

【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20年3月27日(2008.3.27)

【公開番号】特開2002-255943(P2002-255943A)

【公開日】平成14年9月11日(2002.9.11)

【出願番号】特願2001-50017(P2001-50017)

【国際特許分類】

C 07 D 241/04 (2006.01)

【F I】

C 07 D 241/04

【手続補正書】

【提出日】平成20年1月11日(2008.1.11)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

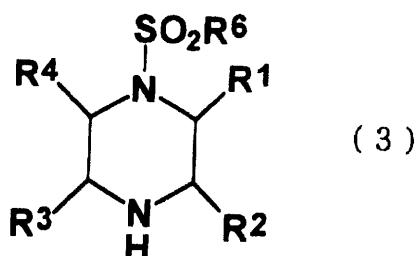
【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0004】

【化12】



(式中、R¹、R²、R³、R⁴は同じであっても異なっていても良く、i)水素原子、ii)ハロゲン原子、iii)炭素数1から4のアルキル基、iv)炭素数1から4のアルコキシル基、v)ニトロ基、vi)シアノ基、vii)カルボキシル基、viii)カルバモイル基、またはix)アルキル基の炭素数が1から4のN-アルキルカルバモイル基を示し、R⁶はi)無置換、または炭素数1から4のアルキル基、炭素数1から4のアルコキシル基、ニトロ基もしくはハロゲン基で置換されたアリール基、ii)無置換、または炭素数1から4のアルキル基、炭素数1から4のアルコキシル基、ニトロ基もしくはハロゲン基で置換されたアラルキル基を示す。)で表されるピペラジン誘導体の塩酸塩を製造する方法として、相当するピペラジン誘導体に等モル程度の酸クロライド、あるいはスルホニルクロライドを反応させる方法が知られている。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0038】

比較例4

温度計、滴下ロート、攪拌機を装着した容量1000mlの反応容器に、ラセミN-tert-ブチル-2-ピペラジンカルボキサミド37.05(200mmol)とエタノール370.8gを仕込んだ。室温下に攪拌して溶解した。滴下ロートに塩化ベンゾイル29.52g(210mmol)を仕込み、このものを6時間かけて滴下して反応させた

。滴下終了後、同温度下で1時間攪拌して熟成した。反応スラリーを約2時間かけて3まで冷却し、更に1時間攪拌を続けた。析出した結晶を遠心濾過し、ケーキを20.0gのエタノールで洗浄した。

得られたケーキを乾燥してラセミ2-tert-ブチルカルボキサミド-4-ベンゾイルピペラジン塩酸塩39.76gを得た。収率は61.0%であった。この結晶の一部を採取し、メタノール中で1N-NaOHaq.で中和したのちガスクマトグラフィー分析したところ、原料N-tert-ブチル-2-ピペラジンカルボキサミドの含有率は0.71%であった。