

【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 27 年 2 月 19 日 (2015.2.19)

【公表番号】特表 2014-518540 (P2014-518540A)

【公表日】平成 26 年 7 月 31 日 (2014.7.31)

【年通号数】公開・登録公報 2014-041

【出願番号】特願 2013-535209 (P2013-535209)

【国際特許分類】

C 0 7 C 51/235 (2006.01)

B 0 1 J 23/42 (2006.01)

C 0 7 C 59/08 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 51/235

B 0 1 J 23/42 Z

C 0 7 C 59/08

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成 26 年 12 月 19 日 (2014.12.19)

【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】

反応容器内で、1, 2 - プロパンジオール及び酸素を含むガス流から、アルカリ性水性媒体中、貴金属を含む触媒の存在下、該 1, 2 - プロパンジオールの第 1 級炭素の OH 基の酸化反応によって乳酸を合成するための触媒による酸化方法であって、

1) 触媒の活性化：該触媒及び水素を含むガス流の接触によって該貴金属を還元し；

2) 反応容器への供給：該反応容器に該還元された触媒及び 1, 2 - プロパンジオールの水溶液を供給し；

3) 酸化反応：該触媒及び 1, 2 - プロパンジオール溶液の混合物に酸素を含むガス流を通気し、該反応容器にアルカリ溶液を添加して固定された値で pH を維持し、加熱、攪拌、及び反応容器内の圧力を制御し；

4) 生産物の分離：ろ過によって該触媒を除去し、水相から該乳酸を分離する、工程を含むことを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記触媒は、 $50 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 1000 \text{ m}^2 / \text{g}$ の範囲内の比表面積を有し、 Al_2O_3 、 TiO_2 、 SiO_2 、 ZrO_2 、 Nb_2O_5 、 CeO_2 、 MgO 、ZSM-5、MCM-22、MCM-41 及びゼオライト構造を有するアルミノケイ酸塩から選択される金属酸化物担体と、白金、パラジウム、ルテニウム、ロジウム及びイリジウムから選択される貴金属、又はこれらの組み合わせを含むことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記触媒は、 $50 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 1000 \text{ m}^2 / \text{g}$ の範囲内の比表面積を有し、 Al_2O_3 、 SiO_2 、 TiO_2 及び ZrO_2 から選択される金属酸化物担体を含む、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記貴金属は、白金及びパラジウムから選択される、請求項 1 ～ 3 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

前記触媒が、Pt / Al₂O₃ 触媒である、請求項 1 ～ 4 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

前記触媒が、0.01% ～ 10% (w/w) の貴金属含有量を有する、請求項 1 ～ 5 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記触媒が、0.1% ～ 5% (w/w) の貴金属含有量を有する、請求項 1 ～ 6 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

前記触媒の活性化を、該触媒と、0.5% ～ 100% (w/w) の範囲で水素を含有するガス流とを、0.5 ml / 分 ～ 200 ml / 分の範囲のガス流量で、200 ～ 500 の範囲の温度で、0.5 時間 ～ 5 時間接触させることによって、前記反応容器内でインサイチュで又はイクスサイチュで予め実施する、請求項 1 ～ 7 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

前記触媒の活性化を、該触媒と、10% ～ 100% (w/w) の範囲で水素を含有するガス流とを接触させることによって、前記反応容器内でインサイチュで又はイクスサイチュで予め実施する、請求項 1 ～ 8 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

前記触媒の活性化を、該触媒と、0.5% ～ 100% (w/w) の範囲で水素を含有するガス流とを接触させることによって、前記反応容器内でインサイチュで又はイクスサイチュで予め実施する、請求項 1 ～ 7 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

前記触媒の活性化を、1 ml / 分 ～ 150 ml / 分の範囲のガス流量で実施する、請求項 1 ～ 10 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

前記触媒の活性化を、300 ～ 500 の範囲の温度で実施する、請求項 1 ～ 11 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

前記触媒の活性化を、該触媒と前記ガス流とを 1 時間 ～ 5 時間接触させることによって実施する、請求項 1 ～ 12 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

前記反応容器への供給を、バッチ式又は連続式で行う、請求項 1 ～ 13 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 15】

前記第 1 級炭素の OH 基の酸化は、下記の反応条件下で行われることを特徴とする、請求項 1 ～ 14 の何れか 1 項に記載の乳酸を合成するための触媒による酸化方法：

前記 1, 2 - プロパンジオールの濃度は、0.01 ～ 純粋基質の範囲であり；

触媒 / 1, 2 - プロパンジオール溶液比は、1 / 4 ～ 1 / 20 の範囲であり；

固定された反応 pH 値は、0.1 M ～ 2 M の範囲内の濃度の、アルカリ金属及びアルカリ土類金属の水酸化物及び炭酸塩の水溶液から選択されるアルカリ溶液の制御された添加により、7 ～ 14.0 の範囲であり；

攪拌は、200 rpm ～ 2000 rpm の範囲であり；

温度は、20 ～ 100 の範囲であり；

圧力は、1 バール ～ 5 バールの範囲内であり；

窒素に酸素を含むガス流は、0.5% ～ 100% (v/v) の範囲の濃度で酸素を含み、10 ml / 分 ～ 100 ml / 分の範囲の流量で該反応容器に導入される。

【請求項 16】

前記第1級炭素のOH基の酸化は、アルカリ溶液の制御された添加により、 $8.0 \sim 12.0$ の範囲である固定された値のpHで行われる、請求項1～15の何れか1項に記載の方法。

【請求項 17】

前記第1級炭素のOH基の酸化は、NaOH又はKOHの水溶液であるアルカリ溶液の制御された添加により固定された値のpHで行われる、請求項1～16の何れか1項に記載の方法。

【請求項 18】

前記第1級炭素のOH基の酸化は、 $0.5 \text{ M} \sim 1.5 \text{ M}$ の範囲内の濃度のアルカリ溶液の制御された添加により固定された値のpHで行われる、請求項1～17の何れか1項に記載の方法。

【請求項 19】

前記第1級炭素のOH基の酸化は、 $600 \text{ rpm} \sim 1200 \text{ rpm}$ の範囲で攪拌しながら行われる、請求項1～18の何れか1項に記載の方法。

【請求項 20】

前記第1級炭素のOH基の酸化は、 $30 \sim 70$ の範囲の温度で行われる、請求項1～19の何れか1項に記載の方法。

【請求項 21】

前記第1級炭素のOH基の酸化は、1パール～3パールの範囲の圧力で行われる、請求項1～20の何れか1項に記載の方法。

【請求項 22】

前記第1級炭素のOH基の酸化は、窒素に $10\% \sim 30\% (\text{v/v})$ の範囲の濃度で酸素を含むガス流を、 $10 \text{ ml/分} \sim 100 \text{ ml/分}$ の範囲の流量で該反応容器に導入することにより行われる、請求項1～21の何れか1項に記載の方法。