

【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 26 年 8 月 14 日 (2014.8.14)

【公開番号】特開 2014-88387 (P2014-88387A)

【公開日】平成 26 年 5 月 15 日 (2014.5.15)

【年通号数】公開・登録公報 2014-025

【出願番号】特願 2013-247358 (P2013-247358)

【国際特許分類】

C 0 7 D 319/06 (2006.01)

C 0 7 D 317/38 (2006.01)

B 0 1 J 31/02 (2006.01)

B 0 1 J 31/40 (2006.01)

B 0 1 J 38/00 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 D 319/06

C 0 7 D 317/38

B 0 1 J 31/02 Z

B 0 1 J 31/40 Z

B 0 1 J 38/00 3 0 1 B

B 0 1 J 38/00 3 0 1 A

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成 26 年 6 月 26 日 (2014.6.26)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 1 0

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 1 0】

使用済み触媒が、相対的に高い温度に長期間暴露された場合、分解生成物を形成する傾向にあることが分かった。したがって、相対的に低い温度で蒸留を行うことが好ましい。更に、蒸留は、好適には、減圧下で行う。減圧を使用することにより、触媒組成物における汚染物質は、蒸留残留物として精製されたホスホニウム触媒を残して蒸留される。蒸留温度は、好ましくは、250 を超えない。更に好ましくは、蒸留温度は 50 から 200、最も好ましくは、100 から 180 の範囲である。このような蒸留温度に対して適当な圧力は 0.1 から 0.0001 パール (10 から 0.01 kPa) である。好ましくは、圧力は 0.05 から 0.0005 パール (5,000 から 50 Pa) の範囲である。

【手続補正 2】

【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】

式  $R_4PHa1$  ( $Ha1$  はハロゲン化物を意味し、ならびに各  $R$  は同じか異なることができ、および  $C_{1-8}$  アルキル基である) のホスホニウムハロゲン化物であるホスホニウ

ム触媒の存在下におけるアルキレンオキシドと二酸化炭素との反応によるアルキレンカーボネートの製造方法であり、

(a) アルキレンオキシド、二酸化炭素およびホスホニウム触媒が反応帯域へ連続的に導入され、前記反応帯域からアルキレンカーボネートおよび使用済みホスホニウム触媒を含む生成物流が取り出され、

(b) アルキレンカーボネートおよび使用済みホスホニウム触媒を含む流れが前記生成物流から分離され、

(c) 工程(b)において分離された前記アルキレンカーボネートは生成物として回収され、

(d) 使用済みホスホニウム触媒を含む流れの少なくとも一部は精製されて、ホスフィンオキシドを含むホスホニウム触媒の分解生成物が除去され、精製されたホスホニウム触媒が得られ、ならびに

(e) 精製されたホスホニウム触媒は、前記反応帯域へ再循環される、  
製造方法。

【請求項 2】

R 基がメチル基、エチル基、n - プロピル基、イソプロピル基、n - ブチル基、イソブチル基および t - ブチル基から選択される請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

触媒がテトラ(n - ブチル)ホスホニウムブロミドである請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

精製されたホスホニウム触媒が、溶媒の存在下において反応帯域へ再循環される請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

使用済みホスホニウム触媒を含む前記流れの 1 から 90 重量%が精製される請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 6】

使用済みホスホニウム触媒を含む前記流れの 2 から 50 重量%が精製される請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

使用済みホスホニウム触媒を含む前記流れの 5 から 25 重量%が精製される請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

使用済みホスホニウム触媒を含む流れの別の部分が反応帯域へ再循環される請求項 1 から 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

精製されたホスホニウム触媒が、アルコールの存在下において反応帯域へ再循環され、使用済みホスホニウム触媒、精製されたホスホニウム触媒、アルコールおよびアルキレンカーボネートの混合物が反応帯域へ再循環される請求項 1 から 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

アルカンジオールおよびジアルキルカーボネートの調製方法であって、

アルカノールと、アルキレンカーボネートをエステル交換反応触媒上で反応させる工程であって、ここで、前記アルキレンカーボネートは請求項 1 から 9 のいずれか一項に記載の方法によって調製される、工程

得られた反応混合物からアルカンジオールおよびジアルキルカーボネートを回収する工程を含む、調製方法。

【請求項 11】

請求項 1 から 9 のいずれか一項に記載の方法において、精製されたホスホニウム触媒が溶媒の存在下で反応帯域へ再循環され、アルカンジオールが前記溶媒として使用される、

請求項 10 に記載の方法。