



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년02월11일  
(11) 등록번호 10-2069008  
(24) 등록일자 2020년01월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C07C 15/54 (2006.01) C07C 17/269 (2006.01)  
C07C 25/13 (2006.01) C09K 19/18 (2006.01)  
C09K 19/32 (2006.01) C09K 19/34 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
C07C 15/54 (2013.01)  
C07C 17/269 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2015-7010141  
(22) 출원일자(국제) 2013년09월03일  
심사청구일자 2018년08월24일  
(85) 번역문제출일자 2015년04월20일  
(65) 공개번호 10-2015-0058448  
(43) 공개일자 2015년05월28일  
(86) 국제출원번호 PCT/EP2013/002642  
(87) 국제공개번호 WO 2014/044357  
국제공개일자 2014년03월27일  
(30) 우선권주장  
12006651.9 2012년09월21일  
유럽특허청(EPO)(EP)  
(56) 선행기술조사문헌  
KR1020120100943 A\*  
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자  
메르크 파텐트 게엠베하  
독일 64293 다름스타트 프랑크푸르터 스트라세 250  
(72) 발명자  
브로케 콘스탄제  
독일 64521 그로스-게라우 프랑크푸르터 스트라세 15  
야스퍼 크리스티안  
독일 63500 셀리겐슈타트 단지거 스트라세 5  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
제일특허법인(유)

전체 청구항 수 : 총 12 항

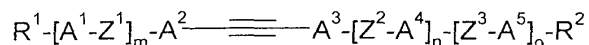
심사관 : 김예훈

(54) 발명의 명칭 C-C 삼중 결합을 갖는 화합물 및 액정 혼합물에서 이의 용도

(57) 요약

본 발명은 중립 유전 이방성을 갖는 화학식 I의 하나 이상의 C-C 삼중 결합을 갖는 화합물, 고주파 구성요소를 위한 이의 용도, 상기 화합물을 포함하는 액정 매질 및 이러한 매질을 포함하는 고주파 구성요소, 특히 안테나, 구체적으로 기가헤르츠 및 테라헤르츠 섹터용 안테나에 관한 것이다. 액정 매질은, 예를 들면 조율할 수 있는 '위상 배열' 안테나에 대한 마이크로파의 상 이동을 제공한다.

[화학식 I]



(52) CPC특허분류

**C07C 25/13** (2013.01)

**C09K 19/18** (2013.01)

**C09K 19/32** (2013.01)

**C09K 19/34** (2013.01)

**C09K 2219/11** (2013.01)

(72) 발명자

**파우루스 데트레프**

독일 64372 오버-람슈타트 쾨니그스베르거 스트라  
세 17

**마나베 아츠타카**

독일 64625 벤스하임 임 프라이악커 14

(56) 선행기술조사문헌

W02011035863 A1\*

W02011047781 A1\*

W02011054425 A1\*

W02012048774 A1\*

W02012069133 A1\*

W02012095139 A1\*

W02012097853 A1\*

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

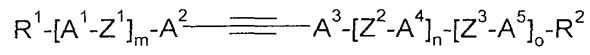
## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

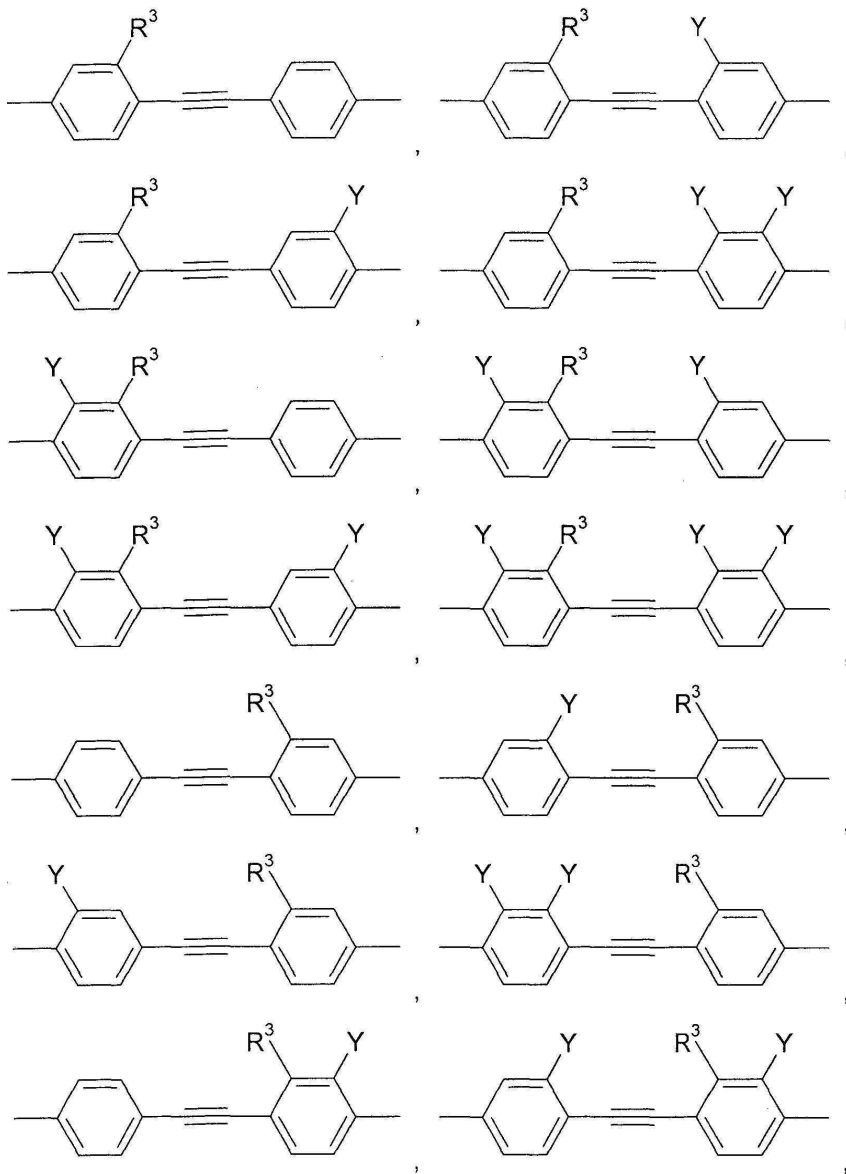
하기 화학식 I의 화합물:

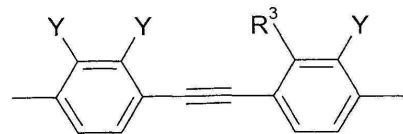
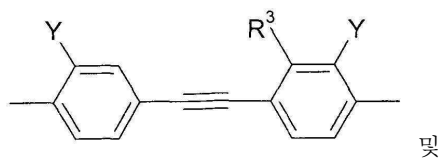
[화학식 I]



상기 식에서,

하위화학식  $-A^2-\equiv-A^3-$ 은 하기 화학식으로 이루어진 군으로부터 선택되고:

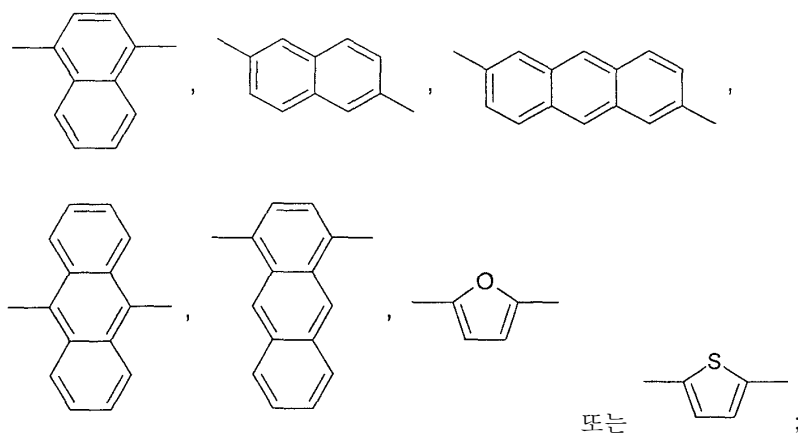




$A^1$ ,  $A^4$  및  $A^5$ 는 서로 독립적으로,

(a) 하나 이상의 CH 기가 N으로 대체될 수 있는 1,4-페닐렌;

(b) 하기 화학식의 라디칼:



(c) 1 또는 2개의 비인접한  $CH_2$  기가 -O- 및/또는 -S-로 대체될 수 있는 트랜스-1,4-사이클로헥실렌 또는 사이클로헥센일렌; 또는

(d) 기 1,4-바이사이클로[2.2.2]옥틸렌, 사이클로부탄-1,3-다이일, 스피로[3.3]헵탄-2,6-다이일, 티오펜-2,5-다이일 및 푸란-2,5-다이일로부터 선택된 라디칼

을 나타내되, 상기 기 (a), (b), (c) 및 (d)에서,

하나 이상의 H 원자는 각각의 경우에 독립적으로 기 Y로 임의적으로 대체되고;

Y는 F를 나타내고;

$R^1$  및  $R^2$ 는 서로 독립적으로 1 내지 15개 탄소 원자를 갖는 할로젠화된 또는 비치환된 알킬 라디칼을 나타내고, 이러한 라디칼에서 하나 이상의  $CH_2$  기는 또한 각각의 경우 서로 독립적으로 O 및 S 원자가 서로 직접 연결되지 않도록  $-C\equiv C-$ ,  $-CH=CH-$ ,  $-CF=CF-$ ,  $-CF=CH-$ ,  $-CH=CF-$ ,  $-(CO)O-$ ,  $-O(CO)-$ ,  $-(CO)-$ ,  $-O-$  또는  $-S-$ 로 대체될 수 있고;

$R^3$ 은  $C_1-C_{10}$  알킬,  $C_2-C_{10}$  알켄일,  $C_1-C_{10}$  알콕시,  $C_3-C_6$  사이클로알킬,  $C_3-C_6$  사이클로알켄일, 또는 모노플루오르화되거나 폴리플루오르화된  $C_1-C_{10}$  알킬 또는 알콕시 기를 나타내고;

$Z^1$ ,  $Z^2$  및  $Z^3$ 은 단일 결합을 나타내고;

m, n 및 o는 서로 독립적으로 0 또는 1을 나타내되,  $(m + n + o)$ 는 2이다.

## 청구항 2

삭제

### 청구항 3

삭제

### 청구항 4

제 1 항에 있어서,

고리 A<sup>1</sup>, A<sup>4</sup> 및 A<sup>5</sup>가 존재하는 경우 각각 임의적으로 치환된 1,4-페닐렌 고리를 나타내는 화합물.

### 청구항 5

제 1 항에 있어서,

m이 0인 화합물.

### 청구항 6

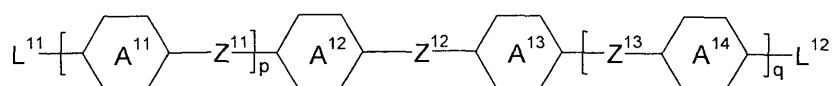
제 1 항에 따른 화학식 I의 화합물을 하나 이상 포함하는 액정 매질.

### 청구항 7

제 6 항에 있어서,

하기 화학식 II의 화합물로부터 선택된 화합물을 하나 이상 추가로 포함하는 액정 매질:

[화학식 II]



상기 식에서,

L<sup>11</sup>은 R<sup>11</sup> 또는 X<sup>11</sup>을 나타내고;

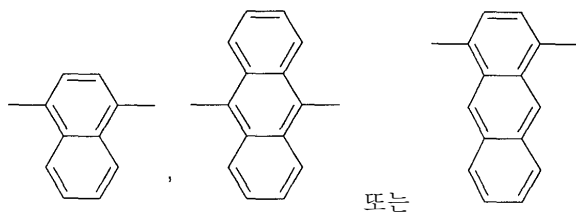
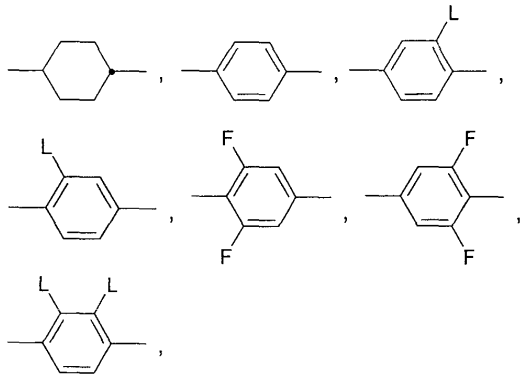
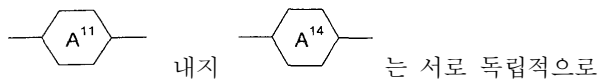
L<sup>12</sup>은 R<sup>12</sup> 또는 X<sup>12</sup>를 나타내고;

R<sup>11</sup> 및 R<sup>12</sup>는 서로 독립적으로 1 내지 17개 탄소 원자를 갖는 비플루오르화된 알킬 또는 비플루오르화된 알콕시, 또는 2 내지 15개 탄소 원자를 갖는 비플루오르화된 알켄일, 비플루오르화된 알킨일, 비플루오르화된 알켄일옥시 또는 비플루오르화된 알콕시알킬을 나타내고;

X<sup>11</sup> 및 X<sup>12</sup>는 서로 독립적으로 F, Cl, Br, CN, NCS, SCN, SF<sub>5</sub>, 1 내지 7개 탄소 원자를 갖는 플루오르화된 알킬 또는 플루오르화된 알콕시, 또는 2 내지 7개 탄소 원자를 갖는 플루오르화된 알켄일, 플루오르화된 알켄일옥시 또는 플루오르화된 알콕시알킬을 나타내고;

p 및 q는 독립적으로 0 또는 1을 나타내고;

Z<sup>11</sup> 내지 Z<sup>13</sup>은 서로 독립적으로 트랜스-CH=CH-, 트랜스-CF=CF-, -C≡C- 또는 단일 결합을 나타내고;



자를 갖는 분지된 또는 비분지된 알킬, 알켄일 또는 알킨일을 나타내고, 또한 하나 이상의  $-\text{CH}_2-$  기는 서로 독립적으로 O로 대체될 수 있거나,  $\text{C}_3-\text{C}_6$  사이클로알킬,  $\text{C}_3-\text{C}_6$  사이클로알켄일, 플루오르화된 알킬 또는 알켄일, 플루오르화된 알콕시 또는 알켄일옥시, F, Cl, Br, CN, NCS, SCN 또는  $\text{SF}_5$ 를 나타낸다.

#### 청구항 8

제 6 항에 있어서,

액정 매질 중 화학식 I의 화합물의 농도가 총 5중량% 내지 95중량%의 범위인 액정 매질.

#### 청구항 9

제 1 항에 따른 화학식 I의 화합물을 함유하는 고주파 기술용 물질로서,

상기 물질이 상 변위기(phase shifter), 버랙터(varactor), 안테나 어레이 또는 매칭 회로 적응 필터(matching circuit adaptive filter)인, 물질.

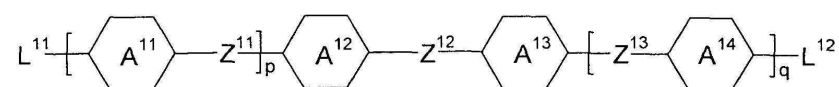
#### 청구항 10

삭제

#### 청구항 11

제 1 항에 따른 화학식 I의 화합물 하나 이상을 하나 이상의 화학식 II의 화합물, 및 임의적으로 안정화제, 키랄 도판트 및 나노입자로부터 선택되는 하나 이상의 첨가제와 혼합하는, 제 6 항에 따른 액정 매질의 제조 방법:

[화학식 II]



상기 식에서,

$\text{L}^{11}$ 은  $\text{R}^{11}$  또는  $\text{X}^{11}$ 을 나타내고;

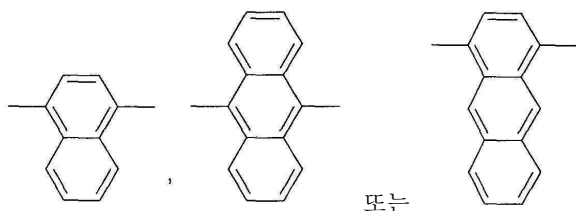
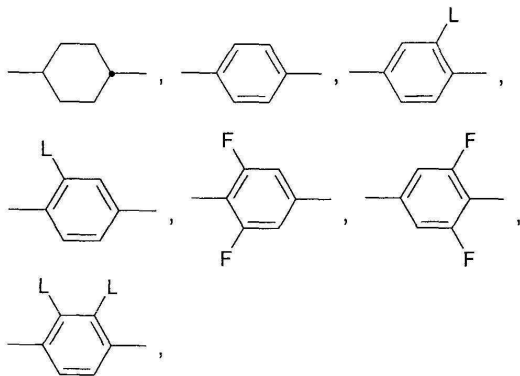
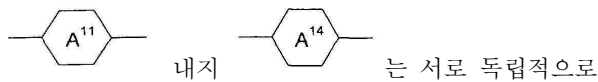
$L^{12}$ 는  $R^{12}$  또는  $X^{12}$ 를 나타내고;

$R^{11}$  및  $R^{12}$ 는 서로 독립적으로 1 내지 17개 탄소 원자를 갖는 비플루오르화된 알킬 또는 비플루오르화된 알콕시, 또는 2 내지 15개 탄소 원자를 갖는 비플루오르화된 알켄일, 비플루오르화된 알킨일, 비플루오르화된 알켄일옥시 또는 비플루오르화된 알콕시알킬을 나타내고;

$X^{11}$  및  $X^{12}$ 는 서로 독립적으로 F, Cl, Br, CN, NCS, SCN,  $SF_5$ , 1 내지 7개 탄소 원자를 갖는 플루오르화된 알킬 또는 플루오르화된 알콕시, 또는 2 내지 7개 탄소 원자를 갖는 플루오르화된 알켄일, 플루오르화된 알켄일옥시 또는 플루오르화된 알콕시알킬을 나타내고;

p 및 q는 독립적으로 0 또는 1을 나타내고;

$Z^{11}$  내지  $Z^{13}$ 은 서로 독립적으로 트랜스- $CH=CH-$ , 트랜스- $CF=CF-$ ,  $-C\equiv C-$  또는 단일 결합을 나타내고;



를 나타내며, 여기서 L은 독립적으로 1 내지 12개 탄소 원자를 갖는 분지된 또는 비분지된 알킬, 알켄일 또는 알킨일을 나타내고, 또한 하나 이상의  $-CH_2-$  기는 서로 독립적으로 0로 대체될 수 있거나,  $C_3-C_6$  사이클로알킬,  $C_3-C_6$  사이클로알켄일, 플루오르화된 알킬 또는 알켄일, 플루오르화된 알콕시 또는 알켄일옥시, F, Cl, Br, CN, NCS, SCN 또는  $SF_5$ 를 나타낸다.

## 청구항 12

제 6 항에 따른 액정 매질을 함유하는 고주파 기술용 물품으로서,  
상기 물품이 상 변위기, 버랙터, 안테나 어레이 또는 매칭 회로 적응 필터인, 물품.

## 청구항 13

제 12 항에 있어서,  
하나 이상의 기능적으로 연결된 상 변위기를 포함하는, 물품.

## 청구항 14

삭제

## 청구항 15

제 12 항 또는 제 13 항에 따른 하나 이상의 물품을 포함하는, 위상 배열 안테나.

## 청구항 16

1-브로모-3-플루오로벤젠을 리튬 다이이소프로필아미드(LDA)를 사용하여 오르토-금속화하고, 이어서 상응하는 알킬 요오다이드를 사용하여 동일 반응계에서 (in situ) 알킬화하는, 2-알킬-1-브로모-3-플루오로벤젠의 제조 방법.

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 발명은 중립 유전 이방성을 갖는 3개 이상의 고리 시스템의쇄 내에 하나 이상의 C-C 삼중 결합을 함유하는 화합물, 고주파 구성요소를 위한 이의 용도, 상기 화합물을 포함하는 액정 매질, 및 상기 매질을 포함하는 고주파 구성요소, 특히 안테나, 특히 기가헤르츠 영역용 안테나에 관한 것이다. 상기 액정 매질은 예를 들면 조율할 수 있는 '위상 배열' 안테나에 대한 마이크로파의 상 이동을 제공한다.

### 배경 기술

[0002] 액정 매질은 정보를 디스플레이하기 위해 전광 디스플레이(액정 디스플레이 - LCD)에서 한동안 사용되었다.

[0003] 그러나, 액정 매질은 최근에 예컨대 DE 10 2004 029 429 A 및 JP 2005-1 20208(A)에서 마이크로파 기술을 위한 구성요소에 사용하기 위해 제안되었다.

[0004] 고주파 기술에서 액정 매질의 산업적으로 가치있는 적용은, 액정 매질의 유전 특성이 가변 전압, 특히 기가헤르츠 영역에 대하여 조절될 수 있는 특성에 기초한다. 따라서, 조율할 수 있는 안테나는 이동부(moving part)를 함유하지 않도록 고안될 수 있다(문헌[A. Gaebler, A. Moessinger, F. Goelden, et al., "Liquid Crystal-Reconfigurable Antenna Concepts for Space Applications at Microwave and Millimeter Waves", International Journal of Antennae and Propagation, Vol. 2009, Article ID 876989, 7 pages, 2009. doi:10.1155/2009/876989]).

[0005] 문헌[A. Penirschke, S. Muller, P. Scheele, C. Weil, M. Wittek, C. Hook and R. Jakoby: "Cavity Perturbation Method for Characterization of Liquid Crystals up to 35 GHz", 34<sup>th</sup> European Microwave Conference - Amsterdam, 545-548]은, 특히, 9 GHz의 주파수에서 공지된 액정 단일 기관 K15(메르크 카게아아(Merck KGaA), 독일 소재)의 특성을 기재한다.

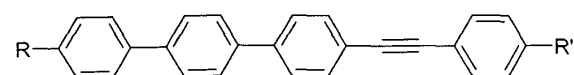
[0006] DE 10 2004 029 429 A(상기 참조)는 마이크로파 기술, 특히 상 변위기(phase shifter)에서 통상적인 액정 매질의 사용을 기재한다. 액정 매질은 이미 상응하는 주파수 범위에서 이의 특성에 관하여 조사되었다.

[0007] 선형 방식으로 배치된 4개 벤젠 고리의쇄 내에 C-C 삼중 결합을 함유하는 화합물은 JP 05-255151 A 및 WO 2009/125721 A1에 개시되어 있다. JP 05-255151 A로부터의 일부 화합물은 플루오르 치환기로 제공되고, 액정 매질의 성분으로서 사용된다. WO 2009/125721 A1에 개시된 화합물은 오직 분자의 말단에서 치환되고 박막 트랜지스터의 구축물로서 제공된다.

[0008] 매우 높은 광학 이방성 및 명백한 양의 값의 유전 이방성을 갖는 액정 화합물은 지금까지 드물다. 이러한 유형의 화합물은 예를 들면 문헌[Shin-Tson Wu et al., Jpn. J. Appl. Phys., 1999, 38, 286-288], 문헌[Shin-Tson Wu. et al., Jpn. J. Appl. Phys., 2000, 39, 38-41], JP 10-45642 A 및 DE 10120024에 개시된 바와 같이 극성 말단 기를 함유하는 특정한 비스톨란이다.

[0009] WO 2009/125721은 유기 박막 트랜지스터에 사용하기 위한 하기 화학식 1의 화합물 및 화학식 2의 화합물을 제안한다:

[0010] [화학식 1]



[0011]

[0012] [상기 식에서,



[0013] R은 H를 나타내고, R'은 1 내지 13개 탄소 원자를 갖는 알킬 또는 CF<sub>3</sub>을 나타내거나;

[0014] R은 메틸을 나타내고, R'은 H 또는 메틸을 나타내거나;

[0015] R 및 R'은 둘다 CF<sub>3</sub>을 나타낸다]

[0016] [화학식 2]



[0017]

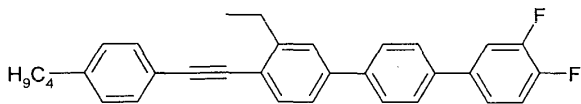
[0018] [상기 식에서,

[0019] R은 H를 나타내고, R'은 메틸을 나타내거나;

[0020] R 및 R'은 둘다 1 내지 8개 탄소 원자를 갖는 알킬을 나타낸다].

[0021] 종전에 출간되지 않은 특허 출원 DE 10 2012 003 876.3은 예를 들면 고주파 기술을 위한 구성요소에 사용하기 위한 말단 극성 기를 함유하는 하기 화학식 3의 화합물을 제안한다:

[0022] [화학식 3]



[0023]

[0024] 그러나, 지금까지 알려진 조성물 또는 개별 화합물은 일반적으로 단점으로 고통받고 있다. 다른 결핍 이외에 이들 대부분은 불리하게 높은 손실 및/또는 불충분한 상 이동 또는 불충분한 재료 품질을 야기한다. 그러나, 예를 들면 일부 개별 화합물은 바람직한 액정 상을 갖지 않고 매우 높은 용점을 갖고, 결국 다른 물질은 충분히 높은 값의  $\Delta n$  및  $\Delta \epsilon$ 가 부족하다.

[0025] 고주파 기술에서 사용하기 위해, 특히 현재까지 특이한 비표준 특성 또는 특성의 조합을 갖는 액정 매질이 요구된다.

[0026] 따라서, 개선된 특성을 갖는 액정 매질에 대한 신규한 구성요소가 필요하다. 특히, 마이크로파 범위에서의 손실은 감소되어야 하고, 재료 품질( $\eta$ )은 개선되어야 한다. 또한, 안테나 기술에서의 적용은 일부 경우에 강하게 변하는 외부 경계 조건, 예컨대 큰 온도차 하에 발생한다. 특히, 구성요소의 저온 거동을 개선할 필요가 있다.

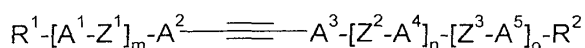
[0027] 따라서, 상응하는 실질적인 적용에 대하여 적합한 특성을 갖는 액정 매질에 대한 상당한 요구가 있다.

### 발명의 내용

[0028] 놀랍게도, 본 발명에 따른 화합물은 낮은 용점 및 높은 등명점(네마틱 상으로부터 등방성 상으로의 전이)을 가짐이 밝혀졌다. 액정 범위에서, 화합물은 주로 네마틱이거나 네마틱 상을 보강한다. 동시에, 광학 이방성( $\Delta n$ )은 높은 값이고, 이로써 예를 들면 고주파 매질로서 사용하기에 매우 적합하게 된다. 본 발명에 따른 화합물에 의해, 광범위한 네마틱 상 범위를 갖고 동시에  $\Delta n$ 에 대한 높은 값 및 유리한 고주파 특성을 갖는 액정 매질을 달성할 수 있음이 밝혀졌다.

[0029] 본 발명은 하기 화학식 I의 화합물에 관한 것이다:

[0030] [화학식 I]

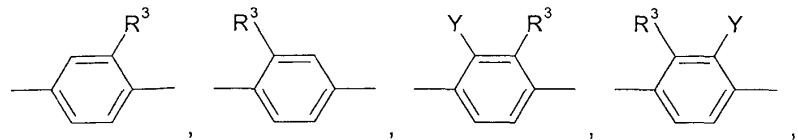


[0031]

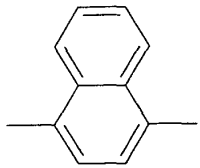
[0032] 상기 식에서,

[0033]

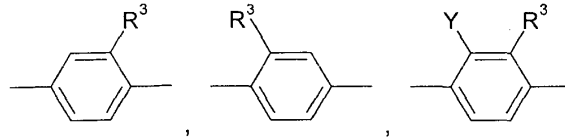
$A^2$  및  $A^3$  중 하나, 바람직하게는  $A^3$ 은



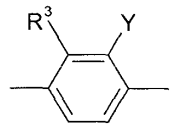
또는



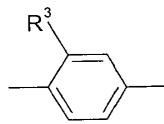
바람직하게는



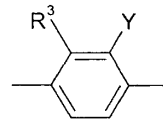
또는



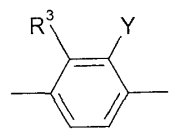
, 특히 바람직하게는



또는



, 매우 특히 바람직하게는



를 나타내고;

[0034]

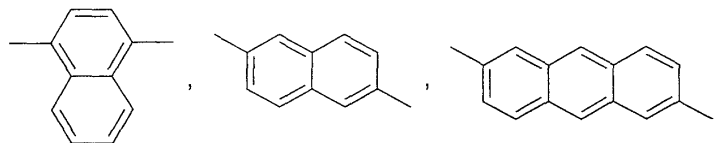
임의적으로 양면에 직면하는,  $A^2$  및  $A^3$  중 나머지 하나,  $A^1$ ,  $A^4$  및  $A^5$ 는 서로 독립적으로,

[0035]

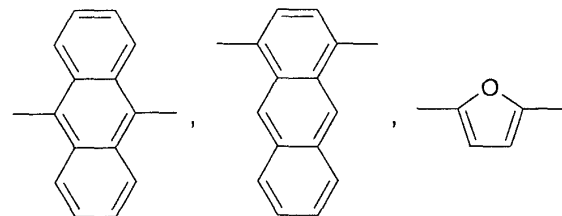
a) 하나 이상, 바람직하게는 1 또는 2개의 CH 기가 N으로 대체될 수 있는 1,4-페닐렌;

[0036]

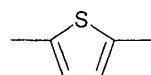
b) 하기 화학식의 라디칼:



[0037]



또는



[0038]

[0039]

c) 1 또는 2개의 비인접한  $CH_2$  기가 또한 -O- 및/또는 -S-로 대체될 수 있고, H가 F로 대체될 수 있는 트랜스-1,4-사이클로헥실렌 또는 사이클로헥센일렌; 또는

[0040]

d) 기 1,4-바이사이클로[2.2.2]옥틸렌, 사이클로부탄-1,3-다이일, 스피로[3.3]헵탄-2,6-다이일, 티오펜-2,4-다이일 및 푸란-2,4-다이일로부터 선택된 라디칼

[0041]

을 나타내되, 상기 기 (a), (b), (c) 및 (d)에서,

[0042]

하나 이상의 H 원자는 각각의 경우에 독립적으로 기 Y로 임의적으로 대체되고;

[0043]

Y는 Br, Cl, F, CN, -NCS, -SCN,  $SF_5$ ,  $C_2-C_{10}$  알켄일,  $C_1-C_{10}$  알콕시,  $C_3-C_6$  사이클로알킬,  $C_3-C_6$  사이클로알켄일, 또는 모노플루오르화된 또는 폴리플루오르화된  $C_1-C_{10}$  알킬 또는 알콕시 기, 바람직하게는 Br, Cl, F, CN, -NCS, -SCN,  $SF_5$ ,  $OCF_3$  또는  $CF_3$ , 특히 바람직하게는 F를 나타내고;

[0044]

$R^1$  및  $R^2$ 는 서로 독립적으로 1 내지 15개 탄소 원자를 갖는 할로젠화된 또는 비치환된 알킬 라디칼을 나타내되, 이러한 라디칼에서 하나 이상의  $CH_2$  기는 또한 서로 독립적으로 O 및 S 원자가 서로 직접 연결되지 않도록  $-C\equiv$

C-, -CH=CH-, -CF=CF-, -CF=CH-, -CH=CF-, -(CO)O-, -O(CO)-, -(CO)-, -O- 또는 -S-로 대체될 수 있고;

[0045]  $R^3$ 은  $C_1-C_{10}$  알킬,  $C_2-C_{10}$  알켄일,  $C_1-C_{10}$  알콕시,  $C_3-C_6$  사이클로알킬,  $C_3-C_6$  사이클로알켄일, 또는 모노플루오르화된 또는 폴리플루오르화된  $C_1-C_{10}$  알킬 또는 알콕시 기를 나타내고;

[0046]  $Z^1$ ,  $Z^2$  및  $Z^3$ 은 서로 독립적으로 단일 결합, -C≡C-, -CH=CH-, -CH<sub>2</sub>O-, -(CO)O-, -CF<sub>2</sub>O-, -CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-, -CH=CF- 또는 -CF=CF-를 나타내되, 비대칭적 가교는 양면으로 배향될 수 있고;

[0047] m, n 및 o는 독립적으로 0 또는 1을 나타내되, (m + n + o)는 1, 2 또는 3, 바람직하게는 2 또는 3, 특히 바람직하게는 2이다.

[0048] 고리 A<sup>1</sup> 내지 A<sup>5</sup>의 상응하는 고리 사이에 식 -C(H/F)=CF-의 기 Z<sup>1</sup> 내지 Z<sup>3</sup>에서 임의적인 이중 결합은 바람직하게는 트랜스 배열(E 배열)을 갖는다.

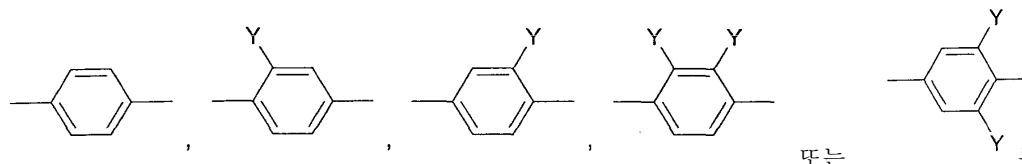
[0049] 본 발명에 따른 화합물은 비교적 매우 낮은 융점, 높은 등명점, 높은 광학 이방성( $\Delta n$ ) 및 중립 유전 이방성을 갖는다. 화합물의 목적하지 않은 회전은 제한되고, 기가헤르츠 영역에서 사용하기에 특히 적합하게 만든다. 마이크로파 스펙트럼에서 비교적 낮은 손실 인자가 유리하다. 화합물은 단독으로 또는 추가 메소제닉 성분과의 혼합물로 광범위한 온도 범위에 걸쳐서 네마틱 상을 갖는다. 이러한 특성의 전체는 고주파 기술을 위한 구성요소, 특히 액정 상 변위기에 사용하기에 특히 적합하게 만든다. 본 발명에 따른 액정 매질은 상응하는 특성을 갖는다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0050] 화학식 I의 바람직한 화합물은 하기 매개변수 중 하나 이상의 선택을 특징으로 한다:

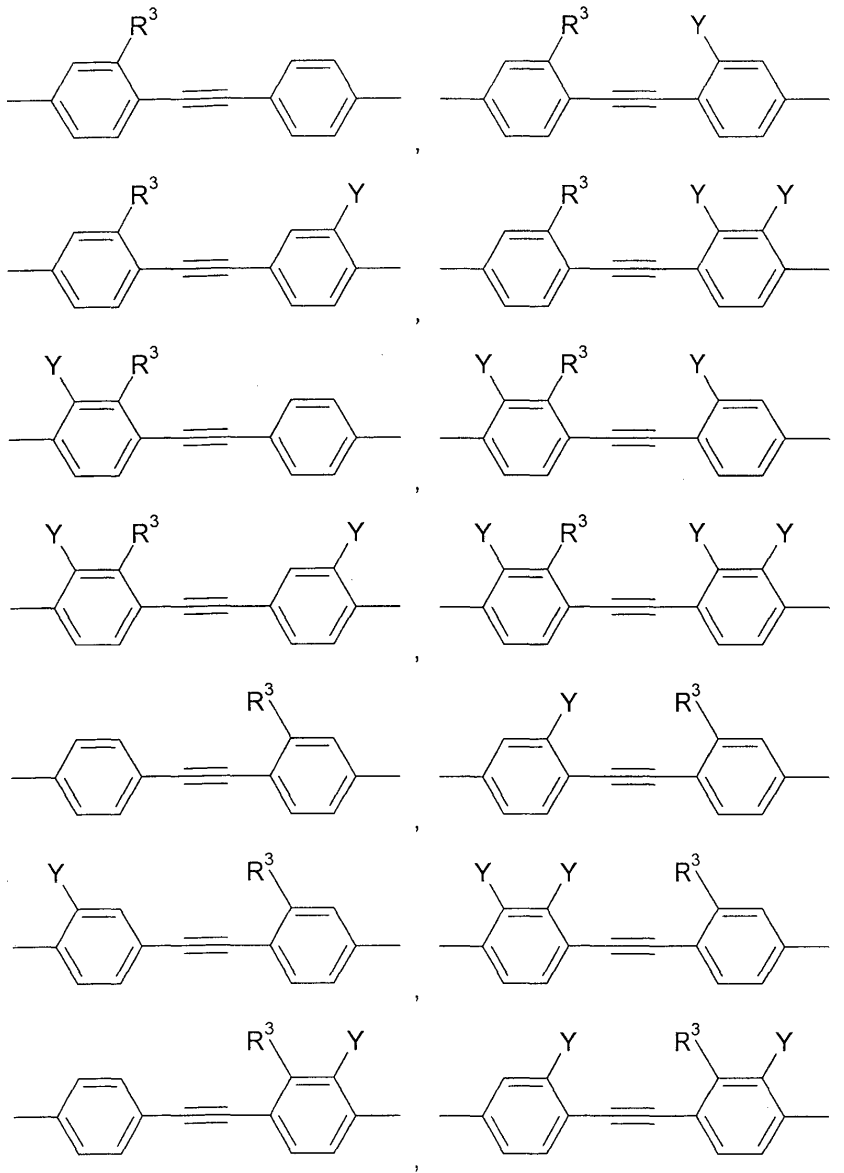
[0051] 기 A<sup>1</sup>, A<sup>2</sup>, A<sup>3</sup>, A<sup>4</sup> 및 A<sup>5</sup>는 바람직하게는 상기 정의 a), b) 또는 c)에 따른 고리 기, 특히 바람직하게는 상기 정의 a) 또는 b)에 따른 고리 기, 매우 특히 바람직하게는 상기 정의 a)에 따른 기를 포함한다.

[0052] 정의 a)에 따른 고리 기는 바람직하게는 잔기

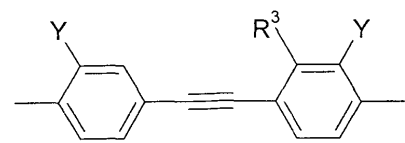


를 함유하고, 이때 Y는 각각의 경우에 서로 독립적으로 상기한 의미를 갖고, 바람직하게는 Br, Cl, F, CN, -NCS, -SCN, SF<sub>5</sub>를 나타낸다.

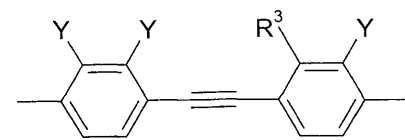
[0053] 본원에서 특히 바람직한 잔기  $-A^2-\equiv-A^3-$ 은 하기 잔기로부터 선택되고, 이때 매개변수는 상기한 의미를 갖는다:



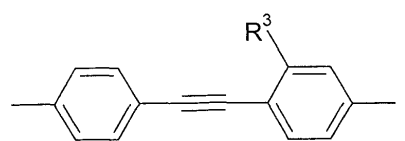
[0054]



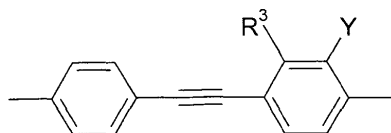
[0055] 및



[0056] , 바람직하게는



[0057] 및



[0058]

[0059]

가코 기  $Z^1$  내지  $Z^3$ 은 서로 독립적으로 바람직하게는 단일 결합,  $-C\equiv C-$ ,  $-CF=CF-$  또는  $-CH=CH-$ , 특히 바람직하게는 단일 결합이다.

[0060]

$R^1$ 은 바람직하게는 1 내지 15개 탄소 원자를 갖는 직쇄 알킬 라디칼을 나타내고, 이러한 라디칼에서 하나 이상의  $CH_2$  기는 또한 각각 서로 독립적으로 0 원자가 서로 직접 연결되지 않도록  $-C\equiv C-$ ,  $-CH=CH-$ ,  $-(CO)O-$ ,  $-O(CO)-$ ,  $-(CO)-$  또는  $-O-$ 로 대체될 수 있다. 기  $R^1$ 은 바람직하게 2 내지 7개 탄소 원자를 갖는 알킬 라디칼이다.

[0061]

$R^2$ 은 바람직하게는 1 내지 15개 탄소 원자를 갖는 직쇄 알킬 라디칼을 나타내고, 이러한 라디칼에서 하나 이상의  $CH_2$  기는 또한 각각 서로 독립적으로 0 원자가 서로 직접 연결되지 않도록  $-C\equiv C-$ ,  $-CH=CH-$ ,  $-(CO)O-$ ,  $-O(CO)-$ ,  $-(CO)-$  또는  $-O-$ 로 대체될 수 있다. 기  $R^1$ 은 바람직하게는 2 내지 7개 탄소 원자를 갖는 알킬 라디칼이다.

[0062]

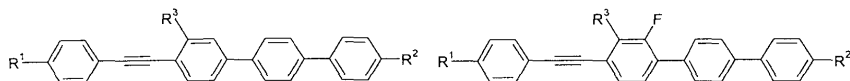
기 Y는 바람직하게는 F, Cl, Br, CN,  $CF_3$ ,  $OCF_3$ , SCN, NCS,  $SF_5$  또는 1 내지 7개 탄소 원자를 갖는 할로젠화된 알킬 또는 알콕시 라디칼을 나타내고, 이러한 라디칼에서 하나 이상의  $CH_2$  기는 또한 각각 서로 독립적으로  $-C\equiv C-$ ,  $-CH=CH-$ ,  $-CF=CF-$ ,  $-CF=CH-$ ,  $-CH=CF-$ ,  $-(CO)O-$ ,  $-O(CO)-$ ,  $-(CO)-$ ,  $-O-$  또는  $-S-$ 로 대체될 수 있다. 기 X는 특히 바람직하게는 F, Cl, Br, CN, NCS, SCN,  $SF_5$ , 1 내지 7개 탄소 원자를 갖는 플루오르화된 알킬 또는 플루오르화된 알콕시(예를 들면  $CF_3$  또는  $OCF_3$ ), 또는 2 내지 7개 탄소 원자를 갖는 플루오르화된 알켄일, 플루오르화된 알켄일옥시(예를 들면  $-OCF=CF_2$ ) 또는 플루오르화된 알콕시알킬, 매우 특히 바람직하게는 플루오르화된 알콕시, 플루오르화된 알켄일옥시, F 또는 Cl을 나타낸다.

[0063]

기  $R^3$ 은 바람직하게는 메틸, 에틸, 프로필 또는 사이클로프로필을 나타낸다.

[0064]

따라서, 본 발명의 바람직한 실시양태는 하기 예시적인 구조식으로 표시된다:



[0065]

[0066]

상기 식에서,

[0067]

매개변수는 상기 주어진 의미를 갖고;

[0068]

$R^1$  및  $R^2$ 은 바람직하게는 알킬 라디칼, 특히 바람직하게는 n-알킬을 나타내고, 특히 바람직하게는,

[0069]

$R^1$ 은 2 내지 7개 탄소 원자를 갖는 알킬 라디칼, 예를 들면 프로필 라디칼 또는 부틸, 펜틸 또는 헥실 라디칼을 나타내고,

[0070]

$R^2$ 은 2 내지 7개 탄소 원자를 갖는 알킬 라디칼, 예를 들면 프로필 라디칼 또는 부틸, 펜틸 또는 헥실 라디칼을 나타내고;

[0071]

$R^3$ 은 1 내지 7개 탄소 원자를 갖는 알킬 라디칼, 2 내지 7개 탄소 원자를 갖는 알켄일 라디칼, 3 내지 6개 탄소 원자를 갖는 사이클로알킬 라디칼 또는 4 내지 6개 탄소 원자를 갖는 사이클로알켄일 라디칼, 예를 들면 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 헥실, 사이클로프로필, 사이클로펜틸, 사이클로헥실 또는 사이클로헥센일, 특히 에틸, 프로필 또는 사이클로프로필을 나타낸다.

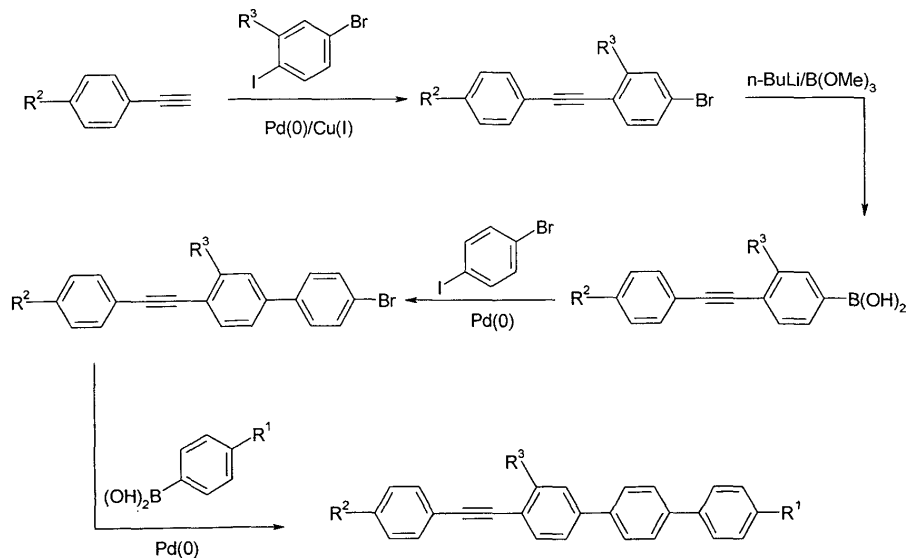
[0072]

화학식 I의 화합물은 문헌(예를 들면 표준서, 예컨대 문헌[Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie [Methods of Organic Chemistry], Georg-Thieme-Verlag, Stuttgart])에 기재된 바와 같이 공지된 방법 자체로 제조되어 상기 반응에 적합하고 공지된 조건하에 실시되어야 한다. 또한, 보다 상세하게 본원에 언급되지 않은 공지된 그 자체로 용도의 변형이 만들어질 수 있다.

[0073] 화학식 I의 전형적인 화합물은 유리하게는 하기 예시적인 합성 반응식(반응식 1 내지 3)으로부터 보여질 수 있는 바와 같이 제조될 수 있고, 이때 매개변수는 달리 나타내지 않는 한 상응하는 바람직한 의미를 포함하는 상기 주어진 의미를 갖는다.

[0074] [반응식 1]

[0075] m은 0이고, (n + o)는 2인 화학식 I의 화합물의 제조를 위한 합성 반응식

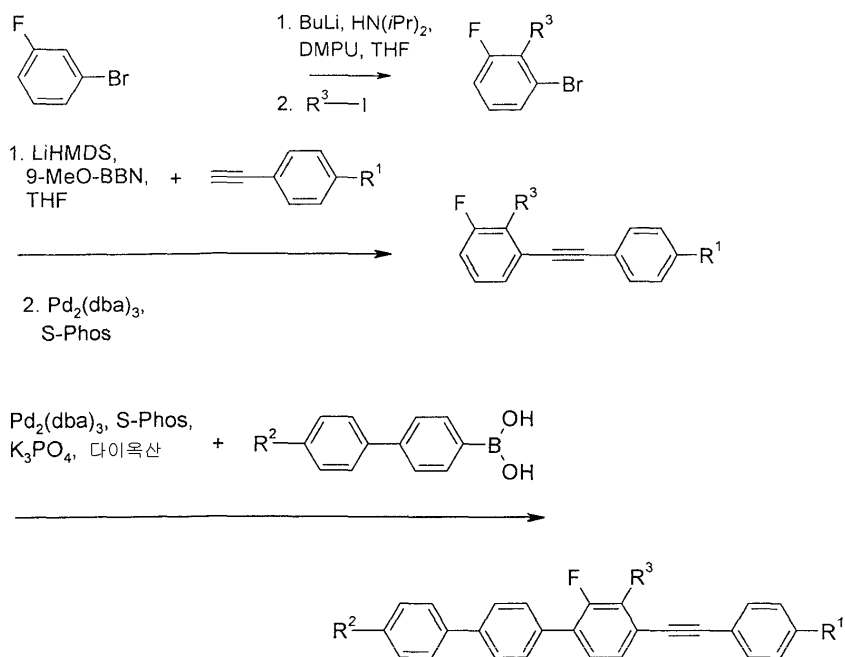


[0076]

[0077] 반응식 1 내지 3에서  $R^1$ ,  $R^2$  및  $R^3$ 은 상기 및 하기에 정의된 바와 같은, 특히 화학식 I에 대하여 정의된 바와 같은  $R^1$ ,  $R^2$  및  $R^3$ 의 의미를 갖는다. 반응식 1에서, 특정 화합물의 합성은 재생성된다. 본원에서 페닐 라디칼인  $R^1$ -페닐은 화학식 I에 따라 임의의 목적한 라디칼인  $R^1-(A^1-Z^1)_m-A^2$ -로 일반화될 수 있다. 다른 고리는 또한 화학식 I에 따른 유형 및 치환으로 달라질 수 있다.

[0078] [반응식 2]

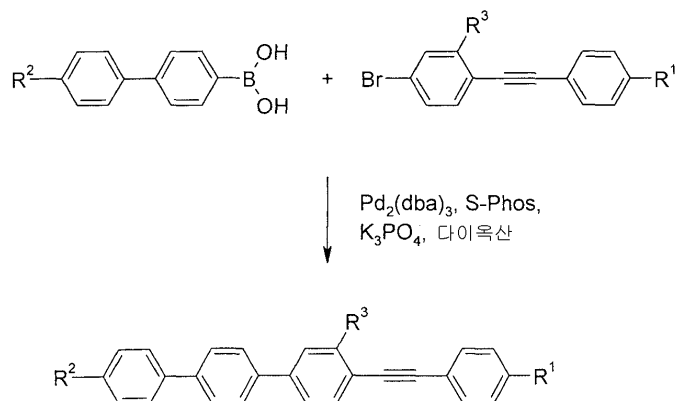
[0079] m은 0이고, (n + o)는 2인 화학식 I의 화합물의 제조를 위한 합성 반응식



[0080]

[0081] [반응식 3]

[0082] m은 0이고, (n + o)는 2인 화학식 I의 화합물의 제조를 위한 합성 반응식

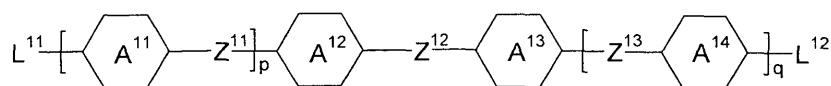


[0083]

[0084] 본 발명에 따른 액정 매질은 화학식 I의 화합물을 하나 이상 포함하고 임의적으로 하나 이상의 바람직하게는 메소제닉 화합물을 추가로 포함한다. 따라서, 액정 매질은 바람직하게는 액정인 2개 이상의 화합물을 포함한다. 바람직한 매질은 화학식 I의 바람직한 화합물을 포함한다.

[0085] 액정 매질의 추가 성분은 바람직하게는 하기 화학식 II의 화합물로부터 선택된다:

[0086] [화학식 II]



[0087]

[0088] 상기 식에서,

[0089] L<sup>11</sup>은 R<sup>11</sup> 또는 X<sup>11</sup>을 나타내고;

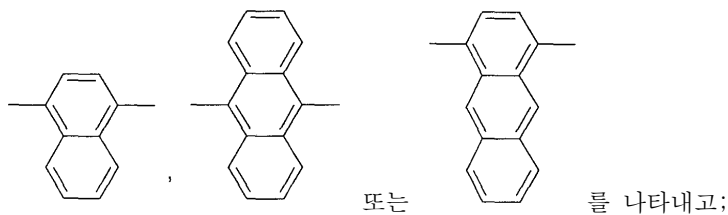
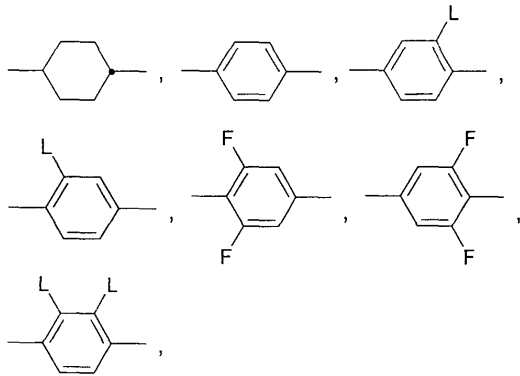
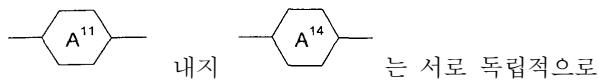
[0090] L<sup>12</sup>은 R<sup>12</sup> 또는 X<sup>12</sup>를 나타내고;

[0091] R<sup>11</sup> 및 R<sup>12</sup>는 서로 독립적으로 1 내지 17개, 바람직하게는 3 내지 10개 탄소 원자를 갖는 비플루오르화된 알킬 또는 비플루오르화된 알콕시, 또는 2 내지 15개, 바람직하게는 3 내지 10개 탄소 원자를 갖는 비플루오르화된 알켄일, 비플루오르화된 알킨일, 비플루오르화된 알켄일옥시 또는 비플루오르화된 알콕시알킬, 바람직하게는 알킬 또는 비플루오르화된 알켄일을 나타내고;

[0092] X<sup>11</sup> 및 X<sup>12</sup>는 서로 독립적으로 F, Cl, Br, CN, NCS, SCN, SF<sub>5</sub>, 1 내지 7개 탄소 원자를 갖는 플루오르화된 알킬 또는 플루오르화된 알콕시, 또는 2 내지 7개 탄소 원자를 갖는 플루오르화된 알켄일, 플루오르화된 알켄일옥시 또는 플루오르화된 알콕시알킬, 바람직하게는 플루오르화된 알콕시, 플루오르화된 알켄일옥시, F 또는 Cl을 나타내고;

[0093] p 및 q는 독립적으로 0 또는 1을 나타내고;

[0094] Z<sup>11</sup> 내지 Z<sup>13</sup>은 서로 독립적으로 트랜스-CH=CH-, 트랜스-CF=CF-, -C≡C- 또는 단일 결합을 나타내고;



[0098] L은 각각의 경우에 서로 독립적으로 1 내지 12개 탄소 원자를 갖는 분지된 또는 비분지된 알킬, 알켄일 또는 알킨일을 나타내되, 하나 이상의  $-CH_2-$  기는 또한 서로 독립적으로 O로 대체될 수 있거나,  $C_3-C_6$  사이클로알킬,  $C_3-C_6$  사이클로알켄일, 플루오르화된 알킬 또는 알켄일, 플루오르화된 알콕시 또는 알켄일옥시, F, Cl, Br, CN, NCS, SCN 또는  $SF_5$ 를 나타낸다.

[0099] 본 발명의 바람직한 실시양태에서, 액정 매질은 화학식 I의 하나 이상의 화합물 및 화학식 II의 하나 이상의 화합물을 포함한다.

[0100] 본원에 따른 액정 매질은 바람직하게는 화학식 I의 화합물의 총 5 내지 95%, 바람직하게는 10 내지 90%, 특히 바람직하게는 15 내지 80%를 포함한다.

[0101] 본 발명에 따른 액정 매질은 바람직하게는 화학식 I 및 화학식 II의 화합물의 군으로부터 선택된 화합물을 포함하고, 더욱 바람직하게는 화학식 I 및 화학식 II의 화합물의 군으로부터 선택된 화합물로 주로 이루어지고, 더욱더 바람직하게는 화학식 I 및 화학식 II의 화합물의 군으로부터 선택된 화합물로 본질적으로 이루어지고, 매우 바람직하게는 화학식 I 및 화학식 II의 화합물의 군으로부터 선택된 화합물로 전적으로 이루어진다.

[0102] 본원에서, 조성물과 관련하여 "포함하다"는 논의되는 실체, 즉 매질 또는 다른 성분이 바람직하게는 10% 이상, 매우 바람직하게는 20% 이상의 총 농도로 나타낸 성분 또는 화합물을 포함함을 의미한다.

[0103] 상기와 관련하여, "주로 이루어진"은 논의되는 실체가 나타낸 성분 또는 화합물을 55% 이상, 바람직하게는 60% 이상, 매우 바람직하게는 70% 이상으로 포함함을 의미한다.

[0104] 상기와 관련하여, "본질적으로 이루어진"은 논의되는 실체가 나타낸 성분 또는 화합물을 80% 이상, 바람직하게는 90% 이상, 매우 바람직하게는 95% 이상으로 포함함을 의미한다.

[0105] 상기와 관련하여, "전적으로 이루어진"은 논의되는 실체가 나타낸 성분 또는 화합물을 98% 이상, 바람직하게는 99% 이상, 매우 바람직하게는 100.0%로 포함함을 의미한다.

[0106] 본원에 따른 액정 매질은 바람직하게는 화학식 I 및 화학식 II의 화합물을 총 10 내지 100%, 바람직하게는 20 내지 98%, 특히 바람직하게는 25 내지 90%로 포함한다.

[0107] 본 발명에 따라, 화학식 II의 화합물은 바람직하게는 전체로서 혼합물의 10% 내지 90%, 더욱 바람직하게는 15% 내지 85%, 더욱더 바람직하게는 25% 내지 80%, 매우 바람직하게는 30% 내지 75%의 총 농도로 사용된다.

[0108] 또한, 액정 매질은 추가 첨가제, 예컨대 안정화제, 키랄 도판트 및 나노입자를 포함할 수 있다. 개별적으로 첨



가된 화합물은 0.005 내지 6%, 바람직하게는 0.1 내지 3%의 농도로 사용된다. 이러한 추가 구축물의 총 농도는 전체로서 혼합물을 기준으로 0% 내지 10%, 바람직하게는 0.1% 내지 6%의 범위이다. 그러나, 액정 혼합물의 잔여 구축물, 즉, 액정 또는 메소제닉 화합물에 대한 농도 데이터는 이러한 첨가제의 농도를 고려하지 않고 표시된다.

[0109] 액정 매질은 바람직하게는 0 내지 10 중량%, 특히 0.01 내지 5 중량%, 특히 바람직하게는 0.1 내지 3 중량%의 안정화제를 포함한다. 매질은 바람직하게는 2,6-다이-3급-부틸페놀, 2,2,6,6-테트라메틸피페리딘 및 2-벤조트라이아졸-2-일페놀로부터 선택된 안정화제를 하나 이상 포함한다. 이러한 첨가제는 당업자에게 공지되어 있고 예를 들면 광 안정화제로서 시판중이다.

[0110] 따라서, 본 발명의 실시양태는 또한 화학식 I의 하나 이상의 화합물을 하나 이상의 추가 화합물과 혼합하고, 임의적으로 하나 이상의 첨가제와 혼합하는 것을 특징으로 하는 액정 매질의 제조 방법이다. 추가 화합물은 바람직하게는 상기 나타난 바와 같은 화학식 II의 화합물 및 임의적으로 하나 이상의 추가 화합물로부터 선택된다.

[0111] 또한, 본원은 1-브로모-3-플루오로벤젠을 먼저 LDA를 사용하여 오르토-금속화하고, 이어서 동일 반응계에서 상응하는 알킬 요오다이드를 사용하여 알킬화하는 것을 특징으로 하는, 2-알킬-1-브로모-3-플루오로벤젠의 제조 방법에 관한 것이다.

[0112] 본원에서 "유전체적 양성"이라는 표현은  $\Delta \epsilon > 3.0$ 인 화합물 또는 성분을 서술하고, "유전체적 중성"이라는 표현은  $-1.5 \leq \Delta \epsilon \leq 3.0$ 인 화합물 또는 성분을 서술하고, "유전체적 음성"이라는 표현은  $\Delta \epsilon < -1.5$ 인 화합물 또는 성분을 서술한다. 각각의 화합물의 유전 이방성은 네마틱 호스트 혼합물 중의 각각의 개별 화합물의 10% 용액의 결과로부터 결정된다. 호스트 매질 중의 각각의 화합물의 용해도가 10% 미만인 경우, 농도는 5%로 감소된다. 시험 혼합물의 정전 용량은 호메오토프릭 정렬을 갖는 셀 및 호모지니어스 정렬을 갖는 셀 둘다에서 측정된다. 상기 두 유형의 셀의 셀 두께는 약 20  $\mu\text{m}$ 이다. 인가된 전압은 1 kHz의 주파수 및 전형적으로 0.5 V 내지 1.0 V의 유효값을 갖는 직사각형 파이지만, 이는 항상 각각의 시험 혼합물의 용량성 임계값 미만으로 선택된다.

[0113]  $\Delta \epsilon$ 은  $(\epsilon_{\parallel} - \epsilon_{\perp})$ 으로서 정의되는 반면,  $\epsilon_{\text{평균}}$ 은  $(\epsilon_{\parallel} + 2\epsilon_{\perp})/3$ 이다.

[0114] 유전체적 양성 화합물로 사용된 호스트 혼합물은 혼합물 ZL1-4792이고, 유전체적 중립 및 유전체적 음성 화합물로 사용된 호스트 혼합물은 혼합물 ZL1-3086이고, 상기 두 혼합물은 메르크 카게아아(독일 소재)로부터 입수된다. 화합물의 유전 상수의 절대값은 관심 화합물의 첨가시 호스트 혼합물의 개별값에서의 변화로부터 측정된다. 값은 100%의 관심 화합물의 농도로 추정된다.

[0115] 20°C의 측정 온도에서 네마틱 상을 갖는 성분은, 모든 다른 혼합물이 처리되는 바와 같이 측정된다.

[0116] 달리 명시되지 않는 한, 모든 경우에 본원에서 용어 임계 전압은 광학 임계를 지칭하고 10% 비교 상수( $V_{10}$ )로 인용되고, 용어 포화 전압은 광학 포화를 지칭하고 90% 비교 상수( $V_{90}$ )로 인용된다. 또한, 프리테릭 임계( $V_{Fr}$ )라 불리는 용량성 임계 전압( $V_0$ )은 오직 명시적으로 언급된 경우 사용된다.

[0117] 본원에 나타난 매개변수 범위는 달리 명시되지 않는 한, 한계값을 모두 포함한다.

[0118] 서로 조합하여 다양한 범위의 특성을 나타내는 상이한 상한값 및 하한값은 추가적으로 바람직한 범위를 야기한다.

[0119] 본원 전반에 걸쳐서, 달리 언급되지 않는 한, 하기 조건 및 정의가 적용된다. 모든 농도는 중량%로 인용되고 전체로서 개별 혼합물에 관한 것이고, 모든 온도는 °C로 인용되고 모든 온도차는 °C차로 인용된다. 액정에 대한 전형적인 모든 물성은 문헌["Merck Liquid Crystal, Physical Properties of Liquid Crystal", status Nov. 1997, Merck KGaA, Germany]에 따라 측정되고, 달리 언급되지 않는 한 20°C의 온도로 인용된다. 광학 이방성( $\Delta n$ )은 589.3 nm의 파장에서 측정된다. 유전 이방성( $\Delta \epsilon$ )은 1 kHz의 주파수에서 측정된다. 임계 전압 뿐만 아니라 다른 전광 특성은 메르크 카게아아(독일 소재)에서 제조된 시험 셀을 사용하여 측정된다.  $\Delta \epsilon$ 의 측정을 위한 시험 셀은 대략 20  $\mu\text{m}$ 의 셀 두께를 갖는다. 전극은 1.13  $\text{cm}^2$ 의 면적 및 보호 고리를 갖는 원형 ITO 전극이다. 배향 층은 호메오토프릭 배향( $\epsilon_{\parallel}$ )에 대하여 닛산 케미칼스(Nissan Chemicals, 일본 소재)의 SE-1211이고, 호메오지니어스 배향( $\epsilon_{\perp}$ )에 대하여 재팬 신테틱 루버(Japan Synthetic Rubber, 일본 소재)의 폴리이미드 AL-1054이다. 정전 용량은 0.3  $V_{\text{rms}}$ 의 전압을 갖는 사인파를 사용하는 솔라트론(Solatron) 1260 주파수 응답

분석기를 사용하여 측정된다. 전광 측정에 사용된 광은 백색 광이다. 아우트로닉-멜체르스(Autronic-Melchers, 독일 소재)로부터 시판중인 DMS 장치를 사용하는 설정이 본원에 사용된다. 특징적인 전압은 수직 관찰하에 측정된다. 임계 전압( $V_{10}$ ), 중간 회색 전압( $V_{50}$ ) 및 포화 전압( $V_{90}$ )은 각각 10%, 50% 및 90% 비교 상수에 대하여 측정된다.

[0120] 액정 매질은 문헌[A. Penirschke et al., "Cavity Perturbation Method for Characterization of Liquid Crystal up to 35 GHz", 34<sup>th</sup> European Microwave Conference - Amsterdam, pp. 545-548]에 기재된 바와 같이 마이크로파 주파수 범위에서 이의 특성에 관하여 조사되었다. 이와 관련하여 또한 측정 방법이 상세하게 기재되어 있는 문헌[A. Gaebler et al., "Direct Simulation of Material Permittivities...", 12MTC 2009 - International Instrumentation and Measurement Technology Conference, Singapore, 2009(IEEE), pp. 463-467] 및 DE 10 2004 029 429 A를 비교한다.

[0121] 액정은 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 또는 석영 모세관으로 도입된다. 모세관은 180  $\mu\text{m}$ 의 내부 반경 및 350  $\mu\text{m}$ 의 외부 반경을 갖는다. 유효 길이는 2.0 cm이다. 채워진 모세관은 19 GHz의 공명 주파수를 갖는 원통형 공동의 중심에 도입된다. 상기 공동은 11.5 mm의 길이 및 6 mm의 반경을 갖는다. 이어서 입력 신호(공급원)가 적용되고, 출력 신호의 결과는 시판되는 벡터 네트워크 분석기를 사용하여 기록된다. 다른 주파수에 대하여, 공동의 치수가 상응하게 채택된다.

[0122] 액정으로 채워진 모세관을 사용한 측정과 액정으로 채워진 모세관을 사용하지 않은 측정 사이의 공명 주파수 및 Q 인자의 변화는 상기한 문헌[A. Penirschke et al., 34<sup>th</sup> European Microwave Conference - Amsterdam, pp. 545-548]에 기재된 바와 같이 식 10 및 11의 방식으로 상응하는 표적 주파수에서 유전 상수 및 손실 각을 측정하기 위해 사용된다.

[0123] 액정의 지시자에 대해 수직성 및 수평성 성분에 대한 값은 자기장에서 액정의 정렬에 의해 수득된다. 이를 위해, 영구 자석의 자기장이 사용된다. 자기장의 강도는 0.35 테슬라이다. 자석의 정렬은 상응하게 설정된 후 90° 로 상응하게 회전된다.

[0124] 마이크로파 영역에서 유전 이방성은 다음과 같이 정의된다:

$$\Delta \epsilon_r \equiv (\epsilon_{r,\parallel} - \epsilon_{r,\perp}).$$

[0126] 조절성 또는 조율성( $\tau$ )은 다음과 같이 정의된다:

$$\tau \equiv (\Delta \epsilon_r / \epsilon_{r,\parallel}).$$

[0128] 재료 품질( $\eta$ )은 다음과 같이 정의되고:

$$\eta \equiv (\tau / \tan \delta_{\epsilon_r, \max}),$$

[0130] 이때,  $\tan \delta_{\epsilon_r}$ 에 대한 측정값의 최대값으로부터 발생하는 최대 유전 손실 인자( $\tan \delta_{\epsilon_r, \max}$ )는 다음과 같이 정의된다:

$$\tan \delta_{\epsilon_r, \max} \equiv \max.\{\delta_{\epsilon_r, \perp}; \delta_{\epsilon_r, \parallel}\}.$$

[0132] 바람직한 액정 물질의 재료 품질( $\eta$ )은 6 이상, 바람직하게는 7 이상, 바람직하게는 10 이상, 바람직하게는 15 이상, 특히 바람직하게는 25 이상, 매우 특히 바람직하게는 30 이상이다.

[0133] 상응하는 성분에서, 바람직한 액정 물질은 15° /dB 이상, 바람직하게는 20° /dB 이상, 바람직하게는 30° /dB 이상, 바람직하게는 40° /dB 이상, 바람직하게는 50° /dB 이상, 특히 바람직하게는 80° /dB 이상, 매우 특히 바람직하게는 100° /dB 이상의 상 변위기 품질을 갖는다.

[0134] 본 발명에 따른 액정 매질은 각각의 경우에 바람직하게는 적어도 -20℃ 내지 80℃, 바람직하게는 -30℃ 내지 85℃, 매우 특히 바람직하게는 -40℃ 내지 100℃의 네마틱 상을 갖는다. 상은 특히 바람직하게는 120℃ 이상까지, 바람직하게는 140℃ 이상까지, 매우 특히 바람직하게는 180℃ 이상까지 확대된다. 본원에서 네마틱 상을 갖는 표현은 한편으로는 스메틱 상 및 결정화가 상응하는 온도에서 저온에서 관찰되지 않고, 한편으로는 네마틱 상으로부터 가열시 등명이 발생하지 않는 것을 의미한다. 저온에서 조사는 상응하는 온도에서 유속 점도계로 수행되고 100 시간 이상 동안 5  $\mu\text{m}$ 의 셀 두께를 갖는 시험 셀에서 저장하여 확인된다. 고온에서, 등명

점은 통상적인 방법에 의해 모세관에서 측정된다.

- [0135] 본 발명에 따른 액정 매질은 바람직하게는 90℃ 이상, 더욱 바람직하게는 100℃ 이상, 더욱더 바람직하게는 120℃ 이상, 특히 바람직하게는 150℃ 이상, 매우 특히 바람직하게는 170℃ 이상의 등명점을 갖는다.
- [0136] 본 발명에 따른 액정 매질의  $\Delta \epsilon$  은 1 kHz 내지 20℃에서 바람직하게는 1 이상, 더욱 바람직하게는 2 이상, 매우 바람직하게는 3 이상이다.
- [0137] 본 발명에 따른 액정 매질의  $\Delta n$ 은 589 nm( $\text{Na}^D$ ) 및 20℃에서 바람직하게는 0.20 이상 내지 0.90 이하, 더욱 바람직하게는 0.25 이상 내지 0.90 이하, 더욱더 바람직하게는 0.30 이상 내지 0.85 이하, 매우 특히 바람직하게는 0.35 이상 내지 0.80 이하이다.
- [0138] 본원의 바람직한 실시양태에서, 본 발명에 따른 액정 매질의  $\Delta n$ 은 바람직하게는 0.50 이상, 더욱 바람직하게는 0.55 이상이다.
- [0139] 또한, 본 발명에 따른 액정 매질은 마이크로파 영역에서 높은 이방성을 특징으로 한다. 복굴절은 약 8.3 GHz에서 예를 들면, 바람직하게는 0.14 이상, 특히 바람직하게는 0.15 이상, 특히 바람직하게는 0.20 이상, 특히 바람직하게는 0.25 이상, 매우 특히 바람직하게는 0.30 이상이다. 또한, 복굴절은 바람직하게는 0.80 이하이다.
- [0140] 사용된 액정은 단일 물질 또는 혼합물이다. 액정은 바람직하게는 네마틱 상을 갖는다.
- [0141] 본원에서, 용어 화합물은 달리 언급하지 않는 한 1개 화합물 및 다수의 화합물 둘다를 의미한다.
- [0142] 본 발명에 따른 액정 매질 또는 하나 이상의 화합물을 포함하는 바람직한 구성요소는 상 변위기, 버랙터, 안테나 어레이(예를 들면 라디오, 이동 통신, 마이크로파/레이더 및 다른 데이터 전송용), '매칭 회로 적응 필터' 및 기타이다. 상기 정의된 바와 같은 고주파 기술을 위한 구성요소가 바람직하다. 또한, 상이하게 인가된 전기 전압에 의해 조절될 수 있는 구성요소가 바람직하다. 매우 특히 바람직한 구성요소는 조율할 수 있는 상 변위기이다. 바람직한 실시양태에서, 다수의 상 변위기는 예를 들면 일반적으로 '위상 배열' 안테나로서 지칭되는 상-조절된 그룹 안테나로 기능적으로 연결된다. 그룹 안테나는 개입을 통한 번들링(bundling)을 달성하기 위해 매트릭스 내에 배치된 송신 또는 수신 요소의 상 이동을 사용한다. 행 또는 열에서 상 변위기의 병렬 배치는 고주파(예를 들면 기가헤르츠 영역)에 대하여 조율할 수 있거나 수동적인 송신 또는 수신 안테나로서 작용할 수 있는, 소위 '위상 배열'의 구축물을 형성할 수 있다. 본 발명에 따른 위상 배열 안테나는 매우 광범위하게 사용될 수 있는 수신 콘(cone)을 갖는다.
- [0143] 바람직한 적용은 자동차, 선박, 항공기, 우주 여행 및 위성 기술 영역으로부터의 유인 또는 무인 수단에서 레이더 설비 및 데이터 전송 장비이다.
- [0144] 고주파 기술에 적합한 구성요소, 특히 적합한 상 변위기의 제조를 위해, 본 발명에 따른 액정 매질은 전형적으로 1 mm 이하의 두께, 수 mm의 너비 및 수 cm의 길이를 갖는 직사각형 공동에 도입된다. 공동은 2개의 긴 측면을 따라 장착된 반대 전극을 갖는다. 이러한 배치는 당업자에게 친숙하다. 가변 전압의 인가를 통해, 액정 매질의 유전 특성은 안테나의 상이한 주파수 또는 방향을 설정하기 위해 안테나의 작동 동안 조율될 수 있다.
- [0145] "할로젠" 또는 "할로젠화된"이라는 표현은 F, Cl, Br 또는 I, 특히 F 또는 Cl, 특히 F를 나타낸다. 따라서, 할로젠화된 알킬 라디칼은 바람직하게는 염소화된 또는 플루오르화된 알킬 라디칼을 의미한다.
- [0146] "알킬"이라는 표현은 바람직하게는 1 내지 15개 탄소 원자를 갖는 직쇄 및 분지쇄 알킬 기, 특히 직쇄 기인 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 헥실 및 헵틸을 포괄한다. 2 내지 10개 탄소 원자를 갖는 기가 일반적으로 바람직하다.
- [0147] "알켄일"이라는 표현은 바람직하게는 2 내지 15개 탄소 원자를 갖는 직쇄 및 분지쇄 알켄일, 특히 직쇄 기를 포괄한다. 특히 바람직한 알켄일 기는  $C_2-C_7-1E$ -알켄일,  $C_4-C_7-3E$ -알켄일,  $C_5-C_7-4$ -알켄일,  $C_6-C_7-5$ -알켄일 및  $C_7-6$ -알켄일, 특히  $C_2-C_7-1E$ -알켄일,  $C_4-C_7-3E$ -알켄일 및  $C_5-C_7-4$ -알켄일이다. 또한 바람직한 알켄일 기의 예는 비닐, 1E-프로펜일, 1E-부텐일, 1E-펜텐일, 1E-헥센일, 1E-헵텐일, 3-부텐일, 3E-펜텐일, 3E-헥센일, 3E-헵텐일, 4-펜텐일, 4Z-헥센일, 4E-헥센일, 4Z-헵텐일, 5-헥센일, 6-헵텐일 등이다. 5개 이하의 탄소 원자를 갖는 기가 일반적으로 바람직하다.
- [0148] "알콕시"라는 표현은 바람직하게는 식  $C_nH_{2n+1}-O$ -의 직쇄 라디칼을 포괄하고, 이때, n은 1 내지 10을 나타낸다. n은 바람직하게는 1 내지 6이다. 바람직한 알콕시 기는 예를 들면 메톡시, 에톡시, n-프로폭시, n-부톡시, n-

펜톡시, n-헥소시, n-헵톡시, n-옥톡시, n-노도시, n-데코시이다.

- [0149] "옥사알킬" 또는 "알콕시알킬"이라는 표현은 바람직하게는 식  $C_nH_{2n+1}-O-(CH_2)_m$ 의 직쇄 라디칼을 포괄하고, 이때 n 및 m은 서로 독립적으로 1 내지 10을 나타낸다. 바람직하게는, n은 1이고 m은 1 내지 6이다.
- [0150] "플루오르화된 알킬 라디칼"이라는 표현은 바람직하게는 모노플루오르화된 또는 폴리플루오르화된 라디칼을 포괄한다. 퍼플루오르화된 라디칼이 포함된다.  $CF_3$ ,  $CH_2CF_3$ ,  $CH_2CHF_2$ ,  $CHF_2$ ,  $CH_2F$ ,  $CHFCF_3$  및  $CF_2CHFCF_3$ 이 바람직하고,  $CF_3$ 이 특히 바람직하다.
- [0151] "플루오르화된 알콕시 라디칼"이라는 표현은 모노플루오르화된 또는 폴리플루오르화된 라디칼을 포괄한다. 퍼플루오르화된 라디칼이 바람직하다.  $OCF_3$  라디칼이 특히 바람직하다.
- [0152] "하나 이상의  $-CH_2-$  기가  $-O-$ 로 대체될 수 있는 알킬(알켄일/알킨일) 기"라는 표현은 바람직하게는 비말단  $CH_2$  기가 대체되는 이러한 유형의 기에 관한 것이다. OH 기는 일반적인 의미로 포함된다.
- [0153] "치환된 사이클로알킬"이라는 표현은 알킬, 특히 1 내지 8개 탄소 원자를 갖는 알킬로 일치환되거나 다치환된 사이클로알킬을 포괄한다.
- [0154] "치환된 페닐"이라는 표현은  $R^1$ 과 같이 정의된 기로 일치환되거나 다치환된 페닐, 특히 F, Cl, 알킬 또는 알콕시로 치환된 페닐을 포괄한다.
- [0155] 본원에서, 고주파 기술은 1 MHz 내지 10 THz, 바람직하게는 1 GHz 내지 3 THz, 더욱 바람직하게는 2 GHz 내지 1 THz, 특히 바람직하게는 5 내지 300 GHz의 주파수를 갖는 적용을 의미한다. 적용은 바람직하게는 메세지 전송에 적합한 마이크로파 스펙트럼 또는 인접한 부위에서 존재하고, 이때 위상 배열 모듈은 송신 또는 수신 안테나에 사용될 수 있다.
- [0156] 본 발명에 따른 액정 매질은 하나 이상의 화합물, 바람직하게는 2 내지 30개, 더욱 바람직하게는 3 내지 20개, 매우 바람직하게는 3 내지 16개 화합물로 이루어진다. 이러한 화합물은 통상적인 방식으로 혼합된다. 일반적으로 더 적은 양으로 사용된 화합물의 목적한 양은 더 많은 양으로 사용된 화합물에 용해된다. 온도가 높은 농도에서 사용된 화합물의 등온점을 초과하는 경우, 용해 공정의 완료를 관찰하는 것이 특히 용이하다. 그러나, 또한 다른 통상적인 방식, 예를 들면 소위 프리믹스(이는 예를 들면 화합물의 균질 혼합물 또는 공용 혼합물일 수 있다)를 사용하여, 또는 소위 "멀티보틀(multibottle)" 시스템(이의 성분은 그 자체로 사용하도록 준비된 혼합물이다)을 사용하여 매질을 제조할 수 있다.
- [0157] 모든 온도, 예컨대, 융점  $T(C,N)$  또는  $T(C,S)$ , 스메틱 상(S)으로부터 네마틱 상(N)으로의 전이  $T(S,N)$ , 및 액정의 등온점  $T(N,I)$ 은 섭씨(°C)로 인용된다. 모든 온도차는 상이한 °C도로 인용된다.
- [0158] 본원 및 하기 실시예에서, 액정 화합물의 구조는 약자 방식으로 표시되고, 이때 화학식의 변형은 하기 표 A 및 B에 따라 수행된다. 모든 라디칼  $C_nH_{2n+1}$  및  $C_mH_{2m+1}$ 은 각각 n 및 m개 탄소 원자를 갖는 직쇄 알킬 라디칼이고; n, m 및 k는 정수이고, 바람직하게는 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 또는 12를 나타낸다. 표 B에서 코드는 자명하다. 표 A에서, 오직 모 구조에 대한 약자가 표시된다. 각각의 경우에, 모 구조에 대한 약자는 다음과 같이 치환체  $R^{1*}$ ,  $R^{2*}$ ,  $L^{1*}$  및  $L^{2*}$ 에 대한 코드에 의해 대시로 분리된다:

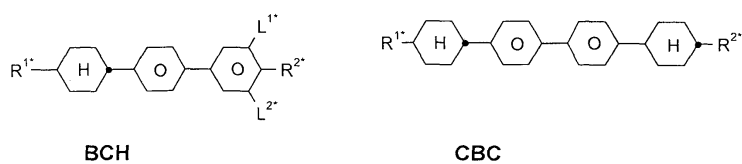
$R^{1*}, R^{2*}, L^{1*},$ $L^{2*}, L^{3*}$ 에 대한 코드	$R^{1*}$	$R^{2*}$	$L^{1*}$	$L^{2*}$
nm	$C_nH_{2n+1}$	$C_mH_{2m+1}$	H	H
nOm	$C_nH_{2n+1}$	$OC_mH_{2m+1}$	H	H
nO.m	$OC_nH_{2n+1}$	$C_mH_{2m+1}$	H	H
n	$C_nH_{2n+1}$	CN	H	H
nN.F	$C_nH_{2n+1}$	CN	F	H
nN.F.F	$C_nH_{2n+1}$	CN	F	F
nF	$C_nH_{2n+1}$	F	H	H
nCl	$C_nH_{2n+1}$	Cl	H	H
nOF	$OC_nH_{2n+1}$	F	H	H
nF.F	$C_nH_{2n+1}$	F	F	H
nF.F.F	$C_nH_{2n+1}$	F	F	F
nOCF <sub>3</sub>	$C_nH_{2n+1}$	OCF <sub>3</sub>	H	H
nOCF <sub>3</sub> .F	$C_nH_{2n+1}$	OCF <sub>3</sub>	F	H
n-Vm	$C_nH_{2n+1}$	$-CH=CH-C_mH_{2m+1}$	H	H
nV-Vm	$C_nH_{2n+1}-CH=CH-$	$-CH=CH-C_mH_{2m+1}$	H	H

[0159]

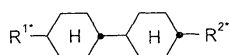
[0160] 적합한 혼합물 성분을 하기 표 A 및 B에서 발견할 수 있다.

[0161]

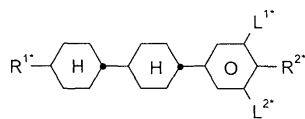
[표 A]



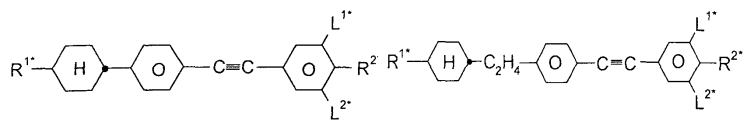
[0162]



**CCH**

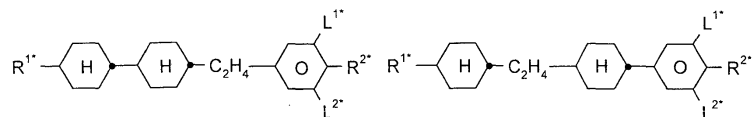


**CCP**



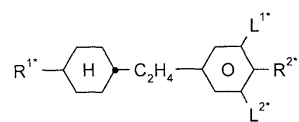
**CPTP**

**CEPTP**

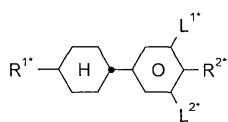


**ECCP**

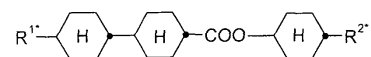
**CECP**



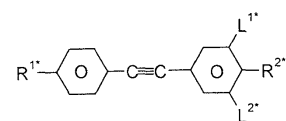
**EPCH**



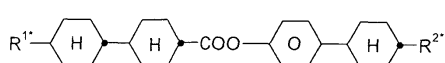
**PCH**



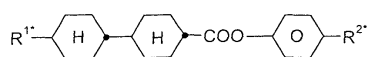
**CH**



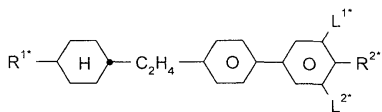
**PTP**



**CCPC**



**CP**

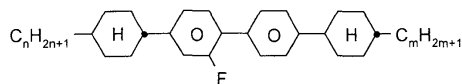


**BECH**

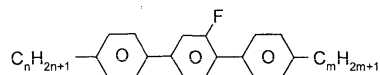
[0163]

[0164]

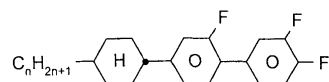
[0165] [표 B]



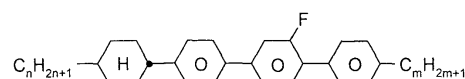
**CBC-nmF**



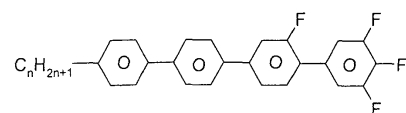
**PGP-n-m**



**CGG-n-F**

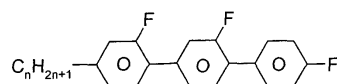


**CPGP-n-m**

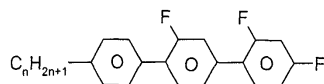


**PPGU-n-F**

[0166]



**GGP-n-F**



**PGIGI-n-F**

[0167]

[0168] 하기 실시예는 본 발명을 어떤 식으로든 제한하지 않고 예시한다.

[0169] 그러나, 물성로부터 어떠한 특성이 달성될 수 있고 어떠한 범위에서 실시예가 변형될 수 있는지는 당업자에게 명백하다. 따라서, 특히 바람직하게 달성될 수 있는 다양한 특성의 조합이 당업자에게 잘 정의된다.

[0170] 본원에서, 달리 명백하게 나타내지 않는 한, 복수형 용어는 단수형 및 복수형 둘다를 나타내고, 단수형 용어는 복수형 및 단수형 둘다를 나타낸다. 또한, 상세한 설명에 따른 본 발명의 실시양태 및 변형의 조합은 첨부된 청구범위로부터 발생한다.

[0171] 하기 약어가 사용된다:

[0172]	MTB	메틸 3급-부틸 에터;
[0173]	RT	실온 또는 상온(약 20℃);
[0174]	DMPU	다이메틸테트라하이드로-2(1H)-피리미디논;
[0175]	THF	테트라하이드로푸란;
[0176]	LiHMDS	리튬 비스(트라이메틸실릴)아미드;
[0177]	LDA	리튬 다이이소프로필아미드;
[0178]	9-MeO-BBN	9-메톡시-9-보라바이사이클로[3.3.1]노난;
[0179]	Pd <sub>2</sub> (dppf) <sub>3</sub>	트리스(다이벤질리덴아세톤)다이팔라듐; 및

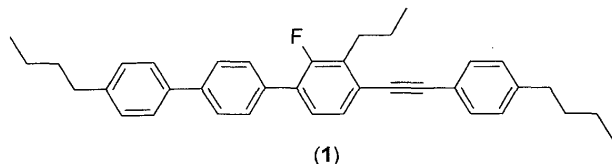


[0180] S-Phos 2-다이사이클로헥실포스포피노-2',6'-다이메톡시바이페닐.

[0181] 실시예

[0182] 사용된 아세틸렌 및 보론산은 시판되거나 당업자에게 공지된 합성법과 유사하게 제조될 수 있다. 라디칼 "C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>"는 비치환된 n-부틸 라디칼을 나타낸다. 상응하는 상황이 C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>13</sub> 등에 적용된다.

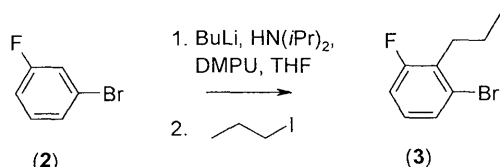
[0183] 합성 실시예 1: 4-부틸-4'-(4-부틸페닐에틴일)-2"-플루오로-3"-프로필-[1,1';4',1"]터페닐(1)의 합성



[0184]

[0185] 4-부틸-4'-(4-부틸페닐에틴일)-2"-플루오로-3"-프로필-[1,1';4',1"]터페닐(1)의 합성을 1-브로모-3-플루오로-벤젠(2)(CAS 1073-06-9)으로부터 출발하여 수행하였다.

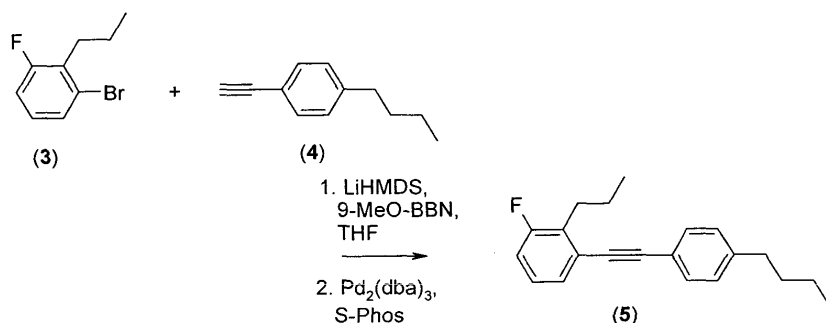
[0186] 1.1: 1-브로모-3-플루오로-2-프로필벤젠(3)의 합성



[0187]

[0188] n-부틸리튬(206.5 ml, hexan 중 1.6 M, 0.33 mol)을 70℃에서 THF(750 ml) 중 다이이소프로필아민(46.4 ml, 0.33 mol) 및 1,3-다이메틸테트라하이드로-2(1H)-피리미딘(42.3 g, 0.33 mol)의 용액에 적가하고, 혼합물을 0℃에서 30 분 동안 교반하였다. 반응 혼합물을 -75℃로 냉각하고, THF(250 ml) 중 1-브로모-3-플루오로벤젠(2)(54.6 g, 0.31 mol)의 용액을 이 온도에서 천천히 적가하고, 혼합물을 추가 1 시간 동안 교반하였다. 이후, 1-요오도프로판(30.0 ml, 0.31 mol)을 -70℃에서 적가하고, 반응 혼합물을 교반하면서 16 시간의 과정에 걸쳐서 실온으로 가온시켰다. 후처리를 위해, 혼합물을 증류수를 사용하여 가수분해하고, 염산을 첨가하여 산성화하고, 나트륨 하이드로겐설파이드를 첨가하고, 혼합물을 펜탄으로 2회 추출하였다. 합한 유기상을 증류수로 2회 세척하고, 나트륨 설페이트 상에서 건조하고, 진공에서 증발시켰다. 조질 생성물을 실리카 겔(100% 펜탄)을 통해 여과로 정제하여 무색 오일 형태의 1-브로모-3-플루오로-2-프로필 벤젠(3)을 수득하였다.

[0189] 1.2: 1-(4-부틸페닐에틴일)-3-플루오로-2-프로필벤젠(5)의 합성



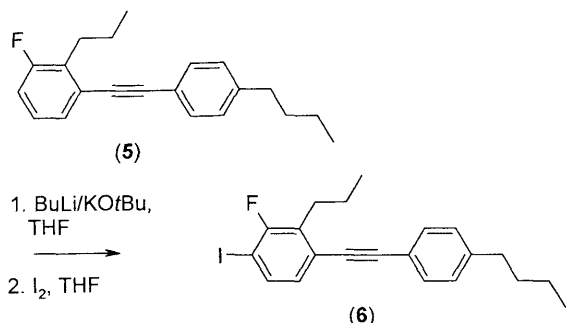
[0190]

[0191] 리튬 비스(트라이메틸실릴)아미드(147 ml, hexan 중 1.0 M, 0.15 mol)를 -75℃에서 THF(800 ml) 중 4-부틸페닐 아세틸렌(4)(CAS 79887-09-5)(24.5 g, 0.15 mol)의 용액에 적가하였다. 1 시간 후, 9-메톡시-9-보라바이사이클로[3.3.1]노난(147 ml, hexan 중 1.0 M, 0.15 mol)을 적가하고, 반응 혼합물을 이 온도에서 1 시간 동안 교반하였다. 이후, 트리스(다이벤질리덴아세톤)다이팔라듐(2.9 g, 3.2 mmol), 2-다이사이클로헥실-포스포피노-2',6'-다이메톡시바이페닐(1.0 g, 2.5 mmol) 및 1-브로모-3-플루오로-2-프로필벤젠(28.5 g, 0.13 mol)을 -20℃에서 첨가하고, 혼합물을 16 시간 동안 환류 가열하였다. 메틸 3급-부틸 에터 및 증류수를 첨가하여 후처리를 수행하였다. 유기상을 분리 제거한 후, 수상을 메틸 3급-부틸 에터로 재추출하였다. 합한 유기상을 암모늄 클로라이드 용액 및 나트륨 클로라이드 용액으로 세척하고, 나트륨 설페이트 상에서 건조하고, 진공에서 증발시켰다.



잔사를 실리카 겔(100% 헵탄)을 통해 여과로 정제하여 황색 오일 형태의 1-(4-부틸페닐에틴일)-3-플루오로-2-프로필-벤젠(5)을 수득하였다.

[0192] 1.3: 1-(4-부틸페닐에틴일)-3-플루오로-4-요오도-2-프로필-벤젠(6)의 합성

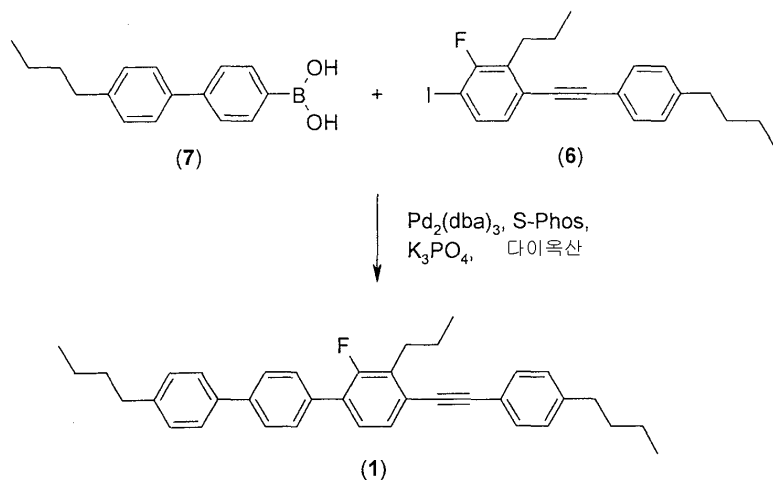


[0193]

[0194] n-부틸리튬(97.0 ml, 헵탄 중 1.6 M, 0.15 mol)을 90℃에서 THF(500 ml) 중 1-(4-부틸페닐에틴일)-3-플루오로-2-프로필벤젠(5)(43.5 g, 0.14 mol) 및 칼륨 3급-부톡사이드(17.3 g, 0.15 mol)의 혼합물에 적가하고, 혼합물을 이 온도에서 45 분 동안 교반하였다. 이어서, THF(250 ml) 중 요오딘(39.3 g, 0.15 mol)의 용액을 적가하고, 반응 혼합물을 -90℃에서 추가 30 분 동안 교반하고, 이후 교반하면서 3 시간의 과정에 걸쳐서 -20℃로 녹였다. 후처리를 위해, 혼합물을 증류수를 사용하여 가수분해하고, 혼합물이 탈색될 때까지 나트륨 하이드로젠 설페이트를 첨가하고, 유기상을 분리 제거하였다. 수상을 메틸 3급-부틸 에터로 추출하고, 합한 유기상을 증류수로 세척하고, 나트륨 설페이트 상에서 건조하고, 진공에서 농축하였다. 잔사를 실리카 겔(100% 헵탄)을 통해 여과로 정제하여 황색 오일로서 1-(4-부틸페닐에틴일)-3-플루오로-4-요오도-2-프로필벤젠(6)을 수득하였다.

[0195]

1.4: 4-부틸-4'-(4-부틸페닐에틴일)-2"-플루오로-3"-프로필-[1,1';4',1"]터페닐(1)의 합성



[0196]

[0197] 증류수(3 방울)를 1,4-다이옥산(100 ml) 중 1-(4-부틸페닐에틴일)-3-플루오로-4-요오도-2-프로필벤젠(6)(2.8 g, 10.6 mmol), 4'-부틸바이페닐-4-보론산(7)(CAS 145413-17-8)(5.0 g, 10.6 mmol), 트리스(다이벤질리덴아세톤)다이팔라듐(196 mg, 0.2 mmol), 2-다이사이클로헥실포스피노-2',6'-다이메톡시바이페닐(357 mg, 0.8 mmol) 및 칼륨 포스페이트(12.2 g, 53.0 mmol)의 혼합물에 첨가하고, 혼합물을 100℃에서 16 시간 동안 교반하였다. 메틸 3급-부틸 에터 및 증류수를 첨가하여 후처리를 수행하였다. 유기상을 분리 제거한 후, 수상을 메틸 3급-부틸 에터로 재추출하였다. 합한 유기상을 증류수 및 나트륨 클로라이드 용액으로 세척하고, 나트륨 설페이트 상에서 건조하고, 진공에서 증발시켰다. 잔사를 실리카 겔(헵탄:클로로부탄 8:2)을 통해 여과하고, 조질 생성물을 에탄올/톨루엔으로부터 2회 재결정화로 정제하여 무색 결정 형태의 4-부틸-4'-(4-부틸페닐에틴일)-2"-플루오로-3"-프로필-[1,1';4',1"]터페닐(1)을 수득하였다.

[0198]

MS(EI): m/e = 502(M<sup>+</sup>), 473([M-에틸]<sup>+</sup>), 459([M-프로필]<sup>+</sup>), 430([M-프로필-에틸]<sup>+</sup>), 387([M-2프로필-에틸]<sup>+</sup>).

[0199]

C 107℃ N 217℃ I;

[0200]

Δε = 0.8;

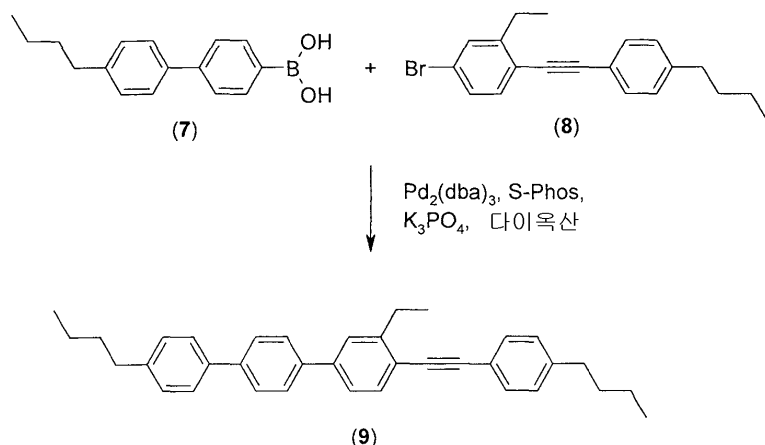
[0201]  $\Delta n = 0.362$ ; 및

[0202]  $\gamma_1 = 5490 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ .

[0203] **합성 실시예 2: 4-부틸-4''-(4-부틸페닐에틴일)-3''-에틸-[1,1';4',1'']-터페닐(9)의 합성**

[0204]

[0205] 4-부틸-4''-(4-부틸페닐에틴일)-3''-에틸-[1,1';4',1'']-터페닐(9)의 합성을 4'-부틸바이페닐-4-보론산(7)(CAS 145413-17-8) 및 4-브로모-1-(4-부틸페닐에틴일)-2-에틸벤젠(8)(CAS 1375922-99-8)으로부터 출발하여 수행하였다.



[0206]

[0207] 증류수(3 방울)를 1,4-다이옥산(100 ml) 중 4-브로모-1-(4-부틸페닐-에틴일)-2-에틸벤젠(9)(CAS 1375922-99-8)(5.0 g, 14.3 mmol), 4'-부틸바이페닐-4-보론산(7)(CAS 145413-17-8)(3.7 g, 14.3 mmol), 트리스(다이벤질리덴아세톤)다이팔라듐(263 mg, 0.3 mmol), 2-다이사이클로헥실-포스피노-2',6'-다이메톡시바이페닐(480 mg, 1.1 mmol) 및 칼륨 포스페이트(16.4 g, 71.3 mmol)의 혼합물에 첨가하고, 혼합물을 100℃에서 4 시간 동안 교반하였다. 메틸 3급-부틸 에터 및 증류수를 첨가하여 후처리를 수행하였다. 유기상을 분리 제거한 후, 수상을 메틸 3급-부틸 에터로 재추출하였다. 합한 유기상을 증류수 및 나트륨 클로라이드 용액으로 세척하고, 나트륨 설페이트 상에서 건조하고, 진공에서 증발시켰다. 잔사를 실리카 겔(100% 헵탄)을 통해 여과하고, 조질 생성물을 에탄올/톨루엔(2회), 헵탄 및 이소프로판올/톨루엔으로부터 재결정화로 정제하여 무색 결정 형태의 4-부틸-4''-(4-부틸페닐에틴일)-3''-에틸-[1,1';4',1'']-터페닐(9)을 수득하였다.

[0208] MS(EI):  $m/e = 470(M^+)$ ,  $455([M-\text{메틸}]^+)$ ,  $427([M-\text{프로필}]^+)$ ,  $412([M-\text{프로필}-\text{메틸}]^+)$ ,  $369([M-2\text{프로필}-\text{메틸}]^+)$ .

[0209] C 132℃ N 260℃ I;

[0210]  $\Delta \epsilon = 1.8$ ;

[0211]  $\Delta n = 0.413$ ; 및

[0212]  $\gamma_1 = 5250 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ .

[0213] **혼합물 실시예 1**

[0214] 하기 표에 나타난 바와 같은 조성 및 특성을 갖는 액정 매질 M-1을 제조하였다. 화합물 (1)은 합성 실시예 1로부터 유래한다.

[0215] [표 1]

조성			물성	
화합물			T(N,I) = 96 °C	
번호	약어			
1	BCH-3F.F	10.8 %	$\Delta n$ (20°C, 589,3 nm) = 0.124	
2	BCH-5F.F	9.0 %		
3	ECCP-30CF3	4.5 %		
4	ECCP-50CF3	4.5 %	$\Delta \epsilon$ (20°C, 1 kHz) = 4.9	
5	CBC-33F	1.8 %		
6	CBC-53F	1.8 %		
7	CBC-55F	1.8 %	$\gamma_1$ (20°C) = 166 mPa · s	
8	PCH-6F	7.2 %		
9	PCH-7F	5.4 %		
10	CCP-20CF3	7.2 %		
11	CCP-30CF3	10.8 %		
12	CCP-40CF3	6.3 %		
13	CCP-50CF3	9.9 %		
14	PCH-5F	9.0 %		
15	(1)	10.0 %		
$\Sigma$		100.0 %		

[0216]

[0217] 이 혼합물은 바람직하게는 마이크로파 영역에서의 적용, 특히 상 변위기, 예를 들면 위상 배열 안테나용으로 사용된다.

[0218] 비교를 위해, 성분 (1)이 없는 매질 C를 매질 M-1의 화합물 번호 1 내지 14로부터 제조하였고, 이때 번호 1 내지 14의 화합물은 동일한 상대량으로 존재한다.

#### [0219] 혼합물 실시예 2

[0220] M-1의 조성을 갖는 액정 매질 M-2를 혼합물 실시예 1의 경우에서와 같이 제조하되, M-2에 대하여 다른 점은 합성 실시예 2로부터의 화합물 (9)를 화합물 (1) 대신에 사용하는 것이다.

[0221] 이 혼합물은 또한 바람직하게는 마이크로파 영역에서의 적용, 특히 상 변위기, 예를 들면 위상 배열 안테나용으로 사용된다.

[0222] 혼합물 실시예에 대한 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

[0223] [표 2]

[0224] 19 GHz(20°C)에서 혼합물 M-1 및 M-2, 및 C(비교용)의 특성

혼합물	$\epsilon_{r,  }$	$\epsilon_{r,\perp}$	$\tau$	$\tan \delta_{\epsilon, r,  }$	$\tan \delta_{\epsilon, r,\perp}$	$\eta$
M-1	2.56	2.25	0.121	0.0040	0.0107	11.3
M-2	2.57	2.25	0.124	0.0039	0.0110	11.2
C	2.56	2.29	0.107	0.0049	0.0126	8.5

[0225]

[0226] 본 발명에 따른 2개 혼합물인 M-1 및 M-2에 대한 조율성( $\tau$ ) 및 재료 품질( $\eta$ )은 비교 혼합물 C의 조율성 및 재료 품질과 비교하여 현저히 개선되었다.

【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 제15항

【변경전】

구성요소를

【변경후】

물품을