

【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 26 年 5 月 22 日 (2014.5.22)

【公表番号】特表 2013-523797 (P2013-523797A)

【公表日】平成 25 年 6 月 17 日 (2013.6.17)

【年通号数】公開・登録公報 2013-031

【出願番号】特願 2013-503088 (P2013-503088)

【国際特許分類】

C 0 7 C 209/16 (2006.01)

C 0 7 C 211/08 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 209/16

C 0 7 C 211/08

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成 26 年 4 月 2 日 (2014.4.2)

【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

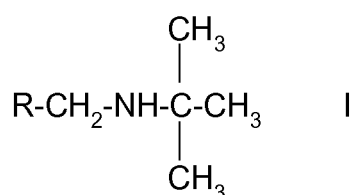
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

式 I

【化 1】



[式中、

R は水素、直鎖または分枝鎖の、1 ~ 15 個の炭素原子を有する脂肪族基、5 ~ 10 個の炭素原子を有する脂環式基、o 位、m 位および / または p 位において 1 ~ 4 個の炭素原子を有する脂肪族基によって置換されていることがあるアラルキル基またはフェニル基の群から選択される]

の不斉第二級 tert - ブチルアミンを、式 I I のアルコールまたは式 I I I のアルデヒドを tert - ブチルアミンおよび水素と共に、気相中、水素化触媒の存在下で連続的にアミノ化することにより製造するための方法であって、以下の工程：

(i) 水素化触媒で満たされた反応器を準備する工程、

(i i) 反応器を 60 ~ 240 の範囲の温度に加熱し、且つ、1 ~ 100 bar の範囲の圧力を印加する工程、

(i i i) 水素、tert - ブチルアミンおよび式 I I

【化 2】



のアルコール、または式 I I I

【化 3】

R-CHO III

のアルデヒドを、工程 (i i) による反応器に連続的に添加する工程、ここで、式 I I のアルコールまたは式 I I I のアルデヒドの、*tert*-ブチルアミンに対するモル比は、0.5 対 1 ~ 1.4 対 1 の範囲であり、且つ、R は式 I I のアルコールについても式 I I I のアルデヒドについても、式 I における R と同じ意味を有する、

(i v) 反応器を冷却および放圧し、且つ工程 (i i i) から取得された水素化搬出物を取り出す工程を含む前記方法。

【請求項 2】

工程 (i v) による水素化搬出物を、以下の後処理工程：

a) 工程 (i v) からの水素化搬出物を、アルカリ金属および / またはアルカリ土類金属水酸化物水溶液を用いて抽出する工程、

b) 工程 a) から取得された水相を有機相から分離する工程、および

c) 工程 a) から取得された有機相を分別蒸留する工程

に供する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

) 式 I の化合物、式 I I のアルコールまたは式 I I I のアルデヒドおよび *tert*-ブチルアミンの合計の含有率が、工程 (i v) からの水素化搬出物の 2 質量 % よりも多い場合、工程 a) から取得された水相を、脂肪族、脂環式および / または芳香族炭化水素の群から選択され、アルカリ金属および / またはアルカリ土類金属水酸化物水溶液と混和性ギャップを有する炭化水素と、もう 1 回混合し、

) 引き続き、該炭化水素相を、水相から分離し

) 炭化水素を、炭化水素相から蒸留により除去し、

) 且つ、蒸留残留物と工程 b) から取得された有機相とを一緒にする、

請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

工程 b) から取得された有機相の含水率が、工程 b) の後に得られた有機相の総質量に対して 5 質量 % までである、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

式 I、I I および I I I における R がメチルである、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

工程 a) による抽出のためのアルカリ金属および / またはアルカリ土類金属水酸化物溶液が、1 ~ 75 質量 % の苛性ソーダである、請求項 2 から 5 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

工程 i) における水素化触媒として、ニッケル、コバルト、ルテニウム、ロジウム、パラジウム、白金および銅またはこれらの金属の混合物の群から選択される金属および / または金属の酸素化合物を用いる、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

酸化物触媒前駆体が、1 ~ 70 質量 % が酸化銅からなり、且つ 100 % までの残りが酸化アルミニウムからなることを特徴とする、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

式 I I のアルコールを用いる、請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

供給される水素量が、触媒 1 リットルあたり且つ 1 時間あたり 150 ~ 250 NL の範囲の水素である、請求項 1 から 9 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

溶剤の不在下で作業する、請求項 1 から 10 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

触媒水素化のために、触媒負荷が、水素化触媒 1 L あたり 1 時間あたり 0 . 1 ~ 0 . 3 k g の t e r t ブチルアミンに調節される、請求項 1 から 11 までのいずれか 1 項に記載の方法。