

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3935954号
(P3935954)

(45) 発行日 平成19年6月27日(2007.6.27)

(24) 登録日 平成19年3月30日(2007.3.30)

(51) Int. Cl.

F I

C O 7 C 25/18 (2006.01)

C O 7 C 25/18

C O 7 C 41/16 (2006.01)

C O 7 C 41/16

C O 7 C 41/24 (2006.01)

C O 7 C 41/24

C O 7 C 43/225 (2006.01)

C O 7 C 43/225

D

C O 9 K 19/14 (2006.01)

C O 9 K 19/14

請求項の数 10 (全 66 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平10-510579
 (86) (22) 出願日 平成9年8月19日(1997.8.19)
 (65) 公表番号 特表2001-500120(P2001-500120A)
 (43) 公表日 平成13年1月9日(2001.1.9)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP1997/002871
 (87) 国際公開番号 W01998/007674
 (87) 国際公開日 平成10年2月26日(1998.2.26)
 審査請求日 平成16年4月6日(2004.4.6)
 (31) 優先権主張番号 特願平8-238361
 (32) 優先日 平成8年8月21日(1996.8.21)
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

(73) 特許権者
 チッソ株式会社
 大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号
 (72) 発明者 加藤 孝
 千葉県市原市辰巳台東3丁目27-2
 (72) 発明者 松井 秋一
 千葉県市原市辰巳台東2丁目17
 (72) 発明者 宮沢 和利
 千葉県市原市ちはら台3-27-7
 (72) 発明者 久恒 康典
 千葉県市原市姉崎3220-1
 (72) 発明者 中川 悦男
 千葉県市原市五井8890

審査官 富永 保

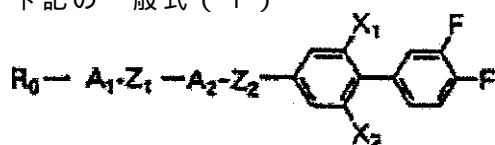
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ジフルオロフェニル誘導体、液晶組成物、及び液晶表示素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記の一般式(1)



(式中、 R_0 は炭素数1～15のアルキル基、又はアルケニル基を示す。該アルキル基、又はアルケニル基中の任意のメチレン基(-CH₂-)は酸素原子(-O-)によって置換されていてもよいが、2以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。
 ; A_1 、 A_2 は、それぞれ独立して、トランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は六員環上の1以上の水素原子がハロゲン原子に置換されていてもよい1,4-フェニレン基、ピリミジン-2,5-ジイル基、ピリジン-2,5-ジイル基、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル基、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル基、1,3-ジチアン-2,5-ジイル基、及びテトラヒドロチオピラン-2,5-ジイルからなる群から選ばれる1の基を示す。
 ; Z_1 、 Z_2 は、それぞれ独立して、-(CH₂)₄-、-(CH₂)₃O-、-O(CH₂)₃-又は単結合を示し、 Z_1 、 Z_2 のどちらか一方は、-(CH₂)₄-、-(CH₂)₃O-又は-O(CH₂)₃-であり、 A_1 、 A_2 が共にシクロヘキシレンの場合の Z_1 は、-(CH₂)₃O-、-O(CH₂)₃-又は単結合である。
 ; X_1 、 X_2 は、それぞれ独立して、H、F、Cl又はBrを示す。
 ; また、上記化合物を構成する各元素は、その同位体

10

20

で置換されていてもよい。)で表されるジフルオロフェニル誘導体。

【請求項2】

Z_1 が $-(CH_2)_4-$ 又は $-(CH_2)_3O-$ であり、 Z_2 が単結合であり、 A_1 がトランス-1,4-シクロヘキシレン基、 A_2 がトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基であり、 X_1 及び X_2 が、それぞれ水素原子である請求項1に記載のジフルオロフェニル誘導体。

【請求項3】

Z_1 が $-(CH_2)_4-$ 又は $-(CH_2)_3O-$ であり、 Z_2 が単結合であり、 A_1 がトランス-1,4-シクロヘキシレン基であり、 A_2 がトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基であり、 X_1 及び/又は X_2 がフッ素原子である請求項1に記載のジフルオロフェニル誘導体。

10

【請求項4】

Z_1 が単結合であり、 Z_2 が $-(CH_2)_4-$ 又は $-(CH_2)_3O-$ であり、 A_1 がトランス-1,4-シクロヘキシレン基であり、 A_2 がトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基であり、 X_1 及び X_2 が、それぞれ水素原子である請求項1に記載のジフルオロフェニル誘導体。

【請求項5】

Z_1 が単結合であり、 Z_2 が $-(CH_2)_4-$ 又は $-(CH_2)_3O-$ であり、 A_1 がトランス-1,4-シクロヘキシレン基であり、 A_2 がトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基であり、 X_1 及び/又は X_2 がフッ素原子である請求項1に記載のジフルオロフェニル誘導体。

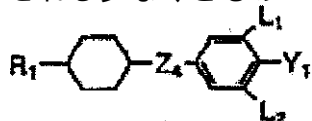
20

【請求項6】

請求項1～5のいずれかに記載のジフルオロフェニル誘導体を少なくとも1種類を含む2成分以上からなる液晶組成物。

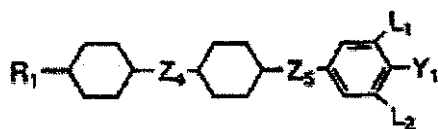
【請求項7】

第一成分として、請求項1～5のいずれかに記載のジフルオロフェニル誘導体を少なくとも1種類含有し、第二成分として、一般式(2)、(3)及び(4)からなる群から選択される少なくとも1種類の化合物を含有することを特徴とする液晶組成物。

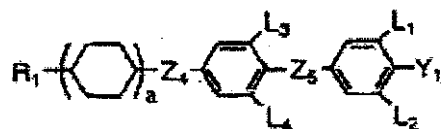


(2)

30



(3)



(4)

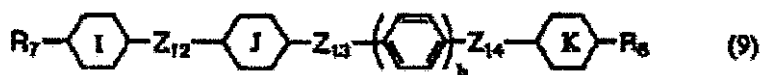
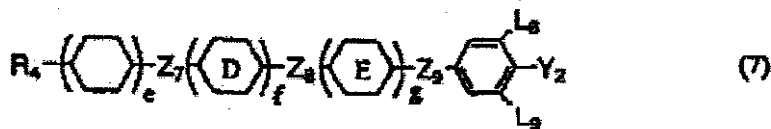
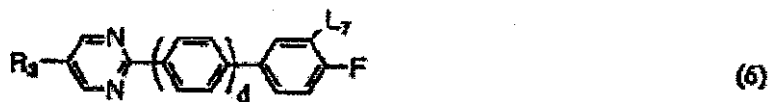
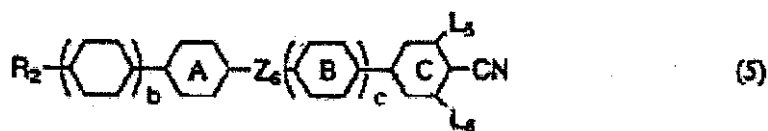
40

(式中、 R_1 は炭素数1～10のアルキル基を示す。； Y_1 はF、Cl、 OCF_3 、 OCF_2H 、 CF_3 、 CF_2H 又は CFH_2 を示す。； L_1 、 L_2 、 L_3 及び L_4 は、それぞれ独立して、H又はFを示す。； Z_4 及び Z_5 は、それぞれ独立して、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-CH=CH-$ 又は単結合を示す。；また、 a は1又は2を示す。)

【請求項8】

第一成分として、請求項1～5のいずれかに記載のジフルオロフェニル誘導体を少なくとも1種類含有し、第二成分として、一般式(5)、(6)、(7)、(8)及び(9)からなる群から選択される少なくとも1種類の化合物を含有することを特徴とする液晶組成物。

50



(一般式(5)中、 R_2 はF、炭素数1～10のアルキル基、又は炭素数2～10のアルケニル基を示す。該アルキル基、又はアルケニル基中の任意のメチレン基($-\text{CH}_2-$)は酸素原子($-\text{O}-$)によって置換されていてもよいが、2以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。；環Aはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、1,4-フェニレン基、ピリミジン-2,5-ジイル基、又は1,3-ジオキサン-2,5-ジイル基を示す。；環Bはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、1,4-フェニレン基、又はピリミジン-2,5-ジイル基を示す。；環Cはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基を示す。； Z_6 は $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{COO}-$ 又は単結合を示す。； L_5 及び L_6 は、それぞれ独立して、H又はFを示す。；また、 b 及び c は、それぞれ独立して、0又は1を示す。

一般式(6)中、 R_3 は炭素数1～10のアルキル基を示す。； L_7 はH又はFを示す。；また、 d は0又は1を示す。

一般式(7)中、 R_4 は炭素数1～10のアルキル基を示す。；環D及び環Eは、それぞれ独立して、トランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基を示す。； Z_7 及び Z_8 は、それぞれ独立して、 $-\text{COO}-$ 又は単結合を示す。； Z_9 は $-\text{COO}-$ 又は $-\text{C}\equiv\text{C}-$ を示し、 L_8 及び L_9 は、それぞれ独立して、H又はFを示す。； Y_2 はF、 OCF_3 、 OCF_2H 、 CF_3 、 CF_2H 又は CFH_2 を示す。；また、 e 、 f 及び g は、それぞれ独立して、0又は1を示す。

一般式(8)中、 R_5 及び R_6 は、それぞれ独立して、炭素数1～10のアルキル基、又は炭素数2～10のアルケニル基を示す。該アルキル基、又はアルケニル基中の任意のメチレン基($-\text{CH}_2-$)は酸素原子($-\text{O}-$)によって置換されていてもよいが、2以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。；環Gはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、1,4-フェニレン基、又はピリミジン-2,5-ジイル基を示す。；環Hはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基を示す。； Z_{10} は $-\text{C}\equiv\text{C}-$ 、 $-\text{COO}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-\text{C}\equiv\text{C}-$ 又は単結合を示す。；また、 Z_{11} は $-\text{COO}-$ 又は単結合を示す。

一般式(9)中、 R_7 及び R_8 は、それぞれ独立して、炭素数1～10のアルキル基、又は炭素数2～10のアルケニル基を示す。該アルキル基、又はアルケニル基中の任意のメチレン基($-\text{CH}_2-$)は酸素原子($-\text{O}-$)によって置換されていてもよいが、2以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。；環Iはトランス-1,4-シ

10

20

30

40

50

クロヘキシレン基、1,4-フェニレン基、又はピリミジン-2,5-ジイル基を示す。
 ;環Jはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、環上の1以上の水素原子がFで置換されていてもよい1,4-フェニレン基、又はピリミジン-2,5-ジイル基を示す。 ;環Kはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基を示す。 ; Z_{12} 及び Z_{14} は、それぞれ独立して、 $-COO-$ 、 $-(CH_2)_2-$ 又は単結合を示す。 ; Z_{13} は $-CH=CH-$ 、 $-C\equiv C-$ 、 $-COO-$ 又は単結合を示す。 ;また、hは0又は1を示す。)

【請求項9】

第一成分として、請求項1～5のいずれかに記載のジフルオロフェニル誘導体を少なくとも1種類含有し、第二成分として、一般式(2)、(3)及び(4)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有し、第三成分として、一般式(5)、(6)、(7)、(8)及び(9)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。

10

【請求項10】

請求項6～9のいずれか1項に記載の液晶組成物を用いて構成した液晶表示素子。

【発明の詳細な説明】

技術分野

本発明は液晶表示材料として有用なジフルオロフェニル誘導体に関する。更に詳述すれば、本発明は化合物分子中にブチレン基、及び/又はプロピレンオキシ基を有し、かつ3,4-ジフルオロフェニル基を有し、液晶表示材料として好適な諸物性を発現せしめる新規な化合物、該化合物を含有する液晶組成物、並びに該液晶組成物を用いて構成した液晶表示素子に関する。

20

背景技術

液晶の特性である屈折率異方性、誘電率異方性等を利用した表示素子はこれまで多数作られている。時計を始めとして電卓、ワープロ、テレビ等に液晶表示素子は広く利用され、需要も年々高くなってきている。液晶相は固体相と液体相の中間に位置する。この液晶相はネマチック相、スメクチック相、コレステリック相に大別される。これらの液晶相のうち、ネマチック相を利用した表示素子が現在最も広く利用されている。

液晶の有する電気光学効果を液晶表示に応用する表示方式としては、ねじれネマチック型(TN型)、動的散乱型(DS型)、ゲスト-ホスト型(GH型)、DAP型等がある。特に最近では液晶表示のカラー化が一段と進んでいる。その表示方式はTN型では薄膜トランジスタ型(TFT型)及びスーパーツイストネマチック型(STN型)が主流であり、これらの表示方式の表示素子が量産されている。

30

現在研究段階のものを含め、多くの液晶化合物が世に知られているが、現在のところ混合物ではなく単一の液晶化合物だけで表示素子に封入され、使用されることのできる液晶化合物は存在しない。表示素子に使用される液晶化合物に要求される性質としては、自然界の、特に表示素子として最も使用される頻度の高い室温を中心とする、なるべく広い温度領域で、液晶相を示すことである。

また、使用される環境因子に対して十分安定であり、更に表示素子を駆動させるに十分な物理的性質を持つことも要求される。しかし、これらの要求の全てを単独で満たす液晶化合物は見出されていない。

40

現在では数種の液晶化合物、又は非液晶化合物を混合して、かような特徴を持つ組成物を調製し、表示用液晶材料として実用に供している。これらの液晶組成物は、前述のように使用環境下で通常に存在する水分、光、熱、空気等に対しても安定であることが要求される。また電場及び電磁放射に対する安定性、更には混合された各液晶化合物が互いに使用環境下で化学的に安定であることが要求される。

また、液晶組成物の屈折率異方性値(n)、誘電率異方性値(ϵ)、粘度(η)、電導度及び弾性定数比 K_{33}/K_{11} (K_{33} :ベンド定数、 K_{11} :スプレッド定数)等の諸物性値は表示方式及び素子の形状に対応する適当な値である必要がある。また液晶組成物中の各成分は、相互に良好な溶解性を持つことが重要である。

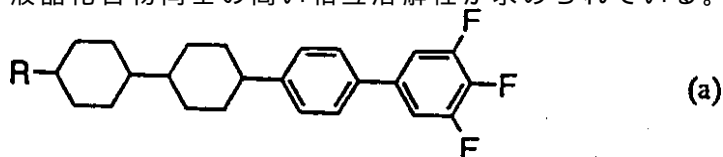
50

これらの諸物性値の中で、T F T 型表示方式で用いられる液晶化合物に主に求められているものは、広い液晶相温度領域、大きな誘電率異方性値、大きな弾性定数比 K_{33} / K_{11} などである。この表示方式においては、特に最近ディスプレイのカラー化が進むなかでコントラストの向上が必要となってきた。コントラストを向上させるためには大きな屈折率異方性値を有することが必要不可欠である。さらに、電圧保持率の温度依存性を低下させる必要がある。液晶化合物の電圧保持率は温度上昇に伴い低下する傾向にある。現在のディスプレイは反射型のもよりもバックライト照射型が主流であり、この型の場合にはディスプレイパネルが置かれている環境はバックライトの照射熱により室温よりかなり高温となっている。そのような状況下では液晶化合物の温度上昇は回避できない。液晶化合物の温度上昇に伴い、その電圧保持率が低下し、例えばノーマリーホワイトモードにおいては黒色から白色方向へのコントラスト変化が生じる。その結果、鮮明な画面表示が不可能になる。

10

これまでに電圧保持率に対する温度依存性の低い液晶化合物が数々開発されている。好適な化合物として、例えば下記 (a) 式で表されるような、特開平 2 - 233626 号記載の 3, 4, 5 - トリフルオロフェニル基を有する化合物が当該業者の間でよく知られている。該化合物を液晶組成物の成分として用いることにより、高い電圧保持率を得ることが可能となった。しかし、動画などの高速画面表示用に用いられる液晶化合物には、更に液晶相温度領域の拡張、粘度の低下、液晶組成物の成分として使用した場合の低温における液晶化合物同士の高い相互溶解性が求められている。

20



発明の開示

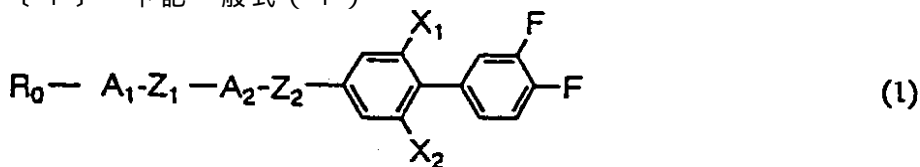
本発明の目的は、従来技術の課題を克服するため、特に液晶相温度領域が広く、低粘性で、電圧保持率の温度依存性及び低温での溶解性が改善された液晶化合物、これを含む液晶組成物及び該液晶組成物を用いて構成した液晶表示素子を提供することである。

本発明者等は、このような課題を解決する化合物について種々研究した結果、化合物中にブチレン基、及び/又はプロピレンオキシ基を有し、かつ 3, 4 - ジフルオロフェニル基を有し、1 分子内に合計 4 個の環を有する液晶化合物が、液晶相温度領域が広く、低粘性で、電圧保持率の温度依存性が小さく、低温での溶解性が高いことを見出した。本発明者等は、これらの知見に基づき本発明を完成させるに至ったものである。

30

本発明は以下のとおりである。

〔1〕 下記一般式 (1)



〔式中、 R_0 は炭素数 1 ~ 15 のアルキル基、又はアルケニル基を示す。該アルキル基、又はアルケニル基中の任意のメチレン基 ($-CH_2-$) は酸素原子 ($-O-$) によって置換されていてもよいが、2 以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。; A_1 、 A_2 は、それぞれ独立して、トランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基、又は六員環上の 1 以上の水素原子がハロゲン原子に置換されていてもよい 1, 4 - フェニレン基、ピリミジン - 2, 5 - ジイル基、ピリジン - 2, 5 - ジイル基、1, 3 - ジオキサン - 2, 5 - ジイル基、テトラヒドロピラン - 2, 5 - ジイル基、1, 3 - ジチアン - 2, 5 - ジイル基、及びテトラヒドロチオピラン - 2, 5 - ジイルからなる群から選ばれる 1 の基を示す。; Z_1 、 Z_2 は、それぞれ独立して、 $-(CH_2)_4-$ 、 $-(CH_2)_3O-$ 、 $-O(CH_2)_3-$ 又は単結合を示す。; X_1 及び X_2 は、それぞれ独立して、H、F、Cl 又は Br を示す。; また、上記化合物を構成する各元素は、その同位体で置換されていてもよい

40

50

。)で示されるジフルオロフェニル誘導体。

〔 2 〕 前記〔 1 〕において Z_1 が $-(CH_2)_4-$ 又は $-(CH_2)_3O-$ であり、 Z_2 が単結合であり、 A_1 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基であり、 A_2 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、又は1, 4-フェニレン基であり、 X_1 及び X_2 が、それぞれ水素原子であるジフルオロフェニル誘導体。

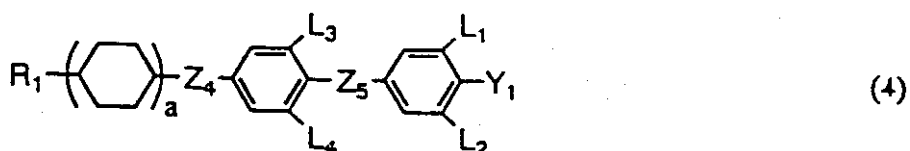
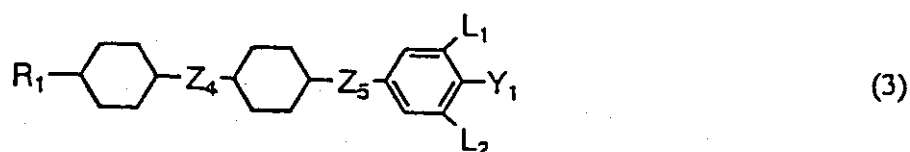
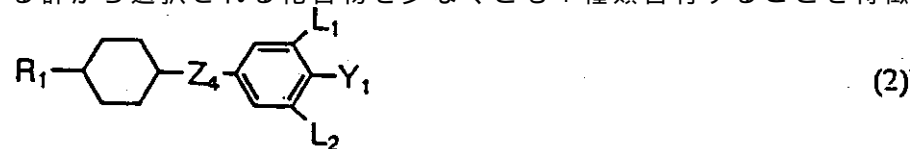
〔 3 〕 前記〔 1 〕において Z_1 が $-(CH_2)_4-$ 又は $-(CH_2)_3O-$ であり、 Z_2 が単結合であり、 A_1 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基であり、 A_2 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、又は1, 4-フェニレン基であり、 X_1 及び/又は X_2 がフッ素原子であるジフルオロフェニル誘導体。

〔 4 〕 前記〔 1 〕において Z_1 が単結合であり、 Z_2 が $-(CH_2)_4-$ 又は $-(CH_2)_3O-$ であり、 A_1 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基であり、 A_2 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、又は1, 4-フェニレン基であり、 X_1 、 X_2 が、それぞれ水素原子であるジフルオロフェニル誘導体。 10

〔 5 〕 前記〔 1 〕において Z_1 が単結合であり、 Z_2 が $-(CH_2)_4-$ 又は $-(CH_2)_3O-$ であり、 A_1 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基であり、 A_2 がトランス-1, 4-シクロヘキシレン基、又は1, 4-フェニレン基であり、 X_1 及び/又は X_2 がフッ素原子であるジフルオロフェニル誘導体。

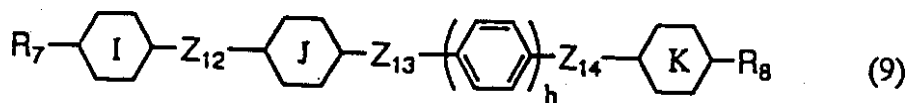
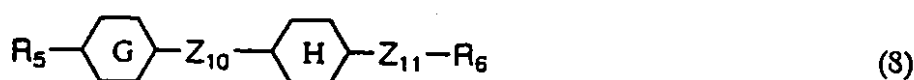
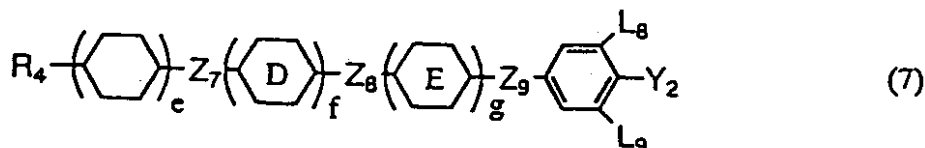
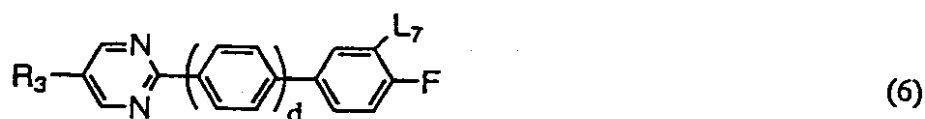
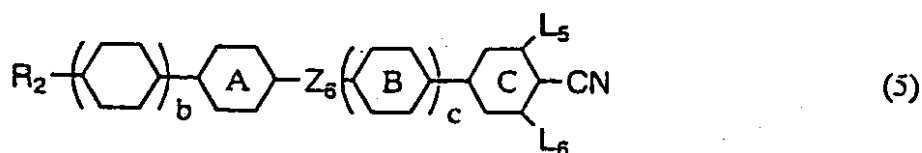
〔 6 〕 前記〔 1 〕～〔 5 〕のいずれかに記載のジフルオロフェニル誘導体を少なくとも1種類含む2成分以上からなる液晶組成物。

〔 7 〕 第一成分として、前記〔 1 〕～〔 5 〕のいずれかに記載のジフルオロフェニル誘導体を少なくとも1種類含有し、第二成分として、一般式(2)(3)及び(4)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。 20



(式中、 R_1 は炭素数1～10のアルキル基を示す。； Y_1 はF、Cl、 OCF_3 、 OCF_2H 、 CF_3 、 CF_2H 又は CFH_2 を示す。； L_1 、 L_2 、 L_3 及び L_4 は、それぞれ独立して、H又はFを示す。； Z_4 及び Z_5 は、それぞれ独立して、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-CH=CH-$ 又は単結合を示す。；また、 a は1又は2を示す。) 40

〔 8 〕 第一成分として、前記〔 1 〕～〔 5 〕のいずれかに記載のジフルオロフェニル誘導体を少なくとも1種類含有し、第二成分として、一般式(5)、(6)、(7)、(8)及び(9)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。



(一般式(5)中、 R_2 はF、炭素数1~10のアルキル基、又は炭素数2~10のアルケニル基を示す。該アルキル基、又はアルケニル基中の任意のメチレン基($-\text{CH}_2-$)は酸素原子($-\text{O}-$)によって置換されていてもよいが、2以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。；環Aはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、1,4-フェニレン基、ピリミジン-2,5-ジイル基、又は1,3-ジオキサン-2,5-ジイル基を示す。；環Bはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、1,4-フェニレン基、又はピリミジン-2,5-ジイル基を示す。；環Cはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基を示す。； Z_6 は $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{COO}-$ 又は単結合を示す。； L_5 及び L_6 は、それぞれ独立して、H又はFを示す。；また、 b 及び c は、それぞれ独立して、0又は1を示す。

一般式(6)中、 R_3 は炭素数1~10のアルキル基を示す。； L_7 はH又はFを示す。；また、 d は0又は1を示す。

一般式(7)中、 R_4 は炭素数1~10のアルキル基を示す。；環D及び環Eは、それぞれ独立して、トランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基を示す。； Z_7 及び Z_8 は、それぞれ独立して、 $-\text{COO}-$ 又は単結合を示す。； Z_9 は $-\text{COO}-$ 又は $-\text{C}\equiv\text{C}-$ を示す。； L_8 及び L_9 は、それぞれ独立して、H又はFを示す。； Y_2 はF、 OCF_3 、 OCF_2H 、 CF_3 、 CF_2H 又は CFH_2 を示す。；また、 e 、 f 及び g は、それぞれ独立して、0又は1を示す。

一般式(8)中、 R_5 及び R_6 は、それぞれ独立して、炭素数1~10のアルキル基、又は炭素数2~10のアルケニル基を示す。該アルキル基、又はアルケニル基中の任意のメチレン基($-\text{CH}_2-$)は酸素原子($-\text{O}-$)によって置換されていてもよいが、2以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。；環Gはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、1,4-フェニレン基、又はピリミジン-2,5-ジイル基を示す。；環Hはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基を示す。； Z_{10} は $-\text{C}\equiv\text{C}-$ 、 $-\text{COO}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-\text{C}\equiv\text{C}-$ 又は単結合を示す。；また、 Z_{11} は $-\text{COO}-$ 又は単結合を示す。

一般式(9)中、 R_7 及び R_8 は、それぞれ独立して、炭素数1~10のアルキル基、又は炭素数2~10のアルケニル基を示す。該アルキル基、又はアルケニル基中の任意のメチレン基($-\text{CH}_2-$)は酸素原子($-\text{O}-$)によって置換されていてもよいが、2以上のメチレン基が連続して酸素原子に置換されることはない。；環Iはトランス-1,4-シ

10

20

30

40

50

クロヘキシレン基、1,4-フェニレン基、又はピリミジン-2,5-ジイル基を示す。
 ;環Jはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、環上の1以上の水素原子がFで置換されていてもよい1,4-フェニレン基、又はピリミジン-2,5-ジイル基を示す。 ;環Kはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は1,4-フェニレン基を示す。 ; Z_{12} 及び Z_{14} は、それぞれ独立して、 $-COO-$ 、 $-(CH_2)_2-$ 又は単結合を示す。 ; Z_{13} は $-CH=CH-$ 、 $-C\equiv C-$ 、 $-COO-$ 又は単結合を示す。 ;また、hは0又は1を示す。)

〔9〕 第一成分として、前記〔1〕～〔5〕のいずれかに記載の液晶化合物を少なくとも1種類含有し、第二成分の一部分として、一般式(2)、(3)及び(4)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有し、第二成分の他の部分として、一般式(5)、(6)、(7)、(8)及び(9)からなる群から選択される化合物を少なくとも1種類含有することを特徴とする液晶組成物。

10

〔10〕 前記〔6〕～〔9〕のいずれかに記載の液晶組成物を用いて構成した液晶表示素子。

本発明の化合物は、液晶表示素子が使用される条件下において物理的、及び化学的にも極めて安定で、液晶相温度領域が広く、低温下でも液晶組成物への溶解性が良く、低粘性であり、さらに電圧保持率の温度依存性が低く、プレチルト角が大きい。また、分子中の環構造、結合基、又は側鎖の構造を適当に選ぶことで所望の物性値を任意に調整することが可能である。よって、本発明の化合物を液晶組成物の成分として用いた場合、上記の良好な特性を持つ液晶組成物を得ることができる。さらに、本発明の化合物を構成成分として含む液晶組成物を液晶表示素子に用いた場合、得られる液晶表示素子は外部環境に対して安定であり、使用温度領域が広く、低電圧での駆動が可能であり、高速応答かつ高コントラストのものである。特にTF型表示方式に用いられるネマチック液晶組成物の構成成分として極めて優れている。

20

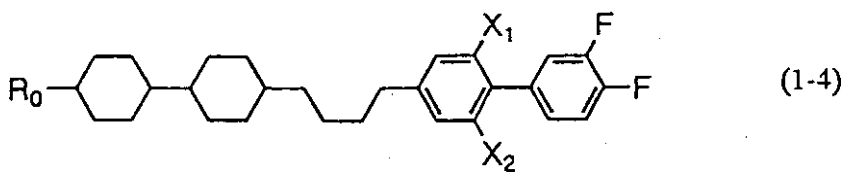
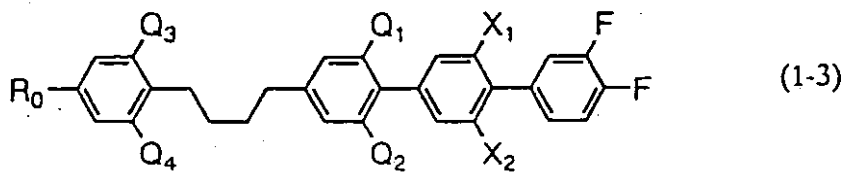
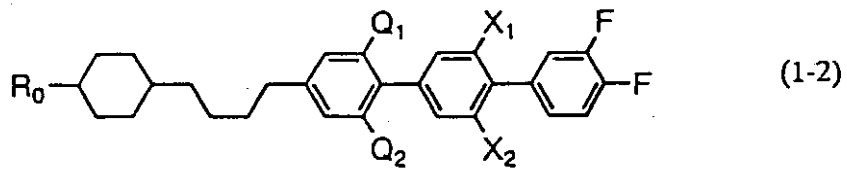
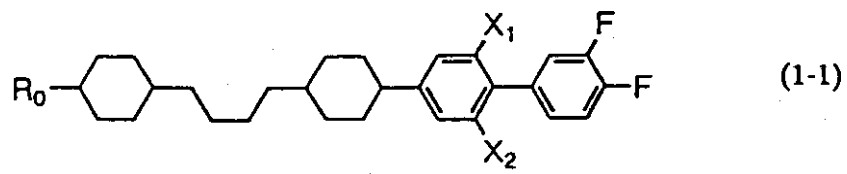
発明を実施するための最良の形態

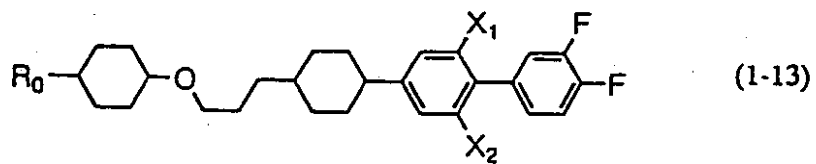
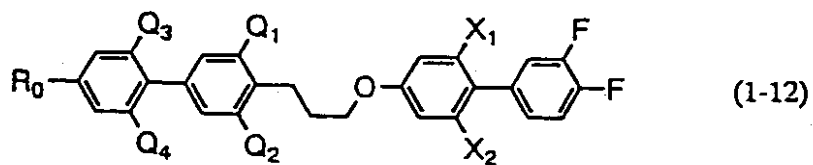
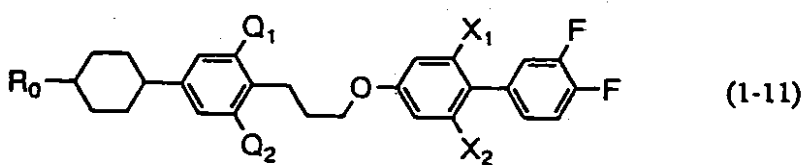
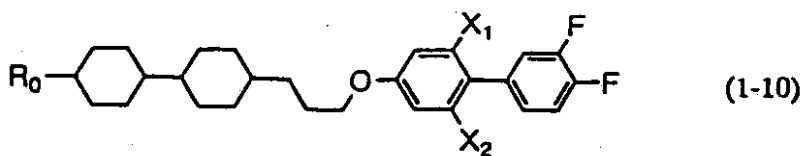
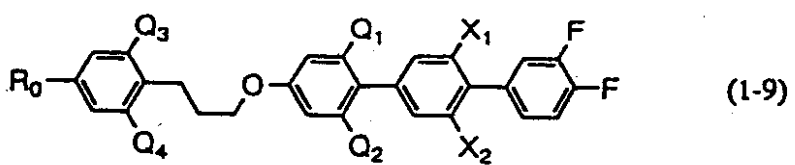
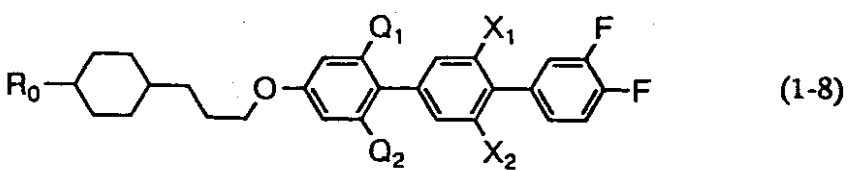
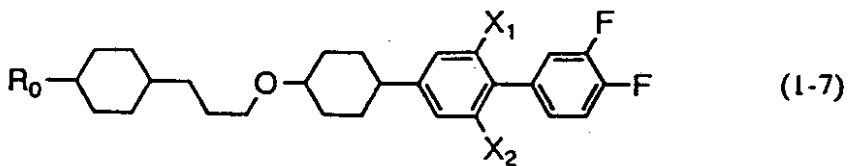
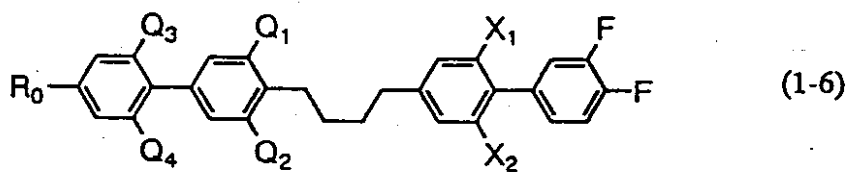
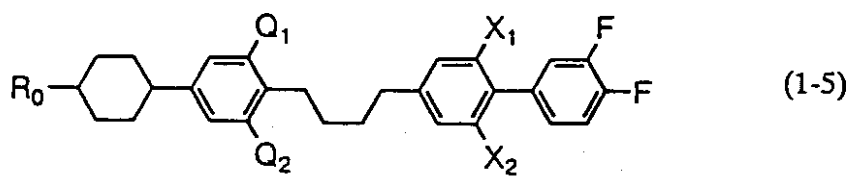
本発明の一般式(1)で示されるジフルオロフェニル誘導体はいずれも液晶用として好適な物性を示す。一般式(1)において、 A_1 、 A_2 、 Z_1 、 Z_2 、 X_1 及び X_2 を適切に選択した化合物を使用することで、使用目的に応じた液晶組成物を調製できる。

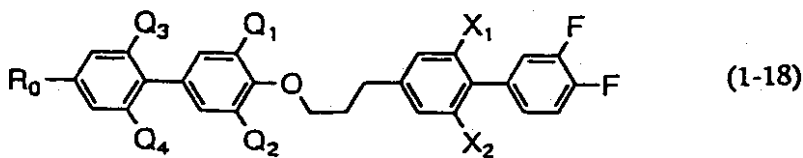
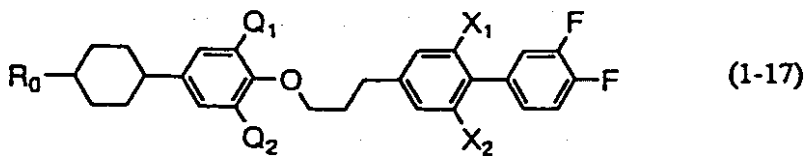
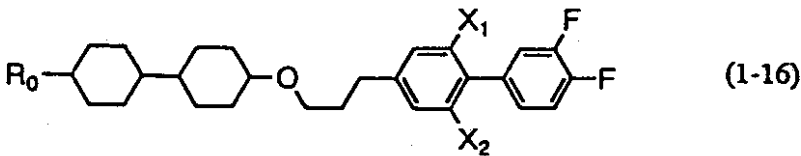
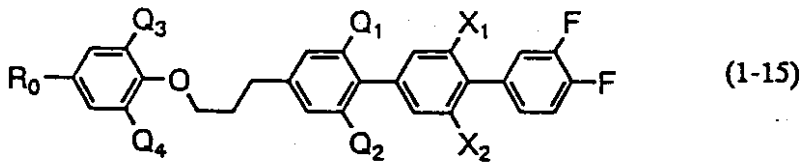
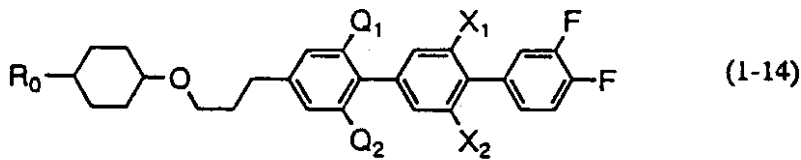
すなわち大きな屈折率異方性値が必要であれば、 A_2 が1,4-フェニレン基であり、 Z_1 若しくは Z_2 が単結合であるものを選択すれば良い。また、1,4-フェニレン基の有する水素をフッ素で置換したものは、特に優れた低温溶解性を示す。

30

特に、液晶用として好ましい一般式(1)の化合物として、下記の式(1-1)～(1-18)で示される化合物を例示できる。







式(1-1)～(1-18)中、 R_0 、 X_1 、 X_2 は前記と同一の意味を示し、 Q_1 、 Q_2 、 Q_3 、及び Q_4 は、それぞれ独立して、水素原子、又はハロゲン原子を表し、各化合物を構成する各元素は、その同位体で置換されていてもよい。式(1-1)～(1-18)中の R_0 は好ましくは炭素数1～12のアルキル基、アルコキシ基、アルコシアルキル基、アルケニル基、アルケニルオキシ基、アルケニルオキシアルキル基、若しくはアルキルオキシアルケニル基であり、特に好ましくは、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、メトキシ、エトキシ、プロポキシ、ブトキシ、ペンチルオキシ、ヘキシルオキシ、ヘプチルオキシ、オクチルオキシ、メトキシメチル、エトキシメチル、プロポキシメチル、ブトキシメチル、メトキシエチル、エトキシエチル、プロポキシエチル、メトキシプロピル、エトキシプロピル、プロポキシプロピル、ビニル、1-プロペニル、2-プロペニル、1-ブテニル、2-ブテニル、3-ブテニル、1-ペンテニル、2-ペンテニル、3-ペンテニル、4-ペンテニル、2-プロペニルオキシ、2-ブテニルオキシ、2-ペンテニルオキシ、4-ペンチニルオキシ、メトキシ-1-プロペニル、メトキシ-1-ペンテニル、及びメトキシ-3-ペンテニルである。

一般式(1)で表される化合物のうち、少なくとも1種類を含む第一成分だけで構成することにより良好な特性を有する液晶組成物を得ることができる。しかし、上記第一成分と、一般式(2)、(3)及び(4)からなる群から選ばれる少なくとも1種類の化合物(以下「第二A成分」と称する)及び/又は一般式(5)、(6)、(7)、(8)及び(9)からなる群から選ばれる少なくとも1種類の化合物(以下「第二B成分」と称する)とを混合した液晶組成物がより好ましい。良好な特性を発現させるためには、一般式(1)で示される化合物の混合割合は0.1～99.9重量%であることが好ましい。

さらに、しきい値電圧、液晶相温度領域、屈折率異方性値、誘電率異方性値、及び粘度等を調整する目的で、公知の化合物を第三成分として混合することもできる。

上記第二A成分のうち、一般式(2)、(3)及び(4)で表される化合物の好適例として、それぞれ下記式(2-1)～(2-15)、(3-1)～(3-48)及び(4-1

10

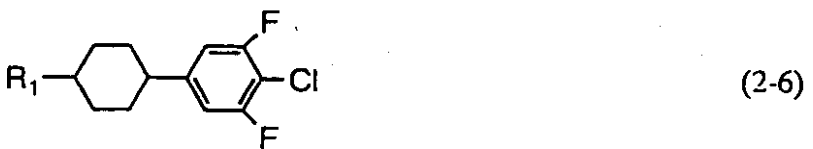
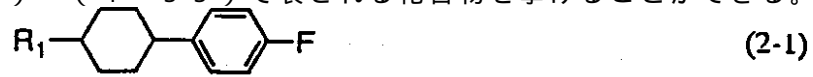
20

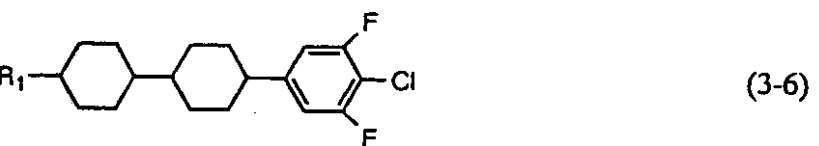
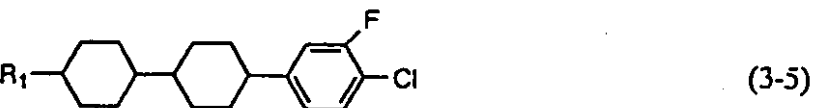
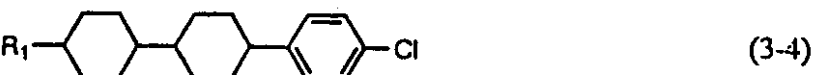
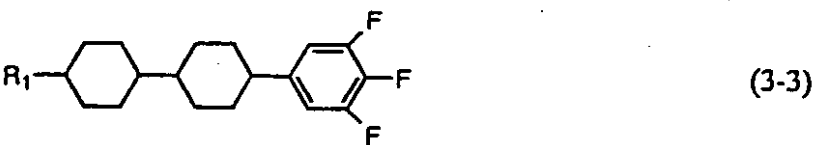
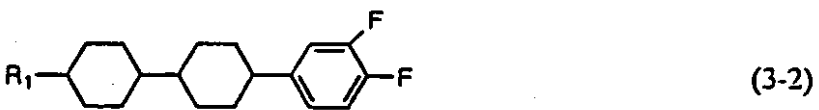
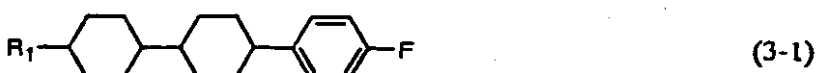
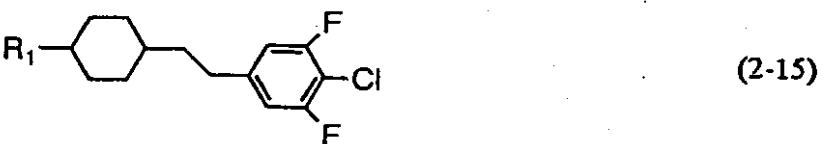
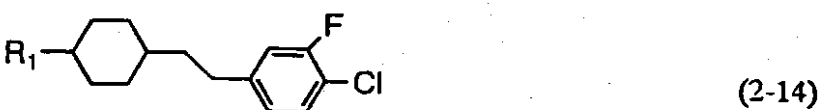
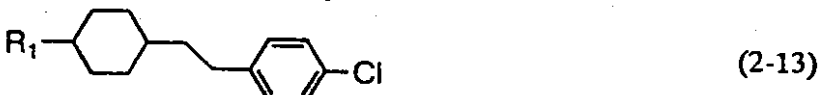
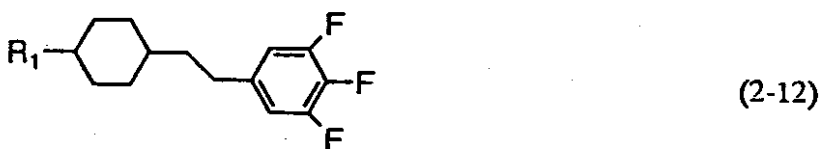
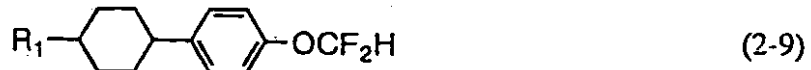
30

40

50

) ~ (4 - 5 5) で表される化合物を挙げることができる。



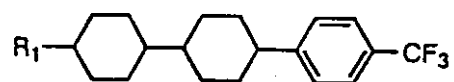


10

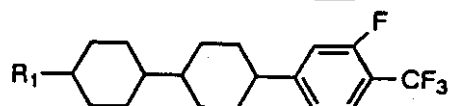
20

30

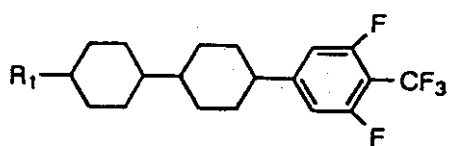
40



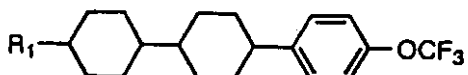
(3-7)



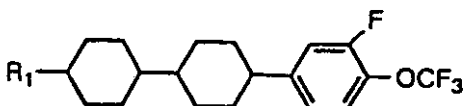
(3-8)



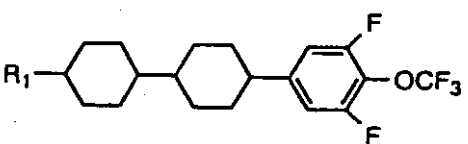
(3-9)



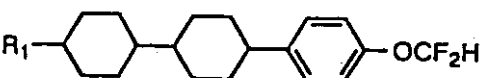
(3-10)



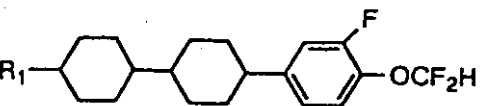
(3-11)



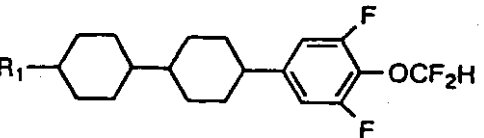
(3-12)



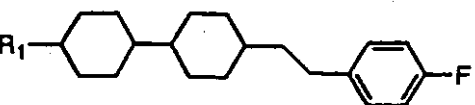
(3-13)



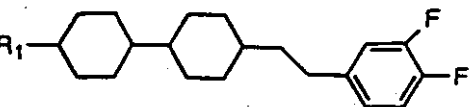
(3-14)



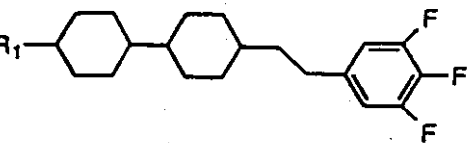
(3-15)



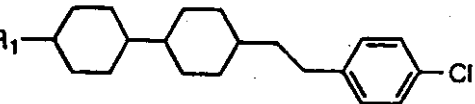
(3-16)



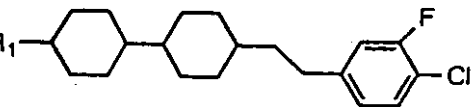
(3-17)



(3-18)



(3-19)



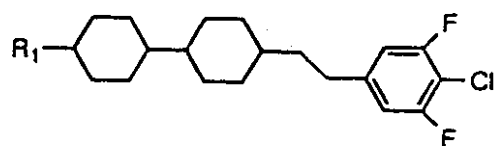
(3-20)

10

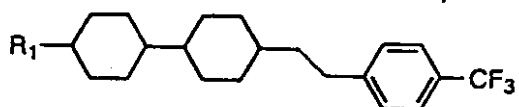
20

30

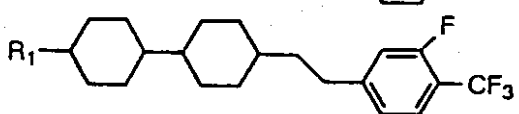
40



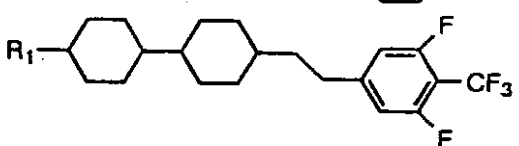
(3-21)



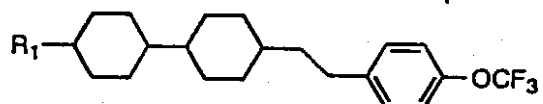
(3-22)



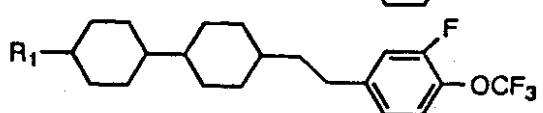
(3-23)



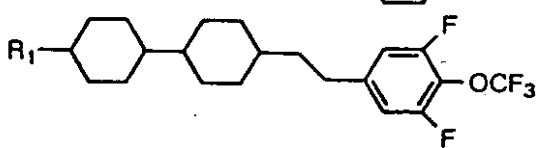
(3-24)



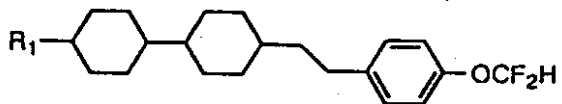
(3-25)



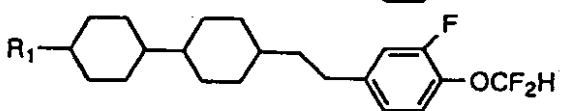
(3-26)



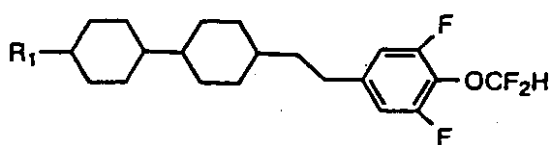
(3-27)



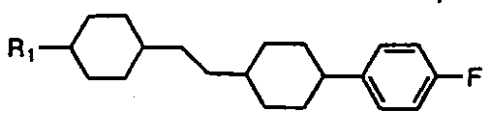
(3-28)



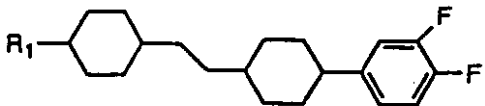
(3-29)



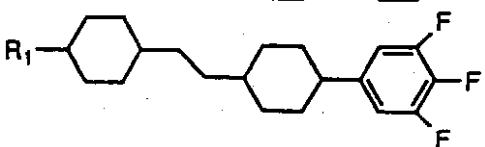
(3-30)



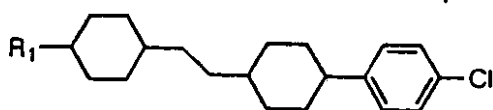
(3-31)



(3-32)



(3-33)



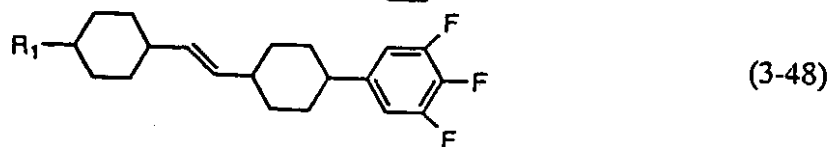
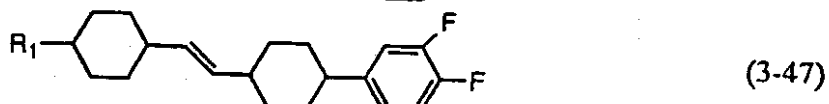
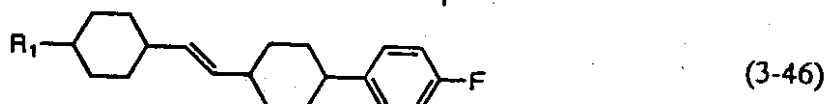
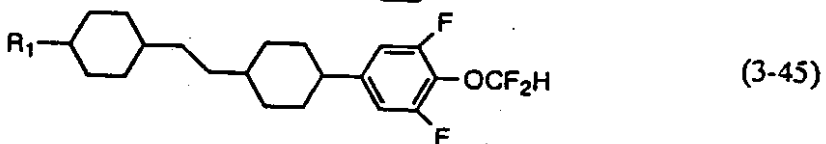
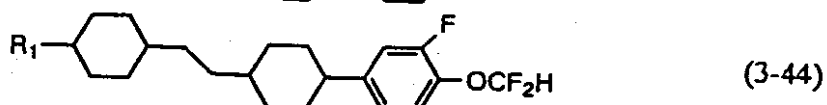
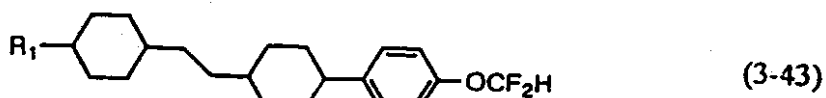
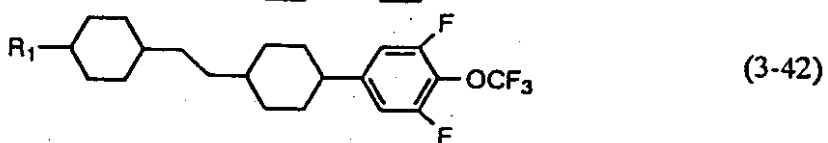
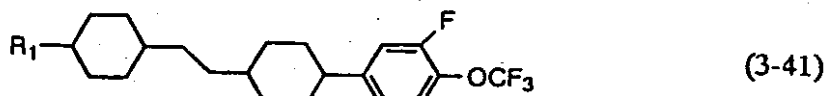
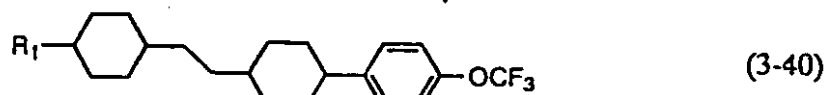
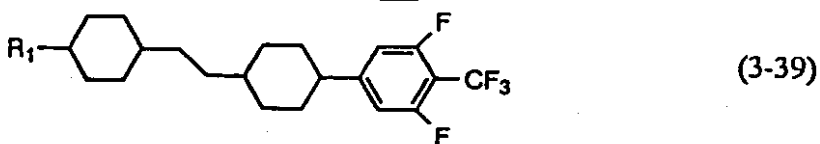
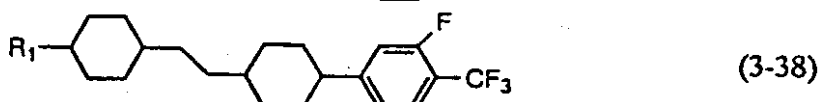
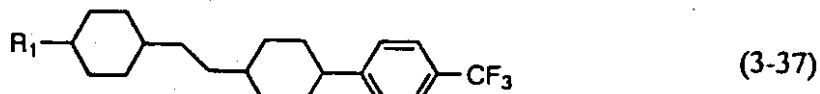
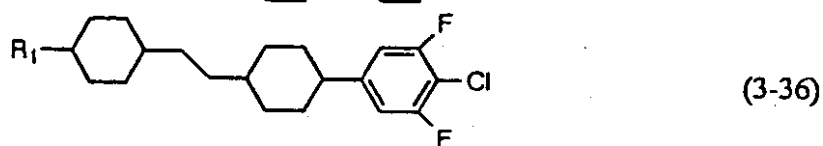
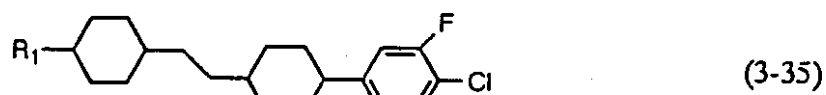
(3-34)

10

20

30

40

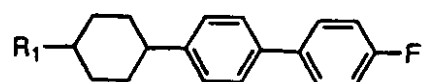


10

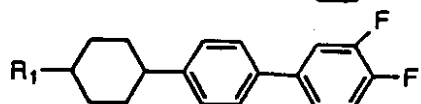
20

30

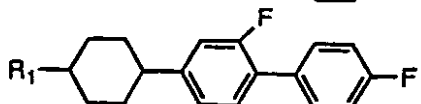
40



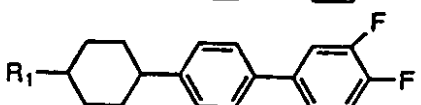
(4-1)



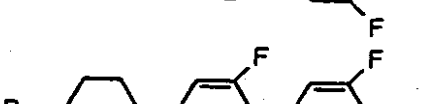
(4-2)



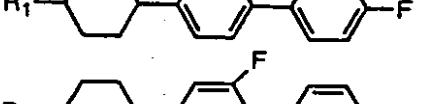
(4-3)



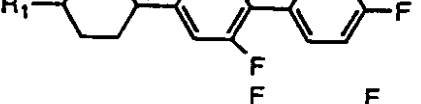
(4-4)



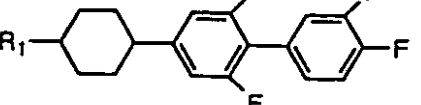
(4-5)



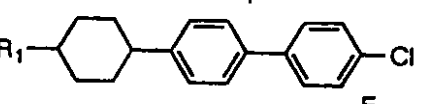
(4-6)



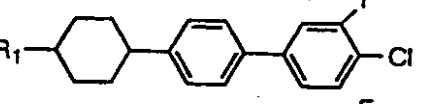
(4-7)



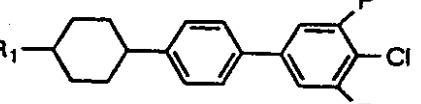
(4-8)



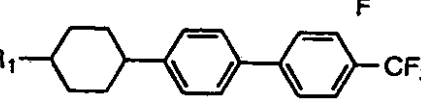
(4-9)



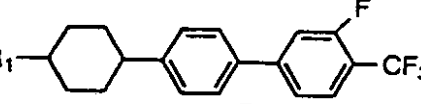
(4-10)



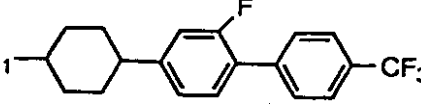
(4-11)



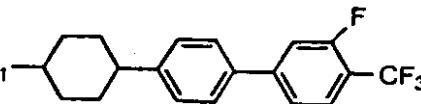
(4-12)



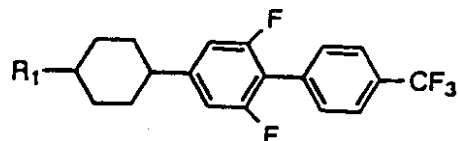
(4-13)



(4-14)



(4-15)

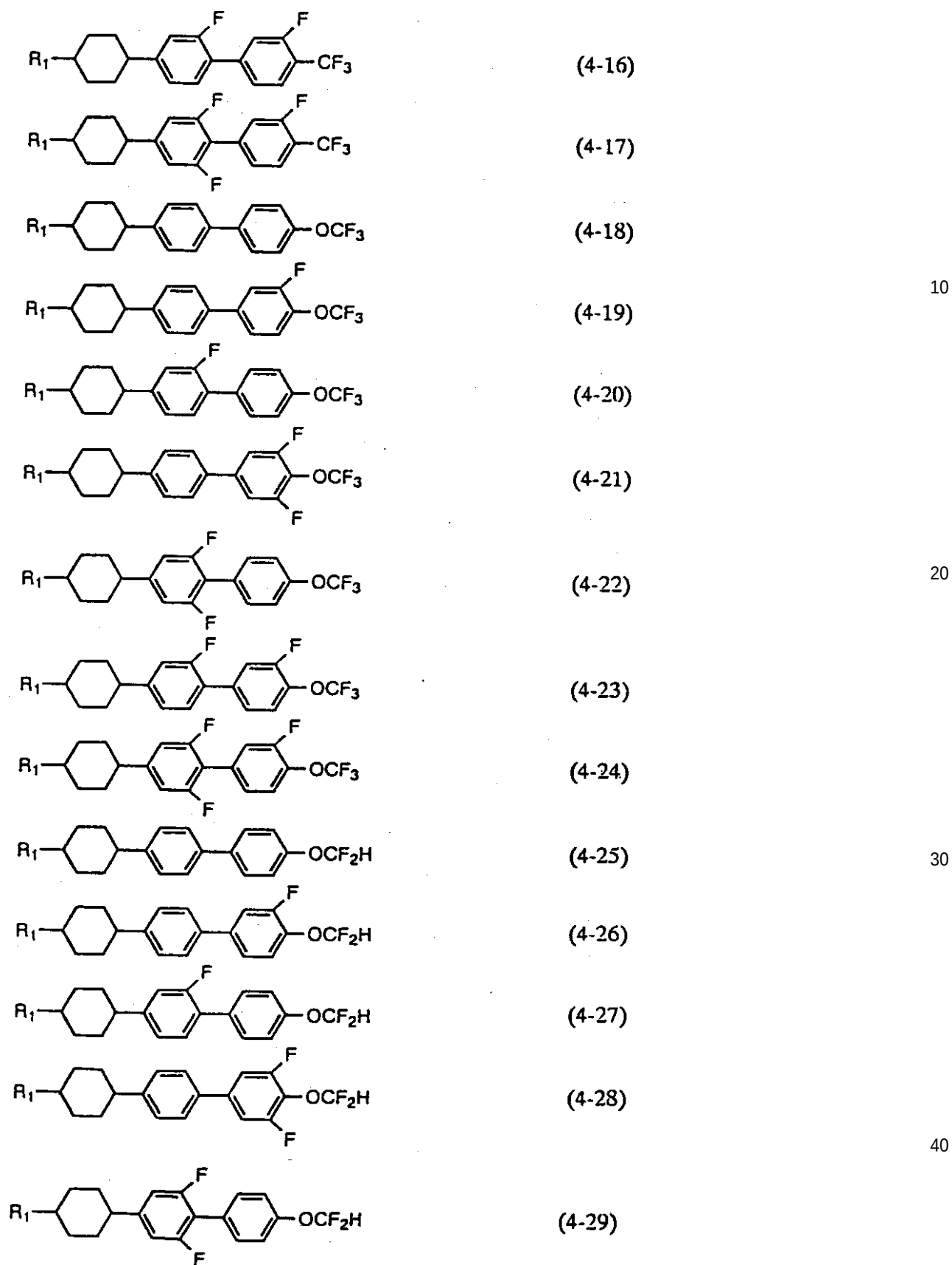


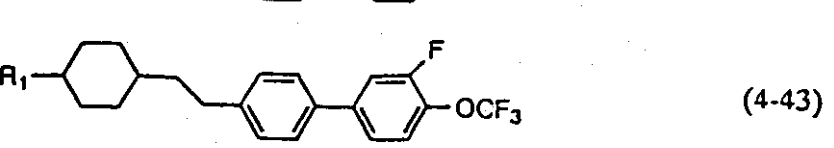
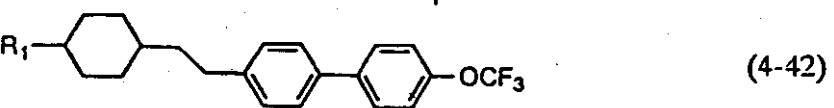
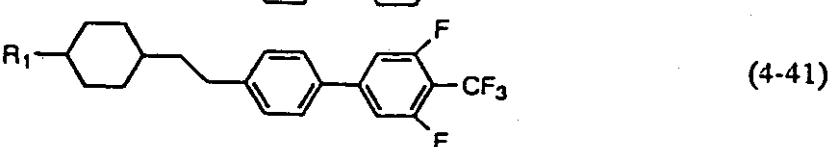
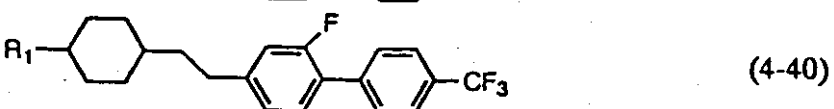
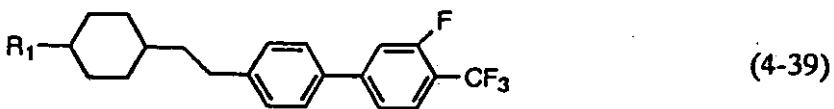
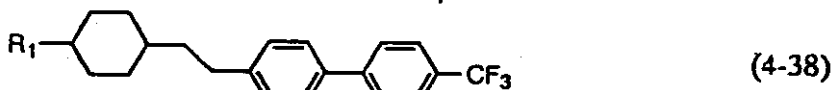
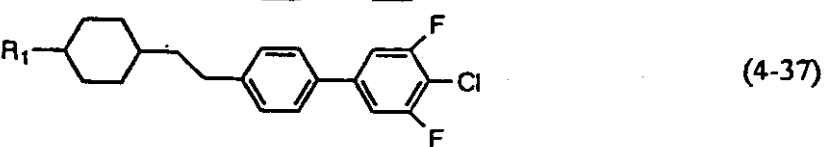
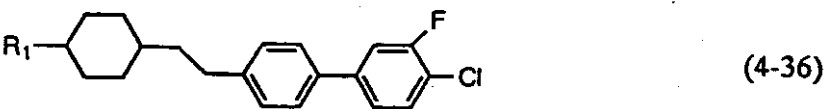
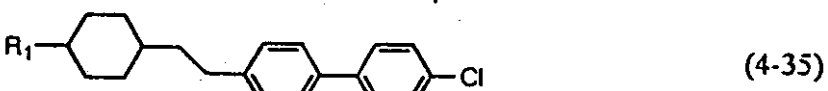
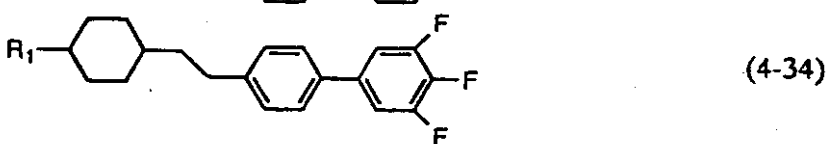
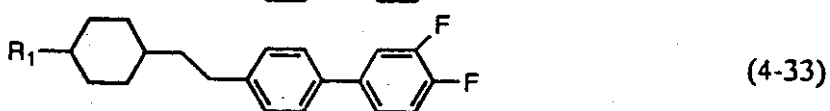
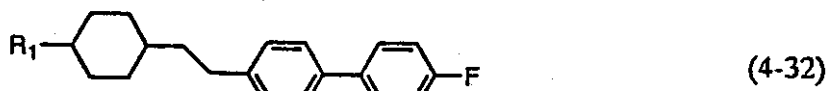
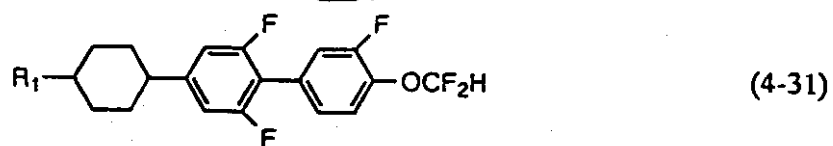
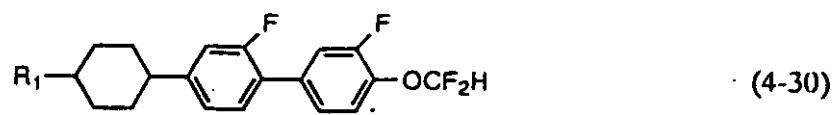
10

20

30

40



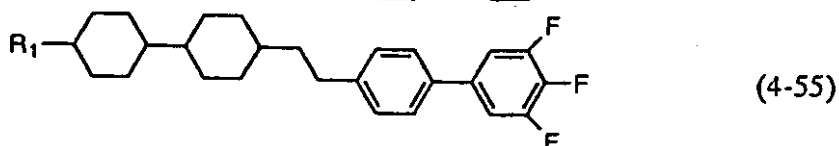
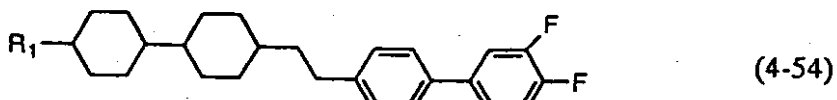
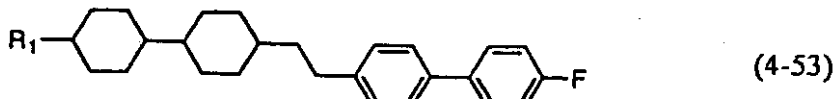
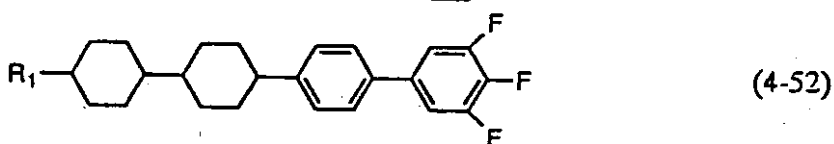
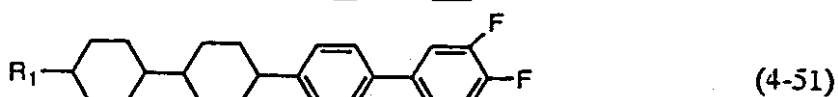
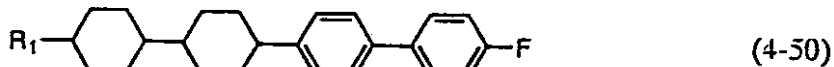
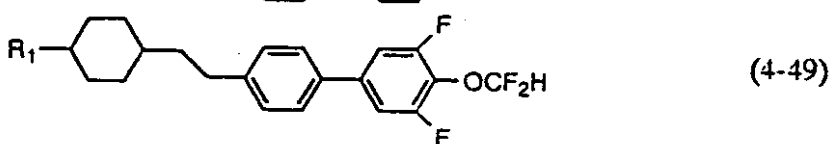
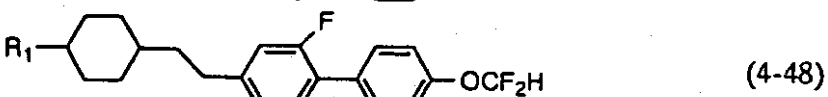
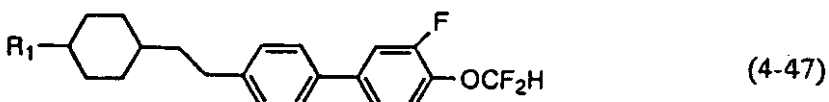
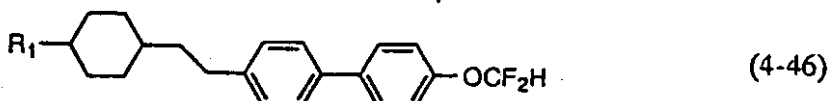
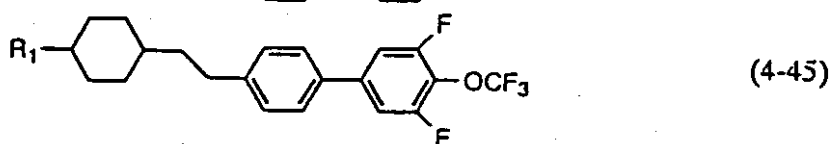
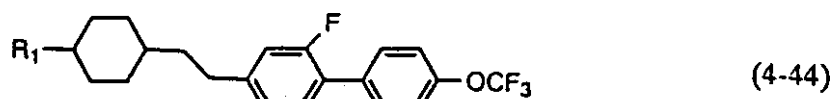


10

20

30

40



ただし、上記の式中において、 R_1 は前記と同一の意味を示す。

【 0 0 4 9 】

これらの一般式(2)~(4)で表される化合物は、誘電率異方性値が正であり、かつ熱安定性や化学的安定性が非常に優れている。

該化合物の使用量は、液晶組成物の全重量に対して1~99重量%の範囲が適するが、好ましくは10~97重量%、より好ましくは40~95重量%である。

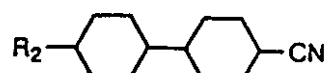
前記第二B成分のうち、一般式(5)、(6)及び(7)で表される化合物の好適例として、それぞれ下記の式(5-1)~(5-24)、(6-1)~(6-3)及び(7-1)~(7-28)で表される化合物を挙げることができる。

10

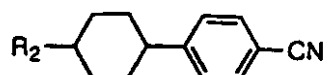
20

30

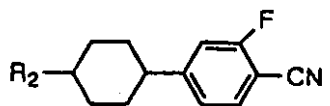
40



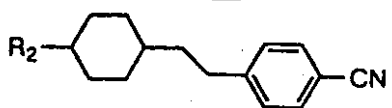
(5-1)



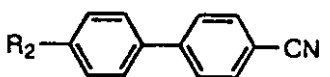
(5-2)



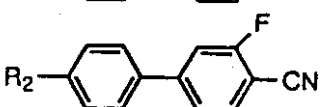
(5-3)



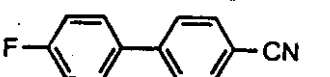
(5-4)



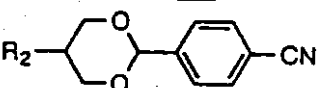
(5-5)



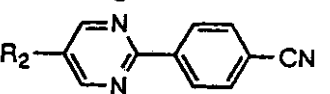
(5-6)



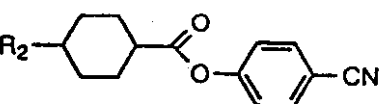
(5-7)



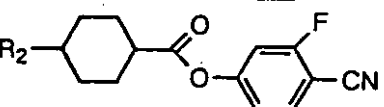
(5-8)



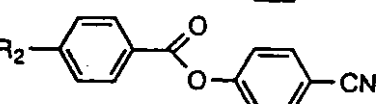
(5-9)



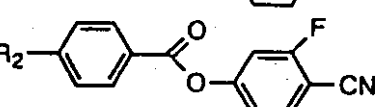
(5-10)



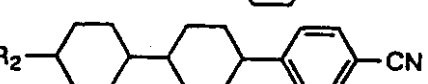
(5-11)



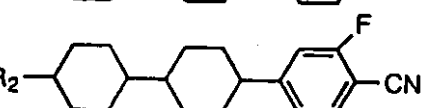
(5-12)



(5-13)



(5-14)

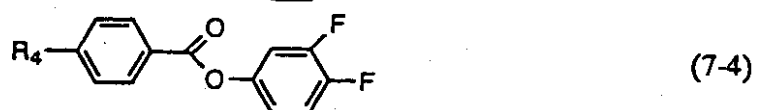
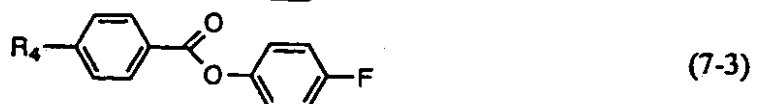
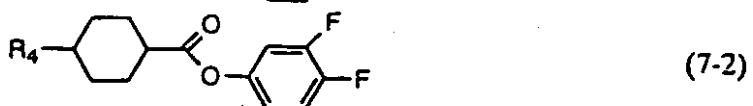
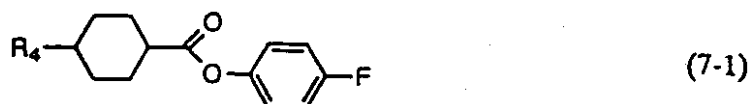
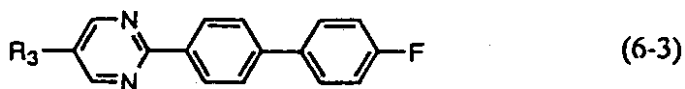
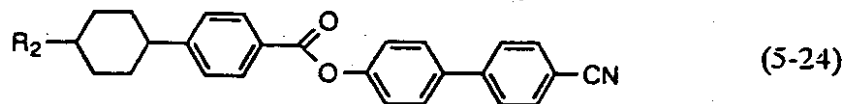
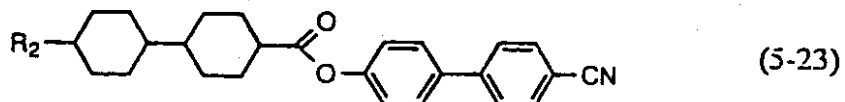
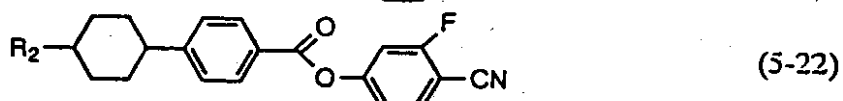
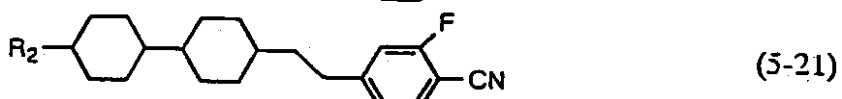
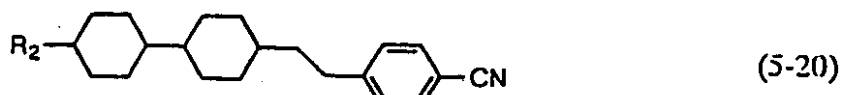
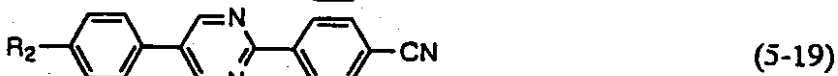
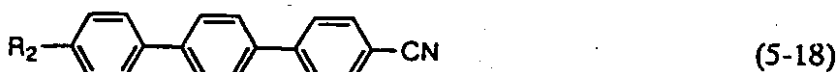
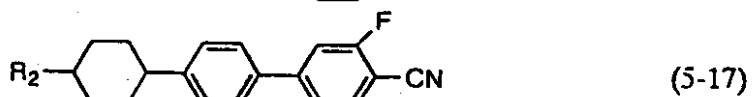
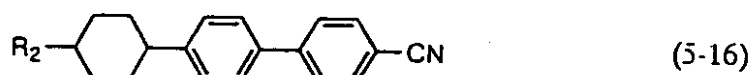


(5-15)

10

20

30

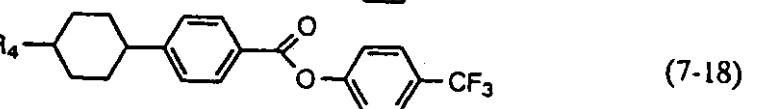
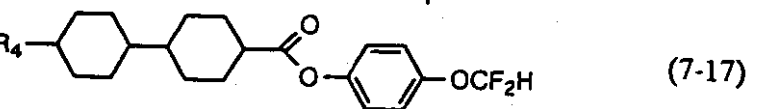
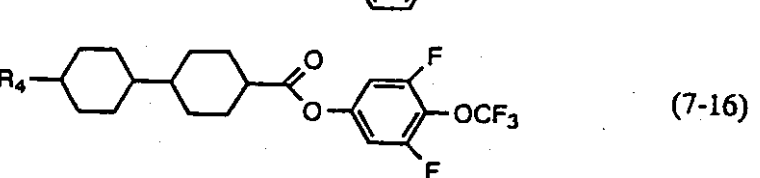
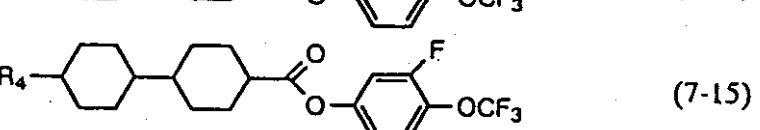
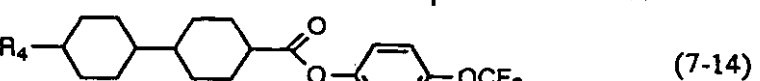
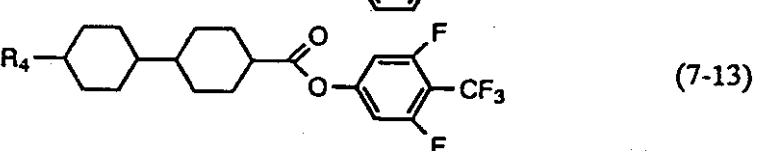
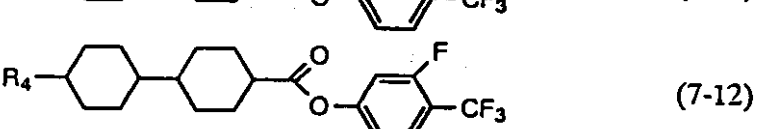
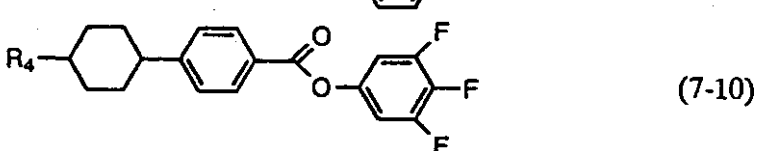
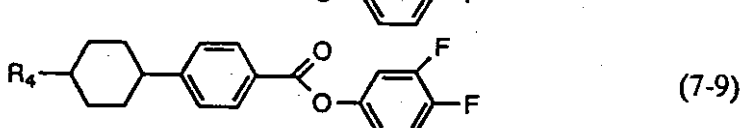
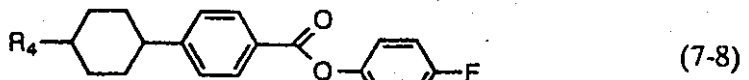
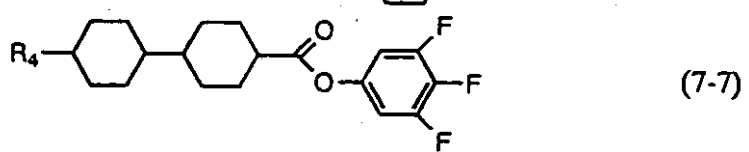
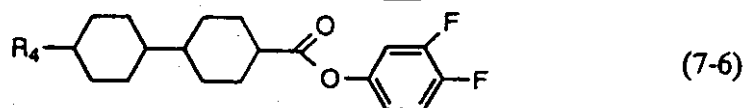
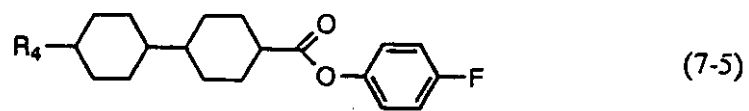


10

20

30

40

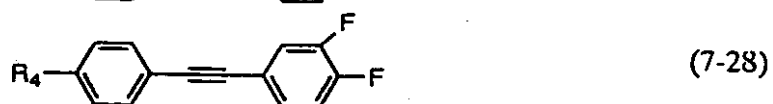
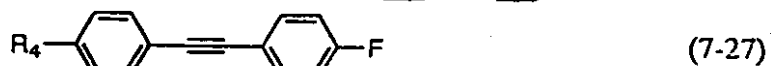
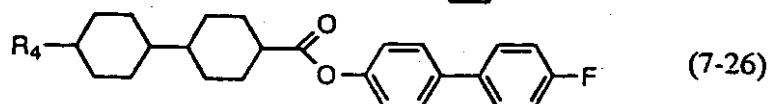
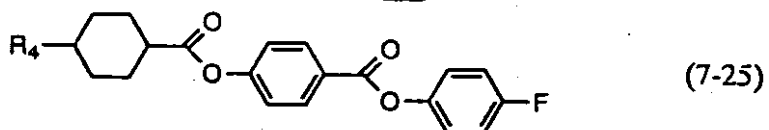
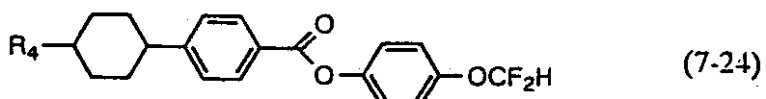
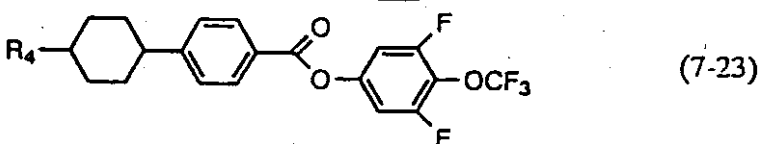
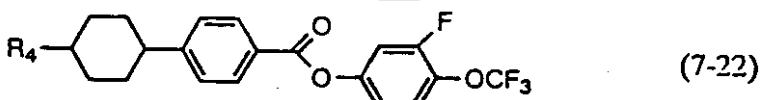
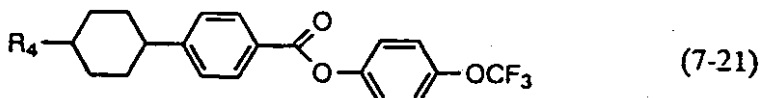
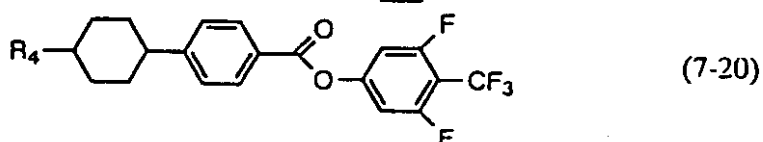
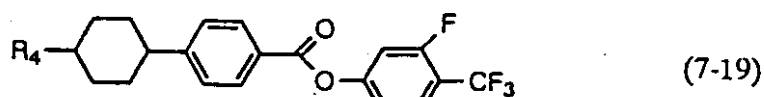


10

20

30

40



ただし、上記式中において R_2 、 R_3 、 R_4 は前記と同一の意味を示す。

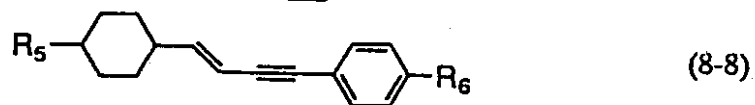
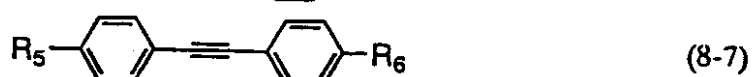
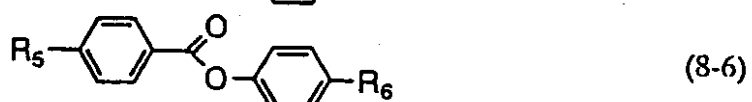
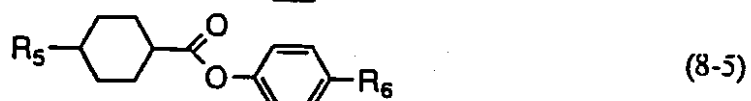
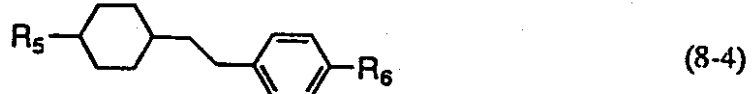
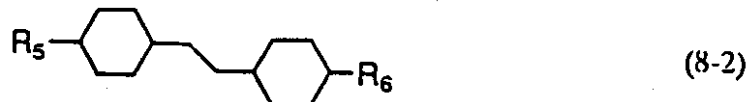
これらの一般式 (5) ~ (7) で表される化合物は、誘電率異方性値が正でその値が大きい。これらの化合物は液晶組成物の成分として添加され、特に液晶組成物のしきい値電圧を小さくする目的で使用される。また、粘度の調整、屈折率異方性値の調整、及び液晶相温度領域を広げる等の目的や、さらに電気光学特性の急峻性を改良する目的にも使用される。

また第二 B 成分のうち、一般式 (8) 及び (9) で表される化合物の好適例として、それぞれ下記の式 (8-1) ~ (8-8) 及び (9-1) ~ (9-13) で表される化合物を挙げることができる。

10

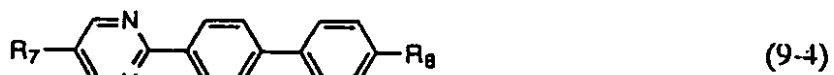
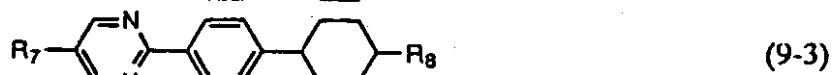
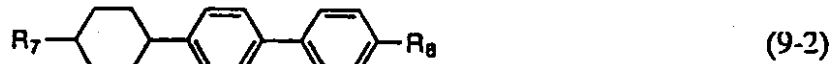
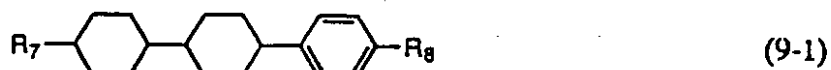
20

30

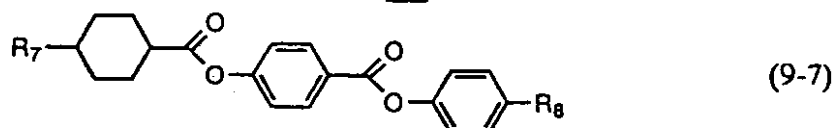
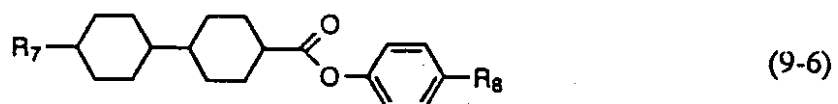
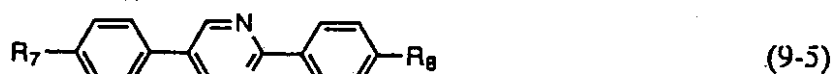


10

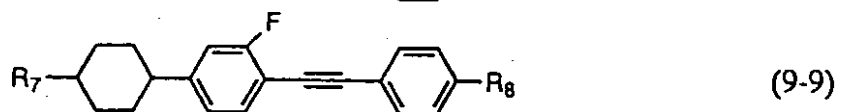
20

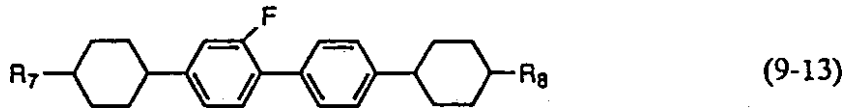
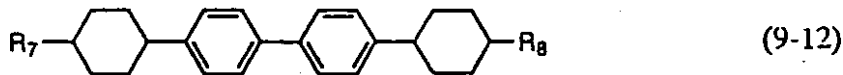
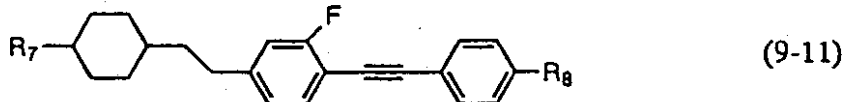
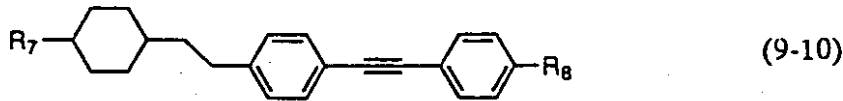


30



40





10

ただし、上記式中において R_5 、 R_6 は、前記と同一の意味を示す。

一般式 (8) 及び (9) で表される化合物は、誘電率異方性値が負か又は小さな正である化合物である。一般式 (8) で表される化合物は主として液晶組成物の粘度低下、及び / 又は屈折率異方性値調整の目的で液晶組成物に添加される。また、一般式 (9) で表される化合物は透明点を高くする等のネマチックレンジを広げる目的、及び / 又は屈折率異方性値調整の目的で添加される。

一般式 (5) ~ (9) で表される化合物を用いることにより STN 表示方式、及び通常の TN 表示方式用に特に好適な液晶組成物を調製することができる。

一般式 (5) ~ (9) で表される化合物の使用量は、通常の TN 表示方式、及び STN 表示方式用の液晶組成物を調製する場合には 1 ~ 99 重量 % の範囲で任意に使用できるが、10 ~ 97 重量 % が好ましく、より好ましくは 40 ~ 95 重量 % である。また、その際には一般式 (2) ~ (4) で表される化合物を一部使用しても良い。

20

本発明に係る液晶組成物を TFT 液晶表示素子に用いることによって、電気光学特性の急峻性、及び視野角の改善ができる。また一般式 (1) で表される化合物は低粘性化合物であるので、これを用いた液晶表示素子の応答速度は改善され、極めて早いものである。

本発明の液晶組成物は、それ自体慣用な方法で調製される。一般には、種々の液晶成分を高い温度で互いに溶解させる方法がとられている。しかし、液晶成分が溶解する有機溶媒に溶かして混合したのち、減圧下溶媒を留去する方法を採用しても良い。

また、本発明の液晶組成物は、適当な添加物を添加することによって意図する

30

用途に応じた改良がなされ、最適化される。このような添加物は当業者によく知られており、文献等に詳細に記載されている。

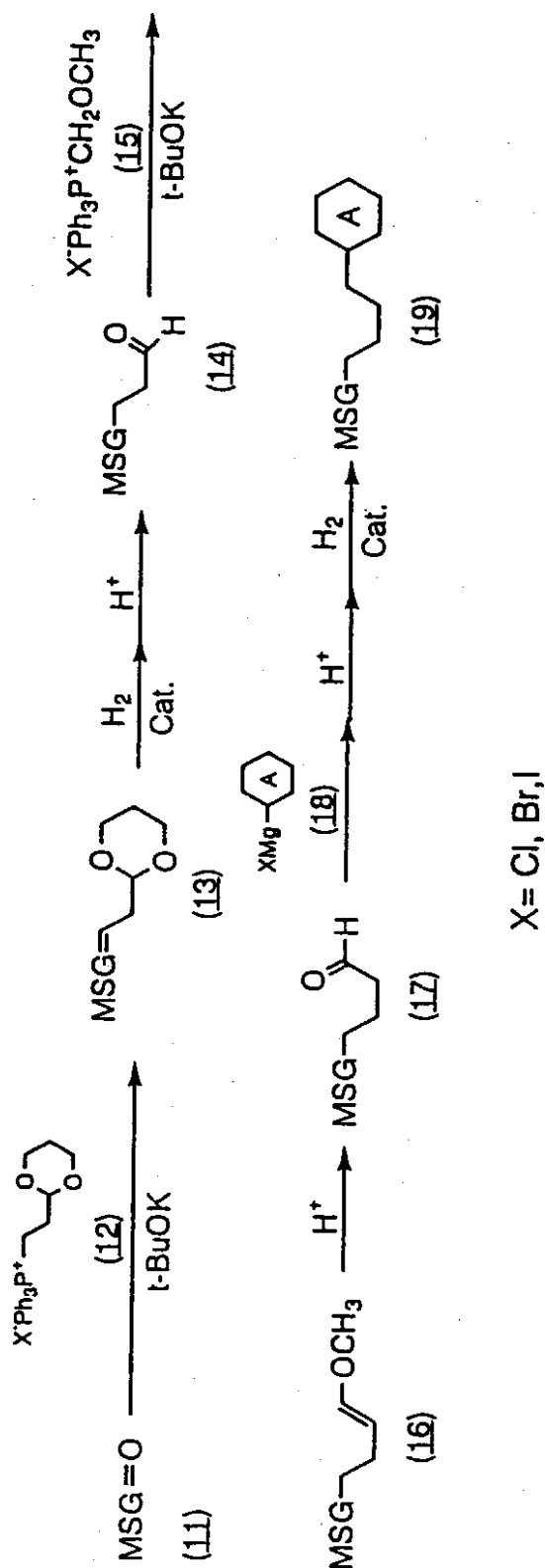
通常、液晶のらせん構造を誘起して、必要なねじれ角を調整するためにカイラル化合物を添加する。

また、本発明の液晶組成物は、メロシアニン系、スチリル系、アゾ系、アゾメチン系、アゾキシ系、キノフタロン系、アントラキノ系、及びテトラジン系等の二色性色素を添加することにより、ゲストホスト (GH) モード用の液晶組成物として使用できる。あるいは、ネマチック液晶を包含したマイクロカプセルを用いた NCA P や、液晶中に三次元網目状高分子を形成したポリマーネットワーク液晶表示素子 (PNLCD) に代表されるポリマー分散型液晶表示素子 (PDLCD) 用の液晶組成物としても使用できる。その他、

40

本発明の一般式 (1) で表される化合物は、通常の有機合成化学的手法を駆使することで容易に製造できる。例えばオーガニック・シンセシス、オーガニック・リアクションズ、新実験化学講座等の成書、雑誌に記載の既知の反応を適当に選択、組み合わせることで容易に一般式 (1) で表される化合物を合成できる。

結合基 Z_1 、 Z_2 がブチレン基である場合は、例えば下記の反応経路で製造できる。



ただし、上記反応経路を示す式(11)～(19)の化合物において、MSGはメソゲン(有機化合物残基)、環Aはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は六員環上の1個以上の水素原子がハロゲン原子に置換されていてもよい1,4-フェニレン基、ピリジン-2,5-ジイル基、ピリジン-2,5-ジイル基、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル基、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル基、1,3-ジチアン-2,5-ジイル基、及びテトラヒドロチオピラン-2,5-ジイル基からなる群から選ばれる1の基を示す。

すなわち、テトラヒドロフラン(以下THFと略す)、ジエチルエーテル等のエーテル系溶媒中で、ナトリウムメチラート、カリウム-t-ブトキシド(t-BuOK)、ブチル

10

20

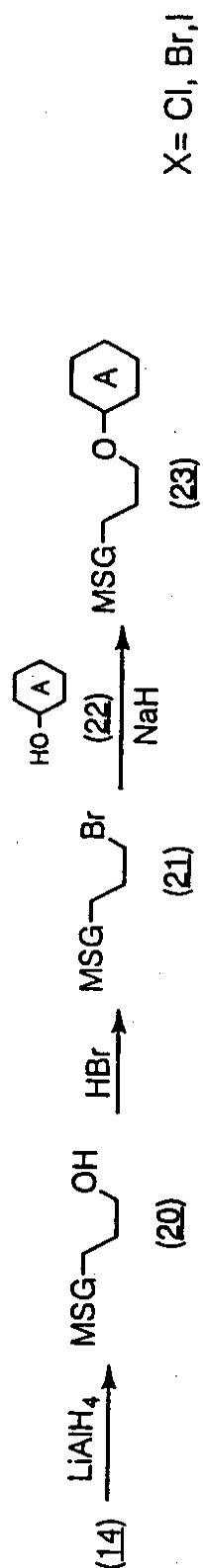
30

40

50

リチウム等の塩基の存在下、2 - (1 , 3 - ジオキサン - 2 - イル) エチルトリフェニルホスホニウムハライド (1 2) とアルデヒド誘導体 (1 1) とをウィッテッヒ反応させ、化合物 (1 3) を得る。次いでトルエン / エタノールの混合溶媒中、パラジウム / 炭素、ラネーニッケル等の金属触媒存在下で化合物 (1 3) の水素還元を行った後、塩酸、硫酸等の鉱酸、蟻酸、p - トルエンスルホン酸等の有機酸を作用させることにより、アルデヒド誘導体 (1 4) を得ることができる。さらに (1 1) から (1 3) を得た方法と同様にして (1 4) と (1 5) とをウィティヒ反応させることにより化合物 (1 6) を得ることができ、先と同様の酸を作用させることによりアルデヒド誘導体 (1 7) を製造できる。次いで、グリニャール試薬 (1 8) を (1 7) に作用させ、グリニャール反応を行った後、先と同様の酸を作用させ脱水する。さらに、先と同様の金属触媒を用い水素還元することにより、プチレン基を有する誘導体 (1 9) を製造することができる。

結合基 Z_1 、 Z_2 がエーテル結合を有するプロピレンオキシ基である場合は例えば下記の反応経路で製造できる。



10

20

30

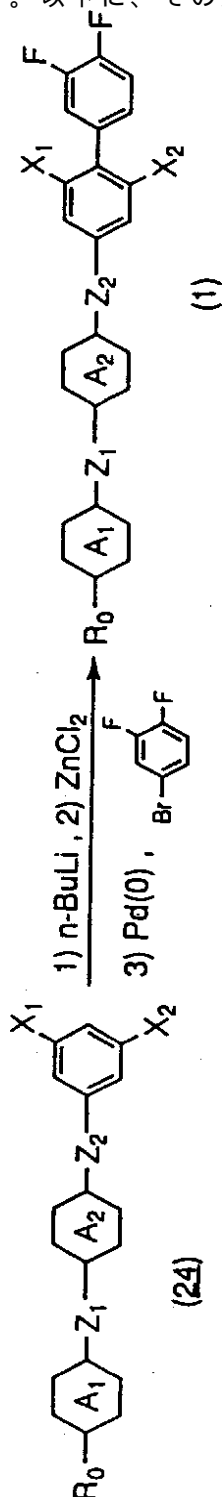
40

ただし、上記反応を示す式 (20) ~ (23) の化合物においてMSGはメソゲン (有機化合物残基)、環Aはトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基、又は六員環上の1個以上の水素原子がハロゲン原子に置換されていてもよい1, 4 - フェニレン基、ピリミジン - 2, 5 - ジイル基、ピリジン - 2, 5 - ジイル基、1, 3 - ジオキサン - 2, 5 - ジイル基、テトラヒドロピラン - 2, 5 - ジイル基、1, 3 - ジチアン - 2, 5 - ジイル基、及びテトラヒドロチオピラン - 2, 5 - ジイル基からなる群から選ばれる1の基を示す。すなわち、トルエン、THF、ジエチルエーテルなどの溶媒中、アルデヒド誘導体 (14) に水素化リチウムアルミニウムを作用させて還元し、アルコール誘導体 (20) を得ることができる。このアルコール誘導体 (20) に臭化水素酸を作用させ (21) を製造す

50

る。次いで、(22)を水素化ナトリウムの存在下(21)と反応させることによりエーテル結合を有する(23)を製造することができる。

上記の反応を適切に選択し、反応を行うことにより下記反応式中の化合物(24)を得ることができる。この(24)にn-ブチルリチウム、塩化亜鉛を順次作用し、パラジウム(0)の金属触媒存在下3,4-ジフルオロ-1-ブロモベンゼンを作用させカップリング反応を行うことにより本発明の一般式(1)で表される化合物を製造することができる。以下に、その反応経路を示した。



ただし、上記反応経路を示す式中において、 A_1 、 A_2 は、それぞれ独立して、トランス-1,4-シクロヘキシレン基、又は六員環上の1以上の水素原子がハロゲン原子に置換されていてもよい1,4-フェニレン基、ピリジン-2,5-ジイル基、ピリジン-2,5-ジイル基、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル基、テトラヒドロピラン-2,5-

ジイル基、1,3-ジチアン-2,5-ジイル基、及びテトラヒドロチオピラン-2,5-ジイル基からなる群から選ばれる1の基を示す。 Z_1 、 Z_2 は、それぞれ独立して $-(CH_2)_4-$ 、 $-(CH_2)_3O-$ 、 $-O(CH_2)_3-$ 又は単結合を示す。 X_1 及び X_2 は、それぞれ独立して、H、F、Cl又はBrを示す。

本発明の化合物のうち該化合物を構成する1以上の元素が同位体で置換された化合物も良好な特性を示す。

実施例

以下、実施例により本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によりなんら制限されるものではない。なお、各実施例中において、Cは結晶相を、Nはネマチック相を、Isoは等方性液体相を示した。相転移温度の単位は全て℃である。結晶相が2相存在する場合は C_1 、 C_2 と表記した。また、化合物の構造は核磁気共鳴スペクトル(以下、 1H -NMRと略す。)、質量スペクトル(以下、MSと略す。)等で確認した。各実施例中、d、t、m、JはそれぞれNMRで測定した二重線、三重線、多重線、カップリング定数を表し、 M^+ はMSで測定した分子イオンピークを表す。

実施例 1

1,2-ジフルオロ-4-(2,6-ジフルオロ-4-(トランス-4-(4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)ブチル)シクロヘキシル)フェニル)ベンゼン(一般式(1)において、 R_0 がペンチル基、環 A_1 、 A_2 がトランス-1,4-シクロヘキシレン基、 Z_1 がブチレン基、 Z_2 が単結合、 X_1 、 X_2 がFである化合物(化合物番号8)の製造

次の3段の操作により該化合物を製造した。

第1段

窒素気流下、THF 50ミリリットル中にマグネシウム3.13グラム(129ミリモル)を加え、反応温度を約50℃に保ちながら3,5-ジフルオロ-1-プロモベンゼン22.7グラム(118ミリモル)のTHF 300ミリリットル溶液を滴下した。室温で1時間攪拌後4-(4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)ブチル)シクロヘキサノン30.0グラム(97.9ミリモル)のTHF 300ミリリットル溶液を滴下した。50~60℃で2時間攪拌後、飽和塩化アンモニウム水溶液200ミリリットルを加えることにより反応を終了した。反応混合物をセライト濾過し、減圧下で溶媒を留去後トルエン500ミリリットルで抽出した。有機層を水200ミリリットルで3回洗浄後、有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥した。乾燥後、p-トルエンスルホン酸一水和物1.50グラムを加え、4時間加熱還流した。有機層を水200ミリリットルで3回洗浄し、次いで無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:ヘプタン)で精製し、粗製の1,3-ジフルオロ-5-(4-(4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)ブチル)シクロヘキセン-1-イル)ベンゼン26.4グラムを得た。

第2段

第1段の操作で得た粗製の1,3-ジフルオロ-5-(4-(4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)ブチル)シクロヘキセン-1-イル)ベンゼン26.4グラム(65.6ミリモル)をトルエン/エタノール=1/1(v/v)の混合溶媒300ミリリットルに溶解し、5wt%-パラジウム/炭素触媒1.32グラムを加え水素圧1~2kg/cm²条件下、室温で6時間攪拌した。触媒を濾別後、減圧下で溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:ヘプタン)に付し、ヘプタンから再結晶することにより、1,3-ジフルオロ-5-(トランス-4-(4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)ブチル)シクロヘキシル)ベンゼン11.3グラムを得た。

第3段

窒素気流下、第2段の操作で得た1,3-ジフルオロ-5-(トランス-4-(4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)ブチル)シクロヘキシル)ベンゼン6.00グラム(14.9ミリモル)をTHF 100ミリリットルに溶解し、冷媒で-30℃まで冷却した。n-ブチルリチウム(1.6M, n-ヘキサン溶液)11.1ミリリットルを滴下

し、同温度で20分攪拌し、さらに-50℃まで冷却し1時間攪拌した。塩化亜鉛(0.5 M、THF溶液)35.7ミリリットルを滴下し同温度で1時間攪拌後、室温で1時間攪拌した。テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)0.06グラムを加え、3,4-ジフルオロプロモベンゼン3.43グラム(17.8ミリモル)のTHF20ミリリットル溶液を滴下し、3時間加熱還流した。水50ミリリットルに反応混合物を加え、トルエン300ミリリットルで抽出し、得られた有機層を水100ミリリットルで3回洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:トルエン)で精製し、粗製の1,2-ジフルオロ-4-(2,6-ジフルオロ-4-(トランス-4-(4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)ブチル)シクロヘキシル)フェニル)ベンゼンを得た。この粗精製物をヘプタンから1回、ヘプタン:酢酸エチル=9:1(v/v)の混合溶媒から2回再結晶し、求める化合物4.03グラムを得た。

10

この化合物のNMR、MSによる測定結果は次のようであった。

^1H -NMRによる測定結果: δ (ppm)=0.50~2.80(m, 39H), 6.80(d, 2H, $J_{\text{H-F}}=9.2\text{ Hz}$), 7.10~7.50(m, 3H) MSによる測定結果: $m/e=516$ (M_+), 265, 252, 239, 97, 55

上記の測定データはよく目的とする化合物の構造を支持している。

また、この化合物の相転移温度は C_1 76.7 C_2 92.9 N 154.1 Isoであり、この化合物はネマチック相を有した。

この化合物を用いた表示素子の電圧保持率を測定したところ100%で97.8%であった。一方、特開平2-233626号記載の式(a)で表される3,4,5-トリフルオロフェニル基を有する化合物の100%での電圧保持率は94.2~96.0%であり、本発明の化合物を用いることにより電圧保持率が向上することがわかった。

20

実施例2

1,2-ジフルオロ-4-(2,6-ジフルオロ-4-(4-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)ブチル)フェニル)ベンゼン((1)式において、 R_0 がプロピル基、環 A_1 、 A_2 がトランス-1,4-シクロヘキシレン基、 Z_1 が単結合、 Z_2 がブチレン基、 X_1 、 X_2 がFである化合物(化合物番号43)の製造下記8段の操作により該化合物を製造した。

第1段

30

2-(1,3-ジオキサン-2-イル)エチルトリフェニルホスホニウムブロミド531グラム(1170ミリモル)とTHF4.0リットルの混合物を窒素気流下冷媒にて-30℃に冷却した。この混合物にt-BuOK121グラム(1080ミリモル)を加え1時間攪拌した。この混合物に4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキサノン200グラム(899ミリモル)のTHF1リットル溶液を-30℃以下を保ちながら滴下した。滴下後、反応温度を徐々に室温まで昇温し、更に5時間攪拌した。反応溶液をセライト濾過し、減圧下で溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:トルエン/酢酸エチル=9/1(v/v)の混合溶媒)で精製し、粗製の2-(2-(4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシリデン)エチル)-1,3-ジオキサン277グラムを得た。

40

第2段

第1段の操作で得た粗精製物277グラム(864ミリモル)をトルエン/エタノール=1/1(v/v)の混合溶媒3.0リットルに溶解し、5wt%-パラジウム/炭素触媒13.9グラムを加え水素圧1~2kg/cm²条件下、室温で6時間攪拌した。触媒を濾別後、減圧下で溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:トルエン)で精製した。ヘプタンから再結晶することにより、2-(2-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)エチル)-1,3-ジオキサン167グラムを得た。

第3段

第2段の反応で得た2-(2-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル

50

ル)シクロヘキシル)エチル)-1,3-ジオキサン100.0グラム(310ミリモル)をトルエン1.0リットルに溶解し、蟻酸286グラム(6210ミリモル)を加え4時間加熱還流した。飽和炭酸水素ナトリウム水溶液200ミリリットルで2回、水600ミリリットルで5回洗浄し、減圧下で溶媒を留去し、粗製の3-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)プロパナール74.0グラムを得た。

第4段

メトキシメチルトリフェニルホスホニウムクロリド57.3グラム(167ミリモル)とTHF500ミリリットルの混合物を窒素気流下冷媒にて-30に冷却した。この混合物にt-BuOK17.3グラム(154ミリモル)を加え1時間攪拌した。この混合物に3-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)プロパナール34.0グラム(129ミリモル)のTHF300ミリリットル溶液を-30以下を保ちながら滴下した。滴下後、反応温度を徐々に室温まで昇温し、更に5時間攪拌した。セライト濾過し、減圧下で溶媒を留去し、残査をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:ヘプタン)で精製し、粗製の1-メトキシ-4-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)-1-ブテン30.3グラムを得た。

10

第5段

第4段の反応で得た粗製の1-メトキシ-4-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)-1-ブテン30.3グラム(104ミリモル)をトルエン300ミリリットルに溶解し、蟻酸47.4グラム(1030ミリモル)を加え4時間加熱還流した。飽和炭酸水素ナトリウム水溶液100ミリリットルで2回、水150ミリリットルで5回洗浄し、減圧下で溶媒を留去し、粗製の4-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)ブタナール28.7グラムを得た。

20

第6段

窒素気流下、THF50ミリリットル中にマグネシウム3.32グラム(136ミリモル)を加え、反応温度が約50を保つように3,5-ジフルオロプロモベンゼン23.9グラム(124ミリモル)のTHF300ミリリットル溶液を滴下した。室温で1時間攪拌後、第5段の反応で得た4-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)ブタナール28.7グラム(103ミリモル)の300ミリリットル溶液を滴下した。50~60で2時間攪拌後、飽和塩化アンモニウム水溶液200ミリリットルを加えることにより反応を終了した。反応混合物をセライト濾過し、溶媒を留去後トルエン500ミリリットルで抽出した。有機層を水200ミリリットルで3回洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。乾燥後、p-トルエンスルホン酸一水和物1.50グラムを加え、4時間加熱還流した。有機層を水200ミリリットルで3回洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、残査をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:ヘプタン)で精製し、粗製の1,3-ジフルオロ-5-(4-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)ブテニル)ベンゼン18.7グラムを得た。

30

40

第7段

第6段の反応で得た粗精製物18.7グラム(46.4ミリモル)をトルエン/エタノール=1/1(v/v)の混合溶媒300ミリリットルに溶解し、5wt%-パラジウム/炭素触媒0.94グラムを加え水素圧1~2kg/cm²条件下、室温で6時間攪拌した。触媒を濾別後、減圧下で溶媒を留去し、残査をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:ヘプタン)で精製し、ヘプタンから再結晶することにより、1,3-ジフルオロ-5-(4-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)ブチル)ベンゼン12.5グラムを得た。

第8段

窒素気流下、第7段の反応で得た1,3-ジフルオロ-5-(4-(トランス-4-(ト

50

ランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)ブチル)シクロヘキシル)ベンゼン 6.00 グラム (15.9 ミリモル)を THF 100 ミリリットルに溶解し、冷媒にて -30 まで冷却した。n - ブチルリチウム (1.6 M, n - ヘキサン溶液) 11.9 ミリリットルを滴下し、同温度で 20 分攪拌し、更に -50 まで冷却し 1 時間攪拌した。塩化亜鉛 (0.5 M, THF 溶液) 38.2 ミリリットルを滴下し同温度で 1 時間攪拌後、室温で 1 時間攪拌した。テトラキス (トリフェニルホスフィン) パラジウム (0) 0.65 グラム加え、3, 4 - ジフルオロプロモベンゼン 3.69 グラム (19.1 ミリモル) の THF 20 ミリリットル溶液を滴下し、3 時間加熱還流した。水 50 ミリリットルに反応混合物を加え、トルエン 300 ミリリットルで抽出し、有機層を水 100 ミリリットルで 3 回洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (展開溶媒: トルエン) で精製し、粗製の 1, 2 - ジフルオロ - 4 - (2, 6 - ジフルオロ - 4 - (4 - (トランス - 4 - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)ブチル)フェニル)ベンゼンを得た。この粗精製物をヘプタンから 3 回再結晶し、求める化合物 4.03 グラムを得た。

このようにして得られた求める化合物の NMR、MS による測定結果は次のようであった。

^1H - NMR による測定: δ (ppm) = 0.40 ~ 2.05 (m, 33 H), 2.62 (t, 2 H, $J = 7.3 \text{ Hz}$), 6.81 (d, 2 H, $J_{\text{H-F}} = 9.0 \text{ Hz}$), 7.05 ~ 7.52 (m, 3 H)

MS による測定: $m/e = 488 (M^+)$, 252, 239, 83, 69.

上記の測定データはよく目的とする化合物の構造を支持している。

また、この化合物の相転移温度は、C 94.2 N 157.5 Iso であり、この化合物はネマチック相を有した。

実施例 3

3 - (トランス - 4 - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)プロピル 3, 5 - ジフルオロ - 4 - (3, 4 - ジフルオロフェニル)フェニル エーテル ((1) 式において、 R_0 がプロピル基、環 A_1 、 A_2 がトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基、 Z_1 が単結合、 Z_2 がプロピルオキシ基、 X_1 、 X_2 が F である化合物 (化合物番号 115) の製造

下記 4 段の操作により該化合物を製造した。

第 1 段

窒素気流下、氷浴上で THF 200 ミリリットルを 5 以下に冷却し、水素化リチウムアルミニウム 4.31 グラム (113 ミリモル)を加え攪拌した。実施例 2 の第 3 段で得られた粗製の 3 - (トランス - 4 - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)プロパノール 40.0 グラム (151 ミリモル)の THF 200 ミリリットル溶液を同温度を保ちながら滴下し、室温で 6 時間攪拌した。2 N - 水酸化ナトリウム水溶液 50 ミリリットルに反応混合物を徐々に加え、50 で 30 分間攪拌した。セライト濾過し、減圧下で溶媒を留去し、酢酸エチルで抽出し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、粗製の 3 - (トランス - 4 - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)プロパノール 34.0 グラムを得た。

第 2 段

キシレン 50 ミリリットルに上記操作で得た粗製の 3 - (トランス - 4 - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)プロパノール 34.0 グラム (128 ミリモル)と 4.7% 臭化水素酸 87.9 グラム (511 ミリモル)を加え、共沸脱水で水を除去後、約 150 付近で 2 時間攪拌を行った。トルエン 300 ミリリットルを加え、飽和炭酸水素ナトリウム水溶液 200 ミリリットルで 2 回、水 200 ミリリットルで 3 回洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (展開溶媒: ヘプタン) で精製し、粗製の 1 - プロモ - 3 - (トランス - 4 - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)プロパン 16.6 グラムを得た。

第3段

窒素気流下、N, N - ジメチルホルムアミド (DMF) 10ミリリットルに油性の55% - 水素化ナトリウム2.98グラム(68.2ミリモル)を加え水冷した。3, 5 - ジフルオロフェノール7.39グラム(56.8ミリモル)のDMF 50ミリリットル溶液を滴下し、1時間攪拌した。粗製の1 - ブロモ - 3 - (トランス - 4 - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル) - プロパン15.6グラム(47.4ミリモル)をトルエン / DMF = 1 / 3 (v / v) の混合溶媒40ミリリットルに溶解し、その溶液を滴下し、約80℃付近で3時間加熱攪拌した。水50ミリリットルに反応混合物を加え、有機層を分離し、水50ミリリットルで3回洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒: ヘプタン)で精製し、ヘプタンから1回再結晶することにより、3 - (トランス - 4 - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)プロピル 3, 5 - ジフルオロフェニル エーテル8.36グラムを得た。

10

第4段

窒素気流下、この3 - (トランス - 4 - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)プロピル 3, 5 - ジフルオロフェニル エーテル5.00グラム(13.2ミリモル)をTHF 100ミリリットルに溶解し、-30℃まで冷却した。n - ブチリチウム(1.6M, n - ヘキサン溶液)9.9ミリリットルを滴下し、同温度で20分攪拌し、更に-50℃まで冷却し1時間攪拌した。塩化亜鉛(0.5M, THF溶液)31.7ミリリットルを滴下し同温度で1時間攪拌後、室温で1時間攪拌した。テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)0.65グラム加え、3, 4 - ジフルオロプロモベンゼン3.06グラム(15.9ミリモル)のTHF 20ミリリットル溶液を滴下し、3時間加熱還流した。水50ミリリットルに反応混合物を加え、トルエン300ミリリットルで抽出し、有機層を水100ミリリットルで3回洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下で溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒: トルエン)で精製し、粗製の3 - (トランス - 4 - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)プロピル 3, 5 - ジフルオロ - 4 - (3, 4 - ジフルオロフェニル)フェニル エーテルを得た。この粗精製物をヘプタンから3回再結晶し、求める化合物1.76グラムを得た。

20

このようにして得られた求める化合物のNMR、MSによる測定結果は次のようであった

30

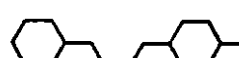
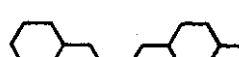
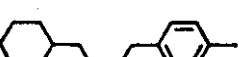
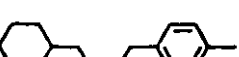
^1H - NMRによる測定: δ (ppm) = 0.52 ~ 2.10 (m, 31H), 3.93 (t, 2H, $J = 6.5 \text{ Hz}$), 6.52 (d, 2H, $J_{\text{H-F}} = 9.9 \text{ Hz}$), 7.10 ~ 7.50 (m, 3H)

MSによる測定: $m/e = 490$ (M^+), 242, 123, 83, 69.

上記の測定データはよく目的とする化合物の構造を支持している。

また、この相転移温度は、C 94.2 N 157.5 Isoであり、この化合物はネマチック相を有した。

実施例1~3の方法に準じ次の化合物が製造できる。

化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
1	C ₃ H ₇		H	H
2	C ₅ H ₁₁		H	H
3	C ₇ H ₁₅		H	H
4	C ₃ H ₇		F	H
5	C ₅ H ₁₁ O		F	H
6	C ₇ H ₁₅		F	H
7	C ₃ H ₇		F	F
8	C ₅ H ₁₁		F	F
9	C ₇ H ₁₅		F	F
10	C ₃ H ₇		H	H
11	C ₅ H ₁₁		H	H
12	C ₇ H ₁₅		H	H
13	C ₃ H ₇		F	H
14	C ₅ H ₁₁		F	H
15			F	H
16	C ₃ H ₇		F	F
17	C ₅ H ₁₁		F	F
18	C ₃ H ₇ O		F	F

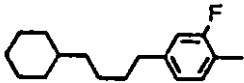
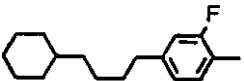
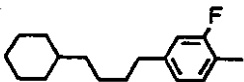
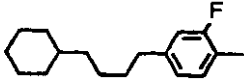
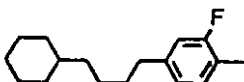
C1 76.7 C2 92.9
N 154.1 Iso

10

20

30

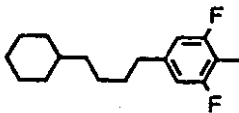
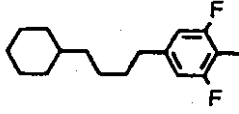
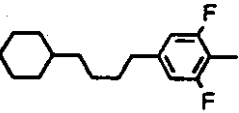
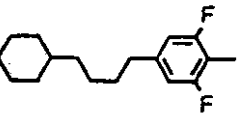
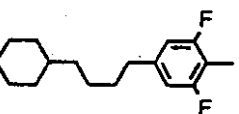
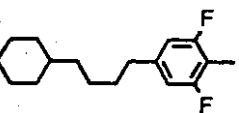
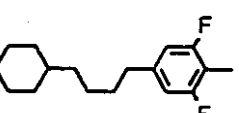
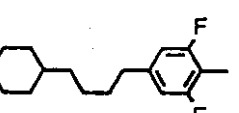
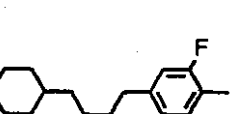
40

化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
19	C ₃ H ₇		H	H
20	C ₅ H ₁₁		H	H
21	C ₇ H ₁₅		H	H
22	C ₃ H ₇		F	H
23			F	H
24	C ₇ H ₁₅		F	H
25	C ₃ H ₇		F	F
26	C ₅ H ₁₁		F	F
27	C ₇ H ₁₅ O		F	F

10

20

30

化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
28	C ₃ H ₇		H	H
29	C ₅ H ₁₁		H	H
30			H	H
31	C ₃ H ₇		F	H
32	C ₅ H ₁₁ O		F	H
33	C ₇ H ₁₅		F	H
34	C ₃ H ₇		F	F
35			F	F
36	C ₇ H ₁₅		F	F

10

20

30

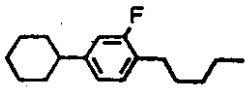
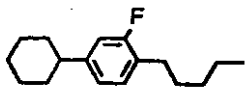
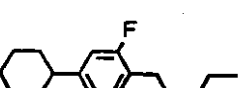
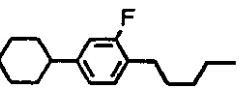
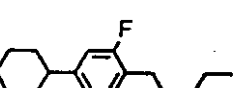
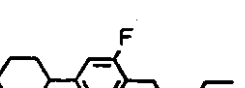
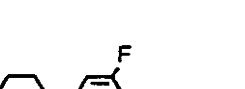
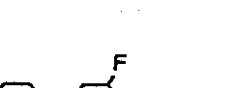
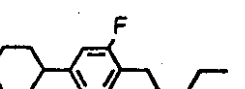
化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
37	C ₃ H ₇		H	H
38	C ₅ H ₁₁ O		H	H
39	C ₇ H ₁₅		H	H
40	C ₃ H ₇		F	H
41	C ₅ H ₁₁		F	H
42	C ₇ H ₁₅		F	H
43	C ₃ H ₇		F	F C 94.2 N 157.5 Iso
44	C ₅ H ₁₁		F	F
45	C ₇ H ₁₅		F	F
46	C ₃ H ₇		H	H
47	C ₅ H ₁₁		H	H
48			H	H
49	C ₃ H ₇		F	H
50	C ₅ H ₁₁		F	H
51	C ₇ H ₁₅ O		F	H
52	C ₃ H ₇		F	F
53	C ₅ H ₁₁		F	F
54	C ₇ H ₁₅		F	F

10

20

30

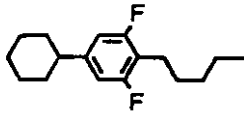
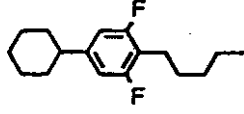
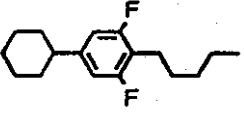
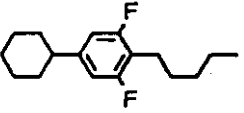
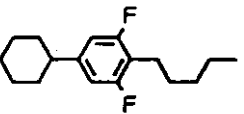
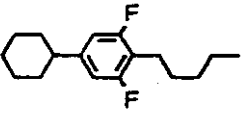
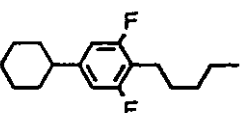
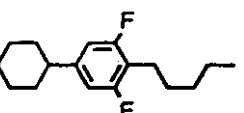
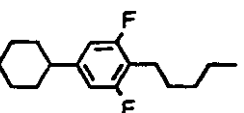
40

化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
55	C ₃ H ₇		H	H
56	C ₅ H ₁₁		H	H
57	C ₇ H ₁₅		H	H
58			F	H
59	C ₅ H ₁₁		F	H
60	C ₇ H ₁₅		F	H
61	C ₃ H ₇ O		F	F
62	C ₅ H ₁₁		F	F
63			F	F

10

20

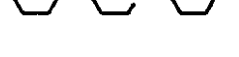
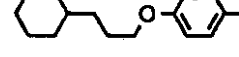
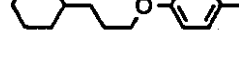
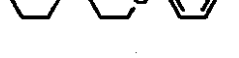
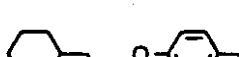
30

化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
64	C ₃ H ₇		H	H
65	C ₅ H ₁₁ O		H	H
66	C ₇ H ₁₅		H	H
67	C ₃ H ₇		F	H
68	C ₅ H ₁₁		F	H
69	C ₇ H ₁₅		F	H
70	C ₃ H ₇		F	F
71			F	F
72	C ₇ H ₁₅		F	F

10

20

30

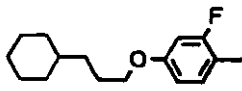
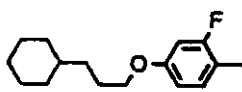
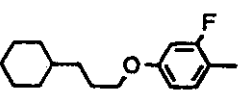
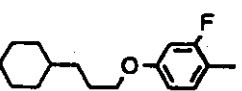
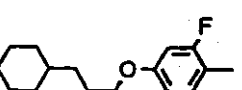
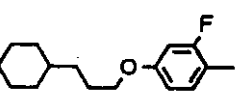
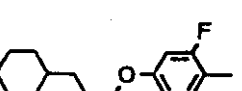
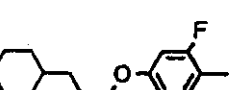
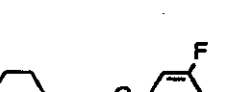
化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
73	C ₃ H ₇		H	H
74	C ₅ H ₁₁		H	H
75	C ₇ H ₁₅		H	H
76	C ₃ H ₇ O		F	H
77	C ₅ H ₁₁		F	H
78	C ₇ H ₁₅		F	H
79	C ₃ H ₇		F	F
80	C ₅ H ₁₁		F	F
81			F	F
82	C ₃ H ₇		H	H
83	C ₅ H ₁₁		H	H
84	C ₇ H ₁₅		H	H
85	C ₃ H ₇		F	H
86	C ₅ H ₁₁		F	H
87	C ₇ H ₁₅		F	H
88	C ₃ H ₇		F	F
89	C ₅ H ₁₁ O		F	F
90	C ₇ H ₁₅		F	F

10

20

30

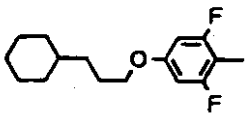
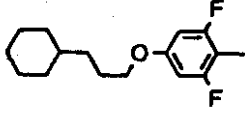
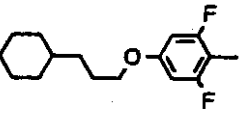
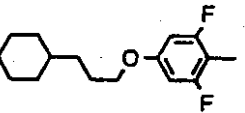
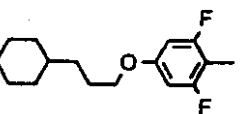
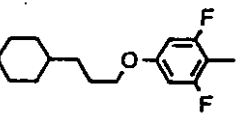
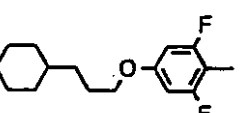
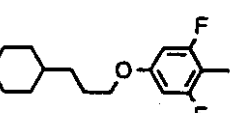
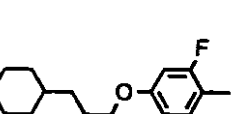
40

化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
91	C ₃ H ₇		H	H
92	C ₅ H ₁₁		H	H
93	C ₇ H ₁₅ O		H	H
94			F	H
95	C ₅ H ₁₁		F	H
96	C ₇ H ₁₅		F	H
97	C ₃ H ₇		F	F
98	C ₅ H ₁₁		F	F
99	C ₇ H ₁₅		F	F

10

20

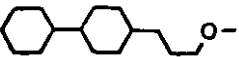
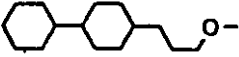
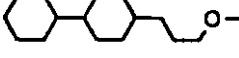
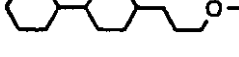
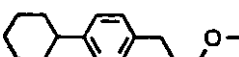
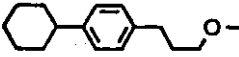
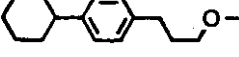
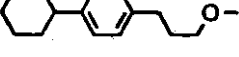
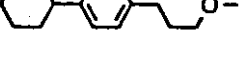
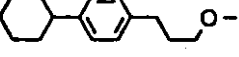
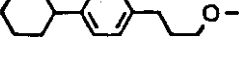
30

化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
100	C ₃ H ₇		H	H
101			H	H
102	C ₇ H ₁₅		H	H
103	C ₃ H ₇		F	H
104	C ₅ H ₁₁		F	H
105	C ₇ H ₁₅		F	H
106	C ₃ H ₇ O		F	F
107	C ₅ H ₁₁		F	F
108	C ₇ H ₁₅		F	F

10

20

30

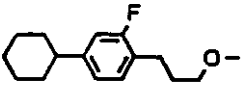
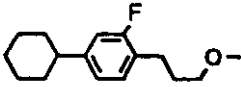
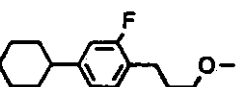
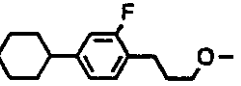
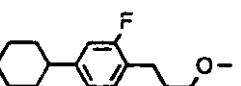
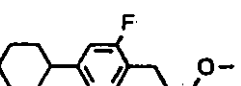
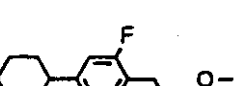
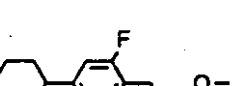
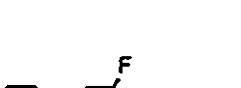
化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
109	C ₃ H ₇		H	H
110	C ₅ H ₁₁		H	H
111	C ₇ H ₁₅ O		H	H
112	C ₃ H ₇		F	H
113	C ₅ H ₁₁		F	H
114	C ₇ H ₁₅		F	H
115	C ₃ H ₇		F	F C 70.0 N 165.0 Iso
116	C ₅ H ₁₁		F	F
117	C ₇ H ₁₅		F	F
118	C ₃ H ₇		H	H
119	C ₅ H ₁₁ O		H	H
120	C ₇ H ₁₅		H	H
121	C ₃ H ₇		F	H
122	C ₅ H ₁₁		F	H
123	C ₇ H ₁₅		F	H
124	C ₃ H ₇		F	F
125			F	F
126	C ₇ H ₁₅		F	F

10

20

30

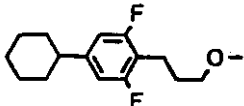
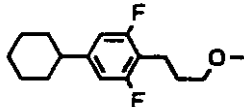
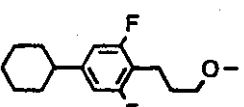
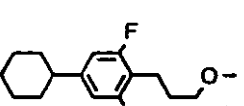
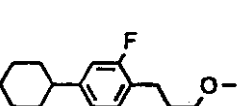
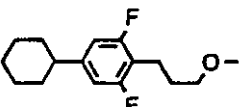
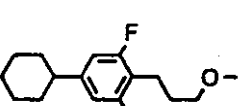
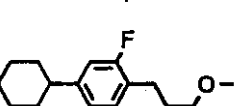
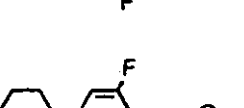
40

化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
127	C ₃ H ₇		H	H
128	C ₅ H ₁₁		H	H
129	C ₇ H ₁₅		H	H
130			F	H
131	C ₅ H ₁₁		F	H
132	C ₇ H ₁₅		F	H
133	C ₃ H ₇ O		F	F
134	C ₅ H ₁₁		F	F
135	C ₇ H ₁₅		F	F

10

20

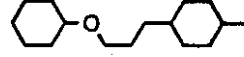
30

化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
136	C ₃ H ₇		H	H
137	C ₅ H ₁₁ O		H	H
138	C ₇ H ₁₅		H	H
139	C ₃ H ₇		F	H
140	C ₅ H ₁₁		F	H
141			F	H
142	C ₃ H ₇		F	F
143	C ₅ H ₁₁		F	F
144	C ₇ H ₁₅		F	F

10

20

30

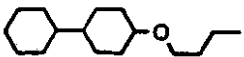
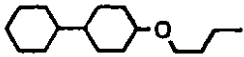
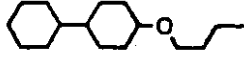
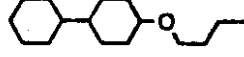
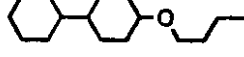
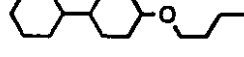
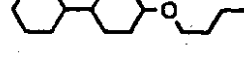
化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
145	C ₃ H ₇		H	H
146	C ₅ H ₁₁		H	H
147	C ₇ H ₁₅		H	H
148	C ₃ H ₇		F	H
149	C ₅ H ₁₁		F	H
150	C ₃ H ₇ O		F	H
151	C ₃ H ₇		F	F
152	C ₅ H ₁₁		F	F
153			F	F
154	C ₃ H ₇		H	H
155	C ₅ H ₁₁		H	H
156	C ₇ H ₁₅		H	H
157	C ₃ H ₇		F	H
158	C ₅ H ₁₁		F	H
159	C ₅ H ₁₁ O		F	H
160	C ₃ H ₇		F	F
161	C ₅ H ₁₁		F	F
162	C ₇ H ₁₅		F	F

10

20

30

40

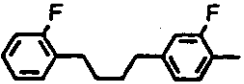
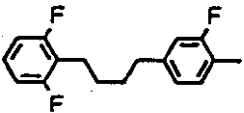
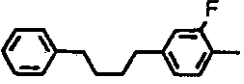
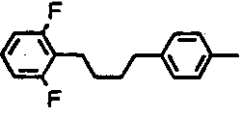
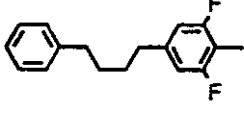
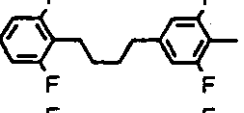
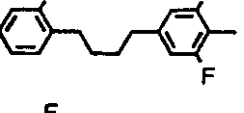
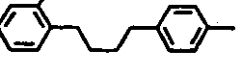
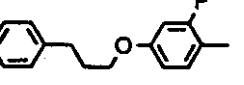
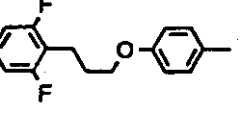
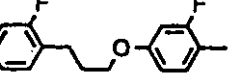
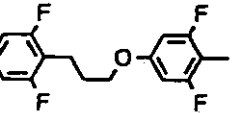
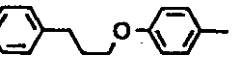
化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
163	C ₃ H ₇		H	H
164	C ₅ H ₁₁		H	H
165	C ₇ H ₁₅		H	H
166	C ₃ H ₇		F	H
167	C ₅ H ₁₁		F	H
168	C ₇ H ₁₅ O		F	H
169	C ₃ H ₇		F	F
170	C ₅ H ₁₁		F	F
171	C ₇ H ₁₅		F	F
172	C ₃ H ₇		H	H
173	C ₅ H ₁₁		H	H
174	C ₅ H ₁₁ O		H	H
175	C ₃ H ₇		F	H
176	C ₅ H ₁₁		F	H
177	C ₇ H ₁₅		F	H
178	C ₃ H ₇		F	F
179	C ₅ H ₁₁		F	F
180			F	F

10

20

30

40

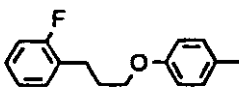
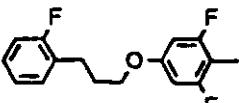
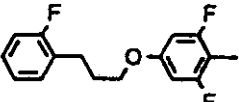
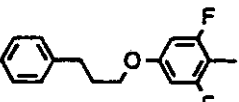
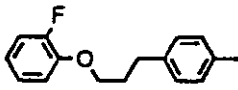
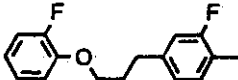
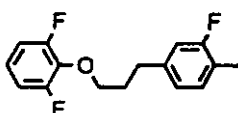
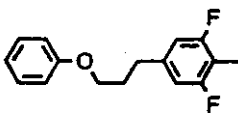
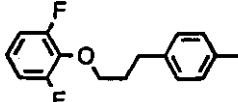
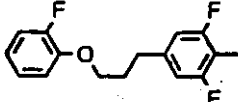
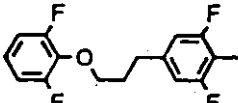
化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
181	C ₃ H ₇		H	H
182	C ₅ H ₁₁		H	F
183	C ₃ H ₇		F	F
184	C ₅ H ₁₁		H	H
185	C ₃ H ₇		H	F
186	C ₅ H ₁₁		F	F
187	C ₃ H ₇		H	H
188	C ₅ H ₁₁ O		H	F
189	C ₃ H ₇		F	F
190	C ₅ H ₁₁		H	H
191	C ₃ H ₇		H	F
192	C ₅ H ₁₁		F	F
193	C ₃ H ₇ O		H	H
194	C ₅ H ₁₁		H	F

10

20

30

40

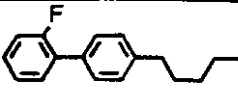
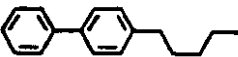
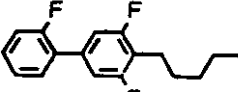
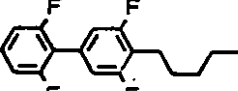
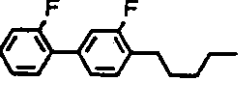
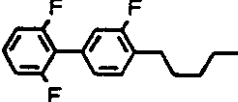
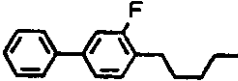
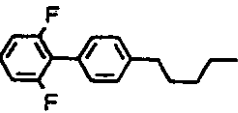
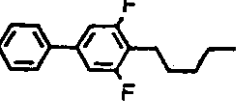
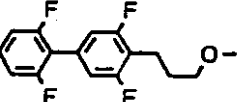
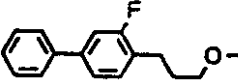
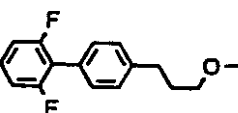
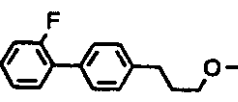
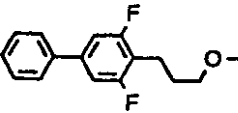
化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
195	C ₃ H ₇		F	F
196	C ₅ H ₁₁		H	H
197	C ₃ H ₇		H	F
198	C ₅ H ₁₁		F	F
199	C ₃ H ₇		H	H
200	C ₅ H ₁₁		H	F
201	C ₃ H ₇		F	F
202	C ₅ H ₁₁		H	H
203			H	F
204	C ₅ H ₁₁		F	F
205	C ₃ H ₇		H	H
206	C ₅ H ₁₁ O		H	F
207	C ₃ H ₇		F	F

10

20

30

40

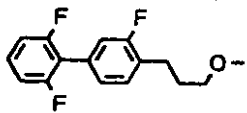
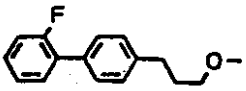
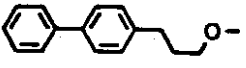
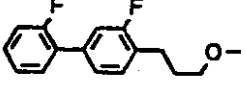
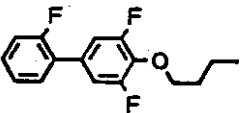
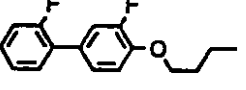
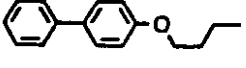
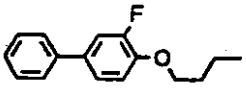
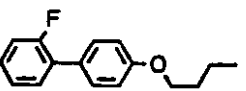
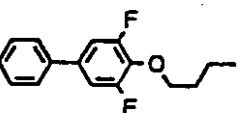
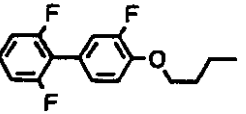
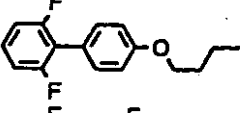
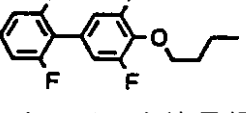
化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
208	C ₃ H ₇		H	H
209	C ₅ H ₁₁		H	F
210	C ₃ H ₇		F	F
211	C ₅ H ₁₁		H	H
212	C ₃ H ₇		H	F
213			F	F
214	C ₃ H ₇		H	H
215	C ₅ H ₁₁		H	F
216	C ₃ H ₇		F	F
217	C ₅ H ₁₁		H	H
218	C ₃ H ₇ O		H	F
219	C ₅ H ₁₁		F	F
220	C ₃ H ₇		H	H
221	C ₅ H ₁₁		H	F

10

20

30

40

化合物番号	R ₀	A ₁ -Z ₁ -A ₂ -Z ₂	X ₁	X ₂
222	C ₃ H ₇		F	F
223	C ₃ H ₇		H	H
224	C ₅ H ₁₁		H	F
225	C ₃ H ₇		F	F
226	C ₅ H ₁₁		H	H
227	C ₃ H ₇		H	F
228	C ₅ H ₁₁		F	F
229	C ₃ H ₇		H	H
230	C ₅ H ₁₁		H	F
231	C ₃ H ₇		F	F
232	C ₅ H ₁₁		H	H
233	C ₃ H ₇		H	F
234	C ₅ H ₁₁ O		F	F

さらに本発明化合物を含有するネマチック液晶組成物として以下に示すような組成例（使用例 1 ~ 26）を示すことができる。ただし組成例中の化合物は次表に示す取決めに従い略号で示した。すなわち、左末端基は n、nO、nOm、V、Vn、nVm、nVmVk で、結合基は 2、4、E、T、V、CF₂O、OCF₂、3O で、環構造は B、B(F)、B(F, F)、H、Py、D、Ch で、右末端基は F、CL、C、CF₃、OCF₃、OCF₂H、n、On、EMe、nV、mVn、mVnF、VFF で示した。

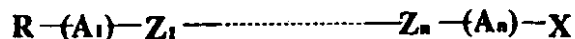
10

20

30

40

表1 記号を用いた化合物の表記方法



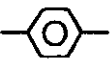
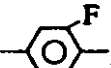
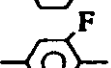
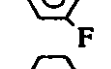
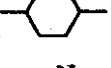
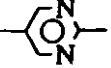
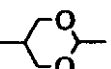
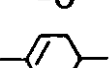
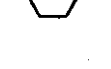
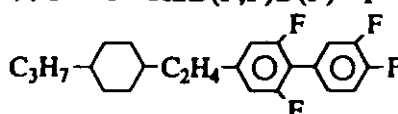
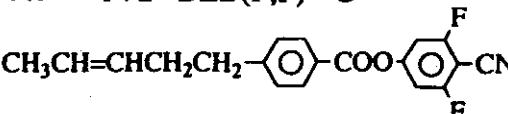
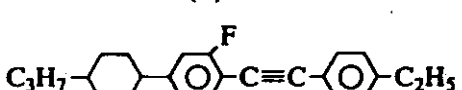
1) 左末端基 R-	記号	3) 結合基 -Z ₁ -, -Z _n -	記号
C _n H _{2n+1} -	n-	-C ₂ H ₄ -	2
C _n H _{2n+1} O-	nO-	-C ₄ H ₈ -	4
C _n H _{2n+1} OC _m H _{2m} -	nOm-	-COO-	E
CH ₂ =CH-	V-	-C≡C-	T
CH ₂ =CHC _n H _{2n} -	Vn-	-CH=CH-	V
C _n H _{2n+1} CH=CHC _m H _{2m} -	nVm-	-CF ₂ O-	CF2O
C _n H _{2n+1} CH=CHC _m H _{2m} CH=CHC _k H _{2k} -	nVmVk-	-OCF ₂ -	OCF2
		-C ₃ H ₆ O-	3O
2) 環構造 -(A ₁)-, -(A _n)-	記号	4) 右末端基 -X	記号
	B	-F	-F
	B(F)	-Cl	-Cl
	B(F,F)	-CN	-C
		-CF ₃	-CF3
		-OCF ₃	-OCF3
	H	-OCF ₂ H	-OCF2H
	Py	-C _n H _{2n+1}	-n
	D	-OC _n H _{2n+1}	-On
	Ch	-COOCH ₃	-EMe
		-C _n H _{2n} CH=CH ₂	-nV
		-C _m H _{2m} CH=CHC _n H _{2n+1}	-mVn
		-C _m H _{2m} CH=CHC _n H _{2n} F	-mVnF
		-CH=CF ₂	-VFF

表1 (続き)

5) 表記例	
例1 3-H2B(F,F)B(F)-F 	例3 1V2-BEB(F,F)-C 
例2 3-HB(F)TB-2 	

(上記の表において n、m、k は、それぞれ整数を表す。)

粘度 (η) の測定温度は 20 . 0 で行い、屈折率異方性 (Δn)、誘電率異方性 ($\Delta \epsilon$) 及びしきい値電圧 (V_{th}) の測定温度は、各 25 . 0 で行った。また、% は重量基準である。

実施例 4 (使用例 1)

5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	4 . 0 %
3 - H H 4 B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %
1 V 2 - B E B (F , F) - C	5 . 0 %
3 - H B - C	2 6 . 0 %
1 - B T B - 3	5 . 0 %
2 - B T B - 1	1 0 . 0 %
3 - H H - 4	1 1 . 0 %
3 - H H B - 1	1 1 . 0 %
3 - H H B - 3	9 . 0 %
3 - H 2 B T B - 2	4 . 0 %
3 - H 2 B T B - 3	4 . 0 %
3 - H B (F) T B - 3	6 . 0 %

$$T_{NI} = 88 . 7 (\quad)$$

$$\eta = 19 . 0 (\text{mPa} \cdot \text{s})$$

$$\Delta n = 0 . 152$$

$$\Delta \epsilon = 7 . 6$$

$$V_{th} = 1 . 90 (\text{V})$$

実施例 5 (使用例 2)

3 - H H 4 B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %
3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %
V 2 - H B - C	1 2 . 0 %
1 V 2 - H B - C	1 2 . 0 %
3 - H B - C	2 4 . 0 %
3 - H B (F) - C	5 . 0 %
2 - B T B - 1	2 . 0 %
3 - H H - 4	8 . 0 %
3 - H H - V F F	6 . 0 %
2 - H H B - C	3 . 0 %
3 - H H B - C	6 . 0 %
3 - H B (F) T B - 2	8 . 0 %
3 - H 2 B T B - 4	4 . 0 %

$$T_{NI} = 90 . 1 (\quad)$$

$$\eta = 23 . 8 (\text{mPa} \cdot \text{s})$$

$$\Delta n = 0 . 144$$

$$\Delta \epsilon = 9 . 4$$

$$V_{th} = 1 . 79 (\text{V})$$

実施例 6 (使用例 3)

5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	4 . 0 %
3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %
2 O 1 - B E B (F) - C	5 . 0 %
3 O 1 - B E B (F) - C	1 5 . 0 %
4 O 1 - B E B (F) - C	1 3 . 0 %
5 O 1 - B E B (F) - C	1 2 . 0 %
2 - H H B (F) - C	1 5 . 0 %
3 - H H B (F) - C	1 5 . 0 %
3 - H B (F) T B - 3	4 . 0 %

3 - H B (F) T B - 4	4 . 0 %	
3 - H H B - 1	4 . 0 %	
3 - H H B - O 1	4 . 0 %	
$T_{NI} = 92 . 9 (\quad)$		
$\eta = 91 . 7 (\text{ m P a } \cdot \text{ s })$		
$\Delta n = 0 . 147$		
$\Delta \varepsilon = 31 . 4$		
$V_{th} = 0 . 85 (\text{ V })$		
実施例 7 (使用例 4)		
5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %	10
3 - H H 4 B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %	
3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %	
5 - P y B - F	4 . 0 %	
3 - P y B (F) - F	4 . 0 %	
2 - B B - C	5 . 0 %	
4 - B B - C	4 . 0 %	
5 - B B - C	5 . 0 %	
2 - P y B - 2	2 . 0 %	
3 - P y B - 2	2 . 0 %	
4 - P y B - 2	2 . 0 %	20
6 - P y B - O 5	3 . 0 %	
6 - P y B - O 6	3 . 0 %	
6 - P y B - O 7	3 . 0 %	
6 - P y B - O 8	3 . 0 %	
3 - P y B B - F	6 . 0 %	
4 - P y B B - F	6 . 0 %	
5 - P y B B - F	2 . 0 %	
3 - H H B - 1	6 . 0 %	
3 - H H B - 3	8 . 0 %	
2 - H 2 B T B - 2	4 . 0 %	30
2 - H 2 B T B - 3	4 . 0 %	
2 - H 2 B T B - 4	5 . 0 %	
3 - H 2 B T B - 2	5 . 0 %	
3 - H 2 B T B - 4	5 . 0 %	
$T_{NI} = 94 . 0 (\quad)$		
$\eta = 39 . 6 (\text{ m P a } \cdot \text{ s })$		
$\Delta n = 0 . 193$		
$\Delta \varepsilon = 6 . 5$		
$V_{th} = 2 . 24 (\text{ V })$		
実施例 8 (使用例 5)		40
5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	4 . 0 %	
3 - D B - C	10 . 0 %	
4 - D B - C	10 . 0 %	
2 - B E B - C	12 . 0 %	
3 - B E B - C	4 . 0 %	
3 - P y B (F) - F	6 . 0 %	
3 - H E B - O 4	8 . 0 %	
4 - H E B - O 2	6 . 0 %	
5 - H E B - O 1	6 . 0 %	
3 - H E B - O 2	5 . 0 %	50

5 - H E B - O 2	4 . 0 %	
5 - H E B - 5	5 . 0 %	
4 - H E B - 5	5 . 0 %	
1 O - B E B - 2	4 . 0 %	
3 - H H B - 1	2 . 0 %	
3 - H H E B B - C	3 . 0 %	
3 - H B E B B - C	3 . 0 %	
5 - H B E B B - C	3 . 0 %	
$T_{N1} = 69 . 0 (\quad)$		
$\eta = 41 . 7 (\text{m P a} \cdot \text{s})$		10
$\Delta n = 0 . 121$		
$\Delta \varepsilon = 11 . 7$		
$V_{th} = 1 . 28 (\text{V})$		
実施例 9 (使用例 6)		
3 - H H 4 B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %	
3 - H B - C	18 . 0 %	
5 - H B - C	3 . 0 %	
1 O 1 - H B - C	10 . 0 %	
3 - H B (F) - C	10 . 0 %	
2 - P y B - 2	2 . 0 %	20
3 - P y B - 2	2 . 0 %	
4 - P y B - 2	2 . 0 %	
1 O 1 - H H - 3	7 . 0 %	
2 - B T B - O 1	7 . 0 %	
3 - H H B - 1	7 . 0 %	
3 - H H B - F	4 . 0 %	
3 - H H B - O 1	4 . 0 %	
3 - H H B - 3	3 . 0 %	
3 - H 2 B T B - 2	3 . 0 %	
3 - H 2 B T B - 3	3 . 0 %	30
2 - P y B H - 3	4 . 0 %	
3 - P y B H - 3	3 . 0 %	
3 - P y B B - 2	3 . 0 %	
$T_{N1} = 80 . 2 (\quad)$		
$\eta = 20 . 5 (\text{m P a} \cdot \text{s})$		
$\Delta n = 0 . 140$		
$\Delta \varepsilon = 8 . 4$		
$V_{th} = 1 . 72 (\text{V})$		
実施例 10 (使用例 7)		
3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %	40
2 O 1 - B E B (F) - C	5 . 0 %	
3 O 1 - B E B (F) - C	11 . 0 %	
5 O 1 - B E B (F) - C	4 . 0 %	
1 V 2 - B E B (F , F) - C	10 . 0 %	
3 - H H - E M e	10 . 0 %	
3 - H B - O 2	18 . 0 %	
3 - H H E B - F	3 . 0 %	
5 - H H E B - F	3 . 0 %	
3 - H B E B - F	4 . 0 %	
2 O 1 - H B E B (F) - C	2 . 0 %	50

3 - H B (F) E B (F) - C	2 . 0 %	
3 - H B E B (F , F) - C	2 . 0 %	
3 - H H B - F	4 . 0 %	
3 - H H B - O 1	4 . 0 %	
3 - H H B - 3	9 . 0 %	
3 - H E B E B - F	2 . 0 %	
3 - H E B E B - 1	2 . 0 %	
$T_{NI} = 77 . 9 (\quad)$		
$\eta = 39 . 3 (\text{m P a} \cdot \text{s})$		
$\Delta n = 0 . 116$		10
$\Delta \varepsilon = 23 . 6$		
$V_{th} = 0 . 99 (\text{V})$		
実施例 1 1 (使用例 8)		
3 - H H 4 B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %	
5 - B E B (F) - C	5 . 0 %	
V - H B - C	11 . 0 %	
5 - P y B - C	6 . 0 %	
4 - B B - 3	11 . 0 %	
3 - H H - 2 V	10 . 0 %	
5 - H H - V	11 . 0 %	20
V - H H B - 1	7 . 0 %	
V 2 - H H B - 1	12 . 0 %	
3 - H H B - 1	9 . 0 %	
1 V 2 - H B B - 2	10 . 0 %	
3 - H H E B H - 3	5 . 0 %	
$T_{NI} = 91 . 4 (\quad)$		
$\eta = 16 . 6 (\text{m P a} \cdot \text{s})$		
$\Delta n = 0 . 117$		
$\Delta \varepsilon = 5 . 0$		
$V_{th} = 2 . 30 (\text{V})$		30
実施例 1 2 (使用例 9)		
5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	4 . 0 %	
3 - H H 4 B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %	
3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	15 . 0 %	
2 O 1 - B E B (F) - C	5 . 0 %	
3 O 1 - B E B (F) - C	12 . 0 %	
5 O 1 - B E B (F) - C	4 . 0 %	
1 V 2 - B E B (F , F) - C	11 . 0 %	
3 - H B - O 2	10 . 0 %	
3 - H H - 4	3 . 0 %	40
3 - H H B - F	3 . 0 %	
3 - H H B - 1	4 . 0 %	
3 - H H B - O 1	4 . 0 %	
3 - H B E B - F	4 . 0 %	
5 - H H E B - F	7 . 0 %	
3 - H 2 B T B - 4	4 . 0 %	
3 - H B (F) T B - 2	5 . 0 %	
$T_{NI} = 95 . 8 (\quad)$		
$\eta = 55 . 0 (\text{m P a} \cdot \text{s})$		
$\Delta n = 0 . 137$		50

$$\Delta \varepsilon = 27.4$$

$$V_{th} = 1.01 \text{ (V)}$$

実施例 13 (使用例 10)

5 - H4HB (F, F) B (F) - F 2.0%

3 - HH3OB (F, F) B (F) - F 2.0%

2 - BEB - C 12.0%

3 - BEB - C 4.0%

4 - BEB - C 6.0%

3 - HB - C 28.0%

3 - HEB - O4 12.0%

4 - HEB - O2 8.0%

5 - HEB - O1 8.0%

3 - HEB - O2 6.0%

5 - HEB - O2 5.0%

3 - HHB - 1 3.0%

3 - HHB - O1 4.0%

$$T_{NI} = 63.0 \text{ ()}$$

$$\eta = 28.5 \text{ (mPa} \cdot \text{s)}$$

$$\Delta n = 0.113$$

$$\Delta \varepsilon = 10.2$$

$$V_{th} = 1.34 \text{ (V)}$$

実施例 14 (使用例 11)

3 - HH4B (F, F) B (F) - F 5.0%

3 - HH3OB (F, F) B (F) - F 10.0%

3 - HB - O2 5.0%

2 - BEB - C 10.0%

5 - BB - C 12.0%

7 - BB - C 7.0%

1 - BTB - 3 7.0%

2 - BTB - 1 10.0%

1O - BEB - 2 3.0%

1O - BEB - 5 12.0%

2 - HHB - 1 4.0%

3 - HHB - F 4.0%

3 - HHB - 1 7.0%

3 - HHB - O1 4.0%

$$T_{NI} = 69.8 \text{ ()}$$

$$\eta = 29.0 \text{ (mPa} \cdot \text{s)}$$

$$\Delta n = 0.159$$

$$\Delta \varepsilon = 7.3$$

$$V_{th} = 1.76 \text{ (V)}$$

実施例 15 (使用例 12)

3 - H4BB (F, F) B (F) - F 3.0%

3 - H3OB (F, F) B (F, F) B (F) - F 3.0%

3 - H4B (F) B (F) B (F) - F 3.0%

1V2 - BEB (F, F) - C 5.0%

3 - HB - C 26.0%

1 - BTB - 3 5.0%

2 - BTB - 1 10.0%

3 - HH - 4 11.0%

10

20

30

40

50

3 - H H B - 1	1 1 . 0 %	
3 - H H B - 3	9 . 0 %	
3 - H 2 B T B - 2	4 . 0 %	
3 - H 2 B T B - 3	4 . 0 %	
3 - H B (F) T B - 2	6 . 0 %	
実施例 1 6 (使用例 1 3)		
5 - H 4 B (F , F) B (F) - F	2 . 0 %	
3 - H 3 O B B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %	
3 - H 4 B (F , F) B (F , F) B (F) - F	2 . 0 %	
3 - H 3 O B (F) B (F) B (F) - F	2 . 0 %	10
V 2 - H B - C	1 2 . 0 %	
1 V 2 - H B - C	1 2 . 0 %	
3 - H B - C	2 4 . 0 %	
3 - H B (F) - C	5 . 0 %	
2 - B T B - 1	2 . 0 %	
3 - H H - 4	8 . 0 %	
3 - H H - V F F	6 . 0 %	
2 - H H B - C	3 . 0 %	
3 - H H B - C	6 . 0 %	
3 - H B (F) T B - 2	8 . 0 %	20
3 - H 2 B T B - 2	5 . 0 %	
実施例 1 7 (使用例 1 4)		
5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %	
3 - H H 4 B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %	
2 - H H B (F) - F	1 7 . 0 %	
3 - H H B (F) - F	5 . 0 %	
5 - H H B (F) - F	1 6 . 0 %	
7 - H B (F) - F	4 . 0 %	
2 - H 2 H B (F) - F	1 0 . 0 %	
3 - H 2 H B (F) - F	5 . 0 %	30
5 - H 2 H B (F) - F	1 0 . 0 %	
2 - H B B (F) - F	6 . 0 %	
3 - H B B (F) - F	6 . 0 %	
5 - H B B (F) - F	1 3 . 0 %	
$T_{N1} = 97.3 (\quad)$		
$\eta = 29.1 (\text{mPa} \cdot \text{s})$		
$\Delta n = 0.096$		
$\Delta \varepsilon = 5.1$		
$V_{th} = 2.20 (\text{V})$		
実施例 1 8 (使用例 1 5)		
3 - H H 4 B (F , F) B (F) - F	4 . 0 %	40
3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	4 . 0 %	
7 - H B (F) - F	7 . 0 %	
5 - H 2 B (F) - F	5 . 0 %	
3 - H B - O 2	1 0 . 0 %	
3 - H H - 4	5 . 0 %	
2 - H H B (F) - F	1 0 . 0 %	
3 - H H B (F) - F	1 0 . 0 %	
3 - H 2 H B (F) - F	5 . 0 %	
2 - H B B (F) - F	3 . 0 %	50

3 - H B B (F) - F	3 . 0 %
5 - H B B (F) - F	6 . 0 %
2 - H 2 B B (F) - F	5 . 0 %
3 - H 2 B B (F) - F	6 . 0 %
3 - H H B - 1	8 . 0 %
3 - H H B - O 1	5 . 0 %
3 - H H B - 3	4 . 0 %

 $T_{NI} = 88.7 ()$
 $\eta = 22.4 (mPa \cdot s)$
 $\Delta n = 0.095$
 $\Delta \varepsilon = 3.7$
 $V_{th} = 2.57 (V)$

実施例 19 (使用例 16)

5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %
3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %
7 - H B (F , F) - F	5 . 0 %
3 - H B - O 2	7 . 0 %
2 - H H B (F) - F	10 . 0 %
5 - H H B (F) - F	10 . 0 %
2 - H B B (F) - F	9 . 0 %
3 - H B B (F) - F	9 . 0 %
5 - H B B (F) - F	16 . 0 %
2 - H B B - F	4 . 0 %
3 - H B B - F	4 . 0 %
5 - H B B - F	3 . 0 %
3 - H B B (F , F) - F	5 . 0 %
5 - H B B (F , F) - F	10 . 0 %

 $T_{NI} = 85.5 ()$
 $\eta = 30.3 (mPa \cdot s)$
 $\Delta n = 0.115$
 $\Delta \varepsilon = 6.0$
 $V_{th} = 1.98 (V)$

実施例 20 (使用例 17)

5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %
3 - H H 4 B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %
3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %
7 - H B (F , F) - F	7 . 0 %
3 - H 2 H B (F , F) - F	12 . 0 %
4 - H 2 H B (F , F) - F	10 . 0 %
5 - H 2 H B (F , F) - F	10 . 0 %
3 - H H B (F , F) - F	10 . 0 %
4 - H H B (F , F) - F	5 . 0 %
3 - H H 2 B (F , F) - F	3 . 0 %
5 - H H 2 B (F , F) - F	10 . 0 %
3 - H B B (F , F) - F	12 . 0 %
5 - H B B (F , F) - F	12 . 0 %

 $T_{NI} = 92.0 ()$
 $\eta = 20.4 (mPa \cdot s)$
 $\Delta n = 0.127$
 $\Delta \varepsilon = 5.1$

10

20

30

40

50

$$V_{th} = 2.28 \text{ (V)}$$

実施例 2 1 (使用例 1 8)

5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %
7 - H B (F , F) - F	7 . 0 %
3 - H 2 H B (F , F) - F	1 2 . 0 %
4 - H 2 H B (F , F) - F	1 0 . 0 %
3 - H H B (F , F) - F	1 0 . 0 %
4 - H H B (F , F) - F	5 . 0 %
3 - H B B (F , F) - F	1 0 . 0 %
3 - H H E B (F , F) - F	5 . 0 %
4 - H H E B (F , F) - F	3 . 0 %
5 - H H E B (F , F) - F	3 . 0 %
2 - H B E B (F , F) - F	3 . 0 %
3 - H B E B (F , F) - F	5 . 0 %
5 - H B E B (F , F) - F	3 . 0 %
3 - H D B (F , F) - F	1 5 . 0 %
3 - H H B B (F , F) - F	6 . 0 %

$$T_{NI} = 74.3 \text{ ()}$$

$$\eta = 34.8 \text{ (m P a } \cdot \text{ s)}$$

$$\Delta n = 0.084$$

$$\Delta \varepsilon = 13.0$$

$$V_{th} = 1.39 \text{ (V)}$$

実施例 2 2 (使用例 1 9)

3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	4 . 0 %
3 - H B - C L	1 0 . 0 %
5 - H B - C L	4 . 0 %
7 - H B - C L	4 . 0 %
3 - H B - O 2	2 . 0 %
1 O 1 - H H - 5	5 . 0 %
2 - H B B (F) - F	8 . 0 %
3 - H B B (F) - F	8 . 0 %
5 - H B B (F) - F	8 . 0 %
4 - H H B - C L	8 . 0 %
5 - H H B - C L	8 . 0 %
3 - H 2 H B (F) - C L	4 . 0 %
3 - H B B (F , F) - F	1 0 . 0 %
5 - H 2 B B (F , F) - F	9 . 0 %
3 - H B (F) V B - 2	4 . 0 %
3 - H B (F) V B - 3	4 . 0 %

$$T_{NI} = 92.0 \text{ ()}$$

$$\eta = 20.4 \text{ (m P a } \cdot \text{ s)}$$

$$\Delta n = 0.127$$

$$\Delta \varepsilon = 5.1$$

$$V_{th} = 2.28 \text{ (V)}$$

実施例 2 3 (使用例 2 0)

3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %
7 - H B (F , F) - F	4 . 0 %
3 - H H B (F , F) - F	9 . 0 %
3 - H 2 H B (F , F) - F	8 . 0 %
4 - H 2 H B (F , F) - F	8 . 0 %

10

20

30

40

50

5 - H 2 H B (F , F) - F	8 . 0 %
3 - H B B (F , F) - F	2 1 . 0 %
5 - H B B (F , F) - F	1 1 . 0 %
3 - H 2 B B (F , F) - F	1 0 . 0 %
5 - H H B B (F , F) - F	3 . 0 %
3 - H H 2 B B (F , F) - F	3 . 0 %
5 - H H E B B - F	2 . 0 %
1 O 1 - H B B H - 4	4 . 0 %
1 O 1 - H B B H - 5	4 . 0 %

$$T_{N1} = 97.6 ()$$

$$\eta = 36.3 (mPa \cdot s)$$

$$\Delta n = 0.113$$

$$\Delta \varepsilon = 8.9$$

$$V_{th} = 1.77 (V)$$

実施例 2 4 (使用例 2 1)

5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	2 . 0 %
3 - H H 4 B (F , F) B (F) - F	2 . 0 %
5 - H B - F	1 2 . 0 %
6 - H B - F	9 . 0 %
7 - H B - F	9 . 0 %
2 - H H B - O C F 3	7 . 0 %
3 - H H B - O C F 3	5 . 0 %
4 - H H B - O C F 3	7 . 0 %
5 - H H B - O C F 3	5 . 0 %
3 - H H 2 B - O C F 3	4 . 0 %
5 - H H 2 B - O C F 3	4 . 0 %
3 - H H B (F , F) - O C F 3	5 . 0 %
3 - H B B (F) - F	1 0 . 0 %
5 - H B B (F) - F	1 0 . 0 %
3 - H H 2 B (F) - F	3 . 0 %
3 - H B (F) B H - 3	3 . 0 %
5 - H B B H - 3	3 . 0 %

$$T_{N1} = 85.5 ()$$

$$\eta = 16.3 (mPa \cdot s)$$

$$\Delta n = 0.092$$

$$\Delta \varepsilon = 4.6$$

$$V_{th} = 2.38 (V)$$

実施例 2 5 (使用例 2 2)

3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %
7 - H B (F) - F	2 . 0 %
5 - H 4 H B (F , F) - F	7 . 0 %
5 - H 4 H B - O C F 3	1 5 . 0 %
3 - H 4 H B (F , F) - C F 3	8 . 0 %
5 - H 4 H B (F , F) - C F 3	5 . 0 %
3 - H B - C L	6 . 0 %
5 - H B - C L	4 . 0 %
2 - H 2 B B (F) - F	5 . 0 %
3 - H 2 B B (F) - F	1 0 . 0 %
5 - H V H B (F , F) - F	5 . 0 %
3 - H H B - O C F 3	5 . 0 %

10

20

30

40

50

3 - H 2 H B - O C F 3	5 . 0 %	
V - H H B (F) - F	5 . 0 %	
3 - H C h B (F) - F	5 . 0 %	
5 - H H E B - O C F 3	2 . 0 %	
3 - H B E B (F , F) - F	5 . 0 %	
5 - H H - V 2 F	3 . 0 %	
$T_{NI} = 71.3$ ()		
$\eta = 24.9$ (m P a · s)		
$\Delta n = 0.088$		
$\Delta \varepsilon = 8.0$		10
$V_{th} = 1.77$ (V)		
実施例 2 6 (使用例 2 3)		
5 - H 4 H B (F , F) B (F) - F	2 . 0 %	
3 - H H 4 B (F , F) B (F , F) - F	3 . 0 %	
3 - H H 3 O B (F , F) B (F) - F	10 . 0 %	
7 - H B (F , F) - F	10 . 0 %	
3 - H B - O 2	5 . 0 %	
2 - H H B (F) - F	2 . 0 %	
3 - H H B (F) - F	2 . 0 %	
5 - H H B (F) - F	2 . 0 %	20
2 - H B B (F) - F	6 . 0 %	
3 - H B B (F) - F	6 . 0 %	
2 - H 2 B B (F) - F	9 . 0 %	
3 - H 2 B B (F) - F	9 . 0 %	
3 - H B B (F , F) - F	5 . 0 %	
5 - H B B (F , F) - F	19 . 0 %	
1 O 1 - H B B H - 4	5 . 0 %	
1 O 1 - H B B H - 5	5 . 0 %	
$T_{NI} = 94.4$ ()		
$\eta = 36.0$ (m P a · s)		30
$\Delta n = 0.121$		
$\Delta \varepsilon = 6.9$		
$V_{th} = 1.98$ (V)		
実施例 2 7 (使用例 2 4)		
5 - H 4 B (F , F) B B (F) - F	3 . 0 %	
3 - H 3 O B B (F , F) B (F) - F	5 . 0 %	
2 - H H B (F) - F	17 . 0 %	
3 - H H B (F) - F	5 . 0 %	
5 - H H B (F) - F	16 . 0 %	
7 - H B (F) - F	4 . 0 %	40
2 - H 2 H B (F) - F	10 . 0 %	
3 - H 2 H B (F) - F	5 . 0 %	
5 - H 2 H B (F) - F	10 . 0 %	
2 - H B B (F) - F	6 . 0 %	
3 - H B B (F) - F	6 . 0 %	
5 - H B B (F) - F	13 . 0 %	
実施例 2 8 (使用例 2 5)		
5 - H 4 B (F , F) B B (F) - F	3 . 0 %	
3 - H 4 B B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %	
3 - H 3 O B B (F , F) B (F) - F	3 . 0 %	50

7 - H B (F , F) - F	7 . 0 %
3 - H 2 H B (F , F) - F	1 2 . 0 %
4 - H 2 H B (F , F) - F	1 0 . 0 %
5 - H 2 H B (F , F) - F	1 0 . 0 %
3 - H H B (F , F) - F	1 0 . 0 %
4 - H H B (F , F) - F	5 . 0 %
3 - H H 2 B (F , F) - F	7 . 0 %
5 - H H 2 B (F , F) - F	6 . 0 %
3 - H B B (F , F) - F	1 2 . 0 %
5 - H B B (F , F) - F	1 2 . 0 %

10

実施例 2 9 (使用例 2 6)

3 - H 4 B (F , F) B (F , F) B (F) - F	2 . 0 %
3 - H 3 O B (F , F) B (F , F) B (F) - F	2 . 0 %
3 - H 4 B (F) B (F) B (F) - F	2 . 0 %
3 - H 3 O B (F) B (F) B (F) - F	2 . 0 %
7 - H B (F , F) - F	5 . 0 %
3 - H B - O 2	7 . 0 %
2 - H H B (F) - F	1 0 . 0 %
3 - H H B (F) - F	1 0 . 0 %
2 - H B B (F) - F	9 . 0 %
3 - H B B (F) - F	9 . 0 %
5 - H B B (F) - F	1 6 . 0 %
2 - H B B - F	4 . 0 %
3 - H B B - F	4 . 0 %
5 - H B B - F	3 . 0 %
3 - H B B (F , F) - F	5 . 0 %
5 - H B B (F , F) - F	1 0 . 0 %

20

フロントページの続き

(51) Int.Cl. F I
C 0 9 K 19/30 (2006.01) C 0 9 K 19/30
 G 0 2 F 1/13 (2006.01) G 0 2 F 1/13 5 0 0

(56) 参考文献 欧州特許出願公開第 0 0 4 3 9 0 8 9 (E P , A 1)

特開平 0 5 - 1 8 6 3 7 6 (J P , A)
 特表平 0 5 - 5 0 0 6 7 9 (J P , A)
 特表平 0 5 - 5 0 0 6 8 2 (J P , A)
 特開平 0 7 - 2 7 8 5 4 8 (J P , A)
 特開平 0 7 - 2 4 2 8 7 4 (J P , A)
 特表平 0 5 - 5 0 0 6 8 0 (J P , A)
 特表平 0 6 - 5 0 1 5 2 0 (J P , A)
 特表平 0 6 - 5 0 4 0 3 2 (J P , A)
 特表平 0 4 - 5 0 1 5 7 6 (J P , A)
 特開平 0 8 - 2 0 9 1 4 3 (J P , A)
 特開昭 6 3 - 2 8 7 7 3 6 (J P , A)
 特開平 0 9 - 0 5 3 0 7 2 (J P , A)
 特許第 3 6 8 4 6 1 3 (J P , B 2)
 特許第 3 4 7 6 8 3 2 (J P , B 2)

(58) 調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

CAplus(STN)
 REGISTRY(STN)