

【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 18 年 9 月 21 日 (2006.9.21)

【公表番号】 特表 2004-513871(P2004-513871A)

【公表日】 平成 16 年 5 月 13 日 (2004.5.13)

【年通号数】 公開・登録公報 2004-018

【出願番号】 特願 2001-524949(P2001-524949)

【国際特許分類】

C 0 7 C 29/141 (2006.01)

A 6 1 K 8/30 (2006.01)

C 0 7 C 33/12 (2006.01)

C 0 7 C 45/74 (2006.01)

C 0 7 C 47/225 (2006.01)

C 1 1 B 9/00 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 29/141

A 6 1 K 7/00 C

C 0 7 C 33/12

C 0 7 C 45/74

C 0 7 C 47/225

C 1 1 B 9/00 C

C 1 1 B 9/00 D

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】 平成 18 年 8 月 3 日 (2006.8.3)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 特許請求の範囲

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一般式 (II) :

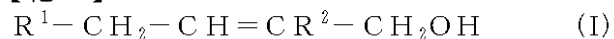
【化 1】



〔式中、 R^1 は、最大 12 個の炭素原子を有するアルキル、シクロアルキル、アリールまたはアルキルアリール基により任意に置換されていてよい、4～16 個の炭素原子を有する飽和またはオレフィン性不飽和アルキルまたはシクロアルキル基である。〕

で示されるアルデヒドと対応する低級アルデヒドとを反応させ、次いで得られた不飽和アルデヒドを還元することにより、一般式 (I) :

【化 2】



〔式中、 R^1 は上記と同じ意味を有する。 R^2 は、水素または 1～6 個の炭素原子を有するアルキル基である。〕

で示されるアルキル置換ブテノールを製造する方法であって、

i) アルドール縮合は不活性有機溶媒中で行い、

i i) 不飽和アルデヒドの還元は、任意に焼成されていてよい銅／亜鉛触媒の存在下で行い、

工程 i i) における還元を、温度 45～60℃の等温条件および水素圧 1～300 bar 下で連続的に行うことを特徴とする方法。

【請求項 2】 アルドール縮合を、水と共沸混合物を形成する非極性溶媒中で行うことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】 アルドール縮合を、触媒として有機酸アンモニウム塩の存在下で行うことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】 式 (I) における R^2 が、メチル基であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 5】 工程 i) においてプロピオンアルデヒドを、アルデヒド (II) を基準に、2.5～10 倍モル過剰で使用することを特徴とする請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】 R^1 が、4-(2,2,3-トリメチルシクロペント-3-エン-1-イル)基であることを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】 トルエン、キシレン、ベンゼン、シクロヘキサンおよびメチルシクロヘキサンからなる群から選ばれる有機溶媒を、工程 i) において使用することを特徴とする請求項 1～6 のいずれかに記載の方法。

【請求項 8】 請求項 1～7 に記載のいずれかの方法により製造された式 (I) [式中、 R^1 は、最大 12 個の炭素原子を有するアルキル、シクロアルキル、アリールまたはアルキルアリール基により任意に置換されていてよい、4～16 個の炭素原子を有する飽和またはオレフィン性不飽和アルキルまたはシクロアルキル基であり、 R^2 は、水素または 1～6 個の炭素原子を有するアルキル基である。] で示されるアルキル置換ブテノールの香料としての使用。

【請求項 9】 化粧品、工業製品またはアルコールベース香料中における、請求項 8 に記載の使用。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

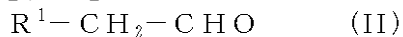
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0011】

従って本発明は、一般式 (II) :

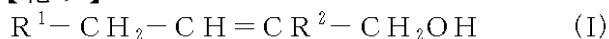
【化 8】



[式中、 R^1 は、最大 12 個の炭素原子を有するアルキル、シクロアルキル、アリールまたはアルキルアリール基により任意に置換されていてよい、4～16 個の炭素原子を有する飽和またはオレフィン性不飽和アルキルまたはシクロアルキル基である。]

で示されるアルデヒドと対応する低級アルデヒドとを反応させ、次いで得られた不飽和アルデヒドを還元することにより、一般式 (I) :

【化 9】



[式中、 R^1 は上記と同じ意味を有する。 R^2 は、水素または 1～6 個の炭素原子を有するアルキル基である。]

で示されるアルキル置換ブテノールを製造する方法であって、

i) アルドール縮合は不活性有機溶媒中で行い、

ii) 不飽和アルデヒドの還元は、任意に焼成されていてよい銅／亜鉛触媒の存在下で行い、

工程 ii) における還元を、温度 45～60℃の等温条件および水素圧 1～300 bar

下で連続的に行うことを条件とする方法に関する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0017】

工程 i i)

本発明の方法を、45～60℃の温度で行う。1つの特に好ましい実施態様では反応温度は、50～55℃の範囲である。

本発明の方法は、とりわけ、工程 i i) において方法が連続的かつ等温的に行われることに特徴がある。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0019】

本発明の方法を等温的に行うことは、重大な温度勾配が連続操作反応器内で生じないこと、特に温度ピークが存在しないことを意味する。対照的に、非等温反応手順は、明確な温度勾配または温度ピークが反応器中に出現することにより特徴づけられる。非等温条件は、通常バッチ式水素化、即ちオートクレーブ中の水素化で支配的である。連続操作において非等温反応手順は、反応の発熱を制御する特別な予防措置が無いことにより特徴づけられる。