



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년10월25일  
(11) 등록번호 10-0989030  
(24) 등록일자 2010년10월14일

(51) Int. Cl.

*C09K 19/58* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-7004499(분할)

(22) 출원일자(국제출원일자) 2001년08월25일

심사청구일자 2008년02월25일

(85) 번역문제출일자 2008년02월25일

(65) 공개번호 10-2008-0023367

(43) 공개일자 2008년03월13일

(62) 원출원 특허 10-2003-7002809

원출원일자(국제출원일자) 2001년08월25일

심사청구일자 2006년08월25일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2001/009832

(87) 국제공개번호 WO 2002/18515

국제공개일자 2002년03월07일

(30) 우선권주장

00118736.8 2000년08월30일

유럽특허청(EPO)(EP)

(56) 선행기술조사문헌

JP55023169 A\*

KR1020030041979 A\*

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

전체 청구항 수 : 총 17 항

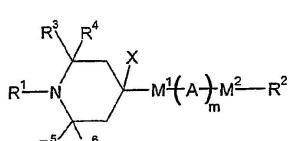
심사관 : 조호정

(54) 액정 혼합물 및 이를 포함하는 액정 디스플레이 장치

**(57) 요약**

본 발명은 화학식 1의 화합물을 하나 이상 포함하는 액정 혼합물에 관한 것이다.

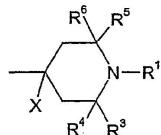
화학식 1



위의 화학식 1에서,

R<sup>1</sup>은 H, 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알케닐 그룹[여기서, 각각의 경우, 하나의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 사이클로헥실렌-1,4-디일에 의해 대체될 수 있거나, 하나 또는 2개의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 N에 인접하지 않은 경우 -O-에 의해 대체될 수 있거나, 하나 또는 2개의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 -C(=O)- 또는 -Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-에 의해 대체될 수 있고/있거나, 알킬 또는 알케닐 그룹의 하나 이상의 H는 F 또는 CH<sub>3</sub>에 의해 대체될 수 있다]이고,

R<sup>2</sup>는 (a) H 또는 F, (b) 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알케닐 그룹[여기서, 각각의 경우, 하나 또는 2개의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 -O-, -C(=O)O- 또는 -Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-에 의해 대체될 수 있고/있거나, 알킬 또는 알케닐 그룹의 하나 이상의 H는 F 또는 CH<sub>3</sub>에 의해 대체된다] 또는 (c) 화학식



의 라디칼이고(여기서, 각각의 라디칼은 화학식 1에 대해 정의하는 각각의 라디칼과 독립적이다), R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup> 및 R<sup>6</sup>은 서로 독립적으로 탄소수 1 내지 8의 알킬 그룹이고,

M<sup>1</sup> 및 M<sup>2</sup>는 서로 독립적으로 단일 결합, -OC(=O), -C(=O)O-, -OCH<sub>2</sub>- 또는 -NH-이고,

A는 (a) 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알칸-α, ω-디일 그룹 또는 탄소수 2 내지 20의 알켄-α, ω-디일 그룹[임의로, M<sup>1/2</sup>에 인접하지 않은 경우 하나 또는 2개의 인접하지 않은 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 -O-에 의해 대체될 수 있다], (b) 화학식 -C(=Y)-의 그룹[여기서, Y는 CH-Z이고, Z는 1 내지 3개의 할로겐 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬 또는 알킬옥시 그룹에 의해 임의로 치환된 페닐이고, 단, 이때, 화학식 1의 M<sup>1</sup> 및 M<sup>2</sup>는 각각 -C(=O)O- 및 -OC(=O)-이다], (c) 화학식 -CHY의 그룹[여기서, Y는 CH<sub>2</sub>-Z이고, Z는 1 내지 3개의 할로겐 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬 또는 알킬옥시 그룹에 의해 임의로 치환된 페닐이고, 단, 이때, 화학식 1의 M<sup>1</sup> 및 M<sup>2</sup>는 각각

-C(=O)O- 및 -OC(=O)-이다] 또는 (d) 화학식  $-\left(\text{C}_6\text{H}_4\text{M}^3\right)_p\left(\text{C}_6\text{H}_4\text{B}\right)_q-$ 의 그룹[여기서, p 및 q는 0, 1 또는 2이고, p와 q의 합은 1 이상이고, M<sup>3</sup>은 단일 결합, -OC(=O)-, -C(=O)O-, -OCH<sub>2</sub>-، -CH<sub>2</sub>O-, -C≡C-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- 또는

-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-이고, 라디칼 및 은 서로 독립적으로 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환될 수 있는 1,4-페닐렌, 하나의 CN, CH<sub>3</sub> 또는 F에 의해 임의로 치환될 수 있는 사이클로헥산-1,4-디일, 하나의 F에 의해 임의로 치환된 피리미딘-2,5-디일, 하나의 F에 의해 임의로 치환될 수 있는 피리딘-2,5-디일, 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환될 수 있는 나프탈렌-2,6-디일, 1,2,3,4-테트라하이드로나프탈렌-2,6-디일(방향족 환은 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환된다), 데카하이드로나프탈렌-2,6-디일, 인단-2,5(6)-디일, 플루오렌-2,7-디일, 페난트렌-2,7-디일, 9,10-디하이드로페난트렌-2,7-디일, (1,3,4)티아디아졸-2,5-디일, (1,3)티아졸-2,5-디일, (1,3)티아졸-2,4-디일, 티오펜-2,4-디일, 티오펜-2,5-디일, (1,3)디옥산-2,5-디일, 피페리딘-1,4-디일 또는 피페라진-1,4-디일이고,

X는 H, OH 또는 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 또는 알킬옥시 그룹[여기서, 하나 또는 2개의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 -O-, -C(=O)O- 또는 -Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-에 의해 대체될 수 있고, 하나 이상의 H는 F 또는 CH<sub>3</sub>에 의해 대체될 수 있다]이고,

m은 0 또는 1이고,

X와 M<sup>1</sup>-(A)<sub>m</sub>-M<sup>2</sup>-R<sup>2</sup>는 함께 (a) 탄소수 1 내지 15의 알킬 라디칼에 의해 임의로 치환된 4 내지 16원 환 또는 (b) 탄소수 1 내지 15의 알킬 라디칼에 의해 임의로 치환된 서로 독립적으로 4 내지 16원인 2개의 직접 결합되거나 스피로 결합된 환의 조합을 구성할 수 있다(여기서, 위에서 언급된 세 개의 환은 각각의 경우, 서로 독립적으로 카보사이클 또는 B, N, O 또는 S 해테로 원자를 포함하는 카보사이클이다).

## (72) 발명자

**오가와 아야코**

일본 시즈오카켄 가케가와시 시모마타 미나미  
1-6-19-101

**뒤발 한스-롤프**

독일 65343 엘트빌레 암 란겐스툐크 13

**호르농 바르바라**

독일 63594 하셀로트 슈슈트라쎄 21 아

**슈밋트 볼프강**

독일 63303 드라이아이히 슈타포르트슈트라쎄 5아

**빈센 라이너**

독일 65795 핫터스하임 란겐하이너 벡 11

## (81) 지정국

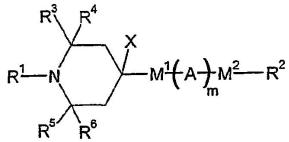
CN, JP, KR, US, EP(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR),

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

화학식 1의 화합물을 하나 이상 포함하는, 액정 혼합물.

#### 화학식 1



위의 화학식 1에서,

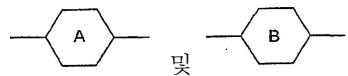
$R^1$ 은 H, 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알케닐 그룹 [여기서, 각각의 경우, 하나의  $-CH_2-$  그룹은 사이클로헥실렌-1,4-디일에 의해 대체될 수 있거나, 하나 또는 2개의  $-CH_2-$  그룹은 N에 인접하지 않은 경우  $-O-$ 에 의해 대체될 수 있거나, 하나 또는 2개의  $-CH_2-$  그룹은  $-C(=O)-$  또는  $-Si(CH_3)_2-$ 에 의해 대체될 수 있고/있거나, 알킬 또는 알케닐 그룹의 하나 이상의 H는 F 또는  $CH_3$ 에 의해 대체될 수 있다]이며,

$R^2$ 는 (a) 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알케닐 그룹 [여기서, 각각의 경우, 하나 또는 2개의  $-CH_2-$  그룹은  $-O-$ ,  $-C(=O)O-$  또는  $-Si(CH_3)_2-$ 에 의해 대체될 수 있고/있거나, 알킬 또는 알케닐 그룹의 하나 이상의 H는 F 또는  $CH_3$ 에 의해 대체된다] 또는 (b) 화학식 1의 라디칼이며(여기서, 각각의 라디칼은 화학식 1에 대해 정의하는 각각의 라디칼과 독립적이다),

$R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  및  $R^6$ 은 서로 독립적으로 탄소수 1 내지 8의 알킬 그룹이고,

$M^1$  및  $M^2$ 는 서로 독립적으로 단일 결합,  $-OC(=O)-$ ,  $-C(=O)O-$ ,  $-OCH_2-$  또는  $-NH-$ 이며,

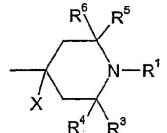
A는 화학식  $-\left(\text{C}_6\text{H}_4-\text{M}^3\right)_p-\left(\text{C}_6\text{H}_4-\text{B}\right)_q-$ 의 그룹[여기서, p 및 q는 0, 1 또는 2이고, p와 q의 합은 1 이상이며,  $\text{M}^3$ 은 단일 결합,  $-OC(=O)-$ ,  $-C(=O)O-$ ,  $-OCH_2-$ ,  $-CH_2O-$ ,  $-C\equiv C-$ ,  $-CH_2CH_2-$  또는  $-CH_2CH_2CH_2CH_2-$ ]이고, 라디칼



은 서로 독립적으로, 1, 2 또는 3개의 F에 의해 치환될 수 있는 1,4-페닐렌, 하나의 CN,  $CH_3$  또는 F에 의해 치환될 수 있는 사이클로헥산-1,4-디일, 하나의 F에 의해 치환될 수 있는 피리미딘-2,5-디일, 하나의 F에 의해 치환될 수 있는 피리딘-2,5-디일, 1, 2 또는 3개의 F에 의해 치환될 수 있는 나프탈렌-2,6-디일, 1,2,3,4-테트라하이드로나프탈렌-2,6-디일(방향족 환은 1, 2 또는 3개의 F에 의해 치환될 수 있다), 테카하이드로나프탈렌-2,6-디일, 인단-2,5(6)-디일, 플루오렌-2,7-디일, 페난트렌-2,7-디일, 9,10-디하이드로페난트렌-2,7-디일, (1,3,4)티아디아졸-2,5-디일, (1,3)티아졸-2,5-디일, (1,3)티아졸-2,4-디일, 티오펜-2,4-디일, 티오펜-2,5-디일, (1,3)디옥산-2,5-디일, 피페리딘-1,4-디일 또는 피페라진-1,4-디일이다]이며,

X는 H, OH 또는 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 또는 알킬옥시 그룹[여기서, 하나 또는 2개의  $-CH_2-$  그룹은  $-O-$ ,  $-C(=O)O-$  또는  $-Si(CH_3)_2-$ 에 의해 대체될 수 있고, 하나 이상의 H는 F 또는  $CH_3$ 에 의해 대체될 수 있다]이며,

$m$ 은 1이고,



$X$ 와  $M^1-(A)_m-M^2-R^2$ 은 함께 (a) 탄소수 1 내지 15의 알킬 라디칼에 의해 치환될 수 있는 4 내지 16원 환 또는 (b) 탄소수 1 내지 15의 알킬 라디칼에 의해 치환될 수 있는 서로 독립적으로 4 내지 16원인 2개의 직접 결합되거나 스피로 결합된 환의 조합을 구성할 수 있고(여기서, 위에서 언급된 세 개의 환은 각각의 경우, 서로 독립적으로 카보사이클 또는 B, N, O 또는 S 헤테로 원자를 포함하는 카보사이클이다),

단,  $p$ 가 0 또는 1이고,  $q$ 가 1이며,  $M^3$ 이 단일 결합이고,  $M^2$ 가 단일 결합이면,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  및  $R^6$ 은 동시에 메틸이 아니다.

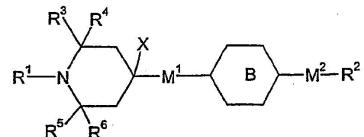
## 청구항 2

제1항에 있어서, 화학식 1의 화합물 하나 이상을 0.01 내지 10중량% 포함하는, 액정 혼합물.

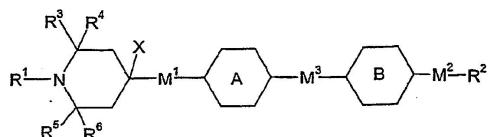
## 청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 화학식 1b의 화합물, 화학식 1c의 화합물 및 화학식 1d의 화합물로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 화합물을 포함하는, 액정 혼합물.

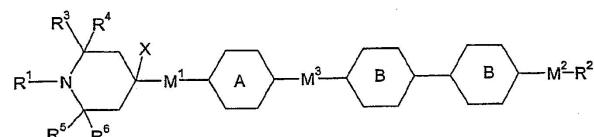
### 화학식 1b



### 화학식 1c



### 화학식 1d



위의 화학식 1b 내지 1d에서,

$X$ 는 H이고,

$R^1$ 은 H 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬이며,

$R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  및  $R^6$ 은 각각  $CH_3$ 이고,

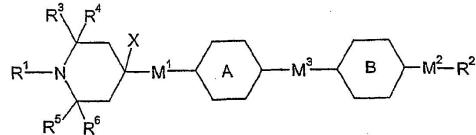
$R^2$ ,  $M^1$ ,  $M^2$ ,  $M^3$ , 라디칼 및 라디칼 는 제1항에서 정의한 바와 같으며,

단, 화학식 1c에서,  $M^2$ 와  $M^3$ 은 동시에 단일 결합이 아니다.

## 청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 화학식 1ca의 화합물을 하나 이상 포함하는, 액정 혼합물.

## 화학식 1ca



위의 화학식 1ca에서,

X는 H이고,

R<sup>1</sup>은 H 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬이며,

R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup> 및 R<sup>6</sup>은 각각 CH<sub>3</sub>이고,

R<sup>2</sup>는 탄소수 1 내지 16의 알킬 그룹[여기서, 하나 또는 2개의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 -O-, -OC(=O)- 또는 -Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-에 의해 대체될 수 있으며, 하나 이상의 H는 F 또는 CH<sub>3</sub>에 의해 대체될 수 있다]이고,

M<sup>1</sup>은 -OC(=O)-이며,

M<sup>2</sup>는 단일 결합이고,

M<sup>3</sup>은 -OC(=O)- 또는 -OCH<sub>2</sub>-이며,

라디칼

은 하나 또는 2개의 F에 의해 치환될 수 있는 1,4-페닐렌, 사이클로헥실렌-1,4-디일, 피리미딘-2,5-디일 또는 피리딘-2,5-디일이고,

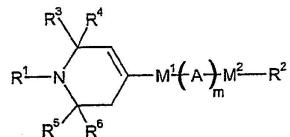
라디칼

은 하나 또는 2개의 F에 의해 치환될 수 있는 1,4-페닐렌, 사이클로헥실렌-1,4-디일, 피리미딘-2,5-디일 또는 피리딘-2,5-디일이다.

## 청구항 5

화학식 4의 화합물을 하나 이상 포함하는, 액정 혼합물.

## 화학식 4



위의 화학식 4에서,

R<sup>1</sup> 내지 R<sup>6</sup>, A, M<sup>2</sup> 및 m은 제1항의 화학식 1에서 정의한 바와 같고,

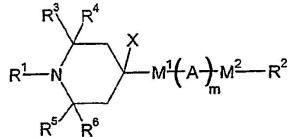
M<sup>1</sup>은 단일 결합이고,

단, p가 0 또는 1이고, q가 1이며, M<sup>3</sup>이 단일 결합이고, M<sup>2</sup>가 단일 결합이면, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup> 및 R<sup>6</sup>은 동시에 메틸이 아니다.

## 청구항 6

화학식 1의 화합물 및 화학식 4의 화합물로 이루어진 그룹으로부터 선택된 2 이상의 화합물을 포함하는, 액정 혼합물.

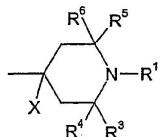
## 화학식 1



위의 화학식 1에서,

$R^1$ 은 H, 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알케닐 그룹 [여기서, 각각의 경우, 하나의  $-CH_2-$  그룹은 사이클로헥실렌-1,4-디일에 의해 대체될 수 있거나, 하나 또는 2개의  $-CH_2-$  그룹은 N에 인접하지 않은 경우  $-O-$ 에 의해 대체될 수 있거나, 하나 또는 2개의  $-CH_2-$  그룹은  $-C(=O)-$  또는  $-Si(CH_3)_2-$ 에 의해 대체될 수 있고/있거나, 알킬 또는 알케닐 그룹의 하나 이상의 H는 F 또는  $CH_3$ 에 의해 대체될 수 있다]이며,

$R^2$ 는 (a) 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알케닐 그룹 [여기서, 각각의 경우, 하나 또는 2개의  $-CH_2-$  그룹은  $-O-$ ,  $-C(=O)O-$  또는  $-Si(CH_3)_2-$ 에 의해 대체될 수 있고/있거나, 알킬 또는 알케닐 그룹의 하나 이상의 H는 F 또는  $CH_3$ 에 의해 대체된다] 또는 (b) 화학식



의 라디칼이며(여기서, 각각의 라디칼은 화학식 1에 대해 정의하는 각각의 라디칼과 독립적이다),

$R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  및  $R^6$ 은 서로 독립적으로 탄소수 1 내지 8의 알킬 그룹이고,

$M^1$  및  $M^2$ 는 서로 독립적으로 단일 결합,  $-OC(=O)-$ ,  $-C(=O)O-$ ,  $-OCH_2-$  또는  $-NH-$ 이며,

A는 화학식  $-\left(\text{A}\text{---}M^3\right)_p\left(\text{B}\text{---}M^4\right)_q-$ 의 그룹[여기서, p 및 q는 0, 1 또는 2이고, p와 q의 합은 1 이상이며,  $M^3$ 은 단일 결합,  $-OC(=O)-$ ,  $-C(=O)O-$ ,  $-OCH_2-$ ,  $-CH_2O-$ ,  $-C\equiv C-$ ,  $-CH_2CH_2-$  또는  $-CH_2CH_2CH_2CH_2-$ ]이고, 라디칼

및 은 서로 독립적으로, 1, 2 또는 3개의 F에 의해 치환될 수 있는 1,4-페닐렌, 하나의 CN,  $CH_3$  또는 F에 의해 치환될 수 있는 사이클로헥산-1,4-디일, 하나의 F에 의해 치환될 수 있는 피리미딘-2,5-디일, 하나의 F에 의해 치환될 수 있는 피리딘-2,5-디일, 1, 2 또는 3개의 F에 의해 치환될 수 있는 나프탈렌-2,6-디일, 1,2,3,4-테트라하이드로나프탈렌-2,6-디일(방향족 환은 1, 2 또는 3개의 F에 의해 치환될 수 있다), 데카하이드로나프탈렌-2,6-디일, 인단-2,5(6)-디일, 플루오렌-2,7-디일, 폐난트렌-2,7-디일, 9,10-디하이드로폐난트렌-2,7-디일, (1,3,4)티아디아졸-2,5-디일, (1,3)티아졸-2,5-디일, (1,3)티아졸-2,4-디일, 티오펜-2,4-디일, 티오펜-2,5-디일, (1,3)디옥산-2,5-디일, 피페리딘-1,4-디일 또는 피페라진-1,4-디일이다]이며,

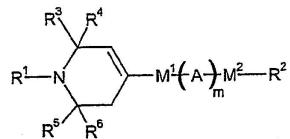
X는 H, OH 또는 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 또는 알킬옥시 그룹[여기서, 하나 또는 2개의  $-CH_2-$  그룹은  $-O-$ ,  $-C(=O)O-$  또는  $-Si(CH_3)_2-$ 에 의해 대체될 수 있고, 하나 이상의 H는 F 또는  $CH_3$ 에 의해 대체될 수 있다]이며,

$m$ 은 1이고,

X와  $M^1-(A)_m-M^2-R^2$ 은 함께 (a) 탄소수 1 내지 15의 알킬 라디칼에 의해 치환될 수 있는 4 내지 16원 환 또는 (b) 탄소수 1 내지 15의 알킬 라디칼에 의해 치환될 수 있는 서로 독립적으로 4 내지 16원인 2개의 직접 결합되거나 스피로 결합된 환의 조합을 구성할 수 있고(여기서, 위에서 언급된 세 개의 환은 각각의 경우, 서로 독립적으로 카보사이클 또는 B, N, O 또는 S 혼합으로 원자를 포함하는 카보사이클이다),

단, p가 0 또는 1이고, q가 1이며,  $M^3$ 이 단일 결합이고,  $M^2$ 가 단일 결합이면,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  및  $R^6$ 은 동시에 메틸이 아니다.

#### 화학식 4



위의 화학식 4에서,

$R^1$  내지  $R^6$ , A,  $M^2$  및 m은 화학식 1에서 정의한 바와 같고,

$M^1$ 은 단일 결합이고,

단, p가 0 또는 1이고, q가 1이며,  $M^3$ 이 단일 결합이고,  $M^2$ 가 단일 결합이면,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  및  $R^6$ 은 동시에 메틸이 아니다.

#### 청구항 7

삭제

#### 청구항 8

제1항, 제2항 또는 제5항 중의 어느 한 항에 있어서, 하나 이상의 산화방지제를 0.01 내지 10중량%의 양으로 추가로 포함하는, 액정 혼합물.

#### 청구항 9

제8항에 있어서, 상기 산화방지제 이외에, UV 안정제를 포함하는, 액정 혼합물.

#### 청구항 10

제1항, 제2항 또는 제5항 중의 어느 한 항에 있어서, 액정이 키랄 스멕틴인, 액정 혼합물.

#### 청구항 11

제1항에 따르는 액정 혼합물을 포함하는, 액정 디스플레이 장치.

#### 청구항 12

제11항에 있어서, 액티브 매트릭스 패널로 작동되는, 액정 디스플레이 장치.

#### 청구항 13

제11항 또는 제12항에 있어서, 강유전성 디스플레이인, 액정 디스플레이 장치.

#### 청구항 14

제11항 또는 제12항에 있어서, 일안정성(monostable) 디스플레이인, 액정 디스플레이 장치.

#### 청구항 15

제1항, 제2항 또는 제5항 중의 어느 한 항에 있어서, 액정이 네마틱인, 액정 혼합물.

#### 청구항 16

제11항 또는 제12항에 있어서, 네마틱 디스플레이인, 액정 디스플레이 장치.

#### 청구항 17

제11항 또는 제12항에 있어서, 반강유전성(antiferroelectric) 디스플레이 인, 액정 디스플레이 장치.

### 청구항 18

제11항 또는 제12항에 있어서, 키랄 스맥틱 디스플레이인, 액정 디스플레이 장치.

## 명세서

### 발명의 상세한 설명

#### 기술 분야

[0001] 본 발명은 신규한 액정 혼합물에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 열 및 광에 대하여 화학적으로 매우 안정하여 액티브 매트릭스 패널에 특히 적합한 키랄 스맥틱 또는 강유전성 액정 혼합물에 관한 것이다. 본 발명의 다른 측면은 디스플레이, 특히 액티브 매트릭스 디스플레이에서의 액정 혼합물의 용도이다. 본 발명의 또 다른 측면은 이러한 혼합물을 포함하는 액티브 매트릭스 디스플레이이다.

#### 배경 기술

[0002] 클라크(Clark) 및 라거웰(Lagerwall)이 1980년에 표면 안정화 강유전성 액정(SSFLC)을 발견하여[참조: N. A. Clark and S. T. Lagerwall, Appl. Phys. Lett., 36, 899 (1980)], 이를 액정은 다음 세대에서 디스플레이 물질로서 주목을 끌었으며, 이에 대한 다수의 연구가 수행되고 있다.

[0003] FLC 디스플레이의 2가지 주요 이점은 다음과 같다: '픽셀 속도'는 네마틱보다 확실히 100배 또는 심지어 1000배 빠르고, 두번째로, 쌍안정성(bistability)으로 인해, 이러한 디스플레이의 해상도는 물질에 의해 제한받지 않는다.

[0004] 그러나, 패시브 매트릭스 FLC 디스플레이에는 특정 상쇄 관계에 의해 제한받는다: 스캐닝 라인의 수가 증가할수록 프레임 어드레싱 시간이 커지므로, 디스플레이의 속도는 항상 이의 해상도와 경쟁한다.

[0005] 패시브 매트릭스 FLC 디스플레이의 상쇄와 관련하여, 몇몇 저자가 액티브 매트릭스를 FLC와 배합하는 것을 제안하였다. 제1 접근은 80년대에 하트만에 의해 MOS-FET 기술을 이용하는 준-책장(quasi-bookshelf) FLC의 전하-조절되는 쌍안정성을 이용하여 이루어졌다(참조: Hartmann, IEEE Trans. Electron. Devices 1989, 36(9), part 1, pp. 1895-9). 그러나, 큰 Ps 값은 a-Si TFT 구동에서 보다 높은 해상도를 방해한다.

[0006] 문헌[참조: Takatoh et al. (6<sup>th</sup> International Conference on Ferroelectric Liquid Crystals, 1997, 20-24 July, Brest, France; M. Takatoh et al. 1998, SID Digest, 1171-1174)]에는 다결정성 규소-TFT를 갖는 액티브 매트릭스로 구동되는 고도의 Ps 물질을 사용하는 키랄 스맥틱계 AM 디스플레이가 설명되어 있다. 문헌[참조: Nito et al., 1993, Journal of the SID, 1/2, 163-169]에는 Ps가 매우 낮은 일안정성(monostable) AM-FLC가 제안되어 있으나, 출무늬 FLC 조직은 추가의 개선 없이는 고 콘트라스트 디스플레이에 적합하지 않는 단점이 있다. 문헌[참조: Furue, H. et al., 1998, IDW '98, 209-212]에는 Ps 값이 중간인 물질을 갖는 FELIX<sup>R</sup> 혼합물로 중합체 안정화된 SSFLCD가 제시되어 있다.

[0007] 높은 Ps 값은 각각의 픽셀에 대하여 긴 전하 축적 시간(charge-up time)을 요구하므로, 고해상도, 즉 다수의 스캐닝 라인과 상반된다. 이는 다카토(Takatoh) 등이 표준 및 비용-효과적인 무정형 규소 TFT와 비교하여 보다 높은 전류 밀도를 허락하는 특정 다결정성 규소 액티브 매트릭스를 사용하는 이유이다.

[0008] 문헌[참조: Y. Asao et al., ILCC 2000, Sendai, and Jpn. J. Appl. Phys. 38, L534-L536, 1999 therein called "half-V-shape FLC" mode; T. Nonaka et al., Liquid Crystals 26(11), 1599-1602, 1999, therein called "CDR" mode]에는 일안정성 FLC 모드가 제시되어 있다. 이러한 디스플레이에는 이들의 보다 적은 Ps 값으로 그레이 스케일의 문제점 및 액티브 매트릭스 패널에서 매우 큰 Ps 값에 의해 야기되는 해상도 제한에 대한 방안을 제공한다.

[0009] TFT-LCD(예: 일안정성 FLC)의 적용에서 남아있는 문제점은 픽셀 용적(pixel volume)에 존재하고 매우 짧은 시간 내에 픽셀을 방전시키는 많은 전하 캐리어의 활성에 의해 야기되는 제한된 "보유비"이다. 특히, 매우 얇은 셀 캡을 갖는 빠른 스위칭 디스플레이에서 감극장을 형성하는 이온성 전하의 문제점은 현저한 제한을 초래한다[참조: Sasaki, Japan Display 1986, 62; Nakazono, Int. Dev. Res. Cent. Techn. Rep. IDRC 1997, 65; Naemura,

SID Dig. Techn. Pap. 1989, 242; Fukuoka, AM LCD 1994, 216; Takatori, AM-LCD 97 DIGEST 1997, 53; Takatoh, Polym. Adv., Technol. 11, 413 (2000)].

[0010] 따라서, 매우 적은 이온 함량을 유지하고 열 및 광에 대하여 화학적 안정성을 달성하는 것이 매우 중요한 인자이며, 이를 둘 다는 추가의 이온 형성을 야기한다. 이러한 요구는 실시에서 액티브 매트릭스(즉, TFT 또는 MIM)에 대한 액정 혼합물에서 헤테로 원자, 예를 들면, N, S 또는 심지어 O를 포함하는 물질의 배체를 초래한다[참조: Petrov et al., Liq. Cryst. 19(6), 729 (1995)[CAN 124:101494]; Petrov, Proc. SPIE-Int. Soc. Opt. Eng. (1995), 2408[CAN 123:241500]; Dabrowski, Biul. Wojsk. Akad. Techn. 48(4), 5 (1999)[CAN 131:163227]; Kirsch, Angew. Chem., Int. Ed. 39(23), 4216(2000) 및 이들에 인용된 참조문헌들}. 지금까지, 이는 네마틱에 대하여 성공적이었으나[참조: 독일 공개특허공보 제1 962 9812호, p 12 내지 16], 이러한 헤테로 원자가 부재하는 스멕틱( $S_c$ ) 물질은 거의 없다[참조: Demus et al., Flussige Kristalle in Tabellen, vol. 1 and 2]. 따라서, TFT 적용을 위한 빠른 스위칭 스멕틱의 사용은, 금지되지 않더라도 강하게 제한되고 잠재적으로 유용한 네마틱의 범위가 크게 감소된다.

### 발명의 내용

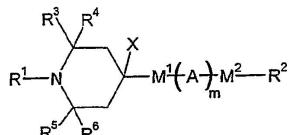
#### 해결 하고자하는 과제

[0011] 따라서, 본 발명의 목적은 헤테로 원자의 포함에 무관하게 매우 높은 저항 또는 보유비를 갖는 액정 혼합물, 특히 키랄 스멕틱, 보다 특히 강유전성 또는 반강유전성(antiferroelectric) 액정 혼합물을 제공하는 것이며, 당해 액정 혼합물은 액티브 매트릭스 패널에 적합한데, 특히 낮은 이온 함량 혼합물의 성능을 유지하면서도 열 또는 광-유도 화학적 응력에 견디는 면에서 액티브 매트릭스 패널에 적합하다.

#### 과제 해결수단

[0012] 본 발명은 액정 혼합물, 특히 키랄 스멕틱 혼합물, 특히 강유전성 또는 반강유전성 액정 혼합물, 가장 특히 화학식 1의 화합물을 하나 이상 포함하는 일안정성 강유전성 액정 혼합물을 제공한다.

#### 화학식 1

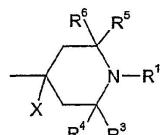


[0013]

[0014] 위의 화학식 1에서,

[0015]  $\text{R}^1$ 은 H, 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알케닐 그룹 [여기서, 각각의 경우, 하나의  $-\text{CH}_2-$  그룹은 사이클로헥실렌-1,4-디일에 의해 대체되거나, 하나 또는 2개의  $-\text{CH}_2-$  그룹은 N에 인접하지 않은 경우  $-0-$ 에 의해 대체될 수 있거나, 하나 또는 2개의  $-\text{CH}_2-$  그룹은  $-\text{C}(=\text{O})-$  또는  $-\text{Si}(\text{CH}_3)_2-$ 에 의해 대체될 수 있고, 알킬 또는 알케닐 그룹의 하나 이상의 H는 F 또는  $\text{CH}_3$ 에 의해 임의로 대체된다]이고,

[0016]  $\text{R}^2$ 는 (a) H 또는 F, (b) 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알케닐 그룹[여기서, 각각의 경우, 하나 또는 2개의  $-\text{CH}_2-$  그룹은  $-0-$ ,  $-\text{C}(=\text{O})\text{O}-$  또는  $-\text{Si}(\text{CH}_3)_2-$ 에 의해 대체될 수 있고, 알킬 또는 알케닐 그룹의 하나 이상의 H는 F 또는  $\text{CH}_3$ 에 의해 대체될 수 있다] 또는 (c) 화학식

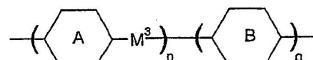


의 라디칼이고(여기서, 각각의 라디칼은 화학식 1에 대해 정의하는 각각의 라디칼과 독립적이다),

[0017]  $\text{R}^3$ ,  $\text{R}^4$ ,  $\text{R}^5$  및  $\text{R}^6$ 은 서로 독립적으로 탄소수 1 내지 8의 알킬 그룹이고,

[0018]  $M^1$  및  $M^2$ 는 서로 독립적으로 단일 결합,  $-OC(=O)$ ,  $-C(=O)O-$ ,  $-OCH_2-$  또는  $-NH-$ 이고,

[0019] A는 (a) 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알칸- $\alpha$ ,  $\omega$ -디일 그룹 또는 탄소수 2 내지 20의 알켄- $\alpha$ ,  $\omega$ -디일 그룹 [ $M^{1/2}$ 에 인접하지 않은 경우, 하나 또는 2개의 인접하지 않은  $-CH_2-$  그룹은  $-O-$ 에 의해 대체될 수도 있다], (b) 화학식  $-C(Y)-$ 의 그룹[여기서, Y는  $CH-Z$ 이고, Z는 1 내지 3개의 할로겐 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬 또는 알킬옥시 그룹에 의해 임의로 치환된 페닐이고, 단, 이때, 화학식 1의  $M^1$  및  $M^2$ 는 각각  $-C(=O)O-$  및  $-OC(=O)-$ 이다], (c) 화학식  $-CHY$ 의 그룹[여기서, Y는  $CH_2-Z$ 이고, Z는 1 내지 3개의 할로겐 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬 또는 알킬옥시 그룹에 의해 임의로 치환된 페닐이고, 단, 이때, 화학식 1의  $M^1$  및  $M^2$ 는 각각  $-C(=O)O-$  및  $-OC(=O)-$ 이다] 또는 (d) 화학식



$-C(=O)O-$  및  $-OC(=O)-$ 이다] 또는 (d) 화학식  $-CH_2-$  및  $-CH_2-$ 은 단일 결합,  $-OC(=O)-$ ,  $-C(=O)O-$ ,  $-OCH_2-$ ,  $-CH_2O-$ ,  $-C\equiv C-$ ,  $-CH_2CH_2-$  또는 2이고, p와 q의 합은 1 이상이고,  $M^3$ 은 단일 결합,  $-OC(=O)-$ ,  $-C(=O)O-$ ,  $-OCH_2-$ ,  $-CH_2O-$ ,  $-C\equiv C-$ ,  $-CH_2CH_2-$  또는

$-CH_2CH_2CH_2CH_2-$ 이고, 라디칼

및

은 서로 독립적으로, 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환될 수 있는 1,4-페닐렌, 하나의 CN,  $CH_3$  또는 F에 의해 임의로 치환될 수 있는 사이클로헥산-1,4-디일, 하나의 F에 의해 임의로 치환된 피리미딘-2,5-디일, 하나의 F에 의해 임의로 치환될 수 있는 피리딘-2,5-디일, 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환될 수 있는 나프탈렌-2,6-디일, 1,2,3,4-테트라하이드로나프탈렌-2,6-디일(방향족 환은 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환된다), 데카하이드로나프탈렌-2,6-디일, 인단-2,5(6)-디일, 플루오렌-2,7-디일, 페난트렌-2,7-디일, 9,10-디하이드로페난트렌-2,7-디일, (1,3,4)티아디아졸-2,5-디일, (1,3)티아졸-2,5-디일, (1,3)티아졸-2,4-디일, 티오펜-2,4-디일, 티오펜-2,5-디일, (1,3)디옥산-2,5-디일, 피페리딘-1,4-디일 또는 피페라진-1,4-디일이다]이고,

[0020] X는 H, OH 또는 탄소수 1 내지 20의 직쇄 또는 측쇄 알킬 또는 알킬옥시 그룹[여기서, 하나 또는 2개의  $-CH_2-$  그룹은  $-O-$ ,  $-C(=O)O-$  또는  $-Si(CH_3)_2-$ 에 의해 대체될 수 있고, 하나 이상의 H는 F 또는  $CH_3$ 에 의해 대체될 수 있다]이고,

[0021] m은 0 또는 1이고,

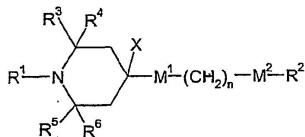
[0022] X와  $M^1-(A)_m-M^2-R^2$ 는 함께 (a) 탄소수 1 내지 15의 알킬 라디칼에 의해 임의로 치환된 4 내지 16원 환 또는 (b) 탄소수 1 내지 15의 알킬 라디칼에 의해 임의로 치환된 서로 독립적으로 4 내지 16원인 2개의 직접 결합되거나 스피로 결합된 환의 조합을 구성할 수 있다(여기서, 위에서 언급된 세 개의 환은 각각의 경우, 서로 독립적으로 카보사이클 또는 B, N, O 또는 S 헤테로 원자를 포함하는 카보사이클이다).

[0023] 바람직하게는, 혼합물은 화학식 1의 화합물 하나 이상을 0.01 내지 10중량% 포함한다.

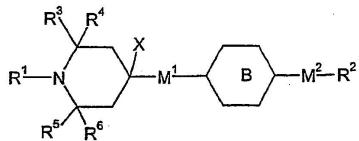
[0024] 특히 바람직하게는, 혼합물은 화학식 1의 화합물 하나 이상을 0.1 내지 5중량% 포함한다.

[0025] 바람직하게는, 혼합물은 화학식 1a 및/또는 화학식 1b 및/또는 화학식 1c 및/또는 화학식 1d의 화합물을 하나 이상 포함한다.

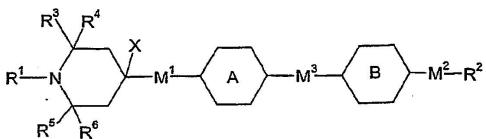
### 화학식 1a



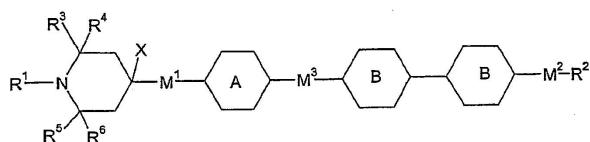
[0026]

**화학식 1b**

[0027]

**화학식 1c**

[0028]

**화학식 1d**

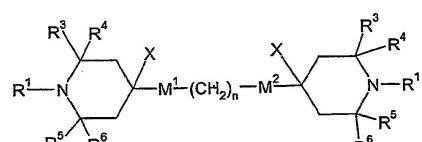
[0029]

[0030] 위의 화학식 1a 내지 1d에서,

[0031] X는 H이고,

[0032]  $\text{R}^1$ 은 H 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬이고,[0033]  $\text{R}^3$ ,  $\text{R}^4$ ,  $\text{R}^5$  및  $\text{R}^6$ 은 각각  $\text{CH}_3\text{o}$ 이다.

[0034] 특히 바람직하게는, 화학식 1aa 및/또는 화학식 1ab 및/또는 화학식 1ba 및/또는 화학식 1bb 및/또는 화학식 1ca 및/또는 화학식 1cb의 화합물을 포함하는 혼합물이다.

**화학식 1aa**

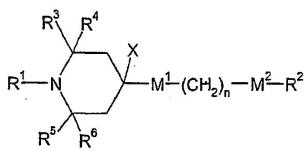
[0035]

[0036] 위의 화학식 1aa에서,

[0037] X는 H이고,

[0038]  $\text{R}^1$ 은 H 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬이고,[0039]  $\text{R}^3$ ,  $\text{R}^4$ ,  $\text{R}^5$  및  $\text{R}^6$ 은 각각  $\text{CH}_3\text{o}$ 고,[0040]  $\text{M}^1$ 은  $-\text{OC}(=\text{O})-\text{o}$ 고,[0041]  $\text{M}^2$ 는  $-\text{C}(=\text{O})\text{O}-\text{o}$ 고,

[0042] n은 4 내지 12이다.

**화학식 1ab**

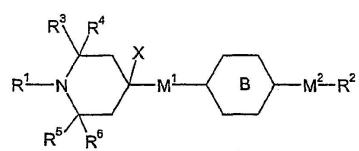
[0043]

[0044] 위의 화학식 1ab에서,

[0045] X는 H이고,

[0046]  $\text{R}^1$ 은 H 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬이고,[0047]  $\text{R}^3$ ,  $\text{R}^4$ ,  $\text{R}^5$  및  $\text{R}^6$ 은 각각  $\text{CH}_3$ 이고,[0048]  $\text{R}^2$ 는  $\text{H}$ 이고,[0049]  $\text{M}^1$ 은  $-\text{OC}(=\text{O})-\text{O}$ 이고,[0050]  $\text{M}^2$ 는 단일 결합이고,

[0051] n은 8 내지 20이다.

**화학식 1ba**

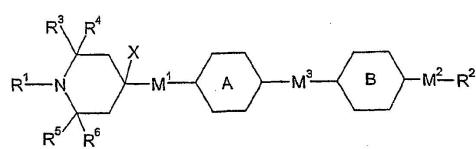
[0052]

[0053] 위의 화학식 1ba에서,

[0054] X는 H이고,

[0055]  $\text{R}^1$ 은 H 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬이고,[0056]  $\text{R}^3$ ,  $\text{R}^4$ ,  $\text{R}^5$  및  $\text{R}^6$ 은 각각  $\text{CH}_3$ 이고,[0057]  $\text{R}^2$ 는 H 또는 탄소수 1 내지 16의 알킬 또는 알킬옥시 그룹[여기서, 하나 또는 2개의  $-\text{CH}_2-$  그룹은  $-\text{O}-$ ,  $-\text{OC}(=\text{O})-$  또는  $-\text{Si}(\text{CH}_3)_2-$ 에 의해 대체될 수 있고, 하나 이상의 H는 F 또는  $\text{CH}_3$ 에 의해 대체될 수 있다]이고,[0058]  $\text{M}^1$ 은  $-\text{OC}(=\text{O})-\text{O}$ 이고,[0059]  $\text{M}^2$ 는 단일 결합이고,

[0060] 라디칼 은 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌, 사이클로헥실렌-1,4-디일, 피리미딘-2,5-디일 또는 피리딘-2,5-디일이다.

**화학식 1ca**

[0061]

[0062] 위의 화학식 1ca에서,

[0063] X는 H이고,

[0064] R<sup>1</sup>은 H 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬이고,

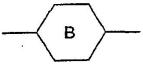
[0065] R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup> 및 R<sup>6</sup>은 각각 CH<sub>3</sub>이고,

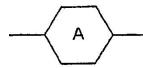
[0066] R<sup>2</sup>는 H 또는 탄소수 1 내지 16의 알킬 또는 알킬옥시 그룹[여기서, 하나 또는 2개의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 -O-, -OC(=O)- 또는 -Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-에 의해 대체될 수 있고, 하나 이상의 H는 F 또는 CH<sub>3</sub>에 의해 대체될 수 있다]이고,

[0067] M<sup>1</sup>은 -OC(=O)-o이고,

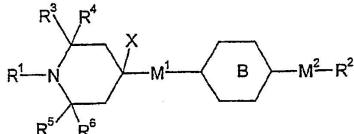
[0068] M<sup>2</sup>는 단일 결합이고,

[0069] M<sup>3</sup>은 단일 결합, -OC(=O)- 또는 -OCH<sub>2</sub>-o고,

[0070] 라디칼  은 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌, 사이클로헥실렌-1,4-디일, 피리미딘-2,5-디일 또는 피리딘-2,5-디일이고,

[0071] 라디칼  은 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌, 사이클로헥실렌-1,4-디일, 피리미딘-2,5-디일 또는 피리딘-2,5-디일이다.

### 화학식 1bb



[0072]

위의 화학식 1bb에서,

[0073]

X는 H이고,

[0074]

R<sup>1</sup>은 H 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬이고,

[0075]

R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup> 및 R<sup>6</sup>은 각각 CH<sub>3</sub>이고,

[0076]

R<sup>2</sup>는 H 또는 탄소수 1 내지 16의 알킬 또는 알킬옥시 그룹[여기서, 하나 또는 2개의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 -O-, -OC(=O)- 또는 -Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-에 의해 대체될 수 있고, 하나 이상의 H는 F 또는 CH<sub>3</sub>에 의해 대체될 수 있다]이고,

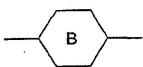
[0077]

M<sup>1</sup>은 단일 결합이고,

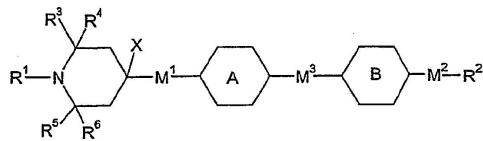
[0078]

M<sup>2</sup>는 단일 결합이고,

[0079]

[0080] 라디칼  은 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌 또는 사이클로헥실렌-1,4-디일이다.

### 화학식 1cb



[0081]

[0082] 위의 화학식 1cb에서,

[0083]

X는 H이고,

[0084]

R<sup>1</sup>은 H 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬이고,

[0085]

R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup> 및 R<sup>6</sup>은 각각 CH<sub>3</sub>이고,

[0086]

R<sup>2</sup>는 H 또는 탄소수 1 내지 16의 알킬 또는 알킬옥시 그룹[여기서, 하나 또는 2개의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 -O-, -OC(=O)- 또는 -Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-에 의해 대체될 수 있고, 하나 이상의 H는 F 또는 CH<sub>3</sub>에 의해 대체될 수 있다]이고,

[0087]

M<sup>1</sup>은 단일 결합이고,

[0088]

M<sup>2</sup>는 단일 결합이고,

[0089]

M<sup>3</sup>은 단일 결합이고,

[0090]

라디칼 은 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌 또는 사이클로헥실렌-1,4-디일이고,

[0091]

라디칼 은 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌 또는 사이클로헥실렌-1,4-디일이다.

[0092]

몇몇 화학식 1의 화합물은 시판되고 있다. 시판되지 않는 화학식 1 및 2의 화합물 또는 신규한 화학식 1, 2, 3 및 4의 화합물의 합성은 각각 문헌[참조: Dagonneau et al., Synthesis 1984, pp. 895-916[CAN 103:37294]; Rozantsev et al., ACS Symp. Ser. (1985), 280(Polym. Stab. Degrad.), pp. 11-35[CAN 103:142668]과 유사하게 수행한다.

[0093]

특히, 시판되는 2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘-4-온 및 4-하이드록시-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘은 신규한 화학식 1, 2, 3 및 4의 화합물의 전구체로서 작용할 수 있다.

[0094]

예를 들면, M<sup>1</sup> 및 M<sup>2</sup>가 단일 결합이고, R<sup>2</sup>가 탄소수 1 내지 20의 알킬 그룹인 화학식 1a의 화합물은 2,2,6,6-테트라메틸-4-피페리돈을 문헌[참조: Skowronski et al., Pol. J. Chem. 54, 195, 1980]과 유사하게 알킬 마그네슘 할라이드와 반응시켜 4-알킬-4-하이드록시-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘을 제공하고, 이를 탈수시켜 3,4-데하이드로-4-알킬-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘(화학식 4에 상응함)을 수득한 다음, 예를 들면, 독일 공개특허공보 제2258086호와 유사하게 연속 수소화시킴으로써 수득할 수 있다. 또는, 위티그(Wittig) 시약을, 예를 들면, 문헌[참조: Collum et al., J. Am. Chem. Soc. 113, 9575 (1991)]과 유사하게 제1 단계에 적용시킬 수 있다.

[0095]

예를 들면, M<sup>1</sup>이 -OC(=O)-인 화학식 1a의 화합물은 4-하이드록시-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘을 미국 특허 제4 038 280호의 실시예 14와 유사하게 적합한 카복실산 유도체 X-C(=O)(CH<sub>2</sub>)-M<sup>2</sup>-R<sup>2</sup>(여기서, X는 Cl, Br 또는 OH이다)로 에스테르화하여 수득할 수 있다.

[0096]

예를 들면, M<sup>1</sup>이 -OC(=O)-이고, M<sup>2</sup>가 -C(=O)O-인 화학식 1aa의 화합물은 4-하이드록시-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘을 미국 특허 제4 038 280호의 실시예 14와 유사하게 적합한 카복실산 유도체 X-C(=O)(CH<sub>2</sub>)C(=O)X(여기서,

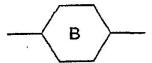
X는 Cl, Br 또는 OH이다)로 에스테르화하여 수득할 수 있다.

[0097] 예를 들면, M<sup>1</sup>이 단일 결합이고, M<sup>2</sup>가 -OCH<sub>2</sub>-이고, R<sup>2</sup>가 탄소수 1 내지 20의 알킬 그룹이고, 라디칼



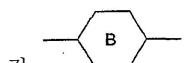
이 1,4-페닐렌인 화학식 1b의 화합물은 2,2,6,6-테트라메틸피페리딘-4-온을 소련연방 공개특허공보 제631 516호(캐나다 공개특허공보 제90:54839호)와 유사하게 폐놀과 반응시켜 3,4-데하이드로-4-(4-하이드록시페닐)-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘을 제공하고, 이를 독일 공개특허공보 제2 258 086호와 유사하게 4-(4-하이드록시페닐)-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘으로 수소화시킴으로써 수득할 수 있다. 이 물질을 미국 특허 제4 038 280호의 실시예 25와 유사하게 적합한 알킬 할라이드 X-R<sup>2</sup>(여기서, X는 할라이드, 토실레이트 또는 메실레이트이고, R<sup>2</sup>는 H 또는 F가 아니다)와 반응시켜 상기 언급된 화학식 1b의 화합물로 전환시킬 수 있다.

[0098] 예를 들면, M<sup>1</sup>이 단일 결합이고, M<sup>2</sup>가 -OC(=O)-이고, R<sup>2</sup>가 탄소수 1 내지 20의 알킬 그룹이고, 라디칼



이 1,4-페닐렌인 화학식 1b의 화합물은 상기 언급된 4-(4-하이드록시페닐)-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘으로부터 미국 특허 제4 038 280호의 실시예 14와 유사하게 적합한 카복실산 유도체 X-C(=O)-R<sup>2</sup>(여기서, X는 Cl, Br 또는 OH이고, R<sup>2</sup>는 H 또는 F가 아니다)로 에스테르화시켜 수득할 수 있다.

[0099] 예를 들면, M<sup>1</sup>이 단일 결합이고, M<sup>2</sup>가 -OC(=O)- 또는 -OCH<sub>2</sub>-이고, R<sup>2</sup>가 탄소수 1 내지 20의 알킬 그룹이고, 라디칼

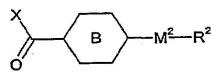


이 사이클로헥실-1,4-디일인 화학식 1b의 화합물은 상기 언급된 4-(4-하이드록시페닐)-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘으로부터 독일 공개특허공보 제2 415 818호와 유사하게 수소화시켜 4-(4-하이드록시사이클로헥실)-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘을 수득하고, 이어서 미국 특허 제4 038 280호의 실시예 14 및 25와 유사하게 적합한 산 할라이드 X-R<sup>2</sup>(여기서, X는 할라이드, 토실레이트 또는 메실레이트이고, R<sup>2</sup>는 H 또는 F가 아니다)로 에테르화시키거나 적합한 카복실산 유도체 X-C(=O)-R<sup>2</sup>(여기서, X는 Cl, Br 또는 OH이고, R<sup>2</sup>는 H 또는 F가 아니다)로 에스테르화시켜 수득할 수 있다.

[0100] 예를 들면, M<sup>1</sup>이 단일 결합이고, M<sup>3</sup>이 -OC(=O)-이고, R<sup>2</sup>가 H, F 또는 탄소수 1 내지 20의 알킬 그룹이고, 라디칼



이 1,4-페닐렌 또는 사이클로헥실-1,4-디일이고, 라디칼 이 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌, 하나의 CN, CH<sub>3</sub> 또는 F에 의해 임의로 치환된 사이클로헥실-1,4-디일, 피리미딘-2,5-디일, 피리딘-2,5-디일, 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환된 나프탈린-2,6-디일, 티오펜-2,4-디일 또는 티오펜-2,5-디일인 화학식 1c의 화합물은 상기 언급된 4-(4-하이드록시페닐)-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘 및 4-(4-하이드록시사이클로헥실)-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘을, 예를 들면, 미국 특허 제4 038 280호의 실시

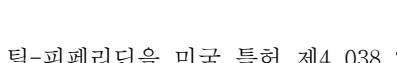


예 14와 유사하게 각각 화학식 의 잔기(여기서, X는 F, Cl, Br 또는 OH이다)로 에스테르화시켜 수득할 수 있다.

[0101] 예를 들면, M<sup>1</sup>이 단일 결합이고, M<sup>3</sup>이 -OCH<sub>2</sub>-이고, 라디칼 이 1,4-페닐렌 또는 사이클로헥실-



1,4-디일이고, 라디칼 이 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌, 하나의 CN, CH<sub>3</sub> 또는 F에 의해 임의로 치환된 사이클로헥실-1,4-디일, 피리미딘-2,5-디일, 피리딘-2,5-디일, 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환된 나프탈린-2,6-디일, 티오펜-2,4-디일 또는 티오펜-2,5-디일인 화학식 1c의 화합물은 상기 언급된 4-(4-하이드록시페닐)-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘 및 4-(4-하이드록시사이클로헥실)-2,2,6,6-테트라메



틸-피페리딘을 미국 특허 제4 038 280호의 실시예 25와 유사하게 각각 화학식 의 잔기(여기

서, X는 Cl, Br, 토실레이트 또는 메실레이트이다)로 에테르화시켜 수득할 수 있다.

[0102] 예를 들면, M<sup>1</sup>이 단일 결합이고, M<sup>3</sup>이 단일 결합이고, R<sup>2</sup>가 H, F 또는 탄소수 1 내지 20의 알킬 그룹이고, 라디

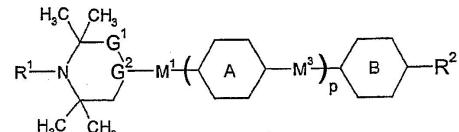
칼  이 1,4-페닐렌 또는 사이클로헥실-1,4-디일이고, 라디칼  이 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌, 하나의 CN, CH<sub>3</sub> 또는 F에 의해 임의로 치환된 사이클로헥실-1,4-디일, 피리미딘-2,5-디일, 피리딘-2,5-디일, 1, 2 또는 3개의 F에 의해 임의로 치환된 나프탈린-2,6-디일, 티오펜-2,4-디일 또는 티오펜-2,5-디일인 화학식 1c의 화합물은 상기 언급된 4-(4-하이드록시-페닐)-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘 및 4-(4-하이드록시사이클로헥실)-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘을 각각 적합한 유도체(예: 트리플레이트)로

전환시킨 후, 화학식  $X-\text{B}-M^2-R^2$ 의 잔기(여기서, X는 ClMg-, BrMg-, IMg-, Li-, ClZn- 또는 (HO)<sub>2</sub>B-○|다)로 아릴-(사이클로헥실)-아릴 커플링 반응시켜 수득할 수 있다[참조: Poetsch, Kontakte (Darmstadt), 1988 (2), p 15].

[0103] 예를 들면, 화학식 1d의 화합물은 상기 제공된 모든 변형법으로 화학식 1c의 화합물과 유사하게 수득할 수 있다.

[0104] 본 발명의 추가의 목적은 화학식 2의 화합물을 제공하고, 또한 화학식 1 또는 화학식 2의 화합물을 하나 이상 포함하는 네마틱 액정 혼합물을 제공하는 것이다. 바람직하게는, 혼합물은 화학식 1 및/또는 화학식 2의 화합물 하나 이상을 0.05 내지 5% 포함한다. 화학식 2의 화합물 하나 이상을 0.05 내지 5% 포함하는 혼합물이 특히 바람직하다.

## 화학식 2



[0105]

[0106] 위의 화학식 2에서,

[0107] R<sup>1</sup>은 H 또는 탄소수 1 내지 12의 알킬이고,

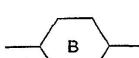
[0108] R<sup>2</sup>는 H, 탄소수 1 내지 16의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 16의 직쇄 또는 측쇄 알케닐 그룹 [여기서, 각각의 경우, 하나의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 -O-에 의해 대체될 수 있고, 하나 이상의 H는 F에 의해 대체될 수 있다]이고,

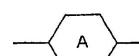
[0109] M<sup>1</sup>은 -OC(=O)- 또는 단일 결합이고,

[0110] M<sup>3</sup>은 단일 결합이고,

[0111] G<sup>1</sup>-G<sup>2</sup>는 -CH<sub>2</sub>-CH- 또는 -CH=C-이고,

[0112] p는 0 또는 1이고,

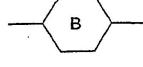
[0113] 라디칼  은 1 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌, 사이클로헥실렌-4,4'-디일, 환 당 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 비페닐-4,4'-디일, 1,1'-사이클로헥실-페닐-4,4'-디일(여기서, 페닐 잔기는 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된다), 1,1'-페닐사이클로헥실-4,4'-디일(여기서, 페닐 잔기는 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된다) 또는 1,1'-비사이클로헥실-4,4'-디일이고,

[0114] 라디칼  은 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌 또는 사이클로헥실렌-1,4-디일이

고,

[0115] 단, (a) p가 1인 경우, R<sup>2</sup>는 H이고,

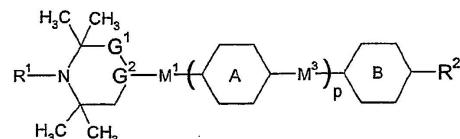
[0116] (b) p가 0인 경우, R<sup>2</sup>는 탄소수 1 내지 16의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 16의 직쇄 또는 측

쇄 알케닐 그룹이고 라디칼  은 사이클로헥실렌-1,4-디일이고,

[0117] (c) M<sup>1</sup>이 단일 결합인 경우에만, -G<sup>1</sup>-G<sup>2</sup>는 -CH=C-일 수 있다.

[0118] 본 발명의 추가의 목적은 화학식 3의 화합물을 제공하고, 또한 화학식 3의 화합물 하나 이상을 포함하는 키랄 스메틱 액정 혼합물을 제공하는 것이다. 바람직하게는, 혼합물은 화학식 3의 화합물 하나 이상을 0.05 내지 5% 포함한다.

### 화학식 3



[0119]

[0120] 위의 화학식 3에서,

[0121]

R<sup>1</sup>은 H 또는 탄소수 1 내지 12의 알킬이고,

[0122]

R<sup>2</sup>는 H, 탄소수 1 내지 16의 직쇄 또는 측쇄 알킬 그룹 또는 탄소수 2 내지 16의 직쇄 또는 측쇄 알케닐 그룹 [여기서, 각각의 경우, 하나의 -CH<sub>2</sub>- 그룹은 -O-에 의해 대체될 수 있고, 하나 이상의 H는 F에 의해 대체될 수 있다]이고,

[0123]

M<sup>1</sup>은 -OC(=O)- 또는 단일 결합이고,

[0124]

M<sup>3</sup>은 단일 결합이고,

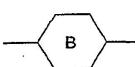
[0125]

G<sup>1</sup>-G<sup>2</sup>는 -CH<sub>2</sub>-CH- 또는 -CH=C-이고,

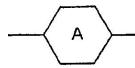
[0126]

p는 0 또는 1이고,

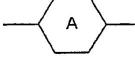
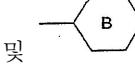
[0127]

라디칼  은 피리미딘-2,5-디일, N에 대하여 오르토 위치에서 F에 의해 치환된 피리딘-2,5-디일, 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌, 사이클로헥실렌-1,4-디일, 환당 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 비페닐-4,4'-디일, 1,1'-사이클로헥실페닐-4,4'-디일(여기서, 페닐 잔기는 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된다), 1,1'-페닐사이클로헥실-4,4'-디일(여기서, 페닐 잔기는 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된다) 또는 1,1'-비사이클로헥실-4,4'-디일이고,

[0128]

라디칼  은 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 1,4-페닐렌, 사이클로헥실렌-1,4-디일, 환당 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된 비페닐-4,4'-디일, 1,1'-사이클로헥실페닐-4,4'-디일(여기서, 페닐 잔기는 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된다), 1,1'-페닐사이클로헥실-4,4'-디일(여기서, 페닐 잔기는 하나 또는 2개의 F에 의해 임의로 치환된다), 1,1'-비사이클로헥실-4,4'-디일, 피리미딘-2,5-디일 또는 N에 대하여 오르토 위치에서 F에 의해 임의로 치환된 피리딘-2,5-디일이고,

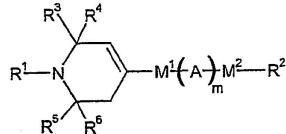
[0129]

단, (a) 라디칼  및  중의 하나는 피리미딘-2,5-디일 또는 N에 대하여 오르토 위치에 서 F에 의해 임의로 치환된 피리딘-2,5-디일이고,

[0130] (b) M<sup>1</sup>이 단일 결합인 경우에만, -G<sup>1</sup>-G<sup>2</sup>는 -CH=C-일 수 있다.

[0131] 본 발명의 또 다른 목적은 화학식 4의 화합물을 하나 이상 포함하는, 액정 혼합물을 제공하는 것이다.

#### 화학식 4



[0132]

위의 화학식 4에서,

[0134] R<sup>1</sup> 내지 R<sup>6</sup>, A, M<sup>2</sup> 및 m은 화학식 1에서 정의한 바와 같고,

[0135] M<sup>1</sup>은 단일 결합이다.

[0136] 본 발명의 또 다른 목적은 액정 디스플레이 장치, 특히 위에서 기술된 혼합물을 사용하는 액티브 매트릭스 패널에서 작동되는 액정 디스플레이 장치를 제공하는 것이다.

[0137] 본 발명의 또 다른 목적은 키랄 스멕틱 액정 디스플레이 장치, 특히 위에서 기술된 혼합물을 사용하는 액티브 매트릭스 패널에서 작동되는 키랄 스멕틱 액정 디스플레이 장치를 제공하는 것이다.

[0138] 본 발명의 또 다른 목적은 강유전성 액정 디스플레이 장치, 특히 위에서 기술된 혼합물을 사용하는 액티브 매트릭스 패널에서 작동되는 강유전성 액정 디스플레이 장치를 제공하는 것이다. 바람직하게는, 이러한 디스플레이 는 일안정성 강유전성 디스플레이, 예를 들면, 하프-V-형, CDR 또는 짧은 피치 FLC 디스플레이이다.

[0139] 본 발명의 또 다른 목적은 반강유전성 액정 디스플레이 장치, 특히 위에서 기술된 혼합물을 사용하는 액티브 매트릭스 패널에서 작동되는 반강유전성 액정 디스플레이 장치를 제공하는 것이다. 바람직하게는, 이러한 디스플레이 는 일안정성 항강유전성 디스플레이, 예를 들면, 소위 "V-형" 모드이다.

[0140] 본 발명의 또 다른 목적은 네마틱 액정 디스플레이 장치, 특히 위에서 기술된 혼합물을 사용하는 액티브 매트릭스 패널에서 작동되는 네마틱 액정 디스플레이 장치를 제공하는 것이다.

[0141] 본 발명의 또 다른 목적은 액정 디스플레이 장치, 특히 액정이 키랄 스멕틱, 특히 일안정성 키랄 스멕틱 모드 인 경우, 특히 액티브 매트릭스 패널에서 작동되는 액정 디스플레이 장치에서 위에서 기술된 혼합물의 용도 이다.

[0142] 본 발명에 따르는 액정 혼합물은 그 자체가 통상적인 방법으로 제조한다. 일반적으로, 성분들을 유리하게는 승 온에서 다른 성분에 용해시킨다.

[0143] 본 발명에 따르는 액정 혼합물은 일반적으로 2개 이상, 바람직하게는 5개 이상, 특히 8개 이상의 화합물을 포함 한다.

[0144] 화학식 1, 2, 3 또는 4의 화합물 이외에 본 발명에 따르는 혼합물을 구성할 수 있는 LC 성분에 대하여 독일 공 개특허공보 제1 985 7352호 또는 제1 962 9812호(p. 12 내지 16)를 참조한다.

[0145] 본 발명에 따르는 혼합물의 임의의 추가 성분은 광 안정성을 증가시키는 물질(UV 안정제, 예를 들면, "벤조페논" 또는 "벤조트리아졸" 형태)이다. 바람직하게는, 혼합물은 하나 이상의 UV 안정제를 0.01 내지 10중 량% 포함할 수 있다. 하나 이상의 UV 안정제를 0.1 내지 5중량% 함유하는 혼합물이 특히 바람직하다.

[0146] 본 발명에 따르는 혼합물의 임의의 추가 성분은 산화성 분해에 대한 안정성을 증가시키는 물질(산화방지제, 예 를 들면, "입체 장애 폐놀" 형태)이다. 바람직하게는, 혼합물은 하나 이상의 산화방지제를 0.01 내지 10중량% 포함할 수 있으며, 하나 이상의 산화방지제를 0.1 내지 5중량% 포함하는 혼합물이 특히 바람직하다. 임의로, 본 발명에 따르는 혼합물은 안정제와 산화방지제와의 배합물을 포함할 수 있다.

[0147] 본 발명에 따르는 혼합물은 전기-광학 또는 완전 광학 소자, 예를 들면, 디스플레이 소자, 스위칭 소자, 광 모 듀레이터, 셔터, 화상 가공 및/또는 시그널 가공용 소자 또는 일반적으로 비선형 광학 영역에서 사용될 수 있다.

[0148] 본 발명에 따르는 키랄 스멕티 액정 혼합물은 전기-광학 스위칭 및 디스플레이 장치(디스플레이)에 사용하기에 특히 적합하다. 이들 디스플레이는 액정 층이 이의 양면에서 LC 층으로부터 시작하여 하나 이상의 정렬층, 전극들 및 한정 시트(예: 유리)의 순서로 이들 층들에 의해 둘러싸이는 방식으로 통상적으로 구성된다. 또한, 이들은 스페이서, 접착제 프레임, 편광자를 포함하며, 컬러 디스플레이에 있어서는, 얇은 컬러-필터 층들이 순차 배면광 기술로 작동된다. 다른 가능한 부재는 반사방지층, 패시베이션층, 보상층 및 차단층이고, 액티브 매트릭스 디스플레이에서, 전기 비선형 소자, 예를 들면, 박막 트랜지스터(TFTs) 및 금속-절연기-금속(MIM) 소자이다. 액정 디스플레이의 구조는 이미 문헌에 상세하게 기술되어 있다[참조: T. Tsukuda, "TFT/LCD Liquid crystal displays addressed by thin film transistors", Japanese Technology Reviews, 1996 Gordon and Breach, ISBN 2-919875-01-91].

[0149] 또한, 본 발명은 각각 전극 및 이 위에 형성된 정렬층을 포함하는 한 쌍의 기판 사이에 본 발명의 상기 언급된 액정 혼합물을 포함하는 키랄 스멕티 액정(FLC) 디스플레이 장치를 제공한다.

[0150] 바람직한 양태에서, FLC 디스플레이는 액티브 매트릭스 패널에서 일안정성 모드로 작동한다.

[0151] 또한, 본 발명은 각각 전극 및 이 위에 형성된 정렬층을 포함하는 한 쌍의 기판 사이에 본 발명의 상기 언급된 액정 혼합물을 포함하는 네마틱 액정 디스플레이 장치를 제공한다. 바람직한 양태에서, 디스플레이는 ECB 모드(참조: 유럽 공개특허공보 제0474062호), IPS 모드[참조: Kiefer et al., Japan Display '92, S. 547] 또는 VA 모드[참조: Ohmura et al., SID 97 Digest, S. 845]로 작동한다.

[0152] 몇몇 문헌이, 예를 들면, 선행 기술 상태, 본 발명에 사용되는 화합물의 합성 또는 본 발명에 따르는 혼합물의 적용을 기술하기 위해 본원 명세서에서 인용된다. 이들 문헌은 모두 본원에서 참조로 인용된다.

## 효과

[0153] 본 발명은 혼테로 원자의 포함에 무관하게 매우 높은 저항 또는 보유비를 갖는 액정 혼합물, 특히 키랄 스멕티, 보다 특히 강유전성 또는 반강유전성(antiferroelectric) 액정 혼합물을 제공하며, 당해 액정 혼합물은 액티브 매트릭스 패널에 적합한데, 특히 낮은 이온 함량 혼합물의 성능을 유지하면서도 열 또는 광-유도 화학적 응력에 견디는 면에서 액티브 매트릭스 패널에 적합하다.

## 발명의 실시를 위한 구체적인 내용

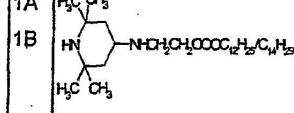
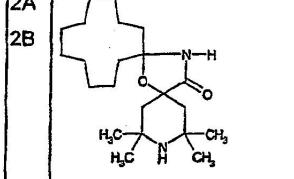
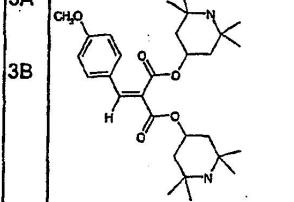
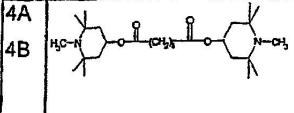
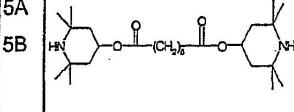
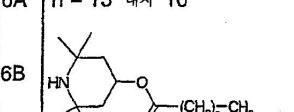
[0154] [실시예]

[0155] 셀 제작

[0156] LQT 120(제조원: Hitachi Kasei)의 용액을 2500rpm에서 스판 피복에 의해 ITO로 유리 기판들에 도포한다. 기판들을 200°C에서 1시간 동안 가열하여 필름을 형성시킨다. 피복된 필름을 한 방향으로 나일론 천으로 러빙한 후, 기판들의 러빙 방향들이 서로에 대해 반대 방향으로 평행한 방식으로 기판들 사이에 두께 2.0μm의 스페이서들을 삽입하여 기판들을 조립해서 셀을 제조한다. 이소트로피 상의 액정 혼합물을 셀에 충전시키고, 점진적으로 냉각시켜 네마틱을 통해 (액정 혼합물이 하나인 경우 스멕티 A 상) 및 스멕티 C 상으로 되게 한 후, 직각파 펄스(60Hz)를 인가 전압을 변화(0 내지 10V)시키면서 25°C에서 셀에 인가하여 액정 혼합물의 특성을 측정한다. 저항 및 이온 유도 자발 편광을 MTR-1 장치(제조원: Toya Technica)에 의해 측정한다.

[0157] 표 1은 소량의 몇몇 형태의 화학식 1의 화합물을 Sc 혼합물 A 및 B에 각각 가하여 수득한 결과를 요약한 것이다. 각각의 참조예 rA/rB[화학식 1의 화합물 부재]과 비교하여 나타낸 바와 같이, 본 발명에 따르는 혼합물은 놀랍게도 저항이 보다 높고 이온 함량이 감소된다. 따라서, 본 발명에 따르는 혼합물은 액티브 매트릭스 장치에 적용할 수 있다.

표 1

실시 예			혼합물 A			혼합물 B		
			증량%	저항 [TΩcm]	이온 함량 [nC/cm <sup>2</sup> ]	증량%	저항 [TΩcm]	이온 함량 [nC/cm <sup>2</sup> ]
rA/ rB	화학식 1의 화합물 부재	상표명	0	8,5	0,44	0	7,1	2,3
1A 1B		Sanduvor 3052Liq.	0,1	>10	<0,1	0,1	7,22	0,24
2A 2B		Hostavin N20 (Sanduvor 3051 PDR)	0,1	>10	<0,1	0,1	>10	0,25
3A 3B		VP Sanduvor PR-31	0,1	>10	<0,1	0,1	3	0,24
4A 4B		TINUVIN□765	1,0	>10	<0,1	1,0	8,4	0,15
5A 5B		TINUVIN□770	1,0	>10	<0,1	1,0	8,2	0,18
6A 6B		LICOVIN 845	0,1	>10	<0,1	0,1	8,0	<0,1

[0158]

실시 예 7

4-하이드록시-2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘을 미국 특허 제4 038 280호와 유사하게 4-옥틸옥시벤조일 클로라이드로 에스테르화하여 2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘-4-(4-옥틸옥시)벤조에이트를 수득한다. 용점 79 내지 81°C.

[0161]

실시 예 8

실시 예 7과 유사하게 4'-옥틸-비페닐-4-일 카복실산 클로라이드로부터 2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘-4-(4'-옥틸비페닐-4-일)카복실레이트를 수득한다. 용점 104 내지 106°C.

[0163]

실시 예 9

실시 예 7과 유사하게 (트란스-4-펜틸사이클로헥실)카복실산 클로라이드로부터 2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘-

4-(트란스-4-펜틸사이클로헥실)카복실레이트를 수득한다. 점성 액체, 방치시 결정화된다. 용점 44 내지 48°C.

[0165] 실시예 10

[0166] 실시예 7과 유사하게 4-(트란스-4-프로필사이클로헥실)벤조일 클로라이드로부터 2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘-4-[4-(트란스-4-프로필사이클로헥실)]벤조에이트를 수득한다.

[0167] 실시예 11

[0168] 실시예 7과 유사하게 4-(5-헥실-피리미딘-2-일)벤조일 클로라이드로부터 2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘-4-[4-(5-헥실-피리미딘-2-일)]벤조에이트를 수득한다.

[0169] 실시예 12

[0170] 실시예 7과 유사하게 [4'-(4-데실옥시)벤조일옥시-비페닐-4-일]카복실산 클로라이드로부터 2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘-4-[4'-(4-데실옥시)벤조일옥시-비페닐-4-일]카복실레이트를 수득한다.

[0171] 실시예 13

[0172] 문헌[참조: RO 92779 B1(CAN 109:171562)]과 유사하게 메틸 4-헥실벤조에이트, 4-하이드록시-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘 및 나트륨 메탄올레이트의 크실렌 용액을 10시간 동안 가열 환류시켜 2,2,6,6-테트라메틸-피페리딘-4-(4-헥실)벤조에이트를 수득한다. 실리카 처리하고, 재결정화하여 순수한 물질을 제공한다. 용점 61 내지 62°C.

[0173] 실시예 14

[0174] 실시예 13과 유사하게 메틸 4'-헵틸비페닐-4-카복실레이트를 4-하이드록시-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘과 반응 시켜 2,2,6,6-테트라메틸피페리딘-4-(4'-헵틸비페닐-4-일)카복실레이트를 수득한다. 용점 106 내지 107°C.

[0175] 실시예 15

[0176] 문헌[참조: Skowronski et al., Pol. J. Chem. 54, 195, (1980)]과 유사하게 테트라하이드로푸란 중에서 1,2,2,6,6-펜타메틸-피페리딘-4-온을 4-(트란스-4-프로필사이클로헥실)브로모벤젠으로부터 제조된 그리나드 시약과 반응시키고, 조 반응 생성물을 공비탈수시켜 3,4-데하이드로-1,2,2,6,6-펜타메틸-4-[트란스-4-(4-프로필사이클로헥실)페닐]피페리딘을 수득한 다음, 테트라하이드로푸란 속에서 주위 온도 및 대기압에서 Pd/C에 촉매되는 수소화를 수행하고, 실리카 처리하여 1,2,2,6,6-펜타메틸-4-[트란스-4-(4-프로필사이클로헥실)페닐]피페리딘을 점성 액체로서 수득한다.

[0177]  $^1\text{H-NMR}$ (300MHz,  $\text{CDCl}_3/\text{DMSO}/\text{TMS}$ )  $\delta = 7.18(\text{m}, 4\text{H}), 2.65\text{--}2.49(\text{m}, 2\text{H}), 2.24(\text{s}, 3\text{H}), 1.95\text{--}1.80(\text{m}, 6\text{H}), 1.55\text{--}1.15(\text{m}, 9\text{H}), 1.12\text{--}0.98(\text{m}, 14\text{H}), 0.91(\text{t}, 3\text{H})$ .

[0178] 표 2는 소량의 몇몇 형태의 화학식 1의 화합물을 다음 S<sub>c</sub> 혼합물 중의 하나에 가하여 수득한 결과(실시예 1 내지 6의 장비 및 방법을 사용하여 달성)를 요약한 것이다:

[0179] M1{5-알킬-2-(4-알킬옥시페닐)피리미딘을 기본으로 하는 비키랄 블록 혼합물},

[0180] M2(페닐피리미딘의 유도체를 기본으로 하는 키랄 혼합물),

[0181] M3b(페닐피리미딘, 불화 비페닐 및 불화 터페닐 및 황 헤테로사이클의 에스테르 및 에테르 유도체를 기본으로 하는 비키랄 다성분 혼합물),

[0182] M3(M3b와 유사함, 그러나, 키랄 도판트 부가함).

표 2

실시예	조건	혼합물	이온 함량 [ $\text{nC}/\text{cm}^2$ ]				
			0시간 저장	100시간 저장	200시간 저장	300시간 저장	500시간 저장
참조	20V, 5Hz	M1	< 0.01	0.3	0.35	0.48	0.25
16	20V, 5Hz	M1 + 5% 실시예 13	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
참조	20V, 5Hz	M3b	0.21	4.69	4.36	4.37	4.32
17	20V, 5Hz	M3b + 0.1% 실시예 13	0.17	0.3	0.48	0.47	0.54
18	20V, 5Hz	M3b + 0.2% 실시예 13	0.08	0.23	0.23	0.25	0.27
19	20V, 5Hz	M3b + 0.4% 실시예 13	0.16	0.23	0.2	0.22	0.25
참조	5V, 0.1Hz	M4	0	2.56	7.57	3.48	6.33
20	5V, 0.1Hz	M4 + 0.4% 실시예 13	< 0.01	< 0.01	0.12	0.22	0.17
참조	5V, 0.1Hz	M2	0.2	8.18	10.93	9.49	6.43
21	5V, 0.1Hz	M2 + 0.4% 실시예 13	< 0.01	< 0.01	0.08	0.48	0.73
22	5V, 0.1Hz	M2 + 0.2% 실시예 14	< 0.01	1.76	2.37	2.08	1.87
23	5V, 0.1Hz	M2 + 0.4% 실시예 14	< 0.01	1.14	1.57	1.41	데이터 없음
24	5V, 0.1Hz	M4 + 0.2% 실시예 14	< 0.01	1.91	2.71	2.79	2.94
25	5V, 0.1Hz	M4 + 0.4% 실시예 14	< 0.01	2.02	2.80	3.09	2.91

[0184] 각각의 참조 실시예[화학식 1의 화합물 부재]와 비교하여 알 수 있는 바와 같이, 본 발명에 따르는 혼합물은 놀랍게도 장기간에 걸쳐 상당히 낮은 이온 함량 [ $\text{nC}/\text{cm}^2$ ]을 나타낸다.