

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2006-321925
(P2006-321925A)

(43) 公開日 平成18年11月30日(2006.11.30)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09B 47/00 (2006.01)	C09B 47/00 CSP	4C050
C07D 487/22 (2006.01)	C07D 487/22	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 12 頁)

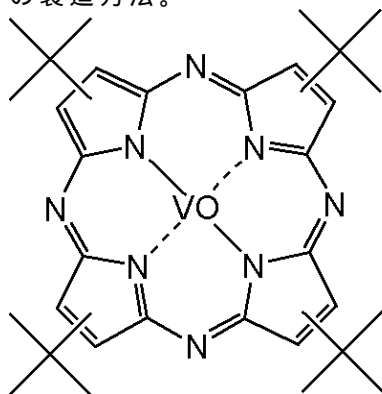
<p>(21) 出願番号 特願2005-147072 (P2005-147072)</p> <p>(22) 出願日 平成17年5月19日 (2005.5.19)</p>	<p>(71) 出願人 000005887 三井化学株式会社 東京都港区東新橋一丁目5番2号</p> <p>(72) 発明者 小島 甲也 福岡県大牟田市浅牟田町30 三井化学株式会社社内</p> <p>(72) 発明者 抜井 康浩 福岡県大牟田市浅牟田町30 三井化学株式会社社内</p> <p>(72) 発明者 水田 秀樹 福岡県大牟田市浅牟田町30 三井化学株式会社社内</p> <p>Fターム(参考) 4C050 PA14</p>
--	--

(54) 【発明の名称】 テトラアザポルフィリン化合物の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】高純度なテトラアザポルフィリン化合物を収率良く製造する方法を提供する。

【解決手段】例えば、三塩化バナジウムとアンモニアをあらかじめ反応させ、ここにジシアノエチレン誘導体を反応させる、下記構造式で表わされるテトラアザポルフィン化合物の製造方法。



(7)

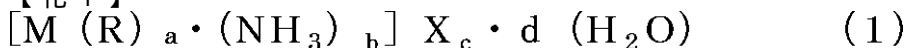
【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

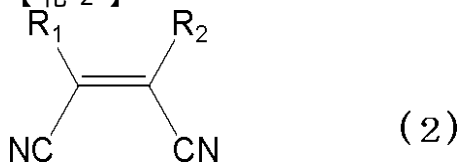
一般式 (1)

【化 1】



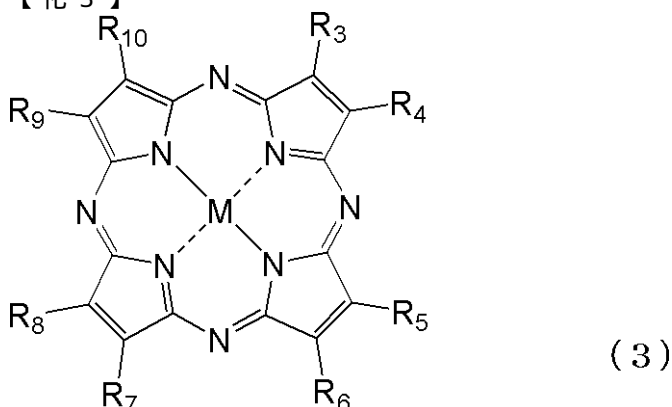
[式中、Mは1価～5価の金属原子を表し、Rはヒドロキシ基、アルキル基、フェニル基、 $-OSi(CH_3)_3$ 又は酸素原子を表し、Xはハロゲン原子を表し、aは0～4の整数、b及びcは各々1～6の整数、dは0～6の整数を表す。]で表される化合物と、一般式(2)

【化 2】



[式中R₁ およびR₂ はそれぞれ独立に水素原子、アルキル基、アラルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリール基、ヘテロアリール基、アリールオキシ基又はアリールチオ基を表す。]で表される化合物を反応させる、一般式(3)

【化 3】

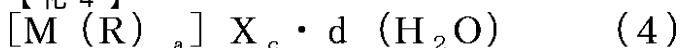


[式中R₃～10は、それぞれ独立に水素原子、アルキル基、アラルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリール基、ヘテロアリール基、アリールオキシ基、アリールチオ基を表し、Mは2価の金属原子、3価または4価の置換金属原子、あるいはオキシ金属を表す。]で表される化合物の製造方法。

【請求項 2】

一般式(1)で表される化合物が一般式(4)

【化 4】



[式中、Mは1価～5価の金属原子を表し、Rはヒドロキシ基、アルキル基、フェニル基、 $-OSi(CH_3)_3$ 又は酸素原子を表し、Xはハロゲン原子を表し、aは0～4の整数、cは1～6の整数、dは0～6の整数を表す。]で表される化合物とアンモニアを反応させて形成されるものである、請求項1記載の製造方法。

【請求項 3】

一般式(4)で表される化合物中のハロゲン原子に対して、1乃至3当量のアンモニアを用いる、請求項2に記載の製造方法。

【請求項 4】

100以下の温度で一般式(4)で表される化合物とアンモニアを反応させる、請求項3に記載の製造方法。

【請求項 5】

一般式(4)で表される化合物中のMがCuであり、一般式(3)で表される化合物中のMがCuである請求項3～4のいずれかの方法。

10

20

30

40

50

【請求項 6】

一般式(4)で表される化合物中のMがVまたはVOであり、一般式(3)で表される化合物中のMがVOである請求項3~4のいずれかの方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はDVD-RやCD-Rなどの追記型光ディスク用材料、プラズマディスプレイパネルなどの光学フィルター用材料等に有用なテトラアザポルフィリン化合物の製造方法に関する。

【背景技術】

10

【0002】

テトラアザポルフィリン化合物は耐光性が高い、吸光係数が高い等有益な物性を有する色素として知られ、近年、電子写真用光導電体、DVD-RやCD-Rなどの追記型光ディスク材料、プラズマディスプレイパネルなどの光学フィルター用材料等への活用に関する研究が活発になされている。このような状況により、テトラアザポルフィリン化合物の製造法に関する研究も盛んに行われるようになってきている。

【0003】

テトラアザポルフィリン化合物の製造法として、例えば、マレオニトリル化合物または2,5-ジイミノピロール化合物を、金属または遷移金属カルボン酸塩等の金属誘導体と、ジアザピシクロウンデセンやジアザピシクロノネン等の有機塩基を反応させる方法が特開平11-116574号公報に開示されている(特許文献1を参照。)。また、アルキル置換トリシアノエチレン化合物と、金属または遷移金属ハロゲン化物や遷移金属カルボン酸塩等の金属誘導体と、モリブデン酸アンモニウムを反応させる方法が特開平11-35837号公報に開示されている(特許文献2を参照。)。

20

【特許文献1】特開平11-116574号公報

【特許文献2】特開平11-35837号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、前記のテトラアザポルフィリン化合物の製造方法は収率に改善の余地があること、また、前記の方法で得られるテトラアザポルフィリン化合物は高純度が要求される用途に使用するには再結晶等の精製が必要であることなどの改善すべき余地がある。

30

【0005】

したがって、本発明は、高純度なテトラアザポルフィリン化合物を収率良く製造する方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、特定の金属化合物をアンモニアで処理した後、マレオニトリル誘導体と反応させることにより、比較的純度の高いテトラアザポルフィリン化合物が収率良く得られることを見出し本発明に至った。

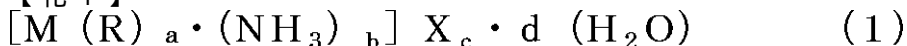
40

【0007】

すなわち、本発明は、
一般式(1)

【0008】

【化1】



【0009】

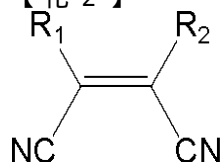
[式中、Mは1価~5価の金属原子を表し、Rはヒドロキシ基、アルキル基、フェニル基、-OSi(CH₃)₃又は酸素原子を表し、Xはハロゲン原子を表し、aは0~4の整数、b及びcは各々1~6の整数、dは0~6の整数を表す。]で表される化合物と、一

50

般式(2)

【0010】

【化2】



(2)

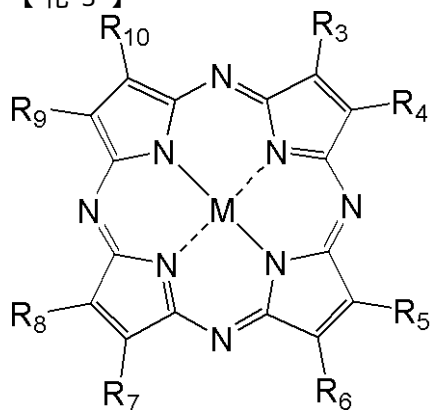
【0011】

〔式中、R1およびR2はそれぞれ独立に水素原子、アルキル基、アラルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリール基、ヘテロアリール基、アリールオキシ基、アリールチオ基を表す〕で表される化合物を反応させる、一般式(3)

10

【0012】

【化3】



(3)

20

【0013】

〔式中R3~10は、それぞれ独立に水素原子、アルキル基、アラルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリール基、ヘテロアリール基、アリールオキシ基、アリールチオ基を表し、Mは2価の金属原子、3価または4価の置換金属原子、あるいはオキシ金属を表す〕で表される化合物の製造方法に関するものである。

【発明の効果】

30

【0014】

本発明によれば、高純度なテトラアザポルフィリン化合物を収率良く製造する方法を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

本発明の製造方法は、一般式(1)で表される化合物と一般式(2)で表される化合物を反応させて一般式(3)で表される化合物を製造することを特徴とする。

【0016】

一般式(1)中のMは1価~5価の金属原子を表し、Rはヒドロキシ基、アルキル基、フェニル基、-OSi(CH3)3又は酸素原子を表し、Xはハロゲン原子を表し、aは0~4の整数、b及びcは各々1~6の整数、dは0~6の整数を表す。

40

【0017】

一般式(1)中のMとしては、Cr、Si、Zr、Al、Ga、In、Tl、Cu、Zn、Fe、Co、Ni、Ru、Pd、Pt、Mn、Mg、Ti、Be、Ca、Ba、Cd、Hg、Pb、Sn、Ge等の1~5価の金属原子が挙げられる。

【0018】

一般式(1)中、Rのアルキル基としては特に制限はないが、炭素数1~8のアルキル基が好ましいものとして挙げられる。

【0019】

一般式(2)中のR1およびR2はそれぞれ独立に水素原子、アルキル基、アラルキル

50

基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリール基、ヘテロアリール基、アリールオキシ基又はアリールチオ基を表す。

【0020】

一般式(2)中、R₁およびR₂のアルキル基としては特に限定されないが、炭素数1~20のアルキル基が好ましいものとして挙げられる。

【0021】

なお、アルキル基は、アルコキシ基、シクロ炭化水素基等の置換基で置換されていてもよい。

【0022】

一般式(2)中、R₁およびR₂のアラルキル基としては特に限定されないが、炭素数7~20のアラルキル基が好ましいものとして挙げられる。

10

【0023】

なお、アラルキル基はアルキル基、ニトロ基、シアノ基、ヒドロキシ基、ハロゲノ基、ハロゲン化炭素基で置換されていてもよい。

【0024】

一般式(2)中、R₁およびR₂のアルコキシ基としては炭素数1~20のアルコキシ基が好ましいものとして挙げられる。

【0025】

一般式(2)中、R₁およびR₂のアルキルチオ基としては炭素数1~20のアルキルチオ基が好ましいものとして挙げられる。

20

【0026】

一般式(2)中、R₁およびR₂のアリール基としては炭素数6~20のアリール基が好ましいものとして挙げられる。

【0027】

なお、アリール基はアルコキシ基、アミノ基、アルキル基、ニトロ基、シアノ基、ヒドロキシ基、ハロゲノ基、ハロゲン化炭素基で置換されていてもよい。

【0028】

一般式(2)中、R₁およびR₂のヘテロアリール基としては炭素数4~20のヘテロアリール基が好ましいものとして挙げられる。

【0029】

一般式(2)中、R₁およびR₂のアリールオキシ基としては炭素数6~20のアリールオキシ基が好ましいものとして挙げられる。

30

【0030】

なお、アリールオキシ基はアルキル基および/またはアルコキシ基で置換されていてもよい。

【0031】

一般式(2)中、R₁およびR₂のアリールチオ基としては炭素数6~20のアリールチオ基が好ましいものとして挙げられる。

【0032】

なお、アリールチオ基はアルキル基および/またはアルコキシ基で置換されていてもよい。

40

【0033】

一般式(3)中、R₃~R₁₀は、それぞれ独立に水素原子、置換または無置換のアルキル基、アラルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリール基、ヘテロアリール基、アリールオキシ基、アリールチオ基を表し、Mは2価の金属原子、3価または4価の置換金属原子、あるいはオキシ金属を表す。

【0034】

一般式(3)中、R₃~R₁₀の置換または無置換のアルキル基、アラルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリール基、ヘテロアリール基、アリールオキシ基、アリールチオ基は、前記の一般式(2)中の各基の定義と同義である。

50

【0035】

一般式(3)中、Mの2価の金属原子としては、Cu(II)、Zn(II)、Fe(II)、Co(II)、Ni(II)、Ru(II)、Rh(II)、Pd(II)、Pt(II)、Mn(II)、Mg(II)、Ti(II)、Be(II)、Ca(II)、Ba(II)、Cd(II)、Hg(II)、Pb(II)、Sn(II)等が挙げられる。

【0036】

一般式(3)中、Mの3価の置換金属原子としては、Al-Cl、Al-Br、Al-F、Al-I、Ga-Cl、Ga-Br、Ga-F、Ga-I、In-Cl、In-Br、In-F、In-I、Tl-Cl、Tl-Br、Tl-F、Tl-I、Al-C₆H₅、Al-C₆H₄(CH₃)、In-C₆H₅、In-C₆H₄(CH₃)、Mn(OH)、Mn(OC₆H₅)、Mn(OSi(CH₃)₃)、Fe-Cl、Ru-Cl等が挙げられる。

10

【0037】

一般式(3)中、4価の置換金属原子としては、CrCl₂、SiCl₂、SiBr₂、SiF₂、SiI₂、ZrCl₂、GeCl₂、GeBr₂、GeF₂、GeI₂、SnCl₂、SnF₂、SnBr₂、TiCl₂、TiBr₂、TiF₂、Si(OH)₂、Ge(OH)₂、Zr(OH)₂、Mn(OH)₂、Sn(OH)₂、TiR'₂、CrR'₂、SiR'₂、SnR'₂、GeR'₂[R'は、アルキル基、フェニル基、ナフチル基およびその誘導体を表す]、Si(OR')₂、Sn(OR')₂、Ge(OR')₂、Ti(OR')₂、Cr(OR')₂[R'は、アルキル基、フェニル基、ナフチル基、トリアルキルシリル基、ジアルキルアルコキシシリル基を表す]、Sn(SR')₂、Ge(SR')₂[R'は、アルキル基、フェニル基、ナフチル基を表す]等が挙げられる。

【0038】

R'、R'、R'のアルキル基は特に限定されないが炭素数1~20のアルキル基が好ましいものとして挙げられる。

20

【0039】

R'、R'、R'のフェニル基は特に限定されないが炭素数6~20のフェニル基が好ましいものとして挙げられる

R'、R'、R'のナフチル基は特に限定されないが炭素数10~20のナフチル基が好ましいものとして挙げられる。

【0040】

R'のトリアルキルシリル基は特に限定されないが炭素数3~20のトリアルキルシリル基が好ましいものとして挙げられる。

30

【0041】

R'のジアルキルアルコキシシリル基は炭素数3~20のジアルキルアルコキシシリル基が好ましいものとして挙げられる。

一般式(3)中、Mのオキシ金属としては、VO、MnO、TiO等が挙げられる。

【0042】

一般式(1)で表される化合物と一般式(2)で表される化合物との反応には反応溶媒を必ずしも必要としないが、温度制御および/または攪拌効率を考慮すれば、反応溶媒を用いるのが好ましい。

【0043】

反応溶媒は一般式(3)で表される化合物の生成を妨げるものでなければ特に限定されない。このような反応溶媒としては、例えば、トルエン、キシレン等の炭化水素類、ペンタノール、ブタノール、オクタノール等のアルコール類、N,N-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、N-メチルピロリドン、1,3-ジメチルイミダゾリジノン等の高沸点親水性溶媒等が挙げられる。これらの中でも、一般式(2)で表される化合物及び一般式(3)で表される化合物の溶解性が高いアルコール類は好ましい。

40

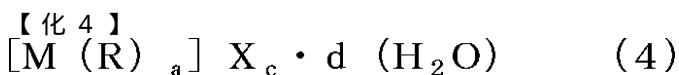
【0044】

一般式(1)で表される化合物と一般式(2)で表される化合物との反応の反応条件としては、通常、温度は0~100、圧力は0.01~1MPa、雰囲気は空気または窒素やヘリウム、アルゴン等の不活性ガス雰囲気である。

【0045】

50

一般式(1)で表される化合物は市販品として入手できるものもあるが、一般式(4)
【0046】



【0047】

[式中、Mは1価～5価の金属原子を表し、Rはヒドロキシ基、アルキル基、フェニル基、
-OSi(CH₃)₃又は酸素原子を表し、Xはハロゲン原子を表し、aは0～4の整
数、cは1～6の整数、dは0～6の整数を表す。]で表される化合物とアンモニアを反
応させて製造することができる。例えば、一般式(1)で表される化合物は新実験化学講
座(昭和52年6月20日発行、8巻1294ページ)に記載された方法に準じて製造すること
ができる。具体的には塩化ニッケルに濃アンモニア水を加え、1時間ほど空気を通じて製
造する。

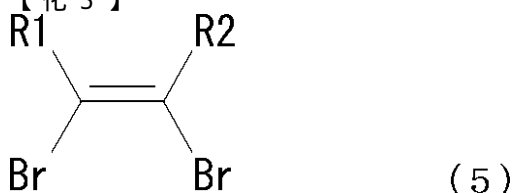
10

【0048】

一般式(2)で表される化合物は市販品として入手できるものもあるが、例えば、下
一般式(5)

【0049】

【化5】



20

【0050】

[式中のR1およびR2は一般式(2)のR1およびR2と同義である。]で表される1,
2-ジブromoエタン化合物をシアン化ナトリウムやシアン化銅と反応させて得ること
もできる。

【0051】

一般式(4)で表される化合物とアンモニアを反応させて形成された一般式(1)で表
される化合物と一般式(2)で表される化合物とを反応させることにより一般式(3)で
表される化合物を製造することもできる。

30

【0052】

一般式(4)で表される化合物とアンモニアを反応させて形成された一般式(1)で表
される化合物と一般式(2)で表される化合物とを反応させて一般式(3)で表される化
合物を製造する方法に特に制限はないが、例えば、前記の反応溶媒に溶解させた一般式
(4)で表される化合物の溶液にアンモニアを添加した後、この反応混合物に一般式(2)
で表される化合物を添加する方法及び一般式(4)で表される化合物と一般式(2)で表
される化合物の混合物にアンモニアを添加して反応させる方法等が挙げられる。これら
の方法のうち、前者の方法は反応収率及び純度の点で好ましい。

【0053】

例えば、一般式(4)中のMがCuである化合物とアンモニアを反応させ(1)中のM
がCuである化合物を単離することなく一般式(2)で表される化合物と反応させること
により一般式(3)中のMがCuである化合物を製造することができる。また、一般式
(4)中のMがVまたはVOである化合物とアンモニアを反応させた後、一般式(1)中の
MがVまたはVOである化合物を単離することなく一般式(2)で表される化合物と反
応させることにより一般式(3)中のMがVOである化合物を製造することができる。

40

【0054】

一般式(4)で表される化合物とアンモニアとの反応に使用するアンモニアガスの量は
、一般式(4)で表される化合物中のハロゲン原子1モルに対して1乃至3モル、好まし
くは1.5乃至2.5モル、より好ましくは1.8乃至2.2モルである。

【0055】

50

一般式(4)で表される化合物とアンモニアとの反応の反応温度は、通常、100以下であるが、0乃至40の範囲で行うのが好ましい。

【0056】

一般式(3)で表される化合物の反応混合物からの分離は、通常、反応混合物から反応溶媒の大部分を蒸留により除去した後、一般式(3)で表される化合物の溶解度が低い溶媒を添加し、析出した一般式(3)で表される化合物の固体を濾過して分離することができる。

【0057】

一般式(3)で表される化合物の溶解度が低い溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、水、ヘキサン等が挙げられる。これらの溶媒は2種以上を混合して使用することができるが、含水メタノールを好ましいものとして挙げる事ができる。

10

【0058】

以下に本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【0059】

なお、以下の各実施例中の純度が記載された化合物の純度の測定は、高速液体クロマトグラフィー(以下、「HPLC」と略記する。)に依った。

【0060】

HPLC分析の条件は次のとおりである。

カラム：株式会社ワイエムシ製 YMC-Pack ODS-A A-312

20

カラムオープン温度：40

溶離液：THF：メタノール比=1：6の混合溶媒

検出波長：254nm

【実施例1】

【0061】

1-ペンタノール50gに三塩化バナジウム1.57gを装入し、20でアンモニアガス1.02gを1時間かけて導入した。アンモニアガスは反応液中へ導入した。アンモニア導入中は発熱を伴った。20乃至30で1時間攪拌を行った後、下記式(6)で表される化合物(市販品)5.38gを装入し、125に昇温した。昇温終了後125で6時間攪拌を続けた。次いで、反応混合物から1-ペンタノール約40gを蒸留により除去し、メタノール水(メタノールと水の重量比は1：1)を装入して無定形の下記式(7)で表される化合物を析出させた。析出した式(7)で表される化合物を濾過して回収し、乾燥させて式(7)で表される化合物5.46gを得た。乾燥後の式(7)で表される化合物をHPLC分析した結果、その純度は94%、収率は85%であった。式(7)で表される化合物の元素分析結果およびFD-MS測定結果は次のとおりであった。

30

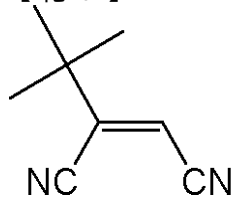
【0062】

元素分析結果	C	H	N	FD-MS (m/z)
化合物(7)	63.70	6.71	18.55	603
理論値(%)	63.67	6.68	18.56	603

40

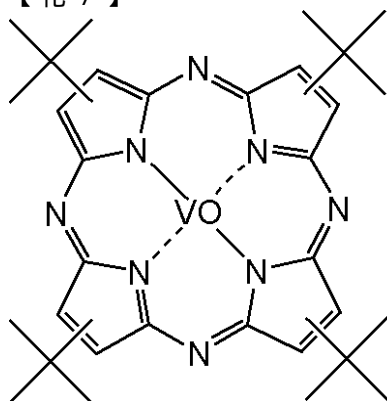
【0063】

【化6】



【0064】

【化 7】



(7)

10

【実施例 2】

【0065】

化合物(7)の合成

1-ペンタノール 50 g に三塩化バナジウム 1.57 g、前記式(6)で表される化合物 5.38 g を装入し、20 でアンモニアガス 1.02 g を 1 時間かけて導入した。アンモニアガスは反応液中へ導入した。アンモニア導入中は発熱を伴った。20 乃至 30 で 1 時間攪拌を行った後、125 に昇温した。昇温終了後 125 で 6 時間攪拌を続けた。次いで、反応混合物から 1-ペンタノール約 40 g を蒸留により除去し、重量比 1 : 1 のメタノール水を装入して無定形の前記式(7)で表される化合物を析出させた。析出した前記式(7)で表される化合物を濾過して回収し、乾燥させて式(7)で表される化合物 5.00 g を得た。乾燥後の式(7)で表される化合物を HPLC 分析した結果、その純度は 94%、収率は 78% であった。式(7)で表される化合物の元素分析結果および FD-MS 測定結果は次のとおりであった。

20

【0066】

元素分析結果	C	H	N	FD-MS (m/z)
化合物(7)	63.71	6.70	18.55	603
理論値(%)	63.67	6.68	18.56	603

30

【実施例 3】

【0067】

化合物(8)の合成

1-ペンタノール 50 g に無水塩化銅(II) 1.34 g を装入し、20 でアンモニアガス 0.68 g を 1 時間かけて導入した。アンモニアガスは反応液中へ導入した。アンモニア導入中は発熱を伴った。20 乃至 30 で 1 時間攪拌を行った後、前記式(6)で表される化合物 5.38 g を装入し、125 に昇温した。昇温終了後 125 で 6 時間攪拌を続けた。次いで、反応混合物から 1-ペンタノール約 40 g を蒸留により除去し、重量比 1 : 1 のメタノール水を装入して無定形の式(8)で表される化合物を析出させた。式(8)で表される化合物を濾過して回収し、乾燥させて式(8)で表される化合物 5.56 g を得た。乾燥後の式(8)で表される化合物を HPLC 分析した結果、その純度は 95%、収率は 88% であった。式(8)で表される化合物の元素分析結果および FD-MS 測定結果は次のとおりであった。

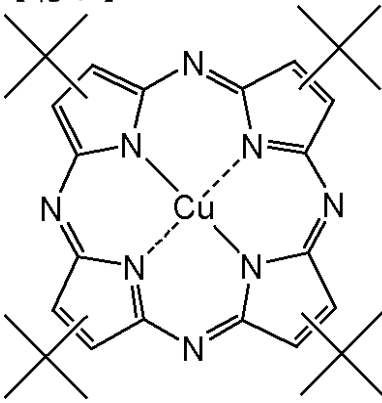
40

【0068】

元素分析結果	C	H	N	FD-MS (m/z)
化合物(8)	64.05	6.71	18.66	600
理論値(%)	64.03	6.72	18.67	600

【0069】

【化8】



(8)

10

【実施例4】

【0070】

化合物(10)の合成

1-ペンタノール50gに塩化パラジウム(II)1.77gを装入し、20℃でアンモニアガス0.68gを1時間かけて導入した。アンモニアガスは反応液中へ導入した。アンモニア導入中は発熱を伴った。20乃至30℃で1時間攪拌を行った後、下記式(9)で表されるル化合物(市販品)9.21gを装入し、125℃に昇温した。昇温終了後125℃で6時間攪拌を続けた。次いで、反応混合物から1-ペンタノール約40gを蒸留により除去し、重量比1:1のメタノール水を装入して無定形の下記式(10)で表される化合物を析出させた。析出した式(10)で表される化合物を濾過して回収し、乾燥させて式(10)で表される化合物9.41gを得た。乾燥後の式(10)で表される化合物をHPLC分析した結果、その純度は95%、収率は87%であった。式(10)で表される化合物の元素分析結果及びFD-MS測定結果は次にとおりであった。

20

【0071】

元素分析結果

C

H

N

FD-MS

(m/z)

化合物(10)

74.78

3.93

10.89

1026

理論値(%)

74.81

3.92

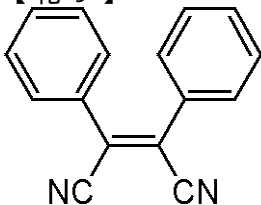
10.91

1026

30

【0072】

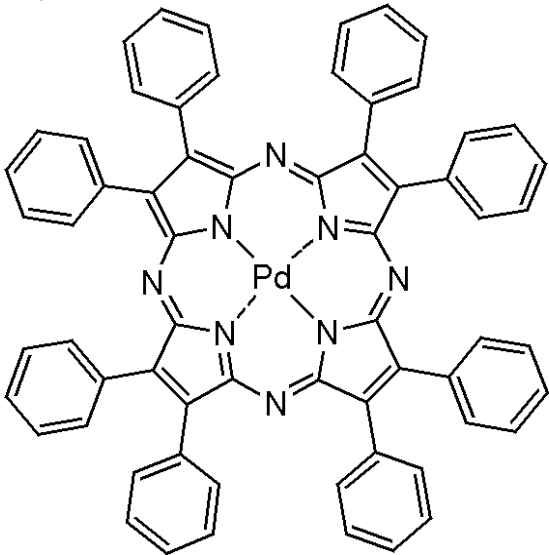
【化9】



(9)

【0073】

【化 1 0】



(10)

10

【実施例 5】

【0074】

化合物(11)の合成

1-ペンタノール 50 g に塩化ニッケル(II) 1.30 g を装入し、20 でアンモニアガス 0.68 g を1時間かけて導入した。アンモニアガスは反応液中へ導入した。アンモニア導入中は発熱を伴った。20乃至30 で1時間攪拌を行った後、前記式(9)で表される化合物 9.21 g を装入し、125 に昇温した。昇温終了後125 で6時間攪拌を続けた。次いで、反応混合物から1-ペンタノール約40 g を蒸留により除去し、重量比1:1のメタノール水を装入して無定形の下記式(11)で表される化合物を析出させた。式(11)で表される化合物を濾過して回収し、乾燥させて式(11)で表される化合物 9.08 g を得た。乾燥後の式(11)で表される化合物をHPLC分析した結果、その純度は96%、収率は89%であった。式(11)で表される化合物の元素分析結果及びFD-MS測定結果は次のとおりであった。

20

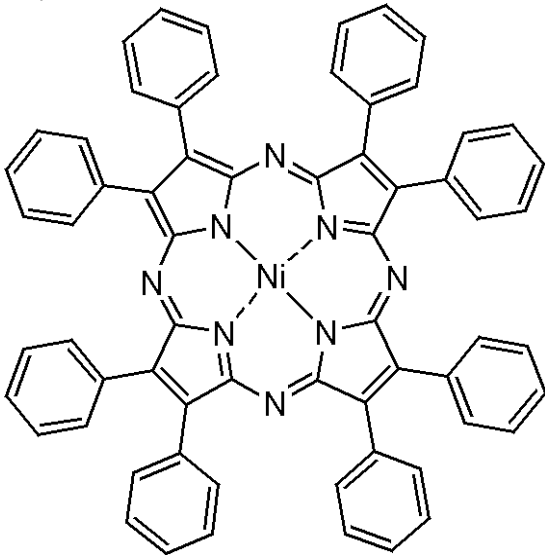
【0075】

30

元素分析結果	C	H	N	FD-MS (m/z)
化合物(11)	78.44	4.11	11.47	978
理論値(%)	78.46	4.12	11.44	978

【0076】

【化 1 1】



(11)

10

【0077】

[比較例1]

化合物(7)の合成

1-ペンタノール50gに前記式(6)で表される化合物5.38gを装入して約70
 に昇温した。約70 昇温後、ジアザピシクロウンデセン1.22gを加え、さらに温
 度を上昇させた。90 になった時点で三塩化バナジウム1.57gを装入し、温度12
 0乃至125 で20時間攪拌を続けた。次いで、反応混合物から1-ペンタノール約4
 0gを蒸留により除去し、重量比1:1のメタノール水を装入して無定形の前記式(7)
 で表される化合物を析出させた。式(7)で表される化合物を濾過して回収し、乾燥させ
 て式(7)で表される化合物4.41gを得た。乾燥後の式(7)で表される化合物をH
 PLC分析した結果、その純度は89%、収率は65%であった。

20

【産業上の利用可能性】

【0078】

本発明の製造方法は、高純度のテトラアザポルフィリン化合物を収率良く製造するのに
 有用である。

30