



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I434916 B

(45) 公告日：中華民國 103 (2014) 年 04 月 21 日

(21) 申請案號：100116314

(22) 申請日：中華民國 100 (2011) 年 05 月 10 日

(51) Int. Cl. : C09K19/20 (2006.01)

C09K19/38 (2006.01)

C09K19/46 (2006.01)

C07C43/205 (2006.01)

(71) 申請人：中華映管股份有限公司 (中華民國) CHUNGHWA PICTURE TUBES, LTD. (TW)
桃園縣八德市和平路 1127 號

國立交通大學 (中華民國) NATIONAL CHIAO TUNG UNIVERSITY (TW)

新竹市大學路 1001 號

(72) 發明人：陳玉仙 CHEN, YU HSIEN (TW)；劉勝發 LIU, SHENG FA (TW)；李懷安 LI, HUAI AN (TW)；傅欣敏 FUH, SIN MIN (TW)；林宏洲 LIN, HONG CHEU (TW)；陳皇銘 CHEN, HUANG MING (TW)；楊博仁 YANG, PO JEN (TW)；簡士傑 CHIEN, SHIN CHIEH (TW)

(74) 代理人：劉育志

(56) 參考文獻：

US 5560864

WO 96/24648

審查人員：陳敏君

申請專利範圍項數：6 項 圖式數：2 共 0 頁

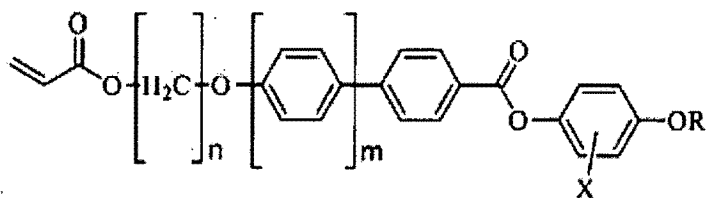
(54) 名稱

照光聚合型之旋光性液晶單體

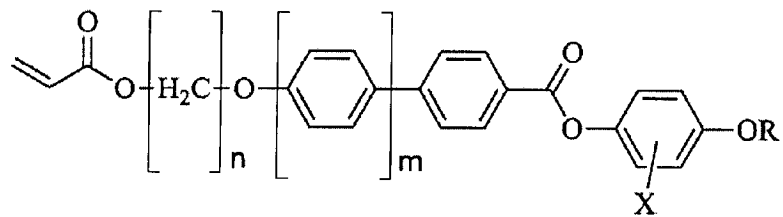
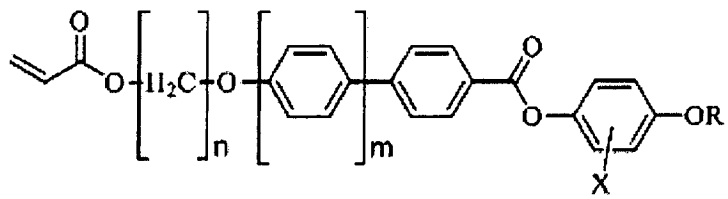
PHOTO-CROSSLINKABLE LIQUID CRYSTAL MONOMERS WITH OPTICAL ACTIVITY

(57) 摘要

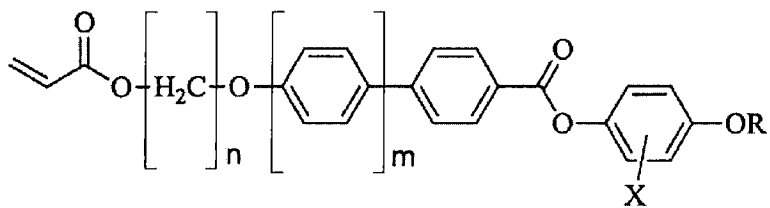
本發明揭露一種照光聚合型之旋光性液晶單體，包含單壓克力基或雙壓克力基之旋光中心分子，引進雙苯環結構來延伸其硬段，促使具有較寬廣的液晶相。將之摻混在室溫型之向列相液晶或是膽固醇相液晶時，能夠有較佳的互容性及較寬廣且穩定度佳的液晶結構。所述照光聚合型之旋光性液晶單體具有下列結構式：



The invention relates to photo-crosslinkable liquid crystal monomers with optical activity. The liquid crystal monomers contain one chiral centre with one acrylate group or terminal acrylate groups, and terminal benzene rings are introduced in order to extend its hard segment and to get a wider liquid crystalline phase. By introducing the liquid crystal monomers, the room temperature nematic liquid crystal or the cholesteric liquid crystal may have a better mutual solubility and have a wider and steadier structure of liquid crystal. The liquid crystal monomers have the following structural formula:



第 2 圖



公告本

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：100116314

※ 申請日：100.5.10

※IPC 分類：

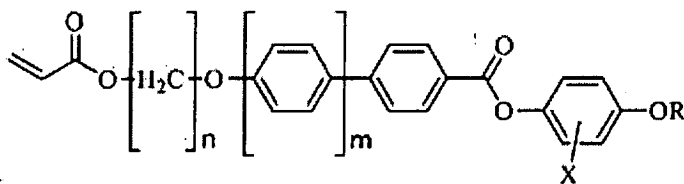
C07K1P/20 (2006.01)
 IP/38 (2006.01)
 IP/46 (2006.01)
 C07C43/25 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

照光聚合型之旋光性液晶單體/ Photo-crosslinkable liquid crystal monomers with optical activity

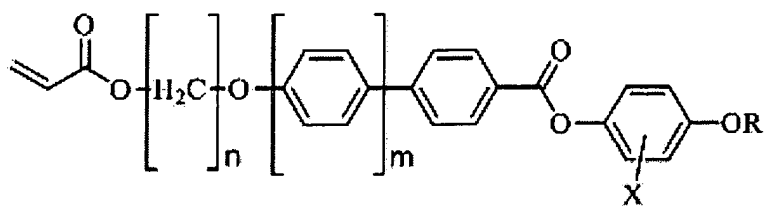
二、中文發明摘要：

本發明揭露一種照光聚合型之旋光性液晶單體，包含單壓克力基或雙壓克力基之旋光中心分子，引進雙苯環結構來延伸其硬段，促使具有較寬廣的液晶相。將之摻混在室溫型之向列相液晶或是膽固醇相液晶時，能夠有較佳的互容性及較寬廣且穩定度佳的液晶結構。所述照光聚合型之旋光性液晶單體具有下列結構式：



三、英文發明摘要：

The invention relates to photo-crosslinkable liquid crystal monomers with optical activity. The liquid crystal monomers contain one chiral centre with one acrylate group or terminal acrylate groups, and terminal benzene rings are introduced in order to extend its hard segment and to get a wider liquid crystalline phase. By introducing the liquid crystal monomers, the room temperature nematic liquid crystal or the cholesteric liquid crystal may have a better mutual solubility and have a wider and steadier structure of liquid crystal. The liquid crystal monomers have the following structural formula:

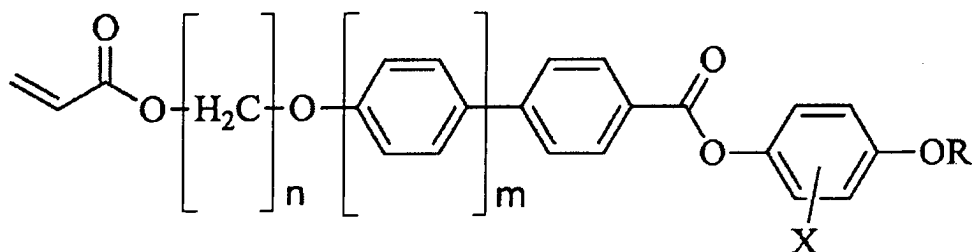


四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(2)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於一種液晶單體，特別有關於一種照光聚合型之旋光性液晶單體。

【先前技術】

膽固醇液晶反射技術是利用數種具有雙穩態性質且結構類似於膽固醇的液晶分子，依照施加電場後分子扭轉的狀態，來反射出具有色彩的光線。利用含有壓克力基的膽固醇液晶結構，添加具壓克力基之高分子，並經過紫外線固化(UV-curing)形成高分子液晶薄膜，此高分子液晶薄膜具有特殊的光學性質，可應用於各種顯示技術。膽固醇液晶分子為螺旋性結構，這種結構可以選擇性反射波長，反射的波段與膽固醇液晶分子的螺距(pitch)有關，可用下面方程式(1)表示：

$$\lambda = np \quad (1)$$

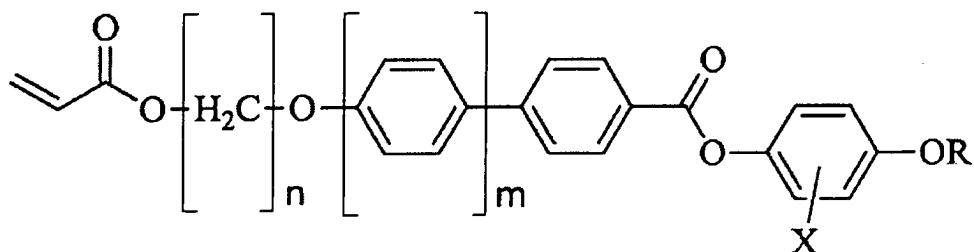
其中 λ 為反射波長、 p 為膽固醇液晶分子的螺距、 n 為膽固醇

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(2)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於一種液晶單體，特別有關於一種照光聚合型之旋光性液晶單體。

【先前技術】

膽固醇液晶反射技術是利用數種具有雙穩態性質且結構類似於膽固醇的液晶分子，依照施加電場後分子扭轉的狀態，來反射出具有色彩的光線。利用含有壓克力基的膽固醇液晶結構，添加具壓克力基之高分子，並經過紫外線固化(UV-curing)形成高分子液晶薄膜，此高分子液晶薄膜具有特殊的光學性質，可應用於各種顯示技術。膽固醇液晶分子為螺旋性結構，這種結構可以選擇性反射波長，反射的波段與膽固醇液晶分子的螺距(pitch)有關，可用下面方程式(1)表示：

$$\lambda = np \quad (1)$$

其中 λ 為反射波長、 p 為膽固醇液晶分子的螺距、 n 為膽固醇

相的介電異方性值。

可以透過各種不同方式改變膽固醇液晶分子的螺距，從而控制反射波段，達到產生紅、綠、或藍（R、G、或 B）色光線。

已知的照光聚合單體具有旋光中心分子，可以將其摻混在室溫型之向列相液晶或是膽固醇相液晶中，藉由調控該單體之濃度，使得液晶有較寬廣的反射帶 (reflection band) 和反射強度。另外，當添加單體的濃度增加時，膽固醇液晶的螺距也會隨之增加，另再添加高分子於膽固醇液晶中，經照光聚合後，高分子產生連鎖反應，而將膽固醇液晶包覆於其中，使得膽固醇液晶由液態變為固態。因此摻混具有旋光中心之照光聚合單體，可以容易調控室溫型之向列相液晶或膽固醇相液晶的反射顏色與色飽和度。

請參照圖 1，圖 1 是膽固醇液晶分子的反射波長與反射率的關係示意圖。如前所述，膽固醇液晶分子經聚合後形成高分子薄膜，藉由添加對掌性分子濃度的不同，可調整光線反射的波長。利用添加不同量之對掌性中心而混滲成的膽固醇液晶，其螺旋扭曲能力 (helical twisting power, HTP) 因添加量不同而不同，進而可使得反射波長落在藍、綠或紅的波段。

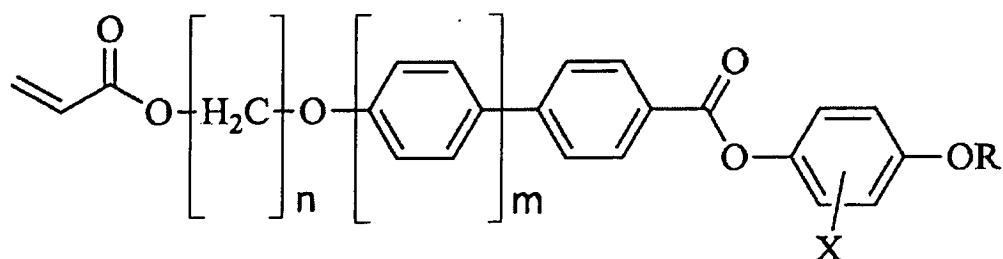
目前已知之旋光性照光聚合單體其螺旋扭曲能力 (helical twisting power, HTP) 能力較弱，且不具液晶相，需添加較多量才能達到所欲的膽固醇液晶的反射性能，與液晶之相容性也相對較差。

因此需要有改良的旋光性照光聚合單體以克服上述問題。

【發明內容】

本發明之目的在於提供一種照光聚合型之旋光性液晶單體，以化學結構來加強其 HTP，且使其具有液晶相，將其摻雜於室溫型之向列相液晶或膽固醇液晶，藉由添加不同照光聚合反應型單體，調配出紅、綠、藍等顏色，滿足彩色化顯示的需求，未來將運用於光學膜。

為達上述之目的，本發明之照光聚合型之旋光性液晶單體，其通式為：



其中：n 可為 4—8；

m 可為 1—3；

x 代表氫、鹵素、氰基、硫氰基或硝基，x 處於烷氧基的對位、臨位或間位；

R 代表 C1—10 烷基。

所述的 C1—10 烷基是指具有 1~10 個碳原子的直鏈或支鏈的烷基。例如：甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、異丁基、叔丁基、仲丁基、戊基、異戊基、新戊基、己基、1—甲基戊基、2—甲基戊基、3—甲基戊基、4—甲基戊基、1,1—二甲基丁基、1,2—二甲基丁基、1,3—二甲基丁基、2,2—二甲基丁基、3,3—二甲基丁基、1—乙基丁基、庚基、1—甲基己基、2—甲基己基、3—甲基己基、4—甲基己基、5—甲基己基、1,1—二甲基戊基、辛基、1—甲基庚基、2—甲基庚基、3—甲基庚基、4—甲基庚基、壬基、1—甲基辛基、2—甲基辛基、3,6—二甲基庚基、癸基、1—甲基壬基等。優選具有 6~10 個碳原子的直鏈或支鏈的烷基，最優選 1—甲基庚基或 3,6—二甲基庚基。

所述的鹵素是指氟、氯、溴或碘原子。

較佳地，所述 n 為 6。

較佳地，所述 m 為 1。

較佳地，所述 x 為氫或鹵素；特別較佳地，所述 x 為氫。

較佳地，所述 R 代表 C6—10 烷基；特別較佳地，所述 R 代表 1—甲基庚基或 3,6—二甲基庚基。

特別較佳地，所述 n 為 6，所述 m 為 1，所述 x 為氫或鹵素，以及所述 R 為 C6—10 烷基。

與現有技術相比，本發明的有益效果是：

(1) 導入掌性中心，增強 HTP 值來調控膽固醇液晶混合物之螺距；且導入末端壓克力基，以便於照光聚合形成膽固醇液晶高分子薄膜，適度調控此膽固醇液晶分子摻入比例，可製備出反射特定光波長(藍/綠/紅)的膽固醇液晶分子薄膜，並有效應用於反射式液晶電子書。

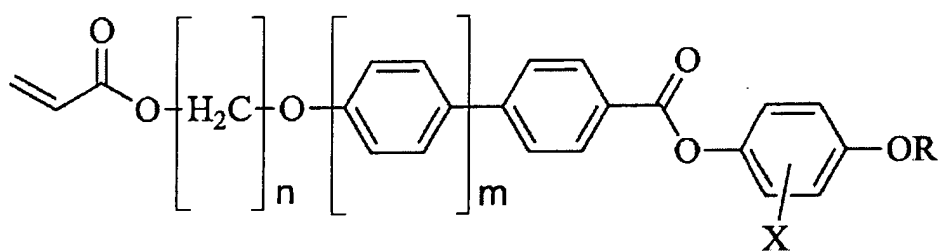
(2) 本案之液晶單體其本身具有液晶相，使其摻混在室溫型之向列相液晶或是膽固醇相液晶時，能夠有較佳的互容性及較寬廣且穩定度佳的液晶結構。

為讓本發明之上述內容能更明顯易懂，下文特舉較佳實施例，並配合所附圖式，作詳細說明如下。

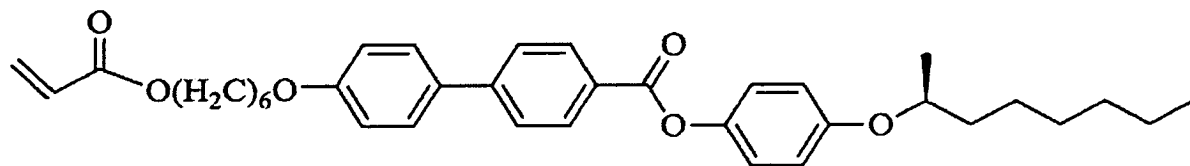
【實施方式】

本發明說明書提供不同的實施例來說明本發明不同實施方式的技術特徵。其中，實施例中的各組件的配置是為清楚說明本發明揭示的內容，並非用以限制本發明。且不同實施例中圖式標號的部分重複，是為簡化說明，並非意指不同實施例之間的關聯性。

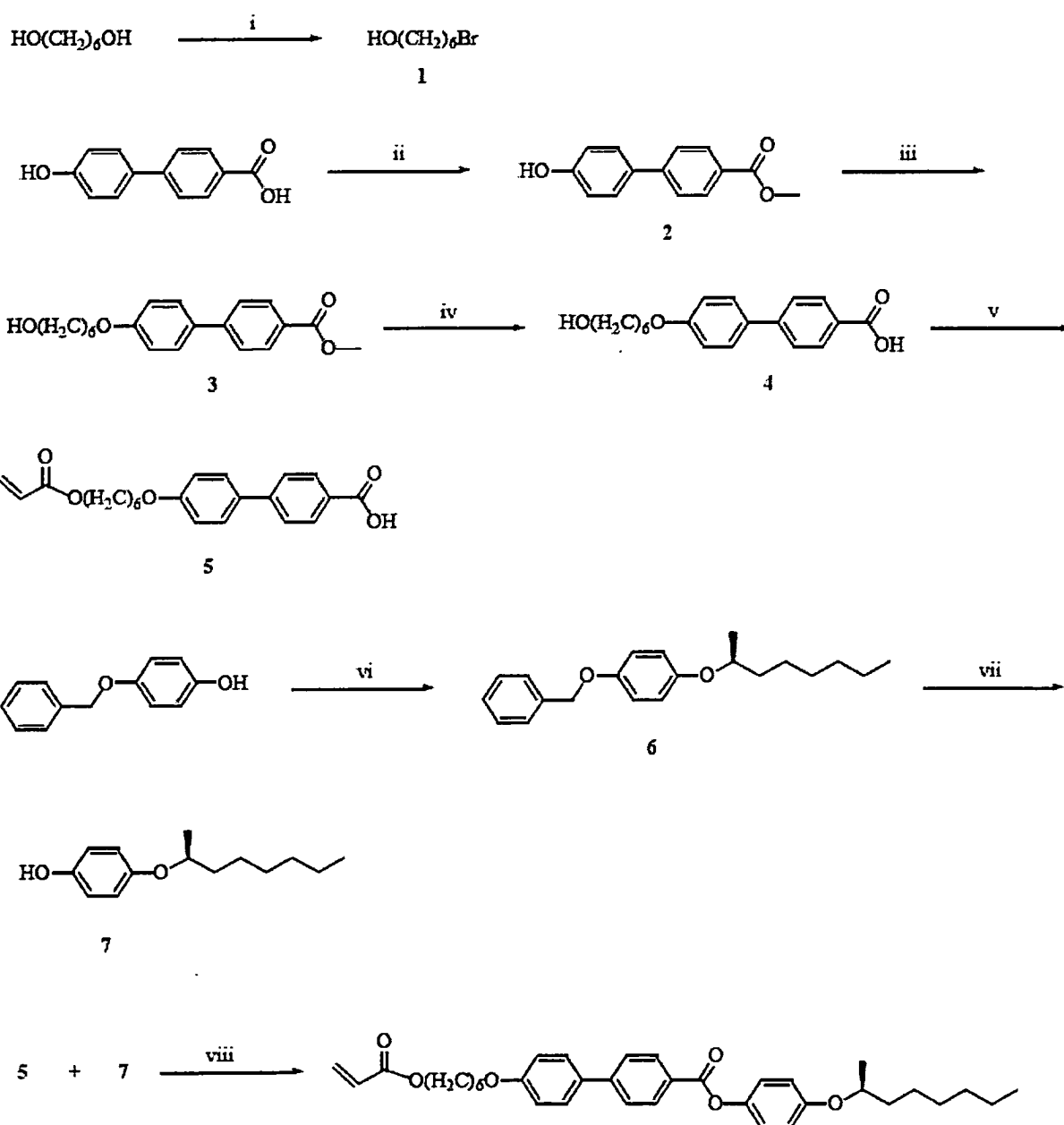
一種照光聚合型之旋光性液晶單體，其特徵在於，其通式為：



其中， $n=6$ 、 $m=1$ 、 x 代表氫、 R 代表 1-甲基庚基，其化學式為：



其合成路線為：



根據上述合成路線提出了所述液晶單體的製備方法，其步驟為：

1) 製備 6-溴基己烷 1-醇：

將 20g 己烷-1,6-二醇與 48 % 溴化氫放入 500mL 反應瓶中，加入溶劑甲苯 200mL，升溫至 80°C，攪拌回流 24 小時後，冷卻至室溫，真空旋轉濃縮移除溶劑，加入無水硫酸鎂除水，利用管柱分離，得到 6-溴基己烷 1-醇 22.85g，產率為 75%；

2) 製備 甲基 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯：

將 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 5g 溶於 50mL 甲醇，加入 98% 硫酸 2mL 和 甲苯 10mL，升溫回流 12 小時後，冷卻至室溫，用水和乙酸乙酯萃取，加入無水硫酸鎂除水，利用管柱分離，得到 甲基 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 5.22g，產率為 98%；

3) 製備 甲基 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯：

將 甲基 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 5g 和 6-溴基己烷 1-醇 4g 以及少許碘化鉀置於 500mL 圓底燒瓶內，加入 180mL 的丙酮攪拌溶解，再加入 20mL 碳酸鉀水溶液，加熱回流反應 24 小時，冷卻至室溫，真空濃縮移除溶劑，利用管柱純化，得 甲基 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 6.61g，產率為 95%；

4) 製備 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸：

將 甲基 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 5g 置於 500mL 圓底燒瓶內，加入 180mL 的乙醇攪拌溶解，再加入 20mL 氫氧化鉀水溶液，加熱回流反應 12 小時。冷卻至室溫，真空濃縮移除溶劑；倒入水溶解，並慢慢加入鹽酸，此時會有固體析出，直到溶液 pH 值等於 3，靜置半小時，過濾取固體；將過濾物放入真空乾燥箱乾燥，然後以乙醇再結晶，得到 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 4.65g，產率為 97%；

5) 製備 4'-(((6-丙烯醯氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸

取 4' - (((6-羥基己烷) 氧基) - [1,1' - 聯苯]-4-羧酸 2g 和少許抑制劑 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚置於 250mL 雙頸瓶，抽真空 1 小時，在氮氣系統下，打入溶劑 1,4-環氧己烷，在室溫下，打入 2,6-二叔丁基對甲苯酚，約半小時後，在冰浴下慢慢滴入丙烯醯氧 0.6mL。加熱回流至 50°C，反應 5 小時；冷卻至室溫，在冰浴下滴入 50%冰稀鹽酸，固體析出。利用水和二氯甲烷萃取，加入無水硫酸鎂除水，真空旋轉濃縮移除溶劑；借由管柱層析純化，得到 4' - (((6-丙烯醯氧) 己烷) 氧基) - [1,1' - 聯苯]-4-羧酸 1.69g，產率 72%；

6) 製備(s)-1- (氧基苯) -4- (辛烷-2-氧基) 苯：

將 4- (氧基苯) 酚 5g 和三苯基磷 23.58g 同置於 500mL 雙頸瓶內，抽真空 1 小時，在氮氣系統下，先加入 150mL 二氯甲烷混合攪拌溶解，隨後在冰浴下打入偶氮二甲酸二乙酯 22.73g 攪拌均勻並接著打入(s)-2-氯辛烷 13.36g，於室溫下反應 24 小時；以二氯甲烷和水萃取，加入無水硫酸鎂除水，真空旋轉濃縮移除溶劑；最後藉由管柱層析純化，得到(s)-1- (氧基苯) -4- (辛烷-2-氧基) 苯 19.41g，產率 83%；

7) 製備(s)-4 (辛烷-2-氧基) 酚：

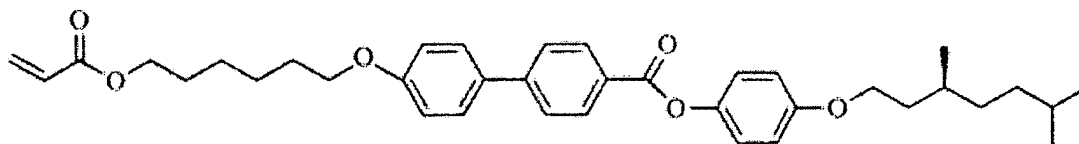
將(s)-1- (氧基苯) -4- (辛烷-2-氧基) 苯 5g 和 10% Pd/C 置入 500mL 反應瓶中，抽真空 1 小時，在氮氣系統中，打入溶劑四氫呋喃 150mL，通入氫氣，反應 10 小時，過濾 Pd/C，真空旋轉濃縮移除溶劑；最後藉由管柱層析純化，得到(s)-4 (辛烷-2-氧基) 酚 3.38g，產率 95%；

8) 製備目標產物(s)-4- (辛烷-2-氧基) 苯-4'- (((6-丙烯醯氧) 己烷) 氧基) -[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯：

將(s)-4 (辛烷-2-氧基) 酚 1.01g 和 4'- (((6-丙烯醯氧) 己烷) 氧基) - [1,1'-聯苯]-4-羧酸 2g 以及 4-二胺基吡 0.03g 加入 500mL 反應瓶，抽真空 1 小時，在氮氣環境下加入溶劑二氯甲烷，反應 30

分鐘，加入二環己基碳而亞氮 1.41g，室溫反應 12 小時，利用二氯甲烷和水萃取，加入無水硫酸鎂除水，最後藉由管柱層析純化，得到目標產物(s)-4-(辛烷-2-氧基)苯-4'-(((6-丙烯醯氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 1.81g，產率為 70%。

以下將說明本發明照光聚合型之旋光性液晶單體的第二實施例。其化學式為：



其製備步驟為：

1) 製備 6-溴基己烷 1-醇：

將 20g 己烷-1,6-二醇與 48% 溴化氫放入 500mL 反應瓶中，加入溶劑甲苯 200mL，升溫至 80 度，攪拌回流 24 小時後，冷卻至室溫，真空旋轉濃縮移除溶劑，加入無水硫酸鎂除水，利用管柱分離，得到 6-溴基己烷 1-醇 22.85g，產率為 75%；

2) 製備甲基 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯：

將 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 5g 溶於 50mL 甲醇，加入 98% 硫酸 2ml 和 10ml 甲苯，升溫回流 12 小時後，冷卻至室溫，用水和乙酸乙酯萃取，加入無水硫酸鎂除水，利用管柱分離，得到甲基 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 5.22g，產率為 98%；

3) 製備甲基 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯：

將甲基 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 5g 和 6-溴基己烷 1-醇 4g 以及少許碘化鉀置於 500 mL 圓底燒瓶內，加入 180 mL 的丙酮攪拌溶解，再加入 20 mL 碳酸鉀水溶液，加熱迴流反應 24 小時，冷

卻至室溫，真空旋轉濃縮移除溶劑，利用管柱純化，得甲基 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 6.61g，產率為 95%；

4) 製備 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸：

將甲基 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 5g 置於 500 mL 圓底燒瓶內，加入 180 mL 的乙醇攪拌溶解，再加入 20 mL 氫氧化鉀水溶液，加熱迴流反應 12 小時。冷卻至室溫，真空旋轉濃縮移除溶劑；倒入水溶解，並慢慢加入鹽酸，此時會有固體析出，直到溶液 pH 值等於 3，靜置半小時，過濾取固體；將過濾物放入真空乾燥箱乾燥，然後以乙醇再結晶，得到 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 4.65g，產率 97%；

5) 製備 4'-((6-丙烯醯氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸：

取 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 2g 和少許抑制劑 2,6 二叔丁基-4-甲基苯酚置於 250 mL 雙頸瓶，抽真空一小時，在氮氣系統下，打入溶劑 1,4-環氧己烷，在室溫下，打入 2,6 二叔丁基對甲苯酚，約半小時後，在冰浴下慢慢滴入丙烯醯氯 0.6mL。加熱迴流至 50 °C，反應五小時；冷卻至室溫，在冰浴下滴入 50 %冰稀鹽酸，固體析出。利用水和二氯甲烷萃取，加入無水硫酸鎂除水，真空旋轉濃縮移除溶劑；藉由管柱層析純化，得到 4'-((6-丙烯醯氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 1.69g，產率 72%；

6) 製備(S)-1-(氧基苯)-4-(3,6-雙甲基-辛烷氧基)苯：

將 4-(氧基苯)酚 5g 和三苯基磷 23.58g 同置於 500 mL 雙頸瓶內，抽真空一小時，在氮氣系統下，先加入 150 mL 二氯甲烷混

合攪拌溶解，隨後在冰浴下打入偶氮二甲酸二乙酯 22.73g 攪拌均勻並接著打入(S)-3,6 雙甲基-氯辛烷 15.01g，於室溫下反應 24 小時；以二氯甲烷和水萃取，加入無水硫酸鎂除水，真空旋轉濃縮移除溶劑；最後藉由管柱層析純化，得到(S)-1-(氧基苯)-4-(3,6-雙甲基-辛烷氧基)苯 20.26g，產率 83%；

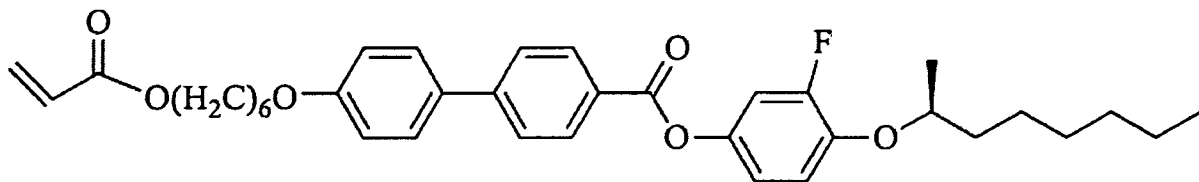
7) 製備(S)-4-(3,6-雙甲基-辛烷氧基)酚：

將(S)-1-(氧基苯)-4-(3,6-雙甲基-辛烷氧基)苯 5g 和 10%Pd/c 置入 500mL 反應瓶中，抽真空一小時，在氮氣環境下，打入溶劑四氫呋喃 150mL，通入氫氣，反應 10 小時，過濾 Pd/c，真空旋轉濃縮移除溶劑；最後藉由管柱層析純化，得到(S)-4-(3,6-雙甲基-辛烷氧基)酚 3.59g，產率 95%；

8) 製備目標產物(S)-4-(3,6-雙甲基辛烷氧基)苯基 4'-((6-(丙烯醯氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯：

將(S)-4-(3,6-雙甲基-辛烷氧基)酚 1.07g 和 4'-((6-(丙烯醯氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 2g 以及 4-二胺基吡 0.03g 加入 500mL 反應瓶，抽真空一小時，在氮氣環境下加入溶劑二氯甲烷，反應 30 分鐘，加入二環己基碳二亞氮 1.41g，室溫反應 12 小時，利用二氯甲烷和水萃取，加入無水硫酸鎂除水，利用管柱純化，得到最終產物(S)-4-(3,6-雙甲基辛烷氧基)苯基 4'-((6-(丙烯醯氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 1.85g，產率為 70%。

以下將說明本發明照光聚合型之旋光性液晶單體的第三實施例。其化學式為：



其製備步驟為：

1) 製備 6-溴基己烷 1-醇：

將 20g 己烷-1,6-二醇與 48% 溴化氫放入 500mL 反應瓶中，加入溶劑甲苯 200mL，升溫至 80 度，攪拌回流 24 小時後，冷卻至室溫，真空旋轉濃縮移除溶劑，加入無水硫酸鎂除水，利用管柱分離，得到 6-溴基己烷 1-醇 22.85g，產率為 75%；

2) 製備 甲基 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯：

將 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 5g 溶於 50mL 甲醇，加入 98% 硫酸 2ml 和 10ml 甲苯，升溫回流 12 小時後，冷卻至室溫，用水和乙酸乙酯萃取，加入無水硫酸鎂除水，利用管柱分離，得到 甲基 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 5.22g，產率為 98%；

3) 製備 甲基 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯：

將 甲基 4'-羥基-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 5g 和 6-溴基己烷 1-醇 4g 以及少許碘化鉀置於 500 mL 圓底燒瓶內，加入 180 mL 的丙酮攪拌溶解，再加入 20 mL 碳酸鉀水溶液，加熱迴流反應 24 小時，冷卻至室溫，真空旋轉濃縮移除溶劑，利用管柱純化，得 甲基 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 6.61g，產率為 95%；

4) 製備 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸：

將 甲基 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 5g 置於 500 mL 圓底燒瓶內，加入 180 mL 的乙醇攪拌溶解，再加入 20 mL 氫氧化鉀水溶液，加熱迴流反應 12 小時。冷卻至室溫，真空旋轉濃縮移除溶劑；倒入水溶解，並慢慢加入鹽酸，此時會有固體析出，直到溶液 pH 值等於 3，靜置半小時，過濾取固體；將

過濾物放入真空乾燥箱乾燥，然後以乙醇再結晶，得到 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 4.65g，產率 97%；

5) 製備 4'-((6-丙烯酰氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸:

取 4'-((6-羥基己烷)氧基)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 2g 和少許抑制劑 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚置於 250 mL 雙頸瓶，抽真空一小時，在氮氣系統下，打入溶劑 1,4-環氧己烷，在室溫下，打入 2,6-二叔丁基對甲苯酚，約半小時後，在冰浴下慢慢滴入丙烯酰氯 0.6mL。加熱迴流至 50 °C，反應五小時；冷卻至室溫，在冰浴下滴入 50% 冰稀鹽酸，固體析出。利用水和二氯甲烷萃取，加入無水硫酸鎂除水，真空旋轉濃縮移除溶劑；藉由管柱層析純化，得到 4'-((6-丙烯酰氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 1.69g，產率 72%；

6) 製備(S)-1-溴-2-氟-4-(辛烷-2-氧基)苯:

將 4-溴-3-氟酚 4.76g 磷 23.58g 同置於 500 mL 雙頸瓶內，抽真空一小時，在氮氣系統下，先加入 150 mL 二氯甲烷混合攪拌溶解，隨後在冰浴下打入偶氮二甲酸二乙酯 22.73g 攪拌均勻並接著打入(S)-2-氟辛烷 13.36g，於室溫下反應 24 小時；以二氯甲烷和水萃取，加入無水硫酸鎂除水，真空旋轉濃縮移除溶劑；最後藉由管柱層析純化，得到(S)-1-溴-2-氟-4-(辛烷-2-氧基)苯 18.85g，產率 83%；

7) 製備(S)-(2-氟-4-(辛烷-2-氧基)酚)亞硼酸:

將(S)-1-溴-2-氟-4-(辛烷-2-氧基)苯 10g 放入雙頸瓶中，在氮氣環境下打入四氫呋喃 150ml，降至-78°C，打正丁基鋰 13.90mL，放置兩小時，在打入硼酸三異酯 14.67 mL，回到室溫，放置 12 小時，加入 HCl，以二氯甲烷和水萃取，加入無水硫酸鎂除水，真空旋轉濃縮移除溶劑；以己烷再結晶，得(S)-(2-氟-4-(辛烷-2-氧基)酚)亞硼酸 6.65g，產率 75%；

8) 製備(S)-2-氟-4-(辛烷-2-氧基)酚:

將(S)-(2-氟-4-(辛烷-2-氧基)酚)亞硼酸 5g 與雙氧水加熱迴流，放置 12 小時，以二氯甲烷和水萃取，加入無水硫酸鎂除水，真空旋轉濃縮移除溶劑，最後藉由管柱層析純化，得到(S)-2-氟-4-(辛烷-2-氧基)酚 3.05g，產率 68%；

9) 製備目標產物(S)-4-(辛烷-2-氧基)-3-氟苯基 4'-((6-(丙烯酰氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯：

將(S)-2-氟-4-(辛烷-2-氧基)酚 1.01g 和 4'-((6-(丙烯酰氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸 2g 以及 4-二胺基吡 0.03g 加入 500mL 反應瓶，抽真空一小時，在氮氣環境下加入溶劑二氯甲烷，反應 30 分鐘，加入二環己基碳二亞氮 1.41g，室溫反應 12 小時，利用二氯甲烷和水萃取，加入無水硫酸鎂除水，利用管柱純化，得到最終產物((S)-4-(辛烷-2-氧基)-3-氟苯基 4'-((6-(丙烯酰氧)己烷)氧)-[1,1'-聯苯]-4-羧酸酯 1.86g，產率為 70%。

雖然本發明已用較佳實施例揭露如上，然其並非用以限定本發明，本發明所屬技術領域中具有通常知識者，在不脫離本發明之精神和範圍內，當可作各種之更動與潤飾，因此本發明之保護範圍當視後附之申請專利範圍所界定者為準。

【圖式簡單說明】

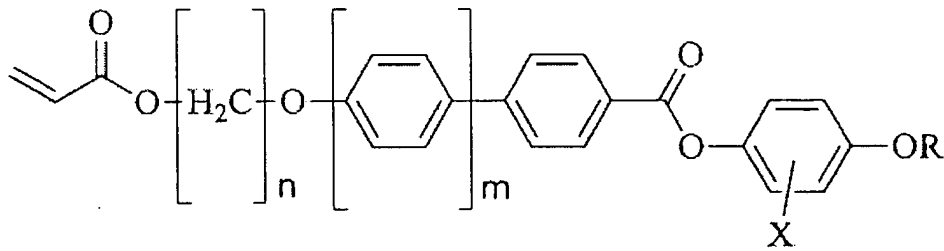
第 1 圖繪示膽固醇液晶分子反射波長與反射率的關係示意圖。

第 2 圖繪示本發明一種照光聚合型之旋光性液晶單體的通式。

【主要元件符號說明】

七、申請專利範圍：

1、一種照光聚合型之旋光性液晶單體，其特徵在於，其通式為：



其中：n 可為 4-8；

m 可為 1-3；

x 代表氫、鹵素、氰基、硫氰基或硝基；

R 為 (s)-3,6-二甲基庚基。

2、如申請專利範圍第 1 項所述之照光聚合型之旋光性液晶單體，其中所述 n 為 6。

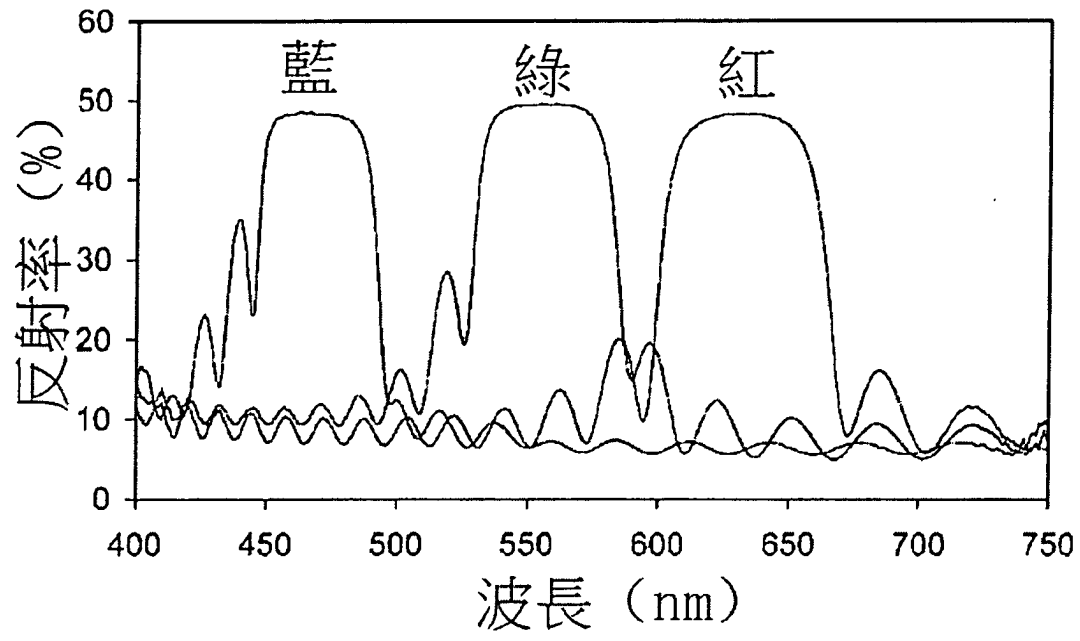
3、如申請專利範圍第 1 項所述之照光聚合型之旋光性液晶單體，其中所述 m 為 1。

4、如申請專利範圍第 1 項所述之照光聚合型之旋光性液晶單體，其中所述 x 為氫或鹵素。

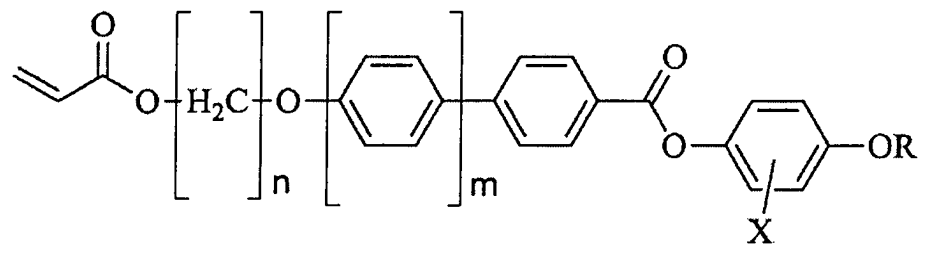
5、如申請專利範圍第 4 項所述之照光聚合型之旋光性液晶單體，其中所述 x 為氫。

6、如申請專利範圍第 1 項所述之照光聚合型之旋光性液晶單體，其中所述 n 為 6，所述 m 為 1，所述 x 為氫或鹵素。

八、圖式：



第 1 圖



第 2 圖