

【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 12 月 14 日 (2006.12.14)

【公表番号】特表 2003-512456 (P2003-512456A)

【公表日】平成 15 年 4 月 2 日 (2003.4.2)

【出願番号】特願 2001-533114 (P2001-533114)

【国際特許分類】

C 0 7 D 231/38 (2006.01)

【 F I 】

C 0 7 D 231/38 B

【手続補正書】

【提出日】平成 18 年 10 月 20 日 (2006.10.20)

【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

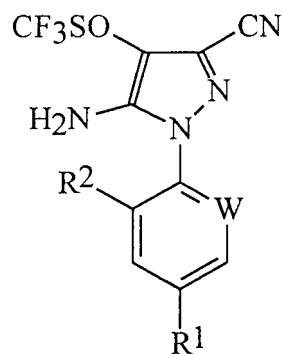
【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 次の式 (I) :

【化 1】



(I)

[式中、W は、窒素または - C R ³ を表しており ;

R ¹ は、ハロゲン、ハロアルキル、ハロアルコキシ、R ⁴ S (O) _n - 、または - S F
5 を表しており ;

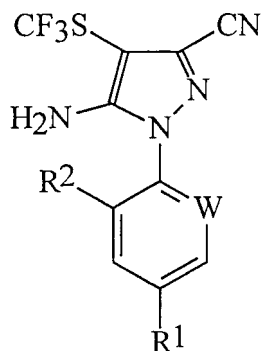
R ² は、水素またはハロゲンを表しており ;

R ³ は、ハロゲンを表しており ;

R ⁴ は、アルキルまたはハロアルキルを表しており ; そして、

n は、0、1、または 2 を表している] で表される化合物を調製するためのプロセス (A) であって、当該プロセスが、次の式 (I I) :

【化 2】



(II)

[式中、 R^1 、 R^2 、及びWは、上で定義された通りのものである] で表される化合物を、腐食抑制化合物の存在下において、トリフルオロ過酢酸で酸化するステップを含む、調製プロセス。

【請求項2】 前記トリフルオロ過酢酸が、トリフルオロ酢酸と過酸化水素との反応によりインサイチュ（*in situ*）で生成される、請求項1記載のプロセス。

【請求項3】 前記腐食抑制化合物がホウ酸である、請求項1または2に記載のプロセス。

【請求項4】 使用される腐食抑制化合物の量が、約0.08から0.2モル当量である、請求項1、2、または3に記載のプロセス。

【請求項5】 使用されるトリフルオロ酢酸の量が1.4から1.5モル当量である、先行する請求項のいずれか一項に記載のプロセス。

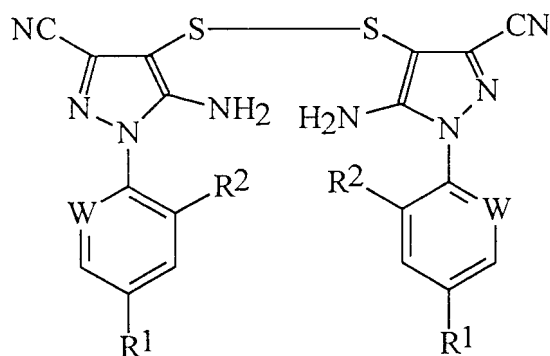
【請求項6】 前記反応において使用される過酸化水素の量が、1.3から1.5当量である、先行する請求項のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項7】 前記反応が10 から15 の温度で実施される、先行する請求項のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項8】 当該プロセスが、更に、前記酸化反応の完了した反応混合物にクロロベンゼンを加えるステップ、及び、蒸留によりトリフルオロ酢酸を回収するステップを含む、先行する請求項のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項9】 請求項1で定義された通りの式（II）で表される化合物を調製するためのプロセス（B）であって、当該プロセスが、次の式（III）：

【化3】



(III)

[式中、 R^1 、 R^2 、及びWは、請求項1で定義された通りのものである] で表されるジスルフィド、ギ酸塩、臭化トリフルオロメチル、及び極性溶媒を含む混合物に二酸化硫黄を加えるステップを含む、調製プロセス。

【請求項 10】 前記溶媒が N, N - ジメチルホルムアミドである、請求項 9 記載のプロセス。

【請求項 11】 前記二酸化硫黄の添加中の反応温度が 35 から 55 である、請求項 9 または 10 に記載のプロセス。

【請求項 12】 前記二酸化硫黄が 0.5 から 2 時間に渡って加えられる、請求項 9、10、または 11 に記載のプロセス。

【請求項 13】 臭化トリフルオロメチル：式 (III) で表されるジスルフィドのモル比が 3 : 1 から 5 : 1 までである、請求項 9 ないし 12 のいずれか一項に記載のプロセス。

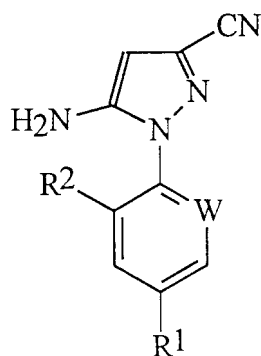
【請求項 14】 式 (III) で表されるジスルフィドに対する二酸化硫黄の使用量が 1.2 から 1.5 モル当量である、請求項 9 ないし 13 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 15】 式 (III) で表されるジスルフィドに対するギ酸塩の使用量が 4 から 6 モル当量である、請求項 9 ないし 14 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 16】 当該プロセスが、更に、結果として得られる式 (II) で表される化合物を、請求項 1 ないし 8 のいずれか一項で定義された通りのプロセスにおける開始材料として使用するステップを含む、請求項 9 ないし 15 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 17】 請求項 9 で定義された通りの式 (III) で表されるジスルフィドを調製するためのプロセス (C) であって；当該プロセスが、有機溶媒中における、次の式 (IV)：

【化 4】



(IV)

[式中、R¹、R²、及び W は、請求項 1 で定義された通りのものである] で表される化合物の溶液に、一塩化硫黄 (S₂Cl₂) を加えるステップを含む、調製プロセス。

【請求項 18】 前記溶媒が、場合によりクロロベンゼンとの混合物としての、トルエン、ジクロロメタンもしくはジクロロエタン、または、アセトニトリル、プロピオニトリル、メチルグルタロニトリル、及びベンゾニトリル等の脂肪族もしくは芳香族のニトリル；または、それらの混合物；から選択される、請求項 17 記載のプロセス。

【請求項 19】 前記溶媒がアセトニトリルである、請求項 17 または 18 に記載のプロセス。

【請求項 20】 前記一塩化硫黄の純度が 99.4% から 99.9% w/w である、請求項 17、18、または 19 に記載のプロセス。

【請求項 21】 前記溶媒としてアセトニトリルが使用されるとき、水の含量が < 1000 ppm であり、エタノールの含量が < 1500 ppm であり、そして、アンモニアの含量が < 100 ppm である、請求項 17 ないし 20 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 22】 前記一塩化硫黄の添加時間が 1 分から 10 分である、請求項 17 ないし 21 に記載のプロセス。

いし 2 1 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 2 3】 前記一塩化硫黄の添加開始時における前記混合物の反応温度が、5 から 2 5 までである、請求項 1 7 ないし 2 2 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 2 4】 当該プロセスが、更に、式 (I I I) で表されるジスルフィドを：

a) 塩化水素を除去するため、前記ジスルフィドを含有する反応混合物を減圧下において加熱すること；

b) その結果として生じる脱気された反応混合物を大気圧下で加熱し、続いて、約 3 0 に冷却すること；

c) 弱塩基を加えることにより、該反応混合物の p H を 6 . 5 から 7 に調整すること；及び

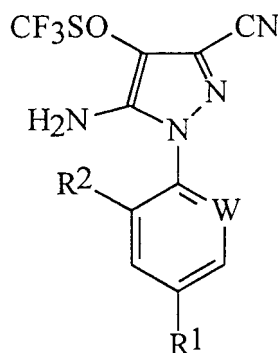
d) 該混合物を約 5 の温度に冷却し、そして、濾過により前記所望のジスルフィドを単離すること；

により精製することを含む、請求項 1 7 ないし 2 3 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 2 5】 当該プロセスが、更に、その結果として生じる式 (I I I) で表されるジスルフィドを、請求項 9 ないし 1 6 のいずれか一項で定義された通りのプロセスにおける開始材料として使用することを含む、請求項 1 7 ないし 2 4 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 2 6】 次の式 (I)：

【化 5】



(I)

[式中、W は、窒素または - C R ³ を表しており；

R ¹ は、ハロゲン、ハロアルキル、ハロアルコキシ、R ⁴ S (O) _n -、または - S F ₅ を表しており；

R ² は、水素またはハロゲンを表しており；

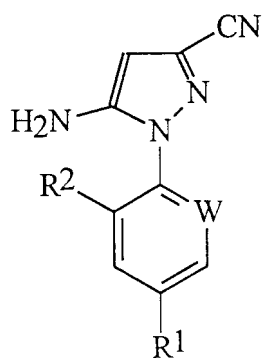
R ³ は、ハロゲンを表しており；

R ⁴ は、アルキルまたはハロアルキルを表しており；そして、

n は、0、1、または 2 を表している] で表される化合物を調製するためのプロセスであって、当該プロセスが：

(a) 有機溶媒中における次の式 (I V)：

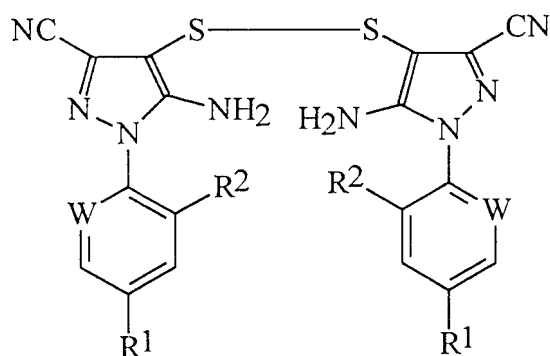
【化 6】



(IV)

[式中、 R^1 、 R^2 、及びWは、上で定義された通りのものである] で表される化合物の溶液に一塩化硫黄 (S_2Cl_2) を加えて、次の式 (III) :

【化7】

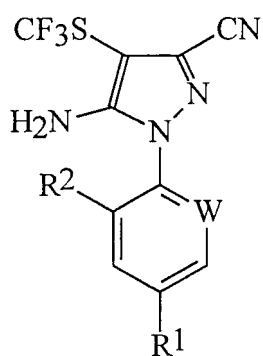


(III)

[式中、 R^1 、 R^2 、及びWは、上で定義された通りのものである] で表されるジスルフィドを生成すること ;

(b) 次の式 (II) :

【化8】



(II)

[式中、 R^1 、 R^2 、及びWは、上で定義された通りのものである] で表される化合物を生成するため、式 (III) で表されるジスルフィド、ギ酸塩、臭化トリフルオロメチル、及び極性溶媒からなる混合物に二酸化硫黄を加えること ; 及び

(c) 腐食抑制化合物の存在下において、式 (II) で表される前記化合物をトリフル

オロ過酢酸で酸化すること；
を含む、調製プロセス。

【請求項 27】 式 (I) で表される前記化合物が：

5 - アミノ - 1 - (2 , 6 - ジクロロ - 4 - トリフルオロメチルフェニル) - 3 - シア
ノ - 4 - トリフルオロメチルスルフィニルピラゾ - ル；

である、請求項 1 ないし 8 または請求項 26 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 28】 式 (II) で表される前記化合物が：

5 - アミノ - 1 - (2 , 6 - ジクロロ - 4 - トリフルオロメチルフェニル) - 3 - シア
ノ - 4 - トリフルオロメチルチオピラゾ - ル；

である、請求項 9 ないし 16 または請求項 26 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 29】 式 (III) で表される前記化合物が：

5 - アミノ - 1 - (2 , 6 - ジクロロ - 4 - トリフルオロメチルフェニル) - 3 - シア
ノピラゾ - ル - 4 - イルジスルフィド；

である、請求項 17 ないし 26 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 30】 R^1 が、トリフルオロメチル、トリフルオロメトキシ、または - S
F₅ を表しており；

W が - C R³ を表しており；そして

R² 及び R³ が塩素を表している；

先行する請求項のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 31】 請求項 1、16、または 26 のいずれか一項で定義された通りのプ
ロセスで生成されたときの、請求項 1 で定義された通りの式 (I) で表される化合物。