

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2017-530181

(P2017-530181A)

(43) 公表日 平成29年10月12日 (2017. 10. 12)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C O 7 C 37/84 (2006.01)	C O 7 C 37/84	4 H O O 6
C O 7 C 39/06 (2006.01)	C O 7 C 39/06	

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2017-518926 (P2017-518926)	(71) 出願人	505422707
(86) (22) 出願日	平成27年10月12日 (2015. 10. 12)		ランクセス・ドイツランド・ゲーエムベ ーハー
(85) 翻訳文提出日	平成29年4月7日 (2017. 4. 7)		ドイツ・50569・ケルン・ケネディブ ラッツ・1
(86) 国際出願番号	PCT/EP2015/073538		
(87) 国際公開番号	W02016/058978	(74) 代理人	100108453
(87) 国際公開日	平成28年4月21日 (2016. 4. 21)		弁理士 村山 靖彦
(31) 優先権主張番号	14188640.8	(74) 代理人	100110364
(32) 優先日	平成26年10月13日 (2014. 10. 13)		弁理士 実広 信哉
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)	(74) 代理人	100133400
			弁理士 阿部 達彦
		(72) 発明者	ウーヴェ・ペーガー
			ドイツ・51375・レーヴァークーゼン ・ピートーモンドリアン・シュトラッセ・ 33

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 パラチモールを調製するための改良された方法

(57) 【要約】

本発明は、チモール製造の蒸留残渣から 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノール (p - チモール) を製造するための改良された方法に関する。

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

触媒の存在下でメタ・クレゾールをプロペンと反応させることによって得ることが可能な反応混合物から 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールを製造するための方法であって、少なくとも、

- a) チモールおよび未反応のメタ・クレゾールが蒸留によって前記反応混合物から主として除去され、蒸留残渣が得られ、および
- b) 工程 a) により残った前記蒸留残渣から、結晶化により、結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールおよび液相を含む懸濁液が得られ、および
- c) 工程 b) によって得られた前記懸濁液から、遠心力の作用により、結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールが前記液相から分離されることを特徴とする、方法。

10

【請求項 2】

d) 工程 c) から得られた前記結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールの再結晶化
の追加的な工程を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

遠心分離機内、好ましくはフィルター遠心分離機内、より好ましくは非連続のフィルター遠心分離機内、または好ましくは横型遠心分離機内、特に好ましくはスクレーパー遠心分離機内において、遠心力の作用によって工程 c) が実施されることを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の方法。

20

【請求項 4】

洗浄工程を含まないことを特徴とする、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

工程 c) によって得られた前記結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールが、90 重量%超、好ましくは 91 ~ 99 重量%、特に好ましくは 92 ~ 99 重量%、とりわけ好ましくは 92 ~ 96 重量%の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノール含量を有することを特徴とする、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 6】

工程 c) が、100 ~ 1000 g、好ましくは 200 ~ 900 g、特に好ましくは 600 ~ 800 g の相対的遠心加速度で実施されることを特徴とする、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

30

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、チモール製造の蒸留残渣から 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノール (p - チモール) を製造するための改良された方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールは、たとえば化粧品における抗菌剤および殺菌剤、歯石防止効果を有するうがい薬、さらには良好な皮膚適合性を有するフットケアおよびヘアケア組成物として使用されている。4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールの調製法は、原理的には公知である。

40

【0003】

たとえば、(特許文献 1) には、ジルコニウム触媒上におけるメタ・クレゾール (m - クレゾール、3 - メチルフェノール) とプロペンとの反応が記載されており、そこでは、主としてチモール (2 - イソプロピル - 5 - メチルフェノール) が形成されるが、多くの芳香族反応副生物も形成される。副生物としては、第一の蒸留後、反応混合物中に 2 % または 4 . 4 % の含量で 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールが検出された。4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールの単離についての記載はない。

【0004】

50

(特許文献2)には、酸性亜鉛触媒上でのm-クレゾールとプロペンとの反応において、最高19.5%までの4-イソプロピル-3-メチルフェノールの発生が記載されている。ここでもやはり、4-イソプロピル-3-メチルフェノールの単離についての記載はない。

【0005】

(特許文献3)には、塩基性酸化アルミニウム触媒上でのメタ-クレゾールとプロペンとの反応において、約2%の4-イソプロピル-3-メチルフェノールの発生が記載されている。各種の反応副生物から4-イソプロピル-3-メチルフェノールを単離することについての記載はない。

【0006】

さらに、(特許文献4)から、メタ-クレゾールとイソブテンとの反応における副生物として、複雑なプロセスを介して、4-イソプロピル-3-メチルフェノールを得ることができることが公知である。

【0007】

上述の方法のすべてに共通していることは、m-クレゾールのアルキル化反応において、4-イソプロピル-3-メチルフェノールが二次成分として他のかなり多くの二次成分と共に発生し、それらの回収は実施されなかったか、または実施するのが非常に厄介であることである。

【0008】

(特許文献5)から、最初に、チモールおよび未反応のメタ-クレゾールが蒸留によりチモール製造の反応混合物から実質的に除去され、残った残渣が低揮発性または不揮発性の物質を除去するために蒸留され、そのようにして得られた留出物が、5重量%までの水の添加後に結晶化されるか、または残った残渣が、蒸留により、5重量%までの水の添加後に結晶化され、結晶化させた残渣が蒸留により低揮発性または不揮発性の物質から分離されるプロセスが公知である。

【0009】

(特許文献6)には、最初に、チモールおよび未反応のメタ-クレゾールが蒸留によりチモール製造の反応混合物から実質的に除去されるプロセスが開示されている。それに続く結晶化プロセスにおいて、p-チモールが晶出され、室温まで徐冷した後、蒸留残渣から82~87重量%の含量で単離される。さらなる工程において、メチルシクロヘキサンおよび活性炭を用いて、p-チモール粗生成物が再結晶化される。濾過および乾燥後、p-チモールの白色結晶が99.8重量%の純度で得られる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献1】米国特許第3,331,879号明細書

【特許文献2】独国特許出願公開第2139622OS号明細書

【特許文献3】独国特許出願公開第2528303OS号明細書

【特許文献4】米国特許第2,603,662号明細書

【特許文献5】独国特許出願公開第102007035515A号明細書

【特許文献6】欧州特許出願公開第2524906A1号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

したがって、有機溶媒を用いた再結晶化または洗浄なしに、コスト的に有利に効率的な方法でかつ高純度で4-イソプロピル-3-メチルフェノールを得ることが可能である、改良された方法を提供することが必要とされている。

【課題を解決するための手段】

【0012】

触媒の存在下でメタ-クレゾールをプロペンと反応させることによって得ることが可能

10

20

30

40

50

な反応混合物から 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールを製造するための方法において、少なくとも、

a) チモールおよび未反応のメタ - クレゾールが主として蒸留によってその反応混合物から除去され、蒸留残渣が得られ、および

b) 工程 a) により残った蒸留残渣から、結晶化により、結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールおよび液相を含む懸濁液が得られ、および

c) 工程 b) によって得られた懸濁液から、遠心力の作用により、結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールが液相から分離されることを特徴とする、方法が今や見出された。

【0013】

本発明における方法は、洗浄工程を含まないのが好ましく、工程 c) に洗浄工程を含まないのが特に好ましい。本発明において、洗浄工程とは、その中に結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノール自体は溶解せず、付着性の不純物のみが溶解する結果、結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールから除去される溶媒を用いて、結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールを処理することを意味すると理解されたい。

【0014】

本発明における方法を用いると、そうしない場合に高純度なグレードを得るために必要となる溶媒からの再結晶化による高コストで面倒な 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールの精製を回避することが可能となる。

【0015】

工程 c) によって得られた結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールは、典型的には 90 重量% 超、好ましくは 91 ~ 99 重量%、特に好ましくは 92 ~ 99 重量%、とりわけ好ましくは 92 ~ 96 重量% の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノール含量を有する。

【0016】

100 重量% までの残りには、典型的には、他の反応生成物、たとえば、特にイソプロピルメチルフェノールのさらなる異性体が含まれる。

【発明を実施するための形態】

【0017】

一実施形態では、本発明における方法は、
d) 工程 c) から得られた結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールの再結晶化の追加的な工程を含む。

【0018】

その再結晶化は、好ましくはメチルシクロヘキサンを使用し、特に好ましくは活性炭の存在下で実施される。

【0019】

この工程を用いることにより、工程 c) の後に得られる含量に依存して、結晶質の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールの純度を 96 重量% 超、好ましくは 97 ~ 100 重量% に上げることができる。

【0020】

本発明の範囲は、式およびパラメーターについて述べた範囲および好ましい範囲に加えて、たとえ実務的な理由から以下で完全に明示されていないとしても、それらの任意の組み合わせを含む。

【0021】

当業者に公知の方法（たとえば、独国特許出願公開第 3824284 OS 号明細書または独国特許出願公開第 2528303 OS 号明細書を参照）で実施することが可能である、触媒の存在下におけるプロペンを用いたメタ - クレゾールのアルキル化反応において、典型的には、大量のチモールに加えて、さらに約 1 ~ 3 重量% の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールを含む反応混合物が形成される。

【0022】

本発明による方法の工程 a) では、チモールおよび未反応のメタ - クレゾールは、蒸留により反応混合物から実質的に除去される。この場合の実質的という用語は、残っている残渣が、チモールおよびメタ - クレゾールを合わせた合計で、80重量%以下、好ましくは55重量%以下、特に好ましくは30重量%以下の比率のみを有することを意味する。

【0023】

この場合、蒸留は、それ自体公知の方法、たとえばバッチ法または連続法で実施することができ、ここで、標準圧力と比べて減圧下、たとえば1~950hPa、好ましくは50~950hPa、特に好ましくは50~150hPaの減圧下で連続蒸留するのが好ましい。

10

【0024】

蒸留では、塔頂温度がたとえば100~225、好ましくは140~155であり、塔底温度がたとえば120~260、好ましくは170~190であり、ここで、当業者にとっては明らかなように、蒸留における塔頂温度および塔底温度は相互に関連しており、さらには蒸留圧力とも関連している。当業者であれば、好適な蒸留条件を容易に決めることができる。

【0025】

蒸留は、ショートパス蒸発器、塔（内部構造ありまたはなし）、または流下膜式蒸発器、またはさらには薄膜蒸発器を用いて実施するのが好ましい。蒸留では、1つの理論段で十分である。2つ以上の段数を使用することも当然可能ではあるが、その必要はない。

20

【0026】

残っている残渣は、典型的には、4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールに加えて、20~30種の低分子量構造のその他の二次成分、さらには高分子量の二次成分を含む。蒸留後、残っている通常では黒色の残渣中の4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールの含量は、典型的には10~30重量%である。

【0027】

工程 a) により残った蒸留残渣は、好ましくは120~180、特に好ましくは120~140の温度を有する。

【0028】

工程 b) では、工程 a) により残った蒸留残渣から4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールが結晶化され、結晶質の4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールと液相とを含む懸濁液が得られる。

30

【0029】

工程 b) は、好ましくは、たとえば - 20 ~ 30、好ましくは0~30、特に好ましくは3~25の温度または周囲温度まで蒸留残渣を冷却することによって実施することができる。

【0030】

別の実施形態では、工程 a) により残った蒸留残渣を冷却することによって結晶化が達成され、そこで、冷却中の結晶化プロセスの最初と最後との温度差は、たとえば30K以上、好ましくは40K以上、好ましくは40~100Kである。

40

【0031】

本発明による方法の別の実施形態では、結晶の4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールをシードとして添加することにより、結晶化が開始または加速され得る。

【0032】

結晶化の時間は、典型的には5~100時間、好ましくは5~20時間、特に好ましくは5~12時間である。

【0033】

工程 b) では、すなわち結晶化中、その混合物を機械的に混合しても混合しなくてもよく、機械的に混合するのが好ましい。これは、より小さい結晶が形成され、それは次の工程 c) でより効率的に液相から分離することができるという利点を有する。

50

【0034】

機械的混合の場合、当業者に公知であるこの目的のためのいかなる装置を使用してもよい。例としては、軸方向攪拌機、半径方向攪拌機、および接線方向攪拌機などの攪拌装置が挙げられる。攪拌装置は、液相に流動を起こさせるための少なくとも1つの攪拌要素、たとえばプロペラ、螺旋、またはブレードを備えている。攪拌装置は、典型的には、駆動部、たとえばモーター、および攪拌要素と駆動部との接続部、たとえばシャフトまたはマグネチックカップリングをさらに備えている。攪拌のタイプに依存して、半径方向、すなわち攪拌軸に直交する方向、または軸方向、すなわち攪拌軸と平行な方向、またはそれらを組み合わせた流れが生じる。たとえば、パドル攪拌機では、好ましくは、半径方向の流れが生じ、傾斜ブレード攪拌機およびプロペラ攪拌機では、軸方向の流れが生じる。軸方向の流れは上向きでも下向きでもよい。

10

【0035】

工程b)によって得られた、結晶質の4-イソプロピル-3-メチルフェノールおよび液相を含む懸濁液は、最大で30、好ましくは最大で25、特に好ましくは-10~-25の温度を有する。

【0036】

工程b)によって得られた懸濁液は、5~30で20~250 MPa sの範囲の粘度を有し、5~30で1~0.9 g/cm³、好ましくは0.98~0.95 g/cm³の密度を有する。粘度は毛管粘度計で測定し、密度はヘリウム比較ピクノメーター (comparison pycnometer) で測定した。

20

【0037】

工程b)によって得られた懸濁液において、4-イソプロピル-3-メチルフェノールが、主として、800 μmまで、好ましくは300~500 μmのオーダーの寸法の結晶質で、約50~200 g/L、好ましくは70~180 g/Lの濃度で存在している。好ましい実施形態では、懸濁液中に存在している4-イソプロピル-3-メチルフェノールの80重量%以上が、約50~150 g/Lの濃度で、800 μmまで、好ましくは300~500 μmのオーダーの寸法を有する結晶として存在している。その結晶は、主として立方晶形を有する。立方晶の結晶形とは、本発明において、軸の角度が相互に90度である三次元の軸が交差しており、結晶のすべてのエッジが誤差10%以内で等しい長さを有する結晶系であると定義される。

30

【0038】

工程b)によって得られた懸濁液の液相の一部を、単純な分離操作、たとえば沈降およびデカント、濾過、または当業者に公知の重力を利用したその他の単純な固液分離操作によって分離してもしなくてもよい。しかしながら、それらの単純な分離操作は、本発明において所望される品質の4-イソプロピル-3-メチルフェノールを得るには十分でない。

【0039】

それに続く工程c)において、工程b)によって得られた懸濁液から、結晶質の4-イソプロピル-3-メチルフェノールが遠心力の作用によって液相から分離される。

【0040】

遠心力とは、本発明において、物体の回転軸から半径方向外側に向かう慣性力と定義される。それは、物体の慣性に基づくものである。遠心力は、遠心加速度に質量を乗じることによって求められる。

40

【0041】

工程c)における一実施形態では、液相が通過し、精製された4-イソプロピル-3-メチルフェノールが保持されることを可能とする、2000 hPa以上の圧力に好適な装置による空気力 (pneumatic force) の作用によって分離を起こさせる。そのような装置は、フィルタプレスまたは連続加圧フィルターであってよい。

【0042】

工程c)における一実施形態では、遠心分離機内において、遠心力の作用により4-イ

50

ソプロピル - 3 - メチルフェノールが液相から分離される。遠心分離機は、沈降遠心分離機または濾過遠心分離機の群に分類される。いずれのタイプも、連続法および非連続法の遠心分離機にさらに分類される。遠心分離機は、典型的には、回転要素、たとえば、ドラム遠心分離機の場合にはドラム、またはフィルターバケット遠心分離機の場合には回転軸に固定されたバケットを有し、その中に固液混合物が導入される。回転によって生じる遠心力により、その固液混合物が回転要素の外壁に押しつけられる。回転要素としてドラムを備えた濾過遠心分離機の場合、外側のドラムケーシングにフィルター層を設けると、それによって固形物が保持され、それに対して液体の濾液は、そのフィルター層に存在している細孔または穴を通過して外側へ（遠心力で）流れ出る。使用されるフィルター層は、織物のフィルター層であるのが好ましい。ドラムは、たとえば縦型遠心分離機において垂直に、またはたとえば横型遠心分離機もしくはスクレーパー遠心分離機において水平にバンクさせることができる。横型または縦型の遠心分離機は、非連続の遠心分離機であるが、その理由は、ドラムの壁面に析出したフィルターケーキをバッチ式に除去しなければならないからである。連続のフィルター遠心分離機としては、たとえば、プッシャー遠心分離機、スライド遠心分離機、またはスクリーンスクロール遠心分離機が挙げられ、それらの中では、析出した固形物が連続的に出口へ運ばれ、その系から排出されるが、それに対して、分離にかかる混合物は入口から系内へ連続的に送り込まれる。沈降遠心分離機において、液体中に存在している固形物が力場（一般的には遠心力）の作用によって析出される。形成される沈降物（スラリー）および透明化された液体（濾液）は、連続式またはバッチ式のいずれかで抜き出すことができる。

10

20

【 0 0 4 3 】

スクレーパー遠心分離機は、横型遠心分離機の特種なタイプを表している。遠心分離機のサイクルが完了した後、掻き出しツール、たとえばスクレーパーナイフを使用して、回転ドラム中のフィルターケーキから固形物を掻き出し、たとえば排出シュートまたは排出スクリューにより、その系から運び出す。

【 0 0 4 4 】

工程 c) の間、工程 b) によって得られた懸濁液の温度を、好ましくは最高で 3 0 、特に好ましくは最高で 2 5 、特別に好ましくは - 1 0 ~ 2 5 に維持する。

【 0 0 4 5 】

本発明における方法の工程 c) は、たとえば遠心分離機内、好ましくはフィルター遠心分離機内、より好ましくは非連続のフィルター遠心分離機内、または好ましくは横型遠心分離機内、特に好ましくはスクレーパー遠心分離機内で実施する。本発明における方法の工程 c) が上述の遠心分離機の 1 つで実施される一実施形態では、遠心分離機が 0 . 5 ~ 2 m、好ましくは 0 . 8 ~ 1 . 5 m のドラム直径を有する。

30

【 0 0 4 6 】

本発明における方法の工程 c) による一実施形態では、工程 b) によって得られた懸濁液に、1 0 0 ~ 1 0 0 0 g、好ましくは 2 0 0 ~ 9 0 0 g、特に好ましくは 6 0 0 ~ 8 0 0 g の相対的遠心加速度 (R C A) がかかるように遠心力を使用する。先に挙げたような適切な装置は、当業者に十分に公知である。

40

【 0 0 4 7 】

本明細書において、相対的遠心加速度は、重力による平均加速度の倍数として定義される。これは、遠心分離機のドラムの半径および回転速度から、たとえば次式によって計算することができる。

【 数 1 】

$$RCA = \frac{4\pi^2}{g} r n^2$$

50

式中、 g は重力による平均加速度 (9.80665 m/s^2) であり、 r はドラムの半径 (単位:メートル) であり、 n はドラムの回転速度 (単位: s^{-1}) である。

【0048】

遠心力を、5～30分間、好ましくは10～25分間、特に好ましくは12～20分間かけるのが好ましい。

【0049】

この場合、好ましくは液相の80重量%以上、好ましくは液相の90重量%以上が結晶質の4-イソプロピル-3-メチルフェノールから分離される。

【0050】

本発明の具体的な有利な利点は、極めて多数のさらなる二次成分が存在しているにもかかわらず、チモール製造における二次成分として、効率的にかつ極めて高い純度で4-イソプロピル-3-メチルフェノールを得ることが可能であることに見られ得る。

10

【実施例】

【0051】

実施例1:

触媒の存在下で m -クレゾールをプロペンと反応させることによるチモールの製造からの、60に温めた黒色の蒸留残渣 (この蒸留残渣は、21.5重量%のチモール、7.0重量%の3-イソプロピル-5-メチルフェノール、25.0重量%の4-イソプロピル-3-メチルフェノール、21.5重量%の2,6-ジイソプロピル-3-メチルフェノール、21.0重量%の2,4-ジイソプロピル-5-メチルフェノール、および合計して約4重量%の約22種の異なる別種のアルキル化クレゾールを含む) の21.1kgを、25Lの容量の反応機内で攪拌しながら16時間かけて徐々に冷却して室温とし、それにより、結晶質の4-イソプロピル-3-メチルフェノールおよび液相を含む懸濁液を形成させた。沈殿した4-イソプロピル-3-メチルフェノールを濾別した。純度83.4重量%の4-イソプロピル-3-メチルフェノールが5.26kg得られ、これは、蒸留残渣中に存在していた4-イソプロピル-3-メチルフェノールの82.3重量%の収率に相当していた。

20

【0052】

実施例2:

以下のパラメーターを使用してスクレーパー遠心分離機を採用した。

30

ドラムの直径: 1 m

濾過面積: 1.57 m^2

全容積: 172 L

エッジ高さ: 0.125 m

ドラム長さ: 0.5 m

【0053】

以下のパラメーターを有する懸濁液を使用した。

温度: 10

密度: 0.97 g/cm^3

粘度: 112.5 mPa s

40

4-イソプロピル-3-メチルフェノールの濃度: 150 g/L

【0054】

以下のパラメーターを使用して本発明における方法を実施した。

相対的遠心加速度: 700 g

懸濁液容積フィード速度: 120 L/分

懸濁液フィード時間: 180 秒

【0055】

懸濁液のフィードが完了したところで、ドラムの相対的遠心加速度を900秒かけて1000 gまで上げた。次いで、ドラムの相対的遠心加速度を下げて45 gとし、スクレーパーナイフを用いて生成物を排出させた。63 kgの結晶質の4-イソプロピル-3-メ

50

チルフェノールが得られ、それは 96.1 重量%の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノール含量を有していた。

【0056】

実施例 3 (再結晶化) :

実施例 2 からの 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールの 200 g に 580 g のメチルシクロヘキサンおよび 5 g の活性炭を添加し、加熱して、10 分間還流させた。熱いうちに活性炭を濾去し、その濾液を攪拌しながら 0.5 K / 分の冷却速度で冷却して 25 とする。

【0057】

晶出した 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノールを濾過で除去し、ヌッチェフェイラター上で、100 g のメチルシクロヘキサンを用いてその結晶を一度洗浄する。濾過除去した固形物を真空乾燥キャビネット内において 40 / 50 m b a r で乾燥させる。

10

収量 : 169 g の 4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノール

含量 : 99.9 重量%

融点 : 11.5 ~ 112.5

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2015/073538

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C07C37/84 C07C39/06
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 2 524 906 A1 (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 21 November 2012 (2012-11-21) cited in the application examples 1,2	1-6
A	----- H. Becker et al: "Organikum", 1996, Johann Ambrosius Barth Verlag, Heidelberg - Leipzig, XP002735608, ISBN: 3-335-00492-2 pages 34-36, page 34 - page 36 -----	1-6

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

3 December 2015

Date of mailing of the international search report

14/12/2015

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel: (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Megido, Benigno

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2015/073538

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
EP 2524906	A1	21-11-2012	EP 2524906 A1	21-11-2012
			EP 2709974 A1	26-03-2014
			JP 2014523865 A	18-09-2014
			US 2014163261 A1	12-06-2014
			WO 2012159991 A1	29-11-2012

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2015/073538

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

INV. C07C37/84 C07C39/06
ADD.

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
C07C

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 2 524 906 A1 (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 21. November 2012 (2012-11-21) in der Anmeldung erwähnt Beispiele 1,2 -----	1-6
A	H. Becker et al: "Organikum", 1996, Johann Ambrosius Barth Verlag, Heidelberg - Leipzig, XP002735608, ISBN: 3-335-00492-2 Seiten 34-36, Seite 34 - Seite 36 -----	1-6

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen
 ☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

3. Dezember 2015

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

14/12/2015

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Megido, Benigno

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2015/073538

Im Recherchenbericht angeführtes Patendokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 2524906	A1	21-11-2012	EP	2524906 A1	21-11-2012
			EP	2709974 A1	26-03-2014
			JP	2014523865 A	18-09-2014
			US	2014163261 A1	12-06-2014
			WO	2012159991 A1	29-11-2012

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

(72)発明者 ルッツ・ホイアー

ドイツ・4 1 5 4 2・ドルマーゲン・アム・クラウスベルク・3 1

(72)発明者 エーベルハルト・ツィルンギブル

ドイツ・5 1 0 6 1・ケルン・モルゲングラベン・3 0

(72)発明者 アレクサンダー・ヘンゼラー

ドイツ・5 0 9 3 7・ケルン・スールツブルクシュトラッセ・2 3 5

(72)発明者 エスター・ファルカス

ドイツ・4 0 7 2 3・ヒルデン・ヴィルヘルミーネ・フリードナー・シュトラッセ・1 0

Fターム(参考) 4H006 AA02 AD15 BD82 FC52 FE13