

【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21年7月23日(2009.7.23)

【公表番号】特表2008-546645(P2008-546645A)

【公表日】平成20年12月25日(2008.12.25)

【年通号数】公開・登録公報2008-051

【出願番号】特願2008-515880(P2008-515880)

【国際特許分類】

C 07 D 233/61 (2006.01)

C 07 C 205/12 (2006.01)

C 07 C 201/12 (2006.01)

C 07 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 07 D 233/61 1 0 1

C 07 C 205/12 C S P

C 07 C 201/12

C 07 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成21年6月3日(2009.6.3)

【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

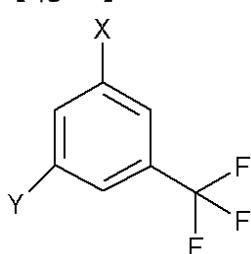
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

5-(4-メチル-1H-イミダゾル-1-イル)-3-(トリフルオロメチル)-ベンゼンアミン(I)の製造方法であって、4-メチル-1H-イミダゾール、またはその塩と、式：

【化1】



〔式中、

Xはハロゲン、スルホネートまたはNO₂であり；そして

YはNH₂、NO₂、ハロゲンまたはCNである。〕

の化合物を、適当な塩基または適当な遷移金属触媒またはそれらの組み合わせの存在下、適当な溶媒中で反応させることを含む、方法。

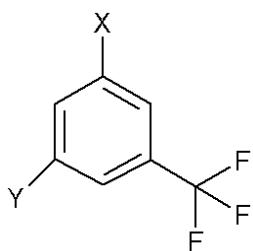
【請求項2】

YがNO₂であり；そして

Xがハロゲン、スルホネートまたはNO₂であり：

工程a)適当な塩基を使用して、適当な溶媒中、4-メチル-1H-イミダゾール、またはその塩と、式：

【化2】



の化合物を反応させて、4-メチル-1-(3-ニトロ-5-トリフルオロメチル-フェニル)-1H-イミダゾールを製造し；そして

工程b)得られる4-メチル-1-(3-ニトロ-5-トリフルオロメチル-フェニル)-1H-イミダゾールを、遷移金属触媒を使用して適当な極性溶媒中で還元する工程を含む、請求項1記載の方法。

【請求項3】

YがNO₂であり；そして

XがBrまたはIであり、ここで、

工程a)が適当な溶媒中の遷移金属触媒および適当な塩基の使用を含み；そして

工程b)が適当な極性溶媒中の遷移金属触媒を使用した還元工程を含む、

請求項2記載の方法。

【請求項4】

YがNO₂であり；そして

XがFであり、そして

工程a)が適当な溶媒中の適当な塩基の高温での使用を含み；そして

工程b)が適当な極性溶媒中の遷移金属触媒を使用した還元工程を含む、

請求項2記載の方法。

【請求項5】

工程a)を約70°乃至約130°で行う、請求項2から4のいずれかに記載の方法。

【請求項6】

塩基がカリウムアルコキシド、ナトリウムアルコキシド、リチウムアルコキシド、水素化カリウム、水素化ナトリウム、またはリチウム、ナトリウム、カリウムもしくはセシウムの炭酸塩である、請求項2から4のいずれかに記載の方法。

【請求項7】

工程a)で使用する溶媒がN,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミドまたは1-メチル-2-ピロリジノンである、請求項2から4のいずれかに記載の方法。

【請求項8】

工程b)で使用する極性溶媒がエタノールである、請求項2から4のいずれかに記載の方法。

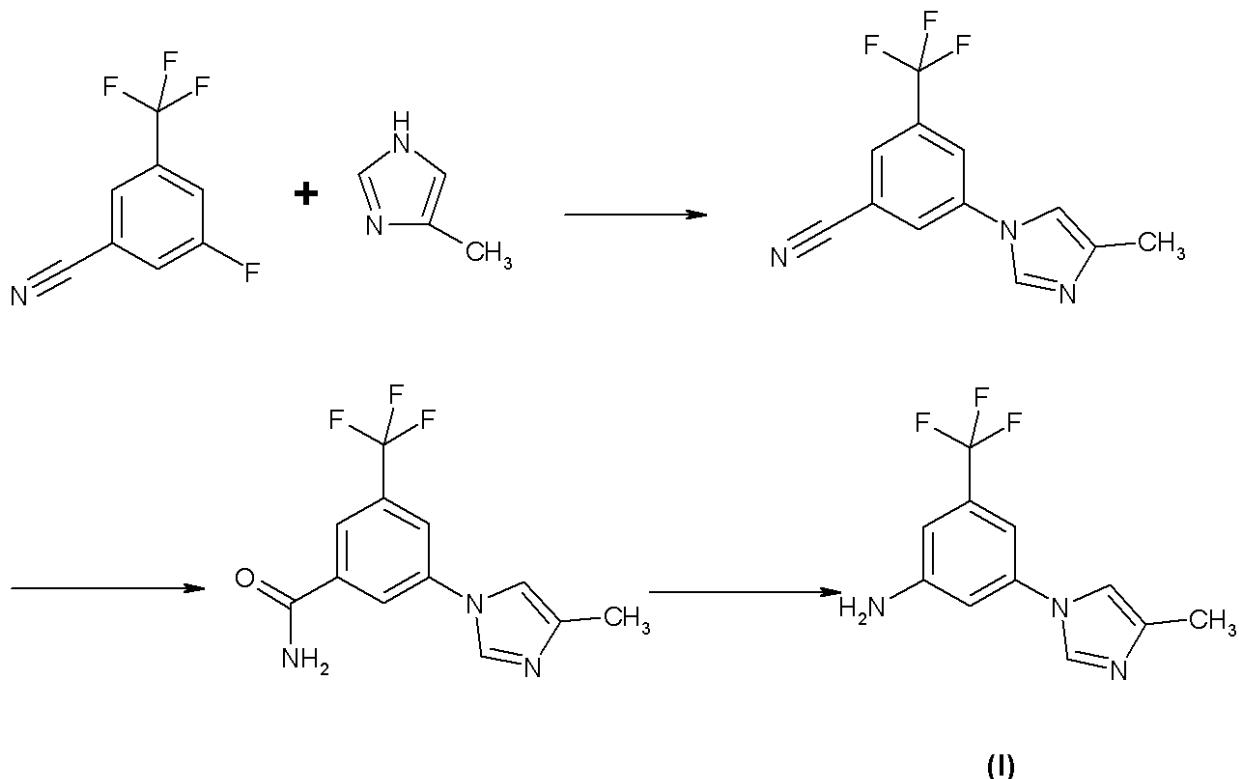
【請求項9】

5-(4-メチル-1H-イミダゾル-1-イル)-3-(トリフルオロメチル)-ベンゼンアミン(I)の製造方法であって、4-メチル-1H-イミダゾールと3-ブロモ-5-トリフルオロメチル-フェニルアミンを適当な塩基および適当な溶媒中で反応させることを含む、方法。

【請求項10】

5-(4-メチル-1H-イミダゾル-1-イル)-3-(トリフルオロメチル)-ベンゼンアミン(I)を製造する方法であって、以下の反応：

【化3】



を、適当な溶媒中で適当な塩基を使用して行うことを含む、方法。

【請求項11】

5-(4-メチル-1H-イミダゾール-1-イル)-3-(トリフルオロメチル)-ベンゼンアミン(I)の製造方法であって、メチル-1H-イミダゾール(imidazole)と3-フルオロ-5-トリフルオロメチル-フェニルアミンを適当な塩基および適当な溶媒中で反応させることを含む、方法。

【請求項12】

4-メチル-1-(3-ニトロ-5-トリフルオロメチル-フェニル)-1H-イミダゾールを塩に変換する方法であって：

- a) 4-メチル-1-(3-ニトロ-5-トリフルオロメチル-フェニル)-1H-イミダゾールを、酸またはその溶液で水または有機溶媒中で処理し；そして
- b) 得られる塩を単離する

ことを含む、方法。

【請求項13】

化合物4-メチル-1-(3-ニトロ-5-トリフルオロメチル-フェニル)-1H-イミダゾールおよびその塩。

【請求項14】

酸がメタンスルホン酸である、請求項12記載の方法。

【請求項15】

マイクロ波場を使用する、請求項1記載の方法。

【請求項16】

高い選択性を得るための速い加熱および冷却サイクルを、バッチ容器中の付加的熱交換キャパシティにより、または連続的反応装置により達成する、請求項1記載の方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0023

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0023】

第一の態様について、強乃至弱塩基は好ましくは炭酸塩、アルカノエート(alkonate)または炭酸水素塩であり；より好ましくはカリウムアルコキシド、ナトリウムアルコキシド、リチウムアルコキシド、水素化カリウム、水素化ナトリウム、またはリチウム、ナトリウム、カリウムもしくはセシウムの炭酸塩である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0046

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0046】

実施例8 5-(4-メチル-1H-イミダゾル-1-イル)-3-トリフルオロメチル-フェニルアミン(I)

3-(4-メチル-イミダゾル-1-イル)-5-トリフルオロメチル-ベンズアミド(XIII)(1g、3.71mmol)のt-ブタノール(10mL)および水(3.8mL)中の溶液を次亜塩素酸ナトリウム(3.7mL、9%)および水酸化ナトリウム(1.5mL、30%)の水性溶液で処理する。反応混合物を16時間、60で攪拌し、その後亜硫酸水素ナトリウム(2mL、10%)溶液を添加する。有機相を分離し、トルエン(5mL)および水(2.5mL)で処理し、次いで水性HCl(2M、5mL)を添加する。得られる懸濁液を1.5時間攪拌し、0に冷却し、濾過する。フィルター・ケーキをトルエン(3mL)で洗浄し、真空で乾燥させて、0.39gの表題化合物の塩酸塩(43.2%)をオレンジ色結晶として得る(HPLCにより99.7面積%)。アニリンの遊離のために、生成物を炭酸水素カリウム塩(2.2mL、5%)のエタノール(1mL)中の水性溶液で45で0.5時間処理する。反応混合物を次いで0に1時間以内に冷却し、2時間攪拌する。生成物を濾過により単離し、エタノール(2×0.75mL)で洗浄し、真空で50で乾燥させて、0.27gの表題化合物(I)(32.8%)をオフホワイト色結晶として得る(%HPLCにより>99.9面積)。