

【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25年12月19日(2013.12.19)

【公表番号】特表2013-538201(P2013-538201A)

【公表日】平成25年10月10日(2013.10.10)

【年通号数】公開・登録公報2013-056

【出願番号】特願2013-525168(P2013-525168)

【国際特許分類】

C 07C 209/68 (2006.01)

C 07C 211/52 (2006.01)

C 07C 209/74 (2006.01)

【F I】

C 07C 209/68

C 07C 211/52

C 07C 209/74

【手続補正書】

【提出日】平成25年10月30日(2013.10.30)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0045】

例1～14の詳細および結果を、下の表1にまとめた。RRTという略語は、相対保持時間(relative retention time)を意味する。

【表1】

例	酸	モル比 酸: アニリン	モル比 Cl ₂ : アニリン	反応温度 (°C)	時間 (h)	生成混合物中の割合(%) ⁽¹⁾			
						2,6-DEA	3-Cl-2,6- DEA	4-Cl-2,6- DEA	3,5-diCl- 2,6-DEA
閉鎖系(オートクレーブ)									
1	96% H ₂ SO ₄	3:1	1:1	30	3	4.4	94.4	0.0	0.3
2	96% H ₂ SO ₄	3:1	1:1	30	1	3.3	91.9	0.0	0.3
3	96% H ₂ SO ₄	3:1	1:1	30	0.5	7.9	90.9	0.0	0.3
4	96% H ₂ SO ₄	3:1	1.05:1	30	6	0.0	94.9	0.0	1.3
5	96% H ₂ SO ₄	15:1	0.95:1	15	3	8.7	90.4	0.0	0.1
6	70% H ₂ SO ₄	10.7:1	0.97:1	30	3	<u>13.6</u>	<u>67.9</u>	1.5	0.1
7 ⁽²⁾	96% H ₂ SO ₄	15:1	0.97:1	30	1	3.2	92.5	0.0	0.5
8	ClSO ₃ H	7:1	1:1	30	3	0.0	18.6	0.0	10.5
9	96% H ₂ SO ₄	15:1	2.2:1	30	3	0.0	40.5	0.0	54.5
10	96% H ₂ SO ₄	15:1	2.1:1	80	3	0.0	12.7	0.0	55.4
11	96% H ₂ SO ₄	20:1	4.0:1	35	4.5	0.0	8.3	0.0	71.2
開放系									
12	96% H ₂ SO ₄	15:1	10:1	80	3	2.4	94.8	0.8	0.0
13	96% H ₂ SO ₄	15:1	5:1	80	3	37.8	60.4	0.0	0.2
14	96% H ₂ SO ₄	2:1	5:1	80	3	71.3	16.3	0.0	0.0

(1)生成混合物中の各化合物の割合は、ガスクロマトグラムでの、それぞれのピークの面積に基づき計算している(2,6-DEA=2,6-ジエチルアニリン、t_R=10.1分、RRT=0.62;3-Cl-2,6-DEA=3-クロロ-2,6-ジエチルアニリン、t_R=15.9分、RRT=1.00;3,5-diCl-2,6-DEA=3,5-ジクロロ-2,6-ジエチルアニリン、t_R=17.6分、RRT=1.11;4-Cl-2,6-DEA=4-クロロ-2,6-ジエチルアニリン、t_R=16.4分、RRT=1.03)

(2)混合出発材料:2,6-ジアルキルアニリンおよび3-クロロ-2,6-ジアルキルアニリン