(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4782379号
(P4782379)

(45)発行日　平成23年9月28日(2011.9.28)　(24)登録日　平成23年7月15日(2011.7.15)

(51)Int.Cl.		F I		
C07C 37/74	(2006.01)	C07C	37/74	
C07C 39/08	(2006.01)	C07C	39/08	
C07C 39/28	(2006.01)	C07C	39/28	
C07C 41/42	(2006.01)	C07C	41/42	
C07C 43/23	(2006.01)	C07C	43/23	D

請求項の数 16　(全 13 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2003-567848 (P2003-567848)
(86)(22)出願日　平成15年2月17日 (2003.2.17)
(65)公表番号　特表2005-517697 (P2005-517697A)
(43)公表日　平成17年6月16日 (2005.6.16)
(86)国際出願番号　PCT/FR2003/000497
(87)国際公開番号　WO2003/068713
(87)国際公開日　平成15年8月21日 (2003.8.21)
審査請求日　平成17年12月26日 (2005.12.26)
(31)優先権主張番号　02/01925
(32)優先日　平成14年2月15日 (2002.2.15)
(33)優先権主張国　フランス(FR)

前置審査

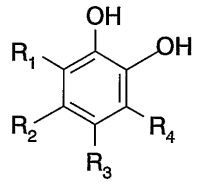
(73)特許権者　502333806
ロデイア・シミ
フランス国、エフ－９２５１２・ブーローニュ－ビランクール・セデツクス、リユ・アルフオンス・ル・ガロ、２６
(74)代理人　110001173
特許業務法人川口國際特許事務所
(72)発明者　マチユー，クロード
フランス国、エフ－６９９６０・コルバ、リユ・コンドルセ、６

審査官　神野　将志

最終頁に続く

(54)【発明の名称】高純度のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の液体組成物の製造方法及び該組成物

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
高純度の下記式（Ｉ）のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の液体組成物を調製する方法であって、
【化１】



(I)

（式中、R_1、R_2、R_3及びR_4の少なくとも３つの置換基が水素原子を表し、４番目の置換基であるR_1、R_2、R_3又はR_4が水素原子、C_1－C_{12}のアルキル基及びC_1－C_{12}のアルコキシ基から選択される）
ａ）最初のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を蒸留により精製する工程及び
ｂ）工程ａ）で得られたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を液化する工程であって、精製されたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の蒸留及び液化がステンレススチールで作成された装置内で行われる工程、
ｃ）工程ｂ）で得られたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を前記装置の出口で回収する工程であって、精製されたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物がステンレススチー

ルで作成されたパイプによって、又は、プラスチックで作成されたパイプかもしくはプラスチックで作成された内層を含むパイプによって運ばれる工程、
ｄ）その後、工程ｃ）で回収されたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を、ステンレススチール又はプラスチックで作成された貯蔵タンク内で有機溶媒と混合する工程
からなり、使用される器具がステンレススチールで作成される場合、該器具は溶液中に収容されることを求められるオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を用いて、予め１又は２回以上洗浄されること特徴とする前記方法。
【請求項２】
精製されたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の蒸留及び液化が、オーステナイト・スチールで作成された装置内で行われることを特徴とする、請求項１記載の方法。
【請求項３】
精製されたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の蒸留及び液化が、ステンレススチール３０４、３０４Ｌ、３１６又は３１６Ｌで作成された装置内で行われることを特徴とする、請求項２に記載の方法。
【請求項４】
スチールが、多くとも２２重量％のニッケルを有することを特徴とする、請求項２に記載の方法。
【請求項５】
ステンレススチールで作成された器具が、溶液中に収容されることを求められるオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を用いて、１又は４回洗浄されることを特徴とする、請求項１から４のいずれか一項に記載の方法。
【請求項６】
プラスチックが、ＰＴＦＥ（ポリテトラフルオロエチレン又はテフロン（登録商標））、ＰＦＡ（パーフルオロアルキル樹脂）、又は高密度ポリエチレンであることを特徴とする、請求項１から５のいずれか一項に記載の方法。
【請求項７】
オルト－ジヒドロキシベンジル化合物が、ピロカテコール、３－メチルピロカテコール、４－メチルピロカテコール、３－イソプロピルピロカテコール、４－ｔｅｒｔ－ブチルピロカテコール、及び４－イソプロポキシピロカテコールから選択されることを特徴とする、請求項１から６のいずれか一項に記載の方法。
【請求項８】
有機溶媒が、水酸化されていてもよい窒素化合物、アルコール及び／又はエーテル及び／又はエステル化合物、炭化水素化合物、ケトン化合物、並びにジメチルスルホキシドから選択されることを特徴とする、請求項１から７のいずれか一項に記載の方法。
【請求項９】
有機溶媒が、
－エチレンジアミン、ＮＭＰ（Ｎ－メチルピロリドン）、ピリジン、ＭＥＡ（モノエタノールアミン）、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ｔｅｒｔ－ブチルジエタノールアミン、イソプロパノールアミン、２－アミノ－１－プロパノールアミン、３－アミノ－１－プロパノールアミン、イソブタノールアミン、２－アミノ－２－エトキシエタノール、及びＤＧＡ［ジグリコールアミン又は２－（２－アミノエトキシ）エタノール］、
－エチレングリコール、プロピレングリコール、ＴＥＧ［トリエチレングリコール］、グリム、ジグリム、ＰＧＭＥＡ［プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート又は２－（１－メトキシ）プロピルアセテート］、ＰＧＭＥ［プロピレングリコールモノメチルエーテル］、エチルラクテート、アニソール、メチルアジペート、及びシクロペンタノール、
－トルエン、キシレン、及びメシチレン、
－メチルエチルケトン、２－ペンタノン、シクロペンタノン、シクロヘキサノン、及びメシチルオキシド、並びに
－ジメチルスルホキシド

から選択されることを特徴とする、請求項８に記載の方法。
【請求項１０】
液体組成物が、５から８０重量％のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物、及び、２０から９５重量％の有機溶媒を含むことを特徴とする、請求項１から９のいずれか一項に記載の方法。
【請求項１１】
液体組成物が、５から５０重量％の高純度のピロカテコール、及び、５０から９５重量％のＤＧＡ又はＭＥＡを含むことを特徴とする、請求項１から１０のいずれか一項に記載の方法。
【請求項１２】
式（Ｉ）のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物が多くて１００ｐｐｂのそれぞれの金属元素の含有量を有する、請求項１から１１のいずれか一項に記載の方法。
【請求項１３】
オルト－ジヒドロキシベンジル化合物が、多くて６０ｐｐｂのそれぞれの金属元素の含有量を有する、請求項１２に記載の方法。
【請求項１４】
オルト－ジヒドロキシベンジル化合物がピロカテコールであることを特徴とする、請求項１２又は１３に記載の方法。
【請求項１５】
ピロカテコールが１００ｐｐｂ未満の金属元素の合計含有量を有することを特徴とする、請求項１４に記載の方法。
【請求項１６】
ピロカテコールが８０ｐｐｂ未満の金属元素の合計含有量を有することを特徴とする、請求項１４に記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明の対象は、高純度のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の液体組成物の調製方法、及び、該方法により得られる組成物である。
【０００２】
本発明は、より詳しくは、高純度のピロカテコールの液体組成物の調製に関するものである。
【背景技術】
【０００３】
例えば電子工学のようないくつかの応用分野において、特に金属元素について高純度の製品が必要とされている。従って、ピロカテコール又は１，２－ジヒドロキシベンゼンは、集積回路及び印刷回路のエッチングに使用される「フォトレジスト」ポリマーを除去するための製剤に導入される。障害が発生する危険を冒す金属元素によるセミコンダクターの汚染を防ぐことは、重要である。
【０００４】
ピロカテコールは、その錯化剤としての特性から、キレート剤及び腐食防止剤としても使用されている。
【０００５】
従って、極めて高純度の製品の市場が強く望まれている。
【０００６】
このような製品を工業的規模で得ることは、容易ではない。実際、そのキレート剤としての特性から、不純物が無い製品を得ることは非常に困難である。
【０００７】
さらに、ピロカテコールは、粉末又はフレーク形状で商業的に入手できる、及び、刺激性があり、全ての利用者が、取り扱うために産業衛生に関して予防措置をとらなければな

らないことが知られている製品である。固形の製品に関して、利用者は、十分に適応できる装置が常にあるとは限らない産業面での取扱作業、溶解処理を負わなければならない。

【０００８】

取り扱いが可能な固形のピロカテコールを得るために、高純度の製品は、一般に、蒸留及び成形作業（結晶化、粉砕、断片化等）の結果として得られる。しかしながら、これは、蒸留カラムから出て、成形装置中にある材料と接触したときに、ピロカテコールのすり減らす特性のため瞬時に汚染される。

【０００９】

故に、化学元素、Ａｌ、Ｓｂ、Ａｓ、Ｂａ、Ｂｅ、Ｂｉ、Ｂ、Ｃｄ、Ｃｌ、Ｃａ、Ｃｒ、Ｃｏ、Ｃｕ、Ｇａ、Ａｕ、Ｆｅ、Ｌｉ、Ｍｇ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｋ、Ｐｂ、Ａｇ、Ｎａ、Ｓｒ、Ｔａ、Ｔｌ、Ｓｎ、Ｔｉ、Ｖ、Ｚｎ、Ｚｒ、Ｈｇ、ｌが含まれ得る。

【００１０】

著しく多量であるいくつかの金属元素は、鉄、アルミニウム、クロム、マグネシウム、ニッケル、カルシウム、マンガン、ナトリウム、及びカリウムである。

【００１１】

この欠点を克服するために、ＥＰ－Ａ　１　０５５　６５７によって、蒸留カラム内で該化合物を蒸発させる工程、該化合物の気体の画分を、排気口と接続しているコンデンサー内で濃縮する工程、及び、濃縮された画分を、コンデンサーと接続しているパイプを経由して、貯蔵タンク内で回収する工程（該コンデンサーは、少なくとも２５重量％のニッケルを含む金属材料から構成される内部の表面を有し、及び、濃縮された画分は、該表面に接触する。）からなる、ジヒドロキシベンジル化合物を２００ｐｐｂより少ない総金属含有量で製造することが提案されている。

【００１２】

ピロカテコールに関連する例が、５９２ｐｐｂの金属不純物の総含有量で製品が得られる標準的な装置の使用に関して、得られた製品の純度が１５ｐｐｂの差異を示すことに、注意すべきである。しかしながら、テキストには、コンデンサー出口でのピロカテコールの回収について言及されていない。

【発明の開示】

【００１３】

本発明の対象は、固体の形態ではなく、その後の汚染の危険性がなく、利用者に容易に使用される高純度のピロカテコールの液体組成物の形態であるピロカテコールを提供することである。

【００１４】

本発明は、室温で液体の形態である高純度のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を提供することを目的とする。

【００１５】

「室温」は、一般的に０℃から３５℃の温度範囲の、好ましくは１５℃から２５℃の間に含まれる温度を意味する。

【００１６】

「高純度」は、少なくとも９９％の、ガスクロマトグラフィーで測定される最初のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の化学的純度を、及び、多くとも１００ｐｐｂ、好ましくは６０ｐｐｂより少ない各金属元素の含有量を意味する。

【００１７】

本明細書において、金属元素の含有量は、オルト－ジヒドロキシベンジル化合物に対して定義されるものであり、溶液に対して定義されるものではない。

【００１８】

本発明において「液体」は、粘性を持つ製品が含まれるが、依然液体の状態にあるものである。

【００１９】

本発明の対象の一つは、高純度のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の液体組成物か

らなる。

【００２０】

より具体的には、本発明は、少なくとも一つの高純度のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物、及び、液体組成物を得るために十分な量で使用される該化合物を可溶化する少なくとも一つの有機溶媒を含むことを特徴とする、高純度のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の液体組成物からなる。

【００２１】

本発明の他の対象は、

ａ）最初のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を蒸留により精製する工程、

ｂ）液化されたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物による腐食に対して耐性を持つ装置内で、工程ａ）で得られた精製されたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を液化する工程、

ｃ）工程ｂ）で得られた液化したオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を前記装置の出口で回収する工程、

ｄ）その後、工程ｃ）で回収された液化したオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を、金属汚染を生じない材料で内側が覆われているか前記材料で作成された貯蔵タンク内で有機溶媒と混合する工程からなること特徴とする、液体組成物の調製方法である。

【００２２】

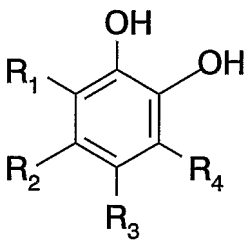
本発明は、少なくとも一つのオルト－ジヒドロキシベンジル化合物及び少なくとも一つの有機溶媒を含む高純度のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の液体組成物を提供することを目的とする。

【００２３】

好ましくは、本発明の組成物は、少なくとも１又は２以上の式（Ｉ）：

【００２４】

【化３】



(I)

（式中：

－Ｒ１、Ｒ２、Ｒ３及びＲ４は、同じであるか又は異なっていて、水素原子、アルキル基、アルコキシ基、ハロゲン原子、トリフルオロメチル基、ニトロ基、又はカルボキシルＣＯＯＨ基、ＣＨＯ基を表し、

－Ｒ１、Ｒ２、Ｒ３及びＲ４の少なくとも１つの置換基が、水素原子を表し、

－Ｒ１、Ｒ２、Ｒ３及びＲ４の多くとも２つの置換基が、ハロゲン原子、トリフルオロメチル基、ニトロ基、又はカルボキシルＣＯＯＨ基、ＣＨＯ基を表す。）のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を含む。

【００２５】

本発明において「アルキル」は、例えばメチル、エチル、ｎ－プロピル、イソプロピル、ｎ－ブチル、ｓｅｃ－ブチル、ｔｅｒｔ－ブチル、及びオクチルのような、１から１２の炭素原子を有する直鎖又は分子鎖又は環状の炭化水素鎖を意味する。Ｃ１－Ｃ４のアルキル基が好ましい。

【００２６】

本発明において「アルコキシ」は、アルキル基が前に定義されるものであるアルキルオキシ基を意味する。好ましくは、アルコキシ基は、イソプロポキシ基である。

【００２７】

「ハロゲン」は、フッ素、塩素、又は臭素原子を意味する。

【００２８】

好ましいオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の群は、R_1、R_2、R_3及びR_4の少なくとも３つの置換基が水素原子を表す式（Ｉ）の化合物からなる。この中でも、４番目の置換基であるR_1、R_2、R_3又はR_4が、水素原子、C_1－C_{12}、好ましくはC_1－C_4のアルキル基、及びC_1－C_{12}、好ましくはC_1－C_4のアルコキシ基から選択されるものが、さらにより有利である。

【００２９】

好ましい化合物の群は、ピロカテコール、３－メチルピロカテコール、４－メチルピロカテコール、３－イソプロピルピロカテコール、３－ブチル－５－メチルピロカテコール、４－ｔｅｒｔ－ブチルピロカテコール、２－クロロピロカテコール、４－クロロピロカテコール、３，５－ジ－ｔｅｒｔ－ブチルピロカテコール、４，６－ジ－ｔｅｒｔ－ブチルピロカテコール、３－オクチル－５－メチルピロカテコール、４－イソプロポキシピロカテコール、３，６－ジイソプロピルピロカテコール、４－ニトロピロカテコール、ジヒドロキシ－３，４ベンズアルデヒドからなる。

【００３０】

前記化合物の中で、ピロカテコールが好ましい化合物である。

【００３１】

あらゆるオルト－ジヒドロキシベンジル化合物が商業的に入手できるか又は当業者によって容易に調製されることが言及される。

【００３２】

有機溶媒に関しては、いくつかの必要条件を考慮して選択される。

【００３３】

前記溶媒は、オルト－ジヒドロキシベンジル化合物に対して不活性であり、及びこれを可溶化する能力を持つべきである。

【００３４】

それはまた、予想される用途を視野に入れて選択される。

【００３５】

有機溶媒の混合物が使用され得る。

【００３６】

好ましくは、極性を有する有機溶媒が使用される。

【００３７】

これらは、以下の具体例、

－エチレンジアミン、ＮＭＰ（Ｎ－メチルピロリドン）、ピリジン、ＭＥＡ（モノエタノールアミン）、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ｔｅｒｔ－ブチルジエタノールアミン、イソプロパノールアミン、２－アミノ－１－プロパノールアミン、３－アミノ－１－プロパノールアミン、イソブタノールアミン、２－アミノ－２－エトキシエタノール、ＤＧＡ［ジグリコールアミン又は２－（２－アミノエトキシ）エタノール］等の水酸化されていてもよい窒素化合物、

－エチレングリコール、プロピレングリコール、ＴＥＧ［トリエチレングリコール］、グリム、ジグリム、ＰＧＭＥＡ［プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート又は２－（１－メトキシ）プロピルアセテート］、ＰＧＭＥ［プロピレングリコールモノメチルエーテル］、エチルラクテート、アニソール、メチルアジペート、シクロペンタノール等のアルコール及び／又はエーテル及び／又はエステル化合物、

－トルエン、キシレン、メシチレン等の炭化水素化合物、

－メチルエチルケトン、２－ペンタノン、シクロペンタノン、シクロヘキサノン、メシチルオキシド等のケトン化合物、

－ジメチルスルホキシド

が挙げられる。

【００３８】

液体組成物を得るために、
－５から８０重量％のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物、
－２０から９５重量％の有機溶媒が、好ましく用いられる。
【００３９】
本発明の好ましい化合物は、
－５から５０重量％のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物、
－５０から９５重量％の有機溶媒を含む。
【００４０】
本発明は、高純度のピロカテコールの液体組成物の調製によく適合する。
【００４１】
好ましくは、それは、５から５０％、好ましくは１５から４０％のピロカテコール、及び、５０から９５％、好ましくは６０から８５％の有機溶媒を含む。
【００４２】
本発明の好ましい組成物は、５から５０重量％のピロカテコール、及び、５０から９５重量％のＤＧＡ又はＭＥＡを含む。
【００４３】
得られたピロカテコールの液体組成物は、前に定義された純度を有する。
【００４４】
有利には、全ての金属元素の総量は、１００ｐｐｂより少なく、好ましくは８０ｐｐｂより少ない。
【００４５】
本発明に従って、金属元素に関して高純度であるオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の液体組成物は、本発明の方法を実施することによって得られる。
【００４６】
より具体的には、この方法は、一般に商業的に入手可能である、一般に５０％より高い高純度のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物から開始する。
【００４７】
上のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物は、蒸留により精製される。
【００４８】
この化合物は他の化合物との混合物であり得ることに注意する。この化合物が、過塩素酸又は硫酸である強酸の存在下で、フェノールと過酸化水素を水酸化反応させることによって同時に製造される、ハイドロキノン及びピロカテコールの場合に、そうである。
【００４９】
蒸留は、１２０℃から２００℃の間に含まれる温度で、３０から１００ｍｍＨｇの範囲の圧力で行われる。
【００５０】
蒸留は、標準的な蒸留器内で行われる。
【００５１】
当業者は、最初のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物に応じた、使用する手段を完璧に選択することができる。
【００５２】
蒸留カラムの大きさ（特に直径）は、循環流量及び内部圧力に依存することに注意すべきである。このように、蒸留カラムの大きさは、処理されるべき混合物の流速に従って主として決定される。理論段数の内部パラメーターは、特に、最初の化合物の純度及び蒸留の最初に得られる産物の純度によって決定される。
【００５３】
カラムは、当業者が完全に十分に知っているように、トレーか又は通常のパッキングのいずれかで一群とし得ることを特に述べる。
【００５４】
装置が決定されると、当業者はカラムの操作条件を調整する。

【００５５】
従って、蒸留カラムは、有利には、これに限定されないが、以下の仕様を有するカラムである
－理論段数１から５０、好ましくは２０から３０、
－０．５から１０の間、好ましくは3から6の間に含まれる還流比Ｒ。
【００５６】
カラムの下部に、望ましくない産物、特に、全ての微量金属を含む高沸点の有機産物が回収される。
【００５７】
カラムの上部に、精製されたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物から構成される気相が回収される。
【００５８】
気相は冷却されて、その結晶点よりわずかに高い温度、例えば、結晶点より、５から２０℃高い温度、好ましくは１０℃高い温度まで冷却されることにより、液形態に転換される。
【００５９】
この操作は、水又は流動体（一般に油）を供給することにより、選択された冷却温度に近い温度に維持された管式熱変換器のような標準的な装置であるコンデンサーを通過させることによって行われる。
【００６０】
本発明の方法の一つの特徴によれば、蒸留カラムの上部及びコンデンサーは、金属汚染を生じさせないことが重要である。
【００６１】
この目的のために、オーステナイトスチール、及びより好ましくはステンレススチール３０４、３０４Ｌ、３１６又は３１６Ｌ等のステンレススチールが有利に選択される。
【００６２】
ニッケルを多くとも２２重量％、一般的に6から２０重量％、好ましくは8から１４重量％有するスチールが使用される。
【００６３】
スチール３０４及び３０４Ｉは、8から１２％の間で変化するニッケル含有量を有し、及び、スチール３１６及び３１６Ｌは、１０から１４％の間で変化するニッケル含有量を有する。
【００６４】
これらのスチールは、一般的に工業分野で使用されている。
【００６５】
オーステナイトスチールの定義として、Ｒｏｂｅｒｔ Ｈ．Ｐｅｒｒｙ等の文献、［Ｐｅｒｒｙ’ｓ Ｃｈｅｍｉｃａｌ Ｅｎｇｉｎｅｅｒｓ’ Ｈａｎｄｂｏｏｋ 第6版（１９８４）２３－１１頁］を参照することができる。
【００６６】
オルト－ジヒドロキシベンジル化合物は、その蒸留ポイントの最も近くで回収されて、金属元素を含まない有機溶媒と出来るだけ手早く混合される。
【００６７】
この目的のために、精製された製品は、前記のステンレススチールで作成された又はプラスチックで作成されたパイプによって運ばれ、次いで、ステンレススチール又はプラスチックで作成された貯蔵タンク内で有機溶媒と混合される。
【００６８】
１又は2以上の貯蔵タンクが想定される。この場合、製品は、ステンレススチールで作成されたポンプによって運ばれ得る。
【００６９】
これらの管内でのオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の滞留時間が非常に短いことか

ら、この材料は腐食に対して耐性を持つべきであるが、機械的な需要は無いことに着目する。

【００７０】

使用される材料がステンレススチールである場合、関係する器具を、予め、溶液中に得られることが望まれるオルト－ジヒドロキシベンジル化合物で、１回又は数回（３又は４回）洗浄する必要がある。

【００７１】

任意の長期にわたる貯蔵が、プラスチックのコンテナ内で有利に行われることにも留意すべきである。

【００７２】

プラスチック材料として、本発明の組成物による腐食に耐性を持つポリマー化合物が選択される。特に、ＰＴＦＥ（ポリテトラフルオロエチレン又はテフロン）、又はＰＦＡ（パーフルオロアルキル樹脂）、高密度ポリエチレンといった材料を挙げ得る。同等の材料を使用することは、本発明の範囲を超えるものではない。

【００７３】

好ましくは、精製されたオルト－ジヒドロキシベンジル化合物は、プラスチックで作成されたか又はプラスチックの内層を含むパイプによって、プラスチックの貯蔵タンク内に有利に運ばれ、その中で有機溶媒と混合される。

【００７４】

このように、高純度のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の液体組成物は、直接回収される。

【００７５】

文献に提言された他の溶液に関して、液体の状態で提示することは、高ニッケル含量の高価な材料を必要とし、および固体の包装及び解包装の装置を必要とする、固体が形成されるという部分を除くことができる利点を有する。

【００７６】

本発明の好ましい実施態様を添付の図１に示す。

【００７７】

本発明の組成物の調製を可能にする装置は、精製すべきオルト－ジヒドロキシベンジル化合物を、液体の状態（P_1）で、好ましくは、カラム内に一般にカラムの中央部に、ポンプで送る装置（２）を装備した第一のカラム（１）を含む。

【００７８】

このカラムは、その下部に加熱装置［ボイラー］（３）を装備し、その上部に、コンデンサー（５）を通過して出口（６）において排出される気相（P_2）の排出装置（４）を装備し、還流比により決定された画分は、カラム内に送り返され、及び他の画分は、ステンレスで作成された又は好ましくはプラスチックで作成されたパイプ（７）を経て、ステンレススチール又はプラスチックで作成された貯蔵タンク（８）内に送られる。この貯蔵タンクに、有機溶媒（Ｓ）を重力によって、好ましくはポンプを通すことなく加える。

【００７９】

溶媒（Ｓ）は、オルト－ジヒドロキシベンジル化合物を添加する前に、予め（８）に入れてもよい。

【００８０】

このように、高純度のオルト－ジヒドロキシベンジル化合物の液体組成物はタンク（８）内に、望ましくない製品はカラム（９）の下部に、直接的に回収される。

【００８１】

本発明のいくつかの実施例及び比較例を以下に示す。

【００８２】

（実施例１）

実施例を説明するために図（１）を参照する。

【００８３】

約１．０メートルの直径及び約６メートルの高さの、ステンレススチール３０４Ｌで作成されたパックされた蒸留カラム（１）内に、ハイドロキノンと、約４５重量％の純度の最初のピロカテコール及び１００ｐｐｂより多くの鉄を含むピロカテコールとの混合物を、（２）から、５００ｋｇ／ｈの流速で導入する。

【００８４】

カラムの最下部に設置されたボイラー（３）を用いて、２１０℃のオーダーの温度まで加熱を行う。

【００８５】

カラムの還流比を、所望の純度比率を得るように調整する。

【００８６】

気化物質相を、ボイラー（３）に、還流比に応じて調整された流速で供給する。

【００８７】

比率を、３のオーダーになるように選択する。

【００８８】

カラムの最下部（９）で、望ましくない製品、すなわちハイドロキノン及び金属元素を回収する。

【００８９】

カラムの上部（４）で回収される気相を、コンデンサー（５）に送る。これを１２０℃の温度で濃縮する。

【００９０】

これがコンデンサー（６）から出るとき、濃縮された流れの一部を、還流比に従ってカラム内に送り返し、及び他の部分を、ＰＦＡで作成されたパイプ（７）によってＰＦＡで作成されたコンテナ（８）に送る。

【００９１】

コンデンサーから出て溶媒を含むコンテナに入るピロカテコールは、９９．５重量％より高い純度を有し、それぞれの元素は少なくとも０．１ｐｐｂである、以下の元素を含む：Ｓｂ；Ａｓ；Ｂａ；Ｂｅ；Ｂｉ；Ｂ；Ｃｄ；Ｃｒ；Ｃｏ；Ｃｕ；Ｇａ；Ａｕ；Ｌｉ；Ｍｎ；Ｎｉ；Ｐｂ；Ａｇ；Ｓｒ；Ｔａ；Ｔｌ；Ｓｎ；Ｖ；Ｚｎ；Ｚｒ；Ｈｇ；Ｉ。

Ａｌ：５ｐｐｂ
Ｃａ：７．４ｐｐｂ
Ｆｅ：１６ｐｐｂ
Ｍｇ：２．８ｐｐｂ
Ｋ：７．９ｐｐｂ
Ｎａ：３５ｐｐｂ
Ｔｉ：０．３ｐｐｂ

又は、分析された３３化合物について８０ｐｐｂより少ない総量である。

【００９２】

分析は、最も有効なＩＣＰ／ＭＳ（誘導結合プラズマ／マススペクトロメトリー）法の一つを用いて行われた。

【００９３】

溶媒ＤＧＡを、予め８００ｋｇの割合でコンテナ（８）内に導入し、その後、２００ｋｇの容量まで回収されるピロカテコールを得る（これは、２０重量％でピロカテコールの溶液を得ることに相当する。）。

【００９４】

（実施例２）

実施例１の操作を１０００時間行った後、以下の純度のピロカテコールを得る：それぞれ０．１ｐｐｂより少ない以下の元素：Ｉ；Ｓｂ；Ａｓ；Ｂａ；Ｂｅ；Ｂｉ；Ｂ；Ｃｄ；Ｃｏ；Ｃｕ；Ｇａ；Ａｕ；Ｌｉ；Ｍｎ；Ｎｉ；Ｐｂ；Ａｇ；Ｓｒ；Ｔａ；Ｔｌ；Ｓｎ；Ｔｉ；Ｖ；Ｚｎ；Ｚｒ；Ｈｇ；

Ｋ：１２ｐｐｂ

Ｍｇ：２ｐｐｂ
Ｃａ：１２ｐｐｂ
Ｆｅ：６ｐｐｂ
Ｎａ：２６ｐｐｂ
Ｃｒ：２４ｐｐｂ
３３元素の総量は８５ｐｐｂより少ない。

【００９５】
（比較例３）
精製されたピロカテコールを用いて開始する。それぞれの金属の含有量は、５０ｐｐｂより少ない。

【００９６】
蒸留されたピロカテコールを、刃が青銅製であり、ドラムがステンレススチール製であるドラムフレーカー上で断片化する。

【００９７】
得られた断片化されたピロカテコールは、１００ｐｐｂより多い鉄含量を有する。

【００９８】
（実施例４）
モノエタノールアミンＭＥＡ中の２１．５重量％のピロカテコールの溶液を調製する。

【００９９】
この目的のために、実施例１を、モノエタノールアミンを用いて繰り返す。

【０１００】
コンデンサーの出口におけるピロカテコールは、９９．５重量％より高い純度を有し、及び以下の元素を含む：
Ａｌ：２ｐｐｂ
Ｆｅ：１３ｐｐｂ
Ｃｒ：１５ｐｐｂ
Ｃａ：５ｐｐｂ
Ｍｇ：２ｐｐｂ
Ｋ：５ｐｐｂ
Ｎａ：８ｐｐｂ
Ｂｉ：５ｐｐｂ
Ｐｂ：２ｐｐｂ
他の元素は０．１ｐｐｂより少ない。

【０１０１】
（実施例５）
ステンレススチール（ＳｕｌｚｅｒＢＸ）の通常どおりパックされた直径１メートルのカラム上で蒸留することにより精製されたピロカテコールを用いて、実施例１と類似の結果が得られる。カラムの上部で回収された気相を、７５ｍ^{2}の交換面を有するコンデンサーに送る。コンデンサーから出たピロカテコールを、ステンレススチール（３０４）で作成された第一の貯蔵タンク、ステンレススチールで作成されたポンプ、ステンレススチール（３１６Ｌ）で作成された２００メートルの長さのパイプ、ステンレススチール（３１６Ｌ）で作成された第二の貯蔵タンク、ステンレススチールで作成されたポンプを通して、溶媒を含むプラスチック（高密度ポリエチレン）で作成された貯蔵タンク内に移す。

【０１０２】
高純度のピロカテコールの溶液を得るために、予め純粋なピロカテコールを用いて装置を洗浄する必要があることに留意しなければならない。

【０１０３】
ＤＧＡ溶媒と混合される前に、このピロカテコールは、９９．５重量％より高い純度を有し、以下の元素を含有する：Ｓｂ；Ａｓ；Ｂａ；Ｂｅ；Ｂｉ；Ｂ；Ｃｄ；Ｃｒ；Ｃｏ；Ｃｕ；Ｇａ；Ａｕ；Ｌｉ；Ｍｎ；Ｎｉ；Ｐｂ；Ａｇ；Ｓｒ；Ｔａ；ＴＩ；Ｓｎ；Ｖ；Ｚｎ

；Ｚｒ；Ｈｇ；Ｉ；それぞれの元素は０．１ｐｐｂより少ない。
Ａｌ：４．１ｐｐｂ
Ｃａ：４．３ｐｐｂ
Ｆｅ：１３ｐｐｂ
Ｍｇ：１．５ｐｐｂ
Ｋ：３．９ｐｐｂ
Ｎａ：６９ｐｐｂ
Ｔｉ：１ｐｐｂ
又は、分析された３３元素について１００ｐｐｂより少ない総量である。

【０１０４】

ＤＧＡ中の２０重量％のピロカテコールの溶液を得る。

【図面の簡単な説明】

【０１０５】

【図１】本発明の組成物の調製のための装置の概要図である。

【図１】

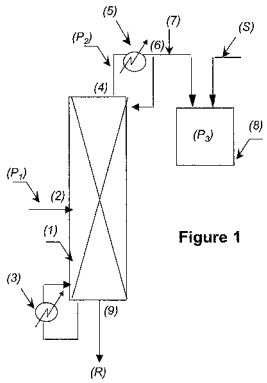


Figure 1

フロントページの続き

(51)Int.Cl.			FI	
C07C	*45/82*	*(2006.01)*	C07C	45/82
C07C	*47/565*	*(2006.01)*	C07C	47/565
C11D	*7/26*	*(2006.01)*	C11D	7/26
C11D	*7/32*	*(2006.01)*	C11D	7/32
C11D	*7/50*	*(2006.01)*	C11D	7/50

(56)参考文献 特開２０００－３２７６１３（ＪＰ，Ａ）
特開２００１－２２８６３５（ＪＰ，Ａ）
国際公開第０３／０６８７１３（WO，Ａ１）
特開昭４９－０６２４２９（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C07C 37/68-37/88、39/08