



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑪ CH 653 006 A5

⑤① Int. Cl.4: C 07 C 69/75
C 07 C 69/90
C 09 K 19/30

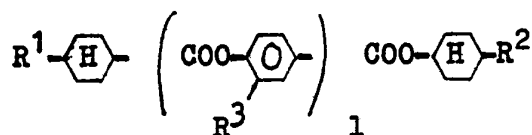
⑫ PATENTSCHRIFT A5

②① Gesuchsnummer:	6985/80	⑦③ Inhaber:	VEB Werk für Fernsehelektronik im VEB Kombinat Mikroelektronik, Berlin-Oberschöneweide (DD)
②② Anmeldungsdatum:	18.09.1980		
③③ Priorität(en):	24.09.1979 DD 215742 24.09.1979 DD 215743	⑦② Erfinder:	Schubert, Hermann, Prof. Dr., Nehlitz (DD) Deutscher, Hans-Joachim, Dr., Halle (DD) Kresse, Horst, Dr., Halle (DD) Demus, Dietrich, Dr., Halle (DD) Altmann, Heinz, Dr., Halle (DD) Körber, Marlies, Nordhausen (DD) Böttger, Ute, Halle (DD)
②④ Patent erteilt:	13.12.1985		
④⑤ Patentschrift veröffentlicht:	13.12.1985	⑦④ Vertreter:	A. Rossel, Dipl.-Ing. ETH, Zürich

⑤④ Kristallin-flüssige Alkylcyclohexancarbonsäure- bzw. substituierte Benzoessäure-alkylcyclohexylester, ihre Herstellung und Verwendung.

⑤⑦ Die Erfindung betrifft kristallin-flüssige nematische Substanzen für elektrooptische Anordnungen zur Modulation des Lichtes, zur Wiedergabe von Ziffern, Zeichen und Abbildungen sowie als orientierendes Medium zur Spektroskopie und Gaschromatographie sowie Verfahren zu ihrer Herstellung.

Es wurde gefunden, dass Verbindungen der allgemeinen Formel

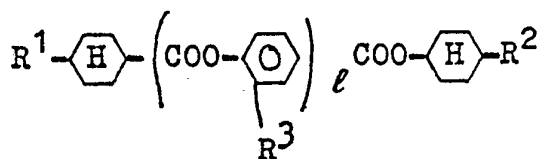


wobei $R^1 = C_nH_{2n+1}$, CN; $R^2 = C_mH_{2m+1}$, CN; $R^3 = H, CH_3, C_2H_5, Cl, Br$ und $n = 0, 1$; $m, n = 1$ bis 10 bedeuten, für elektrooptische Anordnungen zur Modulation des durchgehenden oder auffallenden Lichtes sowie zur Wiedergabe von Ziffern, Zeichen und Bildern, ferner als orientierendes Medium zur Spektroskopie und Gaschromatographie geeignet sind.

Den erfindungsgemässen Substanzen können weitere kristallin-flüssige oder nicht kristallin-flüssige Stoffe, insbesondere Farbstoffe, zugesetzt werden.

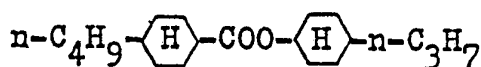
PATENTANSPRÜCHE

1. Kristallin-flüssige 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-trans-n-alkylcyclohexane bzw. 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] bzw. 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-3-subst.-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] der allgemeinen Formel



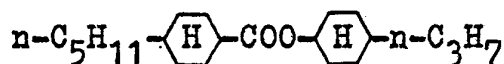
wobei $R^1 = \text{C}_n\text{H}_{2n+1}$; $R^2 = \text{C}_m\text{H}_{2m+1}$; $R^3 = \text{H}, \text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5, \text{Cl}, \text{Br}$ und $l = 0, 1$; $m, n = 1$ bis 10 bedeuten.

2. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



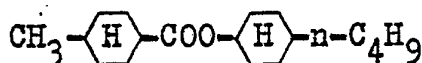
entspricht.

3. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



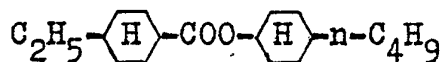
entspricht.

4. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



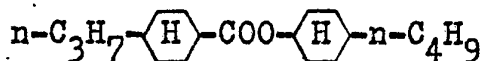
entspricht.

5. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



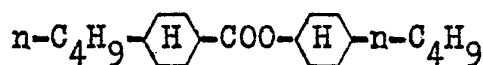
entspricht.

6. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



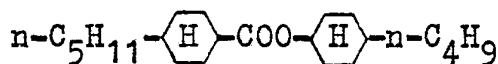
entspricht.

7. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



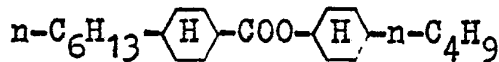
entspricht.

8. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



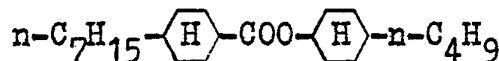
entspricht.

9. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



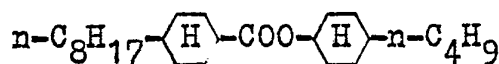
entspricht.

10. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



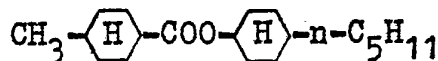
entspricht.

11. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



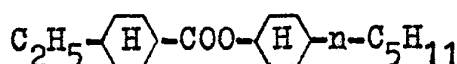
entspricht.

12. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



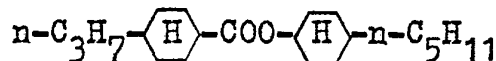
entspricht.

13. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



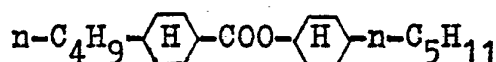
entspricht.

14. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



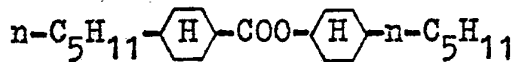
entspricht.

15. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



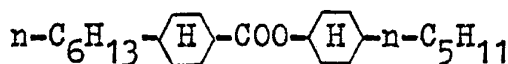
entspricht.

16. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



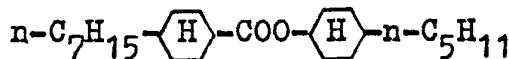
entspricht.

17. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



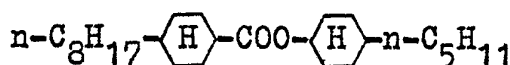
entspricht.

18. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



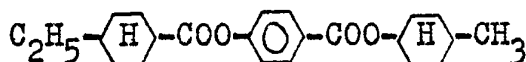
entspricht.

19. Kristallin-flüssige subst.-trans-n-alkylcyclohexane gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 0$ der Formel



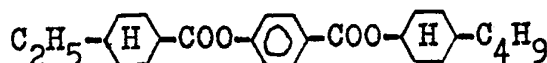
entspricht.

20. Kristallin-flüssige 4-subst.-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 1$ der Formel



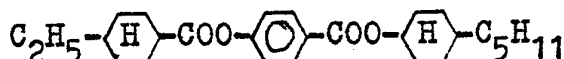
entspricht.

21. Kristallin-flüssige 4-subst.-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 1$ der Formel



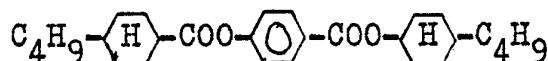
entspricht.

22. Kristallin-flüssige 4-subst.-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 1$ der Formel



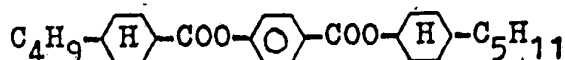
entspricht.

23. Kristallin-flüssige 4-subst.-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 1$ der Formel



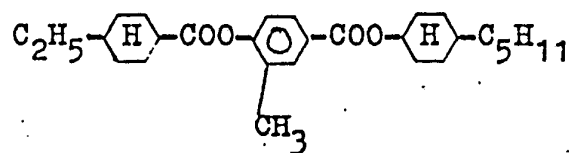
entspricht.

24. Kristallin-flüssige 4-subst.-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 1$ der Formel



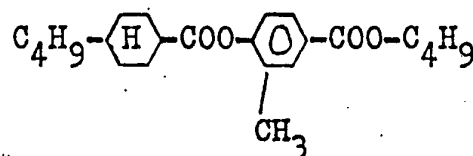
entspricht.

25. Kristallin-flüssige 4-subst.-3-subst.-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 1$ der Formel



entspricht.

26. Kristallin-flüssige 4-subst.-3-subst.-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung bei $l = 1$ der Formel



entspricht.

27. Verfahren zur Herstellung von kristallin-flüssigen 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-trans-n-alkylcyclohexanen bzw. 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexanen] bzw. 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-3-subst.-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexanen] nach einem der Ansprüche 1 bis 26, dadurch gekennzeichnet, dass trans-4-n-Alkylcyclohexancarbonsäurechloride bzw. 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-benzoesäurechloride bzw. 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-3-subst.-benzoesäurechloride mit trans-4-n-Alkylcyclohexanolen in einer trockenen organischen Base bei Temperaturen zwischen 0 und 60 °C verestert werden.

28. Verwendung kristallin-flüssiger Substanzen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie in elektrooptischen Bauelementen zur Modulation des Lichtes sowie zur Darstellung von Ziffern, Zeichen und Abbildungen eingesetzt werden.

29. Verwendung kristallin-flüssiger Substanzen nach Anspruch 28, dadurch gekennzeichnet, dass eine Mischung aus Propylcyclohexancarbonsäure-butylcyclohexylester und Pentylcyclohexancarbonsäure-4-cyanphenylester eingesetzt wird.

30. Verwendung kristallin-flüssiger Substanzen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie als orientierendes Medium zur Spektroskopie und Gaschromatographie eingesetzt werden.

Die Erfindung betrifft kristallin-flüssige nematische Substanzen für elektrooptische Anordnungen zur Modulation des Lichtes, zur Wiedergabe von Ziffern, Zeichen und Abbildungen sowie Verfahren zu ihrer Herstellung und deren Anwendung.

Es ist bekannt, dass verschiedene in nematischen flüssigen Kristallen vorkommende Effekte für optoelektronische Anordnungen nutzbar sind (M. Tobias, International Handbook of Liquid Crystal Displays 1975-76, Ovum Ltd. London 1976). Die orientierende Wirkung flüssiger Kristalle kann zur Untersuchung anisotroper Eigenschaften von zugeetzten Molekülen ausgenutzt werden, ferner sind mit Hilfe flüssiger Kristalle als stationäre Phase in der Gaschromatographie spezielle Trenneffekte erreichbar (G. Meier, E. Sackmann, J. G. Grabmaier, Applications of Liquid Crystals, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York 1975).

Es ist bereits eine grössere Zahl von Substanzen bekannt, die im Prinzip für die genannten Zwecke einsetzbar sind (D. Demus in: Kmetz, Willisen, Nonemissive Electrooptic Displays, Plenum Press New York 1976, S. 104). Es gibt jedoch bisher keine Substanz, deren Eigenschaften bezüglich

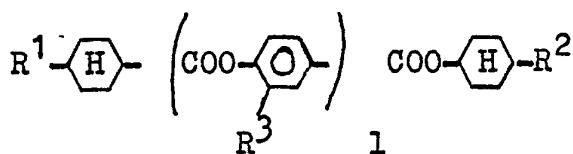
Schmelz- und Klärtemperatur, dielektrischer Anisotropie, Viskosität und chemischer Stabilität den für die praktischen Anwendungen erforderlichen Parametern genügen. In Gemischen von Substanzen, insbesondere eutektischen Gemischen, besteht die Möglichkeit, durch Ausnutzung der Schmelzpunktserniedrigung das nematische Existenzgebiet der Substanz erheblich zu tieferen Temperaturen auszudehnen. Ferner können in Gemischen die für die elektrooptischen Eigenschaften notwendigen Parameter, wie dielektrische Anisotropie, Viskosität Doppelbrechung modifiziert und dem jeweiligen Verwendungszweck angepasst werden. Die Voraussetzung dazu ist natürlich die Bereitstellung entsprechender Mischungskomponenten. Die bisher bekannten Mischungskomponenten zeigen noch keine optimalen Werte hinsichtlich der Variabilität der geforderten Eigenschaften. Die bisher bereits bekannten substituierten Benzoessäurephenylester (DD WP 862 69; R. Steinsträsser, Z. Naturforsch. 27b, 774 (1972)); substituierten Hydrochinon-bis-benzoate (DD WP 108 022 und 108 023); und substituierten Benzoyloxy-benzoessäurephenylester (Angew. Chem. 84, 636 (1972)) besitzen unerwünscht hohe Viskositäten, was besonders bei tiefen Temperaturen ungünstig hohe Ein- und Ausschaltzeiten in den elektrooptischen Anordnungen verursacht.

Bei den 4-n-Alkylcyclohexancarbonsäure-4-subst.-phenylestern (DD WP 105 701) sowie den drei Ringe enthaltenden Verbindungen mit einem Cyclohexanring (DD WP C 09 K/197 331) sind diese Nachteile teilweise aufgehoben. Es besteht jedoch auch weiterhin noch die Forderung nach zusätzlichen Mischungskomponenten, um die Eigenschaften der Gemische gezielt verändern zu können.

Das Ziel der Erfindung besteht in neuen kristallin-flüssigen nematischen Substanzen mit vorteilhaften Eigenschaften hinsichtlich Schmelz- und Klärpunkt, dielektrischer Anisotropie und Viskosität, die für den Einsatz in elektrooptischen Anordnungen zur Modulation des Lichtes sowie zur Darstellung von Ziffern, Zeichen und Abbildungen geeignet sind sowie Verfahren zu ihrer Herstellung.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ausgehend von Estern mit zwei bzw. drei Ringen, durch Ersatz von Benzolringen durch Cyclohexanringe zu neuen Verbindungsklassen mit kristallin-flüssigen Eigenschaften zu kommen, die für den praktischen Einsatz geeignet sind.

Es wurde gefunden, dass als Verbindungen, die zwei oder drei durch Carboxylgruppen verbundene Ringe enthalten, neue kristallin-flüssige nematische Substanzen der allgemeinen Formel

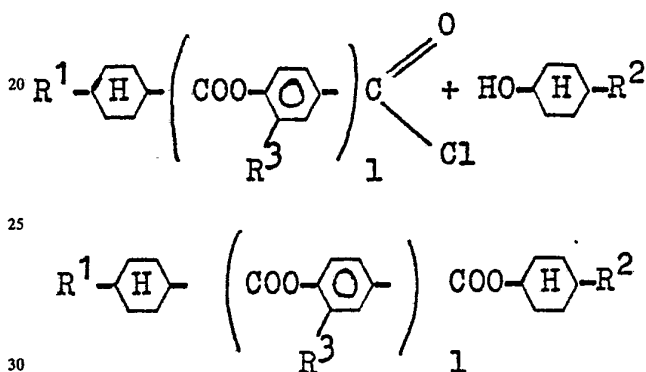


wobei $R^1 = C_nH_{2n+1}$, CN; $R^2 = C_mH_{2m+1}$, CN; $R^3 = H, CH_3, C_2H_5, Cl, Br$ und $l = 0, 1$; $m, n = 1$ bis 10 bedeuten, für elektrooptische Anordnungen zur Modulation des durchgehenden oder auffallenden Lichtes sowie zur Wiedergabe von Ziffern, Zeichen und Bildern geeignet sind. Die neuen Substanzen sind farblos, sehr stabil gegenüber chemischen Einflüssen, Wärme und Bestrahlung mit Licht. Sie besitzen positive dielektrische Anisotropie, niedrige Viskosität und damit verbunden günstige elektrooptische Eigenschaften.

Die Verbindungen mit $l = 0$ besitzen besonders niedrige Schmelztemperaturen, während die Substanzen mit $l = 1$ besonders hohe Klärpunkte aufweisen. Damit sind die Substanzen geeignet, in Gemischen die kristallin-flüssigen Existenzbereiche nach oben und unten auszudehnen. Den erfin-

dungsgemässen Substanzen können weitere kristallin-flüssige oder nicht kristallin-flüssige Stoffe, insbesondere Farbstoffe, zugesetzt werden.

Hergestellt werden die neuen kristallin-flüssigen 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-trans-n-alkylcyclohexane bzw. 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] bzw. 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-3-subst.-benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] durch Veresterung von trans-4-n-Alkylcyclohexancarbonsäurechloriden bzw. 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-benzoesäurechloriden bzw. 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-3-subst.-benzoesäurechloriden mit trans-4-n-Alkylcyclohexanolen in einer trockenen organischen Base, vorzugsweise Pyridin oder Chinolin, bei Temperaturen zwischen 0 und 60 °C, vorzugsweise Zimmertemperatur, nach dem allgemeinen Schema



wobei $R^1 = C_nH_{2n+1}$; $R^2 = C_mH_{2m+1}$; $R^3 = H, CH_3, C_2H_5, Cl, Br$ und $l = 0, 1$; $m, n = 1$ bis 10 bedeuten.

Die Erfindung soll nachfolgend anhand von neun Beispielen näher erläutert werden.

Beispiel 1

Die Tabelle 1 gibt Beispiele für die Substanzen mit $l = 0$ zusammen mit ihren Umwandlungstemperaturen. Dabei bedeuten: K = kristallin-fester Zustand; S = smektisch; N = nematisch; I = isotrop-flüssig.

Tabelle 1

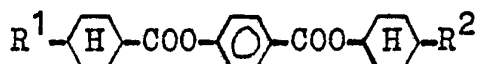
$$R^1 - \text{H} - \text{C}(=\text{O}) - \text{O} - \text{H} - R^2$$

Nr.	R^1	R^2	K	S	N	I
1/1	n-C ₄ H ₉	n-C ₃ H ₇	.	.	.	.
1/2	n-C ₅ H ₁₁	n-C ₃ H ₇	23-24	37,5	52,5	.
1/3	CH ₃	n-C ₄ H ₉	.	.	.	.
1/4	C ₂ H ₅	n-C ₄ H ₉	10	18	-	.
1/5	n-C ₃ H ₇	n-C ₄ H ₉	8-10	33,5	39	.
1/6	n-C ₄ H ₉	n-C ₄ H ₉	26-27	48	-	.
1/7	n-C ₅ H ₁₁	n-C ₄ H ₉	25,0	57-58	-	.
1/8	n-C ₆ H ₁₃	n-C ₄ H ₉	18-20	60-61	-	.
1/9	n-C ₇ H ₁₅	n-C ₄ H ₉	14-16	65-66	-	.
1/10	n-C ₈ H ₁₇	n-C ₄ H ₉	32	69,5	-	.
1/11	CH ₃	n-C ₅ H ₁₁	.	.	.	.
1/12	C ₂ H ₅	n-C ₅ H ₁₁	20-21	35	-	.
1/13	n-C ₃ H ₇	n-C ₅ H ₁₁	24	51,5	54	.
1/14	n-C ₄ H ₉	n-C ₅ H ₁₁	20-21	62,0	-	.
1/15	n-C ₅ H ₁₁	n-C ₅ H ₁₁	52	72,0	-	.
1/16	n-C ₆ H ₁₃	n-C ₅ H ₁₁	26	75,5	-	.
1/17	n-C ₇ H ₁₅	n-C ₅ H ₁₁	27	78,5	-	.
1/18	n-C ₈ H ₁₇	n-C ₅ H ₁₁	.	.	.	.

Beispiel 2

Die Tabelle 2 gibt Beispiele für die Substanzen mit $l = 1$

Tabelle 2

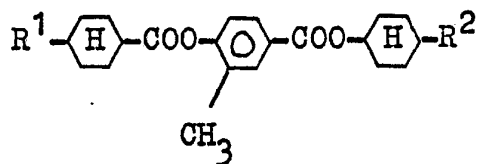


Nr.	R ¹	R ²	K	N	I
2/1	C ₂ H ₅	CH ₃	. 78	. 129	.
2/2	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	. 62	. 162	.
2/3	C ₂ H ₅	C ₅ H ₁₁	. 59	. 163	.
2/4	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	. 72	. 174	.
2/5	C ₄ H ₉	C ₅ H ₁₁	. 68	. 182	.

Beispiel 3

Die Tabelle 3 gibt Beispiele für die Substanzen 5 mit $l = 1$,
R = CH₃

Tabelle 3



R ¹	R ²	K	N	I
C ₂ H ₅	C ₅ H ₁₁	. 53	. 163	.
C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	. 75	. 175	.

Beispiel 4

Gemische aus Propylcyclohexancarbonsäurebutylcyclo-
butylester (Verb. 1/5) und Pentylcyclohexancarbonsäure-4-
cyanphenylester besitzen die in der Tabelle 4 angegebenen
Umwandlungstemperaturen.

Tabelle 4

Verb. 1/5	Fp	N/S _B smektisch a) temp.abw. ab b) temp.aufw. bis	Klp.	Zeit bis zum Aus- kristalli- sieren bei -16°C
Mol %				
70	14–19	a) 19,5 b) 22,5	43,7–44,0	80 min
60	13–30	a) 6,5 b) 11,5	47,8–48,0	20 min
50	18–33	a) 12,5 b) 16	51,5–52,8	5 min
40	17–36,5	–	56,3–58,0	5 min

Abkühlgeschwindigkeit für das Auskristallisieren bei al-
len Mischungen 4°/min.

Die Mischung von 50 Mol% besitzt folgende elektroopti-
sche Eigenschaften:

Schwellspannung: U = 1,61 V; U_{90%} = 3,3 V

Twist-Zelle: f = 500 Hz; θ = 24 °C

Tabelle 5

An- und Abklingzeiten

Twist-Zelle: f = 500 Hz; θ = 23 °C

5 Schichtdicke: 23 μm

U/V	Anklingzeit 50%/ms	Abklingzeit 90%/ms
3,2	1360	550
6,5	275	560
9,7	110	570
14,6	40	660

Beispiel 5

Die Substanz Nr. 2/3 besitzt ein Absorptionsmaximum
bei λ = 236,3 nm, die analoge aromatische Substanz λ =
250 nm. Diese hypochrome Verschiebung ist für den Einsatz
der Substanzen als Material für die Spektroskopie sehr vor-
teilhaft, da der verfügbare Messbereich erweitert wird.

20

Beispiel 6

Herstellung des 4-[trans-Butylcyclohexanoyloxy]-
trans-n-butylcyclohexans

1,6 g (0,01 mol) trans-4-n-Butylcyclohexanol in 30 ml
trockenem Pyridin werden tropfenweise mit 2 g (0,01 mol)
trans-4-n-Butylcyclohexancarbonsäurechlorid versetzt. Die
Lösung wird geschüttelt, bis Pyridiniumhydrochlorid aus-
fällt. Man lässt über Nacht stehen und erwärmt am nächsten
Tag eine Stunde auf dem Wasserbad (60 °C). Nach dem Ab-
kühlen giesst man auf Eis und 20 ml konz. Schwefelsäure.
Der Ester wird in Äther aufgenommen, mit Natriumbicar-
bonatlösung, Wasser, verdünnter Salzsäure und Wasser ge-
waschen. Dann wird er in heissem Methanol gelöst und vor-
sichtig im Eisbad ausgefroren, was noch zweimal wiederholt
35 wird. Ausbeute: 65% der Theorie.

Beispiel 7

Die 4-[trans-Alkylcyclohexanoyloxy]-trans-n-alkylcyclo-
hexane können sämtlich nach der Vorschrift in Beispiel 6
40 hergestellt werden. Tabelle 1 gibt Beispiele für diese Substan-
zen.

Beispiel 8

4-[trans-4-n-Butylcyclohexanoyloxy]-benzoesäure-
trans-4-n-butylcyclohexylester

1,6 g (0,01 mol) trans-4-n-Butylcyclohexanol werden in
40 ml trockenem Pyridin zu 3,3 g (0,01 mol) 4-[trans-4-n-
Butylcyclohexanoyloxy]-benzoylchlorid gegeben. Der An-
satz wird geschüttelt, bis die Lösung klar ist und schliesslich
Pyridiniumhydrochlorid ausfällt. Nachdem der Ansatz über
50 Nacht gestanden hat, wird er eine Stunde bei 60 °C auf dem
Wasserbad erwärmt. Man lässt ihn abkühlen und giesst
dann auf Eis und 13 ml konz. Schwefelsäure. Die festen Pro-
dukte werden abgesaugt, mehrfach mit Wasser gewaschen
und getrocknet. Durch dreimaliges Umkristallisieren aus
55 Methanol wird der Ester gereinigt. Ausbeute: 80% der Theo-
rie.

Beispiel 9

Die 4-[trans-4-n-Alkylcyclohexanoyloxy]-3-subst.-
benzoyloxy-[trans-4-n-alkylcyclohexane] werden sämtlich
analog zur Vorschrift von Beispiel 8 hergestellt, indem die
entsprechend substituierten Alkylcyclohexanole und substi-
tuierten Benzoylchloride eingesetzt werden. Tabelle 2 zeigt
Beispiele für die so erhaltenen Substanzen.

65