

【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28年10月20日(2016.10.20)

【公開番号】特開2015-124246(P2015-124246A)

【公開日】平成27年7月6日(2015.7.6)

【年通号数】公開・登録公報2015-043

【出願番号】特願2013-267833(P2013-267833)

【国際特許分類】

C 08 F 8/04 (2006.01)

C 08 F 240/00 (2006.01)

C 08 F 6/10 (2006.01)

【F I】

C 08 F 8/04

C 08 F 240/00

C 08 F 6/10

【手続補正書】

【提出日】平成28年9月1日(2016.9.1)

【手続補正1】

【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】

シクロペントジエン系化合物とビニル芳香族化合物とを熱重合する熱重合工程と、前記熱重合工程で得られた共重合体に、水素化溶媒の存在下で水素を添加して水素化反応する水素化反応工程と、

前記水素化反応工程後の反応混合物から、水素添加石油樹脂中に6質量%以上10質量%以下の水素添加低分子量体が残存するように水素添加石油樹脂を分離する揮発成分除去工程と、を備え、

前記揮発成分除去工程を、前記反応混合物を加圧する加圧手段と、この加圧手段にて加圧された前記反応混合物を加圧下で加熱する加熱手段と、前記加圧かつ加熱された前記反応混合物が流入される減圧された減圧空間を有した減圧手段と、前記反応混合物を流通可能な流路を有し、前記減圧手段の減圧空間内に流入された前記反応混合物を前記流路に流通させる状態に前記減圧空間内に配設された流通部材と、を備える揮発成分除去装置を用いて実施することを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法。

【請求項2】

請求項1に記載の水素添加石油樹脂の製造方法において、

前記反応混合物の流量(F)と、前記流路の平均直径(D)と、前記流路の数(N)とが、下記式(F1)で表される条件を満たす

$$F / (D \times N) = 1500 \text{ kg} / (\text{h} \cdot \text{m}) \quad \dots \quad (\text{F1})$$

ことを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法。

【請求項3】

請求項1または請求項2に記載の水素添加石油樹脂の製造方法において、前記揮発成分除去工程後の水素添加石油樹脂の軟化点が、90以上160以下であることを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法。

【請求項4】

請求項1から請求項3までのいずれか一項に記載の水素添加石油樹脂の製造方法におい

て、前記流路の平均直径（D）が、0.001m（1mm）以上0.02m（20mm）以下であることを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法。

【請求項5】

請求項1から請求項4までのいずれか一項に記載の水素添加石油樹脂の製造方法において、前記流路の数（N）が、1以上100000以下であることを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法。

【請求項6】

請求項1から請求項5までのいずれか一項に記載の水素添加石油樹脂の製造方法において、前記反応混合物のJIS Z 8803に記載の方法により測定した揮発成分除去工程での温度における粘度が、0.01Pa·s以上1.0Pa·s以下であることを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法。

【請求項7】

請求項1から請求項6までのいずれか一項に記載の水素添加石油樹脂の製造方法において、前記加熱手段は、100以上350以下に加熱することを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法。

【請求項8】

請求項1から請求項7までのいずれか一項に記載の水素添加石油樹脂の製造方法において、前記加圧手段は、0.1MPaG以上に加圧することを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法。

【請求項9】

請求項1から請求項8までのいずれか一項に記載の水素添加石油樹脂の製造方法において、前記減圧手段は、6.67kPaAbs以下に減圧することを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0006】

前記した課題を解決すべく、本発明は、以下のような水素添加石油樹脂の製造方法を提供するものである。

本発明の水素添加石油樹脂の製造方法は、シクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物とを熱重合する熱重合工程と、前記熱重合工程で得られた共重合体に、水素化溶媒の存在下で水素を添加して水素化反応する水素化反応工程と、前記水素化反応工程後の反応混合物から、水素添加石油樹脂中に6質量%以上10質量%以下の水素添加低分子量体が残存するように水素添加石油樹脂を分離する揮発成分除去工程と、を備え、前記揮発成分除去工程を、前記反応混合物を加圧する加圧手段と、この加圧手段にて加圧された前記反応混合物を加圧下で加熱する加熱手段と、前記加圧かつ加熱された前記反応混合物が流入される減圧された減圧空間を有した減圧手段と、前記反応混合物を流通可能な流路を有し、前記減圧手段の減圧空間内に流入された前記反応混合物を前記流路に流通させる状態に前記減圧空間内に配設された流通部材と、を備える揮発成分除去装置を用いて実施することを特徴とする方法である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0008】

本発明の水素添加石油樹脂の製造方法においては、前記反応混合物の流量（F）と、前記流路の平均直径（D）と、前記流路の数（N）とが、下記式（F1）で表される条件

を満たすことが好ましい。

$F / (D \times N) = 1500 \text{ kg} / (\text{h} \cdot \text{m}) \dots \dots (\text{F1})$

本発明の水素添加石油樹脂の製造方法においては、前記揮発成分除去工程後の水素添加石油樹脂の軟化点が、90以上160以下であることが好ましい。

本発明の水素添加石油樹脂の製造方法においては、前記流路の平均直径(D)が、0.001m(1mm)以上0.02m(20mm)以下であることが好ましい。

本発明の水素添加石油樹脂の製造方法においては、前記流路の数(N)が、1以上10000以下であることが好ましい。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0022

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0022】

次いで、得られた反応生成液を、例えば、温度100以上300以下、圧力1mmHg以上100mmHg以下で、1時間以上3時間以下の脱溶媒処理をして揮発分(溶媒のほかに低分子量体も揮発し得る)を除去すれば、共重合体を得ることができる。ここで溶媒中の低分子量体含有量が4質量%以下であれば、そのまま熱重合工程へのリサイクルが可能となる。

以上のような熱重合工程によって製造されたシクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物との共重合体は、軟化点が50~120、ビニル芳香族化合物単位含有量が30~90質量%、臭素価が30~90g/100g、数平均分子量が400~1100の共重合体となる。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0023

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0023】

(水素化反応工程)

水素化反応工程においては、前記熱重合工程で得られた共重合体に、水素化溶媒の存在下で水素を添加して水素化反応する。

この水素化反応は、共重合体をシクロヘキサン、テトラヒドロフランなどの溶媒に溶解して、ニッケル、パラジウム、コバルト、白金、ロジウム系触媒の存在下で行うことができる。

このときの反応温度は、通常、120以上300以下、好ましくは150以上250以下である。また、反応圧力は、通常、1MPaG以上6MPaG以下である。さらに、反応時間は、1時間以上7時間以下、好ましくは2時間以上5時間以下である。

この水素化反応工程後の反応混合物については、JIS Z 8803に記載の方法により測定した揮発成分除去工程での温度における粘度が、0.01Pa·s以上1.0Pa·s以下であることが好ましい。粘度が前記範囲内であれば、後段の揮発成分除去工程において、揮発成分をより効率よく除去できる。