

【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 07 C 55/10 (2006.01)

C 07 C 57/15 (2006.01)

C 07 C 51/43 (2006.01)

【F I】

C 07 C 55/10

C 07 C 57/15

C 07 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 5101-13-2(2004)に準拠して測定される吸油量が40mL / 100g ~ 200mL / 100g 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、(a1)HLBが10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(a2)HLBが15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、(a1)HLBが10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30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(a2)HLBが15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0.001~0.5である、製造方法。

【請求項4】

前記(a1)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】

(a2)HLBが15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0.001～5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、(b1)非イオン性高分子、(b2)カチオン性高分子、及び(b3)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、(b1)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、(b3)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】

(b1)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、ヒドロキシアルキセルロースである請求項9記載の製造方法。

【請求項11】

(b1)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0.001～5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に対する高分子の含有量濃度の質量比が0.001～0.5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0.1mmol・酸/L/min～10mmol・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 / min ~ 2.0 / 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 m / s ~ 1.0 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。