

【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26年9月4日(2014.9.4)

【公開番号】特開2013-28559(P2013-28559A)

【公開日】平成25年2月7日(2013.2.7)

【年通号数】公開・登録公報2013-007

【出願番号】特願2011-165361(P2011-165361)

【国際特許分類】

C 07 C 69/76 (2006.01)

C 07 C 67/14 (2006.01)

C 07 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 07 C 69/76 Z

C 07 C 67/14

C 07 B 61/00 300

【手続補正書】

【提出日】平成26年7月18日(2014.7.18)

【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】

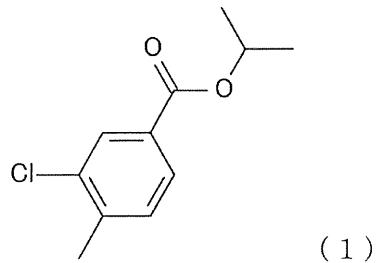
下記式(2)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライドにイソプロピルアルコールを反応させ、下記式(1)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルを製造するに際し、

前記イソプロピルアルコールを前記3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライドの0.9~1.2倍モルの割合で使用し、また、

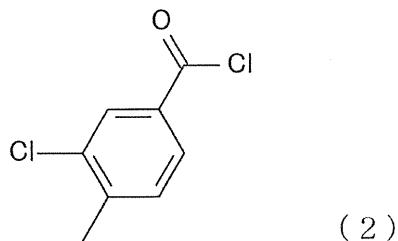
前記イソプロピルアルコールを前記3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライド中に無溶媒及び反応温度60~140の条件下に攪拌しながら滴下して反応させ、

得られた反応生成物を分離精製し、下記式(1)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルを得ることを特徴とする3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルの製造方法。

【化1】



【化2】



【請求項2】

下記式(3)で表わされる4-メチル安息香酸クロライドを塩素及びルイス酸触媒の存在下に核塩素化し、得られた下記式(2)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライドにイソプロピルアルコールを反応させ、下記式(1)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルを製造するに際し、

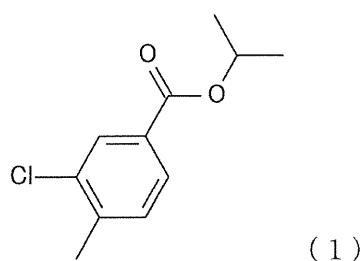
前記核塩素化反応においては、ルイス酸触媒として塩化第二鉄を0.1~1.0重量%の割合で使用すると共に、無溶媒及び塩素導入量0.5倍モル以上の条件下に反応させ、また、

反応終点の塩素化度を0.88~0.91の範囲に制御すると共に、反応終了後には反応容器内を速やかに窒素置換し、更に、

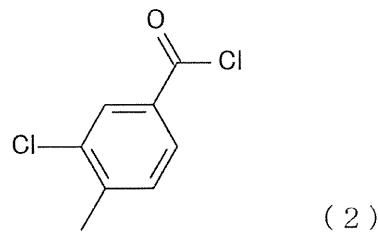
前記エステル化反応においては、前記イソプロピルアルコールを前記3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライドの0.9~1.2倍モルの割合で使用すると共に、前記イソプロピルアルコールを前記3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライド中に無溶媒及び反応温度60~140の条件下に攪拌しながら滴下して反応させ、

次いで得られた反応生成物を分離精製し、下記式(1)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルを得ることを特徴とする3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルの製造方法。

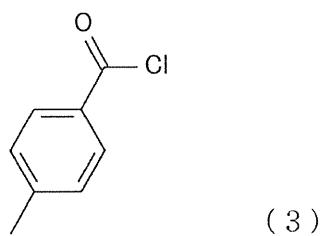
【化1】



【化2】



【化3】



【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0017】

すなわち、本発明は、下記式(2)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライドにイソプロピルアルコールを反応させ、下記式(1)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルを製造するに際し、

前記イソプロピルアルコールを前記3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライドの0.9～1.2倍モルの割合で使用し、また、

前記イソプロピルアルコールを前記3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライド中に無溶媒及び反応温度60～140の条件下に攪拌しながら滴下して反応させ、

得られた反応生成物を分離精製し、下記式(1)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルを得ることを特徴とする3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルの製造方法である。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

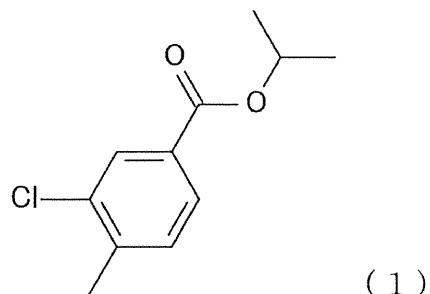
【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

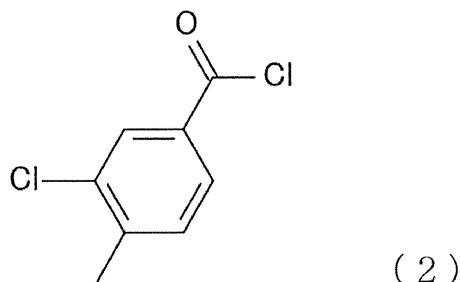
【補正の内容】

【0018】

【化1】



【化2】



【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0019】

また、本発明は、下記式(3)で表わされる4-メチル安息香酸クロライドを塩素及びルイス酸触媒の存在下に核塩素化し、得られた前記式(2)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライドにイソプロピルアルコールを反応させ、前記式(1)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルを製造するに際し、

前記核塩素化反応においては、ルイス酸触媒として塩化第二鉄を0.1~1.0重量%の割合で使用すると共に、無溶媒及び塩素導入量0.5倍モル以上の条件下に反応させ、また、

反応終点の塩素化度を0.88~0.91の範囲に制御すると共に、反応終了後には反応容器内を速やかに窒素置換し、更に、

前記エステル化反応においては、前記イソプロピルアルコールを前記3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライドの0.9~1.2倍モルの割合で使用すると共に、前記イソプロピルアルコールを前記3-クロロ-4-メチル安息香酸クロライド中に無溶媒及び反応温度60~140の条件下に攪拌しながら滴下して反応させ、

次いで得られた反応生成物を分離精製し、前記式(1)で表わされる3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルを得ることを特徴とする3-クロロ-4-メチル安息香酸イソプロピルの製造方法である。