

【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 18 年 1 月 5 日 (2006.1.5)

【公表番号】特表 2005-510346 (P2005-510346A)
 【公表日】平成 17 年 4 月 21 日 (2005.4.21)
 【年通号数】公開・登録公報 2005-016
 【出願番号】特願 2003-547049 (P2003-547049)
 【国際特許分類】

B 0 1 J 31/22 (2006.01)
B 0 1 J 37/16 (2006.01)
C 0 1 G 53/09 (2006.01)
C 0 7 F 9/12 (2006.01)
C 0 7 F 15/04 (2006.01)

【F I】

B 0 1 J 31/22 Z
 B 0 1 J 37/16
 C 0 1 G 53/09
 C 0 7 F 9/12
 C 0 7 F 15/04

【手続補正書】

【提出日】平成 17 年 9 月 13 日 (2005.9.13)

【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】

二座ホスファイト、二座ホスフィナイト、および二座ホスフィンよりなる群から選択された少なくとも 1 種の二座リン含有配位子を、ニトリル溶媒とニッケルよりも陽性である還元性金属との存在下で、塩化ニッケルと接触させる工程を含み、前記塩化ニッケルは前記還元性金属に関してモル過剰であることを特徴とするヒドロシアン化触媒の調製方法。

【請求項 2】

水和塩化ニッケルを約 200 ~ 約 240 で 12 時間未満にわたって処理する工程を含むことを特徴とする無水塩化ニッケルの製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0069

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0069】

噴霧乾燥機から単離した NiCl_2 二水和物を次に、熱油供給によって 244 に間接的に加熱して、それより約 10 低いバルク温度をもたらす熱処理機中へ連続的に供給したことを除いて、実施例 21 の手順を繰り返した。熱処理機中の圧力を大気圧よりもわずかに下に維持した。熱処理機から排出された無水生成物は、1 重量パーセント未満 H_2O の残留水分を含有した。約 80 の反応温度でを除いて、実施例 1 のそれと同様な触媒調製に使用した時、この材料は 62 % 転化率をもたらした。

以下に、本発明の好ましい態様を示す。

1. 二座ホスファイト、二座ホスフィナイト、および二座ホスフィンよりなる群から選択された少なくとも1種の二座リン含有配位子を、ニトリル溶媒とニッケルよりも陽性である還元性金属との存在下で、塩化ニッケルと接触させる工程を含み、前記塩化ニッケルは前記還元性金属に関してモル過剰であることを特徴とするヒドロシアン化触媒の調製方法。

2. 前記還元性金属がNa、Li、K、Mg、Ca、Ba、Sr、Ti、V、Fe、Co、Cu、Zn、Cd、Al、Ga、In、およびSnよりなる群から選択されることを特徴とする1.に記載の方法。

3. 前記ヒドロシアン化触媒から未反応塩化ニッケルを分離する工程をさらに含むことを特徴とする2.に記載の方法。

4. 前記還元性金属がZnまたはFeであることを特徴とする2.に記載の方法。

5. 前記触媒調製が30～100の温度で、および5～50psia(34～340kPa)の圧力で実施されることを特徴とする4.に記載の方法。

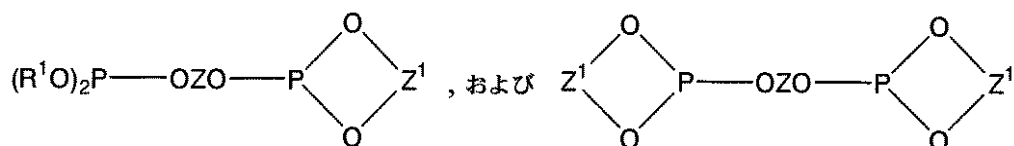
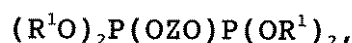
6. 前記触媒調製が50～90の温度で実施されることを特徴とする5.に記載の方法。

7. 塩化ニッケル対還元性金属のモル比が1.1:1～50:1であることを特徴とする6.に記載の方法。

8. 塩化ニッケル対還元性金属の前記モル比が2:1～25:1であることを特徴とする7.に記載の方法。

9. 前記二座リン含有配位子が式

【化1】

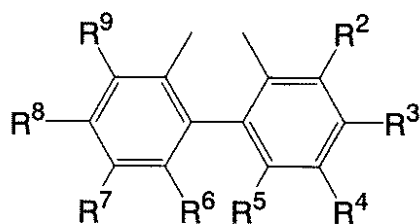


(式中、

R^1 は、非置換または1個もしくは複数個の $C_1 \sim C_{12}$ アルキルもしくは $C_1 \sim C_{12}$ アルコキシ基で置換されたフェニル、非置換または1個もしくは複数個の $C_1 \sim C_{12}$ アルキルもしくは $C_1 \sim C_{12}$ アルコキシ基で置換されたナフチルであり、

Zおよび Z^1 は、式I、II、IIIおよびIVを有する基よりなる群から独立して選択される：

【化 2】



I

式中、

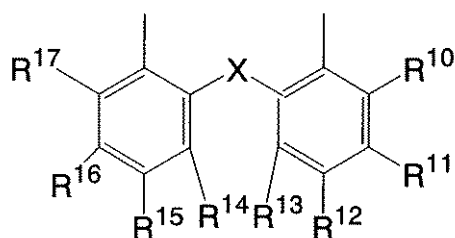
R^2 および R^9 は同じものであり、かつ、 H 、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、および $C_1 \sim C_{12}$ アルコキシから選択され、

R^3 および R^8 は同じものであり、かつ、 H 、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、および $C_1 \sim C_{12}$ アルコキシから選択され、

R^4 および R^7 は同じものであり、かつ、 H 、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、および $C_1 \sim C_{12}$ アルコキシから選択され、

R^5 および R^6 は同じものであり、かつ、 H 、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、および $C_1 \sim C_{12}$ アルコキシから選択される；

【化 3】



II

式中、

X は O 、 S 、または $CH(R^{18})$ であり、

R^{10} および R^{17} は同じものであり、かつ、 H 、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、および $C_1 \sim C_{12}$ アルコキシから選択され、

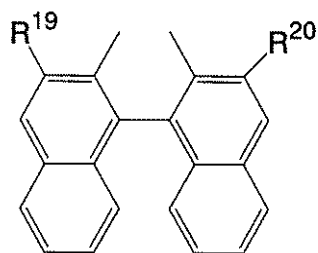
R^{11} および R^{16} は同じものであり、かつ、 H 、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、および $C_1 \sim C_{12}$ アルコキシから選択され、

R^{12} および R^{15} は同じものであり、かつ、 H 、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、および $C_1 \sim C_{12}$ アルコキシから選択され、

R^{13} および R^{14} は同じものであり、かつ、 H 、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、および $C_1 \sim C_{12}$ アルコキシから選択され、そして

R^{18} は H または $C_1 \sim C_{12}$ アルキルである；

【化 4】

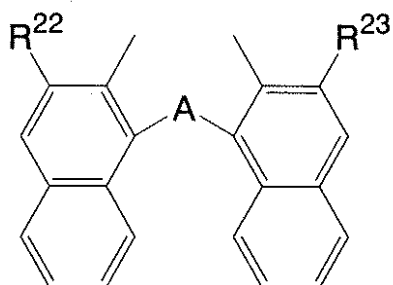


III

式中、

R^{19} および R^{20} は同じものであり、かつ、H および CO_2R^{21} から選択され、
 R^{21} は $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、または非置換もしくは $C_1 \sim C_4$ アルキル基で置換された $C_6 \sim C_{10}$ アリールである；

【化 5】



IV

式中、

A は O、S、または $CH(R^{24})$ であり、

R^{22} および R^{23} は同じものであり、かつ、H および CO_2R^{25} から選択され、

R^{24} は H または $C_1 \sim C_{12}$ アルキルであり、

R^{25} は $C_1 \sim C_{12}$ アルキルである；または）

の化合物であることを特徴とする 8 . に記載の方法。

10 . 前記塩化ニッケルが 3 . に従って調製されたヒドロシアン化触媒から分離された未反応塩化ニッケルであることを特徴とする 9 . に記載の方法。

11 . 前記塩化ニッケルが無水であることを特徴とする 9 . に記載の方法。

12 . 前記無水塩化ニッケルが水和塩化ニッケルを約 200 ~ 約 240 の温度で 12 時間未満にわたって処理する工程を含む方法によって製造されることを特徴とする 11 . に記載の方法。

13 . 前記水和塩化ニッケルが $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ または $NiCl_2 \cdot 2H_2O$ であることを特徴とする 12 . に記載の方法。

14 . 前記無水塩化ニッケルが

(a) 約 120 ~ 約 150 の出口温度で塩化ニッケルの水溶液を噴霧乾燥する工程と、
(b) 工程 (a) の前記生成物を約 200 ~ 約 240 の温度で 12 時間未満にわたって熱乾燥する工程と

を含む方法によって製造されることを特徴とする 11 . に記載の方法。

15 . 前記噴霧乾燥出口温度が 1 ~ 45 秒の熱暴露の平均滞留時間で約 130 ~ 約 135 であることを特徴とする 14 . に記載の方法。

16 . 前記還元性金属が 20 メッシュ以下の粒径を有することを特徴とする 15 . に記載の方法。

17 . 水和塩化ニッケルを約 200 ~ 約 240 で 12 時間未満にわたって処理する工程を含むことを特徴とする無水塩化ニッケルの製造方法。

18 . 前記水和塩化ニッケルが $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ または $\text{NiCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ であることを特徴とする 17 . に記載の方法。

19 . (a) 塩化ニッケルの水溶液を約 120 ~ 約 150 の出口温度で噴霧乾燥する工程と、

(b) 工程 (a) の前記生成物を約 200 ~ 約 240 の温度で 12 時間未満にわたって熱乾燥する工程と

を含むことを特徴とする 17 . に記載の方法。

20 . 前記噴霧乾燥出口温度が、1 ~ 45 秒の全暴露時間で、約 130 ~ 約 135 であることを特徴とする 19 . に記載の方法。