

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2014-234357

(P2014-234357A)

(43) 公開日 平成26年12月15日(2014.12.15)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C07C 43/225 (2006.01)	C07C 43/225 C S P C	4H006
C09K 19/30 (2006.01)	C09K 19/30	4H027
C09K 19/10 (2006.01)	C09K 19/10	
C09K 19/34 (2006.01)	C09K 19/34	
G02F 1/13 (2006.01)	G02F 1/13 500	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 57 頁)

(21) 出願番号 特願2013-115481 (P2013-115481)
 (22) 出願日 平成25年5月31日 (2013.5.31)

(71) 出願人 000002886
 D I C株式会社
 東京都板橋区坂下3丁目35番58号
 (74) 代理人 100064908
 弁理士 志賀 正武
 (74) 代理人 100108578
 弁理士 高橋 詔男
 (74) 代理人 100089037
 弁理士 渡邊 隆
 (74) 代理人 100094400
 弁理士 鈴木 三義
 (74) 代理人 100108453
 弁理士 村山 靖彦

最終頁に続く

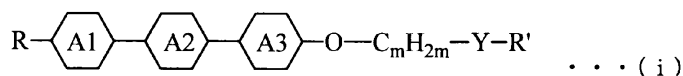
(54) 【発明の名称】 化合物、液晶組成物、及び表示素子

(57) 【要約】

【課題】液晶の S m C 相が存在する上限温度を高められる、S m C 相の温度幅を拡大できる、又は S m C 相の傾き角を拡大できる化合物、前記化合物を含む液晶組成物、前記液晶組成物を含む表示素子の提供。

【解決手段】 [1] 下記一般式 (i) で表される化合物。一般式 (i) 中、R 及び R ' はそれぞれ独立に水素原子、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又は炭素数 1 ~ 9 のアルコキシ基を表し、A 1、A 2 及び A 3 はそれぞれ独立に 1, 4 フェニレン基又は 2, 3 ジフルオロ 1, 4 フェニレン基を表し、m は 1 ~ 10 の整数を表し、Y はシクロヘキシレン基、フェニレン基、ビスクロオクチレン基又はジアルキルシリレン基を表す。

[化 1]



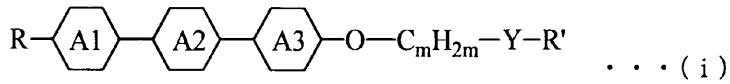
【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 (i) で表される化合物。

【化 1】



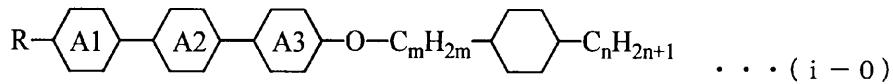
[式中、R 及び R' はそれぞれ独立に水素原子、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又は炭素数 1 ~ 9 のアルコキシ基を表し、

A 1、A 2 及び A 3 はそれぞれ独立に 1, 4 - フェニレン基、2 - フルオロ - 1, 4 - フェニレン基、3 - フルオロ - 1, 4 - フェニレン基又は 2, 3 - ジフルオロ - 1, 4 - フェニレン基を表し、m は 1 ~ 10 の整数を表し、Y は 1, 4 - シクロヘキシレン基、1, 4 - フェニレン基、1, 4 - ビシクロオクチレン基又はジアルキルシリレン基を表す。]

【請求項 2】

前記一般式 (i) で表される化合物が、下記一般式 (i - 0) で表される化合物である請求項 1 に記載の化合物。

【化 2】

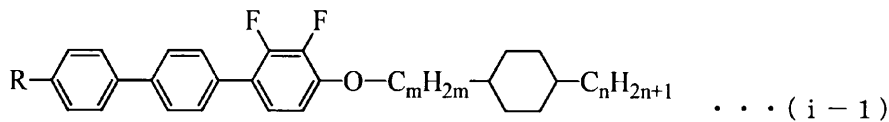


[式中、R は水素原子、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又は炭素数 1 ~ 9 のアルコキシ基を表し、m は 1 ~ 10 の整数を表し、n は 0 ~ 10 の整数を表し、A 1、A 2 及び A 3 は前記一般式 (i) の A 1、A 2 及び A 3 と同じ基を表す。]

【請求項 3】

前記一般式 (i) で表される化合物が、下記一般式 (i - 1) で表される化合物である請求項 1 に記載の化合物。

【化 3】

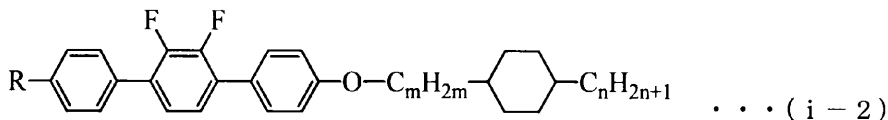


[式中、R は水素原子、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又は炭素数 1 ~ 9 のアルコキシ基を表し、m は 1 ~ 10 の整数を表し、n は 0 ~ 10 の整数を表す。]

【請求項 4】

前記一般式 (i) で表される化合物が、下記一般式 (i - 2) で表される化合物である請求項 1 に記載の化合物。

【化 4】



[式中、R は水素原子、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又は炭素数 1 ~ 9 のアルコキシ基を表し、m は 1 ~ 10 の整数を表し、n は 0 ~ 10 の整数を表す。]

【請求項 5】

10

20

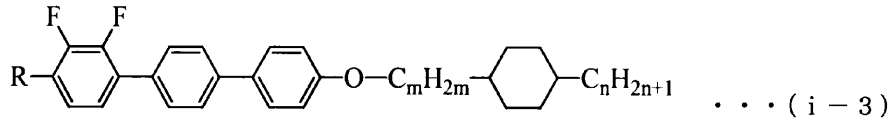
30

40

50

前記一般式 (i) で表される化合物が、下記一般式 (i - 3) で表される化合物である請求項 1 に記載の化合物。

【化 5】



[式中、R は水素原子、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又は炭素数 1 ~ 9 のアルコキシ基を表し、m は 1 ~ 10 の整数を表し、n は 0 ~ 10 の整数を表す。]

10

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の化合物を含む液晶組成物。

【請求項 7】

強誘電性である、請求項 6 に記載の液晶組成物。

【請求項 8】

請求項 6 又は 7 に記載の液晶組成物を用いた表示素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、テルフェニル構造を有する化合物、前記化合物を含む液晶組成物、及び前記液晶組成物を含む表示素子に関する。

20

【背景技術】

【0002】

液晶表示素子 (LCD) は、液晶テレビ、携帯電話、コンピューター、時計、電卓、広告表示板、プリンター、各種測定機器、自動車用パネル、電子手帳など、民生用途から産業用途まで広く使用されている。

液晶表示素子の表示方式としては、TN (ツイステッド・ネマチック) 型、STN (スーパー・ツイステッド・ネマチック) 型、TFT (薄膜トランジスタ) を用いた垂直配向 (VA) 型、IPS (インプレーンスイッチング) 型等がある。

【0003】

液晶表示素子に使用される液晶組成物としては、誘電率異方性 () が正の液晶組成物や、 が負の液晶組成物がある。TN型やSTN型等の水平配向型ディスプレイでは が正の液晶組成物が、垂直配向型では が負の液晶組成物が用いられる。IPS型では、 が正又は負の液晶組成物が使用される。液晶組成物は個々の表示素子にとって誘電率異方性 ()、屈折率異方性 (n) 等を最適な値とするために、数種類から数十種類の化合物から構成されている。

30

一般に液晶組成物に用いられる化合物として、構造的に中心骨格 (コア) と両側の側方基 (2 つの側鎖、又は 1 つの側鎖と 1 つの極性基) から形成されたものが多く知られている。

【0004】

液晶デバイスに求められる特性は多いが、その中でも応答時間は最も重要な特性である。ネマチック液晶を用いる現在のデバイスでは、応答時間はおよそ数 m 秒 (ミリ秒) 程度であり、限界はおよそ 1 m 秒程度と考えられる。そのため、パネルメーカーは少しでも高速なネマチック液晶材料を求めている。

40

一方、スメクチック液晶を用いる強誘電性液晶 (FLC) デバイスは、原理的に高速な応答が可能であり、0.1 m 秒程度の高速な応答を実現できる。しかしながら、これまで FLC 材料として主に用いられてきた材料は、フェニルベンゾアート構造 (phenyl benzoate) をもつエステル、もしくはフェニルピリミジン化合物が一般的であり、TFT デバイスで用いることが困難であった。

【先行技術文献】

50

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開平11-116512号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

スメクチック液晶を実現しうる化合物としてテルフェニル化合物が提案されている（特許文献1）。しかしながら、広い温度範囲で使用可能なFLCデバイスを実現するためにはスメクチック相（SmC相）が存在する上限温度を高くすること、SmC相の温度幅を広くすること、SmC相の傾き角（チルト角）を大きくすることが可能な液晶化合物が求められている。

10

【0007】

本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、SmC相が存在する上限温度を高められる、SmC相の温度幅を拡大できる、又はSmC相の傾き角を拡大できる化合物、前記化合物を含む液晶組成物、前記液晶組成物を含む表示素子の提供を課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らが鋭意検討した結果、従来のテルフェニル化合物の末端に嵩高い置換基を導入することにより、優れた特性を有する液晶化合物が得られることを見だし、本発明を完成させた。

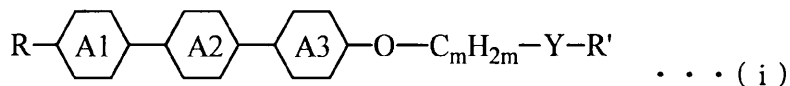
20

【0009】

本発明の第一の態様は、下記一般式(i)で表される化合物である。

【0010】

【化1】



[式中、R及びR'はそれぞれ独立に水素原子、炭素数1～10のアルキル基又は炭素数1～9のアルコキシ基を表し、A1、A2及びA3はそれぞれ独立に1,4-フェニレン基又は2,3-ジフルオロ-1,4-フェニレン基を表し、mは1～10の整数を表し、Yは1,4-シクロヘキシレン基、1,4-フェニレン基、1,4-ビスクロオクチレン基又はジアルキルシリレン基を表す。]

30

【0011】

本発明の第二の態様は、第一の態様の化合物を用いた液晶組成物である。

本発明の第三の態様は、第二の態様の液晶組成物を用いた表示素子である。

【発明の効果】

【0012】

本発明にかかる化合物によれば、当該化合物が含まれる液晶組成物のSmC相が存在可能な上限温度を引き上げること、当該液晶組成物のSmC相の温度幅を広くすること、又は当該液晶組成物の傾き角を大きくすることができる。したがって、本発明にかかる化合物を含む液晶組成物を表示素子に使用することにより、より広い温度範囲で使用可能な及び/又は表示特性に優れた表示素子が得られる。

40

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】化合物(C1)の示差走査熱量測定の結果を示すチャートである。

【図2】化合物(C2)の示差走査熱量測定の結果を示すチャートである。

【図3】化合物(C3)の示差走査熱量測定の結果を示すチャートである。

【図4】化合物(C4)の示差走査熱量測定の結果を示すチャートである。

【図5】化合物(C5)の示差走査熱量測定の結果を示すチャートである。

50

【図6】化合物(C6)の示差走査熱量測定の結果を示すチャートである。

【図7】化合物(C7)の示差走査熱量測定の結果を示すチャートである。

【図8】化合物(C8)の示差走査熱量測定の結果を示すチャートである。

【図9】化合物(C11)の示差走査熱量測定の結果を示すチャートである。

【図10】化合物(C12)の示差走査熱量測定の結果を示すチャートである。

【発明を実施するための形態】

【0014】

以下、好適な実施の形態に基づき、図面を参照して本発明を説明するが、本発明はかかる実施形態に限定されない。

【0015】

《化合物の評価方法》

本発明にかかる化合物とそれを用いた液晶のSmC相の上限温度、SmC相の温度幅は、示差走査熱量測定および温度可変装置を装着した偏光顕微鏡による液晶相を観察して得た相系列(Phase sequence)の結果に基づく。

【0016】

本発明にかかる化合物のみからなる液晶のSmC相の上限温度が、標準液晶(比較例の化合物(REF1、REF2又はREF3)のみからなる液晶)のSmC相の上限温度よりも高い場合に、その化合物は、液晶のSmC相の上限温度を上昇させ易い化合物である(第一の上昇効果を奏する)と評価した。

REF2からなる標準液晶50重量部に、本発明の化合物を50重量部添加して得られた液晶組成物が発現するSmC相の上限温度と、前記標準液晶が発現するSmC相の上限温度とを比較し、前記標準液晶の前記上限温度よりも前記液晶組成物の前記上限温度が高い場合に、本発明の化合物は、液晶組成物のSmC相の上限温度の上昇効果を有する(第二の上昇効果を奏する)と評価した。

【0017】

また、REF2からなる前記標準液晶50重量部に、本発明の化合物を50重量部添加して得られた液晶組成物が発現するSmC相の温度幅が、前記標準液晶が発現するSmC相の温度幅よりも広い場合に、本発明の化合物は、液晶組成物のSmC相の温度幅の拡大効果を有すると評価した。なお、SmC相の温度幅は、SmC相の上限温度(ネマチック相(N相)もしくはスメクチックA相(SmA相)が発現し始める下限温度)とSmC相の下限温度(固体相もしくは他のスメクチック相が発現し始める上限温度)の温度差である。

【0018】

本発明にかかる化合物のみからなる液晶がINC相系列を発現する場合に、SmC相の傾き角の拡大効果があると評価した。これは、液晶のSmC相の傾き角を大きくするためには、液晶の相系列が高温側からI相(等方相)-N相-SmC相(INC相系列)である方が、I相-N相-SmA相-SmC相(INAC相系列)より好ましいことから、INC相系列を発現する化合物の方が、SmC相の傾き角を大きくするには好ましいためである。

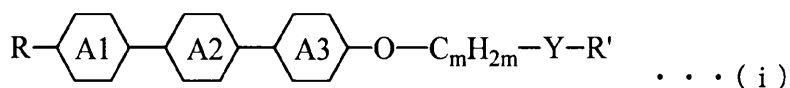
【0019】

《化合物》

本発明の第一の態様は、下記一般式(i)で表される化合物である。

【0020】

【化2】



【0021】

一般式(i)中、R及びR'はそれぞれ独立に水素原子、炭素数1~10のアルキル基

10

20

30

40

50

又は炭素数 1 ~ 9 のアルコキシ基を表す。

R は、炭素数 1 ~ 10 の直鎖状又は分岐鎖状アルキル基であることが好ましく、炭素数 1 ~ 10 の直鎖状アルキル基であることがより好ましく、炭素数 1 ~ 8 の直鎖状アルキル基が更に好ましく、炭素数 3 ~ 7 の直鎖状アルキル基であることが特に好ましい。

R' は、水素原子又は炭素数 1 ~ 10 の直鎖状又は分岐鎖状アルキル基であることが好ましく、水素原子又は炭素数 1 ~ 8 の直鎖状アルキル基であることがより好ましく、水素原子又は炭素数 1 ~ 5 の直鎖状アルキル基が更に好ましい。

R 又は R' がアルコキシ基である場合、その基は直鎖状のメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基又はペンチルオキシ基であることが好ましい。

【0022】

10

一般式 (i) 中、A1、A2 及び A3 はそれぞれ独立に 1, 4-フェニレン基、2-フルオロ-1, 4-フェニレン基、3-フルオロ-1, 4-フェニレン基又は 2, 3-ジフルオロ-1, 4-フェニレン基を表す。

A1、A2 及び A3 のうち少なくとも 1 個は、2-フルオロ-1, 4-フェニレン基、3-フルオロ-1, 4-フェニレン基又は 2, 3-ジフルオロ-1, 4-フェニレン基であることが好ましく、2, 3-ジフルオロ-1, 4-フェニレン基であることがより好ましい。また、A1、A2 及び A3 のうちの何れか 1 個が 2, 3-ジフルオロ-1, 4-フェニレン基であり、残りの 2 個が 1, 4-フェニレン基であることがより好ましい。

【0023】

一般式 (i) 中、m は 1 ~ 10 の整数を表す。

20

【0024】

前記 A3 が 2, 3-ジフルオロ-1, 4-フェニレン基であり、前記 A1 及び A2 が 1, 4-フェニレン基である場合、前記 m は、1、3 又は 5 であることが好ましく、3 又は 5 であることがより好ましく、3 であることが更に好ましい。

m が 3 又は 5 であると、一般式 (i) で表される化合物を含む液晶組成物の SmC 相の上限温度を高め、SmC 相の温度幅を拡大し、さらに SmC 相の傾き角を拡大 (INC 相系列が発現) させることが容易である。m が 3 であると、前記第一の上昇効果が顕著に奏され易くなる。

【0025】

前記 A2 が 2, 3-ジフルオロ-1, 4-フェニレン基であり、前記 A1 及び A3 が 1, 4-フェニレン基である場合、前記 m は、4 又は 5 であることが好ましく、5 であることがより好ましい。

30

m が 4 であると、SmC 相の温度幅を拡大し、傾き角を拡大 (INC 相系列が発現) させることが容易である。

m が 5 であると、一般式 (i) で表される化合物のみからなる液晶および一般式 (i) で表される化合物を含む液晶組成物の SmC 相の上限温度を高め、SmC 相の温度幅を拡大し、傾き角を拡大 (INC 相系列が発現) させることが容易である。

【0026】

前記 A1 が 2, 3-ジフルオロ-1, 4-フェニレン基であり、前記 A2 及び A3 が 1, 4-フェニレン基である場合、前記 m は、1、3 又は 5 であることが好ましい。

40

m が 1、3 又は 5 であると、一般式 (i) で表される化合物のみからなる液晶の SmC 相の上限温度を高めることが容易である。

【0027】

一般式 (i) 中、Y は 1, 4-シクロヘキシレン基、1, 4-フェニレン基、1, 4-ビスシクロオクチレン基又はジアルキルシリレン基の何れかの基を表す。Y がここに示した構造的に嵩高い基であることにより、SmC の上限温度、SmC 相の温度幅及び SmC 相の傾き角のうち少なくとも 1 つを従来化合物よりも向上させることが容易になる。

前記 1, 4-シクロヘキシレン基、1, 4-フェニレン基、1, 4-ビスシクロオクチレン基及びジアルキルシリレン基に結合する水素原子のうち何れか 1 個以上がフッ素原子に置換されていても構わない。前記ジアルキルシリレン基が有する第一のアルキル基及び第

50

二のアルキル基は、それぞれ独立に炭素数 1 ~ 4 の直鎖状又は分岐鎖状アルキル基であることが好ましく、炭素数 1 ~ 4 の直鎖状アルキル基であることがより好ましい。

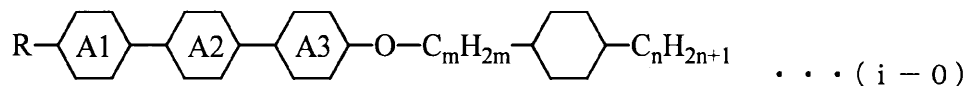
前記 Y は、1, 4 シクロヘキシレン基、1, 4 フェニレン基又は 1, 4 ビシクロオクチレン基であることが好ましく、1, 4 シクロヘキシレン基又は 1, 4 フェニレン基であることがより好ましく、1, 4 シクロヘキシレン基であることが更に好ましい。

【0028】

前記一般式 (i) で表される好ましい化合物として、例えば、下記一般式 (i-0) で表される化合物が挙げられる。

【0029】

【化3】



[式中、Rは水素原子、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又は炭素数 1 ~ 9 のアルコキシ基を表し、A1、A2、A3は、それぞれ前記一般式 (i) における A1、A2、A3 の説明と同じ基を表し、mは 1 ~ 10 の整数を表し、nは 0 ~ 10 の整数を表す。]

【0030】

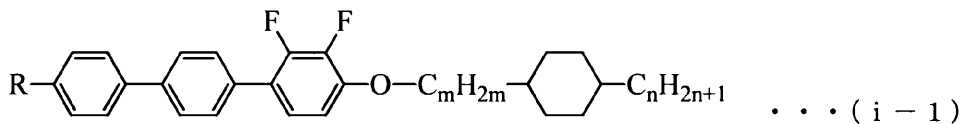
nは、SmC相の傾き角を拡大する (INC相系列を発現する) 観点から、0 ~ 3 が好ましく、0 ~ 2 がより好ましく、0又は1がさらに好ましい。

【0031】

前記一般式 (i-0) で表される好ましい化合物として、例えば、下記一般式 (i-1) で表される化合物が挙げられる。

【0032】

【化4】



[式中、Rは水素原子、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又は炭素数 1 ~ 9 のアルコキシ基を表し、mは 1 ~ 10 の整数を表し、nは 0 ~ 10 の整数を表す。]

R、m及びnの説明は、前記一般式 (i-0) における R、m及びnの説明と同じである。

【0033】

一般式 (i-1) における m と n の好ましい組み合わせとして、(m, n) = (5, 0)、(5, 1)、(4, 2)、(3, 3)、(2, 4)、(1, 5) が挙げられる。これらの組み合わせの中でも、(m, n) = (3, 3) 又は (1, 5) であると、SmC相の上限温度を一層高めることができる (前記第一の上昇効果が一層奏される) とともに、SmC相の温度幅の拡大効果が容易に得られる。また、(m, n) = (5, 0)、(5, 1)、(3, 3) であることにより、SmC相の上限温度の前記第二の上昇効果、SmC相の温度幅の拡大効果、及び SmC相の傾き角の拡大効果が容易に得られる。

【0034】

前記一般式 (i-1) で表される好ましい化合物として、例えば、下記一般式 (i-1-1) で表される化合物が挙げられる。

【0035】

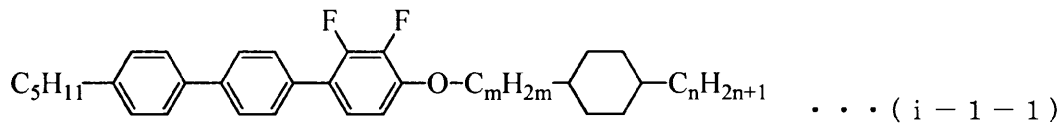
10

20

30

40

【化5】



[式中、mは1～10の整数を表し、nは0～10の整数を表す。]

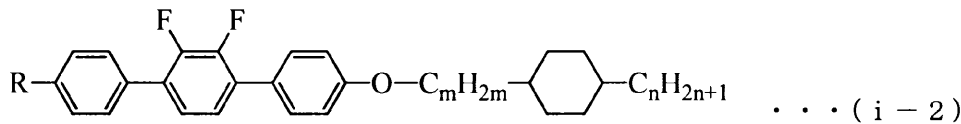
m及びnの説明は、前記一般式(i-1)におけるR、m及びnの説明と同じである。

【0036】

前記一般式(i-0)で表される好ましい化合物として、例えば、下記一般式(i-2)で表される化合物が挙げられる。 10

【0037】

【化6】



[式中、Rは水素原子、炭素数1～10のアルキル基又は炭素数1～9のアルコキシ基を表し、mは1～10の整数を表し、nは0～10の整数を表す。] 20

R、m及びnの説明は、前記一般式(i-0)におけるR、m及びnの説明と同じである。

【0038】

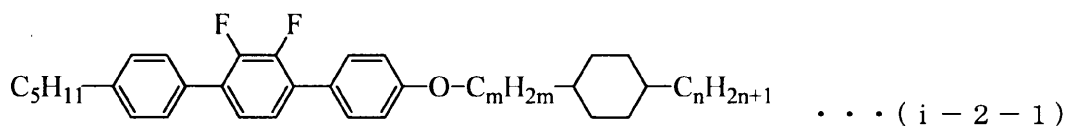
一般式(i-2)におけるmとnの好ましい組み合わせとして、(m, n) = (5, 0)、(5, 1)、(4, 2)、(3, 3)、(2, 4)、(1, 5)が挙げられる。これらの組み合わせの中でも、(m, n) = (5, 1)であると、SmC相の上限温度の前記第一の上昇効果及び第二の上昇効果、SmC相の温度幅の拡大効果、並びにSmC相の傾き角の拡大効果が容易に得られる。また、(m, n) = (4, 2)であることにより、SmC相の温度幅の拡大効果及びSmC相の傾き角の拡大効果が容易に得られる。また、(m, n) = (5, 0)であることにより、SmC相の上限温度の前記第一の上昇効果、SmC相の傾き角の拡大効果が容易に得られる。 30

【0039】

前記一般式(i-2)で表される好ましい化合物として、例えば、下記一般式(i-2-1)で表される化合物が挙げられる。

【0040】

【化7】



[式中、mは1～10の整数を表し、nは0～10の整数を表す。]

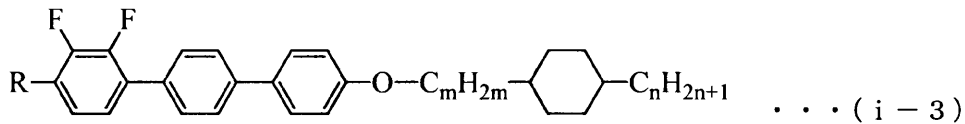
m及びnの説明は、前記一般式(i-2)におけるm及びnの説明と同じである。

【0041】

前記一般式(i-0)で表される好ましい化合物として、例えば、下記一般式(i-3)で表される化合物が挙げられる。

【0042】

【化 8】



[式中、R は水素原子、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又は炭素数 1 ~ 9 のアルコキシ基を表し、m は 1 ~ 10 の整数を表し、n は 0 ~ 10 の整数を表す。]

R、m 及び n の説明は、前記一般式 (i - 0) における R、m 及び n の説明と同じである。

10

【0043】

一般式 (i - 3) における m と n の好ましい組み合わせとして、(m , n) = (5 , 0)、(5 , 1)、(4 , 2)、(3 , 3)、(2 , 4)、(1 , 5) が挙げられる。これらの組み合わせの中でも、(m , n) = (5 , 1)、(3 , 3) 又は (1 , 5) であると、SmC 相の上限温度の前記第一の上昇効果を容易に得ることができ、(m , n) = (3 , 3) であると、前記第一の上昇効果をより一層高めることができる。

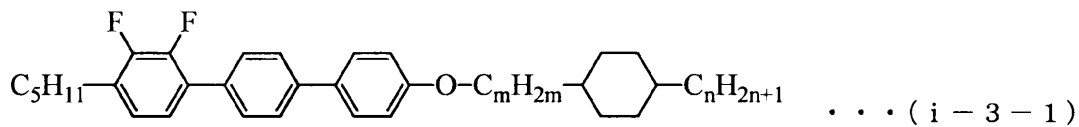
【0044】

前記一般式 (i - 3) で表される好ましい化合物として、例えば、下記一般式 (i - 3 - 1) で表される化合物が挙げられる。

20

【0045】

【化 9】



[式中、m は 1 ~ 10 の整数を表し、n は 0 ~ 10 の整数を表す。]

m 及び n の説明は、前記一般式 (i - 3) における m 及び n の説明と同じである。

【0046】

《液晶組成物》

30

本発明の第二の態様である液晶組成物は、前記一般式 (i) で表される化合物のみからなる液相組成物であってもよいし、前記一般式 (i) で表される化合物とその他の化合物を含む液相組成物であってもよい。本発明の液晶組成物は、強誘電性液晶組成物であることが好ましい。

本発明の液晶組成物が強誘電性液晶組成物である場合、当該液晶組成物は光学活性化合物を含有することが好ましい。本発明の液晶組成物に含有させることができる光学活性化合物は特に制限されず、公知の不斉原子を持つ化合物、軸不斉を持つ化合物、または面不斉を持つ化合物を用いることができ、不斉炭素を持つ化合物、又は炭素 - 炭素結合を軸不斉とする化合物を用いることが好ましく、不斉炭素原子を持つ化合物がより好ましい。

【0047】

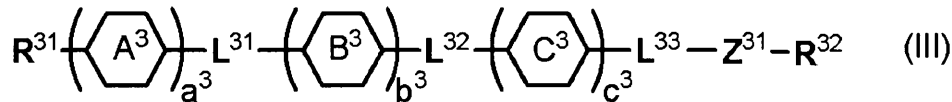
40

不斉炭素を有する光学活性化合物において、不斉炭素は鎖状構造の一部に導入されていても、環状構造の一部に導入されていても良く、不斉炭素上にフッ素原子、メチル基又は CF₃ 基が導入されている化合物、又は不斉炭素を有するオキシラン環構造を有する化合物が好ましい。

光学活性化合物として具体的には一般式 (III)

【0048】

【化 1 0】

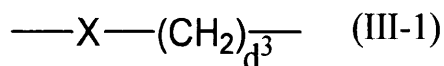


【0049】

(式中、 R^{31} 及び R^{32} は、各々独立に炭素原子数 1 ~ 18 の直鎖状又は分岐状のアルキル基を表し、該アルキル基中の、1つ又は2つの隣接していない $-CH_2-$ 基は $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-CO-$ 、 $-CO-O-$ 、 $-O-CO-$ 、 $-O-CO-O-$ 、 $-CH=CH-$ 又は $-C=C-$ で置き換えられてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子又は CN 基で置き換えられていてもよく、 A^3 、 B^3 及び C^3 は各々独立に、1,4-フェニレン基、ピラジン-2,5-ジイル基、ピリダジン-3,6-ジイル基、ピリジン-2,5-ジイル基、ピリミジン-2,5-ジイル基、トランス-1,4-シクロヘキシレン基、1,3,4-チアジアゾール-2,5-ジイル基、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル基、1,3-ジチアン-2,5-ジイル基、1,3-チアゾール-2,4-ジイル、1,3-チアゾール-2,5-ジイル、チオフェン-2,4-ジイル基、チオフェン-2,5-ジイル基、ピペラジン-1,4-ジイル基、ピペラジン-2,5-ジイル基又はナフタレン-2,6-ジイル基を表し、ただし、該 1,4-フェニレン基及びナフタレン-2,5-ジイル基中の水素原子はフッ素原子、 CF_3 基、 OCF_3 基、CN 基、 CH_3 基、又は OCH_3 基に置換されていてもよく、該トランス-1,4-シクロヘキシレン基中の水素原子は CN 基又は CH_3 基で置換されていてもよく、 a^3 、 b^3 、及び c^3 は各々独立に 0 又は 1 を表し、 L^{31} 及び L^{32} は、各々独立に単結合、 $-O-$ 、 $-CO-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-OCH_2-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ 、 $-CO-O-$ 、 $-O-CO-$ 、 $-O-CO-O-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CH=CH-$ 又は $-C=C-$ を表し、 L^{33} は、一般式 (III-1)、

【0050】

【化 1 1】

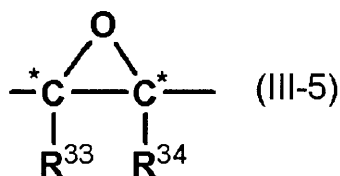
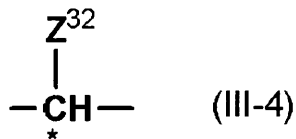


【0051】

(式中、 d^3 は 0 以上 8 以下の整数を表し、 X は $-O-$ 、 $-CO-O-$ 、 $-O-CO-$ を表す。) のいずれかで表される構造を有し、 Z^{31} は、一般式 (III-4) 又は一般式 (III-5)、

【0052】

【化 1 2】



【0053】

(ただし、 Z^{32} はフッ素原子、メチル基又は CF_3 基を表し、 R^{33} 及び R^{34} は、各

々独立に水素原子あるいは炭素原子数 1 ~ 10 の直鎖状又は分岐状のアルキル基を表し、* は不斉炭素を表す。) のいずれかで表される構造を有する。) が好ましい。上記 $a^3 + b^3 + c^3$ は 2 又は 3 であることが好ましい。

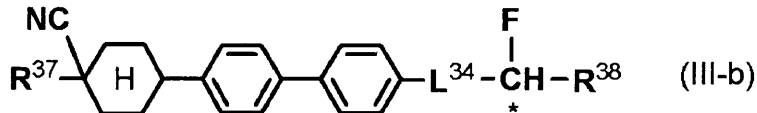
【0054】

一般式 (III) で表される化合物の中でも特に、 Z^{31} が一般式 (III-4) の構造を持ち、かつ Z^{32} がフッ素原子の化合物、または、 Z^{31} が一般式 (III-5) の構造を持ち、かつ R^{33} 及び R^{34} が水素原子である化合物がさらに好ましい。

一般式 (III) で表される化合物の中で、 Z^{31} が一般式 (III-4) の構造を持ち、かつ Z^{32} がフッ素原子の化合物としては、下記一般式 (III-b)

【0055】

【化13】



10

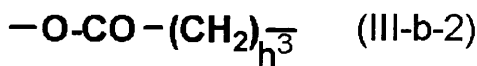
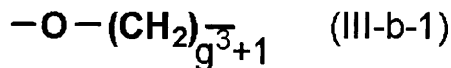
【0056】

(式中、 R^{37} 及び R^{38} は、各々独立に炭素原子数 1 ~ 18 の直鎖状又は分岐状のアルキル基を表し、該アルキル基中の、1つ又は2つの隣接していない $-\text{CH}_2-$ 基は $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CO}-\text{O}-$ 、 $-\text{O}-\text{CO}-$ 、 $-\text{O}-\text{CO}-\text{O}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 又は $-\text{C}=\text{C}-$ で置き換えられてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子又は CN 基で置き換えられていてもよく、 L^{34} は、一般式 (III-b-1)、又は一般式 (III-b-2)、

20

【0057】

【化14】



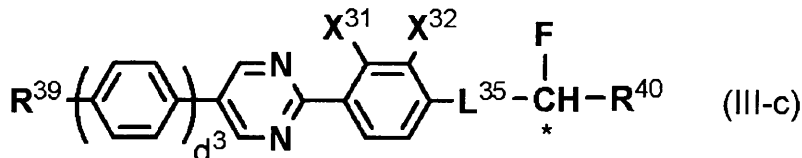
30

【0058】

(式中、 g^3 、及び h^3 は、各々独立に 0 以上 7 以下の整数を表す。) のいずれかで表される構造を有する。) で表される化合物、又は、下記一般式 (III-c)

【0059】

【化15】



40

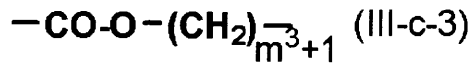
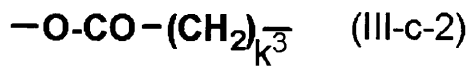
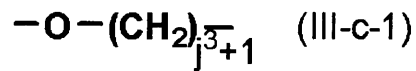
【0060】

(式中、 R^{39} 及び R^{40} は各々独立に炭素原子数 1 ~ 18 の直鎖状又は分岐状のアルキル基を表し、ただし、該アルキル基中の少なくともどちらかひとは分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の、1つ又は2つの隣接していない $-\text{CH}_2-$ 基は $-\text{O}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CO}-\text{O}-$ 、 $-\text{O}-\text{CO}-$ 、 $-\text{O}-\text{CO}-\text{O}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 又は $-\text{C}=\text{C}-$ で置き換えられてもよく、該アルキル基中の1つ以上の水素原子はフッ素原子あるいは CN 基で置き換えられていてもよく、 X^{31} 及び X^{32} は各々独立に水素原子あるいはフッ素原子を表し、 d^3 は 0 又は 1 の整数を表し、 L^{35} は、一般式 (III-c-1)、一般式 (III-c-2)、又は一般式 (III-c-3)、

50

【 0 0 6 1 】

【 化 1 6 】



10

(式中、 j^3 、 k^3 、及び m^3 は、各々独立に0以上7以下の整数を表す。)のいずれかで表される構造を有する。)の構造を有することが好ましい。

【 0 0 6 2 】

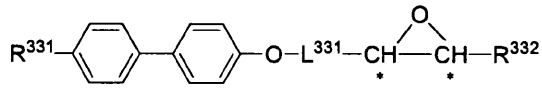
これら化合物の中でも、一般式(III-b)で表される化合物の場合は $R^{3\ 7}$ 及び $R^{3\ 8}$ は直鎖状又は分岐状のアルキル基がさらに好ましく、特に直鎖状アルキル基が好ましい。一方、一般式(III-c)で表される化合物の場合、 $R^{3\ 9}$ は直鎖状又は分岐状のアルキル基、アルコキシ基、アルケニル基、アルケニルオキシ基がさらに好ましく、 $R^{4\ 0}$ は直鎖状又は分岐状のアルキル基が好ましく、特に直鎖状アルキル基が好ましい。

一般式(III)で表される化合物の中で、 $Z^{3\ 1}$ が一般式(III-5)の構造を持ち、かつ $R^{3\ 3}$ 及び $R^{3\ 4}$ が水素原子である化合物としては下記構造の化合物が好ましい。

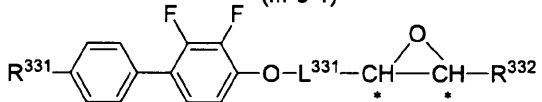
20

【 0 0 6 3 】

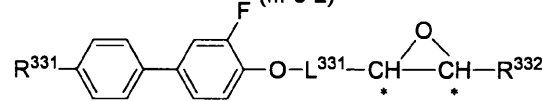
【化 1 7】



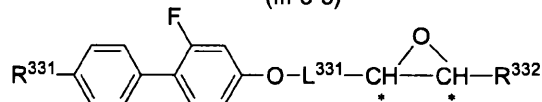
(III-5-1)



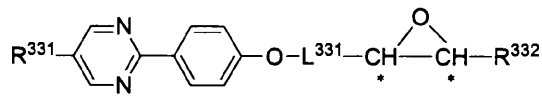
(III-5-2)



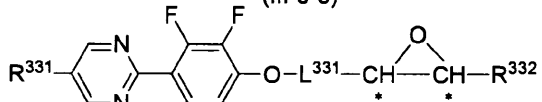
(III-5-3)



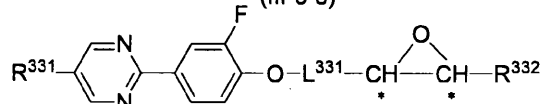
(III-5-4)



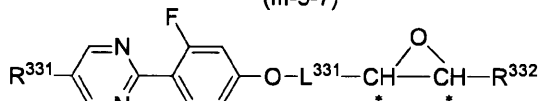
(III-5-5)



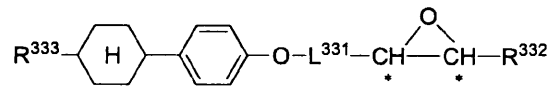
(III-5-6)



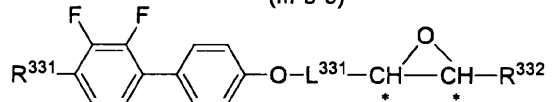
(III-5-7)



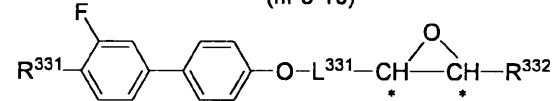
(III-5-8)



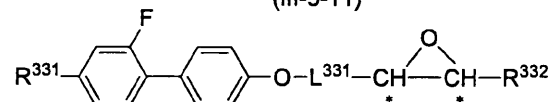
(III-5-9)



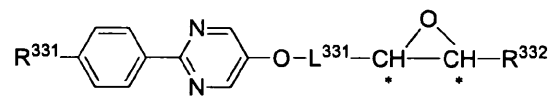
(III-5-10)



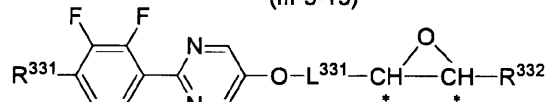
(III-5-11)



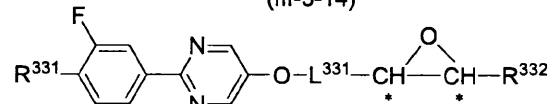
(III-5-12)



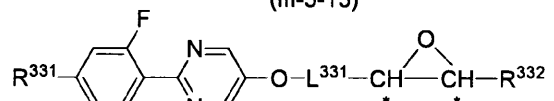
(III-5-13)



(III-5-14)



(III-5-15)



(III-5-16)

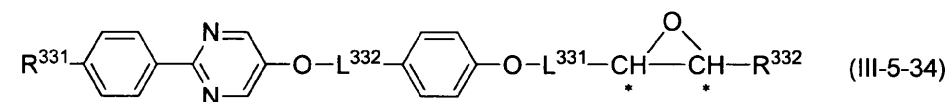
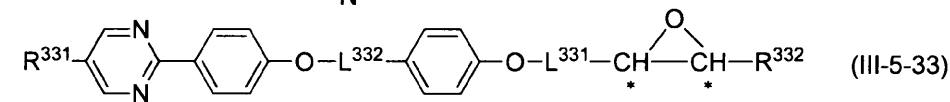
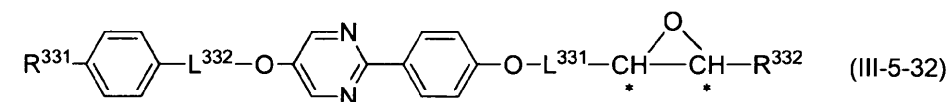
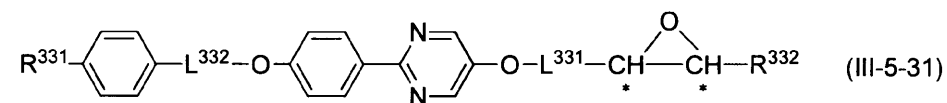
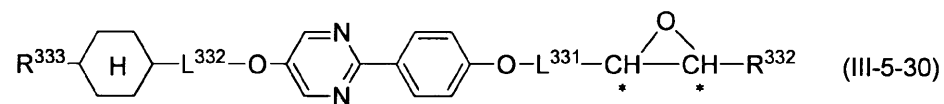
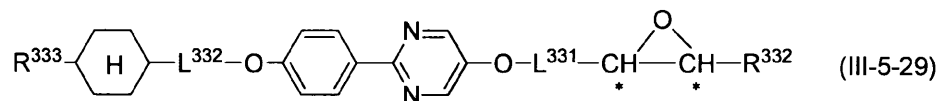
10

20

30

【 0 0 6 4 】

【化 1 9】



10

【 0 0 6 6】

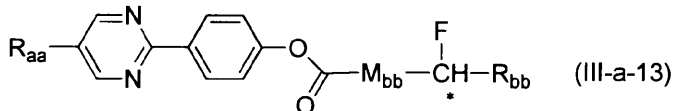
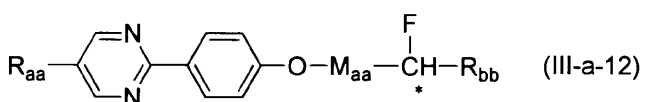
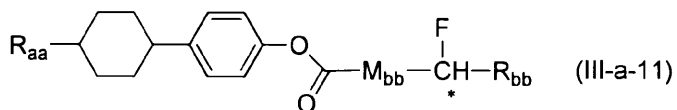
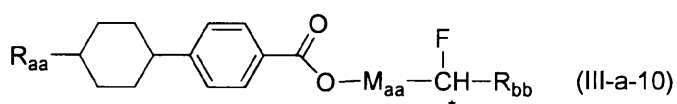
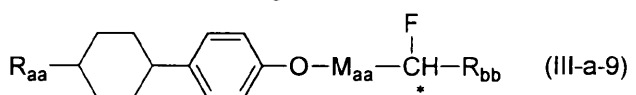
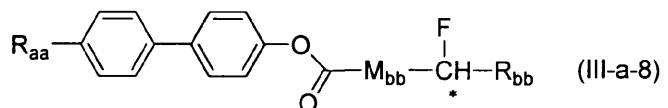
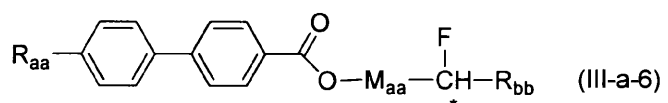
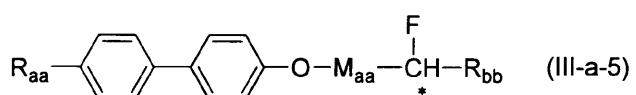
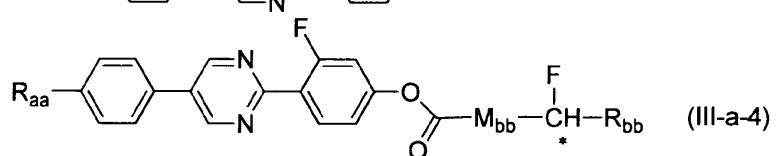
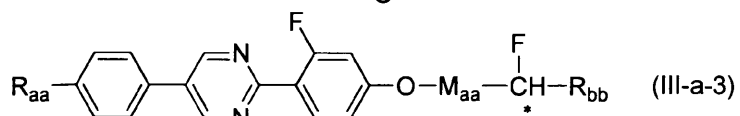
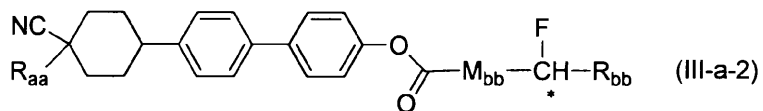
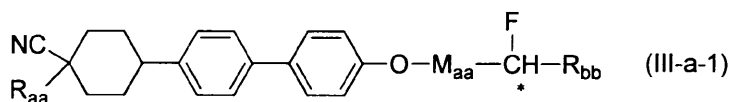
20

(式中、 R^{331} は炭素数 4 ~ 14 のアルキル基あるいはアルコキシ基、 R^{332} は炭素数 1 ~ 8 のアルキル基、 R^{333} は炭素数 4 ~ 14 のアルキル基、 L^{331} 、及び L^{332} は各々独立にカルボニル基又はメチレン基を表す。)

一般式 (III) として特に好ましい化合物の具体例を以下に挙げる。

【 0 0 6 7】

【化 2 0】



10

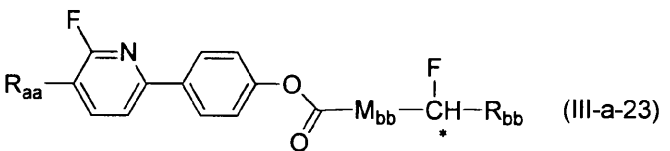
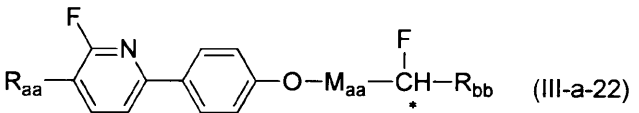
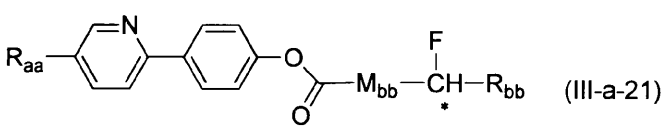
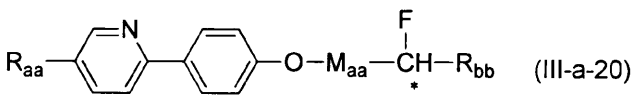
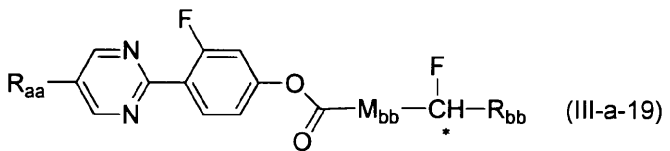
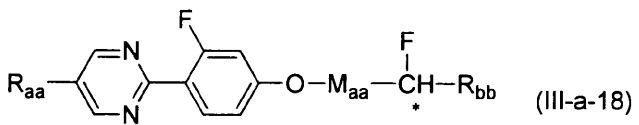
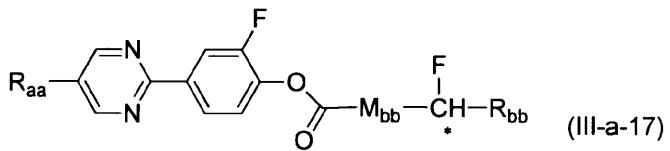
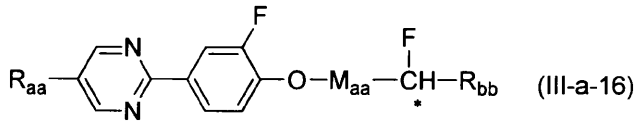
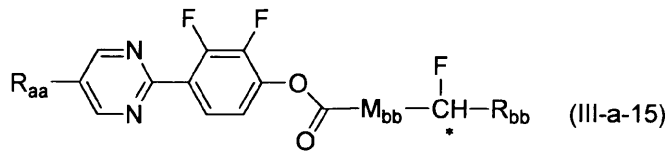
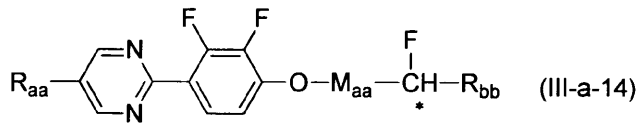
20

30

40

【 0 0 6 8 】

【化 2 1】



10

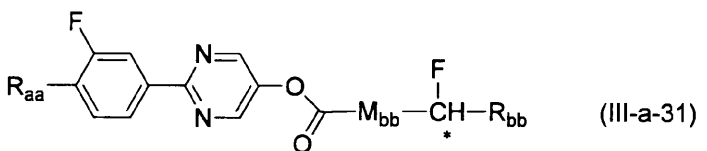
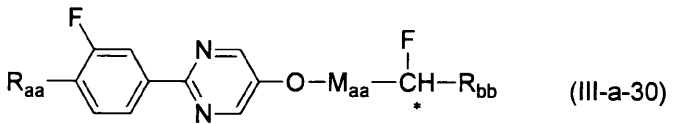
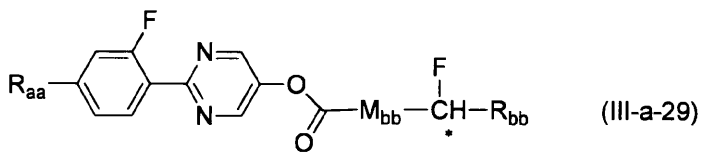
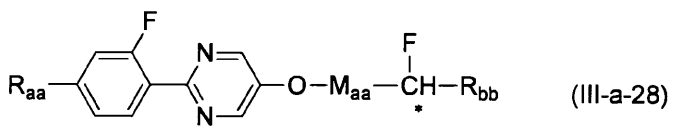
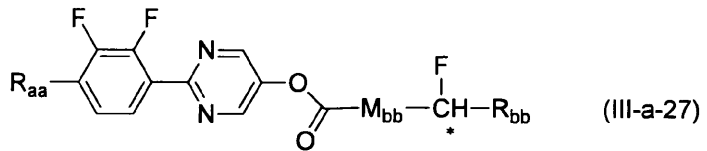
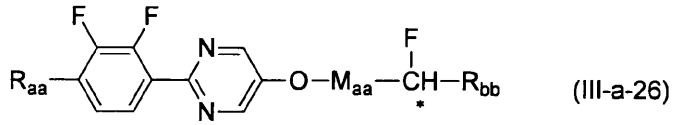
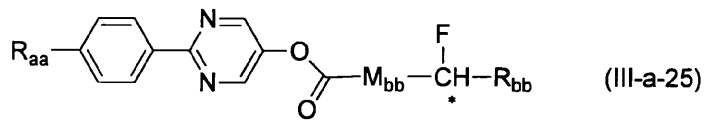
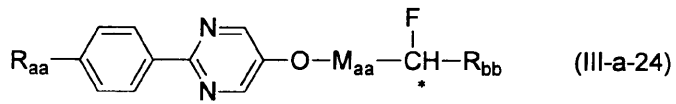
20

30

40

【 0 0 6 9 】

【化 2 2】



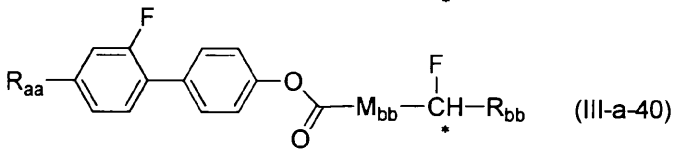
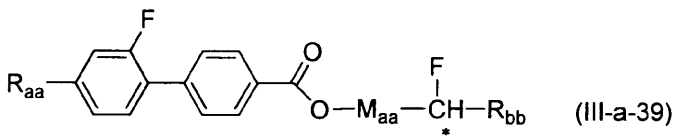
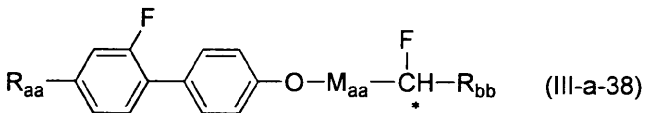
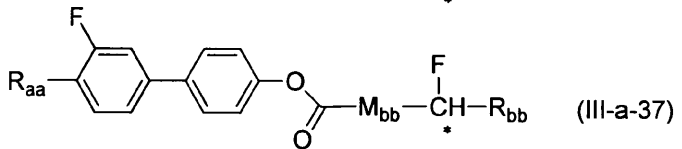
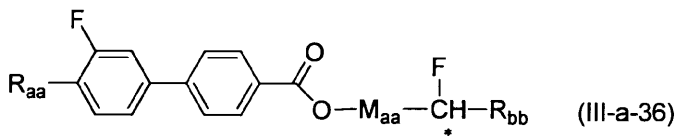
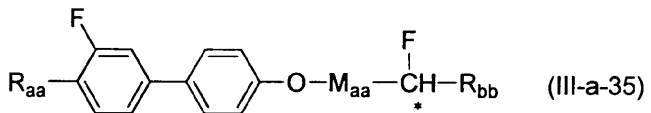
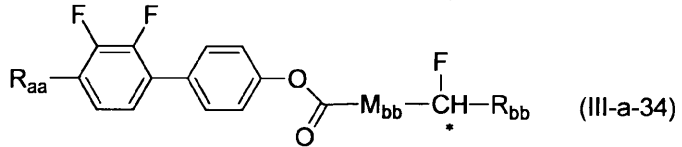
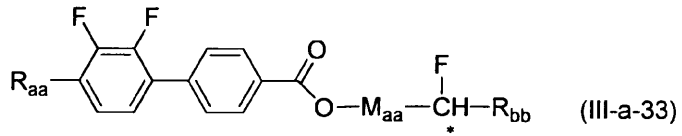
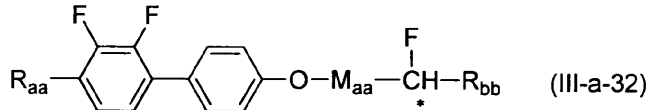
10

20

30

【 0 0 7 0 】

【化 2 3】



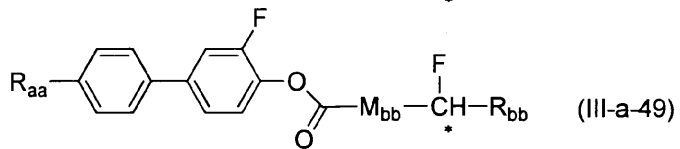
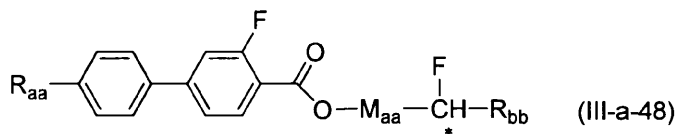
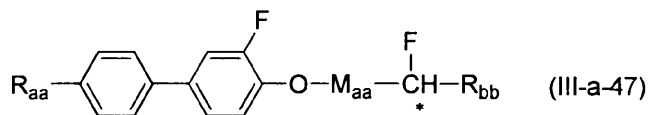
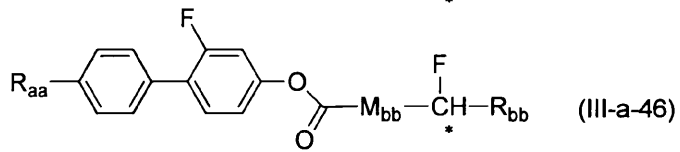
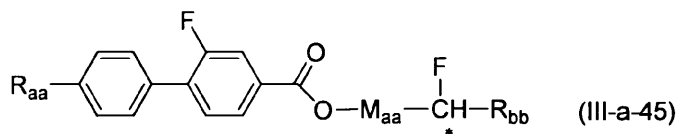
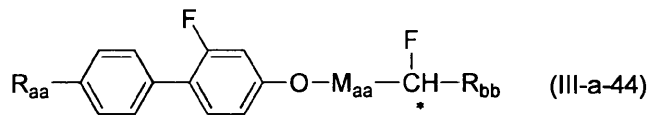
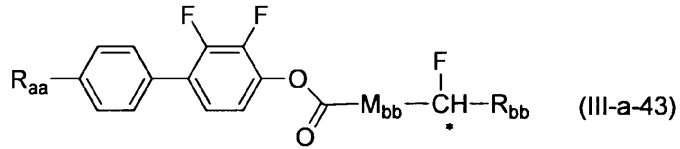
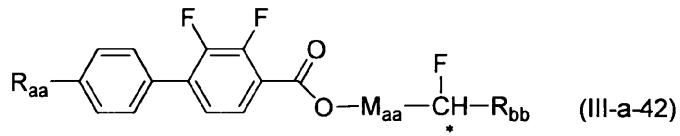
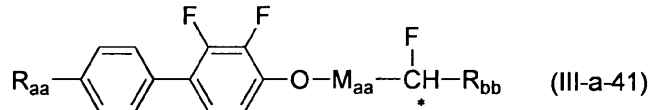
10

20

30

【 0 0 7 1 】

【化 2 4】



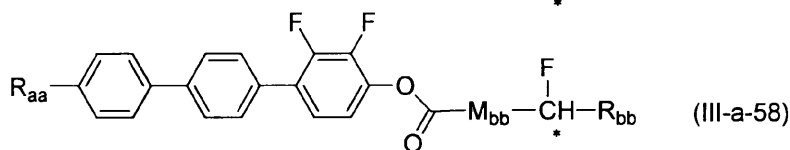
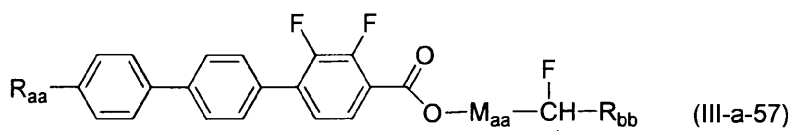
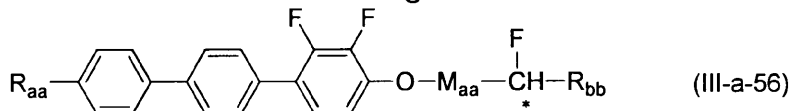
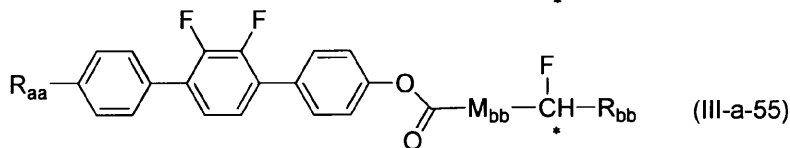
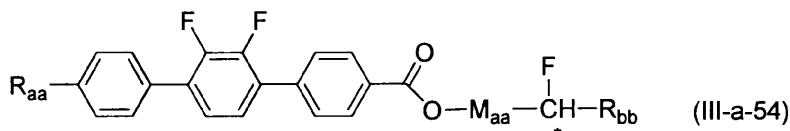
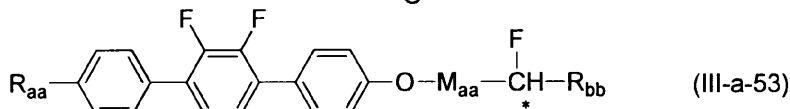
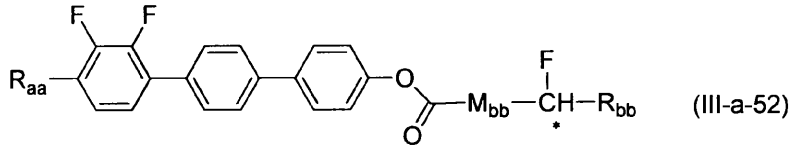
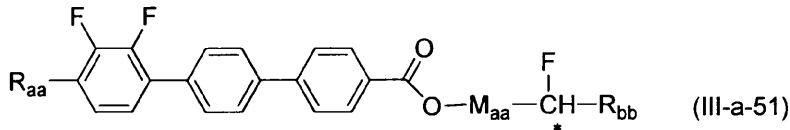
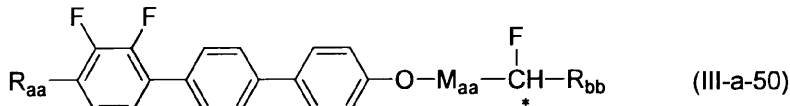
10

20

30

【 0 0 7 2 】

【化 2 5】



10

20

30

【0073】

(式中、 R_{aa} は炭素数1～18の直鎖状若しくは分岐状のアルキル基またはアルコキシ基、 R_{bb} は炭素数1～18の直鎖状若しくは分岐状のアルキル基、 M_{aa} は炭素数1～3のメチレン基、 M_{bb} は炭素数1～2のメチレン基を表す。)

【0074】

本発明の液晶組成物は、一般式(i)で表される化合物を含有する。本発明の液晶組成物の総質量に対する、一般式(i)で表される化合物の含有量は、5～80質量%が好ましく、10～60質量%がより好ましい。本発明の液晶組成物は、一般式(i)で表される化合物を2種以上含有することが好ましい。

40

【0075】

本発明の液晶組成物が強誘電性液晶組成物である場合、一般式(i)で表される化合物に加え、一般式(III)で表されるキラル化合物を使用することが好ましい。前記強誘電性液晶組成物の総質量に対する、一般式(III)で表される化合物の含有量は、2～50質量%が好ましく、5～30質量%がより好ましい。また、一般式(III)の含有量が10質量%を超える場合には、一般式(III)で表される化合物を2種以上使用し、単一成分の含有量が10質量%を超えないようにすると、好ましくない結晶化や相系列の乱れを

50

抑制することができる。

【 0 0 7 6 】

液晶組成物から不純物等を除去する目的で、又は液晶組成物の比抵抗値を更に高くする目的で、シリカ、アルミナ等による精製処理を施しても良い。比抵抗値としては 10^{12} ・ cm 以上が好ましく、 10^{13} ・ cm 以上がより好ましい。更に、目的に応じて液晶組成物中に、キラル化合物、染料、イオン捕捉剤等のドーパントを添加することもできる。

【 0 0 7 7 】

その他、必要に応じて酸化防止剤、紫外線吸収剤、非反応性のオリゴマーや無機充填剤、有機充填剤、重合禁止剤、消泡剤、レベリング剤、可塑剤、シランカップリング剤等を適宜添加しても良い。

10

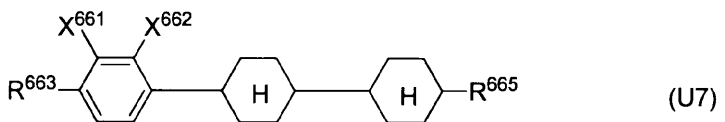
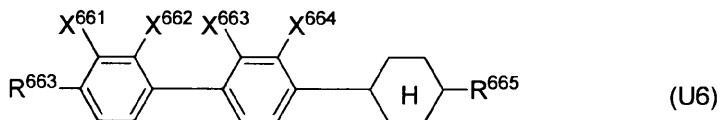
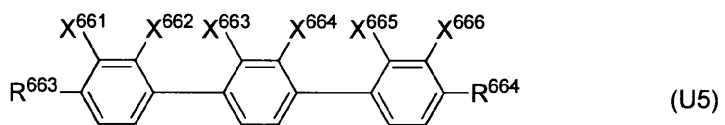
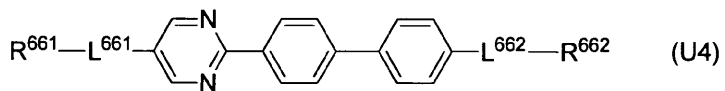
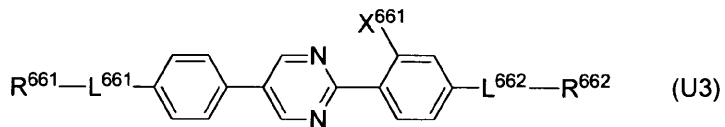
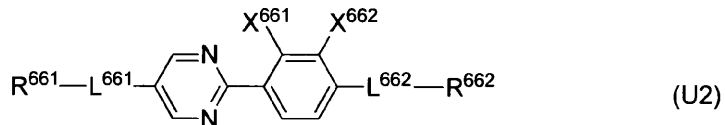
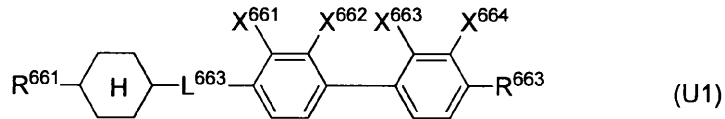
【 0 0 7 8 】

更に、強誘電性液晶組成物の成分として、必要に応じて一般式 (i) で示される液晶性化合物以外の液晶性化合物を併用することができる。併用しうる化合物に特に限定はないが、強誘電性液晶相を安定化するためには、S m C 相、あるいはキラル S m C 相を示す液晶性化合物を用いることが好ましい。(本明細書中では、液晶相の名称を記載したときには特に断わりのない限り対応するキラルな液晶相も含むものとする。) また、強誘電性液晶相の相系列、あるいは各液晶相の温度範囲を調節するためには適宜液晶性化合物を選ぶことが好ましい。具体的には、N相を発現させたり、ネマチック相の温度範囲を広げたい場合には、N相を示す化合物を併用することが好ましく、また、S m A 相を発現させたり、S m A 相の温度範囲を広げたい場合には、S m A 相を示す化合物を併用することが好ましく、あるいは、Half-V用材料のように、S m A 相が不要な場合には、S m A 相を示さない化合物を併用することが好ましい。強誘電性液晶相を安定化するために併用する化合物として好ましい具体例を以下に挙げる。

20

【 0 0 7 9 】

【化 2 6】



10

20

30

【 0 0 8 0】

(式中、 R^{661} 及び R^{662} は各々独立に炭素数 4 ~ 14 のアルキル基、 R^{663} 及び R^{664} は各々独立に炭素数 4 ~ 14 のアルキル基あるいはアルコキシ基、 R^{665} は炭素数 4 ~ 14 のアルキル基、 L^{661} 、及び L^{662} は各々独立に単結合、 $-O-$ 、 $-COO-$ 、又は $-OCO-$ 、 L^{663} は単結合、 $-O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 又は $-CH_2-CH_2-$ 、 X^{661} 、 X^{662} 、 X^{663} 、 X^{664} 、 X^{665} 、及び X^{666} 、は各々独立に水素原子あるいはフッ素原子を表す。)

コントラストの良い表示素子を得るためには、表示方式にあわせて傾き角を調整する必要がある。傾き角を大きくするためには、SmC相の上限温度を高くしたり、SmA相の温度幅を狭くするように、化合物を選ぶことが好ましく、傾き角を小さくするためには、SmC相の上限温度を低くしたり、SmA相の温度範囲を広くするような化合物を使用することが好ましい。

40

【 0 0 8 1】

Sm相の層構造を安定化するためには、本発明液晶組成物に、フェニルベンゾエート誘導体又はビフェニルベンゾエート誘導体を含むことが好ましい。これらフェニルベンゾエート誘導体又はビフェニルベンゾエート誘導体は組成物の粘度を上昇させるので、Sm相の層構造を安定化することができ、配向乱れを抑制することができる。またフェニルベンゾエート誘導体の添加により融点が低下する効果も得られる。しかし、フェニルベンゾエート誘導体の使用により粘度が上昇し応答速度も遅くなるので、所望の応答速度が得られる範囲内で使用することが望ましい。

50

【0082】

一般式(i)で表される化合物は1種を単独で用いても、アルキル鎖長、アルキル鎖の構造、結合部分の構造、環構造、環数が異なるものを複数併用しても良い。液晶温度の安定性を向上するためには、異なる構造の化合物を2種類以上使用することが好ましい。

【0083】

本発明の液晶組成物に含有するキラル化合物は、一般式(III)で示される構造の化合物を1種単独で用いても、あるいは、キラル構造、アルキル鎖長、アルキル鎖の構造、結合部分の構造、環構造、環数が異なるものを複数併用しても良い。キラルな効果に基づき発生する液晶相での螺旋構造を抑制し、良好な配向状態を得るためには、発生させるねじれの向きが異なる複数のキラル化合物を組み合わせる用いることが好ましい。このとき、自発分極の向きは揃うようにキラル化合物の組み合わせを選ぶか、あるいは、十分大きな自発分極を発生させる化合物とねじれ構造は誘起するが自発分極値の小さな化合物との組み合わせを選ぶことにより、自発分極の値はキャンセルされないのが好ましい。キラルな効果に基づいて液晶相で起こる螺旋構造の発生を抑制するために、発生させるねじれの向きが異なる複数のキラル構造を同一の化合物の中に導入することも好ましい。このとき、自発分極の向きは揃うようにキラル構造の組み合わせを選ぶか、あるいは、十分大きな自発分極を発生させる構造とねじれ構造は誘起するが自発分極値の小さな構造との組み合わせを選ぶことにより、自発分極の値はキャンセルされないのが好ましい。

10

【0084】

本発明の液晶組成物を液晶セルの中に入れることにより、液晶表示素子を作製することが可能である。液晶セルの2枚の基板はガラス、プラスチックの如き柔軟性をもつ透明な材料を用いることができる。片方の基板はシリコン等の不透明な材料でも良い。透明電極層を有する透明基板は、例えば、ガラス板等の透明基板上にインジウムスズオキシド(ITO)をスパッタリングすることにより得ることができる。

20

【0085】

強誘電性液晶組成物を用いた液晶表示素子は、フィールドシーケンシャル駆動方法を利用することにより、カラーフィルターを使用しなくてもカラー表示が可能となるが、カラーフィルターを使用した表示方法を利用してよい。カラーフィルターは、例えば、顔料分散法、印刷法、電着法、又は、染色法等によって作成することができる。顔料分散法によるカラーフィルターの作成方法を一例に説明すると、カラーフィルター用の硬化性着色組成物を、該透明基板上に塗布し、パターンニング処理を施し、そして加熱又は光照射により硬化させる。この工程を、赤、緑、青の3色についてそれぞれ行うことで、カラーフィルター用の画素部を作成することができる。その他、該基板上に、TFT、薄膜ダイオード、金属絶縁体金属比抵抗素子等の能動素子を設けた画素電極を設置してもよい。

30

【0086】

前記基板を、透明電極層が内側となるように対向させる。その際、スペーサーを介して、基板の間隔を調整してもよい。このときは、得られるセルの厚さが1~100 μm となるように調整するのが好ましい。セル厚は、1から10 μm が更に好ましく、1から4 μm がなお好ましい。偏光板を使用する場合は、コントラストが最大になるように液晶の屈折率異方性 n とセル厚 d との積を調整することが好ましい。表示素子の製造の点ではセル厚が厚い方が好ましいが、その場合には n が小さい液晶を使用する必要がある。その場合には、シクロヘキシル、あるいは、1,3,4-チアジアゾール-2,5-ジイル構造を有する一般式(i)又は一般式(III)の化合物、あるいは、一般式(i)又は一般式(III)以外の化合物で、シクロヘキシル、あるいは、1,3,4-チアジアゾール-2,5-ジイル構造を有する化合物を用いることが望ましい。シクロヘキシル構造は、一つの分子中に一つ、あるいは2つ存在することが好ましく、1,3,4-チアジアゾール-2,5-ジイルは一つの分子中に一つ存在することが好ましい。又、二枚の偏光板がある場合は、各偏光板の偏光軸を調整して視野角やコントラストが良好になるように調整することもできる。更に、視野角を広げるための位相差フィルムも使用することもできる。スペーサーとしては、例えば、ガラス粒子、プラスチック粒子、アルミナ粒子、フォトレジ

40

50

スト材料等が挙げられる。その後、エポキシ系熱硬化性組成物等のシール剤を、液晶注入口を設けた形で該基板にスクリーン印刷し、該基板同士を貼り合わせ、加熱しシール剤を熱硬化させる。

【0087】

2枚の基板間に高分子で安定化した強誘電性液晶組成物を挟持させる方法は、通常真空注入法、又はODF法などを用いることができる。この時、液晶組成物は、均一なアイソトロピック状態か、又は(キラル)N相であることが好ましい。Sm相では、素子作製の取り扱い方が難しくなる。

【実施例】

【0088】

次に、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によって限定されるものではない。

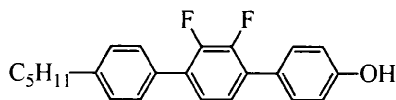
【0089】

<<合成1>>

4-(2,3-ジフルオロ-(4-(4-ペンチルフェニル))フェニル)フェノールの合成

【0090】

【化27】



20

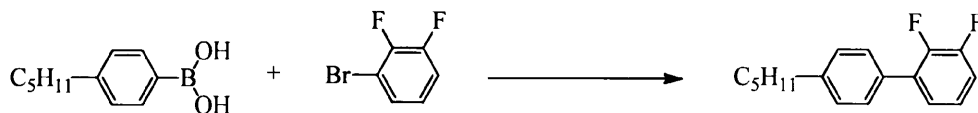
【0091】

<合成1-1>

2,3-ジフルオロ-4'-ペンチルビフェニルの合成

【0092】

【化28】



30

【0093】

窒素置換した3Lの四つ口フラスコに148.3gの4-ペンチルフェニルホウ酸、102gの1-プロモ-2,3-ジフルオロベンゼン、5.56gのテトラキストリフェニルホスフィンパラジウム(0)錯体と270gの炭酸水素ナトリウムおよび750mlのN,N-ジメチルアセトアミドを加え100度で8時間攪拌を行った。ガスクロマトグラフ(GC)で反応の終了を確認し、系を室温まで冷却した。反応系に1Lの水を加えて攪拌を行い、これにヘプタン1Lを加え激しく攪拌した。有機層を分離し、ついでヘプタン1Lで2回抽出を行った。得られたヘプタン溶液を300mlの水で2回洗浄した後、溶媒を留去し、溶媒にヘプタンを用いシリカゲル250gを用いて精製を行ったところ、無色透明の液体として100gの目的物を得た。収率72.8%。GC純度97.7%。M+260。

40

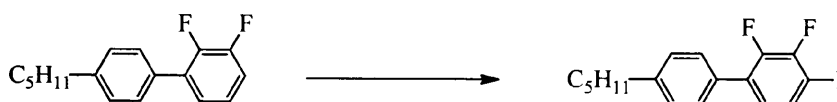
【0094】

<合成1-2>

2,3-ジフルオロ-4-ヨード-4'-ペンチルビフェニルの合成

【0095】

【化29】



【0096】

50

窒素置換した 1 L の四つ口フラスコに 30.75g の 2, 3-ジフルオロ-4'-ペンチルビフェニルを加え、これを 100ml の THF に溶解させ、-78 度まで冷却した。系に 1.3M の sec-ブチルリチウム 100ml を 30 分間かけて滴下した。5 時間後、35.6g のヨウ素を 100ml の THF に溶解させた溶液を 30 分間かけて滴下した。その後、系の温度を 8 時間かけて室温まで上昇させた。系に 500ml のヘプタンを加え、この溶液を 500ml の飽和亜硫酸ナトリウム水溶液で洗浄した。溶媒を留去し、溶媒にヘプタンを用いシリカゲル 50g を用いて精製を行ったところ、淡黄色の液体として 43g の目的物を得た。収率 94.3%。GC 純度 85.98%。M+386。

【 0 0 9 7 】

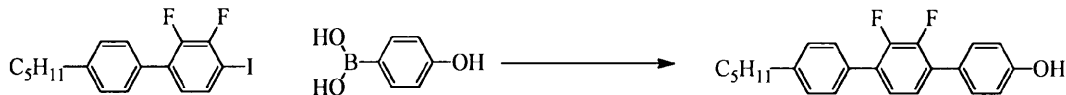
< 合成 1 - 3 >

4-(2,3-ジフルオロ-(4-(4-ペンチルフェニル))フェニル)フェノールの合成

10

【 0 0 9 8 】

【 化 3 0 】



【 0 0 9 9 】

窒素置換した 2 L の四つ口フラスコに 60.8g の 4-ヒドロキシフェニルホウ酸、172g の 2, 3-ジフルオロ-4-ヨード-4'-ペンチルビフェニル、40%炭酸カリウム水溶液 261.5g、44.38g のテトラキストリフェニルホスフィンパラジウム(0)錯体を N,N-ジメチルアセトアミド 500ml に溶解させ、110 度で 6 時間攪拌を行った。GC で反応の終了を確認した後、室温まで冷却し、これに 18%塩酸 100ml を加えた。さらに 200ml の酢酸エチルを加えて攪拌し、有機層を分離した。ついで酢酸エチル 200ml を用いて 2 回抽出を行った。有機層を合わせて 200ml の水ついで 200ml の飽和食塩水で洗浄した。溶媒を留去した後、溶媒に酢酸エチル：ヘプタン(1：5)混合溶媒を用い、シリカゲル 200g を用いて精製を行い、ついでエタノールとアセトンを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として 123.5g の目的物を得た。収率 78.8%。GC 純度 99.5%。M+352。

20

【 0 1 0 0 】

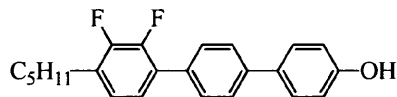
<< 合成 2 >>

4-(4-(2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル)フェニル)フェノールの合成

30

【 0 1 0 1 】

【 化 3 1 】



【 0 1 0 2 】

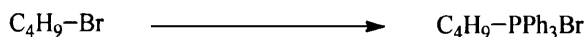
< 合成 2 - 1 >

ブチルトリフェニルホスホニウムブロミドの合成

【 0 1 0 3 】

40

【 化 3 2 】



【 0 1 0 4 】

窒素置換した 2 L の四つ口フラスコに 280g の臭化ブタン、696g のトリフェニルホスフィン を 500ml のキシレンに溶解させ、これをキシレンが還流する温度まで加熱して 6 時間攪拌を行った。系を室温まで冷却し、析出した白色結晶をろ過して取り出し、キシレンで洗浄した。乾燥した結果、白色固体として目的物 797g を得た。収率 97.7%。

【 0 1 0 5 】

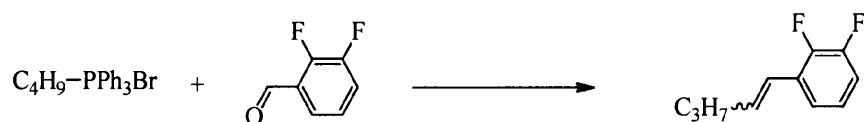
50

< 合成 2 - 2 >

1, 2-ジフルオロ-3-(1-ペンテニル)ベンゼンの合成

【 0 1 0 6 】

【 化 3 3 】



【 0 1 0 7 】

10

窒素置換した 3 L の四つ口フラスコに 797g のブチルトリフェニルホスホニウムブロミドを 1 L の THF に懸濁させ -10 度に冷却し、これに 224g のカリウム *t*-ブトキシドをゆっくり加えた。1 時間後、系を 0 度にして 248g の 2, 3-ジフルオロベンズアルデヒドをゆっくり加え、攪拌しながら一晩放置した。系に 50ml の水を加え、溶媒を留去した後ヘプタン 2 L を加え目的物を抽出した。得られたヘプタン溶液を 40% メタノール水溶液で洗浄した後、溶媒を留去し、溶媒にヘプタンを用いシリカゲル 1000g を用いて精製を行ったところ、淡黄色の液体として 343g の目的物を得た。収率 93.6%。GC 純度 87%。M+182。

【 0 1 0 8 】

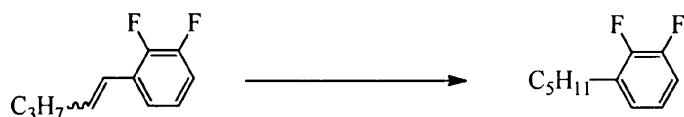
< 合成 2 - 3 >

1, 2-ジフルオロ-3-ペンチルベンゼンの合成

20

【 0 1 0 9 】

【 化 3 4 】



【 0 1 1 0 】

2 L のオートクレーブに 343g の 1, 2-ジフルオロ-3-(1-ペンテニル)ベンゼンを 1 L の THF に溶解させ、これに 5% パラジウムカーボン 10g を加えた後、系を窒素置換し、ついで 0.2M pa の水素雰囲気にして 4 時間攪拌を行った。GC で反応の終了を確認した後、パラジウムカーボンをろ別し、溶媒を留去した。溶媒にヘプタンを用いシリカゲル 300g を用いて精製を行ったところ、無色の液体として 345g の目的物を得た。収率 89.6%。GC 純度 90%。M+184。

30

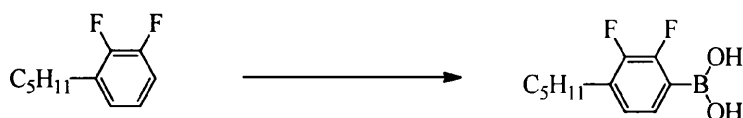
【 0 1 1 1 】

< 合成 2 - 4 >

2, 3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニルホウ酸の合成

【 0 1 1 2 】

【 化 3 5 】



40

【 0 1 1 3 】

窒素置換した 2 L の四つ口フラスコに 143g の 1, 2-ジフルオロ-3-ペンチルベンゼンを 50 ml の THF に溶解させ -78 度に冷却した。これに 1.6M のブチルリチウムヘキササン溶液 486ml を 2 時間かけて加えた。1 時間後、81g のホウ酸トリメチルを 1 時間かけて滴下した。その後、系の温度を 1 時間かけて室温まで上昇させた。10% 塩酸 500ml を加え 2 時間攪拌した。系に 500ml のヘプタンを加えて攪拌し、有機層を分離した。さらにヘプタン 300ml を用いて抽出し、先の有機層と合わせてこれを 300ml の飽和食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、淡

50

黄色の固体として152.1gの目的物を得た。収率95.4%。

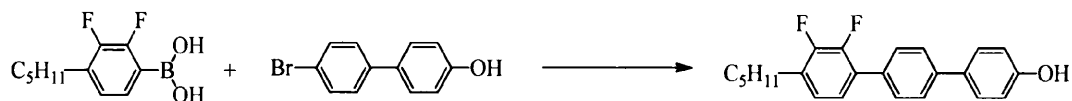
【0114】

<合成2-5>

4-(4-(2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル)フェニル)フェノールの合成

【0115】

【化36】



10

【0116】

窒素置換した2Lの四つ口フラスコに152.1gの2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニルホウ酸、156.6gの4-(4-ブロモフェニル)フェノール、40%炭酸カリウム水溶液434g、47.27gのテトラキストリフェニルホスフィンパラジウム(0)錯体をN,N-ジメチルアセトアミド500mlに溶解させ、110度で6時間攪拌を行った。GCで反応の終了を確認した後、室温まで冷却し、これに18%塩酸400mlを加えた。さらに200mlの酢酸エチルを加えて攪拌し、有機層を分離した。ついで酢酸エチル200mlを用いて3回抽出を行った。有機層を合わせて200mlの水ついで200mlの飽和食塩水で洗浄した。溶媒を留去した後、溶媒に酢酸エチル：ヘプタン(1:5)混合溶媒を用いシリカゲル300gを用いて精製を行い、ついでエタノールとアセトンを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として199gの目的物を得た。収率89.9%。GC純度99.3%。M+352。

20

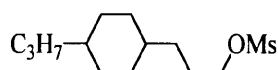
【0117】

<<合成3>>

メタンスルホン酸3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロピルの合成

【0118】

【化37】



30

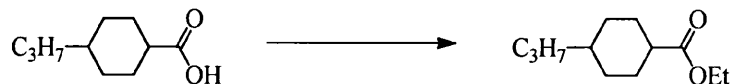
【0119】

<合成3-1>

4-プロピルシクロヘキサンカルボン酸エチルの合成

【0120】

【化38】



40

【0121】

1Lフラスコに120gの4-プロピルシクロヘキサンカルボン酸をエタノール250mlに溶解させ、これに濃硫酸0.5mlを加える。2時間加熱還流の後、溶媒を200ml留去する。溶液を氷水に滴下し、ついでトルエンを加え分液する。有機層を水で洗浄した後、10%炭酸水素ナトリウム水溶液で洗浄し、ついで飽和食塩水で洗浄する。溶媒を留去し、淡黄色の液体として136gの目的物を得た。収率97%。M+198。

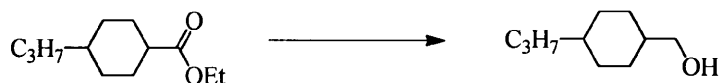
【0122】

<合成3-2>

1-(4-プロピルシクロヘキシル)メタノールの合成

【0123】

【化39】



【0124】

窒素置換した2 Lの四つ口フラスコに水素化アルミニウムリチウム21.4gを1 LのTHFに懸濁させる。系を0度に冷却し、136gの4-プロピルシクロヘキサンカルボン酸エチルを200mlのTHFに溶解させた溶液を1時間かけて滴下した。反応液を3時間攪拌し、GCで反応が終了したことを確認した後、18%の塩酸200gをゆっくり滴下した。分液後、水層にトルエンを加え2回抽出を行い、先の有機層と合わせて水洗した。溶媒を留去し、淡黄色の液体として100gの目的物を得た。収率99%。GC純度91.5%。M+156。

10

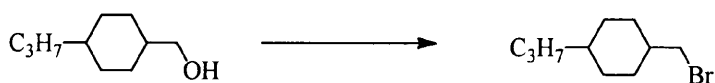
【0125】

<合成3-3>

1-(プロモメチル)-4-プロピルシクロヘキサンの合成

【0126】

【化40】



20

【0127】

5 Lの四つ口フラスコに100gの1-(4-プロピルシクロヘキシル)メタノールと6.53gの赤燐を入れ、80度に加熱した。これに臭素66.3gを加え、系を120度にして3時間攪拌を行った。GCで反応が終了したことを確認し、系を室温まで冷却した。固形物をシリカゲルでろ過し、ヘキサン1 Lで洗い出しを行った。得られたる液を水洗し、ついで飽和食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、透明な液体として118gの目的物を得た。収率97%。GC純度84%。M+218。

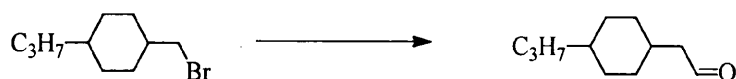
【0128】

<合成3-4>

2-(4-プロピルシクロヘキシル)アセトアルデヒドの合成

【0129】

【化41】



【0130】

窒素置換した1 Lの四つ口フラスコにマグネシウム15.5gを入れ、これに1-(1-プロモメチル)-4-プロピルシクロヘキサン118gを250mlのTHFに溶解させた溶液を滴下した。その後、系を-5度まで冷却し、N,N-ジメチルホルムアミド78gを30分間かけて滴下した。1時間攪拌した後、18%の塩酸250mlを滴下した。分液の後、水層にヘキサン300mlを加え3回抽出を行い、先の有機層と合わせて水洗し、ついで10%炭酸水素ナトリウム水溶液で洗浄し、さらに飽和食塩水で洗浄を行った。溶媒を留去し、透明な液体として86gの目的物を得た。収率98%。GC純度87%。M+168。

40

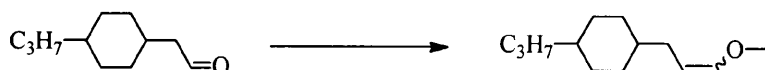
【0131】

<合成3-5>

1-(3-メトキシ-2-プロペニル)-4-プロピルシクロヘキサンの合成

【0132】

【化42】



【0133】

窒素置換した2 L 四つ口フラスコにメトキシメチルトリフェニルホスホニウムクロリド 206.3gをTHF 500mlに懸濁させ-5度まで冷却した。ここにカリウム t - ブトキシド67.2gを少しずつ加えた。1時間後、2-(4-プロピルシクロヘキシル)アセトアルデヒド86gをゆっくり加え、4時間攪拌を行った。GCで反応を確認後、系に水100mlを加えた。溶媒を留去した後ヘキサンを加えてヘキサン溶液とし、水洗を行った。シリカゲル100gを用いて精製を行ったところ、無色の液体として89gの目的物を得た。収率82%。GC純度80%。M+196。

10

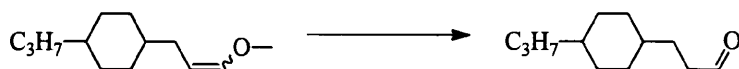
【0134】

<合成3-6>

3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロパナールの合成

【0135】

【化43】



20

【0136】

窒素置換した1 L 四つ口フラスコに89gの1-(3-メトキシ-2-プロペニル)-4-プロピルシクロヘキサンをTHF 350mlに溶解させ、これに12%塩酸350gを加える。系を加熱し、5時間還流させた。GCで反応終了を確認し、室温まで冷却した。トルエンを加えて分液後、有機層を水洗した。溶媒を留去し無色の液体として75gの目的物を得た。収率99%。GC純度87.2%。M+182。

【0137】

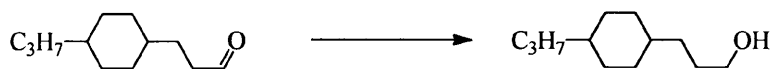
<合成3-7>

3-(4-プロピルシクロヘキシル)-1-プロパノールの合成

30

【0138】

【化44】



【0139】

窒素置換した2 L 四つ口フラスコに7.41gの水素化アルミニウムリチウムをTHF 500mlに懸濁させ、系を5度まで冷却した。75gの3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロパナールをTHF 100mlに溶解させた溶液をゆっくり滴下した。GCで反応終了を確認し、20mlの水を加え、続けて18%塩酸500mlを加えた。トルエンを加えて分液を行い、さらにトルエンを用いて水層から抽出を2回行った。有機層を合わせて飽和食塩水で3回洗浄した。無水硫酸マグネシウムを加えて乾燥させた後、溶媒を留去したところ、黄色液体として68gの目的物を得た。収率91%。GC純度89%。M+184。

40

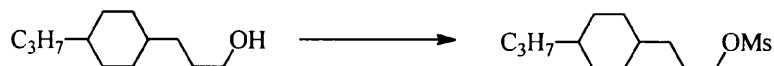
【0140】

<合成3-8>

メタンスルホン酸3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロピルの合成

【0141】

【化45】



【0142】

1 L 四つ口フラスコに68gの3-(4-プロピルシクロヘキシル)-1-プロパノールを500mlのジクロロメタンに溶解させピリジン41.5gを加えて0度まで冷却した。44.1gのメタンスルホン酸クロリドをゆっくり滴下し6時間攪拌した。系を室温に戻し水300mlを加えた。分液の後、有機層を飽和食塩水で洗浄した。溶媒を留去しメタノールで再結晶することにより、白色結晶として70gの目的物を得た。収率76%。GC純度94%。M+262。

10

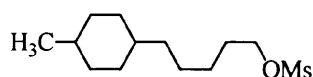
【0143】

<<合成4>>

メタンスルホン酸5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンチルの合成

【0144】

【化46】



20

【0145】

<合成4-1>

1-(4-メチルシクロヘキシル)メタノールの合成

【0146】

【化47】



30

【0147】

窒素置換した2 Lの四つ口フラスコに38.5gの水素化アルミニウムリチウムをTHF 400mlに懸濁させ0度に冷却した。110gの4-メチルシクロヘキサンカルボン酸をTHF 400mlに溶解させた溶液をゆっくり滴下して6時間攪拌した。GCで反応終了を確認した後、水30mlを加え、ついで18%塩酸500gを加えた。分液後、水層からジクロロメタンを用いて2回抽出を行い、先の有機層と合わせて水洗し、さらに飽和食塩水で洗浄した。溶媒を留去し黄色液体として100gの目的物を得た。収率100%。GC純度99%。M+128。

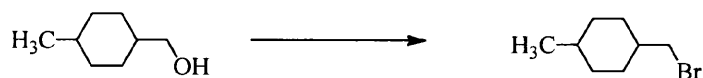
【0148】

<合成4-2>

1-(ブロモメチル)-4-メチルシクロヘキサンの合成

【0149】

【化48】



40

【0150】

窒素置換した2 Lの四つ口フラスコに1-(4-メチルシクロヘキシル)メタノール99gとトリエチルアミン86gをTHF 500mlに溶解させた。室温でメシルクロリド97gを滴下し、2時間攪拌を行った。反応液を冷却し、析出物をろ別し、ろ液に臭化リチウム84gを加え、60度で6時間攪拌を行った。GCで反応を確認した後、溶媒を留去し蒸留を行い、無色透明の

50

液体として85gの目的物を得た。収率58%。GC純度98%。M+190。

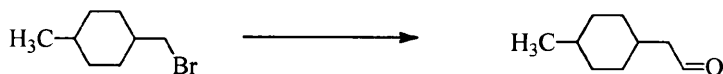
【0151】

<合成4-3>

2-(4-メチルシクロヘキシル)アセトアルデヒドの合成

【0152】

【化49】



10

【0153】

窒素置換した1Lの四つ口フラスコにマグネシウム12.7gを入れ、これに1-(1-ブロモメチル)-4-メチルシクロヘキサン83.88gをTHF 200mlに溶解させた溶液を滴下しグリニャール試薬を作成した。その後、系を-5度に冷却し乾燥したN,N-ジメチルホルムアミド64gを30分間かけて滴下した。その後、18%塩酸200mlを滴下し、さらにヘキサン300mlを加えて分液した。水層からヘキサン300mlを用いて2回抽出を行い、先の有機層と合わせて水洗の後、飽和食塩水で洗浄した。溶液を無水硫酸ナトリウムを用いて乾燥させ、溶媒を留去したのち蒸留し、無色透明の液体として57gの目的物を得た。収率92%。GC純度94%。M+140。

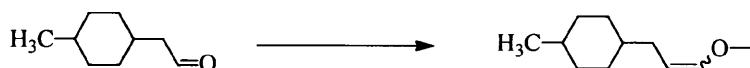
【0154】

<合成4-4>

1-メチル-4-(3-メトキシ-2-プロペニル)シクロヘキサンの合成

【0155】

【化50】



20

30

【0156】

窒素置換した2Lの四つ口フラスコにメトキシメチルトリフェニルホスホニウムクロリド134.4gをTHF 500mlに懸濁させ0度まで冷却した。ここにカリウムt-ブトキシド43.7gを少しずつ加えた。1時間後、2-(4-メチルシクロヘキシル)アセトアルデヒド42.14gをゆっくり加え、4時間攪拌を行った。GCで反応を確認後、系に水100mlを加えた。溶媒を留去した後ヘキサンを加えてヘキサン溶液とし、水洗を行った。溶液を無水硫酸ナトリウムを用いて乾燥させ、溶媒を留去したのち蒸留し、無色透明の液体として35gの目的物を得た。収率69%。GC純度94%。M+168。

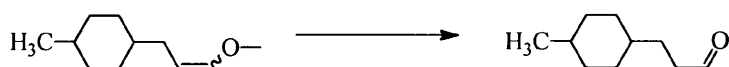
【0157】

<合成4-5>

3-(4-メチルシクロヘキシル)プロパナールの合成

【0158】

【化51】



40

【0159】

窒素置換した1Lの四つ口フラスコに1-メチル-4-(3-メトキシ-2-プロペニル)シクロヘキサン35gと12%塩酸176ml、THF 120mlを入れ、還流温度で5時間攪拌を行った。系を室温まで冷却して分液し、有機層を水洗して溶媒を留去し、無色透明な液体として目的物32gを得た。収率100%。GC純度95%。M+154。

50

【 0 1 6 0 】

< 合成 4 - 6 >

5-(4-メチルシクロヘキシル)-2-ペンテン酸エチルの合成

【 0 1 6 1 】

【 化 5 2 】



【 0 1 6 2 】

10

窒素置換した 1 L の四つ口フラスコにエトキシカルボニルメチル(トリフェニル)ホスホニウムブロミド98gをTHF 300mlに懸濁させ0度まで冷却した。ここにカリウム t - ブトキシド26gを少しずつ加えた。1時間後、3-(4-メチルシクロヘキシル)プロパナール32(0.2077)gをゆっくり加え、4時間攪拌を行った。GCで反応を確認後、系に水100mlを加えた。溶媒を留去した後ヘキサンを加えてヘキサン溶液とし、水洗を行った。溶液を無水硫酸ナトリウムを用いて乾燥させ、溶媒を留去し、無色透明の液体として33gの目的物を得た。収率71%。GC純度95%。M+224。

【 0 1 6 3 】

< 合成 4 - 7 >

5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンタン酸エチルの合成

20

【 0 1 6 4 】

【 化 5 3 】



【 0 1 6 5 】

30

1 L のオートクレーブに5-(4-メチルシクロヘキシル)-2-ペンテン酸エチル33gを酢酸エチル300mlに溶解させ、これに5wt%パラジウム / カーボン3.4gを加えた。系を窒素置換した後、水素に置換し、水素圧力を0.4MPaとし、系を40度に加温した。そのまま一晩攪拌を行い、系を室温に冷却した後、ろ過を行い、さらに溶媒を留去することによって、無色透明な液体として目的物32gを得た。収率96%。GC純度97%。M+226。

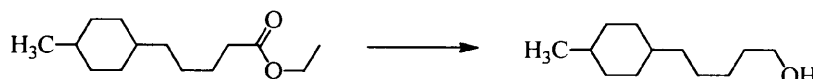
【 0 1 6 6 】

< 合成 4 - 8 >

5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンタノールの合成

【 0 1 6 7 】

【 化 5 4 】



40

【 0 1 6 8 】

窒素置換した 2 L の四つ口フラスコに7.4gの水素化アルミニウムリチウムをTHF 250mlに懸濁させ5度に冷却した。32gの5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンタン酸エチルをTHF 100mlに溶解させた溶液をゆっくり滴下して6時間攪拌した。GCで反応終了を確認した後、水20mlを加え、ついで18%塩酸200mlを加えた。分液後、水層からトルエンを用いて2回抽出を行い、先の有機層と合わせて水洗し、さらに飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムを加えて乾燥させた。溶媒を留去し淡黄色液体として25gの目的物を得た。収率96%。GC純度99%。M+184。

【 0 1 6 9 】

50

< 合成 4 - 9 >

メタンスルホン酸5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンチルの合成

【 0 1 7 0 】

【 化 5 5 】



【 0 1 7 1 】

窒素置換した 1 L 四つ口フラスコに 25g (0.297) の 5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンタノールを 200ml のジクロロメタンに溶解させトリエチルアミン 32g を加えて 0 度まで冷却した。37g のメタンスルホン酸クロリドをゆっくり滴下し 6 時間攪拌した。系を室温に戻し水 300ml を加えた。分液の後、有機層を飽和食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、溶媒に酢酸エチル：ヘプタン (1 : 1 0) 混合溶媒を用いシリカゲル 100g を用いて精製を行い、ついでメタノールを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として 24g の目的物を得た。収率 67%。GC 純度 95.5%。M+262。

10

【 0 1 7 2 】

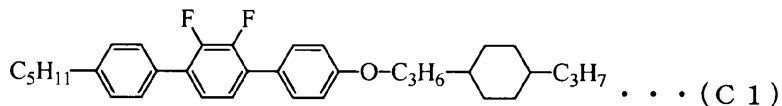
< 合成 5 - 1 >

1,2-ジフルオロ-3-(4-ペンチルフェニル)-6-(4-(3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロポキシ)フェニル)ベンゼンの合成

20

【 0 1 7 3 】

【 化 5 6 】



【 0 1 7 4 】

窒素置換した 500ml 四つ口フラスコに 5.01g の 4-(2,3-ジフルオロ-(4-(4-ペンチルフェニル))フェニル)フェノールと 4.19g のメタンスルホン酸 3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロピルおよび 2.79g の炭酸カリウムを N,N-ジメチルホルムアミド 60ml に懸濁させ 100 度に加熱した。6 時間攪拌を行った後、系を室温まで冷却して 1 L のトルエンを加えた。分液口に反応液を移し、水洗した後、12% 塩酸で洗浄、さらに飽和炭酸水素ナトリウム水溶液ついで食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、得られた個体を、溶媒にトルエン：ヘプタン (1 : 5) 混合溶媒を用いシリカゲル 50g を用いて精製を行い、ついでエタノールを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として 5.7g の目的物を得た。収率 77%。GC 純度 99.6%。M+518。

30

NMR: δ = 0.93(m, 10H), 1.19(m, 4H), 1.40(m, 8H), 1.72(m, 2H), 1.80(m, 6H), 2.69(t, 2H), 4.02(t, 2H), 7.02(d, 2H), 7.25(d, 2H), 7.30(d, 2H), 7.54(m, 4H).

Cr 97 SmC 137 SmA 146 N 209 Iso

40

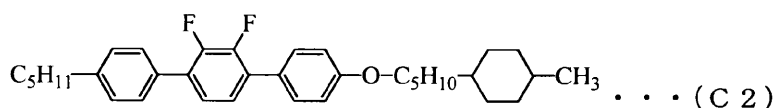
【 0 1 7 5 】

< 合成 5 - 2 >

1,2-ジフルオロ-3-(4-ペンチルフェニル)-6-(4-(5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンチルオキシ)フェニル)ベンゼンの合成

【 0 1 7 6 】

【 化 5 7 】



50

【 0 1 7 7 】

窒素置換した500ml四つ口フラスコに4.32gの4-(2,3-ジフルオロ-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)フェノールと3.61gのメタンスルホン酸5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンチルおよび1.94gの炭酸カリウムをN,N-ジメチルホルムアミド60mlに懸濁させ100度に加熱した。6時間攪拌を行った後、系を室温まで冷却して1Lのトルエンを加えた。分液ロートに反応液を移し、水洗した後、12%塩酸で洗浄、さらに飽和炭酸水素ナトリウム水溶液ついで食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、得られた個体を、溶媒にトルエン：ヘプタン(1：5)混合溶媒を用いシリカゲル50gを用いて精製を行い、ついでエタノールを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として3.2gの目的物を得た。収率52%。GC純度99.3%。M+518。

10

NMR: δ = 0.89(m, 10H), 1.25(m, 4H), 1.41(m, 8H), 1.70(m, 6H), 1.84(m, 2H), 2.69(t, 2H), 4.04(t, 2H), 7.02(d, 2H), 7.25(d, 2H), 7.31(d, 2H), 7.54(m, 4H).

Cr 87 SmC 116 N 171.5 Iso

【 0 1 7 8 】

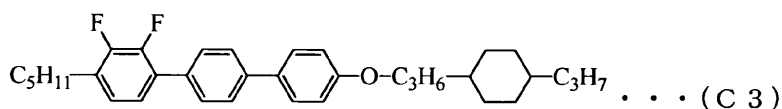
<<合成5-3>>

1-(2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル)-4-(4-(3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロポキシ)フェニル)ベンゼンの合成

【 0 1 7 9 】

【化58】

20



【 0 1 8 0 】

窒素置換した500ml四つ口フラスコに23.38gの4-(4-(2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル)フェニル)フェノールと20.24gのメタンスルホン酸3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロピルおよび10.58gの炭酸カリウムをN,N-ジメチルホルムアミド100mlに懸濁させ100度に加熱した。6時間攪拌を行った後、系を室温まで冷却して1Lのトルエンを加えた。分液ロートに反応液を移し、水洗した後、12%塩酸で洗浄、さらに飽和炭酸水素ナトリウム水溶液ついで食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、得られた個体を、溶媒にトルエン：ヘプタン(1：5)混合溶媒を用いシリカゲル200gを用いて精製を行い、ついでエタノールを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として23.8gの目的物を得た。収率70%。GC純度99.2%。M+518。

30

NMR: δ = 0.90(m, 10H), 1.16(m, 4H), 1.38(m, 8H), 1.65(m, 2H), 1.76(m, 6H), 2.69(t, 2H), 3.98(t, 2H), 6.98(m, 3H), 7.13(m, 1H), 7.59(m, 6H).

Cr 118 SmC 161 SmA 210 N 222 Iso

【 0 1 8 1 】

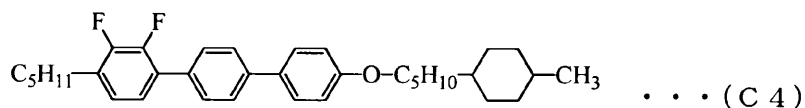
<<合成5-4>>

1-(2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル)-4-(4-(5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンチルオキシ)フェニル)ベンゼンの合成

40

【 0 1 8 2 】

【化59】



【 0 1 8 3 】

窒素置換した500ml四つ口フラスコに9.24gの4-(4-(2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル)フェニル)フェノールと7.58gのメタンスルホン酸3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロピルおよび7.2gの炭酸カリウムをN,N-ジメチルホルムアミド100mlに懸濁させ100度に加

50

熱した。6時間攪拌を行った後、系を室温まで冷却して1Lのトルエンを加えた。分液漏斗に反応液を移し、水洗した後、12%塩酸で洗浄、さらに飽和炭酸水素ナトリウム水溶液ついで食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、得られた個体を、溶媒にトルエン：ヘプタン（1：5）混合溶媒を用いシリカゲル200gを用いて精製を行い、ついでエタノールを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として8.4gの目的物を得た。収率59%。GC純度99.8%。M+518。

NMR: δ = 0.87(m, 10H), 1.25(m, 4H), 1.37(m, 8H), 1.66(m, 6H), 1.85(m, 2H), 2.69(t, 2H), 4.00(t, 2H), 6.98(m, 3H), 7.15(m, 1H), 7.62(m, 6H).

Cr 75 X 108 SmC 158 SmA 176 N 186 Iso

【0184】

10

<示差走査熱量測定(1)>

得られた液晶化合物、前記式(C1)~(C4)で表される化合物(C1)~(C4)、の示差走査熱量測定を行ったところ、図1~図4に示すチャートが得られた。

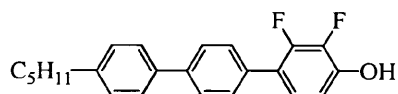
【0185】

<<合成6>>

2,3-ジフルオロ-4-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)フェノールの合成

【0186】

【化60】



20

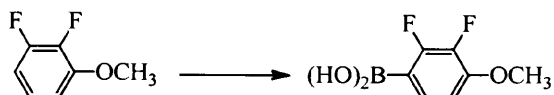
【0187】

<合成6-1>

2,3-ジフルオロ-4-メトキシフェニルホウ酸の合成

【0188】

【化61】



30

【0189】

窒素置換した1Lの四つ口フラスコに102gの1,2-ジフルオロ-3-メトキシベンゼンを30mlのTHFに溶解させ-78度に冷却した。これに2.4Mのブチリチウムヘキサン溶液326mlを1時間かけて加えた。1時間後、133gのホウ酸トリメチルを130mlのTHFに溶解させた溶液を1時間かけて滴下した。1時間後、系の温度を-30度にして、36%塩酸160mlを加え2時間攪拌した。系に500mlの酢酸エチルと水200mlを加えて攪拌し、有機層を分離した。さらに酢酸エチル200mlを用いて抽出し、先の有機層と合わせてこれを100mlの飽和食塩水で洗浄した。溶液を硫酸マグネシウムで乾燥した後、溶媒を留去し、白色の固体として133gの目的物を得た。収率100%。

40

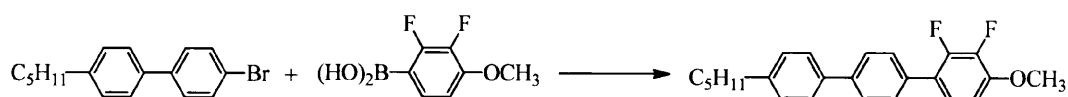
【0190】

<合成6-2>

2,3-ジフルオロ-1-メトキシ-4-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)ベンゼンの合成

【0191】

【化62】



【0192】

50

窒素置換した 2 L の四つ口フラスコに 133g の 2,3-ジフルオロ-4-メトキシフェニルホウ酸、186.3g の 1-ブromo-4-(4-ペンチルフェニル)ベンゼン、30%炭酸カリウム水溶液 622g、N,N-ジメチルアセトアミド 250ml とトルエン 450ml を混合した。これに 5.9g のテトラキストリフェニルホスフィンパラジウム(0)錯体を加え、系を還流温度にして 20 時間攪拌を行った。GC で反応の終了を確認した後、室温まで冷却し、これに 18%塩酸 500ml を加えた。さらに 500ml のトルエンを加えて攪拌し、有機層を分離した。ついでトルエン 200ml を用いて 2 回抽出を行った。有機層を合わせて 200ml の水ついで 200ml の飽和食塩水で洗浄した。溶媒を留去した後、溶媒に酢酸エチル：ヘプタン(1：5)混合溶媒を用いシリカゲル 300g を用いて精製を行い、ついでエタノールとアセトンを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として 178g の目的物を得た。収率 49.2%。GC 純度 99.5%。M+366。

10

【0193】

<合成 6 - 3 >

2,3-ジフルオロ-4-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)フェニル)フェノールの合成

【0194】

【化 6 3】



【0195】

20

2 L の四つ口フラスコに 128g の 2,3-ジフルオロ-1-メトキシ-4-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)ベンゼンを 4 L のジクロロメタンに溶解させ 0 度に冷却した。これに 100g の三臭化ホウ素を 250ml のジクロロメタンに溶解させた溶液を 1 時間かけて滴下し、72 時間攪拌を行った。系に水 100ml を加え攪拌を行い、有機層と水層を分離した。有機層を水洗し、ついで飽和の炭酸水素ナトリウム水溶液で洗浄し、さらに飽和食塩水で洗浄を行った。溶媒を留去した後、溶媒に酢酸エチル：トルエン(1：10)混合溶媒を用いシリカゲル 300g を用いて精製を行い、ついでヘプタンを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として 117g の目的物を得た。収率 94.9%。GC 純度 97%。M+352。

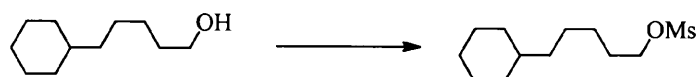
【0196】

<<合成 7 >>

メタンスルホン酸 5-シクロヘキシルペンチルの合成

【0197】

【化 6 4】



【0198】

<合成 7 - 1 >

エトキシカルボニルプロピル(トリフェニル)ホスホニウムブロミドの合成

40

【0199】

【化 6 5】



【0200】

窒素置換した 5 L の四つ口フラスコに 136g の 4-ブromoブタン酸エチル、238g のトリフェニルホスフィンを用い、1,000ml のキシレンに溶解させ、これをキシレンが還流する温度まで加熱して 4 時間攪拌を行った。系を室温まで冷却し、析出した白色結晶をろ過して取り出

50

し、これを300mlのジクロロメタンに溶解させ、1 Lのヘキサンにそそぎ析出した結晶をろ別した。結晶をキシレンで洗浄し、白色固体として301gの目的物を得た。収率97%。

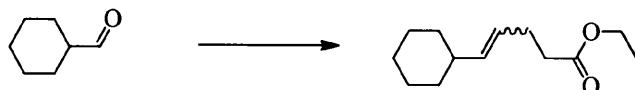
【0201】

<合成7-2>

5-シクロヘキシル-4-ブテン酸エチルの合成

【0202】

【化66】



10

【0203】

窒素置換した2 Lの四つ口フラスコにエトキシカルボニルプロピル(トリフェニル)ホスホニウムプロミド301gをTHF 500mlに懸濁させ0度まで冷却した。ここにカリウムt-ブトキシド64gを少しずつ加えた。2時間後、シクロヘキシルホルムアルデヒド57gをTHF 70 mlに溶解させた溶液を1時間かけて滴下し、一晚攪拌を行った。GCで反応を確認後、系に水200mlを加えた。有機層と水層を分離し、水層にヘキサンを加え3回抽出を行った。先の有機層と合わせ、飽和食塩水で3回洗浄した後、塩化カルシウムで乾燥させた。蒸留を行い、黄色の液体として74gの目的物を得た。収率69%。GC純度88%。M+210。

【0204】

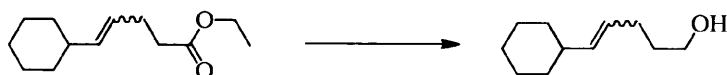
20

<合成7-3>

5-シクロヘキシル-4-ペンテン-1-オール

【0205】

【化67】



【0206】

窒素置換した2 Lの四つ口フラスコに水素化アルミニウムリチウム16.3gを700mlのTHFに懸濁させる。系を5度に冷却し、74gの5-シクロヘキシル-4-ブテン酸エチルを100mlのTHFに溶解させた溶液を1時間かけて滴下した。反応液を3時間攪拌し、GCで反応が終了したことを確認した後、水60mlをゆっくり滴下した。ろ過を行い、ろ液を硫酸ナトリウムで乾燥させ蒸留を行った。淡黄色の液体として45gの目的物を得た。収率76%。GC純度95%。M+168。

30

【0207】

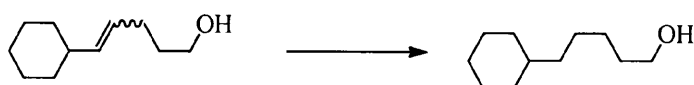
<合成7-4>

5-シクロヘキシルペンタン-1-オール

【0208】

【化68】

40



【0209】

2 Lのオートクレーブに5-シクロヘキシル-4-ペンテン-1-オール42gを酢酸エチル300mlに溶解させ、これに5wt%パラジウム/カーボン5gを加えた。系を窒素置換した後、水素に置換し、水素圧力を0.4MPaとし、系を40度に加温した。そのまま一晚攪拌を行い、系を室温に冷却した後、ろ過を行い、さらに溶媒を留去することによって、無色透明な液体として目的物42gを得た。収率99%。GC純度97%。M+170。

50

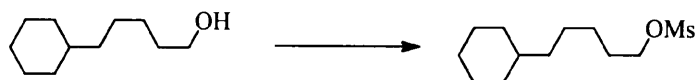
【0210】

<合成7-5>

メタンスルホン酸5-シクロヘキシルペンチルの合成

【0211】

【化69】



【0212】

10

窒素置換した1L四つ口フラスコに36.3gの5-シクロヘキシルペンタン-1-オールを200mlのジクロロメタンに溶解させトリethylアミン25.1gを加えて0度まで冷却した。29.0gのメタンスルホン酸クロリドをゆっくり滴下し6時間攪拌した。系を室温に戻し水300mlを加えた。分液の後、有機層を飽和食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、溶媒にジクロロメタン：ヘプタン（3：7）混合溶媒を用いシリカゲル100gを用いて精製を行い、ついでメタノールを用いて再結晶を行ったところ、白色の液体として20gの目的物を得た。収率37%。GC純度95%。M+248。

【0213】

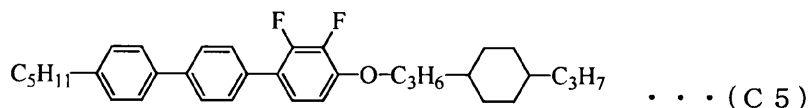
<<合成8-1>>

2,3-ジフルオロ-1-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)-4-(3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロポキシ)ベンゼンの合成

20

【0214】

【化70】



【0215】

窒素置換した1L四つ口フラスコに19gの2,3-ジフルオロ-4-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)フェノールと16.3gのメタンスルホン酸3-(4-プロピルシクロヘキシル)プロピルおよび11.2gの炭酸カリウムをN,N-ジメチルアセトアミド350mlに懸濁させ100度に加熱した。6時間攪拌を行った後、系を室温まで冷却して1Lのトルエンを加えた。分液ロートに反応液を移し、水洗した後、12%塩酸で洗浄、さらに飽和炭酸水素ナトリウム水溶液ついで食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、得られた個体を、溶媒にトルエン：ヘプタン（1：5）混合溶媒を用いシリカゲル50gを用いて精製を行い、ついでエタノールを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として20.5gの目的物を得た。収率73%。GC純度99.9%。M+518。

30

NMR: = 0.88(m, 10H), 1.16(m, 4H), 1.37(m, 8H), 1.66(m, 2H), 1.76(m, 4H), 1.85(m, 2H), 2.65(t, 2H), 4.05(t, 2H), 6.79(m, 1H), 7.12(m, 1H), 7.25(m, 2H), 7.56(m, 4H), 7.64(m, 2H).

40

Cr1 77 Cr2 105 SmC 159 N 214 Iso

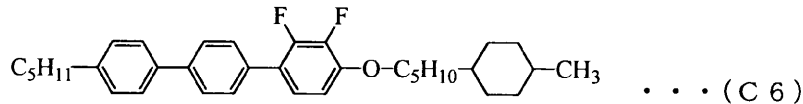
【0216】

<<合成8-2>>

2,3-ジフルオロ-1-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)-4-(5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンチルオキシ)ベンゼンの合成

【0217】

【化 7 1】



【 0 2 1 8 】

窒素置換した500ml四つ口フラスコに8.9gの2,3-ジフルオロ-4-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)フェノールと7.4gのメタンスルホン酸5-(4-メチルシクロヘキシル)ペンチルおよび5.8gの炭酸カリウムをN,N-ジメチルアセトアミド120mlに懸濁させ80度に加熱した。

6時間攪拌を行った後、系を室温まで冷却して1Lのトルエンを加えた。分液ロートに反応液を移し、水洗した後、12%塩酸で洗浄、さらに飽和炭酸水素ナトリウム水溶液ついで食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、得られた個体を、溶媒にトルエン：ヘプタン(1：5)混合溶媒を用いシリカゲル50gを用いて精製を行い、ついでエタノールを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として8gの目的物を得た。収率61%。GC純度99.5%。M+518。

NMR: δ = 0.89(m, 10H), 1.1-1.45(m, 12H), 1.66(m, 6H), 1.84(m, 2H), 2.65(t, 2H), 4.08(t, 2H), 6.81(t, 1H), 7.13(m, 1H), 7.26(m, 2H), 7.56(m, 4H), 7.58(d, 2H).

Cr 94 SmC 138 N 178.5 Iso

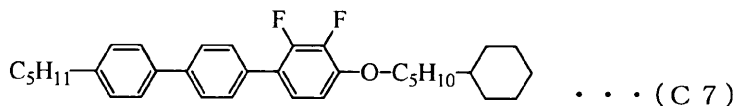
【 0 2 1 9 】

<<合成 8 - 3 >>

2,3-ジフルオロ-1-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)-4-(5-シクロヘキシルペンチルオキシ)ベンゼンの合成

【 0 2 2 0 】

【化 7 2】



【 0 2 2 1 】

窒素置換した500ml四つ口フラスコに19.3gの2,3-ジフルオロ-4-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)フェノールと16.3gのメタンスルホン酸5-シクロヘキシルペンチルおよび7.6gの炭酸カリウムをN,N-ジメチルアセトアミド265mlに懸濁させ85度に加熱した。6時間攪拌を行った後、系を室温まで冷却して1Lのトルエンを加えた。分液ロートに反応液を移し、水洗した後、12%塩酸で洗浄、さらに飽和炭酸水素ナトリウム水溶液ついで食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、得られた個体を、溶媒にトルエン：ヘプタン(1：5)混合溶媒を用いシリカゲル50gを用いて精製を行い、ついでエタノールを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として15gの目的物を得た。収率53%。GC純度99.5%。M+504。

NMR: δ = 0.91(m, 5H), 1.21(m, 6H), 1.36(m, 6H), 1.46(m, 2H), 1.68(m, 7H), 1.86(m, 2H), 2.65(t, 2H), 4.07(t, 2H), 6.80(t, 1H), 7.13(m, 1H), 7.26(m, 2H), 7.56(m, 4H), 7.58(d, 2H).

Cr 100 SmC 136 N 152 Iso

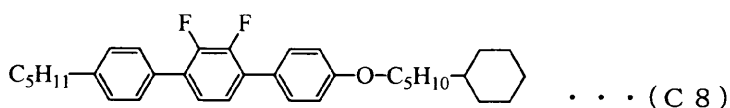
【 0 2 2 2 】

<<合成 8 - 4 >>

1,2-ジフルオロ-3-(4-ペンチルフェニル)-6-(4-(5-シクロヘキシルペンチルオキシ)フェニル)ベンゼンの合成

【 0 2 2 3 】

【化 7 3】



【0224】

窒素置換した500ml四つ口フラスコに6.8gの4-(2,3-ジフルオロ-(4-(4-ペンチルフェニル))フェニル)フェノールと5.3gのメタンスルホン酸5-シクロヘキシルペンチルおよび3.0gの炭酸カリウムをN,N-ジメチルアセトアミド80mlに懸濁させ100度に加熱した。6時間攪拌を行った後、系を室温まで冷却して1Lのトルエンを加えた。分液ロートに反応液を移し、水洗した後、12%塩酸で洗浄、さらに飽和炭酸水素ナトリウム水溶液ついで食塩水で洗浄した。溶媒を留去し、得られた個体を、溶媒にトルエン：ヘプタン(1：5)混合溶媒を用いシリカゲル50gを用いて精製を行い、ついでエタノールを用いて再結晶を行ったところ、白色の固体として8gの目的物を得た。収率79%。GC純度99.0%。M+504。

NMR: δ = 0.94(m, 5H), 1.24(m, 6H), 1.39(m, 8H), 1.72(m, 7H), 1.84(m, 2H), 2.69(t, 2H), 4.04(t, 2H), 7.02(d, 2H), 7.25(d, 2H), 7.30(m, 2H), 7.54(m, 4H).

10

Cr 92 SmC 102 N 139 Iso

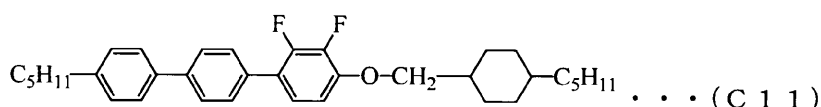
【0225】

<<合成9>>

2,3-ジフルオロ-1-(4-(4-ペンチルフェニル)フェニル)-4-(5-シクロヘキシルメチルオキシ)ベンゼンの合成

【0226】

【化74】



20

【0227】

先に示した式(C5)~(C7)で表される化合物と同様に合成を行い、白色の固体として20.5gの目的物を得た。GC純度98.8%。M+504。

NMR: δ = 0.90(m, 8H), 1.09(m, 2H), 1.21-1.37(m, 13H), 1.66(m, 2H), 1.82(m, 3H), 1.93(m, 2H), 2.65(t, 2H), 3.86(d, 2H), 6.79(m, 1H), 7.11(m, 1H), 7.25(m, 2H), 7.55(m, 4H), 7.64(d, 2H).

Cr 105 SmC 174 SmA 207 N 244 Iso

【0228】

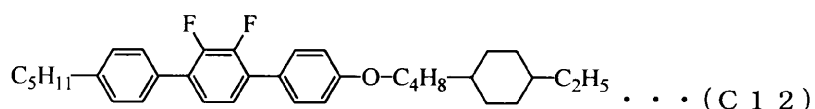
30

<<合成10>>

1,2-ジフルオロ-3-(4-ペンチルフェニル)-6-(4-(5-シクロヘキシルブチルオキシ)フェニル)ベンゼンの合成

【0229】

【化75】



40

【0230】

先に示した式(C1)、(C2)、(C8)で表される化合物と同様に合成を行い、白色の固体として7.3gの目的物を得た。GC純度99.5%。M+504。

NMR: δ = 0.87(m, 10H), 1.10(m, 1H), 1.27(m, 5H), 1.37(m, 4H), 1.50(m, 2H), 1.70(m, 2H), 1.75(m, 6H), 2.66(t, 2H), 4.01(d, 2H), 6.99(d, 2H), 7.25(m, 4H), 7.51(m, 4H).

Cr 74 SmC 80 N 136 Iso

【0231】

<示差走査熱量測定(2)>

得られた液晶化合物、前記式(C5)~(C8)、(C11)及び(C12)で表される化合物(C5)~(C8)、(C11)及び(C12)、の示差走査熱量測定を行った

50

ところ、図 5 ~ 図 10 に示すチャートが得られた。

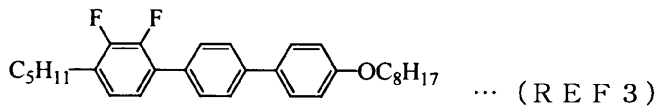
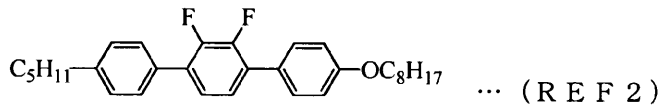
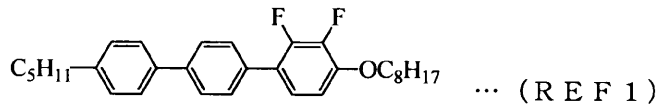
【 0 2 3 2 】

< < 物性評価 > >

合成した各化合物の物性を評価するために、比較例の化合物 (R E F 1 ~ R E F 3) を準備した。

【 0 2 3 3 】

【 化 7 6 】



10

【 0 2 3 4 】

< < 化合物 C 5 ~ C 7 , C 1 0 ~ C 1 1 の物性評価 > >

20

化合物 C 5 ~ C 7、C 1 1 と同様に、下記表に示す化合物 C 1 0 を合成した。下記表に示す各化合物の純度をガスクロマトグラフィにより求めた (GC purity)。各化合物の相系列 (Phase sequence) の上限温度を示差走査熱量測定および温度可変装置を装着した偏光顕微鏡による液晶相の観察によって求めた。

【 0 2 3 5 】

化合物 C 5 ~ C 7、化合物 C 1 0 ~ C 1 1 のテルフェニル構造に類似する、比較例の化合物 (R E F 1) を合成し、その相系列の上限温度 (相転移温度) を測定した。比較例の化合物 (R E F 1) の S m C 相の上限温度は、144 であった。

この化合物 (R E F 1) の上限温度を基準として、各化合物 C 5 ~ C 7 , C 1 0 ~ C 1 1 の S m C 相の上限温度の方が高い場合には、当該本発明の化合物に S m C 相の上限温度の上昇効果があると評価した。表 1 において、この S m C 相の上限温度の上昇効果 (第一の上昇効果) を有する化合物を「 」で示した。

30

さらに、標準の化合物 (R E F 2) 50 重量部に、本発明の化合物を 50 重量部添加した場合に、化合物 (R E F 2) が発現する S m C 相の上限温度 (95) より上昇する場合、当該本発明の化合物に S m C 相の上限温度の上昇効果があると評価した。表 1 において、この S m C 相の上限温度の上昇効果 (第二の上昇効果) を有する化合物を「 」で示した。

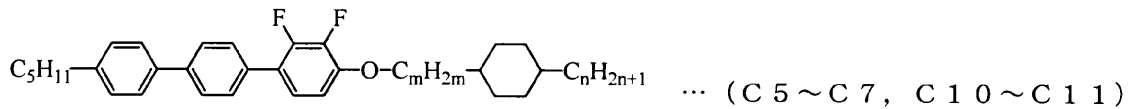
また、化合物 (R E F 2) 50 重量部に、本発明の化合物を 50 重量部添加した場合に発現する S m C 相の温度幅が、化合物 (R E F 2) が発現する S m C 相の温度幅 (46 . 5) よりも広い場合、S m C 相の温度幅の拡大効果があると評価した。表 1 において、この S m C 相の温度幅の拡大効果を有する化合物を「 」で示した。

40

また、S m C 相の傾き角を大きくするには、液晶の相系列が高温側から I 相 - N 相 - S m C 相 (I N C 相系列) である方が、I 相 - N 相 - S m A 相 - S m C 相 (I N A C 相系列) よりも好ましい。このため、I N C 相系列を発現する化合物である場合、S m C 相の傾き角の拡大効果を有する化合物であると評価した。

【 0 2 3 6 】

【化 7 7】



【 0 2 3 7 】

【表 1】

化合物名	m	n	GC purity	Phase sequence	SmC相 上限温度 の第一の 上昇効果	SmC相 上限温度 の第二の 上昇効果	SmC 相温度 幅の拡 大効果	相系列
C7	5	0	99.70%	Cr 100 SmC 136 N 152 Iso	×	◎	○	INC
C6	5	1	99.50%	Cr 94 SmC 138 N 178.5 Iso	×	◎	○	INC
C5	3	3	99.80%	Cr1 77 Cr2 105 SmC 159 N 214 Iso	○	◎	○	INC
C10	2	4	99.80%	Cr 128 (SmA 128) N 147 Iso	×	◎	×	INAC
C11	1	5	98.80%	Cr 105 SmC 174 SmA 207 N 244 Iso	○	◎	○	INAC
REF1	-	-		Cr 93.5 SmC 144 SmA 148 N 159 Iso				INAC
REF2	-	-		Cr 48.5 SmC 95 N 141.5 Iso				INC

◎, ○ : 効果あり、× : 効果なし

10

20

【 0 2 3 8 】

<< 化合物 C 1 ~ C 2 , C 8 , C 1 2 , C 1 4 の物性評価 >>

化合物 C 1 ~ C 2 , C 8、C 1 2 と同様に、下記表に示す化合物 C 1 4 を合成した。下記表に示す合成スケール(weight) で得た各化合物の純度をガスクロマトグラフィにより求めた (GC purity)。各化合物の相系列 (Phase sequence) の上限温度を示差走査熱量測定および温度可変装置を装着した偏光顕微鏡による液晶相の観察によって求めた。

【 0 2 3 9 】

化合物 C 1 ~ C 2、C 8、C 1 2 及び C 1 4 のテルフェニル構造に類似する、比較例の化合物 (REF 2) を合成し、その相系列の上限温度 (相転移温度) を測定した。比較例の化合物 (REF 2) の SmC 相の上限温度は、95 であった。

この化合物 (REF 2) の上限温度を基準として、各化合物 C 1 ~ C 2 , C 8 , C 1 2 , C 1 4 の SmC 相の上限温度の方が高い場合には、当該化合物に SmC の上限温度の上昇効果があると評価した。表 2 において、この SmC 相の上限温度の上昇効果 (第一の上昇効果) を有する化合物を「 」で示した。

さらに、標準の化合物 (REF 2) 50 重量部に、本発明の化合物を 50 重量部添加した場合に、化合物 (REF 2) が発現する SmC 相の上限温度 (95) より上昇する場合、当該本発明の化合物に SmC 相の上限温度の上昇効果があると評価した。表 2 において、この SmC 相の上限温度の上昇効果 (第二の上昇効果) を有する化合物を「 」で示した。

また、標準の化合物 (REF 2) 50 重量部に、本発明の化合物を 50 重量部添加した場合に発現する SmC 相の温度幅が、化合物 (REF 2) が発現する SmC 相の温度幅 (46.5) よりも広い場合、SmC 相の温度幅の拡大効果があると評価した。表 2 において、この SmC 相の温度幅の拡大効果を有する化合物を「 」で示した。

また、SmC 相の傾き角を大きくするには、液晶の相系列が高温側から I 相 - N 相 - SmC 相 (INC 相系列) である方が、I 相 - N 相 - SmA 相 - SmC 相 (INAC 相系列) よりも好ましい。このため、INC 相系列を発現する化合物である場合、SmC 相の傾き角の拡大効果を有する化合物であると評価した。

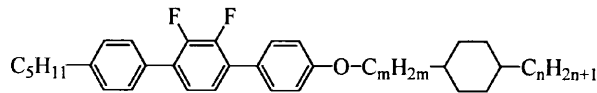
【 0 2 4 0 】

30

40

50

【化 7 8】



… (C 1 ~ 2, C 8, C 1 2, C 1 4)

【 0 2 4 1】

【表 2】

化合物名	m	n	GC purity	Phase sequence	SmC相 上限温度 の第一の 上昇効果	SmC相 上限温度 の第二の 上昇効果	SmC 相温度 幅の拡 大効果	相系列
C8	5	0	99.50%	Cr 92 SmC 102 N 139 Iso	○	—	—	INC
C2	5	1	99.30%	Cr 87 SmC 116 N 171.5 Iso	○	◎	○	INC
C12	4	2	99.50%	Cr 74 SmC 80 N 136 Iso	×	×	○	INC
C1	3	3	99.60%	Cr 97 SmC 137 SmA 146 N 209 Iso	○	—	—	INAC
C14	1	5	99.30%	Cr 96 SmC 137 SmA 189 N 236 Iso	○	—	—	INAC
REF2	—	—	—	Cr 48.5 SmC 95 N 141.5 Iso				

◎, ○ : 効果あり、× : 効果なし、— : 未測定

10

20

【 0 2 4 2】

<< 化合物 C 3 ~ C 4 , C 1 8 の物性評価 >>

化合物 C 3 ~ C 4 と同様に、下記表に示す化合物 C 1 8 を合成した。下記表に示す合成スケール (weight) で得た各化合物の純度をガスクロマトグラフィにより求めた (GC purity)。各化合物の相系列 (Phase sequence) の上限温度を示差走査熱量測定および温度可変装置を装着した偏光顕微鏡による液晶相の観察によって求めた。

【 0 2 4 3】

化合物 C 3、C 4 及び化合物 C 1 8 のテルフェニル構造に類似する、比較例の化合物 (REF 3) を合成し、その相系列の上限温度 (相転移温度) を測定した。比較例の化合物 (REF 3) の SmC 相の上限温度は、155.5 であった。

30

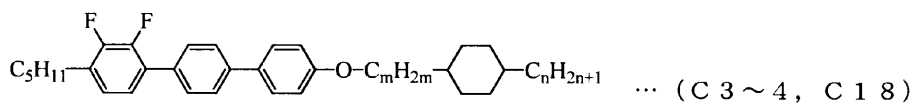
この化合物 (REF 3) の上限温度を基準として、各化合物 C 3 ~ C 4 , C 1 8 の SmC 相の上限温度の方が高い場合には、当該化合物に SmC 相の上限温度の上昇効果があると評価した。表 3 において、この SmC 相の上限温度の上昇効果 (第一の上昇効果) を有する化合物を「」で示した。

また、SmC 相の傾き角を大きくするには、液晶の相系列が高温側から I 相 - N 相 - SmC 相 (INC 相系列) である方が、I 相 - N 相 - SmA 相 - SmC 相 (INAC 相系列) よりも好ましい。このため、INC 相系列を発現する化合物である場合、SmC 相の傾き角の拡大効果を有する化合物であると評価した。

40

【 0 2 4 4】

【化 7 9】



… (C 3 ~ 4, C 1 8)

【 0 2 4 5】

【表 3】

化合物名	m	n	GC purity	Phase sequence	SmC相 上限温度 の第一の 上昇効果	相系列
C4	5	1	99.50%	Cr 75 X 108 SmC 158 SmA 176 N 186 Iso	○	INAC
C3	3	3	99.20%	Cr 118 SmC 161 SmA 210 N 222 Iso	○	INAC
C18	1	5	99.50%	Cr 103 X 114 SmX 133 SmC 158 SmA 238 N 248 Iso	○	INAC
REF3	-	-		Cr 89 SmC 155.5 SmA 165 N 166 Iso		INAC

○：効果あり

10

【0246】

以上の結果から、本発明の化合物は、比較例の化合物が有するテルフェニル構造に加えて、さらに一般式(i)のYで表される嵩高い基を有することにより、SmC相の上限温度を高め易くなることが理解される。また、本発明の化合物において、テルフェニル構造と嵩高い基をつなぐ連結基の長さをメチレン基よりも長くすることにより、SmC相の温度幅の拡大効果及び/又はSmC相の傾き角の拡大効果が得られ易くなることが判る。

20

【0247】

<<液晶組成物>>

表4に示す割合で各化合物を混合し、液晶組成物を作成したところ、相系列(Phase sequence)の各転移温度が以下の値を示す強誘電性液晶組成物が得られた。

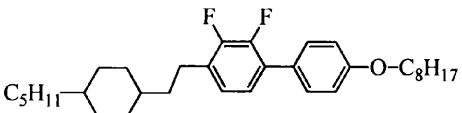
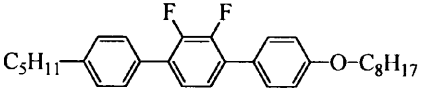
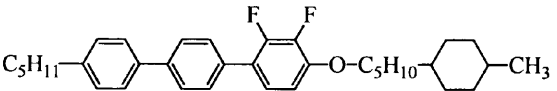
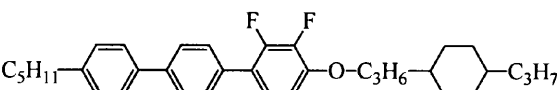
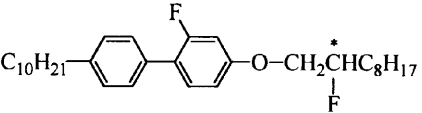
結晶 - SmC*相転移温度：室温以下

SmC*相 - N*相転移温度：97.8

N*相 - I相転移温度：141.8

【0248】

【表 4】

	27.0%
	36.0%
	13.5%
	13.5%
	10.0%

30

40

【0249】

50

上記強誘電性液晶組成物をガラスセルに注入して液晶表示素子を作製したところ、表示特性に優れた液晶表示素子が得られた。

【 0 2 5 0 】

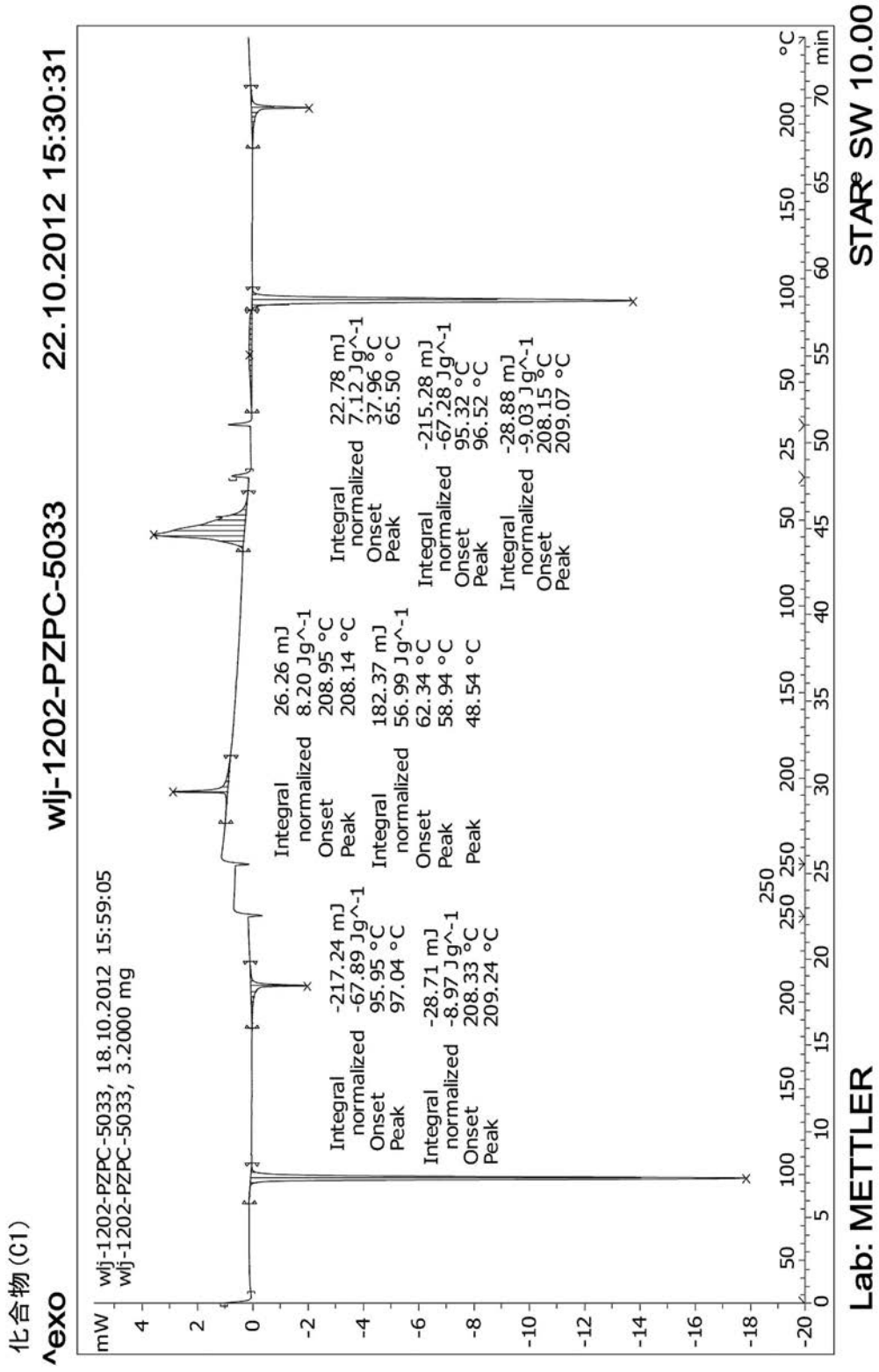
以上で説明した各実施形態における各構成及びそれらの組み合わせ等は一例であり、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で、構成の付加、省略、置換、およびその他の変更が可能である。また、本発明は各実施形態によって限定されることはなく、請求項（クレーム）の範囲によってのみ限定される。

【 産業上の利用可能性 】

【 0 2 5 1 】

本発明に係る化合物は、液晶ディスプレイの分野に広く適用可能である。

【 図 1 】



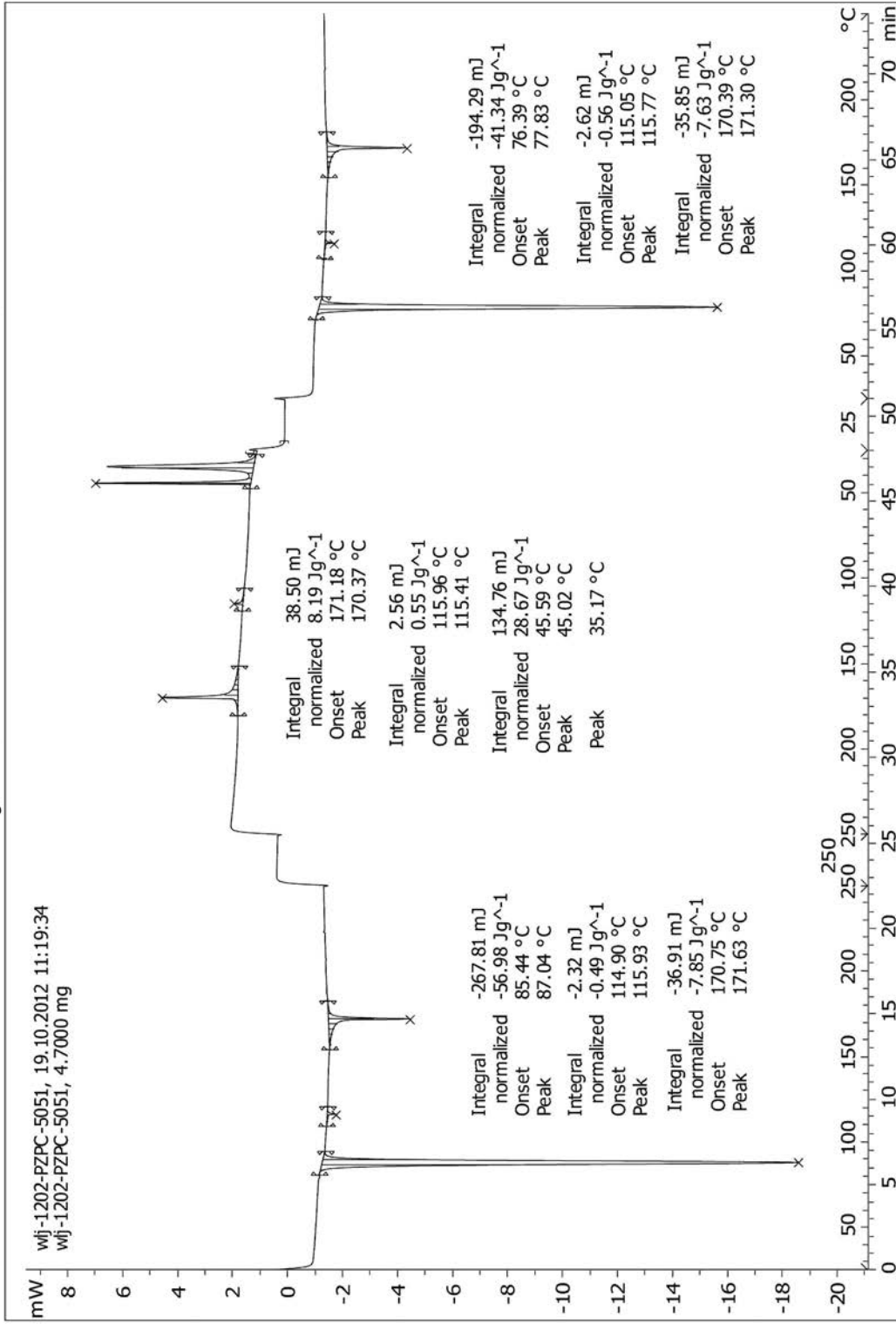
【 図 1 】

化合物 (02)

exo

wj-1202-PZPC-5051

22.10.2012 15:41:51



Lab: METTLER

STAR[®] SW 10.00

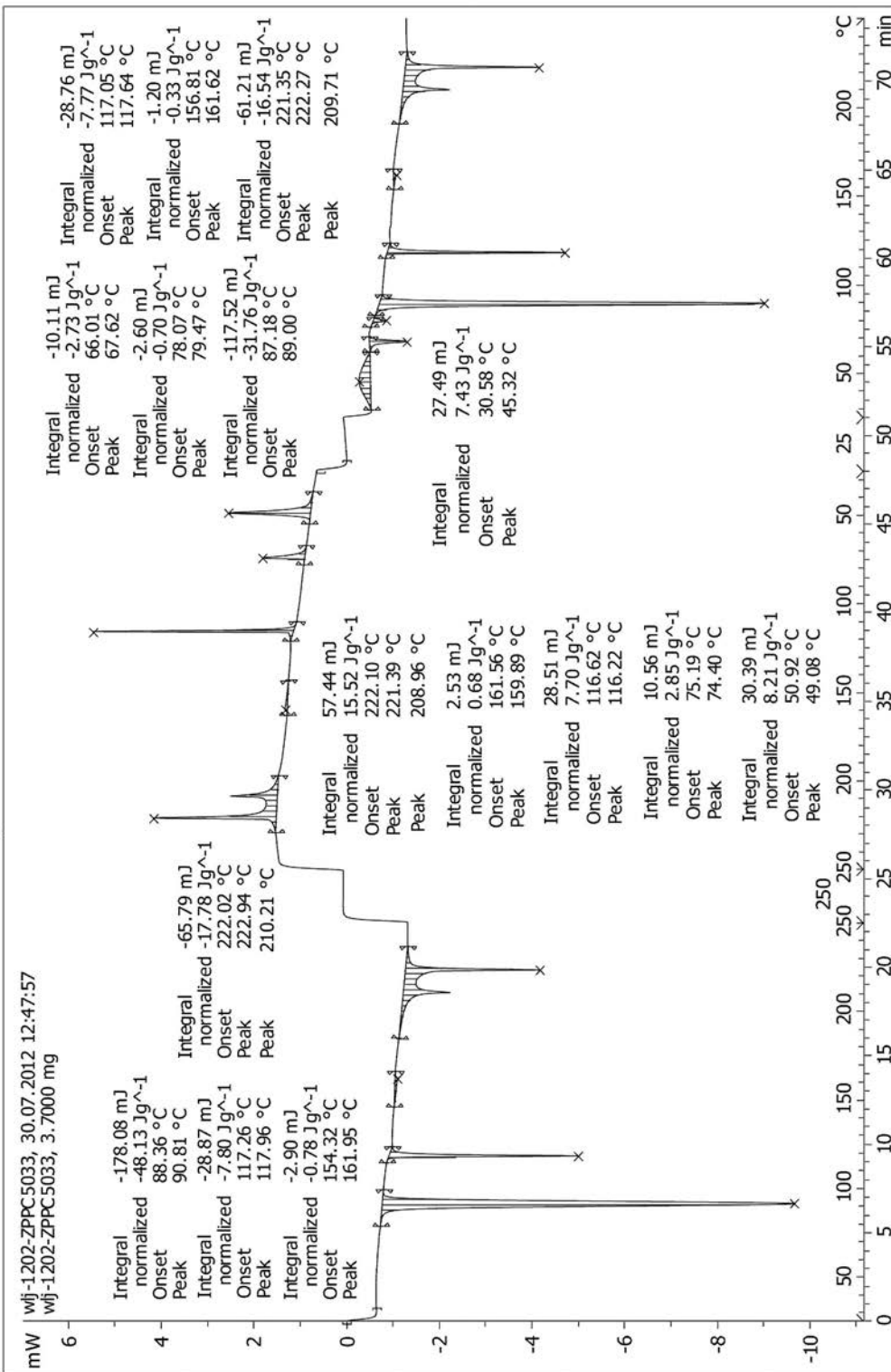


化合物 (C3)

^exo

wj-1202-ZPPC5033

30.07.2012 14:37:55



Lab: METTLER

STAR[®] SW 10.00

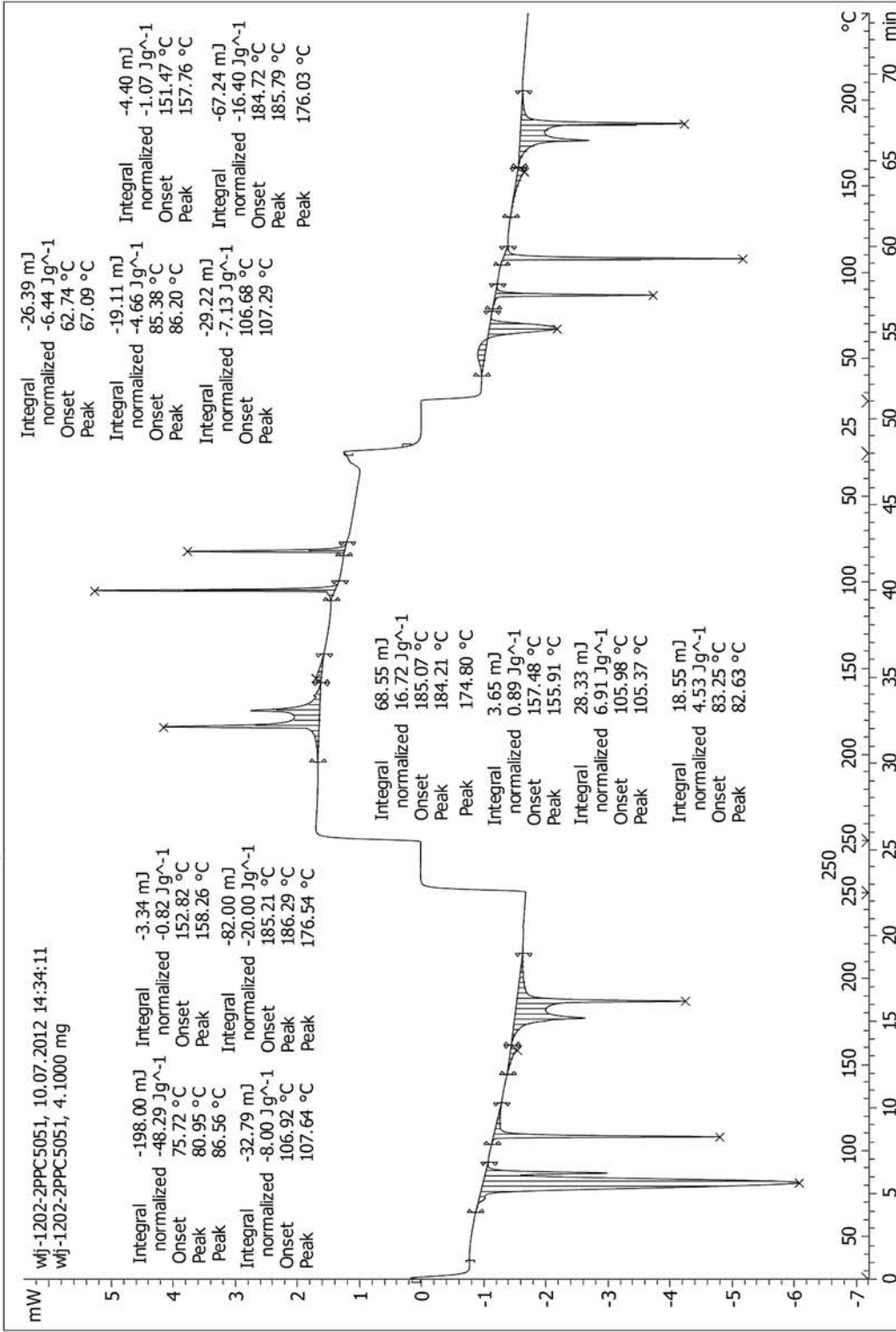
【 4 】

化合物 (C4)

^exo

wj-1202-2PPC5051

11.07.2012 09:40:16



Lab: METTLER

STAR[®] SW 10.00

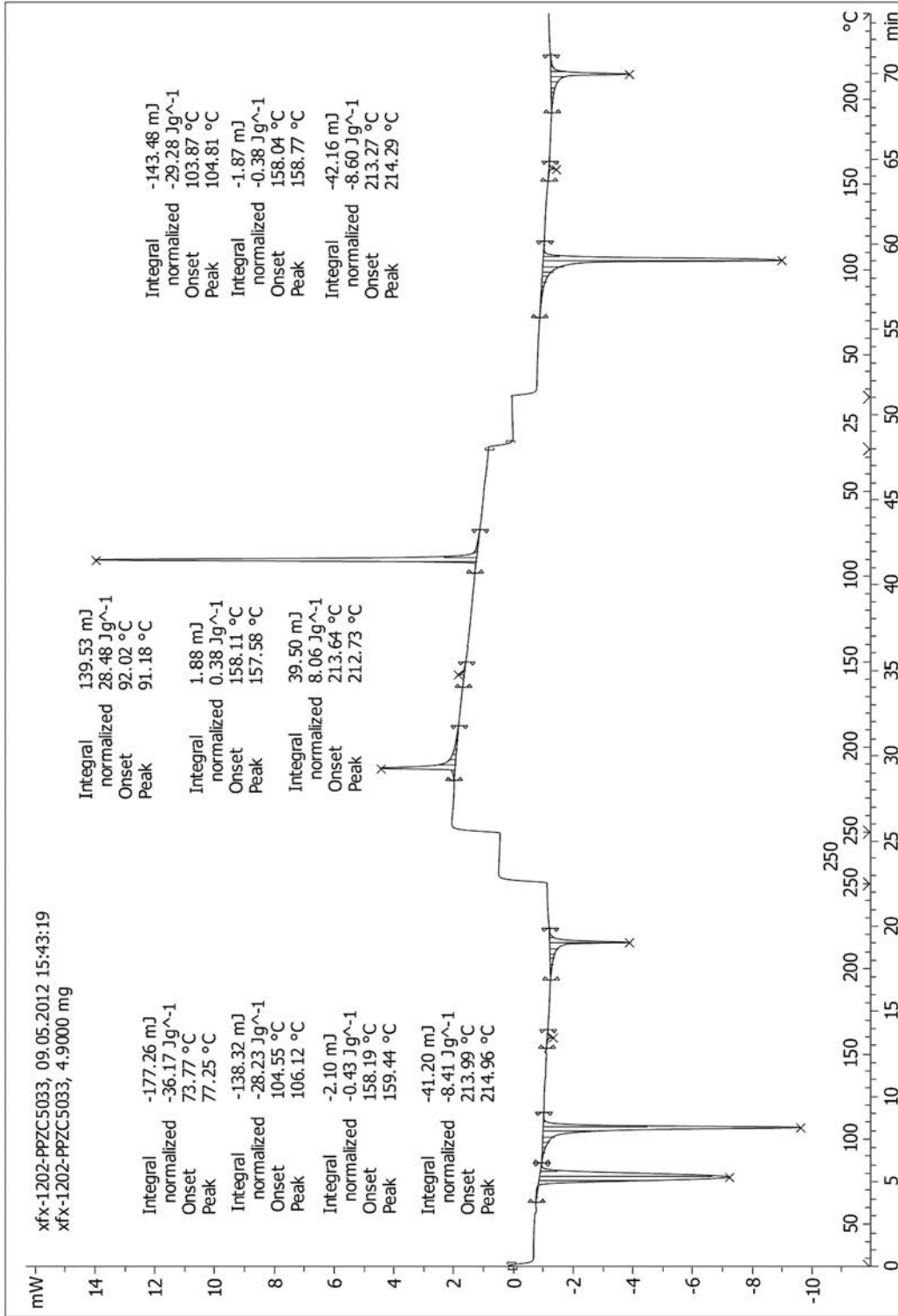
【 4 】

化合物 (C5)

^exo

xfx-1202-PPZC5033

10.05.2012 10:12:23



Lab: METTLER

STAR[®] SW 10.00

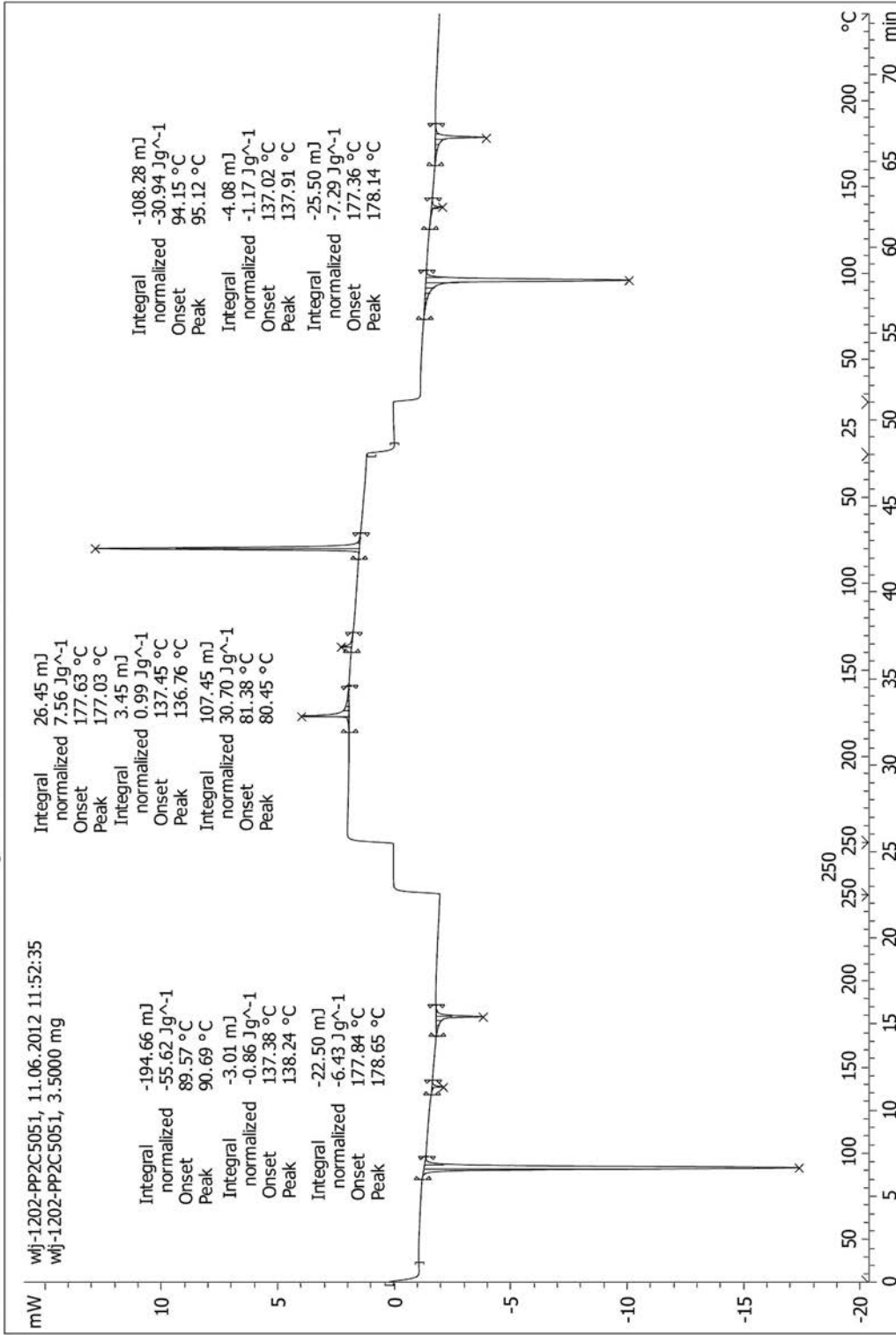


化合物 (C6)

^exo

wj-1202-PP2C5051

11.06.2012 11:58:07



Lab: METTLER

STAR[®] SW 10.00

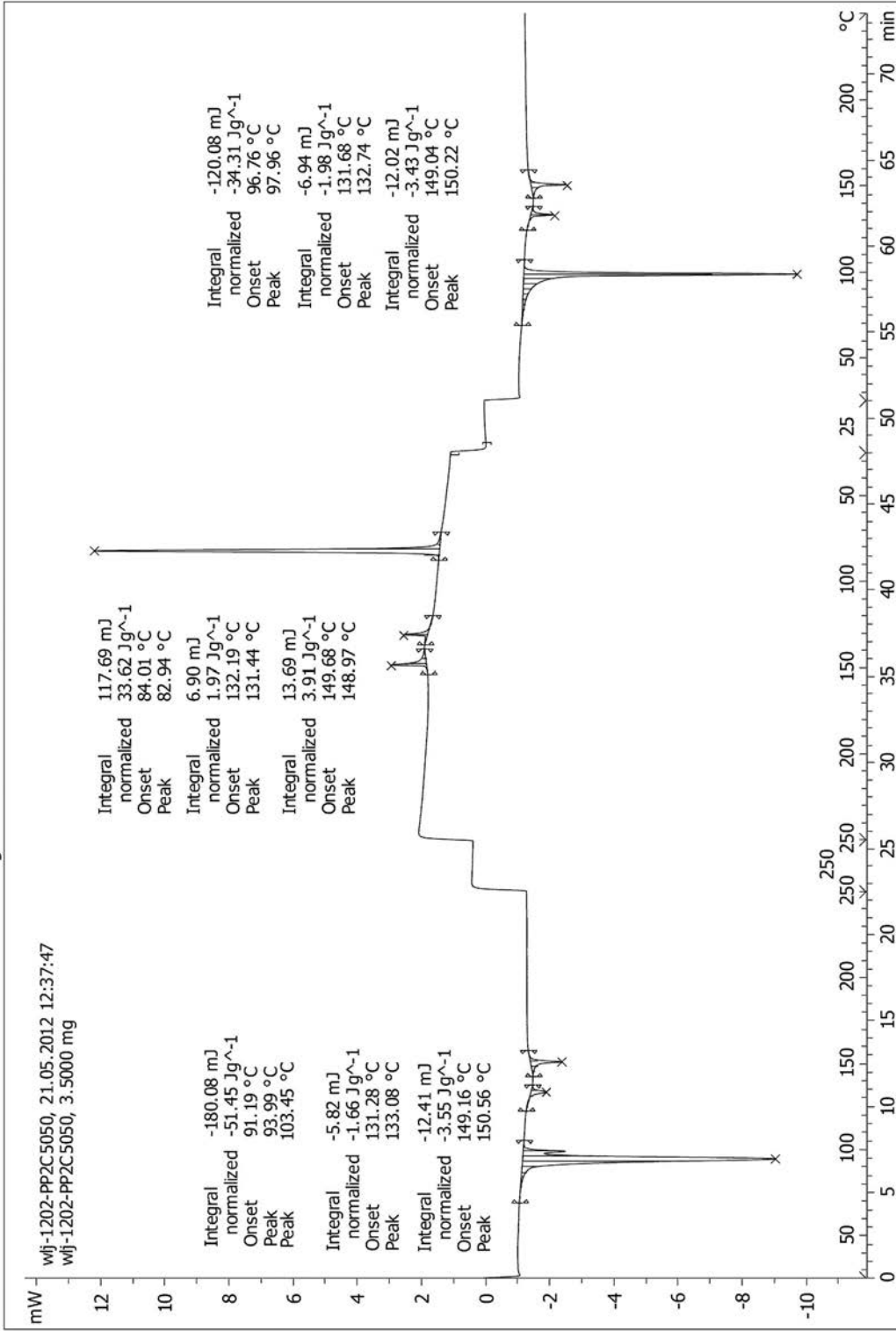


【 7 】

化合物 (C7)

^exo

wj-1202-PP2C5050 21.05.2012 12:46:41



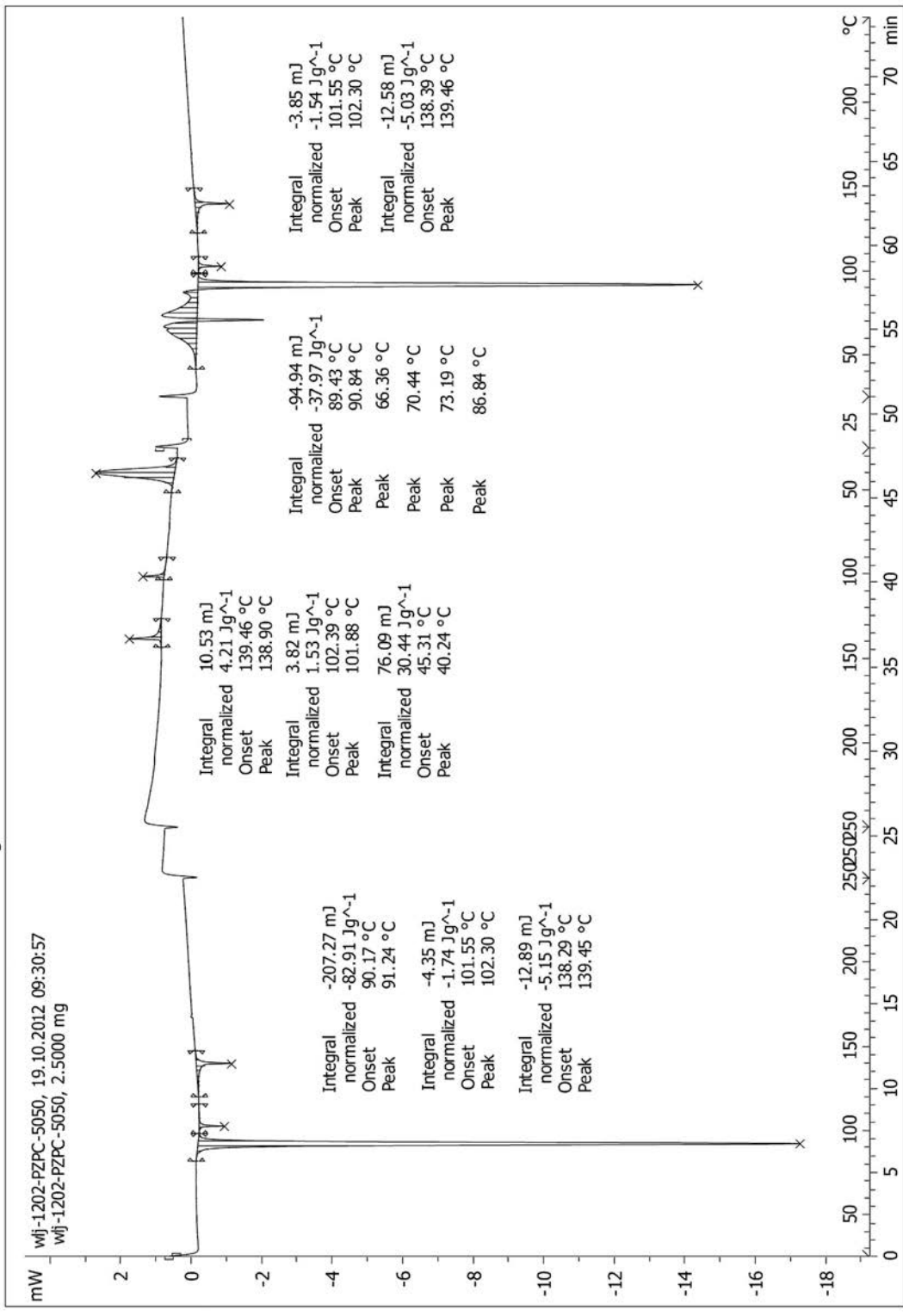
Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

7

化合物 (C8)
^exo

wj - 1202-PZPC-5050 22.10.2012 15:37:10



Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

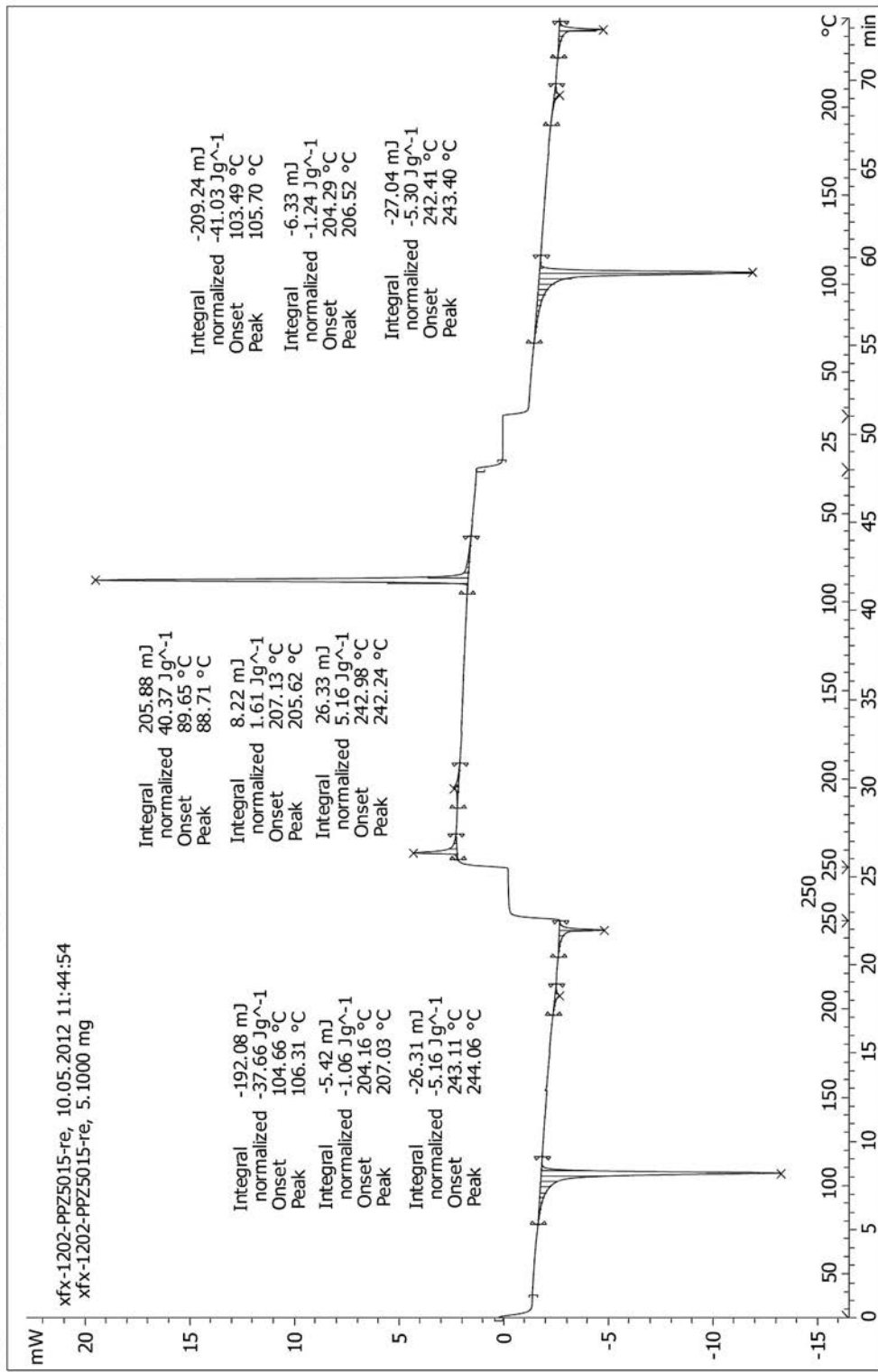


化合物 (C11)

xfx-1202-PPZ5015-re 10.05.2012 12:00:34

xfx-1202-PPZ5015-re

exo



Lab: METTLER

STAR[®] SW 10.00

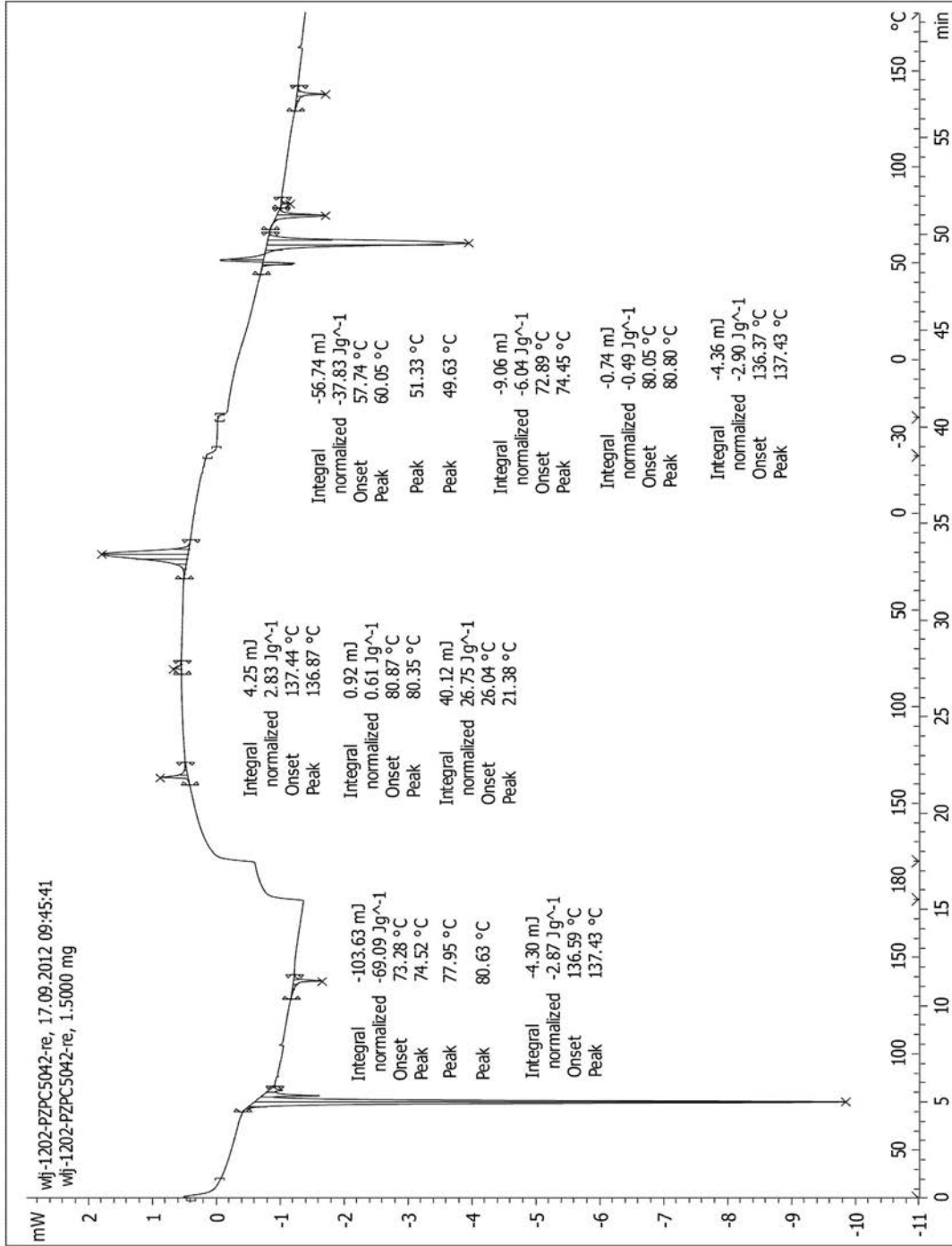


【 1 0 】

化合物 (C12)
^exo

wj-1202-PZPC5042-re 18.09.2012 09:36:27

wj-1202-PZPC5042-re



Lab: METTLER

STAR[®] SW 10.00

10

フロントページの続き

(72)発明者 楠本 哲生

埼玉県北足立郡伊奈町大字小室4 4 7 2番地1 D I C株式会社埼玉工場内

(72)発明者 青木 良夫

埼玉県北足立郡伊奈町大字小室4 4 7 2番地1 D I C株式会社埼玉工場内

Fターム(参考) 4H006 AA01 AB64 GP03 GP22

4H027 BA05 BA06 BD02 CC08 CC09 CG09 CM09 CQ08 CQ09 CT08

CU05 DE08 DE09 DF08 DF09