

【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 07 C 209/16 (2006.01)

C 07 C 211/08 (2006.01)

C 07 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 07 C 209/16

C 07 C 211/08

C 07 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

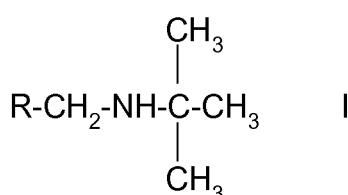
【補正の内容】

【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/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IIのアルコールまたは式III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、

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

(iii) 水素、tert-ブチルアミンおよび式II

【化2】



のアルコール、または式III

【化3】



のアルデヒドを、工程(iii)による反応器に連続的に添加する工程、ここで、式IIのアルコールまたは式III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IIのアルコールについても式II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。

(iv) 反応器を冷却および放圧し、且つ工程(iii)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(iv)による水素化搬出物を、以下の後処理工程：

a) 工程(iv)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IIのアルコールまたは式III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(iv)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、IIおよびIII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II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150～250NL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 1_0までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1_2】

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 kg の t e r t プチルアミンに調節される、請求項 1 から 1_1までのいずれか 1 項に記載の方法。