

公 告 本

申請日期	1998. 11. 7
案 號	87118558
類 別	07

A4
C4

458967

9814989

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書		
一、發明 名稱	中 文	二碳酸二第三丁酯之製法
	英 文	PROCESS FOR PRODUCING DI-TERT-BUTYL DICARBONATE
二、發明 創作人	姓 名	1. 平野直樹 2. 岩崎史哲
	國 籍	1-2 皆屬日本
	住、居所	1. 山口縣德山市御影町1番1號 株式會社トクヤマ内 2. 同上所
三、申請人	姓 名 (名稱)	德山股份有限公司 (株式會社トクヤマ)
	國 籍	日本
	住、居所 (事務所)	山口縣德山市御影町1番1號
	代 表 人 姓 名	三浦勇一

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

裝

訂

線

458967

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ☒有 ☐無主張優先權
日本 1997年11月10日特願平9-307368號(主張優先權)

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

發明領域

本發明是關於以第三丁醇和鹼金屬作為起始材料進行連續反應製備二碳酸二第三丁酯之方法。明確的說，本發明二碳酸二第三丁酯之嶄新製法是透過一連串的反应步驟，其中的第三丁醇在最終步驟之前不僅是作為反應產物，同時還扮演著溶劑之角色，因此在各反應步驟中間不需有分離中間產物之程序。

先前技術描述

作為在藥品及農業化學品之合成過程中保護胺基用的試劑，二碳酸二第三丁酯是其中極重要的化合物之一。

傳統上用來合成二碳酸二第三丁酯之方法包括：先使第三丁醇鹼金屬溶於烴溶劑中，然後加入二氧化碳與溶液反應將其轉化成鹼金屬碳酸一第三丁酯，所得化合物再於三級胺存在的情況下與芳族磺醯鹵反應之方法（參見JP-A 4-103562）（所謂JP-A為Unexamined Published Japanese Patent Application之縮寫）；或在相轉移劑和／或芳胺存在的情況下用以上製得之鹼金屬碳酸一第三丁醇與甲磺醯氯反應之方法（參見JP-A 4-217643）；或在三級胺存在的情況下用以上製得之鹼金屬碳酸一第三丁酯與光氣反應之方法（參見JP-A 63-51358），等等。

以上所有方法都必須用第三丁醇鹼金屬作為起始材料。第三丁醇鹼金屬是一種在市面上可以買到之試劑，一般是利用過量第三丁醇與鹼金屬之反應製備，所得產物

五、發明說明(2)

通常鹼金屬與第三丁醇之複合物型態。如果單單對反應混合物加熱濃縮以蒸餾掉過量的第三丁醇，則無法分離出第三丁醇鹼金屬。因此在濃縮之後，還必須在高溫及高真空條件下利用揮發作用純化，或添加惰性溶劑進行共沸蒸餾，但這些操作程序都相當複雜。此外，由於第三丁醇鹼金屬具吸濕性，且容易分解成第三丁醇和鹼金屬氧氧化物，處理時要特別小心，因此要以第三丁醇鹼金屬作為工業原料是相當不容易的。

在捷克專利第247846號中揭示一種用第三丁醇和鈉製備二碳酸二第三丁酯之方法，該方法不需分離第三丁醇鈉之步驟。但是，其中一第三丁基碳酸鈉與對甲苯磺鹵之反應需耗費20小時的時間，因為該反應是在沒有觸媒存在的情況下進行，而且所使用的溶劑是由大量甲苯與N,N-二甲基甲醯胺混合在一起製得。

發明簡述

本發明之目的，在於提供一種簡單且產率又高的用鹼金屬和第三丁醇製備碳酸二第三丁酯之方法。

本發明之另一目的，在於提供一種在工業上極佔優勢的利用連串反應製備碳酸二第三丁酯之高產率方法，而且此種方法在各反應步驟中間不需要分離中間產物之程序。

本發明之再一目的，在於提供一種可以短時間製備二碳酸二第三丁酯之高產率方法。

本發明之其他目的及優點從以下敘述即可獲得明瞭。

五、發明說明(3)

較佳實施例描述

根據本發明，藉由以下製備二碳酸二第三丁酯之方法即可達成本發明之目的，步驟如下：

- (A) 相對於每莫耳鹼金屬基底，用至少5莫耳第三丁醇與鹼金屬反應形成第三丁醇鹼金屬；
- (B) 將二氧化碳加入從步驟(A)製得之反應混合物中，形成鹼金屬碳酸一第三丁酯，此步驟不需從反應混合物中分離第三丁醇鹼金屬之程序；
- (C) 使芳族磺醯鹵和第三丁醇與從步驟(B)製得之反應混合物互相混合及反應，形成二碳酸二第三丁酯，此步驟不需從反應混合物中分離鹼金屬碳酸一第三丁酯之程序。

本發明進一步還要提供一種使第三丁醇作為反應溶劑再循環之方法，其中第三丁醇在被回收之後，是同時作為步驟(A)之原料及溶劑使用。

本發明二碳酸二第三丁酯之製法包含三個合成步驟。其中步驟(A)是用第三丁醇與鹼金屬形成第三丁醇鹼金屬之反應。

適用於本發明之鹼金屬並沒有特別的限制，但以鈉和鉀為較佳，其中由於鈉取得容易，價格又便宜，最適合採用。

鹼金屬之形狀也沒有特別的限制，但為提高反應性，以片狀和粒狀為較佳，特佳的是直徑在1-1000 μm 之間且分散在介質當中之粒狀鹼金屬。

五、發明說明(4)

第三丁醇與鹼金屬反應時，第三丁醇之莫耳量以大於或等於鹼金屬為準。但是，如果第三丁醇也兼作溶劑使用時，用量太低會發生黏聚或凝聚現象，而造成攪拌困難等問題。為避免此種問題發生，相對於每莫耳鹼金屬基底，第三丁醇之用量以至少5莫耳為較佳。反之，第三丁醇用量如太多，則在反應之後回收溶劑之程序將會變得複雜，而且回收設備也會因太大而變得不夠經濟。因此，相對於每莫耳鹼金屬基底，第三丁醇之用量以介於5-50莫耳之間為較佳，而以介於7-30莫耳之間為更佳。

步驟(A)之反應溫度並沒有特別的限制。但是，反應溫度太低會使得反應速率變慢，因此，反應溫度以20℃以上為較佳，其上限以不超過第三丁醇之沸點為準。同時，由於反應可在壓力下進行，反應溫度一般是介於20-200℃之間，而以介於50-160℃之間為較佳。反應時間是以長到足夠讓鹼金屬完全反應殆盡之程度為準，由於反應時間會受到鹼金屬形狀或反應溫度之影響，因此其長短並不固定，通常以介於0.1-30小時之間為較佳。

當步驟(A)完成之後，所得反應混合物即可在隨後的步驟(B)中使用，而不需分離在步驟(A)中形成的第三丁醇鹼金屬之程序。因此，當步驟(A)完成之後，步驟(B)可繼續使用同一反應器，但是也可以先將反應器中的反應混合物移到另一反應器之後再行利用。在進行步驟(B)之際，可同時進行溶劑等之添加。

在步驟(B)中使第三丁醇鹼金屬與二氧化碳進行反應

五、發明說明(5)

之方法並沒有特別的制限。可採用將二氧化碳吹入反應溶液中之方法；也可以採用使反應在二氧化碳氣氛中進行之方法；或採用在二氧化碳壓力下進行反應之方法。如係採用最後一種方法，則可維持二氧化碳之分壓或總壓在 0.01kg/cm^2 以上，此壓力以介於 $0.01-40\text{kg/cm}^2$ 為較佳，又以介於 $0.1-20\text{kg/cm}^2$ 為更佳。

步驟(B)之反應溫度也沒有特別的制限，但太低則反應速率會變慢，而太高則產物會分解，因此反應溫度一般是介於 $0-200^\circ\text{C}$ 之間，而以介於 $20-150^\circ\text{C}$ 之間為較佳。雖然反應時間會受到第三丁醇鹼金屬與二氧化碳之反應方法或反應溫度之影響而無法固定，但一般其範圍係介於 $0.1-30$ 小時之間，反應終點通常係藉由測定二氧化碳之消耗量來作判定。

當步驟(B)完成之後，在步驟(B)製得之反應混合物即直接存隨後的步驟(C)中使用，而不需對步驟(B)中所形成的第三丁醇鹼金屬進行分離之程序。因此步驟(C)可接著直接進行反應，或在將步驟(B)得到之反應混合物移到另一反應器之後才進行反應。

在步驟(C)中，必須從各種不同的磺醯鹵化合物中選出適用的芳族磺醯鹵。在本發明中，若使用傳統的其他磺醯鹵，例如甲磺醯鹵之類的脂族磺醯鹵，則二碳酸二第三丁酯之產率會大幅降低，因此並不適用。

關於步驟(C)中所使用之芳族磺醯鹵並沒有任何限制

五、發明說明()

，其中鹵磺醯基與芳香環互相鍵結之一些已知的化合物是適合的。適用於本發明之芳族磺醯鹵的例子包括苯磺醯氯，對甲苯磺醯氯，對乙基苯磺醯氯，2,4-二甲基苯磺醯氯，對氯苯磺醯氯，對溴苯磺醯氯，對硝苯磺醯氯，2,4-二氯苯磺醯氯，苯磺醯溴，對甲苯磺醯溴，對氯苯磺醯溴，苯磺醯碘，等等。從經濟的觀點來看，其中以苯磺醯氯和對甲苯磺醯氯為較佳。

一般而言，相對於步驟(A)中每莫耳鹼金屬用量基底，芳族磺醯鹵之用量以介於0.3-0.5莫耳之間為較佳，因為每莫耳二碳酸二第三丁酯可產生2莫耳的鹼金屬碳酸一第三丁酯。若芳族磺醯鹵之用量超過0.5莫耳，則發生副反應的可能性會提高。

一般使用之普通三級胺皆適用於步驟(C)中，並沒有特別的限制。適用的三級胺之例子包括脂族三級胺，例如三甲胺，三乙胺，N,N,N',N'-四甲基乙二胺，N,N,N',N'-四乙基乙二胺，N,N,N',N'-四甲-1,3-丙二胺，N,N,N',N'-四甲-1,4-丁二胺，N,N,N',N'-四甲-1,6-己二胺，N,N,N',N'-四乙-1,3-丙二胺，N,N,N',N'-四乙-1,4-丁二胺，N,N,N',N'-四乙-1,6-己二胺，雙-[2-(N,N-二甲基胺基)乙基]醚，雙-[2-(N,N-二甲基胺基)丙基]醚，硫化雙-[2-(N,N-二甲基胺基)乙基]，硫化雙-[2-(N,N-二甲基胺基)丙基]，2-(N,N-二甲基胺基)乙基乙醚，硫化2-(N,N-二甲基胺基)乙基乙醚，雙-[2-(N,N-二甲基胺基)乙基]甲胺和2-二甲基胺基乙醇；脂環三級胺，例如1,4-二甲基六氫吡啶，1,4-

五、發明說明(7)

二氮雜雙環[2.2.2]辛烷，N-甲基嗎啉和N-乙基嗎啉；雜環三級胺，例如吡啶，4-氯吡啶，4-溴吡啶，4-羥吡啶，4-N,N-二甲基胺基吡啶和4-吡咯啉基吡啶；和芳族三級胺，例如N,N-二甲基苯甲胺，N,N-二乙基苯甲胺和N,N-二甲基苯胺；等等。

當目標產物之高產率是重要的考慮因素時，則上述三級胺中較佳的是N,N,N',N'-四甲基乙二胺，N,N,N',N'-四乙基乙二胺，N,N,N',N'-四甲-1,3-丙二胺，N,N,N',N'-四甲-1,6-己二胺，N,N,N',N'-四甲-1,4-丁二胺，N,N,N',N'-四乙-1,4-丁二胺，2-甲基胺基乙醇，吡啶，N,N-二甲基苯甲胺，N,N-二乙基苯甲胺，1,4-二甲基六氯吡嘧，1,4-二氮雜雙環[2.2.2]辛烷和N-甲基嗎啉。

上述三級胺之用量並沒有特別的限制，為如果想獲致夠快的反應速率，則相對於每莫耳鹼金屬用量基底，其範圍以介於0.0001-0.2莫耳為較佳，而以介於0.001-0.1莫耳為更佳。

步驟(C)之反應溫度也沒有特別的限制，但太低則反應速率會變慢，而太高則產物會分解。因此反應溫度一般是介於0-100℃之間，而以介於20-80℃之間為較佳。雖然反應時間會受到三級胺之含量或反應溫度之影響而無法固定，但一般其範圍係介於0.1-30小時之間。

步驟(C)在大氣壓，增壓或減壓下進行皆可，為抑制鹼金屬碳酸一第三丁酯之分解，步驟(C)最好是在大氣壓或二氧化碳氣氛或二氧化碳壓力下進行，如係採用最

五、發明說明 (8)

後一種方法，則二氧化碳之分壓或總壓以介於 0.01-40 kg/cm^2 為較佳，而以介於 0.1-20 kg/cm^2 為更佳。

在本發明每一反應步驟中，除第三丁醇之外，其他惰性溶劑也適用。如使用其他惰性溶劑，而且將反應速率及目標產物之產率列入考慮的情況，則相對於每份體積第三丁醇基底，其他惰性溶劑之用量以 0.1 份體積以下為較佳，而以 0.05 份體積以下為更佳。最佳的是只使用第三丁醇作為溶劑。

其他惰性溶劑之種類並沒有特別的制限，這些溶劑之例子包括芳族烴，例如苯，甲苯和二甲苯；脂族烴，例如己烷和庚烷；脂族烴鹵化物，例如二氯甲烷和四氯化碳；醚類，例如 1,4-二噁烷和四氫呋喃；腈類，例如乙腈和丙腈；醯胺類，例如 N,N-二甲基甲醯胺，N,N-二甲基乙醯胺和 N-甲基吡咯啉酮；二甲亞砜；等等。

在步驟 (C) 中形成的碳酸二第三丁酯之分離和純化方法並沒有特別的制限，傳統方法皆可適用，例如，反應完成之後將溶劑蒸餾掉之方法：先加水，然後用與水不互溶之有機溶劑萃取碳酸二第三丁酯，最後從有機層中蒸餾掉溶劑。

依此程序製得之碳酸二第三丁酯，適合在反應中直接用來保護所要化合物之胺基，或視情況先藉由蒸餾等程序在脫色及純化之後使用。

在此程序中，藉由蒸餾分離出來之溶劑，尤其是第三丁醇，可直接或經純化之後在步驟 (A) 中再度使用。

五、發明說明(3)

本發明使得用第三丁醇和鹼金屬製備二碳酸二第三丁酯之方法變為可行，其方法是連續進行(A)到(C)三個反應步驟，其中係使用第三丁醇作為形成第三丁醇鹼金屬的原料之一，第三丁醇鹼金屬同時又作為溶劑，而磺醯鹵化合物係採用芳族磺醯鹵，並且在各反應步驟中間不需分離如第三丁醇鹼金屬之類中間產物之複雜操作。因此本發明方法在工業應用上極佔優勢。

以下將參照各例子對本發明作更詳盡之說明。然而，這些例子對本發明並無任何限制。

實施例 1

將 232.5g (3.14 莫耳) 第三丁醇和 7.8g (0.339 莫耳) 鈉片裝入具有攪拌器，溫度計，壓力計和氣體入口管之 1000ml 玻璃熱壓釜中，在 83℃ 下反應 6 小時(步驟(A))。當固體鈉消失之後隨即注入二氧化碳，然後在 80℃ 及 5kg/cm² 壓力下(其中二氧化碳分壓 4kg/cm²，空氣分壓 1kg/cm²)進行反應(步驟(B))。冷卻之後加入 29.08g (0.1525 莫耳) 對甲苯磺醯氯和 0.39g (3.39×10^{-3} 莫耳) N,N,N',N'-四甲基乙二胺，然後在 30℃ 及 3kg/cm² 壓力下(其中二氧化碳分壓 2kg/cm²，空氣分壓 1kg/cm²)反應 3 小時(步驟(C))。反應完畢之後利用蒸餾回收第三丁醇溶劑，方法是加入 300ml 水到殘餘中將殘餘鹽溶解，然後用 250ml 甲苯萃取二碳酸二第三丁酯。有機層用 150ml 水洗滌兩次之後，蒸餾掉有機溶劑，得到 27.86g 二碳酸二第三丁酯。相對於對甲苯磺醯氯基底，其產率

五、發明說明(10)

為 83.7%。回收之第三丁醇兼作為步驟(A)之原料及溶劑使用。

實施例 2-9

重複實施例 1 程序，但其中步驟(C)之反應時間，芳族磺醯鹵和三級胺如表 1 所示有所改變，結果示於表 1 中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (11)

表 1

實施例	芳族磺醯鹵 (0.1525莫耳)	三級胺 (0.339×10^{-3} 莫耳)	反應時間 (小時)	產率 (%)
2	對甲苯磺醯氯	1,4-二甲基六氫吡啶	3	82.8
3	對甲苯磺醯氯	吡啶	10	75.4
4	對甲苯磺醯氯	N,N-二甲基苯胺	5	76.8
5	對甲苯磺醯氯	N-甲基嗎啉	10	72.6
6	對甲苯磺醯氯	N,N,N',N'-四甲-1,3-丙二胺	3	83.2
7	苯磺醯氯	N,N,N',N'-四甲基乙二胺	4	81.2
8	苯磺醯氯	1,4-二甲基六氫吡啶	4	80.3
9	苯磺醯氯	N,N-二甲基苯胺	6	74.5

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(12)

實施例 10 和 11

重複實施例 1 程序，但其中第三丁醇之用量如表 2 所示有所改變。結果示於表 2 中。

表 2

實施例	第三丁醇用量 (g)	產率 (%)
10	348.5	80.8
11	465.0	76.6

實施例 12

重複實施例 1 程序，但步驟 (B) 之反應溫度及時間分別改成 30℃ 及 8 小時，結果製得 27.06g 二碳酸二第三丁酯。相對於對甲苯磺醯氯基底，其產率為 81.3%。

實施例 13-17

重複實施例 1 程序，但步驟 (B) 改成在 1 kg/cm^2 二氧化碳分壓之條件下進行，而且步驟 (C) 之反應溫度和時間，芳族磺醯鹵和三級胺如表 3 所示有所改變，結果示於表 3 中。

五、發明說明(13)

表3

實施例	芳族磺醯鹵 (0.1525莫耳)	三級胺 (0.339×10^{-3} 莫耳)	反應溫度 ($^{\circ}\text{C}$)	反應時間 (小時)	產率 (%)
13	對甲苯磺醯鹵	N,N,N',N'-四甲基乙二胺	30	3	84.5
14	對甲苯磺醯鹵	N,N,N',N'-四甲-1,6-己二胺	30	2	79.6
15	對甲苯磺醯鹵	N,N,N',N'-四甲基乙二胺	50	2	71.1
16	苯磺醯鹵	N,N,N',N'-四甲基乙二胺	30	2	84.5
17	苯磺醯鹵	N,N,N',N'-四甲-1,3-丙二胺	50	2	82.3

實施例 18

重複實施例 13 程序，但改成使用經回收分離得到之第三丁醇。製得 27.32g 二碳酸二第三丁酯。相對於對甲苯磺醯鹵基底，其產率為 82.1%。

比較例 1

將 155g (2.091 莫耳) 第三丁醇和 13.0g (0.5652 莫耳) 鈉片裝入具有攪拌器，溫度計，壓力計和氣體入口管之

五、發明說明 (14)

1000ml 玻璃熱壓釜中，在 83℃ 下反應 6 小時。反應完畢之後由於形成第三丁醇鹼金屬之黏聚物而導致攪拌困難。接著加入 200ml 甲苯，並注入二氧化碳之後在 80℃ 及 2kg/cm² 壓力下（其中二氧化碳分壓 1kg/cm²，空氣分壓 1kg/cm²）進行反應。冷卻之後加入 48.51g (0.2544 莫耳) 對甲苯磺醯氯和 0.66g (5.68×10^{-3} 莫耳) N,N,N',N'-四甲基乙二胺，然後在 30℃ 及 3kg/cm² 壓力下（其中二氧化碳分壓 2kg/cm²，空氣分壓 1kg/cm²）反應 10 小時。反應完畢之後加入 300ml 水到殘餘中將殘餘鹽溶解，有機層用 200ml 水洗滌兩次之後，蒸餾掉有機溶劑，得到 31.31g 二碳酸二第三丁酯。相對於對甲苯磺醯氯基底，其產率為 56.4%。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

四、中文發明摘要(發明之名稱: 二碳酸二第三丁酯之製法)

一種二碳酸二第三丁酯之製法，其係以連續方式進行以下一連串反應步驟：先使第三丁醇與鈉反應形成第三丁醇鈉，然後使第三丁醇鈉與二氧化碳反應形成一第三丁基碳酸鈉，最後在三級胺（例如N,N,N',N'-四甲基乙二胺）存在的情況下使一第三丁基碳酸鈉與芳族磺醯鹵（例如對甲苯磺醯鹵）反應，本發明方法在各反應步驟中間都不需要分離中間產物之程序。用第三丁醇和鹼金屬製造二碳酸二第三丁酯之本發明方法在工業應用上極佔優勢。

英文發明摘要(發明之名稱: PROCESS FOR PRODUCING DI-TERT-BUTYL DICARBONATE)

A process for producing di-tert-butyl dicarbonate by continuously carrying out the following steps of reacting tert-butyl alcohol with sodium to form sodium tert-butoxide, reacting the sodium tert-butoxide with carbon dioxide to form mono-tert-butyl sodium carbonate, and reacting the mono-tert-butyl sodium carbonate with an aromatic sulfonyl halide such as p-toluenesulfonyl chloride in the presence of a tertiary amine such as N,N,N',N'-tetramethylethylenediamine, without isolating an intermediate in the middle of each reaction stage. This process is an industrially advantageous process for producing di-tert-butyl dicarbonate from tert-butyl alcohol and an alkali metal.

六、申請專利範圍

第 87118558 號「二碳酸二第三丁酯之製法」專利案
六申請專利範圍：

(90 年 05 月 08 日修正)

1. 一種製造二碳酸二第三丁酯之方法，其步驟如下：
 - (A)相對於每莫耳鹼金屬基底，用至少 5 莫耳第三丁醇與鹼金屬反應形成第三丁醇鹼金屬；
 - (B)將二氧化碳加入從步驟(A)製得之反應混合物中，形成鹼金屬碳酸一第三丁酯，此步驟不需從反應混合物中分離第三丁醇鹼金屬之程序；
 - (C)使芳族磺醯鹵和三級胺與從步驟(B)製得之反應混合物互相混合及反應，形成二碳酸二第三丁酯，此步驟不需從反應混合物中分離鹼金屬碳酸一第三丁酯之程序。
2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中的第三丁醇是從步驟(C)之反應混合物中回收分離得到，並於步驟(A)中再度使用。
3. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中第三丁醇之用量相對於每莫耳鹼金屬基底，係介於 5-50 莫耳之間。
4. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中鹼金屬為片狀或粒狀。
5. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中步驟(B)之反應係在二氧化碳壓力下進行，而二氧化碳之分壓或總壓係介於 0.01-40kg/cm² 之間。
6. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中芳族磺醯鹵為苯磺

六、申請專利範圍

鹽氨或對甲苯磺鹽氨。

7. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中三級胺為從下述群中選出之至少一種：N,N,N',N'-四甲基乙二胺，N,N,N',N'-四甲基-1,3-丙二胺，N,N,N',N'-四甲基-1,6-己二胺，N,N,N',N'-四乙基乙二胺，N,N,N',N'-四乙基-1,3-丙二胺，N,N,N',N'-四乙基-1,6-己二胺，N,N,N',N'-四甲基-1,4-丁二胺，N,N,N',N'-四乙基-1,4-丁二胺，2-甲基胺基乙醇，吡啶，N,N-二甲基苯甲胺，N,N-二乙基苯甲胺，1,4-二甲基六氫吡啶，1,4-二氮雜雙環[2.2.2]辛烷和 N-甲基嗎啉。
8. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中步驟(C)之反應係在二氧化碳壓力下進行，而二氧化碳之分壓或總壓係介於 0.01-40kg/cm² 之間。
9. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中所有反應步驟之溶劑皆為第三丁醇與其他非第三丁醇之惰性溶劑之混合物，而且所謂其他惰性溶劑之用量相對於每份體積第三丁醇基底，係在 0.1 份體積以下。
10. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中在所有反應步驟中，實質上只使用第三丁醇作為溶劑。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

六、申請專利範圍

第 87118558 號「二碳酸二第三丁酯之製法」專利案
六申請專利範圍：

(90 年 05 月 08 日修正)

1. 一種製造二碳酸二第三丁酯之方法，其步驟如下：
 - (A)相對於每莫耳鹼金屬基底，用至少 5 莫耳第三丁醇與鹼金屬反應形成第三丁醇鹼金屬；
 - (B)將二氧化碳加入從步驟(A)製得之反應混合物中，形成鹼金屬碳酸一第三丁酯，此步驟不需從反應混合物中分離第三丁醇鹼金屬之程序；
 - (C)使芳族磺醯鹵和三級胺與從步驟(B)製得之反應混合物互相混合及反應，形成二碳酸二第三丁酯，此步驟不需從反應混合物中分離鹼金屬碳酸一第三丁酯之程序。
2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中的第三丁醇是從步驟(C)之反應混合物中回收分離得到，並於步驟(A)中再度使用。
3. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中第三丁醇之用量相對於每莫耳鹼金屬基底，係介於 5-50 莫耳之間。
4. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中鹼金屬為片狀或粒狀。
5. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中步驟(B)之反應係在二氧化碳壓力下進行，而二氧化碳之分壓或總壓係介於 0.01-40kg/cm² 之間。
6. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中芳族磺醯鹵為苯磺