

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4451932号

(P4451932)

(45) 発行日 平成22年4月14日 (2010. 4. 14)

(24) 登録日 平成22年2月5日 (2010. 2. 5)

(51) Int. Cl. F I
C O 7 C 43/225 (2006. 01) C O 7 C 43/225 D
C O 9 K 19/10 (2006. 01) C O 9 K 19/10
C O 9 K 19/42 (2006. 01) C O 9 K 19/42
G O 2 F 1/13 (2006. 01) G O 2 F 1/13 5 0 0

請求項の数 16 (全 67 頁)

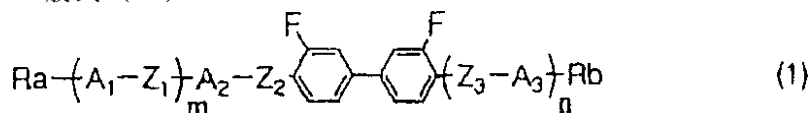
(21) 出願番号	特願平10-524505	(73) 特許権者	チッソ株式会社
(86) (22) 出願日	平成9年11月21日 (1997. 11. 21)		大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号
(86) 国際出願番号	PCT/JP1997/004265	(74) 代理人	弁理士 川北 武長
(87) 国際公開番号	W01998/023562		
(87) 国際公開日	平成10年6月4日 (1998. 6. 4)	(72) 発明者	近藤 智之
審査請求日	平成16年9月2日 (2004. 9. 2)		千葉県市原市辰巳台東3丁目27番地2号
(31) 優先権主張番号	特願平8-329158	(72) 発明者	松井 秋一
(32) 優先日	平成8年11月25日 (1996. 11. 25)		千葉県市原市辰巳台東2丁目17番地
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(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	竹内 弘行
			千葉県市原市西広353番地1
		(72) 発明者	竹下 房幸
			千葉県君津市中富939番地5
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 3, 3' -ジフルオロビフェニル誘導体、液晶組成物および液晶表示素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

一般式 (1)



(式中、R aは炭素数1～20の直鎖または分岐アルキル基を示し、これらの基中の相隣接しない任意のメチレン基(—CH₂—)は酸素原子であってもよく、基中の任意の水素原子はハロゲン原子であってもよく、R bは炭素数1～19の直鎖または分岐アルコキシ基を示し；A₁、A₂およびA₃は各々独立してトランス-1, 4-シクロヘキシレン、ジオキサン-2, 5-ジイル、テトラヒドロピラン-2, 5-ジイル、1-シランクロヘキサン-1, 4-ジイル、4-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイル、または1つ以上の水素原子がフッ素原子であってもよい1, 4-フェニレンを示し；Z₁、Z₂およびZ₃は各々独立して—(CH₂)₂—、—(CH₂)₄—、—CH₂O—、—(CH₂)₃O—または単結合を示し；mは0または1を示し；nは0を示し；ただしmが0であり、A₂が1, 4-フェニレンである場合は、A₂上の水素原子の少なくとも1つはフッ素原子である。また、この化合物を構成する原子はいずれもその同位体であってもよい。)で表される3, 3'-ジフルオロビフェニル誘導体。

【請求項2】

mが0である請求の範囲1に記載の3, 3'-ジフルオロビフェニル誘導体。

【請求項 3】

m が 1 である請求の範囲 1 に記載の 3, 3'-ジフルオロビフェニル誘導体。

【請求項 4】

A₂ がトランス-1, 4-シクロヘキシレンである請求の範囲 2 に記載の 3, 3'-ジフルオロビフェニル誘導体。

【請求項 5】

A₂ がジオキサン-2, 5-ジイル、テトラヒドロピラン-2, 5-ジイル、1-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイルまたは 4-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイルのいずれかである請求の範囲 2 に記載の 3, 3'-ジフルオロビフェニル誘導体。

【請求項 6】

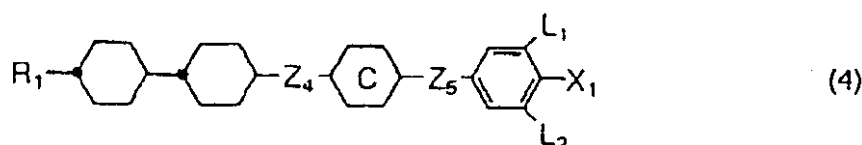
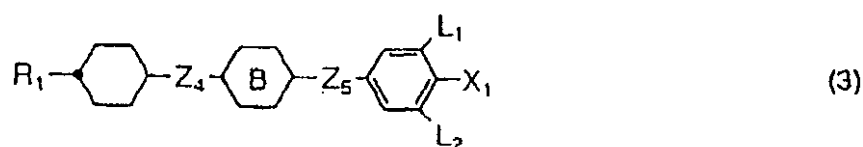
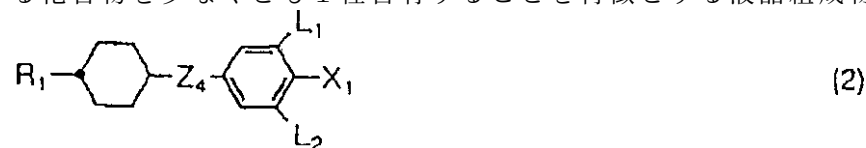
A₂ が 1 つの以上の水素原子がフッ素原子である 1, 4-フェニレンである請求の範囲 2 に記載の 3, 3'-ジフルオロビフェニル誘導体。

【請求項 7】

請求の範囲 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の誘導体を少なくとも 1 種含有することを特徴とする液晶組成物。

【請求項 8】

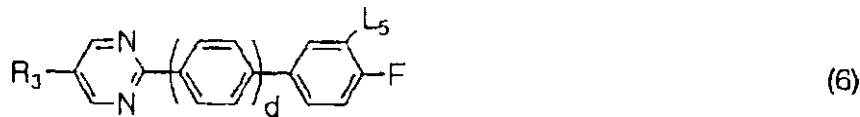
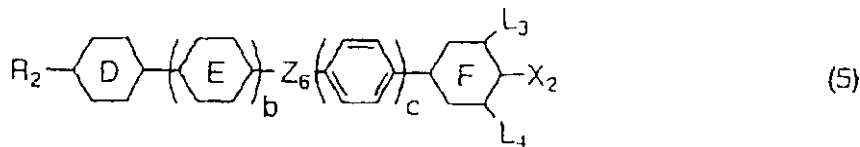
第一成分として、請求の範囲 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の誘導体を少なくとも 1 種含有し、第二成分として、一般式 (2)、(3) および (4) からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも 1 種含有することを特徴とする液晶組成物。



(式中、R₁は炭素数 1 ～ 10 のアルキル基を示し、この基中の相隣接しない任意のメチレン基は酸素原子または $-\text{CH}=\text{CH}-$ であってもよく、また、この基中の任意の水素原子はフッ素原子で置換されていてもよく；X₁はフッ素原子、塩素原子、 $-\text{OCF}_3$ 、 $-\text{OCF}_2\text{H}$ 、 $-\text{CF}_3$ 、 $-\text{CF}_2\text{H}$ 、 $-\text{CFH}_2$ 、 $-\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{H}$ または $-\text{OCF}_2\text{CFHCF}_3$ を示し；L₁ および L₂ は各々独立して水素原子またはフッ素原子を示し；Z₄ および Z₅ は各々独立して $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_4-$ 、 $-\text{COO}-$ 、 $-\text{CF}_2\text{O}-$ 、 $-\text{OCF}_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ または単結合を示し；環 B はトランス-1, 4-シクロヘキシレン、1, 3-ジオキサン-2, 5-ジイル、または水素原子がフッ素原子であってもよい 1, 4-フェニレンを示し；環 C はトランス-1, 4-シクロヘキシレン、または水素原子がフッ素原子であってもよい 1, 4-フェニレンを示し；また、これらの化合物を構成する原子はその同位体であってもよい。)

【請求項 9】

第一成分として、請求の範囲 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の誘導体を少なくとも 1 種含有し、第二成分として、一般式 (5) および (6) からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも 1 種含有することを特徴とする液晶組成物。



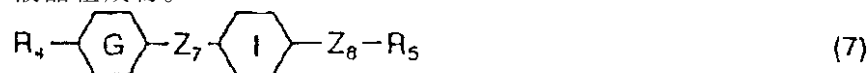
(式中、 R_2 および R_3 は各々独立して炭素数1～10のアルキル基を示し、この基中の相隣接しない任意のメチレン基は酸素原子または $-\text{CH}=\text{CH}-$ であってもよく、また、この基中の任意の水素原子はフッ素原子であってもよく； X_2 は $-\text{CN}$ または $-\text{C}\equiv\text{C}-\text{CN}$ を示し；環Dはトランス-1, 4-シクロヘキシレン、1, 4-フェニレン、1, 3-ジオキサソ-2, 5-ジイルまたはピリミジン-2, 5-ジイルを示し；環Eはトランス-1, 4-シクロヘキシレン、ピリミジン-2, 5-ジイル、または水素原子がフッ素原子であってもよい1, 4-フェニレンを示し；環Fはトランス-1, 4-シクロヘキシレンまたは1, 4-フェニレンを示し； Z_6 は $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{COO}-$ または単結合を示し； L_3 、 L_4 および L_5 は各々独立して水素原子またはフッ素原子を示し； b 、 c および d は各々独立して0または1を示し；また、これらの化合物を構成する原子はその同位体であってもよい。)

10

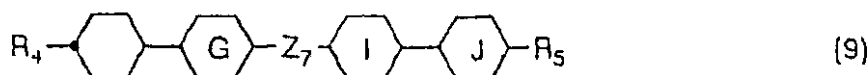
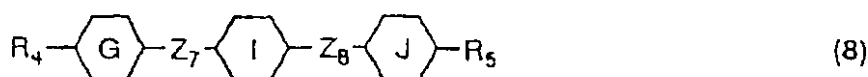
20

【請求項10】

第一成分として、請求の範囲1～6のいずれか1項に記載の誘導体を少なくとも1種含有し、第二成分として、前記一般式(2)、(3)および(4)からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも1種含有し、第三成分として、一般式(7)、(8)および(9)からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも1種含有することを特徴とする液晶組成物。



30



(式中、 R_4 および R_5 は各々独立して炭素数1～10のアルキル基を示し、この基中の相隣接しない任意のメチレン基は酸素原子または $-\text{CH}=\text{CH}-$ であってもよく、また、この基中の任意の水素原子はフッ素原子であってもよく；環G、環Iおよび環Jは各々独立して、トランス-1, 4-シクロヘキシレン、ピリミジン-2, 5-ジイル、または水素原子がフッ素原子であってもよい1, 4-フェニレンを示し； Z_7 および Z_8 は各々独立して、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ 、 $-\text{COO}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ または単結合を示し；また、これらの化合物を構成する原子はその同位体であってもよい。)

40

【請求項11】

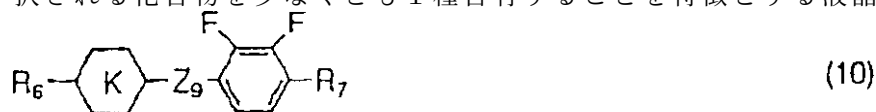
第一成分として、請求の範囲1～6のいずれか1項に記載の誘導体を少なくとも1種含有し、第二成分として、前記一般式(5)および(6)からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも1種含有し、第三成分として、前記一般式(7)、(8)および(9)

50

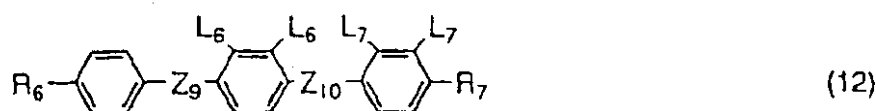
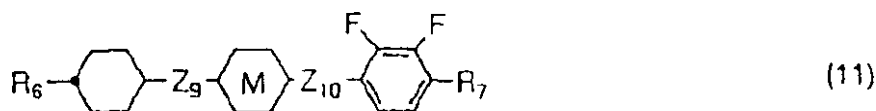
からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも１種含有することを特徴とする液晶組成物。

【請求項１２】

第一成分として、請求の範囲１～６のいずれか１項に記載の誘導体を少なくとも１種含有し、第二成分として、一般式（１０）、（１１）および（１２）からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも１種含有することを特徴とする液晶組成物。



10



（式中、 R_6 および R_7 は各々独立して炭素数１～１０のアルキル基を示し、この基中の相隣接しない任意のメチレン基は酸素原子または $-\text{CH}=\text{CH}-$ であってもよく、また、この基中の任意の水素原子はフッ素原子であってもよく；環 K および環 M は各々独立して、トランス-１，４-シクロヘキシレンまたは１，４-フェニレンを示し； L_6 および L_7 は各々独立して水素原子またはフッ素原子を示すが同時に水素原子を示すことはなく； Z_9 および Z_{10} は各々独立して $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{COO}-$ または単結合を示し；またこれらの化合物を構成する原子はその同位体であってもよい。）

20

【請求項１３】

第一成分として、請求の範囲１～６のいずれか１項に記載の誘導体を少なくとも１種含有し、第二成分として、前記一般式（７）、（８）および（９）からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも１種含有し、第三成分として、前記一般式（１０）、（１１）および（１２）からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも１種含有することを特徴とする液晶組成物。

30

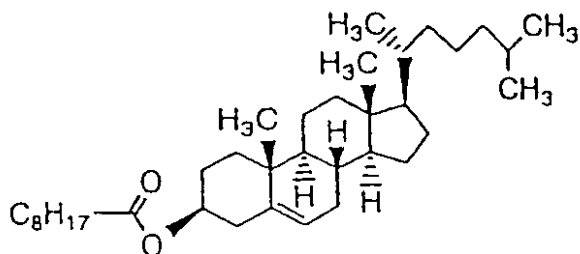
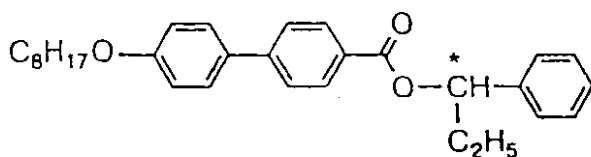
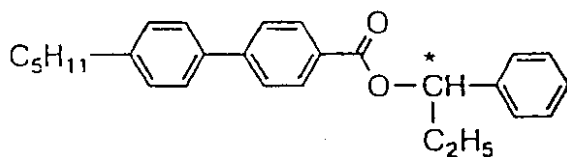
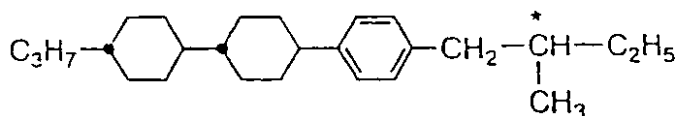
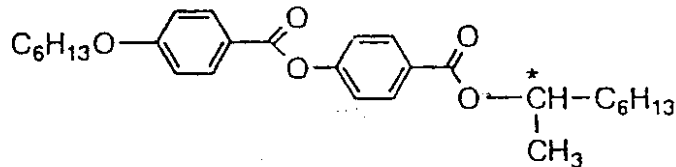
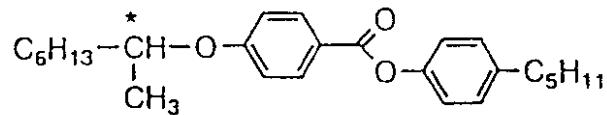
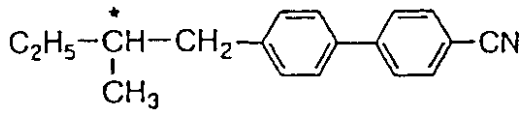
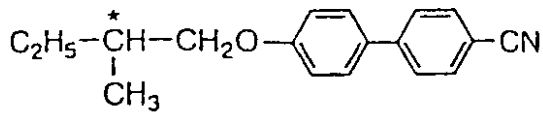
【請求項１４】

第一成分として、請求の範囲１～６のいずれか１項に記載の誘導体を少なくとも１種含有し、第二成分として、前記一般式（２）、（３）および（４）からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも１種含有し、第三成分として、前記一般式（５）および（６）からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも１種含有し、第四成分として、前記一般式（７）、（８）および（９）からなる化合物群から選択される化合物を少なくとも１種含有することを特徴とする液晶組成物。

【請求項１５】

請求の範囲７～１４のいずれか１項に記載の液晶組成物に、さらに下記に示された化合物から選ばれた１種以上の光学活性化合物を含有することを特徴とする液晶組成物。

40



【請求項 16】

請求の範囲 7 ～ 15 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、新規液晶性化合物および液晶組成物に関し、さらに詳しくは、3, 3'-ジフルオロビフェニル-4, 4'-ジイル基を有する液晶性化合物、この化合物を含有する液晶組成物、およびこの液晶組成物を用いて構成した液晶表示素子に関する。

背景技術

液晶性化合物（本願において、液晶性化合物なる用語は、液晶相を示す化合物および液晶相を示さないが液晶組成物の構成成分として有用である化合物の総称として用いられる。）を用いた表示素子は、時計、電卓、ワープロ等のディスプレイに広く利用されている。近年では、安価に視野角を改善することができるインプレースイッチング（IPS）方式

10

20

30

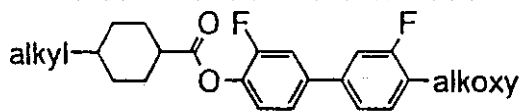
40

50

およびヴァーティカルアラインメント（VA）方式の研究が盛んに行われている。

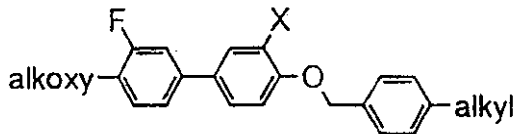
I PS方式およびVA方式用の液晶組成物では、負の誘電率異方性値を有するものが好適であり、さらに、高い電圧保持率および低いしきい値電圧を有し、それらの温度依存性が小さく、広い液晶相温度範囲を有し、他の液晶材料との相溶性に優れ、低粘性であること等の物性が求められている。

このような液晶組成物の成分として側方位がフッ素置換された液晶性化合物が数多く検討され、例えば、下記の化合物が開示された文献がある。

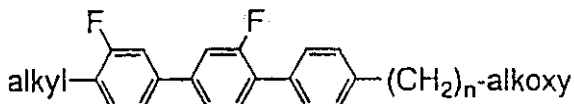


1) (特開昭64-29342)

10



2) (特開平3-141237)



3) (GB2258232A)

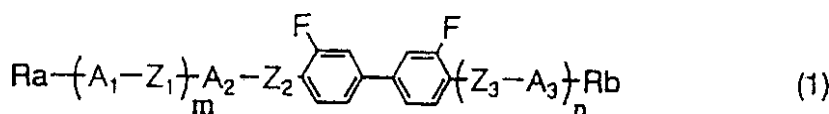
しかしながら、1)の化合物はエステル結合を有することから粘性が大きく、電圧保持率も低い。2)および3)の化合物はスメクチック相を示しやすく、液晶組成物の成分として使用した場合、特に低温下で安定なネマチック相を形成し難い等の問題点を有していた。

20

発明の開示

本発明の目的は、前記の要求特性に鑑み、負の誘電率異方性値を示すと同時に極めて高い電圧保持率および低いしきい値電圧を有し、それらの温度依存性が極めて小さく、スメクチック相を示しにくく、他の液晶材料との相溶性に優れた液晶性化合物、これを含む液晶組成物およ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にある。

本発明者らは、上記課題の解決のため鋭意研究の結果、一般式(1)



30

(式中、Raは炭素数1～20の直鎖または分岐アルキル基を示し、これらの基中の相隣接しない任意のメチレン基(—CH₂—)は酸素原子であってもよく、基中の任意の水素原子はハロゲン原子であってもよく、Rbは炭素数1～19の直鎖または分岐アルコキシ基を示し；A₁、A₂およびA₃は各々独立してトランス-1, 4-シクロヘキシレン、ジオキサン-2, 5-ジイル、テトラヒドロピラン-2, 5-ジイル、1-シランクロヘキサン-1, 4-ジイル、4-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイル、または1つ以上の水素原子がフッ素原子であってもよい1, 4-フェニレンを示し；Z₁、Z₂およびZ₃は各々独立して—(CH₂)₂—、—(CH₂)₄—、—CH₂O—、—(CH₂)₃O—または単結合を示し；mは0または1を示し；nは0を示し；ただしmが0であり、A₂が1, 4-フェニレンである場合は、A₂上の水素原子の少なくとも1つはフッ素原子である。また、この化合物を構成する原子はいずれもその同位体であってもよい。)で表される3, 3'-ジフルオロビフェニル誘導体が所期の性能を有することを知り本発明を完成するに至った。

40

一般式(1)で表される化合物の一部は、前記先行文献3)の特許請求項等に形式的には包含されるが、前記先行文献には本発明の化合物に関して物性値等のデータが一切記載されておらず、その特性について具体的な言及もなく、本発明の有用性を示唆するものではなかった。

一般式(1)で表される化合物は下記の(a-1)～(a-153)のように類別される

50

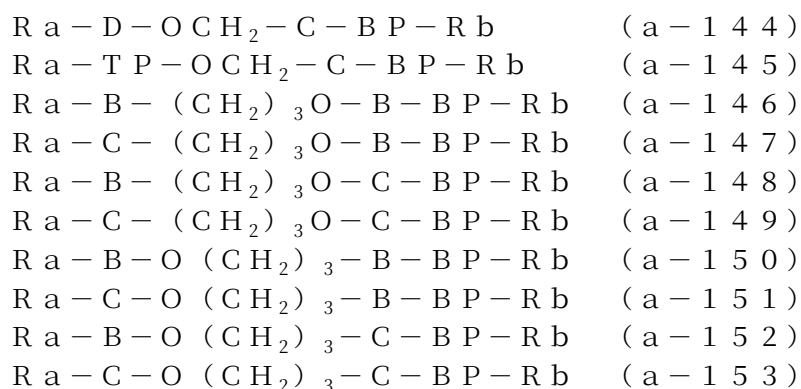
。

式中、R aおよびR bは前記と同様の意味を示し、Bは環上の1つ以上の水素原子がフッ素原子で置換されていてもよい1, 4-フェニレン基を示し、Cはトランス-1, 4-シクロヘキシレンを示し、Dは向きを限定しないジオキサン-2, 5-ジイルを示し、T Pは向きを限定しないテトラヒドロピラン-2, 5-ジイルを示し、S iは1-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイルまたは4-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイルを示し、B Pは3, 3'-ジフルオロビフェニル-4, 4'-ジイルを示す。

R a-B-B P-R b	(a-1)	
R a-C-B P-R b	(a-2)	
R a-D-B P-R b	(a-3)	10
R a-T P-B P-R b	(a-4)	
R a-S i-B P-R b	(a-5)	
R a-B-(CH ₂) ₂ -B P-R b	(a-6)	
R a-C-(CH ₂) ₂ -B P-R b	(a-7)	
R a-D-(CH ₂) ₂ -B P-R b	(a-8)	
R a-T P-(CH ₂) ₂ -B P-R b	(a-9)	
R a-S i-(CH ₂) ₂ -B P-R b	(a-10)	
R a-B-(CH ₂) ₄ -B P-R b	(a-11)	
R a-C-(CH ₂) ₄ -B P-R b	(a-12)	
R a-D-(CH ₂) ₄ -B P-R b	(a-13)	20
R a-T P-(CH ₂) ₄ -B P-R b	(a-14)	
R a-S i-(CH ₂) ₄ -B P-R b	(a-15)	
R a-B-CH ₂ O-B P-R b	(a-16)	
R a-C-CH ₂ O-B P-R b	(a-17)	
R a-D-CH ₂ O-B P-R b	(a-18)	
R a-T P-CH ₂ O-B P-R b	(a-19)	
R a-S i-CH ₂ O-B P-R b	(a-20)	
R a-B-OCH ₂ -B P-R b	(a-21)	
R a-C-OCH ₂ -B P-R b	(a-22)	
R a-D-OCH ₂ -B P-R b	(a-23)	30
R a-T P-OCH ₂ -B P-R b	(a-24)	
R a-S i-OCH ₂ -B P-R b	(a-25)	
R a-B-(CH ₂) ₃ O-B P-R b	(a-26)	
R a-C-(CH ₂) ₃ O-B P-R b	(a-27)	
R a-D-(CH ₂) ₃ O-B P-R b	(a-28)	
R a-T P-(CH ₂) ₃ O-B P-R b	(a-29)	
R a-B-O(CH ₂) ₃ -B P-R b	(a-30)	
R a-C-O(CH ₂) ₃ -B P-R b	(a-31)	
R a-D-O(CH ₂) ₃ -B P-R b	(a-32)	
R a-T P-O(CH ₂) ₃ -B P-R b	(a-33)	40
R a-B-B-B P-R b	(a-34)	
R a-C-B-B P-R b	(a-35)	
R a-D-B-B P-R b	(a-36)	
R a-T P-B-B P-R b	(a-37)	
R a-S i-B-B P-R b	(a-38)	
R a-B-C-B P-R b	(a-39)	
R a-B-D-B P-R b	(a-40)	
R a-B-T P-B P-R b	(a-41)	
R a-C-C-B P-R b	(a-42)	
R a-C-D-B P-R b	(a-43)	50

$Ra-C-TP-BP-Rb$	$(a-44)$	
$Ra-D-C-BP-Rb$	$(a-45)$	
$Ra-TP-C-BP-Rb$	$(a-46)$	
$Ra-C-Si-BP-Rb$	$(a-47)$	
$Ra-Si-C-BP-Rb$	$(a-48)$	
$Ra-B-BP-B-Rb$	$(a-49)$	
$Ra-C-BP-B-Rb$	$(a-50)$	
$Ra-D-BP-B-Rb$	$(a-51)$	
$Ra-TP-BP-B-Rb$	$(a-52)$	
$Ra-C-BP-C-Rb$	$(a-53)$	10
$Ra-D-BP-C-Rb$	$(a-54)$	
$Ra-TP-BP-C-Rb$	$(a-55)$	
$Ra-Si-BP-C-Rb$	$(a-56)$	
$Ra-B-B-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-57)$	
$Ra-C-B-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-58)$	
$Ra-D-B-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-59)$	
$Ra-TP-B-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-60)$	
$Ra-Si-B-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-61)$	
$Ra-B-C-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-62)$	
$Ra-B-D-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-63)$	20
$Ra-B-TP-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-64)$	
$Ra-C-C-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-65)$	
$Ra-C-D-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-66)$	
$Ra-C-TP-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-67)$	
$Ra-D-C-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-68)$	
$Ra-TP-C-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-69)$	
$Ra-C-Si-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-70)$	
$Ra-Si-C-(CH_2)_2-BP-Rb$	$(a-71)$	
$Ra-B-B-(CH_2)_4-BP-Rb$	$(a-72)$	
$Ra-C-B-(CH_2)_4-BP-Rb$	$(a-73)$	30
$Ra-B-C-(CH_2)_4-BP-Rb$	$(a-74)$	
$Ra-C-C-(CH_2)_4-BP-Rb$	$(a-75)$	
$Ra-B-B-CH_2O-BP-Rb$	$(a-76)$	
$Ra-C-B-CH_2O-BP-Rb$	$(a-77)$	
$Ra-D-B-CH_2O-BP-Rb$	$(a-78)$	
$Ra-TP-B-CH_2O-BP-Rb$	$(a-79)$	
$Ra-Si-B-CH_2O-BP-Rb$	$(a-80)$	
$Ra-B-C-CH_2O-BP-Rb$	$(a-81)$	
$Ra-B-D-CH_2O-BP-Rb$	$(a-82)$	
$Ra-B-TP-CH_2O-BP-Rb$	$(a-83)$	40
$Ra-C-C-CH_2O-BP-Rb$	$(a-84)$	
$Ra-C-D-CH_2O-BP-Rb$	$(a-85)$	
$Ra-C-TP-CH_2O-BP-Rb$	$(a-86)$	
$Ra-D-C-CH_2O-BP-Rb$	$(a-87)$	
$Ra-TP-C-CH_2O-BP-Rb$	$(a-88)$	
$Ra-C-Si-CH_2O-BP-Rb$	$(a-89)$	
$Ra-Si-C-CH_2O-BP-Rb$	$(a-90)$	
$Ra-B-B-OCH_2-BP-Rb$	$(a-91)$	
$Ra-C-B-OCH_2-BP-Rb$	$(a-92)$	
$Ra-D-B-OCH_2-BP-Rb$	$(a-93)$	50

$R a - T P - B - O C H_2 - B P - R b$	(a-94)	
$R a - B - C - O C H_2 - B P - R b$	(a-95)	
$R a - B - D - O C H_2 - B P - R b$	(a-96)	
$R a - B - T P - O C H_2 - B P - R b$	(a-97)	
$R a - C - C - O C H_2 - B P - R b$	(a-98)	
$R a - C - D - O C H_2 - B P - R b$	(a-99)	
$R a - C - T P - O C H_2 - B P - R b$	(a-100)	
$R a - D - C - O C H_2 - B P - R b$	(a-101)	
$R a - T P - C - O C H_2 - B P - R b$	(a-102)	
$R a - B - (C H_2)_2 - B - B P - R b$	(a-103)	10
$R a - C - (C H_2)_2 - B - B P - R b$	(a-104)	
$R a - D - (C H_2)_2 - B - B P - R b$	(a-105)	
$R a - T P - (C H_2)_2 - B - B P - R b$	(a-106)	
$R a - S i - (C H_2)_2 - B - B P - R b$	(a-107)	
$R a - B - (C H_2)_2 - C - B P - R b$	(a-108)	
$R a - B - (C H_2)_2 - D - B P - R b$	(a-109)	
$R a - B - (C H_2)_2 - T P - B P - R b$	(a-110)	
$R a - C - (C H_2)_2 - C - B P - R b$	(a-111)	
$R a - C - (C H_2)_2 - D - B P - R b$	(a-112)	
$R a - C - (C H_2)_2 - T P - B P - R b$	(a-113)	20
$R a - D - (C H_2)_2 - C - B P - R b$	(a-114)	
$R a - T P - (C H_2)_2 - C - B P - R b$	(a-115)	
$R a - C - (C H_2)_2 - S i - B P - R b$	(a-116)	
$R a - S i - (C H_2)_2 - C - B P - R b$	(a-117)	
$R a - B - (C H_2)_4 - B - B P - R b$	(a-118)	
$R a - C - (C H_2)_4 - B - B P - R b$	(a-119)	
$R a - B - (C H_2)_4 - C - B P - R b$	(a-120)	
$R a - C - (C H_2)_4 - C - B P - R b$	(a-121)	
$R a - B - C H_2 O - B - B P - R b$	(a-122)	
$R a - C - C H_2 O - B - B P - R b$	(a-123)	30
$R a - D - C H_2 O - B - B P - R b$	(a-124)	
$R a - T P - C H_2 O - B - B P - R b$	(a-125)	
$R a - S i - C H_2 O - B - B P - R b$	(a-126)	
$R a - B - C H_2 O - C - B P - R b$	(a-127)	
$R a - C - C H_2 O - C - B P - R b$	(a-128)	
$R a - C - C H_2 O - D - B P - R b$	(a-129)	
$R a - C - C H_2 O - T P - B P - R b$	(a-130)	
$R a - D - C H_2 O - C - B P - R b$	(a-131)	
$R a - T P - C H_2 O - C - B P - R b$	(a-132)	
$R a - S i - C H_2 O - C - B P - R b$	(a-133)	40
$R a - B - O C H_2 - B - B P - R b$	(a-134)	
$R a - C - O C H_2 - B - B P - R b$	(a-135)	
$R a - D - O C H_2 - B - B P - R b$	(a-136)	
$R a - T P - O C H_2 - B - B P - R b$	(a-137)	
$R a - B - O C H_2 - C - B P - R b$	(a-138)	
$R a - B - O C H_2 - D - B P - R b$	(a-139)	
$R a - B - O C H_2 - T P - B P - R b$	(a-140)	
$R a - C - O C H_2 - C - B P - R b$	(a-141)	
$R a - C - O C H_2 - D - B P - R b$	(a-142)	
$R a - C - O C H_2 - T P - B P - R b$	(a-143)	50



10

(a-1) ~ (a-153) で示される化合物はいずれも好ましい特性を示すものであるが、これらの一群の中で特に好ましい特性を示すものとして (a-1) ~ (a-10)、(a-16) ~ (a-22)、(a-26) ~ (a-29)、(a-34) ~ (a-38)、(a-42) ~ (a-53)、(a-56) ~ (a-61)、(a-65) ~ (a-71)、(a-76) ~ (a-80)、(a-84) ~ (a-91)、(a-103) ~ (a-107)、(a-111) ~ (a-117)、(a-122) ~ (a-126)、(a-128)、(a-133)、(a-134) および (a-138) ~ (a-140) を示すことができる。

式中、Ra および Rb は炭素数 1 ~ 20 の直鎖または分岐アルキル基であるが、具体的には直鎖アルキル基としてはメチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、デシル、ペンタデシル、イコシル等を、また分岐アルキル基としてはイソプロピル、sec-ブチル、tert-ブチル、2-メチルブチル、イソペンチル、イソヘキシル、3-エチルオクチル、3, 8-ジメチルテトラデシル、5-エチル-5-メチルノナデシル等を例示することができる。なお、分岐アルキル基は光学活性を示すものであってもよく、そのような化合物はキラルドーパ剤として有用である。

20

これらのアルキル基中の相隣接しない任意のメチレン基は酸素原子で置換されていてもよく、具体的には、メトキシ、エトキシ、プロポキシ、ブトキシ、ペンチルオキシおよびノニルオキシ等のアルコキシ基、メトキシメチル、メトキシエチル、メトキシプロピル、メトキシブチル、メトキシペンチル、メトキシオクチル、エトキシメチル、エトキシエチル、エトキシプロピル、エトキシヘキシル、プロポキシメチル、プロポキシエチル、プロポキシプロピル、プロポキシペンチル、ブトキシメチル、ブトキシエチル、ブトキシブチル、ペンチルオキシメチル、ペンチルオキシブチル、ヘキシルオキシメチル、ヘキシルオキシエチル、ヘキシルオキシプロピル、ヘプチルオキシメチルおよびオクチルオキシメチル等のアルコキシアルキル基等を例示することができる。

30

また、これらの基中の水素原子はハロゲン原子で置換されていてもよく、具体的にはフルオロメチル、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、2-フルオロエチル、1, 2-ジフルオロエチル、1, 1, 2, 2-テトラフルオロエチル、2-ブロモ-1, 2-ジフルオロエチル、3-フルオロプロピル、1, 2, 3, 3-テトラフルオロプロピル、1, 1, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロピル、1, 1, 2, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロピル、3-フルオロブチル、4-フルオロブチル、1, 1, 2, 4-テトラフルオロブチル、3-フルオロペンチル、5-フルオロペンチル、2, 3, 3, 4, 5-ペンタフルオロペンチル、6-フルオロヘキシル、2, 3, 4, 6-テトラフルオロヘキシル、7-フルオロヘプチル、8, 8-ジフルオロオクチル等のハロゲン置換アルキル基、ジフルオロメトキシ、トリフルオロメトキシ、1, 1-ジフルオロエトキシ、2, 2-ジフルオロエトキシ、2, 2, 2-トリフルオロエトキシ、1, 1, 2, 2-テトラフルオロエトキシ、ペルフルオロエトキシ、1, 1, 2, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロポキシ、ペルフルオロプロポキシ等のハロゲン置換アルコキシ基等を例示することができるが、好ましくは、直鎖アルキル基、分岐アルキル基、直鎖アルコキシ基、分岐アルコキシ基、直鎖ハロゲン置換アルキル基および直鎖ハロゲン置換アルコキシ基であり、より好ましくは、直鎖アルキル基、分岐アルキル基、直鎖アルコキシ基および分岐アルコキシ基である。

40

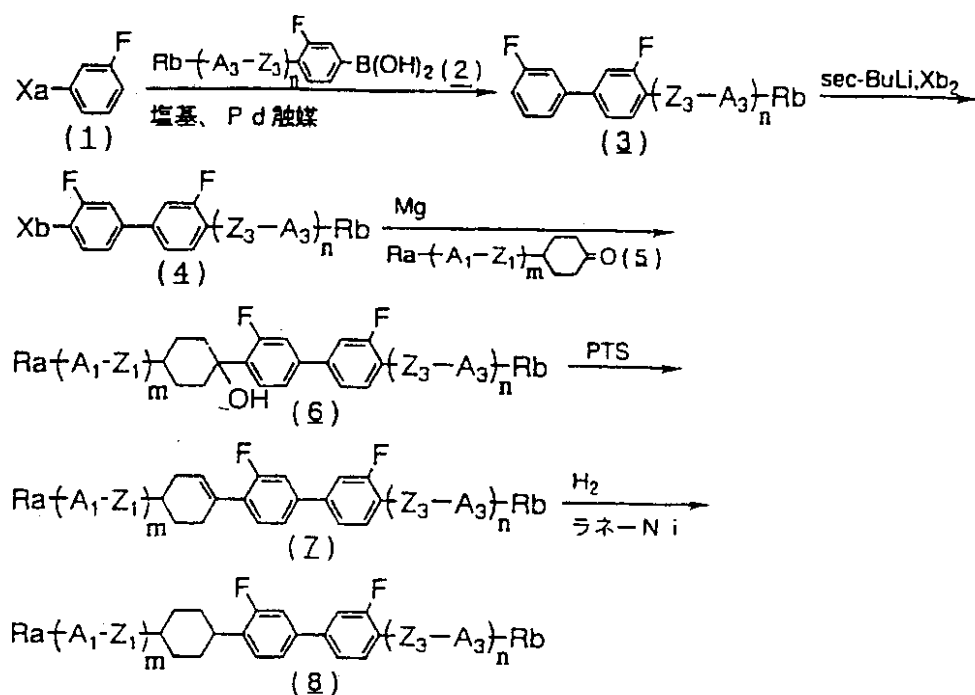
50

A_1 、 A_2 および A_3 はトランス-1, 4-シクロヘキシレン、1, 3-ジオキサン-2, 5-ジイル、1, 4-ジオキサン-2, 5-ジイル、テトラヒドロピラン-2, 5-ジイル、1-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイル、4-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイルまたは1つ以上の水素原子がフッ素原子で置換されてもよい1, 4-フェニレンであるが、粘性等の点からトランス-1, 4-シクロヘキシレン、1-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイル、4-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイルまたは1つ以上の水素原子がフッ素原子で置換されてもよい1, 4-フェニレンが好ましく、より好ましくは1-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイル、4-シラシクロヘキサン-1, 4-ジイルはトランス型である。

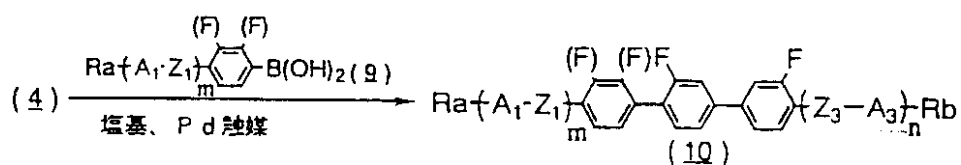
Z_1 、 Z_2 および Z_3 は $-(CH_2)_2-$ 、 $-(CH_2)_4-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-(CH_2)_3O-$ および単有結合からなる群から選択されるが、粘性等の点から $-(CH_2)_2-$ 、 $-CH_2O-$ または単結合であるものが好ましい。

10

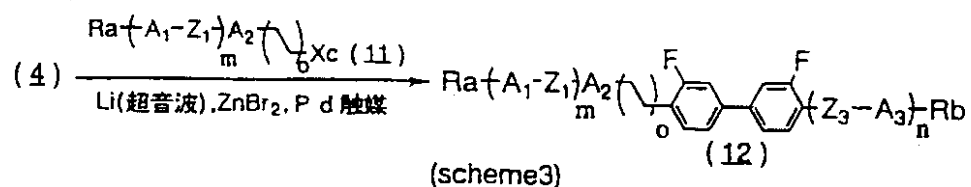
本発明の一般式(1)で表される3, 3'-ジフルオロビフェニル誘導体は、公知の一般的な有機合成法によって製造することができるが、例えば以下のような方法で簡便に製造することができる。



(scheme1)



(scheme2)

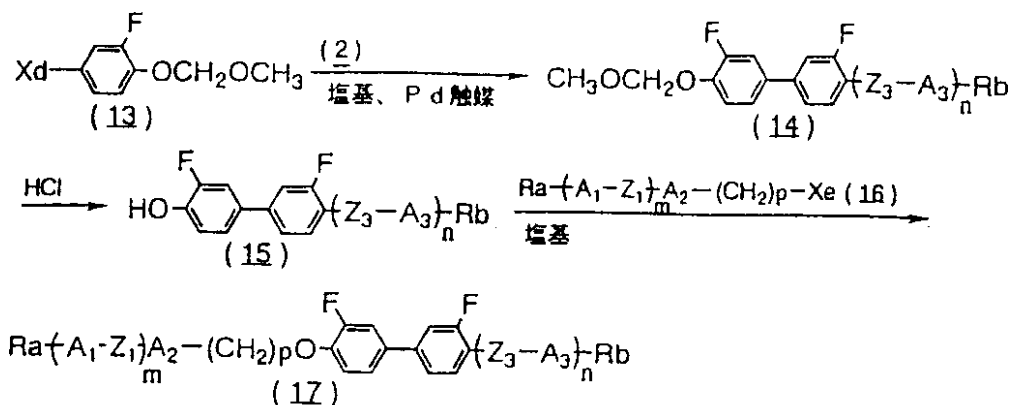


(scheme3)

10

20

30



(scheme4)

(式中、Ra、Rb、 $\text{A}_1 \sim \text{A}_3$ 、 Z_1 、 Z_3 、mおよびnは前記と同様の意味を示し、Xa～Xeはハロゲン原子を示し、oは1または2を示し、pは1または3を示し、ベンゼン環上の水素原子はカッコ内の原子で置換されていてもよいことを示す。)

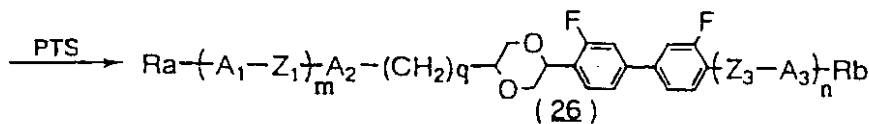
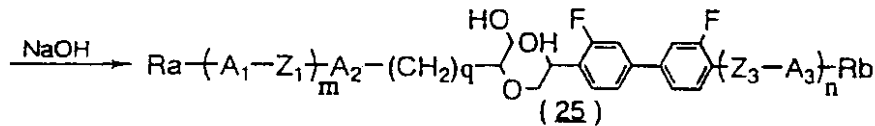
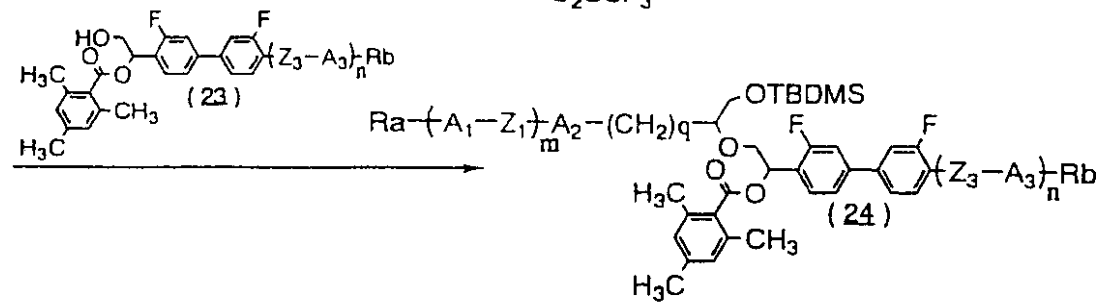
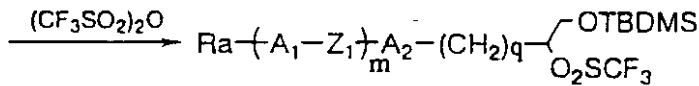
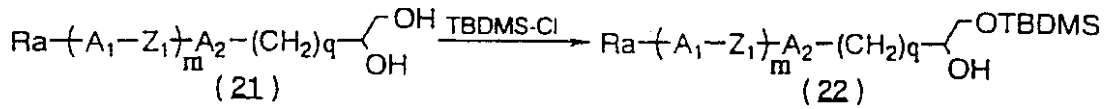
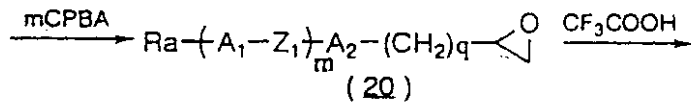
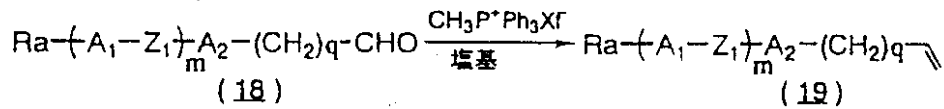
すなわち、scheme 1に示したごとく、トルエンあるいはキシレン等とエタノール等のアルコール類および水の混合溶媒中、 K_2CO_3 あるいは Na_2CO_3 等の塩基および炭素担持パラジウム(Pd-C)、 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$ 、 $\text{PdCl}_2(\text{PPh}_3)_2$ 等の触媒存在下、化合物(1)と化合物(2)を反応(M. HIRD等、リキッド クリスタルズ、18(1), 1(1995))させて化合物(3)とした後、sec-ブチルリチウム等のリチウム化合物、次いでハロゲン分子(特に臭素またはヨウ素)と反応させて化合物(4)を得る。化合物(4)とマグネシウムから調製したGrignard試薬(あるいは、n-ブチルリチウム等から調製したリチウム化合物)と化合物(5)を反応させて化合物(6)を得る。次いでp-トルエンスルホン酸(PTS)等の酸触媒存在下、脱水反応を行った後、ラネーNiまたはPd-C等の触媒存在下、水素添加して本発明の化合物(8)を製造することができる。

scheme 2に示したごとく、化合物(1)および化合物(2)に代えてそれぞれ化合物(4)および化合物(9)を用いる以外scheme 1と同様の方法により本発明化合物例の(10)を製造することができる

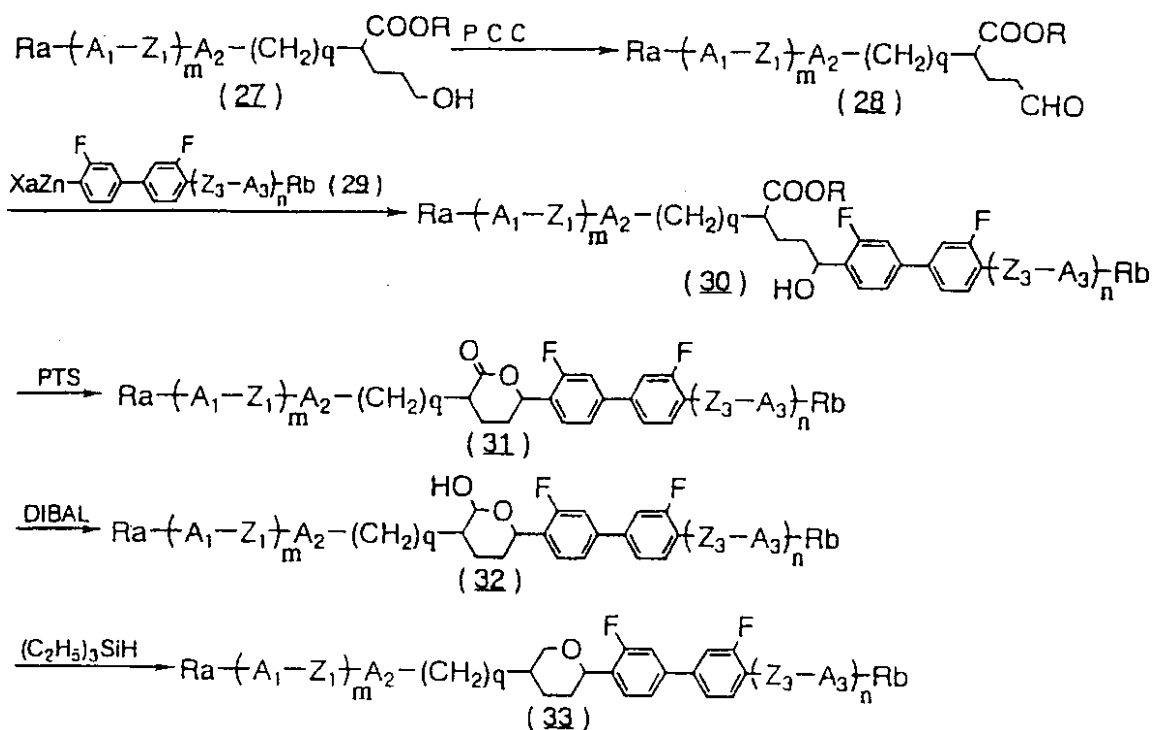
scheme 3に示したごとく、化合物(11)をリチオ化した後、 ZnBr_2 等の亜鉛化合物と反応させ、次いで化合物(4)と反応(林等、ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー、106, 158(1984))させることにより本発明の化合物(12)を製造することができる。

scheme 4に示したごとく、化合物(1)に代えて化合物(13)を用いる以外scheme 1と同様の方法により化合物(14)とした後、脱保護して化合物(15)を得る。次いで、化合物(15)と化合物(16)をナトリウムアミド(J. B. ライト等、ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー、70, 3098(1948))、炭酸カリウム(W. T. オルソン等、ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー、69, 2451(1947))、トリエチルアミン(R. L. Merker等、ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー、26, 5180(1961))、水酸化ナトリウム(C. Wilkins, シンセシス、1973, 156)、水酸化カリウム(J. Rebeck等、ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー、44, 1485(1979))、水酸化バリウム(カワベ等、ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー、37, 4210(1972))または水素化ナトリウム(C. J. Stark, テトラヘドロン レターズ、22, 2089(1981))、K. タカイ等、テトラヘドロン レターズ、21, 1657(1980))等の塩基の存在下、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、1, 2-ジメトキシエタン、テトラヒドロフラン、ヘキサメチルリン酸トリアミドまたはトルエン等の溶媒中で反応させることにより本発明の化合物(17)を製造することができる。

一般式 (1) において、R a および R b 中に -O- を含む化合物も同様の方法で製造することができる。



(scheme5)



(scheme6)

(式中、R a、R b、A₁~A₃、Z₁、Z₃、m、およびnは前記と同様の意味を示し、X aおよびX f⁻はハロゲン原子を示し、qは2または4を示し、Rはアルキル基を示す。)

scheme 5に示したごとく、化合物(18)とメチルトリフェニルホスホニウムハライドからWittig反応(オーガニック リアクションズ、第14巻、第3章)を行って化合物(19)とし、過酢酸(D. Swern等、ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー、68, 1504(1946))、過安息香酸(J. Grigor等、ジャーナル オブ ザ ケミカル ソサイエティー、2333, (1954))、トリフルオロ過酢酸(E. J. Corey等、ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー、101, 5841(1979))、m-クロロ過安息香酸(mCPBA)(A. G. Hortmann等、ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー、35, 4920(1970)、M. Sworin等、ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー、111, 1815(1989))等の過酸化物により化合物(20)とする。

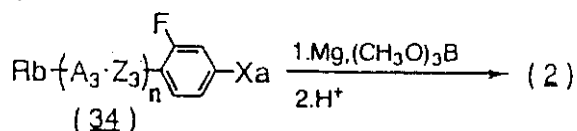
次いでトリフルオロ酢酸(A. C. Cope等、ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー、85, 3752(1963))、トリクロロ酢酸(G. Bertini等、テトラヘドロン レターズ、3421, (1965))、トリニトロベンゼンスルホン酸(M. A. Khuddus等、ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー、95, 8393(1973))等で加水分解して化合物(21)とした後、tert-ブチルジメチルシリルクロリド(TBDMS-Cl)(K. K. Ogilvie等、テトラヘドロン レターズ、317(1973)、S. K. Chaudhary等、テトラヘドロン レターズ、99, (1979))等で保護し、トリフルオロメタンスルホン酸エステル(T. Gramstad等、ジャーナル オブ ケミカル ソサイエティー、4069(1957))、スルホン酸エステル(小倉等、ブルティン オブ ザ ケミカル ソサイエティー オブ ジャパン、56, 1257(1983))またはシュウ酸エステル(E. E. Smisman等、ザ ジャーナル オブ オーガニック ケミストリー、37, 3944(1972))等に誘導し、化合物(23)と反応を行い化合物(24)とする。次いで、脱保護(I. J. Bolton等、ジャーナル オブ ザ ケミカル ソサイエティー、2944(1971))し、PTS等の酸触媒存在下、

脱水反応を行うことにより本発明の化合物 (26) を製造することができる。

scheme 6 に示したごとく、化合物 (27) をクロクロム酸ピリジニウム (PCC) (G. Melvin 等, ジャーナル オブ ザ ケミカル ソサイエティー パーキン
トランスアクション, 1, 599 (1981) または二クロム酸ピリジニウム等の酸化
剤で酸化した後、化合物 (29) と反応させて化合物 (30) を得る。塩酸、硫酸等の鉱
酸または P.T.S. (W. J. Johnson 等, ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミ
カル ソサイエティー, 83, 606 (1961)) 等の酸触媒存在下、脱水して化合物
(31) を得る。次いで、水素化ジイソブチルアルミニウム (DIBAL) (E. J. C
orey 等, ジャーナル オブ ジ アメリカン ケミカル ソサイエティー, 91, 5
675 (1969)) または水素化ビス (2-メトキシエトキシ) アルミニウムナトリウ
ム (トコロヤマ等, テトラヘドロン レターズ, 36, 3377 (1980)) 等の還元
剤で還元して化合物 (32) を得る。さらに化合物 (32) をトリエチルシラン (G. A
. Kraus 等, ジャーナル オブ ザ ケミカル ソサイエティー ケミカル コミュ
ニケーションズ, 1568 (1986)) 等のヒドロシランで還元することによって本発
明の化合物 (33) を製造することができる。

また、一般式 (1) 中にシラシクロヘキサン環を含む化合物は、特開平 7-70148、
特開平 7-112990、特開平 7-173176 および特開平 7-252273 等で開
示されている方法に従って、容易に製造することができる。

原料であるジヒドロキシボラン誘導体 (2) および (9) も公知の一般的な有機合成法に
よって製造することができるが、例えば以下のような方法で簡便に製造することができ
る。



(scheme7)

(式中、Rb、A₃、Z₃、n および Xa は前記と同様の意味を示す。)

すなわち、scheme 7 に示したごとく、化合物 (34) とマグネシウムから調製した
グリニャール試薬とトリメトキシボランまたはトリイソプロピルオキシボラン等のトリアル
コキシボランとを反応させた後、塩酸等で加水分解することによって (2) を製造する
ことができる。

上述の反応は全て公知のものであるが、必要によりさらに他の既知反応を使用できるこ
とは言うまでもない。

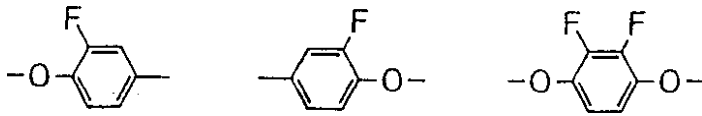
このようにして得られる本発明の液晶性化合物は、極めて高い電圧保持率および低いしき
い値電圧を有し、それらの温度依存性が極めて小さく、スメクチック相を示しにくい上、
種々の液晶材料と容易に混合し、低温下でも溶解性が良好である。

また、これらの本発明液晶性化合物は、液晶表示素子が通常使用される条件下において物
理的および化学的に十分安定であり、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。

本発明の化合物は、TN、STN および TFT 用の液晶組成物においても、その構成成分
として好適に使用することができる。

一般式 (1) で表される化合物のうち、3 個の六員環を有する化合物は高い等方相転移温
度と比較的低い粘性を示し、4 個の六員環を有する化合物は格別に高い等方相転移温度と
やや大きな粘性を示す。分子内にシクロヘキサン環、ジオキサン環、テトラヒドロピラン
環またはシラシクロヘキサン環を有する化合物は小さな屈折率異方性値を示し、シクロヘ
キサン環、シラシクロヘキサン環またはベンゼン環を有する化合物は低粘性を示し、ベン
ゼン環を有する化合物は比較的大きな屈折率異方性値を示す。

また、以下の部分構造を有する化合物は、特に大きな負の誘電率異方性値を示す。



環構造中の水素原子をフッ素原子に置換することによって、より大きな誘電率異方性値をとることが可能であり、同時に相溶性も改善され得る。

さらに、本発明化合物中の原子が、その同位体で置換された化合物も同様の特性を示すことから好ましいものといえる。

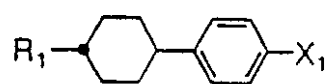
これらのことから環、側鎖、置換基および結合基を適当に選択することにより所望の物性を有する新たな液晶性化合物を得ることができる。

以下、本発明の液晶組成物に関して説明する。本発明に係る液晶組成物は、一般式（１）で表される化合物の少なくとも１種を０．１～９９．９重量％の割合で含有することが、優良な特性を発現せしめるために好ましく、より好ましくはその割合は１～５０重量％の範囲である。

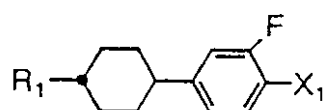
10

さらに詳しくは、本発明で提供される液晶組成物は、一般式（１）で表される化合物を少なくとも１種含有する第一成分に加え、一般式（２）～（１２）で表される化合物群から液晶組成物の目的に応じて選択される化合物を混合することにより完成する。

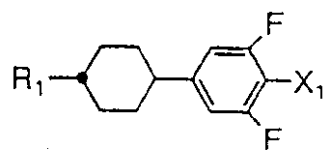
本発明の液晶組成物に用いられる一般式（２）～（４）で表される化合物の好ましい例として以下の化合物を挙げることができる。



(2-1)

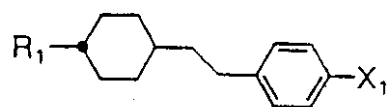


(2-2)

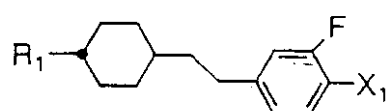


(2-3)

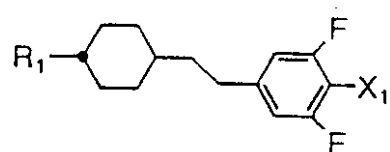
10



(2-4)

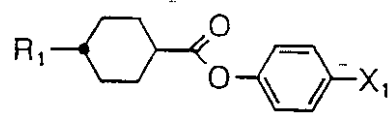


(2-5)

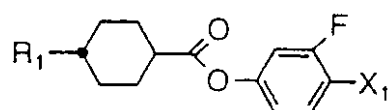


(2-6)

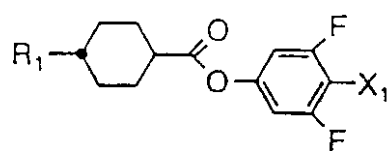
20



(2-7)

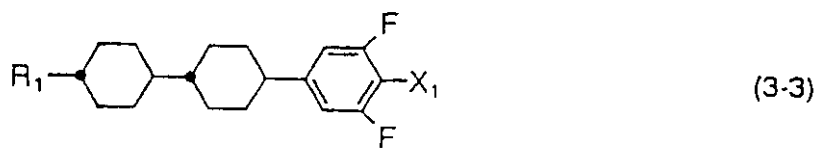
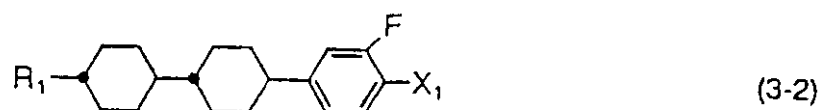
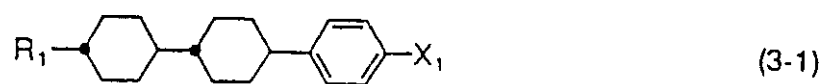


(2-8)

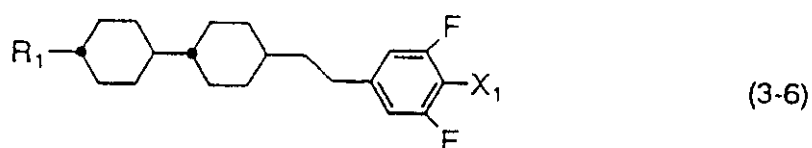
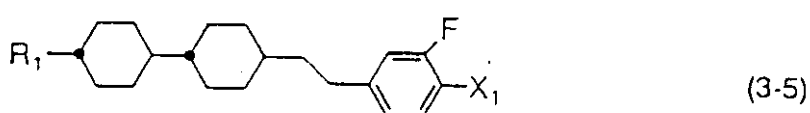
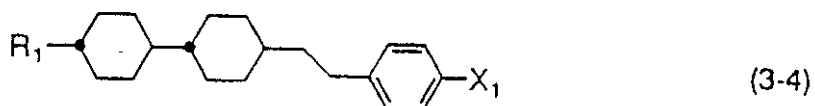


(2-9)

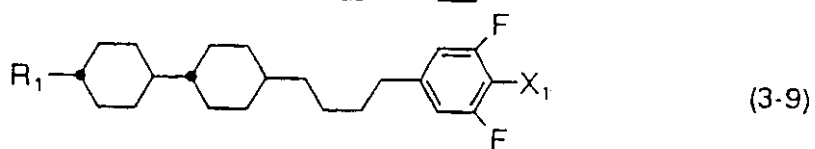
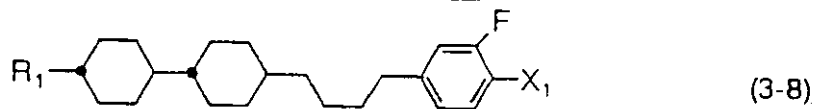
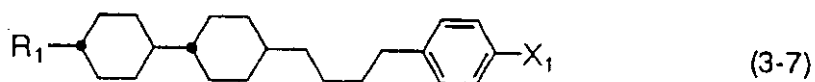
30



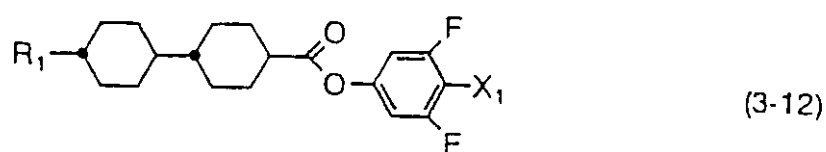
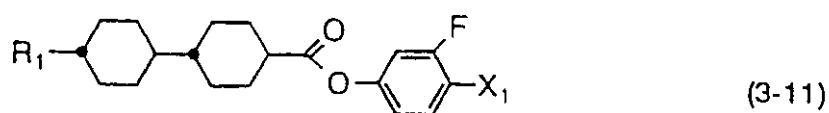
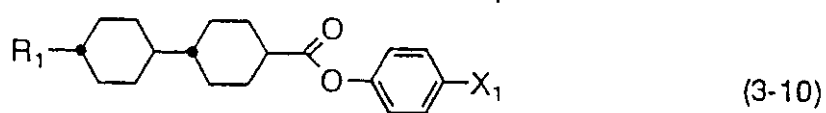
10



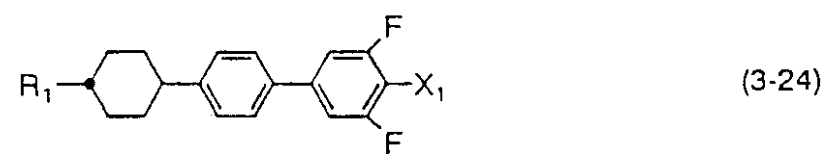
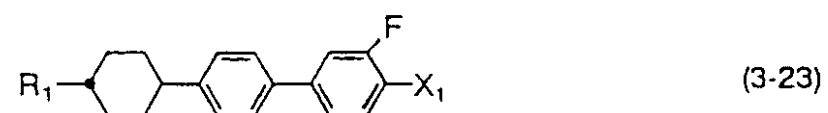
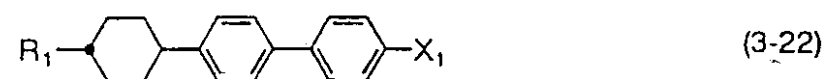
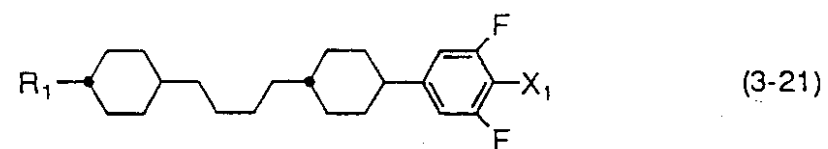
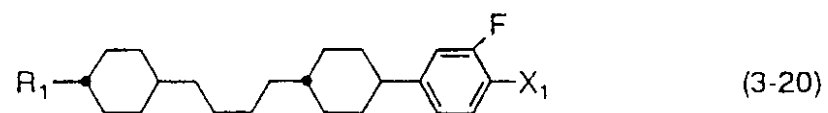
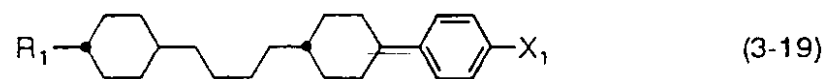
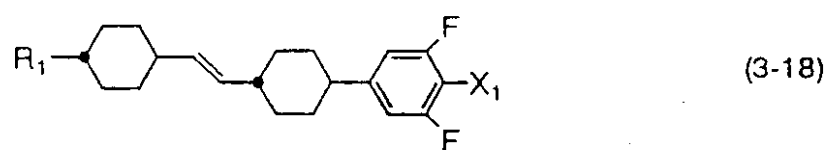
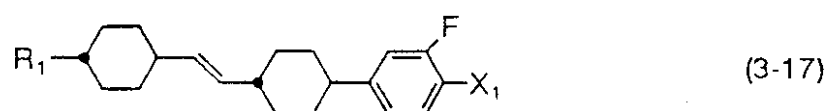
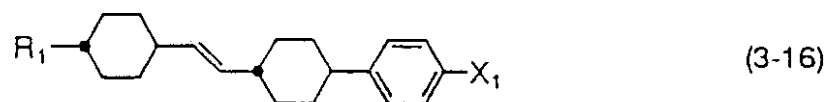
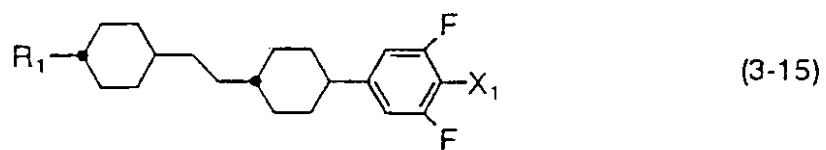
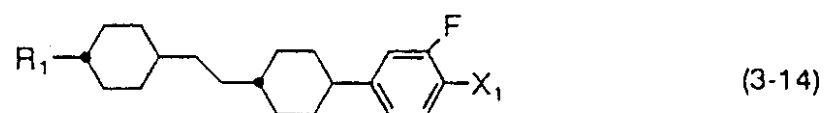
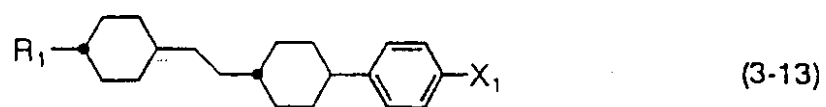
20



30



40

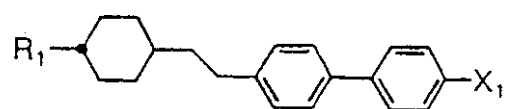


10

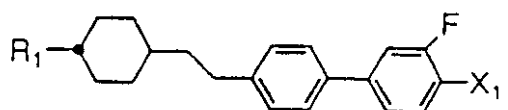
20

30

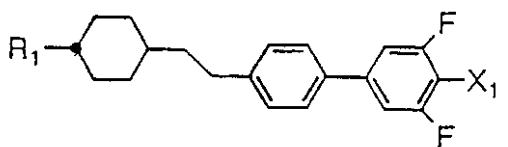
40



(3-25)

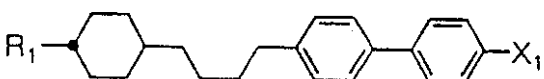


(3-26)

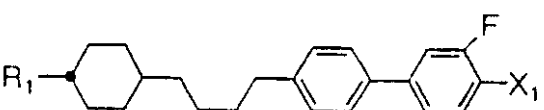


(3-27)

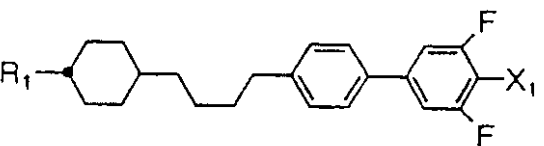
10



(3-28)

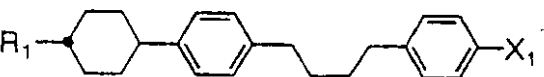


(3-29)

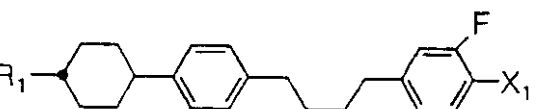


(3-30)

20

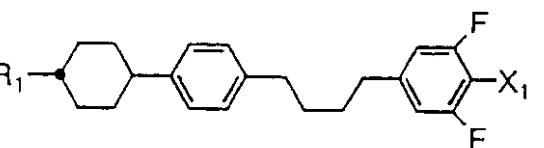


(3-31)

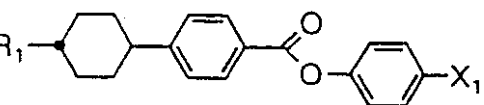


(3-32)

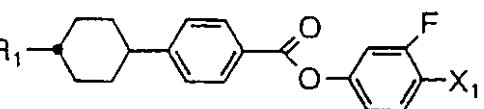
30



(3-33)

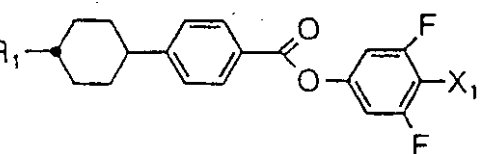


(3-34)

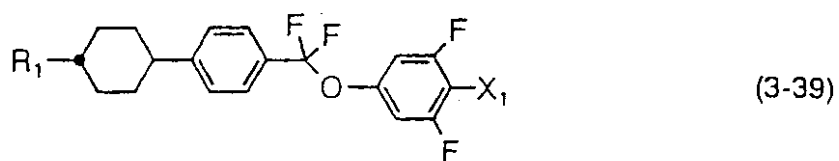
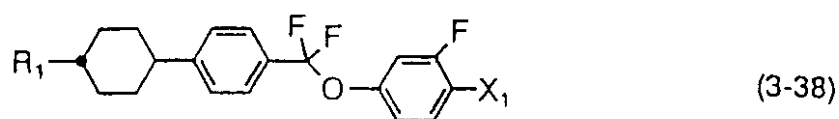
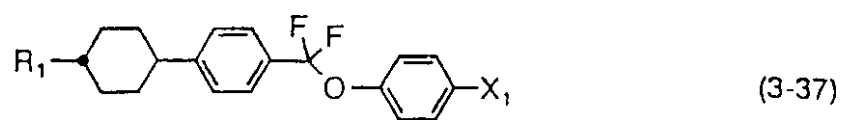


(3-35)

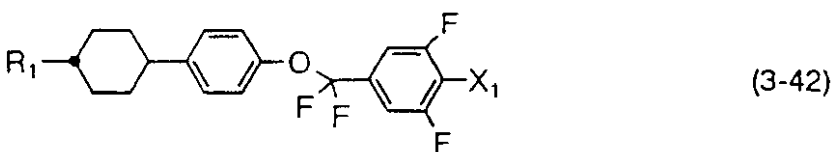
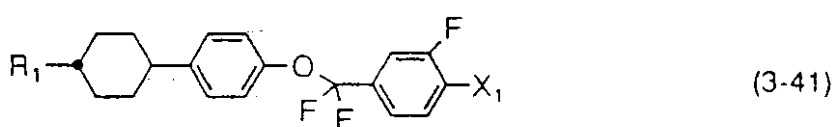
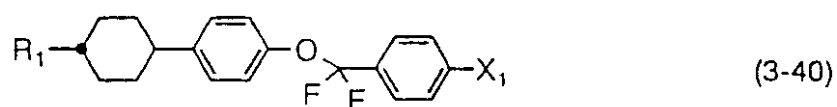
40



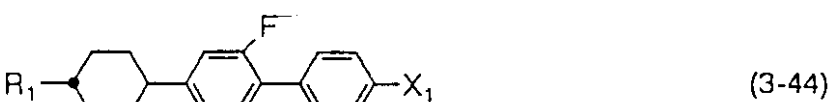
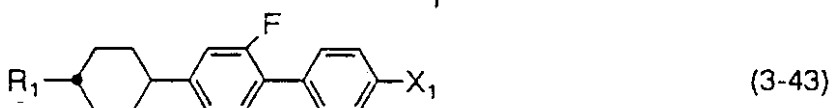
(3-36)



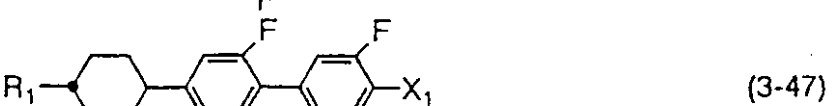
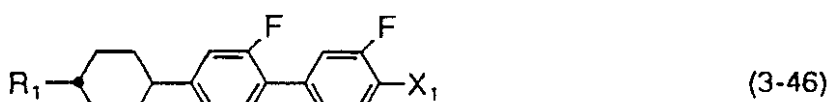
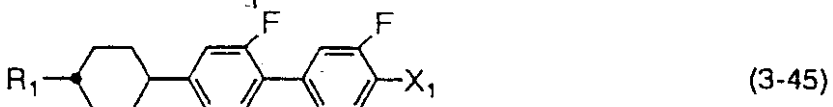
10



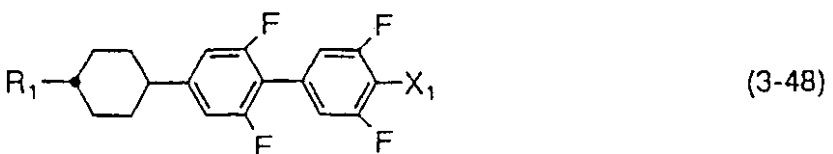
20

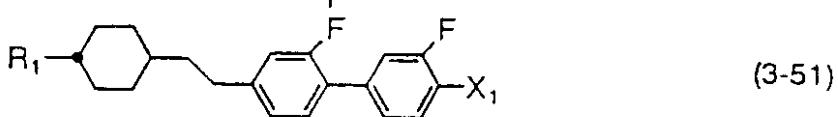
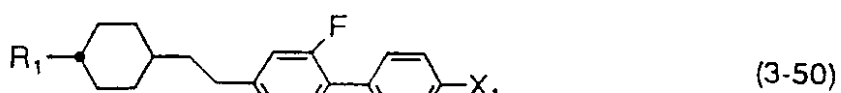
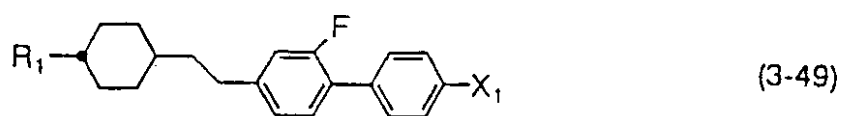


30

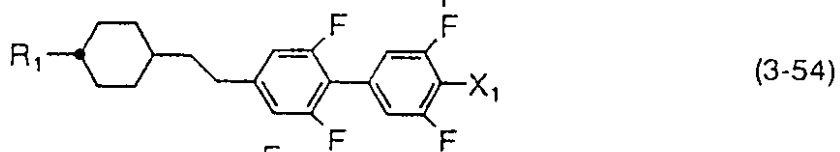
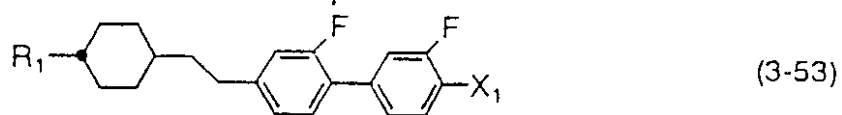
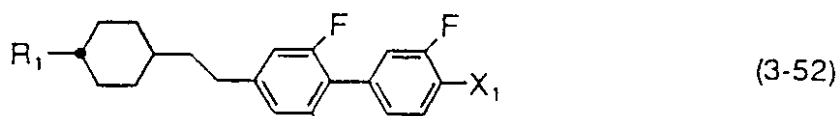


40

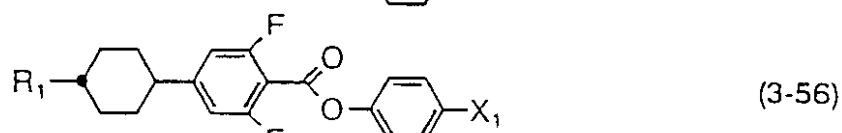
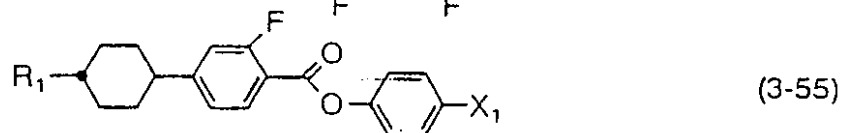




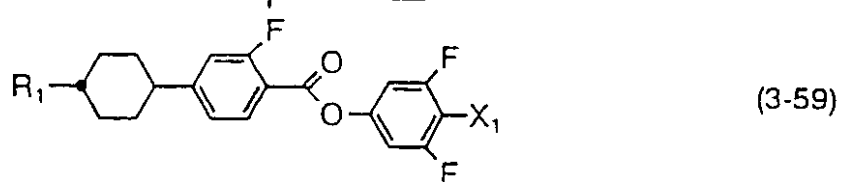
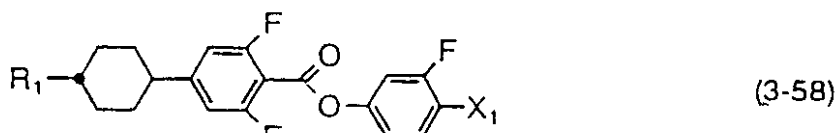
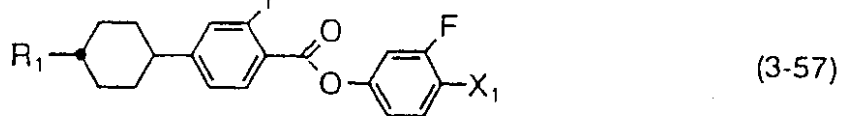
10



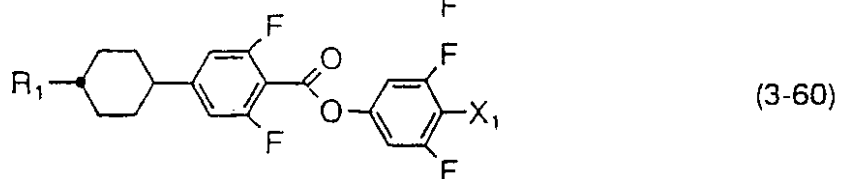
20

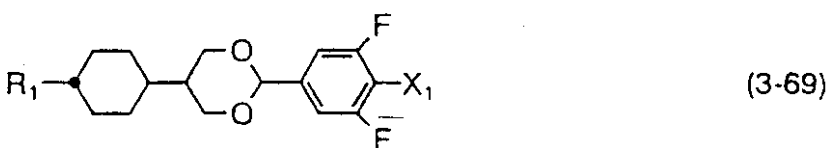
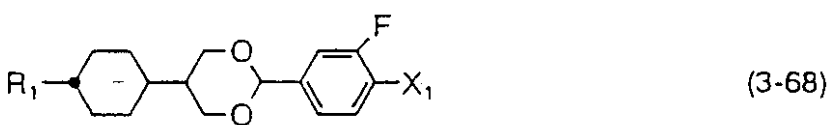
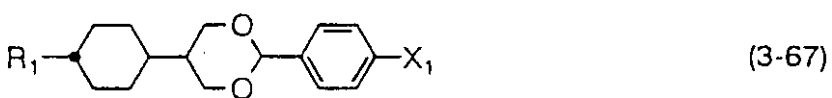
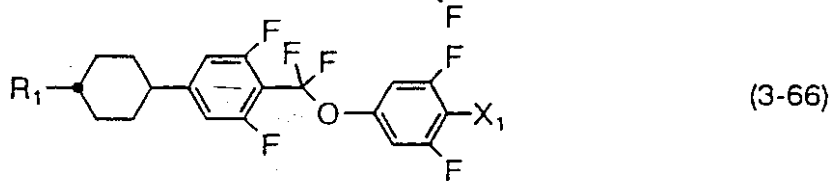
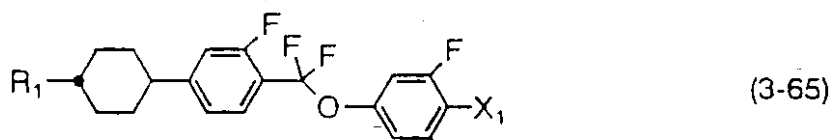
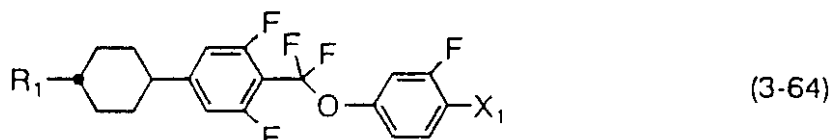
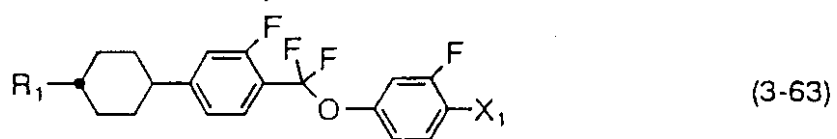
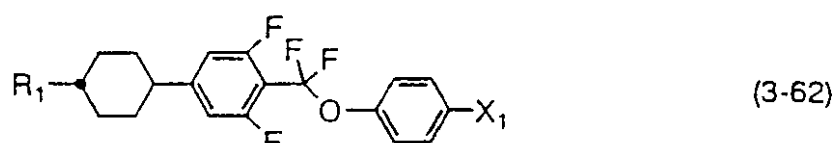
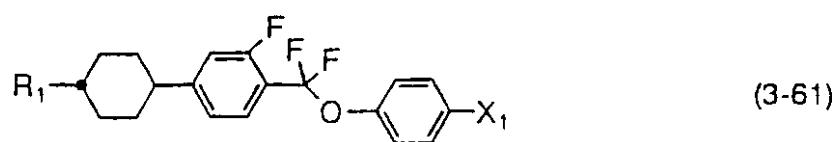


30



40

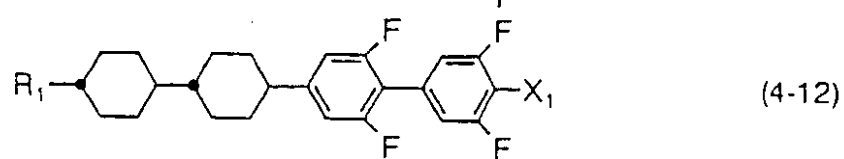
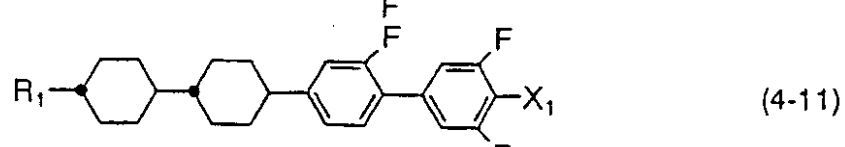
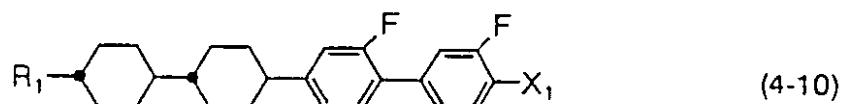
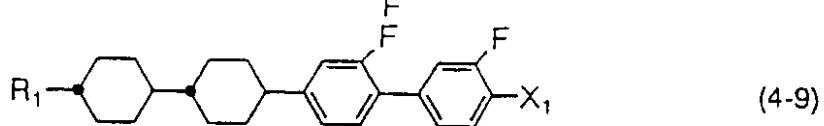
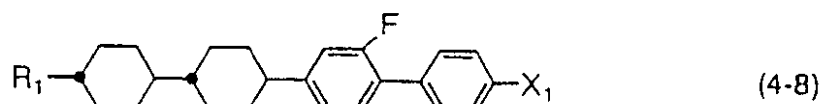
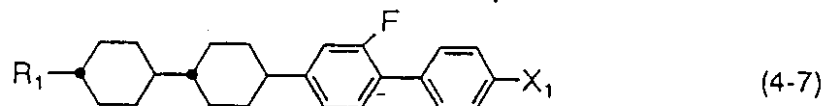
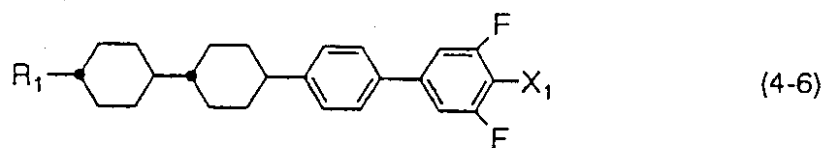
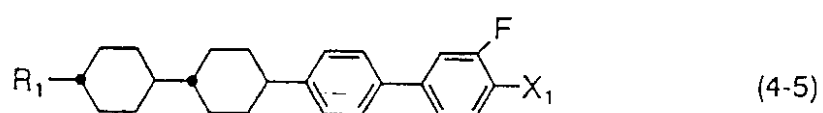
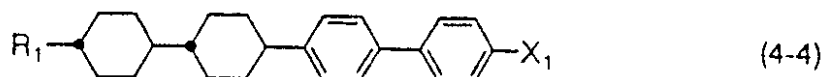
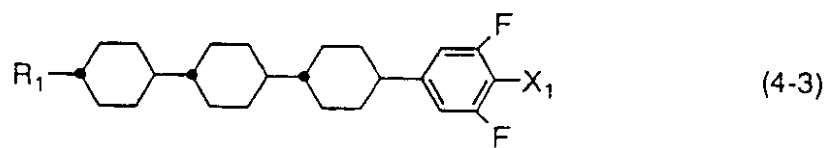
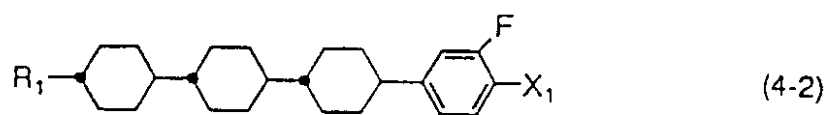
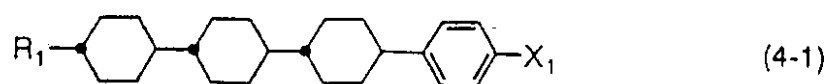




10

20

30

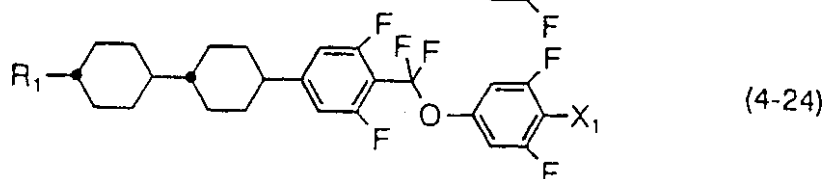
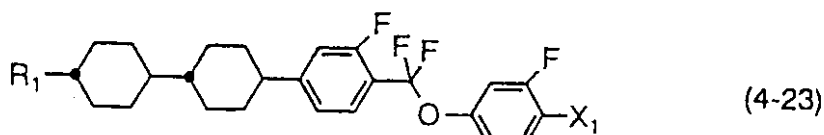
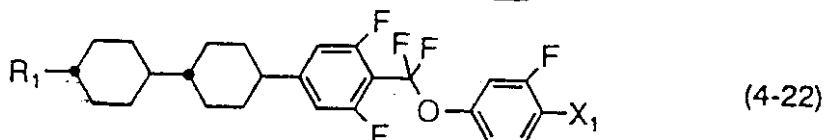
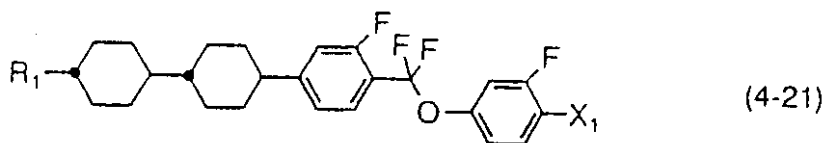
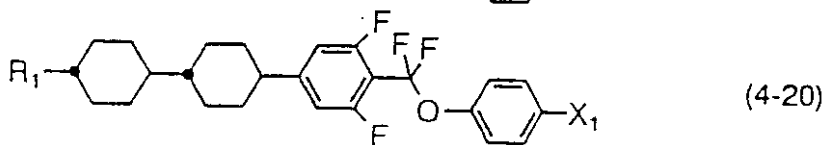
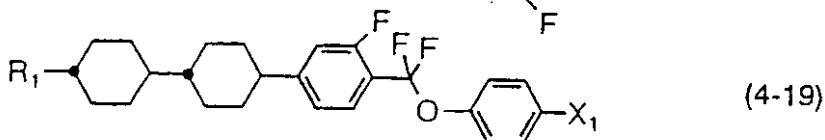
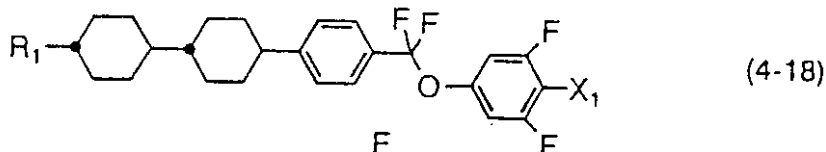
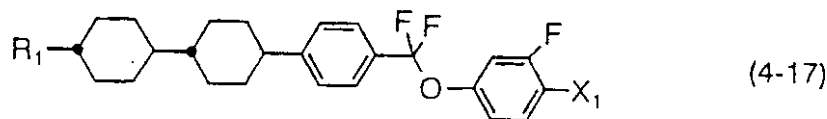
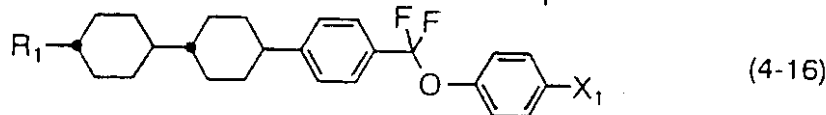
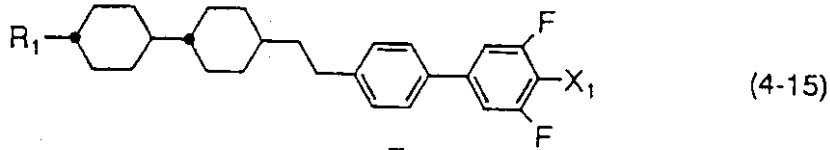
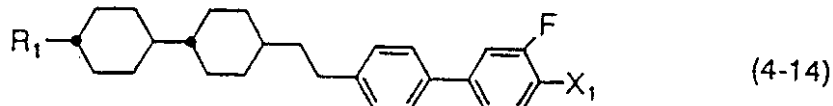
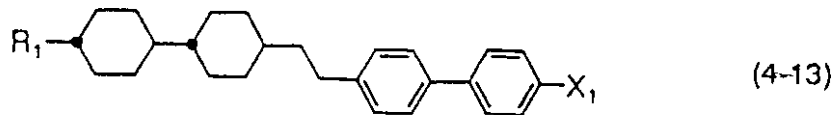


10

20

30

40



(式中、 R_1 および X_1 は前記と同様の意味を示す。)

一般式(2)~(4)で表される化合物は誘電率異方性値が正の化合物であり、熱的安定性や化学的安定性が非常に優れており、特に電圧保持率の高い、あるいは比抵抗値の大きいといった高信頼性が要求されるTF-T用の液晶組成物を調製する場合に、極めて有用な化合物である。

10

20

30

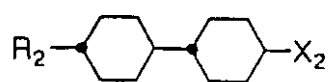
40

50

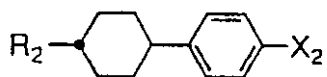
T F T用の液晶組成物を調製する場合、一般式(2)～(4)で表される化合物の使用量は、液晶組成物の全重量に対して0.1～99.9重量%の範囲で利用できるが、好ましくは10～97重量%、より好ましくは40～95重量%である。また、一般式(7)～(9)で表される化合物を、粘度調整の目的でさらに含有してもよい。

S T NまたはT N用の液晶組成物を調製する場合も一般式(2)～(4)で表される化合物を使用することができるが、50重量%以下の使用量が好ましい。

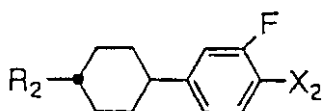
本発明の液晶組成物に用いられる一般式(5)および(6)で表される化合物の好ましい例として以下の化合物を挙げることができる。



(5-1)

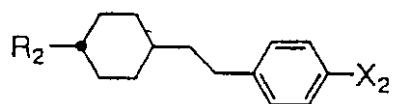


(5-2)

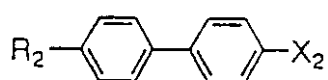


(5-3)

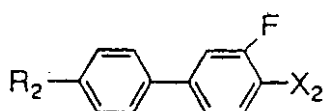
10



(5-4)

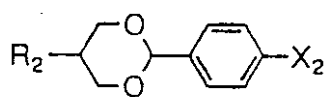


(5-5)

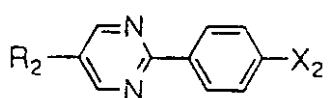


(5-6)

20

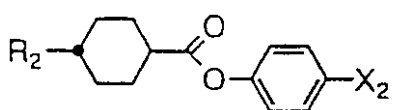


(5-7)

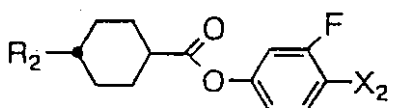


(5-8)

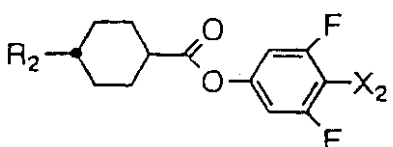
30



(5-9)

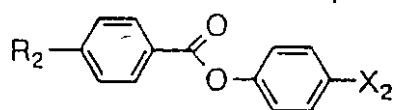


(5-10)

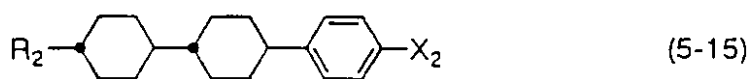
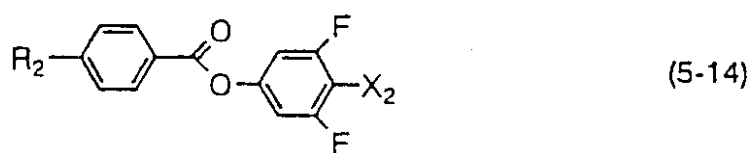
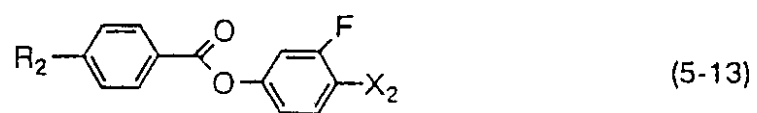


(5-11)

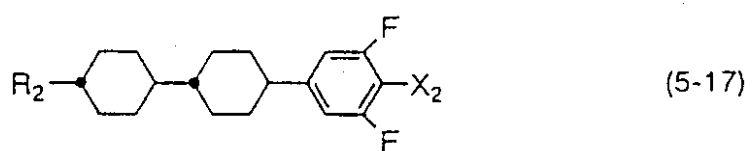
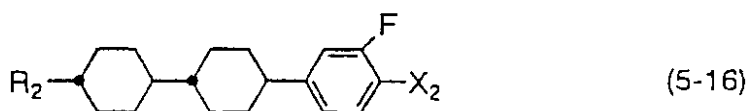
40



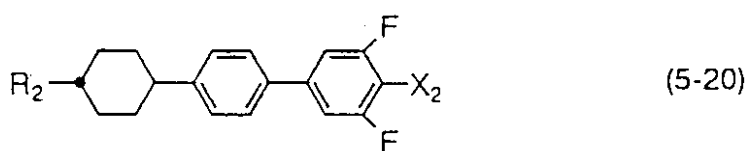
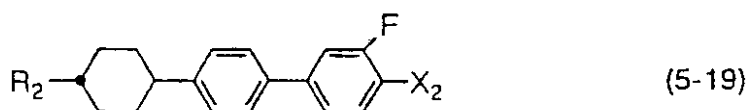
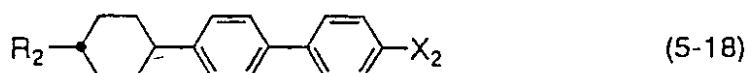
(5-12)



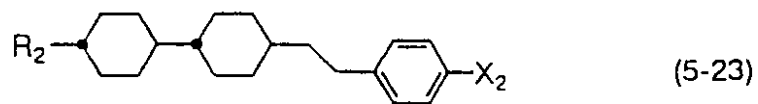
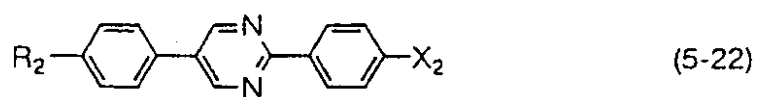
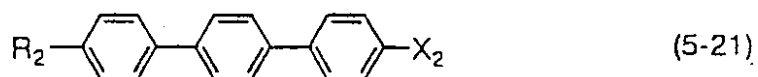
10



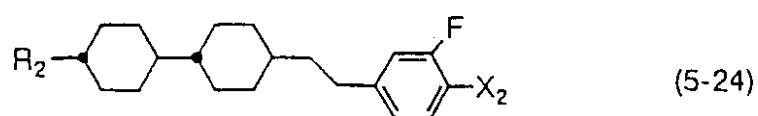
20

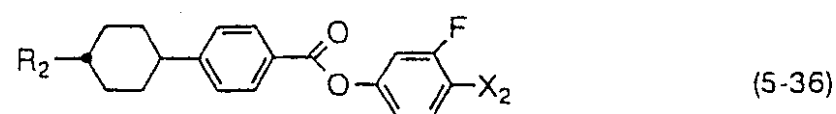
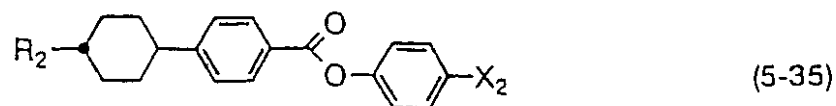
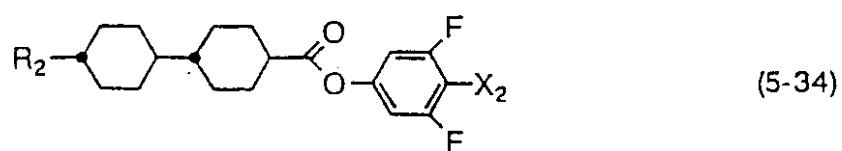
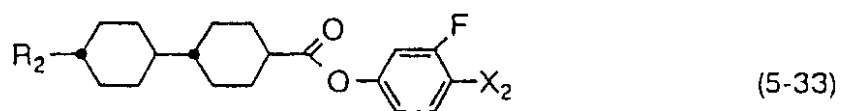
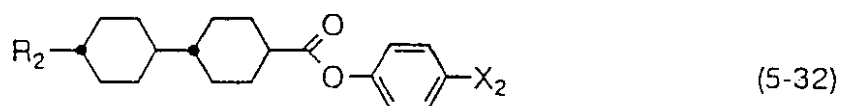
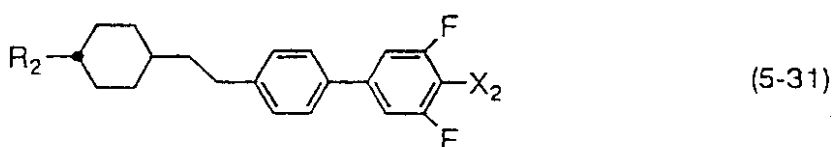
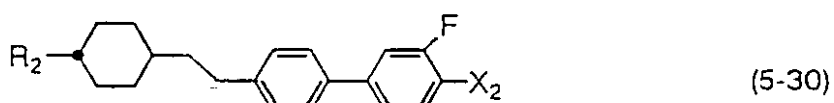
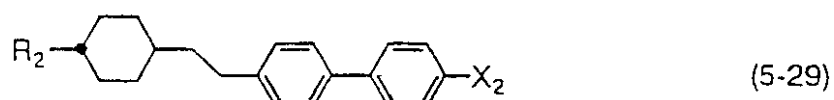
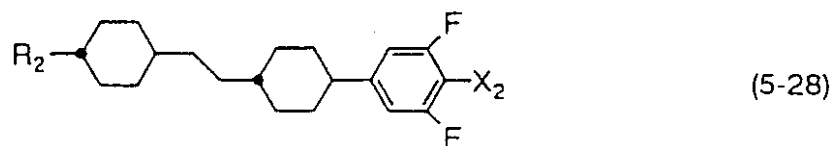
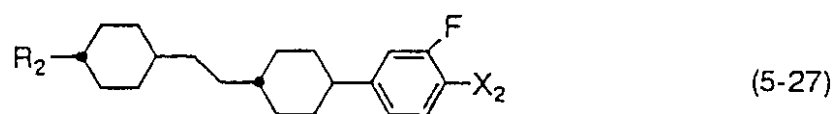
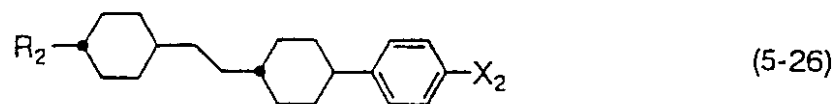
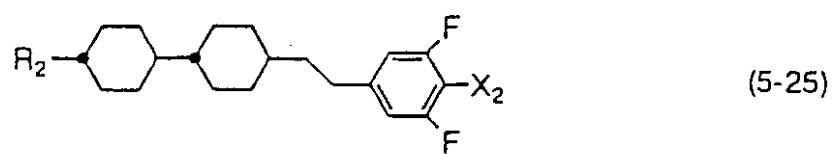


30



40



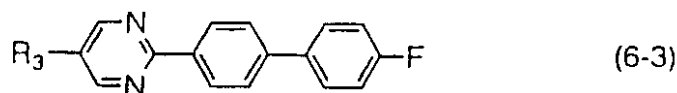
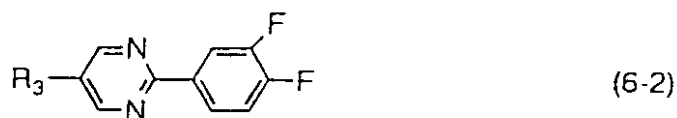
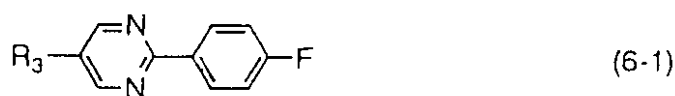
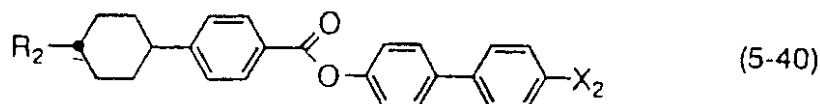
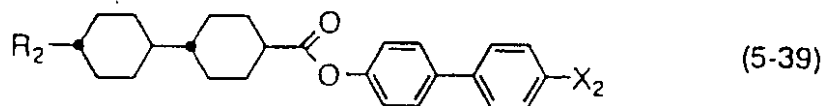
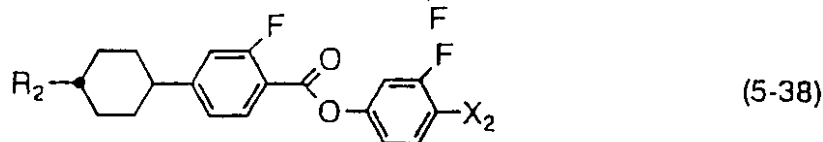
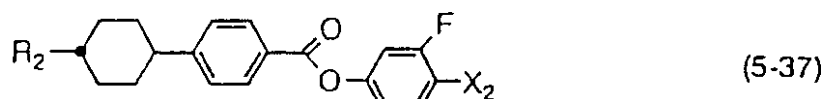


10

20

30

40



(式中、 R_2 、 R_3 および X_2 は前記と同様の意味を示す。)

一般式(5)および(6)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く、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、屈折率異方性値の調整、透明点を高くする等のネマチックレンジを広げる目的にも使用される。さらに、S T NまたはT N用の液晶組成物の電圧-透過率特性の急峻性を改良する目的にも使用される。

一般式(5)および(6)で表される化合物は、S T NおよびT N用の液晶組成物を調製する場合には、特に有用な化合物である。

液晶組成物中に一般式(5)および(6)で表される化合物の量が増加すると、液晶組成物のしきい値電圧は小さくなるが、粘度が上昇する。したがって、液晶組成物の粘度が要求値を満足している限り、多量に使用した方が低電圧駆動できるので有利である。S T NまたはT N用の液晶組成物を調製する場合に、一般式(5)および(6)で表される化合物の使用量は0.1~99.9重量%の範囲で使用できるが、好ましくは10~97重量%、より好ましくは40~95重量%である。

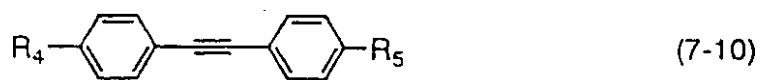
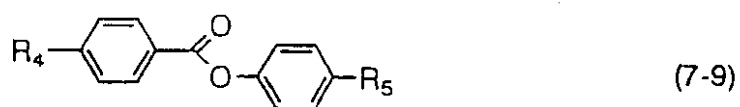
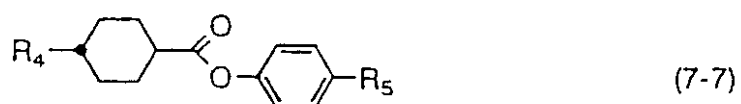
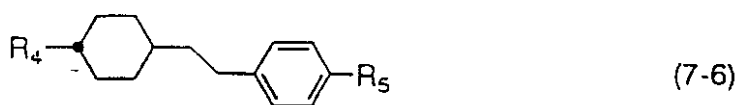
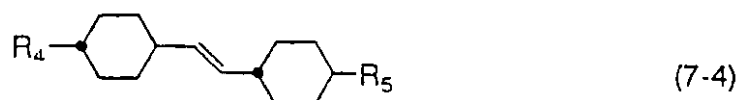
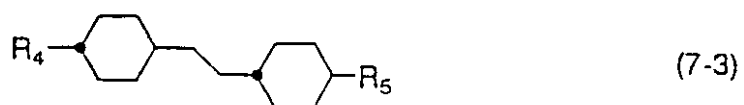
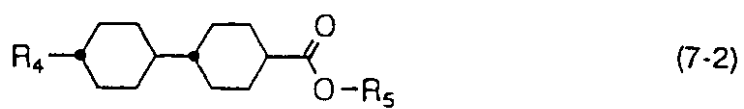
本発明の液晶組成物に用いられる一般式(7)~(9)で表される化合物の好ましい例として以下の化合物を挙げることができる。

10

20

30

40

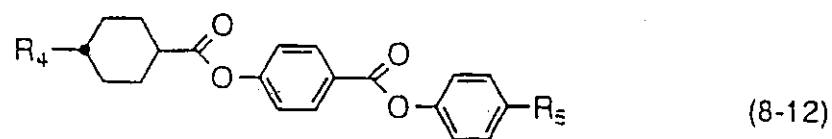
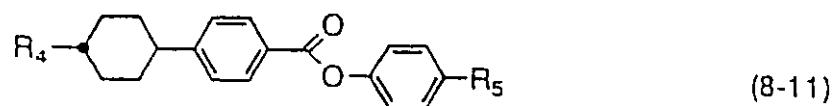
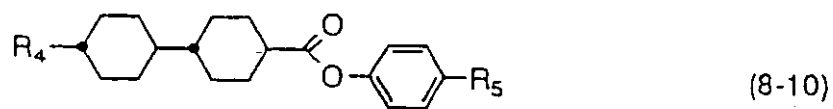
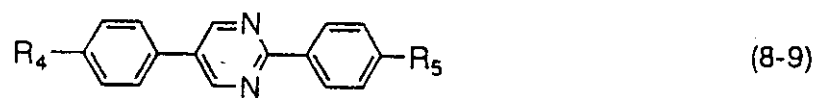
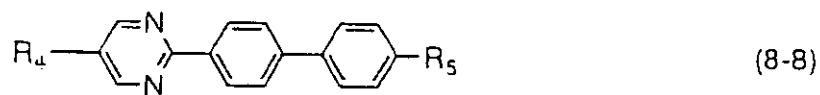
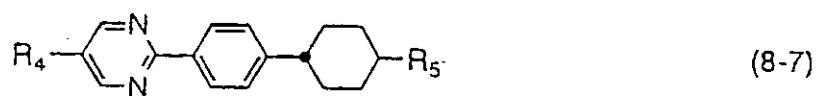
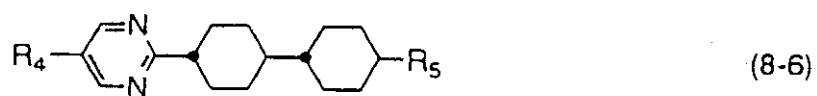
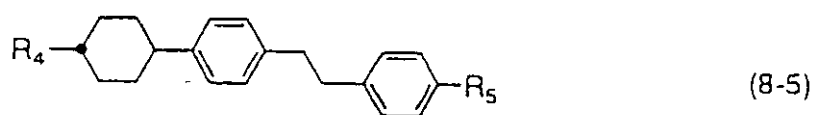
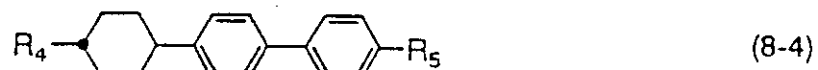
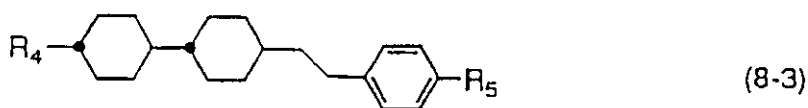
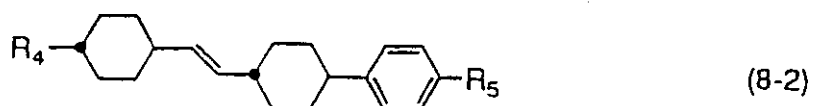
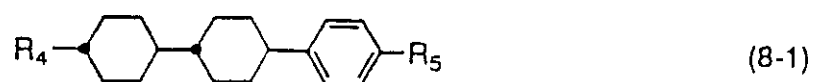


10

20

30

40

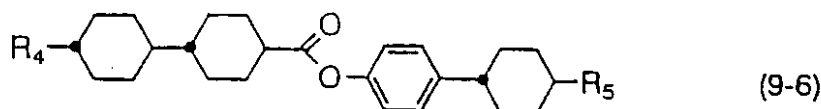
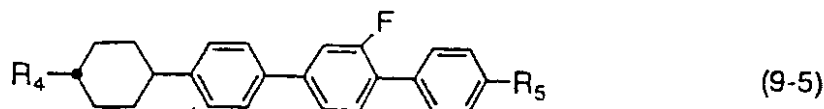
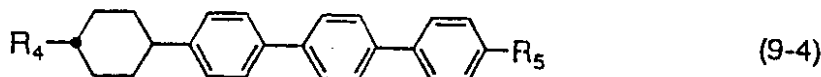
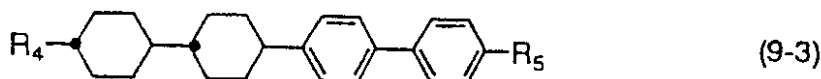
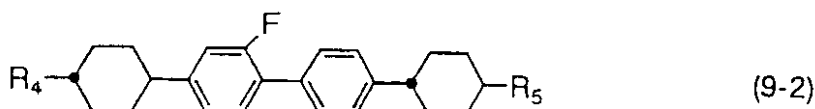
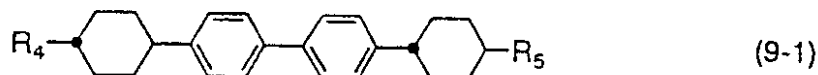
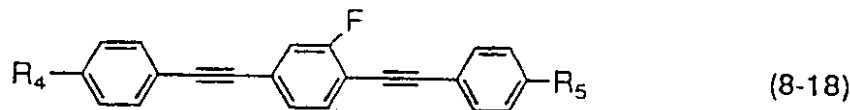
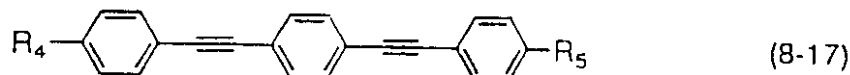
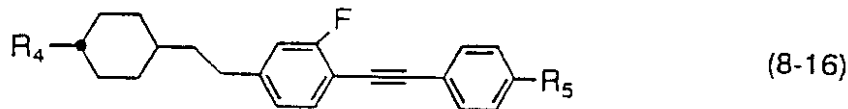
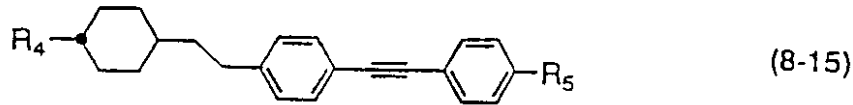
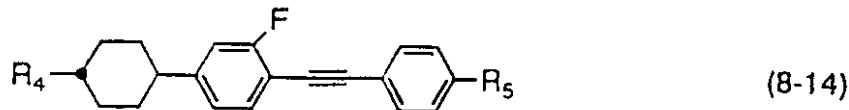
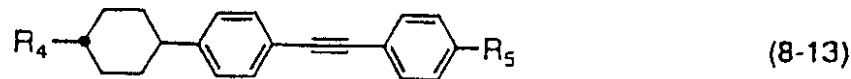


10

20

30

40



(式中、 R_4 および R_5 は前記と同様の意味を示す。)

一般式(7)~(9)で表される化合物は、誘電率異方性の絶対値が小さく、中性に近い化合物である。一般式(7)で表される化合物は主として粘度調整または屈折率異方性値の調整の目的で使用される。また、一般式(8)および(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または屈折率異方性値の調整の目的で使用

10

20

30

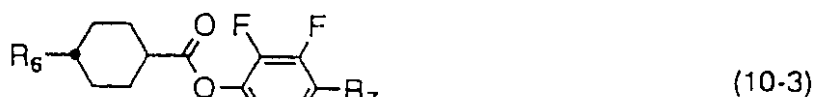
40

50

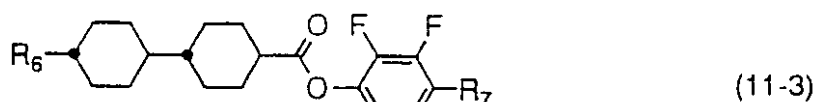
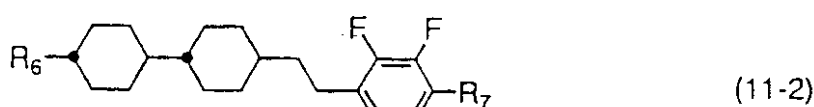
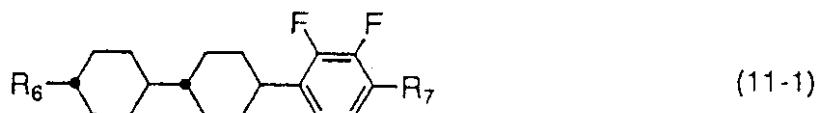
される。

一般式（７）～（９）で表される化合物の使用量を増加させると液晶組成物のしきい値電圧が大きくなり、粘度が小さくなる。したがって、液晶組成物のしきい値電圧が要求値を満足している限り、多量に使用することが望ましい。ＴＦＴ用の液晶組成物を調製する場合に一般式（７）～（９）で表される化合物の使用量は、好ましくは４０重量％以下、より好ましくは３５重量％以下である。また、ＳＴＮまたはＴＮ用の液晶組成物を調製する場合には、一般式（７）～（９）で表される化合物の使用量は、好ましくは７０重量％以下、より好ましくは６０重量％以下である。

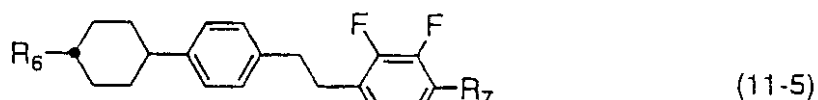
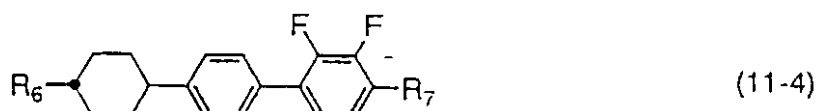
本発明の液晶組成物に用いられる一般式（１０）～（１２）で表される化合物の好ましい例として以下の化合物を挙げることができる。



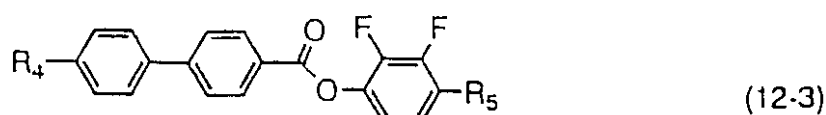
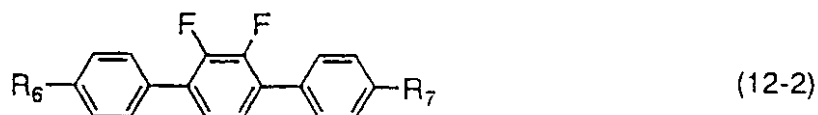
10



20



30



40

(式中、 R_5 および R_6 は前記と同様の意味を示す。)

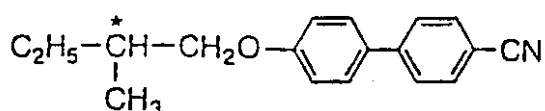
一般式(10)～(12)で表される化合物は、誘電率異方性値が負の化合物である。一般式(10)で表される化合物は2環化合物であるので、主としてしきい値電圧の調整、粘度調整または屈折率異方性値の調整の目的で使用される。一般式(11)で表される化合物は透明点を高くする等のネマチックレンジを広げる目的または屈折率異方性値の調整の目的で使用される。一般式(12)で表される化合物はネマチックレンジを広げる目的の他、しきい値電圧を小さくする目的および屈折率異方性値を大きくする目的で使用される。

一般式(10)～(12)で表される化合物は主として誘電率異方性値が負である液晶組

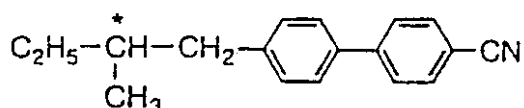
50

成物に使用される。その使用量を増加させると組成物のしきい値電圧が小さくなるが、粘度が大きくなる。したがって、しきい値電圧の要求値を満足している限り、少なく使用することが望ましい。しかしながら、誘電率異方性の絶対値が5以下であるので、40重量%より少なくなると電圧駆動ができなくなる場合がある。一般式(10)～(12)で表される化合物の使用量は、誘電率異方性値が負であるTFT用の組成物を調製する場合には40重量%以上が好ましいが、50～95重量%が好適である。また、弾性定数をコントロールし、組成物の電圧－透過率曲線を制御する目的で、一般式(10)～(12)で表される化合物を誘電率異方性値が正である組成物に混合する場合もある。この場合の一般式(10)～(12)の化合物の使用量は30重量%以下が好ましい。

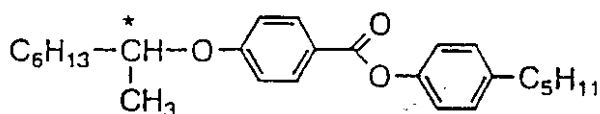
また、本発明の液晶組成物では、OCB(Optically Compensated Birefringence)モード用液晶組成物等の特別な場合を除き、液晶組成物のらせん構造を誘起して必要なねじれ角を調整し、逆ねじれ(reverse twist)を防ぐ目的で、通常、光学活性化合物を添加する。このような目的で公知のいずれの光学活性化合物も使用できるが、好ましい例として以下の光学活性化合物を挙げることができる。



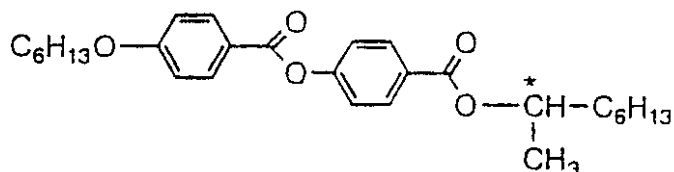
記号 : C 1 5



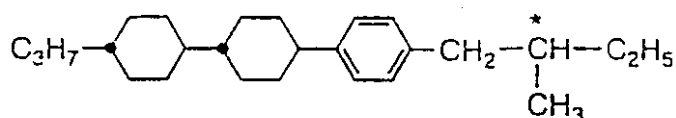
記号 : CB 15



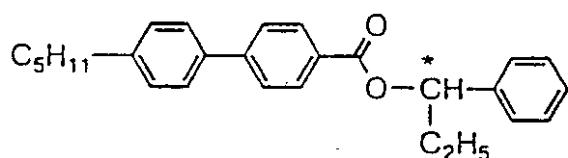
記号: CM 2 1



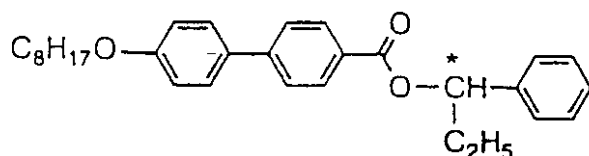
記号 : CM 3 3



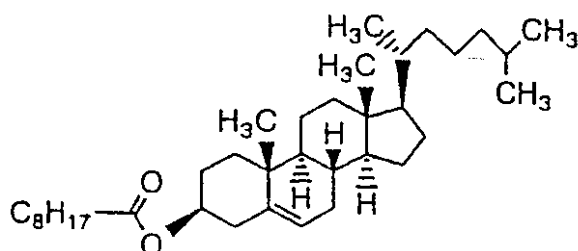
記号 : CM43L



제출번호 : CM 4 5



記号 : CM 47



記号 : C N

本発明の液晶組成物は、通常、これらの光学活性化合物を添加して、ねじれのピッチを調整する。ねじれのピッチは、TFT用およびTN用の液晶組成物であれば40～200 μmの範囲に調整するのが好ましい。STN用の液晶組成物であれば6～20 μmの範囲に調整するのが好ましい。また、双安定TN（Bistable TN）モード用の場合は、1.5～4 μmの範囲に調整するのが好ましい。また、ピッチの温度依存性を調整する目的で、2種以上の光学活性化合物を添加してもよい。

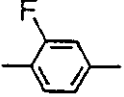
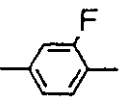
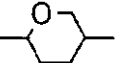
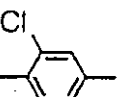
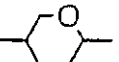
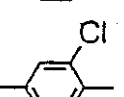
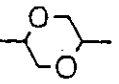
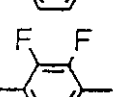
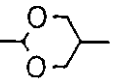
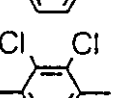
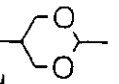
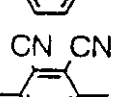
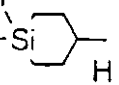
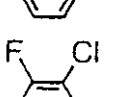
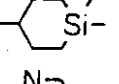
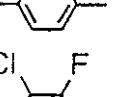
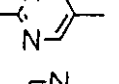
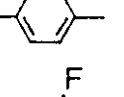
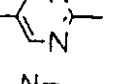
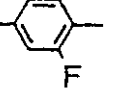
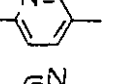
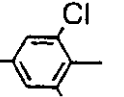
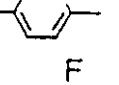
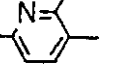
本発明の液晶組成物は、慣用な方法で調製される。一般には、種々の成分を高い温度で互いに溶解させる方法がとられている。

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、アントラキノン系、およびテトラジン系等の二色性色素を添加してゲストホスト（GH）モード用の液晶組成物としても使用できる。あるいは、ネマチック液晶をマイクロカプセル化して作製したNCA Pや液晶中に三次元網目状高分子を作製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、複屈折制御（ECB）モードや動的散乱（DS）モード用の液晶組成物としても使用できる。

本発明の化合物を含有する液晶組成物例として以下のものを示すことができる。なお、組成物例および後述の実施例中の化合物は、以下に示される定義に従って記号化して表記し、化合物のNo. は後述の実施例中に示されるそれと同一である。

左末端基 $R_a, R_1 \sim R_4, R_6$	記号
$C_aH_{2a+1}-$	$a-$
$C_aH_{2a+1}O-$	$aO-$
$C_aH_{2a+1}OC_bH_{2b}-$	$aOb-$
$C_aH_{2a+1}OC_bH_{2b}O-$	$aObO-$
$C_{a-1}H_{2(a-1)+1}C(C_bH_{2b+1})HC_cH_{2c}-$	$a(b)c-$
$CFH_2C_{a-1}H_{2(a-1)}-$	$Fa-$
$CF_2HC_{a-1}H_{2(a-1)}-$	$FFa-$
$CF_3C_{a-1}H_{2(a-1)}-$	$FFFa-$
$CFH_2C_{a-1}H_{2(a-1)}O-$	$FaO-$
$CFH_2C_{a-1}H_{2(a-1)}OC_bH_{2b}-$	$FaOb-$
$C_aH_{2a+1}CFHC_bH_{2b}-$	$a(F)b-$
$C_aH_{2a+1}CF_2C_bH_{2b}-$	$a(FF)b-$
$C_aH_{2a+1}SiH_2C_bH_{2b}-$	$a(Si)b-$
$C_aH_{2a+1}CH=CHC_bH_{2b}-$	$aVb-$
$C_aH_{2a+1}CH=CHC_bH_{2b}CH=CHC_cH_{2c}-$	$aVbVc-$
$C_aH_{2a+1}CH=CHC_bH_{2b}OC_cH_{2c}-$	$aVbOc-$
$C_aH_{2a+1}OC_bH_{2b}CH=CHC_cH_{2c}-$	$aObVc-$
$CFH_2C_{a-1}H_{2(a-1)}CH=CHC_bH_{2b}-$	$FaVb-$
$FFC=CHC_aH_{2a}-$	$FFVa-$
$F(CN)C=CHC_aH_{2a}-$	$FCVa-$
結合基 $Z_1 \sim Z_{10}$	記号
$-(CH_2)_a-$	a
$-CH_2O-$	CH_2O
$-OCH_2-$	OCH_2
$-C_3H_6O-$	C_3H_6O
$-OC_3H_6-$	OC_3H_6
$-COO-$	E
$-C \equiv C-$	T
$-CH=CH-$	V
$-CF_2O-$	CF_2O
$-OCF_2-$	OCF_2

環構造	記号	環構造	記号
	B		H
	B(2F)		Ch
	B(3F)		P(2)
	B(2Cl)		P(3)
	B(3Cl)		D(2,5)
	B(2,3F)		D(1,6)
	B(2,3Cl)		D(3,5)
	B(2,3Cl)		Si(1)
	B(2,3Cl)		Si(4)
	B(2F,3Cl)		Py(1,6)
	B(2Cl,3F)		Py(2,5)
	B(2,3F)		Pr(2)
	B(3F,5Cl)		Pr(3)
			Pr(3F)

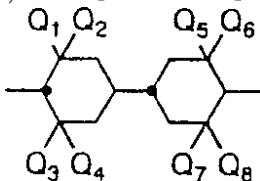
10

20

30

右末端基 R b, R ₅ , R ₇ , X ₁ , X ₂	記号	
-F	-F	
-Cl	-Cl	
-CN	-C	
-CF ₃	-CF ₃	
-OCF ₃	-OCF ₃	
-OCF ₂ H	-OCF ₂ H	10
-CF ₂ CF ₂ H	-CF ₂ CF ₂ H	
-CF ₂ CH ₂ CF ₃	-CF ₂ CH ₂ CF ₃	
-CF ₂ CFHCF ₃	-CF ₂ CFHCF ₃	
-OCH ₂ CF ₂ H	-OCH ₂ CF ₂ H	
-OCF ₂ CF ₂ H	-OCF ₂ CF ₂ H	
-OCF ₂ CH ₂ CF ₃	-OCF ₂ CH ₂ CF ₃	
-OCF ₂ CFHCF ₃	-OCF ₂ CFHCF ₃	
-C _w H _{2w+1}	-w	20
-OC _w H _{2w+1}	-Ow	
-C _w H _{2w} OC _x H _{2x+1}	-wOx	
-OC _w H _{2w} OC _x H _{2x+1}	-OwOx	
-C _{w-1} H _{2(w-1)} CFH ₂	-wF	
-C _w H _{2w} CH=CH ₂	-wV	
-C _w H _{2w} CH=CHC _x H _{2x+1}	-wVx	
-C _w H _{2w} CH=CHC _x H _{2x} CH=CH ₂	-wVxV	
-COOCH ₃	-EMe	30
-C _w H _{2w} CH=CHC _{x-1} H _{2(x-1)} CFH ₂	-wVxF	
-CH=CF ₂	-VFF	
-C _w H _{2w} CH=CF ₂	-wVFF	
-C≡C-CN	-TC	

また、例えば下記の部分構造式において、トランス-1, 4-シクロヘキシレンの水素原子がQ₁、Q₂、Q₃の位置で重水素原子により置換された場合には、記号：H [1 D, 2 D, 3 D] とし、またQ₅、Q₆、Q₇の位置で置換された場合は、記号：H [5 D, 6 D, 7 D] として [] 内の番号で重水素置換位置を示すこととする。



また、組成物例および実施例中において、特に断りのない限り「%」は「重量%」を示し、化合物にシーストランス異性体が存在する場合には、その化合物はトランス型である。

組成物例 1

3-HCH₂OB (2 F) B (3 F) -O 3 (化合物 No. 276) 15.0%

3-HEB-O 4 24.0%

10

20

30

40

50

4-H E B-O 2	1 7. 0 %	
5-H E B-O 1	1 7. 0 %	
3-H E B-O 2	1 5. 0 %	
5-H E B-O 2	1 2. 0 %	
組成物例 2		
3-H B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 N o . 1 8 3)	1 5. 0 %	
3-H E B-O 4	2 4. 0 %	
4-H E B-O 2	1 7. 0 %	
5-H E B-O 1	1 7. 0 %	
3-H E B-O 2	1 5. 0 %	10
5-H E B-O 2	1 2. 0 %	
組成物例 3		
3-H B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 N o . 1 8 3)	1 0. 0 %	
3-H C H ₂ O B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 N o . 2 7 6)	1 0. 0 %	
3-H H- 2	5. 0 %	
3-H H- 4	3. 0 %	
3-H H-O 1	7. 0 %	
3-H H-O 3	5. 0 %	
5-H H-O 1	4. 0 %	
3-H B (2 , 3 F) - O 2	1 2. 0 %	20
5-H B (2 , 3 F) - O 2	1 1. 0 %	
3-H H B (2 , 3 F) - O 2	1 4. 0 %	
5-H H B (2 , 3 F) - O 2	1 5. 0 %	
3-H H B (2 , 3 F) - 2	4. 0 %	
組成物例 4		
3-H H C H ₂ O B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 N o . 3 8 3)	5. 0 %	
3-H H- 5	5. 0 %	
3-H H- 4	5. 0 %	
3-H H-O 1	6. 0 %	
3-H H-O 3	6. 0 %	30
3-H B-O 1	5. 0 %	
3-H B-O 2	6. 0 %	
3-H B (2 , 3 F) - O 2	1 0. 0 %	
5-H B (2 , 3 F) - O 2	1 0. 0 %	
3-H H B (2 , 3 F) - O 2	1 2. 0 %	
5-H H B (2 , 3 F) - O 2	1 3. 0 %	
3-H H B (2 , 3 F) - 2	4. 0 %	
2-H H B (2 , 3 F) - 1	4. 0 %	
3-H H E H- 3	5. 0 %	
3-H H E H- 5	4. 0 %	40
組成物例 5		
3 O-B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 N o . 1)	4. 0 %	
3-H B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 N o . 1 8 3)	5. 0 %	
3-B B (2 , 3 F) - O 2	1 3. 0 %	
3-B B (2 , 3 F) - O 4	1 0. 0 %	
5-B B (2 , 3 F) - O 4	1 0. 0 %	
2-B B (2 , 3 F) B- 3	2 5. 0 %	
3-B B (2 , 3 F) B- 5	1 3. 0 %	
5-B B (2 , 3 F) B- 5	1 4. 0 %	
5-B B (2 , 3 F) B- 7	6. 0 %	50

組成物例 6

3 O-B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 1)	3. 0 %	
3-HB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 183)	3. 0 %	
3-HCH ₂ OB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 276)	10. 0 %	
3-BB (2, 3 F) - O 2	10. 0 %	
5-BB-5	7. 0 %	
5-BB-O 6	9. 0 %	
5-BB-O 8	8. 0 %	
1-BEB-5	6. 0 %	
3-BEB-5	6. 0 %	10
5-BEB-5	3. 0 %	
3-HEB-O 2	22. 0 %	
5-BBB (2, 3 F) - 7	9. 0 %	
3-H2BB (2 F) - 5	4. 0 %	

組成物例 7

3 O-B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 1)	4. 0 %	
3-HB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 183)	13. 0 %	
3-HCH ₂ OB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 276)	13. 0 %	
3-HHCH ₂ OB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 383)	4. 0 %	
3-HB-O 1	15. 0 %	20
3-HB-O 2	6. 0 %	
3-HEB (2, 3 F) - O 2	9. 0 %	
4-HEB (2, 3 F) - O 2	9. 0 %	
5-HEB (2, 3 F) - O 2	4. 0 %	
2-BB2B-O 2	6. 0 %	
1-B2BB (2 F) - 5	7. 0 %	
5-B (3 F) BB-O 2	3. 0 %	
3-BB (2, 3 F) B-3	7. 0 %	

組成物例 8

3 O-B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 1)	3. 0 %	30
3-HB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 183)	3. 0 %	
3-HB-O 1	9. 0 %	
3-HB-O 2	11. 0 %	
3-HB-O 4	9. 0 %	
2-BTB-O 1	5. 0 %	
1-BTB-O 2	3. 0 %	
3-BTB (2, 3 F) - O 2	13. 0 %	
5-BTB (2, 3 F) - O 2	13. 0 %	
3-B (2, 3 F) TB (2, 3 F) - O 4	4. 0 %	
5-B (2, 3 F) TB (2, 3 F) - O 4	4. 0 %	40
3-HBTB-O 1	5. 0 %	
3-HBTB-O 2	4. 0 %	
3-HHB (2, 3 F) - O 2	6. 0 %	
5-HBB (2, 3 F) - O 2	5. 0 %	
5-BPr (3 F) - O 2	3. 0 %	

組成物例 9

3 O-B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 1)	3. 0 %	
3-HB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 183)	5. 0 %	
3-HB-O 2	10. 0 %	
5-HB-3	8. 0 %	50

5-BB(2, 3F)-O2	10.0%	
3-HB(2, 3F)-O2	10.0%	
5-HB(2, 3F)-O2	8.0%	
3-HHB(2, 3F)-O2	12.0%	
5-HHB(2, 3F)-O2	4.0%	
5-HHB(2, 3F)-O1	4.0%	
2-HHB(2, 3F)-1	5.0%	
3-HBB-2	6.0%	
3-BB(2, 3F)B-3	8.0%	
5-B2BB(2, 3F)B-O2	7.0%	10
組成物例10		
3-HB(2F)B(3F)-O3(化合物No. 183)	3.0%	
3-HCH ₂ OB(2F)B(3F)-O3(化合物No. 276)	3.0%	
3-HHCH ₂ OB(2F)B(3F)-O3(化合物No. 383)	3.0%	
3-HB-O2	20.0%	
O1-HH-3	6.0%	
O1-HH-5	5.0%	
3-HH-EMe	12.0%	
4-HEB-O1	9.0%	
4-HEB-O2	7.0%	20
5-HEB-O1	8.0%	
3-HHB-1	3.0%	
4-HEB(2, 3C)-O4	3.0%	
6-HEB(2, 3C)-O4	3.0%	
3-HEB(2, 3C)-O5	4.0%	
4-HEB(2, 3C)-O5	3.0%	
5-HEB(2, 3C)-O5	2.0%	
2-HBEB(2, 3C)-O2	2.0%	
4-HBEB(2, 3C)-O4	4.0%	
組成物例11		
3-HB(2F)B(3F)-O3(化合物No. 183)	10.0%	30
1V2-BEB(3, 5F)-C	5.0%	
3-HB-C	24.0%	
V2-HB-C	6.0%	
1-BTB-3	3.0%	
2-BTB-1	10.0%	
O1-HH-3	3.0%	
3-HH-4	9.0%	
3-HHB-1	4.0%	
3-H2BTB-2	4.0%	40
3-H2BTB-3	4.0%	
3-H2BTB-4	4.0%	
3-HB(3F)TB-2	6.0%	
3-HB(3F)TB-3	5.0%	
3-HHB-C	3.0%	
組成物例12		
3-HB(2F)B(3F)-O3(化合物No. 183)	8.0%	
5-PyB-F	4.0%	
3-PyB(3F)-F	4.0%	
2-BB-C	5.0%	50

4-BB-C	4. 0%	
5-BB-C	5. 0%	
2-PyB-2	2. 0%	
3-PyB-2	2. 0%	
4-PyB-2	2. 0%	
6-PyB-O5	3. 0%	
6-PyB-O6	3. 0%	
6-PyB-O7	3. 0%	
6-PyB-O8	3. 0%	
3-PyBB-F	6. 0%	10
4-PyBB-F	6. 0%	
5-PyBB-F	6. 0%	
3-HHB-1	6. 0%	
2-H2BTB-2	4. 0%	
2-H2BTB-3	4. 0%	
2-H2BTB-4	5. 0%	
3-H2BTB-2	5. 0%	
3-H2BTB-3	5. 0%	
3-H2BTB-4	5. 0%	
組成物例 1 3		20
3-HB(2F)B(3F)-O3 (化合物No. 183)	4. 0%	
3-HCH ₂ OB(2F)B(3F)-O3 (化合物No. 276)	5. 0%	
2O1-BEB(3F)-C	5. 0%	
3O1-BEB(3F)-C	12. 0%	
5O1-BEB(3F)-C	4. 0%	
1V2-BEB(3, 5F)-C	10. 0%	
3-HEB-O4	4. 0%	
3-HH-EMe	6. 0%	
3-HB-O2	18. 0%	
7-HEB-F	2. 0%	30
3-HHEB-F	2. 0%	
5-HHEB-F	2. 0%	
3-HBEB-F	4. 0%	
2O1-HBEB(3F)-C	2. 0%	
3-HB(3F)EB(3F)-C	2. 0%	
3-HBEB(3, 5F)-C	2. 0%	
3-HHB-F	4. 0%	
3-HHB-O1	4. 0%	
3-HEBEB-F	2. 0%	
3-HEBEB-1	2. 0%	40
3-HHB(3F)-C	4. 0%	
組成物例 1 4		
3-HCH ₂ OB(2F)B(3F)-O3 (化合物No. 276)	10. 0%	
5-BEB(3F)-C	5. 0%	
V-HB-C	11. 0%	
5-PyB-C	6. 0%	
4-BB-3	11. 0%	
5-HH-V2V	4. 0%	
3-HH-2V	10. 0%	
5-HH-V	7. 0%	50

V-HHB-1	7. 0 %	
V2-HHB-1	10. 0 %	
3-HHB-1	4. 0 %	
1V2-HBB-2	10. 0 %	
3-HHEBH-3	5. 0 %	
組成物例 15		
3-HB(2F)B(3F)-O3(化合物No. 183)	11. 0 %	
5-BTB(3F)TB-3	10. 0 %	
V2-HB-TC	10. 0 %	
3-HB-TC	10. 0 %	10
3-HB-C	12. 0 %	
5-HB-C	7. 0 %	
5-BB-C	3. 0 %	
2-BTB-1	10. 0 %	
2-BTB-O1	4. 0 %	
3-HH-4	4. 0 %	
3-HHB-1	10. 0 %	
3-H2BTB-2	3. 0 %	
3-H2BTB-3	3. 0 %	
3-HB(3F)TB-2	3. 0 %	20
組成物例 16		
3O-B(2F)B(2F)B(3F)-O3(化合物No. 1)	2. 0 %	
3-HB(2F)B(3F)-O3(化合物No. 183)	5. 0 %	
1V2-BEB(3, 5F)-C	6. 0 %	
3-HB-C	18. 0 %	
2-BTB-1	10. 0 %	
5-HH-VFF	30. 0 %	
1-BHH-VFF	8. 0 %	
1-BHH-2VFF	4. 0 %	
3-H2BTB-2	5. 0 %	30
3-H2BTB-3	4. 0 %	
3-H2BTB-4	4. 0 %	
3-HHB-1	4. 0 %	
組成物例 17		
3-HB(2F)B(3F)-O3(化合物No. 183)	5. 0 %	
7-HB(3F)-F	5. 0 %	
5-H2B(3F)-F	5. 0 %	
3-HB-O2	10. 0 %	
3-HH-4	2. 0 %	
3-HH[5D, 6D, 7D]-4	3. 0 %	40
2-HHB(3F)-F	10. 0 %	
3-HHB(3F)-F	10. 0 %	
5-HH[5D, 6D, 7D]B(3F)-F	10. 0 %	
3-H2HB(3F)-F	5. 0 %	
2-HBB(3F)-F	3. 0 %	
3-HBB(3F)-F	3. 0 %	
5-HBB(3F)-F	6. 0 %	
2-H2BB(3F)-F	5. 0 %	
3-H2BB(3F)-F	6. 0 %	
3-HHB-1	3. 0 %	50

3-HHB-O 1	5. 0 %	
3-HHB-3	4. 0 %	
組成物例 1 8		
3-HCH ₂ OB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 2 7 6)	6. 0 %	
7-HB (3, 5 F) - F	5. 0 %	
3-H 2 HB (3, 5 F) - F	2. 0 %	
3-HHB (3, 5 F) - F	1 0. 0 %	
4-HHB (3, 5 F) - F	5. 0 %	
3-HBB (3, 5 F) - F	1 0. 0 %	
3-HHEB (3, 5 F) - F	1 0. 0 %	10
4-HHEB (3, 5 F) - F	3. 0 %	
5-HHEB (3, 5 F) - F	3. 0 %	
2-HBEB (3, 5 F) - F	3. 0 %	
3-HBEB (3, 5 F) - F	5. 0 %	
5-HBEB (3, 5 F) - F	3. 0 %	
3-HD (3, 5) B (3, 5 F) - F	1 5. 0 %	
3-HBCF ₂ OB-OCF ₃	4. 0 %	
3-HHBB (3, 5 F) - F	6. 0 %	
組成物例 1 9		
3-HCH ₂ OB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 2 7 6)	5. 0 %	20
3-HB-CL	1 0. 0 %	
5-HB-CL	4. 0 %	
7-HB-CL	4. 0 %	
1 O 1-HH-5	5. 0 %	
2-HBB (3 F) - F	8. 0 %	
3-HBB (3 F) - F	8. 0 %	
5-HBB (3 F) - F	1 4. 0 %	
4-HHB-CL	8. 0 %	
5-HHB-CL	3. 0 %	
3-H 2 HB (3 F) - CL	4. 0 %	30
3-HBB (3, 5 F) - F	1 0. 0 %	
5-H 2 BB (3, 5 F) - F	9. 0 %	
3-HB (3 F) VB-2	4. 0 %	
3-H 2 BTB-2	4. 0 %	
組成物例 2 0		
3-HB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 1 8 3)	5. 0 %	
5-HB-F	1 2. 0 %	
6-HB-F	9. 0 %	
7-HB-F	7. 0 %	
2-HHB-OCF ₃	7. 0 %	40
3-HHB-OCF ₃	7. 0 %	
4-HHB-OCF ₃	7. 0 %	
3-HH 2 B-OCF ₃	4. 0 %	
5-HH 2 B-OCF ₃	4. 0 %	
3-HHB (3, 5 F) - OCF ₃	5. 0 %	
3-HBB (3 F) - F	1 0. 0 %	
5-HBB (3 F) - F	1 0. 0 %	
3-HH 2 B (3 F) - F	3. 0 %	
3-HB (3 F) BH-3	3. 0 %	
5-HBBH-3	3. 0 %	50

3-HHB (3, 5 F) - OCF ₂ H	4. 0 %	
組成物例 2 1		
3-HB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 1 8 3)	5. 0 %	
3-HCH ₂ OB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 2 7 6)	5. 0 %	
5-H4HB (3, 5 F) - F	7. 0 %	
5-H4HB-OCF ₃	1 5. 0 %	
3-H4HB (3, 5 F) - CF ₃	8. 0 %	
5-H4HB (3, 5 F) - CF ₃	1 0. 0 %	
3-HB-CL	6. 0 %	
5-HB-CL	4. 0 %	10
2-H2BB (3 F) - F	5. 0 %	
5-HVHB (3, 5 F) - F	5. 0 %	
3-HHB-OCF ₃	5. 0 %	
3-H2HB-OCF ₃	5. 0 %	
V-HHB (3 F) - F	5. 0 %	
3-HHB (3 F) - F	5. 0 %	
5-HHEB-OCF ₃	2. 0 %	
3-HBEB (3, 5 F) - F	5. 0 %	
5-HH-V2F	3. 0 %	
組成物例 2 2		
3O-B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 1)	2. 0 %	20
3-HB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 1 8 3)	3. 0 %	
3-HCH ₂ OB (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 2 7 6)	1 0. 0 %	
2-HHB (3 F) - F	2. 0 %	
3-HHB (3 F) - F	2. 0 %	
5-HHB (3 F) - F	2. 0 %	
2-HBB (3 F) - F	6. 0 %	
3-HBB (3 F) - F	7. 0 %	
2-H2BB (3 F) - F	9. 0 %	
3-H2BB (3 F) - F	4. 0 %	30
3-HBB (3, 5 F) - F	2 5. 0 %	
5-HBB (3, 5 F) - F	1 9. 0 %	
1O1-HBBH-4	5. 0 %	
1O1-HBBH-5	4. 0 %	

発明を実施するための最良の形態

以下、実施例により本発明をより詳細に説明する。なお、各実施例中において、Cは結晶を、S_AはスメクチックA相を、S_BはスメクチックB相を、S_Xは相構造未解析のスメクチック相を、Nはネマチック相を、I s oは等方相を示し、相転移温度の単位は全て℃である。

実施例 1

3, 3', 3''-トリフルオロ-4, 4''-ジプロポキシテルフェニル (3O-B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 3 (化合物 No. 1)) の製造。

(第一段) 3, 3'-ジフルオロ-4-プロポキシビフェニルの製造

3-フルオロ-4-プロポキシプロモベンゼン 22. 0 g (94. 4 mmol)、ジヒドロキシ〔3-フルオロフェニル〕ボラン (3-フルオロプロモベンゼンとマグネシウムから調製した Grignard 試薬をトリメトキシボランと反応させた後、塩酸で加水分解して得た。) 22. 5 g (141. 6 mmol)、K₂CO₃ 26. 1 g (188. 8 mmol)、5% Pd-C 2. 0 g およびトルエン／エタノール／水 (1／1／1) の混合溶媒 150 ml の混合物を 27 時間加熱還流させた。次に Pd-C を濾過により除去した後、トルエン 150 ml で抽出し、得られた有機層を水で 3 回洗浄した後、無水硫酸マグネ

シウム上で乾燥した。減圧下に溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（溶出液：ヘプタン／トルエン＝1／1）に付して、粗製の3, 3'-ジフルオロ-4-プロポキシビフェニル20.1 gを得た。（収率：86.1%）

このものは、これ以上の精製を行わずに次反応に使用した。

（第二段）3, 3'-ジフルオロ-4'-ヨード-4-プロポキシビフェニルの製造

前段で得られた3, 3'-ジフルオロ-4-プロポキシビフェニル5.0 g（20.1 mmol）のテトラヒドロフラン（THF）35 ml 溶液中にsec-ブチルリチウム23 ml（1.04 M、シクロヘキサン溶液、24.2 mmol 相当）を-60℃以下を保ちながら滴下し、滴下終了後、同温度で1時間攪拌した。反応混合物にヨウ素6.6 g（26.2 mmol）のTHF400 ml 溶液を-60℃以下を保ちながら滴下し、同温度で1時間攪拌した。

10

反応液に希塩酸200 mlを滴下した後、ヘプタン150 mlで抽出した。得られた有機層を希炭酸水素ナトリウム水溶液で2回、水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下に溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（溶出液：ヘプタン／トルエン＝8／2）に付して、粗製の3, 3'-ジフルオロ-4'-ヨード-4-プロポキシビフェニル5.6 gを得た。（収率：74.2%）

このものは、これ以上の精製を行わずに次の反応に使用した。

（第三段）3, 3', 3''-トリフルオロ-4, 4''-ジプロポキシテルフェニルの製造

前段で得られた3, 3'-ジフルオロ-4'-ヨード-4-プロポキシビフェニル3.0 g（8.0 mmol）、ジヒドロキシ（3-フルオロ-4-プロポキシフェニル）ボラン2.1 g（10.4 mmol）、K₂CO₃2.2 g（16.0 mmol）、5% Pd-C0.3 g、およびトルエン／エタノール／水（1／1／1）の混合溶媒45 mlの混合物を30時間加熱還流させた。次にPd-Cを濾過により除去した後、トルエン100 mlで抽出し、得られた有機層を水で3回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下に溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（溶出液：ヘプタン／トルエン＝6／4）に付して、粗製の3, 3', 3''-トリフルオロ-4, 4''-ジプロポキシテルフェニル2.7 gを得た。このものをヘプタン／酢酸エチル（7／3）混合溶媒から再結晶して標題化合物1.9 gを得た。（収率：58.6%）

20

この化合物は液晶相を示し、その転移温度は

C 129.4～129.5 S_A 155.4～155.5 N 158.8～158.9 Isoであった。

30

また、各スペクトルデータはよくその構造を支持した。

質量分析：400（M⁺）

¹H-NMR（CDCl₃、TMS内部標準）

δ（ppm）

1.06（t, 6H）

1.88（t_q, 4H）

4.04（t, 4H）

7.01～7.37（m, 9H）

実施例1の方法に準じて以下の化合物を合成することができる。

40

化合物No. 2：2-B（2F）B（2F）B（3F）-3

化合物No. 3：5-B（2F）B（2F）B（3F）-2

化合物No. 4：10-B（2F）B（2F）B（3F）-2

化合物No. 5：16-B（2F）B（2F）B（3F）-1

化合物No. 6：3O1-B（2F）B（2F）B（3F）-3

化合物No. 7：1O4-B（2F）B（2F）B（3F）-5

化合物No. 8：5O-B（2F）B（2F）B（3F）-O12

化合物No. 9：3-B（3F）B（2F）B（3F）-2

化合物No. 10：4-B（3F）B（2F）B（3F）-5

化合物No. 11：7-B（3F）B（2F）B（3F）-O2

50

化合物No.	12	: 2 O 1 - B (3 F) B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	13	: F 3 - B (3 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	14	: 2 - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 5	
化合物No.	15	: 6 - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 4	
化合物No.	16	: 4 O - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 2	
化合物No.	17	: 5 O - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 2	
化合物No.	18	: F 2 - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	19	: F 2 - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	20	: 3 - B B B (2 F) B (3 F) - 4	
化合物No.	21	: 5 - B B B (2 F) B (3 F) - 2	10
化合物No.	22	: 7 - B B B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	23	: 7 - B B B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	24	: 3 O - B B B (2 F) B (3 F) - 6	
化合物No.	25	: 7 O - B B B (2 F) B (3 F) - 1 3	
化合物No.	26	: 3 - B B (3 F) B (2 F) B (3 F) - 2	
化合物No.	27	: 4 - B B (3 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	28	: 7 - B B (3 F) B (2 F) B (3 F) - 1	
化合物No.	29	: F 5 - B B (3 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	30	: 3 - B B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	31	: 3 O 1 - B B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 2	20
化合物No.	32	: 1 O 5 - B B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 5	
化合物No.	33	: 3 - B (3 F) B B (2 F) B (3 F) - 2	
化合物No.	34	: 5 - B (3 F) B B (2 F) B (3 F) - 2	
化合物No.	35	: 2 O - B (2 F) B B (2 F) B (3 F) - 5	
化合物No.	36	: 5 O - B (2 F) B B (2 F) B (3 F) - O 2	
化合物No.	37	: 3 - B B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 2	
化合物No.	38	: 5 - B B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 1	
化合物No.	39	: 5 - B B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	40	: 3 O - B (2 , 3 F) B B (2 F) B (3 F) - 4	
化合物No.	41	: 5 O - B (2 , 3 F) B B (2 F) B (3 F) - O 1	30
化合物No.	42	: 2 - B (2 F) B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 4	
化合物No.	43	: 5 - B (2 F) B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 5	
化合物No.	44	: 2 O - B (2 F) B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	45	: 3 O - B (2 F) B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 2	
化合物No.	46	: 7 O - B (2 F) B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	47	: 1 O 3 - B (2 F) B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	48	: F 3 - B (2 F) B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) - 4	
化合物No.	49	: 3 - B (2 F) B (2 F) B (3 F) B (3 F) - 2	
化合物No.	50	: 5 - B (2 F) B (2 F) B (3 F) B (3 F) - 2	
化合物No.	51	: 4 - B (2 F) B (2 F) B (3 F) B (3 F) - 3	40
化合物No.	52	: 5 - B (2 F) B (2 F) B (3 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	53	: 2 O - B (2 F) B (2 F) B (3 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	54	: 3 O - B (2 F) B (2 F) B (3 F) B (3 F) - O 2	
化合物No.	55	: 2 - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) B - 1	
化合物No.	56	: 2 - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) B - 9	
化合物No.	57	: 3 O - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) B - 2	
化合物No.	58	: 4 O - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) B - 3	
化合物No.	59	: 5 O - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) B - 3	
化合物No.	60	: 3 - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) B (2 , 3 F) - 1	
化合物No.	61	: 3 - B (2 , 3 F) B (2 F) B (3 F) B (2 , 3 F) - 5	50

化合物No.	62	: 5-B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) B (2, 3 F) - 2	
化合物No.	63	: 3 O-B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) B (2, 3 F) - 4	
化合物No.	64	: 3 O-B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) B (2, 3 F) - 5	
化合物No.	65	: 3 O-B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) B (2, 3 F) - O 2	
化合物No.	66	: 3-B 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - 2	
化合物No.	67	: 3-B 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - 4	
化合物No.	68	: 3-B 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - 5	
化合物No.	69	: 1 2-B 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	70	: 5-B 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 2	
化合物No.	71	: 5-B 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 5	10
化合物No.	72	: 5-B 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 1 0	
化合物No.	73	: 1 O 1-B 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	74	: 3 O 1-B 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	75	: 1 O 4-B 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	76	: 2-B (2, 3 F) 2 B B (2 F) B (3 F) - 1	
化合物No.	77	: 2-B (2, 3 F) 2 B B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	78	: 2-B (2, 3 F) 2 B B (2 F) B (3 F) - 5	
化合物No.	79	: 2-B (2, 3 F) 2 B B (2 F) B (3 F) - 7	
化合物No.	80	: 1 O-B (2, 3 F) 2 B B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	81	: 3 O-B (2, 3 F) 2 B B (2 F) B (3 F) - 3	20
化合物No.	82	: 4 O-B (2, 3 F) 2 B B (2 F) B (3 F) - O 2	
化合物No.	83	: 5 O-B (2, 3 F) 2 B B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	84	: 2 O 2-B (2, 3 F) 2 B B (2 F) B (3 F) - O 4	
化合物No.	85	: F 4-B (2, 3 F) 2 B B (2 F) B (3 F) - O 4	
化合物No.	86	: 3-B (2 F) 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - 2	
化合物No.	87	: 5 O-B (2, 3 F) 2 B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	88	: 3-B (2 F) B (2 F) B (3 F) 2 B (3 F) - 5	
化合物No.	89	: 5-B (2 F) B (2 F) B (3 F) 2 B (3 F) - 3	
化合物No.	90	: 3 O-B (2 F) B (2 F) B (3 F) 2 B (3 F) - 2	
化合物No.	91	: 5 O-B (2 F) B (2 F) B (3 F) 2 B (3 F) - O 2	30
化合物No.	92	: 3 O-B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) 2 B - 2	
化合物No.	93	: 3 O-B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) 2 B - 5	
化合物No.	94	: 8 O-B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) 2 B - 3	
化合物No.	95	: 3-B B (2 F) B (3 F) 2 B (2, 3 F) - 5	
化合物No.	96	: 4-B B (2 F) B (3 F) 2 B (2, 3 F) - O 2	
化合物No.	97	: F 6-B B (2 F) B (3 F) 2 B (2, 3 F) - O 3	
化合物No.	98	: 3-H B B (2 F) B (3 F) - 1	
化合物No.	99	: 3-H B B (2 F) B (3 F) - 5	
化合物No.	100	: 1 0-H B B (2 F) B (3 F) - 1 0	
化合物No.	101	: 4-H B B (2 F) B (3 F) - O 2	40
化合物No.	102	: 4-H B B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	103	: F 3-H B B (2 F) B (3 F) - O 2	
化合物No.	104	: F 4-H B B (2 F) B (3 F) - O 3	
化合物No.	105	: 2-H B (3 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	106	: 2-H B (3 F) B (2 F) B (3 F) - O 2	
化合物No.	107	: 3-H B (2 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	108	: 3-H B (2 F) B (2 F) B (3 F) - O 2	
化合物No.	109	: 2-H B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	110	: 3-H B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - 3	
化合物No.	111	: 3-H B (2, 3 F) B (2 F) B (3 F) - 4	50

化合物No.	112	: 3-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - 5	
化合物No.	113	: 5-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	114	: 5-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	115	: 3-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 1	
化合物No.	116	: 3-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 3	
化合物No.	117	: 5-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 2	
化合物No.	118	: 14-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 1	
化合物No.	119	: 4O-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 3	
化合物No.	120	: 3O1-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 3	
化合物No.	121	: F2-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - 3	10
化合物No.	122	: F3-HB (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 2	
化合物No.	123	: 3-Si (1) B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 4	
化合物No.	124	: 3-D (2, 5) B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 5	
化合物No.	125	: 3-P (3) B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 5	
化合物No.	126	: 1-H2B (3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	127	: 3-H2B (3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	128	: 5-H2B (3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	129	: 5-H2B (3F) B (2F) B (3F) - O 4	
化合物No.	130	: F3-H2B (3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	131	: 2-H2B (2F) B (2F) B (3F) - 4	20
化合物No.	132	: 3-H2B (2F) B (2F) B (3F) - 4	
化合物No.	133	: 4-H2B (2F) B (2F) B (3F) - 4	
化合物No.	134	: 1O3-H2B (2F) B (2F) B (3F) - 5	
化合物No.	135	: 2-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	136	: 3-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	137	: 5-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	138	: 5-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 8	
化合物No.	139	: 3-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 2	
化合物No.	140	: 3-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 5	
化合物No.	141	: 3-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 1 2	30
化合物No.	142	: 2O-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 5	
化合物No.	143	: 4O-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	144	: 4O1-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	145	: 2O2-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	146	: F2-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 4	
化合物No.	147	: F3-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 4	
化合物No.	148	: F5-H2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 2	
化合物No.	149	: 5-Si (4) 2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 3	
化合物No.	150	: 5-D (3, 5) 2B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 3	
化合物No.	151	: 3-B (2F) 4BB (2F) B (3F) - 4	40
化合物No.	152	: 3O-B (2F) 4BB (2F) B (3F) - O 2	
化合物No.	153	: 2-B4B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	154	: 3-B4B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	155	: 3-B4B (2, 3F) B (2F) B (3F) - 5	
化合物No.	156	: 4-B4B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 2	
化合物No.	157	: 5-B4B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 3	
化合物No.	158	: F3-B4B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 2	
化合物No.	159	: F5-B4B (2, 3F) B (2F) B (3F) - O 2	
化合物No.	160	: 2-B (2, 3F) 4BB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	161	: 2-B (2, 3F) 4BB (2F) B (3F) - 3	50

化合物No. 162: 4-B(2, 3F)4BB(2F)B(3F)-2
 化合物No. 163: 4-B(2, 3F)4BB(2F)B(3F)-3
 化合物No. 164: 11-B(2, 3F)4BB(2F)B(3F)-O1
 化合物No. 165: 3O-B(2, 3F)4BB(2F)B(3F)-O1
 化合物No. 166: 3O-B(2, 3F)4BB(2F)B(3F)-O3
 化合物No. 167: 5O-B(2, 3F)4BB(2F)B(3F)-O2
 化合物No. 168: 5O-B(2, 3F)4BB(2F)B(3F)-O4
 化合物No. 169: 3O3-B(2, 3F)4BB(2F)B(3F)-O3
 化合物No. 170: F2-B(2, 3F)4BB(2F)B(3F)-O2
 化合物No. 171: F3-B(2, 3F)4BB(2F)B(3F)-O3
 化合物No. 172: 3-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-2
 化合物No. 173: 4-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-2
 化合物No. 174: 5-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-2
 化合物No. 175: 7-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-2
 化合物No. 176: 10-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-2
 化合物No. 177: 2-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-O3
 化合物No. 178: 3-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-O3
 化合物No. 179: 5-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-O3
 化合物No. 180: F3-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-O3
 化合物No. 181: F4-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-O3
 化合物No. 182: F5-H4B(2, 3F)B(2F)B(3F)-O3

10

20

以下に本発明の化合物を液晶組成物の成分として用いた場合の例を示す。各使用例において、NIはネマチック相－等方相転移温度(°C)を、 $\Delta\epsilon$ は誘電率異方性値を、 Δn は屈折率異方性値を、 η は粘度(mPa・s)を、Vthはしきい値電圧(V)を、VHRは電圧保持率(%)を示す。

なお、 η は20°Cで測定し、 $\Delta\epsilon$ 、 Δn 、Vthおよびねじれのピッチ(μm)は各々25°Cで測定し、VHRは左から順に25°C、80°Cおよび100°Cで測定した値を示した。

実施例2(使用例1)

下記のシアノフェニルシクロヘキサン系液晶化合物を含む液晶組成物(A):

30

3-HB-C 24%
 5-HB-C 36%
 7-HB-C 25%
 5-HBB-C 15%

は、以下の物性値を有する。

NI: 71.7、 $\Delta\epsilon$: 11.0、 Δn : 0.137、 η : 26.7、Vth: 1.78

。

この組成物(A)85%と、実施例1で得られた3, 3', 3"-トリフルオロ-4, 4"-ジプロポキシテルフェニル(化合物No. 1)15%とからなる液晶組成物(B)の物性値は次の通りであった。

40

NI: 72.7、 $\Delta\epsilon$: 10.7、 Δn : 0.142、 η : 29.3、Vth: 1.69、。

この液晶組成物(B)を-20°Cのフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例3(使用例2)

下記のエステル系液晶化合物を含む液晶組成物(C):

3-HEB-O2 17.2%
 3-HEB-O4 27.6%
 4-HEB-O2 20.7%
 5-HEB-O1 20.7%

50

5-H E B-O 2 1 3. 8 %

は、以下の物性値を有する。

N I : 7 4. 0、 $\Delta \varepsilon$: -1. 4 3。

この組成物 (C) 9 5 % と、実施例 1 で得られた 3, 3', 3''-トリフルオロ-4, 4''-ジプロポキシテルフェニル (化合物 N o. 1) 5 % とからなる液晶組成物 (D) の物性値は次の通りであった。

N I : 7 6. 6、 $\Delta \varepsilon$: -1. 5 3。

この液晶組成物 (D) を -2 0 °C のフリーザー中に放置したが、6 0 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 4

3, 3'-ジフルオロ-4'- (トランス-4-プロピルシクロヘキシル) -4-プロポキシビフェニル (3-H B (2 F) B (3 F) -O 3 (化合物 N o. 1 8 3)) の製造 (第一段) 3, 3'-ジフルオロ-4'- (1-ヒドロキシ-4-プロピルシクロヘキシル) -4-プロポキシビフェニルの製造

実施例 1 の第一段で得られた 3, 3'-ジフルオロ-4-プロポキシビフェニル 1 5. 0 g (6 0. 4 m m o l) の T H F 8 5 m l 溶液中に s e c -ブチルリチウム 7 0 m l (1. 0 4 M、シクロヘキサン溶液、7 2. 5 m m o l 相当) を -6 0 °C 以下を保ちながら滴下し、滴下終了後、同温度で 1 時間攪拌した。次いで、4-プロピルシクロヘキサノン 1 1. 0 g (7 8. 5 m m o l) の T H F 5 5 m l の溶液を -6 0 °C を保ちながら滴下し、同温度で 3 時間攪拌後、室温で 2 時間攪拌した。反応液に希塩酸 2 0 0 m l を滴下した後、トルエン 2 0 0 m l で抽出した。得られた有機層を希炭酸水素ナトリウム水溶液で 2 回、水で 3 回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下に溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: ヘプタン/酢酸エチル = 8 / 2) に付して、粗製の 3, 3'-ジフルオロ-4'- (1-ヒドロキシ-4-プロピルシクロヘキシル) -4-プロポキシビフェニル 2 1. 2 g を得た。 (収率: 9 0. 6 %) このものは、これ以上の精製を行わずに次の反応に使用した。

(第二段) 3, 3'-ジフルオロ-4'- (4-プロピル-1-シクロヘキセニル) -4-プロポキシビフェニルの製造

前段で得られた 3, 3'-ジフルオロ-4'- (1-ヒドロキシ-4-プロピルシクロヘキシル) -4-プロポキシビフェニル 2 1. 2 g (5 4. 6 m m o l)、p-トルエンスルホン酸・一水和物 1. 0 g およびトルエン 2 0 0 m l の混合物を、留出してくる水を抜きながら 2 時間加熱還流させた。反応終了後、希炭酸水素ナトリウム水溶液で 2 回、水で 3 回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下に溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: ヘプタン/トルエン = 3 / 1) に付して、粗製の 3, 3'-ジフルオロ-4'- (4-プロピル-1-シクロヘキセニル) -4-プロポキシビフェニル 1 4. 9 g を得た。 (収率: 6 6. 8 %)

このものは、これ以上の精製を行わずに次の反応に使用した。

(第三段) 3, 3'-ジフルオロ-4'- (トランス-4-プロピルシクロヘキシル) -4-プロポキシビフェニルの製造

前段で得られた 3, 3'-ジフルオロ-4'- (4-プロピル-1-シクロヘキセニル) -4-プロポキシビフェニル 1 4. 9 g (4 0. 2 m m o l)、ラネーニッケル 4. 5 g およびトルエン/エタノール (1 / 1) の混合溶媒 1 0 0 m l を混合して水素添加を行った。水素の吸収が停止した後、触媒を濾過して除去した。減圧下に溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: ヘプタン/トルエン = 7 / 3) に付して、粗製の 3, 3'-ジフルオロ-4'- (トランス-4-プロピルシクロヘキシル) -4-プロポキシビフェニル 1 4. 2 g を得た。このものをエタノール/酢酸エチル (7 / 3) 混合溶媒から再結晶して標題化合物 6. 5 g を得た。 (収率: 4 3. 3 %)

この化合物は液晶相を示し、その転移温度は

C 7 8. 4 ~ 7 8. 9 N 1 4 4. 2 I s o であった。

また、各スペクトルデータはよくその構造を支持した。

10

20

30

40

50

質量分析：372 (M^+)

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 、TMS内部標準)

δ (ppm)

0.83–2.03 (m, 21H)

2.83 (t, 1H)

4.02 (t, 2H)

6.88–7.36 (m, 6H)

実施例4の方法に準じて以下の化合物を合成することができる。

化合物No. 184: 3-HB(2F)B(3F)-O3

化合物No. 185: 2-HB(2F)B(3F)-3

化合物No. 186: 4-HB(2F)B(3F)-3

化合物No. 187: 5-HB(2F)B(3F)-3

化合物No. 188: 11-HB(2F)B(3F)-2

化合物No. 189: 3-HB(2F)B(3F)-O2

化合物No. 190: 3-HB(2F)B(3F)-O5

化合物No. 191: 3-HB(2F)B(3F)-O9

化合物No. 192: 3O2-HB(2F)B(3F)-2

化合物No. 193: F2-HB(2F)B(3F)-O3

化合物No. 194: F3-HB(2F)B(3F)-O2

化合物No. 195: FF4-HB(2F)B(3F)-O2

化合物No. 196: 3(FF)1-HB(2F)B(3F)-O3

化合物No. 197: 3-D(2, 5)B(2F)B(3F)-5

化合物No. 198: 3-D(2, 5)B(2F)B(3F)-O3

化合物No. 199: 3-P(2)B(2F)B(3F)-2

化合物No. 200: 4-P(3)B(2F)B(3F)-O3

化合物No. 201: 5-Si(4)B(2F)B(3F)-2

化合物No. 202: 2-HHB(2F)B(3F)-4

化合物No. 203: 3-HHB(2F)B(3F)-3

化合物No. 204: 4-HHB(2F)B(3F)-2

化合物No. 205: 5-HHB(2F)B(3F)-2

化合物No. 206: 3O-HHB(2F)B(3F)-2

化合物No. 207: 5O-HHB(2F)B(3F)-O1

化合物No. 208: 1O4-HHB(2F)B(3F)-3

化合物No. 209: 3-HSi(1)B(2F)B(3F)-O2

化合物No. 210: 5-HD(2, 5)B(2F)B(3F)-O2

化合物No. 211: 3-BHB(2F)B(3F)-3

化合物No. 212: 3-BHB(2F)B(3F)-5

化合物No. 213: 3-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-2

化合物No. 214: 3-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-5

化合物No. 215: 3-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-O2

化合物No. 216: 5-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-O3

化合物No. 217: 3O-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-2

化合物No. 218: 5O-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-O2

化合物No. 219: 18O-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-O3

化合物No. 220: F8-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-2

化合物No. 221: FF5-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-O4

化合物No. 222: FFF3-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-O3

化合物No. 223: F2O-B(2, 3F)HB(2F)B(3F)-O2

化合物No. 224: 1-HB(2F)B(3F)H-3

化合物No. 225: 2-HB(2F)B(3F)H-5

10

20

30

40

50

化合物No.	226	: 3-HB (2 F) B (3 F) H-5	
化合物No.	227	: F2-HB (2 F) B (3 F) H-2	
化合物No.	228	: F3-HB (2 F) B (3 F) H-5	
化合物No.	229	: F1O1-HB (2 F) B (3 F) H-4	
化合物No.	230	: 3 (F) 1-HB (2 F) B (3 F) H-3	
化合物No.	231	: 2O-HB (2 F) B (3 F) H-9	
化合物No.	232	: 5-P (3) B (2 F) B (3 F) P (2) -3	
化合物No.	233	: 3-Si (1) B (2 F) B (3 F) Si (4) -5	
化合物No.	234	: 3-HB (2 F) B (3 F) B (3 F) -2	
化合物No.	235	: 5-HB (2 F) B (3 F) B (3 F) -O2	10
化合物No.	236	: 3-HB (2 F) B (3 F) B (2, 3 F) -3	
化合物No.	237	: 5-HB (2 F) B (3 F) B (2, 3 F) -3	
化合物No.	238	: 3-HB (2 F) B (3 F) B (2, 3 F) -O2	
化合物No.	239	: 5-HB (2 F) B (3 F) B (2, 3 F) -O2	
化合物No.	240	: 2 (1) 1-HB (2 F) B (3 F) B (2, 3 F) -3	
化合物No.	241	: 1 (F) 3-HB (2 F) B (3 F) B (2, 3 F) -O5	
化合物No.	242	: 2-H2HB (2 F) B (3 F) -3	
化合物No.	243	: 4-H2HB (2 F) B (3 F) -3	
化合物No.	244	: 5-H2HB (2 F) B (3 F) -8	
化合物No.	245	: 3O-H2HB (2 F) B (3 F) -5	20
化合物No.	246	: 4O-H2HB (2 F) B (3 F) -3	
化合物No.	247	: 5O1-H2HB (2 F) B (3 F) -O2	
化合物No.	248	: 3-B (2 F) 2HB (2 F) B (3 F) -3	
化合物No.	249	: 5O-B (2 F) 2HB (2 F) B (3 F) -O3	
化合物No.	250	: 2-B (2, 3 F) 2HB (2 F) B (3 F) -4	
化合物No.	251	: 3-B (2, 3 F) 2HB (2 F) B (3 F) -5	
化合物No.	252	: 5-B (2, 3 F) 2HB (2 F) B (3 F) -OCF ₂ CF ₂ H	
化合物No.	253	: 3O-B (2, 3 F) 2HB (2 F) B (3 F) -3	
化合物No.	254	: 4O-B (2, 3 F) 2HB (2 F) B (3 F) -O3	
化合物No.	255	: F4-B (2, 3 F) 2HB (2 F) B (3 F) -O3	30
化合物No.	256	: 3-HB (2 F) B (3 F) 2B (2 F) -4	
化合物No.	257	: 5-HB (2 F) B (3 F) 2B (3 F) -3	
化合物No.	258	: 4-HB (2 F) B (3 F) 2B (3 F) -O2	
化合物No.	259	: 2-HB (2 F) B (3 F) 2B (2, 3 F) -5	
化合物No.	260	: 5-HB (2 F) B (3 F) 2B (2, 3 F) -3	
化合物No.	261	: 3-HB (2 F) B (3 F) 2B (2, 3 F) -O2	
化合物No.	262	: FF2 (F) 2-HB (2 F) B (3 F) 2B (2, 3 F) -O3	
化合物No.	263	: 2 (F) 2-HB (2 F) B (3 F) 2B (2, 3 F) -O3	
化合物No.	264	: 1-H4HB (2 F) B (3 F) -3	
化合物No.	265	: 2-H4HB (2 F) B (3 F) -3	40
化合物No.	266	: 5-H4HB (2 F) B (3 F) -3	
化合物No.	267	: 3-H4HB (2 F) B (3 F) -O2	
化合物No.	268	: 5-H4HB (2 F) B (3 F) -O2	
化合物No.	269	: 3-H4HB (2 F) B (3 F) -O3	
化合物No.	270	: 7-B4HB (2 F) B (3 F) -2	
化合物No.	271	: 3O-B (2, 3 F) 4HB (2 F) B (3 F) -O2	
化合物No.	272	: 4-HB (2 F) B (3 F) 4B (2, 3 F) -3	
化合物No.	273	: 11-HB (2 F) B (3 F) 4B (2, 3 F) -2	
化合物No.	274	: 3-HB (2 F) B (3 F) 4B (2, 3 F) -O5	
化合物No.	275	: F7-HB (2 F) B (3 F) 4B (2, 3 F) -O3	50

実施例 5 (使用例 3)

実施例 3 における組成物 (C) 85%と、実施例 4 で得られた 3, 3'-ジフルオロ-4'- (トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-4-プロポキシビフェニル (化合物 No. 183) 15%とからなる液晶組成物 (E) の物性値は次の通りであった。

NI: 81.7、 $\Delta\epsilon$: -1.54。

この液晶組成物 (D) を -20℃ のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 6

3, 3'-ジフルオロ-4'- ((トランス-4-プロピルシクロヘキシル) メトキシ) -4-プロポキシビフェニルの製造 (3-HCH₂OB (2F) B (3F) -O3 (化合物 No. 276)) の製造

(第一段) 3, 3'-ジフルオロ-4'-ヒドロキシ-4-プロポキシビフェニルの製造
3, 3'-ジフルオロ-4'-メトキシメトキシ-4-プロポキシビフェニル [Pd 触媒存在下、3-フルオロ-4-メトキシメトキシプロモベンゼンとジヒドロキシ (3-フルオロ-4-プロポキシフェニル) ボランとのクロスカップリング反応によって得た。] 10.0 g (32.4 mmol)、メタノール 50 ml および濃塩酸 10 ml の溶液を 3 時間加熱還流させた。反応溶液に水 50 ml を加え、ジエチルエーテル 150 ml で抽出した。得られた有機層を希炭酸水素ナトリウム水溶液で 2 回、水で 3 回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下に溶媒を留去して、粗製の 3, 3'-ジフルオロ-4'-ヒドロキシ-4-プロポキシビフェニル 8.5 g を得た。(収率: 99.8%)

このものは、これ以上の精製を行わずに次の反応に使用した。

(第二段) 3, 3'-ジフルオロ-4'- ((トランス-4-プロピルシクロヘキシル) メトキシ) -4-プロポキシビフェニルの製造

水素化ナトリウム 0.7 g (60% 油性、18.2 mmol 相当) およびジメチルホルムアミド (DMF) 5 ml の混合物中に、前段で得られた 3, 3'-ジフルオロ-4'-ヒドロキシ-4-プロポキシビフェニル 4.0 g (15.1 mmol) の DMF 20 ml 溶液を室温で滴下し、同温度で 1 時間攪拌した。次いで、反応液にトランス-4-プロピル-1-ヨードメチルシクロヘキサン 6.0 g (22.7 mmol) の DMF 20 ml 溶液を室温で滴下し、同温度で 1 時間攪拌後、3 時間加熱還流させた。反応終了後、反応溶液を希塩酸 50 ml 中に注ぎ、トルエン 150 ml で抽出した。得られた有機層を希水酸化ナトリウム水溶液で 3 回、水で 3 回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下に溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: ヘプタン/トルエン = 7/3) に付して、粗製の 3, 3'-ジフルオロ-4'- ((トランス-4-プロピルシクロヘキシル) メトキシ) -4-プロポキシビフェニル 2.3 g を得た。このものをエタノール/酢酸エチル (7/3) 混合溶媒から再結晶して標題化合物 1.8 g を得た。(収率: 48.2%)

この化合物は液晶相を示し、その転移温度は

C 86.6 ~ 87.0 N 126.8 Iso であった。

また、各スペクトルデータはよくその構造を支持した。

質量分析: 402 (M⁺)

¹H-NMR (CDCl₃, TMS 内部標準)

δ (ppm)

0.81 - 1.98 (m, 22 H)

3.85 (d, 2 H)

4.02 (t, 2 H)

6.88 - 7.31 (m, 6 H)

実施例 4 の方法に準じて以下の化合物を合成することができる。なお、ここに示した物性値は実施例 3 に準じて測定した組成物の値である。

化合物 No. 277: 2-HCH₂OB (2F) B (3F) -3

化合物 No. 278: 2-HCH₂OB (2F) B (3F) -5

化合物No.	279	: 3-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - 5	
化合物No.	280	: 5-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	281	: 8-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - 13	
化合物No.	282	: 2-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - O2	
化合物No.	283	: 4-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - O2	
化合物No.	284	: 4-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	285	: 5-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	286	: 3O-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	287	: 5O1-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - CF ₂ CFHCF ₃	
化合物No.	288	: F5-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	10
化合物No.	289	: F3-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - 2F	
化合物No.	290	: FF2-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - 5	
化合物No.	291	: FFF3-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - 4	
化合物No.	292	: 3(F)1-HCH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	293	: 5-D(2, 5)CH ₂ OB (2F) B (3F) - O2	
化合物No.	294	: 5-Si(4)CH ₂ OB (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	295	: 5-HOCH ₂ B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	296	: 3-HOCH ₂ B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	297	: 3-HOCH ₂ B (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	298	: 5-HOCH ₂ B (2F) B (3F) - O3	20
化合物No.	299	: 3-BCH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	300	: 3-BCH ₂ OB (2F) B (3F) - 5	
化合物No.	301	: 13-BCH ₂ OB (2F) B (3F) - 15	
化合物No.	302	: 4-BCH ₂ OB (2F) B (3F) - O2	
化合物No.	303	: 5-BCH ₂ OB (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	304	: F2-BCH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	305	: F3-BCH ₂ OB (2F) B (3F) - O5	
化合物No.	306	: FF4-BCH ₂ OB (2F) B (3F) - O2	
化合物No.	307	: 2-BOCH ₂ B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	308	: 4-BOCH ₂ B (2F) B (3F) - 4	30
化合物No.	309	: 7-BOCH ₂ B (2F) B (3F) - O2	
化合物No.	310	: 10-BOCH ₂ B (2F) B (3F) - 2F	
化合物No.	311	: 2O4-BOCH ₂ B (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	312	: F4-BOCH ₂ B (2F) B (3F) - 2F	
化合物No.	313	: 2-B(3F)CH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	314	: 4-B(3F)CH ₂ OB (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	315	: 3-B(3F)OCH ₂ B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	316	: 5-B(3F)-OCH ₂ B (2F) B (3F) - O2	
化合物No.	317	: 5-B(2F)CH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	318	: 3O-B(2F)CH ₂ OB (2F) B (3F) O2	40
化合物No.	319	: 7-B(2F)OCH ₂ B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	320	: 2O-B(2F)OCH ₂ B (2F) B (3F) - O4	
化合物No.	321	: 1O3-B(2F)OCH ₂ B (2F) B (3F) - O5	
化合物No.	322	: 3-B(2, 3F)CH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	323	: 5-B(2, 3F)CH ₂ OB (2F) B (3F) - 4	
化合物No.	324	: 7-B(2, 3F)CH ₂ OB (2F) B (3F) - 13	
化合物No.	325	: 2O-B(2, 3F)CH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	326	: 4O-B(2, 3F)CH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	327	: 3O-B(2, 3F)CH ₂ OB (2F) B (3F) - O2	
化合物No.	328	: 1O3-B(2, 3F)CH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	50

化合物No.	329	: 3O1-B (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	330	: F3O-B (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	331	: F4O-B (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	332	: 2-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 1	
化合物No.	333	: 3-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	334	: 3-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 4	
化合物No.	335	: 3-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 5	
化合物No.	336	: 3O-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	337	: 5O-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	338	: 2O-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - O3	10
化合物No.	339	: 3O-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - O4	
化合物No.	340	: 2O4-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 1	
化合物No.	341	: 8O8-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	342	: F2-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 7	
化合物No.	343	: F5-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	344	: FF3-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	345	: FFF4-B (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	346	: 3-BBCH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	347	: 5-BBCH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	348	: 7-BBCH ₂ OB (2F) B (3F) - 11	20
化合物No.	349	: 2-BBCH ₂ OB (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	350	: 3-BBCH ₂ OB (2F) B (3F) - O12	
化合物No.	351	: 4-BBOCH ₂ B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	352	: 9-BBOCH ₂ B (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	353	: 5-BBOCH ₂ B (2F) B (3F) - O4	
化合物No.	354	: F3-BBOCH ₂ B (2F) B (3F) - O2	
化合物No.	355	: 3(F)2-BBOCH ₂ B (2F) B (3F) - 4	
化合物No.	356	: 3(FF)1-BBOCH ₂ B (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	357	: 2-B (2, 3F) BCH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	358	: 5-B (2, 3F) BCH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	30
化合物No.	359	: 16-B (2, 3F) BCH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	360	: 3O-B (2, 3F) BCH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	361	: 5O-B (2, 3F) BCH ₂ OB (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	362	: 17O-B (2, 3F) BCH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	363	: 4O-B (2, 3F) BCH ₂ OB (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	364	: 2O-B (2, 3F) BOCH ₂ B (2F) B (3F) - 3	
化合物No.	365	: 3O-B (2, 3F) BOCH ₂ B (2F) B (3F) - OCF ₂ C F ₂ H	
化合物No.	366	: 3-BB (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) - 2	
化合物No.	367	: 5-BB (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) - O2	40
化合物No.	368	: 2-BB (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - 5	
化合物No.	369	: 3-BB (2, 3F) OCH ₂ B (2F) B (3F) - O3	
化合物No.	370	: 5-B (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) B - 3	
化合物No.	371	: 7-B (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) B - 2	
化合物No.	372	: 7-B (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) B - 2F	
化合物No.	373	: 3O-B (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) B - 2	
化合物No.	374	: 4O-B (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) B - 3F	
化合物No.	375	: F4-B (2, 3F) CH ₂ OB (2F) B (3F) B - 2F	
化合物No.	376	: 3-BCH ₂ OB (2F) B (3F) B (2, 3F) - 2	
化合物No.	377	: 4-BCH ₂ OB (2F) B (3F) B (2, 3F) - 3	50

- 化合物No. 378: $5-BCH_2OB(2F)B(3F)B(2, 3F)-O2$
 化合物No. 379: $FF2-BCH_2OB(2F)B(3F)B(2, 3F)-O3$
 化合物No. 380: $3(F)1-BCH_2OB(2F)B(3F)B(2, 3F)-O5$
 化合物No. 381: $2-BCH_2OB(2F)B(3F)B(2, 3F)-O3$
 化合物No. 382: $3O-B(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)B(2, 3F)-O1$
 化合物No. 383: $3-HHCH_2OB(2F)B(3F)-O3$
 NI: 88. 9、 $\Delta\epsilon: -1.57$
 化合物No. 384: $5-HHCH_2OB(2F)B(3F)-2$
 化合物No. 385: $5-HHCH_2OB(2F)B(3F)-3$
 化合物No. 386: $7-HHCH_2OB(2F)B(3F)-O1$
 化合物No. 387: $4O2-HHCH_2OB(2F)B(3F)-O2$
 化合物No. 388: $4(FF)1-HHCH_2OB(2F)B(3F)-1$
 化合物No. 389: $5-D(3, 5)HCH_2OB(2F)B(3F)-O2$
 化合物No. 390: $5-HSi(1)CH_2OB(2F)B(3F)-O3$
 化合物No. 391: $5-HBCH_2OB(2F)B(3F)-2$
 化合物No. 392: $3-HB(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)-2$
 化合物No. 393: $5-HB(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)-3$
 化合物No. 394: $8-HB(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)-3$
 化合物No. 395: $14-HB(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)-5$
 化合物No. 396: $2-HB(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)-O2$
 化合物No. 397: $3-HB(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)-O2$
 化合物No. 398: $5-HB(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)-O3$
 化合物No. 399: $F9-HB(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)-2$
 化合物No. 400: $3-HB(2, 3F)OCH_2B(2F)B(3F)-2$
 化合物No. 401: $5-HB(2, 3F)OCH_2B(2F)B(3F)-O2$
 化合物No. 402: $2O-B(2, 3F)HCH_2OB(2F)B(3F)-3$
 化合物No. 403: $5O-B(2, 3F)OCH_2B(2F)B(3F)-O3$
 化合物No. 404: $3-B(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)H-3$
 化合物No. 405: $3O-B(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)H-2$
 化合物No. 406: $5O-B(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)H-3F$
 化合物No. 407: $8O-B(2, 3F)CH_2OB(2F)B(3F)H-1O2$
 化合物No. 408: $4-HCH_2OB(2F)B(3F)B(3F)-O3$
 化合物No. 409: $5-HCH_2OB(2F)B(3F)B(2, 3F)-3$
 化合物No. 410: $3-HCH_2OB(2F)B(3F)B(2, 3F)-O5$
 化合物No. 411: $F4-HCH_2OB(2F)B(3F)B(2, 3F)-O2$
 化合物No. 412: $3(F)1-HCH_2OB(2F)B(3F)B(2, 3F)-O3$
 化合物No. 413: $2-HCH_2OB(2F)B(3F)B(2, 3F)-O4$
 化合物No. 414: $2-HCH_2OB(2F)B(3F)H-3$
 化合物No. 415: $5-HCH_2OB(2F)B(3F)H-3$
 化合物No. 416: $12-HCH_2OB(2F)B(3F)H-2$
 化合物No. 417: $FF3-HCH_2OB(2F)B(3F)H-4F$
 化合物No. 418: $FFF4-HCH_2OB(2F)B(3F)H-3F$
 実施例7 (使用例4)

実施例3における組成物(C)85%と、実施例6で得られた3, 3'-ジフルオロ-4'-((トランス-4-プロピルシクロヘキシル)メトキシ)-4-プロポキシビフェニル(化合物No. 276)15%とからなる液晶組成物(F)の物性値は次の通りであった。

10

20

30

40

50

NI : 80. 8、 $\Delta \epsilon$: -1. 77。

この液晶組成物 (F) を -20 °C のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 8

3, 3'-ジフルオロ-4'-(2-(3-フルオロ-4-メトキシフェニル)エチル)-4-プロポキシビフェニル (1O-B(2F)2B(2F)B(3F)-O3 (化合物 No. 419)) の製造

(第一段) 3, 3'-ジフルオロ-4'-(2-(3-フルオロ-4-メトキシフェニル)ビニル)-4-プロポキシビフェニルの製造

3-フルオロ-4-メトキシベンジルトリフェニルホスホニウムブロミド (3-フルオロ-4-メトキシプロモベンゼンと Mg から調製した Grignard 試薬とホルムアルデヒドとの反応、ハロゲン化反応を経た後、トリフェニルホスフィンと反応させて得た。) 11. 7 g (23. 5 mmol) および THF 30 ml の混合物中に氷冷下、ナトリウムメトキシド 1. 3 g (23. 5 mmol) を添加し、同温度で 1 時間攪拌した。反応混合物に 3, 3'-ジフルオロ-4'-ホルミル-4-プロポキシビフェニル (実施例 1 の第一段で得られた 3, 3'-ジフルオロ-4-プロポキシビフェニルを sec-ブチルリチウムでリチオ化した後、ピペリジン-1-カルバルデヒドと反応させて得た。) 5. 0 g (18. 1 mmol) の THF 25 ml 溶液を -60 °C 以下を保ちながら滴下し、同温度で 2 時間攪拌した。反応終了後、反応混合物に希塩酸 30 ml を加え、トルエン 200 ml で抽出した。得られた有機層を希炭酸水素ナトリウム水溶液で 2 回、水で 3 回洗浄した後、無水硫酸マグネシウム上で乾燥した。減圧下に溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: トルエン) に付して粗製の 3, 3'-ジフルオロ-4'-(2-(3-フルオロ-4-メトキシフェニル)ビニル)-4-プロポキシビフェニル 4. 6 g を得た。 (収率: 63. 8%)

このものは、これ以上の精製を行わずに次の反応に使用した。

(第二段) 3, 3'-ジフルオロ-4'-(2-(3-フルオロ-4-メトキシフェニル)エチル)-4-プロポキシビフェニルの製造

前段で得られた 3, 3'-ジフルオロ-4'-(2-(3-フルオロ-4-メトキシフェニル)ビニル)-4-プロポキシビフェニル 4. 6 g (11. 5 mmol)、5% Pd-CO. 2 g およびトルエン/エタノール (1/1) の混合溶媒 50 ml を混合して水素添加を行った。水素の吸収が停止した後、触媒を濾過して除去した。減圧下に溶媒を留去し、得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出液: ヘプタン/トルエン = 6/4) に付して、粗製の 3, 3'-ジフルオロ-4'-(2-(3-フルオロ-4-メトキシフェニル)エチル)-4-プロポキシビフェニル 3. 8 g を得た。このものをエタノール/酢酸エチル (8/2) 混合溶媒から再結晶して標題化合物 1. 9 g を得た。 (収率: 41. 3%)

実施例 8 の方法に準じて、以下の化合物を合成することができる。

化合物 No. 420 : 5-B(2F)2B(2F)B(3F)-1

化合物 No. 421 : 14-B(2F)2B(2F)B(3F)-3

化合物 No. 422 : 4O-B(2F)2B(2F)B(3F)-10

化合物 No. 423 : 5O-B(2F)2B(2F)B(3F)-2

化合物 No. 424 : 5O1-B(2F)2B(2F)B(3F)-O2

化合物 No. 425 : F4O-B(2F)2B(2F)B(3F)-3

化合物 No. 426 : 3-B(2F)2B(2F)B(3F)-O3

化合物 No. 427 : 3-B(2, 3F)2B(2F)B(3F)-2

化合物 No. 428 : 5-B(2, 3F)2B(2F)B(3F)-3

化合物 No. 429 : 3O-B(2, 3F)2B(2F)B(3F)-4

化合物 No. 430 : 5O-B(2, 3F)2B(2F)B(3F)-O2

化合物 No. 431 : 1O5-B(2, 3F)2B(2F)B(3F)-3

化合物 No. 432 : 2-H2B(2F)B(3F)-3

化合物No.	433	: 3-H2B(2F)B(3F)-3	
化合物No.	434	: 4-H2B(2F)B(3F)-3	
化合物No.	435	: 5-H2B(2F)B(3F)-3	
化合物No.	436	: 7-H2B(2F)B(3F)-2	
化合物No.	437	: 14-H2B(2F)B(3F)-2	
化合物No.	438	: 5-H2B(2F)B(3F)-O3	
化合物No.	439	: 5-H2B(2F)B(3F)-O4	
化合物No.	440	: 7-H2B(2F)B(3F)-O1	
化合物No.	441	: 1O7-H2B(2F)B(3F)-2	
化合物No.	442	: F2-H2B(2F)B(3F)-OCF ₂ CFHC F ₃	10
化合物No.	443	: 1(F)3-H2B(2F)B(3F)-O3	
化合物No.	444	: 4-Si(1)2B(2F)B(3F)-3	
化合物No.	445	: 1-BB(2, 3F)2B(2F)B(3F)-2	
化合物No.	446	: 2-BB(2, 3F)2B(2F)B(3F)-3	
化合物No.	447	: 3-BB(2, 3F)2B(2F)B(3F)-5	
化合物No.	448	: 5-BB(2, 3F)2B(2F)B(3F)-O2	
化合物No.	449	: 3-B(2, 3F)B2B(2F)B(3F)-2	
化合物No.	450	: 4-B(2, 3F)B2B(2F)B(3F)-3	
化合物No.	451	: 5-B(2, 3F)B2B(2F)B(3F)-2	
化合物No.	452	: 2O-B(2, 3F)B2B(2F)B(3F)-3	20
化合物No.	453	: 4O-B(2, 3F)B2B(2F)B(3F)-3	
化合物No.	454	: 5O-B(2, 3F)B2B(2F)B(3F)-O2	
化合物No.	455	: 5O1-B(2, 3F)B2B(2F)B(3F)O5	
化合物No.	456	: 3-B(2, 3F)B(2, 3F)2B(2F)B(3F)-2	
化合物No.	457	: 5O-B(2, 3F)B(2, 3F)2B(2F)B(3F)-O1	
化合物No.	458	: 3-HB(2, 3F)2B(2F)B(3F)-2	
化合物No.	459	: 4-HB(2, 3F)2B(2F)B(3F)-3	
化合物No.	460	: 5-HB(2, 3F)2B(2F)B(3F)-O2	
化合物No.	461	: 2-HH2B(2F)B(3F)-1	30
化合物No.	462	: 3-HH2B(2F)B(3F)-2	
化合物No.	463	: 5-HH2B(2F)B(3F)-2	
化合物No.	464	: 7-HH2B(2F)B(3F)-8	
化合物No.	465	: 13-HH2B(2F)B(3F)-3	
化合物No.	466	: 4-HH2B(2F)B(3F)-O3	
化合物No.	467	: 5-HH2B(2F)B(3F)-O3	
化合物No.	468	: 8-HH2B(2F)B(3F)-O3	
化合物No.	469	: F2-HH2B(2F)B(3F)-O4	
化合物No.	470	: FF4-HH2B(2F)B(3F)-O2	
化合物No.	471	: 7(F)1-HH2B(2F)B(3F)-3	40
化合物No.	472	: 3-Si(4)Si(4)2B(2F)B(3F)-5	
化合物No.	473	: 3-H2B(2F)B(3F)H-8	
化合物No.	474	: 4-H2B(2F)B(3F)H-3	
化合物No.	475	: 7-H2B(2F)B(3F)H-2	
化合物No.	476	: 1O4-H2B(2F)B(3F)H-5	
化合物No.	477	: 3O3-H2B(2F)B(3F)H-O2	
化合物No.	478	: 3-H2B(2F)B(3F)B(3F)-4	
化合物No.	479	: 4-H2B(2F)B(3F)B(3F)-2	
化合物No.	480	: 5-H2B(2F)B(3F)B(3F)-O3	
化合物No.	481	: 2-H2B(2F)B(3F)B(2, 3F)-4	50

化合物No. 482: 3-H2B(2F)B(3F)B(2, 3F)-2
 化合物No. 483: 5-H2B(2F)B(3F)B(2, 3F)-3
 化合物No. 484: 5-H2B(2F)B(3F)B(2, 3F)-O2
 化合物No. 485: 5-H2B(2F)B(3F)B(2, 3F)-O3
 化合物No. 486: F4-H2B(2F)B(3F)B(2, 3F)-O2
 化合物No. 487: F11-H2B(2F)B(3F)B(2, 3F)-O2
 化合物No. 488: 2-H4B(2F)B(3F)-3
 化合物No. 489: 4-H4B(2F)B(3F)-3
 化合物No. 490: 7-H4B(2F)B(3F)-2
 化合物No. 491: 5O1-H4B(2F)B(3F)-2
 化合物No. 492: F4-H4B(2F)B(3F)-OCF₂CF₂H
 化合物No. 493: 2-H4B(2F)B(3F)-O2
 化合物No. 494: 3O-B(2, 3F)4B(2F)B(3F)-O2
 化合物No. 495: 5O-B(2, 3F)4B(2F)B(3F)-O3
 化合物No. 496: F2O-B(2, 3F)4B(2F)B(3F)-3
 化合物No. 497: 3-BB(2, 3F)4B(2F)B(3F)-7
 化合物No. 498: 5-BB(2, 3F)4B(2F)B(3F)-O2
 化合物No. 499: 2-B(2, 3F)B4B(2F)B(3F)-4
 化合物No. 500: 3O-B(2, 3F)B4B(2F)B(3F)-O4
 化合物No. 501: 3-HH4B(2F)B(3F)-2
 化合物No. 502: 4-HH4B(2F)B(3F)-3
 化合物No. 503: 5-HH4B(2F)B(3F)-O2
 化合物No. 504: 8-HH4B(2F)B(3F)-O3

実施例9 (使用例5)

組成物例1の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI: 80.8、 $\Delta\epsilon$: -1.8、 Δn : 0.096、 η : 27.8。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例10 (使用例6)

組成物例2の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI: 81.7、 $\Delta\epsilon$: -1.5、 Δn : 0.099、 η : 23.9。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例11 (使用例7)

組成物例3の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI: 81.1、 $\Delta\epsilon$: -3.9、 Δn : 0.092。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例12 (使用例8)

組成物例4の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI: 87.3、 $\Delta\epsilon$: -3.5、 Δn : 0.080。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例13 (使用例9)

組成物例5の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI: 73.0、 $\Delta\epsilon$: -3.4、 Δn : 0.196、VHR: 98.3、97.4、96.9。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例14 (使用例10)

組成物例 6 の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 71.9$ 、 $\Delta \varepsilon : -2.8$ 、 $\Delta n : 0.149$ 。

この液晶組成物を -20°C のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 15 (使用例 11)

組成物例 7 の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 83.1$ 、 $\Delta n : 0.139$ 、 $\eta : 28.6$ 。

この液晶組成物を -20°C のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 16 (使用例 12)

組成物例 8 の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 81.0$ 、 $\Delta n : 0.211$ 。

この液晶組成物を -20°C のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 17 (使用例 13)

組成物例 9 の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 73.3$ 、 $\Delta \varepsilon : -3.9$ 、 $\Delta n : 0.131$ 。

この液晶組成物を -20°C のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 18 (使用例 14)

組成物例 10 の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 64.2$ 、 $\Delta \varepsilon : -5.6$ 、 $\Delta n : 0.078$ 、 $\eta : 43.8$ 、 $Vth : 2.03$ 。

この液晶組成物を -20°C のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 19 (使用例 15)

組成物例 11 の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 87.2$ 、 $\Delta \varepsilon : 7.3$ 、 $\Delta n : 0.166$ 、 $\eta : 19.8$ 、 $Vth : 2.04$ 。

組成物例 11 の液晶組成物 100 重量部に対し CM-33 を 0.8 重量部溶解したときのピッチは $10.6 \mu\text{m}$ であった。

この液晶組成物を -20°C のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 20 (使用例 16)

組成物例 12 の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 90.8$ 、 $\Delta \varepsilon : 6.3$ 、 $\Delta n : 0.206$ 、 $\eta : 37.8$ 、 $Vth : 2.28$ 。

この液晶組成物を -20°C のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 21 (使用例 17)

組成物例 13 の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 72.9$ 、 $\Delta \varepsilon : 23.8$ 、 $\Delta n : 0.120$ 、 $\eta : 39.9$ 、 $Vth : 0.99$ 。

この液晶組成物を -20°C のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 22 (使用例 18)

組成物例 14 の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

$NI : 86.2$ 、 $\Delta \varepsilon : 4.5$ 、 $\Delta n : 0.119$ 、 $\eta : 19.8$ 、 $Vth : 2.43$ 。

この液晶組成物を -20°C のフリーザー中に放置したが、60 日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例 23 (使用例 18)

組成物例 15 の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI : 95.8、 $\Delta\epsilon$: 6.8、 Δn : 0.210、 η : 17.5、Vth : 2.10。
この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例24（使用例19）

組成物例16の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI : 80.1、 $\Delta\epsilon$: 6.1、 Δn : 0.133、 η : 14.6、Vth : 2.14。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例25（使用例20）

組成物例17の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

10

NI : 86.7、 $\Delta\epsilon$: 3.2、 Δn : 0.096、 η : 20.1、Vth : 2.67。

組成物例17の液晶組成物100重量部に対し光学活性化合物CNを0.3重量部溶解した液晶組成物のピッチは77 μ mであった。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例26（使用例21）

組成物例18の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI : 76.8、 $\Delta\epsilon$: 12.8、 Δn : 0.089、 η : 35.4、Vth : 1.46

。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

20

実施例27（使用例22）

組成物例19の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI : 89.0、 $\Delta\epsilon$: 4.7、 Δn : 0.131、 η : 22.3、Vth : 2.36。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例28（使用例23）

組成物例20の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI : 83.5、 $\Delta\epsilon$: 4.3、 Δn : 0.095、 η : 17.4、Vth : 2.43。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

30

実施例29（使用例24）

組成物例21の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI : 75.3、 $\Delta\epsilon$: 7.8、 Δn : 0.097、 η : 26.2、Vth : 1.81。

この液晶組成物を-20℃のフリーザー中に放置したが、60日を越えてもスメクチック相の出現および結晶の析出はみられなかった。

実施例30（使用例25）

組成物例22の液晶組成物の物性値は次の通りであった。

NI : 97.4、 $\Delta\epsilon$: 6.5、 Δn : 0.139、 η : 38.1、Vth : 2.01、

VHR : 97.6、96.4、96.0。

40

組成物例22の液晶組成物100重量部に対し光学活性化合物CM-43Lを0.2重量部溶解した液晶組成物のピッチは76 μ mであった。

実施例31（比較例1）

実施例13において3, 3', 3"-トリフルオロ-4, 4"-ジプロポキシテルフェニル（化合物No. 1）および3, 3'-ジフルオロ-4'-（トランス-4-プロピルシクロヘキシル）-4-プロポキシビフェニル（化合物No. 183）に代えて、特開昭64-29342に記載の化合物3, 3'-ジフルオロ-4'-デシルオキシビフェニル-4-イル＝トランス-4-ヘプチルシクロヘキサンカルボキシラート（7-HEB（2F）B（3F）-10）の9%を用いる以外同様にして得られた液晶組成物（G）のVHRは次の通りであった。

50

VHR: 97.8、84.2、79.8。

このことから本発明の化合物が、エステル結合を有する公知の化合物 3, 3'-ジフルオロ-4'-デシルオキシビフェニル-4-イル=トランス-4-ヘプチルシクロヘキサンカルボキシラートと比較して、高い電圧保持率を有することがわかった。

実施例 32 (比較例 2)

実施例 11 において 3, 3'-ジフルオロ-4'- (トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-4-プロポキシビフェニル (化合物 No. 183) および 3, 3'-ジフルオロ-4'- ((トランス-4-プロピルシクロヘキシル) メトキシ)-4-プロポキシビフェニル (化合物 No. 276) に代えて、GB 2 258 232 A に記載の一般式に包含される化合物である 3, 3'-ジフルオロ-4'-プロポキシ-4-プロピルテルフェニル (3O1-BB(2F)B(3F)-3) の 10.0% および特開平 3-141237 に記載の一般式に包含される化合物である 3, 3'-ジフルオロ-4'- ((4-エチルフェニル) メトキシ)-4-プロポキシビフェニル (2-BCH₂OB(2F)B(3F)-O3) の 10% を用いる以外、同様にして得られた液晶組成物 (H) の物性値は次の通りであった。

10

NI: 77.5、 $\Delta\epsilon$: -3.8、 Δn : 0.109。

この液晶組成物 (H) を -20℃ のフリーザー中に放置したところ、1 日でスメクチック相が出現した。

このことから本発明の化合物が、公知の化合物と比較して、低温下でもスメクチック相を示しにくく、かつ、大きな負の $\Delta\epsilon$ を有することが分かった。

20

実施例 33 (比較例 3)

実施例 11 において 3, 3'-ジフルオロ-4'- (トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-4-プロポキシビフェニル (化合物 No. 183) および 3, 3'-ジフルオロ-4'- ((トランス-4-プロピルシクロヘキシル) メトキシ)-4-プロポキシビフェニル (化合物 No. 276) に代えて、特表平 2-503441 に記載の一般式に包含される化合物である 2, 3-ジフルオロ-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) プロポキシベンゼン (3-HHB(2, 3F)-O3) の 10.0% および 2, 3-ジフルオロ-4- ((トランス-4-プロピルシクロヘキシル) メトキシ)-プロポキシビフェニル (3-HCH₂OB(2, 3F)-O3) の 10% を用いる以外、同様にして得られた液晶組成物 (I) の物性値は次の通りであった。

30

NI: 79.8、 $\Delta\epsilon$: -3.7、 Δn : 0.091。

この液晶組成物 (I) を -20℃ のフリーザー中に放置したところ、4 日でスメクチック相が出現した。

このことから本発明の化合物が、公知の化合物と比較して、低温下でもスメクチック相を示しにくく、かつ、大きな負の $\Delta\epsilon$ を有することが分かった。

本発明の液晶性化合物は極めて高い電圧保持率および低いしきい値電圧を有し、それらの温度依存性が極めて小さく、スメクチック相を示しにくい上、他の液晶材料との相溶性が改善されている。また、本発明の液晶性化合物は置換基を適当に選択することにより、所望の物性を有する新たな液晶性化合物を提供することができる。

40

産業上の利用可能性

従って、本発明の液晶性化合物を液晶組成物の成分として用いることにより、極めて高い電圧保持率を有し、その温度依存性が極めて小さく、低いしきい値電圧、適切な大きさの Δn および $\Delta\epsilon$ を有し、安定性および他の液晶材料との相溶性に優れている新たな液晶組成物を提供することができ、これを用いて IPS 方式や VA 方式などの優れた液晶表示素子を提供することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 中川 悦男
千葉県市原市五井 8 8 9 0 番地

審査官 牟田 博一

(56)参考文献 特開平 0 6 - 2 2 8 0 3 7 (J P , A)
英国特許出願公開第 0 2 2 4 0 7 7 8 (G B , A)
特開平 3 - 1 4 1 2 3 7 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl., D B名)

C07C 43/225

C09K 19/10

C09K 19/42

G02F 1/13

CAplus(STN)

REGISTRY(STN)