

【0063】

6) エポキシ当量の測定

電位差滴定装置を用い、溶媒としてメチルエチルケトンを使用し、臭素化テトラエチルアンモニウム酢酸溶液を加え、電位差滴定装置にて0.1 mol/L 過塩素酸 - 酢酸溶液を用いて測定した。

7) 溶剤溶解性

樹脂固形分が50 wt %になるようにMEKを加えて溶解させた。一週間静置したときの溶解性を観察した。○; 均一溶解、; 溶液に濁り発生、×; 沈殿物有り。

【0064】

実施例 1

攪拌機、コンデンサー、温度計及び滴下ロートを備えた1 Lの4口フラスコに、フェノール150 g及び50%パラトルエンスルホン酸0.045 gを加え、100℃まで昇温した。次に、100℃にて攪拌しながら、芳香族ビニル化合物として63% DVB 148 g (EVB 55 gを含む)を2時間かけて滴下し反応させた。更に、150℃に昇温保持により反応を完結させた。その後、85℃に降温して約4回水洗を行った。続いて、未反応物を減圧留去した後、多価ヒドロキシ樹脂252 gを得た。その軟化点は59℃、150℃での溶融粘度は0.06 Pa・s、水酸基当量は252 g/eq.であり、単価ヒドロキシ樹脂(一般式(5)の単価ヒドロキシ樹脂)のGPC面積%は11.6であった。この多価ヒドロキシ樹脂をDVB N - P 1という。DVB N - P 1のGPCチャートを図1、FD - MSチャートを図2に示す。

【0065】

実施例 2

フェノール150 g及び50%パラトルエンスルホン酸0.03 gと81% DVB 115 g (EVB 21 gを含む)を使用した他は、実施例1と同様にして、多価ヒドロキシ樹脂(DVB N - P 2)206 gを得た。DVB N - Pの軟化点は68℃、150℃での溶融粘度は0.11 Pa・s、水酸基当量は211 g/eq.であり、単価ヒドロキシ樹脂のGPC面積%は6.6であった。

【0066】

比較例 1

攪拌機、コンデンサー、温度計及び滴下ロートを備えた1 Lの4口フラスコに、フェノール150 g及び50%パラトルエンスルホン酸0.03 gを加え、100℃まで昇温した。次に、100℃にて攪拌しながら、96% DVB 97 g (EVB 4 gを含む)を使用した他は、実施例1と同様にして、多価ヒドロキシ樹脂(DVB N - P 3)185 gを得た。DVB N - P 3の軟化点は76℃、150℃での溶融粘度は0.18 Pa・s、水酸基当量は197 g/eq.であり、単価ヒドロキシ樹脂のGPC面積%は1.0であった。DVB N - P 3のGPCチャートを図3、FD - MSチャートを図4に示す。

【0067】

合成例 1 (実施例)

攪拌機、コンデンサー、温度計及び滴下ロートを備えた1 Lの4口フラスコに、フェノール150 g及び50%パラトルエンスルホン酸0.04 gを加え、100℃まで昇温した。次に、100℃にて攪拌しながら、57% DVB 255 g (EVB 99 gを含む)を使用した他は、実施例1と同様にして、多価ヒドロキシ樹脂(DVB N - P 4)373 gを得た。DVB N - P 4の軟化点は76℃、150℃での溶融粘度は0.40 Pa・s、水酸基当量は314 g/eq.であり、単価ヒドロキシ樹脂のGPC面積%は7.4であった。

【0068】

合成例 2 (実施例)

攪拌機、コンデンサー、温度計及び滴下ロートを備えた1 Lの4口フラスコに、フェノール150 g及び、50%パラトルエンスルホン酸0.04 gを加え、100℃まで昇温した。次に、100℃にて攪拌しながら、63% DVB 230 g (EVB 85 gを含む)