

【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 1 区分

【発行日】平成20年3月13日 (2008.3.13)

【公表番号】特表2007-526868(P2007-526868A)

【公表日】平成19年9月20日 (2007.9.20)

【年通号数】公開・登録公報2007-036

【出願番号】特願2006-551484(P2006-551484)

【国際特許分類】

C 0 1 B 6/21 (2006.01)

C 0 7 F 5/04 (2006.01)

C 0 7 B 59/00 (2006.01)

【F I】

C 0 1 B 6/21

C 0 7 F 5/04 A

C 0 7 F 5/04 C

C 0 7 B 59/00

【手続補正書】

【提出日】平成20年1月28日 (2008.1.28)

【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】

(a) 同位体濃縮のホウ酸を供給する；

(b) 同位体濃縮のホウ酸を、同位体濃縮のホウ酸エステルの形成を導く条件下で、アルコールと接触させる；及び

(c) 同位体濃縮のホウ酸エステルを、同位体濃縮の水素化ホウ素金属の形成を導く条件下で、水素化アルミニウム金属で還元する；

工程を含有してなる、同位体濃縮の水素化ホウ素金属を合成する方法。

【請求項 2】

同位体濃縮のホウ酸エステルが、式 I：

【化 0 0 1】



(式中、

R の各々は、直鎖又は分岐鎖のアルキル、シクロアルキル、シクロアルキル - アルキル、アルケニル、アリール、アラルキル、ハロアルキル及びアルキルエーテルよりなる群からそれぞれ独立して選ばれるか、又は 2 つの R 基は結合して、それぞれがアルキル、アルケニル、シクロアルキル、シクロアルキル - アルキル、アリール、アラルキル及びアルコキシよりなる群から選ばれる 1 又はそれ以上の基で置換されていてもよい、
- アルキレン基又は 1, 2 - シクロアルキレン基を形成し；

n は、1 又は 2 であり；そして

n = 1 のとき、R' は、アルキル、アルケニル、アリール、アラルキル、ハロアルキル、及びアルキルエーテルよりなる群から選ばれるか、又は n = 2 のとき、R' は、それぞ

れがアルキル、アルケニル、シクロアルキル、シクロアルキル - アルキル、アリール、アラルキル及びアルコキシよりなる群から選ばれる 1 又はそれ以上の基で置換されていてもよい、
 - アルキレン基又は 1, 2 - シクロアルキレン基である)
 で表される化合物である、請求項 1 に記載の方法。

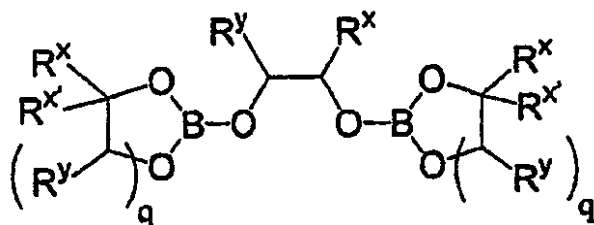
【請求項 3】

同位体濃縮のホウ酸エステルが、式： $B(OR)_3$ （式中、R の各々は同一であり、そして R は、直鎖又は分岐鎖の C_{1-10} アルキル、フェニル、ベンジル、 C_{3-8} シクロアルキル、 C_{3-8} シクロアルキル - C_{1-10} アルキル、 C_{2-10} アルケニル、 C_{1-10} アルコキシ、 C_{1-10} ハロアルキル及び C_{2-10} アルキルエーテルよりなる群から選ばれる）で表される化合物である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

同位体濃縮のホウ酸エステルが、式 III：

【化 002】



III

（式中、

q は、1 又は 2 であり；そして

R^x 、 $R^{x'}$ 及び R^y は、水素、直鎖又は分岐鎖の C_{1-10} アルキル、 C_{1-10} アルコキシ、及び C_{3-8} シクロアルキルよりなる群からそれぞれ独立して選ばれるか、又は R^x 及び R^y は、結合して、
 - アルキレン基を形成する）

で表される化合物である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

R^x 及び R^y が、水素及び直鎖又は分岐鎖の C_{1-4} アルキルよりなる群から選ばれる、
 請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

エステル化工程が、同位体濃縮のホウ酸を、少なくとも 3 当量の直鎖若しくは分岐鎖の C_{1-10} アルカノール、又は少なくとも 1.5 当量の C_{2-10} アルカンジオールと接触させることを包含してなる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

エステル化工程が、同位体濃縮のホウ酸を、約 3 当量の直鎖の C_{2-10} アルカノール、又は約 1.5 当量の直鎖若しくは分岐鎖の 1, 2 - C_{2-10} アルカンジオールと接触させることを包含してなる、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

エステル化工程中で発生する水を、反応混合物から除去する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

エステル化工程を、約 95 ~ 約 175 の温度で実施する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

還元工程が、ホウ酸エステルを水素化アルミニウム金属及び少なくとも 1 つの溶媒の混合物と接触させることを包含してなる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

少なくとも 1 つの溶媒が、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、1, 3 - ジオキソラン、1, 4 - ジオキサン、1, 3 - ジオキサン、メチル - tert - ブチルエーテル、ジメトキシエタン、ジグリム及びこれらの混合物よりなる群から選ばれる、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

混合物が、ベンゼン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、トルエン、キシレン、直鎖又は分岐鎖の C_{5-10} アルカン、石油エーテル及びこれらの混合物よりなる群から選ばれる、少なくとも1つの追加の炭化水素溶媒を包含してなる、請求項1に記載の方法。

【請求項 13】

同位体濃縮のボラン及び水素化アルミニウム金属を、約 - 50 ~ 約 50 の温度で接触させて、次いでこの混合物を約 50 ~ 約 150 の温度で加熱する、請求項1に記載の方法。

【請求項 14】

ホウ酸が、少なくとも約 80 % の ^{10}B を含有してなる、請求項1に記載の方法。

【請求項 15】

ホウ酸が、少なくとも約 95 % の ^{10}B を含有してなる、請求項1に記載の方法。

【請求項 16】

ホウ酸が、少なくとも約 95 % の ^{11}B を含有してなる、請求項1に記載の方法。

【請求項 17】

(a) 請求項1 ~ 16 の何れか一項に記載の方法による同位体濃縮の水素化ホウ素金属を供給する；及び

(b) 同位体濃縮の水素化ホウ素金属の溶液を、テトラデカヒドロウンデカボラン金属塩の形成を導く条件下で、式： $R-X$ 又は同位体濃縮の BY_3 (リガンド) の化合物と接触させる；

(式中、

R は、アルキル、アルケニル又はアラルキルであり；

X は、フルオロ、クロロ、ブロモ、ヨード、アルキルスルホネート又はアリースルホネートであり；

Y は、フルオロ、クロロ及びブロモであり；そして

リガンドは存在しないか、エーテル、アミン又はピリジンである)

工程を含有してなる、同位体濃縮のテトラデカヒドロウンデカボラン金属塩を製造する方法。

【請求項 18】

(a) 同位体濃縮のホウ酸を供給する；

(b) 同位体濃縮のホウ酸を、同位体濃縮のホウ酸エステルの形成を導く条件下で、アルコールと接触させる；

(c) 同位体濃縮のホウ酸エステルを、同位体濃縮の水素化ホウ素金属の形成を導く条件下で、水素化アルミニウム金属で還元する；及び

(d) 同位体濃縮の水素化ホウ素金属の溶液を、テトラデカヒドロウンデカボラン金属塩の形成を導く条件下で、式： $R-X$ 又は同位体濃縮の BY_3 (リガンド) の化合物と接触させる；

(式中、

R は、アルキル、アルケニル又はアラルキルであり；

X は、フルオロ、クロロ、ブロモ、ヨード、アルキルスルホネート又はアリースルホネートであり；

Y は、フルオロ、クロロ及びブロモであり；そして

リガンドは存在しないか、エーテル、アミン又はピリジンである)

工程を含有してなる、同位体濃縮のテトラデカヒドロウンデカボラン金属塩を製造する方法。

【請求項 19】

同位体濃縮の水素化ホウ素金属を、少なくとも約 2 当量の式： $R-X$ の化合物と接触させるか、又は同位体濃縮の水素化ホウ素金属を、少なくとも約 2 当量の式： BY_3 (リガンド) の同位体濃縮の化合物と接触させる、請求項18の何れか一項に記載の方法。

【請求項 20】

水素化ホウ素金属及び式： $R-X$ の化合物を、約 50 ～ 約 200 の温度で接触させるか、又は水素化ホウ素金属及び式： BY_3 （リガンド）の同位体濃縮の化合物を、約 50 ～ 約 200 の温度で接触させる、請求項 18 及び 19 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 21】

水素化ホウ素金属を、少なくとも 1 つのエーテル溶媒、少なくとも 1 つの炭化水素溶媒、又はこれらの混合物に溶媒和するか又は懸濁する、請求項 17 ～ 20 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 22】

テトラデカヒドロウンデカボラン金属塩が、少なくとも 80 % の ^{10}B を含有してなる、請求項 18 に記載の方法。

【請求項 23】

テトラデカヒドロウンデカボラン金属塩が、少なくとも 95 % の ^{10}B を含有してなる、請求項 18 に記載の方法。

【請求項 24】

テトラデカヒドロウンデカボラン金属塩が、少なくとも 95 % の ^{11}B を含有してなる、請求項 18 に記載の方法。

【請求項 25】

(a) 請求項 17 ～ 24 の何れか一項に記載の方法による同位体濃縮のテトラデカヒドロウンデカボラン金属塩を供給する；及び

(b) 同位体濃縮のテトラデカヒドロウンデカボラン金属塩を、テトラデカヒドロウンデカボラン金属塩の酸化を導く条件下で、-10 ～ 50 の温度で、少なくとも 0.6 ボルトの電極電位を有する酸化剤と接触させる；

工程を含有してなる、同位体濃縮のデカボランを製造する方法。

【請求項 26】

(a) 同位体濃縮のホウ酸を供給する；

(b) 同位体濃縮のホウ酸を、同位体濃縮のホウ酸エステルの形成を導く条件下で、アルコールと接触させる；

(c) 同位体濃縮のホウ酸エステルを、同位体濃縮の水素化ホウ素金属の形成を導く条件下で、水素化アルミニウム金属で還元する；

(d) 同位体濃縮の水素化ホウ素金属の溶液を、テトラデカヒドロウンデカボラン金属塩の形成を導く条件下で、式： $R-X$ 又は同位体濃縮の BY_3 （リガンド）の化合物と接触させる；そして

(式中、

R は、アルキル、アルケニル又はアラキルであり；

X は、フルオロ、クロロ、ブロモ、ヨード、アルキルスルホネート又はアリースルホネートであり；

Y は、フルオロ、クロロ及びブロモであり；そして

リガンドは存在しないか、エーテル、アミン又はピリジンである)

(e) 同位体濃縮のテトラデカヒドロウンデカボラン金属塩を、テトラデカヒドロウンデカボラン金属塩の酸化を導く条件下に、-10 ～ 50 の温度で、少なくとも 0.6 ボルトの電極電位を有する酸化剤と接触させる；

工程を含有してなる、同位体濃縮のデカボランを製造する方法。

【請求項 27】

酸化剤が、 Ag^{+2}/H^{+} 、 Au^{+3}/H^{+} 、 Ce^{+4}/H^{+} 、 $CeOH^{+3}/H^{+}$ 、 $HClO^{-}/H^{+}$ 、 ClO_3^{-}/H^{+} 、 ClO_4^{-}/H^{+} 、 CO^{+3} 、 Cr^{+4}/H^{+} 、 Fe （フェナントロリン） $_3^{+3}/H^{+}$ 、 IO_3^{-}/H^{+} 、 MnO_2/H^{+} 、 NiO_2/H^{+} 、 Np^{+4} 、 O_2/H^{+} 、 PbO_2^{-}/H^{+} 、 $PbO_2/SO_4^{2-}/H^{+}$ 、 Pu^{+4} 、 Pu^{+5} 、 RuO_4 、 Ti^{+3} 、 U^{+5} 、及び $V(OH)^{+}$ から選ばれる、請求項 25 又は 26 に記載の方法。

【請求項 28】

デカボランが、少なくとも約 80 % の ¹⁰B を含有してなる、請求項 26 に記載の方法。

【請求項 29】

デカボランが、少なくとも約 95 % の ¹⁰B を含有してなる、請求項 26 に記載の方法。

【請求項 30】

デカボランが、少なくとも約 95 % の ¹¹B を含有してなる、請求項 26 に記載の方法。