

【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

1 0 0 m l 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 - プロモビフェニル 9 2 1 . 1 m g (2 . 1 5 m m o l) 、 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 3 1 5 . 5 m g (1 . 0 9 m m o l) 、 ナトリウム - t e r t - ブトキシド 4 6 0 . 6 m g (4 . 7 9 m m o l) 、 1 , 1 - ビス (ジフェニルホスフィノ) フェロセン 8 2 . 1 m g (0 . 1 5 m m o l) 、 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) 7 7 . 1 m g (0 . 0 7 4 m m o l) とメシチレン 8 m l を仕込み、1 1 5 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 7 0 4 . 9 m g 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】 0 1 1 9

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 1 1 9 】

【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

1 0 0 m l 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' - ジプロモビフェニル 7 1 . 3 m g (0 . 2 3 m m o l)、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 1 9 7 . 3 m g (0 . 5 1 m m o l)、ナトリウム - t e r t - ブトキシド 1 5 0 . 8 m g (0 . 6 3 m m o l)、トリ - t e r t - ブチルホスフィン 7 . 5 m g (0 . 0 3 7 m m o l)、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) 2 4 . 8 m g (0 . 0 2 4 m m o l) とメシチレン 3 m l を仕込み、 1 1 0 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 3 3 2 . 0 m g 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】 0 1 2 3

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 1 2 3 】

【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 S I M - 3 6 0 主剤への溶解度を測定したところ、 0 . 5 m m o l / L であった。この混合物に主剤に対して 1 0 質量 % の硬化剤を添加して混合し、脱泡後に 1 5 0 で 3 0 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】 0 1 2 4

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 1 2 4 】

【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 S I M - 3 6 0 主剤への溶解度を測定したところ、 0 . 1 m m o l / L であった。この混合物に主剤に対して 1 0 質量 % の硬化剤を添加して混合し、脱泡後に 1 5 0 で 3 0 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】 0 1 2 5

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 1 2 5 】

【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 S I M - 3 6 0 主剤への溶解度を測定したところ、 0 . 1 m m o l / L であった。この混合物に主剤に対して 1 0 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。