

【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 2 部門第 1 区分

【発行日】平成27年12月10日 (2015.12.10)

【公表番号】特表2015-501212(P2015-501212A)

【公表日】平成27年1月15日 (2015.1.15)

【年通号数】公開・登録公報2015-003

【出願番号】特願2014-537798(P2014-537798)

【国際特許分類】

B 0 1 J 31/22 (2006.01)

B 0 1 J 37/02 (2006.01)

C 0 7 D 301/10 (2006.01)

C 0 7 D 303/04 (2006.01)

【F I】

B 0 1 J 31/22 Z

B 0 1 J 37/02 1 0 1 C

C 0 7 D 301/10

C 0 7 D 303/04

【手続補正書】

【提出日】平成27年10月21日 (2015.10.21)

【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) シュウ酸とアルカリ金属塩基とを、溶媒中でシュウ酸の第 2 当量点まで反応させて、アルカリ金属シュウ酸塩を得る工程、

(b) (a) により得られたアルカリ金属シュウ酸塩と銀塩とを、溶媒中で反応させて、シュウ酸銀を得る工程、

(c) (b) により得られたシュウ酸銀を、溶媒中でジアミン化合物と錯体化して、ジアミン - シュウ酸銀錯体を得る工程を含む、担持銀触媒を生成するための方法。

【請求項 2】

(a) シュウ酸とアルカリ金属塩基とを、水中で、シュウ酸の第 2 当量点まで反応させて、アルカリ金属シュウ酸塩を得る工程、

(b) (a) により得られたアルカリ金属シュウ酸塩と銀塩とを、水中で反応させて、シュウ酸銀を得る工程、

(c) (b) により得られたシュウ酸銀を、水中でジアミン化合物と錯体化して、ジアミン - シュウ酸銀錯体を得る工程を含む、担持銀触媒を生成するための方法。

【請求項 3】

(a) で使用されるアルカリ金属塩基が、アルカリ金属水酸化物であり、(b) で使用される銀塩が硝酸銀である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

(a) が、

(a 1) シュウ酸と、最大 98.5% の、シュウ酸に対して等モル量のアルカリ金属塩基とを、水溶液中で反応させる工程、

(a 2) (a 1) により得られた水溶液を、40 から 50 の範囲の温度にする工程、
(a 3) アルカリ金属塩基を、(a 2) により加熱された水溶液に、シュウ酸の第 2 当量点まで添加し、添加中、前記水溶液を、40 から 50 の範囲の温度に維持する工程を含む、請求項 1 から 3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 5】

(a) が、
(a 1) シュウ酸と、90 から 98 . 5 % の、シュウ酸に対して等モル量のアルカリ金属塩基とを、水溶液中で反応させる工程、
(a 2) (a 1) により得られた水溶液を、40 から 45 の範囲の温度にする工程、
(a 3) アルカリ金属塩基を、(a 2) により加熱された水溶液に、シュウ酸の第 2 当量点まで添加し、添加中、前記水溶液を、40 から 45 の範囲の温度に維持する工程を含む、請求項 1 から 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 6】

(b) が、
(b 1) (a 3) により得られた水溶液を、40 から 50 の範囲の温度を有する銀塩の水溶液に添加して、シュウ酸銀を含む懸濁液を得る工程、
(b 2) 懸濁液からシュウ酸銀を分離し、分離されたシュウ酸銀を、洗浄液が 60 マイクロジーメンズ / c m 以下の電気伝導率を有するまで、洗浄水として脱イオン水で洗浄する工程、
(b 3) シュウ酸銀を濃縮する工程
を含む、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

(c) で使用されるジアミン化合物が、2 から 5 個の炭素原子を有するアルキレンジアミンである、請求項 1 から 6 のいずれかに記載の方法。

【請求項 8】

(c) による反応で存在する反応混合物の温度が、10 から 30 の範囲の値に設定される、請求項 1 から 7 のいずれかに記載の方法。

【請求項 9】

(c) により得られた溶液が、前記溶液の全質量に対して 2.5 から 3.2 質量 % の範囲の、元素の銀として計算された銀含量を有する、請求項 1 から 8 のいずれかに記載の方法。

【請求項 10】

(d) (c) により得られた溶液に少なくとも 1 種の助触媒を添加する工程をさらに含む、請求項 1 から 9 のいずれかに記載の方法。

【請求項 11】

リチウム、セシウム、タンゲステン、レニウム、および硫黄が、助触媒として添加され、(d) によって得られた溶液が、50 から 700 質量 p p m の範囲のリチウム含量、50 から 1500 質量 p p m の範囲のセシウム含量、10 から 800 質量 p p m の範囲のタンゲステン含量、50 から 1200 質量 p p m の範囲のレニウム含量、および 2 から 100 質量 p p m の範囲の硫黄含量を有する、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

(e) 多孔質支持材を用意する工程、
(f) 多孔質支持材に、(c) または (d) により得られた溶液を含浸させる工程をさらに含む、請求項 1 から 11 のいずれかに記載の方法。

【請求項 13】

多孔質支持材が円筒形の幾何形状と円筒形を有する、請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

(g) (f) により得られた含浸済み支持材をか焼する工程をさらに含む、請求項 12 または 13 に記載の方法。

【請求項 15】

請求項 13 に記載の方法によって得られたもしくは得ることができる担持銀触媒、また

は請求項 1 1 もしくは 1 2 に記載の方法により得られたもしくは得ることができる前記担持銀触媒の前駆体。

【請求項 1 6】

多孔質支持材が、円筒形の幾何形状と円筒形を有し、元素として計算されかつ触媒の全質量に対してそれぞれの場合に含浸によって多孔質支持材に付着された、5 から 30 質量 % の範囲の銀含量、25 から 400 質量 p p m の範囲のリチウム含量、25 から 750 質量 p p m の範囲のセシウム含量、5 から 500 質量 p p m の範囲のタンゲステン含量、25 から 600 質量 p p m の範囲のレニウム含量、および 0 から 50 質量 p p m の範囲の硫黄含量を有する、請求項 1 5 に記載の担持銀触媒。

【請求項 1 7】

酸素を用いたエテンの直接酸化によりエチレンオキシドを調製するための、請求項 1 5 に記載の担持銀触媒またはその前駆体の使用。