

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C分類：

A6

B6

本案已向：

歐洲 國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☒無主張優先權
1999,09,27 99810867.4

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

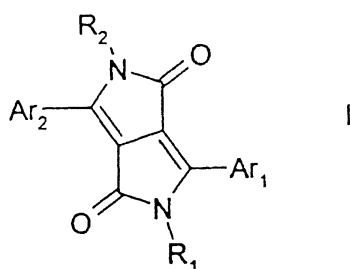
訂

線

五、發明說明 ()

1

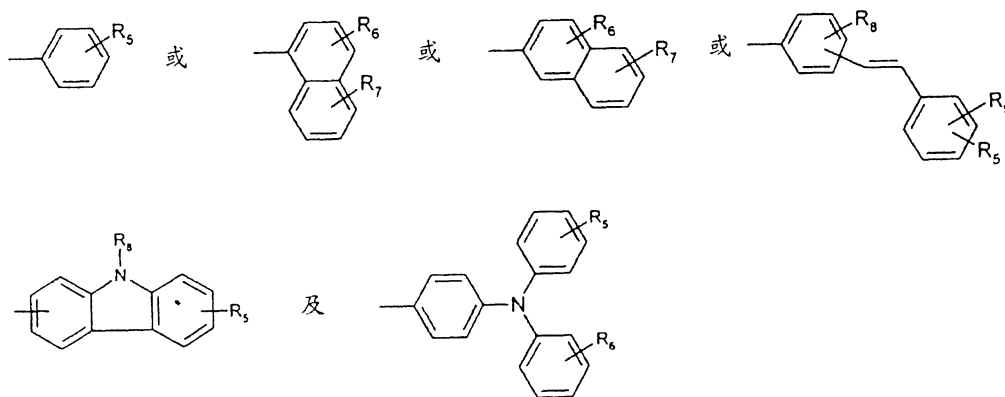
本發明係關於具有化學式I之螢光性二酮吡咯基吡咯烷(“DPP”)：



其中 R_1 與 R_2 各自分別地代表 C_1 - C_{25} -烷基、烯丙基，其可被取代以1至3個 C_1 - C_3 -烷基或 Ar_3 、 $CR_3R_4-(CH_2)_m-Ar_3$ (其中 R_3 與 R_4 各自分別地代表氫或 C_1 - C_4 -烷基、苯基(其可被取代以1至3個 C_1 - C_3 -烷基))，

Ar_3 代表苯基或1-或2-萘基，其可被取代以1至3個 C_1 - C_8 -烷基、 C_1 - C_8 -烷氧基、鹵素或苯基(其可被取代以1至3個 C_1 - C_8 -烷基或 C_1 - C_8 -烷氧基)，且 m 代表0、1、2、3或4，且其中 C_1 - C_{25} -烷基或 $CR_3R_4-(CH_2)_m-Ar_3$ (較佳為 C_1 - C_{25} -烷基)亦可被一種官能基所取代，該官能基能夠增進於水中之溶解度，例如一種三級胺基、 $-SO_3^-$ 或 PO_4^{2-} ，

Ar_1 與 Ar_2 ，分別地代表



其中

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 ()

2

R_5 代表 C_1-C_5 -烷基、 $-NR_8R_9$ 、 $-OR_{10}$ 、 $-S(O)_nR_8$ 、 $-Se(O)_nR_8$ 或苯基，其可被取代以 1 至 3 個 C_1-C_8 -烷基或 C_1-C_8 -烷氧基，

其中 R_8 與 R_9 各自分別地代表氫或 C_1-C_{25} -烷基、 C_5-C_{12} -環烷基、 $CR_3R_4-(CH_2)_m-Ph$ 、 R_{10} ，其中 R_{10} 代表 C_6-C_{24} -芳基或一個由 5 至 7 個環原子所組成之飽和或未飽和之雜環基團，其中該環含有碳原子以及 1 至 3 個選自於含有氮、氧及硫之族群中的非碳原子，其中 Ph 、芳基和雜環基團可被取代以 1 至 3 個 C_1-C_8 -烷基或 C_1-C_8 -烷氧基或鹵素，或 R_8 與 R_9 代表 $-C(O)R_{11}$ ，其中 R_{11} 可為 C_1-C_{25} -烷基、 C_5-C_{12} -環烷基、 R_{10} 、 $-OR_{12}$ 或 $-NR_{13}R_{14}$ ，其中 R_{12} 、 R_{13} 及 R_{14} 代表 C_1-C_{25} -烷基、 C_5-C_{12} -環烷基、 C_6-C_{24} -芳基，或

一個由 5 至 7 個環原子所組成之飽和或未飽和之雜環基團，其中該環含有碳原子以及 1 至 3 個選自於含有氮、氧及硫之族群中的非碳原子，其中芳基和雜環基團可被取代以 1 至 3 個 C_1-C_8 -烷基或 C_1-C_8 -烷氧基，或 $-NR_8R_9$ 代表一個 5-或 6-員雜環基團，其中 R_8 與 R_9 共同代表四亞甲基、五亞甲基、 $CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2-$ ，且 n 代表整數 0、1、2 或 3，

且其中 R_6 與 R_7 各自分別地代表氫或 R_5 ，但不同時代表氫，較佳地 R_6 代表 R_5 而 R_7 代表氫。

美國專利案 US 4,579,949 描述一種用以製備 DPPs 之方法，該 DPPs 為吡咯雜環之氮原子上無取代基。特別是於其實施例 45 之中，所描述具有化學式 II 之 DPP-化合物，即 DPP 化合物 II，為紫色且顯現微弱之螢光與溶解性。

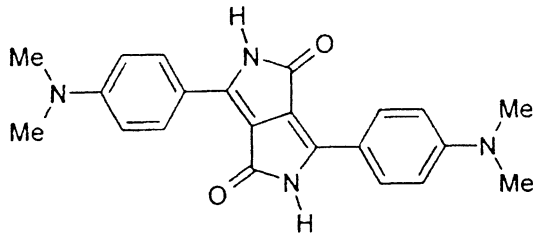
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

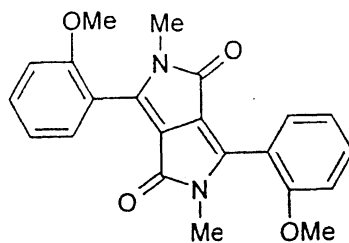
線

五、發明說明 ()



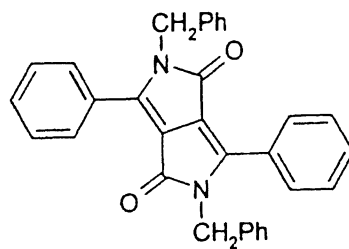
另外，專利案EP-A 133,156廣義地請求DPP-化合物，然而，該具有化學式I之化合物未被明確地說明，且沒有提供教示顯示該具有化學式I之DPP-化合物能夠顯現一種紅色或橘色之螢光。

專利案EP-A 499,011描述含有DPP-化合物之電致發光裝置。特別地，於該案之實施例1中揭露具有化學式III之DPP-衍生物：



然而，於該案並無提供有關於DPP-化合物之螢光性質及一種用於製備可顯現一種紅色或橘色螢光之DPP-化合物的方法之教示。

專利案WO 98/33862描述具有化學式IV之DPP化合物：



用於電致發光裝置中當做一種外來分子的用途。然而，並

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 ()

4

該案未提供有關於DPP-化合物之螢光性質，及一種製備可顯現一種紅色或橘色螢光之DPP-化合物的方法之教示。

此外，商業上可購得之紅色螢光染料，例如硫靛衍生物，當其被混入塑膠內，並無法顯示較好之光安定性。此外，商業上可購得之紅色螢光染料並無法用來染聚醯胺，是因為其於製造過程中產生分解。

因此，本發明之目的是提供紅色或橘色之螢光化合物，其具有一高度熱安定性，於聚合物、以煙為主之燃料、潤滑劑及水中具一良好溶解性，具一高度光安定性，以及能夠被使用於塑膠(特別是聚醯胺)中而不致分解且無耐光性之損失，及可被使用於塗料中。

於是，上文所述之該等DPP-化合物I被發現。

此外，亦發現一種製備該化合物及使用該化合物之方法。

紅色或橘色螢光化合物之含義為發明之化合物具有較佳地一種螢光，其最大之發光範圍是由520至780，較佳是由550至700，更佳是由580至650 nm。更進一步，此發明之化合物顯現較佳地一種吸收光譜範圍是由480至580 nm。

本發明之化合物I通常顯現一種螢光量子產率("FQY")，其範圍是 $1 > \text{FQY} \geq 3$ (於通氣之甲苯或DMF中被量測)。更進一步而言，通常此發明化合物I顯現一種莫耳吸收係數的範圍是由5000至100000。

一個關於DPP-化合物I較佳的具體例，其中 $R_1=R_2$ 且 $R_5=R_6$ ， R_7 =氫，且 $Ar_1=Ar_2$ ，特別佳的是如上文所述之外，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

5

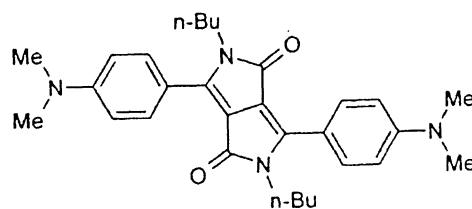
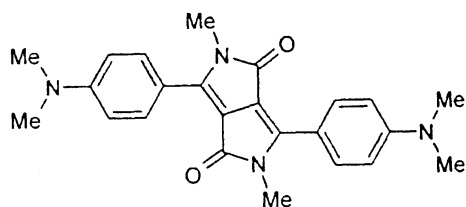
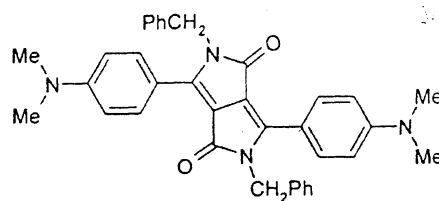
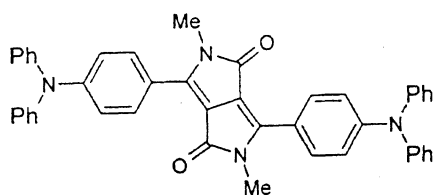
$R_3=R_4$ =氫， m =整數0且 n =整數0，最佳的DPP-化合物，其

(a) $R_1=R_2=C_1-C_8$ -烷基， $Ar_1=Ar_2$ =苯基或1,2-二苯乙烯(stilbene)， $R_5=R_6=-NR_7R_8$ 位於位置4上， R_7 =氫，且 $R_8=R_9=C_1-C_8$ -烷基或苯基，或

(b) $R_1=R_2=C_1-C_8$ -烷基， $-(CH_2)_m-Ph$ ， $Ar_1=Ar_2$ =苯基或1,2-二苯乙烯， $R_5=R_6=-SR_7$ 或是無取代或取代之苯基位於對位(para)-之位置，且 $R_8=C_1-C_8$ -烷基、苯基或一雜環基團(二者皆無取代或有取代)、或 C_5-C_{12} -環烷基，或

(c) $R_1=R_2=-CH_2Ph$ ，其中苯基可被取代以至多為2個苯基、羰基或 C_1-C_4 -烷基， $Ar_1=Ar_2$ =苯基或1-或2-羰基， $R_5=R_6=R_7$ =氫，此係當 $Ar_1=Ar_2$ =1-或2-羰基之情況而言；而於其他之情形下，則 $R_5=R_6=R_7=C_1-C_8$ -烷基或苯基。

下列化合物為特別佳之DPP-化合物I：



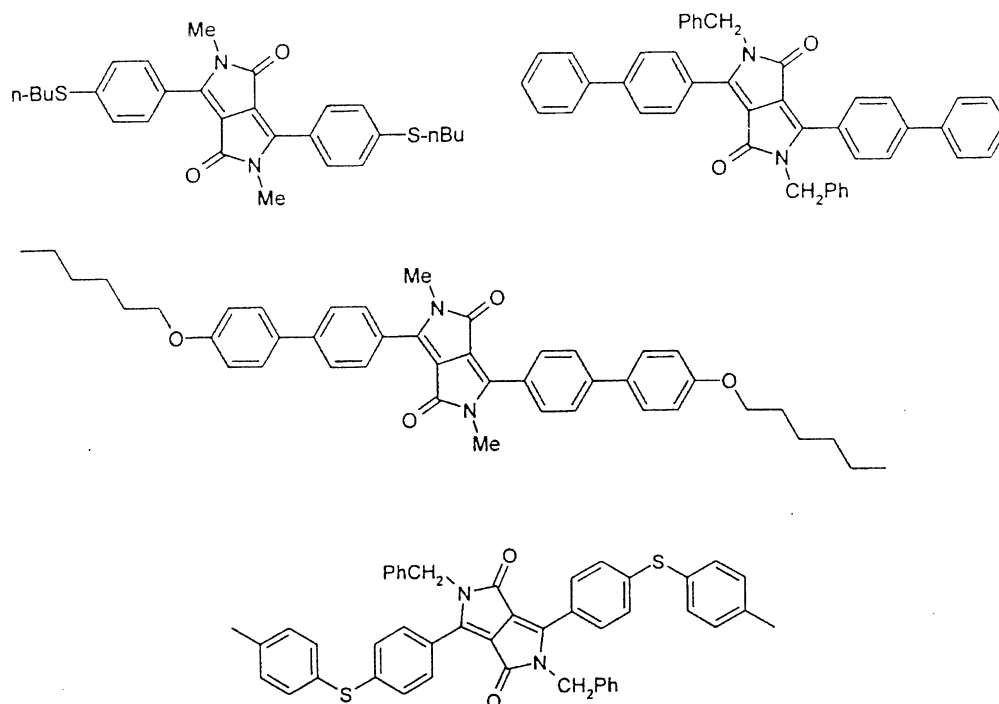
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 ()

6



C₁-C₂₅烷基典型地是直鏈或有支鏈，當為支鏈時，可為甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、二級-丁基、異丁基、特丁基、正戊基、2-戊基、3-戊基、2,2-二甲基丙基、正己基、正庚基、正辛基、1,1,3,3-四甲基丁基及2-乙基己基、正壬基、癸基、十一烷基、十二烷基、十四烷基、十五烷基、十六烷基、十七烷基、十八烷基、二十烷基、二十一烷基、二十二烷基、二十四烷基或二十五烷基，較佳為C₁-C₈烷基，諸如甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、二級-丁基、異丁基、特丁基、正戊基、2-戊基、3-戊基、2,2-二甲基丙基、正己基、正庚基、正辛基、1,1,3,3-四甲基丁基及2-乙基己基，最佳為C₁-C₄烷基，諸如典型地為甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、二級-丁基、異丁基、特丁基；C₁-C₃烷基代表甲基、乙基、正丙基、異丙基；C₁-C₆烷基代表甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、二級-丁基、異丁基、

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

7

特丁基、正戊基、2-戊基、3-戊基、2,2-二甲基丙基或正己基。

C_1-C_8 烷氧基典型地為甲氧基、乙氧基、正丙氧基、異丙氧基、正丁氧基、二級-丁氧基、異丁氧基、特丁氧基、正戊氧基、2-戊氧基、3-戊氧基、2,2-二甲基丙氧基、正己氧基、正庚氧基、正辛氧基、1,1,3,3-四甲基丁氧基及2-乙基己氧基，較佳地 C_1-C_4 烷氧基典型地係為例如甲氧基、乙氧基、正丙氧基、異丙氧基、正丁氧基、二級-丁氧基、異丁氧基、特丁氧基。

C_6-C_{24} 芳基典型地係為苯基、1-萘基、2-萘基、4-二苯基、菲基、2-或9-蒽基或蒽基，較佳地 C_6-C_{12} 芳基係為例如苯基、1-萘基、2-萘基、4-二苯基。

C_7-C_{24} 芳基烷基典型地係為苯甲基、2-苯甲基-2-丙基、 β -苯基-乙基、 α,α -二甲基苯甲基、 ω -苯基-丁基、 ω,ω -二甲基- ω -苯基-丁基、 ω -苯基-十二烷基、 ω -苯基-十八烷基、 ω -苯基-二十烷基或 ω -苯基-二十二烷基，較佳為 C_7-C_{18} 芳基烷基，例如苯甲基、2-苯甲基-2-丙基、 β -苯基-乙基、 α,α -二甲基苯甲基、 ω -苯基-丁基、 ω,ω -二甲基- ω -苯基-丁基、 ω -苯基-十二烷基、 ω -苯基-十八烷基，且特別較佳的 C_7-C_{12} 芳基烷基係為例如苯甲基、2-苯甲基-2-丙基、 β -苯基-乙基、 α,α -二甲基苯甲基、 ω -苯基-丁基、 ω,ω -二甲基- ω -苯基-丁基。

C_5-C_{12} 環烷基典型地係為環戊基、環己基、環庚基、環辛基、環壬基、環癸基、環十一烷基、環十二烷基，較佳為環戊基、環己基、環庚基、環辛基。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

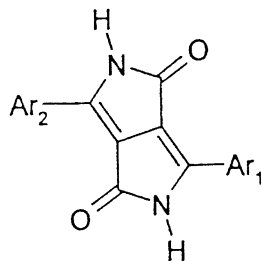
五、發明說明 ()

8

具有5至7環原子之雜芳香環(其中氮、氧、或硫為可能之雜原子)典型地係為一個具有5至18個原子且具有至少6對共軛 π -電子之未飽和之雜環基團，例如噻吩基、苯并[b]噻吩基、二苯并[b,d]噻吩基、噻噁基、呋喃基、糠基、2H-呋喃基、苯并呋喃基、異苯并呋喃基、二苯并呋喃基、苯氧基噻吩基、吡咯基、咪唑基、吡唑基、吡啶基、二吡啶基、三吡基、嘧啶基、吡嗪基、嗒嗪基、吲哚基、異吲哚基、吲哚基、吲唑基、嘌呤基、喹啉基、異喹啉基、呋嗪基、喹啶基、喹噁啉基、喹唑啉基、啉喹啉基、喋啶基、呋唑基、呋啉基、苯并三唑基、苯并噁唑基、啡啶基、吡丁啶基、啡啶基、啡啉基、啡嗪基、異噻唑基、啡噻嗪基、異噁唑基、呋咕基或啡噁嗪基，較佳為上述之單-或雙環雜環基團。

本發明之DPP-化合物I可以依據技藝中所熟知之方法合成，其例如專利案EP-A 133,156所描述，例如類似實施例15之方法。

本發明之一個較佳的具體例，係關於一種用以製備本發明之化合物I的方法，其於一個第一步驟以一種鹼類來處理具有化學式V之DPP化合物



V

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (9)

然後，於一個第二步驟中以一種普通之烷基化試劑來處理反應混合物，其中該第一步驟中之鹼類為一種氫化物、一種鹼金屬醇鹽或一種碳酸鹽，且該烷基化試劑為一磺酸鹽、甲苯磺酸鹽、甲磺酸鹽、碳酸鹽、硫酸鹽，或具有化學式 $(R_1)_{1或2}X$ 之鹵素化合物，其中X代表亞硫酸根 SO_3^- 、(對-甲基-苯基) SO_2^- 、(2,4,6-三甲基-苯基) SO_2^- 、碳酸根 CO_3^- 、硫酸根 SO_4^- 、或鹵素，例如氯、溴或碘，較佳為氯、溴或碘，最佳為溴或碘，或一種 $(R_1)_{1或2}X$ 與 $(R_2)_{1或2}X$ 之混合物。

氫化物通常為一種鹼金屬氫化物，例如氫化鈉、氫化鋰、或氫化鉀，鹼金屬醇鹽通常為一種鹼金屬 C_1 - C_4 醇鹽，例如特丁氧酸鉀或鈉、特戊氧酸鈉，以及可使用一碳酸鹽，通常為碳酸鈉或碳酸鉀，較佳為氫化鈉。

通常，於較佳之製備化合物I的第1個步驟中，由化合物V開始進行是於一溫度範圍在-25至100，較佳為0至25 $^{\circ}C$ 。較佳地，反應是進行在一種溶劑存在下，較佳為一種雙極性非質子性溶劑，例如羧醯胺、內醯胺、尿素衍生物、礬類及硝基苯，例如二甲基甲醯胺("DMF")、二甲基乙醯胺("DMA")、N-甲基吡咯酮("NMP")、N,N'-二甲基乙烯尿素及N,N'-二甲基丙烯尿素。

當使用一溶劑時，溶劑對比DPP-化合物之一個重量比例是選自範圍為100:1至5:1，較佳為25:1至10:1。

此外，較佳為進行第1個步驟於一種相移轉催化劑存在下，其例如一種四烷基鹵化銨，例如四乙基溴化銨。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 ()

10

通常，鹼類對比DPP-化合物V之一個莫耳比例是選自範圍為10：1至2：1，較佳為4：1至2：1。

較佳地，DPP-化合物V對比相移轉催化劑之一個莫耳比例是選自範圍為100：1至5：1，較佳為25：1至10：1。

一般而言，反應時間是視，特別是，選擇之反應物的活性及選擇之溫度。如一實施例，當選擇室溫當做反應溫度時，一反應時間之原則為在0.5至24小時之範圍內。

較佳地，添加鹵化物 R_1-X (或上文所述之混合物)至以第1個步驟得到之反應混合物中，且與第1個步驟所使用相同之溶劑。

第2個步驟中之反應溫度通常是選自範圍由0至160，較佳為由25至110°C，特別是視所欲使用之反應壓力和溶劑而定。

反應時間一般是選範圍由0.5至120，較佳為由12至60小時。

如同一個原則地， R_1-X 對比DPP-化合物V之一個莫耳比例是選自範圍為10：1至2：1，較佳為4：1至2：1。

當使用一溶劑時，通常溶劑之量是選自範圍由100：1至5：1，較佳是由25：1至10：1，以鹵化物 R_1-X 的量為基準。

更進一步而言，如果一溶劑使用於第1個步驟中，則較佳的是使用與第1個步驟相同之溶劑。如果無溶劑使用於第1個步驟中，則可使用與上文所述相同之溶劑。

所獲得之反應混合物可以採用由技藝中所熟知之方法

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

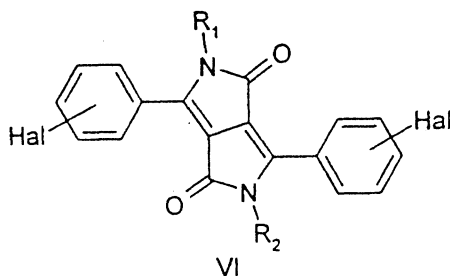
線

五、發明說明 (11)

純化。例如於一適當之溶劑例如水存在下，將產物沉澱，且，視所需，可於一適當之溶劑例如乙醇內再結晶。

化合物V被描述於例如美國專利案US 4,579,949，且/或可以依據該專利案所描述之方法來製備，該方法中一適當之腈與一對應之二烷基或二芳基琥珀酸鹽，例如NC-Ar₁與第三戊醇鈉鹽反應，再添加二異丙基琥珀酸鹽。此方法較佳的是當Ar₁及/或Ar₂代表一種二苯基基團(即R₅及/或R₆代表苯基或有取代基於第4位置上之苯基)，或代表下文描述之化合物(DPP VI)。

化合物I亦可由近似專利案：EP-A 353,184所描述之方法，該方法包含將一個具有化學式VI之DPP-化合物



其中Hal代表鹵素，例如氟、氯、溴或碘，較佳為氯或溴，與一親核性試劑反應，該親核性試劑例如一種二級胺：HNR₈R₉、一種硫醇：HSR₈、或HS(O)nR₈、一種醇類：HOR₁₀、一種二硒化物：R₈(O)n-Se(O)nR₈，較佳的莫耳比例為DPP VI：親核性試劑的比例範圍在1.2：1至0.8：1，或，當R₂與R₁相同時，比例範圍在1：1.25至1：1，於一種無水雙極性非質子溶劑存在下，且一無水鹼之一個量的範圍為每莫耳之親核性試劑中含0.1至15莫耳，於一溫度範圍通常為100至220°C，且於一壓力範圍一般為100至300 kPa。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 ()

12

適當之無水無水雙極性非質子溶劑的實施例為羧醯胺、內醯胺、尿素衍生物、砒類及硝基苯，例如二甲基甲醯胺("DMF")、二甲基乙醯胺("DMA")、N-甲基吡咯酮("NMP")、N,N'-二甲基乙烯尿素及N,N'-二甲基丙烯尿素。

適當之無水鹼類例如無水有機鹼類，其例如喹啉、或較佳為一個用於胺化反應之一過量之二級胺、上文所述之碳酸鹽，例如碳酸鈉或碳酸鉀及鹼金屬氫化物，例如氫化鈉。於二硒化物之情況為，使用 $R_7(O)nSe-Se(O)nR_7$ ，一個較佳之鹼金屬氫化物為氫化鈉，必需被使用做一鹼類。

對應之1-和2-蔡基-衍生物可以類似之方法製備。

DPP-化合物VI為已知且/或可以如專利案US 4,579,949所描述之方法製備，該方法包含將一種二烷基或二芳基琥珀酸鹽與一種腈反應，例如依據如專利案US 4,579,949實施例6將二甲基琥珀酸鹽與對-氯苯甲腈反應，俾以產生對應之DPP-化合物VI，其中Hal代表氯。

鹵烷化合物 R_1-X 為商業上可購得，或可由技藝中所熟知之方法製備。

一個本發明更進一步之具體例係針對一種用以製備本發明化合物I之方法。

(a) 於製備之第一步驟中，將DPP-化合物I與一種親核試劑反應，該親核試劑為例如一種二級胺 HNR_8R_9 、一種硫醇 HSR_8 或 $HS(O)nR_8$ 、一種醇類 HOR_{10} 、一種二硒化物 $R_8(O)nSe-Se(O)nR_8$ ，呈一較佳莫耳比例為DPP VI：親核性試劑的比例範圍在1.2：1至0.8：1，或當 R_2 與 R_1 具相同之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

13

定義時，該比例範圍在1:1.25至1:1，該第一步驟係於一種無水雙極性非質子溶劑存在下，且有一無水鹼在一數量範圍為每莫耳之親核性試劑中含0.1至15莫耳，並處於一溫度範圍通常為100至220°C，且處於一壓力範圍一般為100至300 kPa，且選擇性地分離所得到之化合物V；

(b) 然後，以一鹼與所得到之化合物V反應，此後於一個第二步驟中，以一種普通之烷基化試劑與由第1步驟之(b)所得到之反應混合物反應，其中第一步驟之(b)所用之鹼類係為一種氫化物、一種鹼金屬醇鹽或一種碳酸鹽，且該烷基化試劑為一種砒鹽、甲苯磺酸鹽、甲磺酸鹽、碳酸鹽、硫酸鹽，或具有化學式 $(R_1)_{1或2}X$ 之鹵化物，其中X代表亞硫酸根 SO_3^- 、(對-甲基-苯基) SO_2^- 、(2,4,6-三甲基-苯基) SO_2^- 、碳酸根 CO_3^- 、硫酸根 SO_4^- 、或鹵素，例如氯、溴或碘，較佳為氯、溴或碘，最佳為溴或碘，或一種 $(R_1)_{1或2}X$ 與 $(R_2)_{1或2}X$ 之混合物(有證據顯示， $(R_1)_{1或2}X$ 中之 R_1 單元(可為1個或2個)，係依所選擇之X的性質而定，即當X代表一二價陰離子，例如碳酸根 CO_3^- 、硫酸根 SO_4^- 等之時，可單獨為2個 R_1 單元。

水溶性化合物I，即本發明之化合物I可以一種能夠增進於水中之溶解度的官能基當做取代基，該取代基例如一種三級胺基、亞硫酸根 $-SO_3^-$ 、或磷酸根 PO_4^{2-} ，此等化合物I可以使用技藝中所知悉的方法製備。下列之反應途徑為代表性之實施例，但不因此而限制本發明為僅有此等實施例：

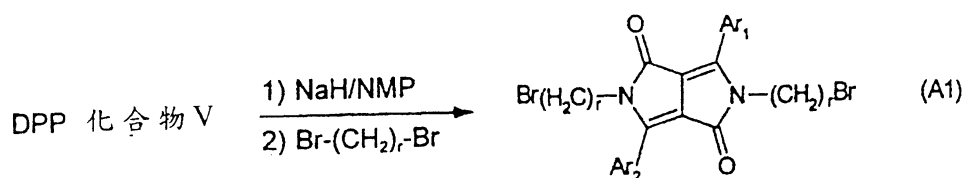
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

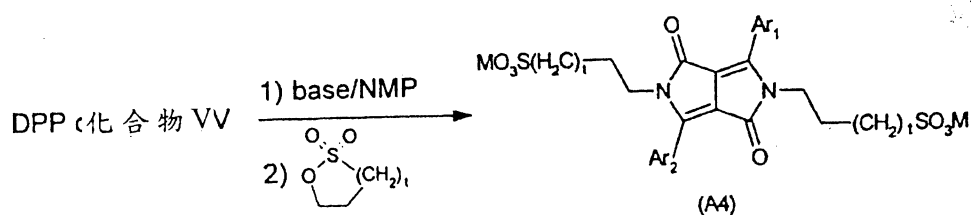
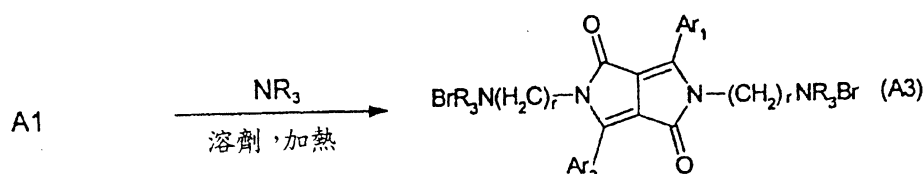
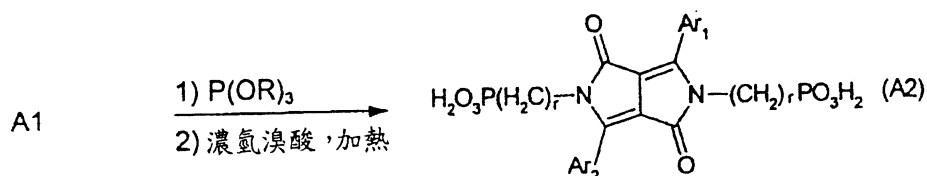
訂

線

五、發明說明 (14)



其中r代表一個整數，其通常由2至25；除了直鏈之烷基外，亦可使用支鏈之烷基或芳香族之烷基，例如 $\text{Br}-(\text{CH}_2)_{r1}-\text{芳基}-(\text{CH}_2)_{r2}-\text{Br}$ ， $r1$ 、 $r2$ 通常為0至10範圍內之整數；



其中M代表一種金屬離子，例如鈉或鉀離子，且t為1或2。

本發明之另一個具體例係關於一種使高分子量有機材料(具有一分子量通常在一範圍為 10^3 至 10^7 克/莫耳)染色之方法，其係以本發明之螢光性DPP化合物I經由技藝中已知之方法染色。

由於其為高分子量有機材料，故可使用下列如生物聚合物及塑膠材料、並包含纖維。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (15)

本發明係關於較佳之使用本發明DPPs I以製備

油墨：用於印刷方法之印刷油墨，用於flexographic印刷、網版印刷、包裝印刷、安全油墨印刷、intaglio印刷或平版印刷，用於壓印前之階段及用於紡織品印刷、用於辦公室、家庭設備或圖像設備，例如用於紙製品，舉例而言，用於原子筆、絨毛筆尖、纖維筆尖、卡紙、木材、(木材)轉印、金屬、油墨印台、或用於衝擊式列印方法(具有衝擊-壓力色帶)之油墨，用以製備

著色劑：用於塗層材料，係供工業和商業上使用，用於紡織品裝飾和工業標記，用於滾動式塗層或粉末式塗層或用於汽車噴漆，用於高固體量(低溶劑量)、含水或金屬塗層材料或用於用於液態塗料之顏料配方，用以製備

顏料塑膠：用於塗層、纖維、碟片或鑄模之載體，用以製備

非感光式印刷材料：用於數位式印刷，用於熱蠟轉印方法、噴墨印刷方法或感熱印刷方法，且亦供製備

顏色濾層：特別是供範圍在400至700 nm的可見光，用於液晶顯示(LCDs)或電荷影像器材(CCDs)或用於化妝品之製備，或用以製備

聚合物油墨顆粒、調色劑、染料雷射、乾式影印調色劑、濕式影印調色劑或電子影像調色劑，及電致發光裝置。

可以本發明之螢光性DPPs I染色之高分子量有機材料，其適當之闡釋性實例為乙烯聚合物，舉例而言，聚苯乙烯、聚- α -甲基苯乙烯、聚-對-羥基苯乙烯、聚-對-羥基

五、發明說明 ()

16

苯基苯乙烯、聚甲基 甲基丙烯酸酯和聚丙烯醯胺，及其對應之甲基丙烯酸化合物、聚丁烯二酸甲酯、聚丙烯腈、聚甲基丙烯腈、聚氯乙烯、聚氟乙烯、聚氯乙烯、聚偏二氯乙烯、聚偏二氯乙炔、聚醋酸乙烯酯、聚甲基乙烯醚和聚丁基乙烯醚；由順-丁烯二酸醯亞胺、及/或順-丁烯二酸酐所衍生之聚合物，例如順-丁烯二酸酐與苯乙烯之共聚物；聚乙烯吡咯酮；ABS；ASA；聚醯胺；聚醯亞胺、聚醯胺機醯亞胺；聚砜類；聚醚砜類；聚苯烯氧化物；聚胺基甲酸乙酯；聚尿素；聚碳酸鹽；聚亞芳基；聚亞芳基硫化物；聚環氧化物；聚烯烴例如聚乙烯和聚丙烯；聚烯類，生物聚合物及該等之衍生物：例如纖維素、纖維素醚類和纖維素酯類：例如乙基纖維素、硝化纖維素、乙酸纖維素和丁酸纖維素、澱粉、幾丁質、去乙醯殼多醣、明膠、玉蜀黍蛋白質；天然樹脂；合成樹脂：例如烷類樹脂、丙烯類樹脂、酚類樹脂、過氧化物樹脂、胺基甲醛樹脂；例如尿素/甲醛樹脂和順-丁烯二酸/甲醛樹脂；經硫化之橡膠；酪蛋白；矽氧烷和矽樹脂；橡膠、氯化橡膠；及橡膠之用途為：例如塗料系統中之結合劑：例如酚醛清漆，其係由C₁-C₆-醛類所衍生：例如甲醛、乙醛及一種雙核或單核，較佳為單核，酚類，其如為所欲，則是取代為1或2個C₁-C₉烷基群組、1或2個鹵素原子或1個苯環，例如鄰-、間-、對-甲氧基甲酚、二甲苯、對-第三丁基酚、鄰-、間-或對-壬基酚、對-氯酚或對-苯基酚、或一種具有超過1個酚基之化合物，例如間-苯二酚、二(4-羥基苯基)甲烷或2,2-二(4-羥基苯基)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (17)

丙烷；及適當之此等材料的混合物。

尤其是用於一種塗料系統、一種印刷油墨或油墨之製備，特別佳之高分子量有機材料為，舉例而言，纖維素醚類和纖維素酯類，例如乙基纖維素、硝化纖維素、乙酸纖維素和丁酸纖維素、天然樹脂或合成樹脂(聚合化或縮合化樹脂)：例如胺基塑膠，特別是尿素/甲醛樹脂和三聚氰胺/甲醛樹脂、醇酸樹脂、酚基塑膠、聚碳酸鹽、聚烯烴、聚苯乙烯、聚氯乙烯、聚醯胺、聚胺基甲酸乙酯、聚酯、ABS、ASA、聚環氧苯烷、硫化橡膠、酪蛋白、矽氧烷和矽樹脂及此等材料之可能的混合物。

亦可能使用此等高分子量有機材料為熔解之型態，例如膜形成物，其例如滾沸之linseed油、硝化纖維素、醇酸、酚基樹脂、三聚氰胺/甲醛和尿素/甲醛樹脂還有丙烯系樹脂。

該高分子量有機材料可以獲自單獨或以混合物，其型態例如顆粒、塑膠材料，以熔化或溶液之型態，特別是用於製備紡絲溶液、塗層系統、塗層材料、油墨或印刷油墨。

於一個最佳之本發明具體例中，本發明之螢光DPPs I化合物被使用為聚氯乙烯、聚醯胺及，特別是聚烯烴，其例如聚乙烯和聚丙烯之大量性著色劑，還有用於塗料系之製備，該塗料系統包含粉末塗層、油墨、印刷油墨、濾色物及塗層著色劑。

用於塗料系統之較佳接合劑的闡釋性實施例為醇酸/三聚氰胺樹脂塗料、丙烯/三聚氰胺樹脂塗料、乙酸纖維素

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (18)

/丁酸纖維素塗料及與聚異氰酸交叉連結之丙烯系樹脂為主之雙液系統之亮光漆。

依據截至目前之觀察，本發明之螢光性DPPs I化合物能夠依最終使用之需求，以任何一種所欲之劑量被添加至欲染色之材料中。以高分子量有機材料為例，依據本發明製備之螢光性DPPs I化合物，可以使用之劑量範圍是以重量百分比，由0.01至40%，較佳為0.01至5%，係以欲染色之高分子量有機材料的總重量為基準。

因此，另一個本發明之具體例係關於一種組成物，其包含：

(a) 依據本發明之螢光性DPPs I化合物的重量百分比為0.01至50，較佳為0.01至5，最佳為0.01至2%，係以欲染色之高分子量有機材料的總重量為基準。

(b) 高分子量有機材料的重量百分比為99.99至50，較佳為99.99至95，最佳為99.99至98%，係以染色之高分子量有機材料的總重量為基準，且

(c) 如為所需，常用之添加物例如：流變學之改善劑、分散劑、填充物、塗料佐劑、乾燥劑、塑化劑、紫外線-安定劑、及/或添加顏料或該等之前驅物，以有效之劑量，例如重量百分比為0至50%，係以(a)及(b)的總重量為基準。

為產生不易碎之模具或減低其易碎性，所謂之塑化劑可以於鑄模之前，被添加至高分子量有機材料內。舉例而言，塑化劑可以為磷酸、鄰-苯二甲酸及癸二酸之酯類。該塑化劑可以在高分子量有機材料，以本發明之螢光性DPPs

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (19)

I化合物染色之前、染色中或染色後添加。

為得到不同之色度，本發明之螢光性DPPs I化合物可以較佳地與填充物混合使用，透明或不透明之白色、彩色及/或黑色顏料還有常用之亮光性顏料，以所欲之劑量使用。

為製備塗料系統、塗層材料、濾色器、油墨和印刷油墨，該等之高分子量有機材料，例如接合劑、合成樹脂、分散劑等，本發明之螢光性DPPs I通常被分散或熔解在一起，如果欲與常用之添加物例如分散劑、填充物、塗料佐劑、乾燥劑、塑化劑及/或添加之顏料或顏料之前驅物，共同溶於一普通之溶劑或溶劑之混合物中。此可由每一個成份自行分散或溶解，或數種成份共同分散或溶解，然後再將所有成份合併，或一次將所有之成份都添加在一起。

藉此，本發明之一個進一步的具體例，係關於一種方法，其使用本發明螢光性DPPs I而製備含有本發明螢光性DPPs I之分散劑或該等之分散劑及塗料系統、塗層材料、濾色器、油墨及印刷油墨。

一個最佳之具體例係關於使用本發明之DPPs I以製備螢光性之追蹤劑，例如檢測滲漏之液體，該液體例如潤滑劑、冷卻系統等等，及含有本發明之DPPs I的螢光性之追蹤劑或潤滑劑。通常，此種潤滑劑之組成物，例如其對於一冷卻劑而言，包含一種油係選自含有環烷酸系油、鏈烷羥系油、烷基化苯系油、聚烷基矽酸鹽系油、聚乙二醇系油、酯系油、聚醚多醇、聚醇類、聚乙烯醚類、聚碳酸

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (20)

鹽類、氟化矽、過氟化醚類、含有氟化烷氧或氟化烷硫取代基之芳香族化合物的群組。潤滑劑內的本發明DPP I劑量一般是選自100至1000 ppm的範圍內的一個劑量。假如本發明之化合物I是水溶性時，其亦可當做水中之追蹤劑使用。

一個本發明最佳之具體例係針對包含有本發明螢光性組成物之噴墨式油墨。

所希望之油墨可含有螢光組成物佔其重量高達30%，但普通在0.1至10的範圍內，較佳在0.1至8%之範圍內，該百分比係以油墨所有組成物之重量，供絕大多數之熱噴墨式印刷設備使用。

更進一步而言，油墨通常含有聚合體之分散劑，其例如不規則、團連、分枝或接枝聚合物或共聚物。最佳的聚合物分散劑是經由基團移轉聚合反應方法所形成，因為一般而言此等聚合物分散劑不具有使噴嘴堵塞之高分子量物質。

於AB或ABA區段共聚物中，A段通常為一種厭水性同元物或與本發明螢光組成物連結之共聚物，且B段通常為一種親水性同元共聚物或共聚物，或該等之鹽類，其於較佳之選定的液態媒介物中分散顏料。此類聚合物分散劑及此等之合成方法可參考如美國專利案US 5,085,698。

ABC三段共聚物亦可使用為分散劑。於ABC三段共聚物中，A段通常為一種可與水互溶之聚合物，B段為一種能夠與螢光組成物結合之聚合物，C段則可與有機溶劑互

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (21)

溶。較佳之A和C段是在末端。ABC三段共聚物及此等之合成方法係揭露於如EP-A 556,649。適當之接枝聚合物係揭露於美國專利案US 5,231,131。

可用於此目的之代表性化合物包含：例如聚乙烯醇類聚合物、纖維素系及環氧乙烷系之改質的聚合物，及分散劑化合物，其含有可離子化之基團，例如丙烯酸、丁烯二酸或磺酸。

聚合化分散劑通常存在的劑量範圍是所有油墨組成物重量的0.1至30%，較佳為0.1至8%。

此外，或以較佳之聚合化分散劑、介面劑皆可被使用為分散劑。此等可以是陽離子、非離子性、或兩性之介面劑。一個非聚合物及某些聚合化分散劑的詳細列表係揭露於Dispersants of Manufacturing Confection Publishing Co., (1990) 第110-129頁，McCutcheon's Function Materials, 北美洲版。

通常油料會含有一種液態媒介物，例如水或一種水的混合物，及至少一種水溶性之有機溶劑。水溶性之有機溶劑為已知，其代表性之實施例係揭露如美國專利案 US 5,085,698中。選擇一種適當之水的混合物及水溶性有機溶劑，通常係依特定之設置例如有規定之表面張力及濃稠度、油墨之乾燥時間，及油墨將印刷上去的媒介物受質。

特別佳的是一種水溶性溶劑之混合物，其具有至少兩個羥基，例如二乙二醇，及水，特別是去離子水。

當一種水的混合物及一種水溶性有機溶劑被使用為液

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

22

態媒介物時，水的含量通常佔所有液態媒介物重量的30至95%，較佳為60至95%。

液態媒介物的劑量範圍通常佔油墨總重量的70至99.8%，較佳為84至99.8%。

油墨可含有其他成份，其為對技藝熟悉者所熟知，例如用以改變表面張力、及使滲透最佳化之介面劑。然而，因為介面劑可能會使分散劑不穩定，故需注意確保介面劑與油墨之其他成份的相容性。一般而言，於液態油墨中，介面劑之存在的劑量範圍是佔油墨總重量的0.01至5%，較佳為0.2至3%。

滅菌劑可以使用於油墨成份中，俾以抑制微生物之生長。多價螯合劑，例如EDTA可以添加入成份中，以減低重金屬雜質之損害作用。其他已知之添加物，例如濃稠度改變物亦可以被添加。

一個更進一步之具體例係關於相轉變之噴墨式油墨中使用本發明之螢光性化合物。此種油墨之製備係為技藝中所已知，例如詳載於EP-A816,410。

對於高分子量有機材料之著色，本發明之DPPs I，可選擇性地為主批色餅，其與高分子量有機材料之混合，通常是使用滾筒、攪拌機或研磨機。一般而言，著色後之材料緊接著是使其最後定型，該定型是以普通之方法，例如延壓過光、壓縮模壓、擠壓、噴塗、鑄模或射出鑄模。為製備非硬式鑄模或減低其易碎性，通常會在定型前加入所謂的塑化劑至高分子量有機材料中。可以使用為塑化劑之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()
23

化合物的實例為磷酸、鄰-苯二甲酸、癸二酸之酯類。塑化劑之添加可以在本發明之DPPs I加入聚合物之前或之後。為產生不同之色度，亦可以添加填充物或其他著色成份，例如白色、彩色或黑色顏料，於添加本發明之DPPs I之外，以所欲之劑量添加至高分子量有機材料中。

對於著色之真漆、塗層材料及印刷油墨、高分子量有機材料及本發明之DPPs I，分別或共同與添加物：例如填充物、其他顏料、乾燥劑或塑化劑，通常皆溶解於一種共同之有機溶劑或溶劑混合物中。為此步驟，可採用一種方法，俾以將分別之成份分散或分別溶解，或將兩種或多種之成份分散或溶解在一起，且惟有在此時才將所有之成份合併。

此外，本發明係關於油墨其含有一種本發明DPPs I之顏料分散液之有效的著色劑量。

產生油墨，特別是噴墨印刷油墨為一般所已知且描述如美國專利案US 5,106,412。

油墨之製備，舉例而言，可以混合含有本發明DPPs I之顏料分散液及聚合物分散液。

混合含有本發明DPPs I之顏料分散液及聚合物分散液，較佳為依照一般已知之混合方法，例如攪拌或機械式混合；較佳之建議是使用強力機械混合機，例如名為ULTRATURAX®攪拌器由Kunkel & Jahn, Staufen (德國)所製造。

當混合一種DPPs I與聚合物分散液時，較佳為使用水

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

24

可稀釋之有機溶劑。

一般之顏料分散液與油墨之重量比例，係選自重量百分比範圍在0.0001至75%之間，較佳為重量百分比在0.01至50%之間，其以油墨之總重量為基準。

適當之聚合物分散液的實例為含羧基之聚丙烯系樹脂，例如聚合型甲基丙烯酸或巴豆酸，尤其是該等得自丙烯酸之加成聚合反應，或丙烯酸及其他丙烯基單體，例如丙烯酸酯。視其應用或當使用DPP I時，如為所欲亦可混合一小部份之一種水混溶性之有機溶劑，為重量百分比0.01至30%，係以油墨之總重量為基準，及/或混合水，及/或鹼類，俾以產生一個酸鹼值之範圍在7至11之間。同理亦可視應用而添加舉例而言如防腐劑、抗泡沫劑、界面劑、光安定劑及酸鹼值調節劑至本發明之油墨。

適當之酸鹼值調節劑實例為無機鹽類，例如氫氧化鋰或碳酸鋰、四級氫氧化銨或碳酸銨。適當之防腐劑及抗泡沫劑的實例為，舉例而言，去氫醋酸鈉鹽、2,2-二甲基-6-乙氧環氧己烷或氫硫基醋酸酯銨。亦可使用已知能夠調節黏稠度或表面張力之試劑，其描述如美國專利案US 5,085,698。

水混溶性有機溶劑之實例為脂肪族C₁-C₄醇類，例如甲醇、乙醇、正丙醇、異丙醇、正丁醇、第三丁醇、酮類：例如丙酮、甲基乙基酮、甲基異丁基酮或二丙酮醇類，及多醇、Cellosolves®及carbitols：例如乙二醇、雙乙二醇、三乙二醇、甘油、丙二醇、乙二醇單甲基或單乙基醚、丙二

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

25

醇甲基醚、二丙二醇甲基醚、三丙二醇甲基醚、或單甲基或單乙基醚、及N-甲基-2-吡咯酮、2-吡咯酮、N,N'-二甲基甲醯胺或N,N'-二甲基乙醯胺。

如為所欲，則上文描述之油墨的製備可以做進一步加工。油墨之加工可以常用之分散液加工方法，藉由分散之技術，例如將粗顆粒由產生之分散液中過篩或離心沉澱。同時發現為有利的是以兩階段不同之強度進行離心，例如：於第1階段，以每分鐘2000至4000轉離心10分鐘至1小時，於第2階段，以以每分鐘6000至10000轉離心10分鐘至1小時。

於離心或過篩之後，分散液通常能夠直接當做油墨，如噴墨印刷之油墨。

此外本發明係關於一種用以產生顏色濾層之方法，該顏色濾層包含一種透明之受質，及藉由使用一種紅色化合物I及已知之藍色和綠色化合物，而附加上一紅色、藍色及綠色層，其可以為任何一種所欲之順序。不同之顏色層較佳之展現方式為至少超過5%之個別的表面沒有重疊，且最佳為完全沒有重疊。

顏色濾層或著色之高分子量有機材料之製備和使用為技藝中所熟知且描述於例如Displays 14/2,1151 (1993)，EP-A 784085，或GB-A2,310,072。

舉例而言，顏色濾層可以使用油墨塗層，尤其是印刷油墨，其可包含有本發明DPPs I之顏料分散液，或製備如：混合一種含有本發明DPPs I之顏料分散液，與具有化學、

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (26)

對熱或光分解結構性高分子量有機材料(亦稱為耐受性)。後續之製備方法可以使用，例如：類似EP-A 654711將其應用至一種受質，例如一種液晶顯示LCD、該等之影像結構體及影響處理器。

產生特佳之顏色濾層係以含有一種DPP I之顏料分散液，其具有供聚合物用之非液態溶劑或分散液媒介物。

更進一步而言，本發明係關於調色劑，其含有一種顏料分散液，為包含一著色有效劑量的一種DPP I，或以一種DPP I著色之高分子量有機材料。

於一種本發明方法之特別的具體例中，調色劑、塗層材料、油墨或著色塑膠之製備是將調色劑、塗層材料、油墨或著色塑膠之主批料於滾壓機、混合器或研磨機中處理。

此外，本發明係關於著色劑、著色塑膠、聚合物油墨顆粒、或非製式印刷材料，其包含有一種本發明之DPP I顏料，較佳為一種分散液之型態，或含有一著色有效劑量之DPP I著色的一種高分子量有機材料。

依據本發明之顏料分散液的一個著色有效劑量，一般為重量之0.0001至99.99%，較佳為重量之0.001至50%，特別佳為重量之0.01至50%，其係以所有之著色材料之總重量為基準。

更進一步，本發明之化合物I能夠使用於紡織品染色及紙類之染色。

與已知之紅色螢光染料(硫化indigo)相反的是，本發明之化合物DPPs I能夠使用在聚醯胺之著色，係因其在混入

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (27)

聚醯胺時不分解。更進一步，本發明之化合物DPPs I展現一種絕佳之光澤、一種優良之熱安定性，尤其是在塑膠中。

實施例

固相吸收光譜係量測於一Perkin-Elmer Lambda 9 紫外線/可見光光譜儀，固相螢光光譜係量測於一Perkin-Elmer MPF 66之一個5公分Ulbricht-sphere。以含有0.002%之本發明化合物的彈性PVC進行量測。

實施例1：添加氫化鈉(60%分散於礦物油中，2.56克，64毫莫耳)至一1,4-二酮基-3,6-二-(4-二乙基胺基苯基)吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷原料漿(依據專利案EP-A 353,184製得)(6.0克，16.0毫莫耳)及四乙基溴化銨(0.344克，1.6毫莫耳)於室溫下溶於1-甲基-2-吡咯酮(300毫升)。2小時後，以一個10分鐘之時間，添加1-碘化十二烷(19克，64毫莫耳)溶於1-甲基-2-吡咯酮(50毫升)。反應混合物加熱至80°C，24小時。冷卻至室溫後，添加水(300毫升)至反應混合物，並將該反應混合物加熱至80°C，1小時。冷卻至0°C後，倒掉上清液，然後由乙醇中將殘基固體結晶析出。產生之結晶首先以一小量之乙醇、再以正己烷，然後於減壓之大氣，50°C下乾燥24小時。產率：7.08克(62%)之一種紫色粉末，其於丙酮、氯仿、二甲基亞砷("DMSO")中展現一種紅色螢光。

元素分析：碳：77.64%(計算值77.70%)、氫：9.93%(計算值9.92%)、氮：7.81%(計算值7.88%)。

實施例2：重覆實施例1，惟改用溴化2,6-二氯苯甲基做

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (28)

為烷基化試劑。產率：58.8%，其於丙酮、氯仿、二甲基亞砷("DMSO")中展現一種紅色螢光。

元素分析：碳：61.97%(計算值62.44%)、氫：4.18%(計算值4.37%)、氮：8.08%(計算值8.07%)、氯：20.45%(計算值20.48%)。

實施例3：重覆實施例1，惟改用1-碘化十六烷做為烷基化試劑。產率：26%，其於丙酮、氯仿、二甲基亞砷(DMSO)中展現一種紅色螢光。

元素分析：碳：77.97%(計算值78.78%)、氫：10.90%(計算值10.53%)、氮：6.75%(計算值6.81%)。

最大吸光值(固態)：540nm；最大螢光吸收值：582 nm。

實施例4：重覆實施例1，惟改用1-碘化丁烷做為烷基化試劑。產率：33%，其於丙酮、氯仿、二甲基亞砷(DMSO)中展現一種紅色螢光。

元素分析：碳：74.03%(計算值74.04%)、氫：7.78%(計算值7.87%)、氮：11.53%(計算值11.51%)。

最大吸光值(固態)：543nm；最大螢光吸收值：587 nm；溶於甲苯(通氣)之最大吸光值：525 nm；溶於甲苯(通氣)之最大螢光吸光值：525 nm；莫耳吸光係數(溶於甲苯中)：4408；量子產率(溶於甲苯中)：0.41。

實施例5：重覆實施例1，惟改用碘化甲烷做為烷基化試劑。產率：54%，其於丙酮、氯仿、二甲基亞砷(DMSO)中展現一種紅色螢光。

元素分析：碳：71.63%(計算值71.62%)、氫：6.43%(計

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

29

算值6.51%)、氮：13.53%(計算值13.92%)。

實施例6：重覆實施例1，惟改用烯丙基溴做為烷基化試劑。產率：58%，其於丙酮、氯仿、二甲基亞砷(DMSO)中展現一種紅色螢光。

元素分析：碳：72.90%(計算值73.98%)、氫：6.63%(計算值6.65%)、氮：12.16%(計算值2.33%)。

實施例7：重覆實施例1，惟改用溴化苯做為烷基化試劑。產率：51%，其於丙酮、氯仿、二甲基亞砷(DMSO)中展現一種紅色螢光。

元素分析：碳：75.92%(計算值77.95%)、氫：6.24%(計算值6.18%)、氮：10.08%(計算值10.10%)。

實施例8：重覆實施例5，惟改用1,4-二酮-3,6-二-(4-(4-嗎啉基)苯基)吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷(依據專利案EP-A353,184之實施例4製得)。產率：64%，其於丙酮、氯仿、二甲基亞砷(DMSO)中展現一種紅色螢光。

元素分析：碳：68.93%(計算值69.12%)、氫：6.31%(計算值6.21%)、氮：11.28%(計算值11.51%)。

實施例9：重覆實施例7，惟改用1,4-二酮-3,6-二-(4-(4-嗎啉基)苯基)吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷(依據專利案EP-A353,184之實施例4製得)。產率：19%，其於丙酮、氯仿、二甲基亞砷(DMSO)中展現一種紅色螢光。

元素分析：碳：74.59%(計算值75.21%)、氫：6.01%(計算值6.00%)、氮：8.60%(計算值8.77%)。

實施例10：(a)懸浮三苯基胺(98.32克，0.393莫耳)於二

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (30)

甲基甲醯胺(280毫升)中。於一30分鐘之時間，無外加冷卻下，以滴注添加氧氯化磷(66.24克，0.432莫耳)。於攪拌1小時後，反應物加熱至80°C(水浴溫度)維持2½小時。冷卻至室溫後，反應物以劇烈攪拌，緩慢加入冰冷之水(8公升)中。30分鐘後，添加液態氫氧化鈉(5N，250毫升)至反應物中，繼續攪拌1小時。過濾得到之沉澱物，以水(2公升)沖洗，再乾燥產生4-二苯基胺基苯甲醛，其為一米色固體(90.47克，0.331莫耳，84%)，無進一步純化下，於下一個步驟中使用。

(b)懸浮由(a)製得之4-二苯基胺基苯甲醛48.7克(0.178莫耳)於甲酸(400毫升)中。添加羥基胺硫酸鹽(16.08克，0.098莫耳)，緊接著添加甲酸鈉(14.15克，0.214莫耳)。反應物加熱於迴流下3小時。然後於真空下移除溶劑。殘基懸浮於甲苯(80毫升)中。過濾並丟棄殘基固體。然後蒸發溶劑。且將殘基溶解在最少量之二氯甲烷中。使用二氯甲烷做為溶劑，將此溶液通過矽膠過濾。此時於真空下將溶劑揮發。將藉此製得之固體溶於甲苯(350毫升)中，且於焦碳存在下加熱迴流。於趁熱過濾後，由過濾物中移除溶劑以產生4-二苯基-胺基苯甲腈(42.01克，0.155莫耳，87%)，其為一種米色固體，無進一步純化下，於下一個步驟中使用。

(c)添加鈉金屬片(24.5克，1.064莫耳)至第三戊醇(400毫升)中。然後再添加20毫克之無水三氯化鐵(FeCl_3)。反應混合物緩慢加熱至產生一溫和之迴流狀態。2小時後，所有的鈉都已反應。於一15分鐘之時間內，將134.54克之(b)步

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()
31

驟製得的4-二苯基-胺基苯甲腈(0.501莫耳)分次添加。然後將溶於第三戊醇(300毫升)之二-琥珀酸第三丁酯(79.5克, 0.346莫耳)於1.75小時內添加。於另一小時之加熱至迴流後, 反應混合物冷卻至室溫並隔夜攪拌。此時, 將反應混合物緩慢添加至水(1200毫升)和甲醇(600毫升)之一混合物中, 並攪拌3小時。以此產生之固體再過濾並沖洗, 先用水沖洗再用乙醇沖洗, 完成後於50°C下隔夜乾燥。製得70.96克(0.114莫耳, 46%)之1,4-二酮-3,6-二-(4-苯基胺基苯基)-吡咯[3,4-c]吡咯, 其為一種紫色粉末。¹H-NMR(300 MHz, d6-DMSO): 6.91(d, 4H, J=9 Hz); 7.15-7.22 (m, 12H); 7.38-7.43 (m, 8H); 8.32 (d, 4H, J=9Hz); 11.02 (寬峰, s, 2H)。

(d)重覆實施例5, 惟改用步驟(c)所製得之1,4-二酮-3,6-二-(4-苯基胺基苯基)吡咯[3,4-c]吡咯。產率: 56%, 其於丙酮、氯仿、二甲基亞砷(DMSO)中展現一種紅色螢光。

元素分析: 碳: 80.76%(計算值81.21%)、氫: 5.30%(計算值5.27%)、氮: 8.82%(計算值8.61%)。最大吸光值(固態): 555nm; 最大螢光吸收值(固態): 607 nm。

實施例11: 在無外加冷卻系統及氮氣下, 於一30分鐘內, 分為數次添加氫化鈉(60%分散於礦物油中, 47克, 1.175毫莫耳)至一溶於1-甲基-2-吡咯酮(2公升)之1,4-二酮基-3,6-二-(4-二苯基)吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷原料漿(140克, 0.318莫耳, 依據美國專利案US 4,579,949)。2小時後, 反應混合物冷卻於一冰水浴中30分鐘, 然後以滴注(長於30

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()
32

分鐘)添加苯甲基溴(216克, 1.263莫耳)。反應混合物緩慢加熱至室溫(維持反應燒瓶於冷水浴中使水浴中冰塊熔解)且於此溫度下攪拌60小時。然後醋酸(50毫升)、水(50毫升)及丙酮(1.5公升)依序加入。攪拌1小時後, 過濾掉一紅色固體, 冷卻至室溫後, 以丙酮(500毫升)、水(4公升)、乙醇(1公升)、己烷(1公升)及丙酮(500毫升)清洗, 然後於一減壓、50°C下乾燥24小時。產率: 129.50克(66%)之一種亮紅固體, 其為1,4-二酮基-2,5-二苯甲基-3,6-二-(4'-二苯基)吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

元素分析: 碳: 83.05%(計算值85.14%)、氫: 5.36%(計算值5.20%)、氮: 4.15%(計算值4.51%)。最大吸光值(固態): 497 nm; 最大螢光吸收值(固態): 557 nm。溶於甲苯中(最大)吸光值(通氣): 492 nm; 溶於甲苯中(最大)螢光吸光值(通氣): 557 nm; 莫耳吸收係數(溶於甲苯中): 27579; 量子產率(溶於甲苯中): 0.50。

實施例12: 重覆實施例11, 然而, 使用2-蔡基甲基溴取代苯甲基溴。產率: 39%, 其為紅色固體之1,4-二酮基-2,5-二-2-蔡基甲基-3,6-二-(4'-二苯基)吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

實施例13: (a)重覆實施例11, 然而, 使用1,4-二酮基-3,6-二-(4'-氯-苯基)吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷取代1,4-二酮基-3,6-二-(4'-氯苯基)吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

(b)以上步驟(a)製得之產物13.44克(0.025莫耳)、4-甲基硫代酚(6.46克, 0.052莫耳)、及無水碳酸鉀(7.20克, 0.052莫耳)溶於二甲基甲醯胺DMF(300毫升)中, 加熱至145°C並

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()
33

在一氮氣大氣下5小時。冷卻至室溫後，添加水(300毫升)，且混合物攪拌30分鐘。過濾掉橘紅色之沉澱物，以水沖洗後，接著以乙醇沖洗，最後於一減壓之大氣壓、50℃下乾燥24小時。產率：87%(15.47克，0.022莫耳)之1,4-二酮基-2,5-二苯甲基-3,6-二-(4'-(4''-甲基苯基硫代)苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

元素分析：碳：77.27%(計算值77.50%)、氮：4.95%(計算值5.09%)、氮：4.16%(計算值3.93%)。

實施例14：(a)重覆實施例11，然而，使用1,4-二酮基-3,6-二-(4'-氯苯基)吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷取代1,4-二酮基-3,6-二-(4'-二苯基)吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷，及使用甲基碘取代苯甲基溴。產率：65%之暗橘色1,4-二酮基-2,5-二甲基-3,6-二-(4'-氯苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

(b)以上步驟(a)製得之產物16.05克(0.042莫耳)、4-甲基硫代酚(6.46克，0.052莫耳)、及無水碳酸鉀(11.98克，0.087莫耳)溶於二甲基甲醯胺DMF (200毫升)中，加熱至145℃並在一氮氣大氣下5小時。冷卻至室溫後，添加水(500毫升)，且混合物攪拌60分鐘。過濾掉所得之固體，以水沖洗後，接著以乙醇沖洗，最後於一減壓之大氣壓、50℃下乾燥24小時。產率：95%(22.28克，0.040莫耳)之1,4-二酮基-2,5-二甲基-3,6-二-(4'-(4''-甲基苯基硫代)苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

最大吸光值(固態)：502 nm；最大螢光吸收值(固態)：558 nm。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

綠

五、發明說明 (34)

實施例15：於室溫及氮氣大氣下，以滴注添加氫化鈉(60%分散於礦物油中，1.05克，0.024莫耳)至二-(氯苯基)二硒化物(4.67克，0.012莫耳)溶於二甲基甲醯胺(60毫升)中。反應混合物在一種油浴下加熱至70°C維持1小時。冷卻至室溫後，添加水(300毫升)至反應混合物，並將該反應混合物加熱至80°C，1小時。然後添加1,4-二酮基-2,5-二甲基-3,6-二-(4'-氯苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷(依據實施例14(a)製得)(3.50克，0.010莫耳)至反應混合物中，加熱至130°C 3小時。冷卻至室溫後，添加水(120毫升)然後反應混合物加熱至100°C維持30分鐘。過濾掉沉澱物，然後以水、然後乙醇沖洗，再於減壓之大氣，50°C之溫度下乾燥24小時。產率：72%(5.00克，0.0072莫耳)為紅色固體之1,4-二酮基-2,5-二甲基-3,6-二-(4'-(4''-氯苯基硒基)苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

元素分析：碳：53.76%(計算值55.27%)、氫：3.32%(計算值3.19%)、氮：4.24%(計算值4.03%)。

實施例16：於室溫及氮氣大氣下，以滴注添加氫化鈉(60%分散於礦物油中，3.84克，0.088莫耳)至二-(4-氯苯基)二硒化物(16.76克，0.044莫耳)溶於二甲基甲醯胺DMF(200毫升)中。反應混合物在一種油浴下加熱至70°C維持1小時。然後添加1,4-二酮基-2,5-二苯甲基-3,6-二-(4'-氯苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷(依據實施例14(a)製得)(21.5克，0.040莫耳)至反應混合物中，加熱至140°C維持5小時。冷卻至室溫後，添加水(500毫升)然後反應混合物加熱至100

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

35

℃維持30分鐘。過濾掉沉澱物，然後以水、然後乙醇沖洗，再於減壓之大氣，50℃之溫度下乾燥24小時。產率：96%(32.44克，0.038莫耳)為暗紅色固體之1,4-二酮基-2,5-二甲基-3,6-二-(4'-(4''-氯苯基硫基)苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷，其熔點之範圍在248至250℃之間。

實施例17：(a)添加6.39克(84毫莫耳)之1-氫硫基丙烷溶於30毫升之二甲基乙醯胺DMA的一個溶液，至一個紅色懸浮液為10.02克(28毫莫耳)之1,4-二酮基-3,6-二-(4'-氯-苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷(顏色序列編號C.I.紅色顏料254)及9.28克(67毫莫耳)之碳酸鉀溶於230毫升二甲基乙醯胺DMA中。添加後反應混合物加熱至130℃，並攪拌於室溫下19.5小時。然後反應混合物冷卻至室溫，並傾倒至一個500毫升之冰水混合物。過濾掉沉澱物，首先以1.5公升之甲醇，然後以1.5公升之水沖洗。此時，於減壓之大氣，70℃之溫度下乾燥產物24小時。產率：9.98克(81.6%)之1,4-二酮基-3,6-二-(4'-(4''-丙基苯基硫基)苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

元素分析：碳：66.17%(計算值66.03%)、氮：5.43%(計算值5.54%)、氯：6.66%(計算值6.42%)，硫：14.75%(計算值14.69%)。

(b)於氮氣大氣下，添加由步驟(a)製得之產物13.10克(0.030莫耳)至一混合物中，該混合物為4.80克(0.120莫耳)之氫化鈉(60%分散於礦物油中)溶於350毫升1-甲基-2-吡咯酮(乾燥於分子篩網上)中。於室溫下攪拌1小時後，添加

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()
36

17.03克(0.120莫耳)之甲基碘。反應混合物持續反應18小時，然後將混合物倒入800毫升芝一冰/水混合物中。過濾所得之產物，然後以醋酸乙酯500毫升萃取。濃縮醋酸乙酯之部份，且濃縮液加熱至迴流下2小時，然後使其漸進冷卻至室溫。以過濾收集所得之結晶，以一小量之醋酸乙酯沖洗，再於減壓之大氣60°C之溫度下乾燥。得到5.61克(40.2%)暗紅色固體之1,4-二酮基-2,5-二甲基-3,6-二-(4'-(4''-苯基丙基硫基)苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

元素分析：碳：67.15%(計算值67.21%)、氫：6.24%(計算值6.07%)、氮：5.92%(計算值6.03%)，硫：13.50%(計算值13.80%)。

最大吸光值(固態)：510 nm；最大螢光吸收值(固態)：572 nm。

(c)依據實施例17 (b)製備之顏料1.0克，與63.0克之聚氯乙烯(用於伸縮性PVC層片；PVC Evipol SH 7020，製造商EVC GmbH，D-Frankfurt a.M.；白色粉末；無味，於20°C下密度：ca. 1.4 g/cm³)，對苯二甲酸二異癸酯 (Palatinol Z (“環氧化soya油”製造商Hugo Haffner GmbH & Co. KG, D-71679 Asperg；無色液體；沸點：250-267°C(當壓力為700 Pa (7mbar))，2.0克之熱安定劑(IRGASTAB BZ 561製造商Ciba Specialty Chemicals；含有35至45%，係以有機鋇化合物(CAS-No. 10196-68-6&68515-89-9)之重量為基準；若以烷基-芳基亞磷酸鹽 (CAS-No. 10196-68-6&68515-89-9)之重量為基準，則為20-30%；若以碳氫化合物之混合物

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (37)

(CAS-No. 64742-95-6)之重量為基準，則為<5%；且若以鋅-對-壬基苯酚(CAS-No. 74230-03-8)之重量為基準，則為<3%；黃色液體；濃稠度：200-450 mPa (20°C))，及32.0克之對苯二甲酸二辛酯，然後混合物於一輥滾壓機中，160°C下加工以產生一薄片。由此產生之PVC層的特色為其具有非常強之橘紅色螢光。

實施例18：(a)於一氮氣大氣下，添加58.05克(0.42莫耳)碳酸鉀溶於200毫升二甲基乙醯胺DMA的一個溶液，及27.06克(0.3莫耳)溶於50毫升二甲基乙醯胺DMA的一個溶液，至一個41.27克(0.3莫耳)4-氯苯甲腈之攪拌良好的懸浮液中。產生之混合物加熱至80°C，並於此溫度下攪拌24小時。然後，反應混合物冷卻至室溫，再倒入750毫升之水中。粗產物以300毫升之醋酸乙酯萃取，以水沖洗，再乾燥於硫酸鎂之上。藉此，移除醋酸乙酯。然後，分層蒸餾之產率為52.88克(80.4%)之無色液體的4-n-丁基硫代-苯甲腈。

元素分析：碳：69.12%(計算值69.07%)、氮：6.99%(計算值6.85%)、氯：7.50%(計算值7.32%)，硫：16.62%(計算值16.76%)。

(b)9.48克(0.41莫耳)之鈉溶於520毫升之第三戊醇的一種混合物，加熱至迴流並攪拌於此溫度下16小時。藉此得到之第三戊醇酯鈉鹽之溶液冷卻至90°C。然後添加52.6克(0.275莫耳)之4-n-丁基硫代-苯甲腈(由實施例18a製得)。於一3小時內，以滴注添加27.8克(0.138莫耳)之琥珀酸二異丙酯至此攪拌良好之混合物中。於氮氣大氣下，102°C之溫度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()
38

下，攪拌所產生之反應混合物19小時。冷卻至室溫，並添加至500毫升之水及500毫升之甲醇的一個混合物中。過濾所得到之固體產物，以1.5公升之甲醇沖洗，再以2公升之水沖洗，再於減壓之大氣70℃之溫度下乾燥。產率：32.89克(51.5%)之暗紅色1,4-二酮基-3,6-二-(4'-(n-丁基硫代苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

元素分析：碳：66.96%(計算值67.21%)、氫：6.15%(計算值6.07%)、氮：5.97%(計算值6.03%)，硫：13.00%(計算值13.80%)。

(c)於氮氣大氣及2小時之時間下，以分次添加由步驟18(b)製得之產物13.94克(0.030莫耳)至一混合物中，該混合物為4.80克(0.120莫耳)之氫化鈉(60%分散於礦物油中)溶於350毫升1-甲基-2-吡咯酮(乾燥於分子篩網上)。產生之混合物於室溫下攪拌1小時，其間得到一紫色溶液。以滴注添加17.03克(0.120莫耳)之甲基碘至此攪拌良好之溶液中。反應持續反應20小時，然後將混合物倒入800毫升之一冰/水混合物中。過濾所得之粗產物，然後加入醋酸乙酯50毫升於迴流之狀態下。冷卻後，過濾所得之結晶，以一小量之醋酸乙酯沖洗，再於減壓之大氣50℃之溫度下乾燥。產率：7.94克(53.7%)暗紅色固體之1,4-二酮基-2,5-二甲基-3,6-二-(4'-丁基硫代苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

元素分析：碳：68.16%(計算值68.26%)、氫：6.60%(計算值6.55%)、氮：5.58%(計算值5.69%)，硫：12.88%(計算值13.01%)。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (39)

最大吸光值(固態): 515 nm; 最大螢光吸收值(固態): 572 nm。

(d)重覆實施例16(c), 惟改由實施例18(c)製得之顏料。PVC片展現一非常強之橘色螢光。

實施例19: (a)於一9.96克之4'-羥基-4-二苯基碳腈溶於250毫升之乙醇的溶液中(加熱至一溫度為50°C), 添加一氫氧化鈉(2.24克溶於20毫升之水中)之液態溶液後, 再緊接著以滴注添加(於10分鐘內)21.05克之1-溴-己烷。產生之黃色懸浮液攪拌於60°C之溫度下23小時。然後濃縮並以冰浴冷卻。過濾掉沉澱物, 然後以冷乙醇沖洗, 再於減壓之大氣, 30°C之溫度下乾燥。產率: 10.47克(73.4%)之白色晶體的4'-n-己氧基-4-二苯基-碳腈。

元素分析: 碳: 81.73%(計算值81.68%)、氫: 7.64%(計算值7.58%)、氮: 4.90%(計算值5.01%)。

(b)於氮氣大氣下, 添加10.06克之上文(a)步驟製得之4'-n-己氧基-4-二苯基-碳腈(0.41莫耳), 至一個加熱至100°C之第三戊醇的溶液(由2.48克之鈉及70毫升之第三戊醇所製備), 緊接著以滴注添加3.64克之琥珀酸二異丙酯。於迴流之狀態下, 反應混合物攪拌21.5小時, 然後冷卻至室溫。此時再添加至75毫升之甲醇及6.5克醋酸及75毫升之水的一個混合物中。過濾所得之顏料, 以甲醇沖洗, 再以水沖洗, 再於減壓之大氣60°C之溫度下乾燥。產率: 6.60克(57.2%)之1,4-二酮基-3,6-二-(4'-(n-己氧基-4-二苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (40)

元素分析：碳：78.30%(計算值78.72%)、氮：7.16%(計算值6.92%)、氮：4.87%(計算值4.37%)。

(c)於氮氣大氣及1小時之時間下，分次添加6.41克之實施例20(b)所製得之顏料至一混合物中，該混合物為1.60克之氫化鈉(60%分散於礦物油中)溶於150毫升1-甲基-2-吡咯酮(乾燥於分子篩網上)中。產生之混合物於室溫下攪拌1小時，其間得到一深色之懸浮液。於此攪拌良好之懸浮液中，以滴注添加5.68克之甲基碘。反應持續反應20小時，然後將混合物倒入400毫升之一冰/水混合物中。過濾所得之產物，然後於迴流之狀態下，加入50毫升之醋酸乙酯。冷卻後，過濾所得之結晶，以一小量之醋酸乙酯沖洗，再於減壓之大氣50℃之溫度下乾燥。產率：3.51克(52.5%)暗紅色固體之1,4-二酮基-2,5-二甲基-3,6-二-(4'-n-己氧基-4-二苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

元素分析：碳：77.69%(計算值79.01%)、氮：7.41%(計算值7.23%)、氮：4.14%(計算值4.19%)。

最大吸光值(固態)：510nm；最大螢光吸收值(固態)：578nm。

重覆實施例17(c)，惟改用由實施例19(c)製得之顏料。PVC片展現一非常強之橘紅色螢光。

實施例20：於室溫下2.09克(4.75毫莫耳)之1,4-二酮基-3,6-二-(4-二苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷溶解於30毫升之1-甲基-2-吡咯二酮成泥漿2小時。於氮氣下，添加1.29克(11.52毫莫耳)之第三丁氧基鉀至泥漿中。攪拌2小時後，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()
41

添加2.05克(11.1毫莫耳)之3-甲基苯甲基溴至反應混合物中，然後混合物再多攪拌2小時。混合物倒入50毫升之水中，並過濾掉紅色固體，再以管柱層析法(矽膠，以二氯甲烷沖流)。乾燥後，得到1.89克(61%)之一個紅色固體。

實施例21：重覆實施例20，惟改用3,5-二甲基苯甲基溴做為烷基化試劑。紅色固體(產率：24%)。

實施例22：重覆實施例20，惟改用4-甲基苯甲基溴做為烷基化試劑。紅色固體(產率：62%)。

實施例23：(a)於氮氣大氣下，將24.6克之第三丁氧基鉀、30克之2-萘腈及200毫升之第三戊醇加熱至100°C。俟溫度到達，使用一滴注漏斗，於1小時內，添加一溶液為23克之二-n-琥珀酸丁酯及70毫升之第三戊醇。當完成添加後，反應混合物維持於100°C下16小時，然後冷卻至65°C，之後再以20毫升之冰醋酸中和，並於迴流下短暫地滾沸。於室溫下過濾產生之顏料懸浮液。將得到之過濾餅塊懸浮於300毫升之甲醇，並以過濾分離顏料，最後以甲醇及水沖洗，直至沖洗液流出為無色，再乾燥於真空100°C下。提供26.1克(69%，係以琥珀酸丁酯為基準)之純1,4-二酮基-3,6-二-(2-萘基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

(b)重覆實施例21，惟改用1,4-二酮基-3,6-二-(2-萘基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷做為起始材料。紅色固體(產率：30%)。

實施例24：重覆實施例23，惟改用苯甲基溴做為烷基化試劑。橘色固體(產率：30%)。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

42

實施例 25：重覆實施例 23，惟改用 2-甲基苯甲基溴做為烷基化試劑。橘色固體(產率：30%)。

實施例 26：重覆實施例 23，惟改用 2-苯基苯甲基溴做為烷基化試劑。紅色固體(產率：8%)。

實施例 27：重覆實施例 20，惟改用 4-苯基苯甲基溴做為烷基化試劑。紅色固體(產率：50%)。

實施例 28：於室溫下 2.0 克(4.54 毫莫耳)之 1,4-二酮基-3,6-二-(4-二苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷溶解於 30 毫升之 1-甲基-2-吡咯二酮成泥漿 2 小時。於氮氣下，添加 1.3 克(11.61 毫莫耳)之第三丁氧化鉀至泥漿中。攪拌 2 小時後，添加 2.07 克(11.2 毫莫耳)之 2-甲基苯甲基溴至反應混合物中，然後混合物再多攪拌 2 小時。混合物倒入 50 毫升之水中，並過濾掉紅色固體，再以管柱層析法(矽膠，以二氯甲烷沖流)。乾燥後，得到 0.866 克(29%)之一個紅色固體。

實施例 29：重覆實施例 28，惟改用 3-苯基苯甲基溴做為烷基化試劑。紅色固體(產率：38%)。

實施例 30：重覆實施例 28，惟分別改用 3-甲基苯甲基溴做為烷基化試劑，及 1,4-二酮基-3,6-二-(2-蔡基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷做為起始材料。紅色固體(產率：30%)。

實施例 31：重覆實施例 30，惟改用 4-甲基苯甲基溴做為烷基化試劑。紅色固體(產率：36%)。

實施例 32：重覆實施例 30，惟改用 4-苯基苯甲基溴做為烷基化試劑。橘色固體(產率：30%)。

實施例 33：於室溫下 2.2 克(5.0 毫莫耳)之 1,4-二酮基

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (43)

-3,6-二-(4-二苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷溶解於20毫升之1-甲基-2-吡咯二酮成泥漿2小時。於氮氣下，添加1.4克(13.0毫莫耳)之第三丁氧化鉀至泥漿中。攪拌2小時後，添加2.78克(12毫莫耳)之2-碘乙基苯至反應混合物中，然後混合物加熱至80℃，再多攪拌3小時。冷卻至室溫，混合物倒入50毫升之水中，並過濾掉紅色固體，再以管柱層析法(矽膠，以二氯甲烷沖流)。乾燥後，得到0.16克(5%)之一個紅色固體。

實施例34：重覆實施例33，惟改用1,4-二酮基-3,6-二-(2-蔡基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷做為起始材料(產率：29%)。

實施例35：重覆實施例23，惟改用3-苯基苯甲基溴做為烷基化試劑。橘色固體(產率：35%)。

實施例36：重覆實施例23，惟改用3-甲氧基苯甲基溴做為烷基化試劑。橘色固體(產率：30%)。

實施例37：於室溫下2.2克(5.0毫莫耳)之1,4-二酮基-3,6-二-(4-二苯基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷溶解於20毫升之1-甲基-2-吡咯二酮成泥漿2小時。於氮氣下，添加1.46克(13.0毫莫耳)之第三丁氧化鉀至泥漿中。攪拌2小時後，添加2.53克(13毫莫耳)之新戊基碘至反應混合物中。混合物加熱至120℃，並再多攪拌12小時。冷卻至室溫後，混合物倒入50毫升之水中，並過濾掉一紅色固體，再以管柱層析法(矽膠，以二氯甲烷沖流)。乾燥後，得到0.13克(4%)之一個橘色固體。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()
44

實施例38：於一顏料搖盪混合機中，添加本發明之化合物(每一種0.12克)至下列工程用塑膠之片體型態內(每一片400克)，並搖盪90秒。藉此，得到含有本發明化合物之塑片，並使用一個BA400 Battenfield 注射模具於下列表1所指定之溫度下鑄模

表 1

工程用塑膠	設定溫度(°C)		
	噴嘴	中段	遠端
高耐衝性聚苯乙烯HIPS	232(450°F)	232(450°F)	232(450°F)
ABS	232(450°F)	232(450°F)	232(450°F)
耐隆6,12	271(520°F)	260(500°F)	254(490°F)
聚甲基丙烯酸甲酯PMMA	226(440°F)	226(440°F)	226(440°F)

HIPS：高耐衝性聚苯乙烯(8251P1由Fina Oil and Chemical所製造；熔解流速(克/10分鐘)：8(參考文獻ASTM TEST 200/5.0 D-1238))

ABS：丙烯酸-丁二烯-苯乙烯共聚物(天然ABS 3501-002由Diamond Polymer所製造)；熔解流速(克/10分鐘)：7.5(參考文獻ASTM METHOD D-1238)

耐隆6,12：聚醯胺(ZYTEL®158L；由DuPont Engineering Polymers所製造；具備之黏度：1.15))

PMMA：聚甲基丙烯酸甲酯(PLEXIGLAS®V825由Atohas所製造；熔解流速(克/10分鐘)：3.7(參考文獻ASTM METHOD D-1238))

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

45

於顏色分佈均勻後，由注射模具收取製得之五個塑片(得自相同之系列)。

此時於一CI35A Atlas Xenon Weather-O-Meter固定塑片之顏色，其以塑片最厚之部份向外(0.31公分(0.122英吋))。

此時，將著色之塑片曝露在Weather-O-Meter中100、500、750及1000小時。於每一個褪色期到處之後，對著色之塑片評級。亮度不褪色性是使用一灰階級數1-5做主觀地評比。級數5代表無褪色或顏色無差異。當著色塑片比灰階之評級暗時，於灰階上使用一d來表示。當著色塑片褪去其大部份之顏色時，於灰階上使用一f來表示。

表2：褪色測試之參數

於340nm下，自動化伏特數0.35 W/m ²	
	光週期設定
	溫度(°C)
黑色盤 ¹⁾	63
溼燈球熄滅 ²⁾	10
調控水 ³⁾	30

自動化伏特數：控制之幅射量(類似於佛羅里達州南部一晴朗之夏日的平均幅射量)

1) 溫度之測定是以一探針連接至樣品固定器；其可提供測試箱內空氣及任何一個由氙氣燈球加熱所產生之溫度讀值

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (46)

2) 空氣溫度(以所謂之乾燈球感應器所測量)及濕燈球溫度(以所謂之乾燈球感應器所測量，其中濕燈球係以一濕棉蕊紙所覆蓋；由於蒸發作用之冷卻效應，濕燈球通常讀值會低於乾燈球讀值(除了在相對濕度為100%時)。

結果

表3：耐隆之評級

使用之DPP的 實施例編號	使用灰階評定光牢性				
	100小時	250小時	500小時	700小時	1000小時
5	4/5	4/5d	3/4d	3/4d	3/4d
7	4/5	4/5d	4f	3/4f	2/3f
4	4/5	4d	3/4	3/4d	3/4d

(灰階評估的是曝露光照後之顏色差異，由1至5，其中5代表無顏色差異)

依據對比，商品化之thioindigoVat 紅色41(Hostsol® Red 5B，由Clariant所製造)，其於耐隆中分解，即產生之耐隆塑片為無色。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

47

表 4：PMMA 之評級

使用之DPP的 實施例編號	使用灰階評定光牢性				
	100小時	250小時	500小時	700小時	1000小時
4	5	5	4/5	4/5	4/5
5	5	5	4/5	4/5	4/5
7	5	5	4/5	4/5	4/5
11	5	4/5	4/5	4/5	4/5
13b	5	4/5	4/5	4/5	4/5
15	5	4d	4	3	3f
Vat Red 41	3f	2f	1f於322小時		

表 5：ABS 之評級

使用之DPP的 實施例編號	使用灰階評定光牢性				
	100小時	250小時	500小時	700小時	1000小時
4	4/5	4/5	4/5d	4d	4d
5	4	4	4d	4d	4d
7	4	4d	4d	4d	4d
11	4/5	4/5	4/5d	4/5d	4d
13b	4/5	4/5	4/5d	4/5d	4d
15	4/5	3/4d	3/4d	3d	3d
Vat Red 41	3	2	1f於322小時		

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 ()

48

表 6：HIPS 之評級

使用之DPP的 實施例編號	使用灰階評定光牢性				
	100小時	250小時	500小時	700小時	1000小時
4	4/5	4	4	4d	3d
5	4	4	3/4d	3d	2/3d
7	4	4	3/4	3d	2/3d
10d	4/5	4	4d	3d	3d
11	4/5	4/5	4	4	3/4d
13b	4/5	4/5	4/5d	4d	3/4d
15	4/5	3/4d	3/4d	3d	3d
Vat Red 41	3	2/3	1f		

實施例 39：於室溫下 2.09 克 (4.75 毫莫耳) 之 1,4-二酮基-3,6-二-(4-二苯基)-吡咯烷基 [3,4-c] 吡咯烷溶解於 20 毫升之 1-甲基-2-吡咯二酮成泥漿 2 小時。於氮氣下，添加 1.29 克 (11.52 毫莫耳) 之第三丁氧化鉀至泥漿中。攪拌 1 小時後，添加 1.21 克 (10 毫莫耳) 之烯丙基溴至反應混合物中，混合物再多攪拌 2 小時。然後混合物倒入 50 毫升之水中，並過濾掉一紅色固體，再以管柱層析法 (矽膠，以二氯甲烷沖流) 純化。乾燥後，得到 1.13 克 (60%) 之一個紅色固體。

實施例 40：重覆實施例 39，惟改用 1,4-二酮基-3,6-二-(4-甲基苯基)-吡咯烷基 [3,4-c] 吡咯烷做為起始材料。得到一個紅色固體 (54%)。

實施例 41：重覆實施例 39，惟改用 3,3-二甲基烯丙基

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

49

溴取代烯丙基溴。得到一個紅色固體(42%)。

實施例42：重覆實施例39，惟改用3-苯基烯丙基溴取代烯丙基溴。得到一個紅色固體(55%)。

實施例43：(a)於氮氣大氣下，將45克(0.4莫耳)之第三丁氧化鉀、82克(0.373莫耳)之9-乙基-3-氰基吡啶及300毫升之第三戊醇加熱至100°C。俟溫度到達，使用一滴注漏斗，於1.5小時內，添加一溶液為23克之二-n-琥珀酸丁酯及70毫升之第三戊醇。當完成添加後，反應混合物維持於110°C下16小時，然後冷卻至65°C，之後再以40毫升之冰醋酸中和，並於迴流下短暫地滾沸。於室溫下過濾產生之顏料懸浮液。將得到之過濾餅塊懸浮於300毫升之甲醇，並以過濾分離顏料，最後以甲醇及水沖洗，直至沖洗液流出為無色，再乾燥於減壓、100°C下。得到10.5克(11%)之純1,4-二酮基-3,6-二-(3-(9-乙基吡啶))-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷。

實施例44：重覆實施例39，惟改用1,4-二酮基-3,6-二-(2-羰基)-吡咯烷基[3,4-c]吡咯烷，及3,5-二第三丁基苯甲基溴。製得一個紅色固體(36%)。

實施例45：重覆實施例44，惟改用3,5-二甲基苯甲基溴取代3,5-二第三丁基苯甲基溴。製得一個紅色固體(30%)。

實施例46：重覆實施例45，惟改用1-(4-氰基苯基)-2-(3,5-二第三丁基苯基)反式-乙烯取代9-乙基-3-氰基吡啶。製得一個紅色固體(5%)。

實施例47：重覆實施例46，惟改用3,5-二甲基苯甲基溴做為烷基化試劑。製得一個紅色固體(8%)。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

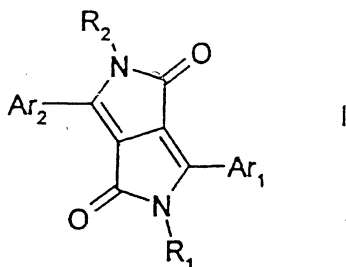
裝

訂

線

四、中文發明摘要 (發明之名稱： 螢光性二酮吡咯基吡咯烷)

具有化學式I之螢光性二酮吡咯基吡咯烷("DPP")

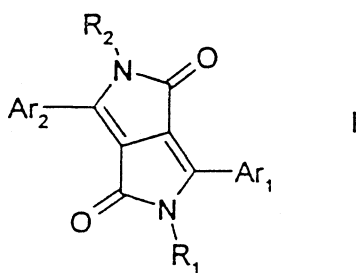


其中 R_1 與 R_2 各自分別地代表 C_1 - C_{25} -烷基、烯丙基，其可被取代以 1 至 3 個 C_1 - C_3 -烷基或 Ar_3 、 $CR_3R_4-(CH_2)_m-Ar_3$ (其中 R_3 與 R_4 各自分別地代表氫或 C_1 - C_4 -烷基、苯基(其可被取代以 1 至 3 個 C_1 - C_3 -烷基)，

(接下頁)

英文發明摘要 (發明之名稱： FLUORESCENT DIKETOPYRROLOPYRROLES)

Fluorescent diketopyrrolopyrroles ("DPPs") of the formula I



wherein R_1 and R_2 , independently from each other, stand for C_1 - C_{25} -alkyl, allyl which can be substituted one to three times with C_1 - C_3 alkyl or Ar_3 , $-CR_3R_4-(CH_2)_m-Ar_3$, wherein R_3 and R_4 independently from each other stand for hydrogen or C_1 - C_4 alkyl, or phenyl which can be substituted on to three times with C_1 - C_3 alkyl,

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

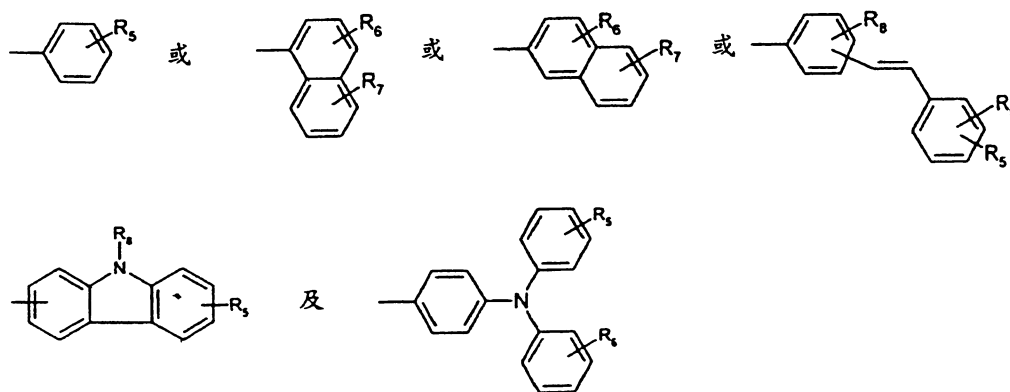
線

四、中文發明摘要(發明之名稱:)

(承上頁)

Ar_3 代表苯基或 1-或 2-萘基, 其可被取代以 1 至 3 個 C_1-C_8 -烷基、 C_1-C_8 -烷氧基、鹵素或苯基(其可被取代以 1 至 3 個 C_1-C_8 -烷基或 C_1-C_8 -烷氧基), 且 m 代表 0、1、2、3 或 4, 且其中 C_1-C_{25} -烷基或 $CR_3R_4-(CH_2)_m-Ar_3$ (較佳為 C_1-C_{25} -烷基) 亦可被一種官能基所取代, 該官能基能夠增進於水中之溶解度, 例如一種三級胺基、 $-SO_3^-$ 或 PO_4^{2-} ,

Ar_1 與 Ar_2 , 分別地代表

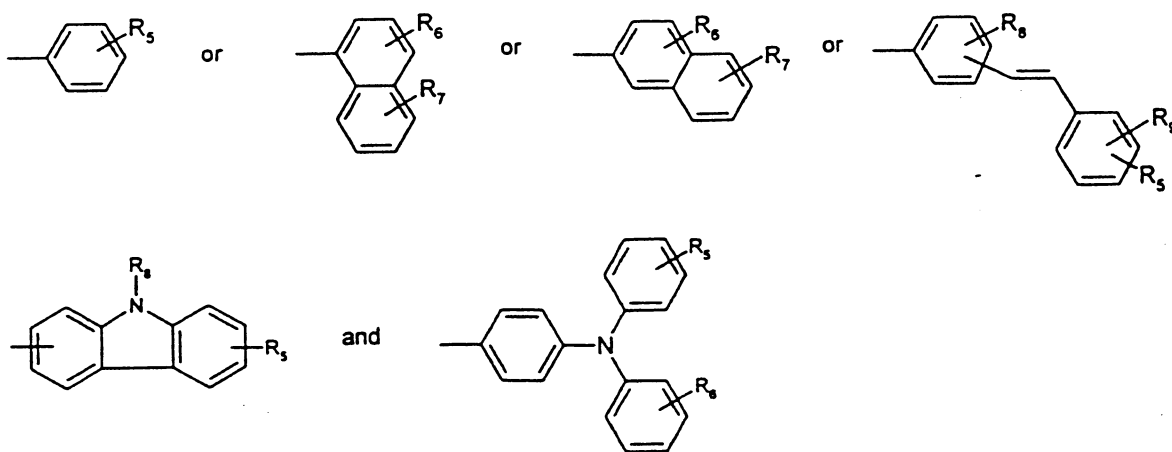


(接下頁)

英文發明摘要(發明之名稱:)

Ar_3 stands for phenyl or 1- or 2-naphthyl which can be substituted one to three times with C_1-C_8 alkyl, C_1-C_8 alkoxy, halogen or phenyl, which can be substituted with C_1-C_8 alkyl or C_1-C_8 alkoxy one to three times, and m stands for 0, 1, 2, 3 or 4, and wherein C_1-C_{25} -alkyl or $-CR_3R_4-(CH_2)_m-Ar_3$, preferably C_1-C_{25} -alkyl, can be substituted with a functional group capable of increasing the solubility in water such as a tertiary amino group, $-SO_3^-$, or PO_4^{2-} ,

Ar_1 and Ar_2 , independently from each other, stand for



四、中文發明摘要 (發明之名稱：)

(承上頁)

其中

R_5 代表 C_1-C_5 -烷基、 $-NR_8R_9$ 、 $-OR_{10}$ 、 $-S(O)_nR_8$ 、 $-Se(O)_nR_8$ 或苯基，其可被取代以 1 至 3 個 C_1-C_8 -烷基或 C_1-C_8 -烷氧基，

其中 R_8 與 R_9 各自分別地代表氫或 C_1-C_{25} -烷基、 C_5-C_{12} -環烷基、 $CR_3R_4-(CH_2)_m-Ph$ 、 R_{10} ，其中 R_{10} 代表 C_6-C_{24} -芳基或一個由 5 至 7 個環原子所組成之飽和或未飽和之雜環基團，其中該環含有碳原子以及 1 至 3 個選自於含有氮、氧及硫之族群中的非碳原子，其中 Ph 、芳基和雜環基團可被取代以 1 至 3 個 C_1-C_8 -烷基或 C_1-C_8 -烷氧基或鹵素，或 R_8 與 R_9 代表 $-C(O)R_{10}$ ，其中 R_{11} 可為 C_1-C_{25} -烷基、 C_5-C_{12} -環烷基、 R_{10} 、 $-OR_{12}$ 或 $-NR_{13}R_{14}$ ，其中 R_{12} 、 R_{13} 及 R_{14} 代表 C_1-C_{25} -烷基、 C_5-C_{12} -環烷基、 C_6-C_{24} -芳基，或

(接下頁)

英文發明摘要 (發明之名稱：)

wherein

R_5 stands for C_1-C_6 alkyl, $-NR_8R_9$, $-OR_{10}$, $-S(O)_nR_8$, $-Se(O)_nR_8$, or phenyl, which can be substituted one to three times with C_1-C_8 alkyl or C_1-C_8 alkoxy,

wherein R_8 and R_9 , independently from each other, stand for hydrogen, C_1-C_{25} -alkyl, C_5-C_{12} -cycloalkyl, $-CR_3R_4-(CH_2)_m-Ph$, R_{10} , wherein R_{10} stands for C_6-C_{24} -aryl, or a saturated or unsaturated heterocyclic radical comprising five to seven ring atoms, wherein the ring consists of carbon atoms and one to three hetero atoms selected from the group consisting of nitrogen, oxygen and sulfur, wherein Ph , the aryl and heterocyclic radical can be substituted one to three times with C_1-C_8 alkyl, C_1-C_8 alkoxy, or halogen, or R_8 and R_9 stand for $-C(O)R_{10}$, wherein R_{11} can be C_1-C_{25} -alkyl, C_5-C_{12} -cycloalkyl, R_{10} , $-OR_{12}$ or $-NR_{13}R_{14}$, wherein R_{12} , R_{13} , and R_{14} stand for C_1-C_{25} -alkyl, C_5-C_{12} -cycloalkyl, C_6-C_{24} -aryl,

or

四、中文發明摘要 (發明之名稱：)

(承上頁)

一個由5至7個環原子所組成之飽和或未飽和之雜環基團，其中該環含有碳原子以及1至3個選自於含有氮、氧及硫之族群中的非碳原子，其中芳基和雜環基團可被取代以1至3個C₁-C₈-烷基或C₁-C₈-烷氧基，或-NR₈R₉代表一個5-或6-員雜環基團，其中R₈與R₉共同代表四亞甲基、五亞甲基、CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-，且n代表整數0、1、2或3，

且其中R₆與R₇各自分別地代表氫或R₅，但不同時代表氫，較佳地R₆代表R₅而R₇代表氫，

製備此種化合物之方法，及其用途，及含有化合物I之組成物。

英文發明摘要 (發明之名稱：)

a saturated or unsaturated heterocyclic radical comprising five to seven ring atoms, wherein the ring consists of carbon atoms and one to three hetero atoms selected from the group consisting of nitrogen, oxygen and sulfur, wherein the aryl and heterocyclic radical can be substituted one to three times with C₁-C₈alkyl or C₁-C₈alkoxy, or -NR₈R₉ stands for a five- or sixmembered heterocyclic radical in which R₈ and R₉ together stand for tetramethylene, pentamethylene, -CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-, or -CH₂-CH₂-NR₅-CH₂-CH₂-, preferably -CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-, and n stands for 0, 1, 2 or 3, and wherein R₆ and R₇, independently from each other, stand for hydrogen or R₅, but do not stand simultaneously for hydrogen, processes for its preparation, its uses and compositions comprising the compounds I.

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

申請日期	89.9.6
案 號	89118230
類 別	COPK 1/00, COKK 5/3415, COKK 497/04, COKK 57/00

雙面影印

91 518

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

COPK 57/00

發明專利說明書

一、發明名稱	中 文	螢光性二酮吡咯基吡咯烷
	英 文	FLUORESCENT DIKETOPYRROLOPYRROLES
二、發明人	姓 名	(1) 羅伯特·摩里提 (2) 郝慈民 (3) 山本弘
	國 籍	(1) 瑞士 (2) 中國大陸 (3) 日本
三、申請人	住、居所	(1) 瑞士佩提-雷希·席明迪斯特羅尼斯11號 (2) 瑞士里漢·格斯托爾坦蘭路75號 (3) 日本國兵庫縣寶塚市泉町22-5
	姓 名 (名稱)	瑞士商·席巴特製品化學股份有限公司
	國 籍	瑞 士
	住、居所 (事務所)	瑞士貝斯爾·克里貝克街141號
	代 表 人 姓 名	(1) 尼可利·柯克 (2) 漢斯-彼得·威特林

裝

訂

線

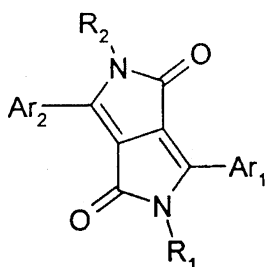
六、申請專利範圍

95.5.18

第089118230號專利再審查案申請專利範圍修正本

修正日期：95年5月

1. 一種具有化學式I之螢光性二酮吡咯基吡咯烷
("DPP")：



其中 R_1 與 R_2 各自分別地代表 C_1 - C_{25} -烷基、烯丙基，其可被取代以 1 至 3 個 C_1 - C_3 -烷基或 Ar_3 、 $CR_3R_4-(CH_2)_m-Ar_3$ (其中 R_3 與 R_4 各自分別地代表氫或 C_1 - C_4 -烷基)、苯基(其可被取代以 1 至 3 個 C_1 - C_3 -烷基)，

Ar_3 代表苯基或 1-或 2-萘基，其可被取代以 1 至 3 個 C_1 - C_8 -烷基、 C_1 - C_8 -烷氧基、鹵素或苯基(其可被取代以 1 至 3 個 C_1 - C_8 -烷基或 C_1 - C_8 -烷氧基)，且 m 代表 0、1、2、3 或 4，且其中 C_1 - C_{25} -烷基或 $CR_3R_4-(CH_2)_m-Ar_3$ 亦可被一種官能基所取代，該官能基能夠增進於水中之溶解度且係選自於一種三級胺基、 $-SO_3^-$ 或 PO_4^{2-} ，

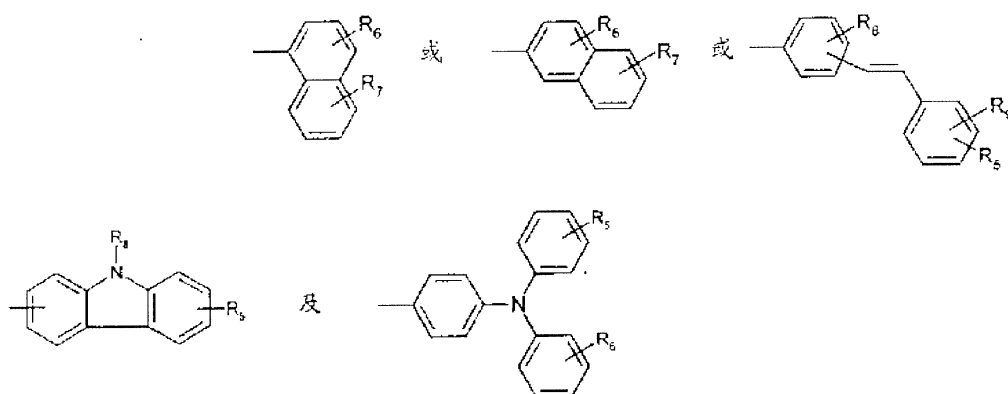
Ar_1 與 Ar_2 ，分別地代表

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

六、申請專利範圍



其中

R_5 代表 C_1-C_6 -烷基、 $-NR_8R_9$ 、 $-OR_{10}$ 、 $-S(O)_nR_8$ 、 $-Se(O)_nR_8$ 或苯基，其可被取代以 1 至 3 個 C_1-C_8 -烷基或 C_1-C_8 -烷氧基，

其中 R_8 與 R_9 各自分別地代表氫或 C_1-C_{25} -烷基、 C_5-C_{12} -環烷基、 $CR_3R_4-(CH_2)_m-Ph$ 、 R_{10} ，其中 R_{10} 代表 C_6-C_{24} -芳基或一個由 5 至 7 個環原子所組成之飽和或未飽和之雜環基團，其中該環含有碳原子以及 1 至 3 個選自於含有氮、氧及硫之族群中的非碳原子，其中 Ph 、芳基和雜環基團可被取代以 1 至 3 個 C_1-C_8 -烷基或 C_1-C_8 -烷氧基或鹵素，或 R_8 與 R_9 代表 $-C(O)R_{11}$ ，其中 R_{11} 可為 C_1-C_{25} -烷基、 C_5-C_{12} -環烷基、 R_{10} 、 $-OR_{12}$ 或 $-NR_{13}R_{14}$ ，其中 R_{12} 、 R_{13} 及 R_{14} 代表 C_1-C_{25} -烷基、 C_5-C_{12} -環烷基、 C_6-C_{24} -芳基，或

一個由 5 至 7 個環原子所組成之飽和或未飽和之雜環基團，其中該環含有碳原子以及 1 至 3 個選自於含有氮、氧及硫之族群中的非碳原子，其中芳基

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

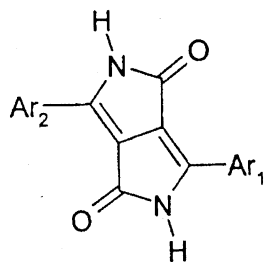
和雜環基團可被取代以1至3個C₁-C₈-烷基或C₁-C₈-
烷氧基，或-NR₈R₉代表一個5-或6-員雜環基團，其
中R₈與R₉共同代表四亞甲基、五亞甲基、

-CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-或

-CH₂-CH₂-NR₅-CH₂-CH₂-，且n代表整數0、1、2或
3，

且其中R₆與R₇各自分別地代表氫或R₅，但不同時代
表氫。

2. 如申請專利範圍第1項之螢光性二酮吡咯基吡咯
烷，其中C₁-C₂₅-烷基可被一種官能基所取代，該官
能基能夠增進於水中之溶解度。
3. 如申請專利範圍第1項之螢光性二酮吡咯基吡咯
烷，其中R₈與R₉共同代表-CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-。
4. 如申請專利範圍第1項之螢光性二酮吡咯基吡咯
烷，其中R₆代表R₅而R₇代表氫。
5. 一種用於製備一如申請專利範圍第1項之螢光性二
酮吡咯基吡咯烷的方法，其於一個第一步驟中以一
種鹼來處理具有化學式V之DPP衍生物



V

(其中Ar₁及Ar₂係如申請專利範圍第1項中所定義

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

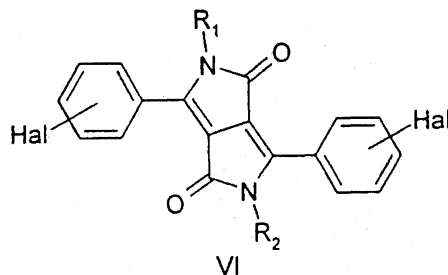
六、申請專利範圍

者)，

然後，於一個第二步驟中以一種普通之烷基化試劑來處理於該第一步驟中所得之反應混合物，其中於該第1個步驟之鹼係為一種氫化物、一種鹼金屬醇鹽或一種碳酸鹽，且該烷基化試劑係為一磺酸鹽、甲苯磺酸鹽、甲磺酸鹽、碳酸鹽、硫酸鹽或具有化學式 $(R_1)_{1或2}X$ 之鹵素化合物，其中X代表亞硫酸根 SO_3^- 、(對-甲基-苯基) SO_2^- 、(2,4,6-三甲基-苯基) SO_2^- 、 $-CO_3^-$ 、 $-SO_4^-$ ，或鹵素，或一種 $(R_1)_{1或2}X$ 與 $(R_2)_{1或2}X$ 之混合物。

6. 一種用於製備如申請專利範圍第1項之螢光性二酮吡咯基吡咯烷的方法，

(a) 於一個第一步驟中以一種親核性試劑來處理一具有化學式VI之DPP衍生物



(其中 R_1 及 R_2 係如申請專利範圍第1項中所定義，Hal代表鹵素)，

該親核性試劑係選自於一種二級胺 HNR_8R_9 、一種硫醇 HSR_8 或 $HS(O)_nR_8$ 、一種醇類 HOR_{10} 、一種二硒化物 $R_8(O)_n-Se(O)_nR_8$ ，且呈一莫耳比例為DPP VI：親核性試劑的比例範圍在1.2：1至0.8：1，或當 R_2 與 R_1 具有相同之定義時，比例範圍在1：1.25至1：1，該第一步驟係

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

於一種無水雙極性非質子溶劑存在下，且有一無水鹼在一數量範圍為每莫耳之親核性試劑中含0.1至15莫耳，並處於一溫度範圍通常為100至220°C，且處於一壓力範圍一般為100至300 kPa，並可選擇性地分離所製得之化合物V；

(b) 然後以一種鹼類來處理所製得之化合物V（如申請專利範圍第2項所定義），然後，於一個第二步驟中，以一種普通之烷基化試劑來處理由該第一個步驟之(b)項製得之一反應混合物，其中該(b)項之第一步驟中之鹼係為一種氫化物、一種鹼金屬醇鹽或一種碳酸鹽，且該烷基化試劑為一磺酸鹽、甲苯磺酸鹽、甲磺酸鹽、碳酸鹽、硫酸鹽，或具有化學式 $(R_1)_{1或2}X$ 之鹵素化合物，其中X代表亞硫酸根 SO_3^- 、(對-甲基-苯基) SO_2^- 、(2,4,6-三甲基-苯基) SO_2^- 、 $-CO_3^-$ 、 $-SO_4^-$ ，或鹵素，或一種 $(R_1)_{1或2}X$ 與 $(R_2)_{1或2}X$ 之混合物。

7. 一種組成物，其含有

(a) 以著色之高分子量有機材料之總重量為基準，0.01至50 wt%之一種如申請專利範圍第1項的螢光性二酮吡咯基吡咯烷，

(b) 以著色之高分子量有機材料之總重量為基準，99.99至50 wt%之一種高分子量有機材料，，

(c) 如為所欲，呈有效量之一般性添加物。

8. 如申請專利範圍第7項之組成物，其中該高分子量有機材料為一種聚醯胺、一種聚苯乙烯、聚甲基丙烯

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

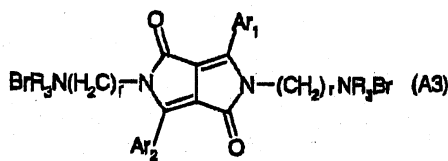
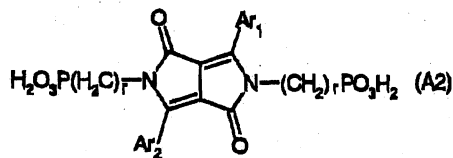
訂

線

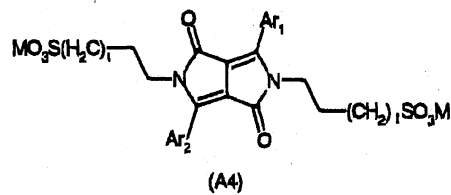
六、申請專利範圍

酸甲酯或一種ABS系列之共聚物。

9. 如申請專利範圍第1項之螢光性二酮吡咯基吡咯烷，係結合至油墨、著色劑、塗層用之顏料塑膠、非衝擊式印刷材料、濾色器、化妝品、聚合性墨水顆粒、調色劑、染劑雷射或電致發光裝置。
10. 如申請專利範圍第1項之螢光性二酮吡咯基吡咯烷，其具有如(A2)、(A3)及(A4)之化學式



或



其中r表示由2至25之整數；其中該基團 $-(\text{CH}_2)_r-$ 可由非為線性烷基基團之分枝烷基基團或是芳基基團所取代；其中M表示一如鈉或是鉀之金屬離子，而t為1或是2，以及

Ar_1 與 Ar_2 係如申請專利範圍第1項所述者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

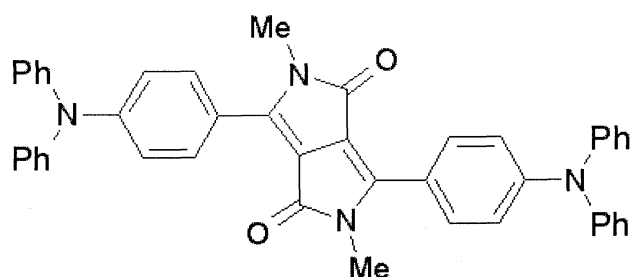
裝

訂

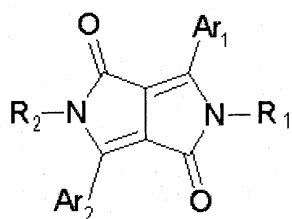
線

六、申請專利範圍

11. 如申請專利範圍第10項之螢光性二酮吡咯基吡咯烷，其中該基團 $-(CH_2)_{r_1}-$ 可由 $-(CH_2)_{r_1}-$ 芳基 $-(CH_2)_{r_2}-$ 所取代，且 r_1 與 r_2 係為落於0至10之範圍中的整數。
12. 一種螢光性二酮吡咯基吡咯烷，係：



；或



，其中

Ar_1 及 Ar_2 係 2-萘基，且 R_1 及 R_2 係 3,5-二甲基苯甲基、 R_1 及 R_2 係 2-甲基苯甲基、 R_1 及 R_2 係 2-苯基苯甲基、 R_1 及 R_2 係 3-甲基苯甲基、 R_1 及 R_2 係 4-甲基苯甲基、 R_1 及 R_2 係 4-苯基苯甲基、 R_1 及 R_2 係 2-苯基乙基、 R_1 及 R_2 係 3-苯基苯甲基、 R_1 及 R_2 係 3-甲氧苯甲基、或 R_1 及 R_2 係 3,5-二第三丁基苯甲基。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線