

【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 26 年 9 月 18 日 (2014.9.18)

【公表番号】特表 2013-537536 (P2013-537536A)

【公表日】平成 25 年 10 月 3 日 (2013.10.3)

【年通号数】公開・登録公報 2013-054

【出願番号】特願 2013-523314 (P2013-523314)

【国際特許分類】

C 0 7 D 317/30 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 D 317/30

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成 26 年 8 月 1 日 (2014.8.1)

【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】

レブリン酸エチルのグリセロールケタールを製造するための方法であって、

レブリン酸エチルのグリセロールケタールを含む産生物を産生するための反応条件の下で、反応器内で、レブリン酸エチルおよび酸触媒にグリセロールを接触させること；

産生物が含有するグリセロールの量が 1 0 0 0 パーツ・パー・ミリオン未満になるまで、分別した原料を産生物から分離するための分別条件下で、産生物を分別すること；

分別した原料を反応器に戻して、再循環すること；および

蒸留条件下で、産生物を蒸留すること

を含み、

前記酸触媒がカンファースルホン酸であり、生じる産生物がレブリン酸エチルのグリセロールケタールおよび約 2 重量％以下の混入物を含み；混入物が、グリセロール、酸種、レブリン酸エチル、水、またはレブリン酸エチルのグリセロールケタールの分子量の少なくとも 1 . 5 倍の分子量を有する高分子量副産物の 1 つまたは複数を含むことを特徴とする方法。

【請求項 2】

レブリン酸エチルのグリセロールケタールを製造するための方法であって、

レブリン酸エチルのグリセロールケタールを含む産生物を産生するための第 1 の反応条件のセットの下で、第 1 の反応器内においてグリセロール、レブリン酸エチル、およびカンファースルホン酸を接触させること；

第 1 の反応器の下流にある第 2 の反応器に、第 1 の反応器からの産生物を連続的に送り、産生物を第 2 の反応条件のセットに供すること；

第 2 の反応器の下流にある第 3 の反応器に、第 2 の反応器からの産生物を連続的に送り、産生物を第 3 の反応条件のセットに供すること；

その後、産生物が含有するグリセロールの量が、G C - F I D による測定で、1 0 0 0 p p m 未満になるまで、分別条件のセットの下で産生物を分別して、産生物から分別原料を分離すること；および

蒸留条件 a のセットの下で、産生物を蒸留塔内で蒸留すること

を含み、

生じる産生物が、レブリン酸エチルのグリセロールケタールおよび約 2 重量 % 以下の混入物を含み；混入物がグリセロール、酸種、レブリン酸エチル、水、またはレブリン酸エチルのグリセロールケタールの分子量の少なくとも 1 . 5 倍の分子量を有する高分子副産物の 1 つまたは複数を含むことを特徴とする方法。

【請求項 3】

レブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールを製造するための方法であって、

レブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールを含む産生物を産生するための反応条件下で、反応器内で、レブリン酸エチルおよび酸触媒に、プロピレングリコールを接触させること；

その後、産生物が含有するレブリン酸エチルの量が 1 0 0 0 p p m 未満になるまで、分別した原料を産生物から分離するための条件下で、産生物を分別すること；

分別した原料を反応器に戻して、再循環させること；および

蒸留条件下で、産生物を蒸留すること

を含み、

前記酸触媒がカンファースルホン酸であり、得られる産生物がレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールおよび約 2 重量 % 以下の混入物を含み；混入物がプロピレングリコール、酸、レブリン酸エチル、水、またはレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールの分子量よりも少なくとも 1 . 1 倍の分子量を有する高分子量副産物の 1 つまたは複数を含むことを特徴とする方法。

【請求項 4】

レブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールを製造するための方法であって、

レブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールを含む産生物を産生するための第 1 のセットの反応条件下で、第 1 の反応器内で、レブリン酸エチルおよびカンファースルホン酸とプロピレングリコールを接触させること；

第 1 の反応器の下流にある第 2 の反応器に、第 1 の反応器からの産生物を連続的に送り、産生物を第 2 の反応条件のセットに供すること；

第 2 の反応器の下流にある第 3 の反応器に、第 2 の反応器からの産生物を連続的に送り、産生物を第 3 の反応条件のセットに供すること；

その後、産生物が含有するレブリン酸エチルの量が、G C - F I D による測定で、1 0 0 0 p p m 未満になるまで、分別した原料を産生物から分離するための分別条件のセットの下で産生物を分別すること；および

蒸留条件のセットの下で、蒸留塔内で産生物を蒸留すること

を含み、

生じる産生物がレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールおよび約 2 重量 % 以下の混入物を含み；混入物がプロピレングリコール、酸、レブリン酸エチル、水、またはレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールの分子量よりも少なくとも 1 . 1 倍の分子量を有する高分子量副産物の 1 つまたは複数を含むことを特徴とする方法。

【請求項 5】

重分子量副産物が、グリセロールまたはレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタール、レブリン酸エチル、プロピレングリコール、グリセロール、および / またはグリセロールもしくはレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールのアルドールにより産生されるか、またはレブリン酸エチルのグリセロールケタールとそれ自体との間の反応により産生された二量体、三量体またはオリゴマーの 1 つまたは複数であることを特徴とする、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

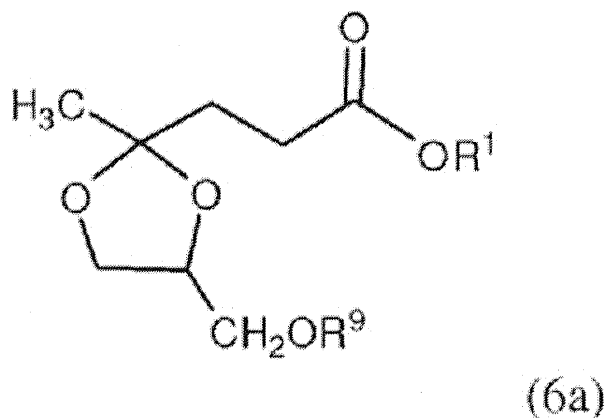
【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載のレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールを含む組成物。

【請求項 7】

(i) 構造 (6 a) :

【化 1】

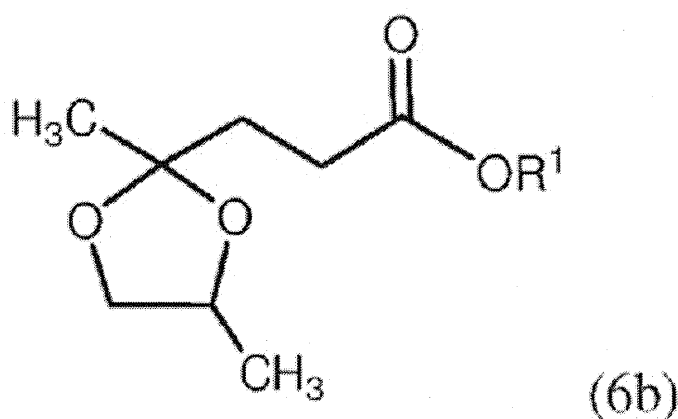


を有するケタール付加物であって、式中、 R^1 が C 1 ~ 6 アルキルであり、 R^9 が水素または C 1 ~ 4 アルキルであるケタール付加物、を含む組成物であって、前記組成物は 1 重量 % 未満の混入物を含み、前記混入物はグリセロール、酸、レブリン酸エチル、水または前記ケタール付加物の分子量より少なくとも 1 . 1 倍の分子量を有する高分子量副産物の 1 つまたは複数を含み、前記組成物はそれぞれの組成物の総重量に対して 0 . 2 重量 % 未満のレブリン酸エチルを含む、組成物、

または、

(i i) 構造 (6 b) :

【化 2】

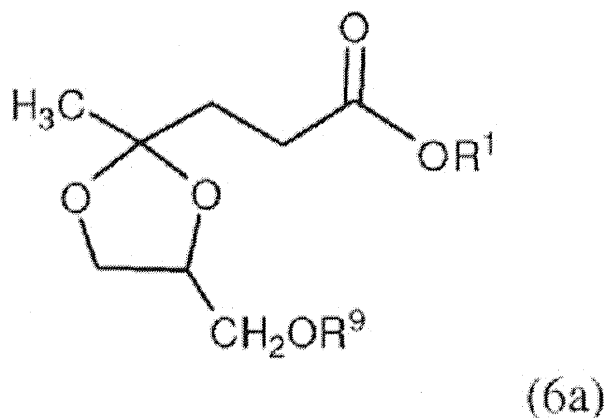


を有するケタール付加物であって、式中、 R^1 が C 1 ~ 6 アルキルであるケタール付加物、を含む組成物であって、前記組成物は 1 重量 % 未満の混入物を含み、前記混入物はプロピレングリコール、酸、レブリン酸エチル、水または前記ケタール付加物の分子量より少なくとも 1 . 1 倍の分子量を有する高分子量副産物の 1 つまたは複数を含み、前記組成物はそれぞれの組成物の総重量に対して 0 . 2 重量 % 未満のレブリン酸エチルを含む、組成物。

【請求項 8】

(i) 構造 (6 a) :

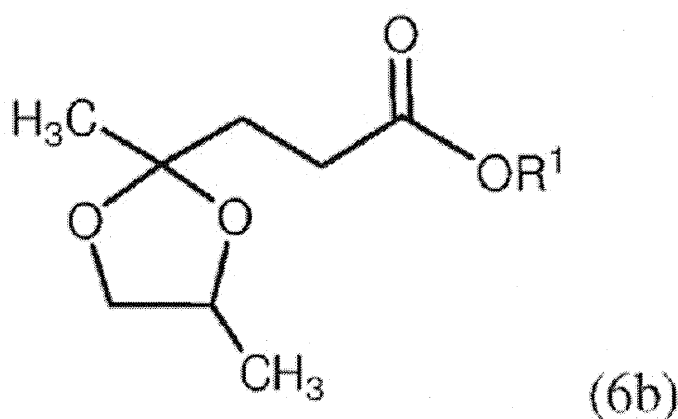
【化 3】



を有するケタール付加物であって、式中、 R^1 が C 1 ~ 6 アルキルであり、 R^9 が水素または C 1 ~ 4 アルキルであるケタール付加物および 1 重量 % 未満の混入物からなり、前記混入物はグリセロール、酸、レブリン酸エチル、水または前記ケタール付加物の分子量より少なくとも 1 . 1 倍の分子量を有する高分子量副産物の 1 つまたは複数を含み、前記組成物はそれぞれの組成物の総重量に対して 0 . 2 重量 % 未満のレブリン酸エチルを含む、請求項 7 に記載の組成物、
または、

(i i) 構造 (6 b) :

【化 4】



を有するケタール付加物であって、式中、 R^1 が C 1 ~ 6 アルキルであるケタール付加物からなり、前記組成物は 1 重量 % 未満の混入物を含み、前記混入物はプロピレングリコール、酸、レブリン酸エチル、水または前記ケタール付加物の分子量より少なくとも 1 . 1 倍の分子量を有する高分子量副産物の 1 つまたは複数を含み、前記組成物はそれぞれの組成物の総重量に対して 0 . 2 重量 % 未満のレブリン酸エチルを含む、請求項 7 に記載の組成物。

【請求項 9】

高分子量副産物が、レブリン酸エチルのプロピレングリコールケタール、プロピレングリコールおよび / もしくはレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールのアルドールの 1 つもしくは複数の反応により產生されるか、またはレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタール、プロピレングリコールおよびそれ自体の間の反応により產生される二量体、三量体またはオリゴマーを含むことを特徴とする、請求項 7 または 8 に記載の組成物。

【請求項 10】

重量%が組成物の総重量に基づいているとき、組成物が水を200ppm未満、酸を20ppm未満、グリセロールを約10,000ppm以下、レブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールのモノマー間の反応から得た二量体を約0.25重量%以下、レブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールとレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールのアルドールとの反応から得た二量体を約0.25重量%以下、レブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールとレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールのアルドールとの反応から得た三量体を約0.1重量%以下、および、レブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールとレブリン酸エチルのプロピレングリコールケタールのアルドールとの反応から得た三量体を約0.10重量%以下、含むことを特徴とする、請求項7または8に記載の組成物。

【請求項 11】

組成物が30YIユニットより低い色を含み、2時間の期間、約200の温度にさらされたとき、色の変化が30YIユニットより低いことを特徴とする、請求項7～10のいずれかに記載の組成物。

【請求項 12】

前記ケタール付加物が、GC-FIDにより測定した場合に、65の温度で24時間、水に暴露した後、70重量%以上の化学組成の維持を示す、請求項7～10のいずれかに記載の組成物。

【請求項 13】

組成ケタール構造の(6a)または(6b)は、24時間の期間に渡り、純度が0.4重量%を超える量、変化しないことを特徴とする、請求項7～10のいずれかに記載の組成物。

【請求項 14】

請求項7～13のいずれかに記載の組成物を含む配合。

【請求項 15】

請求項7～13のいずれかに記載の組成物を含む物品。