

【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 4 月 5 日 (2007.4.5)

【公表番号】特表 2006-526622(P2006-526622A)

【公表日】平成 18 年 11 月 24 日 (2006.11.24)

【年通号数】公開・登録公報 2006-046

【出願番号】特願 2006-509246(P2006-509246)

【国際特許分類】

**C 0 7 C 209/48 (2006.01)**

**C 0 7 C 209/84 (2006.01)**

**C 0 7 C 211/36 (2006.01)**

**C 0 7 B 61/00 (2006.01)**

**C 0 7 C 209/86 (2006.01)**

**C 0 7 C 209/70 (2006.01)**

**B 0 1 J 23/89 (2006.01)**

**B 0 1 J 25/02 (2006.01)**

【F I】

C 0 7 C 209/48

C 0 7 C 209/84

C 0 7 C 211/36

C 0 7 B 61/00 3 0 0

C 0 7 C 209/86

C 0 7 C 209/70

B 0 1 J 23/89 Z

B 0 1 J 25/02 Z

【手続補正書】

【提出日】平成 19 年 2 月 13 日 (2007.2.13)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミンの調製方法であって、前記方法は、  
 ( i ) 不活性ガスでパージし、25 ~ 50 の温度において水素によって 50 ~ 500 p s i ( 3 4 4 ~ 3 4 4 7 k P a ) まで加圧した容器中で適切な溶媒と触媒系を組み合わせることにより活性化された触媒を調製する工程であって、前記触媒系がニッケルと炭素に支持されたパラジウムとを含むか、またはパラジウムをドーブしたラネー ( R a n e y ) 型ニッケルを含む、工程、

( i i ) 前記活性化された触媒を、1 - アミノ - 2 - シアノ - 1 - シクロペンテン、少なくとも等モル量の無水アンモニア、および、水酸化ナトリウム、水酸化リチウムおよび水酸化カリウムからなる群から選択される無機塩基の水溶液と接触させる工程、

( i i i ) 50 ~ 150 の温度まで、および 500 p s i ( 3 4 4 7 k P a ) ~ 1500 p s i ( 1 0 3 4 2 k P a ) の水素圧力まで前記容器の前記温度を上昇させることにより前記容器を加圧し、前記温度と圧力を粗 2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミンを得るのに十分な時間維持する工程、

( i v ) 粗 2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミン生成物を分離する工程、

および

(v) 任意選択的に粗 2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミンを精製してより純粋な 2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミンを得る工程を含むことを特徴とする方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0024】

(比較例 4: Pd を加えず、溶媒混合物をメタノールに変え、圧力を下げることの影響を示すための Ni を用いた C P I の A M C への水素化)

比較例 3 と同じ手順および設備を使用し、メタノール 50 mL 中 1 時間の 5 g の C P I、0.2 g のデグッサ - ヒュルス B 1 1 1 W のニッケルスラリー、150、1000 psi の H<sub>2</sub>、および 1 g の NH<sub>3</sub> であった。ガスクロマトグラフィの結果は、主に未反応の C P I であり、A M C の形跡は少しもなかった。

本出願は、特許請求の範囲に記載の発明を含め、以下の発明を包含する。

(1) 2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミンの調製方法であって、前記方法は、

(i) 不活性ガスでパージし、25 ~ 50 の温度において水素によって 50 ~ 500 psi (344 ~ 3447 kPa) まで加圧した容器中で適切な溶媒と触媒系を組み合わせることにより活性化された触媒を調製する工程であって、前記触媒系がニッケルと炭素に支持されたパラジウムとを含むか、またはパラジウムをドーブしたラネー (Raney) 型ニッケルを含む、工程、

(ii) 前記活性化された触媒を、1 - アミノ - 2 - シアノ - 1 - シクロペンテン、少なくとも等モル量の無水アンモニア、および、水酸化ナトリウム、水酸化リチウムおよび水酸化カリウムからなる群から選択される無機塩基の水溶液と接触させる工程、

(iii) 50 ~ 150 の温度まで、および 500 psi (3447 kPa) ~ 1500 psi (10342 kPa) の水素圧力まで前記容器の前記温度を上昇させることにより前記容器を加圧し、前記温度と圧力を粗 2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミンを得るのに十分な時間維持する工程、

(iv) 粗 2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミン生成物を分離する工程、および

(v) 任意選択的に粗 2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミンを精製してより純粋な 2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミンを得る工程を含むことを特徴とする方法。

(2) 工程 (ii) の前記 1 - アミノ - 2 - シアノ - 1 - シクロペンテンが、アジポニトリルを非極性芳香族溶媒中でモル当量の立体障害を有する塩基と接触させて 1 - アミノ - 2 - シアノ - 1 - シクロペンテンを生成し、このステップの 1 - アミノ - 2 - シアノ - 1 - シクロペンテン生成物を単離することによって得られることを特徴とする (1) に記載の方法。

(3) 工程 (ii) の前記 1 - アミノ - 2 - シアノ - 1 - シクロペンテンをジオキサン / 水溶媒中に溶解することを特徴とする (2) に記載の方法。

(4) 前記方法がバッチ方式で行われ、かつ前記方法が前記温度および圧力を工程 (i) の後、且つ、工程 (ii) の前に周囲条件まで下げる工程をさらに含むことを特徴とする (1) に記載の方法。

(5) 前記 2 - (アミノメチル) - 1 - シクロペンチルアミンが蒸留によって精製されることを特徴とする (1) または (3) に記載の方法。

(6) 前記適切な溶媒が、水、非プロトン性極性有機溶媒、非プロトン性極性有機溶媒の組合せ、または非プロトン性極性有機溶媒と水の組合せであることを特徴とする (1)

または ( 3 ) に記載の方法。

( 7 ) 前記適切な溶媒がジオキサン / 水の溶液であることを特徴とする ( 6 ) に記載の方法。