

【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 18 年 2 月 2 日 (2006.2.2)

【公表番号】特表 2005-511705 (P2005-511705A)

【公表日】平成 17 年 4 月 28 日 (2005.4.28)

【年通号数】公開・登録公報 2005-017

【出願番号】特願 2003-549440 (P2003-549440)

【国際特許分類】

**C 0 7 C 245/08 (2006.01)**

**C 0 7 D 249/20 (2006.01)**

C 0 9 B 41/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 245/08

C 0 7 D 249/20 5 0 2

C 0 7 D 249/20 5 0 4

C 0 9 B 41/00 Z

【手続補正書】

【提出日】平成 17 年 11 月 28 日 (2005.11.28)

【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

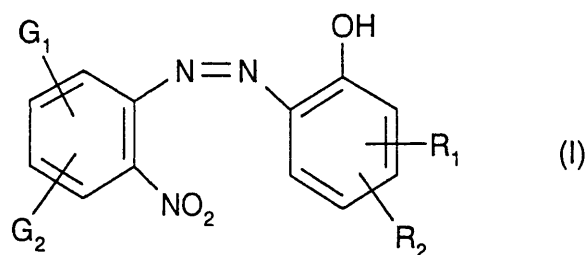
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

式 (I) :

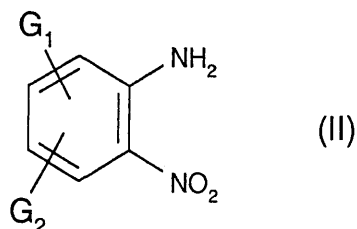
【化 1】



で示される 2 - ( 2 - ニトロフェニルアゾ ) 置換フェノールの製造方法であって、

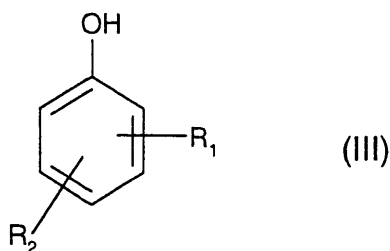
式 (II) :

【化 2】



で示されるオルト - ニトロアニリン、式 (III) :

【化 3】



で示されるフェノール、ニトロソ化剤、及び場合により界面活性剤と一緒に合わせて反応混合物を与えること、並びに

この混合物を、中間体の単離なしに十分な時間反応させることを含む方法〔ここで、有機溶媒を反応混合物に加えることはなく；そして、

式中、

$G_1$  は、水素またはクロロであり、

$G_2$  は、ペルフルオロアルキル ( $C_n F_{2n+1}$ ) (ここで、 $n$  は、1 ~ 12 である)、水素、ハロゲン、 $NO_2$ 、シアノ、 $R_3 S -$ 、 $R_3 SO -$ 、 $R_3 SO_2 -$ 、フェニル、ナフチル、ビフェニリル、9 - フェナントリル、あるいは該フェニル、ナフチル、ビフェニリルまたは 9 - フェナントリルが、1 ~ 3 つの、1 ~ 18 個の炭素原子のアルキル、7 ~ 15 個の炭素原子のフェニルアルキル、 $R_3 S -$ 、 $R_3 SO -$ 、 $R_3 SO_2 -$ 、6 ~ 10 個の炭素原子のアリール、1 ~ 12 個の炭素原子のペルフルオロアルキル、ハロゲン、ニトロ、シアノ、カルボキシル、2 ~ 19 個の炭素原子のアルコキシカルボニル、ヒドロキシル、1 ~ 18 個の炭素原子のアルコキシ、6 ~ 10 個の炭素原子のアリールオキシ、7 ~ 15 個の炭素原子のアラルコキシ、ビニル、アセチル、アセトアミド、アミノ、2 ~ 12 個の炭素原子のジアルキルアミノ、ホルミル、1 ~ 18 個の炭素原子のチオアルコキシ、ヒドロキシメチル、アミノメチル、ハロメチル、スルファト、ホスファトにより置換されているものであるか、または任意の 2 個の置換基が、これらが結合しているアリール部分と共にベンゾ環を形成しているものであり、

$R_1$  は、水素、1 ~ 24 個の炭素原子の直鎖もしくは分岐鎖アルキル、2 ~ 24 個の炭素原子の直鎖もしくは分岐鎖アルケニル、5 ~ 12 個の炭素原子のシクロアルキル、7 ~ 15 個の炭素原子のフェニルアルキル、フェニル、または該フェニルもしくは該フェニルアルキルが、フェニル環上で 1 ~ 4 個の炭素原子のアルキルの 1 ~ 3 つにより置換されているものであるか；あるいは  $R_1$  は、1 つまたは 2 つのヒドロキシ基により置換されている、1 ~ 24 個の炭素原子のアルキルであり、

$R_2$  は、1 ~ 24 個の炭素原子の直鎖もしくは分岐鎖アルキル、2 ~ 18 個の炭素原子の直鎖もしくは分岐鎖アルケニル、5 ~ 12 個の炭素原子のシクロアルキル、7 ~ 15 個の炭素原子のフェニルアルキル、フェニル、または該フェニルもしくは該フェニルアルキルが、フェニル環上で 1 ~ 4 個の炭素原子のアルキルの 1 ~ 3 つにより置換されているものであるか；あるいは  $R_2$  は、1 ~ 24 個の炭素原子の該アルキルまたは 2 ~ 18 個の炭素原子の該アルケニルであって、1 つ以上の  $-OH$ 、 $-OCO E_{11}$ 、 $-OE_4$ 、 $-NCO$ 、 $-NHCO E_{11}$  もしくは  $-NE_7 E_8$ 、またはこれらの混合により置換されているものであるか (ここで、 $E_4$  は、1 ~ 24 個の炭素原子の直鎖もしくは分岐鎖アルキルまたは 2 ~ 18 個の炭素原子のアルケニルである)；あるいは該アルキルまたは該アルケニルが、1 つ以上の  $-O-$ 、 $-NH-$  もしくは  $-N(C_1 - C_{24})$  アルキル - 基、またはこれらの混合により中断されており、かつ非置換であるか、あるいは 1 つ以上の  $-OH$  もしくは  $-NH_2$  基、またはこれらの混合により置換されているものであるか；あるいは  $R_2$  は、-

$(\text{CH}_2)_m - \text{CO} - \text{E}_5$ であり；

$\text{R}_3$ は、1～20個の炭素原子のアルキル、2～20個の炭素原子のヒドロキシアルキル、3～18個の炭素原子のアルケニル、5～12個の炭素原子のシクロアルキル、7～15個の炭素原子のフェニルアルキル、6～10個の炭素原子のアリール、または1～4個の炭素原子のアルキル1つもしくは2つにより置換されている該アリールであり；

$\text{E}_5$ は、 $\text{OE}_6$ または $\text{NE}_7\text{E}_8$ であるか、あるいは $\text{E}_5$ は、 $-\text{PO}(\text{OE}_{12})_2$ 、 $-\text{OSi}(\text{E}_{11})_3$ もしくは $-\text{OCO}-\text{E}_{11}$ 、または直鎖もしくは分岐鎖 $\text{C}_1-\text{C}_{24}$ アルキル( $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ もしくは $-\text{NE}_{11}$ により中断されていてもよく、かつ非置換であるか、または $-\text{OH}$ もしくは $-\text{OCO}-\text{E}_{11}$ により置換されている)、 $\text{C}_5-\text{C}_{12}$ シクロアルキル(非置換であるか、または $-\text{OH}$ により置換されている)、直鎖もしくは分岐の $\text{C}_2-\text{C}_{18}$ アルケニル(非置換であるか、または $-\text{OH}$ により置換されている)、 $\text{C}_7-\text{C}_{15}$ アラルキル、 $-\text{CH}_2-\text{CHOH}-\text{E}_{13}$ あるいはグリシジルであり、

$\text{E}_6$ は、水素、直鎖もしくは分岐鎖 $\text{C}_1-\text{C}_{24}$ アルキル(非置換であるか、または1つ以上の $\text{OH}$ 、 $\text{OE}_4$ もしくは $\text{NH}_2$ 基により置換されている)であるか、または $-\text{OE}_6$ は、 $-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_w\text{OH}$ もしくは $-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_w\text{OE}_{21}$ (ここで、 $w$ は、1～12であり、そして $\text{E}_{21}$ は、1～12個の炭素原子のアルキルである)であり、

$\text{E}_7$ 及び $\text{E}_8$ は、独立に、水素、1～18個の炭素原子のアルキル、2～18個の炭素原子の直鎖もしくは分岐鎖アルケニル；直鎖もしくは分岐鎖 $\text{C}_3-\text{C}_{18}$ アルキル( $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ もしくは $-\text{NE}_{11}$ により中断されている)； $\text{C}_5-\text{C}_{12}$ シクロアルキル、 $\text{C}_6-\text{C}_{14}$ アリールまたは $\text{C}_1-\text{C}_3$ ヒドロキシアルキルであるか、あるいは $\text{E}_7$ 及び $\text{E}_8$ は、 $\text{N}$ 原子と一緒に、ピロリジン、ピペリジン、ピペラジンまたはモルホリン環であるか、あるいは

$\text{E}_5$ は、 $-\text{X}-(\text{Z})_p-\text{Y}-\text{E}_{15}$ であり、ここで

$\text{X}$ は、 $-\text{O}-$ または $-\text{N}(\text{E}_{16})-$ であり、

$\text{Y}$ は、 $-\text{O}-$ または $-\text{N}(\text{E}_{17})-$ であり、

$\text{Z}$ は、 $\text{C}_2-\text{C}_{12}$ -アルキレン；1～3個の窒素原子、酸素原子もしくはこれらの混合物により中断されている $\text{C}_4-\text{C}_{12}$ -アルキレン；または $\text{C}_3-\text{C}_{12}$ -アルキレン、ブテニレン、ブチニレン、シクロヘキシレンもしくはフェニレン(それぞれヒドロキシシル基により置換されている)であり、

$m$ は、0、1または2であり、

$p$ は、1であるか、または $\text{X}$ 及び $\text{Y}$ が、それぞれ $-\text{N}(\text{E}_{16})-$ 及び $-\text{N}(\text{E}_{17})-$ であるとき、 $p$ は、0であってもよく、

$\text{E}_{15}$ は、 $-\text{CO}-\text{C}(\text{E}_{18})=\text{C}(\text{H})\text{E}_{19}$ 基であるか、または $\text{Y}$ が、 $-\text{N}(\text{E}_{17})-$ であるとき、 $\text{E}_{17}$ と一緒に $-\text{CO}-\text{CH}=\text{CH}-\text{CO}-$ 基を形成し、ここで、 $\text{E}_{18}$ は、水素またはメチルであり、そして $\text{E}_{19}$ は、水素、メチルまたは $-\text{CO}-\text{X}-\text{E}_{20}$ (ここで、 $\text{E}_{20}$ は、水素、 $\text{C}_1-\text{C}_{12}$ -アルキルである)であり、そして $\text{E}_{16}$ 及び $\text{E}_{17}$ は、相互に独立に、水素、 $\text{C}_1-\text{C}_{12}$ -アルキル、1～3個の酸素原子により中断されている $\text{C}_3-\text{C}_{12}$ -アルキルであるか、またはシクロヘキシルもしくは $\text{C}_7-\text{C}_{15}$ アラルキルであり、そして $\text{Z}$ が、エチレンである場合には、 $\text{E}_{16}$ は、 $\text{E}_{17}$ と一緒にエチレンを形成しており、

$\text{E}_{11}$ は、水素、直鎖もしくは分岐鎖 $\text{C}_1-\text{C}_{18}$ アルキル、 $\text{C}_5-\text{C}_{12}$ シクロアルキル、直鎖もしくは分岐鎖 $\text{C}_2-\text{C}_{18}$ アルケニル、 $\text{C}_6-\text{C}_{14}$ アリールまたは $\text{C}_7-\text{C}_{15}$ アラルキルであり、

$\text{E}_{12}$ は、直鎖もしくは分岐鎖 $\text{C}_1-\text{C}_{18}$ アルキル、直鎖もしくは分岐鎖 $\text{C}_3-\text{C}_{18}$ アルケニル、 $\text{C}_5-\text{C}_{10}$ シクロアルキル、 $\text{C}_6-\text{C}_{16}$ アリールまたは $\text{C}_7-\text{C}_{15}$ アラルキルであり、そして

$\text{E}_{13}$ は、 $\text{H}$ 、直鎖もしくは分岐の $\text{C}_1-\text{C}_{18}$ アルキル( $-\text{PO}(\text{OE}_{12})_2$ により置換されている)、フェニル(非置換であるか、または $\text{OH}$ により置換されている)、 $\text{C}_7-\text{C}_{15}$ アラルキルまたは $-\text{CH}_2\text{OE}_{12}$ である)。

#### 【請求項2】

$\text{G}_1$ が、水素であり、

$\text{G}_2$ が、 $-\text{CF}_3$ 、ハロゲンまたは水素であり、

$R_1$ が、7～15個の炭素原子のフェニルアルキル、フェニル、あるいは該フェニルまたは該フェニルアルキルが、フェニル環上で1～4個の炭素原子のアルキル1～3つにより置換されているものであり、

$R_2$ が、1～24個の炭素原子の直鎖もしくは分岐のアルキル鎖、2～18個の炭素原子の直鎖もしくは分岐鎖アルケニル、5～12個の炭素原子のシクロアルキル、7～15個の炭素原子のフェニルアルキル、フェニル、または該フェニルもしくは該フェニルアルキルが、フェニル環上で1～4個の炭素原子のアルキル1～3つにより置換されているものであるか；あるいは $R_2$ が、1～24個の炭素原子の該アルキルまたは2～18個の炭素原子の該アルケニルであって、1つ以上の-OH、-OCO $E_{11}$ 、-O $E_4$ 、-NCO、-NH<sub>2</sub>、-NHCO $E_{11}$ 、-NHE<sub>4</sub>もしくは-N( $E_4$ )<sub>2</sub>、またはこれらの混合により置換されているものであるか（ここで、 $E_4$ は、1～24個の炭素原子の直鎖または分岐鎖アルキルである）；あるいは該アルキルまたは該アルケニルであって、1つ以上の-O-、-NH-もしくは-N( $C_1$ - $C_{24}$ )アルキル-基、またはこれらの混合により中断されており、かつ非置換であるか、あるいは1つ以上の-OHもしくは-NH<sub>2</sub>基、またはこれらの混合により置換されているものである、請求項1記載の方法。

【請求項3】

式(II)のニトロアニリンのためのニトロソ化剤が、硫酸中の、ニトロシル硫酸またはアルカリ金属亜硝酸塩である、請求項1記載の方法。

【請求項4】

得られた請求項1記載の式(I)の2-(2-ニトロフェニルアゾ)置換フェノール類を、対応するヒドロキシフェニルベンゾトリアゾール化合物に変換することを含む方法。