノニルアルコールが３，５，５－トリメチルヘキサノールを１０モル％未満含有する安息香酸イソノニルエステルを有するのが有利である。安息香酸エステルもしくはその他の以下に記載するエステルの鹸化はアルカリ媒体中で反応させることにより通常の方法により実施することができる（Ullmann's Enzyklopaedie der Technischen Chemie, 5Ed. A10, p254-260参照）。

【００２３】
本発明による組成物中に本発明による皮膜形成剤として存在する安息香酸イソノニルエステル（異性体ノニルベンゾエート、ＩＮＢ）の製造は以下に記載する。安息香酸イソノ

ニルエステルの製造のために使用する出発物質は、異性体ノニルアルコールの混合物並びに安息香酸である。安息香酸イソノニルエステルの製造のために使用した異性体ノニルアルコールの混合物はしばしばイソノナノールと呼称される。有利に使用される混合物（イソノナノール）は高い直線性を有し、これは３，５，５－トリメチルヘキサノール１０モル％未満（０－１０）、有利に５モル％未満（０－５）、特に有利に２モル％未満（０－２）の割合において優れている。ノニルアルコール－混合物の異性体分布は、ノニルアルコール（イソノナノール）の製造法により決まる。ノニル基の異性体分布は通常の、当業者に汎用されている測定法、例えばＮＭＲ－分光法、ＧＣ－またはＧＣ／ＭＳ－分光法により測定することができる。実施される記載は全て以下に記載するノニルアルコール混合物に関する。そのようなノニルアルコール（ノニルアルコール混合物）はＣＡＳ番号２７４５８－９４－２、６８５１５－８１－１、６８５２７－０５－９または６８５２６－８４－１で市販されている。

【００２４】

イソノナノールは、オクテンのヒドロホルミル化により製造され、このオクテンも同様に種々異なる方法で製造される。このための原料としては一般に工業用C_4－流が使用され、このC_4－流は飽和ブタンの他に全ての異性体C_4－流および場合によりC_3－およびC_5－オレフィンおよびアセチレン系化合物のような不純物を含有する。このオレフィン混合物のオリゴマー化により、C_{12}－およびC_{16}－オレフィン混合物のような高級オリゴマーの他に主に異性体オクテン混合物が得られる。このオクテン混合物は相応するアルデヒドにヒドロホルミル化され、引き続きアルコールに水素化される。

【００２５】

工業用ノナノール混合物の組成、すなわち異性体分布は出発物質に、およびオリゴマー化法およびヒドロホルミル化法により決まる。本発明によるエステルの製造のためには、全てのこれらの混合物を使用することができる。有利なノナノール混合物は、主に直線状のブテンをニッケル担持触媒の存在でオリゴマー化することにより得られたC_8－オレフィン混合物（例えば、ＯＣＴＯＬ－法、ＯＸＥＮＯ Olefinchemie GmbH）を、公知ヒドロホルミル化触媒、例えばＲｈ（未変性またはリガンドを有する）もしくは未変性のコバルト化合物の存在においてヒドロホルミル化し、引き続き触媒を除去したヒドロホルミル化混合物を水素化することにより得られた。その際、出発物質中のイソブテンの割合は、全ブテン含量に対して５質量％未満、有利に３質量％未満、特に有利には１質量％未満である。これにより、あまり有利でないことが示されている強く分枝したノナノール異性体、特に３，５，５－トリメチルヘキサノールの割合は明らかに減少し、有利な範囲に存在する。

【００２６】

本発明による組成物は、安息香酸と例えばＣＡＳ－番号６８５５１－０９－７、９１９９４－９２－２、６８５２６－８３－０、６６４５５－１７－２、６８５５１－０８－６、８５６３１－１４－７または９７５５２－９０－４を有していてよい市販のアルコール混合物とのエステル化により得られる安息香酸イソノニルエステルを含有していてもよい。ここでは前記イソノニルアルコールの他に炭素原子７～１５個を有するアルコールを含有するアルコール混合物である（ＣＡＳ－定義による）。同様に、安息香酸イソノニルエステルと共にその他のアルキルエステルを有する安息香酸アルキルエステル混合物をも含有する。

【００２７】

安息香酸イソノニルエステルの製造、すなわち安息香酸のイソノナノール混合物での相応するエステルへのエステル化は自触媒作用によりまたは触媒、例えばブレンステッド酸またはルイス酸を用いて実施することができる。どのような種類の触媒を選択するかにかかわらず、常に出発物質（酸およびアルコール）と生成物（エステルおよび水）との間には温度に依存する平衡が生じる。エステルの優先的になる平衡に移動させるために、反応水を配合物から除去するための共沸添加剤を使用することができる。エステル化のために使用するアルコール混合物が安息香酸およびそのエステルより低い温度で沸騰し、水と混

和性ギャップを有するので、しばしばこれを共沸添加剤として使用し、水を分離した後再び工程中に返流することができる。

【００２８】

エステルの形成のために使用する異性体アルコールの混合物は同時に共沸添加物としても使用され、従って、過剰で、有利にはエステルの形成のために必要な量の５～５０％、特に１０～３０％の過剰で使用する。

【００２９】

エステル化触媒としては酸、例えば硫酸、メタンスルホン酸またはｐ－トルエンスルホン酸または金属またはその化合物を使用することができる。好適であるのは、例えばスズ、チタン、ジルコニウムであり、これを微細な金属または有利にはその塩、酸化物または可溶性の有機化合物の形で使用する。金属触媒は、プロトン酸とは異なり、その完全な活性が１８０℃を越える温度で初めて達せられる高温度触媒である。しかしながら、これはプロトン触媒に比べて、例えば使用したアルコールからのオレフィンのような副生成物を僅かに形成するために優先的に使用される。金属触媒の代表的な例は、スズ粉末、酸化スズ（ＩＩ）、シュウ酸スズ（ＩＩ）、チタン酸エステル、例えばテトライソプロピルオルトチタネートまたはテトラブチルオルトチタネート並びにテトラブチルジルコネートのようなジルコニウムエステルである。

【００３０】

触媒濃度は触媒の種類に依存する。有利に使用されるチタン化合物においては、触媒濃度は反応混合物に対して０．００５～１．０質量％であり、特に０．０１～０．５質量％、殊に有利には０．０１～０．１質量％である。

【００３１】

エステル化の反応温度はチタン触媒の使用の際に、有利に１６０～２７０℃、より有利には１８０～２５０℃である。最適な温度は使用物質、反応の進行および触媒濃度に依存する。反応温度は個々の場合において実験により容易に知ることができる。高い温度は反応速度を高め、かつ例えばアルコールからの脱水または有色の生成物の形成のような副反応を助長する。アルコールを反応混合物から留去することができることは、反応水を除去するために有利である。所望の温度または所望の温度範囲は反応容器中での圧力により調節することができる。従って、低沸点アルコールにおいては反応を過圧でおよびより高沸点のアルコールにおいては減圧で実施する。安息香酸と異性体ノナノールの混合物との反応の際には、例えば温度範囲１７０～２５０℃で、かつ圧力範囲１バール～１０ミリバールで作業する。

【００３２】

反応中に返流する液体量は部分的にまたは完全に共沸蒸留物の後処理により得られるアルコールからなっていてよい。後の時点に後処理を実施することおよび除去した液体量を全てまたは部分的に新鮮なアルコールにより、すなわち貯蔵容器中に準備していたアルコールで代えることも可能である。

【００３３】

エステルの他にアルコール、触媒またはその崩壊生成物および場合により副生成物を含有する粗製エステル混合物を公知の方法で後処理する。その際、この後処理は次の工程を包含する：過剰のアルコールおよび場合による低沸点化合物の分離、存在する酸の中和、場合による水蒸気蒸留、触媒の容易に濾過可能な残分への変換、固体の分離および場合による乾燥。その際、使用した後処理法により、この工程の順序は変わっていてもよい。

【００３４】

場合によっては、ノニルエステルの混合物を反応混合物から、場合により配合物の中和の後、蒸留により分離することもできる。

【００３５】

場合によっては、本発明によるノニルベンゾエートを安息香酸エステルのイソノナノール混合物でのエステル交換により獲得することもできる。出発物質としては、エステル基のＯ－原子に結合するアルキル基が炭素原子１～８個を有する安息香酸エステルを使用す

る。この基は直鎖または分枝鎖の脂肪族、脂環式または芳香族化合物であってよい。このアルキル基の１個または複数個のメチレン基は酸素により置換されていてよい。出発エステルの基になっているアルコールは使用したイソノナノール混合物より低い沸点を有しているのが適切である。エステル交換のための有利な使用物質は、安息香酸メチルエステル、安息香酸エチルエステル、安息香酸プロピルエステル、安息香酸イソブチルエステル、安息香酸アミルエステルおよび／または安息香酸ブチルエステルである。

【００３６】

エステル交換は触媒により、例えばブレンステッド酸またはルイス酸または塩基を用いて実施する。どのような種類の触媒を選択するかにかかわらず、常に出発物質（アルキルベンゾエートおよびイソノナノール混合物）と生成物（ノニルエステル混合物および遊離アルコール）との間には温度に依存する平衡が生じる。イソノニルエステル混合物の優先的になる平衡に移動させるために、出発エステルから生じたアルコールを反応混合物から留去する。

【００３７】

イソノナノール混合物を過剰で使用するのが、ここでも適切である。

【００３８】

エステル交換触媒としては酸、例えば硫酸、メタンスルホン酸またはｐ－トルエンスルホン酸、または金属またはその化合物を使用することができる。好適であるのは、例えばスズ、チタン、ジルコニウムであり、これを微細な金属または有利にはその塩、酸化物または可溶性の有機化合物の形で使用する。金属触媒は、プロトン酸とは異なり、その完全な活性が１８０℃を越える温度で初めて達せられる高温度触媒である。しかしながら、これはプロトン触媒に比べて、例えば使用したアルコールからのオレフィンのような副生成物が僅かに形成されるために優先的に使用される。金属触媒の代表的な例は、スズ粉末、酸化スズ（ＩＩ）、シュウ酸スズ（ＩＩ）、チタン酸エステル、例えばテトライソプロピルオルトチタネートまたはテトラブチルオルトチタネート並びにテトラブチルジルコネートのようなジルコニウムエステルである。

【００３９】

更に、塩基触媒、例えばアルカリ金属またはアルカリ土類金属の酸化物、水酸化物、炭酸水素塩、炭酸塩またはアルコラートを使用することができる。これらの群から有利にはアルコラート、例えばナトリウムメチラートを使用する。アルコラートは、その場で、アルカリ金属およびノナノールもしくはイソノナノール混合物から製造することもできる。

【００４０】

触媒濃度は触媒の種類に依存する。有利に濃度は反応混合物に対して０．００５～１．０質量％である。

【００４１】

エステル交換のための反応温度は通常１００～２２０℃である。この温度は、少なくとも出発エステルから生じたアルコールを所定の圧力で、多くの場合標準圧で、反応混合物から留出させることができる程度に高い必要ある。

【００４２】

エステル交換混合物は同様にエステル化混合物に関して記載されていると同様に後処理することができる。

【００４３】

本発明による組成物中には安息香酸イソノニルエステルの他にその他の皮膜形成剤として好適である化合物が存在していてよい。こうして本発明による組成物は、皮膜形成剤として、安息香酸イソノニルエステルと、ジエチレングリコールジベンゾエート、ジプロピレングリコールジベンゾエート、トリエチレングリコールジベンゾエート、トリプロピレングリコールジベンゾエート、ジエチレングリコールモノベンゾエート、ジプロピレングリコールモノベンゾエート、トリエチレングリコールモノベンゾエート、トリプロピレングリコールモノベンゾエート、安息香酸－ｎ－ブチルエステル、安息香酸イソブチルエステル、安息香酸－ｎ－ヘプチルエステル、安息香酸イソヘプチルエステル、安息香酸－ｎ

－オクチルエステル、安息香酸－２－エチルヘキシルエステル、安息香酸－イソオクチルエステル、安息香酸－ｎ－ノニルエステル、安息香酸－ｎ－デシルエステル、安息香酸イソデシルエステル、安息香酸－２－プロピルヘプチルエステル、安息香酸－ｎ－ウンデシルエステル、安息香酸－イソウンデシルエステル、安息香酸－ｎ－ドデシルエステル、安息香酸－イソドデシルエステル、安息香酸－イソトリドデシルエステル、安息香酸－ｎ－トリドデシルエステル、（C_{13}の多い）安息香酸C_{11}～C_{14}－アルキルエステル、ジメチルフタレート、ジエチルフタレート、ジ－ｎ－プロピルフタレート、ジ－ｎ－ブチルフタレート、ジイソブチルフタレート、ジ－ｎ－ペンチルフタレート、ジイソペンチルフタレート、ジイソヘプチルフタレート、ジイソオクチルフタレート、ジ－２－エチルヘキシルフタレート、ジ－イソノニルフタレート、ジ－イソデシルフタレート、ジ－２－プロピルヘプチルフタレート、ジ－ｎ－ウンデシルフタレート、ジ－イソウンデシルフタレート、ジイソトリデシルフタレート、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、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プロピルエーテル、ジエチレングリコールモノ－ｎ－ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ－イソ－ブチルエーテル、ジエチレングリコール－モノ－ペンチルエーテル、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、トリエチレングリコールモノ－イソ－ブチルエーテル、トリエチレングリコール－モノ－ペンチルエーテル、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、ジプロピレングリコールモノ－イソ－ブチルエーテル、ジプロピレングリコール－モノ－ペンチルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル、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－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、トリプロピレングリコールモノ－イソ－ブチルエーテル、トリプロピレングリコールモノ－ペンチルエーテル、２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオール－モノイソブチレート、２，２，４－トリメチルペンタンジオール－ジイソブチレート、ジカルボン酸のジイソブチルエステルの混合物、例えばＬＵＳＯＬＶＡＮＦＢＨ（BASF AG）またはＤＢＥ－ＩＢ（DuPont）、２－エチルヘキシル－２－エチルヘキサノエートを包含する群からの１つまたはそれ以上の物質とからなる混合物を有していてよい。

【００４４】

皮膜形成剤および結合剤としてのポリマーの他に、本発明による組成物中には付加的に充填材、その他の添加物および／または顔料を、ポリマーの乾燥質量に対して０．１～５０質量％、有利に１～２５質量％および特に有利に１０～２０質量％の量で含有することができる。

【００４５】

充填材に関しては、例えば水酸化アルミニウム、炭酸カルシウム、ケイ酸カルシウム、クリストバライト、ドロマイト、雲母、方解石、カオリン、石英ガラス、ケイソウ土、ケイ酸、チョーク、ナトリウム－アルミニウム－ケイ酸塩、石英粉、二酸化ケイ素、重晶石またはタルクが本発明による組成物中に存在していてよい。

【００４６】

顔料として、特に着色顔料、例えば無機顔料、例えばオーカー、アンバー、グラファイト、合成白色顔料、例えばチタン白（TiO_2）、合成黒色顔料、例えばカーボンブラック、合成着色顔料、例えば亜鉛イエロー、亜鉛グリーン、カドミウムレッド、コバルトブルー、ウルトラマリーン、マンガンバイオレット、酸化鉄レッド、酸化クロムグリーンまたはストロンチウムイエロー、磁気顔料または有機顔料、例えばアゾ染料が本発明による組成物中に存在していてよい。

【００４７】

その他の添加物としては、本発明による組成物中に、特に、例えば増粘剤、分散助剤、消泡剤または殺生剤が存在していてよい。増粘剤は組成物の粘度を調節するために使用さ

れる。このためには、例えばセルロースエーテル、酸基を有するコポリマー、ポリウレタン増粘剤または無機システム、例えば、高分散性ケイ酸を使用することができる。加工性、保湿性、水硬化性および貯蔵安定性に関する最適な特性を得るために、しばしば複数の異なる増粘剤からなる混合物を使用する。

【００４８】

分散助剤は、充填材および顔料の改善された湿潤のために使用される。これは、特に充填材または顔料を有する本発明による組成物の貯蔵安定性を改善するために必要である。使用可能な分散助剤はポリホスフェート、ポリアクリル酸およびアセトホスホン酸をベースとする化合物である。

【００４９】

ラテックス塗料の高い水分含量により、これはカビおよびバクテリアのための理想的な培地である。これに対抗するためにしばしば保存剤を使用する。このことは貯蔵容器中に（いわゆる貯蔵容器保存）および／または支持体上の被覆膜の保護のために添加することができる。ここではイソチアゾリノンおよびいわゆるホルムアルデヒド分離剤が典型的なものである。

【００５０】

汎用される公知技術によるラテックス塗料は、主に水をベースとする。付加的に組成物中に存在する有機溶剤は、一般に皮膜形成助剤としてのみ働く。従って、本発明による組成物中には水の他に、例えばグリコール、更には脂肪族の化合物、アルコール、芳香族の化合物、エステル、グリコールエーテル、ケトン、ナフサおよびテルペン炭化水素が皮膜形成助剤として存在していてよい。

【００５１】

本発明による組成物を使用すべき最終使用目的、例えばワニス、接着剤またはラテックス塗料に依存して、本発明による組成物はこれらの目的に汎用される多くの異なるポリマー（結合剤）を有していてよい。本発明による組成物は、皮膜形成性ポリマーとして有利にエステルのホモー、コーまたはターポリマーを有し、これはモノマーとして少なくとも１個の二重結合を有し、その際この二重結合はモノマーエステルのカルボン酸部分にまたはアルコール部分に存在していてよい。本発明による組成物が、ビニルエステル、アクリレートまたはメタクリレートから選択された、少なくとも１種のモノマーを単独重合、共重合または三元共重合することにより得られたポリマーを有するのが特に有利である。好適なコモノマーは例えばエチレンまたはスチレンである。

【００５２】

二重結合がカルボン酸部分に存在するモノマーからのポリマーの例は、エチレン系不飽和酸、例えばアクリル酸またはメタクリル酸の、一般に炭素原子１～９個、特に炭素原子１～４個を有するアルコールでのエステル化により得られるものである。これから誘導されたポリマー、特にポリアクリレートは場合によりエチレン系不飽和化合物、例えばエチレンまたはスチレンからの繰り返し単位を含有していてよく、例えばスチレン－アクリレート－コポリマーであってよい。アルコール基中に二重結合を有する重合可能なエステルは、例えばビニルエステル、例えば酢酸ビニルまたはビニルブチレートである。更に本発明による組成物中の結合剤として、塩化ビニルとエチレンおよびビニルエステルとの三元共重合により得られるポリマーが存在していてよい。酢酸ビニルのホモポリマーまたは酢酸ビニルとエチレンからなるコポリマーをしばしば例えば水性接着剤系中に結合剤として使用する。ラテックス塗料のためには、しばしば結合剤として酢酸ビニル、エチレンおよびアクリレートからなるターポリマーまたはスチレンおよびアクリル酸エステルからなるコポリマーを使用する。多くの場合、純粋なアクリレート（Reinacrylate）を使用する。

【００５３】

塗料（ラテックス塗料）を製造するためには、皮膜形成性ポリマーおよび／またはコポリマーおよび／またはターポリマーの水性分散液を種々の添加物と混合する。これには、特に増粘剤、分散助剤、皮膜形成剤、充填材、顔料、消泡剤、グリコール、殺生剤などが属する。

【００５４】
本発明による組成物の製造は、皮膜形成性ポリマー（結合剤）と異性体のノニルベンゾエートとの混合物、すなわち同様に本発明による対象である組成物を製造するための方法により有利に行われる。この際、本発明による組成物は、最初に１または複数の皮膜形成剤を場合により存在する増粘剤、分散助剤、充填材、顔料、消泡剤、グリコール、殺生剤等と分散液にすることにより有利に製造する。このことは、例えば高速ミルにより実施することができる。そのように製造した懸濁液を次いで有利にゆっくりと運転するミキサーを用いて水性結合剤分散液（ラテックス）中に混ぜ込む。
【００５５】
本発明による１または複数の組成物は塗料（ラテックス塗料またはワニス）または接着剤として、または塗料（ラテックス塗料またはワニス）または接着剤の製造のために使用することができる。例えば外部領域または内部領域のためのラテックス塗料、ワニスまたは接着剤のような最終生成物の製造は当業者には公知の方法である。
【００５６】
次に実施例につき本発明を詳細に説明するが、詳細な説明および請求項から明らかな適用範囲を制限するものではない。
【００５７】
実施例：
例１：イソノニルベンゾエート（ＩＮＢ）の合成
載置した水分離器および還流冷却器並びに試料採取用管および温度計を備える４　ｌの蒸留フラスコ中に安息香酸９７６ｇ（８モル）、ＯＸＥＮＯ　Olefinchemie GmbHのイソノナノール１７２８ｇ（１２モル）およびブチルチタネート０．５９ｇ（酸量に対して０．０６％）を秤量し、窒素雰囲気下に加熱沸騰させた。エステル化で生じた反応水を規則的に取り出した。酸価が低下し、０．１ｍｇＫＯＨ／ｇを下回った際に、（約３時間後）配合物を先ず６０℃を下回る温度に冷却し、２０ｃｍのマルチ充填カラムを載置した。その後、圧力を２ミリバールに下げ、最初に過剰のアルコールを留去した（約１２０℃）。１４０℃までの中間留出物の分離後、塔頂部で測定して（２ミリバールで）１４２～１４７℃の範囲でイソノニルベンゾエートを留出させることができた。ガスクロマトグラフィーは純度＞９９．７％であることを示すことができた。
【００５８】
沸点もしくは沸点範囲を測定するために、物質をサーモシステム（Thermosystem）ＦＰ８００（Mettler社）中で、中央処理装置ＦＰ８０と連結されたセンサーＦＰ８５において測定した、開始温度１００℃において、４００℃まで１０℃／分の温度上昇を実施した。このようにして得られたＤＳＣ－曲線から、イソノニルベンゾエートの沸点範囲が３１６～３２６℃であることを測定することができた。
【００５９】
例２：２－エチルヘキシルベンゾエートの合成
例１で実施した方法と同様に実施したが、２－エチルヘキサノール１２モルを安息香酸８モルおよびテトラブチルチタネートと反応させた。蒸留（３ミリバール、塔頂部温度１３４℃）の後、ガスクロマトグラフィーにより測定した純度＞９９．７％の２－エチルヘキシルベンゾエートが得られる。
【００６０】
例３：イソデシルベンゾエートの合成
載置した水分離器および還流冷却器並びに試料採取用管および温度計を備える４　ｌの蒸留フラスコ中に安息香酸９７６ｇ（８モル）、イソデカノール（ＥＸＸＡＬ　１０、ExxonMobil社）１８７２ｇ（１２モル）およびブチルチタネート０．５９ｇ（酸量に対して０．０６％）を秤量し、窒素雰囲気下に加熱沸騰させた。エステル化で生じた反応水を規則的に取り出した。酸価が約３時間後に低下し、０．１ｍｇＫＯＨ／ｇを下回った際に、過剰のアルコールを真空下に、ラシッヒリングを有する１０ｃｍのカラムを介して留出した。その後、配合物を８０℃に冷却し、浸漬管、載置した滴下ロートおよびカラムを備え

る４ｌ反応フラスコ中に移し、クライゼンブリッジ（Claisenbruecke）で固定した。その後、５質量％の苛性ソーダ水溶液で中和した（苛性ソーダ１０倍過剰）。引き続き、真空下（１０ミリバール）に１９０℃に加熱した。次いで、滴下ロートを介してＶＥ水（完全脱塩水）を使用した粗製エステルの量に対して８質量％、一定温度で滴加した。水の添加後、ヒーターを外し、真空下に冷却した。エステルを室温で濾紙および濾過助剤を有するブフナーロートを介して濾過した。ガスクロマトグラフィーは９９．７％のエステルの純度を示すことができた。

【００６１】

例４：熱重量分析（ＴＧＡ）による揮発性の測定

生成物の揮発性に関しての証言を得るために、例１～３により製造した安息香酸エステルを動的ＴＧＡ－法を用いて、高温における質量損失に関して比較した。

【００６２】

この目的のために、空気雰囲気下に熱天秤（Ｎｅｔｚｓｃｈ社のＴｈｅｒｍｏｗａａｇｅ　ＴＧ２０９）中で、試料２０ｍｇをＰｔ－るつぼ（孔を有する蓋）中で２３から３００℃までの温度範囲で１０Ｋ／分の動的温度上昇において加熱し、それぞれ質量損失を％で測定した。

【００６３】

下記の第１表中には非蒸発分（＝１００％－質量損失（％））を記載している：

【００６４】

【表１】

第１表：

温度（℃）	例１（イソノニルベンゾエート、本発明による）	例２（２-エチルヘキシルベンゾエート、比較例）	例３（イソデシルベンゾエート、比較例）
170	99,0％	98,1％	99,2％
200	96,1％	93,3%	97,1％
240	81,2％	69,7%	85,3％
270	45,2％	17,3％	57,3％

【００６５】

試料の５０％が蒸発する温度は、イソノニルベンゾエートにおいては２６７℃であり、２－エチルヘキシルベンゾエートにおいては２５５℃であり、かつイソデシルベンゾエートでは２７５℃である。相対的順序および明らかな差異は、分子量が上昇すると共に揮発性が低下するという予想に一致する。

【００６６】

例５：種々の皮膜形成剤の最低造膜温度（ＭＦＴ）に対する影響

固体含量約５０％のスチレン－アクリル酸エステル－コポリマーの微細に分散した水性分散液であるＬｉｐａｔｏｎ　ＡＥ　４６２０（Polymer Latex, Marl）を表に記載した量（ポリマーの乾燥質量に対する質量％）の皮膜形成剤と混合する。１日間の熟成時間の後、ＤＩＮ　ＩＳＯ　２１１５に従って、最低造膜温度（ＭＦＴ）の測定を行う。最後の欄は、皮膜形成剤を添加していない水性分散液の最低造膜温度を記載している。

【００６７】

【表２】

第２表：DIN ISO 2115によるＭＦＴの測定

	実験１	実験２	実験３	Lipaton AE 4620
	イソノニルベンゾエート	2-エチルヘキシルベンゾエート	イソデシルベンゾエート	未変性
１質量%の添加でのＭＦＴ（℃）	9	10	11	18
３質量%の添加でのＭＦＴ（℃）	1	0	2	18

【００６８】

イソノニルベンゾエートで達せられたＭＦＴは、両方の濃度においてイソデシルベンゾエートで達せられたＭＦＴより僅かに低い。測定精度（±１℃）の範囲では２－エチルヘキシルベンゾエートおよびイソノニルベンゾエートは同様に効果的な皮膜形成剤であるが、低い濃度でイソノニルベンゾエートによりＭＦＴのより良好な低下が達せられたので、僅かにＩＮＢの側が有利である。

【００６９】

例６：蒸発挙動を測定するためのケーニッヒによる振り子型減衰（Pendeldaempfung）

皮膜形成剤３質量％を添加したＬｉｐａｔｏｎ　ＡＥ　４６２０の分散液（第２表の最後の行参照）を２４時間標準気候で熟成させ、次いでこれを湿潤時層厚約２００μｍ（乾燥フィルムにおける層厚約８５μｍ）でガラスプレート上に担持し、測定すべき塗膜を形成した。引き続き、このように製造した試験体を用いて、異なる貯蔵時間後に振り子型減衰試験（ＤＩＮ　ＥＮ　ＩＳＯ　１５２２）を実施した。この試験の際には、塗膜の表面上に載せた振り子を揺らし、振幅が一定の大きさに低下するまでの時間を測定する。減衰時間が短いほど、硬度が低く、かつなお皮膜形成剤の含量がより高いことを意味する。こうして、フィルムからの皮膜形成剤の蒸発挙動がどのようなものであるかの情報が得られる。未変性のフィルムの硬度が達せられた時点が、皮膜形成剤が蒸発したと見なされる。試験の結果、すなわち傾斜が基準に適合した６°から３°に低減する時間を、第３表に示している。

【００７０】

【表３】

第３表：例６に関する結果：減衰時間（秒）

	イソノニルベンゾエート	2- エチルヘキシルベンゾエート	イソデシルベンゾエート	Lipaton AE 4620 未変性
室温で１日後	4	4	3	39
室温で１０日後	6	7	6	45
５０℃で６日後	36	38	7	49

【００７１】

意外にも、相応するフィルムからのイソノニルベンゾエートおよび２－エチルヘキシルベンゾエートの蒸発挙動はほぼ同一であり、イソデシルベンゾエートの蒸発挙動に比較して明らかに改善されている。従って、イソノニルベンゾエートおよび２－エチルヘキシルベンゾエートを皮膜形成剤として有する塗料および組成物は、イソデシルベンゾエートを有するものより、塗料の迅速な硬化を示す。例４において熱重量分析により調べた、これらのベンゾエートの揮発性は２－エチルヘキシルベンゾエートおよびイソノニルベンゾエートとの間に明らかな相違を予想させたために、この結果は意外であった。予想された相関関係とは異なることから、本発明による組成物は２－エチルヘキシルベンゾエートに比較して高い沸点を有するにもかかわらず、迅速に硬化する。例５により示すことができたように、イソノニルベンゾエートの組成物の最低造膜温度に対する作用効果は２－エチルヘキシルベンゾエートの作用効果と比較可能である。

【００７２】

例７：イソノニルベンゾエート（ＩＮＢ）の選択的な合成法

載置した水分離器および還流冷却器並びに試料採取用管および温度計を備える４　ｌの蒸留フラスコ中に安息香酸９７６ｇ（８モル）、ＯＸＥＮＯ　Olefinchemie GmbH社のイソノナノール１７２８ｇ（１２モル）およびブチルチタネート０．５９ｇ（酸量に対して０．０６質量％）を秤量し、窒素雰囲気下に加熱沸騰させた。エステル化で生じた反応水を規則的に取り出した。酸価が低下し、０．１ｍｇＫＯＨ／ｇを下回った際に、（約３時間後）配合物を最初に６０℃を下回る温度に冷却し、２０ｃｍの充填カラムを載置した。

その後、圧力を２ミリバールに下げ、先ず過剰のアルコールを留去した（カラム塔頂部温度約１２０℃）。その後、配合物を８０℃に冷却し、浸漬管、載置した滴下ロートおよびカラムを備える４　ｌ反応フラスコ中に移し、クライゼンブリッジで固定した。その後、５質量％の苛性ソーダ水溶液で中和し（苛性ソーダ５倍過剰）、更に３０分間撹拌した。引き続き、真空下（約１０ミリバール）に１９０℃に加熱した。次いで、滴下ロートを介して完全脱塩水を使用した粗製エステルの量に対して８質量％、一定温度で滴加した。その際、塔頂部温度は１２０℃を越えて上昇しないように注意した。水の添加後、ヒーターを外し、真空下に冷却した。エステルを室温で濾紙および濾過助剤を有するブフナーロートを介して濾過した。ガスクロマトグラフィーは９９．７％のエステルの純度を示すことができた。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		FI
C08L 33/06	*(2006.01)*	C08L 33/06
C08L 31/02	*(2006.01)*	C08L 31/02
C09D 167/06	*(2006.01)*	C09D 167/06
C09D 133/06	*(2006.01)*	C09D 133/06
C09J 167/06	*(2006.01)*	C09J 167/06
C09J 133/06	*(2006.01)*	C09J 133/06

(74)代理人 100114890
弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト
(74)代理人 230100044
弁護士 ラインハルト・アインゼル
(72)発明者 ミヒャエル グラース
ドイツ連邦共和国 ハルテルン アム ゼー モスカンプ ２１ベー
(72)発明者 ユルゲン コッホ
ドイツ連邦共和国 ハルテルン アム ゼー レーアケスヴェーク ３

審査官 阪野 誠司

(56)参考文献 特開２００５－０５４１８７（ＪＰ，Ａ）
国際公開第０１／０２９１４０（WO，Ａ１）
米国特許第０５２３６９８７（ＵＳ，Ａ）
特開２００３－１９２８６６（ＪＰ，Ａ）
特開平１０－２３１４０９（ＪＰ，Ａ）
特表２００５－５０１９０６（ＪＰ，Ａ）
特開２００３－３３５７２９（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C09D 201/00
C09J 201/00
C08L 101/00
CA/REGISTRY(STN)