

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3866307号
(P3866307)

(45) 発行日 平成19年1月10日(2007.1.10)

(24) 登録日 平成18年10月13日(2006.10.13)

(51) Int. Cl. F I
C07C 69/92 (2006.01) C O 7 C 69/92
C07C 235/58 (2006.01) C O 7 C 235/58
C07C 255/50 (2006.01) C O 7 C 255/50
C09K 19/20 (2006.01) C O 9 K 19/20
C09K 19/38 (2006.01) C O 9 K 19/38

請求項の数 8 (全 31 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平7-69149
 (22) 出願日 平成7年3月28日(1995.3.28)
 (65) 公開番号 特開平7-278060
 (43) 公開日 平成7年10月24日(1995.10.24)
 審査請求日 平成14年3月27日(2002.3.27)
 (31) 優先権主張番号 00953/94-4
 (32) 優先日 平成6年3月30日(1994.3.30)
 (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
 スイス国、ツェーハー4313 メーリン、
 フランケンシュトラーセ 10

最終頁に続く

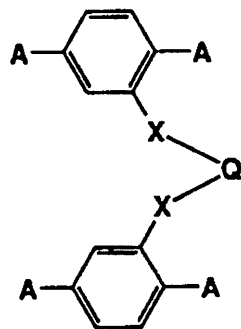
(54) 【発明の名称】 光架橋性液晶

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

一般式(I) :

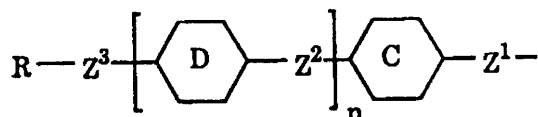
【化1】



I

{ 式中、A は、一般式(II) :

【化 2】



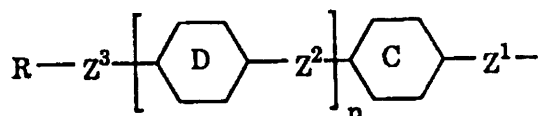
II

〔式中、環C及びDは、各々独立して、1,4-フェニレン(ここで、これは、場合によりハロゲン、メチル及びノ又はシアノで置換されていてもよい)、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-ジオキサソ-2,5-ジイルを表し; Z¹ は、-CH₂CH₂-、-CH₂O-、-COO-、-OOC-、-(CH₂)₄-又は-(CH)₃O-を表し、Z² は、単結合、-CH₂CH₂-、-CH₂O-、-OCH₂-、-COO-、-OOC-、-(CH₂)₄-、-O(CH₂)₃-又は-(CH₂)₃O-を表し; Z³ は、-(CH₂)_m-、-(CH₂)_mO-、-O(CH₂)_m-、-(CH₂)_mCOO-、-OOC(CH₂)_m-、-(CH₂)_mOOC-又は-COO(CH₂)_m-を表し; nは、0又は1であり; mは、1乃至16の整数であり; そして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、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、イタコン酸エステル、ビニルエーテル、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、又はケイ皮酸誘導体(ここで、これらは、場合により、メチル、メトキシ、シアノ及びノ若しくはハロゲンで置換されていてもよい)の架橋性基である〕
 で示される架橋性中間相形成残基を表し、Xは、単結合、-COO-、-CH₂O-、-CONH-又は-C=N-を表し、そしてQは、n-アルキレン、c-アルキレン、1,4-フェニレン、4,4'-ビフェニレン又は2,6-ナフチレンを表す〕
 で示される化合物。

【請求項 2】

中間相形成残基Aが、式(II)：

【化 3】



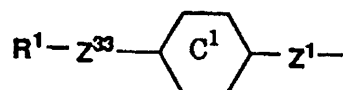
II

(式中、環C及びDは、各々独立して、非置換若しくはフルオロ置換フェニレン、ピリジン-2,5-ジイル、ピリミジン-2,5-ジイル又はトランス-1,4-シクロヘキシレンを表し; Z¹ は、-CH₂O-、-COO-又は-OOC-を表し; Z² は、単結合、-CH₂CH₂-、-CH₂O-、-OCH₂-、-COO-又は-OOC-を表し; そしてZ³、n及びRは、請求項1で定義された意味を有する)
 で示される残基である請求項1記載の化合物。

【請求項 3】

中間相形成残基Aが、式(II-a)：

【化 4】



II-a

(式中、R¹ 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; Z³³ は、-(CH₂)_m-、-(CH₂)_mO-、-(CH₂)_mCOO-又は-(CH₂)_mOOC-を表し; mは、4乃至12の整数であり; 環Cは、場合によりハロゲンで置換されていてもよい1,4-フ

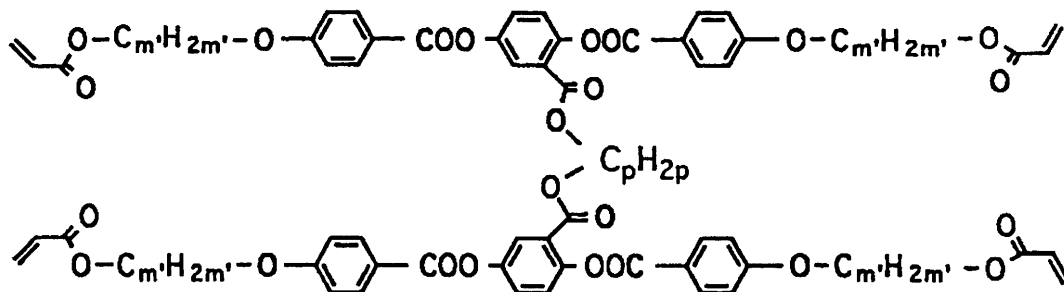
エニレン、又はトランス-1,4-シクロヘキシレンを表し；そしてZ¹は、-CH₂CH₂-、-CH₂O-、-COO-、-OOC-、-(CH₂)₄-又は-(CH)₃O-を表す)

で示される残基である請求項1又は2記載の化合物。

【請求項4】

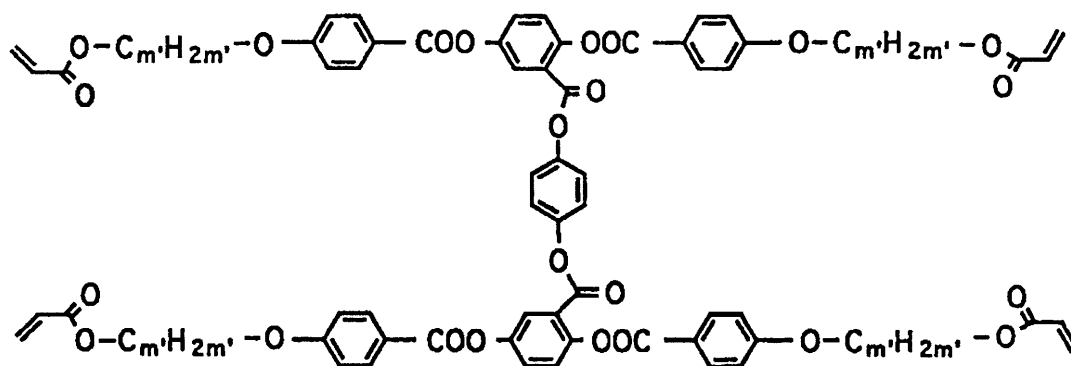
式(I-a)~(I-f)：

【化5】



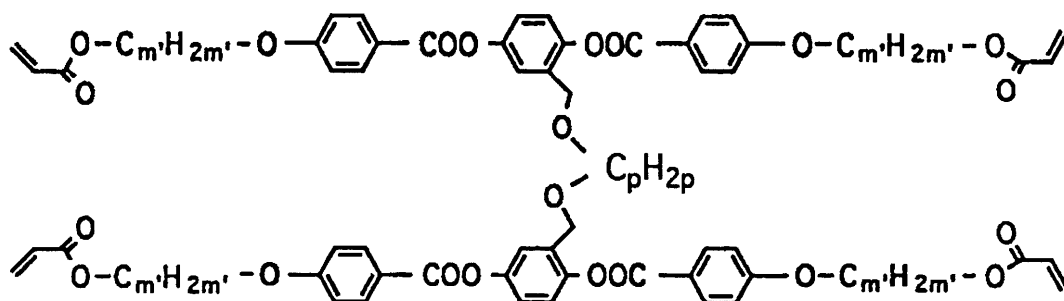
10

I-a



20

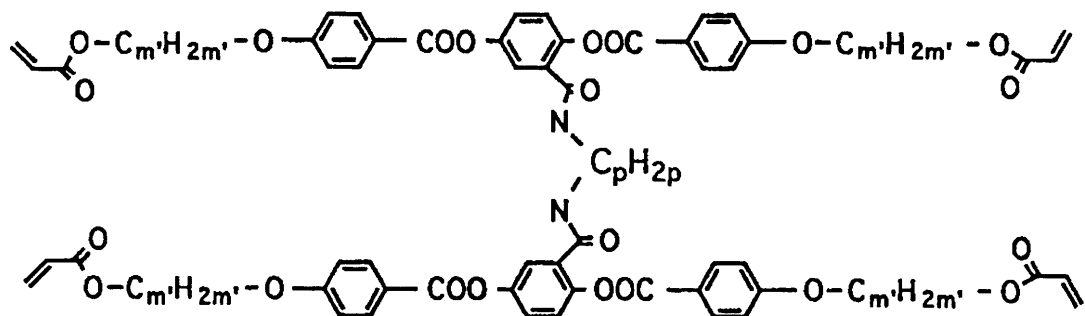
I-b



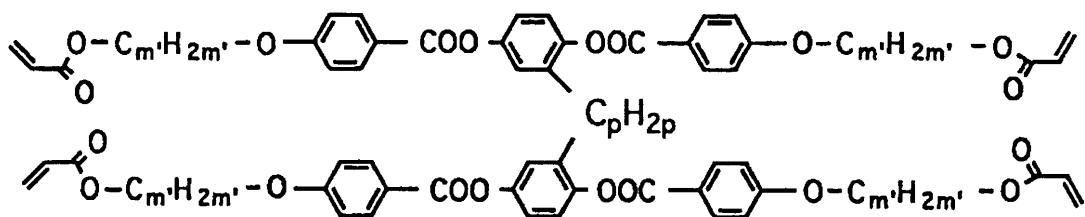
40

I-c

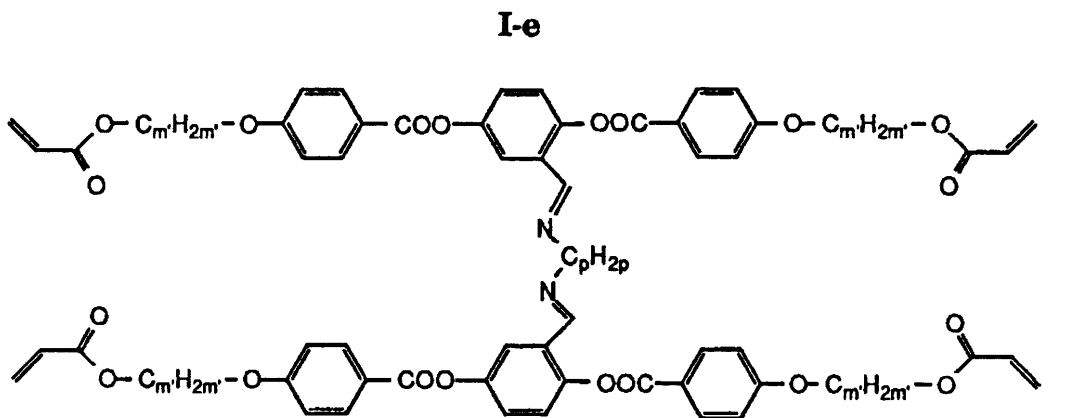
【化 6】



10



20



30

I-f

(式中、 m は、4乃至12の整数を表し、そして p は、2乃至12の整数を表す)
で示される化合物。

【請求項 5】

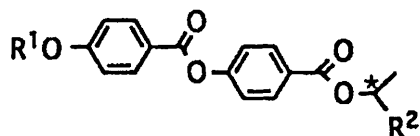
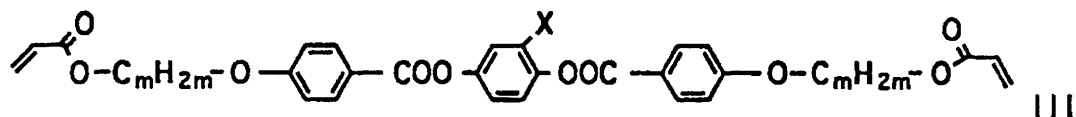
40

少なくとも2種の成分からなり、そのうちの少なくとも1種の成分が、請求項1で定義された式(I)の化合物である架橋性液晶混合物。

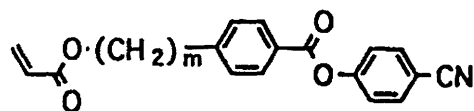
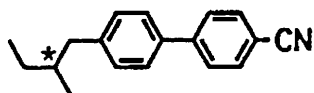
【請求項 6】

式(I)で示される化合物1種以上に加えて、式(III)~(VII)：

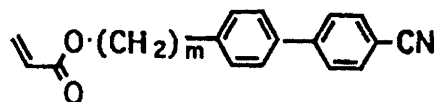
【化 7】



10



20



(式中、 R^1 及び R^2 は、各々独立して、2乃至12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、低級アルキル、フルオロ、ブロモ、クロロ又はシアノを表し；そして m は、1乃至16の整数を表す)

で示される群からの化合物1種以上を含有する請求項5記載の架橋性液晶混合物。

【請求項7】

30

光学的構成要素のための架橋状態での、請求項1乃至4のいずれか1項記載の化合物の使用方法。

【請求項8】

光学的構成要素のための架橋状態での、請求項5又は6記載の架橋性液晶混合物の使用方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、光架橋性液晶、そのような化合物を含有する液晶混合物及び光学的構成要素のための架橋状態でのそれらの用途に関する。

40

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

適当量の光開始剤を供給された光架橋性液晶は、ガラス若しくはシリコンなどの基質上の配向層により、又は電場若しくは磁場によって配向されることができ、次いで、適切な波長の光の照射によって架橋することができる。このように形成された配向は、高温においてさえも残存する。このことは、配向層が、偏光された紫外線による選択的な照射によって液晶層上の高分解配向パターンを誘導する光配向性高分子網状組織層(PPN)からなる場合にも当てはまる。このようなハイブリッド層は、薄い高分子層の光学的に記録された高分解配向構造を、ある厚さの複屈折密集架橋高分子層に移動することを可能にする。光架橋性液晶又は光架橋性液晶及び低分子量の液晶及び/又は光学活性(キラル)添加剤が

50

らなる混合物が、用途に応じて用いられる。したがって、例えば、光学的遅延材、導波管、光学的グリッド及びフィルター、積層カラーフィルター、圧電光学的構成要素などの長期間の安定性を有する光学的構成要素及び非線状光学（NLO）性を有する光学構成要素を製造することができる。このような光学構成要素は、例えば映写システムに使用することができる。

【0003】

例えば、複屈折性、屈折率、透明性などの異なる性質は、応用分野に左右される異なる要求を満たさなければならない。例えば、光学遅延材用の材料は、積層光学的構成要素の層の厚さを最小に維持できるようにするために、高い複屈折性を有するべきである。

【0004】

光学的構成要素のための光架橋性液晶における一般的な重要性の他に、このような液晶材料は、光学的データ伝達のための外装用ガラス繊維に適切である。このような材料の使用によって、繊維の長手方向軸の弾性率が増加し、熱膨張係数が減少し、微小歪み損失が減少する。このことは、機械的安定性の増加をもたらす。

【0005】

光架橋性液晶は、良好な化学的及び熱的安定性、通常の溶媒への良好な溶解性及び電場及び電磁気照射に対する良好な安定性を有さなければならない。更に、それらは、約25ないし約80、可能であれば約25ないし約100で、適切な中間相、例えば、幅広いスメクチック又はネマチック中間相及び上述した応用のために、それぞれキラルスメクチック及びコレステリック中間相を有するべきである。

【0006】

液晶は、通常数種の成分の混合物として使用され、その成分は、互いに良好な混和性を有することが重要である。

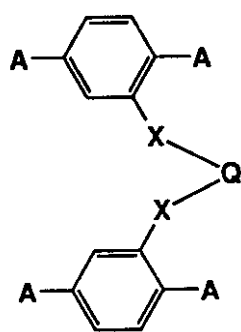
【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明は、単一成分又はこのような光学構成要素のための液晶混合物の成分として著しく適切な化合物を今提供するものである。従って、本発明の目的は、一般式（I）：

【0008】

【化8】



I

【0009】

（式中、Aは、架橋性中間相形成残基を表し、Xは、単結合、 $-COO-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-CONH-$ 又は $-C=N-$ を表し、そしてQは、 n -アルキレン、 c -アルキレン、1,4-フェニレン、4,4'-ビフェニレン又は2,6-ナフチレンを表す）
で示される化合物からなる光架橋性液晶を提供することである。

【0010】

一般式（I）で示される化合物は、その比較的低い粘度によって際立っている。したがって、それらは、問題なく適切な表面に適用することができる。一般的に、これは回転塗布によって行われる。更に、本発明の化合物は、液晶相を有するので、それらは、架橋前に電場の適用によって配向することができる。これは、特に、中間相形成残基Aが、一般式

10

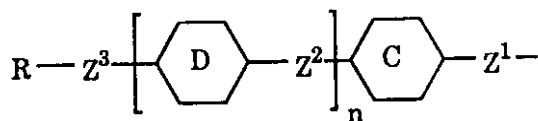
20

30

40

50

(II) :
 【 0 0 1 1 】
 【 化 9 】



II

10

【 0 0 1 2 】

(式中、環C及びDは、各々独立して、1,4-フェニレン(ここで、これは、場合によりハロゲン、メチル及びノ又はシアノで置換されていていてもよい)、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-ジオキサソ-2,5-ジイルを表し; Z¹ は、-CH₂CH₂-、-CH₂O-、-COO-、-OOC-、-(CH₂)₄-又は-(CH)₃O-を表し、Z² は、単結合、-CH₂CH₂-、-CH₂O-、-OCH₂-、-COO-、-OOC-、-(CH₂)₄-、-O(CH₂)₃-又は-(CH₂)₃O-を表し; Z³ は、-(CH₂)_m-、-(CH₂)_mO-、-O(CH₂)_m-、-(CH₂)_mCOO-、-OOC(CH₂)_m-、-(CH₂)_mOOC-又は-COO(CH₂)_m-を表し; nは、0又は1であり; mは、1乃至16の整数であり; そして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、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、イタコン酸エステル、ビニルエーテル、ビニルエステル、スチレン誘導体、マレイン酸誘導体、フマル酸誘導体又はケイ皮酸誘導体(ここで、これらは、メチル、メトキシ、シアノ及びノ又はハロゲンで置換されていていてもよい)などの架橋性基である)で示される残基を各々表わす本発明に従った式(I)の化合物のための場合である。

20

【 0 0 1 3 】

特に好ましい中間相形成残基は、環C及びDが、各々独立して、非置換若しくはフルオロ置換1,4-フェニレン、ピリジン-2,5-ジイル、ピリミジン-2,5-ジイル又はトランス-1,4-シクロヘキシレンを表し; Z¹ が、-CH₂O-、-COO-又は-OOC-を表わし; そしてZ² が、-CH₂CH₂-、-CH₂O-、-OCH₂-、-COO-又は-OOC-を表わす残基である。

30

【 0 0 1 4 】

用語“n-アルキレン”は、本発明の範囲において、炭素数1乃至16の直鎖アルキレンを表わす。特に好ましいアルキレンは、1,4-ブチレン、1,5-ペンチレン、1,6-ヘキシレン、1,7-ヘプチレン、1,8-オクチレン、1,9-ノニレン、1,10-デシレン、1,11-ウンデシレン及び1,12-ドデシレンである。用語“c-アルキレン”は、例えば、1,3-シクロブチレン、1,2-又は1,3-シクロペンチレン、1,4-シクロヘキシレン、1,4-ビスクロ(2.2.2)オクタンなどのような炭素数4乃至8の環状アルキレンを表わす。

40

【 0 0 1 5 】

“場合によりハロゲン、メチル及びノ又はシアノで任意に置換されていていてもよい1,4-フェニレン”は、本発明において、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、1,3-ジフルオロ-1,4-フェニレン、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-ジクロロ-1,4-フェニレン、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-メチル-1,4-フェニレン、2-又は3-シアノ-1,4-フェニレンなどの、フルオロ-、ブロモ-、クロロ-、メチル-又はシアノ-置換1,4-フェニレンを包含する。

50

【0016】

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、ビニルエーテル、ビニルエステル、スチレン誘導体、マレイン酸誘導体、フマル酸誘導体などは、好ましい残基 R である。これらの残基は、適切な担体を式 (I) で示される化合物で塗布した後、光化学的に架橋することができる。

【0017】

アクリレート、メタクリレート、アクリロイルオキシ、メタクリロイルオキシ、ビニルオキシ及びエポキシは、特に好ましい残基 R である。

【0018】

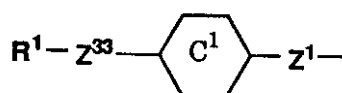
好ましくは、式 (I) で示される化合物中の X は、 $-COO-$ 、 $-CONH-$ 又は $-CH_2O-$ 基を表わす。これらの基は、対応するアルデヒドから容易に入手でき、次いで、好ましくは、 $-(CH_2)_p-$ (式中、p は、2 乃至 12 の整数である) 及び 1, 2 又は 1, 4-フェニレンを表わす基 Q の適切な誘導体と容易に反応することができる。

【0019】

本発明の中間相化合物は、中間相形成側鎖 A 中の環の変化により影響させることができる。このように、複素環は、スメクチック相を生成する傾向を有し、一方、シクロヘキシルン環は、ネマチックの傾向を促進する。好ましくは、これらの中間相形成残基 A は、n が 0 である式 (II) で示される残基、例えば、式 (II-a) :

【0020】

【化10】



II-a

【0021】

(式中、 R^1 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わし; Z^{33} は、 $-(CH_2)_m-$ 、 $-(CH_2)_mO-$ 、 $-(CH_2)_mCOO-$ 又は $-(CH_2)_mOOC-$ を表わし; m は、4 乃至 12 の整数であり; 環 C^1 は、1, 4-フェニレン (ここで、これは、場合によりハロゲンで置換されていてもよい) 又はトランス-1, 4-シクロヘキシルン環を表わし; そして Z^1 は、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OOC-$ 、 $-(CH_2)_4-$ 又は $-(CH_2)_3O-$ を表わす)

で示される残基である。

【0022】

式 (I) で示される特に好ましい化合物は、式 (I-a) ~ (I-f) :

【0023】

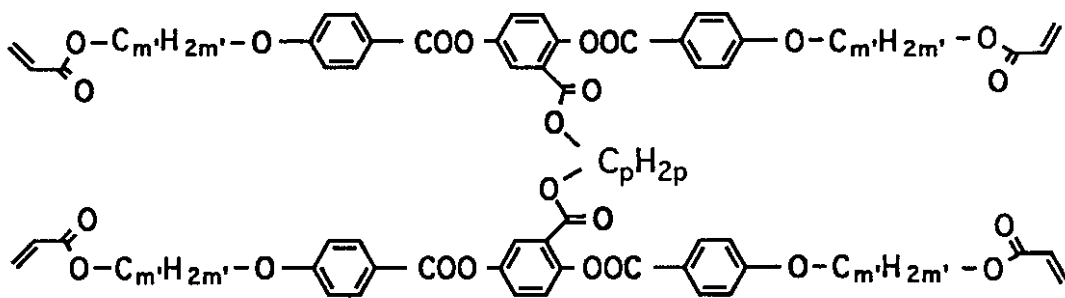
【化11】

10

20

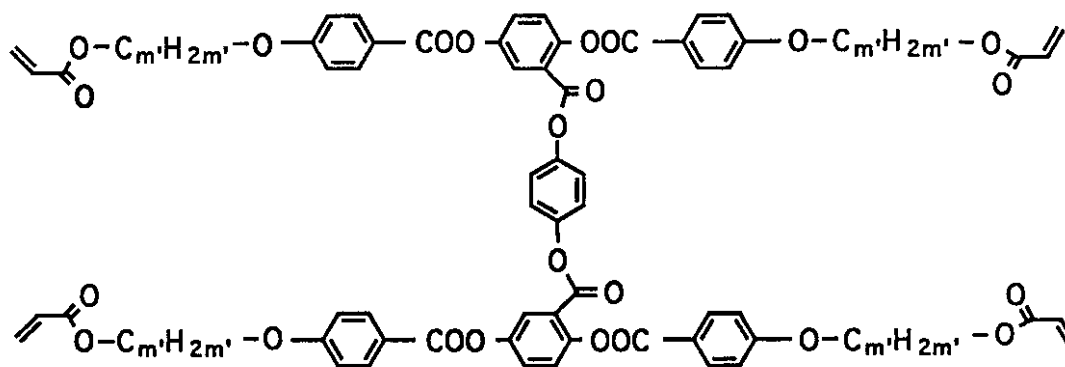
30

40



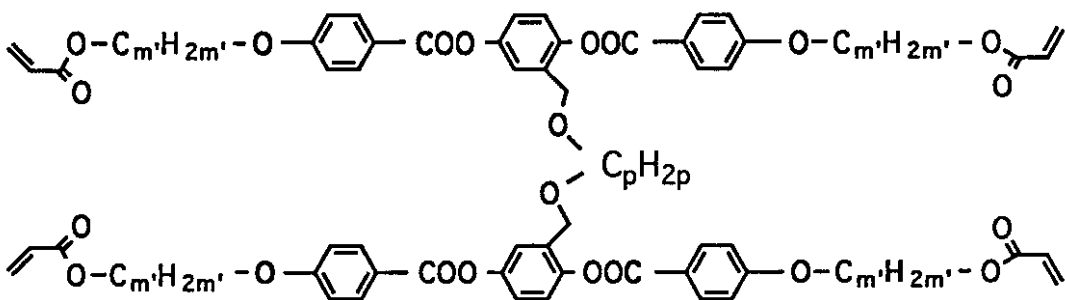
10

I-a



20

I-b



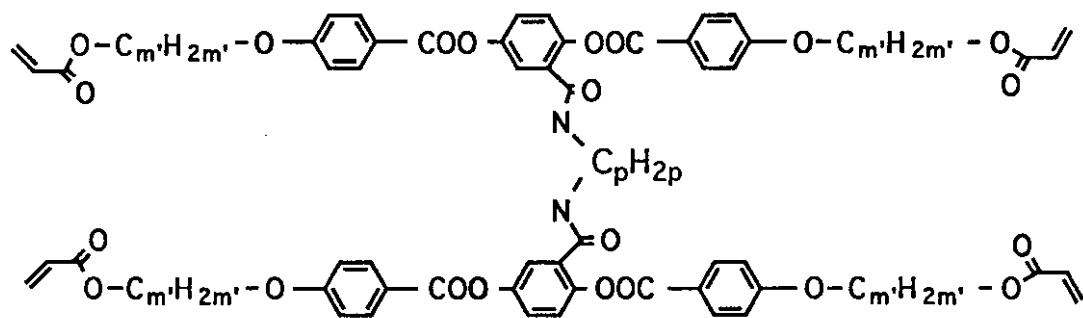
30

I-c

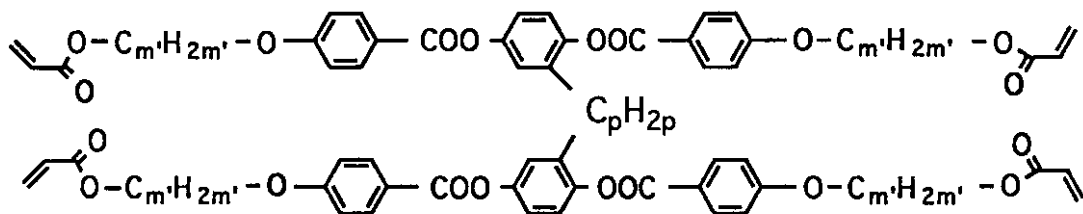
【 0 0 2 4 】

【 化 1 2 】

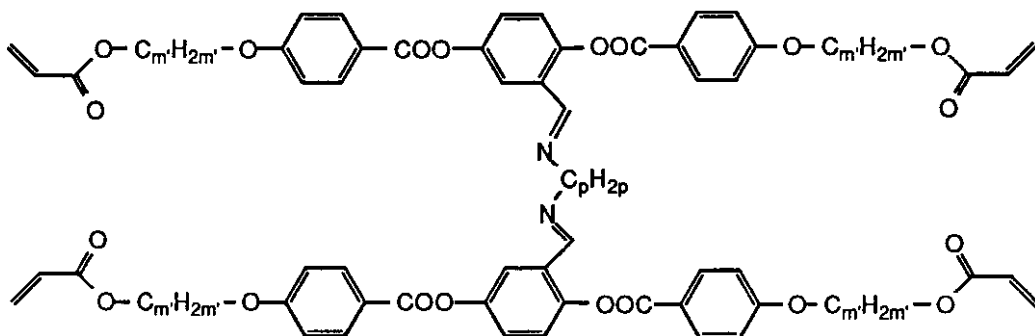
40



10

I-d

20

I-e

30

I-f

【0025】

(式中、 m は、4乃至12の整数を表わし、そして p は、2乃至12の整数を表わす)で示される化合物である。

40

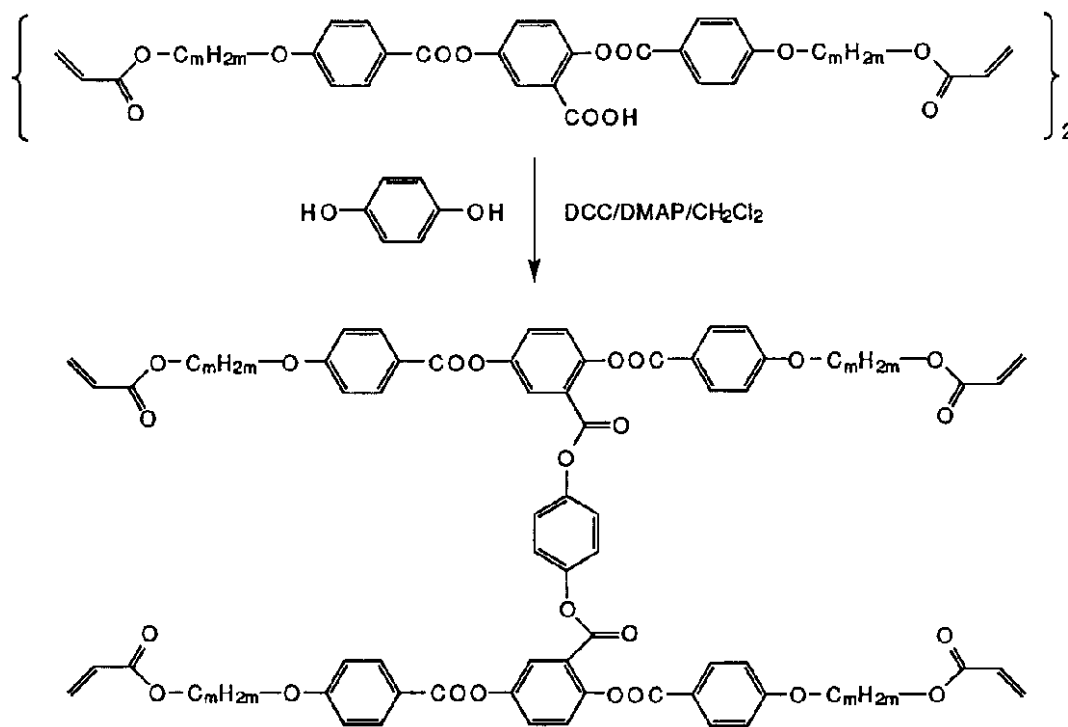
【0026】

本発明の化合物を得る方法は、非常に単純である。その化合物は、スキーム1~6に図示されているようなそれ自体公知の方法で調製することができる。

【0027】

【化13】

スキーム2



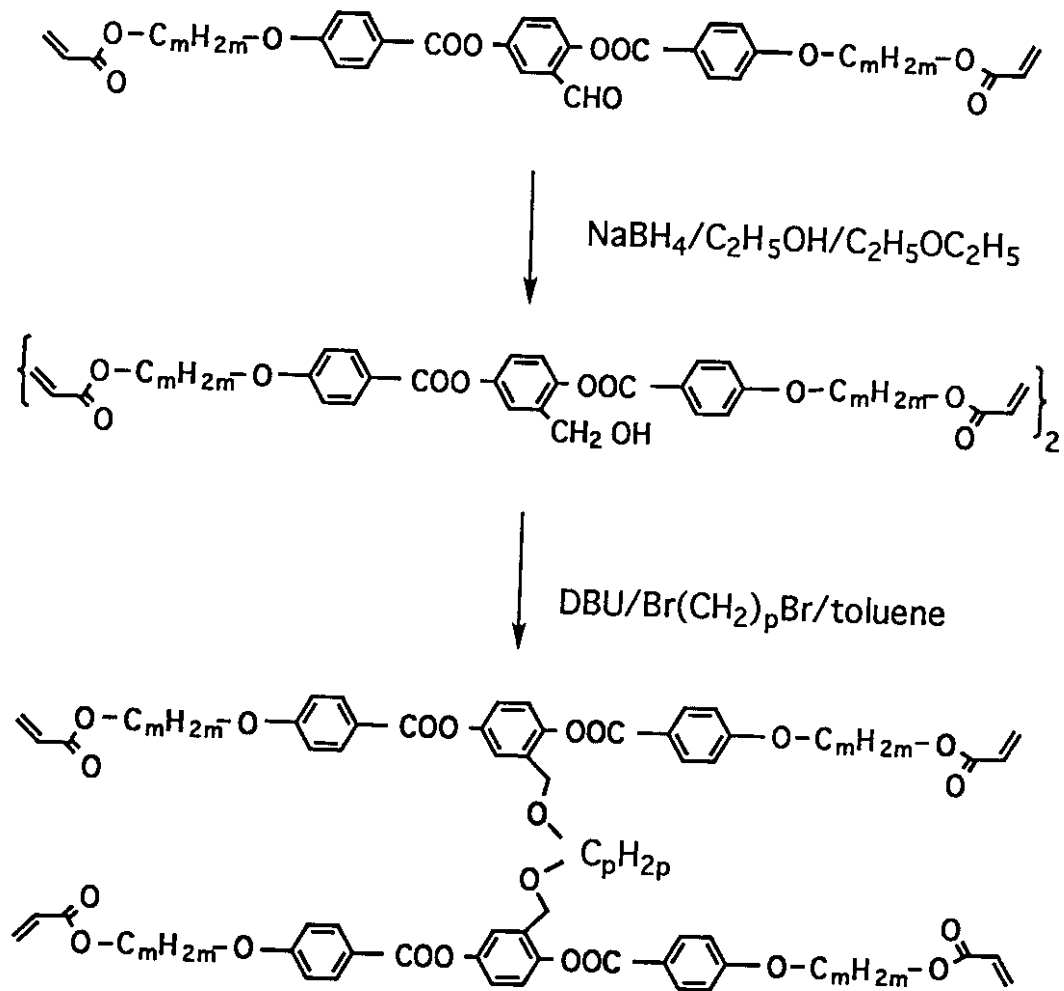
10

20

【 0 0 2 9 】

【 化 1 5 】

スキーム3



10

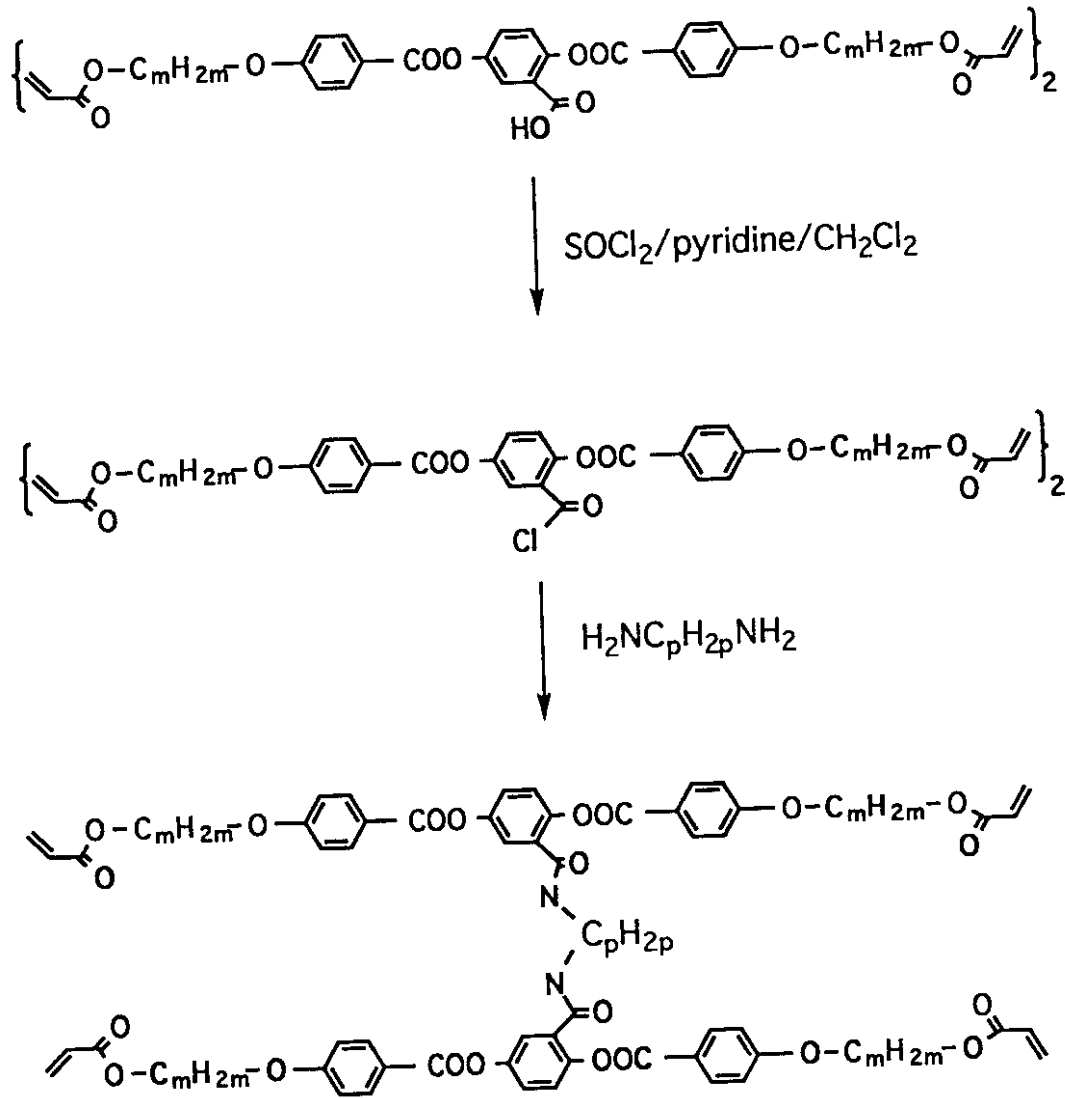
20

30

【 0 0 3 0 】

【 化 1 6 】

スキーム 4



10

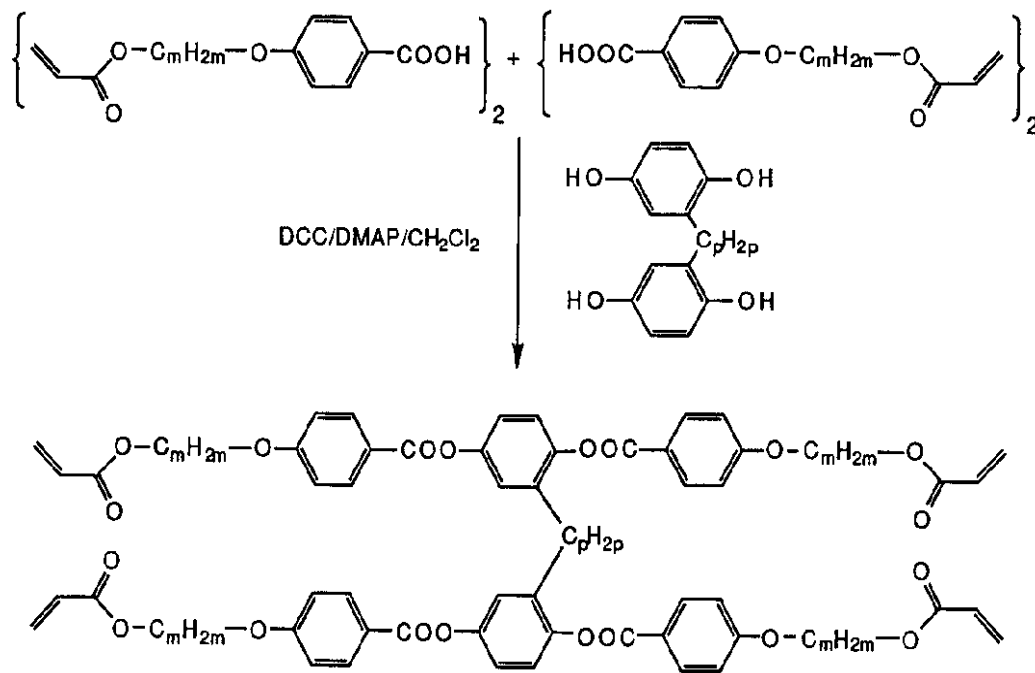
20

30

【 0 0 3 1 】

【 化 1 7 】

スキーム5



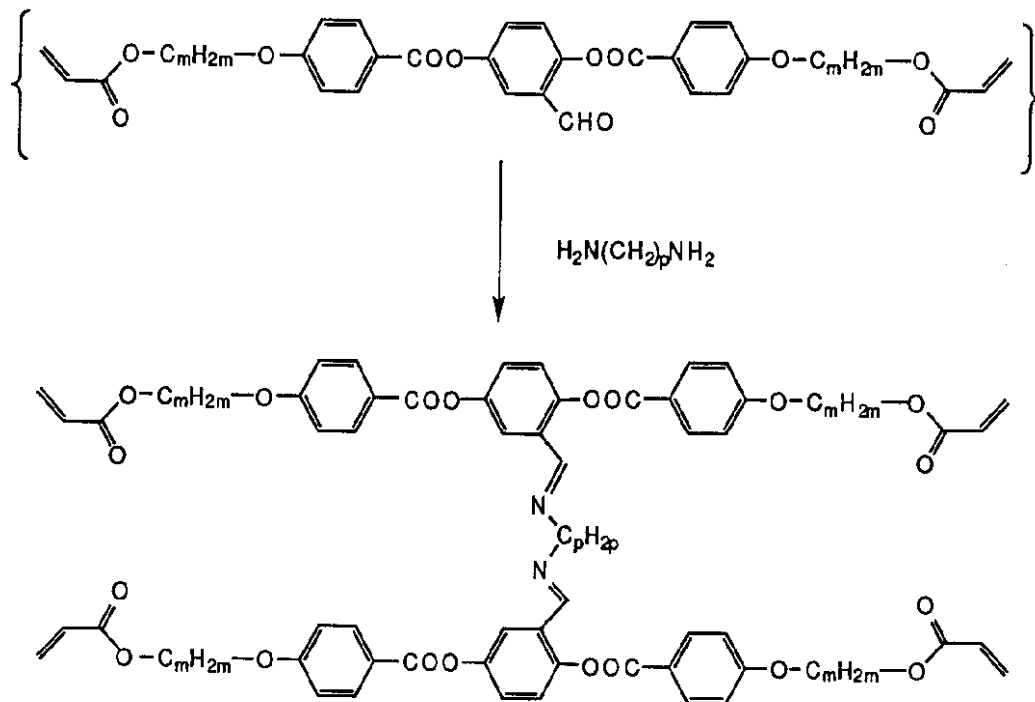
10

20

【 0 0 3 2 】

【 化 1 8 】

スキーム6



30

40

【 0 0 3 3 】

スキーム 1 ~ 6 において、m は、1 乃至 16 の整数を表わし、そして p は、2 乃至 12 の整数を表わす。

【 0 0 3 4 】

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

50

トルエン”) を、望ましくない熱架橋を停止するために各工程中に混合させる。

【 0 0 3 5 】

式 (I) で示される化合物を、単独の化合物として、又は互いの及び / 又は他の液晶成分との混合物の形で用いることができる。

【 0 0 3 6 】

本発明の液晶混合物は、少なくとも 1 成分が式 (I) で示される化合物である少なくとも 2 成分を含有する。第 2 の成分及び他の成分は、式 (I) で示される付加的な化合物又は架橋性基を有するか若しくは有しない他の公知の液晶化合物であり得る。また、1 種以上のキラル成分が、混合物中に存在することができる。

【 0 0 3 7 】

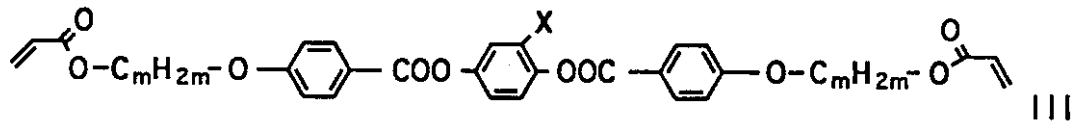
式 (I) で示される化合物の良好な溶解性及びお互いの良好な混和性のために、本発明の混合物中の式 (I) で示される異なる化合物の含有量を高くすることができ、100 重量 % までの量とすることができる。

【 0 0 3 8 】

好ましくは、本発明の混合物は、式 (I) で示される 1 種以上の化合物に加えて、一般式 (III) ~ (VII) :

【 0 0 3 9 】

【 化 1 9 】



【 0 0 4 0 】

(式中、 R^1 及び R^2 は、各々独立して、炭素数 2 乃至 12 のアルキル又はアルケニルを表わし ; X は、水素、低級アルキル、フルオロ、プロモ、クロロ又はシアノを表わし ; そして、 m は、1 乃至 16 の整数を表わす)

で示される化合物の群からの 1 種以上の化合物を含有する。

【 0 0 4 1 】

本発明を、以下の実施例によってより詳細に説明する。実施例において、 C は結晶相を表

10

20

30

40

50

わし、Nはネマチック相を表わし、Sはスメクチック相を表わし、そしてIは等方性相を表わす。

【0042】

【実施例】

実施例 1

DBU (1, 8 - ジアザピシクロ [5.4.0] ウンデカ - 1 - エン (1, 5 - 5) 0 . 15 g を、トルエン 20 ml 中の 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) 安息香酸 0.7 g 及び 1, 4 - ジブプロモブタン 0.11 g の溶液に、攪拌下、室温で添加した。反応混合物を、一晚 80 で加熱し、水 100 ml に注ぎ、次いで、酢酸エチル 50 ml ずつで 3 回抽出した。合わせた有機相を水 100 ml 10 ずつで 2 回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥し、ろ過し、続いて濃縮した。残渣をヘキサン / 酢酸エチル (容量比 2 : 1) を用いたシリカゲルクロマトグラフィーにより精製を行い、薄層クロマトグラフィーに従って精製された画分をアセトンから 2 回再結晶して、1, 4 - ブチレンビス [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) 安息香酸エステル] 0.3 g を得た。融点 (C - N) 59、透明点 (N - I) 105

【0043】

出発物質として用いた 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) 安息香酸を以下のごとく調製した。

(a) . N, N - ジシクロヘキシルカルボジイミド (DCC) 29.7 g を、ジクロロメタン 600 ml 中の 2, 5 - ジヒドロキシベンズアルデヒド 8.3 g、4 - [6 - アクリロイルオキシヘキシルオキシ] 安息香酸 35.1 g 及び 4 - (ジメチルアミノ) ピリジン (DMAPI) 0.1 g の溶液に、攪拌下、0 で 15 分以内で添加した。反応混合物を、室温で一晩攪拌し、次いでろ過し、続いて濃縮した。残渣をヘキサン / 酢酸エチル (容量比 1 : 1) を用いたシリカゲルクロマトグラフィーによる精製を行い、薄層クロマトグラフィーにより純粋であった画分をエチルアルコールから 2 回再結晶することによって、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) ベンズアルデヒド 7.8 g を得た。

【0044】

(b) . アセトン 50 ml 中の 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) ベンズアルデヒド 3.9 g の溶液を、ジョーンズ試薬 18 ml で滴下処理した。混合物を室温で 1 時間攪拌し、水 100 ml に注ぎ、次いで酢酸エチル 50 ml ずつで 3 回抽出した。合わせた有機相を水 100 ml で 2 回ずつ洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥し、ろ過し、続いて濃縮した。残渣を -78 で tert - ブチルメチルエーテルから再結晶した。これによって、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) 安息香酸 2.3 g を得た。融点 (C - I) 126、透明点 (N - I) 122

【0045】

以下の化合物を類似の方法で調製することができた。

【0046】

1, 5 - ペンチレンビス [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) 安息香酸エステル] ; 融点 (C - N) 62、透明点 (N - I) 96

1, 6 - ヘキシレンビス [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) 安息香酸エステル] ; 融点 (C - N) 94、透明点 (N - I) 113

1, 7 - ヘプチレンビス [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) 安息香酸エステル] ; 融点 (C - N) 45、透明点 (N - I) 85

1, 8 - オクチレンビス [2, 5 - ビス (4 - [6 - アクリロイルオキシヘキシルオキシ) 50

- 〕フェニルカルボニルオキシ)安息香酸エステル;融点(C-N)65、透明点(N-I)97
- 1,9-ノニレンビス〔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)安息香酸エステル〕
- 1,10-デシレンビス〔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)安息香酸エステル〕
- 【0047】
- 1,4-ブチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,5-ペンチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕 10
- 1,6-ヘキシレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,7-ヘプチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,8-オクチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,9-ノニレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,10-デシレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕 20
- 【0048】
- 1,4-ブチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,5-ペンチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,6-ヘキシレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,7-ヘプチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕 30
- 1,8-オクチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,9-ノニレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,10-デシレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 【0049】
- 1,4-ブチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,5-ペンチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕 40
- 1,6-ヘキシレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,7-ヘプチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,8-オクチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,9-ノニレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル〕
- 1,10-デシレンビス〔2,5-ビス(4-〔9-アクリロイルオキシノニルオキシ) 50

フェニルカルボニルオキシ)安息香酸エステル]

【0050】

1,4-ブチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,5-ペンチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,6-ヘキシレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,7-ヘプチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,8-オクチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,9-ノニレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,10-デシレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

【0051】

1,4-ブチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,5-ペンチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,6-ヘキシレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,7-ヘプチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,8-オクチレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,9-ノニレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

1,10-デシレンビス〔2,5-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)安息香酸エステル]

【0052】

1,5-ペンチレンビス〔2,5-ビス(2-フルオロ-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)安息香酸エステル] 1,5-ペンチレンビス〔2,5-ビス(2-クロロ-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)安息香酸エステル]

1,5-ペンチレンビス〔2,5-ビス(2-ブロモ-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)安息香酸エステル]

1,5-ペンチレンビス〔2,5-ビス(2-シアノ-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)安息香酸エステル]

1,5-ペンチレンビス〔2,5-ビス(2,3-ジフルオロ-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)安息香酸エステル]

1,5-ペンチレンビス〔2,5-ビス(2,3-ジクロロ-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)安息香酸エステル]

1,5-ペンチレンビス〔2,5-ビス(4-[6-メタ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)安息香酸エステル]

【0053】

1,6-ヘキシレンビス〔2,5-ビス(4-[6-メタ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)安息香酸エステル]

1,7-ヘプチレンビス〔2,5-ビス(4-[6-メタ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)安息香酸エステル]

10

20

30

40

50

シ) フェニルカルボニルオキシ) 安息香酸エステル]

1, 8 - オクチレンビス [2, 5 - ビス (4 - [6 - メタ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) 安息香酸エステル]

1, 9 - ノニレンビス [2, 5 - ビス (4 - [6 - メタ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) 安息香酸エステル]

1, 10 - デシレンビス [2, 5 - ビス (4 - [6 - メタ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) 安息香酸エステル]

【 0 0 5 4 】

1, 5 - ペンチレンビス [2, 5 - ビス (2, 3 - ジクロロ - 4 - [6 - ビニルルオキシヘキシルオキシ) フェニルカルボニルオキシ) 安息香酸エステル] 1, 5 - ペンチレンビス [2, 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) 安息香酸エステル]

10

1, 6 - ヘキシレンビス [2, 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) 安息香酸エステル]

1, 7 - ヘプチレンビス [2, 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) 安息香酸エステル]

1, 8 - オクチレンビス [2, 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) 安息香酸エステル]

1, 9 - ノニレンビス [2, 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) 安息香酸エステル]

20

1, 10 - デシレンビス [2, 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) 安息香酸エステル]

【 0 0 5 5 】

1, 5 - ペンチレンビス [2, 5 - ビス (2, 3 - ジクロロ - 4 - [5, 6 - エポキシヘキシルオキシ) フェニルカルボニルオキシ) 安息香酸エステル]

1, 5 - ペンチレンビス [2, 5 - ビス (4 - [5, 6 - エポキシヘキシルオキシ) フェニルカルボニルオキシ) 安息香酸エステル]

1, 6 - ヘキシレンビス [2, 5 - ビス (4 - [5, 6 - エポキシヘキシルオキシ) フェニルカルボニルオキシ) 安息香酸エステル]

1, 7 - ヘプチレンビス [2, 5 - ビス (4 - [5, 6 - エポキシヘキシルオキシ) フェニルカルボニルオキシ) 安息香酸エステル]

30

1, 8 - オクチレンビス [2, 5 - ビス (4 - [5, 6 - エポキシヘキシルオキシ) フェニルカルボニルオキシ) 安息香酸エステル]

1, 9 - ノニレンビス [2, 5 - ビス (4 - [5, 6 - エポキシヘキシルオキシ) フェニルカルボニルオキシ) 安息香酸エステル]

1, 10 - デシレンビス [2, 5 - ビス (4 - [5, 6 - エポキシヘキシルオキシ) フェニルカルボニルオキシ) 安息香酸エステル]

【 0 0 5 6 】

実施例 2

(a) . N, N - ジシクロヘキシルカルボジイミド 29.788 g を、ジクロロメタン 600 ml 中のハイドロキノン 4.0 g、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) 安息香酸 35.1 g 及び 4 - (ジメチルアミノ) ピリジン 0.1 g の溶液に、攪拌下、0 で、15 分以内で添加した。反応混合物を、室温で一晩攪拌し、次いでろ過し、続いて濃縮した。残渣を、ヘキサン/酢酸エチル (容量比 1 : 1) を用いたシリカゲルクロマトグラフィーによって精製し、薄層クロマトグラフィーにより純粋であった画分をエチルアルコールから 2 回再結晶することによって、1, 4 - フェニレンビス [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) 安息香酸 7.8 g を得た。

40

【 0 0 5 7 】

以下の化合物を類似の方法で調製することができた。

50

【0062】

1, 4 - フェニレンビス〔2, 5 - ビス(2, 3 - ジクロロ - 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)安息香酸エステル〕

1, 4 - フェニレンビス〔2, 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)安息香酸エステル〕

1, 4 - フェニレンビス〔2, 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)安息香酸エステル〕

1, 4 - フェニレンビス〔2, 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)安息香酸エステル〕

1, 4 - フェニレンビス〔2, 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)安息香酸エステル〕 10

1, 4 - フェニレンビス〔2, 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)安息香酸エステル〕

1, 4 - フェニレンビス〔2, 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)安息香酸エステル〕

【0063】

1, 4 - フェニレンビス〔2, 5 - ビス(2, 3 - ジクロロ - 4 -〔5, 6 - エポキシヘキシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ)安息香酸エステル〕

1, 4 - フェニレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔5, 6 - エポキシヘキシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ)安息香酸エステル〕 20

1, 4 - フェニレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔6, 7 - エポキシヘプチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ)安息香酸エステル〕

1, 4 - フェニレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔7, 8 - エポキシオクチルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ)安息香酸エステル〕

1, 4 - フェニレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔8, 9 - エポキシノニルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ)安息香酸エステル〕

1, 4 - フェニレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔9, 10 - エポキシデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ)安息香酸エステル〕

1, 4 - フェニレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔10, 11 - エポキシウンデシルオキシ〕フェニルカルボニルオキシ)安息香酸エステル〕 30

【0064】

実施例 3

ナトリウムtert-ブトキシド0.15gを、ジメチルスルホキシド20ml中の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)ベンジルアルコール0.7g及び1, 4 - ジブプロモブタン0.11gの溶液に、攪拌下、室温で添加した。反応混合物を室温で一晩攪拌し、水100mlに注ぎ、次いで、酢酸エチル50mlずつで3回抽出した。合わせた有機相を、水100mlで2回ずつ洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥し、ろ過し、続いて濃縮した。残渣を、ヘキサン/酢酸エチル(容量比2:1)を用いたシリカゲルクロマトグラフィーによって精製し、薄層クロマトグラフィーにより純粋であった画分をアセトンから2回再結晶して1, 4 - ブチレンビス〔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)ベンジルエーテル0.3gを得た。 40

【0065】

出発物質として用いた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)ベンジルアルコールを以下のように調製した。

【0066】

(a) . ナトリウムボロヒドライド32g及びエタノール180mlの混合物を、水165mlで0 で処理し、さらに10分間攪拌し、次いで、エタノール100ml中の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)ベンズアルデヒド50g及びジクロロメタン10mlの溶液で0ないし5 で滴下処理した。反応 50

混合物を、さらに0 で30分間攪拌し、次いでジクロロメタン100ml中に注ぎ、ジクロロメタン50mlずつで2回抽出した。次いで、有機相を水100mlで2回ずつ洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥し、ろ過し、濾液を濃縮した。残渣をtert-ブチルメチルエーテルから再結晶した。これによって、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)ベンジルアルコール35gを得た。

【0067】

以下の化合物を類似の方法で調製することができた。

【0068】

1,5-ペンチレンビス〔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)ベンジルエーテル〕

10

1,6-ヘキシレンビス〔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)ベンジルエーテル〕

1,7-ヘプチレンビス〔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)ベンジルエーテル〕

1,8-オクチレンビス〔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)ベンジルエーテル〕

1,9-ノニレンビス〔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)ベンジルエーテル〕

1,10-デシレンビス〔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)ベンジルエーテル〕

20

【0069】

1,4-ブチレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

1,5-ペンチレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

1,6-ヘキシレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

1,7-ヘプチレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

1,8-オクチレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

30

1,9-ノニレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

1,10-デシレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

【0070】

1,4-ブチレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

1,5-ペンチレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

40

1,6-ヘキシレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

1,7-ヘプチレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

1,8-オクチレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

1,9-ノニレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

1,10-デシレンビス〔2,5-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)ベンジルエーテル〕

50

1, 7 - ヘプチレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔6 - メタ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)ベンジルエーテル〕

1, 8 - オクチレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔6 - メタ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)ベンジルエーテル〕

1, 9 - ノニレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔6 - メタ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)ベンジルエーテル〕

1, 10 - デシレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔6 - メタ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)ベンジルエーテル〕

【0075】

1, 5 - ペンチレンビス〔2, 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)ベンジルエーテル〕 10

1, 6 - ヘキシレンビス〔2, 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)ベンジルエーテル〕

1, 7 - ヘプチレンビス〔2, 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)ベンジルエーテル〕

1, 8 - オクチレンビス〔2, 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)ベンジルエーテル〕

1, 9 - ノニレンビス〔2, 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)ベンジルエーテル〕

1, 10 - デシレンビス〔2, 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)ベンジルエーテル〕 20

【0076】

実施例 4

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)ベンゾイルクロリド 0.7 g 及びジクロロメタン 20 ml の溶液を、ジクロロメタン 20 ml 中の 1, 4 - ジアミノブタン 0.11 g の溶液に、攪拌下、室温で滴下した。反応混合物を、室温で一晩攪拌し、水 100 ml 中に注ぎ、次いで、酢酸エチル 50 ml で 3 回ずつ抽出した。合わせた有機相を、水 100 ml で 2 回ずつ洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥し、ろ過し、続いて濃縮した。残渣をヘキサン/酢酸エチル(容量比 2:1)を用いたシリカゲルクロマトグラフィーによって精製し、薄層クロマトグラフィーにより純粋であった画分をアセトンから 2 回再結晶を行い、1, 4 - ブチレンビス〔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)ベンズアミド〕を得た。 30

【0077】

出発物質として用いた 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)ベンゾイルクロリドを、以下のように調製した。

【0078】

(a) . 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)安息香酸 1.5 g をトルエン 100 ml 中のチオニルクロリド 25 ml と共に 80 で 2 時間加熱した。得られた溶液を、減圧下、蒸発させ、残渣を無水トルエン 20 ml で処理し、その溶液を再び減圧下に蒸発させた。残渣をさらに精製することなく次の工程に用いた。 40

【0079】

以下の化合物を類似の方法で調製することができた。

【0080】

1, 5 - ペンチレンビス〔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)ベンズアミド〕

1, 6 - ヘキシレンビス〔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)ベンズアミド〕

1, 7 - ヘプチレンビス〔2, 5 - ビス(4 -〔6 - アクリロイルオキシヘキシルオキシ〕 50

- }フェニルカルボニルオキシ)ベンズアミド}
 1, 8 - オクチレンビス〔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)ベンズアミド}
 1, 9 - ノニレンビス〔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)ベンズアミド}
 1, 10 - デシレンビス〔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)ベンズアミド}
- 【0081】
- 1, 4 - ブチレンビス〔2, 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)ベンズアミド} 10
 1, 5 - ペンチレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 6 - ヘキシレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 7 - ヘプチレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 8 - オクチレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 9 - ノニレンビス〔2, 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)ベンズアミド} 20
 1, 10 - デシレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
- 【0082】
- 1, 4 - ブチレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 5 - ペンチレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 6 - ヘキシレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 7 - ヘプチレンビス〔2, 5 - ビス(4 - {8 - アクリロイルオキシオクチルオキシ 30
 }フェニルカルボニルオキシ)ベンズアミド}
 1, 8 - オクチレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 9 - ノニレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 10 - デシレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
- 【0083】
- 1, 4 - ブチレンビス〔2, 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)ベンズアミド} 40
 1, 5 - ペンチレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 6 - ヘキシレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 7 - ヘプチレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 8 - オクチレンビス〔2, 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)ベンズアミド}
 1, 9 - ノニレンビス〔2, 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)ベンズアミド} 50

1, 10 - デシレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

【0084】

1, 4 - ブチレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

1, 5 - ペンチレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

1, 6 - ヘキシレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

1, 7 - ヘプチレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

10

1, 8 - オクチレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

1, 9 - ノニレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

1, 10 - デシレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

【0085】

1, 4 - ブチレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

20

1, 5 - ペンチレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

1, 6 - ヘキシレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

1, 7 - ヘプチレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

1, 8 - オクチレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

1, 9 - ノニレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

30

1, 10 - デシレンビス〔2, 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)ベンズアミド〕

【0086】

実施例 5

N, N - ジシクロヘキシルカルボジイミド 29.7 g を、ジクロロメタン 600 ml 中の 1, 5 - ビス(ヒドロキノリル)ペンタン 4.0 g、4 -〔6 - アクリロイルオキシヘキシルオキシ〕安息香酸及び 4 - (ジメチルアミノ)ピリジン 0.1 g の溶液に、攪拌下、0 で 15 分以内で添加した。反応混合物を、室温で一晩攪拌し、次いで、ろ過し、続いて濃縮した。残渣をヘキサン/酢酸エチル(容量比 1:1)を用いたシリカゲルクロマトグラフィーによって精製し、薄層クロマトグラフィーにより純粋であった画分を 2 回再結晶することによって、1, 5 - ビス〔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)フェニル〕ペンタン 7.8 g を得た。

40

【0087】

以下の化合物を類似の方法で調製することができた。

【0088】

1, 6 - ビス〔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)フェニル〕ヘキサン

1, 7 - ビス〔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)フェニル〕ヘプタン

1, 8 - ビス〔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

50

カルボニルオキシ)フェニル)オクタン

1, 9 - ビス〔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)フェニル)ノナン

1, 10 - ビス〔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)フェニル)デカン

【0089】

1, 6 - ビス〔2, 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)フェニル)ヘキサン

1, 7 - ビス〔2, 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)フェニル)ヘプタン

1, 8 - ビス〔2, 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)フェニル)オクタン

1, 9 - ビス〔2, 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)フェニル)ノナン

1, 10 - ビス〔2, 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)フェニル)デカン

【0090】

1, 6 - ビス〔2, 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)フェニル)ヘキサン

1, 7 - ビス〔2, 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)フェニル)ヘプタン

1, 8 - ビス〔2, 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)フェニル)オクタン

1, 9 - ビス〔2, 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)フェニル)ノナン

1, 10 - ビス〔2, 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)フェニル)デカン

【0091】

1, 6 - ビス〔2, 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)フェニル)ヘキサン

1, 7 - ビス〔2, 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)フェニル)ヘプタン

1, 8 - ビス〔2, 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)フェニル)オクタン

1, 9 - ビス〔2, 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)フェニル)ノナン

1, 10 - ビス〔2, 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)フェニル)デカン

【0092】

1, 6 - ビス〔2, 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)フェニル)ヘキサン

1, 7 - ビス〔2, 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)フェニル)ヘプタン

1, 8 - ビス〔2, 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)フェニル)オクタン

1, 9 - ビス〔2, 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)フェニル)ノナン

1, 10 - ビス〔2, 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)フェニル)デカン

【0093】

10

20

30

40

50

1, 6 - ビス〔2, 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)フェニル〕ヘキサン

1, 7 - ビス〔2, 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)フェニル〕ヘプタン

1, 8 - ビス〔2, 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)フェニル〕オクタン

1, 9 - ビス〔2, 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)フェニル〕ノナン

1, 10 - ビス〔2, 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)フェニル〕デカン

10

【0094】

1, 6 - ビス〔2, 5 - ビス(4 - [6 - メタ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)フェニル〕ヘキサン

1, 7 - ビス〔2, 5 - ビス(4 - [6 - メタ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)フェニル〕ヘプタン

1, 8 - ビス〔2, 5 - ビス(4 - [6 - メタ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)フェニル〕オクタン

1, 9 - ビス〔2, 5 - ビス(4 - [6 - メタ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)フェニル〕ノナン

1, 10 - ビス〔2, 5 - ビス(4 - [6 - メタ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)フェニル〕デカン

20

【0095】

1, 6 - ビス〔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)フェニル〕ヘキサン

1, 7 - ビス〔2, 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)フェニル〕ヘプタン

1, 8 - ビス〔2, 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)フェニル〕オクタン

1, 9 - ビス〔2, 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)フェニル〕ノナン

1, 10 - ビス〔2, 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)フェニル〕デカン

30

【0096】

1, 6 - ビス〔2, 5 - ビス(4 - [6 - エポキシヘキシルオキシ]フェニルカルボニルオキシ)フェニル〕ヘキサン

1, 7 - ビス〔2, 5 - ビス(4 - [6 - エポキシヘキシルオキシ]フェニルカルボニルオキシ)フェニル〕ヘプタン

1, 8 - ビス〔2, 5 - ビス(4 - [6 - エポキシヘキシルオキシ]フェニルカルボニルオキシ)フェニル〕オクタン

1, 9 - ビス〔2, 5 - ビス(4 - [6 - エポキシヘキシルオキシ]フェニルカルボニルオキシ)フェニル〕ノナン

1, 10 - ビス〔2, 5 - ビス(4 - [6 - エポキシヘキシルオキシ]フェニルカルボニルオキシ)フェニル〕デカン

40

【0097】

実施例 6

氷酢酸 5 滴を、エチルアルコール 20 ml 中の 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)ベンズアルデヒド 0.7 g 及び 1, 5 - ジアミノペンタン 0.15 g の溶液に、攪拌下、若干の還流下に、添加した。10 分後、反応混合物を濃縮した。残渣をヘキサン/酢酸エチル(容量比 2 : 1)を用いたシリカゲルクロマトグラフィーによって精製し、薄層クロマトグラフィーにより純粋であった画分

50

をアセトンから2回再結晶を行って、1,5-ビス〔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)ベンジリデン〕ペンチルジアミン0.3gを得た。

【0098】

以下の化合物を類似の方法で調製することができた。

【0099】

1,6-ビス〔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)ベンジリデン〕ヘキシルジアミン

1,7-ビス〔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)ベンジリデン〕ヘプチルジアミン

1,8-ビス〔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)ベンジリデン〕オクチルジアミン

1,9-ビス〔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)ベンジリデン〕ノニルジアミン

1,10-ビス〔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)ベンジリデン〕デシルジアミン

【0100】

実施例7

1,6-ヘキシレンビス〔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)安息香酸エステル)を、1重量%の光開始剤(IRGACURE,Ciba Geigy)及び1重量%のBHTと共に処理し、アニソール(2重量%)に溶解し、次いで、3,500回転/分で回転させて、ガラス板上にPVA(ポリビニルアルコール)を塗布し、こすりつけた。その相を加熱台上で90で乾燥し、次いで、真空オープン中で真空下に、90でキセノン光(例えば3分間)照射した。200 μ mの厚さを有し、0.15の複屈折(n)を有する平行に配向したネマチック層を得た。その層は光学的遅延材として機能する。

【0101】

実施例8

1,6-ヘキシレンビス〔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)安息香酸エステル)を、1重量%のIRGACURE(商標)及び1重量%のBHTで処理し、アニソール(2重量%)に溶解させ、次いで、ガラス板上で3,500回転/分で回転させた。ガラス板を、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〕アクリレートで予め塗布し、次いで、直線偏光を照射した。これによって、所定の構造を(PPN)層のマスクによって写真平版的に刻んだ。新しい層(PPN層上の)を加熱台上で90で乾燥し、次いで、真空オープン中で真空下90でキセノン光を照射した。刻まれた元の構造が残り、新たな網状組織構造から忠実にコピーされた。明瞭な複屈折(n)を認識することができた。この層は、構造的な光学的遅延材として機能する。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
G 0 2 F 1/13 (2006.01) G 0 2 F 1/13 5 0 0

(72)発明者 マルチン・シャット
スイス国、ツェーハー - 4 4 1 1 ゼルティスベルク、リースターレルシュトラッセ 7 7

(72)発明者 クラウス・シュミット
ドイツ連邦共和国、デー - 7 9 5 4 1 レールラハ、ガルテンシュトラッセ 1 6 ベー

審査官 井上 千弥子

(56)参考文献 米国特許第 0 5 0 9 3 4 7 1 (U S , A)
特開平 0 5 - 0 6 1 0 2 2 (J P , A)
特開平 0 3 - 1 4 0 9 2 1 (J P , A)
特開平 0 2 - 0 8 8 5 4 2 (J P , A)
特開昭 6 3 - 0 2 2 5 4 2 (J P , A)
国際公開第 9 3 / 0 0 3 1 1 4 (W O , A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

CA(STN)

REGISTRY(STN)