

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成 24 年 8 月 23 日 (2012.8.23)

【公表番号】特表 2011-530643 (P2011-530643A)

【公表日】平成 23 年 12 月 22 日 (2011.12.22)

【年通号数】公開・登録公報 2011-051

【出願番号】特願 2011-522997 (P2011-522997)

【国際特許分類】

C 0 8 B 3/06 (2006.01)

C 0 8 B 15/04 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 B 3/06

C 0 8 B 15/04

【手続補正書】

【提出日】平成 24 年 7 月 4 日 (2012.7.4)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 3 2 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 3 2 5 】

例 4 1 (単一のアシル置換)において、プロピオネート置換基が、等価の D S および置換パターンにて R_{th} をアセテート置換基よりも増大させ、そして総ヒドロキシル D S が R_{th} 値に対して顕著な影響を有していたことを示した。位置選択的に置換されたセルロースエステルは、他の置換パターンよりも大幅に広範囲の R_{th} を与えた。本例は、第 2 のアシル基が R_{th} 値を有することができるという影響を示した。すなわち、本発明の位置選択的に置換されたセルロースエステルについて、アセチル置換基およびプロピオニル置換基の組合せは、従来のセルロースエステルよりも狭くそしてより小さく負の R_{th} 値をもたらした。より高いプロピオネート D S および高い C_6 / C_3 および C_6 / C_2 の P r R D S 比 (等価の総 D S にて) は、更なる R_{th} の変化を与えた。

以下もまた開示される。

[1] 位置選択的に置換されたセルロースエステルの製造方法であって：

(a) セルロースをカルボキシル化イオン液体中に溶解させることによってセルロース溶液を形成すること；

(b) 該セルロース溶液を少なくとも 2 種のアシル化試薬と接触させることによって、セルロースエステルを含むアシル化セルロース溶液を調製し；該セルロースエステルが、該カルボキシル化イオン液体によって供与される少なくとも 1 つのアシル基を含み；該アシル化試薬を該セルロース溶液に同時に接触させること；

(c) 該アシル化セルロース溶液を非溶媒と接触させて該セルロースエステルの少なくとも一部を沈殿させることによって、沈殿したセルロースエステルおよび該カルボキシル化イオン液体を含むスラリーを調製すること；

(d) 該沈殿したセルロースエステルの少なくとも一部を該カルボキシル化イオン液体から分離することによって、該位置選択的に置換されたセルロースエステルおよび分離されたカルボキシル化イオン液体を調製すること；ならびに

(e) 任意に、該分離されたカルボキシル化イオン液体の少なくとも一部を、追加のセルロースの溶解において使用するために再循環させること；を含む、方法。

[2] 第 1 のアシル化試薬の約 80 モル % を次のアシル化剤の添加前に反応させる、上

記 [1] に記載の方法。

[3] 位置選択的に置換されたセルロースエステルの製造方法であって：

(a) セルロースをカルボキシル化イオン液体中に溶解させることによってセルロース溶液を形成すること；

(b) 該セルロース溶液を少なくとも 2 種のアシル化試薬と接触させることによって、セルロースエステルを含むアシル化セルロース溶液を調製し；該セルロースエステルが、該カルボキシル化イオン液体によって供与される少なくとも 1 つのアシル基を含み；該アシル化試薬を該セルロース溶液に同時に添加すること；

(c) 該アシル化セルロース溶液を非溶媒と接触させて該セルロースエステルの少なくとも一部を沈殿させることによって、沈殿したセルロースエステルおよび該カルボキシル化イオン液体を含むスラリーを調製すること；

(d) 該沈殿したセルロースエステルの少なくとも一部を該カルボキシル化イオン液体から分離することによって、該位置選択的に置換されたセルロースエステルおよび分離されたカルボキシル化イオン液体を調製すること；ならびに

(e) 任意に、該分離されたカルボキシル化イオン液体の少なくとも一部を、追加のセルロースの溶解において使用するために再循環させること；を含む、方法。

[4] R D S 比が $C_6 > C_2 > C_3$ である少なくとも 1 種の位置選択的に置換されたセルロースエステルを含む、フィルム。

[5] 位置選択的に置換されたセルロースエステルの C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての環 R D S 比が、少なくとも 1 . 0 5 である、上記 [4] に記載のフィルム。

[6] 位置選択的に置換されたセルロースエステルの C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての環 R D S 比に総 D S [$(C_6 / C_3) \cdot D S$ または $(C_6 / C_2) \cdot D S$] を乗じた積が、少なくとも 2 . 9 である、上記 [4] に記載のフィルム。

[7] 位置選択的に置換されたセルロースエステルの C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての環 R D S 比が少なくとも 1 . 0 5 であり、そして C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての環 R D S 比に総 D S を乗じた積が少なくとも 2 . 9 である、上記 [4] に記載のフィルム。

[8] 位置選択的に置換されたセルロースエステルの、 C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての少なくとも 1 つのアシル置換基のカルボニル R D S 比が、少なくとも 1 . 3 である、上記 [4] に記載のフィルム。

[9] 位置選択的に置換されたセルロースエステルの、 C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての少なくとも 1 つのアシル置換基のカルボニル R D S 比にアシル置換基の D S [$(C_6 / C_3) \cdot D S_{アシル}$ または $(C_6 / C_2) \cdot D S_{アシル}$] を乗じた積が、少なくとも 2 . 3 である、上記 [4] に記載のフィルム。

[10] 位置選択的に置換されたセルロースエステルの、 C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についてのカルボニル R D S 比にアシル置換基の D S を乗じた積が、少なくとも 2 . 5 である、上記 [4] に記載のフィルム。

[11] 位置選択的に置換されたセルロースエステルの、 C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての少なくとも 1 つのアシル置換基のカルボニル R D S 比が、少なくとも 1 . 3 であり、そして、位置選択的に置換されたセルロースエステルの、 C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についてのカルボニル R D S 比にアシル D S を乗じた積が、少なくとも 2 . 3 である、上記 [4] に記載のフィルム。

[12] フィルムが写真フィルム、保護フィルムまたは補償フィルムである、上記 [4] に記載のフィルム。

[13] 少なくとも 1 種の位置選択的に置換されたセルロースエステルを含み、 R_{th} 範囲が約 - 400 ~ 約 + 100 nm である、補償フィルム。

[14] 位置選択的に置換されたセルロースエステルが単一アシル置換基の総 D S 約 1 . 5 ~ 約 2 . 95 を有し；そして補償フィルムが R_{th} 値約 - 400 ~ 約 + 100 nm を有する、上記 [13] に記載の補償フィルム。

[15] 位置選択的に置換されたセルロースエステルが、セルロースアセテート、セル

ロースプロピオネート、およびセルロースブチレートからなる群から選択され；位置選択的に置換されたセルロースエステルが、総DS約1.6～約2.9を有する、上記[13]に記載の補償フィルム。

[16] 補償フィルムが R_{th} 値約-380～約-110nmを有し、そして総DS約1.7～約2.5を有する位置選択的に置換されたセルロースプロピオネートで構成されている、上記[13]に記載の補償フィルム。

[17] 補償フィルムが R_{th} 値約-380～約-110nmを有し、そして総DS約1.7～約2.5および C_6/C_3 または C_6/C_2 についての環RDS比少なくとも1.05を有する位置選択的に置換されたセルロースプロピオネートで構成されている、上記[13]に記載の補償フィルム。

[18] 補償フィルムが R_{th} 値約-60～約+100nmを有し、そして総DS約2.6～約2.9を有する位置選択的に置換されたセルロースプロピオネートで構成されている、上記[13]に記載の補償フィルム。

[19] 補償フィルムが R_{th} 値約-60～約+100nmを有し、そして総DS約2.6～約2.9および C_6/C_3 または C_6/C_2 についての環RDS比少なくとも1.05を有する位置選択的に置換されたセルロースプロピオネートで構成されている、上記[13]に記載の補償フィルム。

[20] 補償フィルムが R_{th} 値約0～約+100nmを有し、そして総DS約2.75～約2.9を有する位置選択的に置換されたセルロースプロピオネートで構成されている、上記[13]に記載の補償フィルム。

【手続補正2】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

位置選択的に置換されたセルロースエステルの製造方法であって；

(a) セルロースをカルボキシル化イオン液体中に溶解させることによってセルロース溶液を形成すること；

(b) 該セルロース溶液を少なくとも2種のアシル化試薬と接触させることによって、セルロースエステルを含むアシル化セルロース溶液を調製し；該セルロースエステルが、該カルボキシル化イオン液体によって供与される少なくとも1つのアシル基を含み；該アシル化試薬を該セルロース溶液に同時に接触させること；

(c) 該アシル化セルロース溶液を非溶媒と接触させて該セルロースエステルの少なくとも一部を沈殿させることによって、沈殿したセルロースエステルおよび該カルボキシル化イオン液体を含むスラリーを調製すること；

(d) 該沈殿したセルロースエステルの少なくとも一部を該カルボキシル化イオン液体から分離することによって、該位置選択的に置換されたセルロースエステルおよび分離されたカルボキシル化イオン液体を調製すること；ならびに

(e) 任意に、該分離されたカルボキシル化イオン液体の少なくとも一部を、追加のセルロースの溶解において使用するために再循環させること；

を含む、方法。

【請求項2】

第1のアシル化試薬の少なくとも80モル%を次のアシル化剤の添加前に反応させる、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

位置選択的に置換されたセルロースエステルの製造方法であって；

(a) セルロースをカルボキシル化イオン液体中に溶解させることによってセルロース溶液を形成すること；

(b) 該セルロース溶液を少なくとも 2 種のアシル化試薬と接触させることによって、セルロースエステルを含むアシル化セルロース溶液を調製し；該セルロースエステルが、該カルボキシル化イオン液体によって供与される少なくとも 1 つのアシル基を含み；該アシル化試薬を該セルロース溶液に同時に添加すること；

(c) 該アシル化セルロース溶液を非溶媒と接触させて該セルロースエステルの少なくとも一部を沈殿させることによって、沈殿したセルロースエステルおよび該カルボキシル化イオン液体を含むスラリーを調製すること；

(d) 該沈殿したセルロースエステルの少なくとも一部を該カルボキシル化イオン液体から分離することによって、該位置選択的に置換されたセルロースエステルおよび分離されたカルボキシル化イオン液体を調製すること；ならびに

(e) 任意に、該分離されたカルボキシル化イオン液体の少なくとも一部を、追加のセルロースの溶解において使用するために再循環させること；

を含む、方法。

【請求項 4】

R D S 比が $C_6 > C_2 > C_3$ である少なくとも 1 種の位置選択的に置換されたセルロースエステルを含む、フィルム。

【請求項 5】

位置選択的に置換されたセルロースエステルの C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての環 R D S 比が、少なくとも 1.05 である、請求項 4 に記載のフィルム。

【請求項 6】

位置選択的に置換されたセルロースエステルの C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての環 R D S 比に総 D S [$(C_6 / C_3) \cdot D S$ または $(C_6 / C_2) \cdot D S$] を乗じた積が、少なくとも 2.9 である、請求項 4 に記載のフィルム。

【請求項 7】

位置選択的に置換されたセルロースエステルの C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての環 R D S 比が少なくとも 1.05 であり、そして C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての環 R D S 比に総 D S を乗じた積が少なくとも 2.9 である、請求項 4 に記載のフィルム。

【請求項 8】

位置選択的に置換されたセルロースエステルの、 C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての少なくとも 1 つのアシル置換基のカルボニル R D S 比が、少なくとも 1.3 である、請求項 4 に記載のフィルム。

【請求項 9】

位置選択的に置換されたセルロースエステルの、 C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての少なくとも 1 つのアシル置換基のカルボニル R D S 比にアシル置換基の D S [$(C_6 / C_3) \cdot D S_{\text{アシル}}$ または $(C_6 / C_2) \cdot D S_{\text{アシル}}$] を乗じた積が、少なくとも 2.3 である、請求項 4 に記載のフィルム。

【請求項 10】

位置選択的に置換されたセルロースエステルの、 C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についてのカルボニル R D S 比にアシル置換基の D S を乗じた積が、少なくとも 2.5 である、請求項 4 に記載のフィルム。

【請求項 11】

位置選択的に置換されたセルロースエステルの、 C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についての少なくとも 1 つのアシル置換基のカルボニル R D S 比が、少なくとも 1.3 であり、そして、位置選択的に置換されたセルロースエステルの、 C_6 / C_3 または C_6 / C_2 についてのカルボニル R D S 比にアシル D S を乗じた積が、少なくとも 2.3 である、請求項 4 に記載のフィルム。

【請求項 12】

フィルムが写真フィルム、保護フィルムまたは補償フィルムである、請求項 4 に記載のフィルム。

【請求項 13】

少なくとも１種の位置選択的に置換されたセルロースエステルを含み、 R_{th} 範囲が $-400 \sim +100 \text{ nm}$ である、補償フィルム。

【請求項 14】

位置選択的に置換されたセルロースエステルが単一アシル置換基の総 $DS 1.5 \sim 2.95$ を有し；そして補償フィルムが R_{th} 値 $-400 \sim +100 \text{ nm}$ を有する、請求項 13 に記載の補償フィルム。

【請求項 15】

位置選択的に置換されたセルロースエステルが、セルロースアセテート、セルロースプロピオネート、およびセルロースブチレートからなる群から選択され；位置選択的に置換されたセルロースエステルが、総 $DS 1.6 \sim 2.9$ を有する、請求項 13 に記載の補償フィルム。

【請求項 16】

補償フィルムが R_{th} 値 $-380 \sim -110 \text{ nm}$ を有し、そして総 $DS 1.7 \sim 2.5$ を有する位置選択的に置換されたセルロースプロピオネートで構成されている、請求項 13 に記載の補償フィルム。

【請求項 17】

補償フィルムが R_{th} 値 $-380 \sim -110 \text{ nm}$ を有し、そして総 $DS 1.7 \sim 2.5$ および C_6/C_3 または C_6/C_2 についての環 RDS 比少なくとも 1.05 を有する位置選択的に置換されたセルロースプロピオネートで構成されている、請求項 13 に記載の補償フィルム。

【請求項 18】

補償フィルムが R_{th} 値 $-60 \sim +100 \text{ nm}$ を有し、そして総 $DS 2.6 \sim 2.9$ を有する位置選択的に置換されたセルロースプロピオネートで構成されている、請求項 13 に記載の補償フィルム。

【請求項 19】

補償フィルムが R_{th} 値 $-60 \sim +100 \text{ nm}$ を有し、そして総 $DS 2.6 \sim 2.9$ および C_6/C_3 または C_6/C_2 についての環 RDS 比少なくとも 1.05 を有する位置選択的に置換されたセルロースプロピオネートで構成されている、請求項 13 に記載の補償フィルム。

【請求項 20】

補償フィルムが R_{th} 値 $0 \sim +100 \text{ nm}$ を有し、そして総 $DS 2.75 \sim 2.9$ を有する位置選択的に置換されたセルロースプロピオネートで構成されている、請求項 13 に記載の補償フィルム。