

【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11月17日 (2011.11.17)

【公表番号】特表2011-507873(P2011-507873A)

【公表日】平成23年3月10日 (2011.3.10)

【年通号数】公開・登録公報2011-010

【出願番号】特願2010-539737(P2010-539737)

【国際特許分類】

C 0 7 C 17/25 (2006.01)

C 0 7 C 21/20 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 17/25

C 0 7 C 21/20

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成23年9月30日 (2011.9.30)

【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】

2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 を含む組成物を製造するための方法であって、

A. 1, 2, 3, 4 - テトラクロロブタンを含む組成物を少なくとも  $10^{-9}$  の  $K_b$  を有する塩基を含む水性混合物と、前記 1, 2, 3, 4 - テトラクロロブタンを脱塩化水素するのに十分な温度で接触させ、それにより、1) a) 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 と b) 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 以外の塩素化ブテンを含む塩素化副生物との混合物を含む第 1 の相および 2) 水相を含む第 2 の相の少なくとも 2 つの相を有する第 1 の反応生成物を生成する工程と；

B. 前記第 1 の相を前記水相から分離する工程と；

C. 前記水相から分離した後に、前記第 1 の相を、前記塩素化副生物をさらに塩素化するには十分ではあるが、前記第 1 の相に含まれる前記 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 の 20% 超をより高度に塩素化された化学種に転化させるには不十分な量の塩素と接触させて、それにより、第 2 の反応生成物を生成する工程と；

D. 前記第 2 の反応生成物から 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 を含む組成物を単離する工程であって、前記組成物の総重量を基準にして前記組成物の少なくとも 90 重量% が 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 である、工程とを含む、方法。

【請求項 2】

2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 を含む組成物であって、

A. 1, 2, 3, 4 - テトラクロロブタンを含む組成物を少なくとも  $10^{-9}$  の  $K_b$  を有する塩基を含む水性混合物と、前記 1, 2, 3, 4 - テトラクロロブタンを脱塩化水素するのに十分な温度で接触させ、それにより、1) a) 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 と b) 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 以外の塩素化ブテンを含む塩素化副生物との混合物を含む第 1 の相および 2) 水相を含む第 2 の相の少なくとも 2 つの相を有する第 1 の反応生成物を生成する工程と；

B．前記第1の相を前記水相から分離する工程と；

C．前記水相から分離した後に、前記第1の相を、前記塩素化副生物をさらに塩素化するには十分ではあるが、前記第1の相に含まれる前記2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3の20%超をより高度に塩素化された化学種に転化させるには不十分な量の塩素と接触させ、それにより、第2の反応生成物を生成する工程と；

D．前記第2の反応生成物から2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3を含む組成物を単離する工程であって、前記組成物の総重量を基準にして前記組成物の少なくとも90重量%が2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3である、工程とを含む方法によって調製される、組成物。

【請求項3】

2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3を含む組成物を製造するための方法であって、

A．1, 2, 3, 4-テトラクロロブタンを含む組成物を少なくとも $10^{-9}$ の $K_b$ を有する塩基を含む水性混合物と、前記1, 2, 3, 4-テトラクロロブタンを脱塩化水素するのに十分な温度で接触させ、それにより、1) a) 2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3とb) 2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3以外の塩素化ブテンを含む塩素化副生物との混合物を含む第1の相、および2) 水相を含む第2の相の少なくとも2つの相を有する第1の反応生成物を生成する工程と；

B．前記第1の反応生成物を、前記塩素化副生物をさらに塩素化するには十分であるが、前記第1の相に含まれる前記2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3の20%超をより高度に塩素化された化学種に転化させるには不十分な量の塩素と接触させ、それにより、第2の反応生成物を生成する工程と；

C．前記第2の反応生成物から2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3を含む組成物を単離する工程であって、前記組成物の総重量を基準にして前記組成物の少なくとも90重量%が2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3である、工程とを含む、方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0037】

有機相を攪拌型反応器に導入し、1重量%のN-メチルピロリドンを追加した。周囲温度の高純度塩素のレクチャーボトル(純度99.9%)からの塩素蒸気をこの液に通気し、アリコートを手取り取り出して組成をモニタリングした。2種のジクロロブタジエン異性体のみがガスクロマトグラフ分析により検出され得るまで、塩素を流し続けた。次いで、この混合物を60℃に加熱し、ガスクロマトグラフ分析により決定されるヒール(heel)中のジクロロブタジエン異性体のレベルが、10%未満に減少するまでエバポレートした。塔頂蒸気を凝縮させた。凝縮生成物は、95%の2, 3-ジクロロ-1, 3-ブタジエンおよび5%の別のジクロロブタジエン異性体を含んでいた。

以下に、本発明の好ましい態様を示す。

[1] 2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3を含む組成物を製造するための方法であって、

A．1, 2, 3, 4-テトラクロロブタンを含む組成物を少なくとも $10^{-9}$ の $K_b$ を有する塩基を含む水性混合物と、前記1, 2, 3, 4-テトラクロロブタンを脱塩化水素するのに十分な温度で接触させ、それにより、1) a) 2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3とb) 2, 3-ジクロロブタジエン-1, 3以外の塩素化ブテンを含む塩素化副生物との混合物を含む第1の相および2) 水相を含む第2の相の少なくとも2つの相を有する第1の反応生成物を生成する工程と；

B．前記第1の相を前記水相から分離する工程と；

C．前記水相から分離した後に、前記第1の相を、前記塩素化副生物をさらに塩素化する

るには十分ではあるが、前記第 1 の相に含まれる前記 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 の 20 % 超をより高度に塩素化された化学種に転化させるには不十分な量の塩素と接触させて、それにより、第 2 の反応生成物を生成する工程と；

D. 前記第 2 の反応生成物から 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 を含む組成物を単離する工程であって、前記組成物の総重量を基準にして前記組成物の少なくとも 90 重量 % が 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 である、工程とを含む、方法。

[ 2 ] 工程 A を相間移動触媒の存在下で行う、[ 1 ] に記載の方法。

[ 3 ] 工程 C をイオン性触媒の存在下で行う、[ 1 ] に記載の方法。

[ 4 ] 工程 A を気泡反応器中で行う、[ 1 ] に記載の方法。

[ 5 ] 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 ; 塩素化副生物 ; 未反応の 1, 2, 3, 4 - テトラクロロブタン ; 中間体 ; および水を含む混合物が工程 A において生成され、前記混合物は蒸発して単一の気相を形成し、前記気相は凝縮させると水相および有機相を形成する、[ 4 ] に記載の方法。

[ 6 ] 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 を含む組成物であって、

A. 1, 2, 3, 4 - テトラクロロブタンを含む組成物を少なくとも  $10^{-9}$  の  $K_b$  を有する塩基を含む水性混合物と、前記 1, 2, 3, 4 - テトラクロロブタンを脱塩化水素するのに十分な温度で接触させ、それにより、1) a) 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 と b) 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 以外の塩素化ブテンを含む塩素化副生物との混合物を含む第 1 の相および 2) 水相を含む第 2 の相の少なくとも 2 つの相を有する第 1 の反応生成物を生成する工程と；

B. 前記第 1 の相を前記水相から分離する工程と；

C. 前記水相から分離した後に、前記第 1 の相を、前記塩素化副生物をさらに塩素化するには十分ではあるが、前記第 1 の相に含まれる前記 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 の 20 % 超をより高度に塩素化された化学種に転化させるには不十分な量の塩素と接触させ、それにより、第 2 の反応生成物を生成する工程と；

D. 前記第 2 の反応生成物から 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 を含む組成物を単離する工程であって、前記組成物の総重量を基準にして前記組成物の少なくとも 90 重量 % が 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 である、工程とを含む方法によって調製される、組成物。

[ 7 ] 工程 A が相間移動触媒の存在下で行われる、[ 6 ] に記載の組成物。

[ 8 ] 工程 C がイオン性触媒の存在下で行われる方法によって調製される、[ 6 ] に記載の組成物。

[ 9 ] 工程 A が気泡反応器中で行われる方法によって調製される、[ 6 ] に記載の組成物。

[ 10 ] 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 を含む組成物を製造するための方法であって、

A. 1, 2, 3, 4 - テトラクロロブタンを含む組成物を少なくとも  $10^{-9}$  の  $K_b$  を有する塩基を含む水性混合物と、前記 1, 2, 3, 4 - テトラクロロブタンを脱塩化水素するのに十分な温度で接触させ、それにより、1) a) 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 と b) 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 以外の塩素化ブテンを含む塩素化副生物との混合物を含む第 1 の相、および 2) 水相を含む第 2 の相の少なくとも 2 つの相を有する第 1 の反応生成物を生成する工程と；

B. 前記第 1 の反応生成物を、前記塩素化副生物をさらに塩素化するには十分であるが、前記第 1 の相に含まれる前記 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 の 20 % 超をより高度に塩素化された化学種に転化させるには不十分な量の塩素と接触させ、それにより、第 2 の反応生成物を生成する工程と；

C. 前記第 2 の反応生成物から 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 を含む組成物を単離する工程であって、前記組成物の総重量を基準にして前記組成物の少なくとも 90 重量 % が 2, 3 - ジクロロブタジエン - 1, 3 である、工程と

を含む、方法。

[ 1 1 ] 前記塩素が少なくとも 9 6 % の純度を有する、[ 1 ]、[ 6 ] または [ 1 0 ] に記載の方法。