

【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】令和 1 年 11 月 7 日 (2019.11.7)

【公表番号】特表 2018-531247 (P2018-531247A)

【公表日】平成 30 年 10 月 25 日 (2018.10.25)

【年通号数】公開・登録公報 2018-041

【出願番号】特願 2018-516837 (P2018-516837)

【国際特許分類】

C 0 7 C 209/36 (2006.01)

C 0 7 C 211/52 (2006.01)

C 0 7 C 65/21 (2006.01)

C 0 7 C 51/367 (2006.01)

B 0 1 J 23/42 (2006.01)

B 0 1 J 23/89 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 209/36

C 0 7 C 211/52

C 0 7 C 65/21 A

C 0 7 C 51/367

B 0 1 J 23/42 Z

B 0 1 J 23/89 Z

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】令和 1 年 9 月 24 日 (2019.9.24)

【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】

2, 5-ジクロロアニリンを生成するためのプロセスであって：

水素と、2, 5-ジクロロニトロベンゼン、水、アルコール及び／又は酸を含む溶媒を含む供給混合物とを、水素化ゾーンに供給することと；

前記 2, 5-ジクロロニトロベンゼンを、炭素支持体上に白金を含む不均一系水素化触媒の存在下で水素と反応させて、2, 5-ジクロロアニリンを含む反応生成物を生成することと

を含む、前記プロセス。

【請求項 2】

2, 5-ジクロロアニリンを生成するためのプロセスであって：

水素と、2, 5-ジクロロニトロベンゼンを含む供給混合物とを、水素化ゾーンに供給することと；

前記 2, 5-ジクロロニトロベンゼンを、炭素支持体上に白金を含む不均一系水素化触媒の存在下で水素と反応させて、2, 5-ジクロロアニリンを含む反応生成物を生成することと

を含み、前記水素化触媒が未改質の水素化触媒であり、前記供給混合物が、脱ハロゲン化抑制剤を不含である、前記プロセス。

【請求項 3】

前記水素化触媒が、焼成された水素化触媒である、請求項 1 または 2 に記載のプロセス。

【請求項 4】

2, 5-ジクロロアニリンを生成するためのプロセスであって：

水素と、2, 5-ジクロロニトロベンゼンを含む供給混合物とを、水素化ゾーンに供給することと；

前記 2, 5-ジクロロニトロベンゼンを、炭素支持体上に白金を含む不均一系水素化触媒の存在下で水素と反応させて、2, 5-ジクロロアニリンを含む反応生成物を生成することと

を含み、前記水素化触媒が、焼成された水素化触媒である、前記プロセス。

【請求項 5】

前記焼成された水素化触媒が、前記の表面に白金を有する炭素支持体を約 500℃～約 1000℃の温度に加熱することによって調製される、請求項 3 または 4 に記載のプロセス。

【請求項 6】

前記水素化触媒が、前記炭素支持体の表面に、最大寸法で 10 nm までのサイズの白金金属粒子を含み、前記白金金属粒子の少なくとも約 25% (数基準) が、最大寸法で 2 nm～10 nm であり、及び／又は、前記白金金属粒子が約 2.5 から約 8 nm の平均粒径を有することを特徴とする、請求項 1～5 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 7】

前記水素化触媒が、合計触媒重量の約 5 重量%以下である白金ローディングを有する、請求項 1～6 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 8】

前記水素化触媒が、金属触媒改質剤を本質的に不含である、または不含である、請求項 1～7 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 9】

前記炭素支持体が、約 500 m²/g～約 3000 m²/g である合計ラングミュア比表面積、約 750 m²/g～約 2000 m²/g であるラングミュアマイクロポア表面積、約 0.5 nm～約 5 nm の範囲である平均ポア直径、及び／又は少なくとも約 0.3 mL/g のポア体積を有する、請求項 1～8 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 10】

前記水素化触媒の前記炭素支持体が、活性炭を含む、請求項 1～9 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 11】

前記溶媒がアルコールを含む、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 12】

前記アルコールが、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、1-ブタノール、2-ブタノール、t-ブタノール、及びこれらの混合物からなる群から選択される、請求項 11 に記載のプロセス。

【請求項 13】

前記溶媒が、酸を含む、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 14】

前記酸が、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、クエン酸、及びこれらの混合物からなる群から選択される有機酸を含む、請求項 13 に記載のプロセス。

【請求項 15】

前記水素化反応が、約 20℃～約 100℃である温度で行われる、請求項 1～14 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 16】

前記供給混合物が、脱ハロゲン化抑制剤として機能する添加剤を不含であるまたは本質

的に不含であり、及び／又は、マグネシウムの水酸化物または酸化物、脂環式アミン、及び酸性リン化合物を不含であるまたは本質的に不含である、請求項 1 ～ 15 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 17】

前記反応生成物が、2-クロロアニリン及び3-クロロアニリンをさらに含み、3-クロロアニリン対2-クロロアニリンのモル比が、約6：1以下である、請求項 1 ～ 16 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 18】

前記反応生成物が白金をさらに含み、前記反応が前記反応生成物から白金を回収することをさらに含む、請求項 1 ～ 17 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 19】

3, 6-ジクロロ-2-メトキシ安息香酸またはその塩もしくはエステルを調製するためのプロセスであって：

請求項 1 ～ 18 のいずれか一項により2, 5-ジクロロアニリンを生成することと；

2, 5-ジクロロアニリンをジアゾ化して2, 5-ジクロロベンゼンジアゾニウムを付与することと；

2, 5-ジクロロベンゼンジアゾニウムを加水分解して2, 5-ジクロロフェノールを形成することと；

2, 5-ジクロロフェノールをカルボキシル化して2-ヒドロキシ-3, 6-ジクロロ安息香酸を形成することと；

2-ヒドロキシ-3, 6-ジクロロ安息香酸をメチル化して、3, 6-ジクロロ-2-メトキシ安息香酸塩及び／またはそのエステルを含むメチル化反応生成物を形成することと；

前記メチル化反応生成物を任意選択的に鹼化して3, 6-ジクロロ-2-メトキシ安息香酸を形成することとを含む前記プロセス。

【請求項 20】

ハロアミノ芳香族化合物を調製するためのプロセスであって：

水素と、ハロニトロ芳香族化合物を含む供給混合物とを、水素化ゾーンに供給することと；

前記ハロニトロ芳香族化合物を、炭素支持体上に白金を含む水素化触媒の存在下で水素と反応させて、前記ハロアミノ芳香族化合物を含む反応生成物を生成することとを含む、

以下の特徴の1以上をさらに含む：

(1) 前記水素化触媒が、焼成された水素化触媒である；

(2) 前記供給混合物が、酸を含む溶媒をさらに含む；

(3) 前記水素化触媒が未改質の水素化触媒である；

(4) 前記供給混合物が脱ハロゲン化抑制剤を不含である；

(5) 前記反応生成物が2-クロロアニリン及び3-クロロアニリンをさらに含み、3-クロロアニリン対2-クロロアニリンのモル比が約6：1以下である；

(6) 前記反応生成物が2-クロロアニリン及び3-クロロアニリンをさらに含み、2, 5-ジクロロアニリンから2-クロロアニリン及び3-クロロアニリンへの選択性損失が約0.4モル%未満である；かつ／または

(7) 前記水素化触媒が、最大寸法で10 nmまでのサイズの白金金属粒子を含み、前記白金金属粒子の約50%（数基準）以下が最大寸法で2 nm未満である；

前記プロセス。