

【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31年4月11日(2019.4.11)

【公表番号】特表2018-507950(P2018-507950A)

【公表日】平成30年3月22日(2018.3.22)

【年通号数】公開・登録公報2018-011

【出願番号】特願2017-548036(P2017-548036)

【国際特許分類】

C 11 D	3/33	(2006.01)
C 11 D	3/20	(2006.01)
C 11 D	7/32	(2006.01)
C 11 D	7/26	(2006.01)
C 07 C	229/16	(2006.01)
C 07 C	227/16	(2006.01)

【F I】

C 11 D	3/33
C 11 D	3/20
C 11 D	7/32
C 11 D	7/26
C 07 C	229/16
C 07 C	227/16

【誤訳訂正書】

【提出日】平成31年2月28日(2019.2.28)

【誤訳訂正1】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 90~99.9質量%の、メチルグリシン二酢酸(MGDA)、又はそのそれぞれのモノ-、ジ-若しくはトリアルカリ金属、又はモノ-、ジ-若しくはトリアンモニウム塩のL-及びD-鏡像体の混合物であり、10~99%の範囲の鏡像体過剰率(ee)を有するそれぞれのL-異性体を主に含有する前記混合物、並びに

(B) 合計で0.1~10質量%の、遊離酸としての、バリン、ロイシン、イソロイシン及びチロシンから選択された少なくとも1種のアミノ酸の二酢酸誘導体、又はそれぞれのモノ-、ジ-若しくはトリアルカリ金属塩、又はモノ-、ジ-若しくはトリアンモニウム塩

(パーセンテージは、(A)及び(B)の合計に関する)を含む、混合物。

【請求項2】

(A)の鏡像体がMGDAの三ナトリウム塩から選択される、請求項1に記載の混合物。

【請求項3】

混合物(A)が、主に、12.5~85%の鏡像体過剰率(ee)を有するL-鏡像体である、請求項1又は2に記載の混合物。

【請求項4】

0.1~10質量%の1種以上の光学不活性の不純物を含有し、少なくとも1つの前記

不純物が、イミノ二酢酸、ギ酸、グリコール酸、プロピオン酸、酢酸及びそれらのそれぞれのアルカリ金属塩又はモノ-、ジ-若しくはトリアンモニウム塩から選択される、請求項1から3のいずれか一項に記載の混合物。

【請求項5】

(B)がバリンの鏡像体の混合物から選択される、請求項1から4のいずれか一項に記載の混合物。

【請求項6】

請求項1から5のいずれか一項に記載の混合物を43~70質量%含有する水溶液。

【請求項7】

前記水溶液が、アルカリ金属水酸化物及びアルカリ金属炭酸塩から選択される少なくとも1種の無機塩をさらに含有する、請求項6に記載の水溶液。

【請求項8】

請求項1から5のいずれか一項に記載の混合物、又は請求項6又は7に記載の水溶液を製造する方法であって、以下の工程、

(a)L-アラニンと、バリン、ロイシン、イソロイシン及びチロシンから選択される少なくとも1種のさらなるアミノ酸との混合物を、水中に又はアルカリ金属水酸化物の水溶液中に溶解する工程と、

(b)ホルムアルデヒド及びシアノ化水素酸又はアルカリ金属シアノ化物を用いて、前記それぞれの溶解したアミノ酸及びそれらのそれぞれのアルカリ金属塩を、それぞれのジニトリルに変換する工程と、

(c)異なる温度での2つの工程(c1)と(c2)で、工程(b)から得られた前記ジニトリルを鹼化する工程であって、化学量論量の水酸化物、又は工程(b)からのジニトリルのCOOH基とニトリル基の合計の1モル当たり1.01~1.5モルの過剰の水酸化物を使用する工程と、

を含む、方法。

【請求項9】

工程(c1)を20~80の範囲の温度で行い、工程(c2)を80~200の範囲の温度で行い、工程(c2)の温度が工程(c1)の温度より高い、請求項8に記載の方法。

【請求項10】

工程(c2)を、工程(b)からのジニトリルのCOOH基とニトリル基の合計の1モル当たり1.01~1.2モルの塩基過剰の水酸化物を用いて行う、請求項8又は9に記載の方法。

【請求項11】

洗濯洗剤組成物の製造及び洗浄剤の洗浄組成物の製造における、請求項6又は7に記載の水溶液の使用方法。

【請求項12】

洗濯洗剤組成物の製造及び洗浄剤の洗浄組成物の製造における、完全に又は部分的に中和された、請求項6又は7に記載の水溶液の使用方法であって、前記中和が無機酸を用いて行われる、使用方法。

【請求項13】

洗濯洗剤組成物の製造及び洗浄剤の洗浄組成物の製造における、完全に又は部分的に中和された、請求項6又は7に記載の水溶液の使用方法であって、前記中和が有機酸を用いて行われる、使用方法。

【誤訳訂正2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0004

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0004】

多くの産業的使用者は、可能な限り高濃度の水溶液中でキレート剤を得ることを望んでいる。要求されるキレート剤の濃度が低いほど、より多くの水が輸送される。前記水は輸送費を増加させ、かつ、後で除去しなければならない。ラセミM G D A三ナトリウム塩の約40質量%溶液が室温で製造及び貯蔵することができるが、局所又は一時的に冷たい溶液は、M G D Aの沈殿、及び不純物による核生成を生じる可能性がある。前記沈殿は、パイプ及び容器中の沈着(*incrustations*)、及び/又は製剤中の不純物又は不均一性を生じる可能性がある。

【誤訳訂正3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0015

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0015】

したがって、上記の問題を解決する水溶液に変換することができる、最初に定義された混合物が見出された。最初に定義された本発明の混合物は、M G D Aのラセミ混合物と比較して、改善した水中の溶解性、及びM G D Aの純L-鏡像体と比較して、ほぼ同じ又は同じ又は好ましい改善した水中の溶解性を示すが、それらの製造は容易である。

【誤訳訂正4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0017

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0017】

本発明の混合物は、

(A) 90~99.9質量%の、好ましくは95~99.5質量%の、メチルグリシン二酢酸(M G D A)、又はそのそれぞれのモノ-、ジ-若しくはトリアルカリ金属、又はモノ-、ジ-若しくはトリアンモニウム塩のL-及びD-鏡像体の混合物であり、10~99%の範囲の鏡像体過剰率(*e e*)を有するそれぞれのL-異性体を主に含有する前記混合物(以下、「錯化剤(A)」、又は「成分(A)」と称し、又は「(A)」と略称する)、並びに

(B) 合計で0.1~10質量%、好ましくは0.5~5質量%の、遊離酸としての、バリン、ロイシン、イソロイシン及びチロシンから選択された少なくとも1種のアミノ酸の二酢酸誘導体、又はそれぞれのモノ-、ジ-若しくはトリアルカリ金属塩、又はモノ-、ジ-若しくはトリアンモニウム塩(以下、「錯化剤(B)」、又は「成分(B)」と称し、又は「(B)」と略称する)

を含み、

前記パーセンテージが(A)と(B)の合計に基づく。

【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0023

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0023】

成分(A)が2種以上の化合物を含む場合の実施態様において、*e e*は、成分(A)中の全てのD-異性体と比較して、成分(A)中に存在している全てのL-鏡像体の鏡像体過剰率を指す。例えば、M G D Aのジ-とトリナトリウム塩の混合物が存在している場合、*e e*は、D-M G D Aのジナトリウム塩とトリナトリウム塩の合計に対して、L-M G D Aのジナトリウム塩とトリナトリウム塩の合計を指す。

【誤訳訂正6】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】 0 0 2 5

【訂正方法】 変更

【訂正の内容】

【0 0 2 5】

成分 (B) は、バリン、ロイシン、イソロイシン及びチロシンから選択された少なくとも 1 種の遊離酸としてのアミノ酸、又はそれぞれのモノ - 、ジ - 若しくはトリアルカリ金属塩、又はモノ - 、ジ - 若しくはトリアンモニウム塩の二酢酸誘導体から選択される。「二酢酸誘導体」という用語は、それぞれのアミノ酸の $N(C_2COO)_2^-$ 誘導体を指す。

【誤訳訂正 7】

【訂正対象書類名】 明細書

【訂正対象項目名】 0 0 3 3

【訂正方法】 変更

【訂正の内容】

【0 0 3 3】

本発明の一実施態様において、本発明の混合物は、1種以上の光学活性の不純物を含有してもよい。光学活性の不純物の例としては、L-カルボキシメチルアラニン及びそれのモノ - 又はジアルカリ金属塩、並びに、ジニトリルの不完全鹼化から生成する光学活性のモノ - 又はジアミド（下記を参照）が挙げられる。光学活性の不純物のさらなる例は、(B) のそれぞれのモノ - カルボキシメチル誘導体である。好ましくは、光学活性の不純物の量は、本発明の混合物溶液に対して、0.01 ~ 1.5 質量 % の範囲である。さらにより好ましくは、光学活性の不純物の量は 0.1 ~ 0.2 質量 % の範囲である。

【誤訳訂正 8】

【訂正対象書類名】 明細書

【訂正対象項目名】 0 0 3 5

【訂正方法】 変更

【訂正の内容】

【0 0 3 5】

本発明の混合物は、特に水中及びアルカリ金属水酸化物水溶液中の、非常に良好な溶解性を示す。当該非常に良好な溶解性は、例えば 0 ~ 40 の範囲の温度で、特に室温で及び / 又は 0 で及び / 又は +10 で観察することができる。

【誤訳訂正 9】

【訂正対象書類名】 明細書

【訂正対象項目名】 0 0 3 6

【訂正方法】 変更

【訂正の内容】

【0 0 3 6】

したがって、本発明の別の態様は、43 ~ 70 質量 %、好ましくは 45 ~ 65 質量 %、さらにより好ましくは 48 ~ 60 質量 % の範囲の前記本発明の混合物を含有する本発明の混合物の水溶液である。以下、当該水溶液を、本発明の溶液又は本発明による溶液とも称している。本発明の溶液は、室温で種結晶又は機械的応力を加える際に、沈殿又は結晶の量を示さない。本発明の溶液は、任意の可視の混濁を示さない。

【誤訳訂正 10】

【訂正対象書類名】 明細書

【訂正対象項目名】 0 0 4 2

【訂正方法】 変更

【訂正の内容】

【0 0 4 2】

さらに、本発明の混合物も本発明の溶液も、アルカリ金属ハロゲン化物又は好ましくはアルカリ金属硫酸塩、特に硫酸カリウム又はさらにより好ましくは硫酸ナトリウム（この

限りではない)などの無機非塩基性塩の1種以上を含有してもよい。無機非塩基性塩の含有量は、それぞれの本発明の混合物又はそれぞれの本発明の溶液の固形分に対して、0.10~1.5質量%の範囲にある。さらにより好ましくは、本発明の混合物も本発明の溶液も、大量の無機非塩基性塩を含有しなく、それぞれの本発明の混合物又はそれぞれの本発明の溶液の固形分に対して、50 ppm~0.05質量%の範囲で含有する。さらにより好ましくは、本発明の混合物は、塩化物と硫酸塩の合計を、それぞれの本発明の混合物に対して、1~50 ppm質量で含有する。硫酸塩の含有量は、例えば、重量測定により又はイオンクロマトグラフィーにより決定することができる。

【誤訳訂正11】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0049

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0049】

バリン、ロイシン、イソロイシン又はチロシンは、それぞれ、ラセミ混合物として、又は鏡像異性的に濃縮した混合物として、又は鏡像異性的に純粋なL-アミノ酸として使用されてもよい。

【誤訳訂正12】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0050

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0050】

本発明の工程(a)において、L-アラニンと、バリン、ロイシン、イソロイシン及びチロシンから選択される少なくとも1種のさらなるアミノ酸との混合物を、水中に又はアルカリ金属水酸化物の水溶液中に、純酸の形態で又は部分的に中和された酸として、溶解する。この明細書において、L-アラニンは、検出不能の量のD-アラニンを含有する純L-アラニン、又は鏡像体のL-アラニンとD-アラニンの混合物(ここで、鏡像体過剰率は、少なくとも96%、好ましくは少なくとも98%である)を指す。鏡像異性体L-アラニンが純粋であるほど、本発明の方法の工程(c)におけるラセミ化の進行が良好である。

【誤訳訂正13】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0057

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0057】

工程(a)の一実施態様において、10~50モル%の範囲のL-アラニン(遊離酸)、50~90モル%のL-アラニン(アルカリ金属塩)、及びそれぞれの割合(ration)のバリン、ロイシン、イソロイシン及びチロシンから選択される少なくとも1種のさらなるアミノ酸、及び対応する塩の混合物の水溶液が得られる。特に好ましくは、23~27モル%のL-アラニン(遊離酸)、63~67モル%のL-アラニンのアルカリ金属塩、及びバリン、ロイシン、イソロイシン及びチロシンから選択される少なくとも1種のさらなるアミノ酸の混合物である。工程(a)に従って得られる溶液は、以下、「アミノ酸溶液」とも称される。

【誤訳訂正14】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0060

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0060】

本発明の方法の工程 (b) において、二重ストレッカー合成 (double Strecker synthesis) は、ホルムアルデヒド及びシアン化水素酸又はアルカリ金属シアン化物を用いてアミノ酸溶液を処理することにより行われる。二重ストレッカー合成は、アミノ酸溶液に、アルカリ金属シアン化物、又はシアン化水素酸とアルカリ金属シアン化物との混合物、又は好ましくはシアン化水素酸とホルムアルデヒドとの混合物を添加することにより行うことができる。ホルムアルデヒド及びアルカリ金属シアン化物又は好ましくはシアン化水素酸の前記添加は、1つ以上の部分で行うことができる。ホルムアルデヒドは、ガスとして、又はホルマリン溶液として、又はパラホルムアルデヒドとして添加することができる。好ましくは、30～35質量%の水溶液としてのホルムアルデヒドを添加することである。

【誤訳訂正15】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0067

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0067】

工程 (c) において、ジニトリルは、異なる温度での2つの工程 (c1) 及び (c2)で、化学量論量の水酸化物、又はジニトリルのCOOH基及びニトリル基の合計1モル当たり1.01～1.5モル、好ましくは1.01～1.2モル過剰の水酸化物を用いて、鹹化される。

【誤訳訂正16】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0068

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0068】

工程 (c) に関して、異なる温度は、工程 (c1) の平均温度が工程 (c2) 平均温度と異なることを意味する。好ましくは、工程 (c1) は、工程 (c2) より低い温度で行われる。さらにより好ましくは、工程 (c2) は、工程 (c1) の平均温度より少なくとも20高い平均温度で行われる。ある実施態様において、工程 (c2) は、工程 (c1) の平均温度より少なくとも100高い平均温度で行われる。工程 (c) に関して、水酸化物は、アルカリ金属水酸化物、好ましくは水酸化カリウム、又は水酸化カリウムと水酸化ナトリウムの混合物、さらにより好ましくは水酸化ナトリウムを指す。

【誤訳訂正17】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0092

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0092】

本発明の一実施態様において、本発明の水溶液は、例えば、洗濯洗剤組成物又は洗浄剤の洗剤組成物の製造に使用されてもよい。他の実施態様において、洗濯洗剤組成物又は洗浄剤の洗剤組成物の製造のために、本発明の水溶液は、完全に又は好ましくは部分的(不完全)に中和された形態で使用されてもよい。一実施態様において、洗濯洗剤組成物又は洗浄剤の洗剤組成物の製造のために、本発明の水溶液は、完全に又は好ましくは部分的に中和された形態で使用されてもよく、ここで、前記中和は無機酸(鉛酸)を用いて行われる。好ましい無機酸は、H₂SO₄、HCl及びH₃PO₄から選択される。他の実施態様において、洗濯洗剤組成物又は洗浄剤の洗剤組成物の製造のために、本発明の水溶液は、完全に又は好ましくは部分的に中和された形態で使用されてもよく、ここで、前記中和は有機酸を用いて行われる。好ましい有機酸は、CH₃SO₃H、酢酸、プロピオン酸及

びクエン酸から選択される。

【誤訳訂正 18】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0097

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0097】

特に有利な洗濯洗浄組成物、及び特にホームケアのための洗浄剤の洗剤組成物は、M G D A以外の1種以上の錯化剤を含有してもよい。有利な洗浄剤の洗剤組成物、及び有利な洗濯洗浄組成物は、本発明による混合物以外の、1種以上の錯化剤（この明細書において、金属イオン封鎖剤とも称する）を含有してもよい。本発明による混合物以外の金属イオン封鎖剤の例としては、G L D A、I D S（イミノジコハク酸）、I D A（イミノ二酢酸）、クエン酸塩、ホスホン酸誘導体、例えばヒドロキシエタン-1,1-ジホスホン酸（「H E D P」）のジナトリウム塩、及び錯化基（complexing groups）などを有するポリマー、例えばその中に20~90モル%のN原子が少なくとも1つのCH₂COO⁻基を有するポリエチレンイミン、及びそれらのそれぞれのアルカリ金属塩、特にそれらのナトリウム塩、例えばG L D A-Na₄、I D S-Na₄及びクエン酸三ナトリウム、及びリン酸塩、例えばS T P P（sodium tripolyphosphate：トリポリリン酸ナトリウム）が挙げられる。リン酸塩が環境問題を引き起こすことが原因で、有利な洗浄剤の洗剤組成物、及び有利な洗濯洗浄組成物はリン酸塩を含有しないことが好ましい。この明細書において、「リン酸塩を含有しない」という用語は、リン酸塩及びポリリン酸塩の含有量が、合計で、質量分析により決定される10 ppm~0.2質量%の範囲にある意味と理解されるべきである。

【誤訳訂正 19】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0111

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0111】

また、2種以上の異なる非イオン性界面活性剤の混合物が存在してもよい。

【誤訳訂正 20】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0115

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0115】

特に好ましい例は、時にラウラミンオキシドとも称される、ラウリルジメチルアミノオキシドである。さらなる特に好ましい例は、時にコカミドプロピルアミンオキシドとも称される、コカミジルプロピルジメチルアミノオキシドである。

【誤訳訂正 21】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0116

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0116】

好適なアニオン性界面活性剤の例としては、アルカリ金属及びアンモニウムの、C₈~C₁₈-アルキル硫酸塩、C₈~C₁₈-脂肪アルコールポリエーテル硫酸塩、エトキシリ化C₄~C₁₂-アルキルフェノール（エトキシリ化度：1~50モルのエチレンオキシド/モル）の硫酸半エステル、C₁₂~C₁₈-スルホ脂肪酸アルキルエステル、例えばC₁₂~C₁₈-スルホ脂肪酸メチルエステル、さらにC₁₂~C₁₈-アルキルスル

ホン酸塩、及びC₁₀～C₁₈-アルキルアリールスルホン酸塩が挙げられる。好ましくは、前述した化合物の、アルカリ金属塩、特に好ましくはナトリウム塩である。

【誤訳訂正22】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0133

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0133】

有機ビルダーの例は、特にポリマー及びコポリマーである。本発明の一実施態様において、有機ビルダーは、ポリカルボキシレート、例えば(メタ)アクリル酸ホモポリマー又は(メタ)アクリル酸コポリマーのアルカリ金属塩から選択される。

【誤訳訂正23】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0134

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0134】

好適なコモノマーは、モノエチレン性不飽和ジカルボン酸、例えばマレイン酸、フマル酸、無水マレイン酸、イタコン酸及びシトラコン酸である。好適なポリマーは、特に、2000～40000g/mol、好ましくは2000～10000g/mol、特に3000～8000g/molの範囲の平均分子量M_wを好ましく有するポリアクリル酸である。また、好適であるのは、同様の範囲の分子量を有する、コポリマー-ポリカルボキシレート、特にメタアクリル酸とアクリル酸、及びマレイン酸及び/又はフマル酸とアクリル酸又はメタアクリル酸のコポリマー-ポリカルボキシレートである。

【誤訳訂正24】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0136

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0136】

好適な疎水性モノマーは、例えば、イソブテン、ジイソブテン、ブテン、ペンテン、ヘキセン及びスチレン、10個以上の炭素原子を有するオレフィン、例えば1-デセン、1-ドデセン、1-テトラデセン、1-ヘキサデセン、1-オクタデセン、1-エイコセン、1-ドコセン、1-テトラコセン及び1-ヘキサコセン、又はそれらの混合物、C₂₂-オレフィン、C₂₀～C₂₄-オレフィンと1分子当たり平均12～100個の炭素原子を有するポリイソブテンとの混合物である。

【誤訳訂正25】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0141

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0141】

本発明による洗浄剤の洗剤組成物及び洗濯洗剤組成物は、例えば、合計で、10～70質量%、好ましくは50質量%以下のビルダーを含んでもよい。本発明に関して、MGDAはビルダーと見なされない。

【誤訳訂正26】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0157

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0157】

本発明の一実施態様において、本発明による洗浄剤の洗剤組成物及び洗濯洗剤組成物は、亜鉛塩のほかに重金属を含有しない。本発明の範囲内において、これは、本発明による洗浄剤の洗剤組成物及び洗濯洗剤組成物が、漂白触媒として作用しない重金属化合物、特に鉄及びビスマスの化合物を含有しないことを意味すると理解される。本発明の範囲内において、重金属化合物に関する「含有しない」は、漂白触媒として作用しない重金属化合物の含有量が、浸出法により決定され、固形分に基づいて、合計で0～100 ppmの範囲にあることを意味すると理解される。好ましくは、本発明による製剤は、亜鉛のほかに、当該洗剤の固形分に基づいて、0.05 ppm未満の重金属含有量を有する。したがって、亜鉛の部分を含まない。

【誤訳訂正27】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0158

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0158】

本発明の範囲内において、「重金属」は、亜鉛のほかに、少なくとも6 g / m³の比重(specific density)を有する全ての金属と考えられる。特に、重金属は、ビスマス、鉄、銅、鉛、スズ、ニッケル、カドミウム及びクロムなどの金属である。

【誤訳訂正28】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0166

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0166】

それぞれの場合、溶解度は、水和水を含まない純粋なM G D Aに関して、計算した。

【誤訳訂正29】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0168

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0168】

I. 1 L - バリン - ビス - アセトニトリル(VBAN)を含有し、部分的に中和されたL - アラニンビス - アセトニトリル(ABAN)溶液の合成、工程(a.1)及び(b.1)

工程(a.1)：室温で、265 gの脱イオン水を、1リットルの攪拌フラスコ中に入れた。126.8 gの量のL - アラニン(1.42モル)及び8.79 gのL - バリン(0.08モル)を添加した。得られたスラリーに、78.0 gの50質量%水酸化ナトリウム水溶液(0.98モル)を添加した。添加を完了した後、50℃でスラリーを30分攪拌した。透明な溶液を得た。

【誤訳訂正30】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0171

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0171】

工程(c.2)：工程(c.1)により得られた反応混合物を、94～95℃で5時間攪拌した。反応混合物の色は淡黄色に変わった。反応の間に生成したNH₃を、ストリッピングにより持続的に除去した。水の添加を繰り返すことにより、反応混合物の体積を一定に維持した。

【誤訳訂正 3 1】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 1 7 4

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 1 7 4】

約 4 0 % の本発明の溶液の連続製造を、総容積 8 . 5 l の 6 つの攪拌タンク反応器の力スケードで行った。反応混合物は、全ての 6 つの攪拌タンク反応器 (S T R . 1 ~ S T R . 6) を連続的に通過した。最後に通過する攪拌タンク反応器 S T R . 6 を管状反応器 T R . 7 に接続した。最初の 3 つの攪拌タンク反応器 S T R . 1 ~ S T R . 3 では、A B A N 及び V D N の部分的に中和した混合物を合成し、S T R . 1 ~ S T R . 3 を 4 0 ~ 4 5 で運転した。S T R . 1 ~ S T R . 3 中の平均滞留時間は、合計で 4 5 ~ 9 0 分であった。3 つの攪拌タンク反応器 S T R . 4 ~ S T R . 6 において、鹹化を行った。S T R . 4 ~ S T R . 6 を 6 0 で運転した。S T R . 4 ~ S T R . 6 の平均滞留時間は、合計で 1 7 0 ~ 4 0 0 分であった。その後、1 8 0 で運転した管状反応器 T R . 7 中で、鹹化を完了した。T R . 7 中の圧力は 2 2 バールであり、滞留時間は 3 1 分であった。蒸気を用いて、標準圧下でカラム中で最後のアンモニアストリッピングを行った。ホルムアルデヒド (3 0 % の水溶液) 、1の工程 (a . 1) による、部分的に中和した L - アラニン及び L - バリンの水溶液、並びに 8 0 モル % の所要の H C N を S T R . 1 に添加し、残りの 2 0 % の所要の H C N を S T R . 2 に添加し、所要の水酸化ナトリウム溶液を S T R . 4 に添加した。