

【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 01 B 39/04 (2006.01)

B 01 J 29/89 (2006.01)

C 07 C 249/04 (2006.01)

C 07 C 251/44 (2006.01)

C 07 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 01 B 39/04

B 01 J 29/89 Z

C 07 C 249/04

C 07 C 251/44

C 07 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】

TS-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、モル比として以下の組成：

Si / Ti = 3.5 ~ 1.50,

TPA-OH / Si = 0.2 ~ 0.5 (TPA = テトラプロピルアンモニウム),

H₂O / Si = 4以上10未満,

H₂O / Ti = 3.20以上

を有する混合物を、自生圧力において、温度190~230で、0.5~1.0時間、アルカリ金属の不在下で水熱処理に供する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100~150で1時間~1.5時間行い、前記焼成を温度500~600で2~10時間行う、請求項2に記載のプロセス。

【請求項4】

3.20以上かつ6.00以下のH₂O / Ti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：

$$TAA-OH / SiO_2 = 0.04 \sim 0.40,$$

$$H_2O / SiO_2 = 10 \sim 40,$$

$$Al_2O_3 / SiO_2 = 0 \sim 0.02$$

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400～50nm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SiO₂/TiO₂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、5～300μm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、ケトンをオキシム化するためのプロセス。

【請求項19】

アンモニア及びH₂O₂を用いてケトンをアンモオ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】

シクロヘキサンをシクロヘキサンオキシムにアンモオキシム化するための、請求項

1 8 又は 1 9 に記載のプロセス。