

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03815995.3

[51] Int. Cl.

C03C 17/32 (2006.01)

G02B 5/28 (2006.01)

C09K 19/42 (2006.01)

B32B 17/10 (2006.01)

C08F 222/20 (2006.01)

[45] 授权公告日 2007 年 8 月 15 日

[11] 授权公告号 CN 1331793C

[22] 申请日 2003.7.4 [21] 申请号 03815995.3

[30] 优先权

[32] 2002.7.5 [33] DE [31] 10230388.6

[86] 国际申请 PCT/EP2003/007201 2003.7.4

[87] 国际公布 WO2004/005427 德 2004.1.15

[85] 进入国家阶段日期 2005.1.5

[73] 专利权人 巴斯福股份公司

地址 德国路德维希港

[72] 发明人 R·帕克 N·施奈德

G·瓦根布拉斯特 A·伯姆

[56] 参考文献

US6180025B1 2001.1.30

US5942030A 1999.8.24

CN1276773A 2000.12.13

审查员 叶楠

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

代理人 林柏楠 黄革生

权利要求书 3 页 说明书 38 页

[54] 发明名称

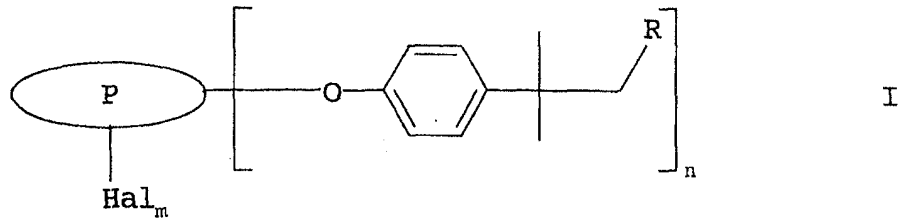
生产绝热涂层的组合物

[57] 摘要

本发明涉及一种用于生产绝热涂层的组合物(所述组合物包括至少一种吸收辐射的化合物和至少一种 IR 反射组份)、一种包括这种取向固化的组合物的绝热涂层和一种生产所述涂层的方法。

1. 一种组合物，用于生产绝热涂层，其包含

i) 至少一种通式 I 的辐射吸收叔烷基苯氧基取代的多环化合物 A



其中，

P 为对碱和亲核试剂稳定的共轭多环基团，选自萘、蒽、菲、并四苯、茈、三苯并[de,kl,rst]戊芬、苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二茈、五亚芳基和六亚芳基、蒽醌、阴丹酮、N-取代的萘-1,8-二羧酸单酰亚胺、N,N'-二取代的萘-1,8:4,5-四羧酸二酰亚胺、N-取代的茈-3,4-二羧酸单酰亚胺、N,N'-二取代的茈-3,4:9,10-四羧酸二酰亚胺、N,N'-二取代的三苯并[de,kl,rst]戊芬-3,4:11,12-四羧酸二酰亚胺、N,N'-二取代的苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二茈-3,4:13,14-四羧酸二酰亚胺、吡啶、咪唑、二苯并咪喃、二萘并咪喃、苯并咪唑、苯并噻唑、吩嗪、二噻嗪、喹吡啶酮、金属酞菁、金属萘酞菁、金属卟啉、香豆素、二苯并咪喃酮、二萘并咪喃酮、苯并咪唑酮、靛蓝化合物、硫靛化合物、奎诺酞酮、萘并奎诺酞酮和二酮基吡咯并吡咯；

R 为 C₁-C₈-烷基，其碳链插入或不插入选自-O-、-S-、-NR¹-、-CO-和-SO₂-的一个或多个基团，且其被或不被相同或不同的基团单取代或多取代，所述基团选自 C₁-C₆-烷氧基和经氮原子连接且含有或不含有另外的杂原子和/或是或不是芳族的 5-至 7-员杂环基团；或 R 为 C₅-C₈-环烷基，其碳骨架插入或不插入选自-O-、-S-、-NR¹-、-CO-和-SO₂-的一个或多个基团，且其被或不被 C₁-C₆-烷基单取代或多取代；

R¹ 为氢或 C₁-C₆-烷基；

Hal 为氯和/或溴；

m 为 0-15; 和

n 为 1-16, 条件是总和 $m+n \leq 16$

和

ii) 至少一种可固化的 IR 反射组份 B, 其包含:

a) 至少一种非手性向列型可聚合单体和至少一种手性可聚合单体;

b) 至少一种胆甾醇型可聚合单体;

c) 至少一种胆甾醇型可交联聚合物; 或

d) 至少一种在可聚合的稀释剂中的胆甾醇型聚合物。

2. 如权利要求 1 中所要求的组合物, 其基于化合物 B 的总量包含 0.01-20 重量%的化合物 A。

3. 如权利要求 1 或 2 中所要求的组合物, 其中组份 B 包含至少一种非手性向列型可聚合单体和至少一种手性可聚合单体。

4. 如权利要求 1 或 2 中所要求的组合物, 其另外包含至少一种选自光引发剂、粘合剂、均化剂及 UV 和风化稳定剂的助剂。

5. 如权利要求 3 中所要求的组合物, 其另外包含至少一种选自光引发剂、粘合剂、均化剂及 UV 和风化稳定剂的助剂。

6. 如权利要求 1-5 中的任一项中所要求的组合物的用途, 用于生产绝热涂层。

7. 一种绝热涂层, 其包括至少一层如权利要求 1-5 的任一项中所要求的组合物的取向的、固化的层。

8. 如权利要求 7 中所要求的绝热涂层, 其包括至少一种具有对应于 IR 光谱范围内的波长的螺旋超结构螺距的取向的、IR 反射的、固化的胆甾醇型聚合物。

9. 如权利要求 8 中所要求的绝热涂层, 其包括至少两层, 不同的层中的 IR 反射聚合物各自具有不同的、对应于 IR 光谱范围内的波长的螺旋超结构螺距, 和/或相反的手性。

10. 一种用于生产如权利要求 7 或 8 中所要求的绝热涂层的方法, 其

包括将如权利要求 1-5 的任一项中所要求的组合物施于基材上，并将所述的组合物固化。

11. 如权利要求 10 中所要求的方法，其中还包括在将所述的组合物固化前使所述的组合物取向。

12. 如权利要求 10 中所要求的方法，其中固化通过将组 a) 或 b) 的单体或组 d) 的溶剂聚合或将组 c) 的聚合物交联进行。

13. 如权利要求 10 中所要求的方法，其中固化通过将组 a) 或 b) 的单体或组 d) 的溶剂聚合或将组 c) 的聚合物交联进行。

14. 其上具有如权利要求 7-9 的任一项中所要求的绝热涂层的制品。

生产绝热涂层的组合物

本发明涉及一种生产绝热涂层的组合物（所述组合物包括至少一种辐射吸收化合物和至少一种 IR 反射剂组份）、一种包括这种取向、固化组合物的绝热涂层和一种生产所述涂层的方法。

屏蔽热辐射的问题是重要的，特别是在住宅、办公室或工业建筑物的绝热方面，尤其是在窗户成本高的建筑物方面和运输工具（如，汽车和公共运输车辆）方面。

用于绝热、特别是用于屏蔽波长为 800nm-2000nm 的热辐射的基本上反射热辐射的材料用途是已知的。例如，这些材料可以是胆甾醇型 IR 反射涂层。

当将显示形状各向异性的物质加热时，可能产生通常所说的中间相的液晶相。一方面，单个相的分子质量中心的空间排列不同；另一方面，单个相相对于纵轴的分子排列不同（G. W. Gray, P. A. Winsor, 《液晶和塑料晶体》（Liquid Crystals and Plastic Crystals），Ellis Horwood Limited, Chichester, 1974）。

向列型液晶相具有分子纵轴的平行取向（一维有序状态）。假设形成向列相的分子为手性的，则结果为手性向列（胆甾醇型）相，在其中分子的纵轴形成与其垂直的螺旋超结构（H. Baessler, Festkörperprobleme XI, 1971）。两个假想层（在其中分子纵轴的取向相同）之间的距离称作螺距。

手性部分本身可以存在于液晶分子内，或可作为掺杂剂加入到向列相，从而被包括在手性向列相中。针对这种现象首先对胆甾醇衍生物进行了研究（如，H. Baessler, M. M. Labes, J. Chem. Phys., 52, 631 (1970)）。通过改变手性掺杂剂的浓度，可改变手性向列层的螺距并由此改变选择性反射辐射的波长范围。

手性向列相具有特别的光学特性：高旋光性和显著的圆二色性（由在手性向列层内的圆偏振光的选择反射产生）。这种类型的手性向列体系具有引人注意的实际应用的可能性。

透明的绝热涂层是已知的。例如，EP-A-727306 描述了一种包括两层玻璃板和在其中分散了超细颗粒的夹层的叠层玻璃。所述夹层用于绝热和 UV 吸收。

JP-A-281403/92 描述了一种包括透明板、在宽波长范围内反射 IR 辐射的涂层和胆甾醇型液晶波长滤光器（其选择性反射近红外波长且对于可见光高度透明）的叠层物。未提及使用 IR 吸收组份。

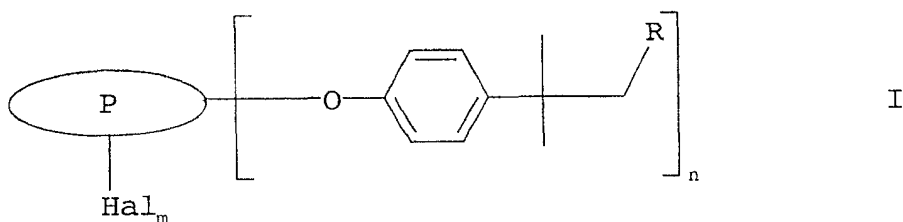
DE-A-19817069 描述了一种由 IR 反射胆甾醇型液晶聚合物和吸光颜料构成的 IR 反射着色组合物。所述颜料定义为在 350-750nm 内具有最大吸收的化合物。未提及使用 IR 吸收组份。

WO-A-99/19267 描述了一种包括一层或多层胆甾醇型 IR 反射层的绝热涂层。所述涂层无色透明。但是，有效的绝热仅可通过使用多个胆甾醇型层获得。

本发明的目的是提供一种尽可能薄的有效的彩色绝热涂层。

我们已发现，通过一种用于生产绝热涂层的组合物可实现该目的，所述组合物包含：

i) 至少一种通式 I 的辐射吸收叔烷基苯氧基取代的多环化合物 A



其中，

P 为对碱和亲核试剂稳定的共轭多环基团，其可带有芳基取代基且不含有选自 -CO-NH-CO-、-COOH 和 -CO-O-CO- 的基团；

R 为 C₁-C₈-烷基，其碳链可由选自 -O-、-S-、-NR¹-、-CO- 和 -SO₂- 的一个或

多个基团中断，且其可由选自 C_1-C_6 -烷氧基和经氮原子连接且可含有另外的杂原子和/或可以为芳族基团的 5-至 7-元杂环基团的相同或不同的基团单取代或多取代；或 R 为 C_5-C_8 -环烷基，其碳骨架可由选自 -O-、-S-、-NR¹-、-CO-和-SO₂-的一个或多个基团中断，且可由 C_1-C_6 -烷基单取代或多取代；R¹ 为氢或 C_1-C_6 -烷基；

Hal 为氯和/或溴；

m 为 0-15；且

n 为 1-16，条件是总和 $m+n \leq 16$

和

ii) 至少一种可固化的 IR 反射组份 B，其包含：

a) 至少一种非手性向列型可聚合单体和至少一种手性可聚合单体；

b) 至少一种胆甾醇型可聚合单体；

c) 至少一种胆甾醇型可交联聚合物；或

d) 至少一种在可聚合的稀释剂中的胆甾醇型聚合物。

组份 B 的 IR 反射特性是基于这样的事实，即在组份 B 取向和固化之后，至少部分通过将单体 a) 或 b) 聚合获得的取向的胆甾醇型聚合物或至少部分取向聚合物 c) 或 d) 具有对应于 IR 光谱范围内的波长的螺旋超结构螺距。

在本文中，固化意思是单体的聚合和聚合物的交联。

辐射吸收化合物意指那些在红外 (IR) 光谱范围内，即在波长为 $>750\text{nm}$ -约 1mm ，优选 751nm -约 2000nm 的光谱范围内，和/或在可见光谱范围内，即在波长为 350nm - 750nm ，优选 550nm - 750nm 的光谱范围内，和/或在紫外 (UV) 光谱范围内，即在波长为 10nm - $<350\text{nm}$ ，优选 100nm - 349nm 的波长范围内有吸收的化合物。优选化合物 A 在红外光谱范围内，特别是 751nm - 2000nm 内，和/或在可见光谱范围内，特别是 550nm - 750nm 内有吸收。特别优选化合物 A 在红外光谱范围内，特别是 751nm - 2000nm 内，和在可见光谱范围内，特别是 550nm - 750nm 内有吸收。

化合物 A 可以纯物质的形式、或以位置异构物的混合物的形式或以物质的混合物的形式使用。

通式 I 的化合物 A 描述于例如 PCT 申请 PCT/EP 02/03279 中，且基于共轭的多环基团 P，所述基团 P 在反应条件下对碱和亲核试剂稳定。具体地说，基团 P 不含有选自 -CO-NH-CO-、-COOH 和 -CO-O-CO- 的基团。

P 可带有耐碱攻击的芳基取代基，例如未取代或烷基-和/或烷氧基-取代的芳基，特别是苯基，或杂芳基，如 2-、3-和 4-吡啶基和嘧啶基。这些芳基取代基可直接连接到环结构上，或者，在以下所列举的多环酰亚胺的情况下，直接连接到酰亚胺的氮原子上。

在上述芳基取代的基团 P 内的叔烷基苯氧基基团还可以经芳基取代基，例如在二苯基二酮基吡咯并吡咯，或者，在 N,N'-二苯基萘-3,4:9,10-四羧酸二酰亚胺的情况下，经苯基基团的 4-或 3,5-位连接到 P 上。

优选 P 为对碱稳定的基团，其选自萘、蒽、菲、并四苯、萘、三苯并[de,kl,rst]戊芬 (terrylene)、苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二萘 (quaterrylene)、五亚芳基 (pentarylene) 和六亚芳基 (hexarylene)、蒽醌、阴丹酮、N-取代的萘-1,8-二羧酸单酰亚胺 (此后简称作萘二甲酰单亚胺 (naphthalmonoimide))、N,N'-二取代的萘-1,8:4,5-四羧酸二酰亚胺 (简称萘酰亚胺 (naphthalimide))、N-取代的萘-3,4-二羧酸单酰亚胺 (简称萘单酰亚胺 (perylmonoimide))、N,N'-二取代的萘-3,4:9,10-四羧酸二酰亚胺 (简称萘酰亚胺 (perylimide))、N,N'-二取代的三苯并[de,kl,rst]戊芬-3,4:11,12-四羧酸二酰亚胺 (简称三苯并[de,kl,rst]戊芬亚胺 (terrylimide))、N,N'-二取代的苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二萘-3,4:13,14-四羧酸二酰亚胺 (简称苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二萘酰亚胺 (quaterrylimide))、吡啶、吡唑、二苯并咪唑、二萘并咪唑、苯并咪唑、苯并噻唑、吩嗪、二噁嗪、喹吡啶酮、金属酞菁、金属萘酞菁、金属卟啉、香豆素、二苯并咪唑酮、二萘并咪唑酮、苯并咪唑酮、靛蓝化合物、硫靛化合物、奎诺酞酮、萘并奎诺酞酮和二酮基吡咯并吡咯。

特别优选 P 选自萘、喹吖啶酮、二酮基吡咯并吡咯、二噁嗪、阴丹酮、金属酞菁、金属萘酞菁、萘二甲酰单亚胺、茚单酰亚胺、茚酰亚胺、三苯并[de,kl,rst]戊芬亚胺和苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二茚酰亚胺,且更特别优选金属酞菁、金属萘酞菁、金属卟啉、三苯并[de,kl,rst]戊芬亚胺和苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二茚酰亚胺。其中,特别优选苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二茚酰亚胺。

作为化合物 I 的特征的叔烷基苯氧基基团和另外存在的任何卤素原子可直接或者,如上所述,经任何芳基取代基连接到基团 P 的环结构上。应理解,在一个或相同的化合物 I 内可发生两种形式的连接。较大的基团 P (如茚单酰亚胺、茚酰亚胺、三苯并[de,kl,rst]戊芬亚胺和苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二茚酰亚胺)带有优选直接在环结构上的叔烷基苯氧基基团,或者,除连接了亚芳基的叔烷基苯氧基基团之外,还含有至少直接连接的叔烷基苯氧基基团。

根据共轭环体系的大小,化合物 I 含有至少 1-16 (n: 1-16),特别是 2-8 个叔烷基苯氧基基团。

此处通过对特别优选的基团 P 的举例说明来对 m+n 通常适合且优选的范围进行论述:萘: 1-4,特别是 1-2;喹吖啶酮: 1-8,特别是 2-4;二酮基吡咯并吡咯: 1-6,特别是 2-4;二噁嗪: 1-8,特别是 2-4;阴丹酮: 1-6,特别是 2-4;金属酞菁: 1-16,特别是 4-8;金属萘酞菁: 1-16,特别是 8-16;萘二甲酰单亚胺: 1-4,特别是 1-2;茚单酰亚胺: 1-6,特别是 1-3;茚酰亚胺: 1-8,特别是 2-6;三苯并[de,kl,rst]戊芬亚胺: 1-12,特别是 2-8;苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二茚酰亚胺: 1-14,特别是 2-8。

当基团 P 含有另外不用于连接叔烷基苯氧基基团的芳基取代基时,总和 m+n 的最大值因而减少。

叔烷基苯氧基基团和任何 Hal 取代基优选在基团 P 上无规分布。

式 I 的基团 R 和 R¹ 及其取代基的适合的实例列举如下:

C₁-C₆-烷基为,例如甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、仲

丁基、叔丁基、戊基、异戊基、新戊基、叔戊基、己基和2-甲基戊基。除这些基团之外， C_1-C_8 -烷基为，例如庚基、1-乙基戊基、辛基、2-乙基己基和异辛基。

其碳链可由1个或多个基团-O-中断的 C_1-C_8 -烷基为，例如2-甲氧基乙基、2-乙氧基乙基、2-丙氧基乙基、2-异丙氧基乙基、2-丁氧基乙基、2-和3-甲氧基丙基、2-和3-乙氧基丙基、2-和3-丙氧基丙基、2-和3-丁氧基丙基、2-和4-甲氧基丁基、2-和4-乙氧基丁基、2-和4-丙氧基丁基、3,6-二氧杂庚基、3,6-二氧杂辛基、4,8-二氧杂壬基、3,7-二氧杂辛基、3,7-二氧杂壬基、4,7-二氧杂辛基、4,7-二氧杂壬基、2-和4-丁氧基丁基、4,8-二氧杂癸基、3,6,9-三氧杂癸基和3,6,9-三氧杂十一烷基。

其碳链可由1个或多个基团-S-中断的 C_1-C_8 -烷基为，例如2-甲基硫基乙基、2-乙基硫基乙基、2-丙基硫基乙基、2-异丙基硫基乙基、2-丁基硫基乙基、2-和3-甲基硫基丙基、2-和3-乙基硫基丙基、2-和3-丙基硫基丙基、2-和3-丁基硫基丙基、2-和4-甲基硫基丁基、2-和4-乙基硫基丁基、2-和4-丙基硫基丁基、3,6-二硫杂庚基、3,6-二硫杂辛基、4,8-二硫杂壬基、3,7-二硫杂辛基、3,7-二硫杂壬基、4,7-二硫杂辛基、4,7-二硫杂壬基、2-和4-丁基硫基丁基、4,8-二硫杂癸基、3,6,9-三硫杂癸基和3,6,9-三硫杂十一烷基。

其碳链可由1个或多个基团-NR¹-中断的 C_1-C_8 -烷基为，例如2-单甲基-和2-单乙基氨基乙基、2-二甲基氨基乙基、2-和3-二甲基氨基丙基、3-单异丙基氨基丙基、4-单异丙基氨基丙基、2-和4-单丙基氨基丁基、2-和4-单甲基氨基丁基、6-甲基-3,6-二氮杂庚基、3,6-二甲基-3,6-二氮杂庚基、3,6-二氮杂辛基、3,6-二甲基-3,6-二氮杂辛基、9-甲基-3,6,9-三氮杂癸基、3,6,9-三甲基-3,6,9-三氮杂癸基、3,6,9-三氮杂十一烷基和3,6,9-三甲基-3,6,9-三氮杂十一烷基。

其碳链可由1个或多个基团-CO-中断的 C_1-C_8 -烷基为，例如丙-2-酮-1-基、丁-3-酮-1-基、丁-3-酮-2-基和2-乙基戊-3-酮-1-基。

其碳链可由1个或多个基团-SO₂-中断的 C_1-C_8 -烷基为，例如2-甲基磺

酰基乙基、2-乙基磺酰基乙基、2-丙基磺酰基乙基、2-异丙基磺酰基乙基、2-丁基磺酰基乙基、2-和3-甲基磺酰基丙基、2-和3-乙基磺酰基丙基、2-和3-丙基磺酰基丙基、2-和3-丁基磺酰基丙基、2-和4-甲基磺酰基丁基、2-和4-乙基磺酰基丁基、2-和4-丙基磺酰基丁基和4-丁基磺酰基丁基。

C_1 - C_6 -烷氧基为，例如甲氧基、乙氧基、丙氧基、异丙氧基、丁氧基、异丁氧基、仲丁氧基、叔丁氧基、戊氧基、异戊氧基、新戊氧基、叔戊氧基和己氧基。

经氮原子连接且可含有另外的杂原子和/或可为芳族的5-至7-元杂环基团为，例如吡咯、吡唑、咪唑、三唑、吡咯烷、吡唑啉、吡唑烷、咪唑啉、咪唑烷、吡啶、哒嗪、嘧啶、吡嗪、三嗪、哌啶、哌嗪、噁唑、异噁唑、噻唑、异噻唑、吡啶、喹啉、异喹啉或喹哪啶。

其碳骨架可由选自-O-、-S-、-NR¹-、-CO-和-SO₂-的一个或多个基团中断，且其可由 C_1 - C_6 -烷基单取代或多取代的 C_5 - C_8 -环烷基为，例如环戊基、2-和3-甲基环戊基、2-和3-乙基环戊基、环己基、2-、3-和4-甲基环己基、2-、3-和4-乙基环己基、3-和4-丙基环己基、3-和4-异丙基环己基、3-和4-丁基环己基、3-和4-仲丁基环己基、3-和4-叔丁基环己基、环庚基、2-、3-和4-甲基环庚基、2-、3-和4-乙基环庚基、3-和4-丙基环庚基、3-和4-异丙基环庚基、3-和4-丁基环庚基、3-和4-仲丁基环庚基、3-和4-叔丁基环庚基、环辛基、2-、3-、4-和5-甲基环辛基、2-、3-、4-和5-乙基环辛基、3-、4-和5-丙基环辛基、2-二噁烷基、4-吗啉基、2-和3-四氢呋喃基、1-、2-和3-吡咯烷基和1-、2-、3-和4-哌啶基。

优选的叔烷基苯氧基基团的实例为对(1,1-二甲基丙基)苯氧基、对(1,1-二甲基丁基)苯氧基、对(1,1-二甲基戊基)苯氧基、对(1,1,3,3-四甲基丁基)苯氧基、对(2-环戊基-1,1-二甲基乙基)苯氧基、对(2-环己基-1,1-二甲基乙基)苯氧基、对(2-环庚基-1,1-二甲基乙基)苯氧基和对(1,1-二甲基-2-(4-吗啉基)乙基)苯氧基。特别优选对(1,1,3,3-四甲基丁基)苯氧基。

特别优选的萘二甲酰单亚胺、茛单酰亚胺、茛酰亚胺、三苯并[de,kl,rst]戊芬亚胺和苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二茛酰亚胺在酰亚胺的氮原子上特别带有以下对碱稳定的取代基 R^2 :

C_1 - C_{30} -烷基, 其碳链可由选自-O-、-S-、- NR^1 -、-CO-和- SO_2 -的一个或多个基团中断, 且其可由选自 C_1 - C_6 -烷氧基和经过氮原子连接且可含有另外的杂原子和/或可为芳族的 5-至 7-元杂环基团的相同或不同的基团单取代或多取代;

C_5 - C_8 -环烷基, 其碳骨架可由选自-O-、-S-、- NR^1 -、-CO-和- SO_2 -的一个或多个基团中断, 且其可由 C_1 - C_6 -烷基单取代或多取代;

芳基或杂芳基, 如苯基、萘基、蒽基、菲基、吡咯基、吡唑基、咪唑基、噁唑基、噻唑基、吡啶基、哒嗪基、嘧啶基、吡嗪基、吲哚基、喹啉基、异喹啉基或喹哪啶基, 其中每一个这些基团都可由 C_1 - C_{18} -烷基、 C_1 - C_6 -烷氧基、氰基、-CONH- R^1 和/或-NH-COR 1 单取代或多取代。

作为这些取代基的实例, 除已论述的基团外, 还可特别提及以下基团:

除上述烷基基团之外, C_1 - C_{30} -烷基为, 例如壬基、异壬基、癸基、异癸基、十一烷基、十二烷基、十三烷基、异十三烷基、十四烷基、十五烷基、十六烷基、十七烷基、十八烷基、十九烷基和二十烷基(名称异壬基、异癸基和异十三烷基以及上述名称异辛基是由通过氧化法获得的醇衍生得到的俗名);

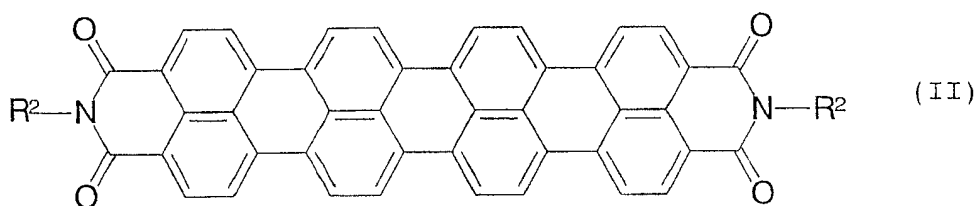
由基团-O-或-S-中断的 C_1 - C_{30} -烷基为, 例如 3,6,9-三氧杂十二烷基、3,6,9,12-四氧杂十三烷基和 3,6,9,12-四氧杂十四烷基; 3,6,9-三硫杂十二烷基、3,6,9,12-四硫杂十三烷基和 3,6,9,12-四硫杂十四烷基;

取代基-CO-NHR 1 和-NH-COR 1 为, 例如氨甲酰基、甲基氨基羰基、乙基氨基羰基、丙基氨基羰基、丁基氨基羰基、戊基氨基羰基、己基氨基羰基、庚基氨基羰基、辛基氨基羰基、壬基氨基羰基和癸基氨基羰基; 甲酰胺基、乙酰胺基和丙酰胺基;

可由 C_1 - C_{18} -烷基、 C_1 - C_6 -烷氧基、氰基、-CONH- R^1 和/或-NH-COR 1

单取代或多取代的芳基或杂芳基为，例如 2-、3-和 4-甲基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二甲基苯基、2,4,6-三甲基苯基、2-、3-和 4-乙基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二乙基苯基、2,4,6-三乙基苯基、2-、3-和 4-丙基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二丙基苯基、2,4,6-三丙基苯基、2-、3-和 4-异丙基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二异丙基苯基、2,4,6-三异丙基苯基、2-、3-和 4-丁基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二异丁基苯基、2,4,6-三异丁基苯基、2-、3-和 4-异丁基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二异丁基苯基、2,4,6-三异丁基苯基、2-、3-和 4-仲丁基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二仲丁基苯基、2,4,6-三仲丁基苯基、2-、3-和 4-叔丁基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-叔丁基苯基、2,4,6-三叔丁基苯基；2-、3-和 4-甲氧基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二甲氧基苯基、2,4,6-三甲氧基苯基；2-、3-和 4-乙氧基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二乙氧基苯基、2,4,6-三乙氧基苯基、2-、3-和 4-丙氧基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二丙氧基苯基、2-、3-和 4-异丙氧基苯基、2,4-、2,5-、3,5-和 2,6-二异丙氧基苯基和 2-、3-和 4-丁氧基苯基；2-、3-和 4-氰基苯基；3-和 4-羧酰胺基苯基、3-和 4-N-(甲基)羧酰胺基苯基和 3-和 4-N-(乙基)羧酰胺基苯基；3-和 4-乙酰基氨基苯基、3-和 4-丙酰基氨基苯基和 3-和 4-丁酰基氨基苯基。

特别优选的化合物 A 为那些其中 P 为式 II 的 N,N'-二取代的苯并 [1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二茈-3,4:13,14-四羧酸二酰亚胺的化合物：



其中 R^2 为与上述对碱稳定的酰亚胺的氮原子的取代基相同。

在其中 P 为苯并 [1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二茈酰亚胺 II 的式 I 的特别优选的化合物 A 中，

R 优选为 H、甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、叔丁基、环戊基、环己

基、环庚基或吗啉基，特别优选 H、甲基、乙基、丁基或叔丁基，尤其是叔丁基；

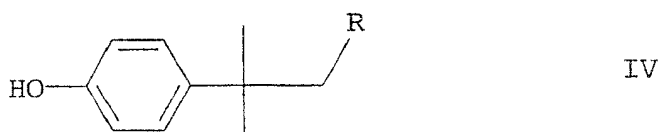
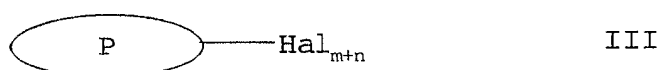
R^2 优选为取代的苯基，特别优选为由 1-3 个 C_1 - C_4 -烷基基团取代的苯基，尤其是 2,6-二异丙基苯基；

n 优选为 2-10，特别优选为 4-8，尤其是 6；且

m 优选为 0-4，特别优选为 0-2，尤其是 0。

n 个叔烷基苯氧基取代基和 m 个 Hal 取代基优选在苯并 [1,2,3-cd,4,5,6-c'd'] 二萘体系上无规分布。特别优选在两个酰亚胺的氮原子之间的假想的轴的两侧存在相同数量的取代基。

式 I 的化合物可通过以下方法制备，该方法包括在惰性碱性的含氮溶剂中且在碱的存在下，使通式 III 的卤化物与通式 IV 的叔烷基苯酚反应。



特别地，有用的惰性碱性含氮溶剂为极性溶剂，特别是含氮杂环，如吡啶、嘧啶、喹啉、异喹啉、喹哪啶和优选地 N-甲基吡咯烷酮，和羧酰胺，如 N,N-二甲基甲酰胺和 N,N-二甲基乙酰胺。

溶剂量取决于卤化物 III 的溶解度，并且通常为每 g 卤化物 III 2-40g，优选 4-25g 溶剂。

特别地，有用的碱为非亲核或仅弱亲核的化合物。这种碱的实例为碱金属氢氧化物（如氢氧化钾和氢氧化钠）、碱金属碳酸盐（如碳酸钾和碳酸钠）和叔醇的碱金属烷氧化物（如，叔丁氧基锂、叔丁氧基钠和叔丁氧基钾），上述碱以无水的形式使用。

通常，每摩尔要取代的卤原子使用 0.8-1.5，优选 1.0-1.2 摩尔当量的碱。

用作起始物料的卤化物 III 通常是已知的或可以根据已知的方法，通

过使未卤代的共轭多环化合物与卤化剂（特别是卤元素）反应获得。已知包括连接到芳基取代基上的卤原子的卤化物 III 通常可以通过将卤代芳基基团引入多环体系中获得。

卤化物 III 与苯酚 IV 的摩尔比取决于要取代的卤原子的数目。通常，每摩尔在卤化物 III 中的要取代的卤原子使用 1-2，优选 1-1.3 摩尔的苯酚 IV。

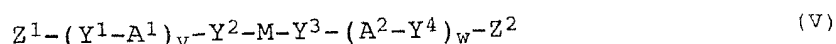
反应温度通常为 50-200℃，优选 60-140℃。

反应应适当地在保护气，如氮气或氩气下进行。

反应时间取决于卤化物 III 的反应性，且约为 2-48h。

改变反应条件 - 苯酚 IV 和碱的用量和反应温度 - 有利于提供对卤素取代的控制，从而使得不仅制备其中所有的卤原子均被取代 ($m=0$) 的产物 I 不成为问题，而且制备仍含有卤素的产物 I 也不成为问题。如果需要的话，可将卤素随后从产物 I 中除去。因此，可以使用单独的起始物料 III 制备各种所需要的产物 I。

对于组份 B，组 a) 的优选单体描述于 WO 99/19267 和德国专利申请 P 10203938.0 中，在此将其全文引入以作参考。组 a) 的非手性向列型可聚合单体优选是双官能可聚合的，且优选符合通式 V



其中

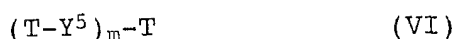
Z^1 和 Z^2 为经其可发生聚合的相同或不同的活性基团或含有这种活性基团的基团，活性基团为 C=C 双键、C≡C 三键或环氧乙烷、硫杂丙环、环氧乙烷、氰酸酯、硫氰酸酯、异氰酸酯、羧基、羟基或氨基基团，特别优选 C=C 双键；

Y^1 、 Y^2 、 Y^3 和 Y^4 彼此独立地为化学键、O、S、-CO-O-、-O-CO-、-O-CO-O-、-CO-S-、-S-CO-、-CO-N(R³)-、-N(R³)-CO-、-N(R³)-CO-O-、-O-CO-N(R³)-、-N(R³)-CO-N(R³)-、-CH₂-O-、-O-CH₂-，优选 -CO-O-、-O-CO- 或 -O-CO-O-，R³ 为氢或 C₁-C₄-烷基；

A^1 和 A^2 为相同或不同的间隔基团, 如直链 C_2-C_{30} -亚烷基基团, 优选 C_2-C_{12} -亚烷基基团, 其可由氧、硫或未取代或单取代的氮中断, 其中这些中断基团不可以相邻; 适合的胺取代基包括 C_1-C_4 -烷基基团, 其中亚烷基链可由氟、氯、溴、氰基、甲基或乙基取代; 且其中 A^1 和 A^2 特别优选 $-(CH_2)_n$, 其中 $n = 2-6$;

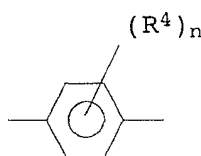
v 和 w 为 0 或 1;

M 为优选为通式 VI 的内消旋基团:



其中

T 表示相同或不同的二价异环脂族、杂环脂族、异芳族或杂芳族基团, 优选 1,4-键合的未取代或单至多取代, 如单至四取代的苯环,



其中

R^4 为氟、氯、溴、 C_1-C_{20} -烷基、 C_1-C_{20} -烷氧基、 C_1-C_{20} -烷基羰基、 C_1-C_{20} -烷基酰氧基、羟基、硝基、CHO 或 CN, 优选氯、溴或 C_1-C_4 -烷基, 且特别为甲基; 且

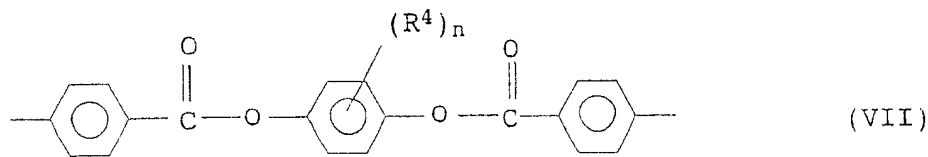
n 为 0-4, 优选 0-2 的整数, 特别为 0 或 1;

Y^5 为相同或不同桥接单元 $-CO-O-$ 、 $-O-CO-$ 、 $-CH_2-O-$ 、 $-O-CH_2-$ 、 $-CO-S-$ 、 $-S-CO-$ 、 $-CH_2-S-$ 、 $-S-CH_2-$ 、 $-CH=N-$ 或 $-N=CH-$ 或直接的键, 优选 $-CO-O-$ 或 $-O-CO-$, 且

m 为 0-3 的整数, 优选 0、1 或 2。

内消旋基团优选含有取代的 1,4-二氧代苯结构单元, 特别是甲基取代的 1,4-二氧代苯结构单元。

特别优选的内消旋基团具有以下结构 VII:



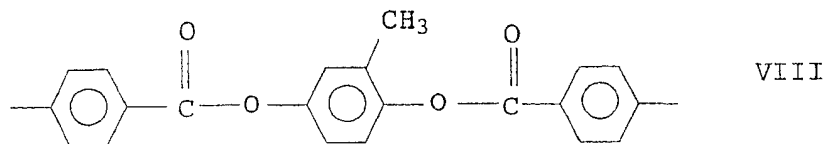
其中

R^4 为氟、氯、溴、 C_1 - C_{20} -烷基、 C_1 - C_{20} -烷氧基、 C_1 - C_{20} -烷基羰基、 C_1 - C_{20} -烷基酰氧基、羟基、硝基、CHO 或 CN；且

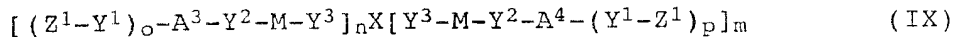
n 为 0-4 的整数。

在内消旋基团 VII 中， R^4 特别优选为氯、溴或 C_1 - C_4 -烷基，特别是甲基，且 n 为 0-2，特别是 0 或 1，尤其是 1。

非常特别优选内消旋基团具有以下结构 VIII：



组 a) 的手性可聚合单体优选具有式 IX：



其中

Z^1 、 Y^1 、 Y^2 、 Y^3 和 M 如上定义，

o 、 p 为 0 或 1，条件是 o 和 p 不都为 0，

A^3 和 A^4 相同或不同，且

如果 $o = 1$ ，则 A^3 如 A^1 所定义；或如果 $o = 0$ ， A^3 为直链 C_2 - C_{30} -亚烷基基团，优选 C_2 - C_{12} -亚烷基基团，其可由氧、硫或未取代或单取代的氮中断，其中这些中断的基团不可以相邻；适合的胺取代基包括 C_1 - C_4 -烷基基团，其可由氟、氯、溴、氰基、甲基或乙基取代；且其中 A^3 特别优选为 $CH_3-(CH_2)_l$ 基团，其中 $l = 1-7$ ；

如果 $p = 1$ ，则 A^4 如 A^1 所定义；或如果 $p = 0$ ， A^4 为直链 C_2 - C_{30} -烷基基团，优选 C_2 - C_{12} -烷基基团，其可由氧、硫或未取代或单取代的氮中断，其中这些中断的基团不可以相邻；适合的胺取代基包括 C_1 - C_4 -烷基基团，其可由

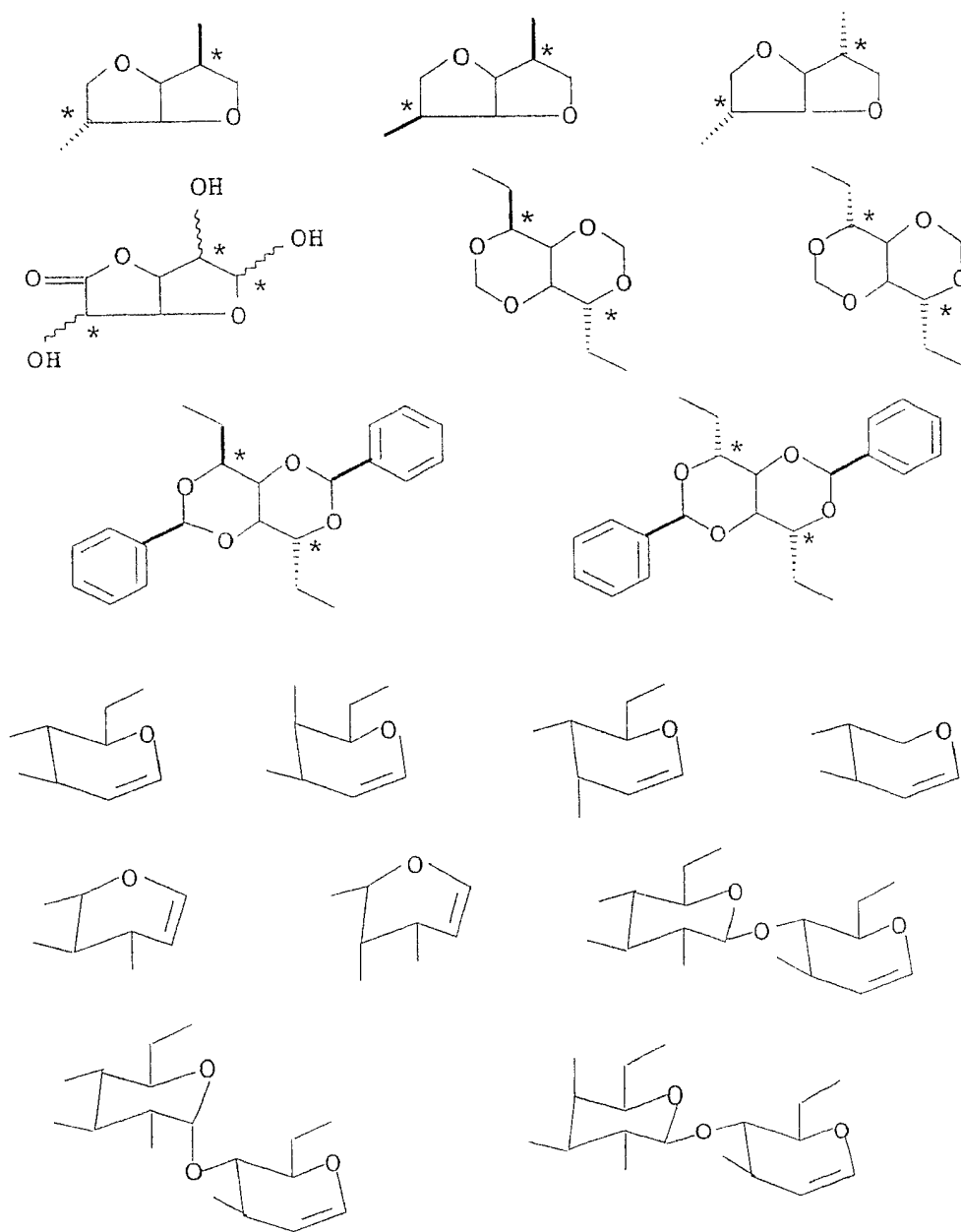
氟、氯、溴、氰基、甲基或乙基取代；且其中 A^3 特别优选为 $CH_3-(CH_2)_l$ 基团，其中 $l=1-7$ ；

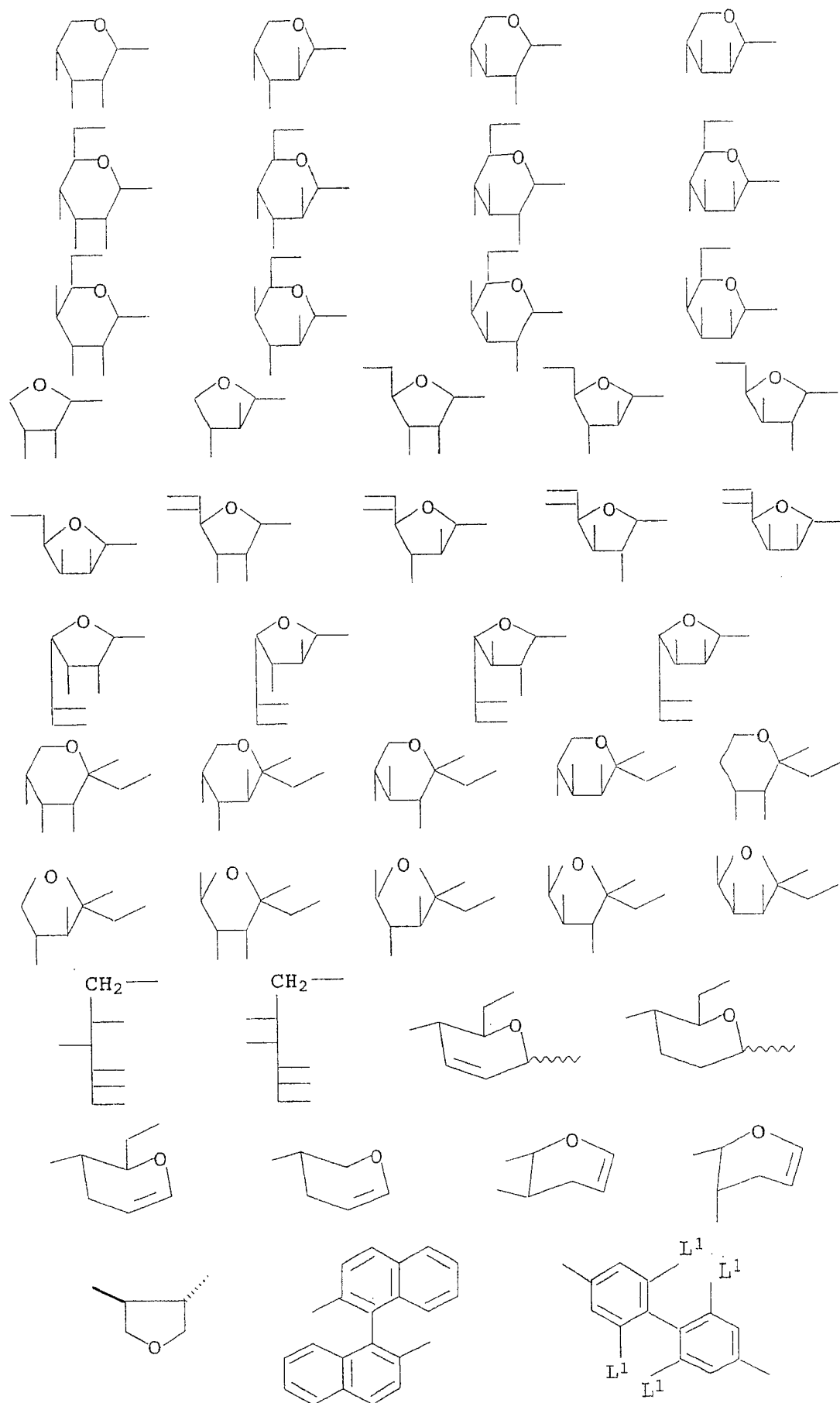
n 和 m 为 0、1 或 2，总和 $n+m$ 等于 1 或 2，优选 2；且

X 为手性基团。

至少由于其较容易的可获得性，特别优选通式 IX 的化合物的手性基团 X 为那些衍生自糖类、二萜基或二萜基衍生物和任选活性二醇、醇类或氨基酸的基团。在糖类的情况下，应特别提及的是戊糖和己糖及其衍生物。

基团 X 的实例为以下结构，在所有情况下，末端的线指是自由共价键。

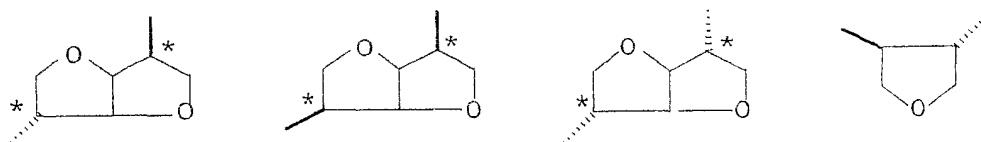




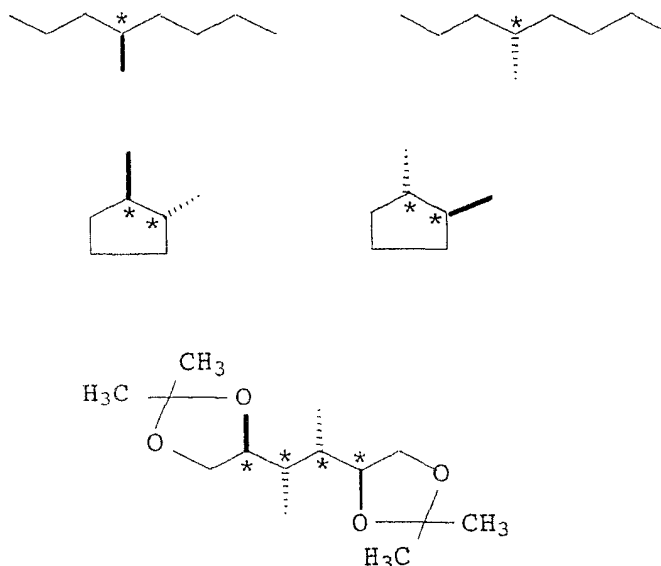
其中

L^1 为 C_1 - C_4 -烷基、 C_1 - C_4 -烷氧基、卤素、 $COOR^5$ 、 $OCOR^5$ 、 $NHCOR^5$ ，
且 R^5 为 C_1 - C_4 -烷基或氢。

特别优选



以下结构的手性基团也是适合的：



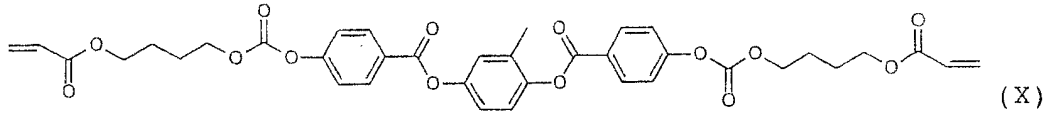
在基团 A^1 、 A^2 、 A^3 、 A^4 、 R^3 、 R^4 、 R^5 和 L^1 的以上定义中，特别地， C_1 - C_{20} -烷基为甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、仲丁基、异丁基、叔丁基、戊基、己基、庚基、辛基、壬基、癸基、十一烷基、十二烷基、十三烷基、十四烷基、十五烷基、十六烷基、十七烷基、十八烷基、十九烷基和二十烷基；

特别地， C_1 - C_4 -烷基为甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、仲丁基、异丁基或叔丁基；

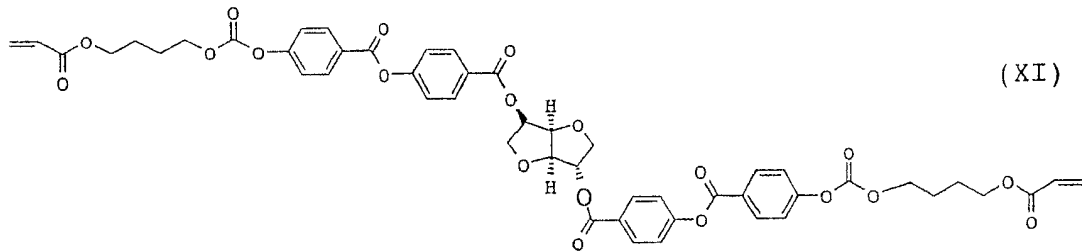
特别地， C_1 - C_{20} -烷氧基为其烷基基团对应于上述 C_1 - C_{20} -烷基基团的烷氧基；且

特别地， C_2-C_{30} -亚烷基为对应于上述 C_2-C_{20} -烷基基团的二价基团的亚烷基，或为直链 $C_{21}-C_{30}$ -同系物。

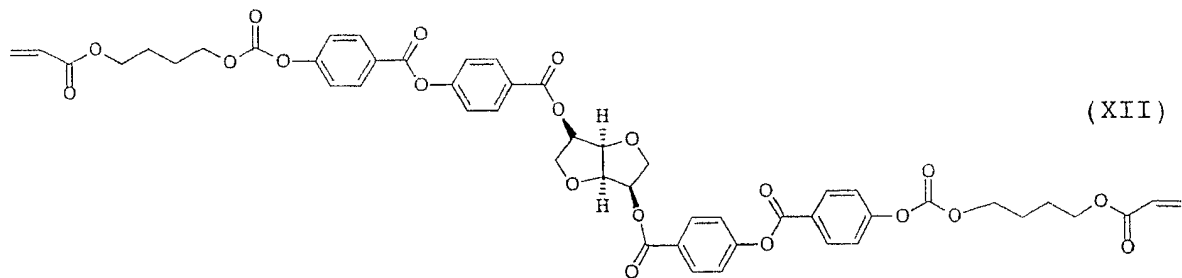
在一个特别的实施方案中，向列型非手性可聚合单体具有以下结构式 X:



在更特别的实施方案中，手性可聚合单体具有以下结构式 XI 或 XII



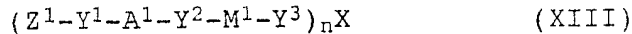
和/或



对非手性向列型单体与手性单体的比例进行选择，以使由这些单体获得的聚合物在取向之后具有对应于 IR 光谱范围内的波长的螺旋超结构螺距。该比例取决于向列型和手性单体的类型且必须针对每种单独的情况进行确定。

另外，可将组 b) 的至少一种胆甾醇型可聚合单体用作组份 B。

组 b) 的优选单体描述于 DE-A 19602848 中，在此将其全文引入以作参考。特别地，单体 b) 包括至少一种式 XIII 的胆甾醇型可聚合单体



变量如组 a) 的单体所定义。优选的实施方案也相应地适用。

另外，可将组 c) 的至少一种胆甾醇型可交联聚合物用作组份 B。

组 c) 的优选聚合物为 DE-A-197 136 38 中所描述的胆甾醇型纤维素衍生物，特别是

- (1) 纤维素的羟烷基醚与
- (2) 饱和的脂族或芳族羧酸和
- (3) 不饱和的单或二羧酸

的胆甾醇型混合酯。

特别优选混合酯，其中组份 (1) 的羟烷基基团 (经醚官能团连接) 包括直链或支化 C_2-C_{10} -羟烷基基团，特别是羟丙基和/或羟乙基基团。适合的混合酯的组份 (1) 的优选的分子量为约 500-约 1 百万。优选纤维素的脱水葡萄糖单元用羟烷基基团以取代的平均摩尔程度为 2-4 醚化。纤维素中的羟烷基基团可相同或不同。它们中高达 50% 还可由烷基基团 (特别是 C_1-C_{10} -烷基基团) 取代。这种化合物的一个实例为羟丙基甲基纤维素。

可用作适当的混合酯的组份 (2) 的化合物为直链脂族 C_1-C_{10} -羧酸，特别是 C_2-C_6 -羧酸、支化的脂族 C_4-C_{10} -羧酸，特别是 C_4-C_6 -羧酸或直链或支化的卤代羧酸。组份 (2) 还可包括苯甲酸或带有芳族取代基的脂族羧酸，特别是苯乙酸。特别优选组份 (2) 选自乙酸、丙酸、正丁酸、异丁酸和正戊酸，特别是选自丙酸、3-氯代丙酸、正丁酸和异丁酸。

优选组份 (3) 选自不饱和 C_3-C_{12} -单或二羧酸或上述二羧酸的单酯，特别是 α,β -乙烯类不饱和 C_3-C_6 -单或二羧酸或二羧酸的单酯。

特别优选适合的混合酯的组份 (3) 选自丙烯酸、甲基丙烯酸、巴豆酸、乙烯基乙酸、马来酸、富马酸和十一碳烯酸，特别是选自丙烯酸和甲基丙烯酸。

优选组份 (1) 用组份 (2) 和 (3) 以取代的平均摩尔程度为 1.5-3，特别是 1.6-2.7、特别优选 2.3-2.6 酯化。优选约 1-30%，特别是 1-20% 或

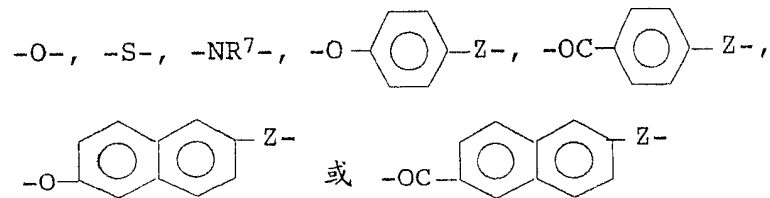
1-10%，特别优选约 5-7%的组份 (1) 的 OH 基团被组份 (3) 酯化。

组份 (2) 与组份 (3) 的比例决定了聚合物的反射波长。

此外，组 c) 的适合的聚合物还有 DE-A-197 17 371 中所述的炔丙基封端的胆甾醇型聚酯或聚碳酸酯。

在这些化合物中，优选具有至少一个式 $R^6C\equiv C-CH_2-$ 的末端炔丙基基团的聚酯或聚碳酸酯，其中 R^6 为 H、 C_1-C_4 -烷基、芳基或 $Ar-C_1-C_4$ -烷基 (如，苄基或苯乙基)，其直接或经连接基团连接到聚酯或聚碳酸酯上。

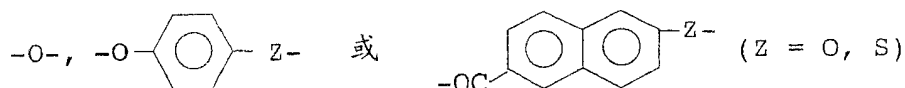
优选连接基团选自



(炔丙基连接到 Z 上)，

其中， R^7 为 H、 C_1-C_4 -烷基或苯基，Z 为 O、S 或 NR^8 ，且 R^8 为 H、 C_1-C_4 -烷基或苯基。

在聚酯中，末端炔丙基基团优选经



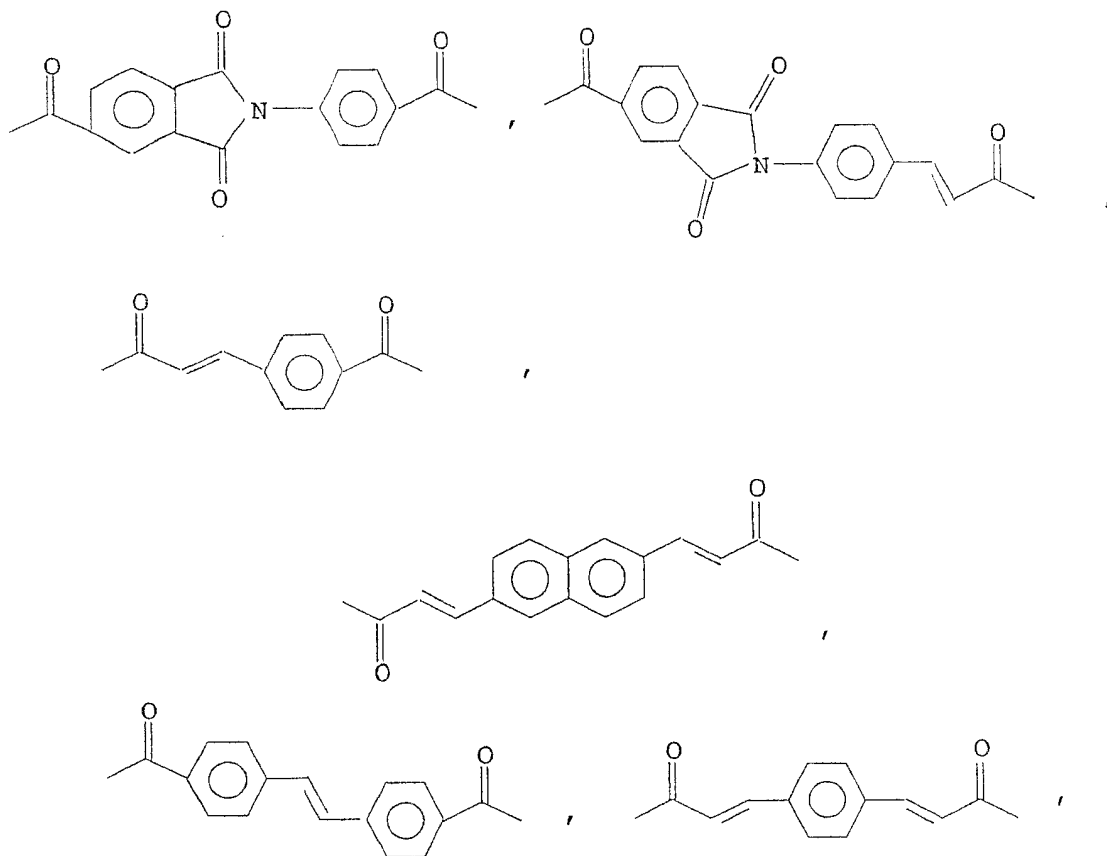
连接。

聚酯优选包括：

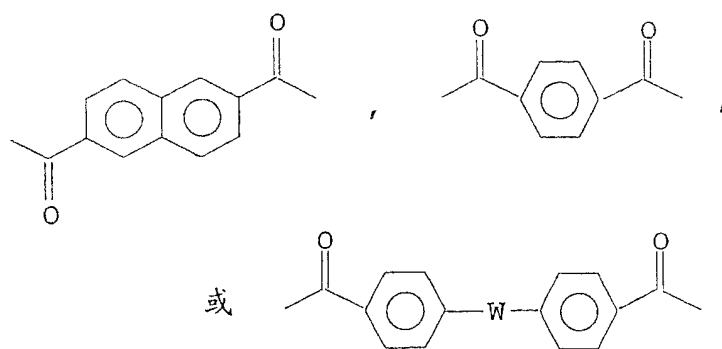
(4) 至少一种芳族或芳脂族二羧酸单元和/或至少一种芳族或芳脂族羟基羧酸单元，和

(5) 至少一种二醇单元。

优选的二羧酸单元为那些具有式



的二羧酸单元，特别是那些式



的二羧酸单元，其中每个苯基基团或萘基基团可含有 1、2 或 3 个彼此独立地选自 C_1 - C_4 -烷基、 C_1 - C_4 -烷氧基、卤素和苯基的取代基，且上式中：

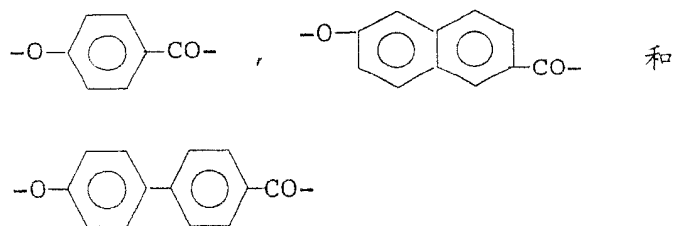
W 为 NR^9 、S、O、 $(CH_2)_rO(CH_2)_q$ 、 $(CH_2)_s$ 或单键，

R^9 为烷基或氢，

s 为 1-15 的整数，且

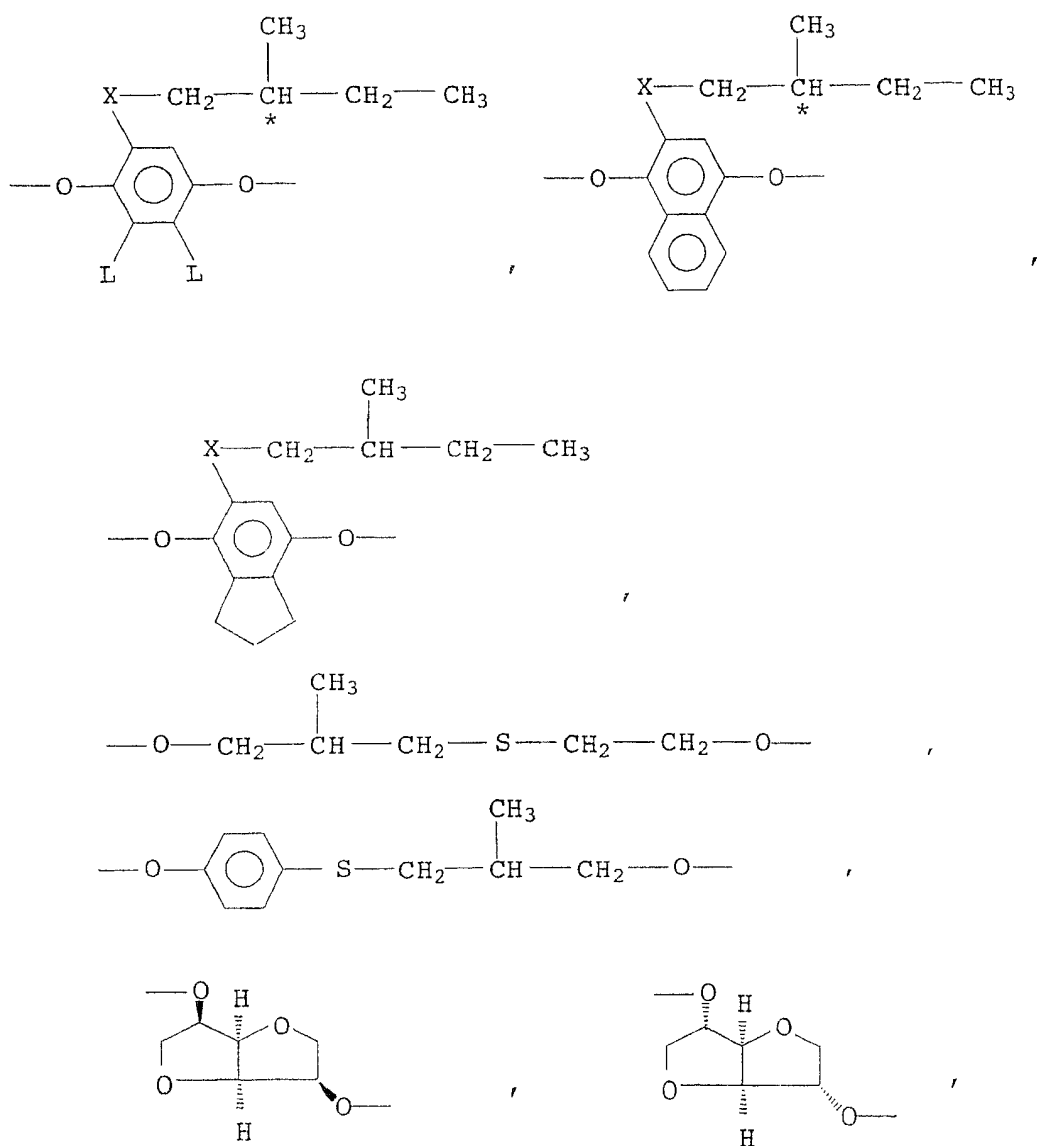
r 和 q 彼此独立，各为 0-10 的整数。

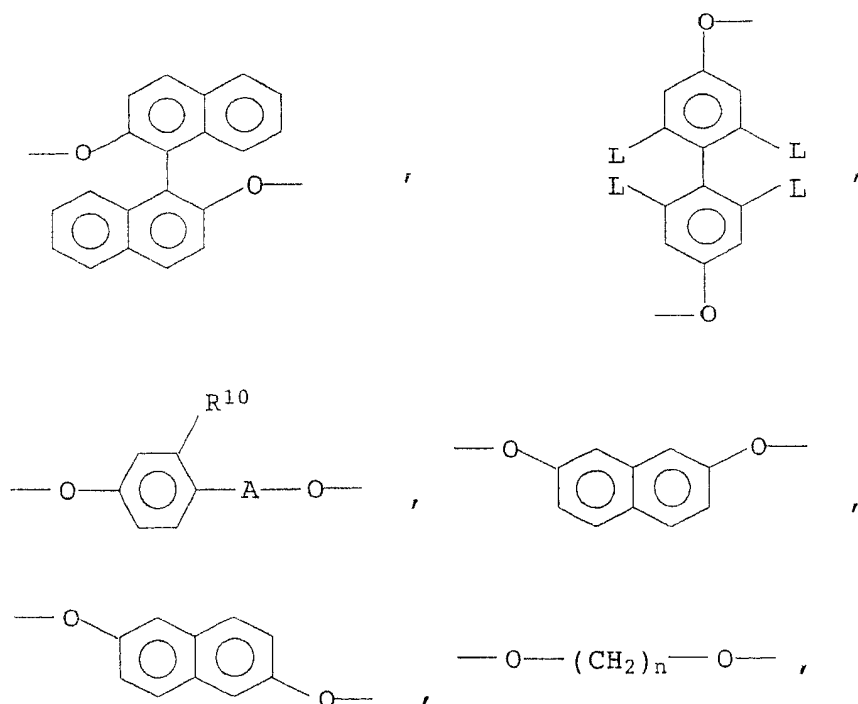
优选的羟基羧酸单元为那些式



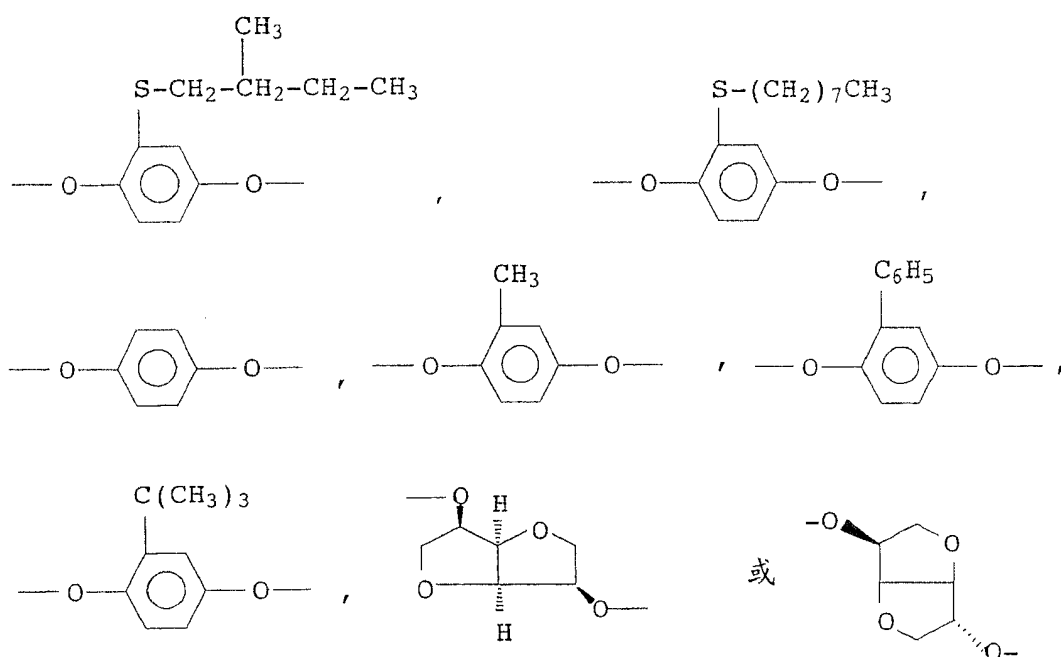
的羟基羧酸单元，其中每个苯基基团或萘基基团可含有 1、2 或 3 个彼此独立地选自 C₁-C₄-烷基、C₁-C₄-烷氧基、卤素和苯基的取代基。

优选的二醇单元为那些式





的二醇单元，特别是那些式



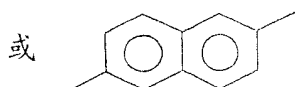
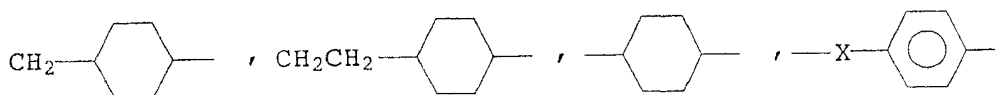
的二醇单元，

其中，在以上式中

L 为烷基、烷氧基、卤素、 COOR^{II} 、 OCOR^{II} 、 CONHR^{II} 或 NHCOR^{II} ，

X 为 S、O、N、 CH_2 或单键，

A 为单键、 $(\text{CH}_2)_n$ 、 $\text{O}(\text{CH}_2)_n$ 、 $\text{S}(\text{CH}_2)_n$ 、 $\text{NR}^{\text{II}}(\text{CH}_2)_n$ 、

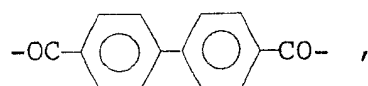
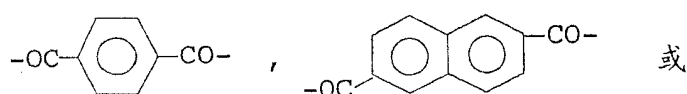


R^{11} 为烷基或氢,

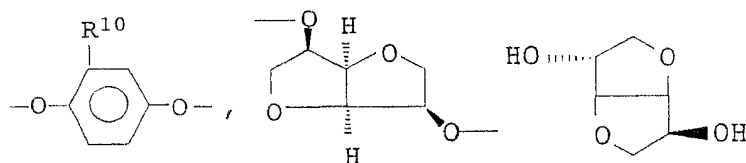
R^{10} 为氢、卤素、烷基或苯基, 且

n 为 1-15 的整数。

优选包括至少一种式



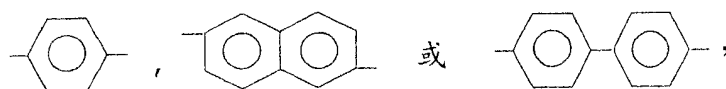
的二羧酸单元和至少一种式



的二醇单元的聚酯, 其中 R^{10} 为氢、卤素、 C_1 - C_4 -烷基, 特别是 CH_3 或 $(CH_3)_3$ 或苯基。

另外优选的化合物为式 $P-Y-B-CO-O-A-O-CO-B-Y-P$ 的二酯, 其中 P 为以上定义的式的末端炔丙基基团, Y 为 O 、 S 或 NR^{12} ($R^{12} = C_1$ - C_4 -烷基),

B 为

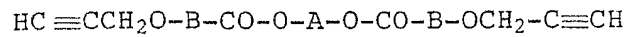


其中每个苯基基团或萘基基团可含有 1、2 或 3 个彼此独立地选自 C_1 - C_4 -烷基、 C_1 - C_4 -烷氧基、卤素或苯基的取代基, 且 A (与相邻的氧原子一起) 为上述的二醇单元之一。

特别优选的二酯为那些其中 B 为

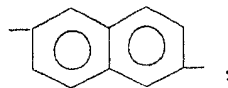


的上述式的二酯，且特别是式

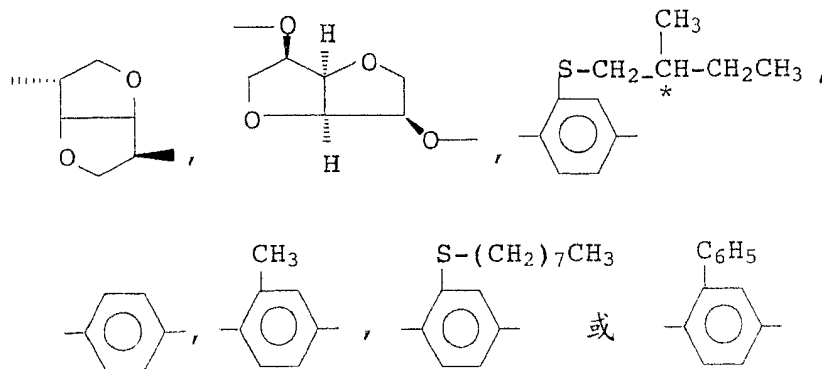


的二酯，其中

(6) B 为

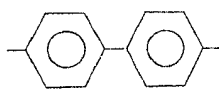


A 为



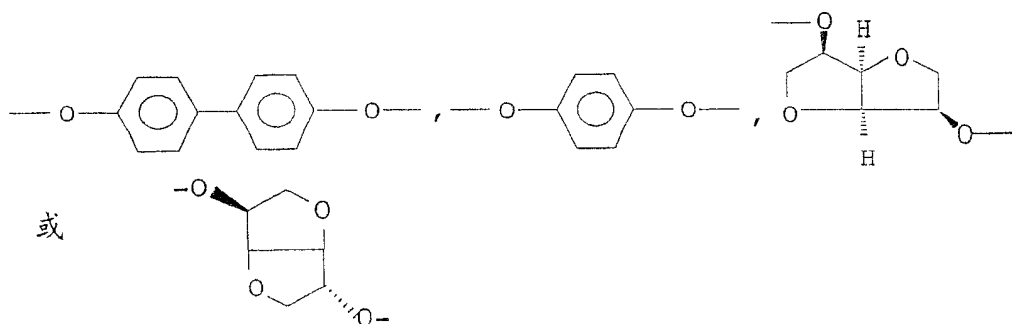
或

(7) B 为

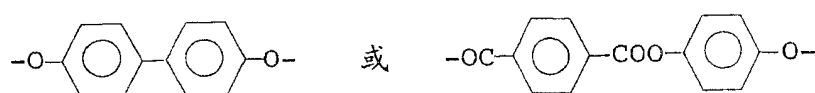


A 如 (6) 所定义。

另外优选的化合物为聚碳酸酯，其包括至少一种上式的混合二醇单元，特别是式



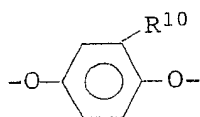
此处优选那些包括至少一种式



的内消旋单元和至少一种式



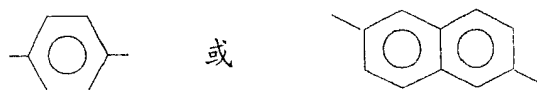
的手性单元作为二醇单元，并且具有或不具有式



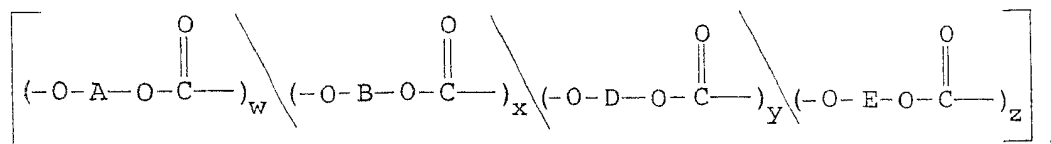
的非手性单元的聚碳酸酯；

其中 R^{10} 如上定义且特别地为 H 或 CH_3 。

特别优选的聚碳酸酯是那些具有式 $HC \equiv CCH_2O-R^{13}-CO$ 的末端炔丙基基团的聚碳酸酯，其中 R^{13} 为



组 c) 的另外适合的聚合物为胆甾醇型聚碳酸酯，其在非末端位置上还含有光反应性基团。这种聚碳酸酯描述于 DE-A-196 31 658 中。它们优选具有式 XIV

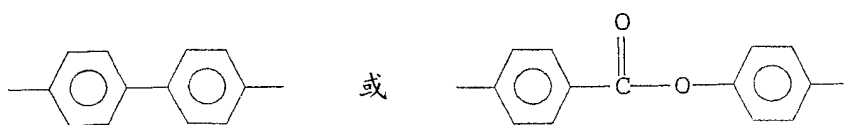


(XIV)

其中摩尔比 w/x/y/z 为约 1-20/约 1-5/约 0-10/约 0-10。特别优选摩尔比 w/x/y/z 为约 1-5/约 1-2/约 0-5/约 0-5。

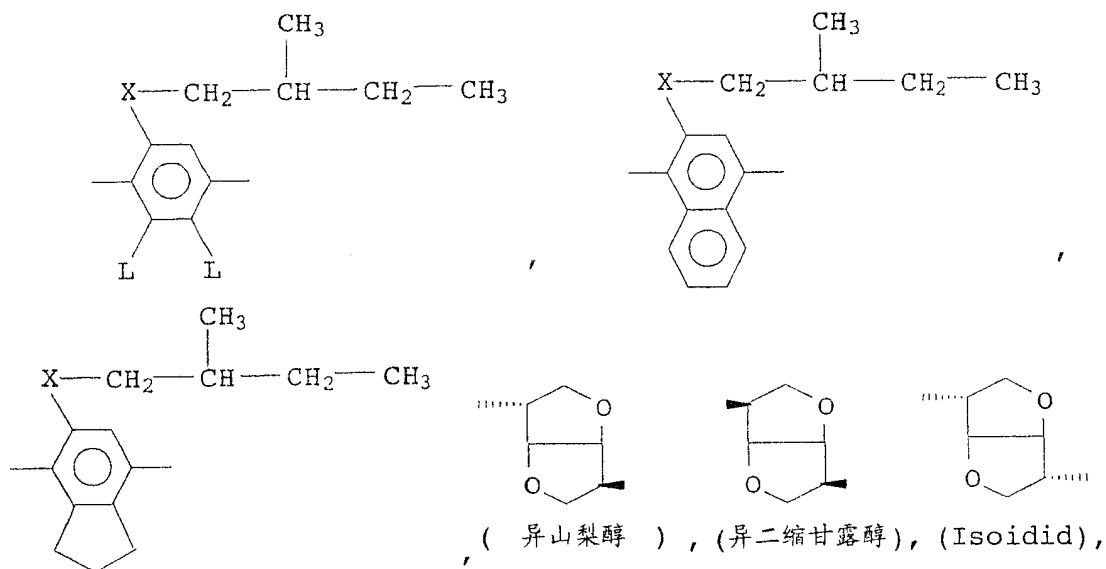
在式 XIV 中，

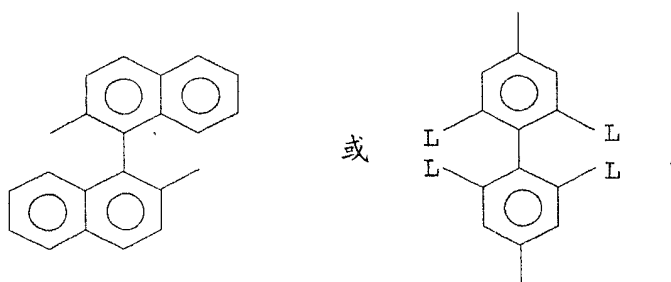
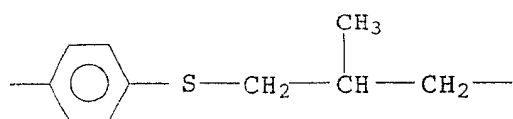
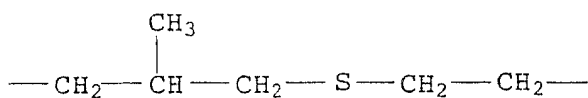
A 为式



的内消旋基团；

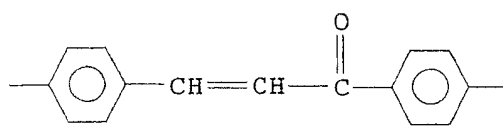
B 为式



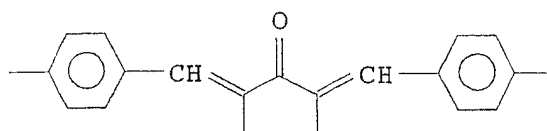


的手性基团，

D 为式



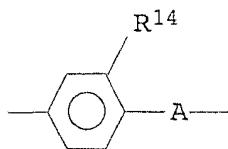
或



的光反应性基团，

且

E 为另外的式



的非手性基团，

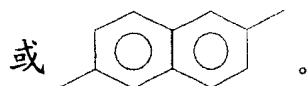
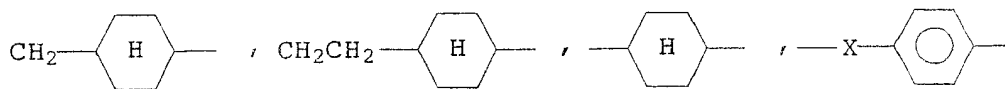
其中，在以上式中，

L 为烷基、烷氧基、卤素、 COOR^{15} 、 OCOR^{15} 、 CONHR^{15} 或 NHCOR^{15} ，

X 为 S、O、N、CH₂ 或单键，

R¹⁵ 为烷基或氢，

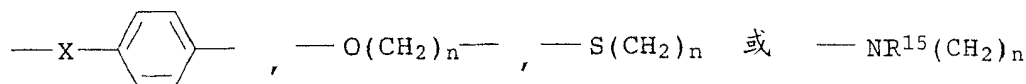
A 为单键、(CH₂)_n、O(CH₂)_n、S(CH₂)_n、NR¹¹(CH₂)_n、



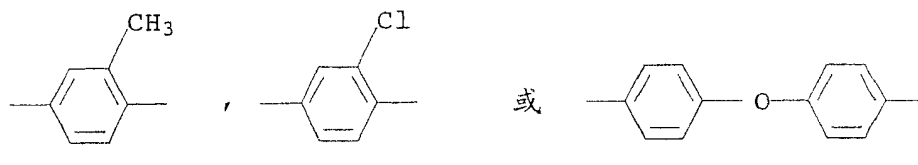
R¹⁴ 为氢、卤素、烷基或苯基，和

n 为 1-15 的整数。

如果 R¹⁴ 为烷基或卤素且 A 为单键，或如果 R¹⁴ 为氢或烷基且 A 为



这些基团是提高溶解度的基团。其实例为

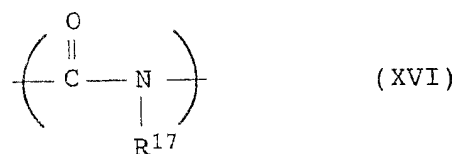
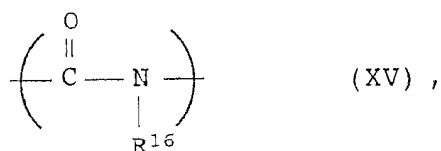


优选的手性组份为异山梨醇、异二缩甘露醇和/或 isoidide。

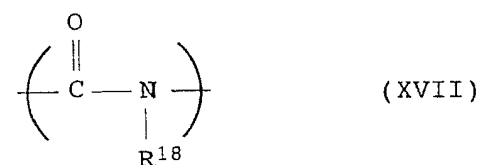
根据所需要的反射行为，手性二醇结构单元的比例优选为二醇结构单元总含量的 1-80mol%，特别优选为 2-20mol%。

另外，可将在可聚合稀释剂中的胆甾醇型聚合物(组 d))用作组份 B。

组 d)的优选聚合物的实例是 US-A-08 834 745 中所述的可交联胆甾醇型共聚异氰酸酯，在此将其全文引入以作参考。这种共聚异氰酸酯具有式



和, 如果合适的话, 式



的重复单元;

其中

R^{16} 为手性脂族或芳族基团;

R^{17} 为可交联基团, 且

R^{18} 为非手性基团。

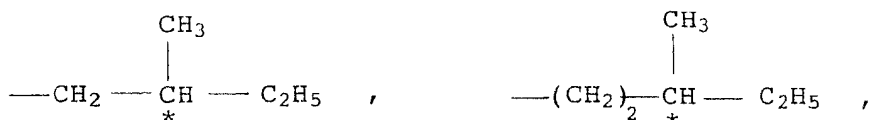
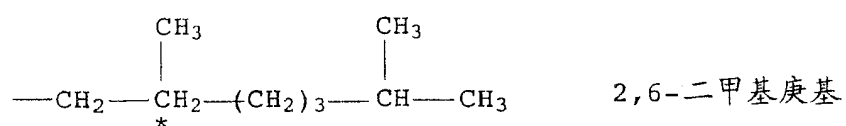
如果不另外说明, 烷基 (包括诸如烷氧基、二烷基、烷基硫基等的含义) 的意思是支化或非支化的 C_1 - C_{12} -烷基, 优选 C_3 - C_{12} -烷基, 特别优选 C_4 - C_{10} -烷基, 尤其是 C_6 - C_{10} -烷基。

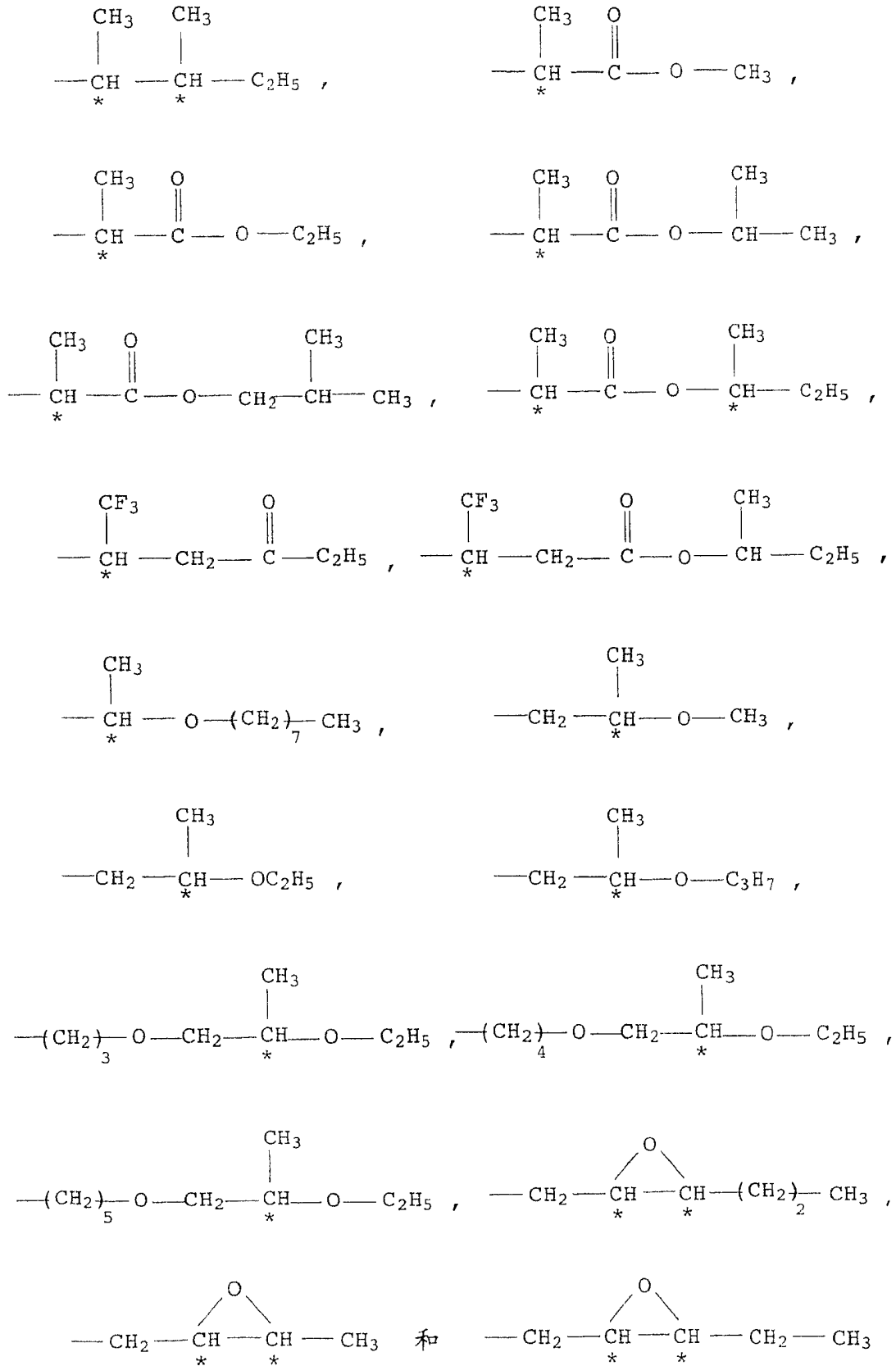
优选 R^{16} 选自 (手性) 支化或非支化烷基、烷氧基烷基、烷基硫基烷基、环烷基、烷基苯基或 C_3 - C_9 -环氧烷基基团或 C_1 - C_6 -脂肪酸与 C_1 - C_6 -链烷醇的酯或 C_3 - C_9 -二烷基酮的基团。酯基可经脂肪酸组份或经链烷醇基团连接到氮上。基团 R^{16} 可含有 1、2 或 3 个取代基, 所述取代基可相同或不同且选自烷氧基基团、二- C_1 - C_4 -烷基氨基基团、CN、卤素原子或 C_1 - C_4 -烷基硫基基团。

优选 R^{16} 选自烷基、烷氧基烷基、 C_1 - C_6 -脂肪酸与 C_1 - C_6 -链烷醇的酯的残基、 C_3 - C_9 -二烷基酮和环氧化的 C_3 - C_9 -环氧烷基基团, 其中 R^{16} 可被 1 或 2 个基团取代, 所述基团可相同或不同且选自烷氧基、卤素、CN 或 CF_3 。

支化或非支化烷基或烷氧基基团的优选取代基选自烷氧基基团、卤素原子或 CN；对于 C₁-C₆-脂肪酸与 C₁-C₆-链烷醇的酯，其选自烷氧基基团、卤素原子、CN 或或 CF₃；且对于 C₃-C₉-二烷基酮，其选自烷氧基基团、卤素原子或 CN。

特别地，基团 R¹⁶ 的主链具有 3-12，特别是 6-10，优选 6-8 个成员（碳、氧和/或硫原子）的长度。特别优选基团 R¹⁶ 选自





非常特别优选适合的共聚异氰酸酯的组份 XV 衍生自 2,6-二甲基庚基异氰

酸酯。

优选适合的共聚异氰酸酯的基团 R^{17} 选自 C_3-C_{11} -烯基基团、 C_4-C_{11} -乙烯基醚基团 (= 乙烯基- C_2-C_9 -烷基醚)、乙烯类不饱和 C_3-C_{11} -羧酸基团和乙烯类不饱和 C_3-C_6 -一元羧酸与 C_2-C_6 -链烷醇的酯, 其中至氮原子的连接基团是通过酯的链烷醇基团的。特别优选基团选自丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丙酯、丙烯酸正丁酯、丙烯酸异丁酯、丙烯酸 2-乙基己酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸丙酯、甲基丙烯酸正丁酯、甲基丙烯酸异丁酯、甲基丙烯酸 2-乙基己酯, 特别是选自丙烯酸乙酯和甲基丙烯酸乙酯。

优选基团 R^{18} 如 R^{16} 的定义。但是它是非手性的, 即没有手性中心或作为外消旋混合物存在。

特别优选基团 R^{18} 的主链具有 4-12, 特别是 6-10, 优选 6-8 个成员(碳、氧和/或硫原子)的长度。非常特别优选本发明的共聚异氰酸酯的组份 XVII 衍生自正己基异氰酸酯、正庚基异氰酸酯或正辛基异氰酸酯。

组份 XV、XVI 和 XVII 的摩尔比优选 XV:XVI:XVII 为约 1-20:1-20:50-98, 特别是约 5-15:5-15:65-90, 特别优选为约 15:10:75。

单元 XV、XVI 和 XVII 可无规分布在适合的共聚异氰酸酯中。

本发明的组合物的优选的组份 B 为至少一种非手性向列型可聚合单体和手性可聚合单体的混合物, 即组 a)。

化合物 A 以 0.01-20 重量%, 特别优选 0.01-15 重量%, 非常特别优选 0.01-10 重量%, 特别是 0.01-7 重量%, 尤其是 0.01-5 重量%的量存在(基于组份 B 的总量)。

组合物优选为组份 A 和 B 的均质混合物, 或为组份 A 和 B 在适当的稀释剂中的溶液或分散体。稀释剂的比例优选为 5-95 重量%, 特别优选为 30-80 重量%, 特别是 40-70 重量%(基于组合物的总量)。

适用于组 a) 或 b) 的化合物的稀释剂为直链或支化的酯(特别是乙酸酯)、环醚和酯、醇、内酯、脂族和芳族烃(如甲苯、二甲苯和环己烷)、

和酮、酰胺、N-烷基吡咯烷酮，特别是N-甲基吡咯烷酮，且尤其是四氢呋喃（THF）、二噁烷和甲乙酮（MEK）。

适用于组c)的聚合物的稀释剂的实例为醚和环醚，如四氢呋喃或二噁烷、氯代烃，如二氯甲烷、三氯甲烷、四氯化碳、二氯乙烷、1,1,2,2-四氯乙烷、1-氯萘、氯苯或1,2-二氯苯。这些稀释剂特别适用于聚酯或聚碳酸酯。适用于纤维素衍生物的稀释剂的实例为醚（如二噁烷）或酮（如丙酮）。当使用共聚异氰酸酯作为组d)的聚合物时，建议使用如US-A-08 834 745中所述的可聚合稀释剂。这种可聚合稀释剂的实例为

- α,β -不饱和单或二羧酸（特别是 C_3 - C_6 -单或二羧酸）与 C_1 - C_{12} -链烷醇、 C_2 - C_{12} -烷二醇或它们的 C_1 - C_6 -烷基醚或苯醚的酯，如丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯、丙烯酸或甲基丙烯酸的羟乙或羟丙酯和丙烯酸或甲基丙烯酸的2-乙氧基乙酯。
- 乙烯基- C_1 - C_{12} -烷基醚，如乙烯基乙基醚、乙烯基己基醚或乙烯基辛基醚；
- C_1 - C_{12} -羧酸的乙烯基酯，如醋酸乙烯酯、丙酸乙烯酯、月桂酸乙烯酯；
- C_3 - C_9 -环氧化物，如1,2-环氧丁烷、氧化苯乙烯；
- N-乙烯基吡咯烷酮、N-乙烯基己内酰胺、N-乙烯基甲酰胺；
- 乙烯基芳族化合物，如苯乙烯、 α -甲基苯乙烯、氯代苯乙烯，和
- 具有两个或多个可交联基团的化合物，如二醇（包括聚乙二醇）与丙烯酸或甲基丙烯酸的二酯或二乙烯基苯。

优选的可聚合的稀释剂的实例为丙烯酸2-乙氧基乙酯、二丙烯酸二乙二醇酯、二甲基丙烯酸乙二醇酯、二甲基丙烯酸二乙二醇、二甲基丙烯酸三乙二醇酯、丙烯酸二乙二醇单甲醚酯、丙烯酸苯氧基乙酯和二甲基丙烯酸四乙二醇酯。特别优选的可聚合稀释剂为苯乙烯。

组a)、b)或c)的混合物还可包含少量的可聚合稀释剂。可加入到a)、b)或c)中的优选的可聚合溶剂为丙烯酸酯，特别是较高官能度的丙烯酸酯，如双、三或四丙烯酸酯，且特别优选高沸点低聚丙烯酸酯。优选的加

入量为约5重量%（基于混合物的总量）。

为了调节粘度和均化行为，可将本发明的组合物与外加的组份混合。

例如，可能使用聚合物粘合剂和/或单体化合物，所述单体化合物可通过聚合转化为聚合物粘合剂。这种化合物的实例为可溶于有机溶剂的聚酯、纤维素酯、聚氨酯、硅氧烷和聚醚或聚酯改性的硅氧烷。特别优选使用纤维素酯，如乙酰丁酸纤维素酯。

加入少量适合的均化剂也可能是有利的。可使用约0.005-1重量%，特别是0.01-0.5重量%（基于所使用的胆甾基（cholester）的量）。适合的均化剂的实例为乙二醇、硅油并且特别是丙烯酸酯聚合物，如购自Byk-Chemie的丙烯酸酯共聚物Byk 361或Byk 358，和购自Tego的改性无硅丙烯酸酯聚合物Tego flow ZFS 460。

该组合物还可包含UV和风化稳定剂。这种添加剂的实例为2,4-二羟基二苯甲酮的衍生物、丙烯酸（2-氰基-3,3-联苯基）酯的衍生物、2,2',4,4'-四羟基二苯甲酮的衍生物、邻羟基苯基苯并三唑的衍生物、水杨酸酯、邻羟基苯基-s-三嗪或空间位阻胺。这些物质可单独使用，或者优选地，作为混合物使用。

如果使本发明的组合物进行光化学聚合，该组合物还可包含常规光引发剂。对于通过电子束固化，不需要这种引发剂。适合的光引发剂的实例为异丁基苯偶因醚、2,4,6-三甲基苯甲酰二苯基氧化膦、1-羟基环己基苯基甲酮、2-苄基-2-二甲基氨基-1-(4-吗啉代苯基)-咪喃-1-酮、二苯甲酮和1-羟基环己基苯基酮的混合物、2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮、全氟化二苯基茂钛、2-甲基-1-(4-[甲基硫基]苯基)-2-(4-吗啉基)-1-丙酮、2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮、4-(2-羟基乙氧基)苯基-2-羟基-2-丙基酮、2,2-二乙氧基苯乙酮、4-苯甲酰-4'-甲基二苯基硫醚、4-(二甲基氨基)苯甲酸乙酯、2-异丙基噻吨酮和4-异丙基噻吨酮的混合物、苯甲酸2-(二甲基氨基)乙酯、d,l-樟脑醌、乙基-d,l-樟脑醌、二苯甲酮和4-甲基二苯甲酮的混合物、二苯甲酮、4,4'-双二甲基氨基-二苯甲酮、六氟磷酸(η^5 -环戊二烯基)(η^6 -异丙基苯基)铁

(II) 盐、六氟磷酸三苯基铯盐或三苯基铯盐的混合物，和二丙烯酸丁二醇酯、二丙烯酸二丙二醇酯、二丙烯酸己二醇酯、丙烯酸 4-(1,1-二甲基乙基环己酯)、三丙烯酸三羟甲基丙烷酯和二丙烯酸三丙二醇酯。

本发明提供了一种如上述的组合物的用于生产绝热涂层的用途。

本发明另外提供了一种包括至少一种本发明的组合物的取向固化层的绝热涂层。

本发明的绝热涂层优选包括至少一种 IR 反射、固化的胆甾醇型聚合物，所述聚合物具有对应于 IR 光谱范围的波长的螺旋超结构。

例如，胆甾醇型聚合物可通过将得自上述组 a)、b)、c) 或 d) 的组份 B 取向和固化而获得。

当绝热涂层包括至少两层时，在不同层中的 IR 反射聚合物优选各具有不同的对应于 IR 光谱范围的波长的螺旋超结构螺距，和/或相对的手性（手型性）。在包括至少两层的绝热涂层中，还优选在各种情况下，2 个优选相邻的层的螺旋超结构螺距相同，但它们的手性不同。在包括至少两层的绝热涂层中，同样优选在具有相同螺旋超结构螺距和不同手性的两层之间存在使透射圆偏振光的旋转方向反向的介质，特别是称作 $\lambda/2$ 的膜或片。

绝热涂层优选包括 1-10 层，特别优选 1-4 层，尤其是 2 层。优选两层螺旋超结构或手性不同。特别优选两层具有相同的螺旋超结构螺距，但具有相反的手性。

本发明另外提供一种生产本发明的绝热涂层的方法，该方法包括将本发明的组合物施于基材上，并且，如果需要的话，使所述的组合物取向并固化。固化优选通过使组 a) 或 b) 的单体或 d) 的溶剂聚合或通过使组 c) 的聚合物交联进行。

外加层通过优选使用本发明的组合物重复施涂、取向和固化的步骤生产；所述本发明的组合物不同于第一种组合物，以使在不同的层中由组 a) 或组 b) 的单体聚合获得的取向胆甾醇型聚合物或组 c) 或 d) 的取向胆甾醇型聚合物具有另外的螺旋超结构螺距和/或与第一层相反的手性。另外或

在此基础上，可在具有相同螺旋超结构螺距和相同手性的两层之间引入介质，该介质使透射圆偏振光的旋转方向反向，特别是称作 $\lambda/2$ 的膜或片。

对上述优选的组合物和绝热涂层的论述也适用。

基材优选透明的。透明的基材可以为，例如玻璃砖、窗玻璃、汽车窗玻璃或结合到玻璃上以达到绝热目的的薄膜。

可将胆甾醇型 IR 反射层通过常规技术，如通过选自浮刀涂层、棒涂、气刀涂层、压涂、浸涂、逆辊涂层、传递辊涂层、凹板涂层、贴胶、流延涂层、喷雾、旋转涂层或印刷技术（如铅印、凸版印刷、胶版印刷、凹版印刷、胶印或丝网印刷）的方法施涂到基材上。

在将本发明的组合物施涂到基材上之前，可将该组合物采用任一种适合的稀释剂进行稀释。适合的稀释剂是上述的那些。

施涂的 IR 反射层可热固化、光化学固化或用电子束进行固化。

当然，固化必须发生在胆甾醇型相中并需保留胆甾醇型相。

当施涂 2 层或多层时，在所有情况下，它们可单独进行施涂、取向，如果需要的话，干燥，如果需要的话，固化。但是，也可将全部层中的 2 层或多层或全部湿对湿地在一个施涂步骤中施涂到待涂布的制品上，如果需要的话，进行共同干燥，然后进行共同固化。但是，同时施涂胆甾醇型层的前提条件是，在具有不同反射行为的不同层之间不存在相互扩散。

流延技术特别适合于同时施涂胆甾醇型层，特别是刮刀或棒涂流延技术、流延膜挤出或脱膜流延（stripper casting）技术和多级流延（cascade casting）法。这些流延技术描述于，例如 DE-A-19 504 930、EP-A-431 630、DE-A-3 733 031 和 EP-A-452 959 中，在此将其引入作为参考。

本发明的组合物特别适于生产印刷绝热窗或绝热透明建筑材料，或使住宅、办公室或工业建筑物对热辐射绝热。另外，本发明的组合物还特别适于用在汽车工业中、特别是用于生产绝热印刷玻璃窗。因此，本发明还提供了在其上具有本发明的绝热涂层的制品。

由于化合物 A 的存在，本发明的绝热涂层具有一定的色彩，优选呈蓝

色或绿色色彩。另外，化合物 A 有利地吸收 IR 辐射，以致于当未反射的 IR 辐射被吸收而不是透射时，提高了涂层的绝热性。

本发明的绝热涂层在波长范围 350-750nm 内的光透射率，如根据 ISO 9050 测定，为至少 70%，优选至少 72%。

以下实施例对本发明进行解释而不是对其进行限定。

实施例

使用式 X 的化合物作为向列型非手性可聚合单体。

使用式 XI 的化合物作为手性可聚合单体。

化合物 A (其中，P 为式 II 的苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二萘酰亚胺，其 6 个叔烷基苯氧基基团 ($n=6$) 在苯并[1,2,3-cd,4,5,6-c'd']二萘骨架上进行对称取代，且不带有卤素取代基 ($m=0$)，且其中 R^2 为烷基取代的苯基) 用作式 I 的化合物。称该化合物为 Ia。

使用的溶剂为四氢呋喃 (THF)。

将在 10gTHF 中以表 1 中所列的浓度的化合物 X、XI 和 Ia、均化剂 Byk 361 (10%浓度; Byk Chemie) 和光引发剂 (购自 Ciba 的 Irgacure 184) 的混合物用医用刮刀以表 1 中所列的湿膜厚度施涂到 PET 膜上。在约 85 °C 下将溶剂蒸发后，形成均匀透明的绿色层。该层采用 UV 灯进行固化。

表 1

实施例	用量 (X)[g]	用量 (XI)[g]	用量 (Ia)[g]	用量 (Byk 361)[g]	用量 (Irgacure)[g]
A	1.5	-	0.15	0.5	0.2
B	4.5	-	0.45	0.5	0.2
C	4.5	0.245	0.45	0.5	0.2

目测评价结果列于表 2 中

表 2

实施例	层厚[μm]	目测评价
A	4.0	透明
	5.5	透明
	7.0	轻度混浊
B	3.8	混浊
	5.8	更加混浊
	7.1	更加混浊
C	3.5	透明
	5.3	透明
	6.6	透明

在试验 B 和 C 中，根据 ISO 9050 通过投射测定证实了目测评价。结果总结于下面表 3 中。

表 3

实施例	层厚[μm]	$T_{\text{vis}}[\%]$	$T_{\text{sol}}[\%]$
B	3.8	59.2	51.6
C	3.5	72.8	38.8

T_{vis} = 在波长范围 350-750nm 内的透射

T_{sol} = 在波长范围 350-2500nm 内的透射

根据 ISO 9050 的理想值:

$T_{\text{vis}} > 70\%$

$T_{\text{sol}} < 40\%$ 。