

【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19年7月12日(2007.7.12)

【公開番号】特開2001-335540(P2001-335540A)

【公開日】平成13年12月4日(2001.12.4)

【出願番号】特願2000-157699(P2000-157699)

【国際特許分類】

C 0 7 C 68/02 (2006.01)

B 0 1 J 31/02 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

C 0 7 C 69/96 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 68/02 A

B 0 1 J 31/02 1 0 2 Z

C 0 7 B 61/00 3 0 0

C 0 7 C 69/96 A

【手続補正書】

【提出日】平成19年5月28日(2007.5.28)

【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】

ヒドロキシ基含有アリール化合物とホスゲンとを、下記一般式(1)で表されるウレア化合物を触媒として反応させることを特徴とするクロロ蟻酸アリールエステルの製造方法。

【化1】



(式中、 R_1 、 R_2 は同一であっても異なっても良く、炭素数2~7のアルキレン基、または $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}_3)\text{OCH}(\text{R}_3)\text{CH}_2-$ で表されるアルキレンエーテル基を表す。ただし、 R_3 は水素原子、メチル基またはエチル基を表す。)

【請求項2】

前記一般式(1)で表されるウレア化合物が、モルホリン、2,6-ジメチルモルホリン、ピロリジン、2,4-ジメチルピロリジン、2,5-ジメチルピロリジン、ピペリジン、2-エチルピペリジン、3,5-ジメチルピペリジンおよび2,6-ジメチルピペリジンから選ばれた1種以上の環状アミンとホスゲンを反応して得られるウレア化合物である、請求項1記載のクロロ蟻酸アリールエステルの製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0003

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0003】

たとえば、EP-743298では、単環の環状ウレアを触媒とし、フェノール類に60～180でホスゲンを反応させる方法が提案されているが、触媒活性が低く、EP-542117および特公昭62-61581では、フェノールとホスゲンの反応において、有機リン系化合物を触媒として用いる方法が提案されているが、排水上問題がある。また、特公昭51-33897では、N,N-ジアルキル化酸アミド、具体的にはN,N,N',N'-テトラメチルウレア（以下TMUと略称する）を触媒とし、70～130でホスゲンを導入し反応させる方法が提案されている。TMUはヒドロキシ基含有化合物とホスゲンの反応における触媒活性は比較的高いが、反応中にTMUがホスゲンと反応し、N,N-ジメチルカルバモイルクロライドを生成すると共に、更に共存するヒドロキシ含有アリール化合物との反応物を副生し、医薬品用途向け製品の製造法としては問題が残っており、EP-32245では、フェノール類とホスゲンの反応において、4級アンモニウム塩を触媒として用いる方法が提案されているが、特公昭51-33897同様副生物の生成が多い。

【手続補正3】

【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】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は前記のような従来技術に伴う問題点を解決しようとするものであり、具体的な課題はヒドロキシ基含有アリール化合物とホスゲンの反応によるクロロ蟻酸アリールエステルの製造方法において、第1に副生不純物が少なく高純度製品が得られることであり、第2に反応中における触媒の安定性が良好で、触媒のリサイクルが可能であり、第3に高収率である、高品質クロロ蟻酸アリールエステルの効率的な製造方法を提供することにある。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0005

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は前記課題を解決するために種々の検討を行い、本発明を完成させた。すなわち、本発明はヒドロキシ基含有アリール化合物とホスゲンとを下記一般式(1)で表されるウレア化合物を触媒として反応させることを特徴とするクロロ蟻酸アリールエステルの製造方法である。

【化2】



(式中、R₁、R₂は同一であっても異なっても良く、炭素数2～7のアルキレン基、または-CH₂CH(R₃)OCH(R₃)CH₂-で表されるアルキレンエーテル基を表す。ただし、R₃は水素原子、メチル基またはエチル基を表す。)

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 0 1 9

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 1 9 】

【発明の効果】

本発明のクロロ蟻酸アリールエステルの製造方法は、触媒の繰り返し反応が可能な効率的な製造方法であり、かつ得られたクロロ蟻酸アリールエステルは非常に高純度であり、工業的価値は高い。