

【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 1 区分

【発行日】平成23年8月18日 (2011.8.18)

【公表番号】特表2011-506241 (P2011-506241A)

【公表日】平成23年3月3日 (2011.3.3)

【年通号数】公開・登録公報2011-009

【出願番号】特願2010-537296 (P2010-537296)

【国際特許分類】

C 0 1 B 39/04 (2006.01)

B 0 1 J 29/89 (2006.01)

C 0 7 C 249/04 (2006.01)

C 0 7 C 251/44 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 1 B 39/04

B 0 1 J 29/89 Z

C 0 7 C 249/04

C 0 7 C 251/44

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成23年6月21日 (2011.6.21)

【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】

T S - 1 ゼオライトを調製するためのプロセスであって、ケイ素源、チタン源及びテトラプロピルアンモニウムヒドロキシドを含有し、モル比としての以下の組成：

$S i / T i = 35 \sim 150$ 、

$T P A - O H / S i = 0.2 \sim 0.5$  ( T P A = テトラプロピルアンモニウム )、

$H_2O / S i = 4$  以上 10 未満、

$H_2O / T i = 320$  以上

を有する混合物を、自生圧力において、温度  $190 \sim 230$  で、 $0.5 \sim 10$  時間、アルカリ金属の不在下で水熱処理に供することを含むことを特徴とするプロセス。

【請求項 2】

前記水熱処理の終わりに、ゼオライト結晶を単離し、乾燥の後、焼成に供する、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 3】

前記乾燥を温度  $100 \sim 150$  で 1 時間 ~ 15 時間行い、前記焼成を温度  $500 \sim 600$  で  $2 \sim 10$  時間行う、請求項 2 に記載のプロセス。

【請求項 4】

$320$  以上かつ  $600$  以下の  $H_2O / T i$  モル比で行う、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 5】

前記ケイ素源が、シリカゲル、コロイド状シリカ又はテトラアルキルオルトシリケートから選択される、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 6】

前記チタン源が、ハロゲン化チタン及びテトラアルキルオルトチタネートから選択される、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 7】

前記チタン源がテトラアルキルオルトチタネートである、請求項 6 に記載のプロセス。

【請求項 8】

前記ケイ素源がテトラエチルオルトシリケートである、請求項 5 に記載のプロセス。

【請求項 9】

ゼオライト結晶の単離工程、結合相又は結合相前駆体との混合工程、及び形成処理を含む、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 10】

テトラアルキルオルトシリケートを含有する、前記水熱処理から得られる混合物を噴霧乾燥機による急速乾燥に供し、得られるマイクロスフェアを焼成する、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 11】

テトラアルキルアンモニウムヒドロキシドの存在下でのテトラアルキルオルトシリケートの加水分解から得られるオリゴマーシリカゾルを、前記水熱処理から得られる混合物に添加し、前記混合物を、温度 25 ~ その沸点で、1 ~ 48 時間、攪拌下に維持し、次いで、噴霧乾燥機による急速乾燥に供し、得られるマイクロスフェアを焼成する、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 12】

前記オリゴマーシリカが、シリカ源、場合によってはアルミニウム源、テトラアルキルアンモニウムヒドロキシド (TAA-OH) を含み以下のモル組成：

$$\text{TAA-OH} / \text{SiO}_2 = 0.04 \sim 0.40、$$

$$\text{H}_2\text{O} / \text{SiO}_2 = 10 \sim 40、$$

$$\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2 = 0 \sim 0.02$$

を有する混合物を、温度 20 ~ 120 で、0.2 ~ 24 時間、加水分解することによって調製される、請求項 11 に記載のプロセス。

【請求項 13】

主軸が 400 ~ 50 nm の細長い六方晶形態を有する結晶であることを特徴とする TS-1 ゼオライト。

【請求項 14】

結晶格子中の  $\text{SiO}_2 / \text{TiO}_2$  モル比が 40 ~ 200 の範囲内である、請求項 13 に記載のゼオライト。

【請求項 15】

オリゴマーシリカ及び請求項 13 に記載のゼオライトを含む、5 ~ 300  $\mu\text{m}$  の寸法を有するマイクロスフェアの形態のゼオライト系触媒。

【請求項 16】

前記オリゴマーシリカと前記ゼオライトとの質量比が 0.05 ~ 0.70 である、請求項 15 に記載のゼオライト系触媒。

【請求項 17】

前記オリゴマーシリカと前記ゼオライトとの質量比が 0.05 ~ 0.30 である、請求項 16 に記載のゼオライト系触媒。

【請求項 18】

請求項 13 に記載のゼオライト又は請求項 15 に記載のゼオライト系触媒の存在下で行われる、ケトンをおキシム化するためのプロセス。

【請求項 19】

アンモニア及び  $\text{H}_2\text{O}_2$  を用いてケトンをおキシム化するための、請求項 18 に記載のプロセス。

【請求項 20】

シクロヘキサノンをシクロヘキサノンオキシムにアンモオキシム化するための、請求項

18又は19に記載のプロセス。