(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3901238号
(P3901238)
(45)発行日　平成19年4月4日(2007.4.4)　(24)登録日　平成19年1月12日(2007.1.12)

(51)Int.Cl.		F I	
C07C 69/92	(2006.01)	C07C	69/92
C07C 235/46	(2006.01)	C07C	235/46
C07C 255/50	(2006.01)	C07C	255/50
C07D 239/34	(2006.01)	C07D	239/34
C09K 19/32	(2006.01)	C09K	19/32

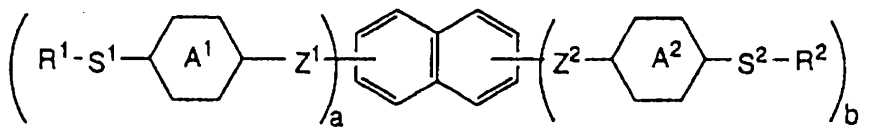
請求項の数 11　(全 20 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号　特願平8-40964
(22)出願日　平成8年2月28日(1996.2.28)
(65)公開番号　特開平8-245520
(43)公開日　平成8年9月24日(1996.9.24)
審査請求日　平成15年2月27日(2003.2.27)
(31)優先権主張番号　00607/95-3
(32)優先日　平成7年3月3日(1995.3.3)
(33)優先権主張国　スイス(CH)

(73)特許権者　596098438
ロリク　アーゲー
ＲＯＬＩＣ　ＡＧ
スイス国　ツェーハー６３０１　ツーク
シャメールシュトラーセ　５０
(74)代理人　100078662
弁理士　津国　肇
(74)代理人　100072279
弁理士　渡邊　睦雄
(74)代理人　100075225
弁理士　篠田　文雄
(72)発明者　ステファン・ケリー
イギリス国、イースト・ヨークシャー、ビバリー・エイチユー１７・８エックスエー、リッチモンド・ウェイ　２５
最終頁に続く

(54)【発明の名称】光架橋性ナフタレン誘導体

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
一般式（Ｉ）：
【化１】



（式中、
R^1 及びR^2 は、それぞれ独立して、アクリレート、メタクリレート、２－クロロアクリレート、２－フェニルアクリレート、アクリロイルフェニレン、アクリルアミド、メタクリルアミド、２－クロロアクリルアミド、２－フェニルアクリルアミド、エポキシ、イタコン酸エステル、ビニルオキシ、ビニルエステル、スチレン誘導体、シロキサン、エチレンイミン誘導体、マレイン酸誘導体、フマル酸誘導体及びケイ皮酸誘導体（これらは、非置換であるか、又はメチル、メトキシ、シアノ及びハロゲンからなる群より選択される１個以上の基でモノ置換若しくは複数置換されている）からなる群より選択される架橋性基を表し；
S^1 及びS^2 は、－（CY_2）$_m$－、－O（CY_2）$_m$－、－（CY_2）$_m$O－、－（CY_2）$_m$COO－、－（CY_2）$_m$OOC－、－（Si〔（CH_3）$_2$〕O）$_m$－、－OCH_2（S

ｉ〔（CH_3）$_2$〕Ｏ）$_m$ Ｓｉ〔（CH_3）$_2$〕CH_2 Ｏ－又は－ＮＨCH_2（Ｓｉ〔（CH_3）$_2$〕Ｏ）$_m$ Ｓｉ〔（CH_3）$_2$〕CH_2 ＮＨ－を表し；

Ｙは、水素、フッ素又はメチルを表し；

ａは、０又は１を表し；

ｂは、１又は２を表すが、ただし、ａ＋ｂ＝２であり；

ｍは、１～１６の整数を表し；

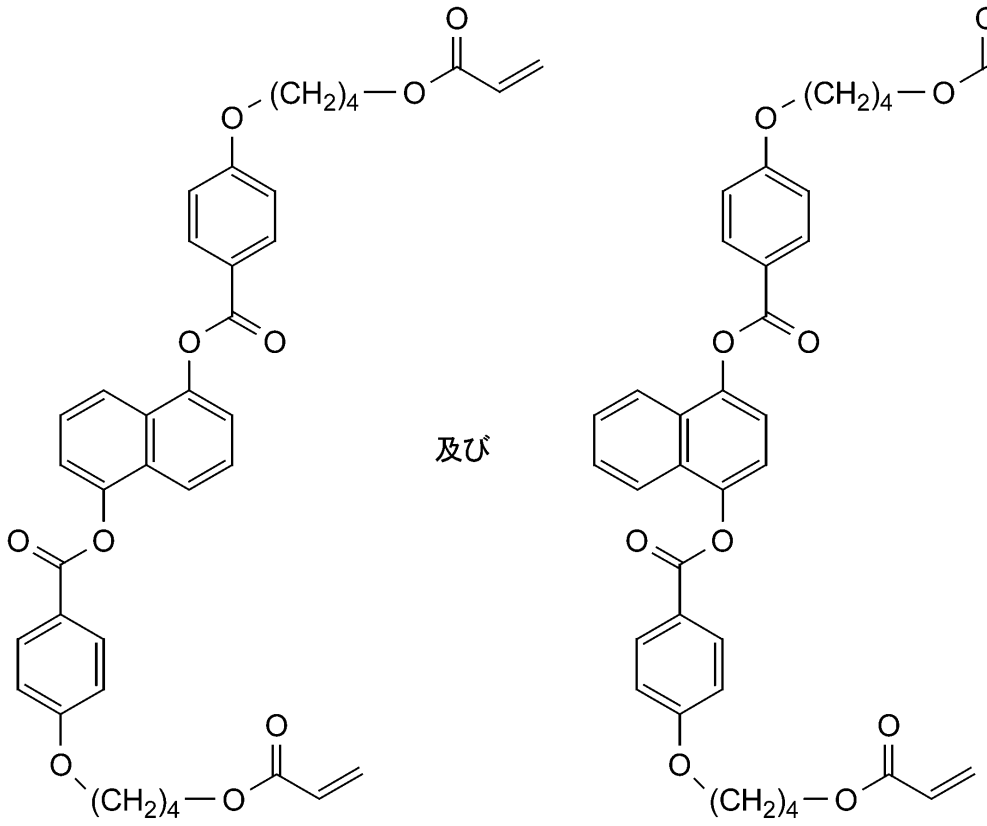
A^1 及びA^2 は、それぞれ独立して、１，４－フェニレン（これは、場合によりハロゲン、シアノ、メチル、メトキシ及び／又はアセチルでモノ置換又は複数置換されている）、ピリジン－２，５－ジイル、ピリミジン－２，５－ジイル、トランス－１，４－シクロヘキシレン又はトランス－１，３－ジオキサン－２，５－ジイルを表し；そして

Z^1 及びZ^2 は、それぞれ独立して、単結合、－CH_2 CH_2 －、－ＯCH_2 －、－CH_2 Ｏ－、ＣＯＯ－、－ＯＯＣ－、－（CH_2）$_4$－、－Ｏ（CH_2）$_3$ －又は－（CH_2）$_3$ Ｏ－を表し、

ナフチル環は、Z^1 及びZ^2 と、１及び５位、又は１及び４位で結合する）で示される化合物

（ただし、式：

【化２】



で示される化合物を除く）。

【請求項２】

R^1 及びR^2 が、同義である請求項１記載の化合物。

【請求項３】

R^1 及びR^2 が、アクリレート、メタクリレート、２－クロロアクリレート、２－フェニルアクリレート、ビニルオキシ又はエポキシを表す請求項１又は２項記載の化合物。

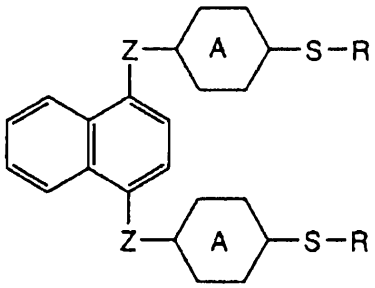
【請求項４】

S^1 及びS^2 が、同義である請求項１～３のいずれか１項記載の化合物。

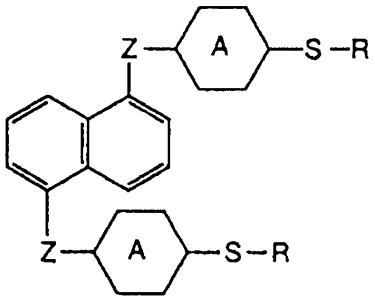
【請求項５】

Z^1 及びZ^2 が、同義であり、かつ－ＯCH_2 －、－CH_2 Ｏ－、－ＣＯＯ－又は－Ｏ

ＯＣ－を表す請求項１～４のいずれか１項記載の化合物。
【請求項６】
環Ａ[1] 及びＡ[2] が、同義であり、かつ１，４－フェニレン又は２－若しくは３－フルオロ－１，４－フェニレンを表す請求項１～５のいずれか１項記載の化合物。
【請求項７】
一般式（Ｉ－Ａ）又は（Ｉ－Ｂ）：
【化３】



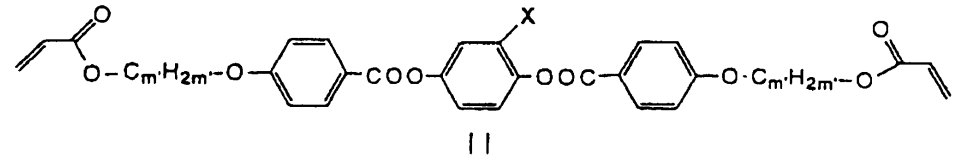
I-A



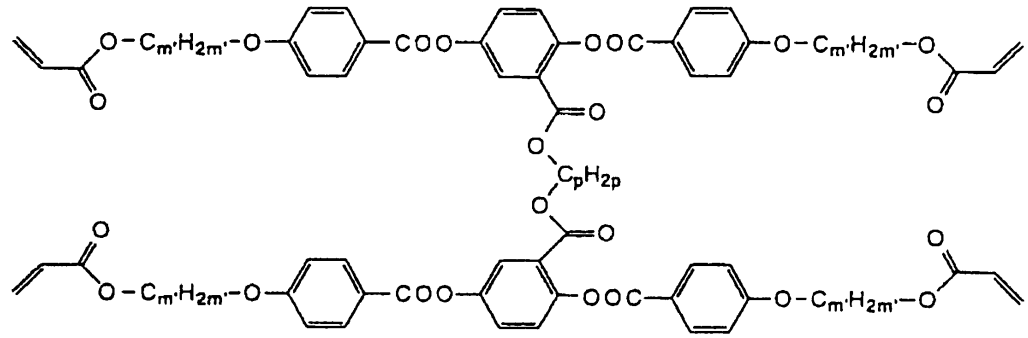
I-B

（式中、
Ｒは、アクリレート、メタクリレート、２－クロロアクリレート、２－フェニルアクリレート、ビニルオキシ又はエポキシを表し；
Ｓは、－（ＣＨ$_2$）$_{m'}$－、－Ｏ（ＣＨ$_2$）$_{m'}$－又は－（ＣＨ$_2$）$_{m'}$Ｏ－を表し；
ｍ’は、４～１２の整数を表し；
Ａは、１，４－フェニレン又は２－若しくは３－フルオロ－１，４－フェニレンを表し；そして
Ｚは、－ＯＣＨ$_2$ －又は－ＯＯＣ－を表す）で示される請求項１記載の化合物。
【請求項８】
少なくとも２つの成分から成る架橋性混合物であって、それの少なくとも１つの成分は、請求項１記載の式（Ｉ）の化合物である架橋性混合物。
【請求項９】
式（Ｉ）の化合物の１つ以上に加えて、式（II）～（XII)：

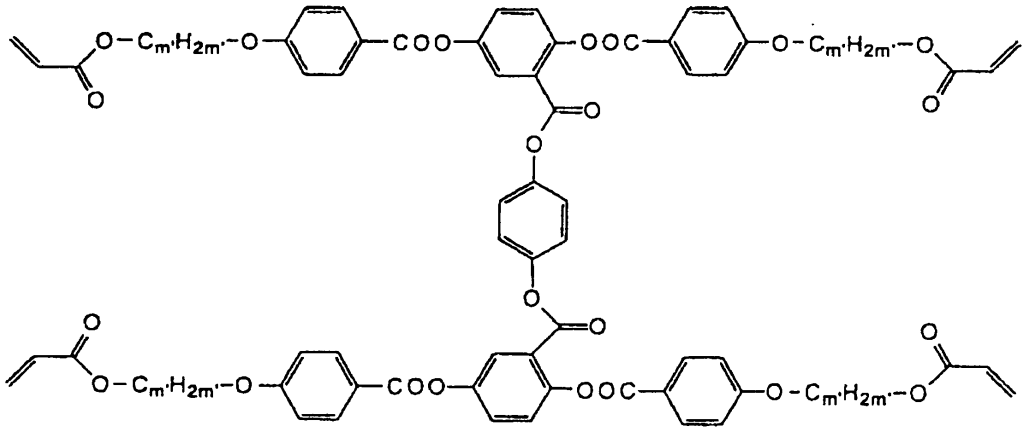
【化４】



II

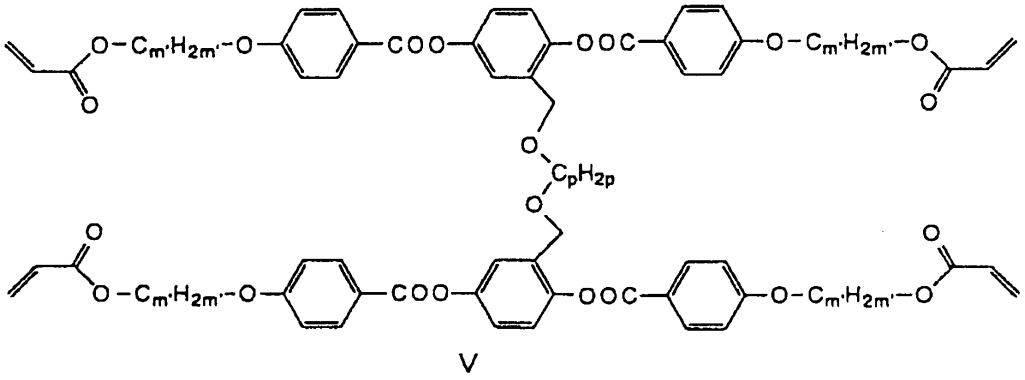


III

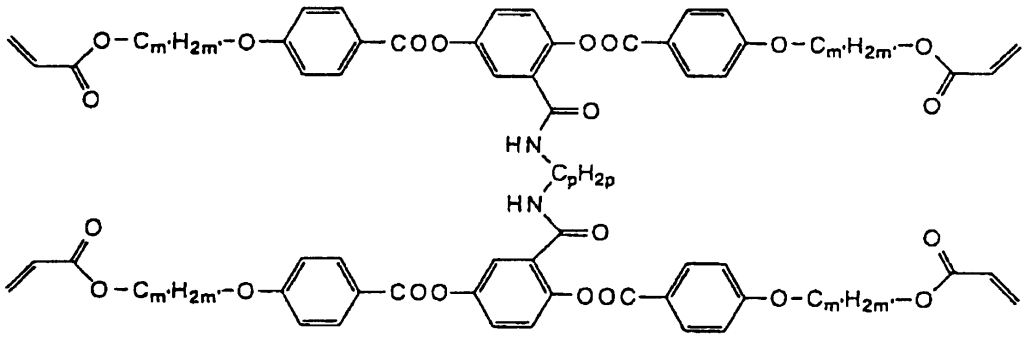


IV

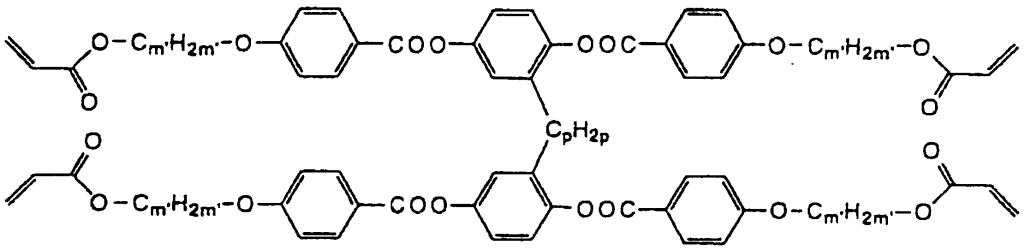
【化５】



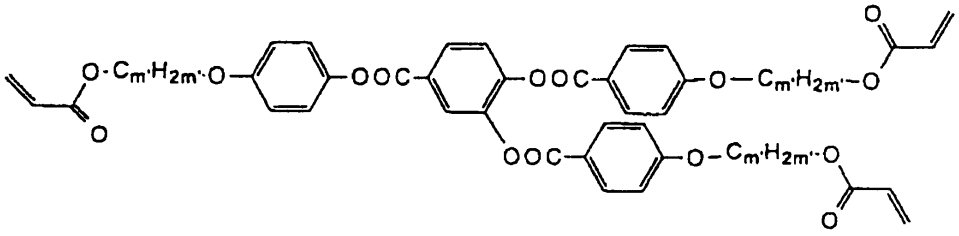
V



VI

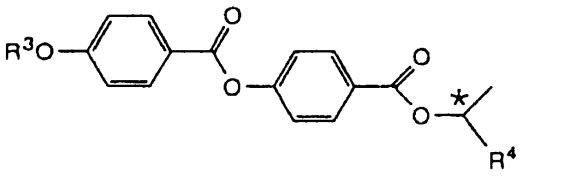


VII

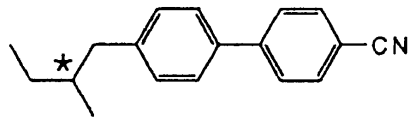


VIII

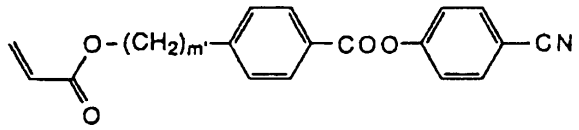
【化６】



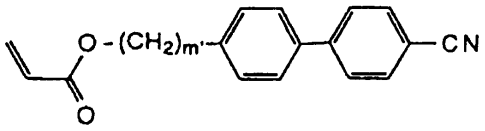
IX



X



XI



XII

（式中、
ｐは、２～１２の整数を表し；
R^3 及びR^4 は、それぞれ独立して、２～１２個の炭素原子を有するアルキル又はアルケニルを表し；
Ｘは、水素、メチル、エチル、プロピル、ｉ－プロピル、ブチル、ｉ－ブチル、tert－ブチル、フッ素、臭素、塩素又はシアノを表し；
ｍ’は、４～１２の整数を表し；そして
＊は、キラリティ中心を表す）で示される化合物の１つ以上を含む請求項８記載の架橋性混合物。

【請求項１０】
架橋状態での請求項１～７のいずれか１項記載の化合物を用いて得られる光学成分。

【請求項１１】
架橋状態での請求項８又は９記載の架橋性液晶混合物を用いて得られる光学成分。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光架橋性ナフチル誘導体、それを含む混合物及び光学成分のための架橋状態でのそれらの使用に関する。

【０００２】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

少なくとも２つの、光化学的にオリゴーマ化又はポリマー化し得る基を持つ液晶は、基質上又はセル中で、例えば配向層によって、又は電磁場中で配向し得る。適切な量の光重合開始剤を添加したこれらの配向液晶は、適切な波長の光の照射によって重合する。このようにして製造した架橋構造は、高温下でさえ保持することができる。このような層は、例えばスイス特許出願ＣＨ２０１６／９４及びＣＨ２０１７／９４に記載のように、ハイブリッド層の一部であることができる。したがって、例えば遅延剤、導波管、光学グリッドのような光学フィルターのような光学成分、圧電特性及び非線形光学（ＮＬＯ）特性等を有する積層カラーフィルター又はセルを製造することができる。このような光学成分は、

例えば映写システムで使用することができる。

【０００３】

更なる特性、例えば複屈折、屈折率、透過性等は、適用分野によって異なる要件を満たさなくてはならない。例えば、光学遅延剤用の材料は、積層光学成分の層の厚さが最小値を保てるように、高い複屈折を持っていなければならない。

【０００４】

光学成分のための光架橋性液晶に対する一般的な関心に加え、前記液晶材料は光学データ転送用のグラスファイバーの被覆に適している。このような材料の使用は、ファイバーの縦軸における弾性率を高め、熱膨張率を低くし、微細歪みによる損失を減らす。このために、機械的な安定性が増大する。

【０００５】

光架橋性液晶は、良好な化学的及び熱安定性、並びに通常の溶剤への良好な溶解性、並びに電界及び電磁線照射に対する良好な安定性を持たなければならない。更に、約２５℃～約８０℃、可能であれば約２５℃～約１００℃の適切な中間相、例えば上記の適用例に対しては、広いスメクチック若しくはネマチック中間相、又はキラルスメクチック若しくはキラルコレステリック中間相を有するべきである。

【０００６】

液晶は、通常、複数の成分の混合物として使用されるので、互いに混和性のよい成分であることが重要である。従来の光化学的にオリゴーマ化し得る液晶又はポリマー化し得る液晶は、通常高い融点及び澄明点を有する。このことは、その温度での液晶状態の粘度が最も低く、それゆえ良好な配向性に有利である澄明点よりわずかに低い温度で行われる処理中に、自発的熱重合が早期に起こる欠点がある。この自発的重合性は、ドメイン形成につながり、そのために、生成させた架橋層における光学的性質及び熱的性質は、明らかに影響を受け得る。数種の成分による複雑な混合物を製造することにより、融点を低下させることができ、これによって低温処理が可能になるが、従来のポリマー化し得る液晶が結晶化する危険性につながる。光化学的にオリゴマー化し得る化合物又はポリマー化し得る化合物は、例えばＥＰ－Ａ－０　３３１　２３３に記載されている。

【０００７】

したがって、特に光学フィルターに使用するために、特に高い光学異方性により区別され、同時に、液晶状態及び溶液中で室温を越える温度で非常に容易に処理できるようにするために、これらの化合物の低い融点及び澄明点を有する、光化学的にオリゴーマ化し得る化合物又はポリマー化し得る化合物を製造する必要がある。更にできる限りドメインの無いような配向性及び構造性であるべきであり、かつ架橋状態において卓越した熱安定性及び長期安定性をも有さなければならない。

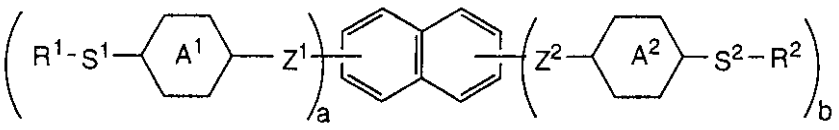
【０００８】

【課題を解決するための手段】

本発明は、光学成分用の単一成分又は液晶混合物の成分として、極めて適切な化合物を提供する。これらの化合物は、一般式（Ｉ）：

【０００９】

【化６】



Ｉ

【００１０】

（式中、

R^1 及びR^2 は、それぞれ独立して、エチレン、アクリレート、メタクリレート、２－クロロアクリレート、２－フェニルアクリレート、アクリロイルフェニレン、アクリルアミド、メタクリルアミド、２－クロロアクリルアミド、２－フェニルアクリルアミド、エポ

キシ、イタコン酸エステル、ビニルオキシ、ビニルエステル、スチレン誘導体、シロキサン、エチレンイミン誘導体、マレイン酸誘導体、フマル酸誘導体又はケイ皮酸誘導体（これらは、場合によりメチル、メトキシ、シアノ及び／又はハロゲンで置換されている）のような光架橋性基を表し；
S^1 及びS^2 は、－（CY_2）$_m$ －、－O（CY_2）$_m$ －、－（CY_2）$_m$ O）－、－（CY_2）$_m$ COO－、－（CY_2）$_m$ OOC－、－（Si〔（CH_3）$_2$〕O）$_m$ －、－OCH_2（Si〔（CH_3）$_2$〕O$_m$ Si〔（CH_3）$_2$〕CH_2 O－又は－NHCH_2（Si〔（CH_3）$_2$〕O）$_m$ Si〔（CH_3）$_2$〕CH_2 NH－を表し；
Yは、水素、フッ素又はメチルを表し；
ａは、０又は１を表し；
ｂは、１又は２を表すが、ただし、ａ＋ｂ＝２であり；
ｍは、１～１６の整数を表し；
A^1 及びA^2 は、それぞれ独立して、１，４－フェニレン（これは、場合によりハロゲン、シアノ、メチル、メトキシ及び／又はアセチルでモノ置換又は複数置換されている）、ピリジン－２，５－ジイル、ピリミジン－２，５－ジイル、トランス－１，４－シクロヘキシレン又はトランス－１，３－ジオキサン－２，５－ジイルを表し；そして
Z^1 及びZ^2 は、それぞれ独立して、単結合、－CH_2 CH_2 －、－OCH_2 －、－CH_2 O－、COO－、－OOC－、（CH_2）$_{-4}$ 、－O（CH_2）$_3$ －又は－（CH_2）$_3$ O－を表す）で示される。

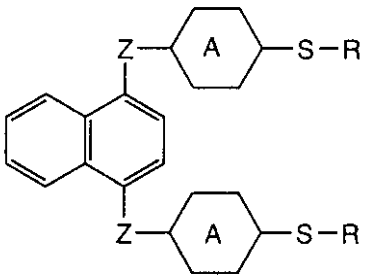
【００１１】
一般式（Ｉ）の化合物は、その比較的低い粘度で区別される。そのために適切な表面上に問題なく塗布することができる。これは、通常、スピンコーティングによって行われる。さらに、本発明による化合物は液晶相を有しているので、電界を印加することによって架橋前に配向させることができる。

【００１２】
「１，４－フェニレン（これは、場合によりハロゲン、シアノ、メチル、メトキシ及び／又はアセチルでモノ置換又は複数置換されている）」とは、本発明の範囲において、１，４－フェニレン、及び、フッ素、臭素、塩素、シアン、メチル、メトキシ又はアセチル等で置換されている１，４－フェニレン、例えば２－又は３－フルオロ－１，４－フェニレン、２，３－、２，６－又は３，５－ジフルオロ－１，４－フェニレン、２－又は３－クロロ－１，４－フェニレン、２，３－、２，６－、又は３，５－ジクロロ－１，４－フェニレン、２－又は３－ブロモ－１，４－フェニレン、２－又は３－シアノ－１，４－フェニレン、２，３－ジシアノ－１，４－フェニレン、２－又は３－アセチル－１，４－フェニレン、２－又は３－メチル－１，４－フェニレン、２－又は３－メトキシ－１，４－フェニレン等を表す。式（Ｉ）の特に適切な化合物は、A_1 及びA_2 が同一であり、かつ１，４－フェニレン、又は２－若しくは３－フルオロ－１，４－フェニレンであるものである。

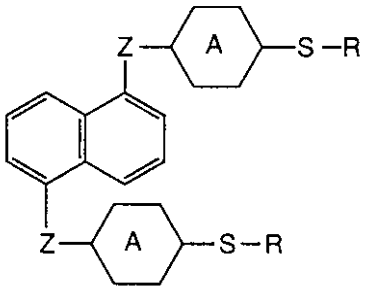
【００１３】
スペーサー基S^1 及びS^2 は、所望であれば、キラルでもよい。式（Ｉ）の好ましい化合物は、S^1 及びS^2 が同義である化合物である。好ましいスペーサー基は、Ｙが水素を表し、ｍが４～１２の整数を表す基である。

【００１４】
好ましい残基R^1 及びR^2 は、アクリレート、メタクリレート、２－クロロアクリレート、２－フェニルアクリレート、アクリロイルフェニレン、アクリルアミド、メタクリルアミド、２－フェニルアクリルアミド、エポキシ、ビニルオキシ、ビニルエステル、スチレン誘導体、マレイン酸誘導体、フマル酸誘導体等である。これらの残基は、式（Ｉ）の化合物を使用して適切な担体を被覆した後、光化学的に架橋し得る。特に、残基R^1 及びR^2 が同義である式（Ｉ）の化合物が好ましい。これらは、好ましくはアクリレート、メタクリレート、２－クロロアクリレート、２－フェニルアクリレート、ビニルオキシ又はエポキシを表す。

【００１５】
特に好ましい式（Ｉ）の化合物は、ナフチル環が、Z^1 及びZ^2 と１及び５位、又は１及び４位で結合し、特にZ^1 及びZ^2 が同義であり、かつ－OCH_2 －、－CH_2 Ｏ－、－ＣＯＯ－又は－ＯＯＣ－を表す化合物である。
【００１６】
特に好ましい化合物は、一般式（Ｉ－Ａ）及び（Ｉ－Ｂ）：
【００１７】
【化７】



I-A



I-B

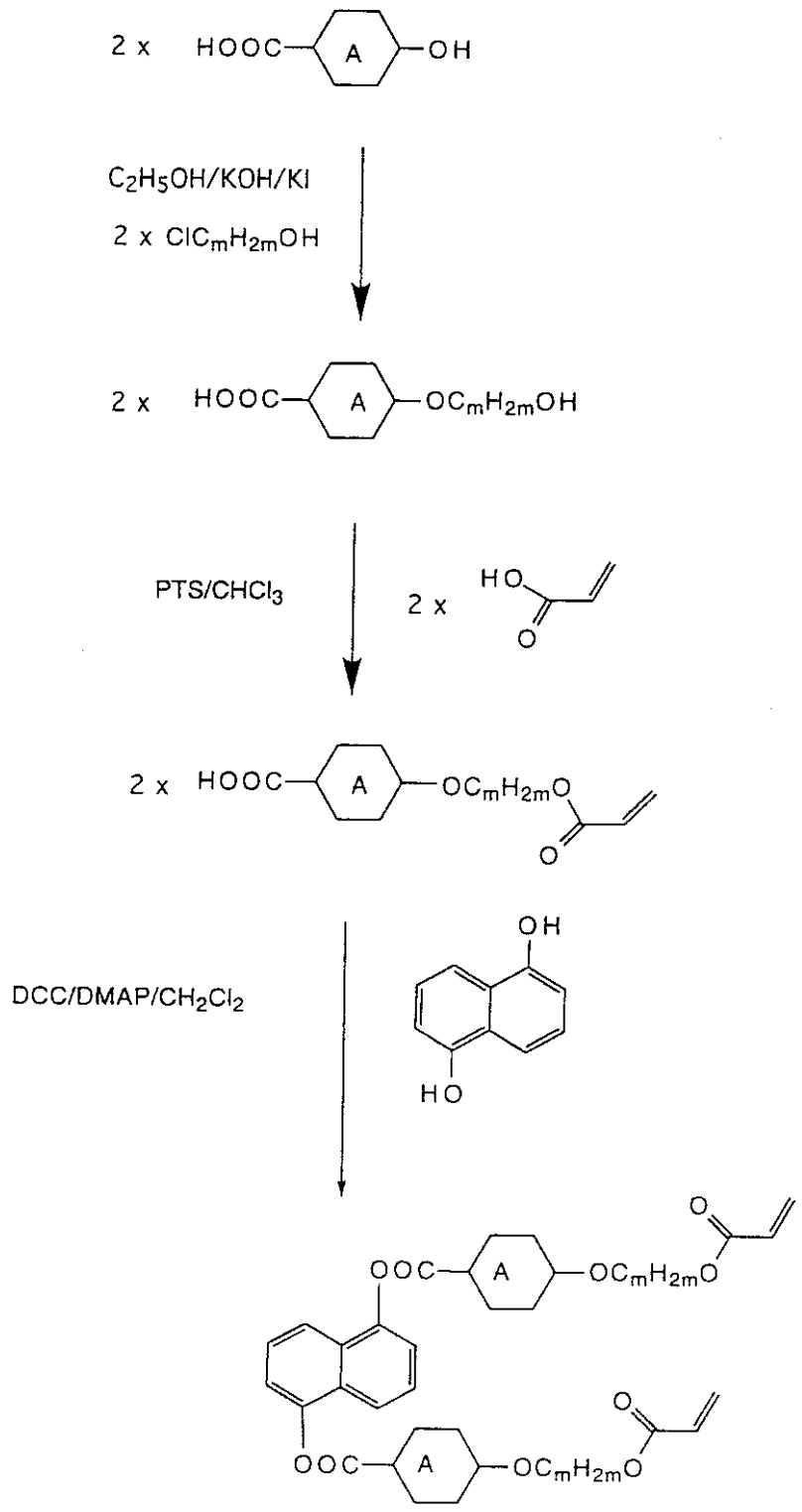
【００１８】
（式中、
Ｒは、アクリレート、メタクリレート、２－クロロアクリレート、２－フェニルアクリレート、ビニルオキシ又はエポキシを表し；
Ｓは、－（CH_2）$_{m'}$－、－Ｏ（CH_2）$_{m'}$－又は－（CH_2）$_{m'}$Ｏ－を表し；
ｍ’は、４～１２の整数を表し；
Ａは、１，４－フェニレン又は２－若しくは３－フルオロ－１，４－フェニレンを表し；そして
Ｚは、－OCH_2 －又は－ＯＯＣ－を表す）で示される化合物である。
【００１９】
式（Ｉ）の化合物は、合成的に非常に容易に得られる。例えば、Ｚが－ＯＯＣ－基を表す化合物は、４－〔ω－アクリルオキシアルキルオキシ〕－安息香酸及び対応するナフトヒドロキノンから生成することができる（反応スキーム１及び２を参照）。エステル化は、それ自体公知の方法で行うことができる。好ましい方法は、ナフトヒドロキノンをカルボン酸と、極性ではあるが不活性有機溶媒（例えば、ジメチルホルムアミド（ＤＭＦ）又はジクロロメタンのようなハロゲン化炭化水素）中で、４－（ジメチルアミノ）ピリジン（ＤＭＡＰ）及びＮ，Ｎ’－ジシクロヘキシルカルボジイミド（ＤＣＣ）の存在下で反応させることを含む。４－〔ω－アクリルオキシアルキルオキシ〕安息香酸は、それ自体公知であり、４－ヒドロキシ安息香酸を、強塩基及びω－ハロゲン化アルコール並びにヨウ化カリウムの存在下でアルキル化し、続いて４－〔ω－ヒドロキシアルキルオキシ〕安息香酸を、ｐ－トルエンスルホン酸（ＰＴＡ）の存在下でアクリル酸でエステル化することによって、調製することができる。
【００２０】

反応式中に用いられる記号は、前記の意味を有する。

【００２１】

【化８】

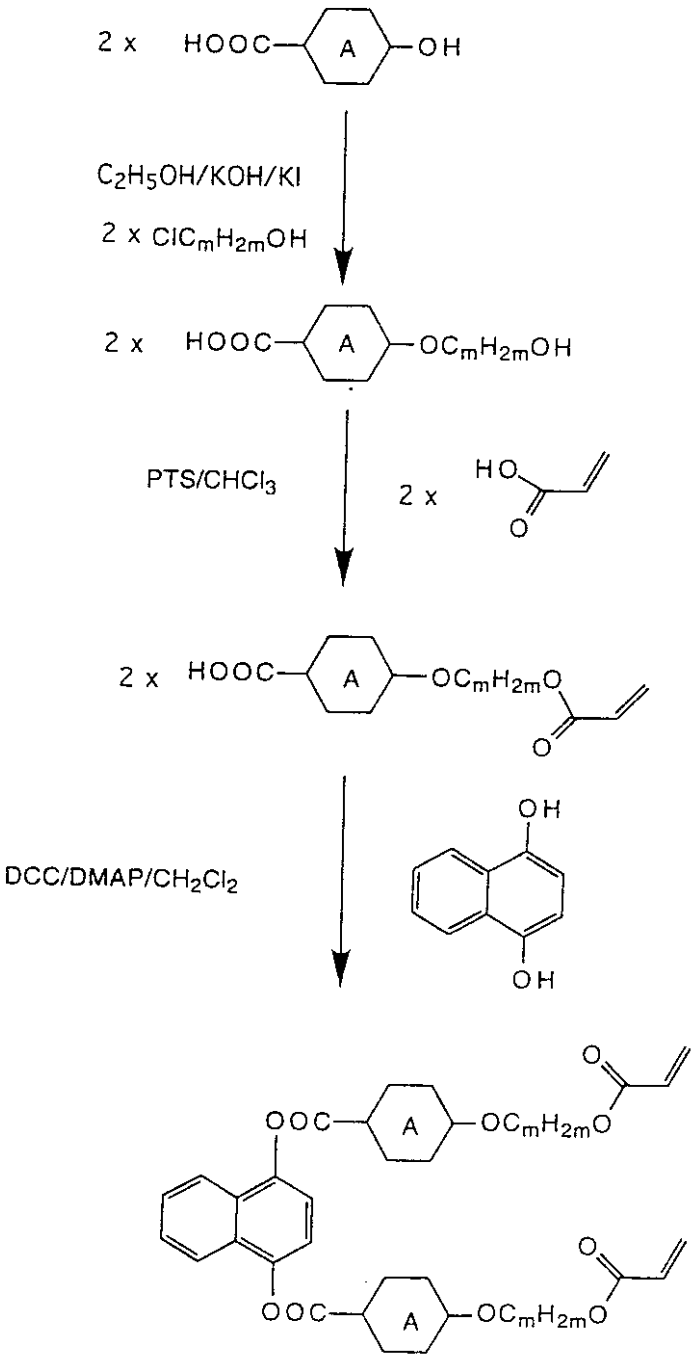
スキーム 1



【００２２】

【化９】

スキーム２



【００２３】

少量のＢＨＴ（２，６－ジ－ｔｅｒｔ－ブチル－４－メチル－フェノール／“ブチルヒドロキシトルエン”）を、望まない熱性架橋を阻止するため、各工程で混合した。

【００２４】

１，４－ビス（４－〔ω－アクリロイルオキシアルキルオキシ〕フェニルメチレンオキシ）－ナフタレン誘導体、すなわち、Ｚが－ＯＣＨ$_2$－基を表す式（Ｉ）の化合物は、対応する１，４－ナフトヒドロキノンを、４－〔ω－アクリロイルオキシアルキルオキシ）〕ベンジルアルコールと共にエステル化することによってそれ自体公知の方法で調製することができる。反応は、例えばジアルキルアゾジカルボキシレート及びトリフェニルホスフィンの存在下で行うことができる。付加物として使用される４－〔ω－アクリロイルオキシ）〕ベンジルアルコールは、アクリル酸と４－〔ω－ヒドロキシアルキルオキシ）〕ベ

ンジルアルデヒドの反応生成物を還元することによって調製することができる。４－〔ω－ヒドロキシアルキルオキシ）〕ベンズアルデヒドは、通常の塩基の存在下で、４－ヒドロキシベンズアルデヒドを、ω－ヒドロキシアルキルハライドでエーテル化することによって調製することができる。

【００２５】

式（Ｉ）の化合物は、単一化合物として、又は互いにその化合物の混合物、及び／又は他の液晶成分との混合物の形で使用することができる。

【００２６】

本発明による液晶混合物は、少なくとも２つの成分を含んでおり、そのうちの少なくとも１つの成分は式（Ｉ）の化合物である。第２の成分及びその他の成分は、式（Ｉ）のさらなる化合物又は光架橋性基を有するか若しくは有しない他の公知液晶化合物であり得る。１つ以上のキラル成分が、混合物中に存在することもできる。

【００２７】

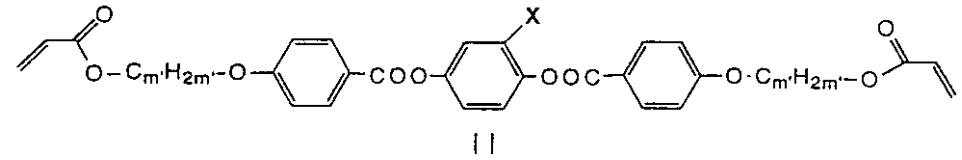
式（Ｉ）の化合物の良好な溶解性、それらの良好な相互混和性を考慮すると、本発明による混合物中の式（Ｉ）の異なる化合物の含量は、高くすることができ、１００重量％にすることができる。

【００２８】

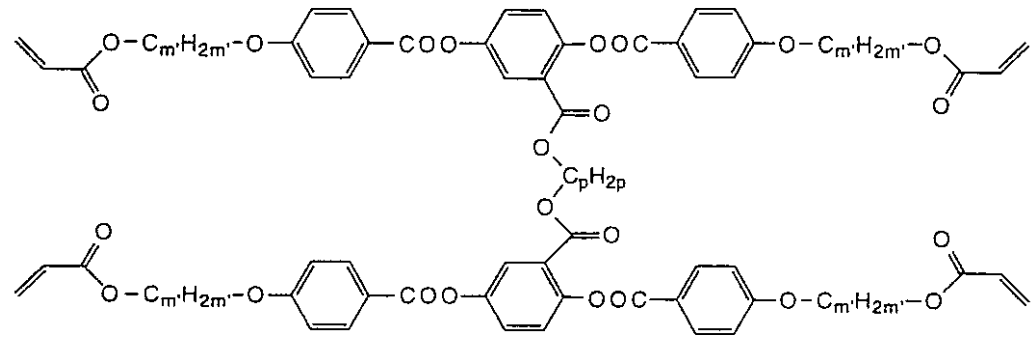
本発明による混合物は、式（Ｉ）の化合物の１つ以上に加えて、一般式（II）～（XII)：

【００２９】

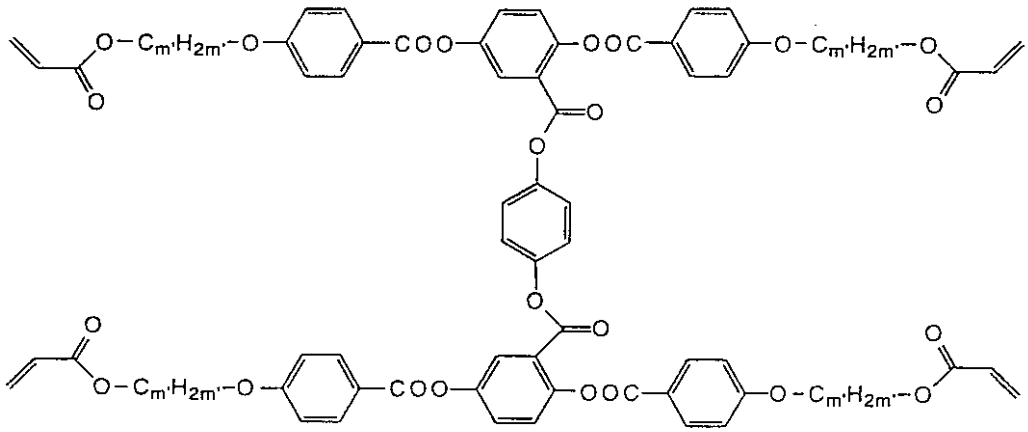
【化１０】



II

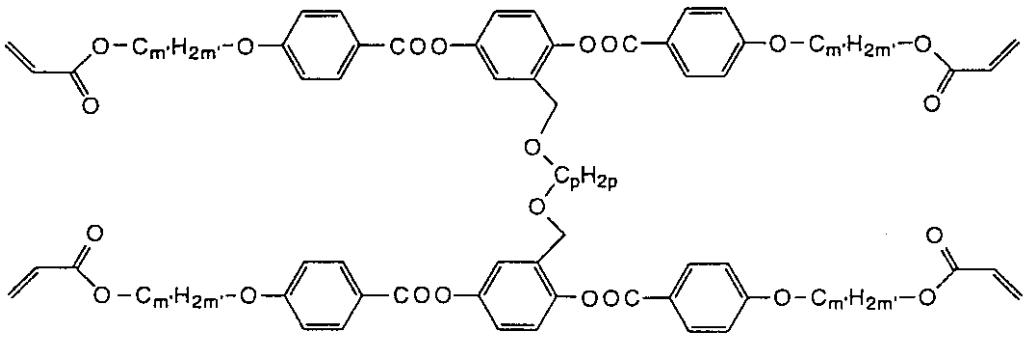


III

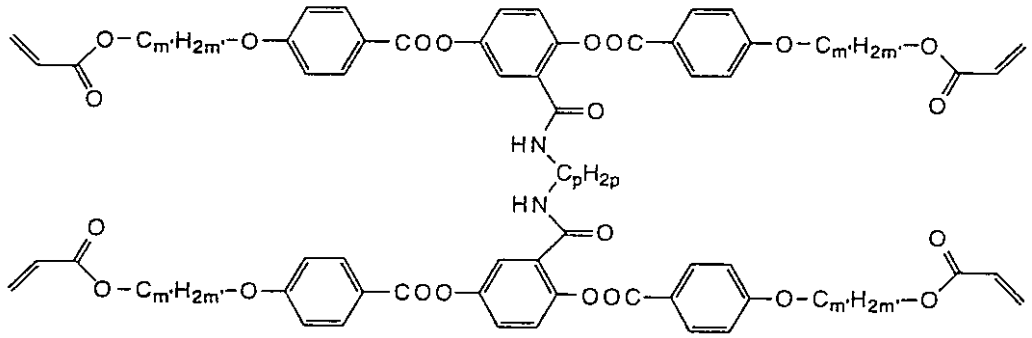


IV

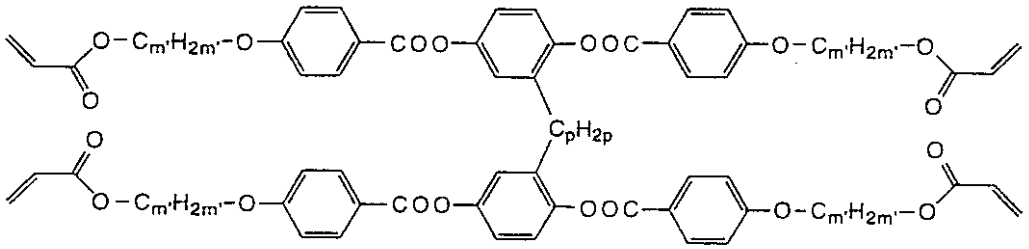
【００３０】
【化１１】



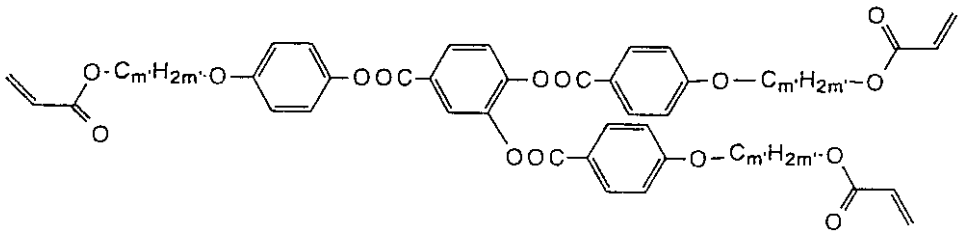
V



VI

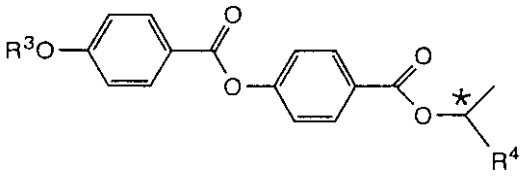


VII

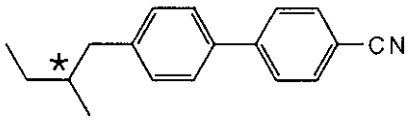


VIII

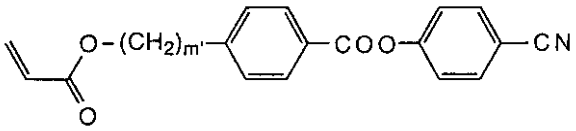
【００３１】
【化１２】



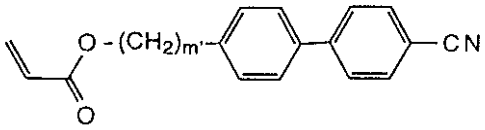
IX



X



XI



XII

【００３２】
（式中、
ｐは、２～１２の整数を表し；
R^3 及びR^4 は、それぞれ独立して、２～１２個の炭素原子を持つアルキル又はアルケニルを表し；
Ｘは、水素、低級アルキル、フッ素、臭素、塩素又はシアノを表し；
ｍ’は、４～１２の整数を表し；そして
＊は、キラリティ中心を表す）で示される化合物を１つ以上含むのが好ましい。
【００３３】
式（II）の化合物に関して、「低級アルキル」とは、メチル、エチル、プロピル、ｉ－プロピル、ブチル、ｉ－ブチル及びｔｅｒｔ－ブチルを含む。
【００３４】
式（Ｉ）の化合物及びこれらの化合物を含む液晶混合物の製造を、以下の実施例によって、より詳細に記述する。Ｃは、結晶相を表し、Ｓは、スメクチック相を表し、Ｎは、ネマクチック相を表し、そしてＩは、等方性相を表している。
【００３５】
【実施例】
実施例１
ジクロロメタン２０ml中の４－〔８－アクリロイルオキシオクチルオキシ〕安息香酸１．２５ｇ、１，４－ナフトヒドロキノン０．２５ｇ及び４－ジメチルアミノピリジン（ＤＭＡＰ）０．２ｇの溶液に、Ｎ，Ｎ’－ジシクロヘキシルカルボジイミド（ＤＣＣ）０．８ｇを、撹拌しながら室温で加えた。反応混合物を室温で一晩撹拌し、水１００ml中に注ぎ、次いでそれぞれジクロロメタン５０mlで３回抽出した。有機相を合わせ、それぞれ水１００mlで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥し、ろ過し、次いでろ液を濃縮した。残渣を、シクロヘキサン／エチルアセテート（容量８：２）によるシリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、薄層クロマトグラフィーにより純品である画分を、エチルアルコールから再結晶（２回）して、１，４－ビス（４－〔８－アクリロイルオキシオクチルオキシ〕－フェニルカルボニルオキシ）ナフタレンを得た。；m.p.(C-N)94 ℃，cl.p. (N-I)104

℃
【００３６】
以下の化合物は、同様の方法で調製することができた：
【００３７】
１，４－ビス（４－〔３－アクリロイルオキシプロピルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔４－アクリロイルオキシブチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔５－アクリロイルオキシペンチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔６－アクリロイルオキシヘキシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔７－アクリロイルオキシヘプチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔９－アクリロイルオキシノニルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔１０－アクリロイルオキシデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン
１，４－ビス（４－〔１１－アクリロイルオキシウンデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；m.p.(C-I)106℃, cl.p.(N-I)98℃；
１，４－ビス（４－〔１２－アクリロイルオキシドデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔３－アクリロイルオキシプロピルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔４－アクリロイルオキシブチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔５－アクリロイルオキシペンチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔６－アクリロイルオキシヘキシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔７－アクリロイルオキシヘプチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔８－アクリロイルオキシオクチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；m.p.(C-I)130℃, cl.p.(N-I)108 ℃；
１，５－ビス（４－〔９－アクリロイルオキシノニルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔１０－アクリロイルオキシデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔１１－アクリロイルオキシウンデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔１２－アクリロイルオキシドデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン。
【００３８】
実施例２
ジクロロメタン２０ml中の４－〔８－ビニルオキシオクチルオキシ〕安息香酸１．２５ｇ、１，４－ナフトヒドロキノン０．２５ｇ、４－ジメチルアミノピリジン０．２ｇの溶液中に、Ｎ，Ｎ’－ジシクロヘキシルカルボジイミド０．８ｇを、室温で撹拌しながら加えた。反応混合物を室温で一晩撹拌し、水１００ml中に注ぎ、次いでそれぞれジクロロメタン５０mlで３回抽出した。有機相を合わせ、それぞれ水１００mlで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥し、ろ過し、その後ろ液を濃縮した。残渣をシクロヘキサン／エチルアセ

テート（容量８：２）によるシリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、薄層クロマトグラフィーにより純品である画分をエチルアルコールから再結晶（２回）して、１，４－ビス（４－〔８－ビニルオキシオクチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン０．５ｇを得た。

【００３９】

以下の化合物は、同様の方法で調製することができた：

【００４０】

１，４－ビス（４－〔３－ビニルオキシプロピルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔４－ビニルオキシブチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔５－ビニルオキシペンチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔６－ビニルオキシヘキシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔７－ビニルオキシヘプチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔９－ビニルオキシノニルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔１０－ビニルオキシデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔１１－ビニルオキシウンデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，４－ビス（４－〔１２－ビニルオキシドデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔３－ビニルオキシプロピルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔４－ビニルオキシブチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔５－ビニルオキシペンチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔６－ビニルオキシヘキシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔７－ビニルオキシヘプチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔８－ビニルオキシオクチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔９－ビニルオキシノニルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔１０－ビニルオキシデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔１１－ビニルオキシウンデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；
１，５－ビス（４－〔１２－ビニルオキシドデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン。

【００４１】

実施例３

ジクロロメタン２０ｍｌ中の４－〔７，８－オキシランオクチルオキシ〕安息香酸１．２５ｇ、１，４－ナフトヒドロキノン０．２５ｇ、４－ジメチルアミノピリジン０．２ｇの溶液に、Ｎ，Ｎ’－ジシクロヘキシルカルボジイミド０．８ｇを、室温で撹拌しながら加え

た。反応混合物を室温で一晩撹拌し、水１００ｍｌ中に注ぎ、次いでそれぞれジクロロメタン５０ｍｌで３回抽出した。合わせた有機相をそれぞれ水１００ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥し、ろ過し、その後、ろ液を濃縮した。残渣をシクロヘキサン／エチルアセテート（容量８：２）によるシリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、薄層クロマトグラフィーにより純品である画分をエチルアルコールから再結晶化（２回）して、１，４－ビス（４－〔７，８－オキシランオクチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン０．５ｇを得た。

【００４２】

以下の化合物は同様の方法で調製することができた：

【００４３】

１，４－ビス（４－〔２，３－オキシランプロピルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，４－ビス（４－〔３，４－オキシランブチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，４－ビス（４－〔４，５－オキシランペンチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，４－ビス（４－〔５，６－オキシランヘキシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，４－ビス（４－〔６，７－オキシランヘプチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，４－ビス（４－〔８，９－オキシランノニルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，４－ビス（４－〔９，１０－オキシランデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，４－ビス（４－〔１０，１１－オキシランウンデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，４－ビス（４－〔１１，１２－オキシランドデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，５－ビス（４－〔２，３－オキシランプロピルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，５－ビス（４－〔３，４－オキシランブチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，５－ビス（４－〔４，５－オキシランペンチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，５－ビス（４－〔５，６－オキシランヘキシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，５－ビス（４－〔６，７－オキシランヘプチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，５－ビス（４－〔７，８－オキシランオクチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，５－ビス（４－〔８，９－オキシランノニルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，５－ビス（４－〔９，１０－オキシランデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，５－ビス（４－〔１０，１１－オキシランウンデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン；

１，５－ビス（４－〔１１，１２－オキシランドデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン。

【００４４】

実施例４

１，４－ビス（４－〔８－アクリロイルオキシオクチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ナフタレン８０重量％及び１－クロロ－２，５－ビス（４－〔６－アクリロイルオキシヘキシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ）ベンゼン２０重量％の混合物（C-N，＜20℃，N-I，105℃）を準備し、光重合開始剤（IRGACURE、チバガイギー）１重量％で処理し、アニソール（４０重量％）中に溶解し、次いで２，０００回転／分でガラス板上で回転させた。ガラス板は、予めポリ〔メタクリロイルオキシエチル３－（Ｅ）－〔４－シアノ－４’－ビフェニル〕アクリレート〕でコーティングし、次いでスイス特許出願ＣＨ２０１６／９４に記載されているように直線偏光で照射した。それによって、所定の構造を、（ＰＰＮ）層のマスクを使用して、写真平板的に刻んだ。新しい層（ＰＰＮ層上）を加熱ブロック上で９０℃で乾燥し、９０℃で真空下、真空オーブン中でキセノン光を照射した。刻まれた原形構造が残り、新しい網目組織によって忠実に複写された。明確な複屈折（Δｎ）を確認した。この層は、構造的光学遅延剤として機能することができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C09K 19/46 (2006.01) C09K 19/46

審査官 井上 千弥子

(56)参考文献 米国特許第０４６８３３２７（ＵＳ，Ａ）
特開平０２－００６９２７（ＪＰ，Ａ）
特開平０９－１０４６５６（ＪＰ，Ａ）
Journal of Polymer Science, Part A: Polymer Chemistry, Vol.32, No.16, pp3069-3089, 1994

(58)調査した分野(Int.Cl., ＤＢ名)
CA(STN)
REGISTRY(STN)