

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 80 15053**

---

(54) 3-cyano-4-alcoxybenzoate de 2-chloro-4-alcoylphényle et son utilisation dans une composition de cristaux liquides.

(51) Classification internationale (Int. Cl.<sup>3</sup>). C 07 C 121/75; C 09 K 3/34.

(22) Date de dépôt..... 7 juillet 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Japon, demandes de brevets, 20 juillet 1979, n° 93082/79 et 28 décembre 1979, n° 171819/79.*

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 6 du 6-2-1981.

---

(71) Déposant : Société dite : KABUSHIKI KAISHA SUWA SEIKOSHA, résidant au Japon.

(72) Invention de : Katsumori Takei, Sadao Kanbe et Yoshio Shionozaki.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Flechner,  
63, av. des Champs-Élysées, 75008 Paris.

---

La présente invention est relative à de nouveaux esters, ainsi qu'à leur utilisation dans une composition de cristaux liquides.

Les dispositifs d'affichage électro-optiques utilisant des mélanges de cristaux liquides ont été mis en utilisation pratique en leur appliquant divers procédés d'excitation. Bien que l'excitation par multiplexage du dispositif à cristal liquide soit effectuée actuellement par le procédé de multiplexage généralisé en courant alternatif sélectif en amplitude, il est difficile d'utiliser ce procédé pour des télévisions ou pour des affichages de caractères qui sont effectués en adressant la matrice multiplex parce que ce procédé restreint le nombre maximum de rangées excitées à 8 à 10.

Récemment, comme procédés pour éliminer cet inconvénient, on a trouvé qu'il était efficace de faire appel à un procédé d'adressage de matrice à deux fréquences qui tire parti de la dispersion diélectrique du cristal liquide. Mais, quand on adresse la matrice multiplex, le procédé d'adressage de matrice à deux fréquences a l'inconvénient que la consommation d'énergie est élevée en raison du fait que la tension en courant alternatif appliquée a une fréquence élevée et a une tension élevée. Cette consommation d'énergie est diminuée d'une manière efficace en diminuant la tension d'excitation. On sait que la tension  $V$  d'excitation dépend de l'anisotropie diélectrique du cristal liquide  $\Delta\epsilon$ . Cette relation est définie par :

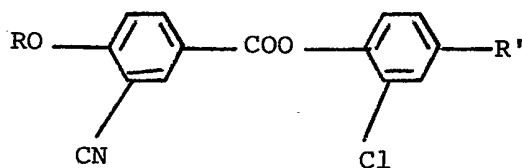
$$V \propto \sqrt{\frac{K}{\Delta\epsilon}}.$$

En d'autres termes, lorsque la valeur absolue  $|\frac{\Delta\epsilon}{K}|$  augmente, la valeur de  $V$  diminue.

L'invention vise de nouveaux esters qui, lorsqu'ils sont ajoutés à une composition de cristaux liquides font diminuer la tension d'excitation de l'élément d'affichage électro-optique utilisant une telle composition de cristaux liquides dans le cas où on y applique une tension alternative.

Les nouveaux esters suivant l'invention répondent à la formule :

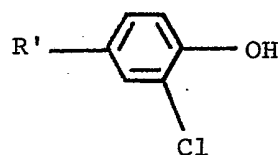
5



dans laquelle R et R' sont chacun indépendamment un groupe alcoyle à chaîne droite ayant de 1 à 8 atomes de carbone.

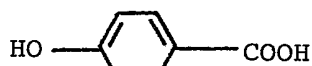
On peut préparer ces esters par le procédé qui consiste à utiliser, comme matière de départ, de l'acide p-hydroxybenzoïque et un composé de formule :

15



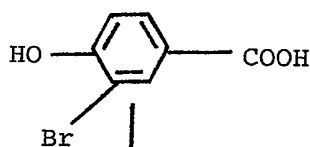
dans laquelle R' est un groupe alcoyle à chaîne droite ayant de 1 à 8 atomes de carbone.

25



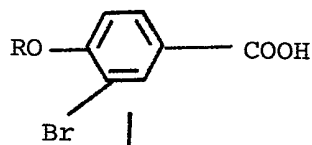
Stade I

30



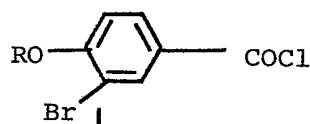
Stade II

35

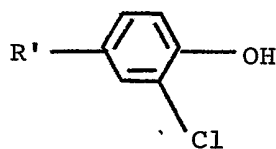


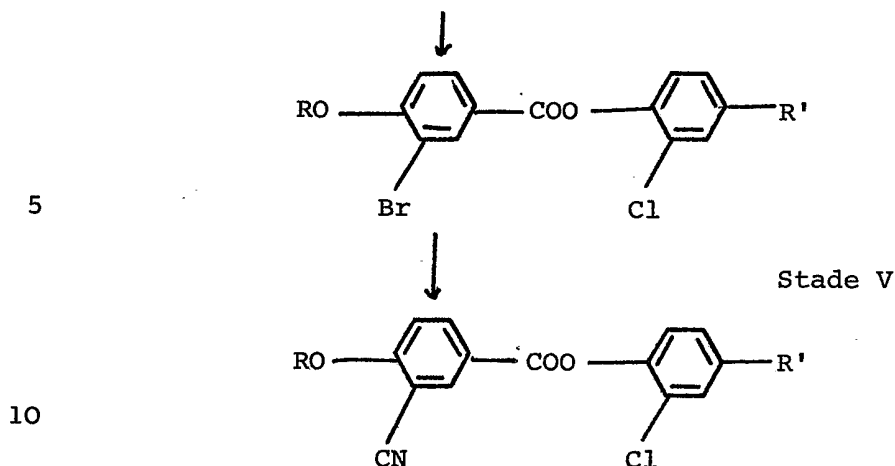
Stade III

40



Stade IV





Dans les formules ci-dessus, R et R' sont chacun un groupe alcoyle à chaîne droite ayant de 1 à 8 atomes de carbone.

15 Stade I.

On prépare l'acide 3-bromo-4-hydroxybenzoïque en faisant réagir du brome sur de l'acide p-hydroxybenzoïque dans l'acide acétique glacial.

Stade II.

20 On prépare l'acide 3-bromo-4-alcoxybenzoïque en faisant réagir l'acide 3-bromo-4-hydroxybenzoïque qui a été préparé au stade I sur du bromure d'alcoyle dans de l'éthanol, avec addition d'hydroxyde de potassium aqueux comme catalyseur.

Stade III.

25 On prépare le chlorure de 3-bromo-4-alcoxybenzoyle en faisant réagir l'acide 3-bromo-4-alcoxybenzoïque qui a été préparé au stade II sur du chlorure de thionyle.

Stade IV.

30 On prépare le 3-bromo-4-alcoxybenzoate de (2'-chloro-4'-alcoylphényle) en faisant réagir le chlorure de 3-bromo-4-alcoxybenzoyle, qui a été préparé au stade III, sur du 2-chloro-4-alcoylphénol qui est un produit disponible sur le marché.

Stade V.

35 On prépare le 3-cyano-4-alcoxybenzoate de 2'-chloro-4'-alcoylphényle en faisant réagir le 3-bromo-4-alcoxybenzoate de 2'-chloro-4'-alcoylphényle qui a été préparé au stade IV, sur du cyanure cuivreux.

On décrit ci-dessous des exemples typiques de préparation de ces nouveaux esters.

EXEMPLE

On prépare l'ester ayant la formule mentionnée ci-dessus dans laquelle R est le groupe heptyle normal et R' est le groupe butyle normal de la manière suivante.

5    STADE I.

On dissout 50 grammes (0,37 mole) d'acide p-hydroxybenzoïque du commerce en chauffant dans 370 ml d'acide acétique glacial, tout en agitant. On continue à chauffer jusqu'à dissolution, puis on ajoute rapidement à la solution en ébullition  
10 59 grammes (0,37 mole) de brome dissous dans 60 ml d'acide acétique glacial, en prenant garde qu'il ne se produise pas d'explosion. On fait ensuite refluer la solution pendant 6 heures, tout en continuant à agiter. Après avoir fait refluer la solution réactionnelle, on la laisse se refroidir à température ambiante  
15 et on verse la solution refroidie dans 2 litres d'eau froide. Il se produit une précipitation de cristaux blancs que l'on filtre par succion et que l'on recristallise dans l'acide acétique glacial, pour obtenir 52,2 grammes d'acide 3-bromo-4-hydroxybenzoïque pur, soit un rendement de 70,3 %.

20    STADE II.

Dans 615 ml d'éthanol, on dissout 25,8 grammes (0,119 mole) d'acide 3-bromo-4-hydroxybenzoïque qui a été préparé au stade I, puis on ajoute 42,6 grammes (0,238 mole) de bromure d'heptyle. Tout en ajoutant de l'hydroxyde de potassium en  
25 solution aqueuse (13,5 grammes d'hydroxyde de potassium et 62 ml d'eau) et en chauffant, on fait refluer la solution ci-dessus pendant 10 heures. Ensuite, on ajoute 125 ml d'hydroxyde de potassium en solution aqueuse à 10 %, puis on fait refluer la solution pendant encore 2 heures. On laisse alors la solution  
30 réactionnelle se refroidir à la température ambiante et on y ajoute, en plus, de l'acide chlorhydrique aqueux 5N, ce qui provoque une cristallisation. On sépare les cristaux par filtration par succion, on les lave à l'eau, on les sèche, on les recristallise dans l'éthanol pour obtenir 32,2 grammes d'acide 3-bromo-  
35 4-n-heptyloxybenzoïque pur, en un rendement de 85,9 %.

STADE III.

On ajoute 11 grammes de chlorure de thionyle à 14,5 grammes (0,046 mole) d'acide 3-bromo-4-n-heptyloxybenzoïque qui a été préparé au stade II et on fait refluer calmement pendant  
40 2 heures. Ensuite, on enlève le chlorure de thionyle en excès

par distillation ou par distillation sous vide pour obtenir 14,2 grammes de chlorure de 3-bromo-4-n-heptyloxybenzoyle en un rendement de 92,3 %.

STADE IV.

5 Dans 60 ml d'éther éthylique, on dissout 3,9 grammes (0,021 mole) de 2-chloro-4-n-butylphénol disponible sur le marché et 5 ml de pyridine, et on ajoute la solution mixte de 10 7,0 grammes (0,021 mole) de chlorure de 3-bromo-4-n-heptyloxybenzoyle qui a été préparée au stade III et de 40 ml d'éther éthylique à la solution ci-dessus, tout en agitant pendant suffisamment de temps. On effectue la réaction au bain-marie maintenu à 0°C. L'addition achevée, on laisse la solution revenir à température ambiante pendant un certain temps, puis on la porte au reflux pendant 2 heures. On lave la solution réactionnelle par 15 un acide, par un alcali et par de l'eau, on déshydrate la couche organique par du sulfate de sodium anhydre et on enlève par distillation l'éther éthylique de la solution. On recristallise ensuite le résidu dans l'hexane pour obtenir 8,9 grammes de 3-bromo-4-n-heptyloxybenzoate de 2'-chloro-4'-n-butylphényle en un rendement de 88,1 %.

STADE V.

A 28 ml de N,N'-diméthylformamide, on ajoute 5 grammes (0,0104 mole) de 3-bromo-4-n-heptyloxybenzoate de 2'-chloro-4'-n-butylphényle qui a été préparé au stade IV et 1,86 grammes 25 de cyanure cuivreux et on fait refluer calmement la suspension pendant 4,5 heures. On refroidit le mélange réactionnel à la température ambiante, on le verse sur une solution contenant 8,3 grammes de chlorure ferrique hexahydraté dissous dans la solution mixte constituée de 2,1 ml d'acide chlorhydrique concentré et de 13 ml d'eau et on agite, tout en chauffant à 65°C 30 pendant 30 minutes, pour décomposer des complexes. On extrait ensuite la couche organique de la suspension par le toluène, on la lave et on la déshydrate. Ensuite, on enlève le toluène par distillation. On recristallise le résidu dans de l'éthanol pour 35 obtenir 2,7 grammes de 3-cyano-4-n-heptyloxybenzoate de 2'-chloro-4'-n-butylphényle pur, en un rendement de 61,2 %.

On donne, au tableau 1 ci-après, les formules développées et les points de fusion de certains esters suivant l'invention.

|    | Composé                                                                                                | Point de fusion (°C) |
|----|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|
| 5  | $n-C_5H_{11}O-\text{C}_6\text{H}_4(\text{CN})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4(\text{Cl})-C_4H_9-n$     | 33,0                 |
| 10 | $n-C_6H_{13}-O-\text{C}_6\text{H}_4(\text{CN})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4(\text{Cl})-C_4H_9-n$    | 51,3                 |
| 15 | $n-C_6H_{13}-O-\text{C}_6\text{H}_4(\text{CN})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4(\text{Cl})-C_5H_{11}-n$ | 49,0                 |
| 20 | $n-C_7H_{15}-O-\text{C}_6\text{H}_4(\text{CN})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4(\text{Cl})-C_4H_9-n$    | 34,5                 |

On donne, aux figures 1, 2 et 3 respectivement les spectres d'absorption infrarouge du 3-cyano-4-n-heptyloxybenzoate de 2'-chloro-4'-n-butyle, du 3-cyano-4-n-hexyloxybenzoate de 2'-chloro-4'-n-butyle et du 3-cyano-4-n-pentyloxybenzoate de 2'-chloro-4'-n-butyle.

L'invention vise également une composition de cristaux liquides et, en particulier, une telle composition qui convient pour être utilisée dans des éléments d'affichage par cristaux liquides, en tirant parti de la dispersion diélectrique d'un cristal liquide.

Récemment, des calculateurs électroniques de table, des montres-bracelets et autres utilisant des éléments d'affichage à cristaux liquides ont été mis sur le marché en grandes quantités. Le procédé pour exciter ces éléments d'affichage par cristaux liquides est passé de l'excitation statique classique à une excitation par multiplexage. Le procédé d'excitation par multiplexage maintenant adopté est dénommé procédé de multiplexage généralisé à courant alternatif sélectif en amplitude.

Ce procédé a été amélioré de manière à pouvoir exciter trois ou quatre rangées en améliorant les cristaux liquides, les techniques de circuits, etc. Mais l'amélioration de ce procédé est limitée et il est difficile de l'appliquer pour des affichages  
5 de caractères, des affichages de graphiques, pour les télévisions ou autres appareils semblables, qui requièrent d'être mis en fonctionnement par adressage de la matrice multiplex.

Comme procédés pour améliorer le procédé de multiplexage généralisé, on a trouvé un procédé d'adressage de matrice à  
10 deux fréquences dénommé ci-après procédé 2F.

Certains cristaux liquides présentent une dispersion diélectrique à des fréquences relativement basses, les anisotropies diélectriques ( $\Delta\epsilon$ ) de ces cristaux, qui sont positives dans la gamme des basses fréquences, devenant négatives aux fréquences  
15 élevées (voir figure 1a).

A la figure 1a, une fréquence pour laquelle  $\Delta\epsilon$  est nulle est dénommée fréquence critique ( $f_c$ ), et c'est une valeur caractéristique du cristal liquide. Suivant le procédé 2F, on applique deux sources en courant alternatif ayant une fréquence inférieure à  $f_c$  et une fréquence supérieure à  $f_c$ , comme source  
20 d'excitation, en tirant parti de la différence de comportement du cristal liquide aux fréquences basses et élevées.

D'une manière générale, lorsque l'on excite le dispositif d'affichage par le procédé d'excitation multiplex, le rapport  
25 de tension du signal appliqué en l'état éclairé au signal appliqué en l'état non éclairé doit être plus grand qu'une valeur donnée et il vaut mieux que cet écart soit le plus grand possible. Dans le procédé de multiplexage généralisé en courant alternatif avec sélection d'amplitudes, le rapport de tension dépend  
30 seulement du nombre des rangées et on ne peut donc pas obtenir d'amélioration. Dans le procédé 2F, le rapport dépend de la tension d'excitation et de la constante diélectrique du cristal liquide et il s'ensuit logiquement que l'on peut exciter n'im-  
porte quel nombre de lignes.

35 Les cristaux liquides adoptés dans les éléments d'affichage par cristaux liquides excités par le procédé 2F doivent avoir les propriétés suivantes.

1. Pour diminuer la tension d'excitation, les valeurs absolues des anisotropies diélectriques aux fréquences basses  
40 et élevées doivent être grandes. En particulier, la valeur

absolue de l'anisotropie diélectrique aux fréquences élevées doit être grande.

2.  $\epsilon_c$  doit être assez faible et la viscosité doit être aussi assez basse.

5       Aucun des cristaux liquides classiques ne satisfait ces exigences.

10       Or une composition de cristal liquide incorporant au moins un ester ayant la formule précitée permet de satisfaire à ces exigences, bien que les esters ayant la formule précitée ne possèdent pas en eux-mêmes une phase de cristal liquide. Mais en les mélangeant correctement à des composés formant cristal liquide, la composition du cristal liquide recherchée peut être obtenue.

15       On donne, au tableau 2 ci-dessous, quelques exemples de composés de cristal liquide qui peuvent être mélangés aux composés énumérés au tableau 1.

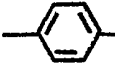
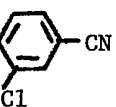
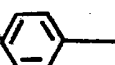
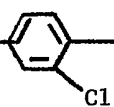
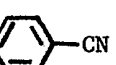
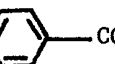
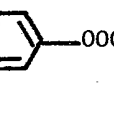
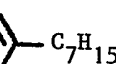
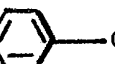
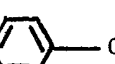
TABLEAU 2

| 20 | Composé de cristal liquide                                                                                                                                                        | Point de fusion (°C) | Point d'éclaircissement (°C) |
|----|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|------------------------------|
| 25 | $n\text{-C}_5\text{H}_{11}\text{---}\text{C}_6\text{H}_4\text{---COO---}\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})\text{---COO---}\text{C}_6\text{H}_4\text{---C}_5\text{H}_{11}\text{---}n$ | 39,6                 | 123,0                        |
| 30 | $n\text{-C}_5\text{H}_{11}\text{---}\text{C}_6\text{H}_4\text{---COO---}\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})\text{---COO---}\text{C}_6\text{H}_4\text{---C}_5\text{H}_{11}\text{---}n$ | 39,5                 | 101,0                        |
| 35 | $n\text{-C}_8\text{H}_{17}\text{---}\text{C}_6\text{H}_4\text{---COO---}\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})\text{---COO---}\text{C}_6\text{H}_4\text{---C}_5\text{H}_{11}\text{---}n$ | 35,5                 | 103,5                        |
|    | $n\text{-C}_7\text{H}_{15}\text{---}\text{C}_6\text{H}_4\text{---COO---}\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})\text{---C}_6\text{H}_4\text{---C}_8\text{H}_{17}\text{---}n$              | 22                   | 88                           |

TABLEAU 2 (suite 1)

|    | Composé de cristal liquide                                                                                                | Point de fusion (°C) | Point d'éclaircissement (°C) |
|----|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|------------------------------|
| 5  | $n-C_8H_{17}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{C}_6\text{H}_4-C_8H_{17}-n$            | 36                   | 86                           |
| 10 | $C_2H_5-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-C_5H_{11}-n$      | 50,3                 | 116,6                        |
| 15 | $n-C_8H_{17}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-C_5H_{11}-n$ | 52,0                 | 139,6                        |
| 20 | $n-C_3H_7-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-C_6H_{13}-n$    | 43,1                 | 130,7                        |
| 25 | $n-C_4H_9-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-C_6H_{13}-n$    | 56,3                 | 126,7                        |
| 30 | $n-C_5H_{11}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_{10}\text{H}_7$          | 62,5                 | 91                           |
| 35 | $n-C_8H_{17}-O-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_{10}\text{H}_7$        | 31,5                 | 66,5                         |
| 40 | $n-C_7H_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{CN}$   | 85,0                 | 196,0                        |

TABLEAU 2 (suite 2)

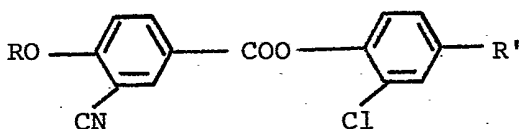
| Composé de cristal liquide                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | Point de fusion (°C) | Point d'éclaircissement (°C) |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|------------------------------|
| $n\text{-C}_6\text{H}_{13}\text{-O-}$  $\text{-COO-}$  $\text{-COO-}$  $\text{-CN}$<br>Cl                       | 96,0                 | 214,0                        |
| $n\text{-C}_7\text{H}_{15}\text{-}$  $\text{-COO-}$  $\text{-COO-}$  $\text{-CN}$<br>Cl                         | 69,0                 | 160,0                        |
| $n\text{-C}_7\text{H}_{15}\text{-}$  $\text{-COO-}$  $\text{-OOC-}$  $\text{-C}_7\text{H}_{15}\text{-n}$<br>CN | 54,8                 | 90,0                         |
| $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{-}$  $\text{-COO-}$  $\text{-OC}_2\text{H}_5$                                                                                                                    | 35,5                 | 74,0                         |
| $n\text{-C}_5\text{H}_{11}\text{-}$  $\text{-COO-}$  $\text{-OC}_5\text{H}_{11}\text{-n}$                                                                                                     | 34                   | 72,0                         |

En outre, on peut également mélanger aux compositions de cristal liquide incorporant les composés énumérés aux tableaux 1 et 2 des composés ne formant pas cristal liquide énumérés au tableau 3 ci-après.

TABLEAU 3

|    | Composé                                                                        | Point de fusion (°C) |
|----|--------------------------------------------------------------------------------|----------------------|
| 5  | $n - C_7H_{15} - \text{C}_6H_4 - COO - \text{C}_6H_3(CN) - C_5H_{11} - n$      | 35,0                 |
| 10 | $n - C_3H_7 - \text{C}_6H_4 - COO - \text{C}_6H_3(CN) - C_5H_{11} - n$         | 29,5                 |
| 15 | $n - C_5H_{11} - \text{C}_6H_4 - COO - \text{C}_6H_3(CN) - C_5H_{11} - n$      | 29,5                 |
| 20 | $n - C_5H_{11}O - \text{C}_6H_3(CN) - COO - \text{C}_6H_3(CN) - C_5H_{11} - n$ | 66,5                 |
| 25 | $n - C_7H_{15}O - \text{C}_6H_3(CN) - COO - \text{C}_6H_3(CN) - C_4H_9 - n$    | 45,0                 |
| 30 |                                                                                |                      |

La composition de cristal liquide obtenue en mélangeant des composés énumérés aux tableaux 1, 2 et 3 a, comme il convient, une valeur absolue de  $\Delta\epsilon$  qui est importante dans la gamme des basses fréquences, une fréquence critique relativement basse et une grande vitesse de réponse. Cela est dû au fait qu'une telle composition de cristal liquide comprend le composé de formule :

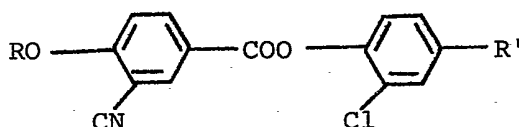


5

dans laquelle R et R' sont chacun indépendamment un radical alcoyle à chaîne droite et que ce composé, qui est un ester ayant deux noyaux benzéniques, a un groupe cyano et un chlore ayant chacun un moment dipolaire permanent important dans la direction coupant l'axe principal de la molécule.

10

Dans ce qui suit, on décrit en détail comment la composition de cristal liquide incorporant le composé de formule :



15

dans laquelle R et R' sont chacun indépendamment un groupe alcoyle en chaîne droite, convient pour l'élément d'affichage par cristal liquide excité par le procédé 2F.

20

#### EXEMPLE 1

En préparant une composition de cristal liquide comme indiqué au tableau 4, on étudie la variation de l'anisotropie diélectrique en fonction de la fréquence. La figure la donne les résultats obtenus à 30°C.

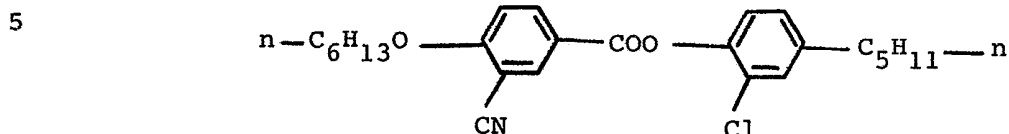
25

TABLEAU 4

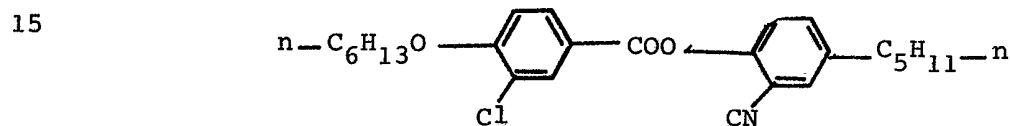
| Composé                                                                                                                                                               | Pourcentage en poids | Point d'éclaircissement (°C) |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|------------------------------|
| $n - \text{C}_5\text{H}_{11} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{COO} - \text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl}) - \text{COO} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{C}_5\text{H}_{11} - n$ | 70 %                 | 66,0                         |
| $n - \text{C}_6\text{H}_{13}\text{O} - \text{C}_6\text{H}_3(\text{CN}) - \text{COO} - \text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl}) - \text{C}_5\text{H}_{11} - n$                  | 30 %                 |                              |

40

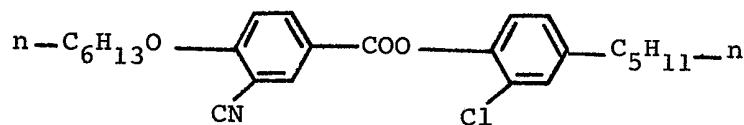
Il ressort de la figure 1 que la valeur de  $|\Delta\epsilon|$  dans la gamme des hautes fréquences est de 3,9. Comme cette valeur absolue, avant addition de :



10 est de 2,3 (Applied Physics Letters, volume 25, No. 4, 15 août 1974), il est manifeste que l'addition d'un tel composé augmente la valeur de  $|\Delta\epsilon|$  dans la gamme des hautes fréquences. Quand on ajoute à la composition de cristal liquide 30 % en poids de :



20 au lieu du composé mentionné ci-dessus, la valeur de  $|\Delta\epsilon|$  est de 3,2 (voir figure 3a). Il est manifeste que l'addition de :



25 est plus efficace.

#### EXEMPLE 2

En préparant une composition de cristal liquide comme indiqué au tableau 5, on étudie la variation de l'anisotropie diélectrique en fonction de la fréquence. La figure 2a donne les résultats obtenus à 25,7°C.

En emplissant une cellule pour cristal liquide de cette composition de cristal liquide, puis en la testant dans les conditions indiquées au tableau 6, on obtient des résultats très convenables.

Dans ce cas, la tension d'excitation est de  $\pm 30$  volts. Pour ce qui concerne le temps de réponse, le total du temps de montée, du temps de descente et du temps de retard est de 300 millisecondes à 25°C, ce qui est une vitesse très élevée. Bien qu'une telle composition de cristal liquide soit moins

bonne que le cristal liquide nématique torsadé du type à effet de champ classique, elle convient suffisamment cependant pour être utilisée.

TABLEAU 5

5

10

15

20

25

30

35

| Composé                                                                                                                   | Pourcentage en poids | Point d'éclaircissement (°C) |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|------------------------------|
| $n-C_5H_{11}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-C_5H_{11}-n$ | 11,8 %               | 75°C                         |
| $n-C_8H_{17}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-C_5H_{11}-n$ | 11,8 %               |                              |
| $n-C_5H_{11}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-C_5H_{11}-n$ | 7,9 %                |                              |
| $n-C_6H_{13}O-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})(\text{CN})$ | 5,5 %                |                              |
| $n-C_5H_{11}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{CN})-C_7H_{15}-n$            | 7,9 %                |                              |
| $n-C_3H_7-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{OC}_2\text{H}_5$                                     | 15,7 %               |                              |

TABLEAU 5 (suite 1)

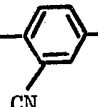
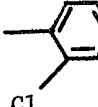
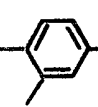
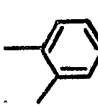
| 5  | Composé                                                                                                                                                                                                                                | Pourcentage en poids | Point d'éclaircissement (°C) |
|----|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|------------------------------|
| 10 | $n-C_4H_9$ —  — COO —  — OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>              | 15,7 %               | 75°C                         |
| 15 | $n-C_7H_{15}O$ —  — COO —  — C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> — n       | 7,9 %                |                              |
| 20 | $n-C_6H_6O$ —  — COO —  — C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> — n          | 7,9 %                |                              |
| 25 | $n-C_6H_{13}O$ —  — COO —  — OC <sub>8</sub> H <sub>17</sub> — n | 7,9 %                |                              |

TABLEAU 6

|    |                                            |                |
|----|--------------------------------------------|----------------|
| 30 | Epaisseur de la cellule de cristal liquide | 8 μm           |
|    | Fréquence de trame                         | 50 Hz          |
|    | Fréquence de la source haute fréquence     | 50 Hz          |
| 35 | Fréquence de la source basse fréquence     | 50 KHz         |
|    | Coefficient d'utilisation                  | $\frac{1}{32}$ |

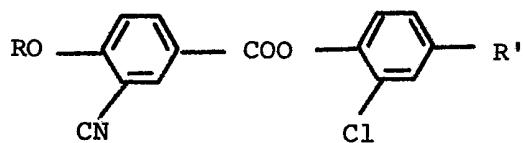
Ainsi, les compositions de cristal liquide suivant l'in-  
 40 vention conviennent au mieux pour des éléments d'affichage par

cristaux liquides excités par le procédé 2F. Les éléments d'affichage par cristaux liquides excités par le procédé 2F ayant de telles compositions de cristal liquide conviennent bien pour les portions d'affichage dans les affichages de caractères.

REVENDICATIONS

## 1. Esters de formule :

5



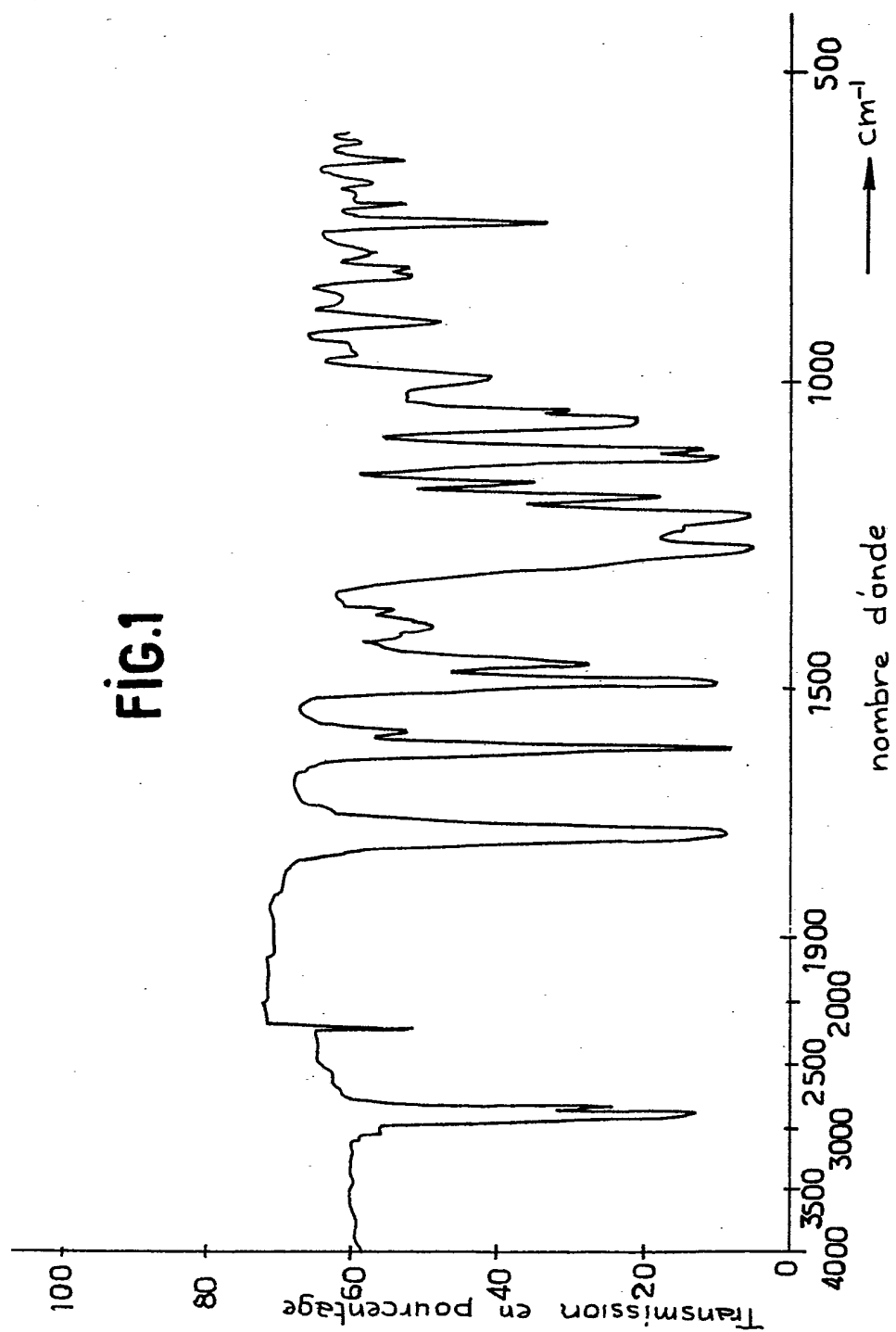
1)

10 dans laquelle R et R' sont chacun, indépendamment l'un de l'autre, un groupe alcoyle en chaîne droite ayant de 1 à 8 atomes de carbone.

2. Composition de cristal liquide, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un ester tel que défini à la revendication 1.

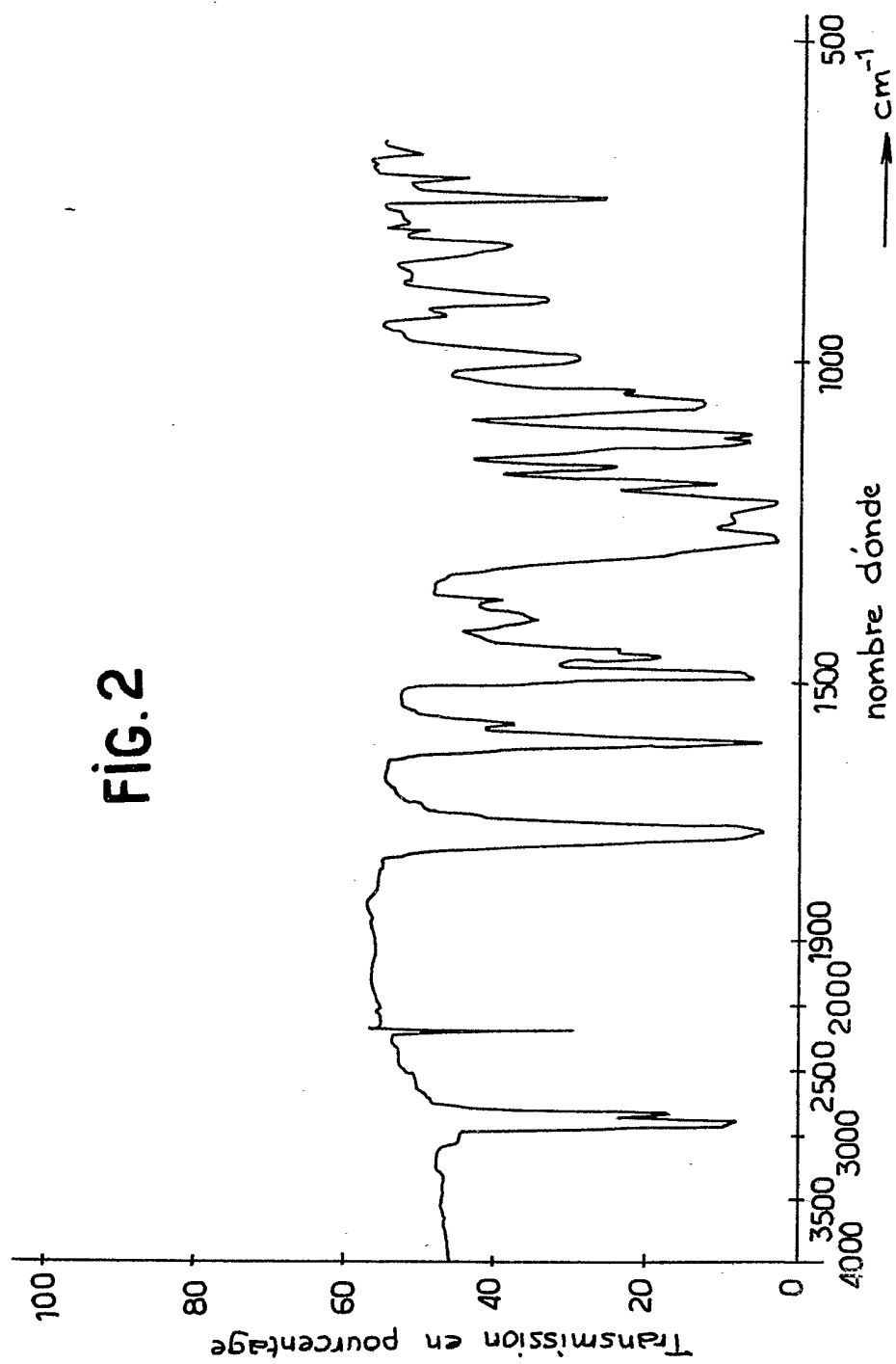
PL.1/ 4

FIG.1



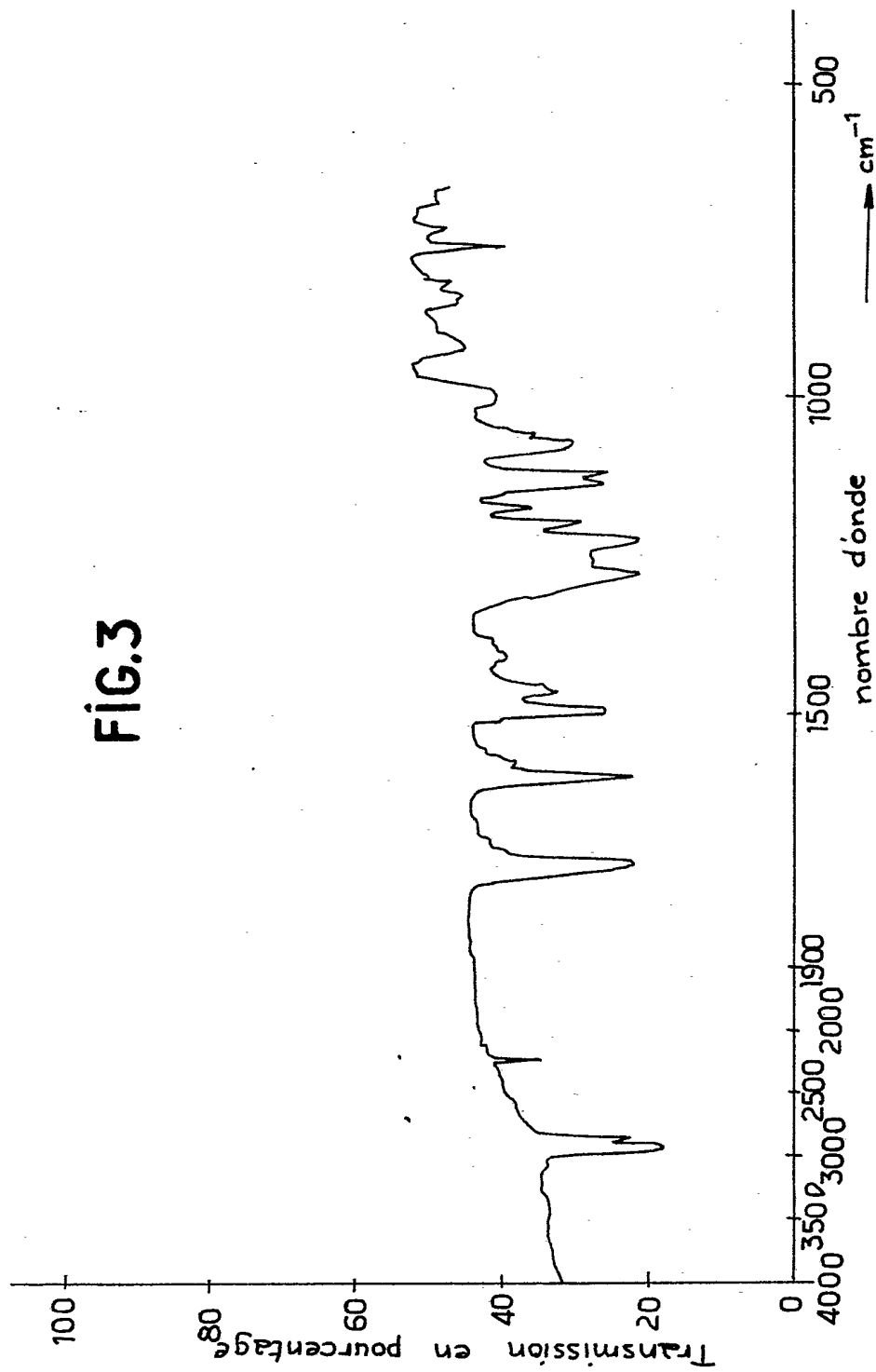
PL. 2/4

FIG. 2



PL.3/4

FIG.3



PL.4 / 4

