

【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NiCl₂二水和物を次に、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H₂Oの残留水分を含有した。約80の反応温度を除いて、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5～50psi(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。

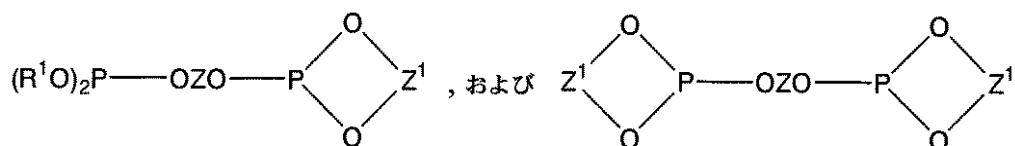
6. 前記触媒調製が50～90の温度で実施されることを特徴とする5.に記載の方法。

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】

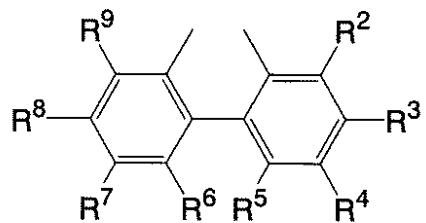


(式中、

R^1 は、非置換または1個もしくは複数個のC₁～C₁₂アルキルもしくはC₁～C₁₂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C₁～C₁₂アルキルもしくはC₁～C₁₂アルコキシ基で置換されたナフチルであり、

ZおよびZ¹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、

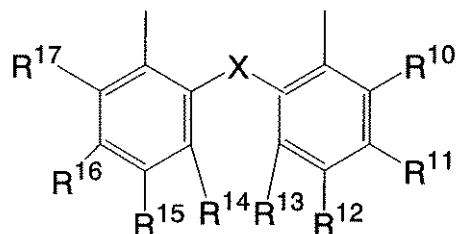
R^2 および R^9 は同じものであり、かつ、H、C₁ ~ C_{1~2} アルキル、およびC₁ ~ C_{1~2} アルコキシから選択され、

R^3 および R^8 は同じものであり、かつ、H、C₁ ~ C_{1~2} アルキル、およびC₁ ~ C_{1~2} 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、C₁ ~ C_{1~2} アルキル、およびC₁ ~ C_{1~2} 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、C₁ ~ C_{1~2} アルキル、およびC₁ ~ C_{1~2} 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($R^{1~8}$)であり、

$R^{1~0}$ および $R^{1~7}$ は同じものであり、かつ、H、C₁ ~ C_{1~2} アルキル、およびC₁ ~ C_{1~2} アルコキシから選択され、

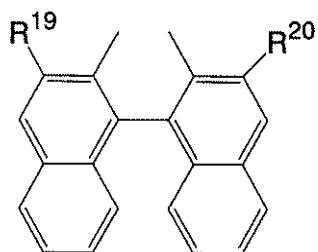
$R^{1~1}$ および $R^{1~6}$ は同じものであり、かつ、H、C₁ ~ C_{1~2} アルキル、およびC₁ ~ C_{1~2} アルコキシから選択され、

$R^{1~2}$ および $R^{1~5}$ は同じものであり、かつ、H、C₁ ~ C_{1~2} アルキル、およびC₁ ~ C_{1~2} アルコキシから選択され、

$R^{1~3}$ および $R^{1~4}$ は同じものであり、かつ、H、C₁ ~ C_{1~2} アルキル、およびC₁ ~ C_{1~2} アルコキシから選択され、そして

$R^{1~8}$ はHまたはC₁ ~ C_{1~2} アルキルである；

【化4】

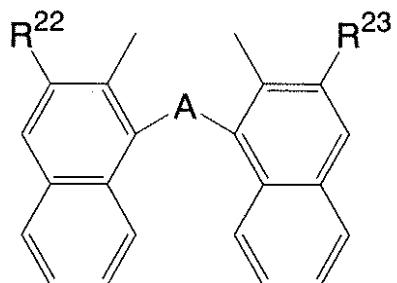


III

式中、

R^{1~9} および R^{2~0} は同じものであり、かつ、H および CO₂ R^{2~1} から選択され、
R^{2~1} は C₁ ~ C_{1~2} アルキル、または非置換もしくは C₁ ~ C₄ アルキル基で置換さ
れた C₆ ~ C_{1~0} アリールである；

【化5】



IV

式中、

A は O、S、または CH (R^{2~4}) であり、
R^{2~2} および R^{2~3} は同じものであり、かつ、H および CO₂ R^{2~5} から選択され、
R^{2~4} は H または C₁ ~ C_{1~2} アルキルであり、
R^{2~5} は C₁ ~ C_{1~2} 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 NiCl₂ · 6H₂O または NiCl₂ · 2H₂O 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NiCl₂·6H₂OまたはNiCl₂·2H₂O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。