

【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1月20日 (2011.1.20)

【公表番号】特表2010-508286(P2010-508286A)

【公表日】平成22年3月18日 (2010.3.18)

【年通号数】公開・登録公報2010-011

【出願番号】特願2009-534842(P2009-534842)

【国際特許分類】

C 0 7 H 13/04 (2006.01)

B 0 1 J 27/053 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 H 13/04

B 0 1 J 27/053 Z

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成22年10月25日 (2010.10.25)

【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】

スクロース-6-エステルを合成する方法であって、  
スクロース、エステル及び有機溶媒の混合物を準備する工程、及び  
前記混合物と固体の超酸触媒とを、スクロース-6-エステルを生じさせるために十分な  
時間と温度とで反応させる工程、  
を含み、固体の超酸触媒が亜鉛又はチタンの硫酸化した酸化物を含むことを特徴とする方  
法。

【請求項 2】

前記エステルが、酢酸エチルから成る、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記有機溶媒が、DMFから成る、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記固体の超酸触媒が、 $\text{SO}_4^{2-}$ - $\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ から成る、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記固体の超酸触媒が、 $\text{SO}_4^{2-}$ - $\text{TiO}_2$ から成る、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

$\text{Al}_2\text{O}_3$ を硫酸第一チタン溶液に吹き込み、次いで焼成して $\text{SO}_4^{2-}$ - $\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 固体の超酸  
を生じさせる、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 7】

$\text{SO}_4^{2-}$ - $\text{TiO}_2$ 固体の超酸を、硫酸第一チタンの焼成によって調製する、請求項 5 に記載  
の方法。

【請求項 8】

酢酸エチル：スクロースのモル当量 (ME) が、5:1 ~ 12:1である、請求項 2 に記載の方  
法。

【請求項 9】

請求項 1 に記載の方法によりスクロース-6-エステルを製造する工程を含む、スクラロースの製造方法。

【請求項 1 0】

スクラロースの製造方法であって、ワンステップエステル化においてスクロース-6-エステルを製造する工程、スクロース-6-エステルを4'-、1'-及び6'位を選択的に塩素化できる塩素化剤と反応させる工程、そのようにして形成したスクラロース-6-エステルを予めエステル化する任意の工程、スクラロースエステルを脱エステル化する工程、及びスクラロースを回収する工程を含み、該スクロース-6-エステルが、請求項 1 に記載の方法で製造されることを特徴とする方法。

【請求項 1 1】

前記塩素化剤が、BTCから成る、請求項 1 0 に記載の方法。

【請求項 1 2】

前記エステルが、酢酸エチルから成る、請求項 1 0 に記載の方法。

【請求項 1 3】

前記有機溶媒が、DMFから成る、請求項 1 0 に記載の方法。

【請求項 1 4】

前記固体の超酸触媒が、 $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ から成る、請求項 1 0 に記載の方法。

【請求項 1 5】

前記固体の超酸触媒が、 $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$ から成る、請求項 1 0 に記載の方法。

【請求項 1 6】

$\text{Al}_2\text{O}_3$ を硫酸第一チタン溶液に吹き込み、次いで焼成して $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 固体の超酸を生じさせる、請求項 1 4 に記載の方法。

【請求項 1 7】

$\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$ 固体の超酸を、硫酸第一チタンの焼成により調製する、請求項 1 5 に記載の方法。

【請求項 1 8】

スクロース-6-アセテートをBTCで塩素化する工程を含み、該スクロース-6-アセテートを有機溶媒に溶解し、BTCを1又はいくつかの有機溶媒に溶解させてBTC溶液のビルスマイヤー試薬を調製し、これを塩素化反応のためにスクロース-6-アセテートの溶液に添加する、請求項 1 0 に記載の方法。

【請求項 1 9】

前記有機溶媒が、DMF、シクロヘキサン、トルエン、ジクロロエタン、クロロホルム、四塩化炭素及び酢酸エチルから選択される、請求項 1 8 に記載の方法。

【請求項 2 0】

前記塩素化反応が、常圧で又は減圧下で進行する、請求項 1 0 に記載の方法。

【請求項 2 1】

スクロース-6-エステルを合成する方法であって、

スクロース、エステル及び有機溶媒の混合物を固体の超酸触媒と、スクロース-6-エステルを生じさせるために十分な時間と温度で反応させる工程を含み、

該エステルが酢酸エチルから成り、該有機溶媒がDMFから成り、該固体の超酸が $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ から成ることを特徴とする方法。

【請求項 2 2】

スクロース-6-エステルを製造する方法であって、

スクロース、エステル及び有機溶媒の混合物を固体の超酸触媒と、スクロース-6-エステルを生じさせるために十分な時間と温度とで反応させる工程を含み、

該エステルが酢酸エチルから成り、該有機溶媒がDMFから成り、該固体の超酸が $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$ から成ることを特徴とする方法。

【請求項 2 3】

スクラロースの製造方法であって、

固体の超酸触媒を用いて一段階のエステル化工程においてスクロース - 6 - エステルを

製造する工程、

スクロース - 6 - エステルを塩素化剤と反応させてスクラロース - 6 - エステルを形成する工程、

スクラロース - 6 - エステルを脱エステル化してスクラロースを形成する工程、

を含む前記方法であって、前記固体の超酸触媒が亜鉛又はチタンの硫化酸化物を含む方法。

【請求項 2 4】

固体の超酸触媒が、 $\text{SO}_4^{2-}$  ---  $\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  及び  $\text{SO}_4^{2-}$  ---  $\text{TiO}_2$  の少なくとも一つを含む、請求項 2 3 に記載の方法。

【請求項 2 5】

スクロース - 6 - アセテートの製造方法であって、

スクロース、DMF、酢酸エチル、並びに  $\text{SO}_4^{2-}$  ---  $\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  及び  $\text{SO}_4^{2-}$  ---  $\text{TiO}_2$  からなる群より選択される固体の超酸触媒を含む反応混合物を調製する工程、

反応混合物を、スクロース - 6 - アセテートを製造するために十分な時間及び温度で維持する工程、

反応混合物を濾過して、固体の超酸触媒を回収する工程、及び

濾液を蒸留して酢酸エチル及びDMFを除去する工程、

を含む前記方法。