

【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28年10月27日(2016.10.27)

【公表番号】特表2016-528237(P2016-528237A)

【公表日】平成28年9月15日(2016.9.15)

【年通号数】公開・登録公報2016-055

【出願番号】特願2016-533750(P2016-533750)

【国際特許分類】

C 07 D	279/36	(2006.01)
A 61 K	31/5415	(2006.01)
A 61 P	39/02	(2006.01)
A 61 K	49/00	(2006.01)
A 61 P	33/06	(2006.01)
A 61 P	31/12	(2006.01)
A 61 P	25/24	(2006.01)
A 61 P	25/28	(2006.01)

【F I】

C 07 D	279/36	
A 61 K	31/5415	
A 61 P	39/02	
A 61 K	49/00	Z
A 61 P	33/06	
A 61 P	31/12	
A 61 P	25/24	
A 61 P	25/28	

【手続補正書】

【提出日】平成28年8月2日(2016.8.2)

【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】

ジアミノフェノチアジニウム化合物を還元剤と接触させて、プロトン化され安定化されたジアミノフェノチアジニウムコンプレックスを生成する工程(i)と、

プロトン化され安定化された前記ジアミノフェノチアジニウムコンプレックスを精製する工程(ii)と、

精製されプロトン化され安定化された前記ジアミノフェノチアジニウムコンプレックスを酸化剤と接触させて、前記ジアミノフェノチアジニウム化合物に戻す工程(iii)とを含み、

それによって前記ジアミノフェノチアジニウム化合物を精製する、
ジアミノフェノチアジニウム化合物の精製方法。

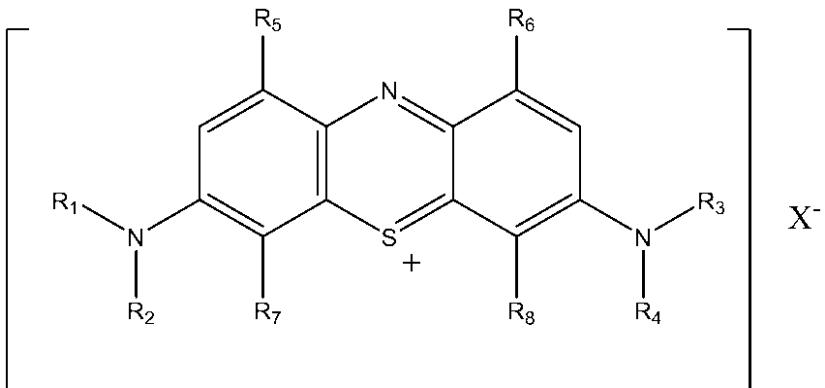
【請求項2】

前記ジアミノフェノチアジニウム化合物を提供するために後工程で精製および酸化されるプロトン化され安定化された前記ジアミノフェノチアジニウムコンプレックスが、プロトン化され安定化されたN-10ジアミノフェノチアジニウムコンプレックスである、請求項1の方法。

【請求項3】

前記ジアミノフェノチアジニウム化合物が式Vの化合物である、請求項1または請求項2の方法。

【化1】



式V

ここで、R₁、R₂、R₃、およびR₄はそれぞれ独立に、水素、C₁-C₆アルキル、およびC₁-C₆アルケニルから選ばれる。なお、アルキル基およびアルケニル基はそれぞれ、ヒドロキシ、ハロゲン、またはアルコキシで置換されていてもよい。

R₅、R₆、R₇、およびR₈はそれぞれ独立に、水素、ニトロ、ハロゲン、ハロアルキル、C₁-C₆アルキル、およびC₁-C₆アルケニルから選ばれる。

Xは、アニオン性の対イオンである。

【請求項4】

前記ジアミノフェノチアジニウム化合物が、メチレンブルー、メチレングリーン、アズールA、アズールB、およびアズールCからなる群より選ばれた、請求項1～3のうちいずれか1項の方法。

【請求項5】

メチレンブルーを還元剤と接触させて、安定化されプロトン化されたロイコメチレンブルーコンプレックスを生成する工程(i)と、

安定化されプロトン化された前記ロイコメチレンブルーコンプレックスを精製する工程(ii)と、

精製され安定化されプロトン化された前記ロイコメチレンブルーを酸化剤と接触させて、メチレンブルーを生成する工程(iii)とを含み、

それによって前記メチレンブルーを精製する、

メチレンブルーの精製方法。

【請求項6】

前記還元剤が金属を含まない還元剤である、請求項1～5のうちいずれか1項の方法。

【請求項7】

前記還元剤が、アスコルビン酸、亜ジチオン酸ナトリウム、水素、ギ酸、シュウ酸、ジチオスレイトール、ナトリウムアマルガム、水素化ホウ素ナトリウム、ヒドラジン、亜リン酸エステル、次亜リン酸塩、および亜リン酸からなる群より選ばれた、請求項6の方法。

【請求項8】

前記還元剤がアスコルビン酸である、請求項7の方法。

【請求項9】

前記ジアミノフェノチアジニウム化合物またはメチレンブルーは、酸性pHで前記還元剤と接触させる、請求項1～8のうちいずれか1項の方法。

【請求項10】

前記ジアミノフェノチアジニウム化合物または前記メチレンブルーは、pH3未満で前記還元剤と接触させる、請求項9の方法。

【請求項 1 1】

前記ジアミノフェノチアジニウム化合物または前記メチレンブルーは、pH 1未満で前記還元剤と接触させる、請求項 1 0の方法。

【請求項 1 2】

前記還元剤が一塩基または二塩基の無機酸から選ばれた酸で酸性化された溶液である、請求項 1 ~ 1 1のうちいずれか1項の方法。

【請求項 1 3】

前記酸が、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、ホウ酸、フッ酸、臭化水素酸、および過塩素酸からなる群より選ばれた、請求項 1 2の方法。

【請求項 1 4】

前記還元剤との接触は有機溶媒中で行う、請求項 1 ~ 1 3のうちいずれか1項の方法。

【請求項 1 5】

前記有機溶媒がC1-C8のアルコールである、請求項 1 4の方法。

【請求項 1 6】

プロトン化され安定化された前記ジアミノフェノチアジニウムコンプレックスまたは安定化されプロトン化された前記ロイコメチレンブルーコンプレックスの精製は、クロマトグラフィ、イオン交換、ろ過、洗浄、および再結晶化からなる群より選ばれた方法による、請求項 1 ~ 1 5のうちいずれか1項の方法。

【請求項 1 7】

前記精製は再結晶化による、請求項 1 6の方法。

【請求項 1 8】

前記再結晶化は、水、アルコール、およびエーテルからなる群より選ばれた溶媒から行う、請求項 1 7の方法。

【請求項 1 9】

前記酸化剤が金属を含まない酸化剤である、請求項 1 ~ 1 8のうちいずれか1項の方法。

。

【請求項 2 0】

前記酸化剤が、酸素、オゾン、塩素、フッ素、臭素、ヨウ素、過酸化水素、硝酸、硝酸塩化合物、リン酸、ペルオキソ二硫酸、過硫酸、硫酸、亜硫酸、亜塩素酸塩、塩素酸塩、過塩素酸塩、および他の類似のハロゲン含有化合物、次亜塩素酸塩、および他の次亜ハロゲン酸塩化合物、過マンガン酸塩、亜酸化窒素、およびキノンからなる群より選ばれた、請求項 1 9の方法。

【請求項 2 1】

安定化されプロトン化された前記ロイコメチレンブルーコンプレックスが塩または他のイオンコンプレックスである、請求項 5の方法。

【請求項 2 2】

安定化されプロトン化された前記ロイコメチレンブルーがロイコメチレンブルーアスコルビン酸塩コンプレックスである、請求項 2 1の方法。

【請求項 2 3】

工程(i)より前に、前記ジアミノフェノチアジニウム化合物または前記メチレンブルーを酸性溶液から再結晶化する工程をさらに含む、請求項 1 ~ 2 2のうちいずれか1項の方法。

【請求項 2 4】

工程(iii)より後に、精製された前記ジアミノフェノチアジニウム化合物または前記メチレンブルーを酸性溶液から再結晶化する工程をさらに含む、請求項 1 ~ 2 3のうちいずれか1項の方法。

【請求項 2 5】

ジアミノフェノチアジニウム化合物の精製における、プロトン化され安定化されたジアミノフェノチアジニウムコンプレックスの使用。

【請求項 2 6】

プロトン化され安定化された前記ジアミノフェノチアジニウムコンプレックスが、プロトン化され安定化されたN-10ジアミノフェノチアジニウムコンプレックスである、請求項25の使用。

【請求項27】

プロトン化され安定化された前記ジアミノフェノチアジニウムコンプレックスが、メチレンブルーの精製に使用される安定化されプロトン化されたロイコメチレンブルーコンプレックスである、請求項25の使用。