

【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18年6月15日(2006.6.15)

【公表番号】特表2002-517381(P2002-517381A)

【公表日】平成14年6月18日(2002.6.18)

【出願番号】特願2000-548298(P2000-548298)

【国際特許分類】

C 0 7 C 231/02 (2006.01)

C 0 7 C 231/18 (2006.01)

C 0 7 C 237/46 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 231/02

C 0 7 C 231/18

C 0 7 C 237/46

【手続補正書】

【提出日】平成18年4月25日(2006.4.25)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の工程：

a) S - (-) - 5 - [[2 - (アセチルオキシ) - 1 - オキソプロピル] アミノ] - 2 , 4 , 6 - トリヨード - 1 , 3 - ベンゼンジカルボン酸ジクロリド (III) と 2 - アミノ - 1 , 3 - プロパンジオールから出発して、 $C_2 \sim C_5$ アルコール類、グリコールモノアルキルエーテル類、および環状、直鎖状または分岐状のアルキルエーテル類からなる群より選ばれる溶媒中で、S - N , N - ビス [2 - ヒドロキシ - 1 - (ヒドロキシメチル) エチル] - 5 - [[2 - (アセチルオキシ) - 1 - オキソプロピル] アミノ] - 2 , 4 , 6 - トリヨード - 1 , 3 - ベンゼンジカルボキシアミド (II) の形成；および
b) 水を添加して、溶液温度を 50 ~ 70 の範囲に 4 ~ 8 時間保つことによる、化合物 (II) のアセチル基の加水分解

を含む、S - N , N - ビス [2 - ヒドロキシ - 1 - (ヒドロキシメチル) エチル] - 5 - [(2 - ヒドロキシ - 1 - オキソプロピル) アミノ] - 2 , 4 , 6 - トリヨード - 1 , 3 - ベンゼンジカルボキシアミド (I) を製造する方法において、

2 - アミノ - 1 , 3 - プロパンジオールの S - (-) - 5 - [[2 - (アセチルオキシ) - 1 - オキソプロピル] アミノ] - 2 , 4 , 6 - トリヨード - 1 , 3 - ベンゼンジカルボン酸ジクロリドに対するモル比が、6 ~ 25 の範囲であり、反応混合物に、さらなる塩基を添加しないことを特徴とする方法。

【請求項2】 2 - アミノ - 1 , 3 - プロパンジオールの S - (-) - 5 - [[2 - (アセチルオキシ) - 1 - オキソプロピル] アミノ] - 2 , 4 , 6 - トリヨード - 1 , 3 - ベンゼンジカルボン酸ジクロリドに対する最小モル比が、8 ~ 15 の範囲である、請求項1記載の方法。

【請求項3】 溶媒が、直鎖状または分岐状の $C_2 \sim C_5$ アルコールである、請求項1または2記載の方法。

【請求項4】 溶媒が、 $C_2 \sim C_5$ 第二級アルコールからなる群より選ばれる、請求項3記載の方法。

【請求項5】 溶媒が、イソプロパノール、s - ブタノールおよび t - ブタノールか

らなる群より選ばれる、請求項 2 記載の方法。

【請求項 6】 溶媒が、 $C_3 \sim C_7$ のグリコールモノアルキルエーテルである、請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 7】 溶媒が、2 - メトキシエタノールおよび 2 - エトキシエタノールからなる群より選ばれる、請求項 6 記載の方法。

【請求項 8】 溶媒が、 $C_4 \sim C_{10}$ の環状、直鎖状または分岐状のアルキルエーテルである、請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 9】 溶媒が、ジオキサン、ジグリムまたはメチル t - ブチルエーテルから選ばれる、請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 10】 化合物 (II) を製造する反応温度が、 $48 \sim 85$ の範囲であり、反応時間が、2 ~ 6 時間の範囲である、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 11】 さらに、(b) から得られた溶液を、HCl の添加により中和し、続いて濃縮して、マクロ多孔性で高度に架橋したスチレン樹脂上で、次に酸型に再生したスルホン酸型の強カチオン性樹脂上で、そして OH⁻ 型に再生した第二級アミン型の弱アニオン性樹脂上で、溶離により精製することを含む、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 12】 工程 (b) の加水分解を、 $55 \sim 65$ の温度および 5 ~ 7 時間で実施する、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項記載の方法。