(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3609454号
(P3609454)
(45)発行日　平成17年1月12日(2005.1.12)　(24)登録日　平成16年10月22日(2004.10.22)

(51)Int.Cl.[7]	F I	
C07D 471/16	C07D 471/16	
B41M 5/26	C09B 5/62	
C09B 5/62	C09K 11/06	
C09K 11/06	G03G 5/06	315Z
G03G 5/06	B41M 5/26	Y

請求項の数 5　(全 19 頁)

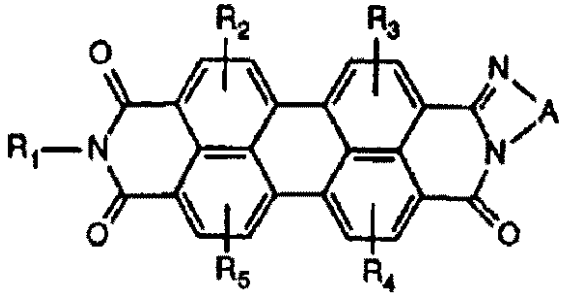
(21)出願番号　特願平6-189733
(22)出願日　平成6年8月12日(1994.8.12)
(65)公開番号　特開平7-89962
(43)公開日　平成7年4月4日(1995.4.4)
審査請求日　平成13年8月3日(2001.8.3)
(31)優先権主張番号　02413/93-8
(32)優先日　平成5年8月13日(1993.8.13)
(33)優先権主張国　スイス(CH)

(73)特許権者　396023948
チバ　スペシャルティ　ケミカルズ　ホールディング　インコーポレーテッド
Ｃｉｂａ　Ｓｐｅｃｉａｌｔｙ　Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ　Ｈｏｌｄｉｎｇ　Ｉｎｃ．
スイス国，４０５７　バーゼル，クリベツクシュトラーセ　１４１
(74)代理人　100064447
弁理士　岡部　正夫
(74)代理人　100085176
弁理士　加藤　伸晃
(74)代理人　100106703
弁理士　産形　和央
(74)代理人　100096943
弁理士　臼井　伸一

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ペリレンアミジンイミド染料、その製造方法及びその使用

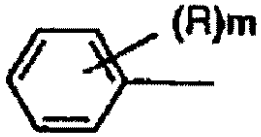
(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
式Ｉ：
【化１】



(I)

［式中、R_1 は２級C_7 －C_{41} アルキル基または式II：

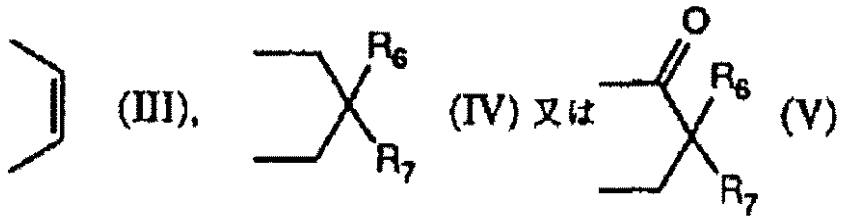
【化２】



(II)

（式中、Ｒは分枝状Ｃ$_3$ -Ｃ$_8$ アルキル基、ｍは１、２または３である）の基、Ａは１，２－シクロペンチレン、１，２－シクロヘキシレン、１，２－フェニレン、２，３－ナフチレン、１，８－ナフチレン、２，３－ピリジレン、３，４－ピリジレン、９，１０－フェナントリレン、１，２－アントラキノリレン、または式III、ＩＶまたはＶ：

【化３】



（式中R_6 とR_7 は後記の意味を有する）で表わされる二価の基であり、

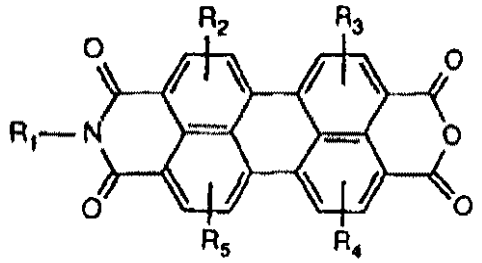
R_1 およびＡはそれぞれハロゲン、アルキル、シアノまたはニトロによって置換されていてもよく、

R_2 乃至R_5 はそれぞれに独立して水素、アルキル、アリール、ヘテロアリール、ハロゲン、シアノ、ニトロ、－OR_8 、－COR_8 、－$COOR_8$ 、－$OCOR_8$ 、－$CONR_8R_9$ 、－$OCONR_8R_9$ 、－NR_8R_9 、－NR_8COR_9 、－NR_8COOR_9 、－$NR_8SO_2R_9$ 、－SO_2R_8 、－SO_3R_8 、－$SO_2NR_8R_9$ または－Ｎ＝Ｎ-R_8 を表わし、R_6 乃至R_9 はそれぞれに独立してＣ$_1$ －Ｃ$_4$ アルキル、フェニルまたは４－トリルを表わす］で表わされるペリレンアミジンイミド。

【請求項２】

請求項１記載のペリレンアミジンイミドの製造方法において、式VIII：

【化４】



(VIII)

のペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸モノ無水物モノイミドを式ＩＸ：

H_2 Ｎ－Ａ－NH_2 （IX）

の１級ジアミン（上記式VIIIとＩＸにおいて、R_1 とＡはそれぞれ請求項１において定義したものである。ただし、Ａは式IIIで表わされる基ではない）と反応させることを特徴とする方法。

【請求項３】

着色剤として請求項１記載のペリレンアミジンイミドを含有する内部着色された高分子有機材料。

【請求項４】

請求項１記載のペリレンアミジンイミドを蛍光染料として、化学ルミネセンスシステム、光学集光システム、蛍光ベースソーラー集光装置、蛍光活性化ディスプレーまたは単分子分光分析に使用する方法。

【請求項５】

請求項１記載のペリレンアミジンイミドを光伝導体として電子写真に使用する方法。

【発明の詳細な説明】

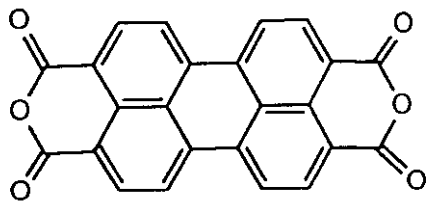
【０００１】

本発明は２級アルキル基によってまたはアルキル置換フェニル基によってイミド窒素において置換されている特定のペリレンアミジンイミド（ｐｅｒｙｌｅｎｅ　ａｍｉｄｉｎｅ　ｉｍｉｄｅ）に関する。さらにまた、本発明は対応するＮ－置換ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸モノ無水物モノイミドをジアミンと反応させてそのペリレンアミジンイミドを製造する方法ならびに、たとえば高分子有機材料の内部着色（ｍａｓｓ　ｃｏｌｏｒａｔｉｏｎ）のため、蛍光染料としてあるいは光伝導体としてその化合物を使用する方法に関する。

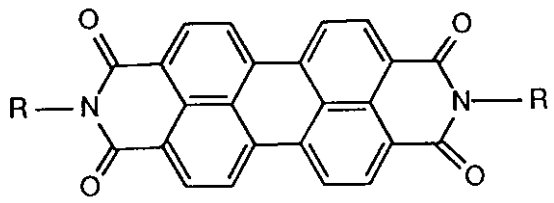
【０００２】

公知の水に難溶性ペリレン染料すなわち下記式２のペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸ビスイミドは市場で入手可能な下記式１のペリレン３，４：９，１０－テトラカルボン酸ビス無水物から容易に得ることができそして主に顔料として使用されている。

【化７】



1



2

【０００３】

しかしながら、この発色団はそのイミド基の２つの窒素原子が溶解性を高める置換基Ｒたとえば２，５－ジ－ｔｅｒｔ－ブチルフェニルまたは１－ヘキシルヘプチルを持つ時には非常に耐光堅牢な蛍光染料のための基礎構造としても役立ち得る（たとえば、Ｓ．Ｄｅｍｍｉｇ，Ｈ．Ｌａｎｇｈａｌｓの論文、Ｃｈｅｍ．Ｂｅｒ．１９８８，１２１，２２５；Ｈ．Ｌａｎｇｈａｌｓ，Ｓ．Ｄｅｍｍｉｇ，Ｔ．Ｐｏｔｒａｗａの論文、Ｊｏｕｒｎａｌ　ｏｆ　Ｐｒａｋｔ．Ｃｈｅｍｉｅ，１９９１，３３３，７３３参照）。ペリレン染料の多くの特性たとえば有機溶剤中の溶解性などはその置換基Ｒを介して大きく左右されうるが、しかしこの方法ではＵＶ／ＶＩＳスペクトルを変えることはほとんど不可能である（Ａ．Ｒａｄｅｍａｃｈｅｒ，Ｓ．Ｍａｅｒｋｌｅ，Ｈ．Ｌａｎｇｈａｌｓの論文、Ｃｈｅｍ．Ｂｅｒ．１９８２，１１５，２９２７）。事実、この染料の環置換は原理的には可能であるが、それは立体相互作用のためにしばしば問題を生じる。

【０００４】

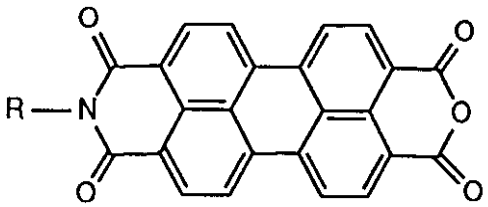
スペクトルを変えるいま１つの方法はペリレン染料に存在するカルボニル基を近縁イミノ基で置換することである。２つのカルボキシイミドのそれぞれのカルボニル基を置換すると実際その吸収がより長い波長の方向に移動するが、有機溶剤中の溶解性が比較的低くそしてその蛍光量子収量がペリレン染料よりも少ない染料が生成する（Ｉ．Ｌｕｋａｃ，

Ｈ．Ｌａｎｇｈａｌｓ の論文、 Ｃｈｅｍ． Ｂｅｒ．１９８３， １１６，３５２４）。

【０００５】

上記した染料製造のためのキー化合物は式３

【化８】



３

のペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０－イミドである。

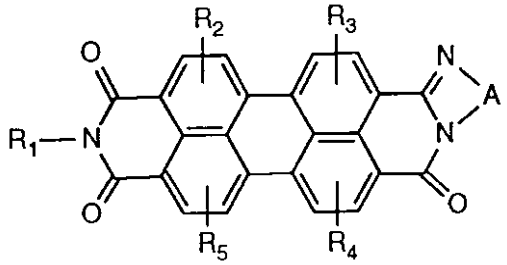
【０００６】

この化合物は新規方法によって入手可能になったものであり、ビスイミドの部分的アルカリ性加水分解によって得られる（Ｈ． Ｋａｉｓｅｒ， Ｊ． Ｌｉｎｄｎｅｒ，Ｈ．Ｌａｎｇａｌｓ の論文、 Ｃｈｅｍ． Ｂｅｒ． １９９１， １２４， ５２９）。この技法によれば１－ヘキシルヘプチルのごとき溶解性を高める基を導入することも可能である。

【０００７】

したがって、本発明は下記式Ｉのペリレンアミジンイミドを提供するものである。

【化９】

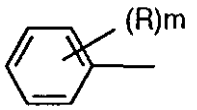


(I)

式中、

R_1 は２級C_7 －C_{41} アルキル基または下記式ＩＩ

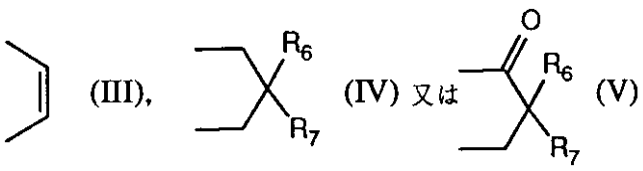
【化１０】



(II)

（式中、Ｒは分枝状C_3 －C_8 アルキル基、ｍは１、２または３である）の基、ＡはC_5 －C_7 シクロアルキレン、フェニレン、ナフチレン、ピリジレン、より高次の融合芳香族炭素環式または複素環式基を意味するかまたは下記式ＩＩＩ、 ＩＶまたはＶの二価の基を意味する

【化１１】



(III), (IV) 又は (V)

（式中R_6 とR_7 は後記の意味を有する）、

そしてR$_1$とAはハロゲン、アルキル、シアノまたはニトロによって置換されていてもよい、
R$_2$乃至R$_5$は互いに独立的に水素、アルキル、アリール、ヘテロアリール、ハロゲン、シアノ、ニトロ、－OR$_8$、－COR$_8$、－COOR$_8$、－OCOR$_8$、－CONR$_8$R$_9$、－OCONR$_8$R$_9$、－NR$_8$R$_9$、－NR$_8$COR$_9$、－NR$_8$COOR$_9$、－NR$_8$SO$_2$R$_9$、－SO$_2$R$_8$、－SO$_3$R$_8$、－SO$_2$NR$_8$R$_9$または－N＝N－R$_8$を意味し、そしてR$_6$乃至R$_9$は互いに独立的にC$_1$－C$_4$アルキル、フェニルまたは４－トリルを意味する。

【０００８】
本発明の化合物は新規な発色団を有する染料であり、ペリレンテトラカルボン酸ビスイミドに比較して、より長い波長に吸収をもちそして強い蛍光を発する。冒頭にあげたChem. Ber. １９８３, １１６, ３５２４から公知のペリレンテトラカルボン酸誘導体と比較して、本新規アミジンイミドははるかに大きい蛍光量子収量を有する。さらにその上、本発明の化合物の場合には、その吸収最大をA基を変えることによって所望のようにコントロールすることができる。式Iのアミジンイミドはこの種の化合物としては高い有機溶剤溶解性およびきわめて卓越した耐光堅牢性が注目される化合物である。

【０００９】
これまでいくつかペリレンテトラカルボン酸アミジンイミドが文献に記載されている。たとえば、T. MakiとH. HashimotoはBull. Chem. Soc. Japan １９５２, ２５, ４１１にペリレンテトラカルボン酸ビス無水物をo－フェニレンジアミンと縮合することが記載されており、他の生成物のほかに、この縮合によりペリレンテトラカルボン酸アミジンイミド（イミド窒素に２－アミノフェニル置換基を有する）も製造されている。この生成物はバット染料として使用される。また、記載によれば、この生成物は有機溶剤に難溶性でありかつ蛍光は弱い。

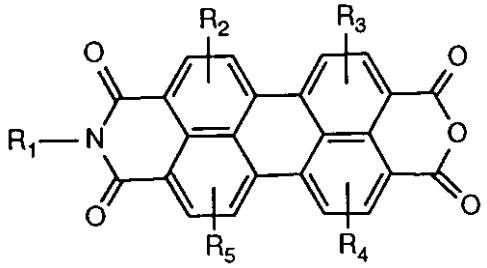
【００１０】
同じくバット染料として使用される特定の１，１’－ビナフチル－４，４’，５，５’，８，８’－ヘキサカルボン酸誘導体が米国特許第４３３６３８３号明細書に記載されている。このビナフチル誘導体は還元剤で処理され、次に酸化されて繊維材料上で対応するペリレンテトラカルボン酸アミジンイミドが形成される。記載によれば、この不溶解性アミジンイミドは染浴の外でも合成することができそして顔料として使用することができる。

【００１１】
Y. Nagao, T. Misono, N. Ishikawa, Y. Tanabeは Chemistry Letters １９７９, １５１および Dyes and Pigments, １９８４, ５, １７１, にN－アルキル－３，４：９，１０－ペリレンテトラカルボン酸モノ無水物モノイミドをアリールアミンと縮合することにより非対称形N－アルキル－N’－アリール－３，４：９，１０－ペリレンジカボキシイミドを合成することを記載している。さらに、彼等はo－フェニレンジアミンと反応させてそのイミド窒素に短鎖１級アルキル置換基を有するN－アルキルペリレンテトラカルボン酸アミジンイミドを製造すること、ならびにこの化合物の濃硫酸中のUVスペクトルも記載している。しかしながら、この文献にはこれら化合物の蛍光については全く言及されていない。

【００１２】
米国特許第４７１４６６６号明細書、米国特許第４９６８５７１号明細書および米国特許第５０１９４７３号明細書には電子写真の光伝導体としてある種のペリレン顔料を使用することが記載されている。このために使用されうるペリレン顔料として挙げられたものにはイミド窒素にメチル、ベンジルまたはフェニルエチル置換基を有するペリレンテトラカルボン酸アミジンイミドが含まれている。

【００１３】
本発明により式Iのペリレンアミジンイミドは、下記式VIIIのペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸モノ無水物モノイミド

【化１２】



(VIII)

を下記式ＩＸの１級ジアミン

H_2　Ｎ－Ａ－NH_2　　（ＩＸ）

（式ＶＩＩＩとＩＸにおいて、R_1とＡはそれぞれ前記において定義した意味を有する、ただしＡは式ＩＩＩ　の基を意味しない）と反応させることによって、あるいは、Ａが式ＩＩＩ　の二価の基である式Ｉの化合物の場合には、式ＶＩＩＩのモノ無水物モノイミドを置換または未置換のイミダゾールと反応させることによって製造することができる。

【００１４】

式ＶＩＩＩのペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸モノ無水物モノイミドは、たとえば、Ｈ．　Ｔｒｏｅｓｔｅｒ　の論文、Ｄｙｅｓ　ａｎｄ　Ｐｉｇｍｅｎｔｓ，１９８３，　４，　１７１からまたは前記したＣｈｅｍ．Ｂｅｒ．　１９９１，　１２４，　５２９の論文から公知であり、また、類似の方法で製造することができる。

【００１５】

合成に使用される溶解性を高める基は、たとえば、非常に有効な１－ヘキシルヘプチル基あるいは他の上記に定義した基R_1である。染料の合成、仕上げ操作、分光特性解析はかかる基の導入によってきわめて都合よく促進される。たとえばＮ，Ｎ’－ジ（１－ヘキシルヘプチル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸ビスイミド（２ａ）はｔｅｒｔ－ブチルアルコール中ＫＯＨで不完全加水分解することができ、しかして酸性化によりモノ無水物（３ａ）が得られる。仕上げ操作も次のように非常に改善される。すなわち、通常のクロマトグラフィーカラム（直径４ｃｍ）　を使用して一回の通過で困難なく３０ｇまたはそれ以上の収量で超高純度の染料が得られる。加水分解の粗反応生成物すなわちペリレンテトラカルボン酸のビスイミド（２ａ）、モノ無水物モノイミド（３ａ）、ビス無水物（１）および副生成物を含む粗生成物は、たとえば、クロロホルムと共にシリカゲルのカラムにかけられる。副生成物と過剰のビスイミドはクロロホルムと共にカラムから完全に洗い出される（したがってクロロホルムは回収することもできる）。このあと、クロロホルム溶出物に１０％氷酢酸を添加してモノ無水物モノイミドが純粋留分として得られる。ビス無水物と少量の高分子化合物はカラムに残留する。

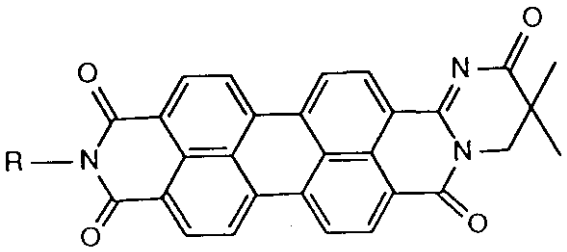
【００１６】

モノイミノ誘導体を製造するためには、無水物（３ａ）を式ＩＸの１級ジアミンたとえばネオペンタンジアミンと縮合するか、または、Ａが式ＩＩＩ　の基である化合物の場合には、イミダゾールと縮合する。５員または６員環へのイミノ官能基の導入およびネオペンタンジアミンの場合その一対のメチル基の存在が、他の場合では不安定なイミノ官能基を加水分解試薬に対して安定ならしめ、工程中驚くべきほど高い安定性が保証される。

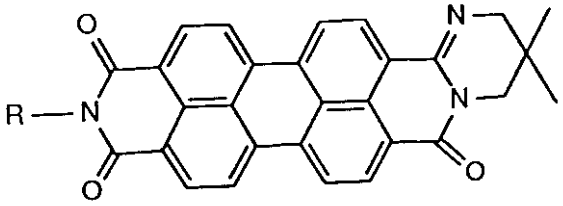
ネオペンタンジアミンとの縮合において、もし普通の方法で反応が実施されそして仕上げされた場合には、その生成物は驚くべきことに予期されたイミンではなく、同じく強い蛍光を発する酸化生成物（５ａ）となる。これに対して、最初に予期されたアミジンイミド（４ａ）は、縮合を保護雰囲気としてのアルゴン雰囲気下で実施しそして粗製反応溶液を直接クロマトグラフィーにかけて仕上げした場合に得られる。

【００１７】

【化１３】



5a



4a

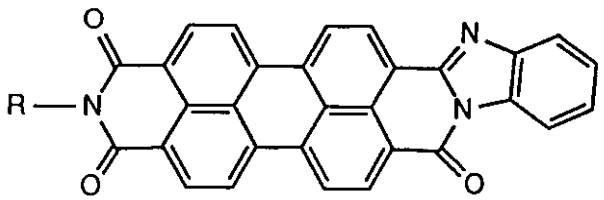
Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル

【００１８】

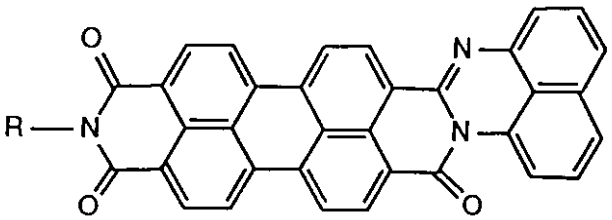
より長い波長に吸収をもつ式Ｉの染料はアミジン－イミド染料の発色団系をさらに増成した場合に得られる。この増成は、たとえば、無水物イミド（３ａ）をｏ－フェニレンジアミンと縮合して染料（６ａ）を生成させるか、または、１，８－ジアミノナフタレンと縮合して染料（７ａ）を生成させることによって実施される。

【００１９】

【化１４】



6a



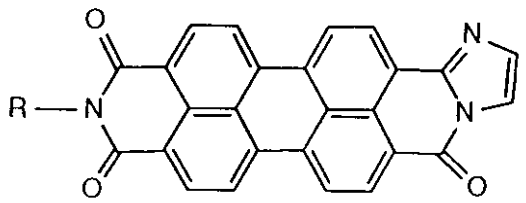
7a

Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル

【００２０】

アミンたとえばトリスエチルメチルアミンまたはエチルジイソプロピルアミンの存在または不存在で、無水物イミド（３ａ）をイミダゾールと反応させることによって、下記式８ａの新規なタイプのアミジン－イミド染料を合成することが可能である。この場合にはイミダゾール基は移転される。この生成物は対応する１級ジアミンとの直接縮合によって製造することはできない。なぜならば、（Ｚ）－　１，２－ジアミノエチレンが公知でないからである。

【化１５】



8a

Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル

【００２１】

本発明による式Ｉの化合物うち、好ましいものは以下のものである：

R_1が－ＣＨ（R_{10}）$_2$　そしてR_{10}　がC_1　－C_{18}アルキル、好ましくはC_6　－C_{10}アルキルであるもの；

R_1が式ＩＩの基であり、式中のＲがｔｅｒｔ－ブチルであるもの。

特に好ましいのは、R_1が２，５－ジ－ｔｅｒｔ－ブチルフェニルであるかまたは－ＣＨ（R_{10}）$_2$　であり、そしてR_{10}　が直鎖状基、好ましくは、ｎ－ヘキシル、ｎ－ヘプチル、ｎ－オクチル、ｎ－ノニルまたはｎ－デシルである式Ｉの化合物である。

【００２２】

式Ｉの化合物の製造にあたっては、式ＶＩＩＩのモノ無水物－モノイミドを、好ましくは５員または６員アミジン環を有するアミジン－イミド生成物を生成する脂肪族、環式脂肪族、芳香族または複素芳香族ジアミンと反応する。好ましいジアミンの例としては以下のものが示される：

１，２－シクロペンタンジアミン、

１，２－シクロヘキサンジアミン、

ｏ－フェニレンジアミン、

２，３－または１，８－ジアミノナフタレン、

２，３－または３，４－ジアミノピリジン、

９，１０－ジアミノフェナンスレン、

１，２－アントラキノリレン、または

式　ＩＶまたはＶの二価の基がそれから誘導されるジアミン、ならびに

置換または未置換のイミダゾール、たとえば、イミダゾールまたは

２－アミノベンゾイミダゾール。

特に好ましいジアミンはｏ－フェニレンジアミン、１，８－ジアミノナフタレン、ネオペンタンジアミンおよびイミダゾールである。

【００２３】

ペリレン核に置換基を有する式Ｉの好ましいペリレンアミジンイミドは、式中のR_2乃至R_5が互いに独立的に水素、ハロゲン、ニトロ、－OR_8、－NR_8R_9、－NR_8COR_9、－SO_3　R_8または－SO_2　NR_8R_9を意味し、そしてR_8とR_9が互いに独立的にメチル、フェニルまたは４－トリルを意味するものである。これら核置換された化合物は非置換化合物の場合と同様な一般に公知の方法によって製造することができる。置換基は好ましくはペリレンビスイミド出発物質のレベルにおいて、すなわち、式ＶＩＩＩのモノ無水物モノイミドの製造以前に導入される。しかしながら、R_2乃至R_5がそれぞれ水素であるかまた同じ置換基である式Ｉのペリレンアミジンイミドが好ましく、そしてR_2乃至R_5のうちの少なくとも２つ、より好ましくは全部が水素である式Ｉのペリレンアミジンイミドが特に好ましい。

【００２４】

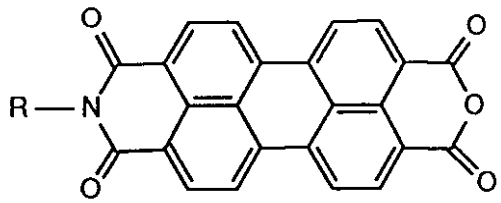
前記したように、本発明のアミジンイミド染料はその優れた耐光堅牢性が注目され、したがって蛍光の使用分野において特に興味ある染料である。本発明は、したがって、本化合物を蛍光染料として、特に、化学ルミネセンスシステム、光学集光システム、蛍光ベース（ｆｌｕｏｒｅｓｃｅｎｃｅ－ｂａｓｅｄ）ソーラー集光装置（たとえば、Ｈ．Ｌａｎｇｈａｌｓの論文，Ｎａｃｈｒ．Ｃｈｅｍ．　Ｔｅｃｈ．　Ｌａｂ．，１９８０，　２８，

７１６参照）、蛍光活性化ディスプレー（W．Ｇｒｅｕｂｅｌ，Ｇ．Ｂａｕｒの論文、Ｅｌｅｋｔｒｏｎｉｋ，１９７７，２６，６参照）または単分子分光分析（Ｗ．Ｅ．Ｍｏｅｒｎｅｒ，Ｔ．Ｂａｓｃｈｅの論文、Ａｎｇｅｗ．Ｃｈｅｍ．１９９３，１０５，５３７参照）などに、たとえば、光学記録系の形成のために使用する方法を提供する。
さらに、本化合物を電子写真の光伝導体として使用することも本発明の対象の一部分である。

【００２５】
式Ｉのペリレンアミジンイミドはまたプラスチックの内部着色のためにきわめて好適である。本化合物は各種の重合体たとえばポリオレフィン、ポリ塩化ビニル、フッ素ポリマーたとえばポリフルオロエチレン、ポリトリフルオロクロロエチレンまたはテトラフルオロエチレン／ヘキサフルオロエチレン共重合体、シリコーン樹脂などの内部着色のため、そして特にエンジニアリングプラスチック、たとえば、ポリカーボネート、ポリアクリレート、ポリメタクリレート、ポリスチレン、ＡＢＳ、ポリエステル、とりわけ、ポリブチレンテレフタレート（ＰＢＴ）やポリエチレンテレフタレート（ＰＥＴ）のごときポリアルキレンテレフタレート、ポリアミド、ポリエーテルケトン、ポリウレタンの内部着色のために有利に使用することができる。これらの材料は単体または混合物でありうる。重合体を基準にして本化合物を０．０１乃至１０重量％、好ましくは０．０１乃至５重量％の濃度で使用するのが適当である。

【００２６】
本発明により式Ｉの化合物で着色されうるポリオレフィン類を例示すれば高密度および低密度ポリエチレン（ＨＤ－ＰＥ、ＬＤ－ＰＥおよびＬＬＤ－ＰＥ）、ポリイソブチレンおよび特にポリプロピレン、さらにはポリオレフィンと、たとえば、ポリエーテル、ポリエーテルケトンまたはポリウレタンとの共重合体などである。ポリプロピレンが好ましい。
着色は常用方法によって実施される。たとえば、式Ｉの化合物またはそれら化合物の混合物を、前もってそれを練りこんで配合物にすることなしに、プラスチック顆粒または粉末とそのまま混合し、そしてこの混合物を繊維、フィルムまたは顆粒の形に押し出すことによって実施される。顆粒はこの後、たとえば、射出成形によって種々の物品に成形することができる。
これによって得られる赤－蛍光着色物は高い清浄度と彩度を示す。また、透明性が良好で安定性特に光に対する安定性が優れている。したがって、本発明はまた着色剤として式Ｉのペリレンアミジンイミドを含有する内部着色された高分子有機材料を提供するものである。

【００２７】
以下、本発明を実施例によってさらに説明する。
実施例１
Ｎ－（１－ヘキシルヘプチル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０－イミド（３ａ）
【化１６】



3a

Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル
Ｎ，Ｎ’－ジ（１－ヘキシルヘプチル）ペリレン－３，４：９，１０－ビスジカルボキシイミド８．００ｇ（１０．６ミリモル）をｔｅｒｔ－ブチルアルコール５０ｍｌに入れ、この溶液を沸騰するまで加熱する。次に、この溶液に撹拌しながら粉末８５％ＫＯＨ２．

３８ｇ（３６．０ミリモル）を添加する。１０分後にはもはや薄層クロマトグラフィーによって出発物質が検出されなくなる。ケン化を氷酢酸１００ｍｌ、続いて２規定ＨＣｌの１００ｍｌの添加によって中断する。沈殿した粗製赤染料生成物を濾過単離する。この単離は溶液をＤ－４フリット（ｆｒｉｔ）に通して吸引濾過しそして蒸留水でくり返し洗うことによって行う。副生成したペリレンテトラカルボン酸－３，４：９，１０－ビス（無水物）を除去するため、粗生成物を各回３００ｍｌの１０％炭酸カリウム溶液を加えて２回沸騰し、そしてＤ－４フリットを通じて吸引濾過する。１００℃で８時間乾燥して残留物として粗生成物４．５ｇ（７４％）を得る。これを移動相として１０：１クロロホルム／氷酢酸を使用してシリカゲルのカラムクロマトグラフィーにかけてなお残存する微量の出発物質ならびにその他不純物を除去する。得られた染料留分を回転蒸発器で蒸発乾燥して乾燥体とし、そして、蒸留水を添加後、Ｄ－４フリットを通して吸引濾過し、洗って乾燥する。収量：３．８ｇ（６３％）。融点：３３０℃、

R_f　（シリカゲル／$CHCl_3$）＝０．５２、

ＵＶ（$CHCl_3$）：λｍａｘ（ε）　＝５２２．１ｎｍ（８１７５０），　４８６（５２７６０），　４５６．４（２３７４０）、

蛍光（$CHCl_3$）：λｍａｘ（ε）　＝５２８ｎｍ，５７０　。

$C_{37}H_{35}NO_5$(573.7)　　計算値　C77.46　H6.15　N2.44

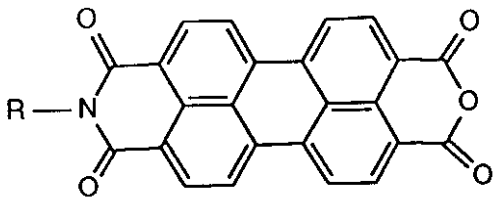
測定値　C77.46　H5.96　N2.49。

【００２８】

実施例２

Ｎ－（１－ヘプチルオクチル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０－イミド（３ｂ）

【化１７】



3b

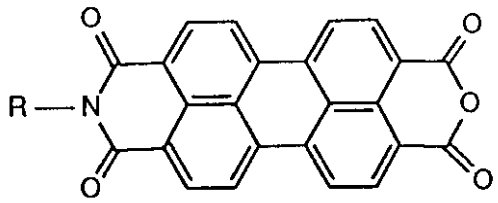
Ｒ＝１－ヘプチルオクチル

Ｎ，Ｎ’－ジ（１－ヘプチルオクチル）ペリレン－３，４：９，１０－ビス（ジカルボキシイミド）４．０５ｇ（５．００ミリモル）をｔｅｒｔ－ブチルアルコール１００ｍｌに入れ、そして次に撹拌しながら粉末８５％水酸化カリウム１．６８ｇ（２５．４ミリモル）を添加混合する。この反応混合物を沸騰するまで加熱しそしてケン化の進行を薄層クロマトグラフィー（シリカゲル／$CHCl_3$）によって監視する。１２分後に氷冷しながら氷酢酸１２０ｍｌを添加して反応を中断する。出発物質はもはや薄層クロマトグラフィーによって検出されない。２規定ＨＣｌ　の５０ｍｌを添加後、このバッチをＤ－４フリットに通して吸引濾過しそして赤褐色固体を中性となるまで蒸留水で洗う。副生成したペリレンテトラカルボン酸－３，４：９，１０－ビス（無水物）を分離除去するため、粗生成物を各回２００ｍｌの１０％炭酸カリウム溶液を加えて２回沸騰し、そしてＤ－４フリットを通じて吸引濾過する。得られた粗生成物を１００℃で８時間乾燥する。残留物の収量：１．７ｇ（５６％）。この粗生成物を移動相として１０：１クロロホルム／氷酢酸を使用してシリカゲルのカラムクロマトグラフィー（８０ｘ４ｃｍ）　にかけて精製する。不純物の痕跡は移動相として１０：１クロロホルム／トリエチルアミンを使用して再度シリカゲルのカラムクロマトグラフィーにかけて除去することができる。単離された染料留分を氷酢酸と混合しそして回転蒸発器にかけて濃縮する。沈殿した染料を水で洗いそしてオイルポンプの真空下８０℃で８時間乾燥する。収量：１．４４ｇ（４８％）、融点：３１６℃。

R_f（シリカゲル／$CHCl_3$）＝０．４４、R_f（１０：１シリカゲル／$CHCl_3$／氷酢酸）＝０．８５、
ＵＶ（$CHCl_3$）：λｍａｘ（ε）　＝４５５ｎｍ（１７３５０），　４８５（４６２６０），　５２２（７０３８０）、
蛍光（$CHCl_3$）：λｍａｘ（ε）　＝５２８ｎｍ，５７０　。

$C_{39}H_{39}NO_5$(601.7)	計算値	C77.84	H6.53	N2.33
	測定値	C78.04	H6.64	N2.54。

【００２９】
実施例３
Ｎ－（１－オクチルノニル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０－イミド（３ｃ）
【化１８】

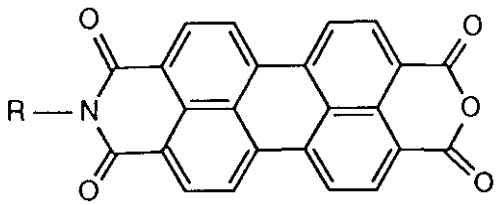


3c

Ｒ＝１－オクチルノニル
Ｎ，Ｎ’－ジ（１－オクチルノニル）ペリレン－３，４：９，１０－ビス（ジカルボキシイミド）８．６７ｇ（９．９９ミリモル）をｔｅｒｔ－ブチルアルコール１００ｍｌに加熱して溶解する。沸騰させたこの溶液に粉末８５％ＫＯＨ２．２４ｇ（３３．９ミリモル）を加える、そして反応混合物を沸騰温度に撹拌しながら１２分間保持する。このあと、ケン化を氷冷しながら氷酢酸１００ｍｌと２規定ＨＣｌ　の１００ｍｌを添加して反応を中断する。生じた赤色沈殿を、蒸留水２００ｍｌを添加後、Ｄ－４フリットに通して吸引濾過しそして赤褐色固体を中性となるまで蒸留水で洗い、そして各回２００ｍｌの１０％炭酸カリウム溶液を加えて２回沸騰し、そして吸引濾過する。得られた沈殿を１００℃で８時間乾燥する。粗生成物４．１５ｇ（６６％）を得る。さらに精製するため、この粗生成物を移動相として１０：１クロロホルム／氷酢酸を使用してシリカゲルのクロマトグラフィー（カラム８０ｘ４ｃｍ）　にかける。元素分析レベルの純度を得るため、得られた染料を移動相として１０：１$CHCl_3$／トリエチルアミンを使用して再度クロマトグラフィーにかけて精製する。収量：３．６８ｇ（５８％）。
融点３１２℃、
R_f（シリカゲル／$CHCl_3$）＝０．３６、R_f（１０：１シリカゲル／$CHCl_3$／氷酢酸）＝０．６６、
ＵＶ（$CHCl_3$）：λｍａｘ（ε）　＝４５６ｎｍ（１８６７０），　４８５（４６８５０），　５２１（７５７１０）、
蛍光（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝５２８ｎｍ，５７０　。

$C_{41}H_{43}NO_5$(629.7)	計算値	C78.18	H6.88	N2.22
	測定値	C77.84	H6.84	N2.24。

【００３０】
実施例４
Ｎ－（１－ノニルデシル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０－イミド（３ｄ）
【化１９】

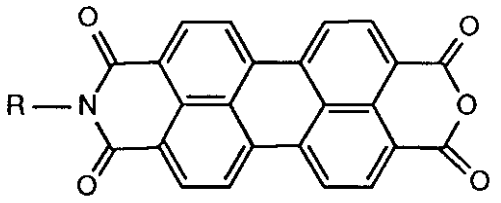


3d

Ｒ＝１－ノニルデシル
Ｎ，Ｎ’－ジ（１－ノニルデシル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸ビス（イミド）９２３ｍｇ（１．００ミリモル）をｔｅｒｔ－ブチルアルコール５０ｍｌに加熱して溶解しそして粉末８５％ＫＯＨ２２５ｍｇ（３．４１ミリモル）を撹拌しながら加える。この溶液を沸騰するまで加熱しそしてケン化の進行を薄層クロマトグラフィーで監視する。１３分後には出発物質はもはや検出されなくなる。氷冷しながら氷酢酸５０ｍｌと２規定ＨＣｌ　の５０ｍｌを添加して反応を中断する。生じた赤褐色沈殿をＤ－４フリットに通して吸引濾過し、中性となるまで蒸留水で洗いそして１００℃で８時間乾燥する。粗生成物６２０ｍｇ（９４．１％）が得られる。さらに精製をＮ－（１－ヘプチルオクチル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０－カルボキシイミドを得た場合と同様方法で実施する。収量：３３０ｍｇ（５０．１％）。
融点３０８℃、
R_f（シリカゲル／$CHCl_3$）＝０．７７、R_f（１０：１シリカゲル／$CHCl_3$／氷酢酸）＝０．８５、
ＵＶ（$CHCl_3$）：λｍａｘ（ε）　＝４５５ｎｍ（２０６９０），　４８６（４８９２０），　５２２（７７９９０）、
蛍光（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝５２８ｎｍ，８７０　。

$C_{43}H_{47}NO_5$(657.8)	計算値	C78.51	H7.20	N2.13
	測定値	C78.53	H7.14	N2.24。

【００３１】
実施例５
Ｎ－（１－デシルウンデシル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０－イミド（３ｅ）
【化２０】



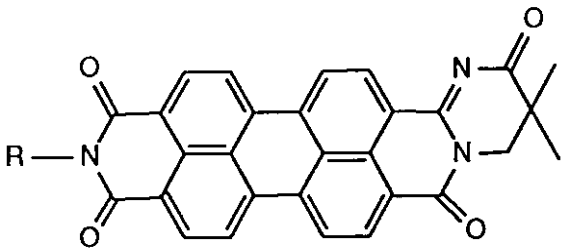
3e

Ｒ＝１－デシルウンデシル
Ｎ，Ｎ’－ジ（１－デシルウンデシル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸ビス（イミド）４．９８ｇ（５．００ミリモル）をｔｅｒｔ－ブチルアルコール１００ｍｌに溶解しそして粉末８５％ＫＯＨ１．１２ｇ（１７．０ミリモル）を撹拌混合する。この溶液を沸騰するまで加熱しそしてケン化の進行を薄層クロマトグラフィーで監視する。１２分後に、氷冷しながら氷酢酸１５０ｍｌを添加して反応を中断する。このあと精製をＮ－（１－ヘプチルオクチル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０－イミドを得た場合と同様方法で実施する。収量：１．９５ｇ（５７％）。
融点３０２℃、
R_f（シリカゲル／$CHCl_3$）＝０．８０、R_f（１０：１シリカゲル／$CHCl_3$／

氷酢酸）＝０．８５、
ＵＶ（ＣＨＣｌ$_3$）：λｍａｘ（ε）　＝４５５ｎｍ（１８４７０），　４８６（４７８４０），　５２２（７７６９０）、
蛍光（ＣＨＣｌ$_3$）：λｍａｘ　＝５２８ｎｍ，８７０　。

$C_{45}H_{51}NO_5$(685.8)　　計算値　C78.81　H7.49　N2.04
　　測定値　C78.76　H7.46　N2.18。

【００３２】
実施例６
１２－（ヘキシルヘプチル）－３，３－ジメチルピリミド［２，１－ａ］アンスラ［２，１，９－ｄｅｆ：６，５，１０－ｄ’ｅ’ｆ’　］－ジイソキノリン－２，６，１１，１３（３Ｈ，４Ｈ，１２Ｈ）－テトロン（５ａ）
【化２１】

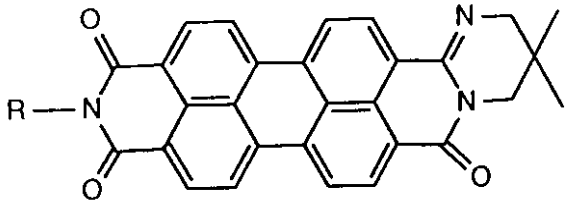


5a

Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル
Ｎ－（１－ヘキシルヘプチル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０イミド２．００ｇ（３．４９ミリモル）をアルゴンでフラッシュ洗浄した装置に入れ二酸化炭素を排除（ＫＯＨ）した雰囲気下でネオペンタンジアミン１０．４ｇ（１０２ミリモル）およびイミダゾール１０．０ｇと共に９０分間１８０℃に加熱する。間もなく、色が黒味がかったバイオレットに変わる。冷却後、この反応混合物を反応容器からエタノール１００ｍｌですすぎ落とす。このあと２規定塩酸１００ｍｌを加えて混合する。この混合物を室温で少なくとも１時間撹拌する。きれいな褐色を帯びたほとんど黒に近いバイオレット色の沈殿を吸引濾過して１３０℃の温度で１２時間空気乾燥する。生成物２．１４ｇ（９５％）が得られる。薄層クロマトグラフィー（シリカゲル、１０：１クロロホルム／氷酢酸）にかけると出発物質（R_f　＝０．８９）と黄オレンジ蛍光化合物のほかに、R_f　値が０．００と０．２５と０．８３の３種の赤オレンジ蛍光物質が検出される。R_f　値が０．８３の生成物を単離するために、カラムクロマトグラフィー（シリカゲル、１０：１クロロホルム／氷酢酸）にかけ、そして更にもう一度４０：１クロロホルム／１－ブタノールを使用したクロマトグラフィーにかける。溶離物をＤ５ガラスフリットに通して濾過しそして溶剤を蒸発した後、１３０℃で乾燥する。収量：１．３６ｇ（６０％）、融点＞３６０℃。
R_f（シリカゲル，ＣＨＣｌ$_3$／氷酢酸）＝０．８３。

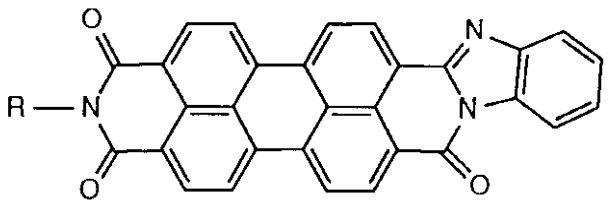
$C_{42}H_{43}N_3O_4$(653.8)　　計算値　C77.16　H6.63　N6.43　O 9.79
　　測定値　C77.41　H6.67　N6.28　O 9.75。

【００３３】
実施例７
１２－（ヘキシルヘプチル）－３，３－ジメチルピリミド［２，１－ａ］アンスラ［２，１，９－ｄｅｆ：６，５，１０－ｄ’ｅ’ｆ’　］－ジイソキノリン－６，１１，１３（２Ｈ，３Ｈ，４Ｈ，１２Ｈ）－トリオン（４ａ）
【化２２】



4a

Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル
Ｎ－（１－ヘキシルヘプチル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０イミド２．００ｇ（３．４９ミリモル）を空気排除して（アルゴンを保護雰囲気として使用）ネオペンタンジアミン１０．４ｇ（１０２ミリモル）およびイミダゾール１０．０ｇと共に上記５ａの場合と同様に９０分間１８０℃に加熱する。間もなく、色が黒味がかったバイオレットに変わる。この直後採取したサンプルは５ａの場合と同様な生成物であるが、その割合が異なっていた。エタノール／ＨＣｌ　で仕上げをすることなく、この粗製バッチを１０：１クロロホルム／氷酢酸を使用してシリカゲルカラムのクロマトグラフィーにかける。最初の３つの留分を捨てそしてR_f　値が０．２５である赤色生成物を単離して１３０℃の温度で空気乾燥する。生成物２２０ｍｇ（１０％）を得る。
融点＞３１０℃。
R_f（シリカゲル，$CHCl_3$／氷酢酸）＝０．２５。
ＵＶ（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝５３８ｎｍ、　５０１，４６９。
蛍光（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝５５９ｎｍ、　５９１。
ＭＳ（７０　ｅＶ）：ｍ／ｚ（％）＝６３９（４６）［M^+］。
【００３４】
実施例８
１３－（１－ヘキシルヘプチル）ベンゾ［３，４］イミダゾロ［２，１－ａ］アンスラ［２，１，９－ｄｅｆ：６，５，１０－ｄ’ｅ’ｆ’　］－ジイソキノリン－７，１２，１４（１３Ｈ）－トリオン（６ａ）
【化２３】



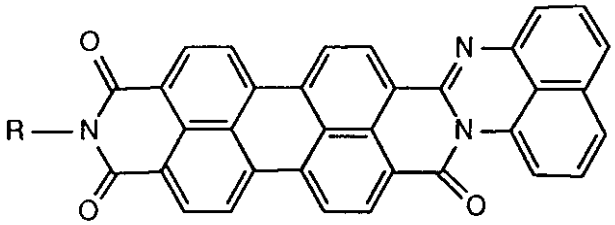
6a

Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル
Ｎ－（１－ヘキシルヘプチル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０イミド１．００ｇ（１．７４ミリモル）、１，２－ジアミノベンゼン５．００ｇ（４６．２ミリモル）およびイミダゾール５．００ｇを二酸化炭素を排除したアルゴン充填装置内で１８０℃に２時間加熱する。黒褐色固体反応生成物を１５０ｍｌのエタノールに懸濁しそして生じた黒褐色懸濁物に２規定塩酸１００ｍｌを混合して室温で１時間撹拌する。次に吸引濾過し、得られた紫褐色固体を１３０℃の温度で１６時間乾燥する。生成物１．０７ｇ（８８％）を得る。この粗生成物は、ピンク色蛍光を発する反応生成物［R_f　値が０．８８（クロロホルム／シリカゲル）である］のほかに、出発物質（R_f　＝０．８９）およびR_f　値が０．００である非蛍光褐色を含有している。主生成物を単離するためこの粗生成物を最初１０：１クロロホルム／氷酢酸そして次に４０：１のクロロホルム／ブタノールを使用してシリカゲルカラムのクロマトグラフィーにかける。２番目の溶離物の主留分を濃縮する。染料がブタノールから光沢のある赤紫針状晶の形で

晶出する。この結晶を吸引濾過し、蒸留水でくり返し洗いそして１３０℃の温度で乾燥する。生成物８４０ｍｇ（７４％）を得る。
融点＞３６０℃。
R_f（１０：１$CHCl_3$／氷酢酸）＝０．８８、
UV（$CHCl_3$）：λｍａｘ（ε）　＝５７１ｎｍ（５７３６０），　５３５（５０８２０），　５０４（２６７６０）、
蛍光（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝６０２ｎｍ。

$C_{43}H_{39}N_3O_3$(645.8)　計算値　C79.97　H6.09　N6.57
　　測定値　C79.66　H6.02　N6.53。

【００３５】
実施例９
１５－（１－ヘキシルヘプチル）ペリミジノ［２，１－ａ］アンスラ［２，１，９－ｄｅｆ：６，５，１０－ｄ’ｅ’ｆ’　］ジイソキノリン－９，１４，１６（１５Ｈ）－トリオン（７ａ）
【化２４】



7a

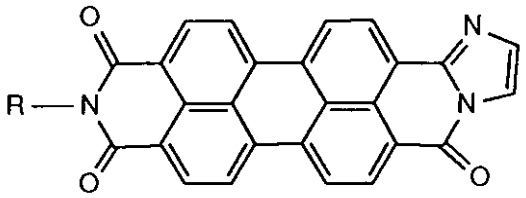
Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル
Ｎ－（１－ヘキシルヘプチル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０イミド（３ａ）１．００ｇ（１．７４ミリモル）を１，８－ナフタレンジアミン１０．０ｇ（６３．２ミリモル）、新規に蒸留したキノリン３０ｍｌおよび酢酸亜鉛３３０ｍｇと共にアルゴン充填装置内で１６０℃まで加熱する。３０分後に反応混合物は激しく泡立ちそして表面にねばねばした層を形成する。さらに３０分後、反応混合物は濃いヴァイオレット色に変わる。この反応混合物をさらに１時間１６０℃に加熱しそして、冷却後、ねばねばした層をエタノール３００ｍｌに懸濁しそして室温で１６時間撹拌する。黒い沈殿を吸引濾過し、キノリン臭が消えるまでエタノールで洗い、１３０℃で乾燥する。収量は１．１５ｇ（９４％）である。この生成物の薄層クロマトグラフ（シリカゲル、１０：１クロロホルム／氷酢酸）は、出発物質のほかに、青いよごれた帯域を示す。出発物質を除去分離するするためにそのクロロホルム／氷酢酸混合物中における良好な溶解性を利用する。反応生成物の溶解度は氷酢酸の濃度の増加につれて減少する。粗生成物を各回１リットルの１０：１のクロロホルム／氷酢酸を使用してくりかえし消化しそして濾過分離する。溶液から８００ｍｌのクロロホルムを蒸留除去しそして残留物を１６時間室温に放置する。小針状晶の形で晶出したヴァイオレットブルーの染料をＤ４ガラスフリットで吸引濾過し、蒸留水でくり返し洗いそして１３０℃の温度で乾燥する。この操作を粗生成物全部が溶解されてしまうまで繰り返す。収量：３２０ｍｇ（２６％）、融点＞３６０℃。
R_f（Al_2O_3　／$CHCl_3$）＝０．９５、
UV（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝６０４ｎｍ，　５４２，　５０７。

$C_{47}H_{41}N_3O_3$(695.9)　計算値　C81.13　H5.94　N6.04
　　測定値　C79.90　H5.85　N6.03。

【００３６】
実施例１０
１１－（１－ヘキシルヘプチル）イミダゾロ［２，１－ａ］アンスラ［２，１，９－ｄｅ

ｆ：６，５，１０－ｄ’ｅ’ｆ’　］－ジイソキノリン－５，１０，１２（１１Ｈ）－トリオン（８ａ）

【化２５】



8a

Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル

Ｎ－（１－ヘキシルヘプチル）ペリレン－３，４：９，１０－テトラカルボン酸３，４－無水物９，１０イミド０．５ｇをトリスエチルメチルアミン（新しく蒸留したもの）０．７７ｇおよびイミダゾール０．８ｇとよく混合してオートクレーブに導入する。このオートクレーブの中で反応混合物を１７０℃に４間加熱する。一晩かけてオートクレーブを室温まで冷却した後、オートクレーブを開きそして生成物混合物を沸騰エタノール２００ｍｌに溶解する。２規定ＨＣｌ　の４００ｍｌを加えて生成物を沈殿する。沈殿を完全に終わらせるため、この混合物を室温で１時間撹拌する。このあと赤紫色沈殿をＤ４ガラスフィルターフリットで濾過し、１１０℃で８時間乾燥する。赤紫色粉末０．４８ｇを粗生成物として得る。最初の分離精製のため、この粗生成物０．２ｇを少量のクロロホルムに溶解しそして１０：１クロロホルム／氷酢酸を使用してアルミナ（中性）のカラムクロマトグラフィーにかけて分離する。他の未同定生成物および未転化モノ無水物－モノイミドの他に、強い蛍光を発する主生成物が単離される。これを（１０：１）クロロホルム／氷酢酸を使用してシリカゲルで超高度精製する。黒紫色粉末０．１２ｇ（２４％）を得る。

R_f（シリカゲル／$CHCl_3$）＝０．０１、R_f　（$CHCl_3$／氷酢酸１０：１）＝０．４７、

ＵＶ（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝４８７ｎｍ、　５２０、　５６０、

ＭＳ（７０　ｅＶ）：ｍ／ｚ（％）＝５９５．３（１５）［M^+］。

これらのデータならびにＩＲ、^{1}Ｈ－　ＮＭＲおよび^{13}Ｃ－　ＮＭＲの分析結果に基づきこの生成物は化合物８ａと同定できる。

$C_{39}H_{37}N_3O_3$(595.7)　　計算値　　C78.63　H6.26　N7.05

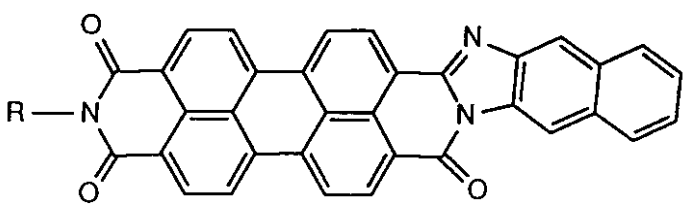
測定値　　C78.71　H6.38　N6.86。

【００３７】

実施例１１

１５－（１－ヘキシルヘプチル）ナフト［３，２－ｄ］－イミダゾロ［３，２－ａ］アンスラ［２，１，９－ｄｅｆ：６，５，１０－ｄ’ｅ’ｆ’　］－ジイソキノリン－９，１４，１６（１５Ｈ）－トリオン

【化２６】



Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル

Ｎ－（１－ヘキシルヘプチル）－３，４：９，１０－ペリレンテトラカルボン酸３，４－無水物９，１０イミド（３ａ）１．００ｇ（１．７４ミリモル）と２，３－ジアミノナフタレン０．６６ｇ（４．２０ミリモル）を１０．０ｇのイミダゾール中１６０℃の温度で

１時間撹拌する。まだ液状の残留物を２００ｍｌのエタノールで反応容器から流し出しそして、過剰のアミンを除去するため、２規定塩酸１００ｍｌを混合する。この混合物を室温で１時間撹拌しそして生じた紫黒色沈殿をＤ４ガラスフリットフィルターで濾過して乾燥する。移動相として１０：１クロロホルム／氷酢酸を使用してシリカゲルのカラムクロマトグラフィーにかけそして紫色バンドとして生成物を溶離して精製する。溶剤を除去した後、得られた染料を同じ条件で再度クロマトグラフィーにかけ、溶剤を回転蒸発器で除去そして残留物を真空乾燥する。収量０．６７ｇ（５５％）、融点＞３００℃。

R_f　（$CHCl_3$／氷酢酸１０：１）＝０．５７、

ＵＶ（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝５６７ｎｍ、　５３８、　３８３、　３６３、

蛍光（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝６５２ｎｍ、

$C_{47}H_{41}N_3O_3$(695.9)　計算値　C81.13　H5.94　N6.04

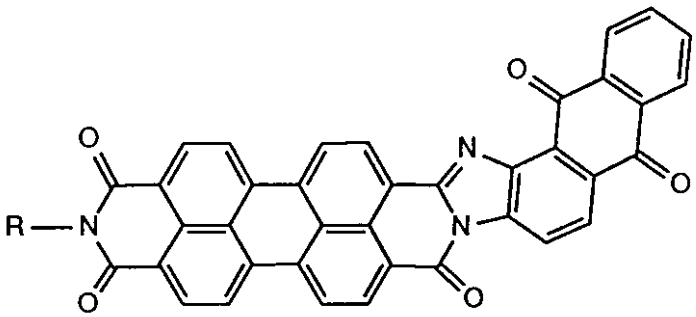
測定値　C80.92　H5.98　N6.14。

【００３８】

実施例１２

１７－（１－ヘキシルヘプチル）アンスラ－９，１０－ジオン－［２，１－ｄ］－イミダゾロ［３，２－ａ］アンスラ［２，１，９－ｄｅｆ：６，５，１０－ｄ’ｅ’ｆ’］－ジイソキノリン－１１，１６，１８（１７Ｈ）－トリオン

【化２７】



Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル

Ｎ－（１－ヘキシルヘプチル）－３，４：９，１０－ペリレンテトラカルボン酸３，４－無水物９，１０イミド（３ａ）０．２０ｇ（０．３４ミリモル）と１，２－ジアミノアントラキノン０．１９ｇ（０．８２ミリモル）を２．０ｇのイミダゾール中１６０℃の温度で１時間撹拌する。まだ液状の残留物を８０ｍｌのエタノールで反応容器から流し出しそして、過剰のアミンを除去するため、２規定塩酸４０ｍｌを混合する。この混合物を室温で１時間撹拌しそして生じた沈殿をＤ－４ガラスフリットフィルターで吸引濾過して乾燥する。移動相として１０：１クロロホルム／氷酢酸を使用してシリカゲルのカラムクロマトグラフィーにかけそして紫色バンドとして生成物を溶離して精製する。溶剤を除去した後、得られた染料を４０：１クロロホルム／ｎ－ブタノールを使用して２回シリカゲルのクロマトグラフィーにかける。最後にトルエンから抽出再結晶する。

収量０．１３ｇ（５１％）、融点＞３００℃。

R_f　（$CHCl_3$／ｎ－ブタノール４０：１）＝０．４３、

ＵＶ（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝５７４ｎｍ、　５３５、　５００、

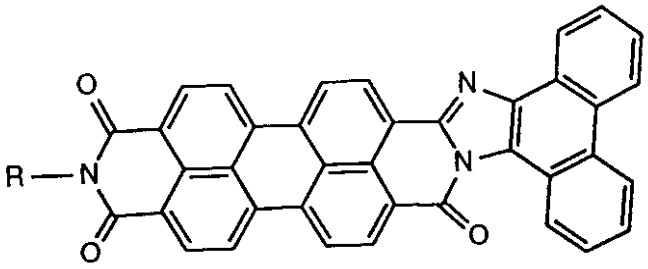
ＭＳ（７０ｅＶ）：ｍ／ｚ（％）＝７７５（６），　７５８（３），　５９３（７１），　５６５（８），　２８１（１０），　２０７（１００），　１９１（１２），　１３３（１０）。

【００３９】

実施例１３

１８－（１－ヘキシルヘプチル）フェナントロ［９，１０－ｄ］－イミダゾロ［３，２－ａ］アンスラ［２，１，９－ｄｅｆ：６，５，１０－ｄ’ｅ’ｆ’］－ジイソキノリン－１２，１７，１９（１８Ｈ）－トリオン

【化２８】



Ｒ＝１－ヘキシルヘプチル
Ｎ－（１－ヘキシルヘプチル）－３，４：９，１０－ペリレンテトラカルボン酸３，４－無水物９，１０イミド（３ａ）０．２０ｇ（０．３４ミリモル）と９，１０－ジアミノフェナンスレン０．１４ｇ（０．８２ミリモル）を２．０ｇのイミダゾール中１６０℃の温度で１時間撹拌する。まだ液状の残留物を８０ｍｌのエタノールで反応容器から流し出しそして、過剰のアミンを除去するため、２規定塩酸４０ｍｌを混合する。この混合物を室温で１時間撹拌しそして生じた沈殿をＤ－４ガラスフリットフィルターで吸引濾過して乾燥する。移動相として４０：１クロロホルム／ｎ－ブタノールを使用してシリカゲルのカラムクロマトグラフィーにかけて精製する。ただし、個々のバンドをつくり出すのはきわめて困難である。染料をこの条件で３回クロマトグラフィーにかけた後の薄層クロマトグラフィー分析は蛍光生成物と非蛍光化合物の存在を最初に示した。非蛍光化合物は同じ条件でクロマトグラフィーを繰り返しても除去することができなかった。
収量０．１１ｇ（４４％）、融点＞３００℃。
R_f　（$CHCl_3$／ｎ－ブタノール４０：１）＝０．５７、
ＵＶ（$CHCl_3$）：λｍａｘ　＝５８３ｎｍ、　５２３、　３５９、
ＭＳ（７０ｅＶ）：ｍ／ｚ（％）＝７４５（５０），　７２８（６），　５６３（１００），　５１８（１３），　４９３（７），　２５９（７）。

フロントページの続き

(74)代理人 100091889
弁理士 藤野 育男
(74)代理人 100101498
弁理士 越智 隆夫
(74)代理人 100096688
弁理士 本宮 照久
(74)代理人 100102808
弁理士 高梨 憲通
(74)代理人 100104352
弁理士 朝日 伸光
(74)代理人 100107401
弁理士 高橋 誠一郎
(74)代理人 100106183
弁理士 吉澤 弘司
(72)発明者 ハインツ ラングハルス
ドイツ国, オットブルン ８５５２１, アイヒェンドルフストラーセ ４０

審査官 星野 紹英

(56)参考文献 特開昭５６－０００３８３（ＪＰ, Ａ）
特開昭６２－０５４２６７（ＪＰ, Ａ）
米国特許第０４３３６３８３（ＵＳ, Ａ）
NAGAO Yukinori他, Dyes and Pigments , 1984年, Vol.5, No.3, pp.171-188
NAGAO Yukinori他, Chemistry Letters, 1979年, pp.151-154
DEMMIG Stefan他, Chem. Ber., 1988年, Vol.121, pp.225-230
RADEMACHER Andreas他, Chem. Ber., 1982年, Vol.115, pp.2927-2934
LANGHALS H. 他, Journal f. prakt. Chemie., 1991年, Vol.333, No.5, pp.733-748

(58)調査した分野(Int.Cl.[7], ＤＢ名)
C07D471/16
B41M 5/26
C09B 5/62
C09K 11/06
G03G 5/06
CA(STN)
CAOLD(STN)
REGISTRY(STN)