

【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】令和 2 年 5 月 21 日 (2020.5.21)

【公開番号】特開 2018-43972 (P2018-43972A)

【公開日】平成 30 年 3 月 22 日 (2018.3.22)

【年通号数】公開・登録公報 2018-011

【出願番号】特願 2017-118805 (P2017-118805)

【国際特許分類】

C 0 7 C 55/10 (2006.01)

C 0 7 C 57/15 (2006.01)

C 0 7 C 51/43 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 55/10

C 0 7 C 57/15

C 0 7 C 51/43

【手続補正書】

【提出日】令和 2 年 4 月 6 日 (2020.4.6)

【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】

J I S K 5 1 0 1 - 1 3 - 2 ( 2 0 0 4 ) に準拠して測定される吸油量が 4 0 m L / 1 0 0 g ~ 2 0 0 m L / 1 0 0 g である フマル酸結晶。

【請求項 2】

炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩を含む水溶液から、( a 1 ) H L B が 1 0 以下のポリオキシエチレン鎖を有する非イオン性界面活性剤、及び ( a 2 ) H L B が 1 5 未満のポリオキシエチレン鎖を有さない非イオン性界面活性剤から選ばれる少なくとも 1 種の非イオン性界面活性剤の存在下において炭素数 4 のジカルボン酸の結晶を析出させる工程を含む、炭素数 4 のジカルボン酸結晶の製造方法であって、炭素数 4 のジカルボン酸がフマル酸である、製造方法。

【請求項 3】

炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩を含む水溶液から、( a 1 ) H L B が 1 0 以下であり、ポリオキシエチレン鎖中のエチレンオキサイド付加モル数が平均値で 3 0 以下であるポリオキシエチレン鎖を有する非イオン性界面活性剤、及び ( a 2 ) H L B が 1 5 未満のポリオキシエチレン鎖を有さない非イオン性界面活性剤から選ばれる少なくとも 1 種の非イオン性界面活性剤の存在下において炭素数 4 のジカルボン酸の結晶を析出させる工程を含む、炭素数 4 のジカルボン酸結晶の製造方法であって、炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩を含む水溶液中の炭素数 4 のジカルボン酸の含有量に対する非イオン性界面活性剤の含有量の質量比が 0 . 0 0 1 ~ 0 . 5 である、製造方法。

【請求項 4】

前記 ( a 1 ) がポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、及びポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステルから選ばれる少なくとも 1 種である請求項 2 又は 3 記載の製造方法。

【請求項 5】

( a 2 ) H L B が 1 5 未満のポリオキシエチレン鎖を有さない非イオン性界面活性剤が

ソルビタン脂肪酸エステル及びアルキルグルコシドから選ばれる少なくとも１種である請求項 2 ～ 4 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 6】

炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩を含む水溶液中の非イオン性界面活性剤の含有量が 0 . 0 0 1 ～ 5 質量 % である請求項 2 ～ 4 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 7】

炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩が、石化原料由来の化学合成により得られた炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩である請求項 2 ～ 6 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 8】

炭素数 4 のジカルボン酸がコハク酸である請求項 3 ～ 7 のいずれか 1 項記載の製造方法

。

【請求項 9】

炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩を含む水溶液から、( b 1 ) 非イオン性高分子、( b 2 ) カチオン性高分子、及び ( b 3 ) 両性高分子から選ばれる少なくとも 1 種の高分子の存在下において炭素数 4 のジカルボン酸の結晶を析出させる工程を含む、炭素数 4 のジカルボン酸結晶の製造方法であって、( b 1 ) 非イオン性高分子がデンプン系高分子、セルロース系高分子及びビニル系高分子から選ばれる少なくとも 1 種であり、( b 3 ) 両性高分子がメタクリロイルオキシエチルホスホリルコリン - メタクリル酸共重合体、メタクリロイルオキシエチルホスホリルコリン - メタクリル酸ステアリル共重合体、メタクリル酸エチルベタイン - アクリル酸共重合体、スチレン - アクリル酸 - アクリル酸ジアルキルアミノエステル重合体、アリルアミン - マレイン酸共重合体、アミノエチルメタクリレート - メタクリル酸共重合体、ビニルピリジン - マレイン酸共重合体、メチルアミノエチルメタクリレート - アクリル酸共重合体、ビニルピリジン - イタコン酸共重合体及びメチルアリルアミン - イタコン酸共重合体から選ばれる少なくとも 1 種である、製造方法。

【請求項 10】

( b 1 ) 非イオン性高分子がビニル基を有するモノマーを重合させたもの、及び/又は、ヒドロキシアルキルセルロースである請求項 9 記載の製造方法。

【請求項 11】

( b 1 ) 非イオン性高分子がポリビニルアルコール及び/又はヒドロキシエチルセルロースである請求項 9 又は 10 記載の製造方法。

【請求項 12】

炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩を含む水溶液中の高分子の濃度が 0 . 0 0 1 ～ 5 質量 % である請求項 9 ～ 11 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 13】

炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩を含む水溶液中の炭素数 4 のジカルボン酸の含有量対する高分子の含有量濃度の質量比が 0 . 0 0 1 ～ 0 . 5 である請求項 9 ～ 12 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 14】

炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩が、石化原料由来の化学合成により得られた炭素数 4 のジカルボン酸又はその塩である請求項 9 ～ 13 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 15】

結晶を析出する方法が、pH 調整による析出、冷却による析出、濃縮による析出及び反応による析出から選ばれる 1 以上の方法である請求項 2 ～ 14 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 16】

pH 調整による結晶の析出を行う時の pH が 0 . 5 以上 9 以下である請求項 15 記載の製造方法。

【請求項 17】

pH 調整による結晶の析出に用いられる酸の添加速度が 0 . 1 mmol - 酸 / L / min ～ 10 mmol - 酸 / L / min である請求項 15 又は 16 記載の製造方法。

## 【請求項 18】

冷却による結晶の析出が炭素数4のジカルボン酸又はその塩を含む水溶液を昇温してから行われ、昇温温度から冷却温度に至るまでに要した時間から算出される平均冷却速度が  $0.05 / \text{min} \sim 20 / \text{min}$  である請求項15記載の製造方法。

## 【請求項 19】

結晶の析出を周速  $0.2 \text{ m/s} \sim 10 \text{ m/s}$  で攪拌しながら行う請求項2～18のいずれか1項記載の製造方法。

## 【請求項 20】

炭素数4のジカルボン酸がフマル酸又はコハク酸である請求項9～19のいずれか1項記載の製造方法。