

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成23年4月14日(2011.4.14)

【公表番号】特表2010-520241(P2010-520241A)

【公表日】平成22年6月10日(2010.6.10)

【年通号数】公開・登録公報2010-023

【出願番号】特願2009-552094(P2009-552094)

【国際特許分類】

C 07 F	7/08	(2006.01)
H 01 L	51/05	(2006.01)
H 01 L	51/30	(2006.01)
H 01 L	51/40	(2006.01)
H 01 L	29/786	(2006.01)

【F I】

C 07 F	7/08	C S P W
H 01 L	29/28	1 0 0 A
H 01 L	29/28	2 5 0 H
H 01 L	29/28	3 1 0 J
H 01 L	29/78	6 1 8 B

【手続補正書】

【提出日】平成23年2月24日(2011.2.24)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

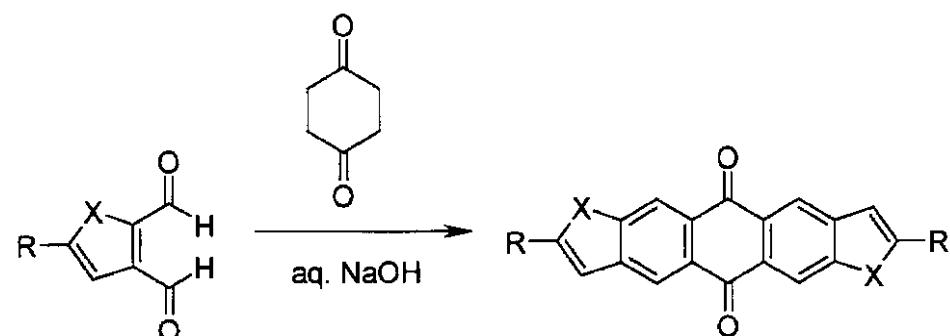
【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0031】

【化5】



この縮合は、De la Cruz、P. ; Martin、N. ; Miguel、F. ; Seoane、C. ; Albert、A. ; Cano、H. ; Gonzalez、A. ; Pingarron、J. M. J. Org. Chem. 1992年、57巻、6192頁に良く記載されている。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

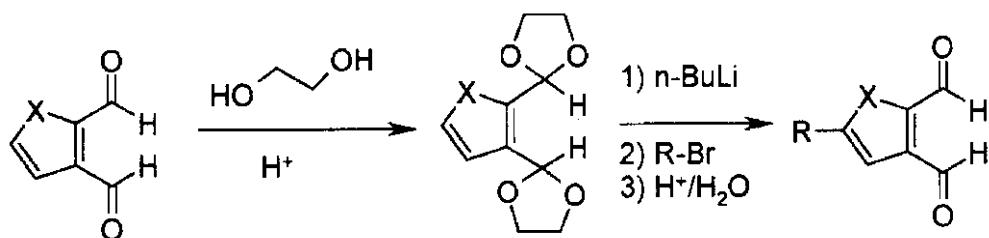
【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0033】

【化6】



この手順は、チオフェンジアルデヒドについて、Laquindanura、J. G.; Katz、H. E.; Lovinger、A. J. J. Am. Chem. Soc. 1998年、120巻、664頁に詳細に記載されている。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0053

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0053】

<例1>

5,11-ビス(トリエチルシリルエチニル)アントラ[2,3-b:6,7-b']ジチオフェンおよび5,11-ビス(トリエチルシリルエチニル)アントラ[2,3-b:7,6-b']ジチオフェン

オープンで乾燥されN₂下で冷却された攪拌棒を備える250mLの丸底フラスコにヘキサン(20mL)および0.38mLのトリエチルシリルアセチレン(2.0mmol)を加え、続いて、0.73mLのn-BuLi(1.8mmol、ヘキサン中2.46M溶液)を滴下により加えた。混合物を1時間攪拌し、次いで、ヘキサン(80mL)およびアントラジチオフェンキノン(De la Cruz、P.ら、J. Org. Chem. 1992年、57巻、6192頁に記載される方法によって調製)(0.16g、0.34mmol)を加えた。混合物を60度で一晩加熱し、次いで、0.5mLの水により反応を停止した。10%HCl水溶液(1mL)中のSnCl₂·2H₂O(0.50g、2.2mmol)を加え、混合物を60度で2時間攪拌した。溶液をMgSO₄上で乾燥し、次いで、シリカの厚手パッドに装填した。シリカをヘキサン(500mL)で濯ぎ、次いで、生成物をヘキサン:DCM(5:1)を使用して溶離した。溶媒を除去し、0.18g(0.31mmol、91%)の赤みがかった粉体を生じた。ヘキサンより再結晶し、粘稠な濃い赤色の板状物を生じた。ヘキサンより3回再結晶した。収率:91%。融点:151度。¹H-NMR(400MHz、CDCl₃)=9.18(s、2H)、9.13(s、2H)、7.57(d、J=5.6Hz、2H、対称異性体)、7.57(d、J=5.2Hz、2H、反対称異性体)、7.47(d、J=5.6Hz、2H)、1.27(t、J=8.0Hz、1.6Hz、18H)、0.94(q、J=8.0Hz、1.2H)。¹³C-NMR(400MHz、CDCl₃)=140.27、140.18、139.82、139.68、133.70、130.11(2C)、130.01(2C)、129.92(2C)、129.81、129.17、123.95、121.50、121.44、120.20、118.05、117.69、8.04(2C)、7.82、4.93(2C)、4.50。解析的計算値、C:72.02%、H:6.75%。実測値、C:71.68%、H:6.75%。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0058

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0058】

6, 14-ビス(トリ(*t*-ブチル)シリルエチニル)-ペンタ[2, 3-*b*: 9, 10-*b'*]ジチオフェンおよび6, 14-ビス(トリ(*t*-ブチル)シリルエチニル)-ペンタ[2, 3-*b*: 10, 9-*b'*]ジチオフェン(6*b*)

オープンで乾燥されN₂下で冷却された攪拌棒を備える250m1の丸底フラスコに、無水のTHF(40mL)およびトリ(*t*-ブチル)シリルアセチレン(3.59g、16,0mmol)を加えた。n-BuLi(5.7mL、14mmol、ヘキサン中2.6M)を滴下により加え、溶液を1時間攪拌し、次いで、上述のキノン(1.6g、3,8mmol)を加えた。24時間攪拌後、追加の無水のTHF(40mL)を加え、攪拌を3日間続けた。水(2mL)および10%HCl(2mL)中のSnCl₂·H₂O(1.0g、4.4mmol)を加え、溶液を2時間攪拌した。DCM(200mL)を加え、有機層を分離し、MgSO₄上で乾燥し、シリカの厚手パッドを通して濯いだ(DCM)。体積10mLまで溶媒を濃縮し、次いで、ヘキサン(200mL)で希釈した。この溶液をシリカの厚手パッド上に注ぎ、ヘキサン(500mL)で濯ぎ、生成物を溶離するためにヘキサン:DCM(1:1)で濯いだ。溶媒を除去して、難溶性で緑色の粉体として0.44g(0.53mmol、14%)の生成物を生じた。トルエン、次いで、CS₂より再結晶し、細長く濃い緑色の針状物として6*b*を生じた。¹H-NMR(400MHz、CDCl₃) = 9.49(s, 2H)、9.41(s, 2H)、8.41(s, 2H)、8.38(s, 2H)、7.46(d, J = 5.6Hz, 2H)、7.36(s, J = 5.6Hz, 2H)、1.50(s, 54H)。¹³C-NMR(400MHz、CS²/C₆D₆) = 140.52, 138.91, 130.98, 130.86, 130.67, 130.55, 129.57, 128.92, 128.88, 128.78, 128.75, 128.26, 127.96, 127.94, 127.59, 126.11, 124.08, 122.94, 121.61, 109.10, 106.70, 97.94, 31.12, 30.81, 28.89, 22.73。UV-VIS(DCM): abss(): 277(42500)、342(69500)、373(6350)、398(2770)、416(2740)、441(2220)、475(1730)、577(145)、623(474)、690(1170)、762(2600)。IR(KBr)m_{ax}(cm⁻¹): (cmol): 3400(w)、2972(m)、2935(m)、2859(5)、2133(5)、1648(w)、1385(s)、1115(m)、1032(w)、890(s)、820(s)、748(s)、619(s)。C₅₄H₆₆S₂Si₂·H₂Oに対する解析的計算値、C: 75.99%、H: 8.03%。実測値、C: 75.61%、H: 7.93%。MS(70eV、E1)m/z 834(100%, M⁺)、777(63%, M⁺-C₄H₉)。融点: 268(度)。