

【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3区分

【発行日】平成27年10月29日(2015.10.29)

【公開番号】特開2014-156562(P2014-156562A)

【公開日】平成26年8月28日(2014.8.28)

【年通号数】公開・登録公報2014-046

【出願番号】特願2013-29045(P2013-29045)

【国際特許分類】

C 0 9 B	57/00	(2006.01)
C 0 7 F	7/18	(2006.01)
C 0 8 K	5/18	(2006.01)
C 0 8 L	83/04	(2006.01)
C 0 8 L	101/00	(2006.01)
C 0 7 B	61/00	(2006.01)
C 0 9 K	11/06	(2006.01)

【F I】

C 0 9 B	57/00	C S P Z
C 0 7 F	7/18	X
C 0 8 K	5/18	
C 0 8 L	83/04	
C 0 8 L	101/00	
C 0 7 B	61/00	3 0 0
C 0 9 K	11/06	

【手続補正書】

【提出日】平成27年9月8日(2015.9.8)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 9 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 9 6】

[実施例1] N,N-ビス[4'-(N,N-ジ-4-トリルアミノ)ビフェニル-4-イル]-3-(1-トリメチルシロキシ-1,3,3,3-テトラメチルジシロキサン-1-イル)アニリン(化合物1)の合成

100m1の3つ口フラスコに還流冷却器、攪拌機を取り付け、内部を窒素置換した。このフラスコに、4'-(N,N-ジ-4-トリルアミノ)-4-ブロモビフェニル921.1mg(2.15mmol)、3-(1-トリメチルシロキシ-1,3,3,3-テトラメチルジシロキサン-1-イル)アニリン315.5mg(1.09mmol)、ナトリウム-tert-ブトキシド460.6mg(4.79mmol)、1,1-ビス(ジフェニルホスフィノ)フェロセン82.1mg(0.15mmol)、トリス(ジベンジリデンアセトン)(クロロホルム)ジパラジウム(0)77.1mg(0.074mmol)とメシチレン8m1を仕込み、115で1.5時間攪拌した。得られた溶液を減圧濃縮し、水とトルエンを加えた後、分液操作により有機層を抽出した。得られた溶液を硫酸マグネシウムにより乾燥し、ロータリーエバポレーターにて減圧濃縮した後、シリカゲルカラムクロマトグラフィーおよび分取液体クロマトグラフィーにより精製して薄黄色固体704.9mgを得た。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0119

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0119】

[実施例5] N,N'-ジフェニル-N,N'-ジ-[3-(1-トリメチルシロキシ-1,3,3,3-テトラメチルジシロキサン-1-イル)フェニル]-ベンジジンの合成

100m1の3つ口フラスコに還流冷却器、攪拌機を取り付け、内部を窒素置換した。このフラスコに、4,4'-ジブロモビフェニル71.3mg(0.23mmol)、フェニル-3-(1-トリメチルシロキシ-1,3,3,3-テトラメチルジシロキサン-1-イル)フェニルアミン197.3mg(0.51mmol)、ナトリウム-tert-ブトキシド150.8mg(0.63mmol)、トリ-tert-ブチルホスフィン7.5mg(0.037mmol)、トリス(ジベンジリデンアセトン)(クロロホルム)ジバラジウム(0)24.8mg(0.024mmol)とメシチレン3m1を仕込み、110℃で7時間攪拌した。得られた溶液を減圧濃縮し、水とトルエンを加えた後、分液操作により有機層を抽出した。得られた溶液を硫酸マグネシウムにより乾燥し、ロータリーエバポレーターにて減圧濃縮した後、シリカゲルカラムクロマトグラフィーおよび分取液体クロマトグラフィーにより精製して無色液体332.0mgを得た。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0123

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0123】

[実施例7] 化合物2を含有するシリコーン樹脂組成物の製造

実施例6と同様にして化合物2のSIM-360主剤への溶解度を測定したところ、0.5mmol/Lであった。この混合物に主剤に対して10質量%の硬化剤を添加して混合し、脱泡後に150℃で30分加熱して硬化させ、蛍光性のシリコーン樹脂組成物を得た。なお、化合物2の濃度は上記の濃度以下で任意に変更することが可能であった。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0124

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0124】

[実施例8] 化合物3を含有するシリコーン樹脂組成物の製造

実施例6と同様にして化合物3のSIM-360主剤への溶解度を測定したところ、0.1mmol/Lであった。この混合物に主剤に対して10質量%の硬化剤を添加して混合し、脱泡後に150℃で30分加熱して硬化させ、蛍光性のシリコーン樹脂組成物を得た。なお、化合物3の濃度は上記の濃度以下で任意に変更することが可能であった。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0125

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0125】

[実施例9] 化合物4を含有するシリコーン樹脂組成物の製造

実施例6と同様にして化合物4のSIM-360主剤への溶解度を測定したところ、0.1mmol/Lであった。この混合物に主剤に対して10質量%の硬化剤を添加して混

合し、脱泡後に150℃で30分加熱して硬化させ、蛍光性のシリコーン樹脂組成物を得た。なお、化合物4の濃度は上記の濃度以下で任意に変更することが可能であった。