

【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 23 年 10 月 27 日 (2011.10.27)

【公表番号】特表 2010-538086 (P2010-538086A)

【公表日】平成 22 年 12 月 9 日 (2010.12.9)

【年通号数】公開・登録公報 2010-049

【出願番号】特願 2010-524161 (P2010-524161)

【国際特許分類】

C 0 7 C 41/09 (2006.01)

C 0 7 C 43/04 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 41/09

C 0 7 C 43/04 A

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成 23 年 9 月 5 日 (2011.9.5)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 6 4

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 6 4】

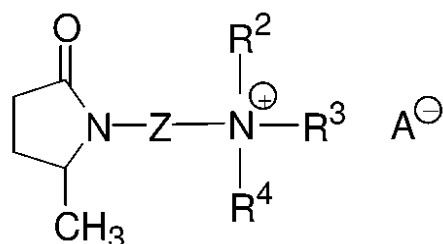
実施例 2：2 - ブタノールのジブチルエーテルへの転化

2 - ブタノール (60 g)、1 - (2 - N, N, N - ジメチルプロピルアミノエチル) - 5 - メチル - ピロリジン - 2 - オン 1, 1, 2, 2 - テトラフルオロエタンスルホネート (10 g)、および 1, 1, 2, 2 - テトラフルオロエタンスルホン酸 (1.0 g) が 200 mL シェーカーチューブに入れられる。チューブは、加圧下に振盪されながら 6 時間、180 で加熱される。加熱する前には、構成成分は単一の液体相として存在している。構成成分を反応および冷却させた後、液体は 2 相系となった。上相は、25% 未満の 2 - ブタノールと共に 75% 超のジブチルエーテルを含有するが、計測可能な量ではイオン性液体または触媒を含有しないと予期される。下相は、1, 1, 2, 2 - テトラフルオロエタンスルホン酸、1 - (2 - N, N, N - ジメチルプロピルアミノエチル) - 5 - メチル - ピロリジン - 2 - オン 1, 1, 2, 2 - テトラフルオロエタンスルホネート、水、ならびに、イオン性液体、酸触媒、水および 2 - ブタノールの合計重量に対して約 10 重量% の 2 - ブタノールを含有すると示される。2 - ブタノールの転化は、約 90% であると推定される。2 つの液体相はきわめて明瞭であると共に数分間 (< 5 分間) 以内に分離することが予期される。

次に、本発明の好ましい態様を示す。

1 (a) 2 - ブタノールを少なくとも 1 種の均質酸触媒と、少なくとも 1 種のイオン性液体の存在下に接触させて、(i) ジブチルエーテルを含む反応混合物のジブチルエーテル相および (i i) 反応混合物のイオン性液体相を形成する工程；ならびに、(b) 反応混合物のジブチルエーテル相を反応混合物のイオン性液体相から分離して、ジブチルエーテル生成物を回収する工程を含む、反応混合物中でジブチルエーテルを調製する方法であって；イオン性液体は、以下の式：

【化 1】



(式中：

カチオンにおいて、Zは $-(CH_2)_n-$ であって、式中、nは2～12の整数であり；
ならびに、 R^2 、 R^3 および R^4 は、各々、H、 $-CH_3$ 、 $-CH_2CH_3$ 、および $C_3 \sim C_6$ 直鎖または分岐一価アルキル基からなる群から独立して選択され；ならびに

A^- は、 $[CH_3OSO_3]^-$ 、 $[C_2H_5OSO_3]^-$ 、 $[CF_3SO_3]^-$ 、 $[HCF_2CF_2SO_3]^-$ 、 $[CF_3HFCF_2SO_3]^-$ 、 $[HCClFCF_2SO_3]^-$ 、 $[(CF_3SO_2)_2N]^-$ 、 $[(CF_3CF_2SO_2)_2N]^-$ 、 $[CF_3OCF_2HCF_2SO_3]^-$ 、 $[CF_3CF_2OCF_2HCF_2SO_3]^-$ 、 $[CF_3CF_2HOCF_2CF_2SO_3]^-$ 、 $[CF_2HCF_2OCF_2CF_2SO_3]^-$ 、 $[CF_2ICF_2OCF_2CF_2SO_3]^-$ 、 $[CF_3CF_2OCF_2CF_2SO_3]^-$ 、 $[(CF_2HCF_2SO_2)_2N]^-$ 、および $[(CF_3CF_2HCF_2SO_2)_2N]^-$ からなる群から選択されるアニオンである)

の構造により表される方法。

2 均質酸触媒が、約4未満のpKaを有する均質酸触媒である、上記1に記載の方法。

3 反応混合物が、存在する2-ブタノールの重量に対する重量基準で、約0.1%以上の量、さらには約25%以下の量でイオン性液体を含む、上記1に記載の方法。

4 均質酸触媒が、無機酸、有機スルホン酸、ヘテロポリ酸、フルオロアルキルスルホン酸、金属スルホン酸塩、金属トリフルオロ酢酸塩、これらの化合物およびこれらの組み合わせからなる群から選択される均質酸触媒である、上記1に記載の方法。

5 均質酸触媒が、硫酸、フルオロスルホン酸、亜リン酸、p-トルエンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、リタングステン酸、リンモリブデン酸、トリフルオロメタンスルホン酸、ノナフルオロブタンスルホン酸、1,1,2,2-テトラフルオロエタンスルホン酸、1,1,2,3,3,3-ヘキサフルオロプロパンスルホン酸、ビスマストリフレート、イットリウムトリフレート、イッテルビウムトリフレート、ネオジウムトリフレート、ランタニウムトリフレート、スカンジウムトリフレート、およびジルコニウムトリフレートからなる群から選択される均質酸触媒である、上記1に記載の方法。

6 反応混合物が、存在する2-ブタノールの重量に対する重量基準で、約0.1%以上の量、さらには約20%以下の量で触媒を含む、上記1に記載の方法。

7 不活性雰囲気下で実施される、上記1に記載の方法。

8 ジブチルエーテル生成物が気相中にある、上記1に記載の方法。

9 イオン性液体相が触媒残渣を含む、上記1に記載の方法。

10 分離されたイオン性液体相が反応混合物に再利用される、上記1に記載の方法。

11 水が分離されたイオン性液体相から除去される、上記1に記載の方法。

12 反応混合物を形成する工程が、約50～約300の温度および約0.1MPa～約20.7MPaの圧力で生じる、上記1に記載の方法。

13 反応混合物を形成する工程が、約50～約300の温度および約0.1MPa～約20.7MPaの圧力で生じ、ならびに、イオン性液体が1-(2-N,N,N-ジメチルプロピルアミノエチル)-5-メチル-ピロリジン-2-オン1,1,2,2-テトラフルオロエタンスルホネートである、上記1に記載の方法。

14 反応混合物を形成する工程が、約50～約300の温度および約0.1MPa

～約 20 . 7 M P a の圧力で生じ、イオン性液体が 1 - (2 - N , N , N - ジメチルプロピルアミノエチル) - 5 - メチル - ピロリジン - 2 - オン¹ , 1 , 2 , 2 - テトラフルオロエタンスルホネートであり、ならびに、均質酸触媒がテトラフルオロエタンスルホン酸である、上記 1 に記載の方法。

【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

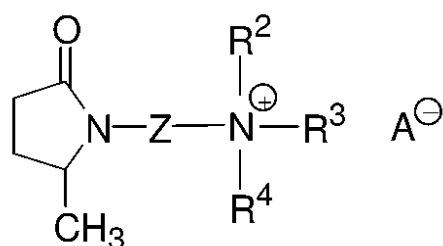
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) 2 - ブタノールを少なくとも 1 種の均質酸触媒と、少なくとも 1 種のイオン性液体の存在下に接触させて、(i) ジブチルエーテルを含む反応混合物のジブチルエーテル相および(i i) 反応混合物のイオン性液体相を形成する工程；ならびに、(b) 反応混合物のジブチルエーテル相を反応混合物のイオン性液体相から分離して、ジブチルエーテル生成物を回収する工程を含む、反応混合物中でジブチルエーテルを調製する方法であって；イオン性液体は、以下の式：

【化 1】



(式中：

カチオンにおいて、Z は - (C H₂)_n - であって、式中、n は 2 ～ 12 の整数であり；ならびに、R²、R³およびR⁴は、各々、H、- C H₃、- C H₂ C H₃、およびC₃～C₆直鎖または分岐一価アルキル基からなる群から独立して選択され；ならびに

A⁻は、[C H₃ O S O₃]⁻、[C₂H₅ O S O₃]⁻、[C F₃ S O₃]⁻、[H C F₂ C F₂ S O₃]⁻、[C F₃ H F C C F₂ S O₃]⁻、[H C C l F C F₂ S O₃]⁻、[(C F₃ S O₂)₂ N]⁻、[(C F₃ C F₂ S O₂)₂ N]⁻、[C F₃ O C F H C F₂ S O₃]⁻、[C F₃ C F₂ O C F H C F₂ S O₃]⁻、[C F₃ C F H O C F₂ C F₂ S O₃]⁻、[C F₂ H C F₂ O C F₂ C F₂ S O₃]⁻、[C F₂ I C F₂ O C F₂ C F₂ S O₃]⁻、[C F₃ C F₂ O C F₂ C F₂ S O₃]⁻、[(C F₂ H C F₂ S O₂)₂ N]⁻、および[(C F₃ C F H C F₂ S O₂)₂ N]⁻からなる群から選択されるアニオンである）

の構造により表される方法。