

【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 8 月 25 日 (2011.8.25)

【公表番号】特表 2010-535222 (P2010-535222A)

【公表日】平成 22 年 11 月 18 日 (2010.11.18)

【年通号数】公開・登録公報 2010-046

【出願番号】特願 2010-520040 (P2010-520040)

【国際特許分類】

C 07 C 29/80 (2006.01)

C 07 C 29/88 (2006.01)

C 07 C 31/27 (2006.01)

【 F I 】

C 07 C 29/80

C 07 C 29/88

C 07 C 31/27

【手続補正書】

【提出日】平成 23 年 7 月 1 日 (2011.7.1)

【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】

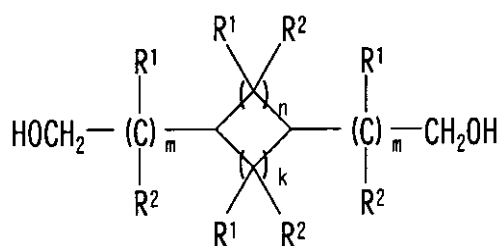
【請求項 1】

C₆ ~ C₁₆ 脂肪族ジオールに加えて、フェノール類並びに脂肪族モノオール類、エステル類、カルボン酸類及びヘミアセタール類並びにそれらの混合物から選ばれた 1 種又はそれ以上の不純物を含む粗製 C₆ ~ C₁₆ 脂肪族ジオールを、アルカリ金属化合物及び / 又はアルカリ土類金属化合物の存在下で、精製 C₆ ~ C₁₆ 脂肪族ジオールを得るのに十分な蒸留条件下で、1 回又はそれ以上蒸留することを含んでなる粗製 C₆ ~ C₁₆ 脂肪族ジオールの精製方法。

【請求項 2】

前記 C₆ ~ C₁₆ 脂肪族ジオールが下記式：

【化 1】



[式中、各 R¹ は、独立して、水素、ヒドロキシ及び C₁ ~ C₆ 一価ヒドロカルビル基から選ばれ；各 R² は、独立して、水素、ヒドロキシ及び C₁ ~ C₆ ヒドロカルビル基から選ばれ；n は 0 ~ 6 の整数であり；k は 0 ~ 6 の整数であり；n + k は 2 より大きく；各 m は独立して 0 ~ 3 の整数である]

で表される C₆ ~ C₁₆ 単環式脂肪族ジオールを含む請求項 1 の方法。

【請求項 3】

前記粗製 $C_6 \sim C_{16}$ 脂肪族ジオールが 60 ~ 80 重量% の $C_6 \sim C_{16}$ 脂肪族ジオールと以下の重量%の1種又はそれ以上の以下の不純物：

モノオール類	0.5 ~ 10 %
エステル類	1 ~ 5 %
カルボン酸類	0.5 ~ 10 %
ヘミアセタール類 / ラクトン類	1 ~ 5 %
フェノール類	1 % 未満
軽質物	1.5 ~ 2.5 %
中質物*	0.1 ~ 5 %
(* モノオール類、ヘミアセタール類及びラクトン類以外)	
重質物	0.1 ~ 5 %

を含む請求項 1 又は 2 の方法。

【請求項 4】

前記粗製 $C_6 \sim C_{16}$ 脂肪族ジオールがシス/トランス - (1, 3) (1, 4) - シクロヘキサジメタノールを含む請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

前記アルカリ金属化合物がアルカリ金属水酸化物を含み且つ前記アルカリ土類金属化合物がアルカリ土類金属水酸化物を含む請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

前記アルカリ金属化合物が水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化セシウム、水酸化リチウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸セシウム、炭酸リチウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸セシウム、酢酸リチウム、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、ステアリン酸セシウム、ステアリン酸リチウム、水素化硼素ナトリウム、フェニル硼酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸セシウム、安息香酸リチウム、リン酸水素二ナトリウム、リン酸水素二カリウム、リン酸水素二リチウム、フェニルリン酸二ナトリウム、ビスフェノール A の二ナトリウム塩、ビスフェノール A の二カリウム塩、ビスフェノール A の二セシウム塩、ビスフェノール A の二リチウム塩、フェノール酸ナトリウム、フェノール酸カリウム、フェノール酸セシウム、フェノール酸リチウム及びそれらの混合物からなる群から選ばれる請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記アルカリ土類金属化合物が水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化ストロンチウム、水酸化バリウム、炭酸水素マグネシウム、炭酸水素カルシウム、炭酸水素ストロンチウム、炭酸水素バリウム、酢酸マグネシウム、酢酸カルシウム、酢酸ストロンチウム、酢酸バリウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム、安息香酸カルシウム及びフェニルリン酸マグネシウム並びにそれらの混合物からなる群から選ばれる請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

アルカリ金属化合物及び / 又はアルカリ土類金属化合物の量が、ジオール中の酸の当量当たり、1.0 当量より多く且つ 2.5 当量未満である請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

アルカリ金属化合物及び / 又はアルカリ土類金属化合物の量が、ジオールの重量に基づき、100 ppm より多く且つ 5,000 ppm 未満である請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

第 1 蒸留を、蒸留カラム中で 80 ~ 210 の塔底温度及び 20 ~ 120 の塔頂温度並びに 1 気圧 (101 kPa) の圧力において、実施して軽質物を除去する請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 1】

軽質物の除去後に、第 2 蒸留を、蒸留カラム中で 165 ~ 250 の範囲の塔底温度及び 160 ~ 180 の範囲の塔頂温度並びに 15 トル (2 . 0 k P a) ~ 50 トル (6 . 7 k P a) の範囲の大気圧より低い圧力において、実施する請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 2】

第 2 蒸留を 30 ~ 100 理論段のトレイを含む蒸留カラム中で実施する請求項 1 1 に記載の方法。

【請求項 1 3】

第 2 蒸留を 1 : 10 ~ 10 : 1 の範囲の還流比で実施する請求項 1 1 又は 1 2 に記載の方法。

【請求項 1 4】

1 回又はそれ以上の蒸留を連続運転様式で実施する請求項 1 ~ 1 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 5】

前記精製ジオールを、各蒸留段階で、蒸留に供給されるジオールの重量に基づき、90 % 超の収率で回収する請求項 1 ~ 1 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 6】

前記精製ジオールが、ジオールの重量に基づき、500 p p m 未満 (0 . 0 5 重量 % 未満) の、酢酸として計算された総酸度を示す請求項 1 ~ 1 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 7】

前記精製ジオールが A S T M D 1209 - 00 試験法によって 10 未満にランク付けされる色を有する請求項 1 ~ 1 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 8】

前記 C₆ ~ C₁₆ 脂肪族ジオールがシス / トランス - (1 , 3) (1 , 4) - シクロヘキサジメタノールを含み且つ前記アルカリ金属化合物が水酸化カリウムを含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 1 9】

前記アルカリ金属化合物を、ジオール中の酸の当量当たり 1 . 2 5 当量超 ~ 2 . 5 0 当量未満の範囲の量で、使用する請求項 1 8 に記載の方法。

【請求項 2 0】

前記方法を連続運転様式で実施する請求項 1 8 又は 1 9 に記載の方法。