

【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25年5月16日(2013.5.16)

【公表番号】特表2012-523386(P2012-523386A)

【公表日】平成24年10月4日(2012.10.4)

【年通号数】公開・登録公報2012-040

【出願番号】特願2012-503963(P2012-503963)

【国際特許分類】

C 07 C 29/149 (2006.01)

C 07 C 31/20 (2006.01)

B 01 J 23/72 (2006.01)

C 07 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 07 C 29/149

C 07 C 31/20 Z

B 01 J 23/72 Z

C 07 B 61/00 300

【誤訳訂正書】

【提出日】平成25年3月26日(2013.3.26)

【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】

ジカルボン酸溶液をジオールまたはジオール混合物でエステル化することによって得られるオリゴエステルおよび／またはポリエステルを水素化する方法であって、その際に生じるエステル混合物には、リチウムアルコラート、カリウムアルコラートおよびナトリウムアルコラートからなる群から選択される塩基が供給され、この場合この水素化は、触媒成形体を用いて実施され、当該触媒成形体の前駆体は、以下の方法：

(i) 酸化銅、酸化アルミニウム、および

酸化ランタン、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化チタン、酸化ジルコニウムまたは酸化鉄のうち少なくとも1つ

を含む酸化物材料を準備し、

(ii) 前記の酸化物材料に粉末状の金属銅、銅小片、粉末状セメント、黒鉛またはこれらの混合物を添加し、

(iii) (ii)から生じる混合物を変形して成形体に変える

により製造可能なものであり、

その際、前記酸化物材料は、

活性成分の銅、アルミニウム成分、および

酸化ランタン、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化チタンまたは酸化ジルコニウムのうち少なくとも1つの成分

を同時に、または順次に沈殿させ、引続き乾燥し、か焼し、工程(iii)による変形後に前記触媒成形体を再びか焼することによって得られる、前記方法。

【請求項2】

前記酸化物材料は、それぞれか焼後の酸化物材料の全質量に対して、

(a) 酸化銅を50×80質量%、特に55×75質量%の範囲内の含量で、

(b) 酸化アルミニウムを 15 y 35 質量 %、特に 20 y 30 質量 % の範囲内の含量で、

(c) 酸化ランタン、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化チタンまたは酸化ジルコニウムのうち少なくとも 1 つを、2 z 20 質量 %、特に 3 z 15 質量 % の範囲内の含量で

含み、但し、この場合には、 $80 x + y + z = 100$ 、殊に $95 x + y + z = 100$ が当てはまるものとし、その際、セメントは、上記の意味における酸化物材料には分類されない、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

添加によって粉末状金属銅、銅小片、粉末状セメントまたは黒鉛、またはこれらの混合物は、第 1 のか焼後の酸化物材料の全質量に対して 0.5 ~ 40 質量 % の範囲内の割合である、請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 4】

エステル化に使用されるジオールは、2 ~ 12 個の炭素原子を有する , - ジオールまたは前記ジオールの混合物である、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

工程 (i i i) から得られる成形体をなお沸騰水および / または蒸気で処理する、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

次の工程 :

a) シクロヘキサンを、酸素または酸素含有ガスで酸化して、シクロヘキサノールとシクロヘキサンと 6 個までの炭素原子を有するカルボン酸とからなる混合物にする工程、

b) a) で得られた反応混合物を水と反応させ、そして液状の二相反応混合物から、ジカルボン酸溶液を除去する工程、

c) b) から得られたジカルボン酸溶液を、アルコールでエステル化する工程、

d) c) から得られたエステル混合物を接触水素化する工程、および

e) d) から得られた水素化生産物を蒸留する工程、

を含む、1, 6 - ヘキサンジオールを製造する方法であって、

c) におけるエステル化を 2 ~ 12 個の炭素原子を有する少なくとも 1 つのジオールで実施し、

c) で生じるエステル混合物にリチウムアルコラート、カリウムアルコラートおよびナトリウムアルコラートからなる群から選択される塩基を供給し、および

c) で得られたエステル化混合物を液相中で触媒成形体の存在で水素化し、当該触媒成形体の前駆体を、

(i) 酸化銅、酸化アルミニウム、および

酸化ランタン、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化チタン、酸化ジルコニウムまたは酸化鉄のうち少なくとも 1 つ

を含有する第 1 のか焼後の酸化物材料を準備し、

(i i) 粉末状の金属銅、銅小片、粉末状セメント、黒鉛またはこれらの混合物を工程 i) からの酸化物材料に添加し、

(i i i) (i i) から生じる混合物を成形し、成形体に変え、および

(i v) 工程 (i i i) で得られた成形体に第 2 のか焼を行なうことによって得る、前記製造方法。

【請求項 7】

工程 (a) に記載されたシクロヘキサン酸化を触媒の存在で実施する、請求項 6 記載の方法。

【請求項 8】

工程 (b) で得られた水相を 10 ~ 200 の範囲内の温度および 1 ~ 100 バールの圧力で接触水素化する、請求項 6 または 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

工程 (c) におけるエステル化を 1, 6 - ヘキサンジオールを用いて実施する、請求項 6 から 8 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

工程 c) におけるエステル化のために、2 ~ 12 個の炭素原子を有する少なくとも 1 つのジオールの代わりに工程 (e) において取得された水素化生産物の一部分を使用する、請求項 6 から 9 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

工程 c) におけるエステル化のために、工程 (e) において取得された水素化生産物の一部分を使用し、その際、全ての水素化生産物から予め高沸点物および低沸点物を除去した、請求項 6 から 10 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

工程 d) における水素化に使用されるエステル混合物は、1 ~ 20 mg KOH / g の酸価を有する、請求項 6 から 11 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

工程 d) におけるエステル混合物の接触水素化を液相中で少なくとも 2 個の反応器中で実施し、その際第 1 の反応器を液体の返送による熱導出のために運転し、第 2 の反応器を液体の返送なしに直接の通過で変換を完結させるために運転する、請求項 6 から 12 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0022

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0022】

この課題は、ジカルボン酸溶液をジオールまたはジオール混合物でエステル化することによって得られるオリゴエステルおよび / またはポリエステルを水素化する方法によって解決され、この場合この水素化は、触媒成形体を用いて実施され、当該触媒成形体の前駆体は、以下の方法：

(i) 酸化銅、酸化アルミニウム、および

酸化ランタン、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化チタン、酸化ジルコニウムまたは酸化鉄のうち少なくとも 1 つ

を含む酸化物材料を準備し、

(ii) 前記の酸化物材料に粉末状または金属の銅、銅小片、粉末状セメント、黒鉛またはこれらの混合物を添加し、

(iii) (ii) から生じる混合物を変形し、成形体に変える
により製造可能なものであり、

その際、酸化物材料は、

活性成分の銅、アルミニウム成分および

酸化ランタン、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化チタンまたは酸化ジルコニウムのうち少なくとも 1 つの成分

を同時に、または順次に沈殿させ、引続き乾燥し、か焼し、工程 (iii) による変形後に前記触媒成形体を再びか焼することによって得られる。

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0035

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0035】

従って、1 つの好ましい実施態様において、本発明は、酸化物材料がそれぞれか焼後の酸化物材料の全質量に対して

(a) 酸化銅を 50 × 80 質量%、特に 55 × 75 質量% の範囲内の含量で、
 (b) 酸化アルミニウムを 15 y 35 質量%、特に 20 y 30 質量% の範囲内の含量で、

(c) 酸化ランタン、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化チタンまたは酸化ジルコニウムのうち少なくとも 1 つを、2 z 20 質量%、特に 3 z 15 質量% の範囲内の含量で

含み、但し、この場合には、80 x + y + z 100、殊に 95 x + y + z 100 が当てはまるものとし、を含むことによって特徴付けられる上記したような方法に関する。

【誤訳訂正 4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0042

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0042】

1つの好ましい実施態様において、本発明による方法で水素化のための触媒前駆体として、成形体を使用することができ、当該成形体は、

それぞれか焼後の酸化物材料の全質量に対して

(a) 酸化銅を 50 × 80 質量%、特に 55 × 75 質量% の範囲内の含量で、
 (b) 酸化アルミニウムを 15 y 35 質量%、特に 20 y 30 質量% の範囲内の含量で、

(c) 酸化ランタン、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化チタンまたは酸化ジルコニウムの少なくとも 1 つを 2 z 20 質量%、特に 3 z 15 質量% の範囲内の含量で、

但し、この場合には、80 x + y + z 100、殊に 95 x + y + z 100 が当てはまる、

含む酸化物材料と、

金属銅粉末、銅小片またはセメント粉末、またはこれらの混合物を、酸化物材料の全質量に対して、1 ~ 40 質量% の範囲内の含量で、

黒鉛を、酸化物材料の全質量に対して 0.5 ~ 5 質量% の含量で含むものであり、

この場合酸化物材料、金属銅粉末、銅小片またはセメント粉末、またはこれらの混合物および黒鉛からの割合の総和は、成形体の少なくとも 95 質量% になる。

【誤訳訂正 5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0047

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0047】

更に、本方法の対象は、次の工程：

a) シクロヘキサンを、酸素または酸素含有ガスで酸化して、シクロヘキサノールとシクロヘキサンと 6 個までの炭素原子を有するカルボン酸とからなる混合物にする工程、

b) a) で得られた反応混合物と水とを反応させ、液状の二相反応混合物から DCL を除去する工程、

c) b) から得られた DCL をアルコールでエステル化する工程、

d) c) から得られたエステル混合物を接触水素化する工程

e) 1,6-ヘキサンジオールへの d) から得られた水素化生産物を蒸留する工程

を含む、1,6-ヘキサンジオールを製造する方法であり、この方法は、

c) におけるエステル化が 2 ~ 12 個の炭素原子を有する少なくとも 1 つのジオールで実施され、および

c) で得られたエステル化混合物が液相中で触媒成形体の存在で工程 d) により水素化され、当該触媒成形体の前駆体は、

(i) 酸化銅、酸化アルミニウム、および

酸化ランタン、酸化タングステン、酸化モリブデン、酸化チタン、酸化ジルコニアまたは酸化鉄のうち少なくとも 1 つ

を含有する酸化物材料を準備し、

(ii) 粉末状の金属銅、銅小片、粉末状セメント、黒鉛または混合物を工程 i) からの酸化物材料に添加し、および

(iii) (ii) から生じる混合物を成形し、成形体に変えることによって得られる。