

【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 0 7 D 233/61 (2006.01)

C 0 7 C 205/12 (2006.01)

C 0 7 C 201/12 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 D 233/61 1 0 1

C 0 7 C 205/12 C S P

C 0 7 C 201/12

C 0 7 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

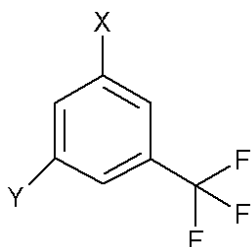
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

5 - (4 - メチル - 1 H - 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 - 1 H - 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 NO_2 であり；そして

Y は NH_2 、 NO_2 、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。

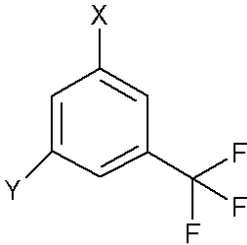
【請求項 2】

Y が NO_2 であり；そして

X がハロゲン、スルホネートまたは NO_2 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 - 1 H - 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) - 1 H - 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) - 1 H - 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 NO_2 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 NO_2 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。

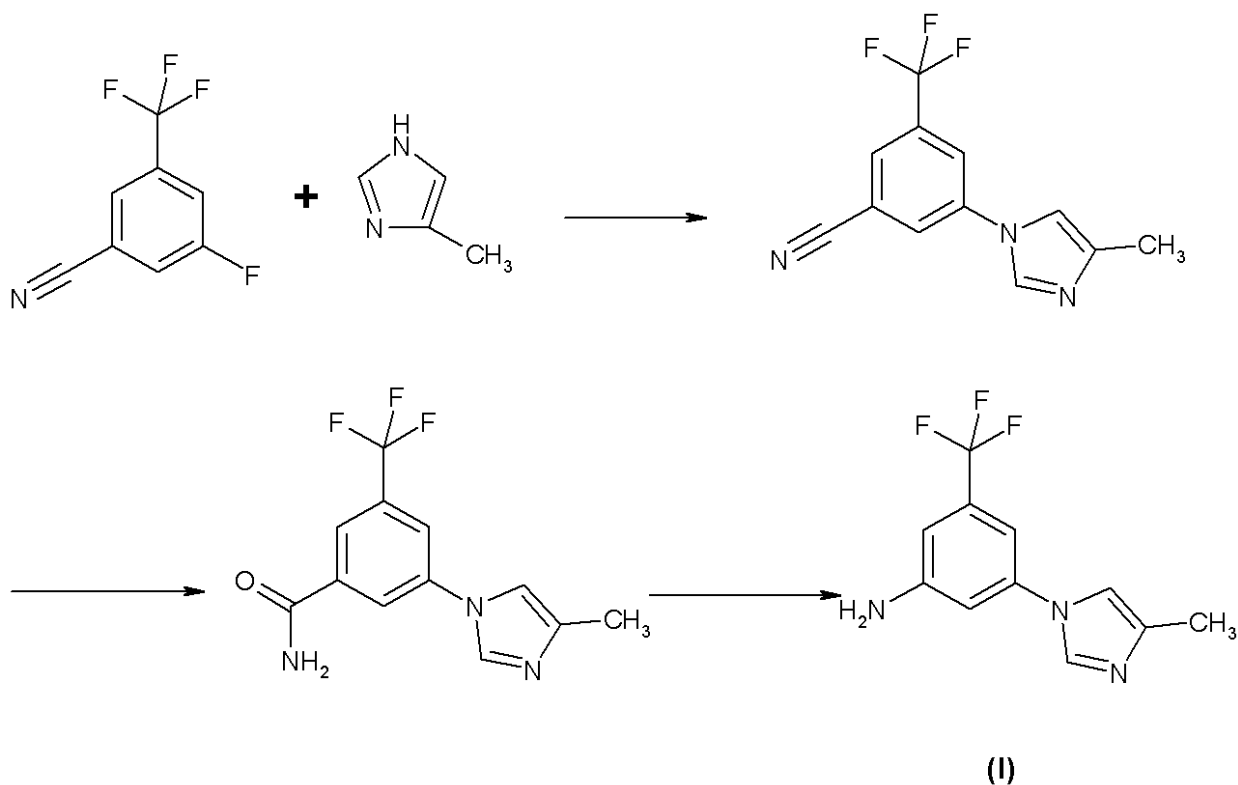
【請求項 9】

5 - (4 - メチル - 1 H - 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 - 1 H - 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 - 1 H - 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 1 1】

5 - (4 - メチル - 1 H - 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 - 1 H - 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 1 2】

4 - メチル - 1 - (3 - ニトロ - 5 - トリフルオロメチル - フェニル) - 1 H - 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) - 1 H - 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 1 3】

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) - 1 H - イミダゾールおよびその塩。

【請求項 1 4】

酸がメタンスルホン酸である、請求項 1 2 記載の方法。

【請求項 1 5】

マイクロ波場を使用する、請求項 1 記載の方法。

【請求項 1 6】

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】

【 0 0 2 3 】

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 】 0 0 4 6

【 補 正 方 法 】 変 更

【 補 正 の 内 容 】

【 0 0 4 6 】

実施例 8 5 - (4 - メチル - 1 H - 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 (X XIII) (1 g 、 3 . 7 1 mmol) の t - ブタノール (1 0 mL) および水 (3 . 8 mL) 中の溶液を次亜塩素酸ナトリウム (3 . 7 mL 、 9 %) および水酸化ナトリウム (1 . 5 mL 、 3 0 %) の水性溶液で処理する。反応混合物を 1 6 時間、 6 0 で攪拌し、その後亜硫酸水素ナトリウム (2 mL 、 1 0 %) 溶液を添加する。有機相を分離し、トルエン (5 mL) および水 (2 . 5 mL) で処理し、次いで水性 H C l (2 M 、 5 mL) 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 (3 mL) で洗浄し、真空中で乾燥させて、 0 . 3 9 g の表題化合物の塩酸塩 (4 3 . 2 %) をオレンジ色結晶として得る (H P L C により 9 9 . 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 . 2 mL 、 5 %) のエタノール (1 mL) 中の水性溶液で 4 5 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 . 7 5 mL) で洗浄し、真空中で 5 0 で乾燥させて、 0 . 2 7 g の表題化合物 (I) (3 2 . 8 %) をオフホワイト色結晶として得る (% H P L C により > 9 9 . 9 面積) 。