

【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18年5月18日(2006.5.18)

【公表番号】特表2005-520865(P2005-520865A)

【公表日】平成17年7月14日(2005.7.14)

【年通号数】公開・登録公報2005-027

【出願番号】特願2003-580261(P2003-580261)

【国際特許分類】

C 0 7 C 51/265 (2006.01)

C 0 7 C 63/72 (2006.01)

C 0 7 D 307/89 (2006.01)

C 0 8 G 73/10 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 51/265

C 0 7 C 63/72

C 0 7 D 307/89 B

C 0 8 G 73/10

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成18年3月9日(2006.3.9)

【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】

ハロフタル酸の製造方法であって、

ハロ-オルト-キシレン1重量部に対して酢酸7~3重量部を含む混合物と、

ハロ-オルト-キシレンを基準にして0.25~2モル%のコバルト源と、

ハロ-オルト-キシレンを基準にして0.1~1モル%のマンガン源と、

ハロ-オルト-キシレンを基準にして0.01~0.1モル%のジルコニウム、ハフニウム及びこれらの混合物から選択される金属源と、

ハロ-オルト-キシレンを基準にして0.02~0.1モル%の臭素源とを含んでなる反応混合物を形成し、

上記反応混合物を1600KPa以上の圧力及び130~200の温度に維持し、

分子状酸素含有ガスを、上記反応混合物中のハロ-オルト-キシレン1kg当たりガス0.5Nm³以上の割合で、ハロ-オルト-キシレンからハロフタル酸への変換率が90%以上となるのに充分な時間反応混合物中に導入することを含んでなる方法。

【請求項2】

反応混合物に分子状酸素含有ガスを導入することによって酸素含有排ガスが生成し、この酸素含有排ガスの酸素濃度がこの排ガスの1体積%未満であり、当該方法がさらに、排ガスの酸素濃度が排ガスの3体積%を超えるまで分子状酸素含有ガスの導入を維持し、排ガスの酸素濃度が排ガスの5体積%を下回る濃度に維持されるように分子状酸素含有ガスの導入を変更し、こうして変更した分子状酸素含有ガスの導入を、ハロ-オルト-キシレンからハロフタル酸への90%以上の変換率が得られるのに充分な時間維持することを含む

、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

請求項 1 又は請求項 2 記載の方法によってハロフタル酸を形成し、

酢酸と反応で生成した水を蒸留によって除去し、

ハロフタル酸を脱水してハロフタル酸無水物を形成する

ことを含んでなる、ハロフタル酸無水物の製造方法。

【請求項 4】

ハロフタル酸に含まれるフタリドが 600 ppm 未満である、請求項 1 乃至請求項 3 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 5】

分子状酸素含有ガスが酸素 6 % 以上の酸素濃度を有する、請求項 1 乃至請求項 4 のいずれか 1 項記載の方法。、

【請求項 6】

分子状酸素含有ガスが空気である、請求項 1 乃至請求項 5 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 7】

コバルト源、マンガン源、ジルコニウム又はハフニウム源及び臭素源が酢酸に可溶性である、請求項 1 乃至請求項 6 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 8】

前記コバルト源が、酢酸コバルト、ナフテン酸コバルト、硫酸コバルト、アセチルアセトン酸コバルト、ベンゾイルアセトン酸コバルト、臭化コバルト、炭酸コバルト、塩化コバルト、フッ化コバルト、硝酸コバルト、ステアリン酸コバルト又はこれらのコバルト化合物の 1 種の水和物からなり、前記マンガン源が、酢酸マンガン、硫酸マンガン、アセチルアセトン酸マンガン、臭化マンガン、炭酸マンガン、塩化マンガン、フッ化マンガン、硝酸マンガン又はこれらのマンガン化合物の 1 種の水和物からなり、前記ジルコニウム源が、酢酸ジルコニウム、硫酸ジルコニウム、クエン酸ジルコニウム、フッ化ジルコニウム、水酸化ジルコニウム、ジルコニウムアルコキシド、塩化ジルコニウム、臭化ジルコニウム、アセチルアセトン酸ジルコニウム又はこれらのジルコニウム化合物の 1 種の水和物からなり、前記ハフニウム源が、塩化ハフニウム、臭化ハフニウム、フッ化ハフニウム、ヨウ化ハフニウム、窒化ハフニウム、硫酸ハフニウム、ハフニウムトリフラート、硝酸ハフニウム又はこれらのハフニウム化合物の 1 種の水和物からなり、前記臭素源が、臭素、臭化水素、金属 - 臭化物塩又は有機臭化物からなる、請求項 7 記載の方法。

【請求項 9】

ハロ - オルト - キシレンを基準にして、コバルト源の量が 0.5 ~ 1.2 モル % であり、マンガン源の量が 0.3 ~ 0.6 モル % であり、ジルコニウム又はハフニウム源の量が 0.03 ~ 0.06 モル % であり、臭素源の量が 0.04 モル % 以下である、請求項 1 乃至請求項 8 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 10】

前記温度が 160 以上である、請求項 1 乃至請求項 9 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 11】

ハロ - オルト - キシレンが、3 - 異性体、4 - 異性体又は 3 - 異性体と 4 - 異性体の混合物からなる、請求項 1 乃至請求項 10 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 12】

酢酸を反応混合物にリサイクルする、請求項 1 乃至請求項 11 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 13】

ハロ - オルト - キシレンがクロロ - オルト - キシレンである、請求項 1 乃至請求項 12 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 14】

さらに、排ガスの酸素濃度を 5 体積 % 未満に維持したまま反応混合物の温度を上昇させることを含む、請求項 2 乃至請求項 13 のいずれか 1 項記載の方法。

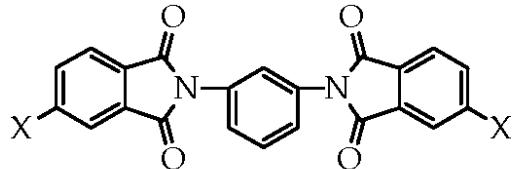
【請求項 15】

ポリエーテルイミドの製造方法であって、

請求項 3 乃至請求項 14 のいずれか 1 項記載の方法によってハロフタル酸無水物を形成し、

ハロフタル酸無水物を 1, 3 - ジアミノベンゼンと反応させて以下の式 (II) のビス(ハロフタルイミド)を形成し、

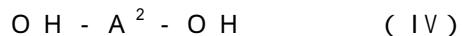
【化 1】



(II)

(式中、X はハロゲンである。)

ビス(ハロフタルイミド)を、以下の式 (IV) のジヒドロキシ置換芳香族炭化水素のアルカリ金属塩と反応させてポリエーテルイミドを形成する



(式中、A² は二価芳香族炭化水素基である。)

ことを含んでなる方法。