

【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19年7月5日(2007.7.5)

【公表番号】特表2007-500214(P2007-500214A)

【公表日】平成19年1月11日(2007.1.11)

【年通号数】公開・登録公報2007-001

【出願番号】特願2006-532799(P2006-532799)

【国際特許分類】

C 0 7 C 29/90 (2006.01)

C 0 7 C 31/20 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 29/90

C 0 7 C 31/20 Z

【手続補正書】

【提出日】平成19年5月17日(2007.5.17)

【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】

化学的1,3-プロパンジオールを水素化触媒の存在下で水素と接触させる工程を含む方法。

【請求項2】

a. 不純物を含有する化学的1,3-プロパンジオールを提供する工程と、

b. 精製された化学的1,3-プロパンジオールを形成するために前記化学的1,3-プロパンジオールを水素化触媒の存在下で水素と接触させることによる前記不純物の水素化によって前記化学的1,3-プロパンジオールを精製する工程と、

c. 前記精製された化学的1,3-プロパンジオールからポリトリメチレンエーテルグリコール、ポリエステル、ポリウレタンまたはポリエーテルエステルを製造する工程とを含む方法。

【請求項3】

工程(c)がポリトリメチレンエーテルグリコールの製造であり、かつ、前記精製された化学的1,3-プロパンジオールを重縮合触媒と接触させることによって実施される、請求項2に記載の方法。

【請求項4】

前記不純物が1,3-プロパンジオールの化学的製造から生じた色前駆体不純物を含む請求項1~3のいずれか1項に記載の方法。

【請求項5】

1,3-プロパンジオールの色が、水素化後に、1重量%硫酸で170で10分間処理された時に約15A P H A未満の色値を有する、請求項1~4のいずれか1項に記載の方法。

【請求項6】

前記水素化触媒が周期表のV I I I族の少なくとも1つの元素または金属酸化物を含み、前記接触が前記化学的1,3-プロパンジオールの重量の約0.01%~20%の前記水素化触媒を使用して実施され、前記接触が約25°~約250の温度および約周囲~約1000 p s i g ( 7 0 0 0 k P a ) の圧力で行われ、前記1,3-プロパンジオール

と接触させられる水素の量が 1, 3 - プロパンジオールのグラム当たり約 0.05 ~ 1.00 標準  $\text{cm}^3$  である、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記接触が約 100 ~ 約 120 の温度で行われる、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0053

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0053】

表 5

実施例5	3GT色、b*
水素化前の化学的PDO(対照)	0.058
水素化および蒸留後の化学的PDO	-0.134

次に、本発明の好ましい態様を示す。

1. 化学的 1, 3 - プロパンジオールを水素化触媒の存在下で水素と接触させる工程を含む方法。
2. 前記化学的 1, 3 - プロパンジオールが、前記接触前に、初期色を有し、かつ、前記接触後に、前記初期色より低い色を有する、上記 1 に記載の方法。
3. 前記 1, 3 - プロパンジオールの色が、水素化後に、約 10 A P H A 未満である、上記 2 に記載の方法。
4. 1, 3 - プロパンジオールの前記色が、水素化後に、1 重量% 硫酸で 170 で 10 分間処理された時に約 15 A P H A 未満の色値を有する、上記 2 に記載の方法。
5. 前記触媒が周期表の V I I I 族の少なくとも 1 つの元素または金属酸化物を含む、上記 1 に記載の方法。
6. 前記水素化触媒が炭素、アルミナ、シリカ、チタニア、シリカ - アルミナ、シリカ - チタニア、チタニア - アルミナ、粘土、アルミノシリケート、カルシウム、バリウムの水不溶性塩、硫酸バリウム、炭酸カルシウム、炭酸ストロンチウム、ならびにそれらの配合物および組合せの少なくとも 1 つより構成される担体上に担持されている上記 5 に記載の方法。
7. 前記触媒が鉄、モリブデン、クロム、パラジウム、亜鉛もしくは他の改質元素の少なくとも 1 つで場合により改質されている R A N E Y ニッケルもしくは R A N E Y コバルト触媒、またはこれらの元素の分散体として製造された触媒、またはパラジウム / 炭素、パラジウム / 炭酸カルシウム、パラジウム / 硫酸バリウム、パラジウム / アルミナ、パラジウム / チタニア、白金 / 炭素、白金 / アルミナ、白金 / シリカ、イリジウム / シリカ、イリジウム / 炭素、イリジウム / アルミナ、ロジウム / 炭素、ロジウム / シリカ、ロジウム / アルミナ、ニッケル / 炭素、ニッケル / アルミナ、ニッケル / シリカ、レニウム / 炭素、レニウム / シリカ、レニウム / アルミナ、ルテニウム / 炭素、ルテニウム / アルミナ、ルテニウム / シリカ、混合酸化銅、酸化亜鉛、および酸化クロムよりなる群からの担持触媒の少なくとも 1 つを含む、上記 1 に記載の方法。
8. 前記接触が約 25 ° ~ 250 の温度、約周囲 ~ 約 1000 p s i g ( 7000 k P a ) の圧力で行われ、そして L H S V が約 0.01 h<sup>-1</sup> より大きい、上記 1 に記載の方法。
9. 前記 1, 3 - プロパンジオールと接触させられる水素の量が 1, 3 - プロパンジオールのグラム当たり約 0.05 ~ 1.00 標準  $\text{cm}^3$  である、上記 8 に記載の方法。
10. 前記 1, 3 - プロパンジオールの U V 吸収が少なくとも約 50 % だけ減らされる、

上記 2 に記載の方法。

11. 前記 1 , 3 - プロパンジオールの UV 吸収が、水素化後に、270 nm で約 0 . 0 2 未満である、上記 2 に記載の方法。

12. 前記水素化された 1 , 3 - プロパンジオールがポリエーテルジオールを製造するために好適な触媒と接触させられる、上記 1 に記載の方法。

13. 前記水素化された 1 , 3 - プロパンジオールがポリエステルジオールを製造するために好適な触媒と接触させられる、上記 1 に記載の方法。

14. ( i ) 色を有する 1 , 3 - プロパンジオールと ( i i ) 水素化触媒とを含む組成物であって、前記 1 , 3 - プロパンジオールが約 1 0 未満の A P H A 色を有する組成物。

15. 前記触媒が周期表の V I I I 族の元素または金属酸化物を含む、上記 1 4 に記載の組成物。

16. 前記触媒が炭素、アルミナ、シリカ、シリカ - アルミナ、シリカ - チタニア、チタニア、チタニア - アルミナ、硫酸バリウム、炭酸カルシウム、炭酸ストロンチウム、それらの配合物、およびそれらの組合せの少なくとも 1 つによって担持されている、上記 1 5 に記載の組成物。

17. 前記触媒が鉄、モリブデン、クロム、パラジウム、亜鉛もしくは他の改質元素で場合により改質されている R A N E Y ニッケルおよび R A N E Y コバルト触媒、またはこれらの元素の分散体として製造された触媒、またはパラジウム / 炭素、パラジウム / 炭酸カルシウム、パラジウム / 硫酸バリウム、パラジウム / アルミナ、パラジウム / チタニア、白金 / 炭素、白金 / アルミナ、白金 / シリカ、イリジウム / シリカ、イリジウム / 炭素、イリジウム / アルミナ、ロジウム / 炭素、ロジウム / シリカ、ロジウム / アルミナ、ニッケル / 炭素、ニッケル / アルミナ、ニッケル / シリカ、レニウム / 炭素、レニウム / シリカ、レニウム / アルミナ、ルテニウム / 炭素、ルテニウム / アルミナ、ルテニウム / シリカ、混合酸化銅、酸化亜鉛、および酸化クロムよりなる群からの担持触媒の少なくとも 1 つである、上記 1 6 に記載の組成物。