

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6129405号
(P6129405)

(45) 発行日 平成29年5月17日(2017.5.17)

(24) 登録日 平成29年4月21日(2017.4.21)

(51) Int.Cl.		F I	
C09B	1/54	(2006.01)	C09B 1/54
G02F	1/167	(2006.01)	G02F 1/167
C09B	51/00	(2006.01)	C09B 51/00
C08G	77/22	(2006.01)	C08G 77/22 C S P
C07F	7/21	(2006.01)	C07F 7/21

請求項の数 13 (全 75 頁)

(21) 出願番号	特願2016-508266 (P2016-508266)	(73) 特許権者	508020155
(86) (22) 出願日	平成26年4月16日 (2014.4.16)		ビーエーエスエフ ソシエタス・ヨーロッパ
(65) 公表番号	特表2016-520684 (P2016-520684A)		ア
(43) 公表日	平成28年7月14日 (2016.7.14)		B A S F S E
(86) 国際出願番号	PCT/IB2014/060751		ドイツ連邦共和国 ルートヴィヒスハーフェン (番地なし)
(87) 国際公開番号	W02014/170833		D-67056 Ludwigshafen, Germany
(87) 国際公開日	平成26年10月23日 (2014.10.23)	(74) 代理人	100114890
審査請求日	平成27年11月18日 (2015.11.18)		弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト
(31) 優先権主張番号	13164387.6	(74) 代理人	100099483
(32) 優先日	平成25年4月19日 (2013.4.19)		弁理士 久野 琢也
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		

最終頁に続く

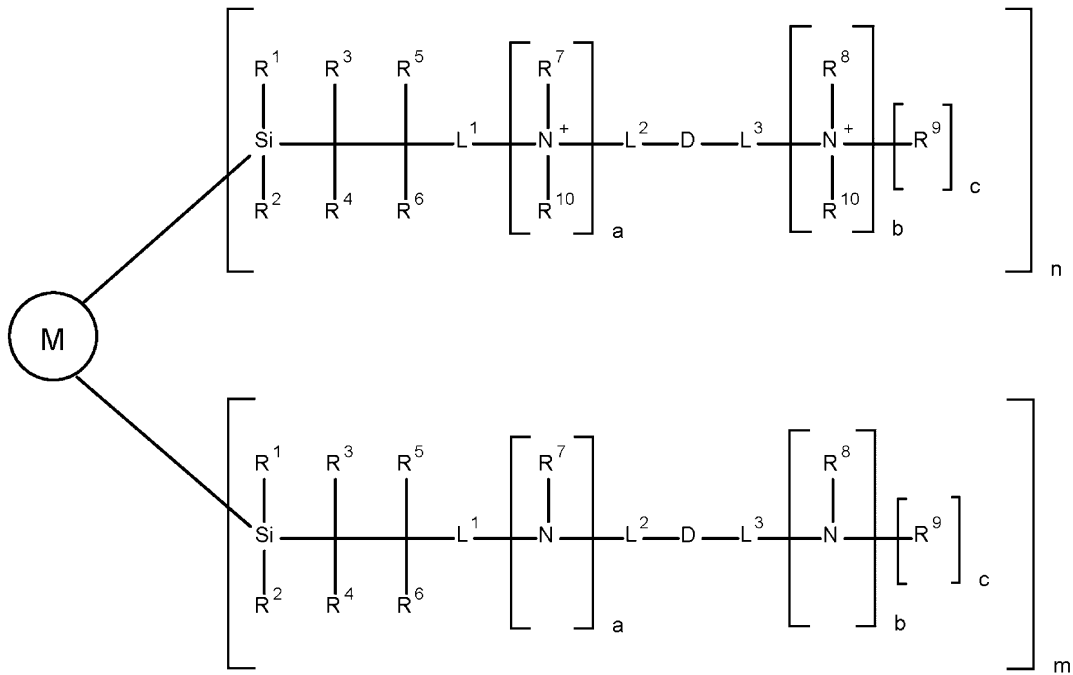
(54) 【発明の名称】 着色された帯電シルセスキオキサン

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

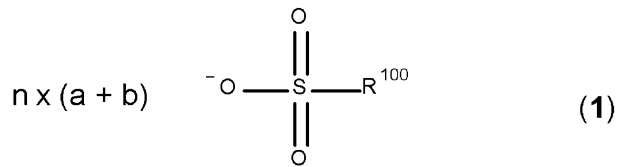
カチオンとアニオンとの塩であって、前記塩が式

【化 1】



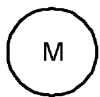
10

20

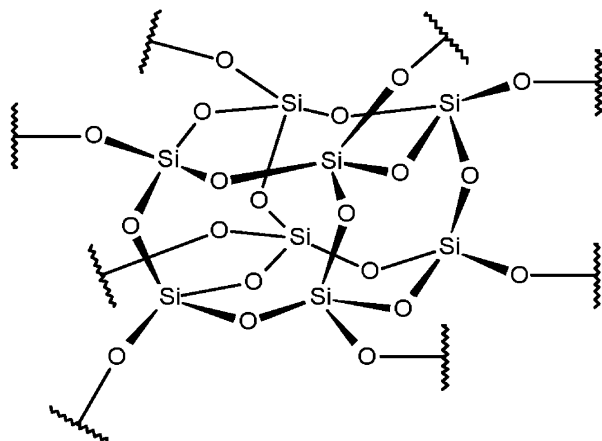


を有し、
ここで、
【化 2】

30



は
【化 3】



40

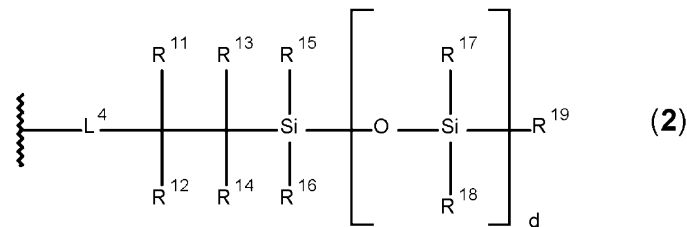
であり、

50

n は、1、2、3、4、5、6、7または8であり、
m は、8 - nであり、
a は、0または1であり、
b は、0または1であり、
c は、0または1であり、
ただし、少なくともaまたはbは、1であり、およびbが1である場合には、cも1であるものとし、
R¹およびR²は、互いに独立して、C₁~C₄アルキルであり、
R³、R⁴、R⁵およびR⁶は、互いに独立して、水素またはC₁~C₄アルキルであり、
R⁷、R⁸およびR⁹は、互いに独立して、式(2)

10

【化4】



〔式中、

20

L⁴は、C₁~C₂₀アルキレン、フェニレン-C₁~C₂₀アルキレンまたはC₁~C₂₀アルキレン-フェニレン-C₁~C₂₀アルキレンであり、
R¹¹、R¹²、R¹³およびR¹⁴は、互いに独立して、水素またはC₁~C₄アルキルであり、
R¹⁵、R¹⁶、R¹⁷およびR¹⁸は、互いに独立して、C₁~C₄アルキルであり、
R¹⁹は、C₁~C₂₀アルキルであり、このC₁~C₂₀アルキルは、フェニル、O-C₁~C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよく、および
dは、1~25の整数である〕を有するかまたはC₁~C₂₀アルキルであり、このC₁~C₂₀アルキルは、C₆~C₁₄アリール、OC₁~C₆アルキルおよびNO₂からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよく、ただし、R⁷、R⁸およびR⁹の少なくとも1つは、式(2)を有するものとし、または

30

R⁷は、式(2)を有しかつR⁸とR⁹は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成し、これらの環は、OまたはSを含んでいてもよく、
R¹⁰は、C₆~C₁₄アリール、OC₁~C₆アルキルおよびNO₂からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよいC₁~C₂₀アルキルであり、

L¹は、-L^{1a}-[X^{1a}]_o-[L^{1b}]_p-であり、

L²は、-[L^{2a}]_q-[X^{2a}]_r-であり、

L³は、-[X^{3a}]_s-[L^{3a}-X^{3b}]_t-[L^{3b}]_u-であり、

ここで、

o、p、q、r、s、tおよびuは、互いに独立して、0または1であり、

L^{1a}、L^{1b}、L^{2a}、L^{3a}およびL^{3b}は、互いに独立して、C₁~C₂₀アルキレン、C₁~C₂₀アルキレン-フェニレン、C₁~C₂₀アルキレン-C₅~C₈シクロアルキレン、フェニレンまたはC₅~C₈シクロアルキレンであり、ここで、L^{1a}、L^{1b}、L^{2a}、L^{3a}およびL^{3b}は、ハロゲン、OC₁~C₆アルキル、NO₂およびOHからなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよく、または

40

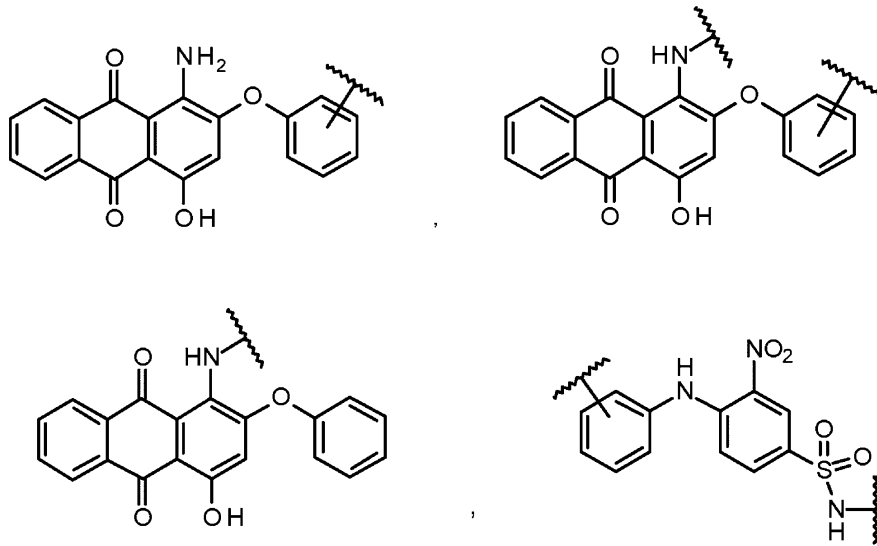
L^{1b}とR⁷またはL^{2a}とR⁷は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成するか、または

L^{3b}とR⁸は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成し、および

X^{1a}、X^{2a}、X^{3a}およびX^{3b}は、互いに独立して、O、S、C(O)またはC(O)Oであり、および

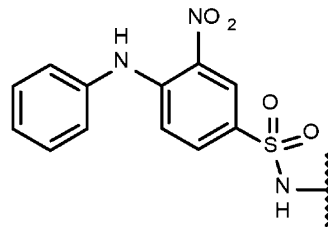
50

Dは、
【化5】



10

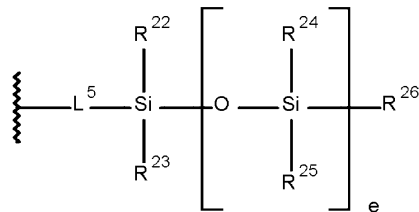
および



20

からなる群から選択されている発色団部分であり、および
R¹⁰⁰は、式

【化6】



30

〔式中、

L⁵は、C₁~C₂₀アルキレンであり、

R²²、R²³、R²⁴およびR²⁵は、互いに独立して、C₁~C₄アルキルであり、

R²⁶は、フェニル、O-C₁~C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよいC₁~C₂₀アルキルであり、および

eは、1~25の整数である〕であるか、または

R¹⁰⁰は、-C₁~C₂₀アルキレン-Y-[-[CH₂]_x-Y-]_y-C₁~C₁₀アルキルであり、

ここで、

Yは、OまたはSであり、

xは、1~6の整数であり、および

yは、1~25の整数であるか、または

R¹⁰⁰は、C₆~C₁₄アリールであり、このC₆~C₁₄アリールは、C₁~C₂₀アルキル、O

40

50

$C_1 \sim C_6$ アルキルまたは NO_2 で置換されていてよい、
前記塩。

【請求項2】

L^4 が、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン、フェニレン - $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンまたは $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン - フェニレン - $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンであり、
 R^{12} が水素であり、
 R^{11} 、 R^{13} および R^{14} が、互いに独立して、水素または $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、
 R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} および R^{18} が、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、
 R^{19} が、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、この $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、フェニル、 $O - C_1 \sim C_6$ アルキルまたは NO_2 で置換されていてよく、および
 d が、1 ~ 25の整数である、請求項1記載の塩。

10

【請求項3】

L^4 が $C_1 \sim C_{10}$ アルキレンであり、
 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} および R^{14} が水素であり、
 R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} および R^{18} がメチルであり、
 R^{19} が $C_1 \sim C_{10}$ アルキルであり、および
 d が8 ~ 16の整数である、請求項1または2記載の塩。

【請求項4】

R^6 が水素であり、および
 R^{10} がメチルである、請求項1から3までのいずれか1項に記載の塩。

20

【請求項5】

n が、1、2、3、4、5、6、7または8であり、
 m が、 $8 - n$ であり、
 a が、0または1であり、
 b が、0または1であり、
 c が、0または1であり、
ただし、少なくとも a または b は、1であり、および b が1である場合には、 c も1であるものとし、

R^1 および R^2 が、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、
 R^3 、 R^4 および R^5 が、互いに独立して、水素または $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、
 R^6 が水素であり、
 R^7 、 R^8 および R^9 が、互いに独立して、式(2)を有するかまたは $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、この $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、 $C_6 \sim C_{14}$ アリール、 $OC_1 \sim C_6$ アルキルおよび NO_2 からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよく、ただし、 R^7 、 R^8 および R^9 の少なくとも1つは、式(2)を有するものとし、

30

R^{10} がメチルであり、
 L^1 が、 $-L^{1a} - [X^{1a}]_o - [L^{1b}]_p -$ であり、
 L^2 が、 $-[L^{2a}]_q - [X^{2a}]_r -$ であり、
 L^3 が、 $-[X^{3a}]_s - [L^{3a} - X^{3b}]_t - [L^{3b}]_u -$ であり、

40

ここで、
 o 、 p 、 q 、 r 、 s 、 t および u は、互いに独立して、0または1であり、
 L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン - フェニレン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン - $C_5 \sim C_8$ シクロアルキレン、フェニレンまたは $C_5 \sim C_8$ シクロアルキレンであり、ここで、 L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、 NO_2 および OH からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよく、

X^{1a} 、 X^{2a} 、 X^{3a} および X^{3b} は、互いに独立して、 O 、 S 、 $C(O)$ または $C(O)O$ である、請求項1から4までのいずれか1項に記載の塩。

【請求項6】

n が、1、2、3、4、5、6、7または8であり、

50

mが、8 - nであり、
 aが、0または1であり、
 bが、0または1であり、
 cが、0または1であり、
 ただし、少なくともaまたはbは、1であり、およびbが1である場合には、cも1であるものとし、

R¹およびR²がメチルであり、

R³、R⁴、R⁵およびR⁶が水素であり、

R⁷、R⁸およびR⁹が、互いに独立して、式(2)を有するかまたはC₁~C₆アルキルであり、ただし、R⁷、R⁸およびR⁹の少なくとも1つは、式(2)を有するものとし、

R¹⁰がメチルであり、

L¹が、-L^{1a}-[X^{1a}]_o-[L^{1b}]_p-であり、

L²が、-[L^{2a}]_q-[X^{2a}]_r-であり、

L³が、-[X^{3a}]_s-[L^{3a}-X^{3b}]_t-[L^{3b}]_u-であり、

ここで、

qおよびuは、互いに独立して、0または1であり、

o、p、r、sおよびtは、0であり、

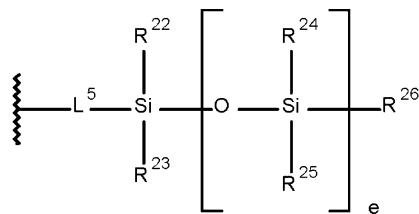
L^{1a}、L^{1b}、L^{2a}、L^{3a}およびL^{3b}は、互いに独立して、C₁~C₂₀アルキレンであり、

X^{1a}、X^{2a}、X^{3a}およびX^{3b}は、互いに独立して、O、S、C(O)またはC(O)Oである、請求項1から5までのいずれか1項に記載の塩。

【請求項7】

R¹⁰⁰が

【化7】



【式中、

L⁵は、C₁~C₂₀アルキレンであり、

R²²、R²³、R²⁴およびR²⁵は、互いに独立して、C₁~C₄アルキルであり、

R²⁶は、C₁~C₂₀アルキルであり、このC₁~C₂₀アルキルは、フェニル、O-C₁~C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよく、および

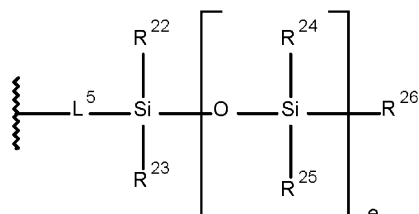
eは、1~25の整数である)であるか、または

R¹⁰⁰がC₆~C₁₄アリールであり、このC₆~C₁₄アリールは、C₁~C₂₀アルキル、O-C₁~C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよい、請求項1から6までのいずれか1項に記載の塩。

【請求項8】

R¹⁰⁰が

【化8】



10

20

30

40

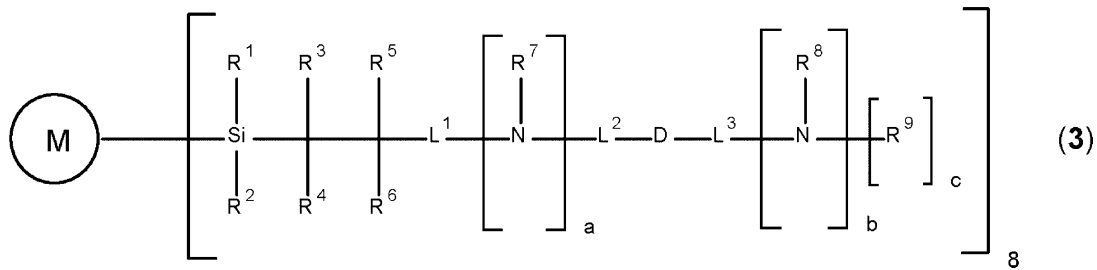
50

〔式中、
 L^5 は、 $C_1 \sim C_6$ アルキレンであり、
 R^{22} 、 R^{23} 、 R^{24} および R^{25} は、互いに独立して、メチルであり、
 R^{26} は、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキルであり、および
 e は、 $8 \sim 16$ の整数である〕であるか、または
 R^{100} が $C_1 \sim C_{20}$ アルキルで置換されているフェニルである、請求項1から7までのいずれか1項に記載の塩。

【請求項9】

請求項1から8までのいずれか1項に記載の式(1)の塩の製造法であって、当該方法が式

【化9】

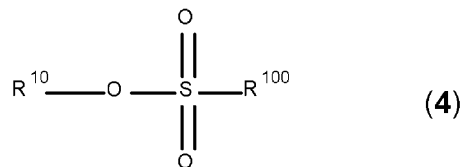


10

20

〔式中、
 M 、 a 、 b 、 c 、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 、 R^7 、 R^8 、 R^9 、 L^1 、 L^2 、 L^3 および
 D は、式(1)中の記載と同様である〕の化合物を、
 式

【化10】



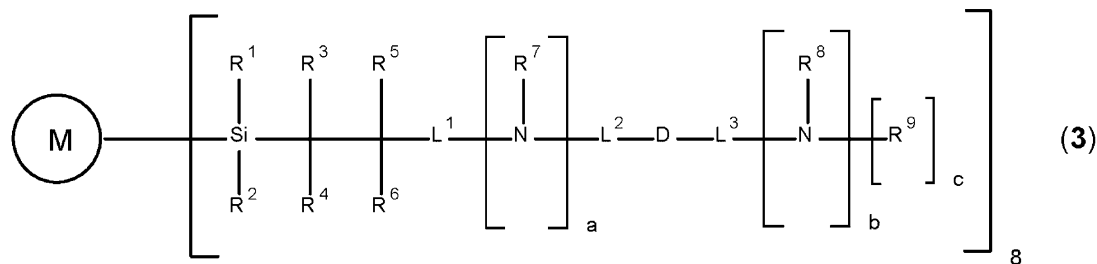
30

〔式中、
 R^{10} および R^{100} は、式(1)の記載と同様である〕の化合物と反応させる工程を含む、
 前記方法。

【請求項10】

式

【化11】



40

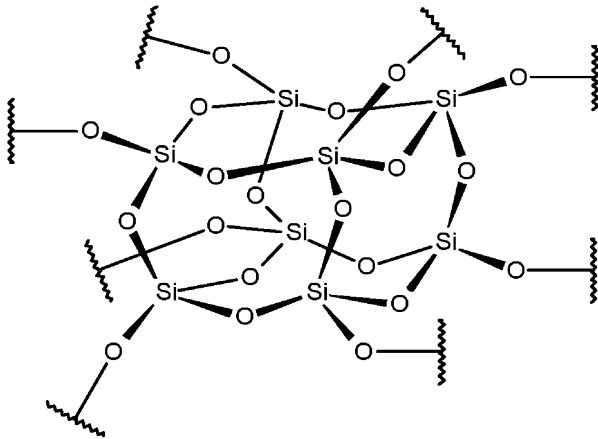
〔式中、

【化12】



は

【化13】



10

20

であり、

aは、0または1であり、

bは、0または1であり、

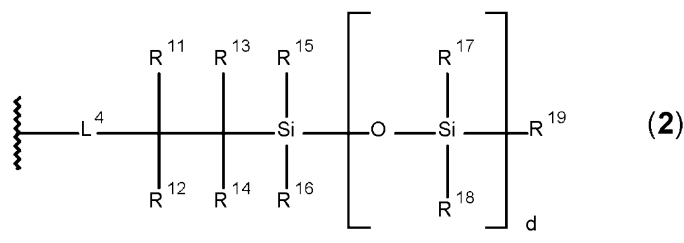
cは、0または1であり、

ただし、少なくともaまたはbは、1であり、およびbが1である場合には、cも1であるものとし、

R¹およびR²は、互いに独立して、C₁~C₄アルキルであり、R³、R⁴、R⁵およびR⁶は、互いに独立して、水素またはC₁~C₄アルキルであり、R⁷、R⁸およびR⁹は、互いに独立して、式(2)

30

【化14】



を有し、ここで、

L⁴は、C₁~C₂₀アルキレン、フェニレン-C₁~C₂₀アルキレンまたはC₁~C₂₀アルキレン-フェニレン-C₁~C₂₀アルキレンであり、R¹¹、R¹²、R¹³およびR¹⁴は、互いに独立して、水素またはC₁~C₄アルキルであり、R¹⁵、R¹⁶、R¹⁷およびR¹⁸は、互いに独立して、C₁~C₄アルキルであり、R¹⁹は、C₁~C₂₀アルキルであり、このC₁~C₂₀アルキルは、フェニル、O-C₁~C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよく、

dは、1~25の整数であるか、または

R⁷、R⁸およびR⁹は、互いに独立して、C₆~C₁₄アリール、OC₁~C₆アルキルおよびNO₂からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよいC₁~C₂₀アルキルであり、ただし、R⁷、R⁸およびR⁹の少なくとも1つは、式(2)を有するものと

40

50

し；または

R^7 は、式(2)を有しかつ R^8 と R^9 は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成し、これらの環は、OまたはSを含んでいてもよく、

L^1 は、 $-L^{1a}-[X^{1a}]_o-[L^{1b}]_p-$ であり、

L^2 は、 $-[L^{2a}]_q-[X^{2a}]_r-$ であり、

L^3 は、 $-[X^{3a}]_s-[L^{3a}-X^{3b}]_t-[L^{3b}]_u-$ であり、

ここで、

o 、 p 、 q 、 r 、 s 、 t および u は、互いに独立して、0または1であり、

L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン-フェニレン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン- $C_5 \sim C_8$ シクロアルキレン、フェニレンまたは $C_5 \sim C_8$ シクロアルキレンであり、ここで、 L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、 NO_2 およびOHからなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよく、または

L^{1b} と R^7 または L^{2a} と R^7 は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成するか、または

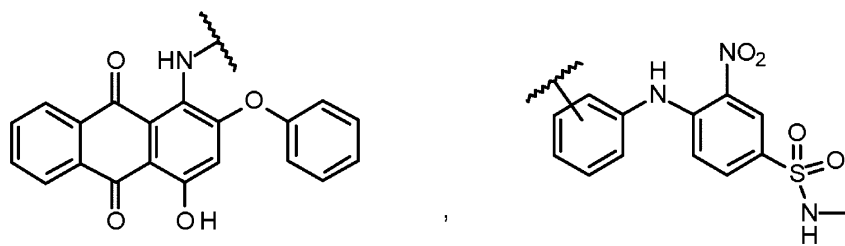
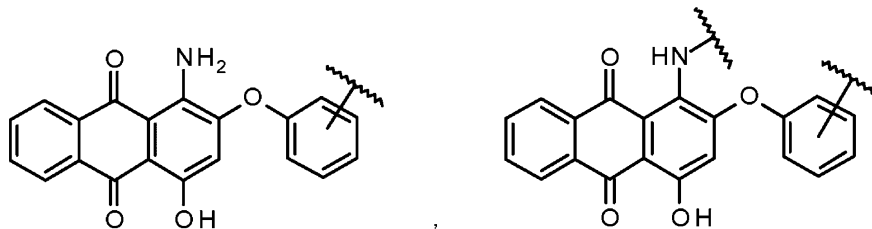
L^{3b} と R^8 は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成し、および

X^{1a} 、 X^{2a} 、 X^{3a} および X^{3b} は、互いに独立して、O、S、 $C(O)$ または $C(O)O$ であり、

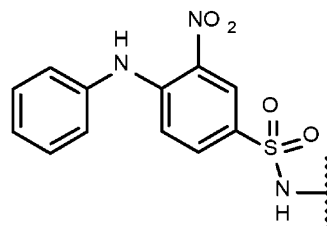
および

Dは、

【化15】



および



からなる群から選択されている発色団部分である)の化合物。

【請求項11】

R^6 および R^{12} が水素である、請求項10記載の化合物。

【請求項 1 2】

請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項に記載の塩を含む電気泳動デバイス。

【請求項 1 3】

電気泳動デバイス用の着色された粒子としての、請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項に記載の塩の使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、電気泳動デバイス中で帯電された着色粒子として使用するのに適した化合物、ならびに前記化合物を含む電気泳動デバイスに言及されている。

10

【0002】

電子ペーパー、e-paperまたは電子インクとも呼称される、は、紙上の普通のインクの外観を模倣するように設計されているが、電子的に書き換えることができるディスプレイ技術の範囲にある。電子ペーパーの用途は、電子価格ラベル、バスの停留所での時刻表、携帯電話のディスプレイおよびデジタル版の書籍を表示することができる電子書籍リーダーおよび電子ペーパーマガジンを含む。

【0003】

電子ペーパーは、印加された電界を用いて、帯電された着色粒子を転位させることによって目視的な画像を形成する。例えば、Comiskey et al. は、Nature 1998, 394, 253~255 に、垂直型の電気泳動ディスプレイ (EPD) と呼ばれるディスプレイ技術を記述している。1つの実施態様において、この技術は、染色された (Oil Blue N) 中に分散された、僅かにマイナスに帯電された数多くの白色二酸化チタンマイクロ粒子で充填された透明なシェルを有するマイクロカプセルを使用する。前記マイクロカプセルは、キャリア (UV 硬化性ウレタン) 中に分散され、かつその後透明な導電性フィルム (ポリエステル上のインジウムスズオキシド) 上に塗布される。銀でドープされたポリマーインクから印刷された後方電極は、さらにディスプレイ層に印加される。正電荷を 1 つ以上の後方電極に印加した場合には、局所的なマイクロカプセルの底部への僅かにマイナスに帯電された白色二酸化チタンマイクロ粒子の泳動を生じ、染色された誘電性流体を表面に押しやり、かつ黒の外観のピクセルを生じる。電圧を逆にすると、逆の効果を生じる。

20

30

【0004】

現在、紙上の普通のインクの外観を十分に模倣する白黒の電子ペーパーが存在する一方で、普通紙上の着色インクに類似しているフルカラー電子ペーパーの開発は、なお集約型研究の 1 つの分野である。

【0005】

フルカラー電子ペーパーは、a) 赤、緑および青の三原色を有する加色法システム中で光を変調する (RGB 技術) か、b) シアン、マゼンタおよびイエローを有する減色法システムを使用する (CMY 技術) か、または c) 協力式 “混色原色システム (biprimary system)” 中で RGB 三原色と CMY 三原色の双方を用いる減色法 / 加色法ハイブリッドシステムを使用することによって生成されることができる。

40

【0006】

双方の技術 (RGB 技術または CMY 技術) は、誘電性流体中の帯電された着色粒子の分散液を必要とし、この帯電された粒子は、狭い粒度分布を示し、かつこうして均一な分散液を形成する。

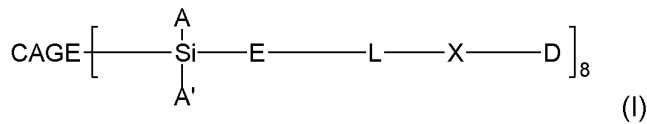
【0007】

CMY 技術を使用する場合には、例えば、帯電された着色粒子は、約 1 nm ~ 100 nm の範囲内の粒度を有するべきである。ビデオの用途において CMY 技術を使用する場合には、粒径の減少が画像のスイッチング周波数の増加を生じるように、できるだけ最小の粒径の帯電された着色粒子を使用することが望ましい。

【0008】

50

WO 2007/147742には、一般式
【化1】

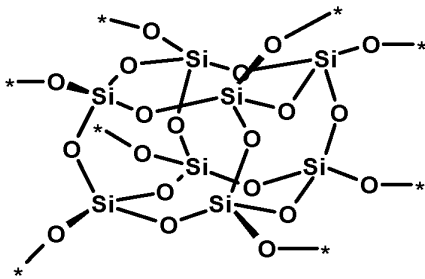


〔式中、

AおよびA'は、それぞれ、互いに独立して、C₁~C₄アルキルであり；

CAGEは、式IA

【化2】

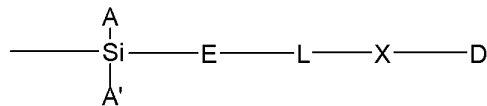


(IA)

の部分であり、

ここで、アスタリスク(*)には、それぞれ、上記に示された

【化3】

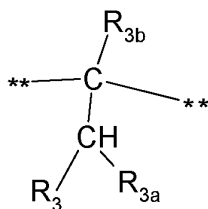


の部分と結合する価標が付いており、

Dは、発色団部分であり、ただし、式Iの分子中の全部で8個の部分Dは、同一であるものとし；

Eは、** - C(R_{3a})(R₃) - C(H)(R_{3b}) - **および/または

【化4】



であり、

ここで、二重のアスタリスク(**)には、それぞれ価標が付いており、および、ここで、R₃、R_{3a}およびR_{3b}は、互いに独立して、水素または非置換C₁~C₁₂アルキルもしくは置換C₁~C₁₂アルキルであり；

Lは、アルキレンが - O -、 - S -、 - N(R₄) -、 - CO -、 - O - CO -、 - CO - O -、 - N(R₄) - CO -、 - CO - N(R₄) - およびフェニレンからなる群から選択された基の少なくとも1個によって結合*されていてよいし、および/または前記基の少なくとも1個によって中断されていてよく、ここで、

R₄は、水素または非置換C₁~C₁₂アルキルもしくは置換C₁~C₁₂アルキルであり；

10

20

30

40

50

Xは、 $-NR_5-$ または $-O-$ であり；および
 R_5 は、水素または非置換 $C_1 \sim C_{12}$ アルキルもしくは置換 $C_1 \sim C_{12}$ アルキルである]の
 着色化合物またはその塩が記載されている。

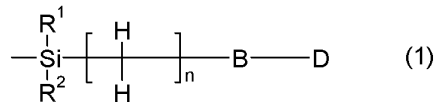
【0009】

着色されたシルセスキシロキサンは、着色剤、顔料および染料として使用される。

【0010】

WO 2007/048721には、電気泳動表示粒子としての機能性粒子の使用が記載されており、その際に、機能化された粒子は、 SiO_2 、 Al_2O_3 、または表面上で酸素原子への共有結合を含む、混合された $SiO_2 \cdot Al_2O_3$ 粒子、式(1)

【化5】



[式中、 R^1 および R^2 は、互いに独立して、水素、粒子表面 $-O-$ 、または置換基であり、 n は、1、2、3、4、5、6、7または8であり、Bは、直接結合または橋員であり、およびDは、有機発色団の残分である]の基である。

【0011】

WO 2010/149505には、有利に、 SiO_2 、 Al_2O_3 および/またはTi
 O_2 の無機コアと、炭素原子に直接結合しているケイ素原子を含む対イオンとを有する、
 帯電された粒子を含む組成物が記載されている。前記組成物は、電気泳動ディスプレイに
 おいて使用されてよい。有利に、前記の帯電された粒子は、前記無機コアに結合された染
 料を含み、および前記対イオンは、適当な橋員を介して、プラスに帯電された、第四級窒
 素原子または第四級リン原子に結合されたかまたはアニオン性官能基を有する部分に結合
 された(ポリ)シロキサン部分を含む。 SiO_2 コアを有する帯電された粒子が例示され
 ている。

【0012】

WO 2010/149505の帯電された粒子は、電気泳動ディスプレイの用途に使用
 された場合に、幾つかの欠点を有する。第1に、WO 2010/149505の帯電
 された粒子を製造するための方法の最終工程は、水性層および有機層、例えば石油エーテ
 ルを含む二相系中で実施されなければならない、かつさらに、ヨウ化ナトリウムを副生成物
 として生じる。水およびヨウ化ナトリウムが電気泳動ディスプレイの用途において、帯電
 された粒子の性能を低下させる場合には、水およびヨウ化ナトリウムは、電気泳動ディス
 プレイの用途における帯電された粒子の使用前に除去されなければならない。さらに、帯
 電された粒子を含む有機層の溶剤は、電気泳動ディスプレイにおける適用に適した溶剤、
 例えばドデカンによって交換されなければならない。水およびヨウ化ナトリウムの除去は
 、時間がかかり、かつ通常、必ずしも完全にうまくいくわけではない(微量の水および
 ヨウ化ナトリウムが有機層中に残留する)。また、有機層の溶剤交換は、時間がかかる。

【0013】

したがって、本発明の目的は、フルカラー電子ペーパーに使用するのに適した、帯電さ
 れた着色粒子を提供することであった。

【0014】

帯電された着色粒子は、電荷を有する着色された粒子または1つ以上のカチオンおよび
 1つ以上のアニオンから構成された塩である着色された粒子である。理想的には、帯電さ
 れた着色粒子は、狭い粒度分布を示し、かつ均一で安定した分散液を形成するかまたはさ
 らに、誘電性流体、例えばドデカン中の溶液を形成すべきである。理想的には、帯電され
 た着色粒子は、CMY技術に基づいたビデオ用途への使用に適した粒度、殊に0.5nm
 \sim 1.5nm、有利に0.8~1.2nmの範囲内の粒度を有するべきである。

【0015】

10

20

30

40

50

また、本発明の対象は、帯電された着色粒子の有利な精製および単離をそれぞれ可能にする、フルカラー電子ペーパーへの使用に適した、帯電された着色粒子を製造するための方法を提供することであった。殊に、前記方法は、除去に時間がかかる、顕著に大量の望ましくない副生成物、例えば水またはヨウ化ナトリウムに加えて、帯電された着色粒子を生じない。さらに、前記方法は、明確に定義された数の電荷を含めて、明確に定義された構造の帯電された粒子を対象とした製造を可能にする。

【0016】

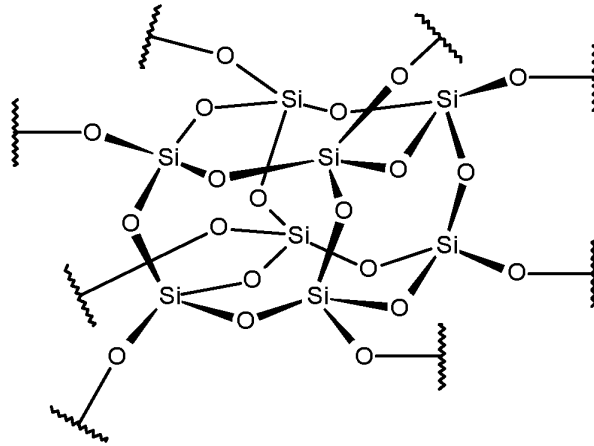
この目的は、請求項1の化合物、請求項11の方法、請求項12の化合物、および請求項14の電気泳動デバイスによって解決される。

【0017】

本発明は、カチオンとアニオンとの塩を提供し、前記カチオンは、

(i) 式

【化6】

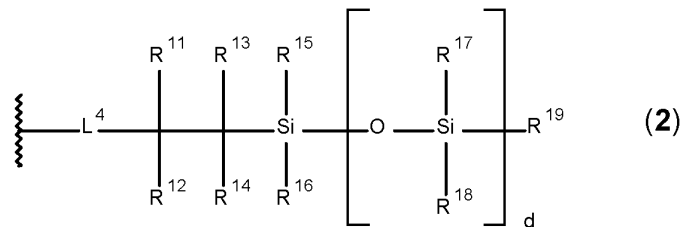


のシルセスキオキサン部分、

(ii) $C_1 \sim C_{10}$ アルキル、フェニル、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、OH、 NH_2 および NO_2 からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよい発色団部分D、および

(iii) 式

【化7】



〔式中、

L^4 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン、フェニレン- $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンまたは $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン-フェニレン- $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンであり、

R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} および R^{14} は、互いに独立して、水素または $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} および R^{18} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^{19} は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、この $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、フェニル、 $O-C_1 \sim C_6$ アルキルまたは NO_2 で置換されていてよく、および

d は、1~25の整数である〕の部分

を含む。

【 0 0 1 8 】

$C_1 \sim C_4$ アルキル、 $C_1 \sim C_6$ アルキル、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキルおよび $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、分枝鎖状であってもよいし、非分枝鎖状であってもよい。 $C_1 \sim C_4$ アルキルの例は、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、*s*-ブチルおよび*t*-ブチルである。 $C_1 \sim C_6$ アルキルの例は、 $C_1 \sim C_4$ アルキルおよびペンチルおよびヘキシルである。 $C_1 \sim C_{10}$ アルキルの例は、 $C_1 \sim C_6$ アルキルおよびヘプチル、オクチル、ノニルおよびデシルである。 $C_1 \sim C_{20}$ アルキルの例は、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキルおよびウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、ヘキサデシル、ヘプタデシル、オクタデシル、ノナデシルおよびエイコシルである。

【 0 0 1 9 】

$C_6 \sim C_{14}$ アリーの例は、フェニルおよびナフチルである。

10

【 0 0 2 0 】

ハロゲンの例は、Cl、Br、IおよびFである。

【 0 0 2 1 】

$C_1 \sim C_6$ アルキレン、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキレンおよび $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンは、分枝鎖状であってもよいし、非分枝鎖状であってもよい。 $C_1 \sim C_6$ アルキレンの例は、メチレン、エチレン、プロピレン、(メチル)エチレン、ブチレン、ペンチレンおよびヘキシレンである。 $C_1 \sim C_{10}$ アルキレンの例は、 $C_1 \sim C_6$ アルキレンおよびヘプチレン、オクチレン、ノニレンおよびデシレンである。 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンの例は、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキレンおよびウンデシレン、ドデシレン、トリデシレン、テトラデシレン、ペンタデシレン、ヘキサデシレン、ヘプタデシレン、オクタデシレン、ノナデシレンおよびエイコシレンである。

20

【 0 0 2 2 】

$C_5 \sim C_8$ シクロアルキレンの例は、シクロペンチレン、シクロヘキシレン、シクロヘプチレンおよびシクロオクチレンである。

【 0 0 2 3 】

LG^1 、 LG^2 、 LG^3 および LG^4 の例は、Cl、BrおよびIである。

【 0 0 2 4 】

Nu^1 、 Nu^2 および Nu^3 の例は、 NH_2 およびOHである。

【 0 0 2 5 】

発色団部分Dは、天然有機染料または合成有機染料に由来した発色団部分であることができる。

30

【 0 0 2 6 】

合成有機染料の例は、アントラキノン系染料、ニトロ系染料、アクリジン系染料、アールメタン系染料、アゾ系染料、ジアゾニウム系染料、フタロシアニン系染料、キニンイミン染料、チアゾール系染料およびキサントゲン系染料である。

【 0 0 2 7 】

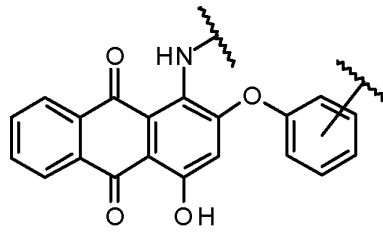
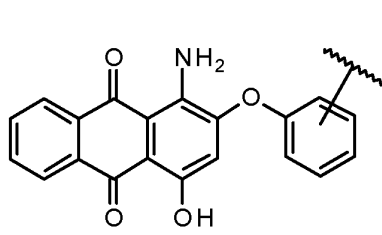
好ましくは、発色団部分Dは、合成有機染料、殊にアントラキノン系染料またはニトロ系染料に由来する発色団部分である。

【 0 0 2 8 】

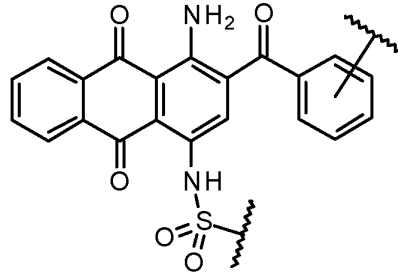
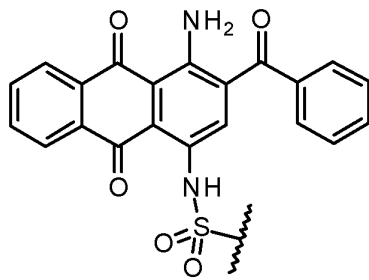
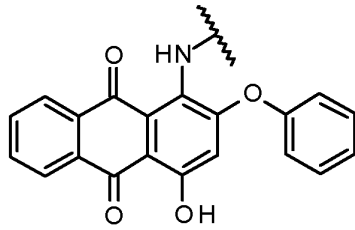
アントラキノン系染料に由来する発色団部分の例は、式

40

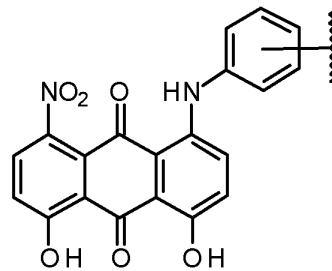
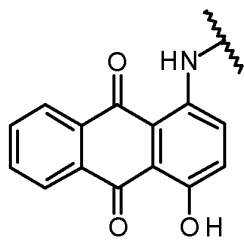
【化 8】



10

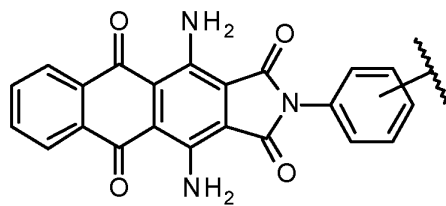


20



30

および



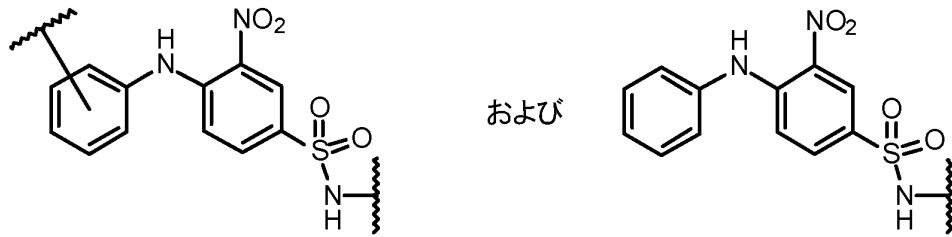
40

を有する。

【 0 0 2 9 】

ニトロ系染料に由来する発色団部分の例は、式

【化9】



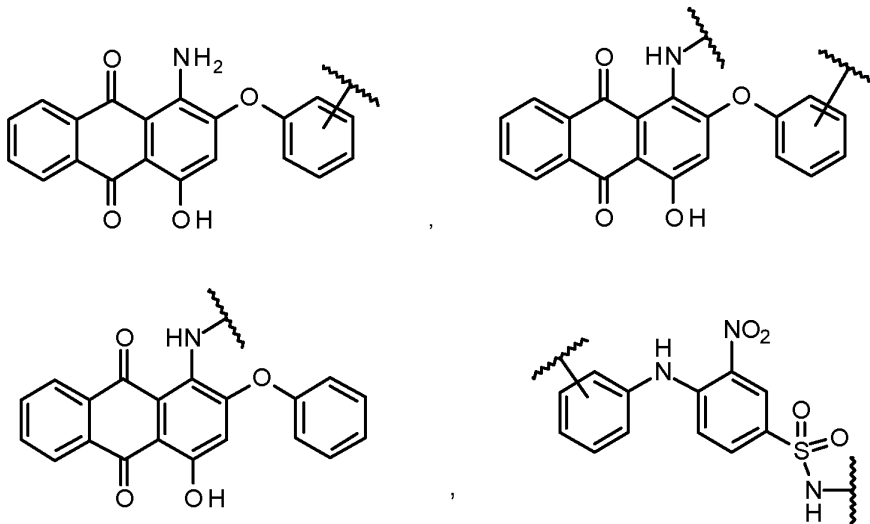
を有する。

10

【0030】

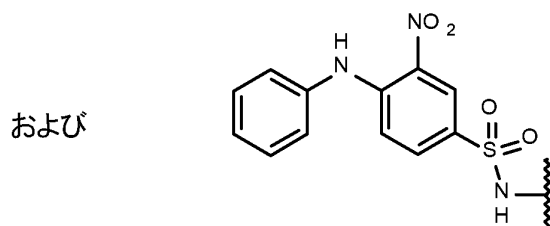
より好ましくは、発色団部分Dは、

【化10】



20

30



からなる群から選択されている。

【0031】

式(2)の部分が好ましく、ここで、

40

L⁴は、C₁~C₂₀アルキレン、フェニレン-C₁~C₂₀アルキレンまたはC₁~C₂₀アルキレン-フェニレン-C₁~C₂₀アルキレンであり、R¹²は、水素であり、R¹¹、R¹³およびR¹⁴は、互いに独立して、水素またはC₁~C₄アルキルであり、R¹⁵、R¹⁶、R¹⁷およびR¹⁸は、互いに独立して、C₁~C₄アルキルであり、R¹⁹は、C₁~C₂₀アルキルであり、このC₁~C₂₀アルキルは、フェニル、O-C₁~C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよく、および

dは、1~25の整数である。

【0032】

式(2)の部分がより好ましく、ここで、

50

L⁴は、C₁～C₁₀アルキレンであり、
 R¹¹、R¹²、R¹³およびR¹⁴は、水素であり、
 R¹⁵、R¹⁶、R¹⁷およびR¹⁸は、メチルであり、
 R¹⁹は、C₁～C₁₀アルキルであり、および
 dは、8～16の整数である。

【0033】

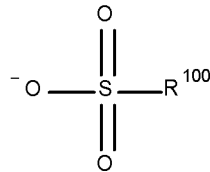
アニオンは、任意の適当なアニオンであってよい。

【0034】

好ましくは、アニオンは、式

【化11】

10

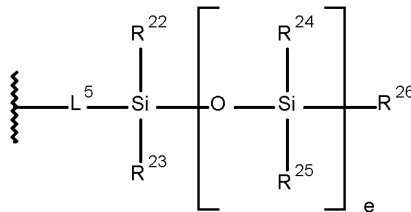


〔式中、

R¹⁰⁰は、式

【化12】

20



〔式中、

L⁵は、C₁～C₂₀アルキレンであり、

R²²、R²³、R²⁴およびR²⁵は、互いに独立して、C₁～C₄アルキルであり、

R²⁶は、C₁～C₂₀アルキルであり、このC₁～C₂₀アルキルは、フェニル、O-C₁～C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよく、

eは、1～25の整数である)を有するか、または

R¹⁰⁰は、-C₁～C₂₀アルキレン-Y-[- [CH₂]_x - Y -]_y-C₁～C₁₀アルキルであり、

ここで、

Yは、OまたはSであり、

xは、1～6の整数であり、および

yは、1～25の整数であるか、または

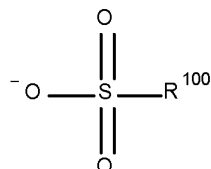
R¹⁰⁰は、C₆～C₁₄アリールであり、このC₆～C₁₄アリールは、C₁～C₂₀アルキル、O-C₁～C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよい)を有する。

【0035】

より好ましくは、前記アニオンは、式

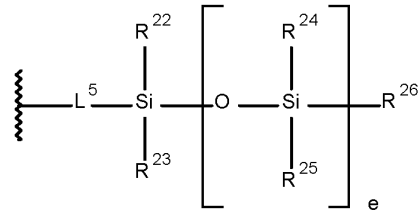
【化13】

40



50

〔式中、
R¹⁰⁰は、
【化14】



10

であり、
ここで、

L⁵は、C₁~C₂₀アルキレンであり、

R²²、R²³、R²⁴およびR²⁵は、互いに独立して、C₁~C₄アルキルであり、

R²⁶は、C₁~C₂₀アルキルであり、このC₁~C₂₀アルキルは、フェニル、O-C₁~C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよく、

eは、1~25の整数であるか、または

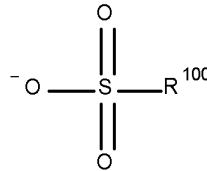
R¹⁰⁰は、C₆~C₁₄アリールであり、このC₆~C₁₄アリールは、C₁~C₂₀アルキル、O-C₁~C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよい)を有する。

【0036】

20

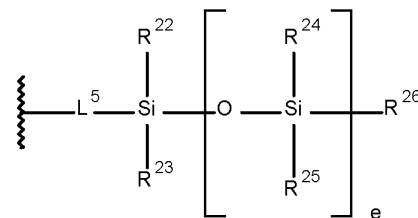
最も好ましくは、前記アニオンは、式

【化15】



〔式中、
R¹⁰⁰は、
【化16】

30



であり、

40

ここで、

L⁵は、C₁~C₆アルキレンであり、

R²²、R²³、R²⁴およびR²⁵は、互いに独立して、メチルであり、

R²⁶は、C₁~C₁₀アルキルであり、

eは、8~16の整数であるか、または

R¹⁰⁰は、C₁~C₂₀アルキルで置換されているフェニルである)を有する。

【0037】

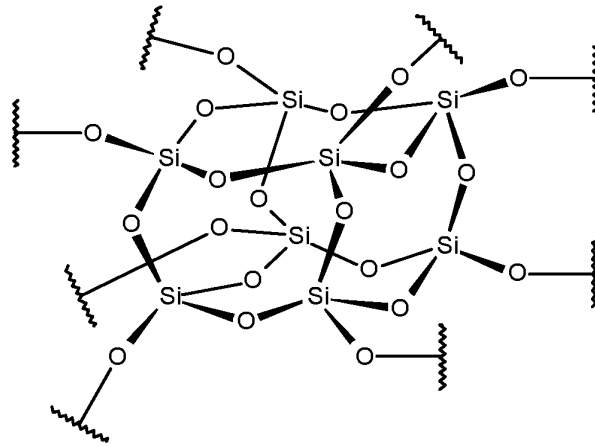
本発明の好ましい塩は、カチオンとアニオンとの塩であり、ここで、

前記カチオンは、

(i)式

50

【化 17】



10

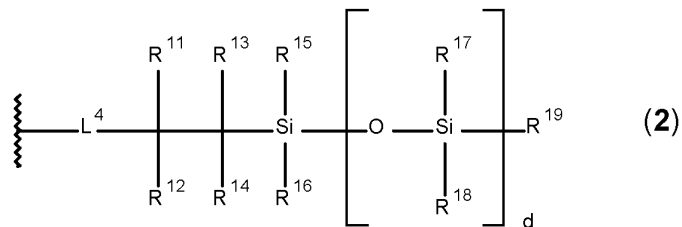
のシルセスキオキサン部分、

(ii) $C_1 \sim C_{10}$ アルキル、フェニル、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、OH、 NH_2 および NO_2 からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよい発色団部分D、および

(iii) 式

【化 18】

20



〔式中、

L^4 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンであり、

R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} および R^{14} は、互いに独立して、水素または $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} および R^{18} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

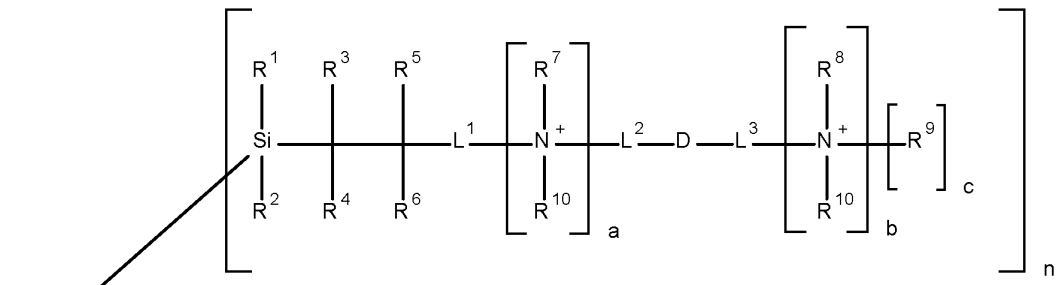
R^{19} は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、この $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、フェニル、 $O-C_1 \sim C_6$ アルキルまたは NO_2 で置換されていてよく、

dは、1～25の整数である〕の部分を含み、および

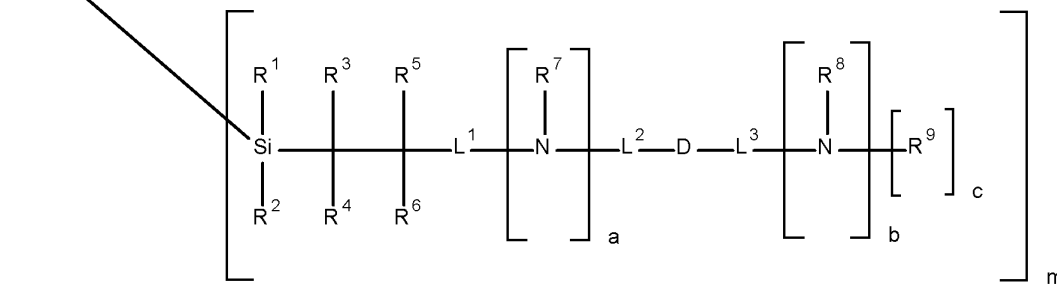
ここで、前記塩は、式

30

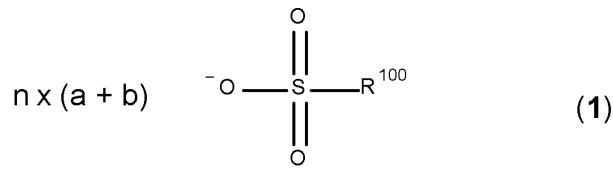
【化19】



10



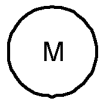
20



を有し、
ここで、

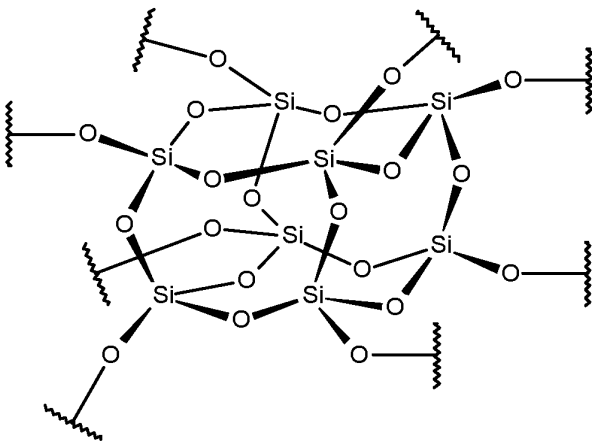
【化20】

30



は、

【化21】



40

50

であり、

nは、1、2、3、4、5、6、7または8であり、

mは、8 - nであり、

aは、0または1であり、

bは、0または1であり、

cは、0または1であり、

ただし、少なくともaまたはbは、1であり、およびbが1である場合には、cも1であるものとし、

R¹およびR²は、互いに独立して、C₁~C₄アルキルであり、

R³、R⁴、R⁵およびR⁶は、互いに独立して、水素またはC₁~C₄アルキルであり、

R⁷、R⁸およびR⁹は、互いに独立して、式(2)を有するかまたはC₁~C₂₀アルキルであり、このC₁~C₂₀アルキルは、C₆~C₁₄アリール、OC₁~C₆アルキルおよびNO₂からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよく、ただし、R⁷、R⁸およびR⁹の少なくとも1つは、式(2)を有するものとし；または

R⁷は、式(2)を有しかつR⁸とR⁹は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成し、これらの環は、OまたはSを含んでいてもよく、

R¹⁰は、C₆~C₁₄アリール、OC₁~C₆アルキルおよびNO₂からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよいC₁~C₂₀アルキルであり、

L¹は、-L^{1a}-[X^{1a}]_o-[L^{1b}]_p-であり、

L²は、-[L^{2a}]_q-[X^{2a}]_r-であり、

L³は、-[X^{3a}]_s-[L^{3a}-X^{3b}]_t-[L^{3b}]_u-であり、

ここで、

o、p、q、r、s、tおよびuは、互いに独立して、0または1であり、

L^{1a}、L^{1b}、L^{2a}、L^{3a}およびL^{3b}は、互いに独立して、C₁~C₂₀アルキレン、C₁~C₂₀アルキレン-フェニレン、C₁~C₂₀アルキレン-C₅~C₈シクロアルキレン、フェニレンまたはC₅~C₈シクロアルキレンであり、ここで、L^{1a}、L^{1b}、L^{2a}、L^{3a}およびL^{3b}は、ハロゲン、OC₁~C₆アルキル、NO₂およびOHからなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよく、または

L^{1b}とR⁷またはL^{2a}とR⁷は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成するか、または

L^{3b}とR⁸は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成し、および

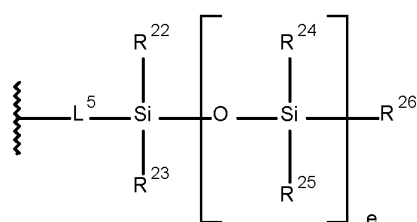
X^{1a}、X^{2a}、X^{3a}およびX^{3b}は、互いに独立して、O、S、C(O)またはC(O)Oであり、

および

Dは、C₁~C₁₀アルキル、フェニル、ハロゲン、OC₁~C₆アルキル、OH、NH₂およびNO₂からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよい発色団部分であり、および

R¹⁰⁰は、式

【化22】



〔式中、

L⁵は、C₁~C₂₀アルキレンであり、

10

20

30

40

50

R^{22} 、 R^{23} 、 R^{24} および R^{25} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、
 R^{26} は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、この $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、フェニル、 $O - C_1 \sim C_6$
アルキルまたは NO_2 で置換されていてよく、および
 e は、 $1 \sim 25$ の整数である]であるか、または
 R^{100} は、 $-C_1 \sim C_{20}$ アルキレン - $Y - [- [CH_2]_x - Y -]_y - C_1 \sim C_{10}$ アルキルで
あり、

ここで、

Y は、 O または S であり、

x は、 $1 \sim 6$ の整数であり、および

y は、 $1 \sim 25$ の整数であるか、または

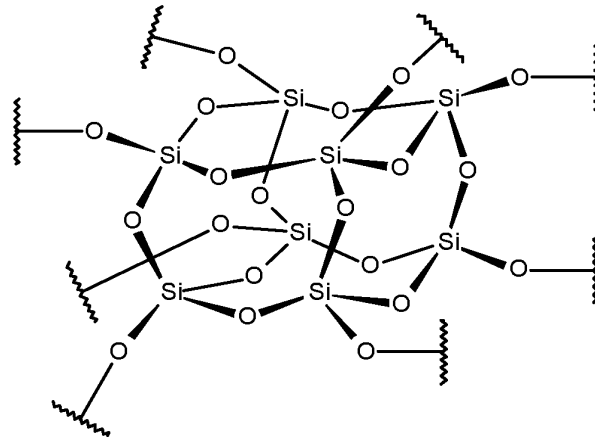
R^{100} は、 $C_6 \sim C_{14}$ アリールであり、この $C_6 \sim C_{14}$ アリールは、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル、 O
 $C_1 \sim C_6$ アルキルまたは NO_2 で置換されていてよい]を有する。

【0038】

本発明のより好ましい塩は、カチオンとアニオンとの塩であり、ここで、前記カチオン
は、

(i)式

【化23】

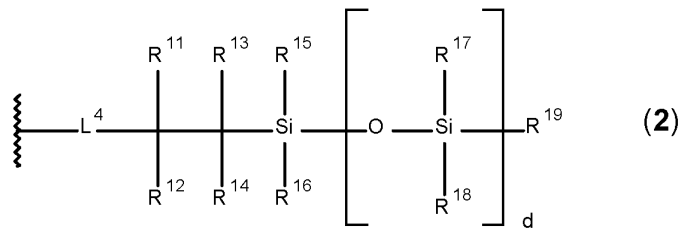


のシルセスキオキサン部分、

(ii) $C_1 \sim C_{10}$ アルキル、フェニル、ハロゲン、 $O C_1 \sim C_6$ アルキル、 OH 、 NH_2 お
よび NO_2 からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよい発色団部
分D、および

(iii)式

【化24】



[式中、

L^4 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンであり、

R^{11} 、 R^{13} および R^{14} は、互いに独立して、水素または $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^{12} は、水素であり、

R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} および R^{18} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^{19} は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、この $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、フェニル、 $O - C_1 \sim C_6$

10

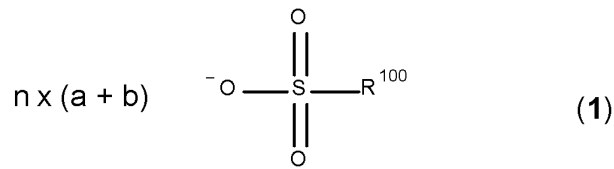
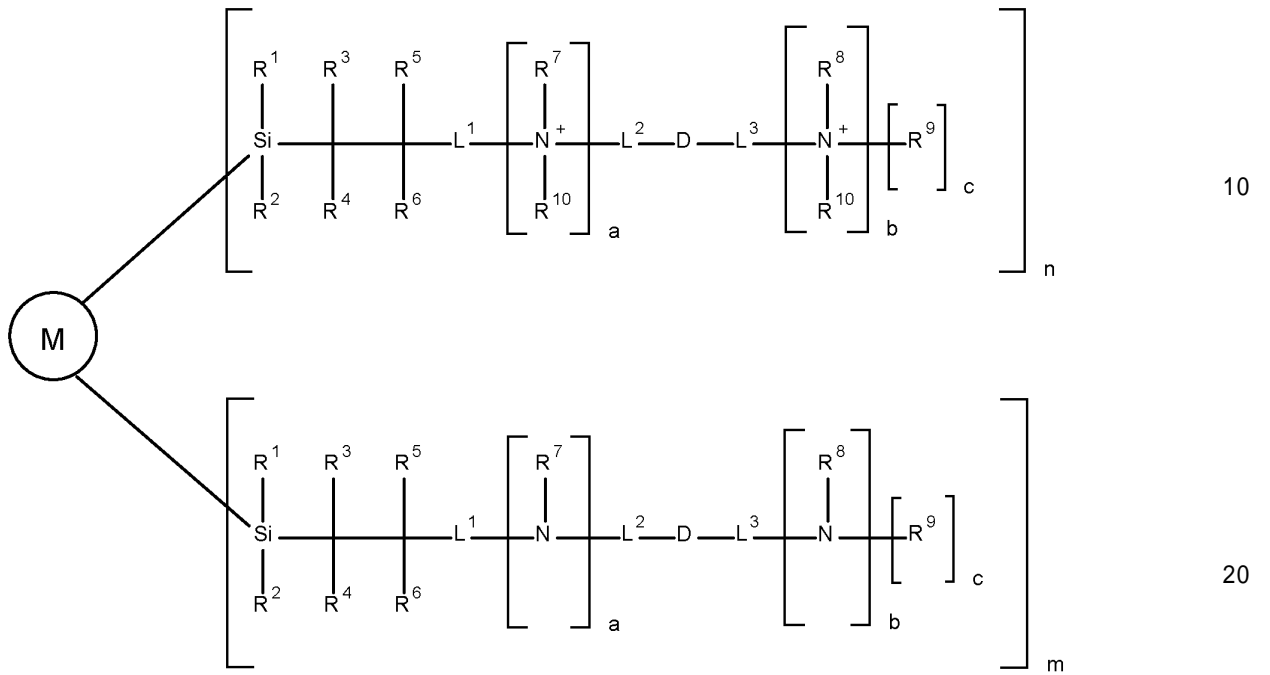
20

30

40

50

アルキルまたはNO₂で置換されていてよく、および
 dは、1～25の整数である)の部分を含み、および
 ここで、前記塩は、式
 【化25】



を有し、
 ここで、
 【化26】



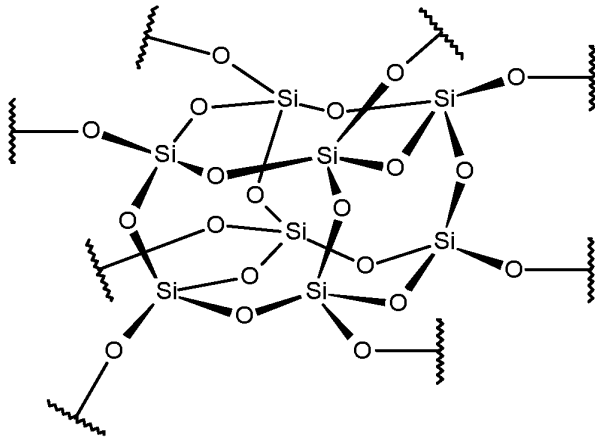
は、

10

20

30

【化 27】



10

であり、

n は、1、2、3、4、5、6、7または8であり、

m は、 $8 - n$ であり、

a は、0または1であり、

b は、0または1であり、

c は、0または1であり、

20

ただし、少なくとも a または b は、1であり、および b が1である場合には、 c も1であるものとし、

R^1 および R^2 は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^3 、 R^4 および R^5 は、互いに独立して、水素または $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^6 は、水素であり、

R^7 、 R^8 および R^9 は、互いに独立して、式(2)を有するかまたは $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、この $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、 $C_6 \sim C_{14}$ アリール、 $OC_1 \sim C_6$ アルキルおよび NO_2 からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよく、ただし、 R^7 、 R^8 および R^9 の少なくとも1つは、式(2)を有するものとし、

R^{10} は、メチルであり、

30

L^1 は、 $-L^{1a} - [X^{1a}]_o - [L^{1b}]_p -$ であり、

L^2 は、 $-[L^{2a}]_q - [X^{2a}]_r -$ であり、

L^3 は、 $-[X^{3a}]_s - [L^{3a} - X^{3b}]_t - [L^{3b}]_u -$ であり、

ここで、

o 、 p 、 q 、 r 、 s 、 t および u は、互いに独立して、0または1であり、

L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン - フェニレン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン - $C_5 \sim C_8$ シクロアルキレン、フェニレンまたは $C_5 \sim C_8$ シクロアルキレンであり、ここで、 L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、 NO_2 および OH からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよく、および

40

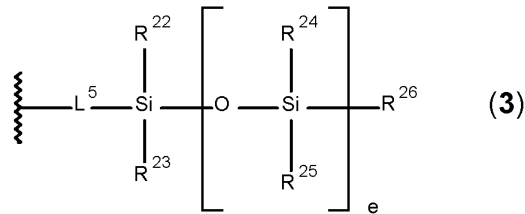
X^{1a} 、 X^{2a} 、 X^{3a} および X^{3b} は、互いに独立して、 O 、 S 、 $C(O)$ または $C(O)O$ であり、

および

D は、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル、フェニル、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、 OH 、 NH_2 および NO_2 からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよい発色団部分であり、および

R^{100} は、式

【化28】



〔式中、

L⁵は、C₁～C₂₀アルキレンであり、R²²、R²³、R²⁴およびR²⁵は、互いに独立して、C₁～C₄アルキルであり、R²⁶は、C₁～C₂₀アルキルであり、このC₁～C₂₀アルキルは、フェニル、O-C₁～C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよく、および

eは、1～25の整数である〕であるか、または

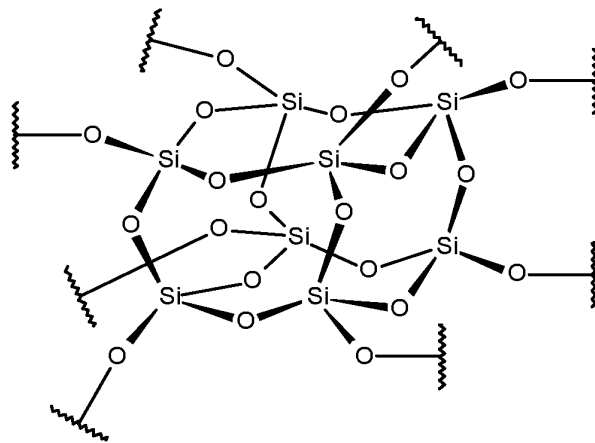
R¹⁰⁰は、C₆～C₁₄アリールであり、このC₆～C₁₄アリールは、C₁～C₂₀アルキル、O-C₁～C₆アルキルまたはNO₂で置換されていてよい。

【0039】

本発明のいっそうより好ましい塩は、カチオンとアニオンとの塩であり、ここで、前記カチオンは、

(i)式

【化29】

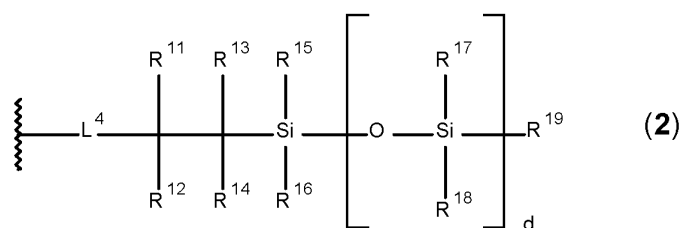


のシルセスキオキサン部分、

(ii) C₁～C₁₀アルキル、フェニル、ハロゲン、O-C₁～C₆アルキル、OH、NH₂およびNO₂からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよい発色団部分D、および

(iii)式

【化30】



〔式中、

L⁴は、C₁～C₁₀アルキレンであり、

10

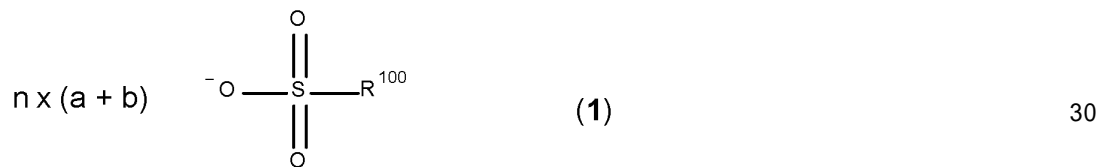
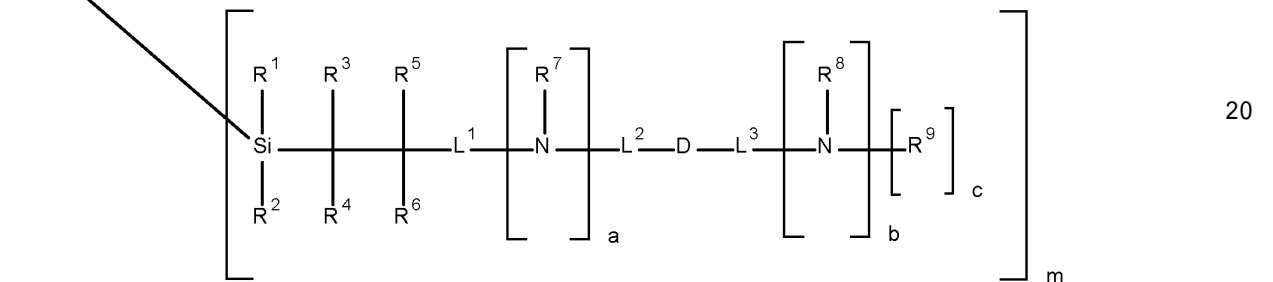
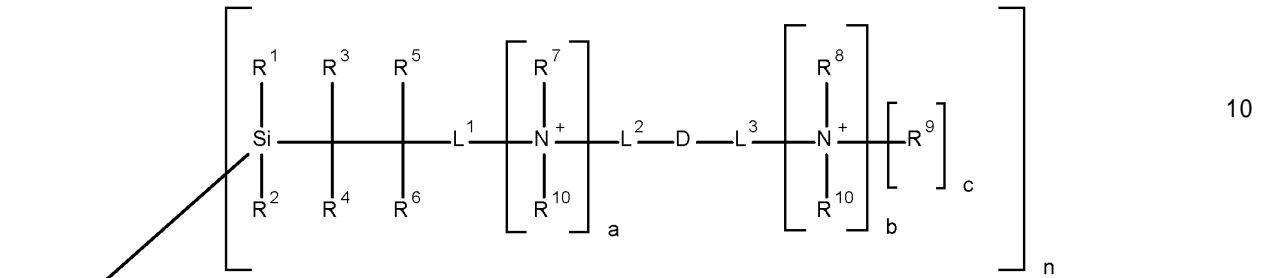
20

30

40

50

R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} および R^{14} は、水素であり、
 R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} および R^{18} は、メチルであり、
 R^{19} は、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキルであり、および
 d は、8 ~ 16の整数である)の部分を含み、および
 ここで、前記塩は、式
 【化31】



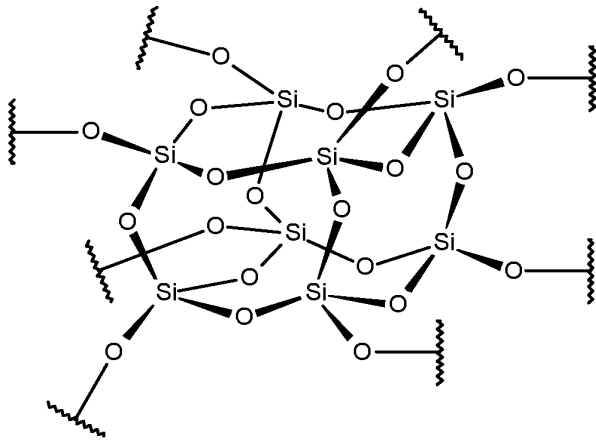
を有し、
 ここで、
 【化32】



は

40

【化 3 3】



10

であり、

n は、1、2、3、4、5、6、7 または 8 であり、

m は、 $8 - n$ であり、

a は、0 または 1 であり、

b は、0 または 1 であり、

c は、0 または 1 であり、

20

ただし、少なくとも a または b は、1 であり、および b が 1 である場合には、 c も 1 であるものとし、

R^1 および R^2 は、メチルであり、

R^3 、 R^4 、 R^5 および R^6 は、水素であり、

R^7 、 R^8 および R^9 は、互いに独立して、式 (2) を有するかまたは $C_1 \sim C_6$ アルキルであり、ただし、 R^7 、 R^8 および R^9 の少なくとも 1 つは、式 (2) を有するものとし、

R^{10} は、メチルであり、

L^1 は、 $-L^{1a} - [X^{1a}]_o - [L^{1b}]_p -$ であり、

L^2 は、 $-[L^{2a}]_q - [X^{2a}]_r -$ であり、

L^3 は、 $-[X^{3a}]_s - [L^{3a} - X^{3b}]_t - [L^{3b}]_u -$ であり、

30

ここで、

q および u は、互いに独立して、0 または 1 であり、

o 、 p 、 r 、 s および t は、0 であり、

L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンであり、

および

X^{1a} 、 X^{2a} 、 X^{3a} および X^{3b} は、互いに独立して、O、S、C(O) または C(O)O であり、

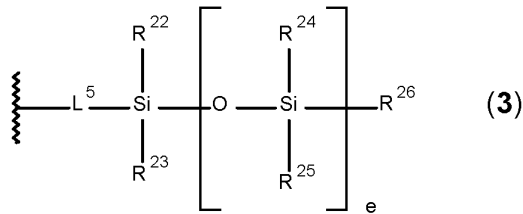
および

D は、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル、フェニル、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、OH、 NH_2 および NO_2 からなる群から選択された、1 個以上の置換基で置換されていてよい発色団部分であり、および

40

R^{100} は、式

【化34】



であり、

10

ここで、

L⁵は、C₁～C₆アルキレンであり、

R²²、R²³、R²⁴およびR²⁵は、互いに独立して、メチルであり、

R²⁶は、C₁～C₁₀アルキルであり、

eは、8～16の整数であるか、または

R¹⁰⁰は、C₁～C₂₀アルキルで置換されているフェニルである。

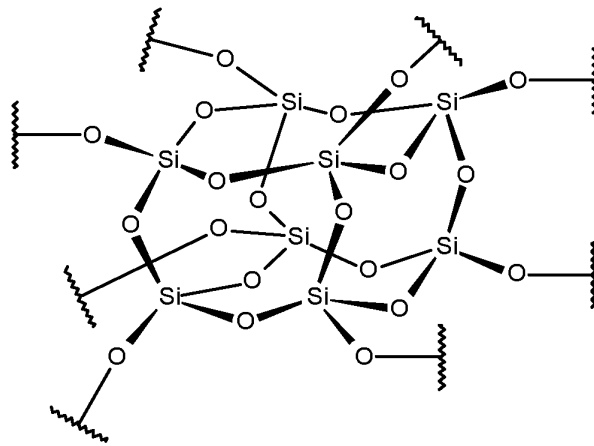
【0040】

本発明の最も好ましい塩は、カチオンとアニオンとの塩であり、ここで、前記カチオンは、

(i)式

20

【化35】



30

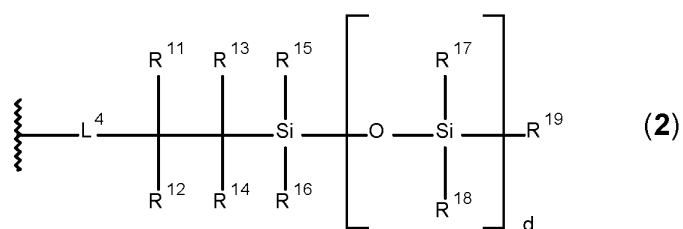
のシルセスキオキサン部分、

(ii) C₁～C₁₀アルキル、フェニル、ハロゲン、OC₁～C₆アルキル、OH、NH₂およびNO₂からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよい発色団部分D、および

(iii)式

【化36】

40



〔式中、

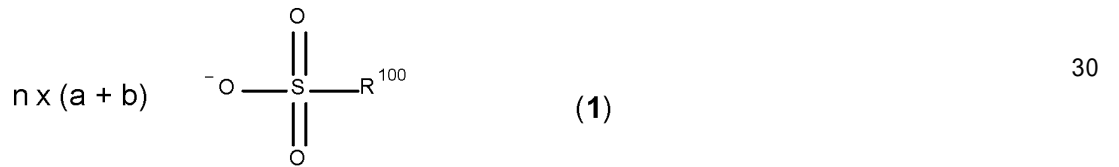
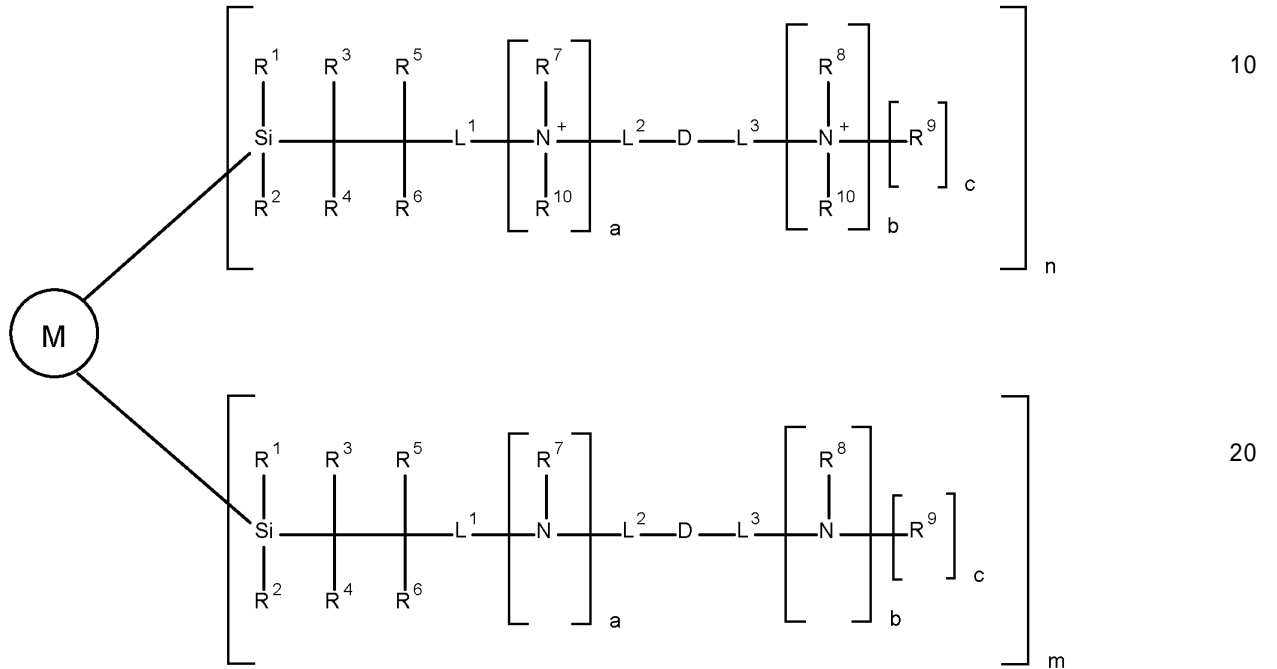
L⁴は、C₁～C₁₀アルキレンであり、

50

R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} および R^{14} は、水素であり、
 R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} および R^{18} は、メチルであり、
 R^{19} は、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキルであり、および
 d は、 $8 \sim 16$ の整数である)の部分を含み、
 および

ここで、前記塩は、式

【化37】



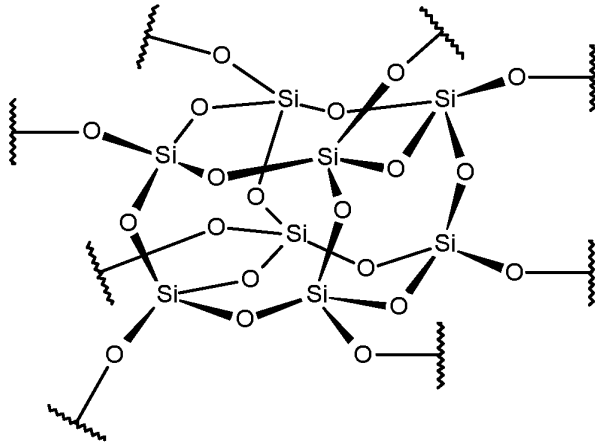
を有し、
 ここで、
 【化38】



は、

40

【化 3 9】



10

であり、

n は、1、2、3、4、5、6、7 または 8 であり、

m は、 $8 - n$ であり、

a は、0 または 1 であり、

b は、0 または 1 であり、

c は、0 または 1 であり、

20

ただし、少なくとも a または b は、1 であり、および b が 1 である場合には、 c も 1 であるものとし、

R^1 および R^2 は、メチルであり、

R^3 、 R^4 、 R^5 および R^6 は、水素であり、

R^7 、 R^8 および R^9 は、互いに独立して、式 (2) を有するかまたは $C_1 \sim C_6$ アルキルであり、ただし、 R^7 、 R^8 および R^9 の少なくとも 1 つは、式 (2) を有するものとし、

R^{10} は、メチルであり、

L^1 は、 $-L^{1a} - [X^{1a}]_o - [L^{1b}]_p -$ であり、

L^2 は、 $-[L^{2a}]_q - [X^{2a}]_r -$ であり、

L^3 は、 $-[X^{3a}]_s - [L^{3a} - X^{3b}]_t - [L^{3b}]_u -$ であり、

30

ここで、

q および u は、互いに独立して、0 または 1 であり、

o 、 p 、 r 、 s および t は、0 であり、

L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンであり、

および

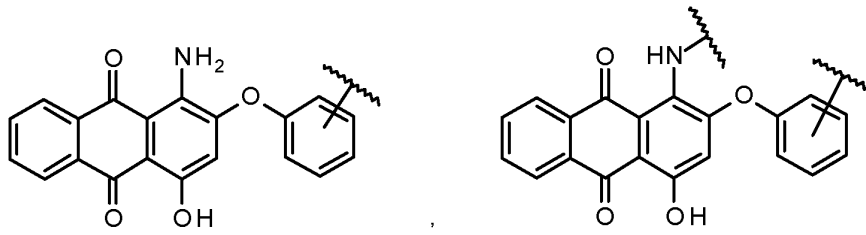
X^{1a} 、 X^{2a} 、 X^{3a} および X^{3b} は、互いに独立して、O、S、 $C(O)$ または $C(O)O$ であり、

および

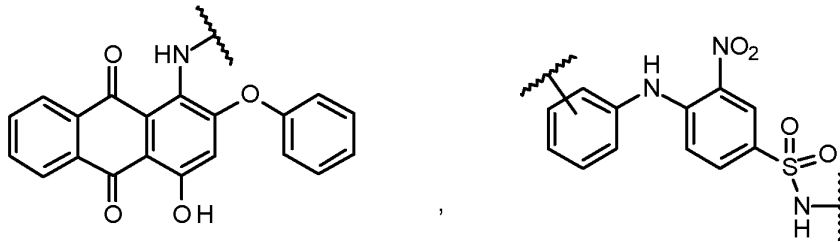
発色団部分 D は、

40

【化40】

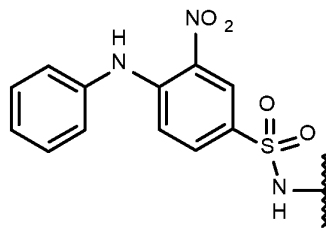


10



20

および



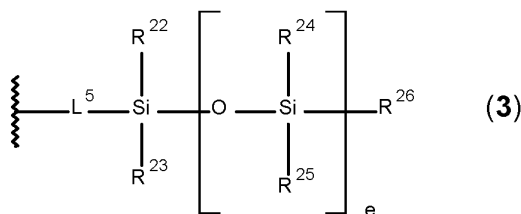
からなる群から選択されており、

および

R¹⁰⁰は、

【化41】

30



であり、

ここで、

L⁵は、C₁~C₆アルキレンであり、R²²、R²³、R²⁴およびR²⁵は、メチルであり、R²⁶は、C₁~C₁₀アルキルであり、

eは、8~16の整数であるか、または

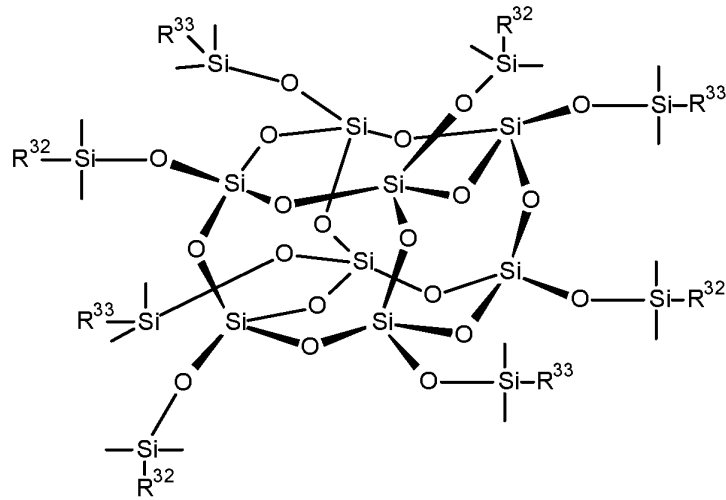
R¹⁰⁰は、C₁~C₂₀アルキルで置換されているフェニルである。

【0041】

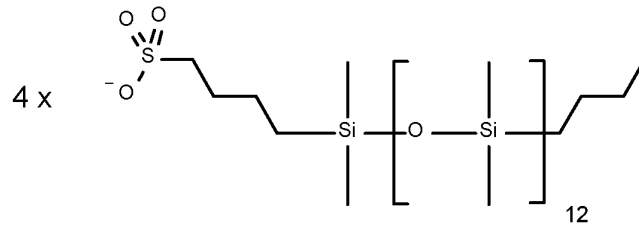
本発明の殊に好ましい塩において、当該塩は、式

40

【化42】



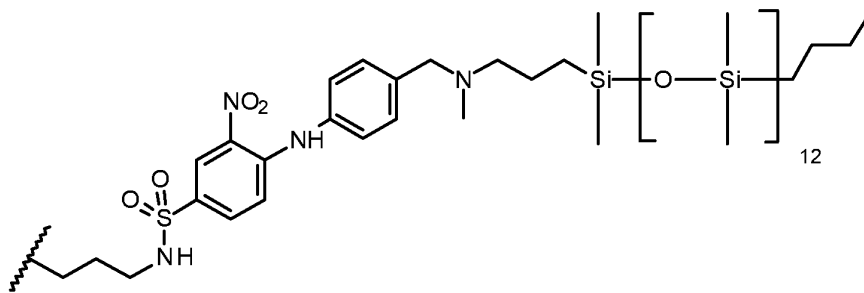
10



20

1A

を有し、
ここで、
R³²は、
【化43】

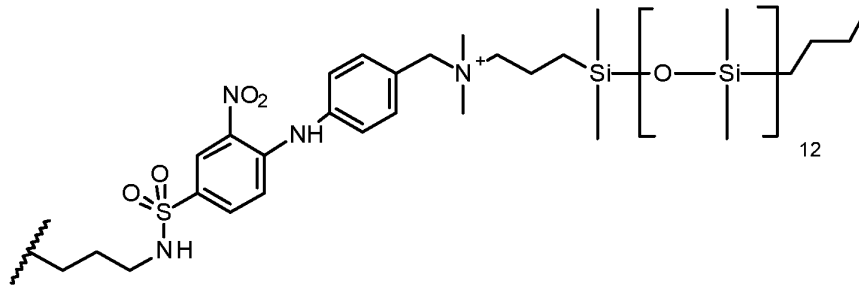


30

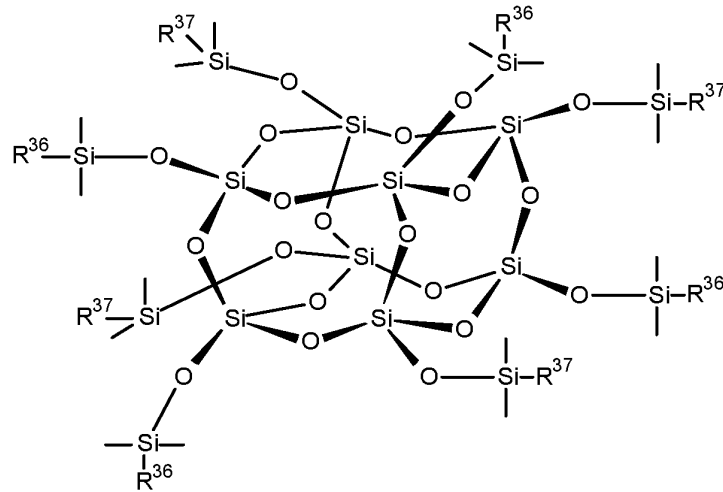
であり、
および
R³³は、

40

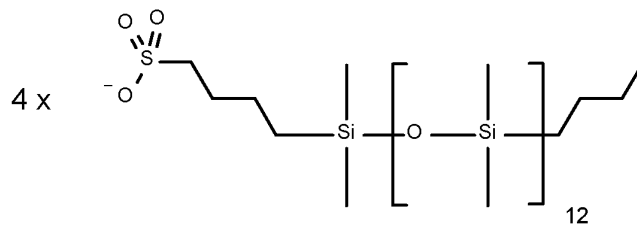
【化 4 4】



10



20

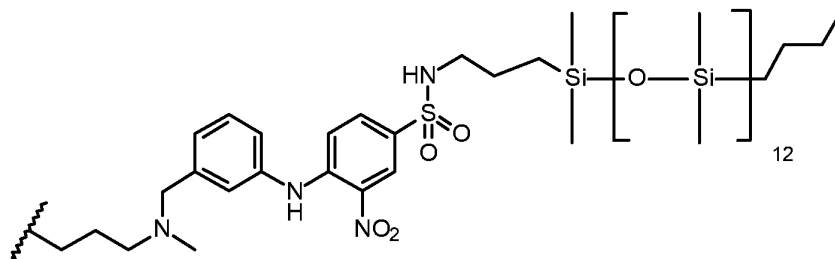


30

1B

であり、
 ここで、
 R^{36} は、
 【化 4 5】

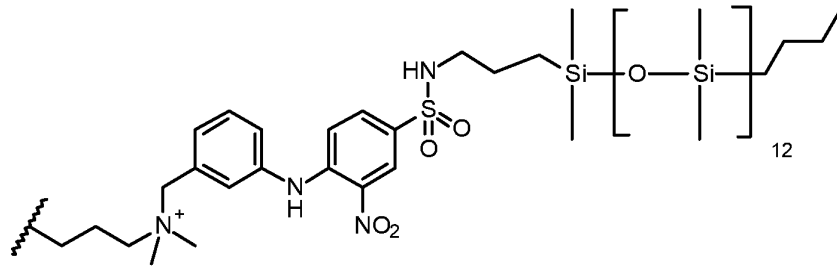
40



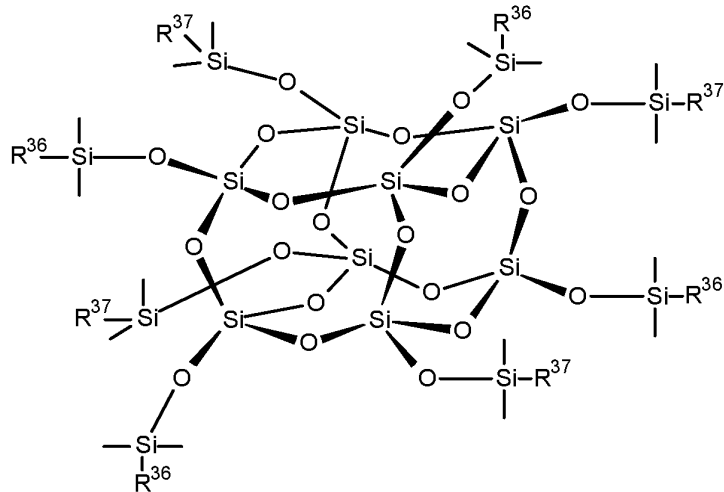
であり、
 および
 R^{37} は、

50

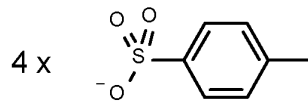
【化 4 6】



10



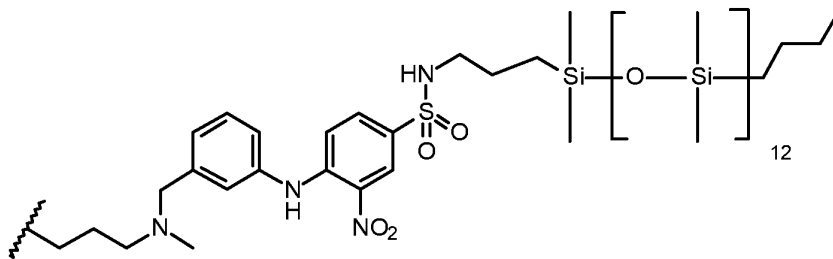
20



1C

30

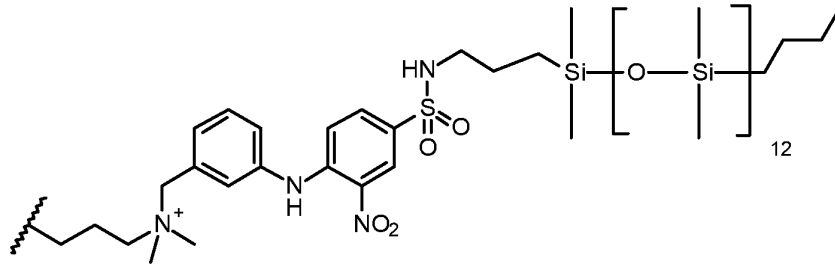
であり、
ここで、
R³⁶は、
【化 4 7】



40

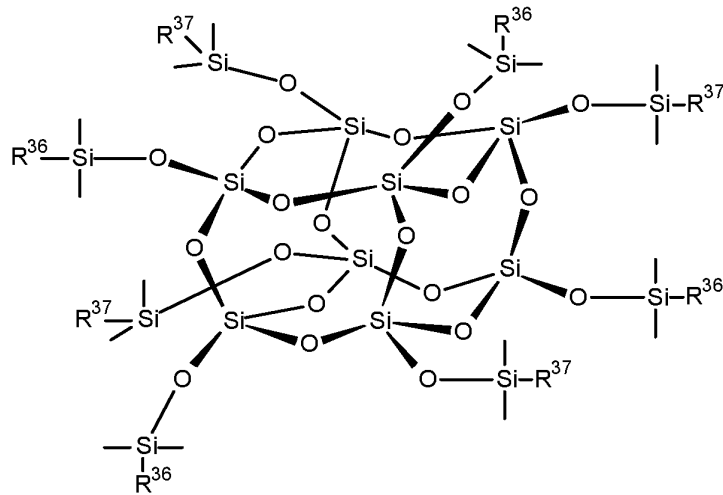
であり、
および
R³⁷は、

【化 4 8】

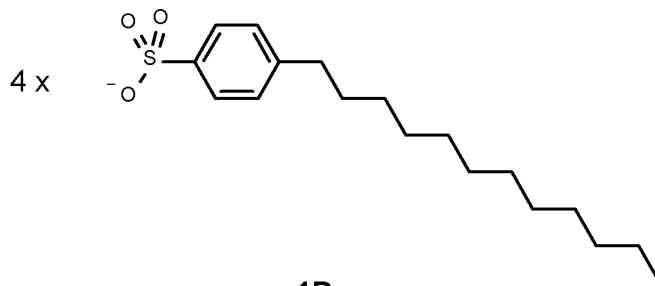


10

および



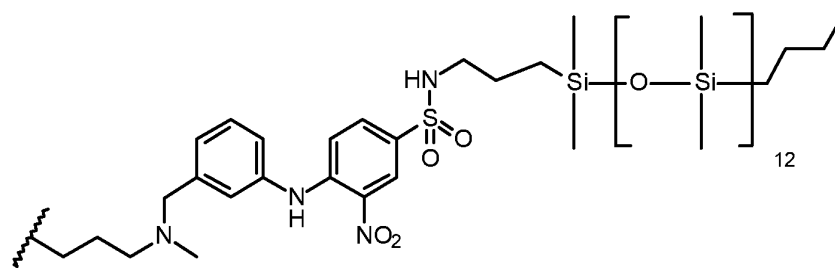
20



30

であり、
ここで、
R³⁶は、
【化 4 9】

40



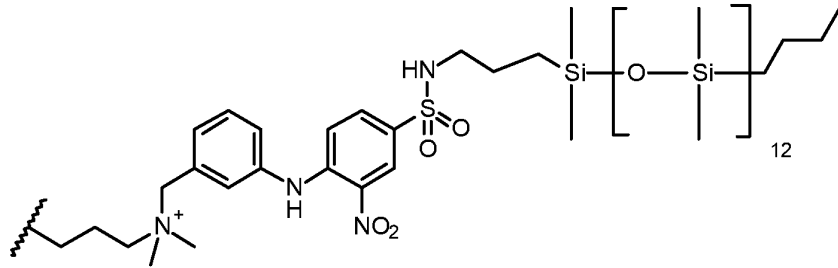
であり、

50

および

R³⁷は、

【化50】



10

である。

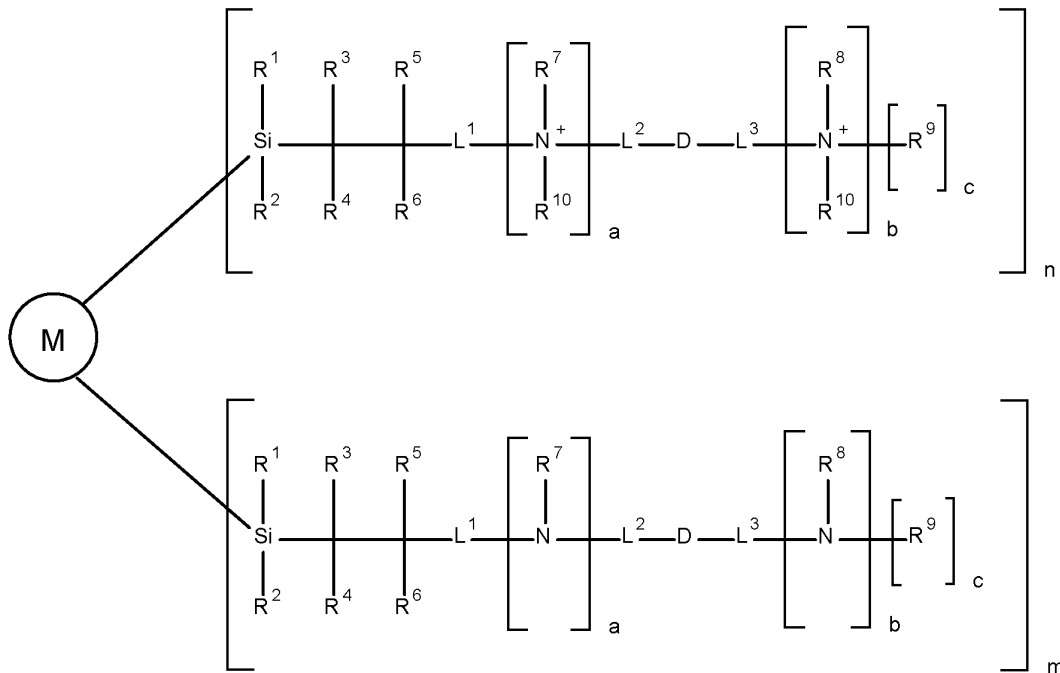
【0042】

また、本発明の一部は、本発明の塩の製造法である。

【0043】

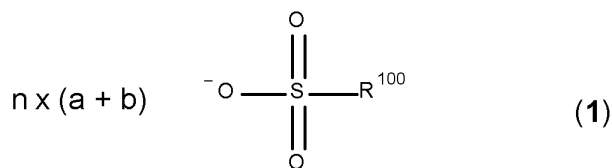
式

【化51】



20

30



40

〔式中、

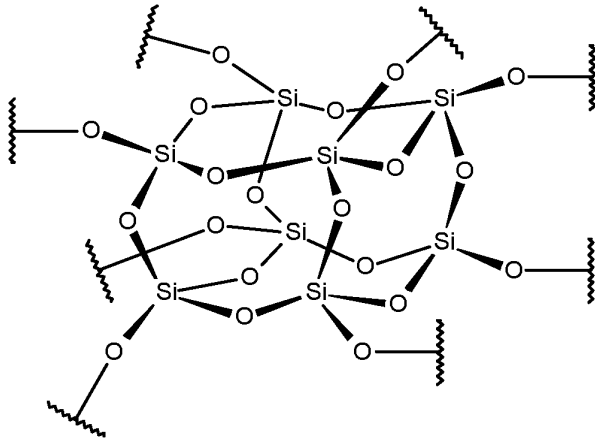
【化52】



50

は、

【化53】



10

であり、

n は、1、2、3、4、5、6、7または8であり、

m は、 $8 - n$ であり、

a は、0または1であり、

b は、0または1であり、

c は、0または1であり、

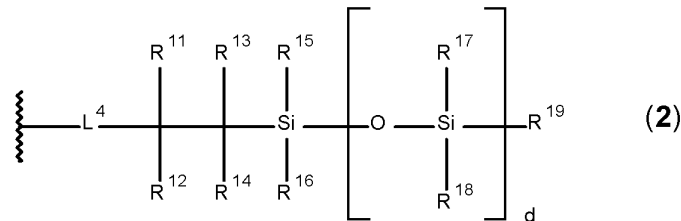
ただし、少なくとも a または b は、1であり、および b が1である場合には、 c も1であるものとし、

R^1 および R^2 は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^3 、 R^4 、 R^5 および R^6 は、互いに独立して、水素または $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^7 、 R^8 および R^9 は、式

【化54】



30

(式中、

L^4 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンであり、

R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} および R^{14} は、互いに独立して、水素または $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} および R^{18} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^{19} は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、この $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、フェニル、 $O-C_1 \sim C_6$ アルキルまたは NO_2 で置換されていてよく、

d は、1~25の整数である)を有するか、または

R^7 、 R^8 および R^9 は、互いに独立して、 $C_6 \sim C_{14}$ アリール、 $O-C_1 \sim C_6$ アルキルおよび NO_2 からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよい $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、ただし、 R^7 、 R^8 および R^9 の少なくとも1つは、式(2)を有するものとし；または

R^7 は、式(2)を有しかつ R^8 と R^9 は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成し、これらの環は、OまたはSを含んでいてもよく、

R^{10} は、 $C_6 \sim C_{14}$ アリール、 $O-C_1 \sim C_6$ アルキルおよび NO_2 からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよい $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、

50

L^1 は、 $-L^{1a}-[X^{1a}]_o-[L^{1b}]_p-$ であり、

L^2 は、 $-[L^{2a}]_q-[X^{2a}]_r-$ であり、

L^3 は、 $-[X^{3a}]_s-[L^{3a}-X^{3b}]_t-[L^{3b}]_u-$ であり、

ここで、

o 、 p 、 q 、 r 、 s 、 t および u は、互いに独立して、0または1であり、

L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン-フェニレン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン- $C_5 \sim C_8$ シクロアルキレン、フェニレンまたは $C_5 \sim C_8$ シクロアルキレンであり、ここで、 L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、 NO_2 およびOHからなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよく、または

L^{1b} と R^7 または L^{2a} と R^7 は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成するか、または

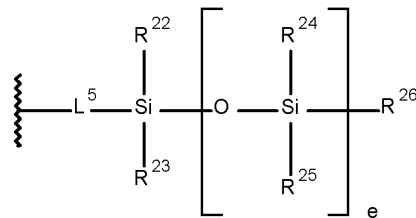
L^{3b} と R^8 は、これらの双方に結合したNと一緒にあって、5員環、6員環または7員環を形成し、および

X^{1a} 、 X^{2a} 、 X^{3a} および X^{3b} は、互いに独立して、O、S、C(O)またはC(O)Oであり、

Dは、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル、フェニル、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、OH、 NH_2 および NO_2 からなる群から選択された、1個以上の置換基で置換されていてよい発色団部分であり、および

R^{100} は、式

【化55】



(式中、

L^5 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンであり、

R^{22} 、 R^{23} 、 R^{24} および R^{25} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^{26} は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、この $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、フェニル、 $O-C_1 \sim C_6$ アルキルまたは NO_2 で置換されていてよく、

e は、1～25の整数である)を有するか、または

R^{100} は、 $-C_1 \sim C_{20}$ アルキレン- $Y-[-[CH_2]_x-Y-]_y-C_1 \sim C_{10}$ アルキルであり、

ここで、

Y は、OまたはSであり、

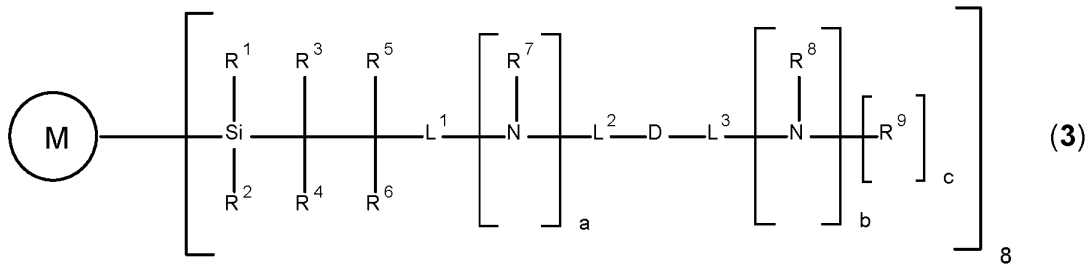
x は、1～6の整数であり、および

y は、1～25の整数であるか、または

R^{100} は、 $C_6 \sim C_{14}$ アリールであり、この $C_6 \sim C_{14}$ アリールは、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル、 $O-C_1 \sim C_6$ アルキルまたは NO_2 で置換されていてよい)の塩の製造法は、

式

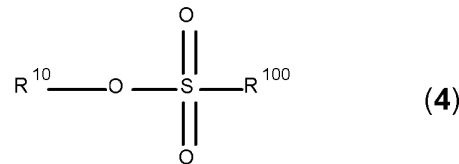
【化56】



〔式中、

M、a、b、c、R¹、R²、R³、R⁴、R⁵、R⁶、R⁷、R⁸、R⁹、L¹、L²、L³およびDは、式(1)中の記載と同様である〕の化合物を、式

【化57】



〔式中、

R¹⁰およびR¹⁰⁰は、式(1)の記載と同様である〕の化合物と反応させる工程を含む。

【0044】

好ましい方法において、R⁶およびR¹²は、水素であり、およびR¹⁰は、メチルである。

【0045】

好ましくは、この反応は、不活性の有機溶剤、例えばクロロホルム中で実施される。この反応は、高められた温度、例えば40~150、有利に40~80で実施されてよい。

【0046】

前記反応において使用される式(4)の化合物のモル当量に依存して、式(1)の塩は得られ、ここで、nは、1、2、3、4、5、6、7または8である。

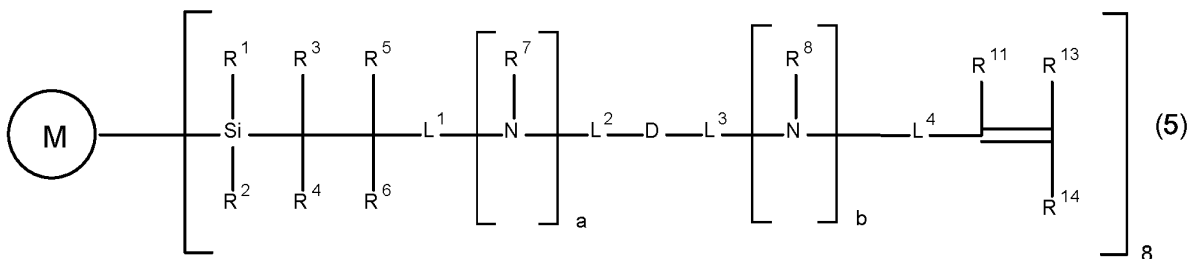
【0047】

式(3)の化合物を得るための幾つかの方法がある。

【0048】

例えば、式(3)、ただし、cは1であり、R⁹は式(2)を有しかつR¹²は水素であるものとし、の化合物は、式

【化58】



〔式中、

M、a、b、R¹、R²、R³、R⁴、R⁵、R⁶、R⁷、R⁸、R¹¹、R¹³、R¹⁴、L¹、L²、L³、L⁴およびDは、式(1)の記載と同様である〕の化合物を、式

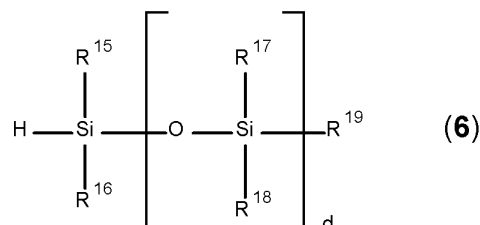
10

20

30

40

【化59】



〔式中、
 R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} 、 R^{18} 、 R^{19} および d は、式(1)の記載と同様である〕の化合物と反応させることによって得ることができる。

【0049】

好ましくは、この反応は、触媒の存在下を実施される。適当な触媒は、例えば白金含有化合物、例えばスプイヤー触媒としても公知のヘキサクロロ白金酸、またはカルステッド触媒としても公知の $\text{Pt}_2[(\text{CH}_2=\text{CH}_2\text{Si}(\text{Me})_2)_2\text{O}]_3$ である。

【0050】

この反応は、通常、不活性の有機溶剤、例えばジクロロメタン中で実施される。この反応は、通常、 $25 \sim 80$ の温度で、好ましくは $35 \sim 50$ の温度で実施される。

【0051】

この反応は、通常、ジエチルスルフィドの存在下を実施される。

【0052】

式(6)の化合物は、商業的に入手可能である。

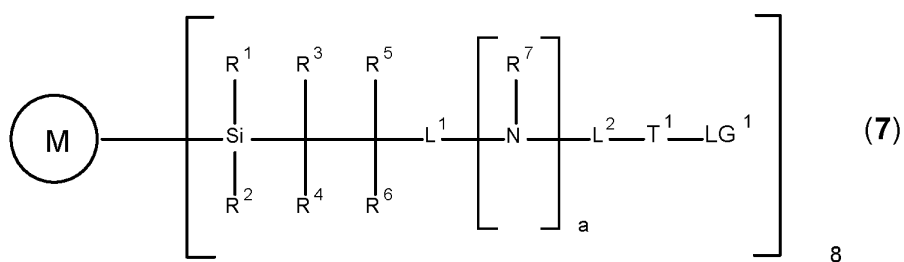
【0053】

化合物(5)の化合物を製造するための幾つかの方法がある。

【0054】

例えば、式(5)の化合物は、式

【化60】



〔式中、
 M 、 a 、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 、 R^7 、 L^1 および L^2 は、式(1)の記載と同様であり、

T^1 は、発色団部分Dの一部であり、および
 LG^1 は、脱離基である〕の化合物を、
 式

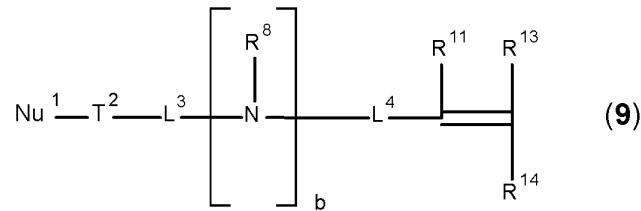
10

20

30

40

【化61】



〔式中、

b、 R^8 、 R^{11} 、 R^{13} 、 R^{14} 、 L^3 および L^4 は、式(1)の記載と同様であり、 T^2 は、発色団部分Dの一部であり、および
 Nu^1 は、求核性基である〕の化合物と反応させることによって得ることができる。

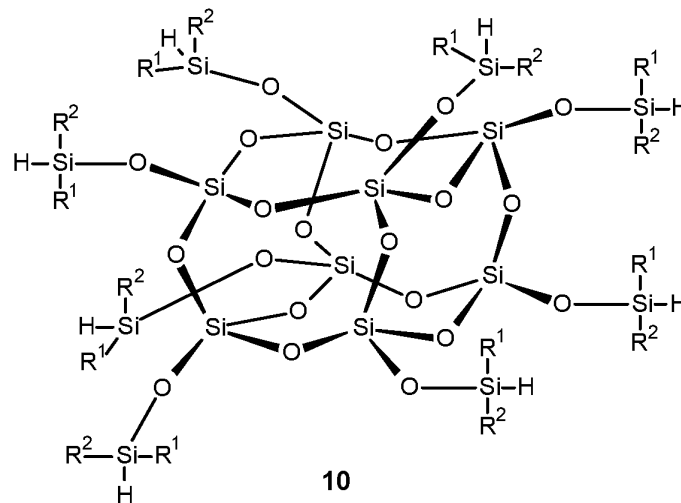
10

【0055】

この反応は、通常、不活性の有機溶剤、例えばジメチルスルホキシド中で実施される。
 この反応は、通常、高められた温度で、例えば50~200の温度で、好ましくは80~120の温度で実施される。

【0056】

式(7)、ただし、 R^6 は水素であるものとし、の化合物は、式
 【化62】

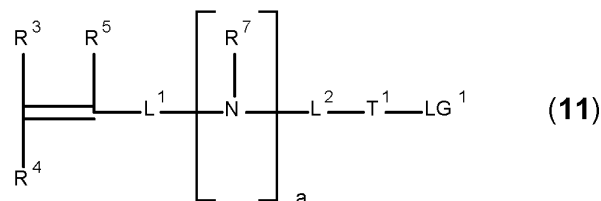


20

30

〔式中、 R^1 および R^2 は、式(1)中の記載と同様である〕の化合物を、
 式

【化63】



40

〔式中、

a、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^7 、 L^1 および L^2 は、式(1)の記載と同様であり、 T^1 は、発色団部分Dの一部であり、および
 LG^1 は、脱離基である〕の化合物と反応させることによって得ることができる。

【0057】

好ましくは、この反応は、触媒の存在下を実施される。適当な触媒は、例えば白金含有

50

化合物、例えばスプайヤー触媒としても公知のヘキサクロロ白金酸、またはカルステッド触媒としても公知の $\text{Pt}_2[(\text{CH}_2=\text{CH}_2\text{Si}(\text{Me})_2)_2\text{O}]_3$ である。

【0058】

この反応は、通常、不活性の有機溶剤、例えばジクロロメタン中で実施される。この反応は、通常、25～80 の温度で、好ましくは35～50 の温度で実施される。

【0059】

この反応は、通常、ジエチルスルフィドの存在下に実施される。

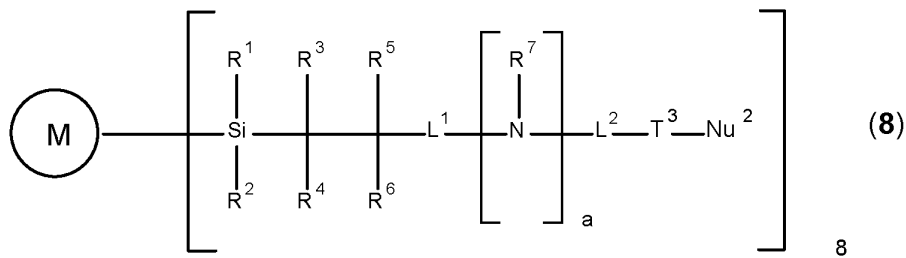
【0060】

式(10)、ただし、 R^1 および R^2 はメチルであるものとし、の化合物は、商業的に入手可能である。式(10)、ただし、 R^1 および R^2 はメチルであるものとし、の化合物は、D. Hoeibel et al., Z. Chem. 1989, 29(7), 260-261に従って製造されてもよいし、WO 2007/147742の参考例C)に従って製造されてもよい。

【0061】

例えば、式(5)の化合物は、式

【化64】



〔式中、

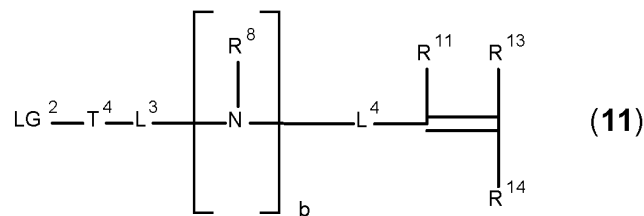
M 、 a 、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 、 R^7 、 L^1 および L^2 は、式(1)の記載と同様であり、

T^3 は、発色団部分Dの一部であり、および

Nu^2 は、求核性基である〕の化合物を、

式

【化65】



〔式中、

b 、 R^8 、 R^{11} 、 R^{13} 、 R^{14} 、 L^3 および L^4 は、式(1)の記載と同様であり、

T^4 は、発色団部分Dの一部であり、および

LG^2 は、脱離基である〕の化合物と反応させることによって得られてもよい。

【0062】

この反応は、通常、不活性の有機溶剤、例えばジメチルスルホキシド中で実施される。

この反応は、通常、高められた温度で、例えば50～200 の温度で、有利に80～120 の温度で実施される。

【0063】

式(8)、ただし、 R^6 は水素であるものとし、の化合物は、式

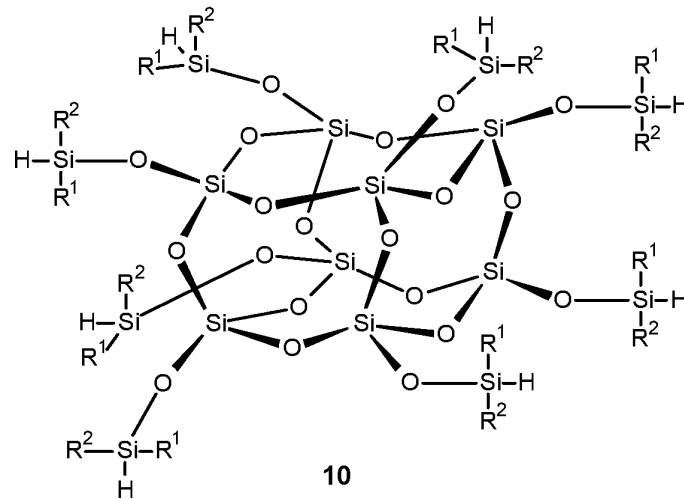
10

20

30

40

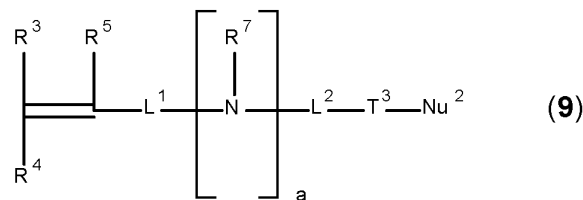
【化66】



10

〔式中、 R^1 および R^2 は、式(1)中の記載と同様である〕の化合物を、
式

【化67】



20

〔式中、
 a 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^7 、 L^1 および L^2 は、式(1)の記載と同様であり、
 T^3 は、発色団部分Dの一部であり、および
 Nu^2 は、求核性基である〕の化合物と反応させることによって得ることができる。

30

【0064】

好ましくは、この反応は、触媒の存在下を実施される。適当な触媒は、例えば白金含有化合物、例えばスパイヤー触媒としても公知のヘキサクロロ白金酸、またはカルステッド触媒としても公知の $Pt_2[(CH_2=CH_2Si(Me)_2)_2O]_3$ である。

【0065】

この反応は、通常、不活性の有機溶剤、例えばジクロロメタン中で実施される。この反応は、通常、25~80の温度で、好ましくは35~50の温度で実施される。

【0066】

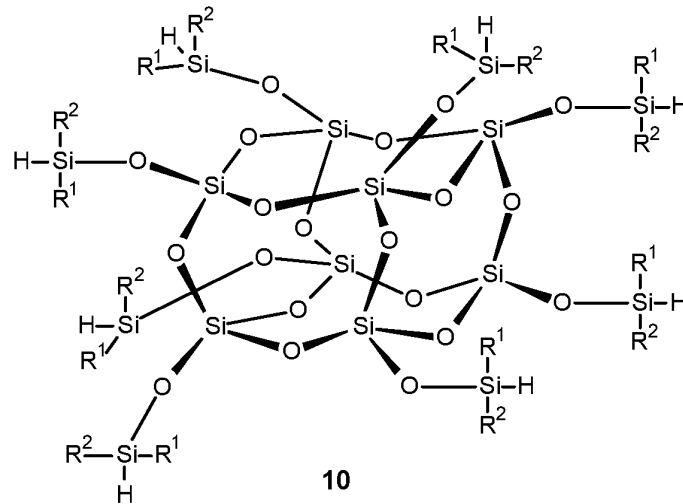
この反応は、通常、ジエチルスルフィドの存在下を実施される。

【0067】

式(3)、ただし、 R^6 は水素であるものとし、の化合物は、式

40

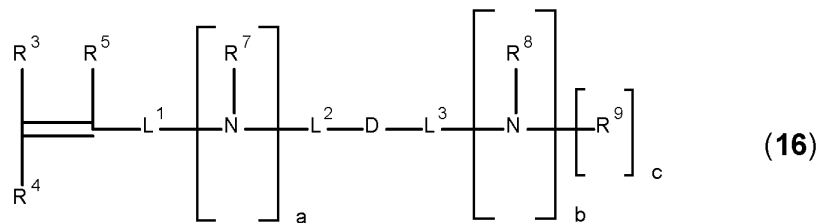
【化68】



10

〔式中、 R^1 および R^2 は、式(1)中の記載と同様である〕の化合物を、
式

【化69】



20

〔式中、

a 、 b 、 c 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^7 、 R^8 、 R^9 、 L^1 、 L^2 、 L^3 および D は、式(1)の記載と同様である〕の化合物と反応させることによって製造されてもよい。

30

【0068】

好ましくは、この反応は、触媒の存在下を実施される。適当な触媒は、例えば白金含有化合物、例えばスパイヤー触媒としても公知のヘキサクロロ白金酸、またはカルステッド触媒としても公知の $Pt_2[(CH_2=CH_2Si(Me)_2)_2O]_3$ である。

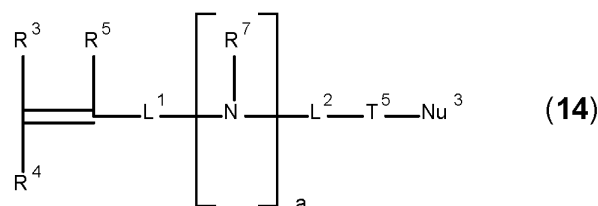
【0069】

この反応は、通常、不活性の有機溶剤、例えばトルエン中で実施される。この反応は、通常、 $25 \sim 80$ の温度で、好ましくは $35 \sim 50$ の温度で実施される。

【0070】

式(16)の化合物は、式

【化70】



40

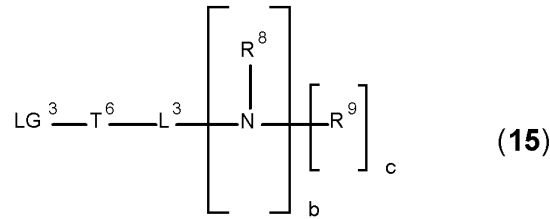
〔式中、

a 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^7 、 L^1 および L^2 は、式(1)の記載と同様であり、

50

T⁵は、発色団部分Dの一部であり、および
Nu³は、求核性基である)の化合物を、
式

【化71】



10

〔式中、

c、R⁸、R⁹およびL³は、式(1)の記載と同様であり、
T⁶は、発色団部分Dの一部であり、
LG³は、脱離基である)の化合物と反応させることによって製造されてよい。

【0071】

好ましくは、この反応は、塩基、例えば炭酸セシウム存在下実施される。

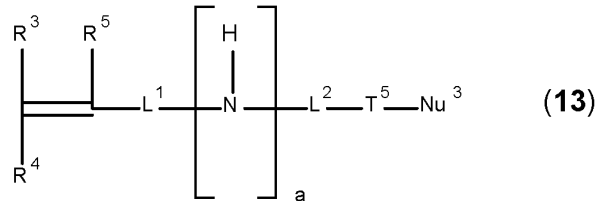
【0072】

この反応は、通常、不活性の有機溶剤、例えばクロロホルム中で実施される。この反応
は、通常、周囲温度で、好ましくは15~30の温度で実施される。 20

【0073】

式(14)の化合物は、式

【化72】



30

〔式中、

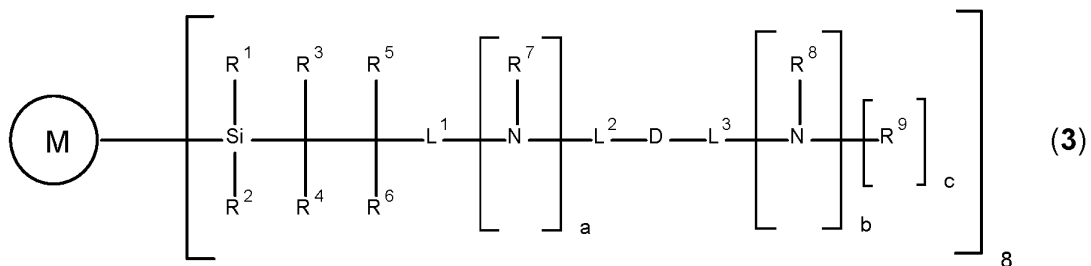
a、R³、R⁴、R⁵、L¹およびL²は、式(1)の記載と同様であり、
T⁵は、発色団部分Dの一部であり、および
Nu³は、求核性基である)の化合物を、
式R⁷-LG⁴、ただし、R⁷は式(1)に記載されており、かつLG⁴は脱離基であるもの
とし、の化合物と反応させることによって製造されてよい。

【0074】

また、本発明の一部は、式

【化73】

40



の化合物であり、

50

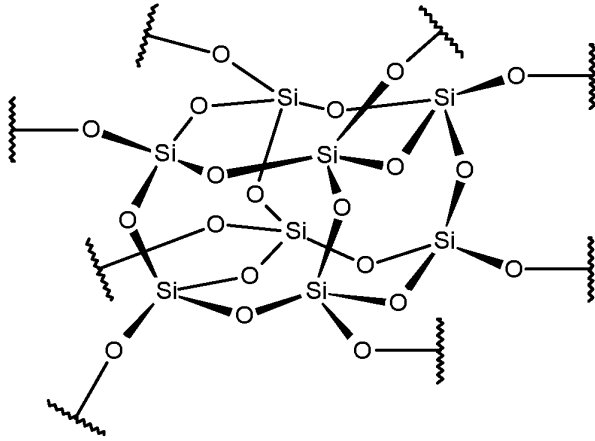
ここで、

【化 7 4】



は、

【化 7 5】



10

20

であり、

a は、0 または 1 であり、

b は、0 または 1 であり、

c は、0 または 1 であり、

ただし、少なくとも a または b は、1 であり、および b が 1 である場合には、c も 1 であるものとし、

R^1 および R^2 は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^3 、 R^4 、 R^5 および R^6 は、互いに独立して、水素または $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^7 、 R^8 および R^9 は、式 (2) を有し、ここで、

L^4 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン、フェニレン - $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンまたは $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン - フェニレン - $C_1 \sim C_{20}$ アルキレンであり、

R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} および R^{14} は、互いに独立して、水素または $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} および R^{18} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_4$ アルキルであり、

R^{19} は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、この $C_1 \sim C_{20}$ アルキルは、フェニル、 $O - C_1 \sim C_6$ アルキルまたは NO_2 で置換されていてよく、

d は、1 ~ 25 の整数であるか、または

R^7 、 R^8 および R^9 は、互いに独立して、 $C_6 \sim C_{14}$ アリール、 $OC_1 \sim C_6$ アルキルおよび NO_2 からなる群から選択された、1 個以上の置換基で置換されていてよい $C_1 \sim C_{20}$ アルキルであり、ただし、 R^7 、 R^8 および R^9 の少なくとも 1 つは、式 (2) を有するものとし；または

R^7 は、式 (2) を有しかつ R^8 と R^9 は、これらの双方に結合した N と一緒になって、5 員環、6 員環または 7 員環を形成し、これらの環は、O または S を含んでいてもよく、

L^1 は、 $-L^{1a} - [X^{1a}]_o - [L^{1b}]_p -$ であり、

L^2 は、 $-[L^{2a}]_q - [X^{2a}]_r -$ であり、

L^3 は、 $-[X^{3a}]_s - [L^{3a} - X^{3b}]_t - [L^{3b}]_u -$ であり、

ここで、

o、p、q、r、s、t および u は、互いに独立して、0 または 1 であり、

L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、互いに独立して、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン - フェニレン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン - $C_5 \sim C_8$ シクロアルキレン、フェニ

30

40

50

レンまたは $C_5 \sim C_8$ シクロアルキレンであり、ここで、 L^{1a} 、 L^{1b} 、 L^{2a} 、 L^{3a} および L^{3b} は、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、 NO_2 および OH からなる群から選択された、1 個以上の置換基で置換されていてよく、または

L^{1b} と R^7 または L^{2a} と R^7 は、これらの双方に結合した N と一緒になって、5 員環、6 員環または 7 員環を形成するか、または

L^{3b} と R^8 は、これらの双方に結合した N と一緒になって、5 員環、6 員環または 7 員環を形成し、および

X^{1a} 、 X^{2a} 、 X^{3a} および X^{3b} は、互いに独立して、 O 、 S 、 $C(O)$ または $C(O)O$ であり、

および

D は、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル、フェニル、ハロゲン、 $OC_1 \sim C_6$ アルキル、 OH 、 NH_2 および NO_2 からなる群から選択された、1 個以上の置換基で置換されていてよい発色団部分である。

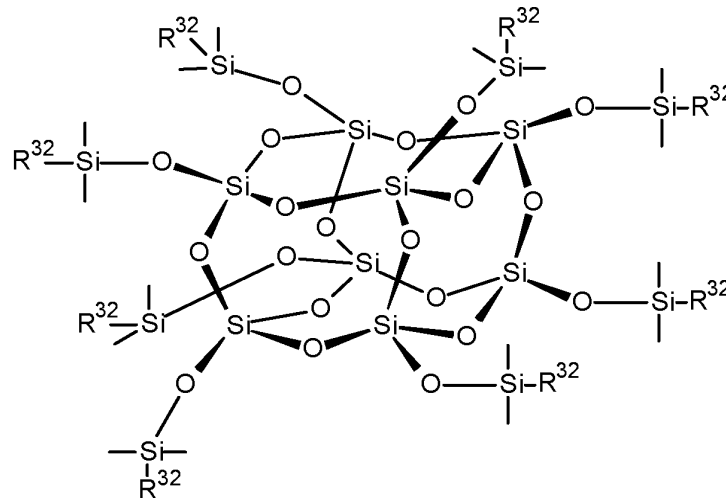
【0075】

式(3)、ただし、 R^6 および R^{12} は水素であるものとし、の化合物が好ましい。

【0076】

式(3)の殊に好ましい化合物は、

【化76】



3A

であり、

ここで、

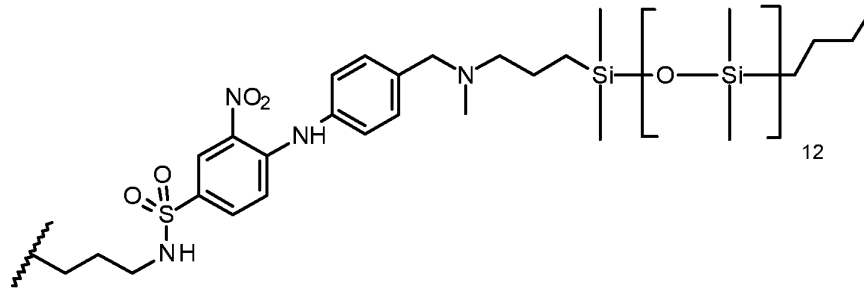
R^{32} は、

10

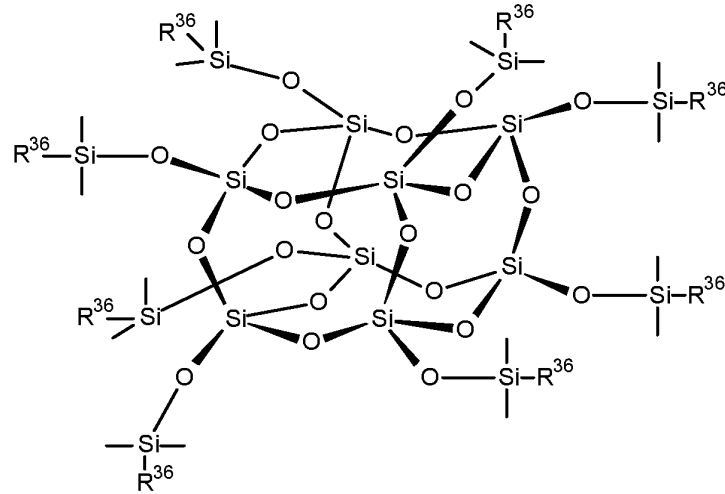
20

30

【化 77】



10



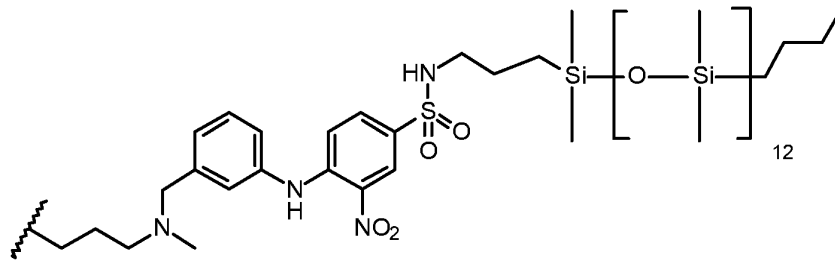
20

3B

であり、
ここで、
 R^{36} は、

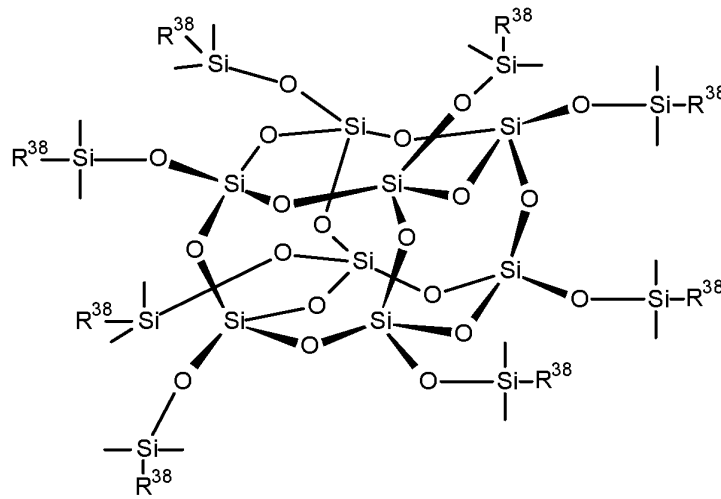
30

【化 7 8】



10

および



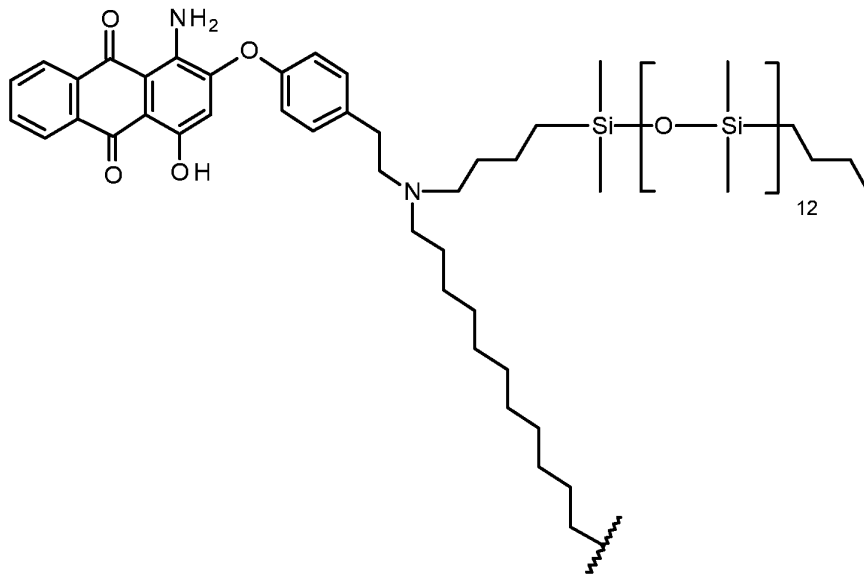
20

3C

30

であり、
ここで、
R³⁸は、

【化79】



10

である。

【0077】

20

式(3)の化合物は、非極性の有機溶剤中で可溶性である。例えば、式3Aの化合物は、ヘキサン中およびジエチルエーテル中で高度に可溶性である。例えば、式3Bおよび3Cの化合物は、ヘキサン中で高度に可溶性である。

【0078】

本発明の塩は、通常、0.5~1.5nm、好ましくは0.8~1.2nmの平均粒度を有する。

【0079】

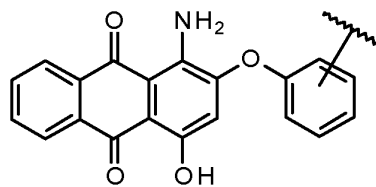
本発明の塩は、着色されている。本発明の塩の色は、発色団部分Dに依存する。

【0080】

例えば、発色団部分Dが式

30

【化80】



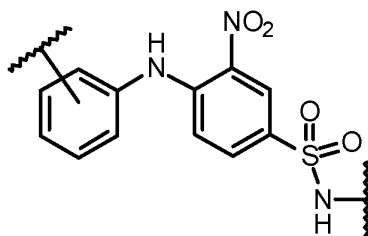
を有する場合には、本発明の塩は、マゼンタである。

【0081】

40

例えば、発色団部分D¹が式

【化81】



50

を有する場合には、本発明の塩は、イエローである。

【0082】

本発明の塩は、着色された粒子として、電気泳動デバイス中、好ましくは電気泳動ディスプレイ中、より好ましくは電子ペーパー中で使用されうる。

【0083】

また、本発明の一部は、本発明の塩を含む電気泳動デバイスである。好ましくは、電気泳動デバイスは、電気泳動ディスプレイ、より好ましくは電子ペーパーである。電子デバイスは、軟質であることができる。

【0084】

本発明の塩を含む電気泳動デバイスは、(i)本発明の塩の分散液を誘電性流体中で形成させる工程、および(ii)工程(i)で得られた分散液を一对の電極の間に置く工程を含む方法によって製造されうる。

10

【0085】

前記誘電性流体は、好ましくは、ドデカンであるかまたは前記用途に適合する粘度を有するシリコン油である。工程(i)で得られた分散液は、さらに、当業者に公知の添加剤を含有することができる。工程(i)で得られた分散液は、工程(ii)で一对の電極の間に置かれる前に、マイクロカプセル中にカプセル化されうるかまたは当業者に公知の方法によってマイクロキャピティを含むフォイル中に組み込まれうる。

【0086】

本発明の塩は、フルカラー電子ペーパー中への使用に適した、帯電された着色粒子である。

20

【0087】

本発明の塩は、0.5~1.5nm、好ましくは0.8~2nmの平均粒度を有しかつ狭い粒度分布を示す。したがって、本発明の帯電された着色粒子は、CMY技術に基づくビデオ用途での使用に適している。さらに、本発明の塩は、電気泳動デバイスにおける“ゴースト”現象として公知の多重画像を示さない。本発明の塩は、誘電性流体、例えばドデカンまたはシリコン油中で均一で安定した分散液を形成するかまたは溶液でさえも形成する。例えば、式A1の化合物は、種々のシリコン油中の透明な溶液を生じる。

【0088】

本発明の塩を製造するための方法は、殊にカチオンの電荷数に関連して、定義された超分子構造からなる、帯電された着色粒子を対象とした製造を可能にするので有利である。前記方法のさらなる利点は、微量の水で汚染されていない本発明の塩を生じる非極性の有機溶剤中での式(3)の化合物の良好な可溶性のおかげで非極性の有機溶剤中での無水条件下で、最後の工程を実施することができること、しかも有利に実施されることである。本発明の塩の含水量が低ければ低いほど、電気泳動デバイスにおける、本発明の塩の長時間性能は、いっそう良好になる。

30

【0089】

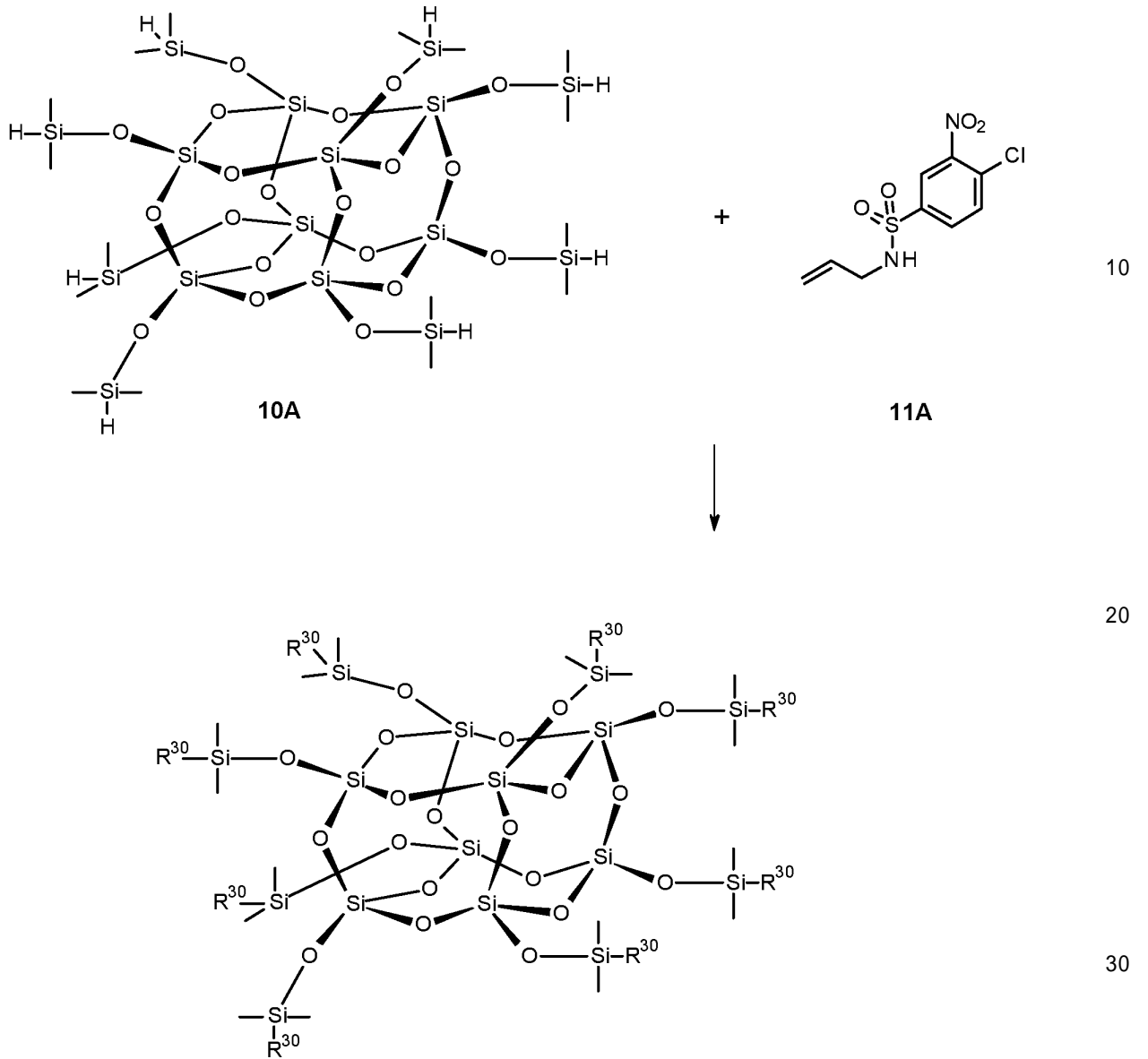
例：

実施例1

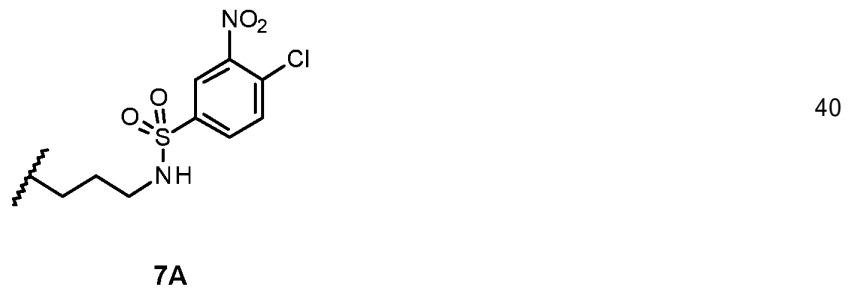
化合物7Aの製造

40

【化 8 2】



ここで、
R³⁰は、
【化 8 3】



である。

【0090】

“カルステッド触媒”溶液（Fluka社によって販売された、イソプロパノール中2%（w/v）、0.75ml）をジクロロメタン（100ml）で希釈し、かつアルゴン

の下で室温で15分間、攪拌する。ジクロロメタン（130ml）中に溶解した化合物1

1 A (4 . 6 g) および化合物 1 0 A (2 . 0 0 g) を前記触媒溶液に添加する。反応混合物を 4 0 ℃ に加熱する。ジクロロメタン (0 . 2 5 m l) 中のジエチルスルフィドの 1 モル溶液を、反応混合物の強力な攪拌下に反応混合物中に注入し、および化合物 1 1 A の消費が $^1\text{H-NMR}$ によって確認されるまで、攪拌を継続させる。溶剤のほぼ半分が蒸発した後、反応混合物をカラムクロマトグラフィー (シリカゲル ; 溶離剤 : ジクロロメタン対ジクロロメタン / メタン 1 : 1) により精製して化合物 7 A (3 . 3 g) を生じさせる。

【 0 0 9 1 】

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): $\delta = 0.88$ (6 H); 0.67 (2 H); 1.52 (2 H); 2.98 (2 H); 5.54 (NH); 7.31 (d, 1 H); 7.99 (dd, 1 H); 8.35 (d, 1 H). $^{29}\text{Si-NMR}$ (CDCl_3 , 80 MHz): $\delta = -110$; +14

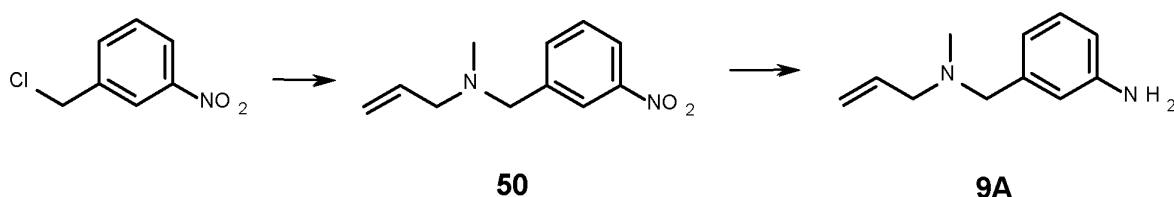
10

【 0 0 9 2 】

実施例 2

化合物 9 A の製造

【 化 8 4 】



20

【 0 0 9 3 】

化合物 5 0 の製造

N - アリルメチルアミン (1 2 . 2 g)、3 - ニトロベンジルクロリド (2 8 . 3 g) およびクロロホルム (3 5 0 m l) 中の炭酸ナトリウム (1 7 . 5 g) の懸濁液を、3 - ニトロベンジルクロリドが消費されるまで 6 5 ℃ で強力に攪拌する。反応混合物を冷却し、ろ過し、かつ蒸発させた。生じる残留物をその後シリカゲル上でろ過して (溶離剤 : ジクロロメタン) 化合物 5 0 (3 1 . 1 g) を生じさせ、この化合物 5 0 を後精製なしに

30

【 0 0 9 4 】

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): $\delta = 2.18$ (s, 3 H); 3.03 (dd, 2 H); 3.56 (s, 2 H); 5.21 (ddd, 2 H); 5.89 (ddd, 1 H); 7.45 (t, 1 H); 7.64 (d, 1 H); 8.07 (ddd, 1 H); 8.17 (d, 1 H). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 75 MHz): $\delta = 42.0$; 60.5; 117.8; 122.0; 123.5; 129.1; 134.9; 135.4; 141.7; 148.3

【 0 0 9 5 】

化合物 9 A の製造

化合物 5 0 (3 1 . 0 g) とスズ粒状物 (2 8 . 5 g) とジオキサン (2 5 0 m l) との混合物を濃塩酸 (5 0 m l) で処理する。反応混合物をろ過し、酢酸エチルで希釈し、pH を 2 N 水酸化ナトリウム溶液で 9 に調節する。抽出後、化合物 9 A (2 6 . 4 g) が得られる。

40

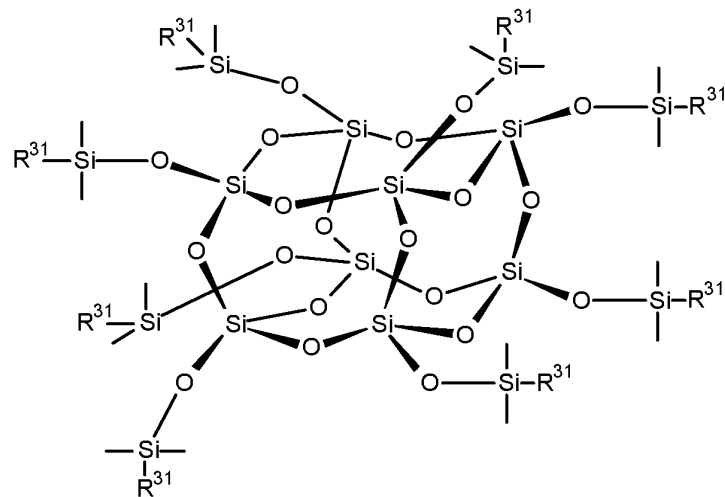
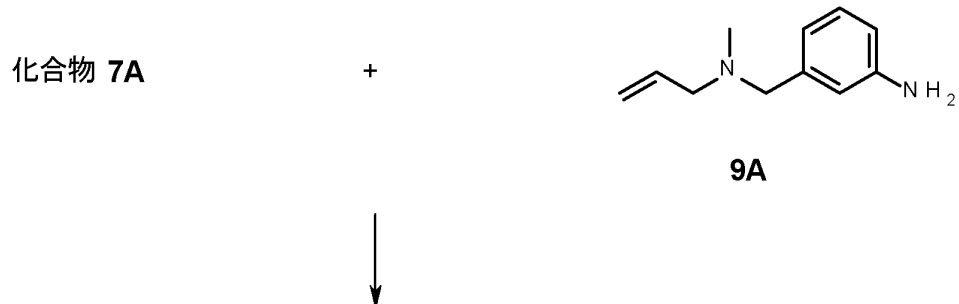
【 0 0 9 6 】

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): $\delta = 2.03$ (s, 3 H); 3.03 (dd, 2 H); 3.40 (s, 2 H); 4.12 (2 HN); 5.17 (ddd, 2 H); 5.92 (ddd, 1 H); 6.53 (ddd, 1 H); 6.64 (s, 1 H); 6.69 (s, 1 H); 7.05 (t, 1 H). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 75 MHz): $\delta = 42.1$; 60.6; 60.8; 113.9; 115.7; 117.6; 119.4; 129.1; 135.9; 140.2; 146.5

【 0 0 9 7 】

50

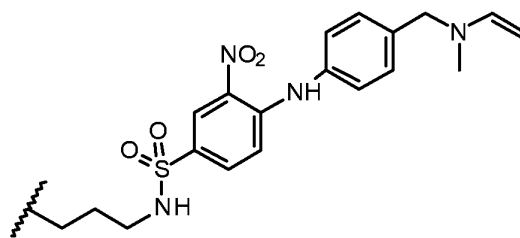
実施例 3
 化合物 5 A の製造
 【化 8 5】



【0098】

ここで、
 R³¹は、

【化 8 6】



5A

である。

【0099】

化合物 7 A (2 . 0 g)、化合物 9 A (0 . 9 7 g) およびジメチルスルホキシド (1 0 m l) 中のジ - イソプロピルエチルアミン (2 . 2 g) の溶液を 5 0 時間、1 0 0 ℃ へ加熱する。反応混合物の冷却後、ジエチルエーテルを反応混合物中に注入し、沈殿物をろ過によって除去する。前記沈殿物をジクロロメタンとメタノールとの混合物中に溶解し、かつ再び沈殿させる。この沈殿の手順を数回繰り返す。前記沈殿物をジクロロメタンと最小限必要なメタノールとの混合物中に溶解し、この溶液を飽和炭酸水素ナトリウムで洗浄する。溶剤を蒸発させることにより、化合物 5 A (1 . 7 g) が生じる。

【 0 1 0 0 】

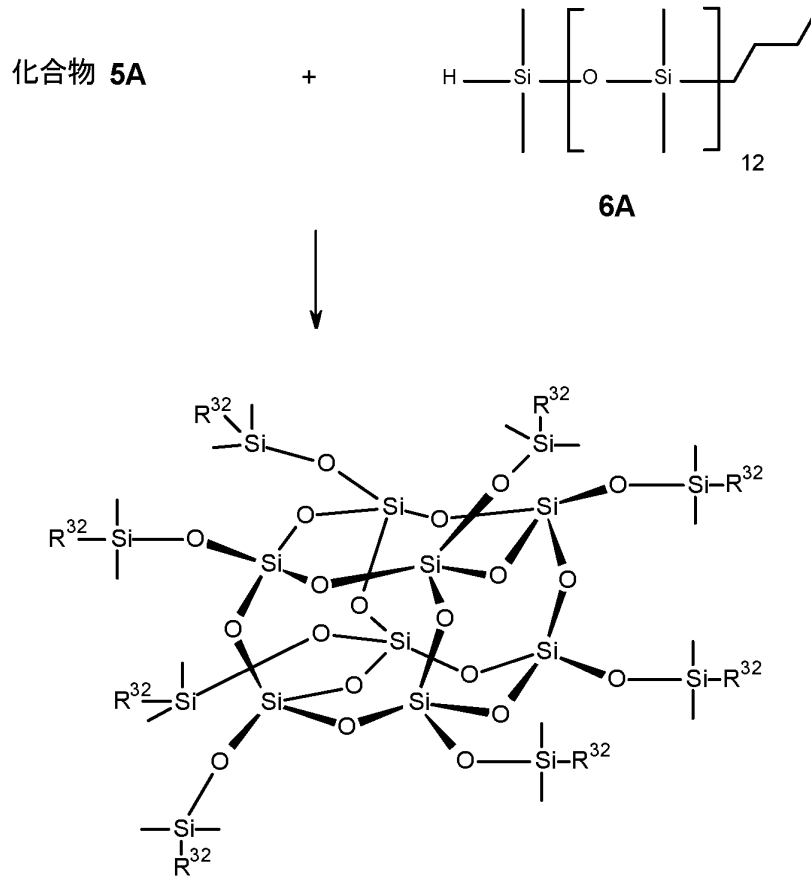
$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): 全ての信号広幅 $\delta = 0.07$ (6 H); 0.51 (2 H); 1.58 (2 H); 2.21 (3 H); 2.95 (2 H); 3.05 (2 H); 3.47 (2 H); 5.56 (2, H); 5.88 (ddd, 1 H); 7.25 (6 H); 7.76 (1 H); 8.68 (1 H); 9.79 (NH). $^{29}\text{Si-NMR}$ (CDCl_3 , 80 MHz): $\delta = -110$; +14

【 0 1 0 1 】

実施例 4

化合物 3 A の製造

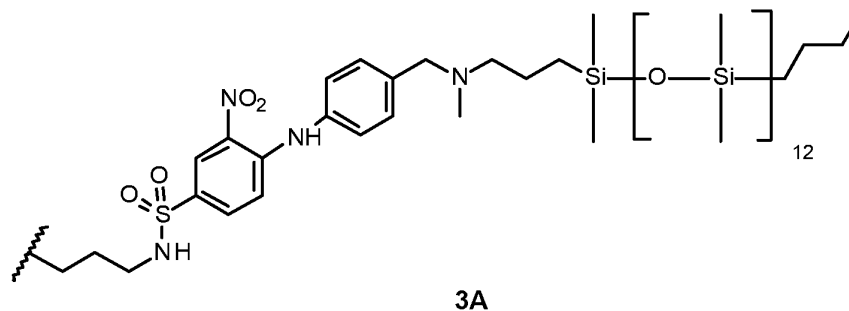
【化 8 7】



ここで、

 R^{32} は、

【化 8 8】



である。

【 0 1 0 2 】

“カルステッド触媒”溶液 (Fluka 社によって販売された、イソプロパノール中 2

10

20

30

40

50

% (w/v)、0.03 ml) を化合物 5 A (79 mg) と市販の化合物 6 A (一水和物末端ポリジメチルシロキサン、ABC R社によって販売された、141 mg) とジクロロメタン (2 ml) との混合物に、アルゴンの下で添加する。反応混合物を 40 °C へ加熱する。ジクロロメタン (0.01 ml) 中のジエチルスルフィドの 1 モル溶液を、強力な攪拌下に反応混合物中に注入し、および化合物 5 A の消費が $^1\text{H-NMR}$ によって確認されるまで、攪拌を持続させる。前記反応混合物を室温でヘキサン中に注入し、微量の触媒をろ過により除去する。ろ液を蒸発させて化合物 3 A (200 mg) を生じさせる。

【 0 1 0 3 】

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): 全ての信号広幅 $\delta = 0.12$ (84 H); 0.57 (6 H); 1.24 (t, 3 H); 1.32 (8 H); 1.61 (2 H, NH); 2.21 (3 H); 2.94 (4 H); 3.94 (2, H); 7.21 (5 H); 7.79 (2 H); 8.66 (2 H); 9.76 (NH)

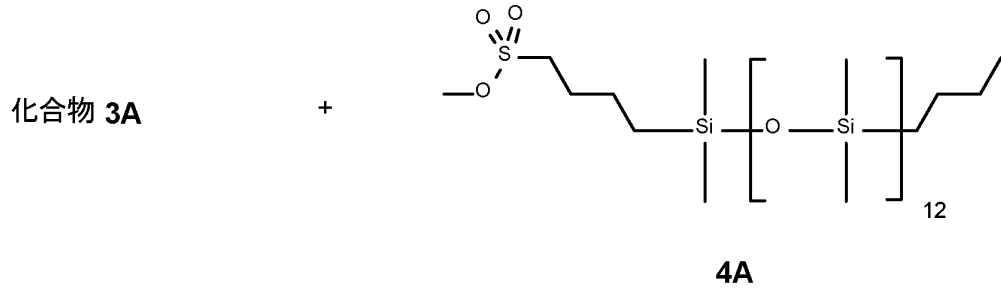
10

【 0 1 0 4 】

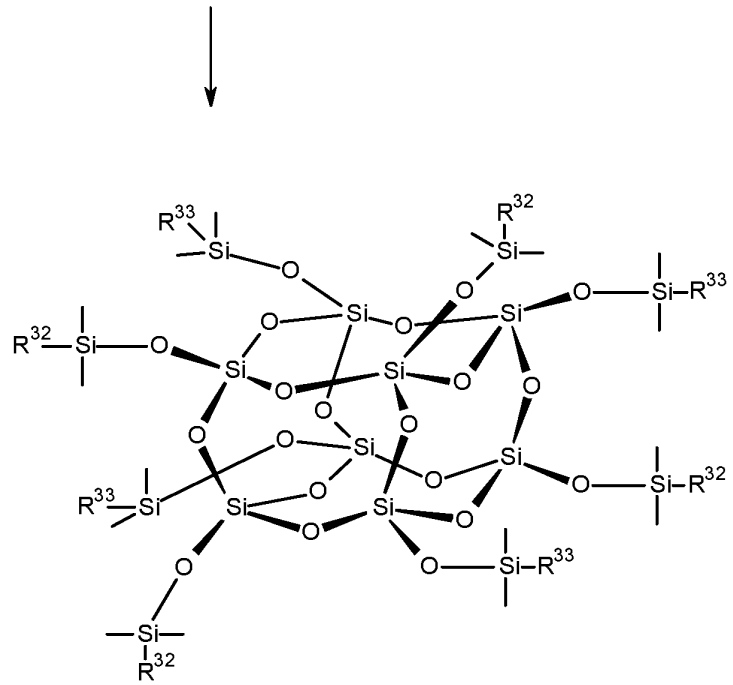
実施例 5

化合物 1 A の製造

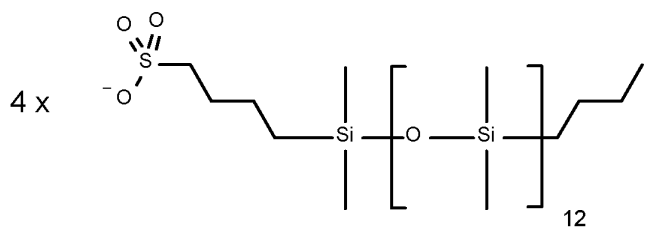
【化 8 9】



10



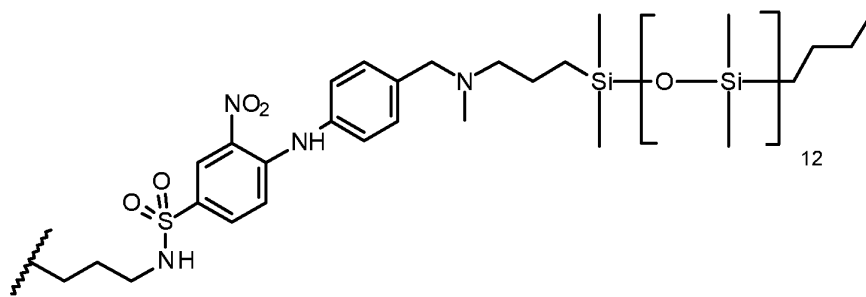
20



30

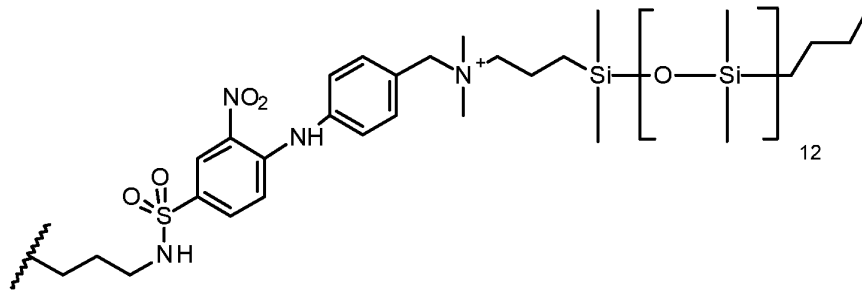
ここで、
R³²は、
【化 9 0】

40



50

であり、
 および
 R^{33} は、
 【化91】



10

である。

【0105】

化合物3A(148g)と4当量の化合物4Aとクロロホルム(3ml)との混合物を、化合物4Aのメチルスルホネート信号が ^1H -NMRスペクトル中で消失するまで還流加熱する。溶剤(200mg、98%)の蒸発後に、化合物1Aが得られる。

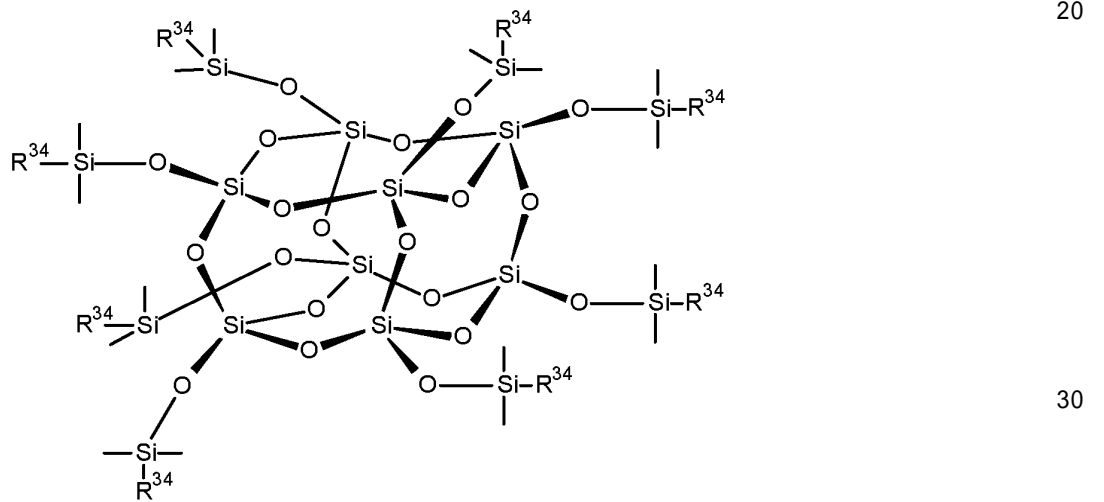
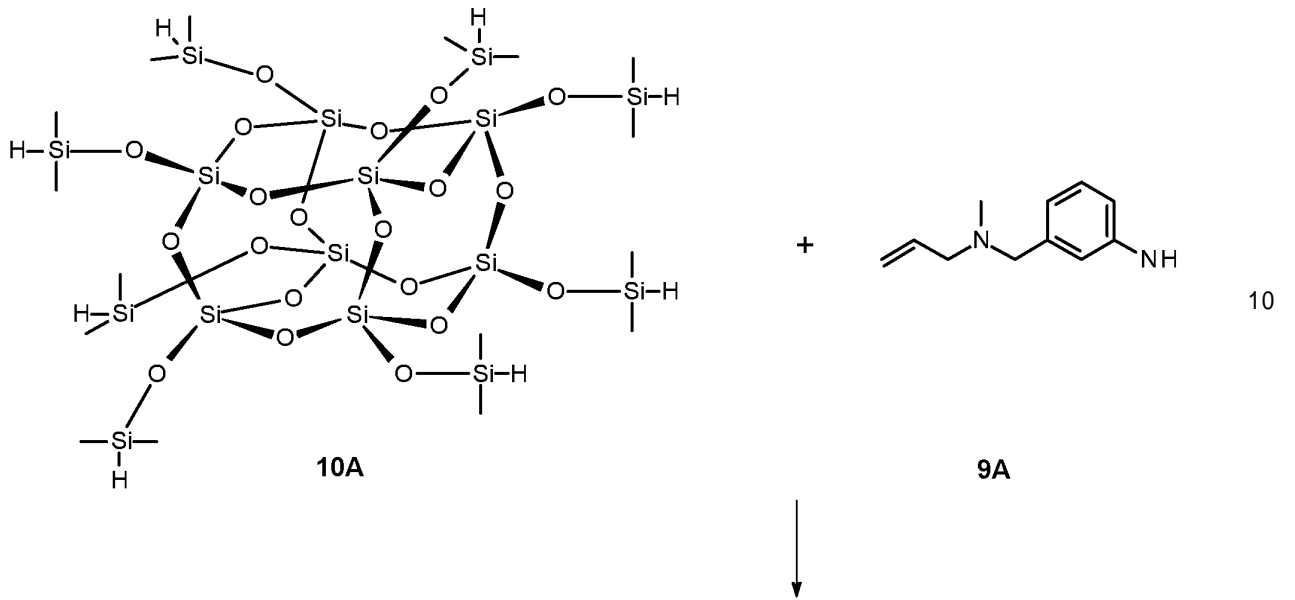
【0106】

実施例6

化合物8Aの製造

20

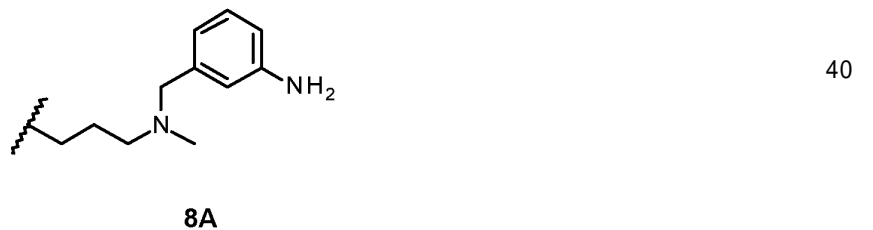
【化92】



ここで、

R³⁴は、

【化93】



である。

【0107】

“カルステッド触媒”溶液（Fluka社によって販売された、イソプロパノール中2%（w/v）、0.06ml）を化合物10A（100mg）と化合物9A（150mg）とジクロロメタン（8ml）との混合物に、アルゴンの下で添加する。反応混合物を4

0 へ加熱する。ジクロロメタン (0 . 0 2 m l) 中のジエチルスルフィドの 1 モル溶液を、強力な攪拌下に反応混合物中に注入し、および化合物 9 A の消費が¹H - NMR によって確認されるまで、攪拌を継続させる。前記反応混合物を室温へ冷却し、かつヘキサン中に注入する。沈殿物をジクロロメタン中に溶解し、かつ再びヘキサンの添加によって沈殿させる。第 2 の沈殿後、沈殿物を乾燥させて化合物 8 A (1 3 0 m g) を生じさせる。

【 0 1 0 8 】

¹H-NMR (CDCl₃, 300 MHz): 全ての信号広幅 δ = 0.16 (48 H); 0.61 (16 H); 1.58 (16 H); 2.20 (24 H); 2.39 (16 H); 3.43 (16 H); 3.80 (16 NH); 6.67 (8 H); 6.69 (16 H); 7.09 (8 H). ¹³C-NMR (CDCl₃, 75 MHz): δ = 0.2; 15.2; 20.3; 42.0; 60.8; 62.4; 113.6; 115.7; 119.4; 129.1; 140.1; 146.5.

²⁹Si-NMR (CDCl₃, 80 MHz): δ = -110; +14

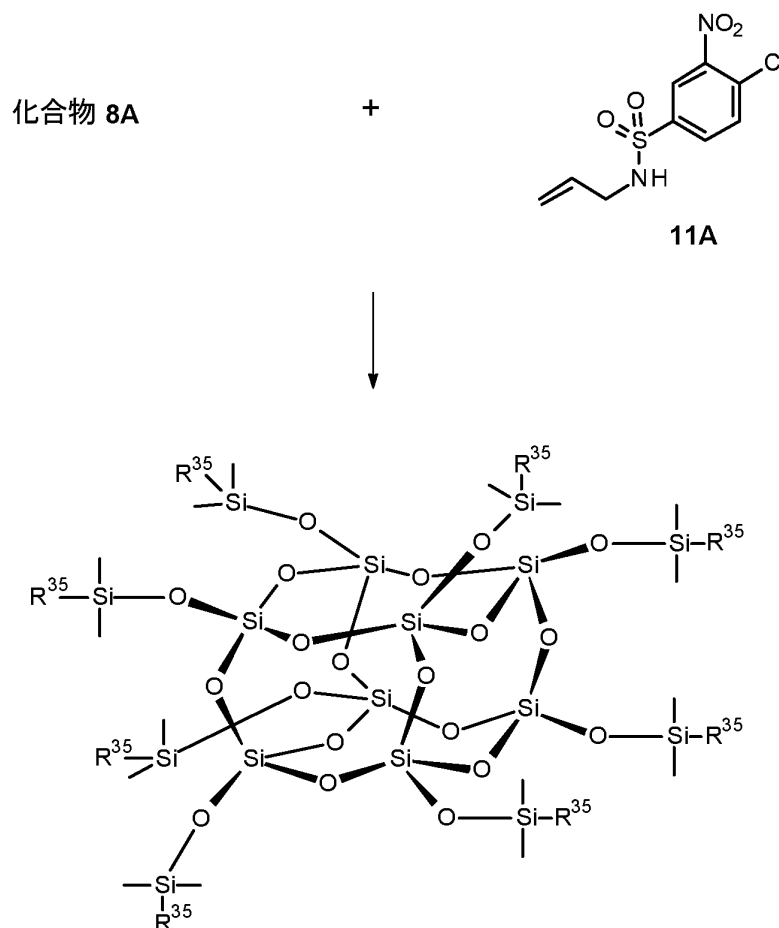
10

【 0 1 0 9 】

実施例 7

化合物 5 B の製造

【 化 9 4 】



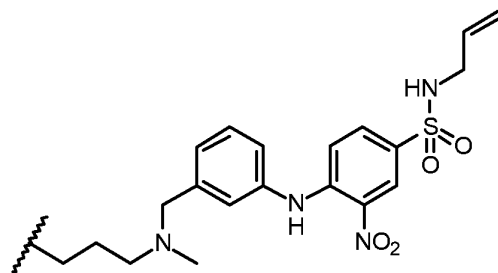
20

30

40

ここで、
R³⁵ は、

【化 9 5】



5B

10

である。

【0110】

化合物 8 A (1 . 0 0 g)、化合物 1 1 A (0 . 9 6 g)、ジ - イソプロピルエチルアミン (1 . 5 m l) およびジメチルスルホキシド (5 m l) の溶液を 1 0 0 で 5 0 時間加熱する。反応混合物を室温へ冷却し、かつジエチルエーテル中に注入して化合物 5 B を沈殿させる。化合物 5 B をジクロロメタンとメタノールとの混合ブタノール中に再溶解させ、かつ再度、沈殿させる。ジクロロメタンとメタノールとの混合物中の化合物 5 B の溶液を、その後に飽和炭酸水素ナトリウム溶液で洗浄し、硫酸ナトリウム上で乾燥させ、かつ蒸発させて化合物 5 B (0 . 9 g) を生じさせる。

20

【0111】

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): 全ての信号広幅 $\delta = 0.12$ (48 H); 0.57 (16 H); 1.55 (16 H); 2.16 (24 H); 2.39 (16 H); 3.49 (16 H); 3.61 (16 H); 5.17 (16 H); 5.75 (8 H); 7.23 (40 H); 7.38 (8 H); 7.74 (8 H); 8.72 (8 H); 9.80 (8 NH). $^{29}\text{Si-NMR}$ (CDCl_3 , 80 MHz): $\delta = -110$; +14

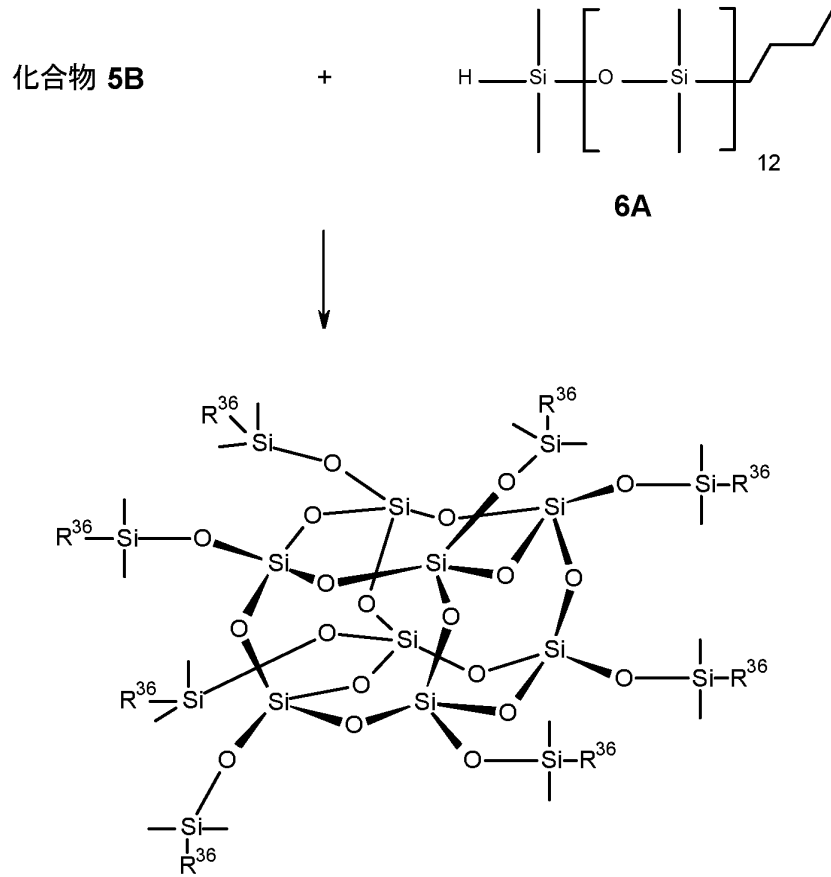
【0112】

実施例 8

化合物 3 B の製造

30

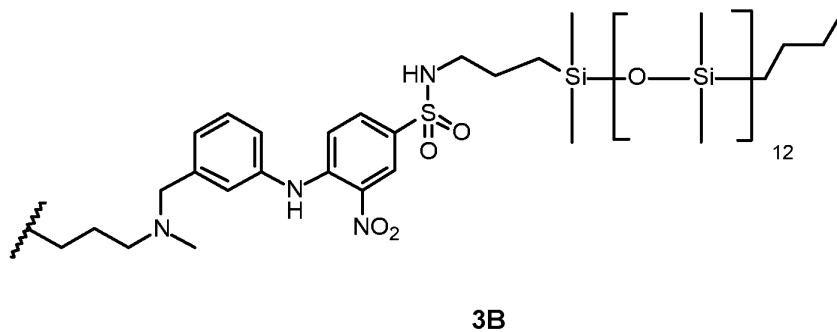
【化96】



10

20

ここで、
R³⁶は、
【化97】



30

である。

【0113】

“カルステッド触媒”溶液（Fluka社によって販売された、イソプロパノール中2%（w/v）、0.2ml）を化合物5B（0.95mg）と化合物6A（一水和物末端ポリジメチルシロキサン、ABCRC社によって販売された、1.7g）とジクロロメタン（10ml）との混合物に、アルゴンの下で添加する。反応混合物を40℃へ加熱する。ジクロロメタン（0.08ml）中のジエチルスルフィドの1モル溶液を、強力な攪拌下に反応混合物中に注入し、および攪拌を48時間、持続させる。前記反応混合物を室温へ冷却し、かつ蒸発させて乾燥する。残留物をヘキサン中に取り込み、かつ微量の触媒をろ過により除去する。ろ液を蒸発させて化合物3B（2.83g、98%）を生じさせる。

40

【0114】

50

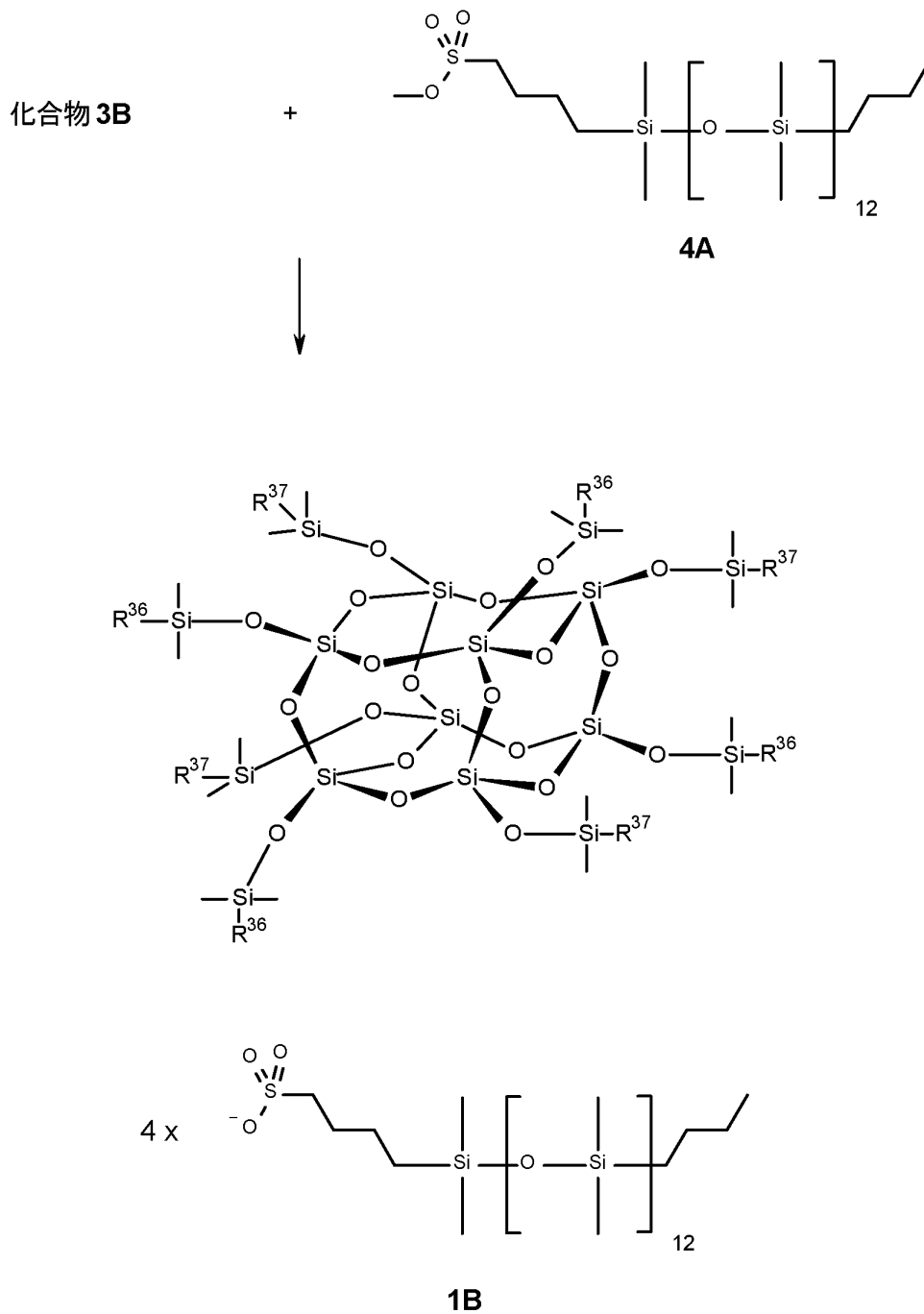
$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): 全ての信号広幅 $\delta = 0.07$ (ca. 126 H); 0.59 (32 H); 0.89 (24 H); 1.29 (16 H); 1.59 (32 H); 2.17 (24 H); 2.35 (16 H); 2.97 (16 H); 3.51 (16 H); 7.25 (40 H); 7.39 (8 H); 7.77 (8 H); 8.71 (8 H); 9.79 (8 NH)

【 0 1 1 5 】

実施例 9

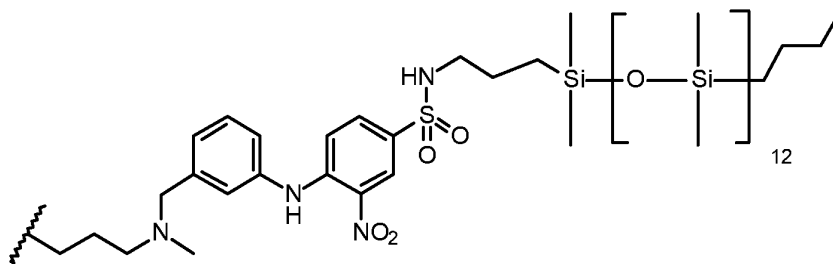
化合物 1 B の製造

【 化 9 8 】



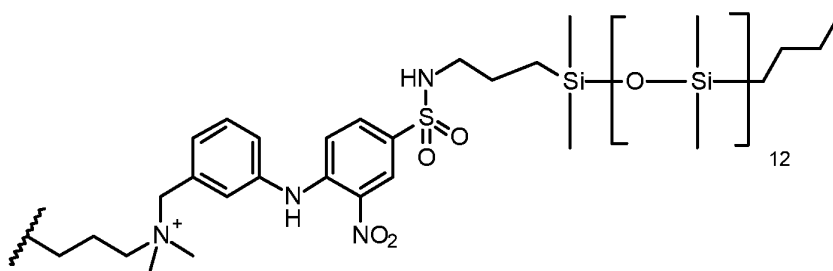
ここで、
 R^{36} は、

【化 9 9】



であり、
 および
 R³⁷は、

【化 1 0 0】



である。

【0 1 1 6】

化合物 3 B (2 0 0 m g) と 4 モル当量の化合物 4 A (7 3 m g) とクロロホルム (4 m l) との混合物を 7 5 時間、還流加熱する。溶剤の蒸発後に、化合物 1 B (2 7 3 m g 、 1 0 0 %) が得られる。

【0 1 1 7】

実施例 1 0

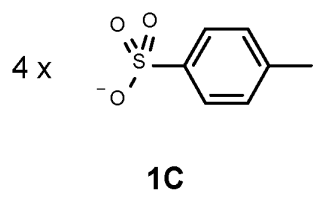
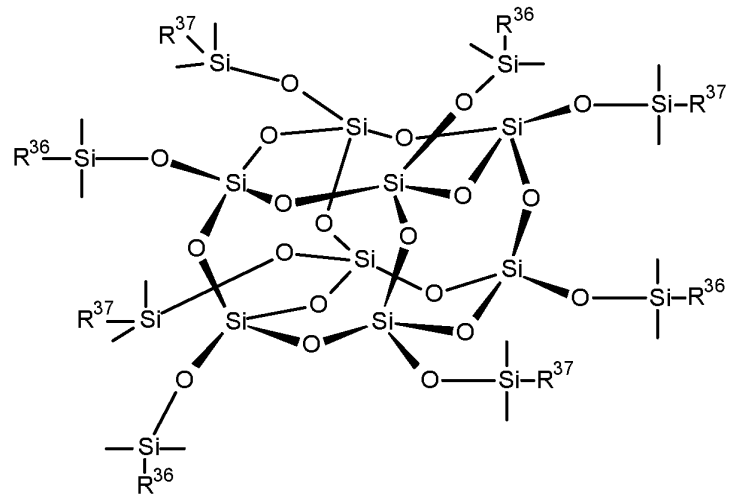
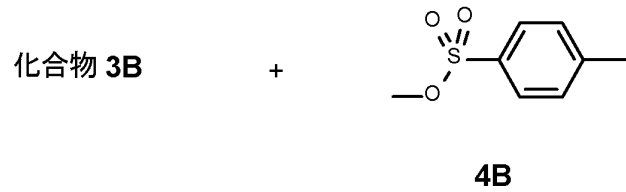
化合物 1 C の製造

10

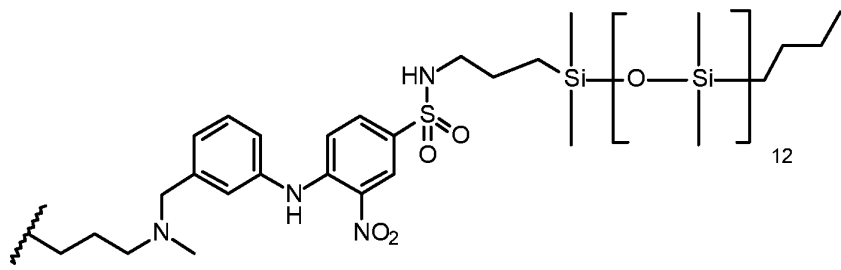
20

30

【化 1 0 1】



ここで、
R³⁶は、
【化 1 0 2】



であり、
および
R³⁷は、

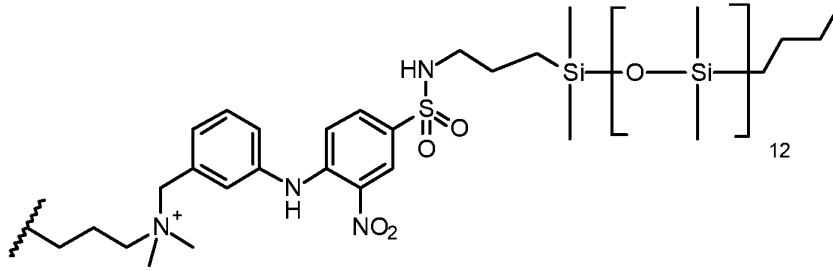
10

20

30

40

【化103】



10

である。

【0118】

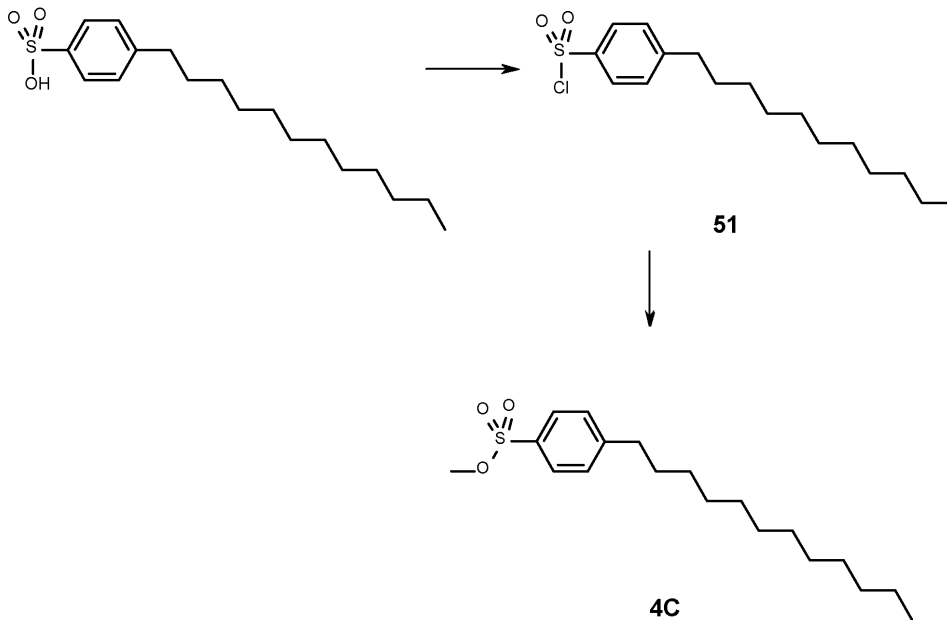
化合物3B(200mg)と4モル当量の化合物4B(16mg)とクロロホルム(4ml)との混合物を24時間、還流加熱する。溶剤の蒸発後に、定量的収率で化合物1Cが得られる。

【0119】

実施例11

化合物4Cの製造

【化104】



20

30

【0120】

化合物51の製造

4-ドデシルベンゼンスルホン酸(Fluka社によって販売された異性体混合物)(50g)をホスホキシクロリド(22ml)と120で4時間反応させる。過剰のホスホキシクロリドを58ミリパールで留去する。残留物をジクロロメタン中に0で溶解し、かつ氷水で抽出する。溶剤を蒸発させることにより、化合物51(51.3g)が生じる。

40

【0121】

化合物4Cの製造

化合物51(10g)を0でメタノール(40ml)中に溶解し、かつ2Mのナトリウムメトキシド溶液(20ml)で処理する。反応混合物を徐々に室温へ昇温させる。24時間後、前記反応混合物をろ過してシロップ状塊を生じさせ、このシロップ状塊をシリカゲルパッド上の通路を介して精製して(溶離剤:ジクロロメタン)化合物4C(4.1

50

g) を生じさせる。

【 0 1 2 2 】

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): 全ての信号広幅 $\delta = 3.77$ (s, 3 H); 7.30 (m, 2 H); 7.88 (m, 2 H).

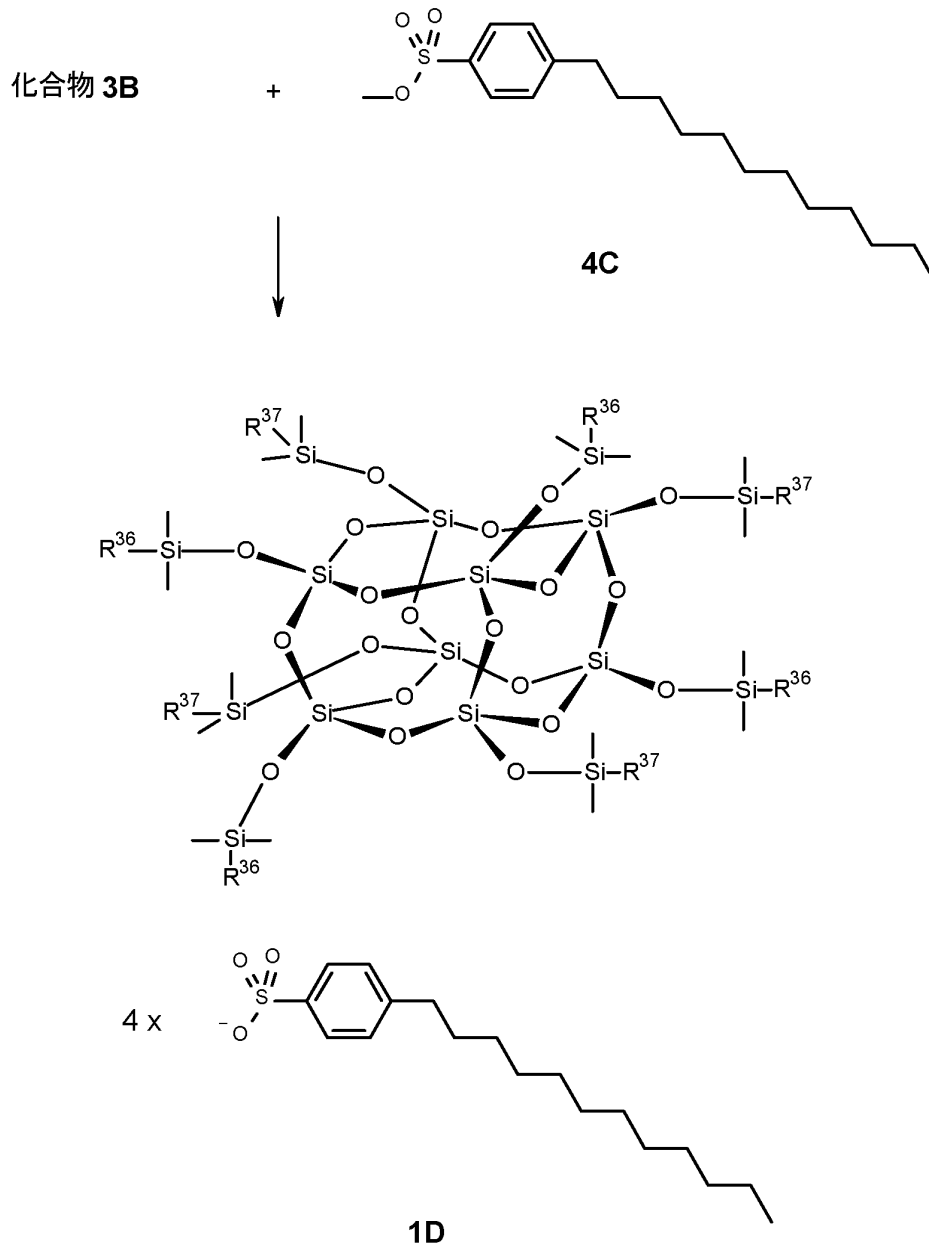
$^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 75 MHz): $\delta = 56.1$

【 0 1 2 3 】

実施例 1 2

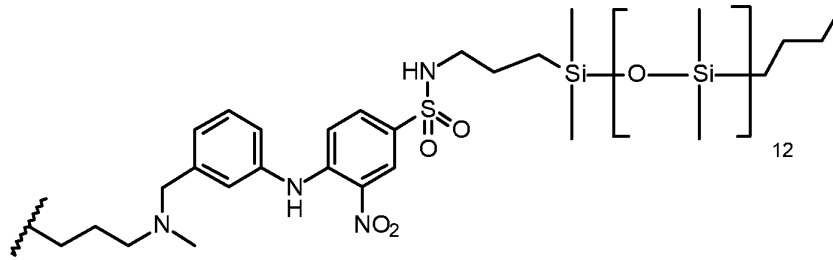
化合物 1 D の製造

【 化 1 0 5 】



ここで、
R³⁶は、

【化106】

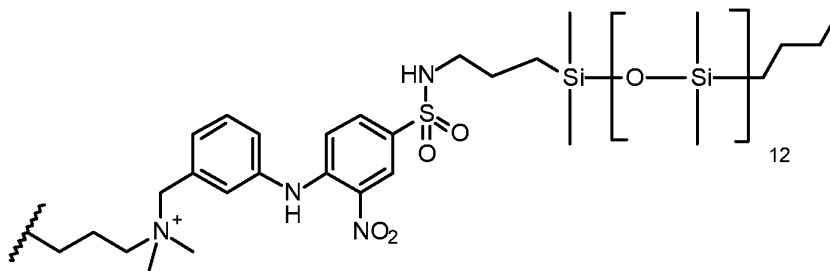


10

であり、
および

R³⁷は、

【化107】



20

である。

【0124】

化合物3B(200mg)と4モル当量の化合物4C(23mg)とクロロホルム(4ml)との混合物をメチル移動の完結が¹H-NMRにより観察されるまで、還流加熱する。溶剤の蒸発後に、化合物1D(223mg、100%)が得られる。

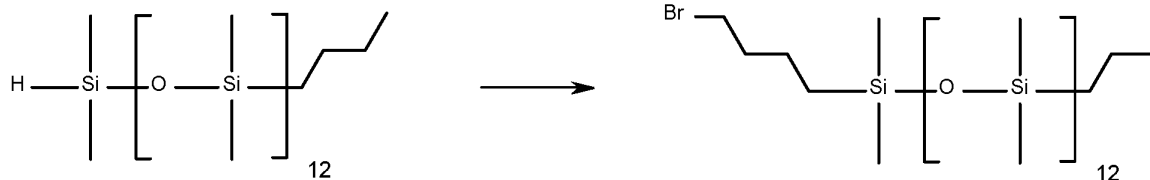
【0125】

実施例13

化合物12Aの製造

30

【化108】



6A

12A

40

【0126】

化合物6A(ABC社によって販売された一水和物末端ポリジメチルシロキサン、50.0g)および4-ブロモ-ブテン(7.25g)を、アルゴンの下でトルエン(100ml)中に溶解し、かつ60℃へ加熱する。反応混合物を“スパイヤー触媒溶液”1.5ml(イソプロパノール10ml中のH₂PtCl₆0.1g)で48時間処理する。溶剤を除去しかつシリカゲル上で無色の残留物をろ過することにより(溶離剤:ジクロロメタン)、化合物12A(47.7g)が生じる。

【0127】

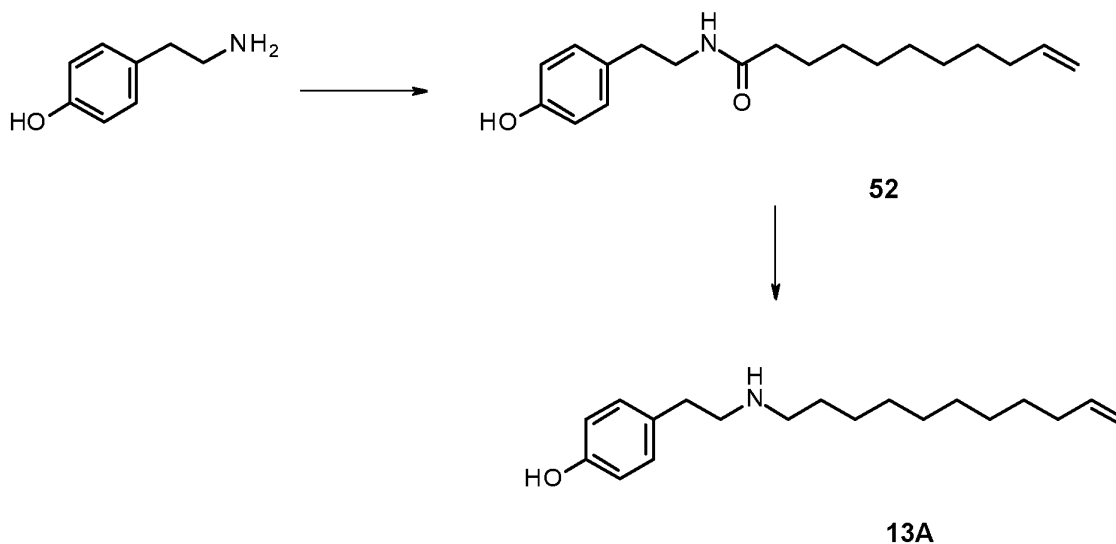
$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): $\delta = 0.14$ (ca. 78 H); 0.57 (4 H); 0.95 (t, 3 H); 1.28 (6 H); 1.48 (2 H); 1.92 (2 H); 3.34 (2 H). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 75 MHz): $\delta = 0.1$; 1.0; 13.7; 17.2; 17.9; 21.1; 24.1; 33.4; 35.2

【 0 1 2 8 】

実施例 1 3

化合物 1 3 A の製造

【 化 1 0 9 】



【 0 1 2 9 】

化合物 5 2 の製造

チラミン (Aldrich 社によって販売された、16 g) およびジ - イソプロピルエチルアミン (42 ml) を 0 でジメチルホルムアミド (300 ml) 中に溶解する。ウンデセニル酸クロリド (30.1 g) を強力な攪拌下に滴加する。反応混合物を徐々に室温へ昇温させる。攪拌を 24 時間、持続させる。溶剤を蒸発させることにより、化合物 5 2 (36.4 g) が生じる。

30

【 0 1 3 0 】

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): $\delta = 1.25$ (10 H); 1.34 (dt, 2 H); 1.59 (t, 2 H); 2.02 (dd, 2 H); 2.15 (dd, 2 H); 2.56 (t, 2 H); 4.96 (ddd, 1 H); 5.81 (m, 2 H); 6.81 (d, 2 H); 6.99 (d, 2 H). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 75 MHz): $\delta = 27.8$; 29.1; 29.2; 29.3; 29.4; 33.7; 34.7; 36.7; 41.0; 114.2; 115.7; 121.5; 129.5; 139.4; 155.6; 174.6

【 0 1 3 1 】

化合物 1 3 A の製造

化合物 5 2 を無水テトラヒドロフラン (140 ml) 中に溶解し、かつアルゴンの下でテトラヒドロフラン (300 ml) 中の水素化アルミニウムリチウム (5.1 g) のスラリーを滴下する。反応混合物を 30 時間、還流させる。前記反応混合物をその後 0 へ冷却し、注意深く、氷水中に注入し、かつセライトでろ過する。次に、水相を酢酸エチルで抽出する。有機相を食塩水で洗浄し、硫酸ナトリウム上で乾燥させ、ろ過し、かつ蒸発させて乾燥し、化合物 1 3 A を油として生じさせ、この油をカラムクロマトグラフィーにより精製し (シリカゲル; 溶離剤: ジクロロメタン/メタノール 20:1)、化合物 1 3 A (14.1 g) を生じさせる。

40

【 0 1 3 2 】

50

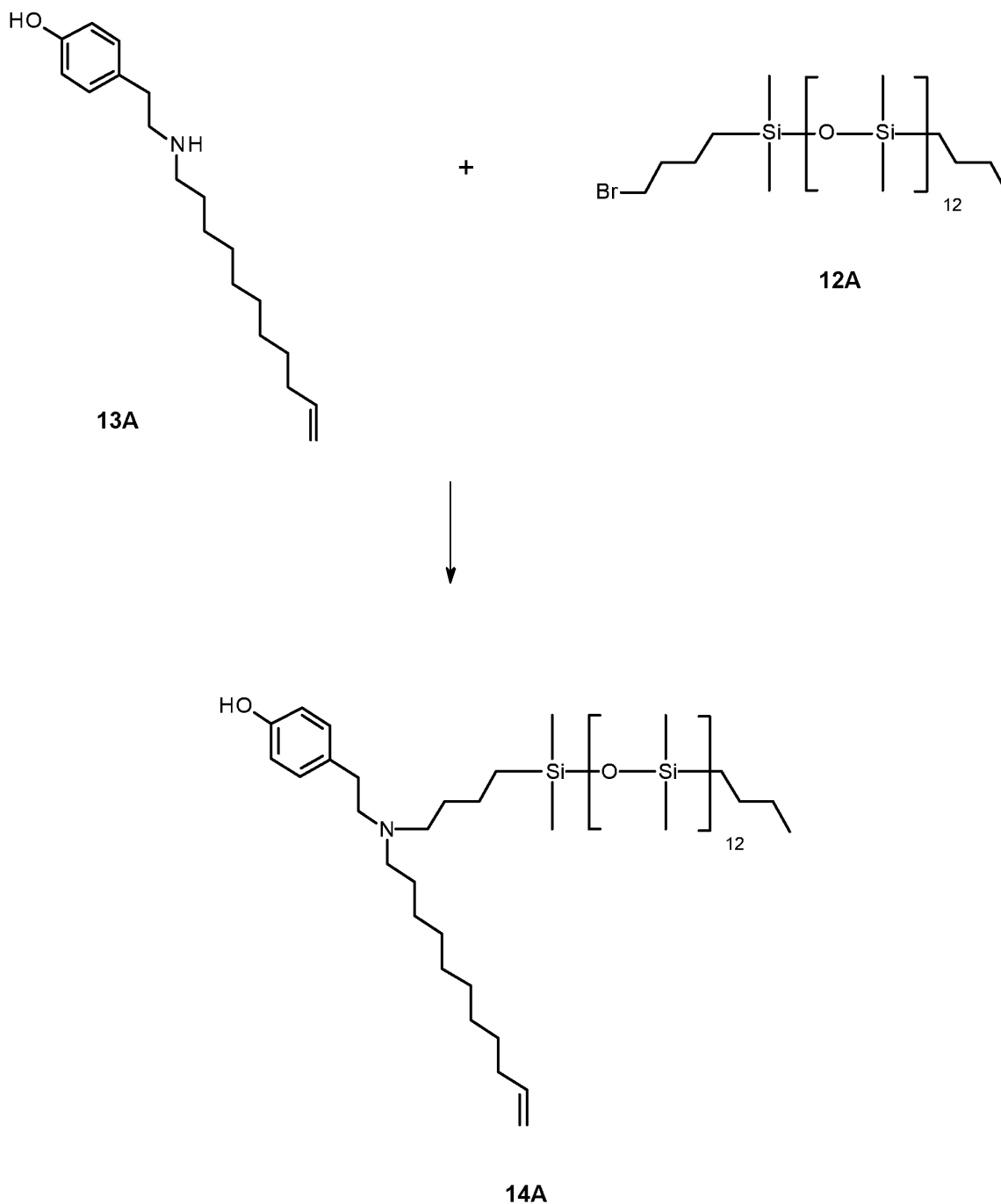
$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): δ = 1.26 (12 H); 1.36 (t, 2 H); 1.52 (t, 2 H); 2.06 (dt, 2 H); 2.67 (t, 2 H); 2.78 (t, 2 H); 2.90 (t, 2 H); 4.99 (ddd, 1 H); 5.53 (broad NH, OH); 5.83 (m, 1 H); 6.75 (d, 2 H); 7.01 (d, 2 H). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 75 MHz): δ = 27.3; 28.9; 29.2; 29.4; 29.4; 33.0; 34.5; 49.4; 50.1; 50.4; 114.1; 116.0; 129.7; 129.8; 139.2; 155.9

【 0 1 3 3 】

実施例 1 4

化合物 1 4 A の製造

【 化 1 1 0 】



【 0 1 3 4 】

化合物 1 3 A (2 . 7 g) および化合物 1 2 A (1 0 . 0 g) をヨウ化カリウム (1 g) を含有する、アセトニトリル (1 2 m l) とジオキサン (2 5 m l) との混合物中に溶

10

20

30

40

50

解する。炭酸カリウム (1 . 2 g) を添加した後、懸濁液をアルゴンの下で 2 4 時間、 8 0 °C へ加熱する。室温への冷却後、反応混合物をセライトでろ過し、カラムクロマトグラフィーにより精製し (シリカゲル ; 溶離剤 : ジクロロメタン / メタノール 2 5 : 1) 、化合物 1 4 A (4 . 9 g) を生じさせる。

【 0 1 3 5 】

¹H-NMR (CDCl₃, 300 MHz): δ = 0.11 (78 H); 0.58 (dt, 4 H); 0.91 (t, 3 H); 1.30 (14 H); 1.59 (4 H); 2.05 (dt, 2 H); 2.66 (4 H); 2.79 (4 H); 4.99 (ddd, 2 H); 5.84 (ddd, 1 H); 6.77 (d, 2 H); 7.01 (d, 2 H). ¹³C-NMR (CDCl₃, 75 MHz): δ = 0.1; 1.1; 11.1; 17.9; 18.0; 21.1; 25.4; 26.3; 27.2; 28.9; 28.8; 29.1; 29.4; 33.7; 52.9; 53.1; 54.9; 114.2; 115.9; 129.7; 129.8; 139.1; 155.7

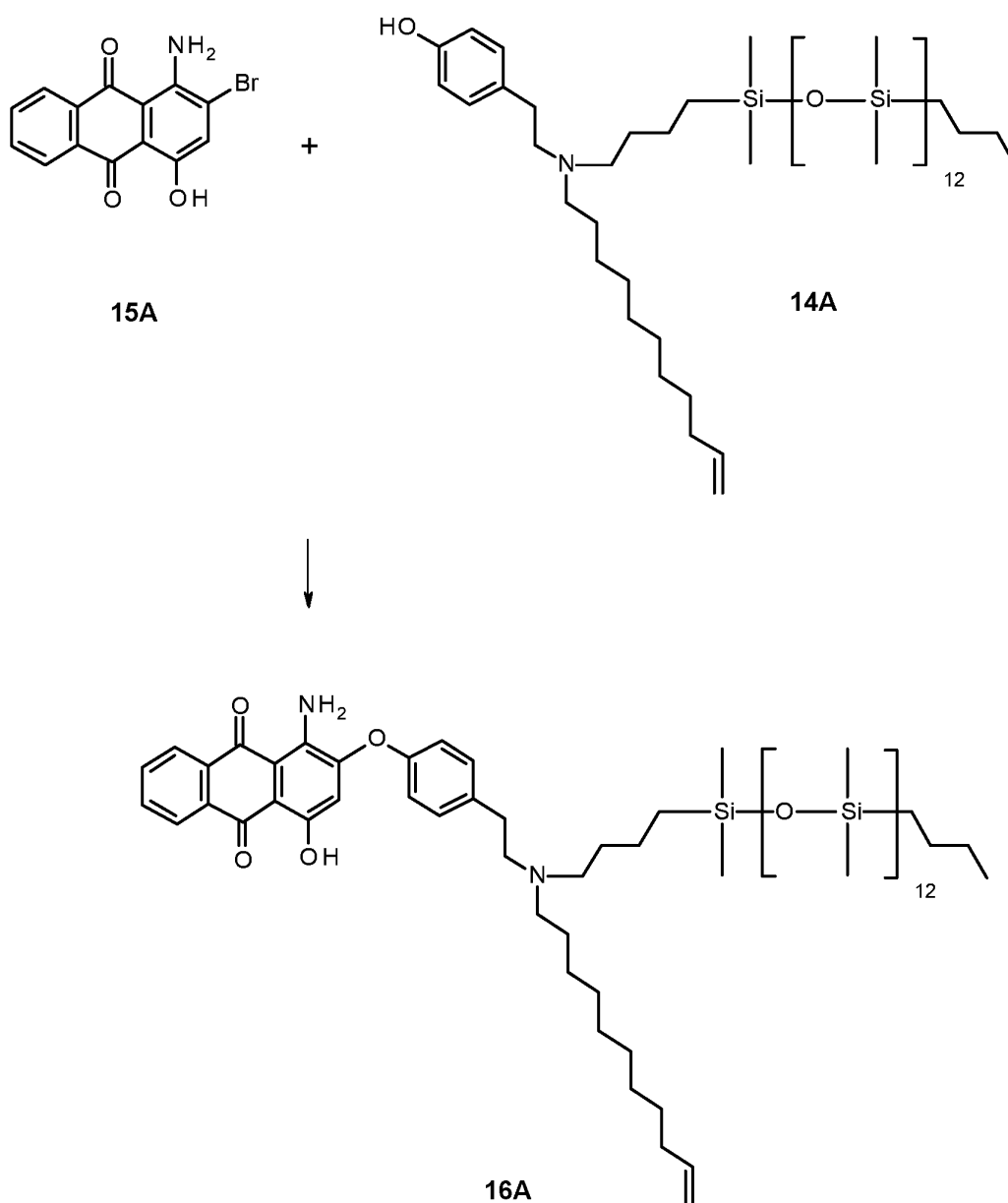
10

【 0 1 3 6 】

実施例 1 5

化合物 1 6 A の製造

【 化 1 1 1 】



20

30

40

【 0 1 3 7 】

1 - アミノ - 2 - ブロモ - 4 - ヒドロキシアントラキノン (2 7 5 m g) および化合物

50

14A 1.0 g (1.0 g) を、炭酸セシウム (0.51 g) を含有するクロロホルム (20 ml) 中に溶解し、反応混合物を 48 時間、還流させる。ジメチルホルムアミド (1 ml) を添加することにより、反応の進行中に可溶性が改善される。前記反応混合物を室温へ冷却し、酢酸エチルで希釈し、かつ食塩水および水で希釈する。溶剤を蒸発させることにより、残留物が生じ、この残留物をカラムクロマトグラフィーにより精製し (シリカゲル; 溶離剤: ヘキサン/酢酸エチル 10:2)、化合物 16A 1781 (0.133 g) を生じさせる。

【0138】

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): δ = 0.11 (78 H); 0.58 (dt, 4 H); 0.92 (t, 3 H); 1.32 (18 H); 1.47 (4 H); 2.05 (dt, 2 H); 2.53 (dt, 4 H); 2.73 (2 H); 2.80 (2 H); 4.99 (ddd, 2 H); 5.84 (ddd, 1 H); 6.41 (s, 1 H); 7.01 (d, 2 H); 7.28 (d, 2 H); 7.78 (dt, 2 H); 8.36 (dd, 2 H). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 75 MHz): δ 0.1; 1.1; 13.8; 14.1; 18.1; 18.4; 21.3; 22.1; 26.3; 27.2; 28.9; 29.2; 29.4; 29.6; 29.7; 33.7; 33.8; 53.9; 54.2; 56.2; 108.7; 109.4; 114.1; 120.9; 126.3; 126.8; 130.6; 132.9; 133.4; 133.6; 135.0; 139.1; 139.2; 150.5; 155.5; 159.6; 183.2; 185.5

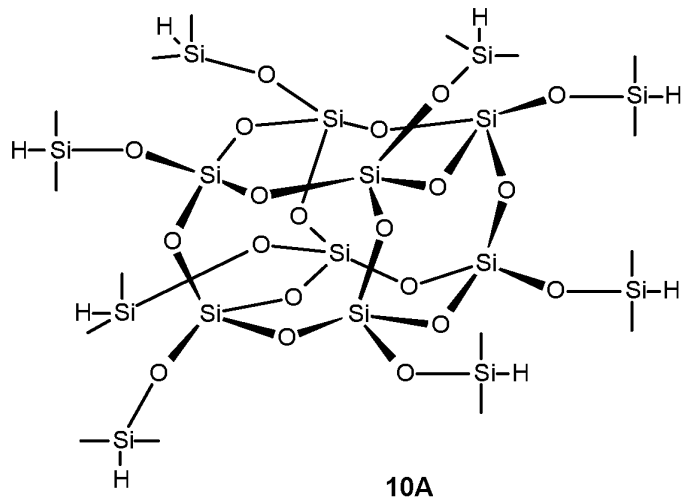
10

【0139】

実施例 16

化合物 3C の製造

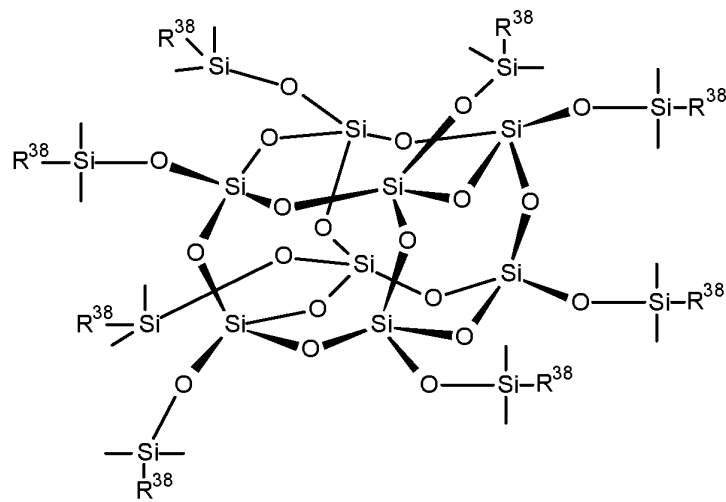
【化 1 1 2】



+

化合物 16A

10

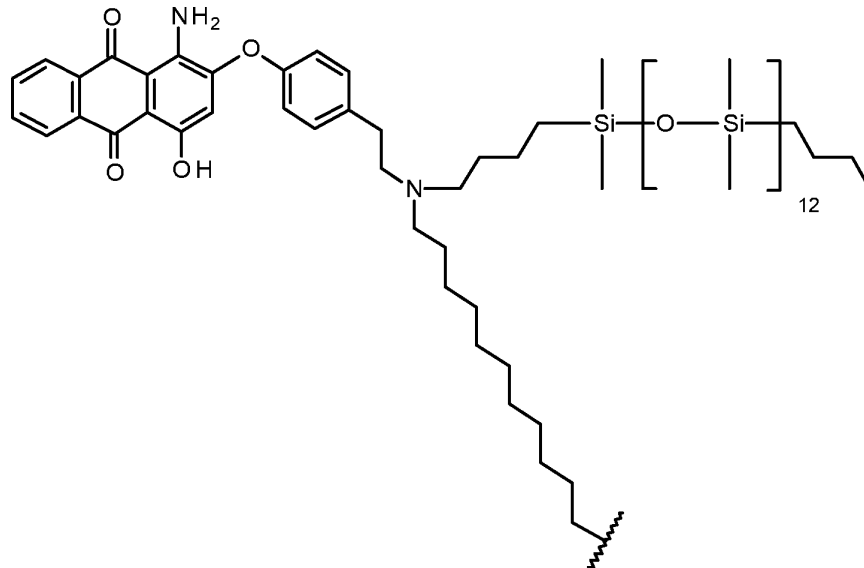


20

30

ここで、
R³⁸は、

【化 1 1 3】



10

である。

【 0 1 4 0 】

20

化合物 1 6 A (1 3 3 m g) を無水トルエン (5 m l) 中の化合物 1 0 A (1 0 m g) と、“カルステッド触媒”溶液 (F l u k a 社によって販売された、イソプロパノール中 2 % (w / v) 、 0 . 0 1 m l) の存在下にアルゴンの下で 4 5 ° で反応させる。3 日後、反応混合物を冷却し、カラムクロマトグラフィーにより精製し (シリカゲル ; 溶離剤 : ヘプタン / 酢酸エチル 1 0 : 1) 、化合物 3 C (8 0 m g) を生じさせる。

【 0 1 4 1 】

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): 全ての信号広幅 $\delta = 0.11$ (78 H); 0.58 (dt, 6 H); 0.92 (3 H); 1.32 (20 H); 1.72 (4 H); 1.95 (4 H); 2.93 (2 H); 3.08 (2 H); 3.23 (2 H); 3.40 (1 H); 6.61 (s, 1 H); 7.11 (2 H); 7.38 (2 H); 7.75 (2 H); 8.30 (dd, 2 H)

30

フロントページの続き

- (72)発明者 ラインホルト エーアライン
ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン - ヘアテン バーンホーフシュトラッセ 68アー
- (72)発明者 ガブリエレ バイシュ
ドイツ連邦共和国 ビンツェン バーゼルシュトラッセ 20

審査官 緒形 友美

- (56)参考文献 国際公開第2012/102802(WO, A1)
特表2012-530824(JP, A)
国際公開第2011/054731(WO, A1)
特表2010-500430(JP, A)
特表2015-514837(JP, A)
特開2003-096191(JP, A)
特開2014-048535(JP, A)
特表2012-520485(JP, A)
特表2013-501259(JP, A)
特表2014-506274(JP, A)
SPOLJARIC S. et al., eXPRESS Polymer Letters, 2012年, 6(5), 354-372
J. Mater. Chem., 2012年, 22, 9285-9292

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09B 1/54
C08G 77/22
C09B 51/00
G02F 1/167
C07F 7/21
CAplus/REGISTRY(STN)