

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4355396号
(P4355396)

(45) 発行日 平成21年10月28日(2009.10.28)

(24) 登録日 平成21年8月7日(2009.8.7)

(51) Int.Cl.		F I
C O 7 C 209/60	(2006.01)	C O 7 C 209/60
C O 7 C 209/10	(2006.01)	C O 7 C 209/10
C O 7 C 211/54	(2006.01)	C O 7 C 211/54
C O 7 C 211/55	(2006.01)	C O 7 C 211/55
C O 7 C 211/56	(2006.01)	C O 7 C 211/56

請求項の数 4 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平11-158707	(73) 特許権者	000175607 富士フイルムファインケミカルズ株式会社 東京都中央区京橋1丁目1-1
(22) 出願日	平成11年6月4日(1999.6.4)	(74) 代理人	100115107 弁理士 高松 猛
(65) 公開番号	特開2000-344720(P2000-344720A)	(74) 代理人	100132986 弁理士 矢澤 清純
(43) 公開日	平成12年12月12日(2000.12.12)	(74) 代理人	100073874 弁理士 萩野 平
審査請求日	平成18年3月14日(2006.3.14)	(74) 代理人	100081075 弁理士 佐々木 清隆
		(74) 代理人	100093573 弁理士 添田 全一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ジアリアルアミンの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

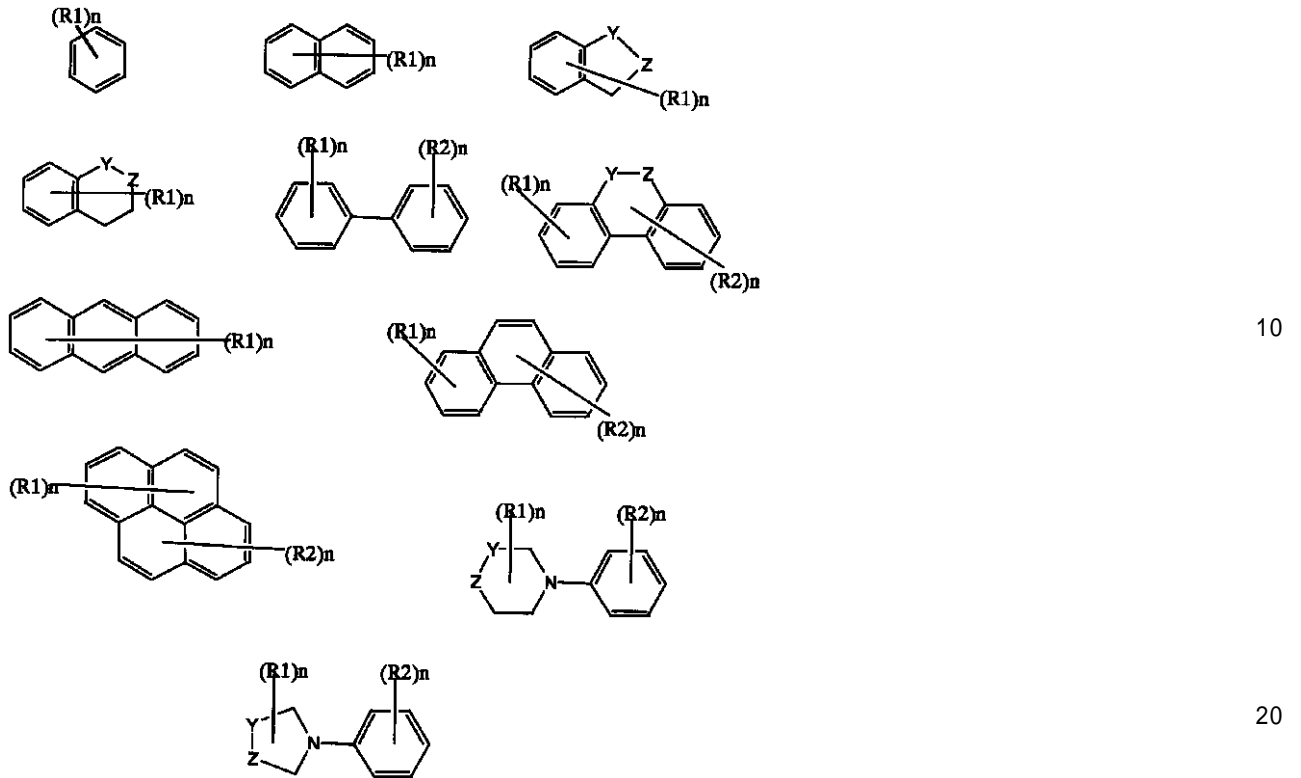
【請求項1】

無水塩化アルミニウム及び無水塩化カルシウムの共存下に、A - NH₂ (Aはアリール基を表す) で表され、かつ、アミノ基を1つ有するアリールアミン化合物を縮合反応させることを特徴とする A - NH - A で表されるジアリアルアミンの製造方法。 Aはアリール基を表し、2つのAは同じでも異なってもよい。

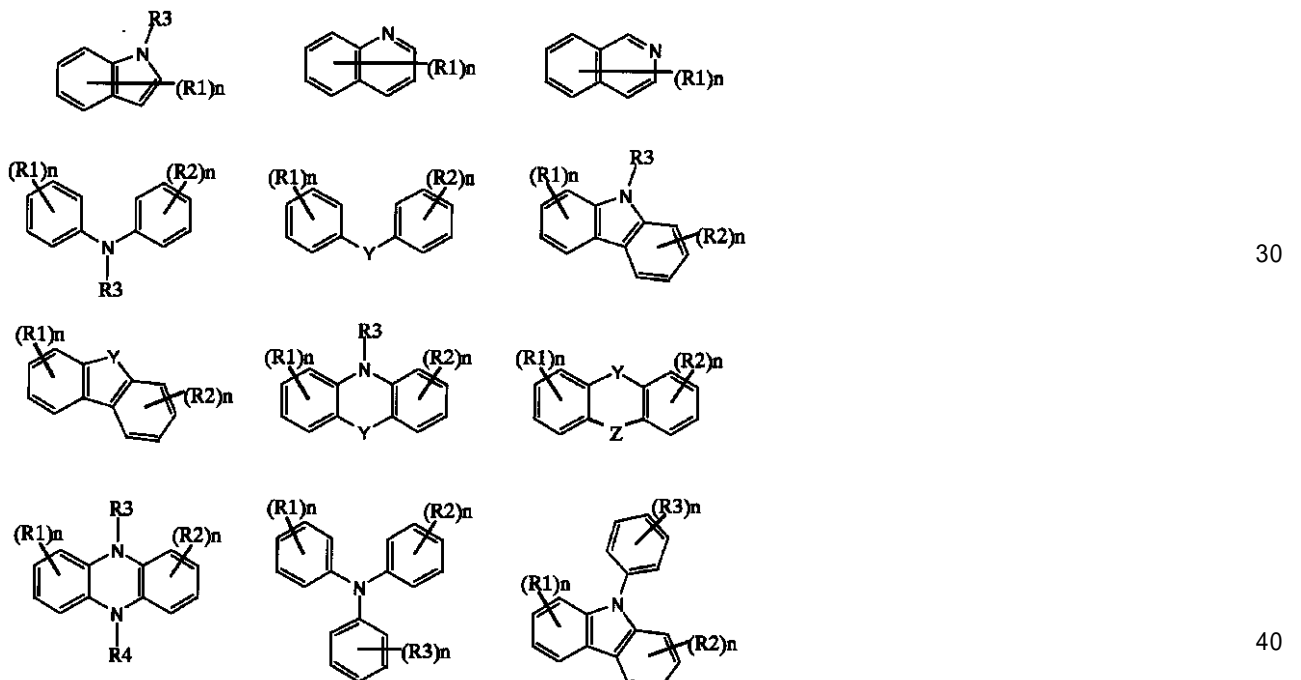
【請求項2】

Aが下記のいずれかの一般式で示される化合物の芳香環の任意の位置に結合手を有するアリール基を表す、請求項1に記載のジアリアルアミンの製造方法。

【化 1】



【化 2】

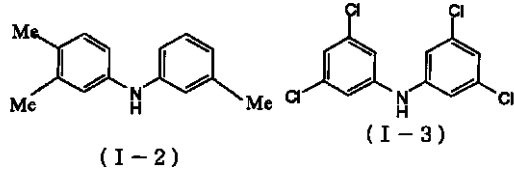
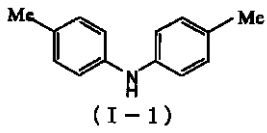


式中、Y、Zは、同一又は異なって、 $-C=$ あるいは $-CH_2$ 、酸素原子、硫黄原子、及び $-N(R_3)-$ から選択される原子又は基を表す。R1～R4は、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アルコキシ基、フェノキシ基、ジアルキルアミノ基、又はハロゲン原子を表し、芳香環のどの位置で結合してもよく、nが2～5の整数の場合、同一環内で同一でも異なってもよい。但し、R3もしくはR4が窒素原子に直接結合した場合、R3又はR4は水素原子を表す。nは、0～5の整数である。

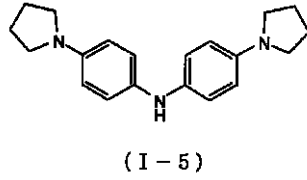
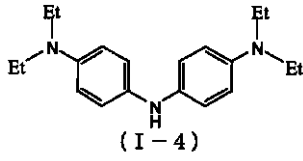
【請求項 3】

A-NH-Aで表されるジアリーールアミン化合物が、下記のいずれかである、請求項 1に記載のジアリーールアミンの製造方法。

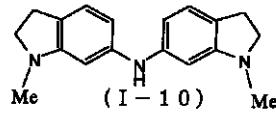
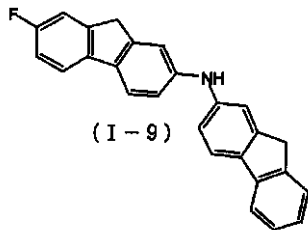
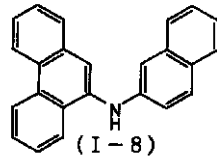
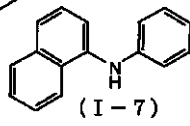
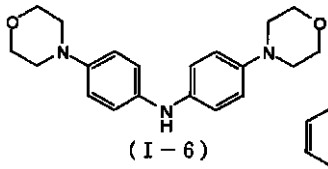
【化 4】



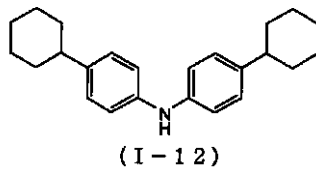
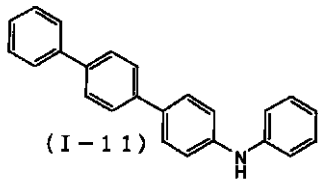
(I-3)



10

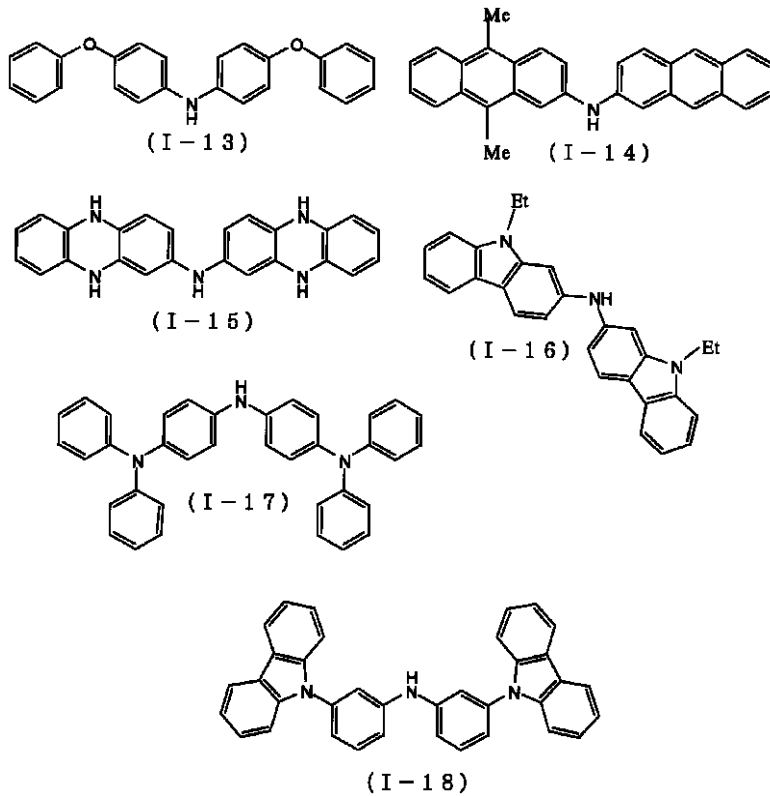


20



30

【化5】



10

20

【請求項4】

A - NH - Aで表されるジアリールアミン化合物が、ビス(4-メチルフェニル)アミン、3,4-ジメチルフェニル-3-メチルフェニルアミン、ビス(4-モルフォリノフェニル)アミン、または、ビス(4-ジフェニルアミノフェニル)アミンである、請求項1に記載のジアリールアミンの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、電子写真や有機エレクトロルミネッセンス素子等に使用される有機感光体や染料、農薬、医薬品等の製造において、重要な中間体となるジアリールアミン化合物を短時間で高収率、高純度で、かつ低コストで製造する方法に関する。

30

【0002】

【従来の技術】

ジアリールアミンの製造方法としては芳香族ハライドとアリールアミン誘導体のウルマン縮合反応(Chem. Ber., 36, 2382(1902)、Chem. Ber., 40, 4541(1907))、アリールアミンの自己縮合もしくはアリールアミンと対応するアリールアミン塩酸塩の縮合反応等が一般的である。

ウルマン縮合反応の場合、原料の芳香族ハライドが高価であることや縮合反応で生成するアミドを加水分解する工程が必要である等の問題点があった。

40

【0003】

一方、アリールアミンの縮合反応では、無溶媒においてアニリンとアニリン塩酸塩とを高圧下、300 に加熱するとジフェニルアミンが得られるという報告がなされて以来(Zeitschr. Chem., 438(1866))、種々の有効な触媒の添加が提案されている。例えば、無水塩化第一鉄を添加する方法(米国特許第2,447,044号)、塩化アンモニウムを添加する方法(米国特許第2,820,829号)、無水塩化アルミニウム及び塩化アンモニウムを添加する方法(米国特許第2,645,662号)、無水塩化第一鉄及び臭化アンモニウムを添加する方法や、塩化コバルト、塩化第一すず、塩化第二銅、塩化亜鉛、塩化マンガン等と塩化アンモニウムを添加する方法(米国特許第2

50

、120、966号)等が開示されている。

しかし、いずれも高圧下において300～400 という非常に過酷な条件で反応が行われており、加圧反応器等の特別な設備が必要であった。

【0004】

常圧での反応としては、アニリンとアニリン塩酸塩から成る系において、塩化アルミニウムを触媒として、220～240 で20～25時間反応させるジフェニルアミンの合成方法(Zh. Prikl. Khim. (Leningrad). Vol 9, 502 (1936))、p-トルイジンを芳香族溶媒中、無水塩化アルミニウム及び塩化アンモニウムを触媒として反応させるというジ-p-トリルアミンの製造方法(特開平6-100504号)が提案されているが、反応に15時間以上を要し、また得られたジアリールアミンの純度も電子材料用素材中間体として使用する場合に十分と言えるほどの高純度なものは得られていなかった。

10

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、加圧反応器等の特別な設備を必要とせずに、常圧でも反応が短時間で終了し、高収率でジアリールアミンを低コストで製造し得る方法を提供することにある。

本発明の他の目的は、電子材料用素材を製造するときの中間体として十分に使用することができる高純度のジアリールアミンを低コストで製造し得る方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明によれば、下記のジアリールアミンの製造方法が提供されて、本発明の上記目的が達成される。

20

無水塩化アルミニウム及び無水塩化カルシウムの共存下に、A-NH₂ (Aはアリール基を表す)で表され、かつ、アミノ基を1つ有するアリールアミン化合物を縮合反応させることを特徴とするA-NH-Aで表されるジアリールアミンの製造方法。Aはアリール基を表し、2つのAは同じでも異なってもよい。

【0007】

【発明の実施の形態】

以下に本発明を更に詳しく説明する。

尚、本発明は、無水塩化アルミニウム及び無水塩化カルシウムの共存下に、A-NH₂ (Aはアリール基を表す)で表され、かつ、アミノ基を1つ有するアリールアミン化合物を縮合反応させることを特徴とするA-NH-Aで表されるジアリールアミンの製造方法 (Aはアリール基を表し、2つのAは同じでも異なってもよい)に関するものであるが、以下、その他についても参考のため記載する。

30

本発明の製造方法においては、触媒として無水塩化アルミニウム及び無水塩化カルシウムの両方用いる。これらの触媒の共存下で反応を行った場合には、従来提案されている触媒を使用した場合と比較して著しく反応時間が短縮され、収率も向上する。更に簡単な精製処理工程により電子材料用素材を製造するための中間体として使用する場合にも十分に高純度なジアリールアミンが得られる。

これらの触媒の単独使用、もしくは上記組み合わせ以外の触媒で反応を行った場合には、反応時間が延長し、収率が著しく低下する。

40

【0008】

無水塩化アルミニウム及び無水塩化カルシウムは、アリールアミン化合物に対してモル比で(触媒/アリールアミン化合物)、それぞれ0.05～1.0の範囲内で用いられることが好ましく、より好ましくは0.15～0.5、さらに好ましくは0.20～0.35の範囲内である。加えて、無水塩化アルミニウムと無水塩化カルシウムとのモル比(無水塩化アルミニウム/無水塩化カルシウム)は、好ましくは0.2～3.0、より好ましくは0.50～2.2、さらに好ましくは0.80～1.90の範囲内である。

【0009】

本発明の製造方法においては、反応溶媒を使用しなくてもよいが、必要に応じて沸点が1

50

90 以上、好ましくは190～250 の芳香族化合物もしくは沸点が190 以上、好ましくは190～250 の脂肪族化合物が使用される。

【0010】

沸点が190 以上の芳香族化合物として以下のものを挙げるができる。

(i) ハロゲン化されていてもよい芳香族炭化水素化合物

具体的には、ジイソプロピルベンゼン、1-フェニルヘキサン、1,2-ジクロロベンゼン、1,2,4-トリクロロベンゼン、1,4-シクロヘキシルベンゼン、ジフェニルメタン等が挙げられる。

(ii) 芳香族複素環式化合物

2,4-ジクロロピリミジン、2,3,5-トリクロロピリジン、キノリン、キナゾリン、1,4-ベンゾジオキサン等が挙げられる。

10

【0011】

(iii) 環骨格がジヒドロ化、テトラヒドロ化、ヘキサヒドロ化、オクタヒドロ化、デカヒドロ化等、部分的に水素添加された水素化芳香族炭化水素化合物

具体的には、1,4-ジヒドロナフタレン、1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン、9,10-ジヒドロアントラセン、9,10-ジヒドロフェナントレン、4,5,9,10-テトラヒドロピレン、1,2,3,6,7,8-ヘキサヒドロピレン、ドデカヒドロトリフェニレン等が挙げられる。

【0012】

(iv) 水素化芳香族複素環式化合物

具体的には、1,2,3,4-テトラヒドロキノリン、5,6,7,8-テトラヒドロキノリン、1,2,3,4-テトラヒドロイソキノリン、5,6,7,8-テトラヒドロイソキノリン、1-フェニルピペリジン、1-フェニルピペラジン、インドリン、ジュロリジン等が挙げられる。

20

【0013】

また沸点が190 以上の脂肪族化合物としては、下記のもの挙げられる。

(v) 飽和脂肪族化合物

具体的には、ウンデカン、ドデカン、トリデカン、2-メチルドデカン、4-エチルウンデカン、テトラデカン、ペンタデカン、3,3-ジメチルトリデカン、ヘキサデカン、ヘプタデカン、2-メチル-4-エチルテトラデカン等が挙げられる。

30

(vi) 不飽和脂肪族化合物

具体的には、1-ウンデセン、4-ドデセン、3,3-ジメチル-1-デセン、1,3,5-ドデカトリエン、5-トリデセン、3-メチル-4-エチル-2-デセン、1-ドデシン、3-ドデセン-1-イン、1-トリデシン、5,5-ジメチル-3-ウンデセン-1-イン、5-エチニル-1,3-ドデカジエン等が挙げられる。

【0014】

(vii) 飽和環式脂肪族化合物

具体的には、ジシクロヘキシル、デカヒドロナフタレン、ドデカヒドロフルオレン等が挙げられる。

(viii) 不飽和環式脂肪族化合物

具体的には、シクロドデセン、1,5,9-シクロデカトリエン、(-)-(-)-ピサボレン、(-)-(-)-フムレン、(-)-(-)-カルホレン、センブレン、(-)-(-)-カジネン、(-)-(-)-カリオフィレン、(-)-(-)-サンタレン、(-)-(-)-セドレン、(+)-(-)-セリネン等が挙げられる。

40

【0015】

(ix) 飽和複素環式脂肪族化合物

具体的には、1,4,7-トリチアシクロノナン、1,4,7-トリチアシクロデカン、1,4,7,10-テトラオキサシクロドデカン、1,4,7,10,13-ペンタオキサシクロペンタデカン、1,4,7-トリアザシクロノナン、1,4,7,10-テトラアザシクロドデカン等が挙げられる。

50

(x) 不飽和複素環式脂肪族化合物

具体的には、1, 4, 5, 6-テトラヒドロピリミジン、1-ピロリジノ-1-シクロヘキセン等が挙げられる。

【0016】

これら芳香族化合物及び脂肪族化合物は、1種単独で又は2種以上を組み合わせることで溶媒として使用することができる。

【0017】

上記の溶媒のなかでも、1, 2, 3, 4-テトラヒドロナフタレン、デカヒドロナフタレン、トリデカン、テトラデカンが好ましく用いられる。これらの好ましい溶媒を用いることにより、反応が短時間で終了し、高収率で目的物が得られる。特に好ましい溶媒は、反応系内から発生する昇華物が反応器に付着することのない1, 2, 3, 4-テトラヒドロナフタレンである。

10

【0018】

上記沸点が190以上の反応溶媒の使用量は、通常アリールアミン1モルに対して20~300mlの範囲で使用され、より好ましくは50~150mlの範囲で使用される。

【0019】

反応は、常圧下で進行することができるので、高圧に耐える高圧反応器等の特別な設備を必ずしも用いなくてもよい。

反応は、通常、常圧で190以上で行われ、好ましくは190~250で行われる。また、反応時間は通常3~6時間程度でよく、短時間で反応が終了する。

20

【0020】

反応終了後、例えば下記の簡便な精製処理方法で高純度のジアリールアミンを得ることができるが、この方法に制限されない。

即ち、反応後、反応液を冷却してトルエンや酢酸エチル等の非水溶性有機溶剤を原料のアリールアミン化合物100重量部に対して50~500重量部程度添加し、引き続き氷水中に投入し、攪拌する。その後、静置により有機層と水層に分離する。水層中には触媒残渣等の無機物等が抽出され、除去される。ジアリールアミンを含有する有機層を分液後、この有機層を蒸留するか、もしくは有機層中の有機溶剤を減圧濃縮後、メタノール、イソプロピルアルコール等のアルコールを添加して晶析させることにより高純度なジアリールアミンを得ることができる。

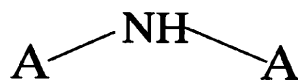
30

【0021】

本発明の方法において製造されるジアリールアミン化合物は、下記一般式(I)で表されるジアリールアミン化合物を挙げることができる。

【0022】

【化1】



(I)

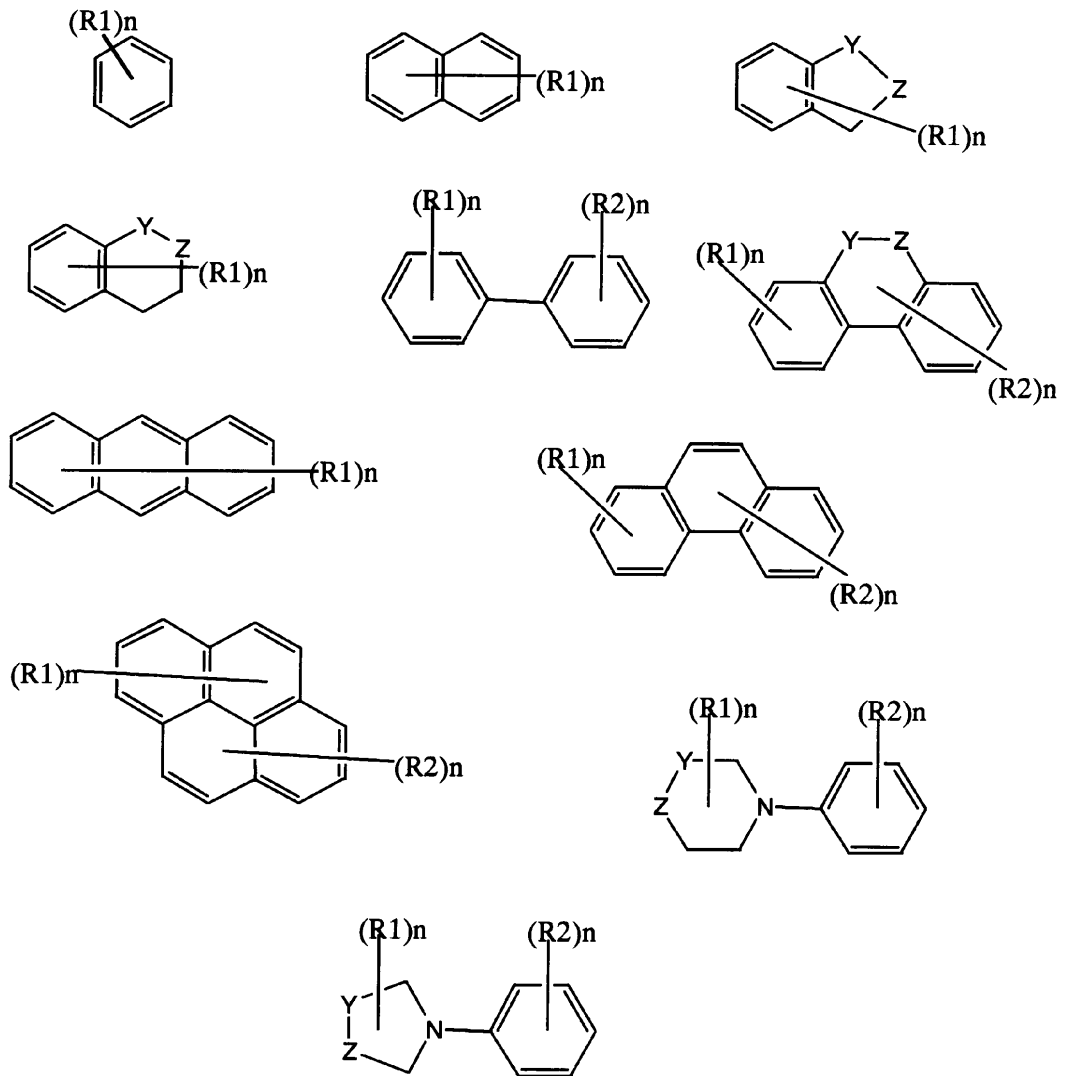
40

【0023】

一般式(I)中、Aはアリール基を表し、式中の2つのAは同じでも異なってもよい。Aとしては、好ましくは下記の一般式で示される化合物の芳香環の任意の位置に結合手を有するアリール基を表す。しかし、下記の基に限定されない。

【0024】

【化2】



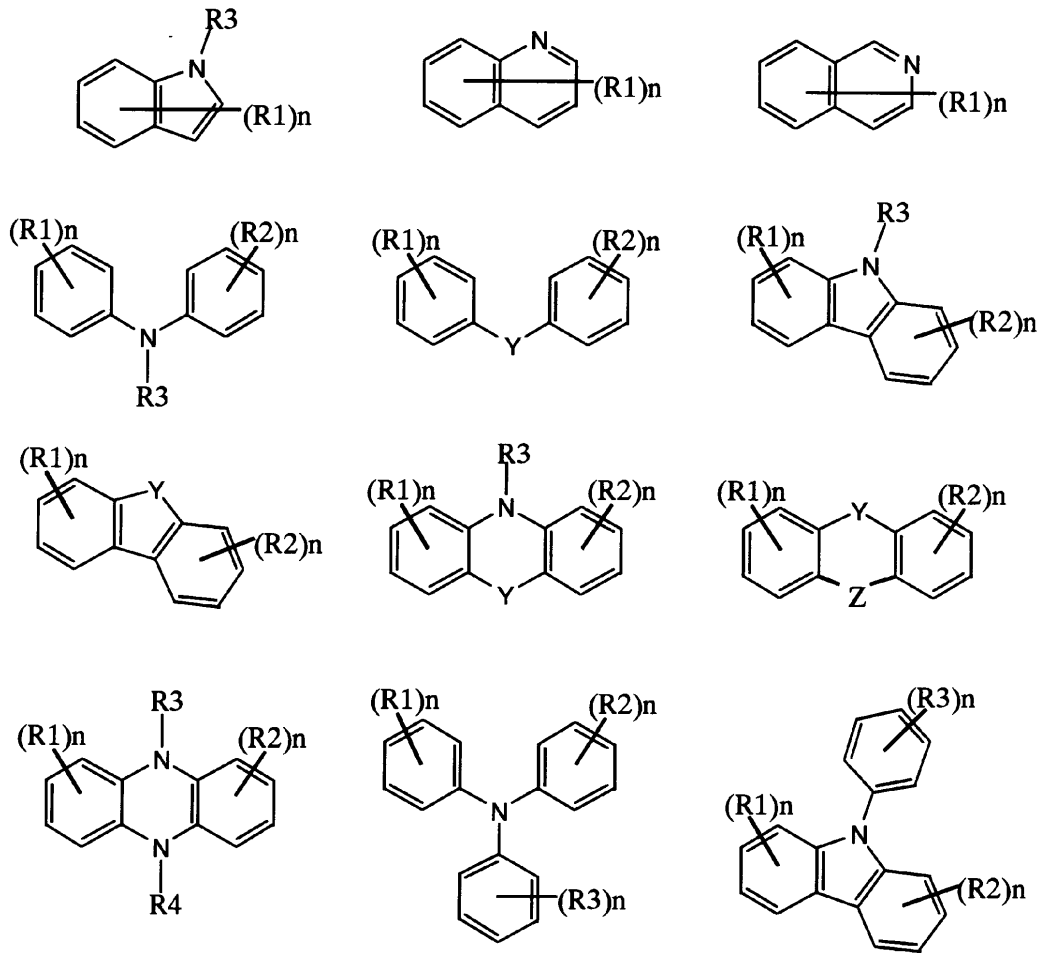
10

20

【 0 0 2 5 】

【 化 3 】

30



10

20

【 0 0 2 6 】

上記式中、Y、Zは、同一又は異なって、 $-C=$ あるいは $-CH_2$ 、酸素原子、硫黄原子、及び $-N(R_3)-$ から選択される原子又は基を表す。

30

$R_1 \sim R_4$ は、ハメットの置換基定数 m が $-0.21 \sim -0.39$ の置換基を表し、芳香環のどの位置で結合してもよく、 n が $2 \sim 5$ の整数の場合は、同一環内で同一でも異なってもよい。但し、 R_3 もしくは R_4 が窒素原子に直接結合した場合、 R_3 又は R_4 は水素原子を表すか、もしくは該窒素原子と炭素原子で結合するような基を表す。

n は、 $0 \sim 5$ の整数である。

上記 $R_1 \sim R_4$ におけるハメットの置換基定数 m 値が $-0.21 \sim -0.39$ の範囲にある置換基として、具体的には、例えばアルキル、シクロアルキル、アリール、アルコキシ、フェノキシ、ジアルキルアミノ、及びハロゲン原子等が挙げられる。

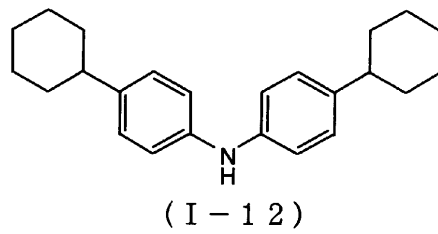
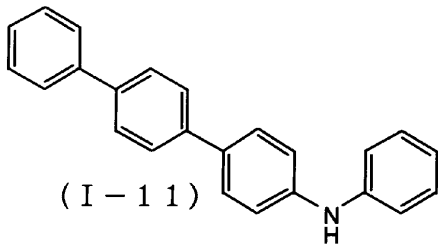
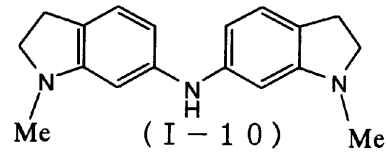
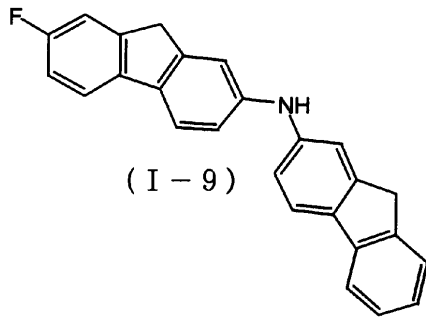
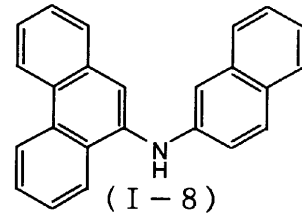
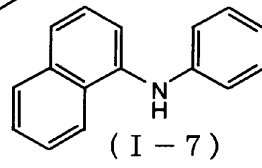
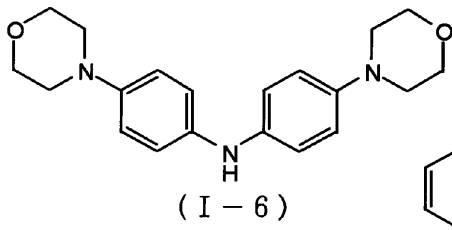
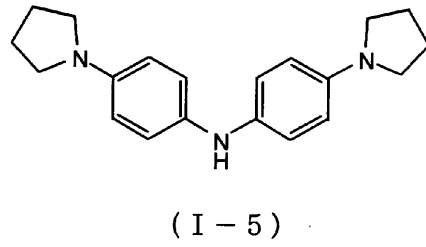
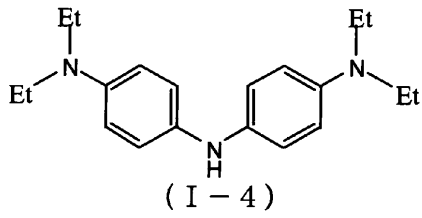
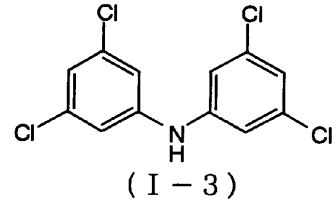
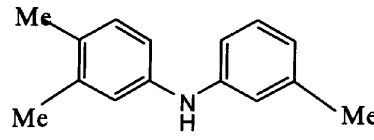
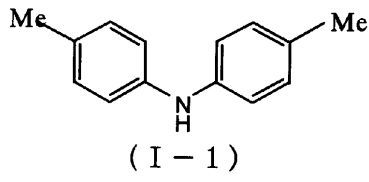
【 0 0 2 7 】

一般式(I)で表されるジアリールアミン化合物の具体例としては、下記ものを例示することができる。

40

【 0 0 2 8 】

【化4】



10

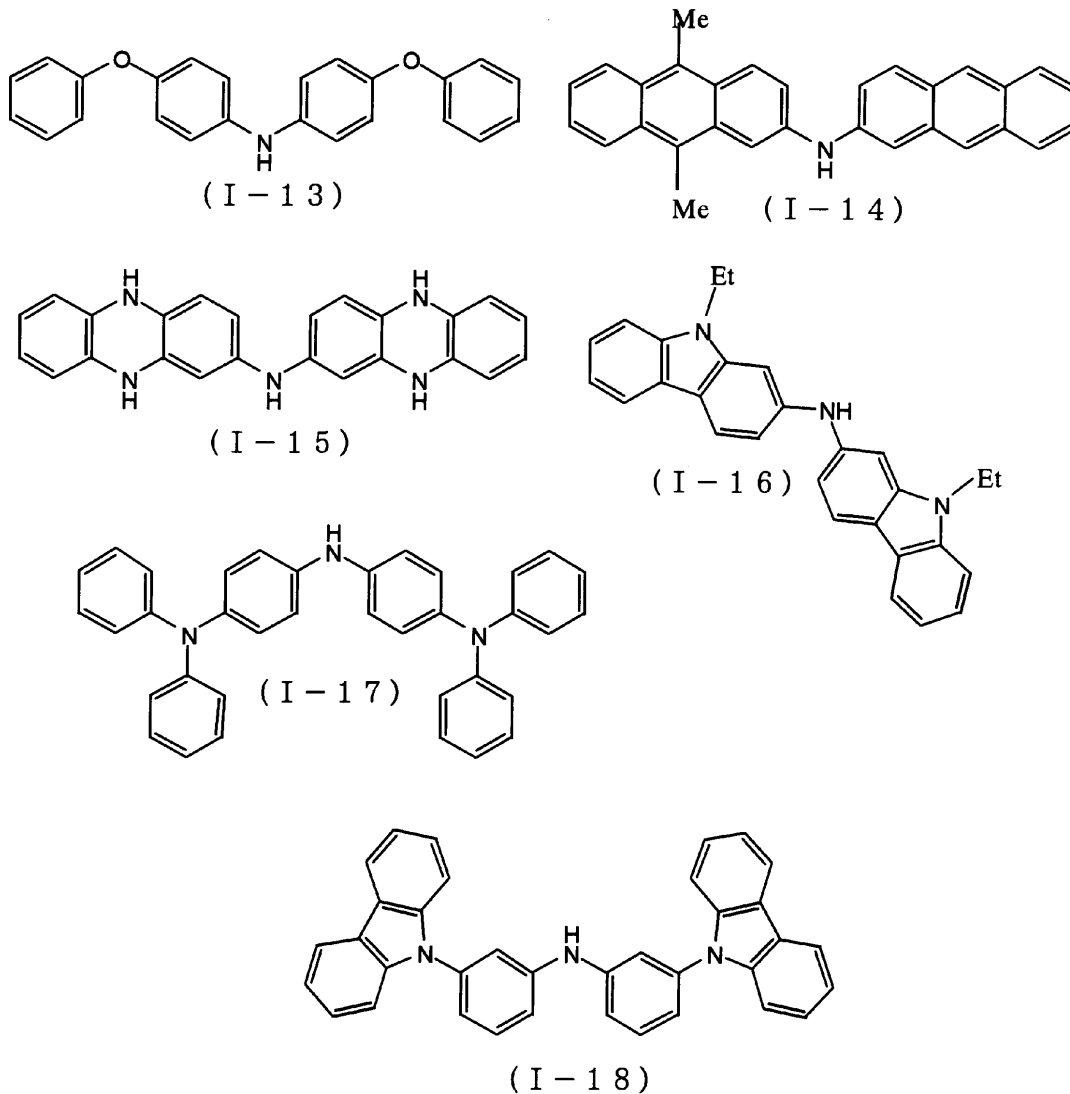
20

30

40

【 0 0 2 9 】

【 化 5 】



10

20

30

【0030】

【実施例】

本発明を実施例により更に具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、純度の評価は高速液体クロマトグラフィー（HPLCと略記する）によった。

【0031】

実施例1（ビス（4-メチルフェニル）アミン（I-1）の合成）

500mlの四つ口フラスコに、溶媒1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン（沸点：207）56ml、p-トルイジン91.1g（0.83モル）を仕込み、攪拌下に無水塩化カルシウム25.6g（0.23モル）と無水塩化アルミニウム30.8g（0.23モル）を添加した。窒素雰囲気下に、210~220で3時間反応した。冷却後トルエン126mlを加え、この反応液を氷水160g中に投入し、攪拌、静置後、水層を分液した。有機層を5%塩酸水溶液150mlで洗浄後、5%炭酸水素ナトリウム水溶液100mlで洗浄し、更に水100mlで洗浄した。有機溶媒を減圧留去後、メタノール80mlを添加して-3~-8で一週間晶析後、濾別した。得られた結晶をメタノール30mlで洗浄後乾燥して白色結晶として目的物を57.1g（収率69.8%）得た。HPLC分析（カラム YMC-A-312、検出UV 280nm、流量1.0ml/min、溶離液 アセトニトリル/水=8/2）の結果、純度は99.8%であった。

40

【0032】

実施例2（3,4-ジメチルフェニル-3-メチルフェニルアミン（I-2）の合成）

500mlの四つ口フラスコに、溶媒1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン（沸点：

50

207) 56 ml、m-トルイジン 45.0 g (0.42 モル) を仕込み、攪拌下に無水塩化カルシウム 25.6 g (0.23 モル) と無水塩化アルミニウム 30.8 g (0.23 モル) を添加する。窒素雰囲気下に、内温 100 ~ 120 で 30 分間攪拌後、3, 4-キシリジン 50.9 g (0.42 モル) を加え、内温 210 ~ 220 で 3 時間反応させた。冷却後トルエン 126 ml を加え、この反応液を氷水 160 g 中に投入し、攪拌、静置後、水層を分液した。有機層を 5% 塩酸水溶液 150 ml で洗浄後、5% 炭酸水素ナトリウム水溶液 100 ml で洗浄し、更に水 100 ml で洗浄した。有機溶媒から減圧度 0.4 ~ 0.5 Torr、134 ~ 135 の留分を分取して、微黄色オイルとして目的物を 37.9 g (収率 42.7%) 得た。HPLC 分析 (カラム YMC-A-312、検出 UV 280 nm、流量 1.0 ml/min、溶離液 アセトニトリル/水 = 8/2) の結果、純度は 99.3% であった。

10

【0033】

実施例 3 (ビス(4-モルフォリノフェニル)アミン (I-6) の合成)

300 ml の四つ口フラスコに溶媒デカヒドロナフタレン (沸点: 190) 68 ml、4-モルフォリアニン 17.8 g (0.50 モル) を仕込み、攪拌下に無水塩化カルシウム 15.4 g (0.138 モル) と無水塩化アルミニウム 18.5 g (0.138 モル) を添加した。窒素雰囲気下、200 ~ 210 で 5 時間反応した。冷却後トルエン 76 ml を加え、この反応液を氷水 96 g 中に投入し、攪拌、静置後、水層を分液した。有機層を 5% 塩酸水溶液 90 ml で洗浄後、5% 炭酸水素ナトリウム水溶液 60 ml で洗浄し、更に水 60 ml で洗浄した。有機溶媒を減圧留去後、イソプロピルアルコール 48 ml を添加して -3 ~ -8 で一週間晶析後、濾別した。得られた結晶をイソプロピルアルコール 18 ml で洗浄後乾燥して白色結晶として目的物を 44.9 g (収率 58.4%) 得た。HPLC 分析 (カラム YMC-A-312、検出 UV 280 nm、流量 1.0 ml/min、溶離液 アセトニトリル/水 = 7/3) の結果、純度は 99.7% であった。

20

【0034】

実施例 4 (ビス(4-ジフェニルアミノフェニル)アミン (I-17) の合成) 500 ml の四つ口フラスコに、溶媒トリデカン (沸点: 234) 68 ml、4-ジフェニルアミノアニリン 130.2 g (0.50 モル) を仕込み、攪拌下に無水塩化カルシウム 15.4 g (0.138 モル) と無水塩化アルミニウム 18.5 g (0.138 モル) を添加した。窒素雰囲気下に 210 ~ 220 で 3 時間反応した。冷却後トルエン 114 ml を加え、この反応液を氷水 144 g 中に投入し、攪拌、静置後、水層を分液する。有機層を 5% 塩酸水溶液 90 ml で洗浄後、5% 炭酸水素ナトリウム水溶液 60 ml で洗浄し、更に水 60 ml で洗浄する。有機溶媒を減圧留去後、イソプロピルアルコール 72 ml を添加して -3 ~ -8 で一週間晶析後、濾別した。得られた粗結晶をイソプロピルアルコール 27 ml で洗浄後乾燥して薄黄色結晶として目的物を 84.2 g (収率 66.9%) 得た。HPLC 分析 (カラム YMC-A-312、検出 UV 280 nm、流量 1.0 ml/min、溶離液 メタノール/テトラヒドロフラン = 99/1) の結果、純度は 99.7% であった。

30

【0035】

以上の実施例 1 ~ 4 の結果より、本発明の製造方法により、短時間で反応が終了し、高収率であること、加えて簡単な精製処理で極めて高純度のジアリールアミン化合物が得ることが明らかである。

40

【0036】

比較例 1 ~ 8

実施例 1 において触媒として使用した無水塩化アルミニウム及び無水塩化カルシウムを下記表 1 に示す触媒に変更し、かつ反応時間を表 1 に示されるように変更して、ビス(4-メチルフェニル)アミンを合成した。即ち、触媒種及び反応時間を変更した以外は実施例 1 と同様に操作し、収率、HPLC 純度を評価した。結果を、実施例 1 の結果と共に表 1 に示す。

50

【 0 0 3 7 】

【 表 1 】

表1

	触媒	反応時間(h)	収率(%)	HPLC純度(%)
実施例1	AlCl ₃ /CaCl ₂	3.0	69.8	99.8
比較例1	AlCl ₃	7.0	33.9	98.2
比較例2	AlCl ₃ /NH ₄ Cl	6.0	50.0	98.0
比較例3	AlCl ₃ /NH ₄ Br	7.0	41.9	98.0
比較例4	AlCl ₃ /NaCl	5.0	52.3	98.5
比較例5	AlCl ₃ /KCl	6.0	45.8	98.2
比較例6	AlCl ₃ /CuCl	8.0	33.2	98.0
比較例7	AlCl ₃ /SnCl ₂	12.0	15.9	96.5
比較例8	AlCl ₃ /FeCl ₂	15.0	12.0	96.2

10

【 0 0 3 8 】

表1に示された結果から以下のことが明らかである。

実施例1は、触媒としての塩化アルミニウム及び塩化カルシウムの共存下においてアリアルアミン化合物を縮合反応させた場合であり、単一触媒や他の触媒との組み合わせで使用した比較例1～8の場合と比較して、短時間に反応が終了し、収率も優れている。しかも簡単な精製処理で極めて高純度のジアリアルアミン化合物が得られている。

20

【 0 0 3 9 】

【 発明の 効果 】

本発明の製造方法によれば、常圧で反応が進行するので、高圧下で反応を行う必要がなく、高圧反応器等の特別な設備を用いずに反応を短時間で終了させることができ、高収率かつ低コストでジアリアルアミンを製造し得る。更に、本発明の製造方法で製造されたジアリアルアミンは、簡単な精製工程で高純度のものとして得ることができ、電子材料用素材を製造するときの中間体として十分に使用することができる。

フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I	
<i>C 0 7 C 211/58</i>	<i>(2006.01)</i>	C 0 7 C 211/58	
<i>C 0 7 C 211/61</i>	<i>(2006.01)</i>	C 0 7 C 211/61	
<i>C 0 7 C 217/92</i>	<i>(2006.01)</i>	C 0 7 C 217/92	
<i>C 0 7 D 209/08</i>	<i>(2006.01)</i>	C 0 7 D 209/08	
<i>C 0 7 D 209/86</i>	<i>(2006.01)</i>	C 0 7 D 209/86	
<i>C 0 7 D 209/88</i>	<i>(2006.01)</i>	C 0 7 D 209/88	
<i>C 0 7 D 241/46</i>	<i>(2006.01)</i>	C 0 7 D 241/46	
<i>C 0 7 D 295/12</i>	<i>(2006.01)</i>	C 0 7 D 295/12	Z
<i>B 0 1 J 27/10</i>	<i>(2006.01)</i>	B 0 1 J 27/10	X
<i>B 0 1 J 27/125</i>	<i>(2006.01)</i>	B 0 1 J 27/125	X
<i>C 0 7 B 61/00</i>	<i>(2006.01)</i>	C 0 7 B 61/00	3 0 0

- (71)発明者 新藤 太一
 神奈川県平塚市東八幡5 - 2 - 3 三協化学株式会社 合成化学研究所内
- (72)発明者 藤井 哲
 神奈川県平塚市東八幡5 - 2 - 3 三協化学株式会社 生産技術研究所内
- (72)発明者 久保 紳二
 神奈川県平塚市東八幡5 - 2 - 3 三協化学株式会社 合成化学研究所内

審査官 野口 勝彦

- (56)参考文献 特開平06 - 100504 (J P , A)
 特開平06 - 025113 (J P , A)
 米国特許第02645662 (U S , A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B名)
 C07C 209/60
 CA(STN)
 REGISTRY(STN)