

# Inhaltsverzeichnis

<b>1 EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG.....</b>	<b>1</b>
<b>2 TETRAPHENYLMETHAN ALS ZENTRALEINHEIT .....</b>	<b>7</b>
<b>3 TETRAKIS(3,4-DIDECYLOXYPHENYL)STANNAN 4.....</b>	<b>10</b>
<b>4 PENTAERYTHRITOL ALS ZENTRALE STRUKTUREINHEIT .....</b>	<b>12</b>
4.1 SYNTHESE UND FLÜSSIGKRISTALLINE EIGENSCHAFTEN DES PENTAERYTHRITOLTETRABENZOATS <b>7</b> .....	12
4.2 PENTAERYTHRITOLTETRABENZOATE 10-13 .....	14
4.2.1 <i>Synthese des Pentaerythritoltetrabenzos 10d</i> .....	14
4.2.2 <i>Flüssigkristalline Eigenschaften des Tetraesters 10d</i> .....	15
4.2.3 <i>Variation der Länge, Position und Anzahl der Alkylketten</i> .....	16
4.2.4 <i>Diskussion des Phasenverhaltens</i> .....	20
4.3 EINFLUSS DER GRÖÖE DER INKOMPATIBLEN MOLEKÜLBEREICHE.....	26
4.4 EINFLUSS DES INTRAMOLEKULAREN POLARITÄTSKONTRASTES .....	29
4.4.1 <i>Erhöhung der Polarität im Molekülzentrum</i> .....	29
4.4.2 <i>Verringerung der Polarität des Molekülzentrums</i> .....	32
4.4.2.1 <i>Synthese der Pentaerythritolether <b>21, 24, 25</b> und <b>27</b></i> .....	32
4.4.2.2 <i>Flüssigkristalline Eigenschaften der Pentaerythritolether <b>21, 24, 25</b> und <b>27</b></i> .....	37
4.4.2.3 <i>Variation der Anzahl und der Länge der Alkylketten</i> .....	41
<b>5 LINEARE VERKNÜPFUNG DER BENZOATGRUPPEN .....</b>	<b>43</b>
5.1 TETRABENZOATE.....	43
5.2 PENTA- UND HEXABENZOATE.....	45
5.3 GLYCEROLDERIVATE .....	46
<b>6 TRIBENZOATE 36-39 .....</b>	<b>48</b>
<b>7 PENTAERYTHRITOLTETRABENZOATE MIT PERFLUORIERTEN KETTEN .....</b>	<b>50</b>
7.1 SYNTHESE.....	51
7.2 FLÜSSIGKRISTALLINE EIGENSCHAFTEN .....	52
<b>8 CHARAKTERISIERUNG DER MESOGENEN ZWISCHENPRODUKTE .....</b>	<b>56</b>
8.1 3,9-BIS(3,4-DIDECYLOXYPHENYL)-2,4,8,10-TETRAOXASPIRO[5.5]UNDECAN <b>22</b> .....	56
8.2 AMPHIPHILE VERBINDUNGEN <b>17, 20, 23</b> UND <b>26</b> .....	56
8.2.1 <i>Diol 17</i> .....	57
8.2.2 <i>Amphiphil 26</i> .....	57
8.2.3 <i>Diol 23</i> .....	58
8.2.4 <i>Triol 20</i> .....	59
<b>9 ZUSAMMENFASSUNG.....</b>	<b>62</b>
<b>10 EXPERIMENTELLER TEIL.....</b>	<b>66</b>
10.1 ALLGEMEINE BEMERKUNGEN .....	66
10.2 CHEMIKALIEN .....	67
10.3 ALLGEMEINE ARBEITSVORSCHRIFTEN.....	68

10.3.1 Veretherung von Phenolen mit Alkylbromiden.....	68
10.3.2 Verseifung der substituierten Benzoessäureester.....	68
10.3.3 Acylierung von Polyhydroxyverbindungen und Aminoalkoholen.....	68
10.3.4 Veretherung nach MITSUNOBU .....	69
10.4 SYNTHESE DES TETRAKIS[4-(3,4-DIDECYLOXYPHENYL)PHENYL]METHANS 3 .....	69
10.4.1 3,4-Didecyloxybrombenzol 1 .....	69
10.4.2 3,4-Didecyloxyphenylboronsäure 2 .....	70
10.4.3 Tetrakis(4-bromphenyl)methan.....	71
10.4.4 Tetrakis[4-(3,4-didecyloxyphenyl)phenyl]methan 3.....	71
10.5 TETRAKIS(3,4-DIDECYLOXYPHENYL)STANNAN 4 .....	72
10.6 SYNTHESE DES 1,3-BIS[4-(3,4-DIDECYLOXYPHENYL)BENZOYLOXY]-2,2-BIS[4-(3,4-DIDECYLOXYPHENYL)BENZOYLOXYMETHYL]PROPANS 7 .....	73
10.6.1 (3,4-Didecyloxyphenyl)benzoessäureethylester 5 .....	73
10.6.2 (3,4-Didecyloxyphenyl)benzoessäure 6 .....	74
10.6.3 1,3-Bis[4-(3,4-didecyloxyphenyl)benzoyloxy]-2,2-bis[4-(3,4-didecyloxyphenyl)-benzoyloxymethyl]propan 7 .....	74
10.7 SYNTHESE DER PENTAERYTHRITOLTETRABENZOATE 10-13 .....	75
10.7.1 Substituierte Benzoessäuren 9a-k.....	75
10.7.2 Pentaerythritoltetrabenzoate 10-13.....	76
10.7.2.1 1,3-Bis(3,4-dihexyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4-dihexyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>10a</b> .....	76
10.7.2.2 1,3-Bis(3,4-dioctyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4-dioctyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>10b</b> .....	76
10.7.2.3 1,3-Bis(3,4-dinonyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4-dinonyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>10c</b> .....	77
10.7.2.4 1,3-Bis(3,4-didecyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4-didecyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>10d</b> .....	78
10.7.2.5 1,3-Bis(3,4-diundecyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4-diundecyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>10e</b> .....	78
10.7.2.6 1,3-Bis(3,4-didodecyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4-didodecyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>10f</b> .....	79
10.7.2.7 1,3-Bis(3,4-dihexadecyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4-dihexadecyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>10g</b> .....	80
10.7.2.8 1,3-Bis(4-decyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(4-decyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>11a</b> .....	80
10.7.2.9 1,3-Bis(4-hexadecyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(4-hexadecyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>11b</b> .....	81
10.7.2.10 1,3-Bis(3,4,5-trihexyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4,5-trihexyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>12a</b> .....	82
10.7.2.11 1,3-Bis(3,4,5-tridecyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4,5-tridecyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>12b</b> .....	82
10.7.2.12 1,3-Bis(3,4,5-trihexadecyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4,5-trihexadecyloxybenzoyloxymethyl)-propan <b>12c</b> .....	83
10.7.2.13 1,3-Bis(3,5-didecyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,5-didecyloxybenzoyloxymethyl)propan <b>13</b> .....	84
10.8 SYNTHESE DES BIS[3-(3,4-DIDECYLOXYBENZOYLOXY)-2,2-(3,4-DIDECYLOXYBENZOYLOXYMETHYL)-PROPYL]ETHERS 14 .....	84
10.9 SYNTHESE DES 2-(3,4-DIDECYLOXYBENZOYLAMINOMETHYL)-1,3-BIS(3,4-DIDECYLOXYBENZOYLOXY)-2-(3,4-DIDECYLOXYBENZOYLOXYMETHYL)PROPANS 18.....	85
10.9.1 5-Aminomethyl-5-hydroxymethyl-2-nonyl-1,3-dioxan 15 .....	85
10.9.2 (3,4-Didecyloxybenzoylaminomethyl)-5-(3,4-didecyloxybenzoyloxymethyl)-2-nonyl-1,3-dioxan 16.....	86
10.9.3 (3,4-Didecyloxybenzoylaminomethyl)-2-(3,4-didecyloxybenzoyloxymethyl)-1,3-propandiol 17 .....	86
10.9.4 (3,4-Didecyloxybenzoylaminomethyl)-1,3-bis(3,4-didecyloxybenzoyloxy)-2-(3,4-didecyloxybenzoyloxymethyl)propan 18.....	87
10.10 (3,4-DIDECYLOXYBENZOYLAMINO)-1,3-BIS(3,4-DIDECYLOXYBENZOYLOXY)-2-(3,4-DIDECYLOXYBENZOYLOXYMETHYL)PROPAN 19 .....	88
10.11 SYNTHESE DES 1,3-BIS(3,4-DIDECYLOXYBENZOYLOXY)-2-(3,4-DIDECYLOXYBENZOYLOXYMETHYL)-2-(3,4-DIDECYLOXYBENZOYLOXYMETHYL)PROPANS 21.....	89
10.11.1 (Hydroxymethyl)-1-methyl-2,6,7-trioxabicyclo[2.2.2]octan.....	89
10.11.2 3,4-Didecyloxybenzylalkohol.....	89

10.11.3	3,4-Didecyloxybenzylbromid	90
10.11.4	(3,4-Didecyloxybenzyloxymethyl)-2-hydroxymethyl-1,3-propandiol 20	90
10.11.5	1,3-Bis(3,4-didecyloxybenzoyloxy)-2-(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)- 2-(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)propan 21	91
10.12	SYNTHESE DER PENTAERYTHRITOLDIETHER 24A-E	92
10.12.1	3,4-Didecyloxybenzaldehyd	92
10.12.2	3,9-Bis(3,4-didecyloxyphenyl)-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5.5]undecan 22	92
10.12.3	2,2-Bis-(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)-1,3-propandiol 23	93
10.12.4	2,2-Bis(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)-1,3-bis(3,4-dihexyloxybenzoyloxy)propan 24a	93
10.12.5	1,3-Bis(3,4-didecyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)propan 24b	94
10.12.6	2,2-Bis(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)-1,3-bis(3,4-dihexadecyloxybenzoyloxy)propan 24c	95
10.12.7	2,2-Bis(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)-1,3-bis(3,4,5-tridecyloxybenzoyloxy)propan 24d	96
10.12.8	1,3-Bis(4-decyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)propan 24e	97
10.13	SYNTHESE DER PENTAERYTHRITOLETHER 25 UND 27	97
10.13.1	Veretherung von 2,2-Bis-(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)-1,3-propandiol 23 mit 3,4-Didecyloxybenzylbromid	97
10.13.2	1,3-Bis(3,4-didecyloxybenzyloxy)-2,2-bis(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)propan 25	98
10.13.3	(3,4-Didecyloxybenzyloxy)-2,2-bis(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)propanol 26	98
10.13.4	(3,4-Didecyloxybenzoyloxy)-3-(3,4-didecyloxybenzyloxy)- 2,2-bis(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)propan 27	99
10.14	SYNTHESE DER PERACYLIERTEN VERBINDUNGEN 28-35	100
10.14.1	Tetrakis-O-(3,4-didecyloxybenzoyl)erythritol 28	100
10.14.2	Tetrakis-O-(3,4-didecyloxybenzoyl)-D-threitol 29	101
10.14.3	Pentakis-O-(3,4-didecyloxybenzoyl)adonitol 30	101
10.14.4	Hexakis-O-(3,4-didecyloxybenzoyl)-D-mannitol 31	102
10.14.5	(3,4-Didecyloxybenzoylamino)-1-deoxypentakis-O-(3,4-didecyloxybenzoyl)-D-sorbitol 32	103
10.14.6	1,2,3-Tris(3,4-didecyloxybenzoyloxy)propan 33	104
10.14.7	(3,4-Didecyloxybenzoylamino)-1,3-bis(3,4-didecyloxybenzoyloxy)propan 34	105
10.14.8	(3,4-Didecyloxybenzoylamino)-1,2-bis(3,4-didecyloxybenzoyloxy)propan 35	105
10.15	SYNTHESE DER TRIBENZOATE 36-39	106
10.15.1	1,3-Bis(3,4-didecyloxybenzoyloxy)-2-(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)propan 36	106
10.15.2	1,3-Bis(3,4-didecyloxybenzoyloxy)-2-(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)-2-methylpropan 37	107
10.15.3	(3,4-Didecyloxybenzoyloxy)-2,2-bis(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)butan 38	108
10.15.4	1,3-Bis(3,4-didecyloxybenzoyloxy)-2-(3,4-didecyloxybenzyloxymethyl)-2-nitropropan 39	108
10.16	SYNTHESE DER PENTAERYTHRITOLDERIVATE MIT PARTIELL FLUORIERTEN KETTEN	109
10.16.1	3,4-Bis(1H,1H,2H,2H,3H,3H,4H,4H-perfluorodecyloxy) benzoesäureethylester 40a	109
10.16.2	3,4-Bis(1H,1H,2H,2H,3H,3H,4H,4H-perfluorodecyloxy)benzoesäureethylester 40b	110
10.16.3	3,4-Bis(1H,1H,2H,2H,3H,3H,4H,4H,5H,5H,6H,6H-perfluorodecyloxy)- benzoesäure 41a	110
10.16.4	3,4-Bis(1H,1H,2H,2H,3H,3H,4H,4H-perfluorodecyloxy)benzoesäure 41b	111
10.16.5	1,3-Bis[3,4-bis(1H,1H,2H,2H,3H,3H,4H,4H,5H,5H,6H,6H-perfluorodecyloxy)- benzoyloxy]-2,2-bis[3,4-bis(1H,1H,2H,2H,3H,3H,4H,4H,5H,5H,6H,6H-perfluoro- decyloxymethyl)propan 42a	111
10.16.6	1,3-Bis[3,4-bis(1H,1H,2H,2H,3H,3H,4H,4H-perfluorodecyloxy)benzoyloxy]- 2,2-bis[3,4-bis(1H,1H,2H,2H,3H,3H,4H,4H-perfluorodecyloxymethyl)propan 42b	112

## 11 Literaturverzeichnis

## Abkürzungsverzeichnis

Ar	Aryl-
ber.	Berechnet
Bu	n-Butyl-
Col	kolumnare Phase
Col <sub>h</sub>	hexagonal kolumnare Phase
Col <sub>h2</sub>	inverse hexagonal kolumnare Phase
Col <sub>x2</sub>	inverse kolumnare Phase unbekanntem Typ
cr	kristalline Phase
CMC	N-Cyclohexyl-N'-(2-morpholinoethyl)carbodiimidmethyl-p-toluolsulfonat
Cub	kubische Mesophase
Cub <sub>v2</sub>	inverse bikontinuierliche kubische Phase
DEAD	Diethylazodicarboxylat
DMAP	4-(N,N-Dimethyl)aminopyridin
DMF	N,N-Dimethylformamid
DOBOB	3,4,5-Tris(4-dodecyloxybenzyloxy)benzoyloxy-
Et	Ethyl-
Et <sub>2</sub> O	Diethylether
DSC	<i>differential scanning calorimetry</i>
Fp.	Schmelzpunkt
gef.	Gefunden
Glyme	Ethylenglycoldimethylether
is	isotrope Phase
Iso	optisch isotrope Phase unbekannter Struktur
Kp.	Siedepunkt
M	Mesophase unbekanntem Typ
Me	Methyl-
Ph	Phenyl-
S <sub>A</sub>	smektische Phase vom Typ A
S <sub>B</sub>	smektische Phase vom Typ B
S <sub>C</sub>	smektische Phase vom Typ C
S <sub>X</sub>	unbekannte smektische Phase
T <sub>cl,max</sub>	maximale Klärtemperatur eines binären Systems bei optimaler Lösungs- mittelkonzentration
THF	Tetrahydrofuran
x	Molenbruch