

【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25年8月15日(2013.8.15)

【公表番号】特表2012-532143(P2012-532143A)

【公表日】平成24年12月13日(2012.12.13)

【年通号数】公開・登録公報2012-053

【出願番号】特願2012-518607(P2012-518607)

【国際特許分類】

C 07 F 9/6561 (2006.01)

C 07 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 07 F 9/6561 C S P Z

C 07 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成25年6月25日(2013.6.25)

【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

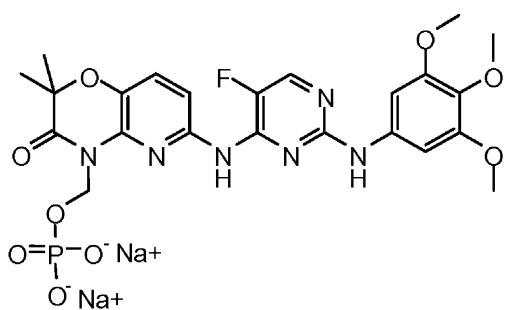
【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

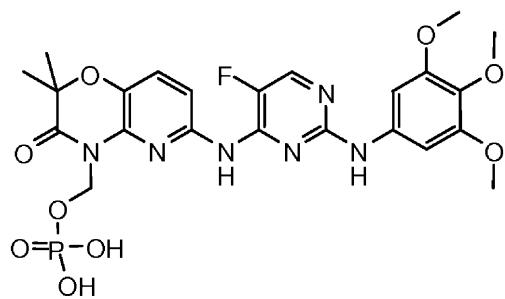
以下の工程を含む、式Iの化合物



I

を調製するためのプロセス：

a) 式IIの化合物



II

の酸溶媒和物を、式IIの化合物のアミド溶媒和物の形成に適した条件下で、アミドと接触させる工程；および

b) 該アミド溶媒和物を、式Iの化合物の形成に適した条件下で、ナトリウムイオンを含

む塩基水溶液と接触させる工程。

【請求項 2】

前記式IIの化合物の酸溶媒和物における酸の成分がカルボン酸である、請求項1記載のプロセス。

【請求項3】

前記カルボン酸がR¹COOHであって、式中R¹がHまたは最大三個までのハロで置換されていてもよいC₁-C₄アルキルである、請求項2記載のプロセス。

【請求項4】

前記アミドが二級アミドまたは三級アミドである、請求項1記載のプロセス。

【請求項5】

前記アミドが $R^{30}CON(R^2)_2$ であって、式中 R^2 がそれぞれ独立して -H もしくは C_1-C_4 アルキル、もしくは両方の R^2 はそれらと結合した窒素と共に 4~6 員の脂肪族環を形成し、 R^{30} が -H もしくは C_1-C_4 アルキルである；または、 R^{30} および片方の R^2 、その各々と結合した炭素および窒素が共に組み合わさって 4~6 員の脂肪族環を形成し、もう片方の R^2 が独立して -H もしくは C_1-C_4 アルキルである、請求項 4 記載のプロセス。

【請求項6】

前記アミドがN,N-ジアルキルホルムアミド、N,N-ジアルキルアセトアミド、N-アルキルピロリジノン、またはN-アルキルピペリドンである、請求項5記載のプロセス。

【請求項 7】

前記アミドがN,N-ジアルキルホルムアミドであって；式IIの化合物のアミド溶媒和物の形成に適した条件が、約20 と約70 の間の温度を含む、請求項6のプロセス。

【請求項8】

前記アミドがN,N-ジメチルホルムアミド(DMF)であって;アミド溶媒和物の形成に適した条件が、DMF中、約50°の温度で酸溶媒和物を再度スラリー状にする工程を含む、請求項7記載のプロセス。

【請求項 9】

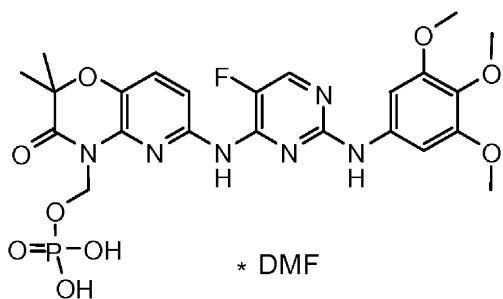
工程b) 中の塩基水溶液が水酸化ナトリウムおよびアルコールを含み、式Iの化合物の形成に適した条件が約40 ℃と約80 ℃の間の温度および約8 ~ 約10.5のpHを含むことを特徴とする、請求項1記載のプロセス。

【請求項 10】

工程b) 中の塩基水溶液が水酸化ナトリウム(NaOH)およびイソプロピルアルコール(IPA)を含み、式Iの化合物の形成に適した条件が約80℃の温度および約9のpHを含むことを特徴とする、請求項9記載のプロセス。

【請求項 11】

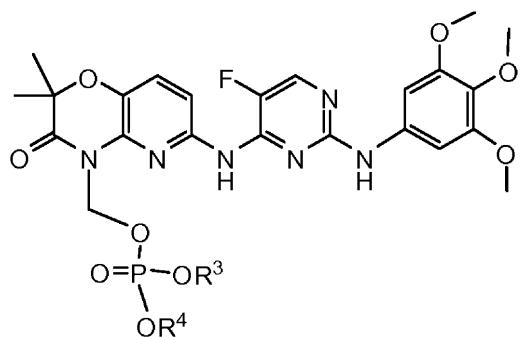
式IIIの化合物。



III

【請求項 1 2】

以下の工程を含む、式IVの化合物



VI

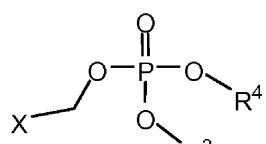
を調製するためのプロセス：

式VIの化合物の形成に適した条件下で、式IVの化合物



IV

を、アミド存在下において式Vの化合物



V

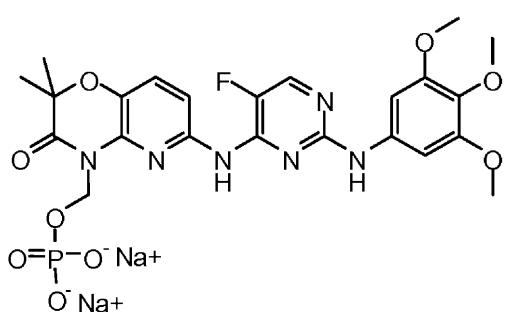
と接触させる工程であって、

式中、

R^3 および R^4 はそれぞれ独立してC₁-C₆アルキルであって、Xはハロゲンである、前記工程。

【請求項 1 3】

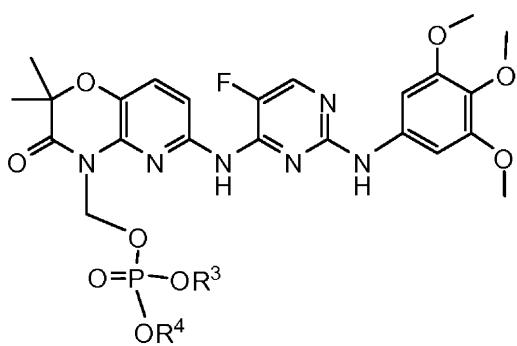
以下の工程を含む、式Iの化合物



I

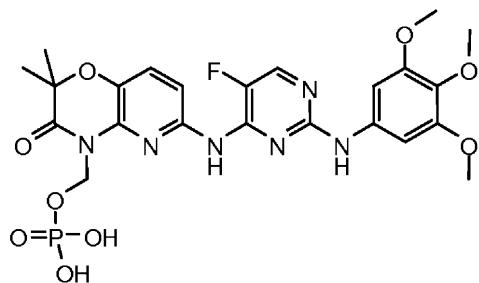
を調製するための方法：

式VIの化合物



VI

を、式IIの化合物



II

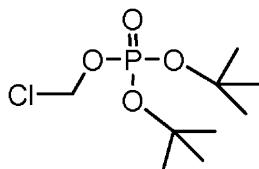
の酸溶媒和物の形成に適した条件下で酸と接触させる工程；

該式IIの化合物の酸溶媒和物を、式IIの化合物のアミド溶媒和物の形成に適した条件下でアミドと接触させる工程；および

該式IIの化合物のアミド溶媒和物を、式Iの化合物の形成に適した条件下で、ナトリウムイオンを含む塩基水溶液と接触させる工程。

【請求項14】

式Vの化合物がリン酸ジ-tert-ブチルクロロメチル



である、請求項12記載のプロセス。

【請求項15】

式VIの化合物の作製に十分な条件が下記(i)および(ii)を含む、請求項12記載のプロセス：

- (i) 式IVの化合物と式Vの化合物を極性溶媒中の塩基と組み合わせる工程；および
- (ii) (i)より得られた生成物を塩基水溶液中で洗浄する工程。

【請求項16】

(i) における塩基が、炭酸セシウム(Cs_2CO_3)および炭酸カリウム(K_2CO_3)の少なくとも一つを含み；極性溶媒がDMFおよびN,N-ジメチルアセトアミド(DMAc)の少なくとも一つを含み；かつ(ii)における塩基水溶液が、炭酸水素ナトリウム(NaHCO_3)および水酸化ナトリウム(NaOH)の少なくとも一つを含む、請求項15記載のプロセス。

【請求項17】

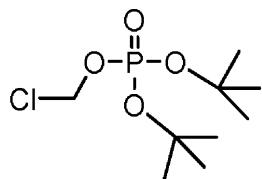
式VIの化合物が単離されない、請求項12記載のプロセス。

【請求項18】

式Vの化合物がN,N-ジメチルアセトアミド(DMAc)溶媒で安定化されている、請求項12記載のプロセス。

【請求項 19】

リン酸ジ-tert-ブチルクロロメチル



およびアミドを含む、組成物。

【請求項 20】

前記アミドが溶媒でもある、請求項 19 記載の組成物。

【請求項 21】

前記アミドが三級アミドである、請求項 20 記載の組成物。

【請求項 22】

前記三級アミドがN,N-ジメチルアセトアミド(DMAc)である、請求項 21 記載の組成物。

【請求項 23】

式Iの化合物が水和物の形態である、請求項 1 または 13 記載のプロセス。

【請求項 24】

水和物が六水和物である、請求項 23 記載のプロセス。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

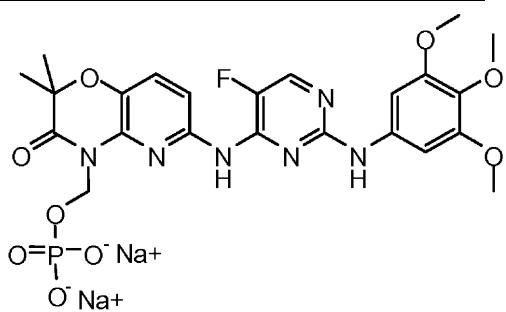
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

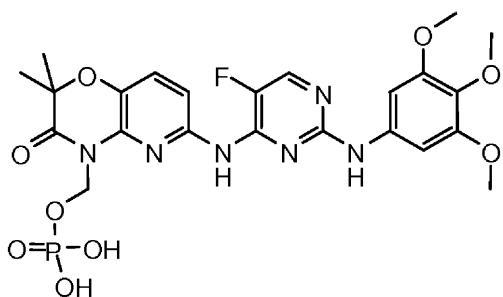
上で要約された態様は、上で明示的に列挙されていない態様を作り出すための任意の適した組み合わせで共に使用されてもよく、その様な態様が本発明の一部であるとみなされることは、当業者には理解される。

[本発明1001]

以下の工程を含む、式Iの化合物

I

を調製するためのプロセス：a) 式IIの化合物



II

の酸溶媒和物を、式IIの化合物のアミド溶媒和物の形成に適した条件下で、アミドと接触させる工程；および

b) 該アミド溶媒和物を、式Iの化合物の形成に適した条件下で、ナトリウムイオンを含む塩基水溶液と接触させる工程。

[本発明1002]

前記式IIの化合物の酸溶媒和物における酸の成分がカルボン酸である、本発明1001のプロセス。

[本発明1003]

前記カルボン酸がR¹COOHであって、式中R¹がHまたは最大三個までのハロで置換されているてもよいC₁-C₄アルキルである、本発明1002のプロセス。

[本発明1004]

前記アミドが二級アミドまたは三級アミドである、本発明1001のプロセス。

[本発明1005]

前記アミドがR³CON(R²)₂であって、式中R²がそれぞれ独立して-HもしくはC₁-C₄アルキル、もしくは両方のR²はそれらと結合した窒素と共に4~6員の脂肪族環を形成し、R³が-HもしくはC₁-C₄アルキルである；または、R³および片方のR²、その各々と結合した炭素および窒素が共に組み合わさって4~6員の脂肪族環を形成し、もう片方のR²が独立して-HもしくはC₁-C₄アルキルである、本発明1004のプロセス。

[本発明1006]

前記アミドがN,N-ジアルキルホルムアミド、N,N-ジアルキルアセトアミド、N-アルキルピロリジノン、またはN-アルキルピペリドンである、本発明1005のプロセス。

[本発明1007]

前記アミドがN,N-ジアルキルホルムアミドであって；式IIの化合物のアミド溶媒和物の形成に適した条件が、約20と約70の間の温度を含む、本発明1006のプロセス。

[本発明1008]

前記アミドがN,N-ジメチルホルムアミド(DMF)であって；アミド溶媒和物の形成に適した条件が、DMF中、約50の温度で酸溶媒和物を再度スラリー状にする工程を含む、本発明1007のプロセス。

[本発明1009]

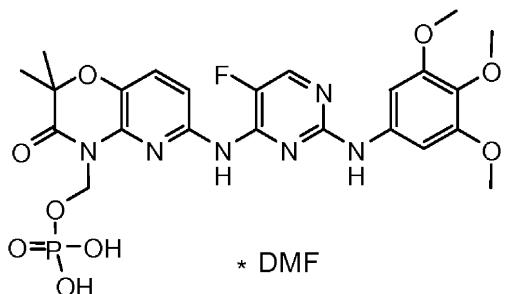
工程b)中の塩基水溶液が水酸化ナトリウムおよびアルコールを含み、式Iの化合物の形成に適した条件が約40と約80の間の温度および約8~約10.5のpHを含むことを特徴とする、本発明1001のプロセス。

[本発明1010]

工程b)中の塩基水溶液が水酸化ナトリウム(NaOH)およびイソプロピルアルコール(IPA)を含み、式Iの化合物の形成に適した条件が約80の温度および約9のpHを含むことを特徴とする、本発明1009のプロセス。

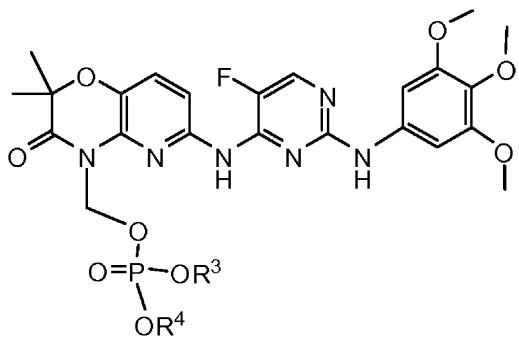
[本発明1011]

式IIIの化合物。



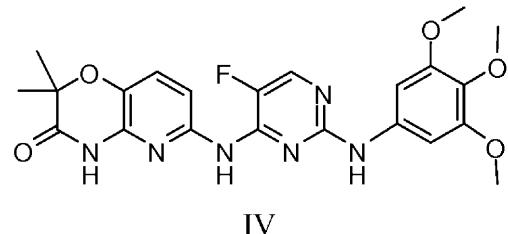
III

[本発明1012]

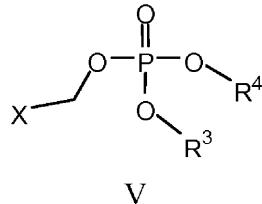
以下の工程を含む、式IVの化合物

VI

を調製するためのプロセス：

式VIの化合物の形成に適した条件下で、式IVの化合物

IV

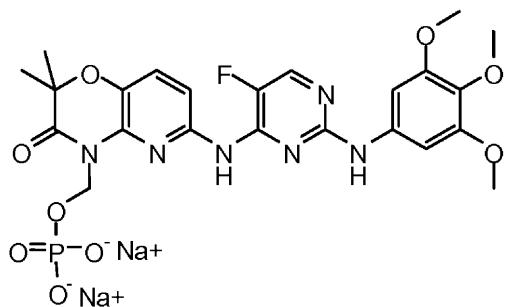
を、アミド存在下において式Vの化合物

V

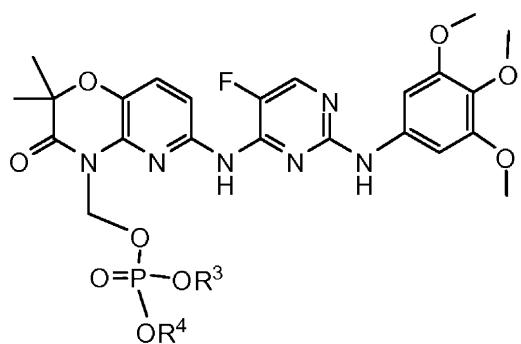
と接触させる工程であって、式中、R³およびR⁴はそれぞれ独立してC₁-C₆アルキルであって、Xはハロゲンである、前記工程。

[本発明1013]

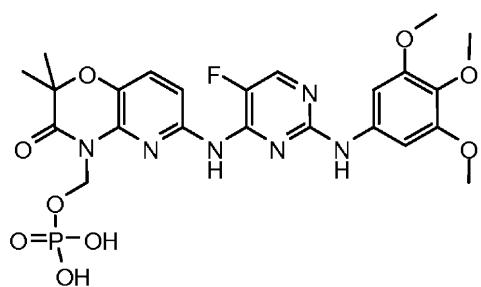
以下の工程を含む、式Iの化合物



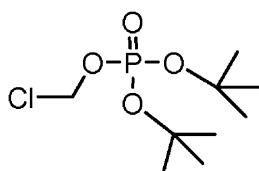
I

を調製するための方法：式VIの化合物

VI

を、式IIの化合物

II

の酸溶媒和物の形成に適した条件下で酸と接触させる工程；該式IIの化合物の酸溶媒和物を、式IIの化合物のアミド溶媒和物の形成に適した条件下でアミドと接触させる工程；および該式IIの化合物のアミド溶媒和物を、式Iの化合物の形成に適した条件下で、ナトリウムイオンを含む塩基水溶液と接触させる工程。[本発明1014]式Vの化合物がリン酸ジ-tert-ブチルクロロメチルである、本発明1012のプロセス。[本発明1015]式VIの化合物の作製に十分な条件が下記(i)および(ii)を含む、本発明1012のプロセス：

(i) 式IVの化合物と式Vの化合物を極性溶媒中の塩基と組み合わせる工程；および
(ii) (i)より得られた生成物を塩基水溶液中で洗浄する工程。

[本発明1016]

(i) における塩基が、炭酸セシウム (Cs_2CO_3) および炭酸カリウム (K_2CO_3) の少なくとも一つを含み；極性溶媒がDMFおよびN,N-ジメチルアセトアミド (DMAc) の少なくとも一つを含み；かつ (ii) における塩基水溶液が、炭酸水素ナトリウム (NaHCO_3) および水酸化ナトリウム (NaOH) の少なくとも一つを含む、本発明1015のプロセス。

[本発明1017]

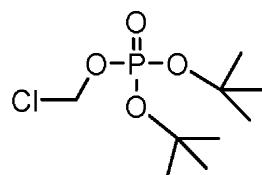
式VIの化合物が単離されない、本発明1012のプロセス。

[本発明1018]

式Vの化合物がN,N-ジメチルアセトアミド (DMAc) 溶媒で安定化されている、本発明1012のプロセス。

[本発明1019]

リン酸ジ-tert-ブチルクロロメチル



およびアミドを含む、組成物。

[本発明1020]

前記アミドが溶媒でもある、本発明1019の組成物。

[本発明1021]

前記アミドが三級アミドである、本発明1020の組成物。

[本発明1022]

前記三級アミドがN,N-ジメチルアセトアミド (DMAc) である、本発明1021の組成物。

[本発明1023]

式Iの化合物が水和物の形態である、本発明1001または1013のプロセス。

[本発明1024]

水和物が六水和物である、本発明1023のプロセス。