【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20年7月10日(2008.7.10)

【公表番号】特表2004-501117(P2004-501117A)
【公表日】平成16年1月15日(2004.1.15)
【年通号数】公開・登録公報2004-002
【出願番号】特願2002-500879(P2002-500879)
【国際特許分類】
Ｃ０７Ｄ 493/04　(2006.01)
Ｃ０７Ｂ 61/00　(2006.01)
【ＦＩ】
Ｃ０７Ｄ 493/04　１０１Ｃ
Ｃ０７Ｄ 493/04　１０１Ｄ
Ｃ０７Ｂ 61/00　３００

【手続補正書】
【提出日】平成20年5月20日(2008.5.20)
【手続補正１】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】特許請求の範囲
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】
ａ）少なくとも１種の糖アルコールまたはモノアンヒドロ糖アルコールと、場合により水と、場合により脱水触媒の仕込物を、単一の容器に導入する工程と、
ｂ）該仕込物を高められた温度で不活性ガスの流れに接触させて、存在するいかなる水の大部分を除去し、脱水されたプロセス仕込物を生成せしめる工程と、
ｃ）該脱水されたプロセス仕込物を、形成される反応水が除去されるように不活性ガスの流れの存在下において高められた温度で脱水触媒に接触させる工程と、
を含むことを特徴とするジアンヒドロ糖アルコールの製造方法。
【請求項２】
前記少なくとも１種の糖アルコールがソルビトールであり、および生成物がイソソルバイド（ｉｓｏｓｏｒｂｉｄｅ）である請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記脱水触媒が硫酸である請求項１に記載の方法。
【請求項４】
前記脱水触媒が硫酸化ジルコニアである請求項１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】００３３
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００３３】

【表３】

表３

			1,4-および 3,6-アンヒドロ グルシトールの合計収率			イソソルビド				反応
固体酸触媒	触媒源	イソソルビド収率*		時間 (hrs)	触媒 wgt%	触媒活性**	ソルビトール g (100%)	温度	N2 流量 (cc/分)	容器サイズ
実施例 11H-ベータゼオライト	(Si/Al=12.5) (CP 811BL-25, PQ Corp., Valley Forge, PA)	18.0%	26.4%	5.0	9.3%	0.384	1.495	150	450	7ml バイアル
実施例 12DAY-55 ゼオライト	DA-Y(Si/Al=55)(Lot # TC133, Degussa Corp.,South Plainfield,NJ)	10.0%	30.0%	5.1	9.4%	0.209	1.498	150	450	7ml バイアル
実施例 13H-ベータゼオライト	(Si/Al=12.5) (CP 811BL-25, PQ Corp., Valley Forge, PA)	38.0%	1.9%	12.3	20.0%	0.155	9.112	150	450	60 ml 管
実施例 14 硫酸化ジルコニア	実験室で合成 – 実験 1	1.1%	62.0%	28.4	50.0%	7.7E-04	7.524	150	450***	60 ml 管
実施例 15H-Y ゼオライト	(Si/Al=25)CBV-760 Lot # 39-89-011, Conteka B. V. (現在 Zeolyst Corp., Valley Forge, PA の一部門))	1.3%	21.1%	5.1	9.4%	0.027	1.506	150	450	7ml バイアル
実施例 16H-モルデナイト	(Si/Al=45) (CBV-90A, Lot # 1822-42, Zeolyst Corp.,Valley Forge, PA)	0.8%	22.9%	5.1	9.3%	0.017	1.495	150	450	7ml バイアル
実施例 17H-ZSM-5 ゼオライト	(Si/Al=15) (CBV-3020 , Conteka B. V. (現在 Zeolyst Corp., Valley Forge, PA の一部門))	0.2%	1.5%	5.0	9.4%	0.004	1.495	150	450	7ml バイアル
比較例 18USY ゼオライト	(Si/Al=2.8) (LZ-20, Lot # 13443-7, Union Carbide Corp. (現在 UOP, DesPlaines, IL の一部門))	0.0%	0.4%	5.0	9.3%	0.000	1.510	150	450	7ml バイアル
比較例 19H-SDUSY ゼオライト	(Si/Al=75) (CBV-901, Lot # 1822-66, Zeolyst Corp.,Valley Forge, PA)	0.0%	4.7%	5.0	9.4%	0.000	1.495	150	450	7ml バイアル
比較例 20H-ZSM-5 ゼオライト	(Si/Al=25)(CBV-5020E,Lot # 5020E-ZH-39-3,PQ Corp.,Valley Forge,PA)	0.0%	8.9%	5.0	9.4%	0.000	1.496	150	450	7ml バイアル
比較例 21H-ZSM-5 ゼオライト	(Si/Al=75) (CBV-1502, Lot # 39 90 003, Conteka B. V. (現在 Zeolyst Corp., Valley Forge, PA の一部門))	0.0%	3.2%	5.0	9.5%	0.000	1.499	150	450	7ml バイアル
比較例 22H-モルデナイト	(Si/Al=15) (ZD-96065, Lot # 1822-41, Zeolyst Corp.,Valley Forge, PA)	0.0%	1.4%	5.0	9.3%	0.000	1.505	150	450	7ml バイアル
実施例 23 硫酸化ジルコニア	実験室で合成 – 実験 1	73.3%	0.1%	1.3	50.0%	1.143	7.536	170	450***	60 ml 管

* イソソルビド規格化% = イソソルビドの面積／他の生成物および中間体の面積の比（面積をそれらの応答係数で調節した場合）
** 触媒活性 = イソソルビドの収率／その収率が得られた時間 (hrs)／触媒充填 wgt %.
*** 窒素を水蒸気であらかじめ飽和させた。

なお、本発明の主たる特徴および態様を示せば、以下のとおりである。

１．　ａ）少なくとも１種の糖アルコールまたはモノアンヒドロ糖アルコールと、場合により水と、場合により脱水触媒の仕込物を、単一の容器に導入する工程と、

ｂ）該仕込物を高められた温度で不活性ガスの流れに接触させて、存在するいかなる水の大部分を除去し、脱水されたプロセス仕込物を生成せしめる工程と、

ｃ）該脱水されたプロセス仕込物を、形成される反応水が除去されるように不活性ガスの流れの存在下において高められた温度で脱水触媒に接触させる工程と、
を含むことを特徴とするジアンヒドロ糖アルコールの製造方法。
２．　前記少なくとも１種の糖アルコールがソルビトールであり、および生成物がイソソルバイド（ｉｓｏｓｏｒｂｉｄｅ）である上記１に記載の方法。
３．　前記脱水触媒が硫酸である上記１に記載の方法。
４．　前記硫酸の濃度が反応塊の０．２５～５．０重量％である上記３に記載の方法。
５．　前記硫酸の濃度が反応塊の０．５～１．５重量％である上記４に記載の方法。
６．　前記脱水触媒が、酸性ゼオライトまたは硫酸化金属酸化物触媒からなる群より選択される無機のイオン交換物質である上記１に記載の方法。
７．　前記脱水触媒が、６．０オングストロームよりも大きいかまたはそれに等しい最小細孔寸法（ゼオライト内の原子のイオン半径に基づく）と、２．８対１よりも大きいかまたはそれに等しく且つ７５：１よりも小さいかまたはそれに等しいＳｉ：Ａｌ比とを有する酸性ゼオライトである上記６に記載の方法。
８．　前記脱水触媒が、Ｈ－ベータゼオライト、ＤＡ－Ｙゼオライト、Ｈ－Ｙゼオライト、Ｈ－モルデナイトゼオライトおよびＨ－ＺＳＭ－５ゼオライトからなる群より選択される酸性ゼオライトである上記７に記載の方法。
９．　前記脱水触媒が硫酸化ジルコニアである上記６に記載の方法。
１０．　１００～１８０℃の温度で行われる上記１に記載の方法。
１１．　１１５～１６０℃の温度で行われる上記１０に記載の方法。
１２．　１１５～１４５℃の温度で行われる上記１１に記載の方法。
１３．　前記不活性ガスが窒素または二酸化炭素である上記１に記載の方法。
１４．　前記不活性ガスが窒素である上記１３に記載の方法。