

【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 27 年 5 月 14 日 (2015.5.14)

【公表番号】特表 2014-525898 (P2014-525898A)

【公表日】平成 26 年 10 月 2 日 (2014.10.2)

【年通号数】公開・登録公報 2014-054

【出願番号】特願 2014-515897 (P2014-515897)

【国際特許分類】

C 07 C 45/00 (2006.01)

C 07 C 49/683 (2006.01)

【 F I 】

C 07 C 45/00

C 07 C 49/683

【手続補正書】

【提出日】平成 27 年 3 月 25 日 (2015.3.25)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0058

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0058】

これは、本発明の好ましい、及び代替の実施形態の記載を完成する。当業者は、本明細書中に記載されている特定の実施形態に対する他の均等物を認識してもよく、均等物は、本願明細書に添付した請求項に含まれることが意図されている。本発明の実施態様の一部を以下の項目 [1] - [15] に記載する。

[1]

a) 3, 5 二置換 4 ヒドロキシベンズアルデヒドと、第二級アミンとの間の縮合反応を行い、これによって第二級アミンキノンメチド中間体を形成する工程；

b) 100 ~ 160 の温度における共沸蒸留によって、高沸点の脂肪族及び芳香族炭化水素溶媒中の前記第二級アミンキノンメチド中間体から水を除去する工程；

c) 脱水した前記第二級アミンキノンメチド中間体を、金属アセチリドを含む有機媒体に加えて、マンニッヒ塩基中間体を得る工程；及び

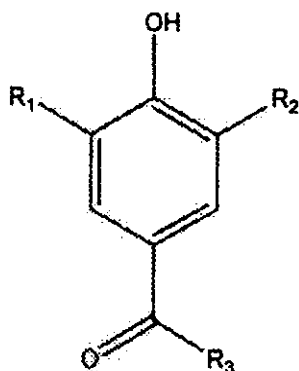
d) 脱離剤を前記マンニッヒ塩基中間体に加えて、7 アセチレンキノンメチドを得る工程

を含む、7 アセチレンキノンメチドを合成する方法。

[2]

前記 3, 5 二置換 4 ヒドロキシベンズアルデヒドが、下式

【化 1】



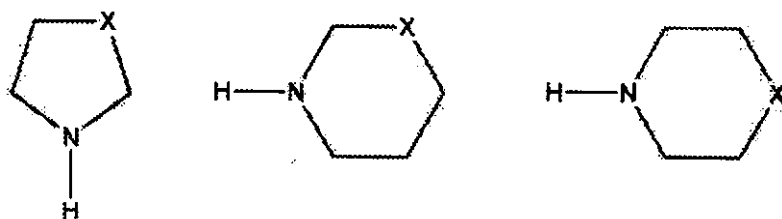
を有しており、

ここで、 R_1 及び R_2 は、 $C_4 \sim C_{18}$ アルキル、 $C_5 \sim C_{12}$ シクロアルキル、フェニル、及び $C_7 \sim C_{15}$ フェニルアルキルから、好ましくは、 R_1 及び R_2 は、tert ブチル、tert アミル、tert オクチル、シクロヘキシル、メチルベンジル、又は、ジメチルベンジルから、最も好ましくは、tert ブチル、tert アミル、又は tert オクチルから独立して選択され、 R_3 は H である、項目 1 に記載の方法。

[3]

前記第二級アミンが、N, N 二置換アミノ基、より具体的には、それぞれ以下の構造

【化 2】



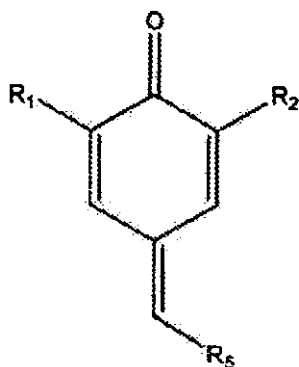
及びこれらの任意の組み合わせを有する、5 員複素環式基及び / 又は 6 員複素環式基から成る群の少なくとも一つであり、

ここで、X は CH_2 、O、S、 NR_4 であり、 R_4 は $C_1 \sim C_{18}$ アルキル、 $C_5 \sim C_{12}$ シクロアルキル、フェニル、 $C_7 \sim C_{15}$ フェニルアルキル、及びこれらの任意の組み合わせから選択されるものであり、あるいは複素環式第二級アミノ基は、X が CH_2 及び O であるアミンである、項目 1 に記載の方法。

[4]

前記第二級アミンキノンメチド中間体が、以下の構造式

【化 3】



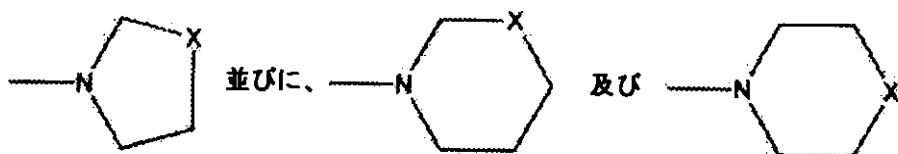
を有する 4 ((N , N 二置換アミノ) メチレン) シクロヘキサ 2 , 5 ジエノン
キノンメチド分子であって、

ここで、 R_1 及び R_2 は、 $C_4 \sim C_{18}$ アルキル、 $C_5 \sim C_{12}$ シクロアルキル、フェ
ニル、 $C_7 \sim C_{15}$ フェニルアルキル、及びこれらの任意の組み合わせのリストから選択
される一つの項目であり、あるいは R_1 及び R_2 は、tert ブチル、tert アミ
ル、tert オクチル、シクロヘキシル、メチルベンジル、又は、ジメチル
ベンジルである、項目 1 に記載の方法。

[5]

前記 4 ((N , N 二置換アミノ) メチレン) シクロヘキサ 2 , 5 ジエノンが、
以下の構造

【化 4】



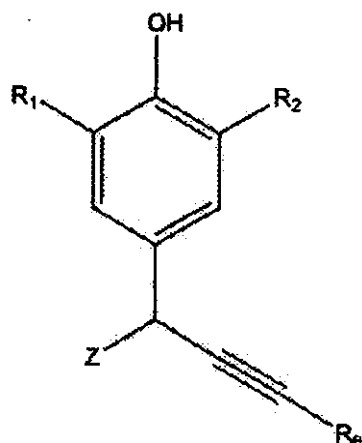
並びにこれらの任意の組み合わせを有する、5 員複素環式基又は 6 員複素環式基の N ,
N 二置換アミノ基である R_5 を有しており、

ここで、X は CH_2 、O、S、 NR_4 であり、 R_4 は $C_1 \sim C_{18}$ アルキル、 $C_5 \sim C_{12}$
 $C_7 \sim C_{15}$ フェニルアルキル、及び任意のこれらの組
み合わせから選択され、あるいは R_5 は、5 員複素環式基及び / 又は 6 員複素環式基であ
り、X は CH_2 及び O である、項目 4 に記載の方法。

[6]

前記マンニヒ塩基中間体が、以下の分子式

【化 5】



を有しており、

ここで、 R_1 及び R_2 は、 $C_4 \sim C_{18}$ アルキル、 $C_5 \sim C_{12}$ シクロアルキル、フェニル、 $C_7 \sim C_{15}$ フェニルアルキル、及びこれらの任意の組み合わせから独立して選択される、項目 1 に記載の方法。

[7]

R_1 及び R_2 が、tert ブチル、tert アミル、tert オクチル、シクロヘキシル、メチルベンジル、ジメチルベンジル、及びこれらの任意の組み合わせから選択される、項目 6 に記載の方法。

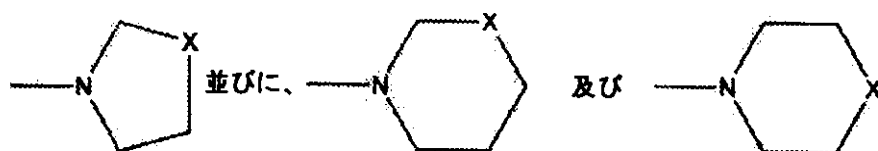
[8]

R_6 が、H、 $C_1 \sim C_{18}$ アルキル、 $C_5 \sim C_{12}$ シクロアルキル、フェニル、 $C_7 \sim C_{15}$ フェニルアルキル、置換フェニル基 Ph R_7 、及びこれらの任意の組み合わせから選択され、好ましくは、 R_7 は $COOH$ 、及び $COOR_8$ であり、 R_8 は $C_1 \sim C_{18}$ アルキル、 $C_5 \sim C_{12}$ シクロアルキル、フェニル、及び $C_7 \sim C_{15}$ フェニルアルキルから独立して選択される、項目 6 に記載の方法。

[9]

Z が、第二級 N, N 二置換アミノ基、及び / 又は以下の構造

【化 6】



並びにこれらの任意の組み合わせを有する、5 員複素環式基又は 6 員複素環式基である、項目 6 に記載の方法。

[10]

X が、 CH_2 、O、S、及び NR_4 、並びにこれらの任意の組み合わせであり、 R_4 は、 $C_1 \sim C_{18}$ アルキル、 $C_5 \sim C_{12}$ シクロアルキル、フェニル、 $C_7 \sim C_{15}$ フェニ

ルアルキル、及びこれらの任意の組み合わせから選択される、項目 9 に記載の方法。

[1 1]

Z が、5 員複素環式基及び 6 員複素環式基からなる群から選択され、X は C H₂、及び O、並びにこれらの任意の組み合わせである、項目 9 に記載の方法。

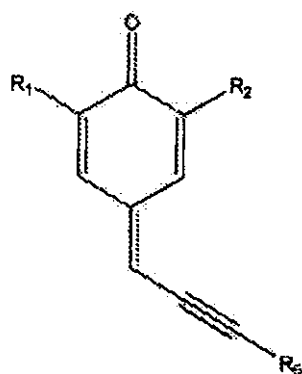
[1 2]

前記脱離剤が、酸、及び / 又は p トルエンスルホン酸である、項目 1 に記載の方法。

[1 3]

ビニルモノマー、及び式

【化 7】



を有するキノンメチド化合物を含む液体中の、ビニルモノマーの重合を遅延させる方法であって、

ここで、R₁ 及び R₂ は、C₄ ~ C₁₈ アルキル、C₅ ~ C₁₂ シクロアルキル、フェニル、及び C₇ ~ C₁₅ フェニルアルキルから独立して選択され、より好ましくは、R₁ 及び R₂ は、tert ブチル、tert アミル、tert オクチル、シクロヘキシル、メチルベンジル、又は、ジメチルベンジルであり、最も好ましくは、tert ブチル、t アミル、又は tert オクチルである、方法。

[1 4]

R₆ が、H、C₁ ~ C₁₈ アルキル、C₅ ~ C₁₂ シクロアルキル、フェニル、C₇ ~ C₁₅ フェニルアルキル、及び置換フェニル基 Ph R₇ であり、Ph はフェニル基 C₆H₄ であり、R₇ は、COOH、及び COOR₈ であり、R₈ は、C₁ ~ C₁₈ アルキル、C₅ ~ C₁₂ シクロアルキル、フェニル、及び C₇ ~ C₁₅ フェニルアルキルから独立して選択される、項目 13 に記載の方法。

[1 5]

前記モノマーに加える前記キノンメチドの量が、前記モノマーの 1 ~ 10,000 ppm である、項目 13 に記載の方法。

【手続補正 2】

【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) 3, 5 二置換 4 ヒドロキシベンズアルデヒドと、第二級アミンとの間の縮合反応を行い、これによって第二級アミンキノンメチド中間体を形成する工程；

b) 100 ~ 160 の温度における共沸蒸留によって、脂肪族溶媒、芳香族溶媒及び

これらの任意の組み合わせからなる群から選択される高沸点炭化水素溶媒中の前記第二級アミンキノンメチド中間体から水を除去する工程；

c) 脱水した前記第二級アミンキノンメチド中間体を、金属アセチリドを含む有機媒体に加えて、マンニッヒ塩基中間体を得る工程；及び

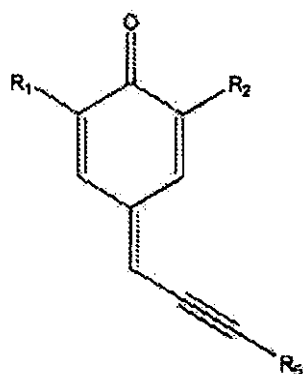
d) 脱離剤を前記マンニッヒ塩基中間体に加えて、7 アセチレンキノンメチドを得る工程

を含む、7 アセチレンキノンメチドを合成する方法。

【請求項2】

ビニルモノマー、及び式

【化8】



を有するキノンメチド化合物を含む液体中の、ビニルモノマーの重合を遅延させる方法であって、

ここで、 R_1 及び R_2 は、独立して、 $C_4 \sim C_{18}$ アルキル、 $C_5 \sim C_{12}$ シクロアルキル、フェニル、及び $C_7 \sim C_{15}$ フェニルアルキルからなる群から選択される、方法。