

【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 2 区分

【発行日】平成29年11月9日 (2017.11.9)

【公表番号】特表2016-531876(P2016-531876A)

【公表日】平成28年10月13日 (2016.10.13)

【年通号数】公開・登録公報2016-059

【出願番号】特願2016-518162(P2016-518162)

【国際特許分類】

C 0 7 C 67/56 (2006.01)

C 0 7 C 69/753 (2006.01)

C 0 7 C 67/303 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 67/56

C 0 7 C 69/753 Z

C 0 7 C 67/303

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成29年9月26日 (2017.9.26)

【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】

(a) ロジンエステルを形成するためにロジンをアルコールでエステル化する工程；及び

(b) 表面積 $500 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 2000 \text{ m}^2 / \text{g}$ を有する微細孔の多孔質吸着剤の中に前記ロジンエステルを流す工程、を含むロジンエステルの製造方法。

【請求項 2】

前記ロジンエステルは、25 で 1,000 cP 以下の粘度である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記微細孔の多孔質吸着剤は、 $0.05 \text{ mL} / \text{g} \sim 0.4 \text{ mL} / \text{g}$ の範囲のミクロ孔容積、 $0.1 \text{ mL} / \text{g} \sim 1.25 \text{ mL} / \text{g}$ の範囲のメソ孔容積、 $0.1 \text{ mL} / \text{g} \sim 0.7 \text{ mL} / \text{g}$ の範囲のマクロ孔容積、またはそれらの組み合わせを含む、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記微細孔の多孔質吸着剤は、活性炭を含み、工程 (b) が、前記活性炭を含む固定相の中に前記ロジンエステルを流す工程を含み、ここで前記固定相は、さらに追加の炭素質材料または追加の非炭素質吸着剤を含む、請求項 1 ～ 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

前記追加の非炭素質吸着剤は、シリカを含む、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

前記活性炭は、異なる平均孔径を有する二種以上の活性炭のブレンドを含む、請求項 4 または 5 に記載の方法。

【請求項 7】

前記ロジンエステルは、高温で前記微細孔の多孔質吸着剤の中を流れる、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

前記ロジンエステルは、前記ロジンエステルのニートガードナーカラーを少なくとも 10 % だけ下げるのに有効な流量で前記微細孔の多孔質吸着剤の中を流れる、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

前記ロジンエステルは、硫黄を含み、ここで前記ロジンエステルは、前記ロジンエステル中の硫黄含有量を少なくとも 50 ppm だけ減らすのに有効な流量で前記微細孔の多孔質吸着剤の中を流れる、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

(a) 活性炭を含む固定相の中にロジンを流す工程；及び

(b) ロジンエステルを形成するために前記ロジンをアルコールでエステル化する工程、を含むロジンエステルの製造方法。

【請求項 11】

水素化ロジンエステルを形成するために、前記ロジンエステルを水素化する工程をさらに含む、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

工程 (a) の前に前記ロジンを不均化する工程をさらに含む、請求項 10 または 11 に記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0122

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0122】

他に記載しない限り、本明細書中で使用されるすべての技術的及び科学的用語は、開示された発明が属する当業者によって通常理解されるものと同一の意味を有する。本明細書中に引用した刊行物及び引用された資料は、明確に参照として含まれる。

[発明の態様]

[1] (a) ロジンエステルを形成するためにロジンをアルコールでエステル化する工程；及び

(b) 表面積 $500 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 2000 \text{ m}^2 / \text{g}$ を有する微細孔の多孔質吸着剤の中に前記ロジンエステルを流す工程、を含む、ロジンエステルの製造方法。

[2] 前記ロジンは、トルオイルロジン、ガムロジン、ウッドロジン、またはその組み合わせからなる群から選択されるロジンを含む、[1] に記載の方法。

[3] 前記ロジンは、トルオイルロジンを含む、[1] または [2] に記載の方法。

[4] 前記ロジンエステルは、ロジンエステルの全重量を基準として、少なくとも 75 重量 % のエステル化ロジン酸を含む、[1] ~ [3] のいずれか 1 に記載の方法。

[5] 前記ロジンエステルは、実質的に溶媒を含まない、[1] ~ [4] のいずれか 1 に記載の方法。

[6] 前記ロジンエステルは、25 で 1,000 cP 以下の粘度である、[1] ~ [5] のいずれか 1 に記載の方法。

[7] 工程 (b) が、微細孔の多孔質吸着剤を含む固定相の中に前記ロジンエステルを流す工程を含む、[1] ~ [6] のいずれか 1 に記載の方法。

[8] 前記微細孔の多孔質吸着剤は、 $0.05 \text{ mL} / \text{g} \sim 0.4 \text{ mL} / \text{g}$ の範囲のミクロ孔容積を含む、[1] ~ [7] のいずれか 1 に記載の方法。

[9] 前記微細孔の多孔質吸着剤は、 $0.1 \text{ mL} / \text{g} \sim 1.25 \text{ mL} / \text{g}$ の範囲のメソ孔容積を含む、[1] ~ [8] のいずれか 1 に記載の方法。

[10] 前記微細孔の多孔質吸着剤は、 $0.1 \text{ mL} / \text{g} \sim 0.7 \text{ mL} / \text{g}$ の範囲のマクロ

孔容積を含む、[1] ~ [9] のいずれか 1 に記載の方法。

[1 1] 前記微細孔の多孔質吸着剤は、活性炭を含む、[1] ~ [1 0] のいずれか 1 に記載の方法。

[1 2] 工程 (b) が、前記活性炭を含む固定相の中に前記ロジンエステルを流す工程を含み、ここで前記固定相は、さらに追加の炭素質材料を含む、[1 1] に記載の方法。

[1 3] 工程 (b) が、前記活性炭を含む固定相の中に前記ロジンエステルを流す工程を含み、ここで前記固定相は、さらに追加の非炭素質吸着剤を含む、[1 1] に記載の方法。

[1 4] 前記追加の非炭素質吸着剤は、シリカを含む、[1 3] に記載の方法。

[1 5] 前記活性炭は、粒状活性炭を含む、[1 1] ~ [1 4] のいずれか 1 に記載の方法。

[1 6] 前記活性炭は、異なる平均孔径を有する二種以上の活性炭のブレンドを含む、[1 1] ~ [1 5] のいずれか 1 に記載の方法。

[1 7] 前記ロジンエステルは、高温で微細孔の多孔質吸着剤の中を流れる、[1] ~ [1 6] のいずれか 1 に記載の方法。

[1 8] 前記高温は、150 ~ 280 の範囲の、[1 7] に記載の方法。

[1 9] 前記高温は、180 ~ 240 の範囲の、[1 7] または [1 8] に記載の方法。

[2 0] 前記高温が200 ~ 220 の範囲の、[1 7] ~ [1 9] のいずれか 1 に記載の方法。

[2 1] 前記ロジンエステルは、ロジンエステルのニートガードナーカラーを少なくとも10%だけ下げののに有効な流量で微細孔の多孔質吸着剤の中を流れる、[1] ~ [2 0] のいずれか 1 に記載の方法。

[2 2] 前記ロジンエステルは、ロジンエステルのニートガードナーカラーを少なくとも1ガードナーカラー単位だけ下げののに有効な流量で微細孔の多孔質吸着剤の中を流れる、[1] ~ [2 1] のいずれか 1 に記載の方法。

[2 3] 前記ロジンエステルは、ロジンエステルのニートガードナーカラーを少なくとも1 ~ 2 . 5 ガードナーカラー単位だけ下げののに有効な流量で微細孔の多孔質吸着剤の中を流れる、[1] ~ [2 2] のいずれか 1 に記載の方法。

[2 4] 前記ロジンエステルは、硫黄を含み、ここで前記ロジンエステルは、ロジンエステル中の硫黄含有量を少なくとも50 ppmだけ減らすのに有効な流量で微細孔の多孔質吸着剤の中を流れる、[1] ~ [2 3] のいずれか 1 に記載の方法。

[2 5] 前記ロジンエステルは、不活性雰囲気下で微細孔の多孔質吸着剤の中を流れる、[1] ~ [2 4] のいずれか 1 に記載の方法。

[2 6] 前記微細孔の多孔質吸着剤は、固定床反応器内に配置される、[1] ~ [2 5] のいずれか 1 に記載の方法。

[2 7] 前記微細孔の多孔質吸着剤は、ある容積をもち、前記ロジンエステルは、ある流量で微細孔の多孔質吸着剤の中を流れ、ここで前記容積及び流量は、1 . 5 時間以上の空筒接触時間を生じるのに有効である、[1] ~ [2 6] のいずれか 1 に記載の方法。

[2 8] 前記アルコールは、多価アルコールを含む、[1] ~ [2 7] のいずれか 1 に記載の方法。

[2 9] 前記多価アルコールは、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、トリメチレングリコール、グリセロール、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、ペンタエリトリール、ジペンタエリトリール、マンニトール及びその組み合わせからなる群から選択される、[2 8] に記載の方法。

[3 0] 水素化ロジンエステルを形成するために、前記ロジンエステルを水素化することをさらに含む、[1] ~ [2 9] のいずれか 1 に記載の方法。

[3 1] 前記水素化ロジンエステルは、少なくとも70重量%のエステル化デヒドロアピエチン酸及びエステル化ジヒドロアピエチン酸を含み、ここで前記エステル化デヒドロア

ピエチン酸対エステル化ジヒドロアピエチン酸の重量比は、 $1.3 : 1 \sim 1 : 2.5$ の範囲の、[3 0] に記載の方法。

[3 2] 前記水素化ロジンエステルは、少なくとも 8 0 重量 % のエステル化デヒドロアピエチン酸及びエステル化ジヒドロアピエチン酸を含む、[3 1] に記載の方法。

[3 3] 前記エステル化デヒドロアピエチン酸対エステル化ジヒドロアピエチン酸の重量比は、 $1.3 : 1 \sim 1 : 1.6$ の範囲の、[3 1] または [3 2] に記載の方法。

[3 4] 前記エステル化デヒドロアピエチン酸対エステル化ジヒドロアピエチン酸の重量比は、 $1.2 : 1 \sim 1 : 1.5$ の範囲の、[3 1] ~ [3 3] のいずれか 1 に記載の方法。

[3 5] 前記水素化ロジンエステルは、4 以下のガードナーカラーを有する、[3 0] ~ [3 4] のいずれか 1 に記載の方法。

[3 6] 前記水素化ロジンエステルは、1.5 以下のガードナーカラーを有する、[3 0] ~ [3 5] のいずれか 1 に記載の方法。

[3 7] 前記水素化ロジンエステルは、 160 の温度に 3 時間加熱した時に、ガードナーカラー 5 以下を保持する、[3 0] ~ [3 6] のいずれか 1 に記載の方法。

[3 8] 前記水素化ロジンエステルは、 400 ppm 未満の硫黄を含む、[3 0] ~ [3 7] のいずれか 1 に記載の方法。

[3 9] 前記エステル化工程 (a) の前に前記ロジンを不均化する工程をさらに含む、[1] ~ [3 8] のいずれか 1 に記載の方法。

[4 0] (a) ロジンエステルを形成するためにロジンをアルコールでエステル化する工程；及び

(b) 前記ロジンエステルと、表面積 $500 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 2000 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、 $0.05 \text{ mL} / \text{g} \sim 0.4 \text{ mL} / \text{g}$ の範囲のミクロ孔容積、 $0.1 \text{ mL} / \text{g} \sim 1.25 \text{ mL} / \text{g}$ の範囲のメソ孔容積、及び $0.1 \text{ mL} / \text{g} \sim 0.7 \text{ mL} / \text{g}$ の範囲のマクロ孔容積を有する微細孔の多孔質吸着剤とを接触させる工程、を含むロジンエステルの製造方法。

[4 1] 前記微細孔の多孔質吸着剤は、活性炭を含む、[4 0] に記載の方法。

[4 2] (a) ロジンエステルを形成するためにロジンをアルコールでエステル化する工程；及び

(b) 活性炭を含む固定相の中に前記ロジンエステルを流す工程、を含むロジンエステルの製造方法。

[4 3] (a) 少なくとも 7 0 重量 % のエステル化デヒドロアピエチン酸及びエステル化ジヒドロアピエチン酸を含むロジンエステル、ここで前記エステル化デヒドロアピエチン酸及びエステル化ジヒドロアピエチン酸の重量比は、 $1.3 : 1 \sim 1 : 2.5$ の範囲の；及び

(b) $500 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 2000 \text{ m}^2 / \text{g}$ の表面積を有する微細孔の多孔質吸着剤を含む組成物。

[4 4] 前記微細孔の多孔質吸着剤が活性炭を含む、[4 2] に記載の組成物。

[4 5] (a) ロジンエステルを形成するためにロジンをアルコールでエステル化する工程；

(b) 活性炭を含む固定相の中に前記ロジンエステルを流す工程；及び

(c) 水素化ロジンエステルを形成するために、前記ロジンエステルを水素化する工程、を含むプロセスにより製造された水素化ロジンエステル。

[4 6] 活性炭を含む固定相の中に前記ロジンエステルを流す工程を含む、ロジンエステルのガードナーカラーを下げる方法。

[4 7] (a) 活性炭を含む固定相の中にロジンを流す工程；及び

(b) ロジンエステルを形成するために前記ロジンをアルコールでエステル化する工程、を含むロジンエステルの製造方法。

[4 8] 水素化ロジンエステルを形成するために、前記ロジンエステルを水素化する工程をさらに含む、[4 7] に記載の方法。

[4 9] 工程 (a) の前に前記ロジンを不均化する工程をさらに含む、[4 7] または [

48]に記載の方法。

[50]前記ロジンが、トールオイルロジン、ガムロジン、ウッドロジン、またはその組み合わせからなる群から選択されるロジンを含む、[47]～[49]のいずれか1に記載の方法。

[51]前記ロジンがトールオイルロジンを含む、[47]～[50]のいずれか1に記載の方法。

[52]工程(a)が、微細孔の多孔質吸着剤を含む固定相の中に前記ロジンを流す工程を含む、[47]～[51]のいずれか1に記載の方法。

[53]前記微細孔の多孔質吸着剤が、0.05 mL/g～0.4 mL/gの範囲のミクロ孔容積を含む、[47]～[52]のいずれか1に記載の方法。

[54]前記微細孔の多孔質吸着剤は、0.1 mL/g～1.25 mL/gの範囲のメソ孔容積を含む、[47]～[53]のいずれか1に記載の方法。

[55]前記微細孔の多孔質吸着剤は、0.1 mL/g～0.7 mL/gの範囲のマクロ孔容積を含む、[47]～[54]のいずれか1に記載の方法。

[56]前記微細孔の多孔質吸着剤は、活性炭を含む、[47]～[55]のいずれか1に記載の方法。

[57]工程(a)は、活性炭を含む固定相の中に前記ロジンを流す工程を含み、ここで前記固定相は、追加の炭素質材料をさらに含む、[56]に記載の方法。

[58]工程(a)は、活性炭を含む固定相の中に前記ロジンを流す工程を含み、ここで前記固定相は、追加の非炭素質吸着剤をさらに含む、[56]に記載の方法。

[59]前記追加の非炭素質吸着剤は、シリカを含む、[58]に記載の方法。

[60]前記活性炭は、粒状活性炭を含む、[56]～[59]のいずれか1に記載の方法。

[61]前記活性炭は、異なる平均孔径を有する二種以上の活性炭のブレンドを含む、[56]～[60]のいずれか1に記載の方法。

[62]前記ロジンは、高温で前記微細孔の多孔質吸着剤の中に流れる、[47]～[61]のいずれか1に記載の方法。

[63]前記高温は、150～280の範囲の、[62]に記載の方法。

[64]前記高温は、180～240の範囲の、[62]または[63]に記載の方法。

[65]前記高温は、200～220の範囲の、[62]～[64]のいずれか1に記載の方法。

[66]前記ロジンは、ロジンのニートガードナーカラーを少なくとも10%だけ下げるとに有効な流量で微細孔の多孔質吸着剤の中に流れる、[47]～[65]のいずれか1に記載の方法。

[67]前記ロジンは、ロジンのニートガードナーカラーを少なくとも1ガードナーカラー単位だけ下げるとに有効な流量で微細孔の多孔質吸着剤の中に流れる、[47]～[66]のいずれか1に記載の方法。

[68]前記ロジンは、ロジンのニートガードナーカラーを1～2.5ガードナーカラー単位だけ下げるとに有効な流量で微細孔の多孔質吸着剤の中に流れる、[47]～[67]のいずれか1に記載の方法。

[69]前記ロジンは硫黄を含み、前記ロジンはロジン中の硫黄含有量を少なくとも50 ppmだけ減らすのに有効な流量で微細孔の多孔質吸着剤の中に流れる、[47]～[68]のいずれか1に記載の方法。

[70]前記ロジンは、不活性雰囲気下で微細孔の多孔質吸着剤の中を流れる、[47]～[69]のいずれか1に記載の方法。

[71]前記微細孔の多孔質吸着剤は、固定床反応器に配置される、[47]～[70]のいずれか1に記載の方法。

[72]前記微細孔の多孔質吸着剤は、ある容積をもち、前記ロジンエステルは、ある流量で微細孔の多孔質吸着剤の中を流れ、ここで前記容積及び流量は、1.5時間以上の空

筒接触時間を生じるのに有効である、[4 7] ~ [7 1] のいずれか 1 に記載の方法。

[7 3] 前記アルコールは、多価アルコールを含む、[4 7] ~ [7 2] のいずれか 1 に記載の方法。

[7 4] 前記多価アルコールは、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、トリメチレングリコール、グリセロール、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、ペンタエリトリール、ジペンタエリトリール、マンニール及びその組み合わせからなる群から選択される、[7 3] に記載の方法。

[7 5] 5 0 0 p p m 以下の硫黄を含む非水素化トールオイルロジンエステル。

[7 6] 前記非水素化トールオイルロジンエステルが、4 0 0 p p m 以下の硫黄を含む、[5 0] に記載の非水素化トールオイルロジンエステル。