

文章编号: 1007-2780(2012)04-0439-06

4-(4-乙烯基苯基)苯甲酸-(4-乙烯基)苯酯的合成

魏 婷, 安忠维*, 陈新兵, 陈 沛

(陕西师范大学 材料科学与工程学院, 陕西 西安 710100)

摘 要: 以联苯为原料, 经傅克酰化、溴代、格氏和氧化反应, 制备了 4-(4-乙酰基苯基)苯甲酸; 以苯甲醚为原料经傅克酰化, 醚解制备了 4-乙酰基苯酚; 两者再经酯化、还原、脱水反应, 合成了一种新型的双官能团聚合物材料单体 4-(4-乙烯基)苯基苯甲酸-(4-乙烯基)苯酯, 基于联苯的总收率为 7%~10%, 其结构经 ^1H NMR 和 FT-IR 确认, 并用偏光显微镜和差示扫描量热仪对其液晶性进行了研究。

关 键 词: 4-(4-乙烯基苯基)苯甲酸-(4-乙烯基)苯酯; 4-(4-乙酰基苯基)苯甲酸; 4-(4-乙酰基苯基)苯甲醚; DCC-DMAP; 液晶

中图分类号: O625.5

文献标识码: A

DOI: 10.3788/YJYXS20122704.0439

Synthesis of 4-(4-Vinylphenyl) Benzoic Acid-(4-Vinyl) Phenyl Ester

WEI Ting, AN Zhong-wei*, CHEN Xin-bing, CHEN Pei

(Department of Materials Science and Engineering, Shaanxi Normal University, Xi'an 710100, China)

Abstract: A novel bifunctional poly-monomer materials, 4-(4-vinylphenyl) benzoic acid-(4-vinyl) phenyl ester was prepared by the esterification of 4-(4-acetylphenyl) benzoic acid and 4-acetyl phenol, then reduction of the resulting carbonyl containing ester and dehydrolysis. The former acid was synthesized by biphenyl via Friedel-Crafts, bromination, Grignard reaction and oxidation reactions, and the later 4-acetylphenol was prepared by anisole via Friedel-Crafts and methyl elimination reactions. The total yield based on biphenyl is around 7%~10%, and the target product and intermediates were characterized by ^1H NMR and FT-IR, its liquid crystal properties was studied with Polarizing Optical Microscopy and Differential Scanning Calorimetry.

Key words: 4-(4-vinylphenyl) benzoic acid-(4-vinyl) phenyl ester; 4-acetyl-4'-formylbiphenyl; 4'-acetyl-4-biphenylcarboxylic acid; DCC-DMAP; liquid crystal

1 引 言

聚合物/液晶复合材料是一种新型的功能材料, 在电光显示器件、非线性光学材料、选择透过性膜、热敏或压敏器件等方面表现出极具魅力的应用前景, 成为液晶材料领域中十分活跃的研究前沿。聚合物/液晶复合材料包括聚合物分散液

晶 (PDLC) 和聚合物网络液晶 (PNLC)。聚合物网络液晶 (PNLC) 是可由紫外光引发反应的双官能团单体以低浓度 (10% 以下) 溶解在液晶中, 经紫外光作用, 单体聚合并在液晶中成为网络状结构从而形成混合的液晶体系。

2002 年, Kikuchi H 等^[1] 通过在蓝相中添加少量的聚合物, 可将蓝相的温度范围可以增宽到

收稿日期: 2012-02-13; 修订日期: 2012-03-23

作者简介: 魏婷 (1985—), 女, 陕西西安人, 硕士研究生, 主要从事功能高分子液晶材料的制备与性能研究。

* 通讯联系人, E-mail: gmecazw@163.com

60 ℃,液晶分子的动态性能不仅没有损失,而且电光响应非常迅速。Fujisawa T 等^[2]报道了一种适合多路驱动的聚合物网络液晶显示器(PN-LCD),驱动电压只有 5 V,对比度可以达到 20:1。文献^[3-4]将短螺距的胆甾液晶置于聚合物网络结构中,发现了在零电场下的双稳态现象,称之为聚合物稳定的胆甾液晶织构(PSCT)。王庆兵和孙睿鹏等^[5]在液晶材料中掺入 2% 的可见紫外光固化的聚合物单体,通过控制合适的固化条件和固化电场,可以得到 0~90° 之间任意的预倾角。牛红林,华懿魁等^[6]采用紫外光聚合诱导相分离法(PIPS)制备了聚合物稳定胆甾相液晶,通过改变光聚合时的外加电场频率控制聚合物网络结构,

改善 PSCT 的光电性能。

实验发现,大多不含有介晶单元的单体在聚合的过程中不可能与液晶分子按照类似宾主效应的方式排列,所得到的聚合物为各向同性,在改善液晶器件的电光特性上的作用远不如选用与液晶分子类似的各向异性的双官能度的长棒状结构单体。所以本文设计合成了一种未曾报道的新型的双乙烯基酯类以联苯、苯为介晶单元的液晶聚合物单体材料 4-(4-乙烯基苯基)苯甲酸-(4-乙烯基)苯酯(目标化合物 8),其合成路线如图 1 所示,目标化合物不仅本身可以作为聚合物单体,有着极其广泛的应用,其端基双键经环氧化反应生成具有优异力学性能和电学性能的环氧基聚合物单体材料。

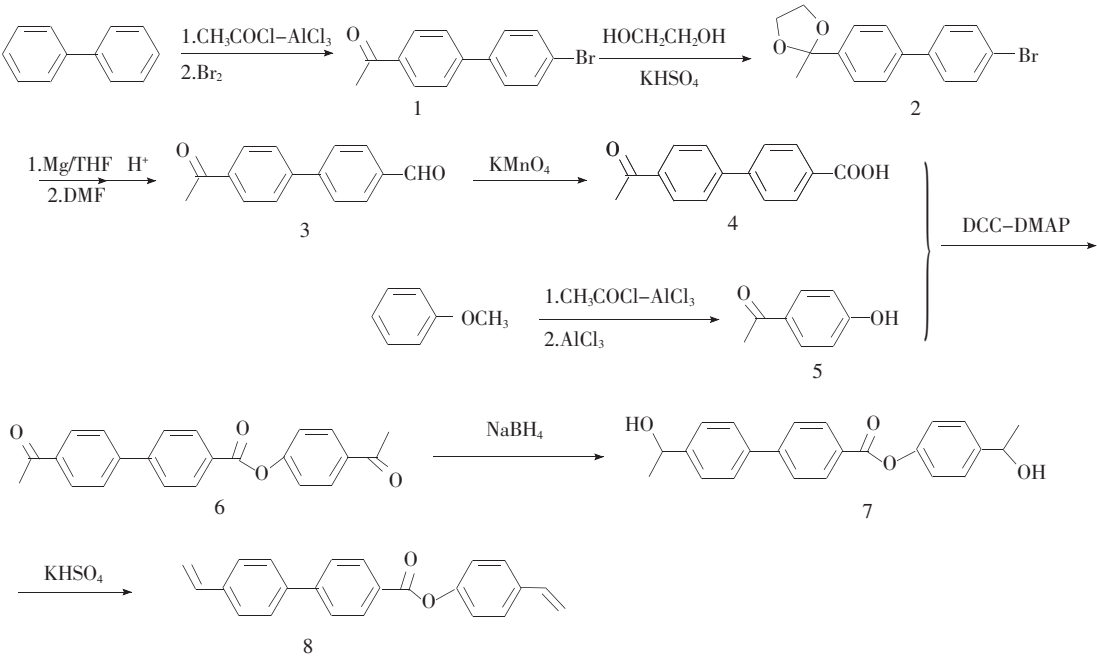


图 1 目标化合物 8 的合成路线

Fig. 1 Synthesis route of the target compound 8

2 实 验

2.1 仪器与试剂

仪器:岛津 GC-2014C 气相色谱仪(载气 H₂, 色谱柱为 Restek Rxi-1 ms 毛细管柱);岛津 LC-20AT 液相色谱仪(流动相 100% 甲醇,色谱柱为 Wondasil C18 色谱柱);气质联用 1(Ar 载气,色谱柱 Rxi-1 ms);气质联用 2(He 载气,色谱柱 HP-5MS 毛细管柱,FID 离子检测器)AVATAR 360 FT-IR 傅立叶变换红外光谱仪;Avance 300 MHz 超导傅立叶数字化核磁共振谱;X-5 显微熔

点测定仪(升温速率 10 ℃/min);ZF-20D 暗箱式紫外分析仪。DSC-60 差示扫描量热仪(扫描速率为 10 ℃/min);XPN-300E 偏光显微镜。

试剂:实验中所用的试剂中均为分析纯试剂,除四氢呋喃用金属钠干燥外,其余所提到的干燥均由 4A 分子筛干燥。二氯甲烷,乙酰氯,溴素,1,2-二氯乙烷,甲苯,乙二醇,四氢呋喃,N,N-二甲基甲酰胺,三氯甲烷,无水丙酮,无水乙醇,乙酸乙酯,苯甲醚,石油醚(60~90 ℃),联苯,硼氢化钠,盐酸,无水三氯化铝,镁粉,碘,高锰酸钾,氢氧化钠,硫酸氢钾,碳酸钠,4A 分子筛均为国药集

团化学试剂有限公司;N,N'-二环己基碳二亚胺(DCC),4-二甲氨基吡啶(DMAP)为阿拉丁试剂上海晶纯试剂有限公司。

2.2 合成

(1) 中间体 1 的制备

在装有恒压滴液漏斗、尾气接收装置及温度计的干燥的三口烧瓶中加入 200 mL 干燥的二氯甲烷,称取 20.75 g(155.62 mmol)无水三氯化铝加入并开动搅拌。此时,将反应至于冰水浴中控制反应温度 0~5 ℃,然后滴加 11.14 g(142.66 mmol)乙酰氯,直至三氯化铝溶解完全,此时向反应体系缓慢滴加含有 20.00 g(129.69 mmol)联苯的二氯甲烷溶液,加毕,40 min 后 GC 检测反应完全后,再滴加 22.79 g(142.66 mmol)溴素,GC 监测。反应结束后将反应液缓慢倾入到 500 mL 5% 的冰盐酸溶液中水解,搅拌。用二氯甲烷萃取,有机层水洗至中性,依次用 200 mL 5% 氢氧化钠溶液洗两次,200 mL 5% HCl 盐酸溶液洗两次,再水洗到中性,旋蒸,得淡黄色粗产物,用乙醇重结晶得白色晶体 16.20 g,收率 64%,m. p. 129.5~131.8 ℃。¹H-NMR(CDCl₃, 300 Hz)δ(ppm):2.64(s,3H,CH₃),7.47~7.50(d,J=7.08 Hz,2H,ArH),7.58~7.65(m,4H,ArH),8.01~8.04(d,J=7.56 Hz,2H,ArH);IR(KBr)ν/cm⁻¹:1 670(C=O 的伸缩振动),1 268(CO—C 伸缩振动),597(C—Br 伸缩振动);MS *m/z*:276.08 {[M+H]⁺}。

(2) 中间体 2 的制备

在装有分水器、回流冷凝管及温度计的三口烧瓶中加 20.00 g(72.69 mmol)中间体 1,乙二醇 18.21 g(290.76 mmol),0.49 g(3.63 mmol)的硫酸氢钾,以 400 mL 甲苯作为带水剂,搅拌,升温到 120 ℃,4 h 后 GC 监测,反应结束后,有机层用 5% 碳酸钠溶液洗 3 次,用水洗至中性,旋蒸,得白色晶体 22.00 g,收率 93%,m. p. 152.0~154.3 ℃。¹H-NMR(CDCl₃, 300 Hz)δ(ppm):1.69(s,3H,CH₃),3.80(s,2H,CH₂),4.00(s,2H,CH₂),7.43~7.54(m,8H,ArH)。IR(KBr)ν/cm⁻¹:2 977,2 894(—CH₂ 伸缩振动),1 475(—CH₂ 弯曲振动),1 660~1 800(无 C=O 伸缩振动),597(C—Br 伸缩振动);MS *m/z*:318.39 {[M-H]⁺}。

(3) 中间体 3 的制备

氮气保护下,在装恒压滴液漏斗,回流冷凝管

的干燥三口烧瓶中,加入 0.91 g(37.59 mmol)镁粉,用 200 mL 干燥的四氢呋喃溶解 10.00 g(31.32 mmol)中间体 2 配成溶液先滴加少量到反应瓶中,使反应体系温度升到 70 ℃加入 1 颗碘粒等待反应引发后,再缓慢滴加剩余的溶液,滴毕,反应 1~1.5 h 后,将反应体系温度降到 40 ℃,滴加 2.74 g(37.59 mmol) N,N-二甲基甲酰胺,GC 监测反应完全后,将 100 mL 5% 的盐酸溶液加到反应瓶中,1~2 h 后,取样 GC 检测。反应结束后,用二氯甲烷萃取,有机层水洗至中性,旋蒸,粗产品用无水乙醇重结晶,得白色固体 6.60 g,收率 94%,m. p. 105.8~108.3 ℃。¹H-NMR(CDCl₃, 300 Hz)δ(ppm):2.66(s,3H,CH₃),7.72~7.80(m,4H,ArH),7.97~8.00(d,J=6.9 Hz,2H,ArH),8.06~8.08(d,J=7.02 Hz,2H,ArH),10.08(s,1H,CHO);IR(KBr)ν/cm⁻¹:2 830,2 742(CO—H 伸缩振动),1 679(C=O 的伸缩振动),1 261(CO—C 伸缩振动);MS *m/z*:224.14[M⁺]。

(4) 中间体 4 的制备^[7]

将 7.39 g(46.81 mmol)高锰酸钾、10.00 g(44.59 mmol)中间体 3、150 mL 无水丙酮依次加到干燥的单口烧瓶中,密封,室温搅拌。直到瓶中的颜色由深紫色变成褐灰色后,结束反应。抽滤反应液,所得滤饼用少量丙酮润洗,抽干,然后用 200 mL 15% 盐酸溶液 50 ℃ 搅拌水解,当反应瓶中的固体由褐灰色转变成白色时,加大量水稀释,抽滤,干燥,四氢呋喃重结晶,得白色固体 10.30 g,收率 97%。¹H-NMR(D₆-DMSO, 300 Hz)δ(ppm):2.63(s,3H,CH₃),7.89~7.90(d,J=6.96 Hz,4H,ArH),8.06~8.08(d,J=7.32 Hz,4H,ArH),13.09(m,¹H,COOH);IR(KBr)ν/cm⁻¹:2 971(—OH 伸缩振动),1 681(C=O 伸缩振动),930(—OH 面外弯曲),2 971,2 829(—CH₃),1 260(CO—C 伸缩振动)。

(5) 中间体 5 的制备^[8]

称取 27.12 g(203.43 mmol)无水三氯化铝加入到装有回流冷凝管、恒压滴液漏斗、尾气接收装置的三口烧瓶中,并加入 150 mL 1,2-二氯乙烷作为溶剂,开始搅拌,控制反应温度在 0~5 ℃,缓慢滴加 15.96 g(203.43 mmol)乙酰氯,直至三氯化铝充分溶解后,再滴加 20.00 g(184.94 mmol)苯甲醚,滴毕,40 min 后 GC 检测反应完全后,再补加 12.32 g(92.47 mmol)无水三氯化铝,

使反应温度升到 60 ℃,3~4 h 后 GC 检测。反应结束后,将反应液缓慢倾入到 5% 的冰盐酸溶液中,有机层用乙醚萃取,水洗至中性,旋蒸。粗产品用水重结晶,加活性炭除色,得无色针状晶体 12.30 g,收率 50%,m. p. 108.3~110.2 ℃。¹H-NMR (CDCl₃, 300 Hz) δ (ppm): 2.60 (s, 3H, CH₃), 6.96~6.98 (d, *J* = 8.10 Hz, 2H, ArH), 7.90~7.93 (d, *J* = 8.07 Hz, 2H, ArH), 8.47 (m, 1H, —OH); IR (KBr) *ν*/cm⁻¹: 1 783 (C=O 伸缩振动), 1 278 (CO—C 伸缩振动), 3 309 (—OH)。

(6) 中间体 6 的制备

在干燥的圆底烧瓶中依次加入 2.83 g (20.81 mmol) 中间体 5, 2.14 g (10.40 mmol) DCC, 0.13 g (1.04 mmol) DMAP, 5.00 g (20.81 mmol) 中间体 4, 以 200 mL 三氯甲烷作为溶剂, 密封冰水浴搅拌 24 h, GC 检测。反应结束后, 抽滤反应液, 滤液旋蒸得白色粗产品, 柱层析纯化, 洗脱剂为二氯甲烷, 得白色固体 4.40 g, 收率 60%, m. p. 220.7 ℃。¹H-NMR (CDCl₃, 300 Hz) δ (ppm): 2.56~2.59 (d, 6H, CH₃), 7.27~7.30 (d, *J* = 7.2 Hz, 2H, ArH), 7.67~7.72 (m, 4H, ArH), 7.99~8.01 (m, 4H, ArH), 8.21~8.24 (d, *J* = 6.75 (Hz, 2H, ArH); IR (KBr) *ν*/cm⁻¹: 1 731 (酯 C=O 伸缩振动), 1 205 (伸缩振动), 1 679 (酮 C=O 伸缩振动), 1 267 (CO—C 伸缩振动); MS *m/z*: 358.22 [M⁺]。

(7) 目标化合物 8 的合成

在圆底烧瓶中加 5.00 g (13.95 mmol) 中间体 6, 硼氢化钠 0.52 g (13.95 mmol), 0.64 mL 水以及 150 mL 四氢呋喃作为溶剂, 密封常温搅拌, TCL 检测反应, 反应结束后。100 mL 5% 氯化铵溶液加到反应液中搅拌 15 min, 二氯甲烷萃取, 旋蒸得白色固体中间体 7, 干燥。在带有分水器和回流冷凝管的干燥的三口烧瓶中加入 5.00 g (13.79 mmol) 中间体 7, 0.18 g (1.37 mmol) 硫酸氢钾, 0.07 g (0.69 mmol) 对苯二酚, 以 200 mL 的甲苯为带水剂, 120 ℃ 反应 4 h 后 GC 监测反应。反应结束后, 有机层水洗至中性, 旋蒸得白色粗产物, 柱层析纯化, 洗脱剂为 (60~90 ℃) 石油醚, 得白色固体 2.20 g, 收率 50%。¹H-NMR (CDCl₃, 300 Hz) δ (ppm): 5.24~5.33 (q, 2H, =CH₂), 5.70~5.85 (q, 2H, =CH₂), 6.68~6.81 (m, 2H, =C—H), 7.18-7.21 (d, *J* = 8.25 Hz,

2H, ArH), 7.45~7.48 (q, 4H, ArH), 7.61~7.63 (d, *J* = 7.97 Hz, 2H, ArH), 7.71~7.73 (d, *J* = 8.09 Hz, 2H, ArH), 8.23~8.26 (d, *J* = 8.05 Hz, 2H, ArH); IR (KBr) *ν*/cm⁻¹: 1 730 (C=O 伸缩振动), 1 602 (C=C 伸缩振动), 990 (=C—H 弯曲振动); MS *m/z*: 326.1 [M⁺]。

3 结果与讨论

3.1 中间体 3 的制备方法

4-(4-乙酰基苯基)苯甲醛 3 是重要的化工中间体, 文献上报道都是采用 Suzuki 偶联法制备的, 难以大规模生产^[9-11]。本文首次采用羰基被保护的价格低廉的 4-乙酰基-4'-溴代-1,1'-联苯制备成格式试剂加入无毒甲酰化试剂 DMF 代替苯并咪唑盐^[12-13]进行反应, 完成后进行酸性水解可以直接得到目标产物。该方法是一种制备 4-(4-乙酰基苯基)苯甲醛的新方法。具有如下优点: (1) 无需使用 Suzuki 偶联法来制备, 无需贵金属催化剂使用。(2) 两步反应一锅法即可制备(甲酰化反应与羰基脱保护)。(3) 收率高达 90%, 可进行工业化生产。(4) 用 DMF 代替毒性大的苯并咪唑盐作为甲酰化试剂。

3.2 中间体 6 制备条件探索

按照文献^[14-15]采用 DCC-DMAP 法制备中间体 6 时, 我们得到的酯的产率很低 (10% 以下), 本文考查了溶剂、温度、投料比对反应的影响, 可以将产率提到 60% 以上。结果见表 1。

表 1 不同条件下中间体 6 的合成

Table 1 Synthesis of intermediate 6 at different conditions				
编号	5 ^a :4 ^b :DCC:DMAP	温度/℃	溶剂	* 转化率/%
1	1:1:1:0.05	25	氯仿	10
2	1:1:0.5:0.05	25	氯仿	38
3	1:1:0.33:0.05	25	氯仿	31
4	1:1:0.5:0.1	25	氯仿	19.3
5	1:1:0.5:0.025	25	氯仿	28
6	1:1:0.5:0.05	0-5	氯仿	62
7	1:1:0.5:0.05	60	氯仿	29
8	1:1:0.5:0.05	0-5	乙酸乙酯	16
9	1:1:0.5:0.05	0-5	四氢呋喃	28
10	1:1:0.5:0.05	0-5	DMF	10
11	1:1:0.5:0.05	0-5	二氯甲烷	58

5^a: 中间体 5; 4^b: 中间体 4

* 转化率均由气相色谱测定

由表 1 可见,DCC 的用量,反应溶剂,投料比,及温度等因素都对酯化反应有着重要的影响。根据表 1 可以得出制备化合物 6 最佳条件:在 DCC 的用量为酸的 0.5 当量,反应溶剂则是极性适中的卤代烷烃,二氯甲烷或三氯甲烷,反应最适温度应在 0~5 ℃,DMAP 的用量为底物 5 时,则取得较好的产率,粗产物经柱层析纯化后,收率为 53%~60%。

3.3 中间体 7 的讨论

本文没有对化合物 7 进行核磁表征,因为在化合物 7 的制备过程中,所用的还原试剂为硼氢化钠,在羰基被还原的同时,已经有少量的烯和单边脱水的醇生成,所以未做分离而直接脱水得到最终产物进行了结构确认。

3.4 中间体 6 液晶性的研究

通过偏光显微镜(POM)我们观察到中间体 6 整个液晶相区间为典型的向列相液晶的纹影织构(图 2),并且在升温 and 降温的过程中都具有液晶相。从图 3 的 DSC 曲线可以看出,中间体 6 在升温时都有两组吸收峰,其中 220 ℃为熔点,269 ℃为清亮点,液晶相区间为 49 ℃。

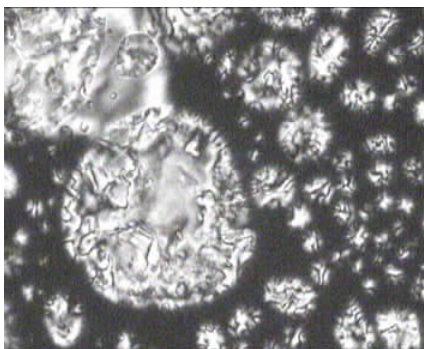


图 2 中间体 6 POM 照片

Fig. 2 POM image of the inter mediate 6

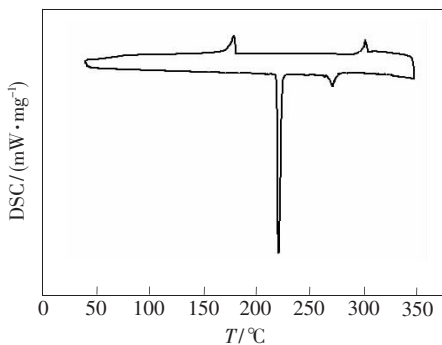


图 3 中间体 6 的 DSC 图谱

Fig. 3 DSC spectra of the inter mediate 6

3.5 目标化合物 8 液晶性的研究

用偏光显微镜观察化合物 8 时,162 ℃目标物开始融化并出现向列相液晶所具有的纹影织构,如图 4 所示,而在 163 ℃液晶相失去了流动性,继续升温到 365 ℃,未见相态发生变化,由于仪器温度受限,进而转降温观察,也未发生相态的变化。针对上述现象,我们分析原因是目标化合物 8 具有两个活性高的烯键,出现液晶相的同时伴随着聚合反应的发生,关于这一点可以从其图 5 的 DSC 曲线上得到验证。



图 4 目标化合物 8 的 POM 照片

Fig. 4 POM image of the target compound 8

从图 5 的 DSC 曲线中可以看出,目标化合物 8(测试前加了少量的阻聚剂以降低其聚合的速率)在 162 ℃出现液晶相,180 ℃液晶相完全消失,进入聚合物固态。实验结果证明目标物 8 存在液晶相,但产生液晶相的同时伴随着聚合反应的发生,加入阻聚剂可以降低聚合速率,但不能完全阻止聚合反应的发生,所以无法得出目标化合物 8 具体的液晶相温度区间。可以推测的是,如果目标化合物的双键不发生热致聚合反应,应是一种互变型的向列相液晶,关于这点可以从与其分子结构类似的中间体 6 的性能上得到验证。

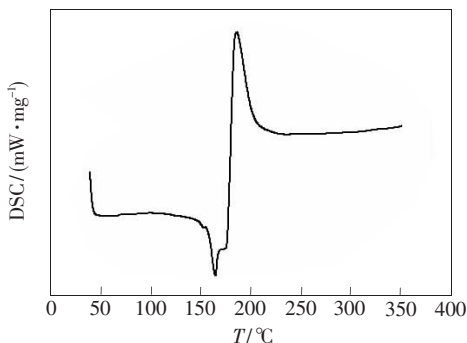


图 5 目标化合物 8 的 DSC 图谱

Fig. 5 DSC spectra of the target compound 8

4 结 论

设计并合成了一种含双官能团具有液晶性的聚合物单体 4-(4-乙烯基苯基)苯甲酸-(4-乙烯基)苯酯,用偏光显微镜(POM)和差示扫描量热

仪(DSC)对其液晶相态进行了观察,目标化合物具有典型的向列相液晶的纹影织构;并对其合成方法及中间体进行了详细研究,结果表明该方法简单易行、产率较高,适合于该类多官能团聚合物单体的大量制备。

参 考 文 献:

[1] Hirotsugu K, Masayuki Y, Yoshiaki H, *et al.* Polymer-stabilizd liquid crystal bule phases [J]. *Nature Meterials*, 2002, 1(1):64-68.

[2] Fujisawa T, Ogawa H, Maruyama K, *et al.* Eleetro optic properties and mutiplexibility for PN-LCD [J]. *Japan Display'89 Digest*, 1989,15(3):690-693.

[3] Yang D K, Done J W. Trends in polymer dispersed liquid crystal [J]. *SID'92 Digest*, 1992,60(25):759-761.

[4] Shimada E, Uchida T. Control of polymer dispersed liquid crystal (PDLC) [J]. *Jpn. J. Appl.*, 1992, 31(3B): L352-L354.

[5] 王庆兵, 孙睿鹏, 马振军,等. 用聚合物网络控制液晶分子预倾角 [J]. *液晶通讯*, 1995, 3(4):251-256.

[6] 牛红林, 华懿魁, 史高飞,等. 聚合电场频率对聚合物稳定胆甾相液晶光电性能的影响 [J]. *液晶与显示*, 2012, 27(1):21-25.

[7] 郑敏燕, 安忠维. 棒状磁性液晶的合成及性能研究 [D]. 陕西: 陕西师范大学, 2007.

[8] 申永存, 邹淑静. 对翔基笨乙酰胺合成工艺的研究 [J]. *中国现代应用药学*, 1997, 14(4):31.

[9] Hélène B, Rodrigue L Y, Bruno M, *et al.* Highly practical boronic acid surrogates for the Suzuki-Miyaura cross-coupling [J]. *Tetrahedron Letters*, 2011, 52(10):1132-1135.

[10] Islam S M, Mondal P, Tuhina K, *et al.* A reusable polymer-anchored palladium (II) schiff base complex catalyst for the suzuki cross-coupling, heck and cyanation reactions [J]. *Inorg. Organomet Polym.*, 2010, 20(2):264-277.

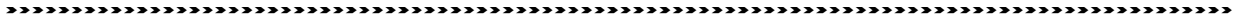
[11] Shivaji S P, Lavkumar S U. Sodium 2-(2-pyridin-3-ylethylamino) ethyl sulfonate; an efficient ligand and base for palladium-catalyzed Suzuki reaction in aqueous media [J]. *Tetrahedron Letters*, 2008, 49(41):5858-5862.

[12] 史真, 顾焕. 从苯并咪哇盐制备酮的新合成方法研究 [J]. *中国科学 B 辑*, 1996, 26(5):403-408.

[13] 岳可芬, 李东升, 周春生. 用 Grignard 试剂 C6H5MgBr 合成苯甲醛 [J]. *化学研究与应用*, 2002, 14(5):611-612.

[14] 杨博, 孙宾宾. DCC/DMAP 法合成丙烯酸酯氧基螺噻嗪工艺研究 [J]. *河北化工*, 2008, 31(12):7-8.

[15] SU C X, Mouscadet J F, Chiang C C, *et al.* HIV-1 integrase inhibition of biscoumarin analogues [J]. *Chem. Pharm. Bull*, 2006, 54(5):682-686.



《液晶与显示》关于作者署名的通告

针对目前论文署名比较随便,论文作者要求增减合著者或改变排名顺序的情况时有发生,本刊编辑部特提请文章作者注意:论文署名是一件十分严肃的事情。在论文上署名的作者应为参与论文撰写或对论文所涉及的研究工作有贡献的人,所有署名作者均应对文章内容负责。凡合著的文章,投稿前应仔细斟酌,考虑周全,并征得所有合作者的同意,同时应写明联系人。署名及排序在投稿后确实需要改变时,应由联系人向编辑部出示有关合著者同意并签名(盖章)的函件。否则,编辑部有权拒绝其要求。