

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2007-506824

(P2007-506824A)

(43) 公表日 平成19年3月22日(2007.3.22)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 1 1 C 1/08 (2006.01)	C 1 1 C 1/08	4 H 0 0 6
C 0 7 C 51/43 (2006.01)	C 0 7 C 51/43	4 H 0 5 9
C 0 7 C 51/487 (2006.01)	C 0 7 C 51/487	
C 0 7 C 53/126 (2006.01)	C 0 7 C 53/126	
C 1 1 B 7/00 (2006.01)	C 1 1 B 7/00	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 13 頁)		

(21) 出願番号	特願2006-527339 (P2006-527339)	(71) 出願人	500154113
(86) (22) 出願日	平成16年9月20日 (2004. 9. 20)		ユニケマ ケミー ベスローテン フェン
(85) 翻訳文提出日	平成18年4月20日 (2006. 4. 20)		ノートシャップ
(86) 国際出願番号	PCT/EP2004/010634		オランダ国, エヌエルー 2 8 0 2 ペーエ
(87) 国際公開番号	W02005/030693		ー ハウダ, プールティエ 1
(87) 国際公開日	平成17年4月7日 (2005. 4. 7)	(71) 出願人	503342708
(31) 優先権主張番号	03256026.0		アイシーアイ アメリカズ インコーポレ
(32) 優先日	平成15年9月25日 (2003. 9. 25)		イティド
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		アメリカ合衆国, ニュージャージー 0 8
			8 0 7 ブリッジウォーター ファインダ
			ーシ アベニュー 1 0
		(74) 代理人	100099759
			弁理士 青木 篤
		(74) 代理人	100077517
			弁理士 石田 敬
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 方法

(57) 【要約】

本発明は、(i) 随意選択的に、脂肪酸混合物を水素化する段階；(ii) 該混合物を冷却し、結晶を形成させる段階；そして(iii) 乾式分別によって、該混合物からアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸を分離する段階を含む、直鎖及びアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸を含む脂肪酸混合物からアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸の分離方法を提供する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

直鎖及びアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸を含む脂肪酸混合物からアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸の分離方法であって、下記；

(i) 随意選択的に、該脂肪酸混合物を水素化する段階、

(ii) 該混合物を冷却し、結晶を形成させる段階、そして

(iii) 乾式分別によって、該混合物から該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸を分離する段階、
を含む該分離方法。

【請求項 2】

10

該脂肪酸混合物が、95質量%超の飽和脂肪酸と、5質量%未満の不飽和脂肪酸とを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

該脂肪酸混合物が、40～65質量%のアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸と、35～60質量%の範囲の直鎖の $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸とを含む、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

該脂肪酸混合物が、下記；

(i) 4質量%未満の C_{14} 脂肪酸、及び / 又は

(ii) 10～35質量%の範囲の C_{16} 脂肪酸、及び / 又は

20

(iii) 50～75質量%の範囲の C_{18} 脂肪酸、及び / 又は

(iv) 3～15質量%の範囲の C_{20} 脂肪酸、及び / 又は

(v) 2～10質量%の範囲の C_{22} 脂肪酸、

を含む、請求項 1～3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 5】

該脂肪酸混合物が、15～30質量%、好ましくは20～25質量%の範囲の C_{16} 脂肪酸を含む、請求項 1～4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 6】

該脂肪酸混合物が、55～65質量%、好ましくは57～63質量%の範囲の C_{18} 脂肪酸を含む、請求項 1～5 のいずれか一項に記載の方法。

30

【請求項 7】

該脂肪酸混合物中に存在する、直鎖の C_{18} 飽和脂肪酸：直鎖の C_{16} 飽和脂肪酸の質量比が、0.4～1.5：1、好ましくは0.5～1.2：1の範囲にある、請求項 1～6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸が、73～95質量%の範囲の分岐を有する脂肪酸と、5～27質量%の範囲の直鎖の脂肪酸とを含む、請求項 1～7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸が、下記；

40

(i) 3質量%未満の分岐を有する C_{14} 脂肪酸、及び / 又は

(ii) 2～12質量%の範囲の分岐を有する C_{16} 脂肪酸、及び / 又は

(iii) 55～85質量%の範囲の分岐を有する C_{18} 脂肪酸、及び / 又は

(iv) 2～12質量%の範囲の分岐を有する C_{20} 脂肪酸、及び / 又は

(v) 1～8質量%の範囲の分岐を有する C_{22} 脂肪酸、

を含む、請求項 1～8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸が、4～10質量%、好ましくは6～8質量%の範囲の分岐を有する C_{16} 脂肪酸を含む、請求項 1～9 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 11】

50

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸が、60～80質量%、好ましくは65～75質量%の範囲の分岐を有する C_{18} 脂肪酸を含む、請求項1～10のいずれか一項に記載の方法。

【請求項12】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸が、下記；

(i) 3～14質量%の範囲の直鎖の C_{16} 脂肪酸、及び／又は

(ii) 0.5～6質量%の範囲の直鎖の C_{18} 脂肪酸、

を含む、請求項1～11のいずれか一項に記載の方法。

【請求項13】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸が、0.1～0.7：1の範囲の質量比で存在する直鎖の C_{18} 飽和脂肪酸：直鎖の C_{16} 飽和脂肪酸を含む、請求項1～12のいずれか一項に記載の方法。 10

【請求項14】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸が、90質量%超の飽和脂肪酸と、0～10質量%の範囲の不飽和脂肪酸とを含む、請求項1～13のいずれか一項に記載の方法。

【請求項15】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸が、下記；

(i) 175～205 mg KOH・g⁻¹の範囲の酸価、及び／又は

(ii) 175～210 mg KOH・g⁻¹の範囲のけん化価、及び／又は

(iii) 7 g・100 g⁻¹未満の不けん化価、及び／又は 20

(iv) 6 g・100 g⁻¹未満のヨウ素価、及び／又は

(v) 0～10 の範囲の曇り点、及び／又は

(vi) 150ハーゼン単位未満のカラー値、

を有する、請求項1～14のいずれか一項に記載の方法。

【請求項16】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸が、0～8 、好ましくは0～6 の範囲の曇り点を有する、請求項1～15のいずれか一項に記載の方法。

【請求項17】

冷却の際、板状結晶が形成される、請求項1～16のいずれか一項に記載の方法。

【請求項18】

該板状結晶が、1～2：1の範囲の平均アスペクト比を有する、請求項17に記載の方法。 30

【請求項19】

該板状結晶が、250～500 μmの範囲の結晶平均径を有する、請求項17又は18に記載の方法。

【請求項20】

該脂肪酸混合物を、初めに、48～80 の範囲まで加熱する、請求項1～19のいずれか一項に記載の方法。

【請求項21】

該脂肪酸混合物を、7～16 の範囲の温度まで冷却する、請求項1～20のいずれか一項に記載の方法。 40

【請求項22】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸を、ろ過により分離する、請求項1～21のいずれか一項に記載の方法。

【請求項23】

該脂肪酸混合物中に存在する直鎖の C_{18} 飽和脂肪酸：直鎖の C_{16} 飽和脂肪酸の質量比を、冷却段階の前又は冷却段階の際に、好ましくはパルミチン酸の添加によって調整する、請求項1～22のいずれか一項に記載の方法。

【請求項24】

100 gの脂肪酸混合物あたり0.5～15 gの範囲のパルミチン酸を添加する、請求 50

項 2 3 に記載の方法。

【請求項 2 5】

下記；

(i) 3 質量 % 未満の分岐を有する C_{14} 脂肪酸、及び / 又は

(ii) 2 ~ 1 2 質量 % の範囲の分岐を有する C_{16} 脂肪酸、及び / 又は

(iii) 5 5 ~ 8 5 質量 % の範囲の分岐を有する C_{18} 脂肪酸、及び / 又は

(iv) 2 ~ 1 2 質量 % の範囲の分岐を有する C_{20} 脂肪酸、及び / 又は

(v) 1 ~ 8 質量 % の範囲の分岐を有する C_{22} 脂肪酸、及び / 又は

(vi) 0 . 1 5 ~ 0 . 5 : 1 の範囲の直鎖の C_{18} 飽和脂肪酸：直鎖の C_{16} 飽和脂肪酸の

質量比、

を含むアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸混合物。

10

【請求項 2 6】

下記；

(i) 3 ~ 1 2 質量 % の範囲の直鎖の C_{16} 脂肪酸、及び / 又は

(ii) 0 . 5 ~ 6 質量 % の範囲の直鎖の C_{18} 脂肪酸、

を含む、請求項 2 5 に記載のアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸混合物。

【請求項 2 7】

下記；

(i) 1 7 0 ~ 1 9 5 m g K O H . g ⁻¹ の範囲の酸価、

(ii) 8 5 ~ 2 1 0 m g K O H . g ⁻¹ の範囲のけん化価、

(iii) 7 g . 1 0 0 g ⁻¹ 未満の不けん化価、

(iv) 6 g . 1 0 0 g ⁻¹ 未満のヨウ素価、

(v) 1 0 未満の曇り点、及び

(vi) 2 5 0 ハーゼン単位未満のカラー値、

を有する、請求項 2 5 又は 2 6 に従うアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸混合物。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、直鎖の脂肪酸からアルキル分岐を有する脂肪酸を分離する方法、そして特に、アルキル分岐を有する飽和脂肪酸を分離する方法に関する。

30

【背景技術】

【0 0 0 2】

アルキル分岐を有する脂肪酸は、直鎖の不飽和脂肪酸の触媒又は熱二量化の副生成物として生ずる。上記アルキル分岐を有する脂肪酸は、「イソステアリン酸」として知られている。イソステアリン酸は室温で液体であり、オレイン酸よりも酸化に対して安定性が良好であり、従って、潤滑剤エステル及び化粧品用途等の広範囲の適用領域内で販売される非常に有用な生成物である。イソステアリン酸はまた、イソステアリルアルコールを合成するために用いられる。イソステアリン酸は、いわゆる E m e r s o l 法で商業的に生産されている。

【0 0 0 3】

E m e r s o l 法では、該脂肪酸混合物を有機溶媒に溶解させ、次いで、水平スクレイプド (s c r a p e d) 晶出装置を用いて冷却する。冷却の際に形成する直鎖の脂肪酸結晶を、ロータリードラムフィルターを用いて、直鎖の不飽和脂肪酸、分岐を有する不飽和脂肪酸及び分岐を有する飽和脂肪酸から取り除く。次いで、蒸留段階の両分画から溶媒を取り除く。E m e r s o l 法は、エネルギー集約型であり、運用コストが高く、そして望ましくない有機溶媒の使用を必要とする。

40

【0 0 0 4】

米国特許第 4 9 7 3 4 3 1 号明細書には、イソステアリン酸を生産するための湿式分離法が記載されている。該湿式分離法では、脂肪酸混合物をまた、水平のスクレイプド晶出装置を用いて冷却する。しかしその一方で、水及び界面活性剤の混合物である湿潤剤溶液

50

を該脂肪酸に添加する。該直鎖の脂肪酸結晶を水性相中で懸濁させ、次いで、低温遠心分離機を用いて該混合物から分離する。次いで、該直鎖の脂肪酸を加熱し、懸濁液を分散させ (b r e a k i n g u p)、そして高温遠心分離機内で、界面活性剤から分離する。両タイプの遠心分離機を利用すると、保守コストが高くなる。界面活性剤を用いると、該湿式分離法のコストがさらに増加する。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 5 】

乾式分別 (d r y f r a c t i o n a t i o n) として公知である第三の技術が用いられ、不飽和脂肪酸から飽和脂肪酸が分離されるが、該技術は、分岐を有する脂肪酸の分離には適用されていない。乾式分別には、晶出装置内で脂肪酸混合物を冷却し、次いで、メンブランフィルターを用いて、凝固化飽和脂肪酸のケーキから不飽和脂肪酸を圧搾することが含まれる。

10

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 6 】

今回、我々は、前述の課題を少なくとも1つ減少させるか、又は実質的に克服するアルキル分岐を有する脂肪酸の分離方法を見出した。

【 0 0 0 7 】

従って、本発明は、直鎖及びアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸を含む脂肪酸混合物から、アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸を分離する方法を提供し、該方法には、下記；

20

(i) 随意選択的に、脂肪酸混合物を水素化する段階；

(ii) 該混合物を冷却し、結晶を形成させる段階；そして

(iii) 乾式分別によって、該混合物からアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸を分離する段階；
が含まれる。

【 0 0 0 8 】

本発明はまた、下記；

(i) 3 質量 % 未満の分岐を有する C_{14} 脂肪酸；

(ii) 2 ~ 12 質量 % の範囲の分岐を有する C_{16} 脂肪酸；

30

(iii) 55 ~ 85 質量 % の範囲の分岐を有する C_{18} 脂肪酸；

(iv) 2 ~ 12 質量 % の範囲の分岐を有する C_{20} 脂肪酸；

(v) 1 ~ 8 質量 % の範囲の分岐を有する C_{22} 脂肪酸；そして

(vi) 直鎖の C_{18} 飽和脂肪酸：直鎖の C_{16} 飽和脂肪酸の質量比が、0 . 15 ~ 0 . 5 : 1 の範囲である；

を含むアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸混合物を提供する。

【 0 0 0 9 】

本発明で用いられる脂肪酸向けの原材料は、天然素材原料、例えば、トリグリセリドオイルであることが好ましく、そして動物源 (例えば、獣脂) 又は好ましくは野菜源でありうる。好適な脂肪酸には、ヒマワリ脂肪酸、大豆脂肪酸、オリーブ脂肪酸、菜種脂肪酸、アマニ脂肪酸、綿実脂肪酸、ベニバナ脂肪酸、トールオイル脂肪酸及び獣脂オレインが含まれる。比較的純粋な不飽和脂肪酸、例えば、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、パルミトレイン酸、及びエライジン酸を単離するか、又は比較的粗製の不飽和脂肪酸混合物を用いることができる。好適な不飽和の脂肪酸を購入可能である。これらの不飽和脂肪酸が、触媒又は熱二量化法を受ける。該二量化法の副生成物の一つは、アルキル分岐を有する不飽和脂肪酸、アルキル分岐を有する飽和脂肪酸、直鎖の飽和脂肪酸及び直鎖の不飽和脂肪酸の脂肪酸混合物の複合体であるモノマー分画として公知である。これが本発明の方法用の出発原料である。

40

【 0 0 1 0 】

該脂肪酸混合物出発原料は、好ましくは20質量%超、さらに好ましくは30 ~ 55 質

50

量%、特に35～50質量%、そして特に40～45質量%の範囲の飽和脂肪酸と、好ましくは30質量%超、さらに好ましくは45～70質量%、特に50～65質量%、そして特に55～60質量%の範囲の不飽和脂肪酸とを含む(両者とも、存在する脂肪酸の総質量に基づく)。

【0011】

不飽和脂肪酸の量を減少させるために、該脂肪酸混合物を、当業者に公知の技術(例えば、ニッケル触媒を使用)を用いて水素化することができ、そうすることが好ましい。

該水素化脂肪酸混合物は、好ましくは90質量%超、さらに好ましくは93質量%超、特に95質量%超、そして特に97質量%超の飽和脂肪酸と、好ましくは0～10質量%の範囲、さらに好ましくは7質量%未満、特に5質量%未満、そして特に3質量%未満の不飽和脂肪酸とを含む(両者とも、存在する脂肪酸の総質量に基づく)。

10

【0012】

該脂肪酸混合物は、下記；

(i) 好適には35～85質量%、好ましくは40～65質量%、さらに好ましくは45～60質量%、特に50～57質量%、そして特に51～55質量%の範囲のアルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸；及び

(ii) 好適には15～65質量%、好ましくは35～60質量%、さらに好ましくは40～55質量%、特に43～50質量%、そして特に45～49質量%の範囲の直鎖の $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸；

を含む(両者とも、存在する脂肪酸の総質量に基づく)。

20

【0013】

該直鎖及びアルキル分岐を有する脂肪酸混合物は、好ましくは $C_{14} \sim C_{22}$ 、さらに好ましくは $C_{16} \sim C_{22}$ 、特に $C_{18} \sim C_{20}$ 、そして特に C_{18} 脂肪酸を含む。

該脂肪酸混合物は、全て、存在する脂肪酸の総質量に基づいて；

(i) 好ましくは0～5質量%の範囲、さらに好ましくは4質量%未満、特に3質量%未満、そして特に2質量%未満の C_{14} 脂肪酸を含み、そして/又は、

(ii) 好ましくは5～50質量%、さらに好ましくは10～35質量%、特に15～30質量%、そして特に20～25質量%の範囲の C_{16} 脂肪酸を含み、そして/又は、

(iii) 好ましくは45質量%超、さらに好ましくは50～75質量%、特に55～65質量%、そして特に57～63質量%の範囲の C_{18} 脂肪酸を含み、そして/又は、

30

(iv) 好ましくは0～20質量%、さらに好ましくは3～15質量%、特に6～10質量%、そして特に7～9質量%の範囲の C_{20} 脂肪酸を含み、そして/又は、

(v) 好ましくは0～12質量%、さらに好ましくは2～10質量%、特に4～8質量%、そして特に5～7質量%の範囲の C_{22} 脂肪酸を含む。

【0014】

本発明の特に好ましい実施形態では、該脂肪酸混合物中に存在する直鎖の C_{18} 飽和脂肪酸：直鎖の C_{16} 飽和脂肪酸の質量比は、0.3～2:1、好ましくは0.4～1.5:1、さらに好ましくは0.5～1.2:1、特に0.6～1.0:1、そして特に0.7～0.9:1の範囲であることが好適である。上記比は、本発明に従う方法を実行する前に、直鎖の C_{16} 飽和脂肪酸(すなわち、パルミチン酸)を、該脂肪酸混合物に添加することで調製でき、そしてそうすることが好ましい。添加するパルミチン酸の量は、脂肪酸混合物出発原料100gあたり、好ましくは0.5～15、さらに好ましくは1～10、特に3～7、そして特に4～6gの範囲である。

40

【0015】

本発明に従う方法では、該脂肪酸混合物出発原料は、液状にするために、好ましくは45超、さらに好ましくは48～80、特に50～70、そして特に52～60の範囲に、最初に加熱することが好適である。該脂肪酸混合物出発原料を、該混合物のタイター(titre)(又は融点)よりも、好ましくは2～20、さらに好ましくは5～15、特に7～13、そして特に9～11高く加熱する。該脂肪酸混合物は、蒸留カラムから直接用いることができ、例えば、温度が110と高い場合には、該晶出装置

50

に入れる前に上記好ましい温度範囲まで冷却させることが必要である。

【0016】

液体の脂肪酸混合物の結晶化は、好ましくは18未満、さらに好ましくは17未満、特に7~16、そして特に5~15の範囲に該脂肪酸混合物を冷却することで得られる。冷却速度は、該方法の効率に大きく影響し、そして本発明の実施形態のひとつでは、冷却は、好ましくは1~30/時間、さらに好ましくは2~15/時間、特に3~8/時間、そして特に4~6/時間の範囲で、回分様式で行われる。該回分式冷却法を、好ましくは1~14、さらに好ましくは2~12、特に6~11、そして特に8~10時間の範囲にわたり行う。

【0017】

あるいはそして好ましくは、連続冷却工程が用いられ、好適には15~140/時間、好ましくは25~100/時間、さらに好ましくは30~70/時間、特に35~60/時間、そして特に40~55/時間の範囲の速度で冷却する。該連続冷却工程は、好ましくは0.1~4、さらに好ましくは0.3~3、特に0.5~2、そして特に0.8~1.2時間にわたり行われる。

【0018】

冷却工程の際、該直鎖の飽和脂肪酸の結晶化が生ずる。本発明の特に好ましい実施形態では、冷却段階後の該脂肪酸混合物の組成物には、15~55質量%、さらに好ましくは20~50質量%、特に25~45質量%、そして特に30~40質量%の範囲の液体脂肪酸と、45~85質量%、さらに好ましくは50~80質量%、特に55~75質量%、そして特に60~70質量%の範囲の固体脂肪酸が含まれる。さらに好ましい実施形態では、該固体の脂肪酸は、さらに一般的な針状構造とは逆の、板状の特性を有する結晶形状を有する。該板状結晶は、おおむね円形の形状であり、1~3:1、好ましくは1~2:1、さらに好ましくは1~1.3:1、特に1~1.2:1、そして特に1~1.1:1の範囲の平均アスペクト比 $d_1:d_2$ （本明細書に規定する通りに測定）を有する（ここで、 d_1 及び d_2 は、それぞれ、該結晶の長さ及び幅である）。本発明の好ましい実施形態では、好適には少なくとも40数量%、好ましくは少なくとも55数量%、さらに好ましくは少なくとも70数量%、特に少なくとも80数量%、そして特に少なくとも90数量%の結晶が、平均アスペクト比に関して与えられる上記好ましい範囲内のアスペクト比を有する。該板状結晶の平均奥行き（又は d_3 ）は、結晶平均径（長さ平均及び幅平均の合計の半分（ $(d_1+d_2)/2$ ））の好ましくは1/3未満、さらに好ましくは1/4未満、特に1/50~1/8、そして特に1/20~1/10の範囲である。

【0019】

該板状結晶は、150~600 μm 、好ましくは250~500 μm 、さらに好ましくは300~460nm、特に350~440nm、そして特に380~420nmの範囲の結晶平均径（本明細書に規定されるように測定）を有する。本発明の好ましい実施形態では、好適に少なくとも40数量%、好ましくは少なくとも55数量%、さらに好ましくは少なくとも70数量%、特に少なくとも80数量%、そして特に少なくとも90数量%の結晶が、結晶平均径に関して与えられる上記好ましい範囲内の結晶径を有する。

【0020】

好ましい板状結晶形状は、針状形状の結晶から作られるろ過ケーキよりもより空隙率の低い、ろ過ケーキ内の結晶のもろい（open）配列を生じさせる。

板状結晶から形成されるろ過ケーキは、液体/固体脂肪酸分離の同じ収率を得るためにより少ない液圧を必要とし、そして驚くべきことに、より純粋な生成物を生じさせる。

冷却後、好ましくは好適なフィルターを介して、該脂肪酸混合物をろ過する。該フィルタークロスは、好ましくはポリオレフィン、さらに好ましくはポリプロピレンの繊維（特に、ウィーブ形）から作られる。該繊維を、好ましくは疎水性材料、例えば、PTFEでコーティングすることができる。フィルタークロスの質量は、好ましくは200~600、さらに好ましくは300~500、そして特に350~450 $\text{g}\cdot\text{m}^{-2}$ である。該フィルタークロスは、好ましくは0.1~10、さらに好ましくは0.5~5、そして特に1

10

20

30

40

50

$\sim 21 \cdot \text{dm}^{-2} \cdot \text{分}^{-1}$ の範囲の透水性を有する。好適なフィルタークロスを購入できる。該フィルタークロスは、一般的に、フィルタープレス（これも購入可能である）内に収納される。

【0021】

該ろ過段階は、好ましくは加圧下で、さらに好ましくは5～40、特に15～35、そして特に25～30パールの範囲で行われる。

本発明の方法に従って作成される該アルキル分岐を有する $\text{C}_{12} \sim \text{C}_{24}$ 脂肪酸混合物には、好ましくは70質量%超、さらに好ましくは73～95質量%、特に77～90質量%、そして特に80～85質量%の範囲の分岐を有する脂肪酸と、30質量%未満、さらに好ましくは5～27質量%、特に10～23質量%、そして特に15～20質量%の直鎖の脂肪酸が含まれる（両者とも、存在する脂肪酸の総質量に基づく）。 10

【0022】

該アルキル分岐を有する $\text{C}_{12} \sim \text{C}_{24}$ 脂肪酸混合物には、好ましくは $\text{C}_{14} \sim \text{C}_{22}$ 、さらに好ましくは $\text{C}_{16} \sim \text{C}_{22}$ 脂肪酸、特に $\text{C}_{18} \sim \text{C}_{20}$ 、そして特に C_{18} 脂肪酸が含まれる。

該アルキル分岐を有する脂肪酸混合物には、全て、存在する脂肪酸の総質量に基づいて、下記；

(i) 好ましくは0～4質量%の範囲、さらに好ましくは3質量%未満、特に2質量%未満、そして特に1質量%未満の分岐を有する C_{14} 脂肪酸を含み、そして/又は、

(ii) 好ましくは0～15質量%、さらに好ましくは2～12質量%、特に4～10質量%、そして特に6～8質量%の範囲の分岐を有する C_{16} 脂肪酸を含み、そして/又は、 20

(iii) 好ましくは50質量%超、さらに好ましくは55～85質量%、特に60～80質量%、そして特に65～75質量%の範囲の分岐を有する C_{18} 脂肪酸を含み、そして/又は、

(iv) 好ましくは0～15質量%、さらに好ましくは2～12質量%、特に4～10質量%、そして特に6～8質量%の範囲の分岐を有する C_{20} 脂肪酸、そして/又は、

(v) 好ましくは0～12質量%、さらに好ましくは1～8質量%、特に1.5～6質量%、そして特に2～4質量%の範囲の分岐を有する C_{22} 脂肪酸が含まれる。

【0023】

さらに、該アルキル分岐を有する脂肪酸混合物には、下記；

(i) 好ましくは0～18質量%、さらに好ましくは3～12質量%、特に5～10質量%、そして特に6～8質量%の範囲の直鎖の C_{16} 脂肪酸、及び/又は、 30

(ii) 好ましくは0～10質量%の範囲、さらに好ましくは0.5～6質量%、特に1～4質量%、そして特に1.5～3質量%の範囲の直鎖の C_{18} 脂肪酸；が含まれる（両者とも、存在する脂肪酸の総質量に基づく）ことが好適である。

【0024】

該分岐を有する脂肪酸混合物中に存在する直鎖の C_{18} 飽和脂肪酸：直鎖の C_{16} 飽和脂肪酸の質量比は、好適には0.05～1：1、好ましくは0.1～0.7：1、さらに好ましくは0.15～0.5：1、特に0.2～0.4：1、そして特に0.25～0.35：1の範囲である。

該アルキル分岐を有する $\text{C}_{12} \sim \text{C}_{24}$ 脂肪酸混合物には、好ましくは90質量%超、さらに好ましくは92～99.9質量%、特に95～99.5質量%、そして特に96～99質量%の範囲の飽和脂肪酸と、好ましくは0～10質量%、さらに好ましくは0.1～8質量%、特に0.5～5質量%、そして特に1～4質量%の不飽和脂肪酸とが含まれる（両者とも存在する脂肪酸の総質量に基づく）。 40

【0025】

本発明に従って作成されたアルキル分岐を有する $\text{C}_{12} \sim \text{C}_{24}$ 脂肪酸には、平均で、好ましくは3未満、さらに好ましくは2.5未満、特に1.05～2、そして特に1.1～1.4の炭素原子数（すなわち、側鎖が主にメチル基）を有するアルキル側鎖（最も長い線状分子鎖の炭素原子に直接結合している）が含まれる。本発明の好ましい実施形態では、側鎖基の50数量%超、さらに好ましくは60数量%超、特に70～97数量%、そして 50

特に 80 ~ 93 数量%の範囲が、メチル基である。さらに好ましい実施形態では、分岐を有する脂肪酸の 30 数量%超、さらに好ましくは 40 数量%超、特に 45 ~ 90 数量%、そして特に 50 ~ 80 数量%には、単一のメチル側鎖が含まれる。

【0026】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸は、好ましくは 160 ~ 220、さらに好ましくは 175 ~ 205、特に 182 ~ 196、そして特に 187 ~ 191 mg KOH g⁻¹ の範囲の酸価（本明細書に規定される通りに測定）を有する。

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸は、好ましくは 165 ~ 220、さらに好ましくは 175 ~ 210、特に 185 ~ 200、そして特に 191 ~ 195 mg KOH g⁻¹ の範囲のけん化価（本明細書に規定される通りに測定）を有する。

10

【0027】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸は、好ましくは 10 未満、さらに好ましくは 7 未満、特に 0.5 ~ 5、そして特に 1 ~ 3 g. 100 g⁻¹ の範囲の不けん化率（本明細書に規定される通りに測定）を有する。

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸は、好ましくは 8 未満、さらに好ましくは 6 未満、特に 0.5 ~ 4、そして特に 1 ~ 3 g（ヨウ素）. 100 g⁻¹ の範囲のヨウ素価（本明細書に規定される通りに測定）を有する。

【0028】

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸は、好適には 0 ~ 15、好ましくは 0 ~ 10、さらに好ましくは 0 ~ 8、特に 0 ~ 6、そして特に 0 ~ 4 の範囲の曇り点（本明細書に規定される通りに測定）を有する。

20

該アルキル分岐を有する $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸は、好適には 250 未満、さらに好ましくは 150 未満、特に 100 未満、そして特に 50 ハーゼン単位未満のカラー（本明細書に規定される通りに測定）を有する。

【実施例】

【0029】

次の比限定的例によって、本発明を具体的に説明する。別途提示のない限り、全ての部及び%は、質量部及び質量%である。

【0030】

本明細書において、次の試験を行った。

30

(i) 酸価

A.O.C.S. 公定法の Te 1 a - 64 (1997 年再承認) を用いて酸価を測定し、そして試料 1 g 中の遊離脂肪酸を中和するために必要な水酸化カリウムの mg 数として表わした。

(ii) けん化価

A.O.C.S. 公定法の TI 1 a - 64 (1997 年) を用いてけん化価を測定し、そして規定条件下において試料 1 g と反応する水酸化カリウムの mg 数として規定した。

(iii) 不けん化価

A.O.C.S. 公定法の Ca 6 b - 53 (1989 年) を用いて不けん化価を測定した。

40

(iv) ヨウ素価

W i j s 法 (A.O.C.S. 公定法、T g 1 - 64 (1993 年)) に従ってヨウ素価を測定し、そして規定試験条件下で、100 g の試料に吸収されるヨウ素の g 数として表わした。

(v) 曇り点

A.O.C.S. 公定法 (C c 6 - 25) に従って、曇り点を測定した。

(vi) カラー

ハーゼン単位 (P t - C o スケール)、I S O 2 2 1 1 (1973 年) における、カラー測定方法を用いて、カラーを測定した。

50

(vii) タイター

A . O . C . S . 公定法、T r 1 a - 6 4 (1 9 8 9 年) に従って、タイター (又は融点) を測定した。

(viii) 脂肪酸の構成

I S O 5 5 0 8 : 1 9 9 0 (E) 動物性及び植物性の脂肪及び油 - 脂肪酸のメチルエステルのガスクロマトグラフィーによる分析法を用いて、ガスクロマトグラフィーで脂肪酸の構成 (鎖長、飽和 / 不飽和、直鎖 / 分岐) を決定した。

(ix) 結晶サイズ

拡大した、偏向視覚化を併用した透過光線の下、光学顕微鏡 (オリンパス B X 6 0) を用いて該試料を観察し、板状結晶の粒子サイズを決定した。通常の顕微鏡試料台の代わりに、L i n k h a m T H M S 6 0 0 の温度プログラム可能な試料台の上に、試料を置いた。結晶が溶解するまで、脂肪酸混合物の試料を 2 5 / 分の速度で加熱した。溶解が生じた後、加熱を止め、そして結晶が生成するまで、該試料を冷却した (急速冷却は適用せず) 。約 5 0 の結晶が各写真に表示されるように、適切な倍率で写真を作成した。透明なサイズグリッドを用いて、最小数の 3 0 0 の結晶を手動で測定した。上記測定から、結晶平均径を計算した。さらに、少なくとも 5 0 個の粒子の最高 (長さ) 及び最小 (幅) の寸法から、結晶のアスペクト比を測定した。別法として、コンピュータ画像解析処理による測定を実施できる。

10

【 0 0 3 1 】

例

20

例 1

6 0 の温度で、そして二量化法のモノマー分画から誘導された 2 5 k g の脂肪酸混合物を、ステンレス鋼構造の垂直パッチ晶出装置であって、ジャケット冷却器 (j a c k e t t e d c o o l i n g) と、該容器の内壁をこすることができる垂直に取り付けられたスターラーとを備えている装置に充填した。スラリーを形成させるため、該脂肪酸混合物を、5 の温度まで、7 時間の間、攪拌下で冷却させた。該スラリーを、ポリプロピレンフィルタークロスを備えているメンブランフィルタープレスにポンピングした。該フィルタープレス全体を冷却し、そして 5 の温度に保った。該フィルタープレスに液圧 (フィルタープレス冷却流体を介して) を適用し、そして 1 バール / 分の速度で、1 2 バールの圧力まで該液圧を上げた。該フィルタープレスに存在する液相 (ろ過物) を集めた。該

30

【 0 0 3 2 】

得られたろ過物を分析し、そして下記の組成 ;

- (i) 0 . 8 質量 % の分岐を有する C ₁₄ 脂肪酸 ;
- (i i) 5 . 7 質量 % の分岐を有する C ₁₆ 脂肪酸 ;
- (i i i) 7 4 . 3 質量 % の分岐を有する C ₁₈ 脂肪酸 ;
- (i v) 6 . 6 質量 % の分岐を有する C ₂₀ 脂肪酸 ;
- (v) 1 . 9 質量 % の分岐を有する C ₂₂ 脂肪酸 ; 並びに
- (v i) 5 . 2 質量 % の直鎖の C ₁₆ 脂肪酸 ; 及び
- (v i i) 1 . 5 質量 % の直鎖の C ₁₈ 脂肪酸 ;

40

を有することを見出した。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/EP2004/010634

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
IPC 7 C07C51/43 C07C53/126		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
IPC 7 C07C		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)		
EPO-Internal, WPI Data, PAJ, CHEM ABS Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 415 697 A (UNICHEMA CHEMIE BV) 6 March 1991 (1991-03-06) the whole document	1-27
X	WO 96/02619 A (HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN) 1 February 1996 (1996-02-01) the whole document	1-27
A	WO 99/20722 A (THE PROCTOR & GAMBLE COMPANY) 29 April 1999 (1999-04-29) the whole document	25-27
A	EP 0 492 507 A (KAO CORPORATION) 1 July 1992 (1992-07-01) the whole document	25-27
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "Z" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
22 February 2005		04/03/2005
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Slootweg, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
 Information on patent family members

 International Application No
PCT/EP2004/010634

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
EP 0415697	A	06-03-1991	NL	8902182 A	18-03-1991
			AT	109449 T	15-08-1994
			AU	637627 B2	03-06-1993
			AU	6134690 A	07-03-1991
			CA	2025345 A1	01-03-1991
			DD	297396 A5	09-01-1992
			DE	69011242 D1	08-09-1994
			DE	69011242 T2	08-12-1994
			EP	0415697 A2	06-03-1991
			US	5347023 A	13-09-1994
WO 9602619	A	01-02-1996	DE	4425180 A1	18-01-1996
			CN	1150448 A ,C	21-05-1997
			DE	59508959 D1	15-02-2001
			WO	9602619 A1	01-02-1996
			EP	0771345 A1	07-05-1997
			ES	2153505 T3	01-03-2001
			JP	10502654 T	10-03-1998
			US	5917097 A	29-06-1999
WO 9920722	A	29-04-1999	BR	9813264 A	26-12-2000
			CA	2306908 A1	29-04-1999
			CN	1283219 T	07-02-2001
			EP	1025190 A2	09-08-2000
			JP	2001520304 T	30-10-2001
			WO	9920722 A2	29-04-1999
			US	2003100469 A1	29-05-2003
			US	2003236180 A1	25-12-2003
			US	6395701 B1	28-05-2002
EP 0492507	A	01-07-1992	JP	4281084 A	06-10-1992
			JP	4281085 A	06-10-1992
			JP	4281086 A	06-10-1992
			JP	4281087 A	06-10-1992
			JP	4308289 A	30-10-1992
			JP	1959186 C	10-08-1995
			JP	4327279 A	16-11-1992
			JP	6089517 B	09-11-1994
			CA	2048128 A1	29-06-1992
			EP	0492507 A1	01-07-1992
			FI	913447 A	29-06-1992
			KR	9309269 B1	25-09-1993
			MX	9100439 A1	01-07-1992
			US	5288369 A	22-02-1994

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(74)代理人 100087413

弁理士 古賀 哲次

(74)代理人 100139022

弁理士 小野田 浩之

(72)発明者 ソウテルブック, アロイシウス ロナルト マリー

オランダ国, 3 1 7 1 デーデー プールトゥガール, ラントヒール 2 6

(72)発明者 タンジ, スティーブン

アメリカ合衆国, イリノイ 6 0 5 4 0, ナパービル, ダートフォード コート 1 3 1 9

(72)発明者 ブルハ, エリク テン

オランダ国, 2 7 4 3 ハーヘー ウァッディンクビーン, オット - エルフ 4 0

(72)発明者 フリーウェイク, ヨハネス ヨゼフス

オランダ国, 3 0 6 9 アーテール ロッテルダム, ヒーンモス 3 3

F ターム(参考) 4H006 AD15 AD17 AD31 BC51 BE20 BS10

4H059 BA26 CA05 CA06 CA34 DA02