

【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 07 D 231/38 (2006.01)**

【F I】

C 07 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

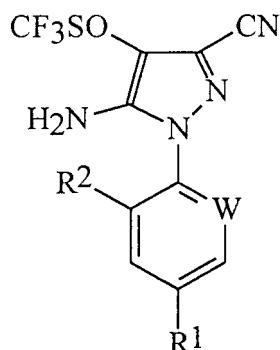
【補正方法】変更

【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-CR<sup>3</sup>を表しており；

R<sup>1</sup>は、ハロゲン、ハロアルキル、ハロアルコキシ、R<sup>4</sup>S(O)<sub>n</sub>-、または-SF<sub>5</sub>を表しており；

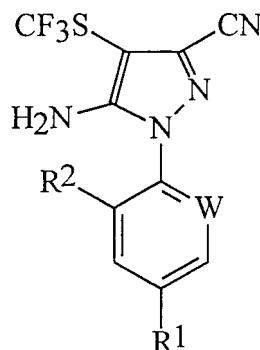
R<sup>2</sup>は、水素またはハロゲンを表しており；

R<sup>3</sup>は、ハロゲンを表しており；

R<sup>4</sup>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(II)：

【化2】



(II)

[式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、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ー(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14から15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。

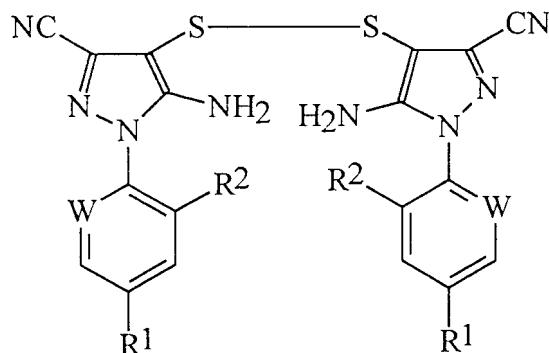
【請求項6】 前記反応において使用される過酸化水素の量が、1.3から1.5当量である、先行する請求項のいずれか一項に記載のプロセス。

【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<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、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。

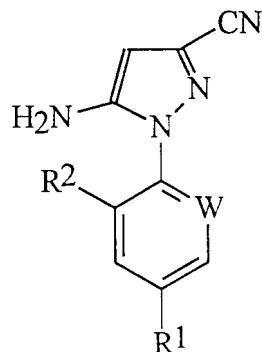
【請求項 14】 式(III)で表されるジスルフィドに対する二酸化硫黄の使用量が1.2から1.5モル当量である、請求項9ないし13のいずれか一項に記載のプロセス。

【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、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、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(S<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)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<1000ppmであり、エタノールの含量が<1500ppmであり、そして、アンモニアの含量が<100ppm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 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25までである、請求項17ないし22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(II)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30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pHを6.5から7に調整すること；及び

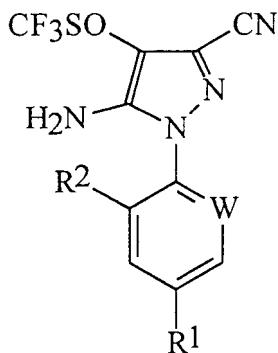
d) 該混合物を約5の温度に冷却し、そして、濾過により前記所望のジスルフィドを単離すること；

により精製することを含む、請求項17ないし23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(II)で表されるジスルフィドを、請求項9ないし16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17ないし24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-CR<sup>3</sup>を表しており；

R<sup>1</sup>は、ハロゲン、ハロアルキル、ハロアルコキシ、R<sup>4</sup>S(O)<sub>n</sub>-、または-SF<sub>5</sub>を表しており；

R<sup>2</sup>は、水素またはハロゲンを表しており；

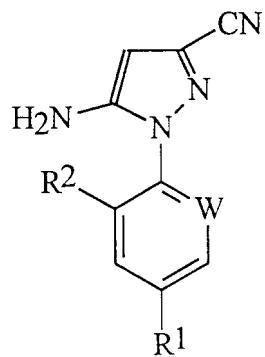
R<sup>3</sup>は、ハロゲンを表しており；

R<sup>4</sup>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(IV)：

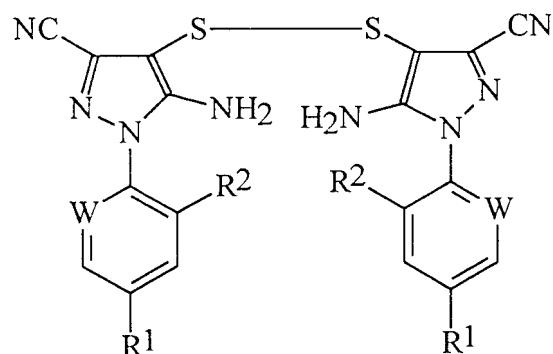
【化6】



(IV)

[式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、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<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)を加えて、次の式(III)：

【化7】

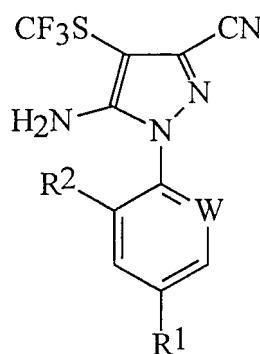


(III)

[式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、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<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、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ール；

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ール；

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-シアノピラゾール-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- $SF_5$  を表しており；

$W$  が- $CR^3$  を表しており；そして

$R^2$  及び  $R^3$  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。