

【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 20 年 3 月 13 日 (2008.3.13)

【公表番号】特表 2007-520561 (P2007-520561A)

【公表日】平成 19 年 7 月 26 日 (2007.7.26)

【年通号数】公開・登録公報 2007-028

【出願番号】特願 2006-552229 (P2006-552229)

【国際特許分類】

C 0 7 C 29/145 (2006.01)

C 0 7 C 31/38 (2006.01)

C 0 7 C 29/80 (2006.01)

C 0 7 C 29/78 (2006.01)

C 0 7 C 29/76 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【 F I 】

C 0 7 C 29/145

C 0 7 C 31/38

C 0 7 C 29/80

C 0 7 C 29/78

C 0 7 C 29/76

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成 20 年 1 月 22 日 (2008.1.22)

【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】

実質上 1,1,1 - トリフルオロアセトンを含まない 1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを製造する方法であって、

a) 1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロアセトンを第一の水素化触媒の存在下において水素で還元して 1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールおよび 1,1,1 - トリフルオロアセトンを含む生成混合物を生成するステップ、および

b) 前記生成混合物を精製工程にかけることによって 1,1,1 - トリフルオロアセトンを実質上含まない 1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを製造するステップを含み、前記精製工程が、

i) 前記生成混合物を第二の水素化触媒の存在下で水素による更なる還元にかけて還元生成混合物にし、分別蒸留によって前記還元生成混合物から 1,1,1 - トリフルオロアセトンを実質上含まない 1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階、

ii) 前記生成混合物を、1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールが凍結し、かつ 1,1,1 - トリフルオロアセトンが液体のままである温度まで冷却する段階、

iii) フッ化水素酸および 1,1,1 - トリフルオロアセトンを含む高沸点錯体をこの精製の段階のためにさらに含む前記生成混合物を分別蒸留にかけ、分別蒸留によって前記高沸点錯体から 1,1,1 - トリフルオロアセトンを実質上含まない 1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階、および

iv) 1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールが 1,1,1 - トリフルオロアセトンと

高沸点共沸混合物を形成する、フッ化水素酸を含まない条件に前記生成混合物をさらし、分別蒸留によって前記高沸点共沸混合物から1,1,1-トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階からなる群から選択される少なくとも1つの精製の段階を含む、方法。

【請求項2】

前記第一の水素化触媒が炭素担持パラジウム触媒である、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記炭素担持パラジウム触媒が、炭素に担持された2%パラジウム触媒である、請求項2に記載の方法。

【請求項4】

前記生成混合物が、前記生成混合物を第二の水素化触媒の存在下で水素による更なる還元にかけて還元生成混合物にし、分別蒸留によって前記還元生成混合物から1,1,1-トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階を含む精製工程にかけられる、請求項1に記載の方法。

【請求項5】

前記第二の水素化触媒が炭素担持パラジウム触媒である、請求項4に記載の方法。

【請求項6】

前記炭素担持パラジウム触媒が、炭素に担持された2%パラジウム触媒である、請求項5に記載の方法。

【請求項7】

前記生成混合物が、1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロパノールが凍結し、かつ1,1,1-トリフルオロアセトンが液体のままである温度まで冷却することを含む精製工程にかけられる、請求項1に記載の方法。

【請求項8】

前記生成混合物が -4 から -78 の間の温度まで冷却される、請求項7に記載の方法。

【請求項9】

前記生成混合物が、フッ化水素酸および1,1,1-トリフルオロアセトンを含む高沸点錯体をさらに含む生成混合物を分別蒸留にかけ、分別蒸留によって前記高沸点錯体から1,1,1-トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階を含む精製工程にかけられる、請求項1に記載の方法。

【請求項10】

1:9.9から1:19のフッ化水素酸:生成混合物の比でフッ化水素酸を前記生成混合物に加えることを含む、請求項9に記載の方法。

【請求項11】

フッ化水素酸が還元のステップ(a)に前記反応物と共に導入されるか、または別々に加えられる、請求項9に記載の方法。

【請求項12】

前記生成混合物が、1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロパノールが1,1,1-トリフルオロアセトンと高沸点共沸混合物を形成する、フッ化水素酸を含まない条件に前記生成混合物をさらし、分別蒸留によって前記高沸点共沸混合物から1,1,1-トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階を含む精製工程にかけられる、請求項1に記載の方法。

【請求項13】

前記フッ化水素酸を含まない条件が、シリカまたはフッ化カリウムを通す濾過に前記生成混合物をかけることによって設定される、請求項12に記載の方法。

【請求項14】

1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロパノールおよび1,1,1-トリフルオロアセトンを含む混合物から1,1,1-トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する方法であって、

a) 1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールおよび1,1,1 - トリフルオロアセトンを含む混合物を供給するステップ、および

b) 前記混合物を精製工程にかけることによって1,1,1 - トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを製造するステップを含み、前記精製工程が、

i) 前記混合物を水素化触媒の存在下で水素による還元にかけて還元混合物にし、分別蒸留によって前記還元混合物から1,1,1 - トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階、

ii) 前記混合物を、1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールが凍結し、かつ1,1,1 - トリフルオロアセトンが液体のままである温度まで冷却する段階、

iii) フッ化水素酸および1,1,1 - トリフルオロアセトンを含む高沸点錯体をこの精製の段階のためにさらに含む前記混合物を分別蒸留にかけ、分別蒸留によって前記高沸点錯体から1,1,1 - トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階、および

iv) 1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールが1,1,1 - トリフルオロアセトンと高沸点共沸混合物を形成する、フッ化水素酸を含まない条件に前記混合物をさらし、分別蒸留によって前記高沸点共沸混合物から1,1,1 - トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階からなる群から選択される少なくとも1つの精製の段階を含む、方法。

【請求項 15】

前記混合物が、前記混合物を水素化触媒の存在下で水素による還元にかけ、分別蒸留によって前記還元混合物から1,1,1 - トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階を含む精製工程にかけられる、請求項 14 に記載の方法。

【請求項 16】

前記水素化触媒が炭素担持パラジウム触媒である、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

前記炭素担持パラジウム触媒が、炭素に担持された 2 % パラジウム触媒である、請求項 16 に記載の方法。

【請求項 18】

前記混合物が、1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールが凍結し、かつ1,1,1 - トリフルオロアセトンが液体のままである温度まで前記混合物を冷却することを含む精製工程にかけられる、請求項 14 に記載の方法。

【請求項 19】

前記混合物が - 4 から - 78 の間の温度まで冷却される、請求項 18 に記載の方法。

【請求項 20】

前記混合物が、フッ化水素酸および1,1,1 - トリフルオロアセトンを含む高沸点錯体をさらに含む混合物を分別蒸留にかけ、分別蒸留によって前記高沸点錯体から1,1,1 - トリフルオロアセトンを実質上含まない1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階を含む精製工程にかけられる、請求項 14 に記載の方法。

【請求項 21】

1 : 99 から 1 : 19 のフッ化水素酸 : 生成混合物の比でフッ化水素酸を前記混合物に加えることを含む、請求項 20 に記載の方法。

【請求項 22】

前記混合物がフッ化水素酸をすでに含んでいる、請求項 20 に記載の方法。

【請求項 23】

前記混合物が、1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールが1,1,1 - トリフルオロアセトンと高沸点共沸混合物を形成する、フッ化水素酸を含まない条件に前記混合物をさらし、分別蒸留によって前記高沸点共沸混合物から1,1,1 - トリフルオロアセトンを実質

上含まない1,1,1,3,3,3 - ヘキサフルオロイソプロパノールを分離する段階を含む精製の工程にかけられる、請求項 1 4 に記載の方法。

【請求項 2 4】

前記フッ化水素酸を含まない条件が、シリカまたはフッ化カリウムを通す濾過に前記生成混合物をかけることによって設定される、請求項 2 3 に記載の方法。