



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公開本

(11) 公開編號：TW 201029980 A1

(43) 公開日：中華民國 99 (2010) 年 08 月 16 日

(21) 申請案號：098131616

(22) 申請日：中華民國 98 (2009) 年 09 月 18 日

(51) Int. Cl. : **C07D265/08 (2006.01)**

(30) 優先權：2008/09/23 歐洲專利局 08164919.6

2009/07/07 歐洲專利局 09164707.3

(71) 申請人：贏創德固賽有限責任公司 (德國) EVONIK DEGUSSA GMBH (DE)  
德國

(72) 發明人：古培貝克 湯瑪士 KUEBELBAECK, THOMAS (DE) ; 紐曼 曼佛德 NEUMANN,  
MANFRED (DE) ; 歐麥斯 瑪莉安 OMEIS, MARIANNE (DE)

(74) 代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：8 項 圖式數：0 共 25 頁

(54) 名稱

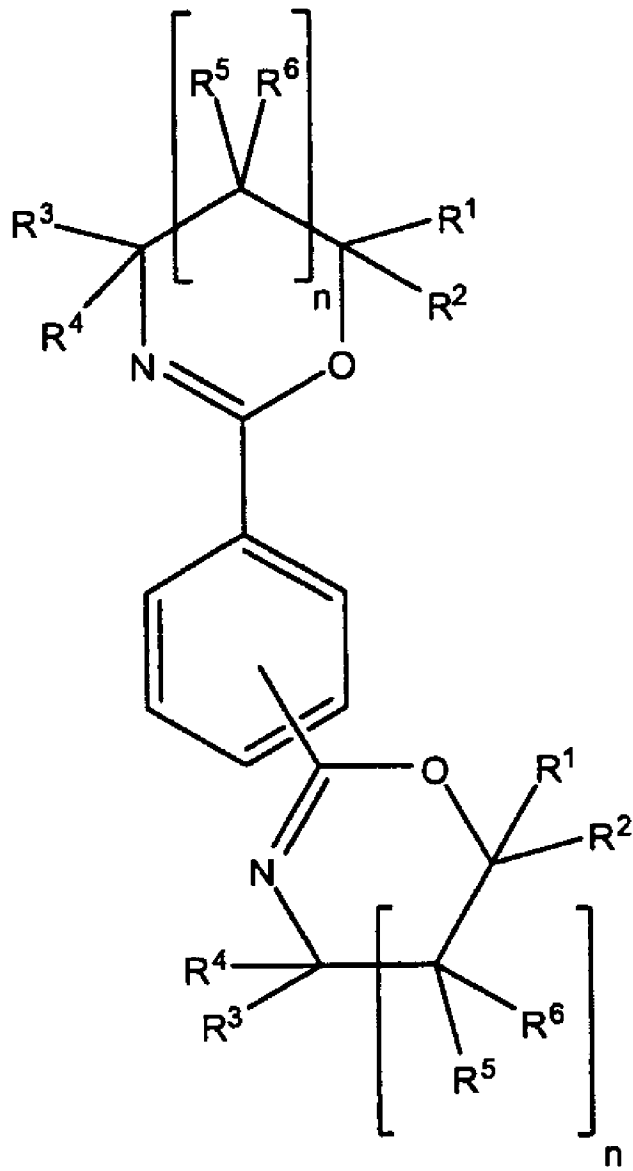
用以製備雜環類之方法

PROCESS FOR PREPARING HETEROCYCLES

(57) 摘要

本發明係有關一種用以製備雜環類之方法，其係使芳族二腈與胺基醇催化性地反應，其中該胺基醇及觸媒係最初就進料且該芳族二腈係於室溫計量進料，省去在反應期間之額外溶劑，而且，在反應結束後，過量胺基醇係完全或實質完全地移除且其係以非極性溶劑置換，所得之粗產物的胺基醇含量以該雜環之量計不多於 20 重量%。

式 I



(I)



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201029980 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 08 月 16 日

(21)申請案號：098131616

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 09 月 18 日

(51)Int. Cl. : **C07D265/08 (2006.01)**

(30)優先權：2008/09/23 歐洲專利局 08164919.6

2009/07/07 歐洲專利局 09164707.3

(71)申請人：贏創德固賽有限責任公司 (德國) EVONIK DEGUSSA GMBH (DE)  
德國

(72)發明人：古培貝克 湯瑪士 KUEBELBAECK, THOMAS (DE)；紐曼 曼佛德 NEUMANN,  
MANFRED (DE)；歐麥斯 瑪莉安 OMEIS, MARIANNE (DE)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：8 項 圖式數：0 共 25 頁

(54)名稱

用以製備雜環類之方法

PROCESS FOR PREPARING HETEROCYCLES

(57)摘要

本發明係有關一種用以製備雜環類之方法，其係使芳族二腈與胺基醇催化性地反應，其中該胺基醇及觸媒係最初就進料且該芳族二腈係於室溫計量進料，省去在反應期間之額外溶劑，而且，在反應結束後，過量胺基醇係完全或實質完全地移除且其係以非極性溶劑置換，所得之粗產物的胺基醇含量以該雜環之量計不多於 20 重量%。

## 六、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係有關一種用以製備式 (I) 雜環類之方法，其係藉由芳族二腈及胺基醇之催化反應。

### 【先前技術】

可藉本發明方法製得之式 (I) 雜環類在所有用途中尤其可在聚合物中作為鏈延伸劑或交聯劑 (US 4,806,267, Culbertson in Prog. Polym. Sci. 27(2002) 579-626)。

公開說明書 DE 21 35 644 A1 描述一種自芳族腈及胺基醇製備環狀亞胺酸酯之非催化方法，其具有多於 20 小時之反應時間。此處反應係於保護性氣體下進行，以壓抑副產物形成。反應混合物藉由包括再結晶之方法操作加工。

DE 21 53 513 A1 亦描述一種用以製備噁嗪類之方法，N,N'-雙 (3-鹵丙基) 二羧醯胺類或雙 (3-鹵丙基) 二羧亞醯胺酯於鹼存在下之反應除外。此情況亦藉再結晶進行操作加工。

Culbertson 等人於 US 4,806,267 描述一種製備該種雙噁嗪類之方法—與雙噁唑啉類之混合物的形式除外—此方法係藉由各種胺基醇類之混合物與二腈類於作為觸媒之硝酸鎘或乙酸鋅及作為溶劑之二甲苯存在下進行反應。此情況下之反應時間亦為 10 或 20 小時。

於 Prog. Polym. Sci. 27(2002)579-626 中，Culbertson

亦描述噁嗪類之合成，此合成係藉膾類及胺基醇類於作為觸媒之乙酸鋅及作為溶劑之二甲苯存在下進行反應。

EP 1 548 012 A2 描述一種製備伸苯基雙噁啞啞類之催化方法，其係藉由對苯二甲腈或異苯二甲腈與 1,2-胺基醇類於鋅觸媒及作為溶劑之二甲苯存在下進行反應。在另一製程變化形式中，該反應係於不存在額外溶劑（例如二甲苯）下進行。

### 【發明內容】

本發明之目的係提供一種可於工業規模下執行之方法，此法值得注意的是改良之空間－時間產率，且在使用胺基醇之較高碳同系物的情況下，亦使得可自反應混合物移除標題產物。更特別的是，本發明方法應使得過量試劑或溶劑可循環使用。

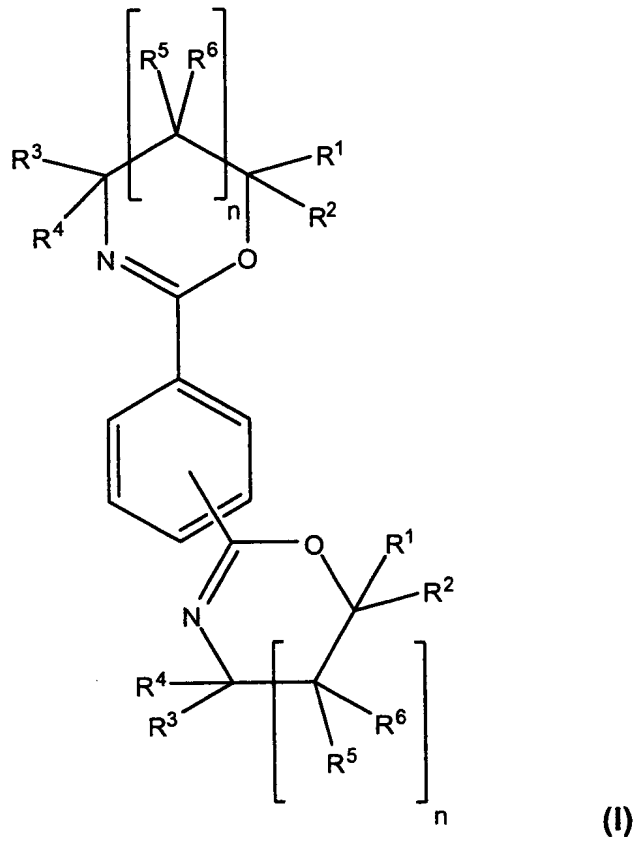
出乎意料地，已發現一種用以製備式（I）雜環類－尤其是噁嗪類－的方法，值得注意的是此方法得到改良之空間－時間產率。本發明方法係在反應期間不添加額外溶劑的情況下執行，式（III）胺基醇反應物係於過量下添加至反應混合物，因此可作為溶劑。反應混合物可於製程條件下有效地攪拌。而且，反應時間係相當短的少於 10 小時，且本發明方法之產率亦係優異地至少為 75%。

與用以製備伸苯基雙噁啞啞類之方法形成對比地，在使用胺基醇類之較高碳同系物情況下的反應混合物操作加工異常的困難。反應混合物在接近反應結束時經常變成凝

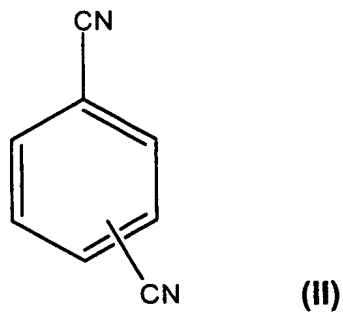
膠狀，使得無法取出（例如藉由過濾）。在其他情況下，所期望之標題產物於反應混合物中形成極細密分布之沉澱物，僅能以極長一段時間來濾出—冒著濾器阻塞的風險。

出乎意料地，反應混合物在使用較高碳同系物下之此種操作加工可藉由以適當之非極性溶劑置換所有或實質上所有式（III）胺基醇而明顯簡化。依此方式，於式（III）胺基醇之殘留含量以式（I）雜環之量計不多於 20 重量 % 的情況下，製得粗產物。所期望之標題產物可隨後自此非極性溶劑結晶極出，且可隨之以簡單方式藉由過濾移除。對式（I）雜環類之結晶或過濾至關重要的是粗產物中不存在式（III）胺基醇或存在極低濃度之此胺基醇，因為與伸苯基雙噁唑啉類對比地，在胺基醇之較高碳同系物的情況下，存有對應之胺基醇無法有充分之結晶形成。

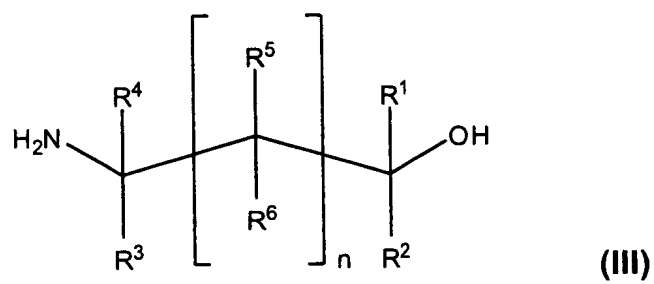
本發明因此提出一種用以製備式（I）雜環類之方法



其係藉由式 (II) 芳族二腈



與式 (III) 胺基醇進行催化反應



其中  $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$  及  $R^6$  係彼此相同或相異且係各為氫、烷基、芳基、 $-\text{COOH}$  或  $-\text{NH}_2$  且  $n=0$  至 4，較佳  $n=1$  至 4，較佳  $n=1$  至 3 且更佳  $n=1$  至 2，其中式 (III) 胺基醇及觸媒係最初就進料，且於反應溫度下計量送入式 (II) 芳族二腈，省去在反應期間之額外溶劑，而且，在反應結束後，以非極性溶劑完全或實質上完全地置換過量之胺基醇，製得粗產物。其胺基醇含量以式 (I) 雜環之量計不多於 20 重量%。

使用於本發明方法之式 (III) 胺基醇類較佳係為其中  $n=1$  至 4 之化合物，較佳其中  $n=1$  至 3 且更佳  $n=1$  至 2。式 (III) 胺基醇類較佳具有氫或具有 1 至 4 個碳原子之分支鏈或未分支烷基作為  $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$  及  $R^6$  型取代基；更佳係所有  $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$  及  $R^6$  型取代基皆為氫。最佳，於本發明方法中使用 3-胺基-1-丙醇。

在本發明方法中，亦可使用不同之式 (III) 胺基醇類的混合物。因為胺基醇在反應期間同時作為反應物及作為溶劑，故較佳係僅使用一種式 (III) 胺基醇，而非胺基醇類之混合物。依此方式，可藉本發明方法選擇性製備式 (I) 雜環類。

在本發明方法中，已發現使用鋅化合物作為觸媒較為有利，可使用單一種鋅化合物或複數種鋅化合物彼此之混合物。較佳係使用具有二至十個碳原子之飽和脂族羧酸之鋅羧酸鹽，可為分支鏈或未分支，例如乙酸鋅、丙酸鋅、

正丁酸鋅、異丁酸鋅等，或係 2-乙基己酸鋅，每一者各可以個別組份的形式或以複數種組份之混合物的形式使用。

然而，在本發明方法中，極特佳係為使用 2-乙基己酸鋅作為觸媒。使用 2-乙基己酸鋅時之優點係為此種在反應系統中具有相對良好之溶劑的液體觸媒在過濾之後殘留於母液中，因此可在不需額外水性操作加工下以簡易方式完全或實質完全地移除。其他鋅化合物（例如乙酸鋅）難溶於本發明方法之反應混合物中，以致當使用此等鋅化合物時，反應混合物操作加工中需要額外處理步驟，以自標題產物移除觸媒。

優先使用鋅羧酸鹽提供高觸媒活性、同時最低可能毒性及操作簡易、同時有良好之有效性的優點。

在本發明方法中，式（III）胺基醇及觸媒係最初就進料於反應器中，且於反應溫度下計量送入式（II）芳族二腈。式（II）之二腈應長期連續地添加，較佳 1 至 4 小時之歷程時間，2 至 3 小時較優先。結果，式（II）芳族二腈於反應混合物中之濃度在整個反應期間係保持低值，可於工業系統中有效地控制氣體之釋出。

在本發明方法中，式（II）芳族二腈可於固體或熔體形式下添加至由式（III）胺基醇及觸媒所組成之反應混合物。使用於本發明方法中之式（II）芳族二腈較佳係 1,3-二腈或 1,4-二腈。在本發明方法中，亦可使用 1,3-及 1,4-二腈之混合物。

本發明方法中式（II）之二腈對胺基醇（III）之莫耳

比較佳至少 1 : 2，但優先採用的莫耳比是 1 : ( 4 至 10 )，更佳係 1 : ( 7 至 9 )。

此化學計量過量之式 ( III ) 胺基醇使得可於反應期間省略額外溶劑，例如二甲苯。因此，在本發明方法中，於不添加額外溶劑之情況下執行反應。本發明方法中使用於反應之溶劑係為式 ( III ) 胺基醇。此點使得反應在較高反應溫度下執行。此處之優點尤其是當反應溫度低於式 ( III ) 胺基醇沸騰溫度時，反應混合物不沸騰。在先前技術方法中，該反應經常於二甲苯存在下執行。二甲苯及某些式 ( III ) 胺基醇類形成沸點最低之共沸物，使得反應混合物在反應期間沸騰，且在添加二腈之過程中亦然。此等反應條件首先限制了最大反應溫度，其次需要用以添加二腈固體之技術解答。

反應因此可根據本發明於約 50°C 至約 200°C 溫度範圍內，較佳於 110°C 至 170°C，但較佳於 130°C 至 150°C 溫度範圍內執行。

省去額外溶劑使得反應時間縮短，因此大幅改善空間-時間產率。而且，此方法簡化反應混合物操作加工。

本發明方法中之反應較佳係於 0.5 巴至 10 巴，較佳於 0.6 巴至 1.5 巴，更佳 0.7 至 1.2 巴，且尤其是於大氣壓下執行。本發明方法之特別具體實施態樣中，反應係於稍微減壓下，即於 0.6 至 0.9 巴，較佳 0.7 至 0.9 巴之壓力下執行。此種相對於大氣壓稍微減壓之情況，使得在反應期間形成之氨排氣可較簡易地移除。

式 (II) 之二腓與式 (III) 胺基醇之本發明反應可分批、半連續或連續地執行。此可根據技術先決條件而彈性地操作，此點構成該方法之另一重要優點。

在本發明方法中，較佳係於添加式 (II) 之二腓之後於反應溫度下攪拌反應混合物歷經另外 1 至 5 小時，較佳歷經 2 至 4 小時。後反應時間之實際歷程可藉由連續分析來決定，例如藉由排氣流之氣體層析；當不再偵測到任何氨時，可儘速結束後反應。

本發明方法之總反應時間、添加反應物之時間及後反應之時間係取決於溫度，且根據本發明可在 2 至 9 小時範圍內。然而，在 110°C 至 170°C 下，較佳採用 4 至 8 小時，尤其是 5 至 7 小時之總反應時間。此相對短反應時間意味著另一項超越目前已知方法的優點，在有些目前已知方法中，必需採用 20 至 25 小時之明顯較長的反應時間。因此可依有利方式增加空間－時間產率，此點在工業製程之經濟活力上扮演著相當關鍵性的角色。

本發明方法之後反應接著是移除過量胺基醇，較佳係藉由蒸餾。

因此，在本發明方法之反應混合物操作加工的較佳具體實施態樣中，40 至 70 重量%，更佳 55 至 65 重量%過量之式 (III) 胺基醇先藉著於減壓下蒸餾而移除，更佳係於 75 至 400 毫巴且最佳係於 100 至 300 毫巴壓力下。

之後，在蒸餾移除胺基醇之後仍殘留於反應混合物中的式 (III) 胺基醇之比例較佳係添加額外非極性溶劑地餾

除，此情況下，該額外非極性溶劑較佳係連續地量入，而胺基醇係藉蒸餾連同該額外非極性溶劑一起同時自反應混合物餾除。此情況下特佳係將等於餾出物之量將該額外非極性溶劑量入反應混合物中，所餾出之餾出物實質上由胺基醇及非極性溶劑組成。該額外非極性溶劑則取代式 ( III ) 胺基醇作為標題產物 - 式 ( I ) 雜環 - 之溶劑及 / 或懸浮介質。所餾出之胺基醇以及所餾出之額外非極性溶劑可於適當之點循環至本發明方法。

適當之額外非極性溶劑係為沸點至少 100°C 之溶劑，較佳為 115 至 145°C，且對式 ( III ) 胺基醇及式 ( I ) 雜環係為惰性。更特別的是，在本發明方法中，使用芳族溶劑，例如甲苯、乙苯、鄰 -、間 - 或對 - 二甲苯及此等芳族溶劑之混合物。較佳係使用非極性溶劑，其連同各情況下所使用之式 ( III ) 胺基醇一起形成具有沸點最小值之共沸物。當使用 3-胺基 -1-丙醇時，適於此目的之非極性溶劑係二甲苯。

依此方式，得到以式 ( I ) 雜環類之量計的式 ( III ) 胺基醇含量不多於 20 重量% (較佳 3 至 10 重量%) 之粗產物，其中式 ( I ) 雜環類可隨之有效地結晶。粗產物因此較佳係具有作為溶劑之非極性溶劑，式 ( III ) 胺基醇以式 ( I ) 雜環類之量計的最大含量為 20 重量%，較佳為 10 重量%。

因為粗產物中式 ( III ) 胺基醇含量極低，與 EP 1 548 012 A2 之方法相對地，不形成兩液相，故可免除使用助溶

劑，例如除所使用之式（III）胺基醇以外的醇類。免除助溶劑具有之優點為過量式（III）胺基醇及非極性溶劑之操作加工相對簡易，尤其因為異丙醇—如 EP 1 548 012 A2 中所使用—與某些式（III）胺基醇類形成共沸物。

所期望之標題產物—式（I）雜環類—現在可結晶脫離此粗產物。依此方式，得到式（I）雜環類之結晶，其—與先前技術方法相對地—可藉熟習此技術者已知之方法輕易濾出。尤其，本發明此種方法使得可在不黏附濾器之情況下濾出式（I）雜環類。因為式（I）雜環類之空氣敏感性，較佳係於氮氛圍中執行過濾。

過濾後餘留之母液可循環至製程步驟內以供操作加工使用；此步驟較佳係於胺基醇及非極性溶劑共蒸餾之上游連同或取代該非極性溶劑地進行。此種母液之循環使用進一步增進產率。本發明方法中之母液循環使用明顯較 EP 1 548 012 A2 簡化，因為母液主要由非極性溶劑組成。為了在本發明方法中循環使用母液，因而不需要複雜之操作加工，尤其因為有利地省略助溶劑。

當本發明方法反應中所使用之觸媒係 2-乙基己酸鋅時，觸媒餘留於母液中。因此不需要進一步操作加工步驟來自所期望之標題產物移除觸媒。依此方式，首先係極簡易地移除觸媒，其次是製得高純度之結晶。

式（I）雜環類結晶於本發明方法中較佳地以具有 1 至 4 個碳原子之醇（甲醇、乙醇或異丙醇優先，更佳為甲醇）重複地洗滌，且於減壓下（較佳於 10 至 25 毫巴壓力

) 及 80°C 至 100°C 溫度下乾燥 3 至 5 小時。

當使用難溶性鋅化合物（例如乙酸鋅）作為本發明方法之反應中的觸媒時，式（I）雜環類結晶較佳係先以水洗滌，以移除觸媒。僅於稍後以醇洗滌結晶。

以下實施例係用以進一步說明本發明方法，而無任何將本發明限制於此具體實施態樣之打算。

### 【實施方式】

#### 實施例 1：

在具有內部溫度計、具有攪拌器套筒之槳式攪拌器及攪拌器馬達的 2 公升 4-頸攪拌燒瓶中執行反應，藉油浴加熱，分水器、回流冷凝器及具有計流器之排氣管以偵測釋出之氨。為達此目的，600.0 g 之 3-胺基-1-丙醇（7.9 mol）及 5.0 g 之 2-乙基己酸鋅（0.01 mol）起始先進料於反應容器中，且於攪拌下調整至約 140°C 之溫度。將 128.0 g 之對苯二甲腈（1.0 mol）於 2.5 小時內連續添加至反應器中之反應溶液中。在對苯二甲腈添加結束後，於 140°C 連續攪拌 3.5 小時。溶液存在於反應器中。經由排氣形成且經由 GC 分析，決定反應之進展。在後反應時間結束時，僅形成最少量之排氣。反應係於標題產物方向中往轉化率 >99% 執行。

反應終止後，藉於減壓（約 150 毫巴）下蒸餾移除一部分（約 280 g）過量之 3-胺基-1-丙醇。餘留之 3-胺基-1-丙醇-藉著將 325 g 之二甲苯添加至反應混合物—係藉二

甲苯及 3-胺基-1-丙醇之共同蒸餾而實質完全移除。

之後，使反應混合物於攪拌且於氮氛圍下冷卻至 20°C。經玻璃抽氣濾器於抽氣下過濾所形成之雜環結晶，於抽氣濾器上以甲醇漿化連續三次，且抽氣乾燥。

潮濕結晶於真空乾燥櫥中在 25 至 10 毫巴及 80°C 至 100°C 下乾燥 4 小時。得到純白色自由流動結晶之產物（GC 及 NMR 純度：>99%；熔融範圍：216°C 至 220°C）。式（I）雜環之產率為 75%。

對照例 1：

在具有內部溫度計、具有攪拌器套筒之槳式攪拌器及攪拌器馬達的 2 公升 4-頸攪拌燒瓶中執行反應，藉油浴加熱，分水器、回流冷凝器及具有計流器之排氣管以偵測釋出之氨。為達此目的，600.0 g 之 3-胺基-1-丙醇（7.9 mol）及 5.0 g 之 2-乙基己酸鋅（0.01 mol）起始先進料於反應容器中，且於攪拌下調整至約 140°C 之溫度。將 128.0 g 之對苯二甲腈（1.0 mol）於 2.5 小時內連續添加至反應器中之反應溶液中。在對苯二甲腈添加結束後，於 140°C 連續攪拌 3.5 小時。溶液存在於反應器中。經由排氣形成且經由 GC 分析，決定反應之進展。在後反應時間結束時，僅形成最少量之排氣。反應係於標題產物方向中往轉化率 >99% 執行。

無以下其他中間步驟下操作加工：

反應混合物於攪拌下且於氮氛圍下冷卻至 20°C。標題

產物－雜環－於極精細分布下沉澱析出。過濾花費約 16 小時。即使在以甲醇之後續洗滌之後，標題產物可過濾性仍極差。

實施例 1 及對照例 1 顯示在式 (III) 胺基醇類存在下，結晶不足，因此不可能藉過濾移除。

實施例 2：

在具有內部溫度計、具有攪拌器套筒之槳式攪拌器及攪拌器馬達的 2 公升 4-頸攪拌燒瓶中執行反應，藉油浴加熱，分水器、回流冷凝器及具有計流器之排氣管以偵測釋出之氨。為達此目的，600.0 g 之 3-胺基-1-丙醇 (7.9 mol) 及 5.0 g 之 2-乙基己酸鋅 (0.01 mol) 起始先進料於反應容器中，且於攪拌下調整至約 135°C 之溫度。將 128.0 g 之對苯二甲腈 (1.0 mol) 於 2 小時內連續添加至反應器中之反應溶液中。在對苯二甲腈添加結束後，於 135°C 連續攪拌 5 小時。溶液存在於反應器中。經由排氣形成且經由 GC 分析，決定反應之進展。在後反應時間結束時，僅形成最少量之排氣。反應係於標題產物方向中往轉化率 >95% 執行。

對照例 2：

在具有內部溫度計、具有攪拌器套筒之槳式攪拌器及攪拌器馬達的 2 公升 4-頸攪拌燒瓶中執行反應，藉油浴加熱，分水器、回流冷凝器及具有計流器之排氣管以偵測釋

出之氨。為達此目的，600.0 g 之 3-胺基-1-丙醇（7.9 mol）、325 g（3 mol）二甲苯及 5.0 g 之 2-乙基己酸鋅（0.01 mol）先於最初進料於反應容器中，且調至約 135°C 溫度，其建立溫和回流。將 128.0 g 之對苯二甲腈（1.0 mol）於 3 小時內連續添加至反應器中之反應溶液中。在對苯二甲腈添加結束後，於 135°C 連續攪拌 17 小時。溶液存在於反應器中。經由排氣形成且經由 GC 分析，決定反應之進展。在後反應時間結束時，僅形成最少量之排氣。反應係於標題產物方向中往轉化率 >95% 執行。

實施例 2 及對照例 2 明白顯示在反應期間存有額外溶劑造成反應時間明顯延長。

# 發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：98131616

※申請日：98年09月18日

※IPC分類：(C1D 265/08) (2006.01)

## 一、發明名稱：(中文/英文)

用以製備雜環類之方法

Process for preparing heterocycles

## 二、中文發明摘要：

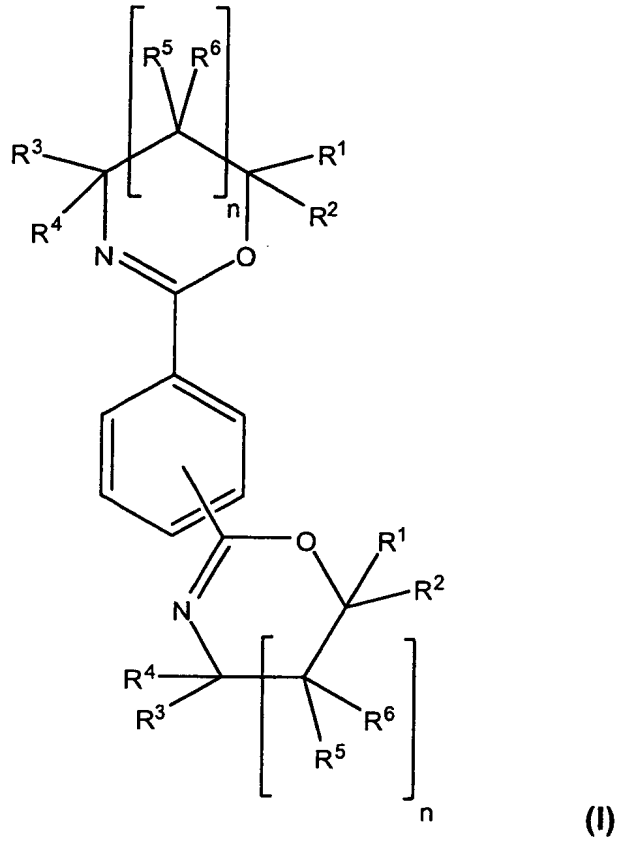
本發明係有關一種用以製備雜環類之方法，其係使芳族二腈與胺基醇催化性地反應，其中該胺基醇及觸媒係最初就進料且該芳族二腈係於室溫計量進料，省去在反應期間之額外溶劑，而且，在反應結束後，過量胺基醇係完全或實質完全地移除且其係以非極性溶劑置換，所得之粗產物的胺基醇含量以該雜環之量計不多於20重量%。

三、英文發明摘要：

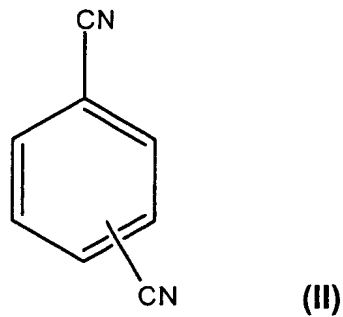
The invention relates to a process for preparing heterocycles by catalytically reacting an aromatic dinitrile with an amino alcohol, wherein the amino alcohol and the catalyst are initially charged and the aromatic dinitrile is metered in at room temperature, an additional solvent being dispensed with during the reaction, and then, after the end of the reaction, the excess amino alcohol is removed completely or virtually completely and is replaced by a nonpolar solvent, and a crude product is thus obtained with an amino alcohol content of not more than 20% by weight, based on the amount of heterocycles.

## 七、申請專利範圍：

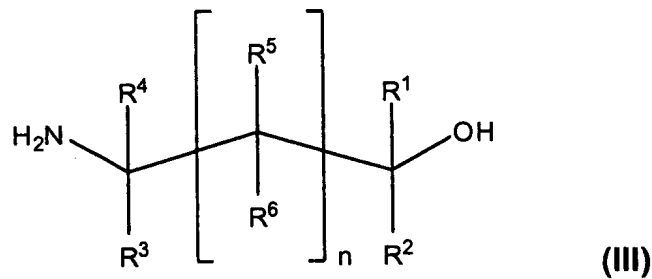
1. 一種用以製備式 (I) 雜環類之方法



其係藉由式 (II) 芳族二腈



與式 (III) 胺基醇進行催化反應



其中  $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$  及  $R^6$  係彼此相同或相異且係各為氫、烷基、芳基、 $-\text{COOH}$  或  $-\text{NH}_2$  且  $n=0$  至 4，其特徵在於

式 (III) 胺基醇及觸媒係最初進料，且於反應溫度下計量送入式 (II) 芳族二腈，省去在反應期間之額外溶劑，而且，在反應結束後，完全或實質完全地移除過量胺基醇且以非極性溶劑置換，因此得到胺基醇含量以式 (I) 雜環類之量計不多於 20 重量%的粗產物。

2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中使用其中  $n=1$  至 4 之式 (III) 胺基醇。

3. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中使用 2-乙基己酸鋅作為觸媒。

4. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其中在反應結束後，藉於 75 至 400 毫巴壓力下蒸餾而移除 40 至 70 重量%過量式 (III) 胺基醇，隨後餘留於反應混合物中之式 (III) 胺基醇的比例在添加非極性額外溶劑下共同蒸餾。

5. 如申請專利範圍第 4 項之方法，其中使用二甲苯作為該額外非極性溶劑。

6. 如申請專利範圍第 5 項之方法，其中得到以式 (I)

) 雜環類之量計的胺基醇含量不多於 10 重量%之粗產物。

7. 如申請專利範圍第 6 項之方法，其中濾除式 (I) 雜環之結晶。

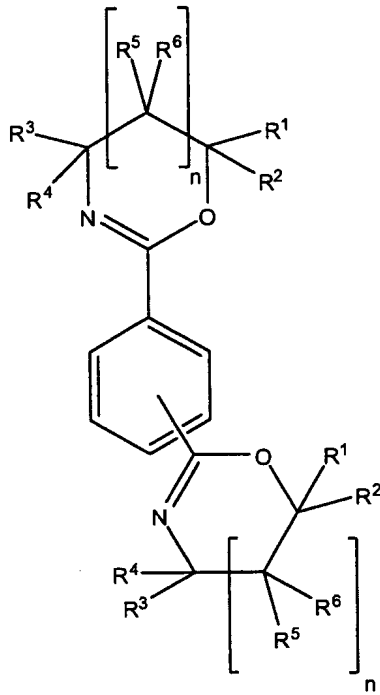
8. 如申請專利範圍第 7 項之方法，其中在過濾後餘留之母液，在胺基醇與非極性溶劑共蒸餾之前，連同或代替該非極性溶劑先循環進入用以處理加工之製程步驟內。

四、指定代表圖：

(一)、本案指定代表圖為：無

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：式 I



(I)