

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5012020号
(P5012020)

(45) 発行日 平成24年8月29日(2012.8.29)

(24) 登録日 平成24年6月15日(2012.6.15)

(51) Int.Cl.	F I
C O 7 C 69/54 (2006.01)	C O 7 C 69/54 C S P B
C O 9 K 19/46 (2006.01)	C O 9 K 19/46
C O 9 K 19/38 (2006.01)	C O 9 K 19/38
C O 9 K 19/30 (2006.01)	C O 9 K 19/30
G O 2 F 1/13 (2006.01)	G O 2 F 1/13 5 0 0
請求項の数 17 (全 28 頁) 最終頁に続く	

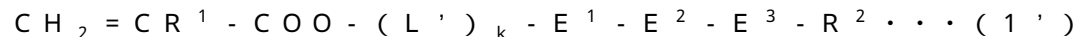
(21) 出願番号	特願2006-528344 (P2006-528344)	(73) 特許権者	000000044
(86) (22) 出願日	平成17年2月8日(2005.2.8)		旭硝子株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2005/001839		東京都千代田区丸の内一丁目5番1号
(87) 国際公開番号	W02006/001096	(74) 代理人	100086689
(87) 国際公開日	平成18年1月5日(2006.1.5)		弁理士 松井 茂
審査請求日	平成20年1月7日(2008.1.7)	(72) 発明者	海田 由里子
(31) 優先権主張番号	特願2004-185090 (P2004-185090)		福島県郡山市待池台1-8 郡山西部第二
(32) 優先日	平成16年6月23日(2004.6.23)		工業団地 旭硝子郡山電材株式会社内
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(72) 発明者	永山 裕道
(31) 優先権主張番号	特願2004-187788 (P2004-187788)		福島県郡山市待池台1-8 郡山西部第二
(32) 優先日	平成16年6月25日(2004.6.25)		工業団地 旭硝子郡山電材株式会社内
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(72) 発明者	熊井 裕
(31) 優先権主張番号	特願2004-187795 (P2004-187795)		福島県郡山市待池台1-8 郡山西部第二
(32) 優先日	平成16年6月25日(2004.6.25)		工業団地 旭硝子郡山電材株式会社内
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 重合性液晶化合物、液晶組成物、光学異方性材料、および光学素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下式(1')で表される化合物。



ただし、式中の記号は以下の意味を示す。

 R^1 : 水素原子またはメチル基。 R^2 : 炭素数1~8のアルキル基。 L' : $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ 、 $-\text{Cy}-\text{COO}-$ (Cy はトランス-1,4-シクロヘキシレン基。)、または $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ (ただし、 p は2~8の整数。)。

E^1 、 E^2 、 E^3 : それぞれ独立に1,4-フェニレン基またはトランス-1,4-シクロヘキシレン基(ただし、 E^1 、 E^2 、および E^3 の少なくとも1つはトランス-1,4-シクロヘキシレン基であり、かつ、 L' が $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ である場合の E^1 はトランス-1,4-シクロヘキシレン基であり、 L' が $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ であるかまたは k が0である場合の E^1 と E^3 の夫々は1,4-フェニレン基であり、 E^2 はトランス-1,4-シクロヘキシレン基である)。ただし、前記の1,4-フェニレン基およびトランス-1,4-シクロヘキシレン基は、該基中の炭素原子に結合した水素原子がフッ素原子、塩素原子またはメチル基で置換されていてもよい。

 k : 0または1。

【請求項2】

請求項1に記載の化合物から選ばれる2種以上の化合物を含むか、または、請求項1に

10

20

記載の化合物の 1 種以上と、請求項 1 に記載の化合物以外の重合性液晶の 1 種以上とを含むことを特徴とする液晶組成物。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の化合物の量が、液晶組成物中の重合性液晶の合計量に対して 50 ~ 100 質量%である請求項 2 に記載の液晶組成物。

【請求項 4】

請求項 1 に記載の化合物とそれ以外の重合性液晶との合計含有量が、液晶組成物に対して 90 質量%以上である請求項 2 に記載の液晶組成物。

【請求項 5】

液晶組成物中の全重合性液晶に対する請求項 1 に記載の化合物の割合が 20 モル%以上である、請求項 2 ~ 4 のいずれかに記載の液晶組成物。

10

【請求項 6】

請求項 2 ~ 5 のいずれかに記載の液晶組成物を、該液晶組成物が液晶相を示す状態で、かつ液晶が配向した状態で重合させてなることを特徴とする光学異方性材料。

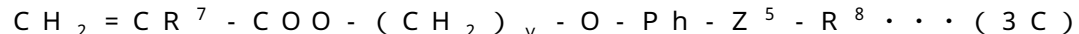
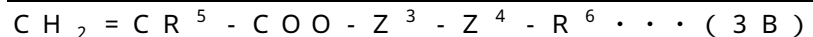
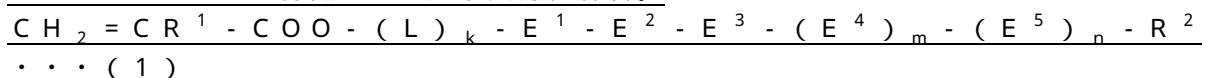
【請求項 7】

光学異方性材料が波長 300 ~ 450 nm のレーザー光を透過させて使用する光学異方性材料である、請求項 6 に記載の光学異方性材料。

【請求項 8】

重合性液晶を 75 質量%以上含む液晶組成物であって、全重合性液晶に対して下式 (1) で表される化合物 5 質量%以上を含み、かつ下式 (1) で表される化合物と、下式 (3A)、(3B) 及び (3C) で表される少なくとも 1 種の化合物とを全重合性液晶に対して 50 質量%以上含む液晶組成物を、該液晶組成物が液晶相を示す状態で、かつ液晶が配向した状態で重合させてなり、波長 300 ~ 450 nm のレーザー光を透過させて使用するものであることを特徴とする光学異方性材料。

20



ただし、式中の記号は以下の意味を示す。

30

R^1 、 R^3 、 R^5 、 R^7 はそれぞれ独立に水素原子またはメチル基。

R^2 、 R^4 、 R^6 、 R^8 はそれぞれ独立に炭素数 1 ~ 8 のアルキル基。

L は $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_q-$ 、 $-\text{Cy}-\text{COO}-$ (Cy はトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基。)、 $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ 、 $-\text{E}^6-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{E}^7-\text{CH}_2\text{O}-$ 、または $-\text{E}^8-\text{O}-$ (ただし、 p および q はそれぞれ独立に 2 ~ 8 の整数。)。

E^1 、 E^2 、 E^3 、 E^4 、 E^5 、 E^6 、 E^7 、 E^8 、 Z^2 、 Z^3 、 Z^4 、 Z^5 はそれぞれ独立に 1, 4 - フェニレン基またはトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基 (ただし、 E^1 、 E^2 、および E^3 の少なくとも 1 つはトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基であり、かつ、 L が $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ である場合の E^1 はトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基である)。ただし、前記の 1, 4 - フェニレン基およびトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基は、該基中の炭素原子に結合した水素原子がフッ素原子、塩素原子またはメチル基で置換されていてもよい。

40

k 、 m 、 n : それぞれ独立に 0 または 1。ただし、 k が 1 であり、かつ L が $-\text{Cy}-\text{COO}-$ 、 $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ 、 $-\text{E}^6-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{E}^7-\text{CH}_2\text{O}-$ 、または $-\text{E}^8-\text{O}-$ である場合、 m および n の少なくとも一方は 0 である。

Ph : 1, 4 - フェニレン基。

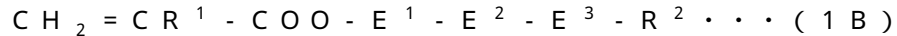
v : 1 ~ 8 の整数。

【請求項 9】

前記式 (1) で表される化合物が、下記式 (1B) で表される化合物である、請求項 8

50

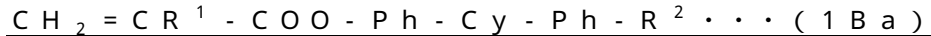
に記載の光学異方性材料。



ただし、式中の記号は前記式(1)と同じ意味を示す。

【請求項10】

前記式(1B)で表される化合物が、下記式(1Ba)または(1Bb)で表される化合物である、請求項9に記載の光学異方性材料。



ただし、式中の記号は前記式(1)と同じ意味を示す。

【請求項11】

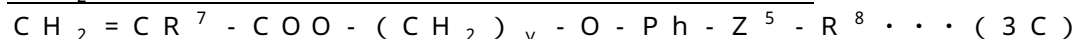
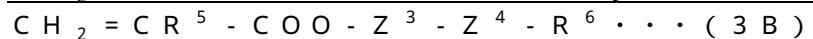
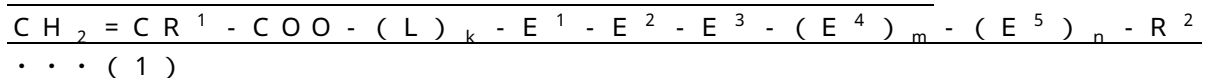
請求項2～5のいずれかに記載の液晶組成物を、1対の支持体間に挟持し、該液晶組成物が液晶相を示す状態で、かつ液晶が配向した状態で重合させてなることを特徴とする光学素子。

【請求項12】

光学素子が波長300～450nmのレーザー光を透過させて使用する光学素子である、請求項11に記載の光学素子。

【請求項13】

重合性液晶を75質量%以上含む液晶組成物であって、全重合性液晶に対して下式(1)で表される化合物5質量%以上を含み、かつ下式(1)で表される化合物と、下式(3A)、(3B)及び(3C)で表される少なくとも1種の化合物とを全重合性液晶に対して50質量%以上含む液晶組成物を、1対の支持体間に挟持し、該液晶組成物が液晶相を示す状態で、かつ液晶が配向した状態で重合させてなり、波長300～450nmのレーザー光を透過させて使用するものであることを特徴とする光学素子。



ただし、式中の記号は以下の意味を示す。

R^1 、 R^3 、 R^5 、 R^7 はそれぞれ独立に水素原子またはメチル基。

R^2 、 R^4 、 R^6 、 R^8 はそれぞれ独立に炭素数1～8のアルキル基。

Lは $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_q-$ 、 $-\text{Cy}-\text{COO}-$ (Cyはトランス-1,4-シクロヘキシレン基。)、 $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ 、 $-\text{E}^6-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{E}^7-\text{CH}_2\text{O}-$ 、または $-\text{E}^8-\text{O}-$ (ただし、pおよびqはそれぞれ独立に2～8の整数。)。

E^1 、 E^2 、 E^3 、 E^4 、 E^5 、 E^6 、 E^7 、 E^8 、 Z^2 、 Z^3 、 Z^4 、 Z^5 はそれぞれ独立に1,4-フェニレン基またはトランス-1,4-シクロヘキシレン基(ただし、 E^1 、 E^2 、および E^3 の少なくとも1つはトランス-1,4-シクロヘキシレン基であり、かつ、Lが $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ である場合の E^1 はトランス-1,4-シクロヘキシレン基である)。ただし、前記の1,4-フェニレン基およびトランス-1,4-シクロヘキシレン基は、該基中の炭素原子に結合した水素原子がフッ素原子、塩素原子またはメチル基で置換されていてもよい。

k、m、n：それぞれ独立に0または1。ただし、kが1であり、かつLが $-\text{Cy}-\text{COO}-$ 、 $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ 、 $-\text{E}^6-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{E}^7-\text{CH}_2\text{O}-$ 、または $-\text{E}^8-\text{O}-$ である場合、mおよびnの少なくとも一方は0である。

Ph：1,4-フェニレン基。

v：1～8の整数。

【請求項14】

前記式(1)で表される化合物が、下記式(1B)で表される化合物である、請求項13に記載の光学素子。

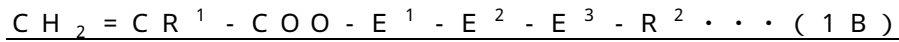
10

20

30

40

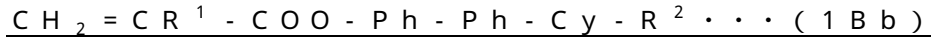
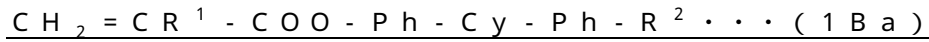
50



ただし、式中の記号は前記式(1)と同じ意味を示す。

【請求項15】

前記式(1B)で表される化合物が、下記式(1Ba)または(1Bb)で表される化合物である、請求項14に記載の光学素子。



ただし、式中の記号は前記式(1)と同じ意味を示す。

【請求項16】

請求項11～15のいずれかに記載の光学素子を用いてなる回折素子。

10

【請求項17】

請求項11～15のいずれかに記載の光学素子を用いてなる位相板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、新規な化合物、該化合物を含む液晶組成物、該液晶組成物を重合させてなる光学異方性材料、および光学素子に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、光ディスクの大容量化を図るため、情報の書き込み、読み取りに使用されるレーザー光の短波長化が進んでいる。現在、CDでは波長780nm、DVDでは波長660nmのレーザー光が使用されているが、次世代光記録メディアでは、波長300～450nmのレーザー光の使用が検討されている。これに伴い、波長300～450nmのレーザー光(以下、青色レーザー光とも記す。)を変調する回折素子、位相板等の光学素子が必要となり、該波長帯のレーザー光に対応できる光学異方性材料が求められている。

20

【0003】

一方、重合性官能基を有する液晶分子は、重合性モノマーとしての性質と液晶としての性質とを併有する。したがって、重合性官能基を有する液晶分子を配向させた後に重合反応を行うと、液晶分子の配向が固定された光学異方性材料が得られる。光学異方性材料は、メソゲン骨格に由来する屈折率異方性等の光学異方性を有し、該性質を利用して回折素子、位相板等に応用されている。

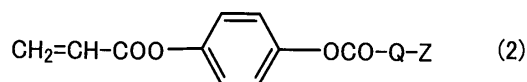
30

【0004】

このような光学異方性材料としては、たとえば、下式(2)で表される化合物(ただし、式中のQは、1,4-フェニレン基またはトランス-1,4-シクロヘキシレン基であり、Zはアルキル基である。)を含む液晶組成物を重合させてなる高分子液晶が報告されている(特開平10-195138号公報参照。)。

【0005】

【化1】



40

【0006】

また、一般に、回折素子や位相板用の光学異方性材料に求められる特性としては、以下の特性が挙げられる。

- (1) 光の吸収が少ないこと。
- (2) 面内光学特性(リタデーション値等)が均一なこと。
- (3) 素子を構成する他の材料と光学特性を合わせやすいこと。
- (4) 屈折率の波長分散が小さいこと。
- (5) 耐久性が良好なこと。

【発明の開示】

50

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかし、特開平10-195138号公報に記載された高分子液晶等の、従来から知られた材料は、青色レーザー光に対する耐久性が不充分である問題があった。

【課題を解決するための手段】

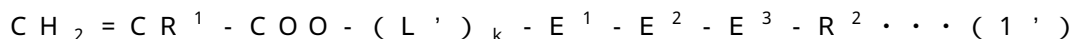
【0008】

本発明は、前記の問題点を解決するためになされたものであり、光学異方性材料、および光学素子に要求される特性を満たし、かつ青色レーザー光に対する耐久性が高い新規な化合物、該化合物を含む液晶組成物、該液晶組成物を重合してなる光学異方性材料、および光学素子を提供する。すなわち、本発明は以下の発明を提供する。

10

【0009】

1. 下式(1')で表される化合物。



ただし、式中の記号は以下の意味を示す。

R^1 : 水素原子またはメチル基。

R^2 : 炭素数1~8のアルキル基。

L' : $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ 、 $-\text{Cy}-\text{COO}-$ (Cy はトランス-1,4-シクロヘキシレン基。)、または $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ (ただし、 p は2~8の整数。)。

E^1 、 E^2 、 E^3 : それぞれ独立に1,4-フェニレン基またはトランス-1,4-シクロヘキシレン基 (ただし、 E^1 、 E^2 、および E^3 の少なくとも1つはトランス-1,4-シクロヘキシレン基であり、かつ、 L' が $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ である場合の E^1 はトランス-1,4-シクロヘキシレン基であり、 L' が $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ であるかまたは k が0である場合の E^1 と E^3 の夫々は1,4-フェニレン基であり、 E^2 はトランス-1,4-シクロヘキシレン基である)。ただし、前記の1,4-フェニレン基およびトランス-1,4-シクロヘキシレン基は、該基中の炭素原子に結合した水素原子がフッ素原子、塩素原子またはメチル基で置換されていてもよい。

20

k : 0または1。

2. 上記1に記載の化合物から選ばれる2種以上の化合物を含むか、または、上記1に記載の化合物の1種以上と、上記1に記載の化合物以外の重合性液晶の1種以上とを含むことを特徴とする液晶組成物。

30

3. 上記1に記載の化合物の量が、液晶組成物中の重合性液晶の合計量に対して50~100質量%である上記2に記載の液晶組成物。

4. 上記1に記載の化合物とそれ以外の重合性液晶との合計含有量が、液晶組成物に対して90質量%以上である上記2に記載の液晶組成物。

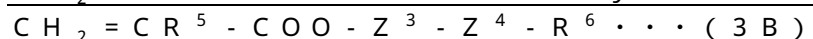
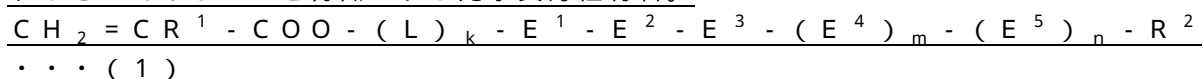
5. 液晶組成物中の全重合性液晶に対する上記1に記載の化合物の割合が20モル%以上である、上記2~4のいずれかに記載の液晶組成物。

6. 上記2~5のいずれかに記載の液晶組成物を、該液晶組成物が液晶相を示す状態で、かつ液晶が配向した状態で重合させてなることを特徴とする光学異方性材料。

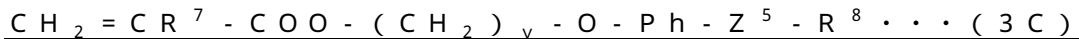
7. 光学異方性材料が波長300~450nmのレーザー光を透過させて使用する光学異方性材料である、上記6に記載の光学異方性材料。

40

8. 重合性液晶を75質量%以上含む液晶組成物であって、全重合性液晶に対して下式(1)で表される化合物5質量%以上を含み、かつ下式(1)で表される化合物と、下式(3A)、(3B)及び(3C)で表される少なくとも1種の化合物とを全重合性液晶に対して50質量%以上含む液晶組成物を、該液晶組成物が液晶相を示す状態で、かつ液晶が配向した状態で重合させてなり、波長300~450nmのレーザー光を透過させて使用するものであることを特徴とする光学異方性材料。



50



ただし、式中の記号は以下の意味を示す。

R^1 、 R^3 、 R^5 、 R^7 はそれぞれ独立に水素原子またはメチル基。

R^2 、 R^4 、 R^6 、 R^8 はそれぞれ独立に炭素数 1 ~ 8 のアルキル基。

L は $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_q-$ 、 $-\text{Cy}-\text{COO}-$ (Cy はトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基。)、 $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ 、 $-\text{E}^6-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{E}^7-\text{CH}_2\text{O}-$ 、または $-\text{E}^8-\text{O}-$ (ただし、 p および q はそれぞれ独立に 2 ~ 8 の整数。)。

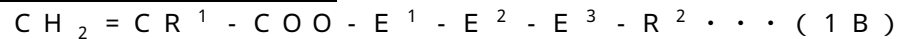
E^1 、 E^2 、 E^3 、 E^4 、 E^5 、 E^6 、 E^7 、 E^8 、 Z^2 、 Z^3 、 Z^4 、 Z^5 はそれぞれ独立に 1, 4 - フェニレン基またはトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基 (ただし、 E^1 、 E^2 、および E^3 の少なくとも 1 つはトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基であり、かつ、 L が $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ である場合の E^1 はトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基である)。ただし、前記の 1, 4 - フェニレン基およびトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基は、該基中の炭素原子に結合した水素原子がフッ素原子、塩素原子またはメチル基で置換されていてもよい。

k 、 m 、 n : それぞれ独立に 0 または 1。ただし、 k が 1 であり、かつ L が $-\text{Cy}-\text{COO}-$ 、 $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ 、 $-\text{E}^6-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{E}^7-\text{CH}_2\text{O}-$ 、または $-\text{E}^8-\text{O}-$ である場合、 m および n の少なくとも一方は 0 である。

Ph : 1, 4 - フェニレン基。

v : 1 ~ 8 の整数。

9 . 前記式 (1) で表される化合物が、下記式 (1 B) で表される化合物である、上記 8 に記載の光学異方性材料。



ただし、式中の記号は前記式 (1) と同じ意味を示す。

10 . 前記式 (1 B) で表される化合物が、下記式 (1 B a) または (1 B b) で表される化合物である、上記 9 に記載の光学異方性材料。



ただし、式中の記号は前記式 (1) と同じ意味を示す。

11 . 上記 2 ~ 5 のいずれかに記載の液晶組成物を、1 対の支持体間に挟持し、該液晶組成物が液晶相を示す状態で、かつ液晶が配向した状態で重合させてなることを特徴とする光学素子。

12 . 光学素子が波長 300 ~ 450 nm のレーザー光を透過させて使用する光学素子である、上記 11 に記載の光学素子。

13 . 重合性液晶を 75 質量% 以上含む液晶組成物であって、全重合性液晶に対して上記式 (1) で表される化合物 5 質量% 以上を含み、かつ上記式 (1) で表される化合物と、上記式 (3 A)、(3 B) 及び (3 C) で表される少なくとも 1 種の化合物とを全重合性液晶に対して 50 質量% 以上含む液晶組成物を、1 対の支持体間に挟持し、該液晶組成物が液晶相を示す状態で、かつ液晶が配向した状態で重合させてなり、波長 300 ~ 450 nm のレーザー光を透過させて使用するものであることを特徴とする光学素子。

14 . 式 (1) で表される化合物が、上記式 (1 B) で表される化合物である、上記 13 に記載の光学素子。

15 . 式 (1 B) で表される化合物が、上記式 (1 B a) または (1 B b) で表される化合物である、上記 14 に記載の光学素子。

16 . 上記 11 ~ 15 のいずれかに記載の光学素子を用いてなる回折素子。

17 . 上記 11 ~ 15 のいずれかに記載の光学素子を用いてなる位相板。

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、新規な化合物、該化合物を含む液晶組成物、該液晶組成物を重合させてなる光学異方性材料、および光学素子が得られる。該光学異方性材料、および光学素子

10

20

30

40

50

は、青色レーザー光に対する耐久性に優れる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本明細書においては、式(1)で表される化合物を化合物(1)とも記す。他の化合物についても同様に記す。「Ph」は1,4-フェニレン基を表し、「Cy」はトランス-1,4-シクロヘキシレン基を表す。これらの環基は非置換の基であってもよく、該基中の水素原子が該基中の炭素原子に結合した水素原子がフッ素原子、塩素原子またはメチル基で置換されていてもよく、それぞれ、非置換の基であることが好ましい。なお、環基が1,4-シクロヘキシレン基である場合、1位および4位の結合手はトランスの位置にある。また、アルキル基に構造異性の基が存在する場合はその全ての基を含み、直鎖アルキル基が好ましい。

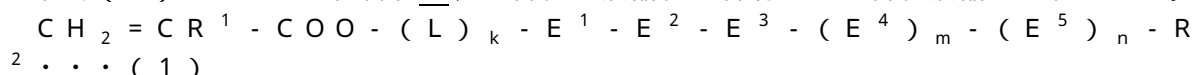
10

【0012】

液晶性と重合性とを併有する化合物を、以下、重合性液晶という。以下における波長の記載は、中心波長 $\pm 2\text{ nm}$ の範囲にあることを意味する。また、屈折率異方性を Δn と略記する。

【0013】

下式(1)で表される化合物は、重合性と液晶性を併有する重合性液晶の一種である。



R^1 は水素原子またはメチル基であり、水素原子が好ましい。 R^1 が水素原子である場合、後述する化合物(1)を含む液晶組成物を光重合させて光学異方性材料および光学素子を得る際に、重合反応が速やかに進行するので好ましい。また、光重合反応によって得られる光学異方性材料および光学素子の特性が外部環境(温度等)の影響を受けにくく、リタデーションの面内分布が小さい利点もある。

20

【0014】

R^2 は炭素数1~8のアルキル基である。このことによって化合物(1)を含む液晶組成物の融点(T_m)(すなわち、結晶相-ネマチック相相転移点)を低くできる。 R^2 としては、炭素数2~6の該基が好ましい。また、化合物(1)が液晶性を示す温度範囲を広くできることから、 R^2 は直鎖構造であることが好ましい。

【0015】

Lは、 $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_q-$ 、 $-\text{Cy}-\text{COO}-$ 、 $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ 、 $-\text{E}^6-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{E}^7-\text{CH}_2\text{O}-$ 、または $-\text{E}^8-\text{O}-$ である(ただし、 p および q はそれぞれ独立に2~8の整数であり、4~6の整数が好ましい。 E^6 、 E^7 、および E^8 は、1,4-フェニレン基またはトランス-1,4-シクロヘキシレン基であり、それぞれ非置換の基であることが好ましい。)

30

【0016】

Lとしては、 $-\text{Cy}-\text{COO}-$ 、 $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ (好ましくは $-(\text{CH}_2)_6\text{O}-$)、および $-\text{Ph}-(\text{CH}_2)_2\text{O}-$ が好ましい。

【0017】

Lが $-\text{Cy}-\text{COO}-$ である場合は、後述する重合反応を行って光学異方性材料および光学素子とした場合に、大きな Δn を発現できる。他の重合性液晶との相溶性が良好であり、 T_m を低くできる点ではLが $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ であることが好ましい。

40

【0018】

また、一般に、重合性液晶を重合させると、重合反応の前後で Δn の値が低下する傾向があるが、Lが $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_q-$ 等のポリメチレン基を有する基である場合は、重合反応の前後における、 Δn 値の低下を抑えることができる。

【0019】

k 、 m 、および n 、はそれぞれ独立に0または1である。ただし、 k が1でありかつLが $-\text{Cy}-\text{COO}-$ 、 $-\text{Cy}-\text{OCO}-$ 、 $-\text{E}^6-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{E}^7-\text{CH}_2\text{O}-$ 、または $-\text{E}^8-\text{O}-$ である場合、 m および n の少なくとも一方は0である。

50

【0020】

E^1 、 E^2 、 E^3 、 E^4 、および E^5 は、それぞれ独立に1,4-フェニレン基またはトランス-1,4-シクロヘキシレン基である。化合物(1)が有する環基の数は3~5個であり、 E^1 、 E^2 、および E^3 の少なくとも1つはCyであり、かつ、Lが-Cy-OCO-である場合の E^1 は、トランス-1,4-シクロヘキシレン基である。さらに、 E^1 、 E^2 、および E^3 の少なくとも1つはPhであることが好ましい。また、Phを複数個含む場合は、直接結合するPhの数は2個であることが好ましい。

【0021】

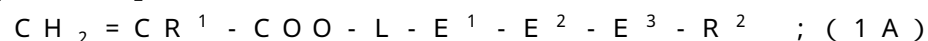
「 $E^1-E^2-E^3$ 」の構造としては、化合物(1)の Δn を大きくできる点からは「Cy-Ph-Ph」が好ましい。このことにより大きな Δn を示す液晶組成物の調製が容易になる。また、青色レーザー光の吸収を抑制できる点からは、「Cy-Ph-Cy」が好ましい。

10

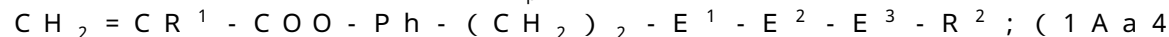
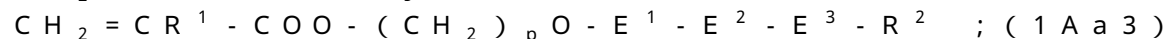
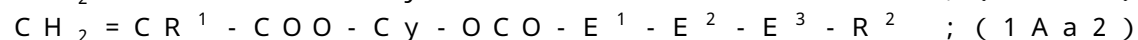
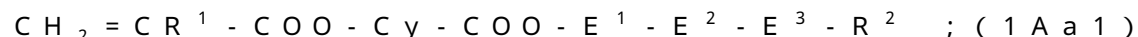
【0022】

化合物(1)としては、下記化合物(1A)および下記化合物(1B)が好ましい。

【0023】



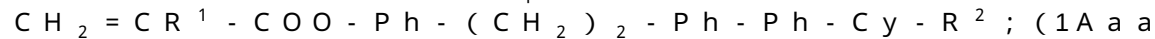
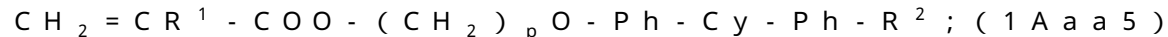
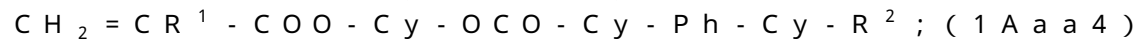
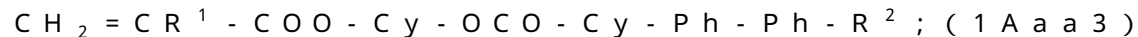
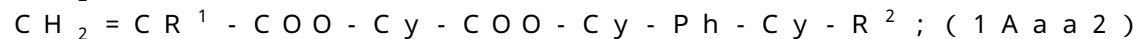
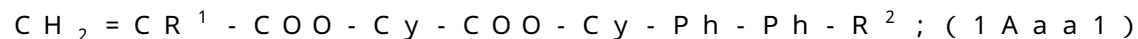
化合物(1A)としては下記化合物(1Aa1)~(1Aa4)が好ましい。



20

)

より具体的には下記化合物(1Aaa1)~(1Aaa4)が好ましい

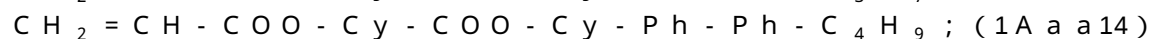
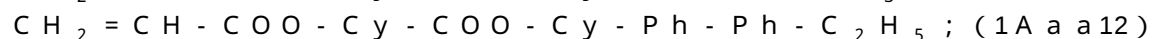
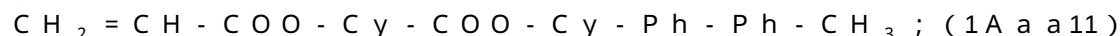


30

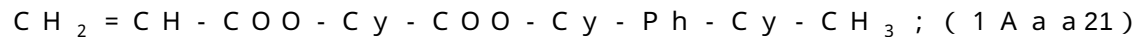
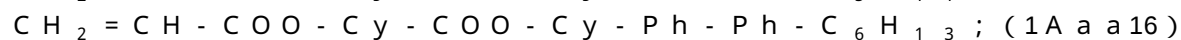
6)

【0024】

より具体的には、下記化合物が挙げられ、 R^1 が水素原子である化合物が好ましく、 R^2 に相当する部分が炭素数2~6の直鎖アルキル基である化合物が特に好ましい。化合物(1Aaa51)~(1Aaa58)については、pが4~6である化合物が好ましく、pが6である化合物が特に好ましい。



40



50

50

$\text{CH}_2 = \text{CR}^1 - \text{COO} - \text{Ph} - (\text{CH}_2)_2 - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_7\text{H}_{15}$; (1A a a 67)
 $\text{CH}_2 = \text{CR}^1 - \text{COO} - \text{Ph} - (\text{CH}_2)_2 - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_8\text{H}_{17}$; (1A a a 68)

【 0 0 2 5 】

化合物 (1 B) としては、下記化合物 (1 B a) および下記化合物 (1 B b) が好ましい。

$\text{CH}_2 = \text{CR}^1 - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{R}^2 \cdots$ (1 B a)

$\text{CH}_2 = \text{CR}^1 - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{R}^2 \cdots$ (1 B b)

【 0 0 2 6 】

化合物 (1 B a) としては、下記化合物が挙げられる。これらのうち、 R^1 が水素原子である下記化合物 (1 B a - 1) ~ (1 B a - 8) が好ましく、下記化合物 (1 B a - 2) ~ (1 B a - 6) が特に好ましい。

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{CH}_3$; (1 B a - 1)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_2\text{H}_5$; (1 B a - 2)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_3\text{H}_7$; (1 B a - 3)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_4\text{H}_9$; (1 B a - 4)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_5\text{H}_{11}$; (1 B a - 5)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_6\text{H}_{13}$; (1 B a - 6)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_7\text{H}_{15}$; (1 B a - 7)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_8\text{H}_{17}$; (1 B a - 8)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{CH}_3$; (1 B a - 9)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_2\text{H}_5$; (1 B a - 10)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_3\text{H}_7$; (1 B a - 11)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_4\text{H}_9$; (1 B a - 12)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_5\text{H}_{11}$; (1 B a - 13)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_6\text{H}_{13}$; (1 B a - 14)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_7\text{H}_{15}$; (1 B a - 15)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{Ph} - \text{C}_8\text{H}_{17}$; (1 B a - 16)

【 0 0 2 7 】

化合物 (1 B b) としては下記化合物が挙げられ、 R^1 が水素原子である下記化合物 (1 B b - 1) ~ (1 B b - 8) が好ましく、下記化合物 (1 B b - 2) ~ (1 B b - 6) が特に好ましい。

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{CH}_3$; (1 B b - 1)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_2\text{H}_5$; (1 B b - 2)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_3\text{H}_7$; (1 B b - 3)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_4\text{H}_9$; (1 B b - 4)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_5\text{H}_{11}$; (1 B b - 5)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_6\text{H}_{13}$; (1 B b - 6)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_7\text{H}_{15}$; (1 B b - 7)

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_8\text{H}_{17}$; (1 B b - 8)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{CH}_3$; (1 B b - 9)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_2\text{H}_5$; (1 B b - 10)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_3\text{H}_7$; (1 B b - 11)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_4\text{H}_9$; (1 B b - 12)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_5\text{H}_{11}$; (1 B b - 13)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_6\text{H}_{13}$; (1 B b - 14)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_7\text{H}_{15}$; (1 B b - 15)

$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3) - \text{COO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{Cy} - \text{C}_8\text{H}_{17}$; (1 B b - 16)

【 0 0 2 8 】

10

20

30

40

50

化合物(1)の製造方法について、具体例を挙げて説明する(ただし、式中の記号は前記と同じ意味を示す。)。

【0029】

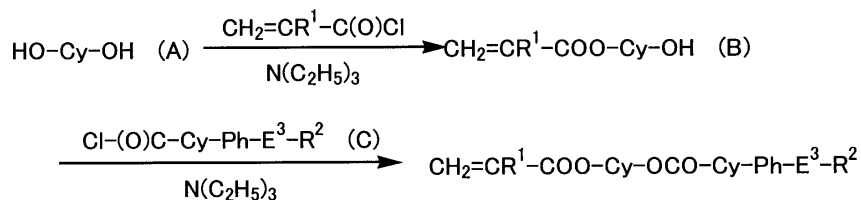
<製造方法1>

式(1)において、Lが-Cy-O-CO-、E¹がCy、E²がPhである場合の化合物(1)の合成方法としては、以下に示す方法が挙げられる。すなわち、下記化合物(A)と式CH₂=CR¹-C(O)Clで表される化合物とを反応させて、化合物(B)を得て、次に該化合物(B)と化合物(C)とをエステル化反応させる方法が挙げられる。

【0030】

【化2】

10



【0031】

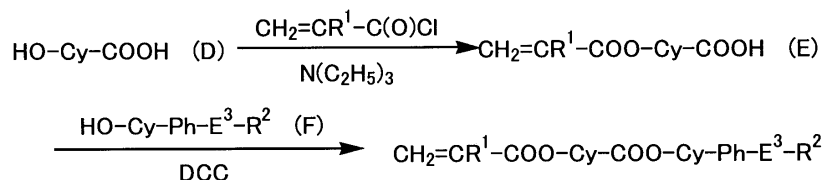
<製造方法2>

式(1)においてLが-Cy-COO-、E¹がCy、E²がPhである場合の化合物(1)の合成方法としては、以下に示す方法が挙げられる。すなわち、下記化合物(D)と式CH₂=CR¹-C(O)Clで表される化合物とをエステル化反応させて、下記化合物(E)を得て、次に該化合物(E)と下記化合物(F)とを縮合反応させる方法が挙げられる。なお、DCCはジシクロヘキシルカルボジイミドを表す。

20

【0032】

【化3】



30

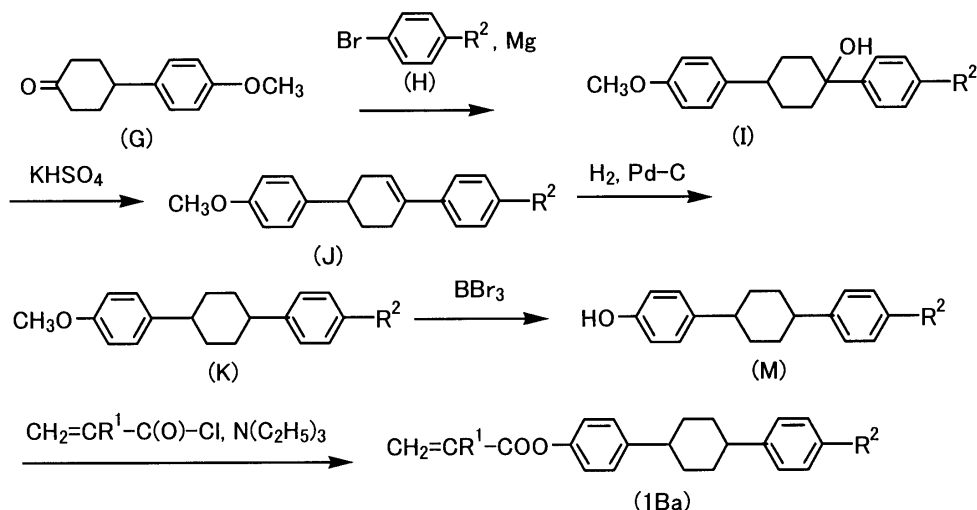
【0033】

<製造方法3>

化合物(1Ba)は下記化合物(G)と、下記化合物(H)およびマグネシウムから調製したグリニア試薬とを反応させて下記化合物(I)を得て、該化合物(I)の脱水反応を行って下記化合物(J)を得て、該化合物(J)を還元して下記化合物(K)を得て、該化合物(K)の脱保護反応を行って下記化合物(M)を得て、該化合物(M)と式CH₂=CR¹-C(O)Clで表される化合物とをエステル化反応させる方法によって得られる。

【0034】

【化 4】



10

【 0 0 3 5 】

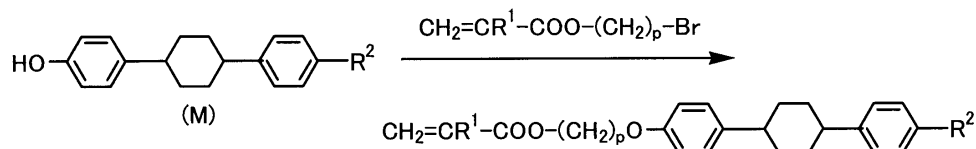
< 製造方法 4 >

式 (1) において、L が $-(\text{CH}_2)_p\text{O}-$ であり、 $m = n = 0$ であり、 $\text{E}^1 = \text{E}^3 = \text{Ph}$ であり、 $\text{E}^2 = \text{Cy}$ である場合の化合物 (1) の合成方法としては、以下に示す方法が挙げられる。すなわち、前記化合物 (M) と式 $\text{CH}_2 = \text{CR}^1 - \text{COO} - (\text{CH}_2)_p - \text{Br}$ で表される化合物とを反応させることによって得ることができる。

20

【 0 0 3 6 】

【化 5】



【 0 0 3 7 】

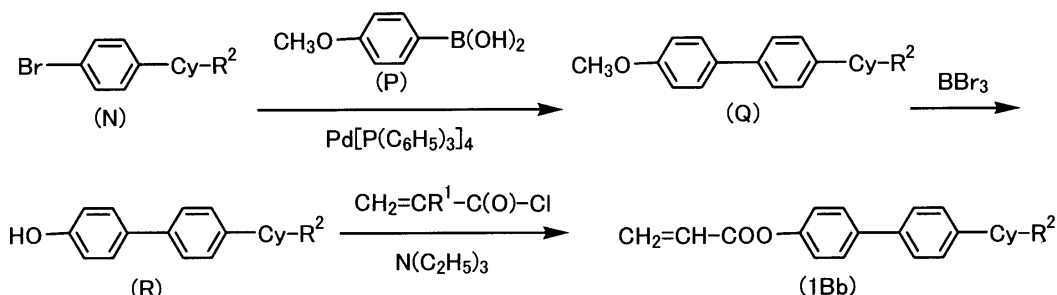
< 製造方法 5 >

化合物 (1 B b) は、の製造方法下記化合物 (N) と下記化合物 (P) とを反応させて化合物 (Q) を得て、該化合物 (Q) の脱保護反応を行って下記化合物 (R) を得て、つぎに該化合物 (R) と式 $\text{CH}_2 = \text{CR}^1 - \text{C}(\text{O})\text{Cl}$ で表される化合物とを反応させる方法によって得ることができる。

30

【 0 0 3 8 】

【化 6】



40

【 0 0 3 9 】

< 製造方法 6 >

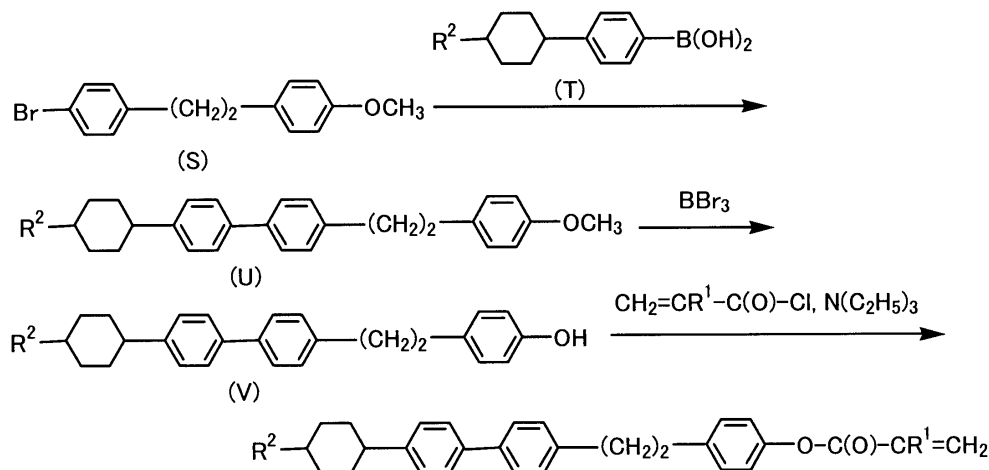
式 (1) において、L が $-\text{Ph} - (\text{CH}_2)_2 -$ 、 $m = n = 0$ 、 $\text{E}^1 = \text{E}^2 = \text{Ph}$ 、 $\text{E}^3 = \text{Cy}$ である場合の化合物 (1) の合成方法としては、以下の方法が挙げられる。すなわち、下記化合物 (S) と下記化合物 (T) とをカップリング反応させて下記化合物 (U) を得て、該化合物 (U) の脱保護反応を行って下記化合物 (V) を得て、該化合物 (V)

50

）と式 $\text{CH}_2 = \text{CR}^1 - \text{C}(\text{O})\text{Cl}$ で表される化合物をエステル化反応させる方法が挙げられる。

【 0 0 4 0 】

【 化 7 】



10

【 0 0 4 1 】

化合物 (1) は、3 個、4 個、または 5 個の環基が直接結合した構造を有していることにより、青色レーザー光に対する耐久性が良好である。

20

【 0 0 4 2 】

また、- P h - C O - 構造を含まないこと、波長 4 0 0 n m 以下の短波長領域においても光吸収のない環式飽和炭化水素基である - C y - を有することにより、青色レーザー光の吸収が小さい。さらに、- P h - を有する場合 (特に 2 個以上の P h を有する場合) には、 Δn を大きくできる。

【 0 0 4 3 】

化合物 (1 A a a 1) ~ (1 A a a 4) のように、電子吸引性のアクリロイル基またはメタクリロイル基に対して、電子供与性の - C y - が直結している場合は、エステル結合の安定化も耐久性の改善に寄与していると考えられる。また、一般に重合性液晶を重合させると、重合反応の前後で Δn の値が低下する傾向があるが、化合物 (1 A a a 5) のようにアクリロイル基またはメタクリロイル基にポリメチレン基を有する構造が結合している場合は、 Δn 値の低下を抑制できる。

30

【 0 0 4 4 】

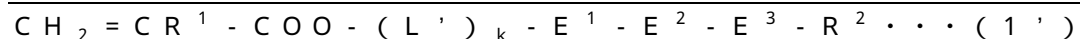
また、化合物 (1 B a) のように、P h と C y とが交互に結合しており、共役が不連続となっている場合、該構造が青色レーザー光の吸収抑制に寄与していると考えられる。そして、該構造をとることによって、化合物 (1) の融点 (T_m) を低くでき、他の化合物との相溶性も改善できる。

【 0 0 4 5 】

したがって、化合物 (1) を用いることにより、青色レーザー光に対して十分な耐久性を有し、位相差等の特性にも優れる光学異方性材料および光学素子を提供できる。

40

本発明の化合物は、上記化合物 (1) のうち、下式 (1 ') で表される化合物である。



R^1 は、水素原子またはメチル基である。

R^2 は炭素数 1 ~ 8 のアルキル基である。

L' は - (CH_2) $_p$ O - 、 - C y - C O O - (C y はトランス - 1 , 4 - シクロヘキシレン基。) 、または - C y - O C O - である (ただし、 p は 2 ~ 8 の整数。) 。

E^1 、 E^2 、 E^3 は、それぞれ独立に 1 , 4 - フェニレン基またはトランス - 1 , 4 - シクロヘキシレン基である (ただし、 E^1 、 E^2 、および E^3 の少なくとも 1 つはトランス - 1 , 4 - シクロヘキシレン基であり、かつ、 L' が - C y - O C O - である場合の E^1 はトランス - 1 , 4 - シクロヘキシレン基であり、 L' が - (CH_2) $_p$ O - であるか

50

または k が 0 である場合の E^1 と E^3 の夫々は 1, 4 - フェニレン基であり、 E^2 はトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基である)。 k は、0 または 1 である。

【0046】

本発明の化合物 (1') を含む上記化合物 (1) は、高分子液晶を得るための液晶組成物の一成分として使用されることが好ましい。この場合、化合物 (1) は、単独で充分広い液晶温度範囲を有し、特に液晶相を示す温度範囲が高温側に広い特徴を有する。高分子液晶を得るための液晶組成物が低温側においても液晶性を示すように、この液晶組成物は化合物 (1) から選ばれる 2 種以上の化合物を含む液晶組成物、または化合物 (1) と化合物 (1) 以外の重合性液晶とを含む液晶組成物であることが好ましい。このような液晶組成物とすることによって、液晶相を示す温度範囲をより広くできる。また、融点 (T_m) 降下が生じるため、その取り扱いが容易になる。

10

【0047】

液晶組成物が、化合物 (1) から選ばれる 2 種以上の化合物を含む場合、相溶性を良好とするため、 R^2 部分以外は同一構造であり、 R^2 部分の炭素数が異なる化合物の 2 種以上を含むことが好ましい。具体的には、 R^2 が炭素数 2 ~ 4 の直鎖アルキル基である化合物から選ばれる少なくとも 1 種と、 R^2 が炭素数 5 ~ 8 の直鎖アルキル基である化合物から選ばれる少なくとも 1 種とを含有することが好ましく、 R^2 が n - プロピル基である化合物と、 R^2 が n - ペンチル基である化合物とを含有することが特に好ましい。また、メソゲン構造が同一である場合の化合物の 2 種以上を含むことも好ましい。

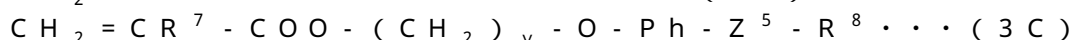
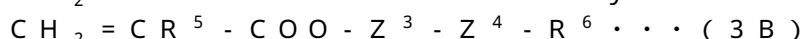
20

【0048】

液晶組成物が、化合物 (1) と化合物 (1) 以外の重合性液晶とを含む場合、化合物 (1) 以外の重合性液晶としては、アクリロイル基またはメタクリロイル基を有する化合物が好ましく、アクリロイル基を有する化合物が特に好ましい。また、この重合性液晶としては、青色レーザー光に対する耐久性が高いことが好ましいことより、そのメソゲン構造中に、- Ph - CO - 構造を含まないことが好ましい。

【0049】

化合物 (1) 以外の重合性液晶としては、下記化合物 (3A) ~ (3C) が好ましい。以下、これらを総称して化合物 (3) ともいう。



30

【0050】

ただし、式中の Ph および Cy は前記と同じ意味を示し、その他の記号は以下の意味を示す。

R^3 、 R^5 、 R^7 ：それぞれ独立に水素原子またはメチル基。

R^4 、 R^6 、 R^8 ：それぞれ独立に炭素数 1 ~ 8 のアルキル基。

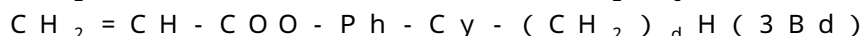
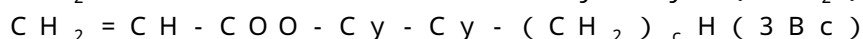
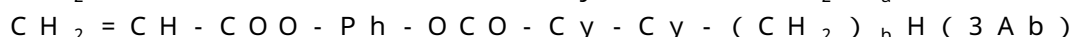
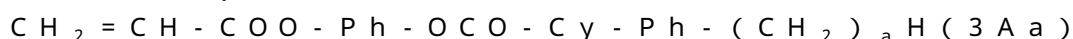
Z^2 、 Z^3 、 Z^4 、 Z^5 ：それぞれ独立に 1, 4 - フェニレン基またはトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基。

v ：1 ~ 8 の整数。

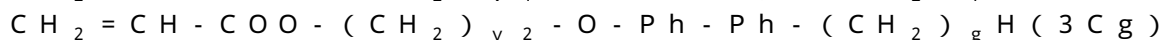
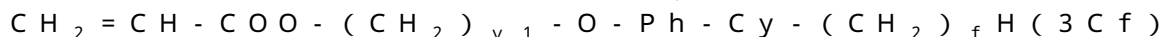
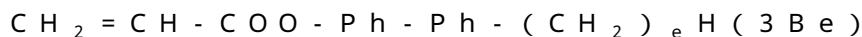
【0051】

40

化合物 (3A) ~ 化合物 (3C) の具体例としては、下記化合物 (3Aa)、下記化合物 (3Ab)、下記化合物 (3Bc)、下記化合物 (3Bd)、下記化合物 (3Be)、下記化合物 (3Cf)、および下記化合物 (3Cg) が挙げられる (ただし、式中の Ph および Cy は前記と同じ意味を示す。 v_1 および v_2 はそれぞれ独立に 1 ~ 8 の整数を示す。 $a \sim g$ はそれぞれ独立に 1 ~ 8 の整数を示し、2 ~ 6 の整数が好ましく、3 または 5 が特に好ましい。)。これらの化合物は 1 種または 2 種以上を用いることができる。



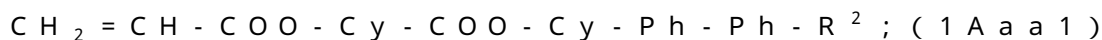
50



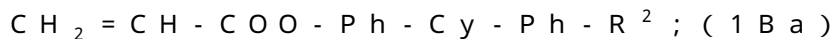
【0052】

液晶組成物を調製する場合の好ましい組み合わせは、化合物(1)の種類に応じて適宜選択され、たとえば、以下に示す組み合わせが好ましい。

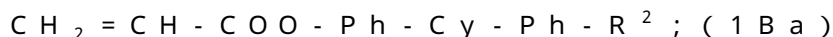
(1) 下記化合物(1A a a 1)と下記化合物(3 B c)とを含む液晶組成物、



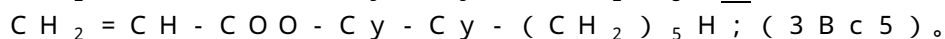
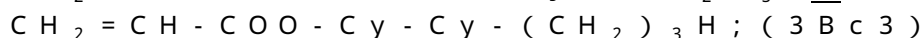
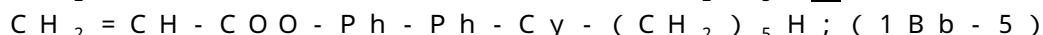
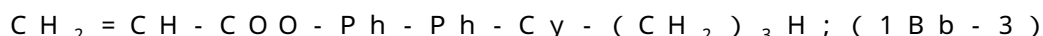
(2) 下記化合物(1 B a)と下記化合物(3 B c)とを含む液晶組成物、



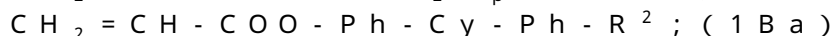
(3) 下記化合物(1 B a)と下記化合物(3 B d)とを含む液晶組成物、



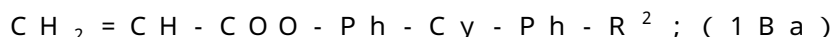
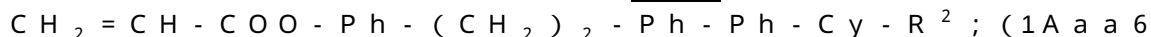
(4) 下記化合物(1 B b - 3)、下記化合物(1 B b - 5)、下記化合物(3 B c 3)、および下記化合物(3 B c 5)を含む液晶組成物。



(5) 下記化合物(1 A a a 5)と下記化合物(1 B a)とを含む液晶組成物。



(6) 下記化合物(1 A a a 6)と下記化合物(1 B a)とを含む液晶組成物。



【0053】

高分子液晶を製造するための液晶組成物としては、重合性液晶を75質量%以上含む液晶組成物であり、90質量%以上含む液晶組成物が好ましい。この液晶組成物は、非液晶性の重合性化合物や非重合性の液晶化合物を含んでもよい。液晶組成物としては、非液晶性重合性化合物や非重合性液晶化合物を実質的に含まず、重合性液晶を90質量%以上、特に95質量%以上、含む液晶組成物が好ましい。本発明において、高分子液晶を製造するための液晶組成物としては、液晶組成物中の全重合性液晶に対して化合物(1)を少なくとも5質量%含む液晶組成物が好ましい。

【0054】

本発明において高分子液晶を製造するために適した液晶組成物は、前記のように化合物(1)の2種以上を含有する液晶組成物、および、化合物(1)の1種以上と化合物(3)の1種以上とを含有する液晶組成物である。これらの液晶組成物における化合物(1)と化合物(3)の合計量は、液晶組成物中の全重合性液晶に対して50~100質量%であることが好ましく、80~100質量%であることが特に好ましい。

【0055】

さらに、液晶組成物中の重合性液晶が実質的に化合物(1')のみからなるか、または化合物(1)と化合物(3)のみからなる液晶組成物がとりわけ好ましい。化合物(1)と化合物(3)とが併用される場合は、両者の合計量に対する化合物(1)の割合は20モル%以上であることが好ましい。特に液晶相を示す温度範囲を拡げること等を目的として化合物(3)を併用する場合、その効果をより発揮させるためには両者の合計に対する化合物(1A)の割合は20~70モル%が好ましく、化合物(1 B a)の割合は20~90モル%が好ましく、化合物(1 B b)の割合は20~70モル%が好ましい。

【0056】

本発明の液晶組成物は、化合物(1)および化合物(3)等の重合性液晶以外の成分(以下、他の成分と記す。)を含んでいてもよい。他の成分としては、重合開始剤、重合禁止剤、カイラル剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、光安定剤、二色性色素等が挙げられる。

【0057】

液晶組成物に含まれる化合物(1)および化合物(3)等の重合性液晶の総量(以下、「液晶の総量」と記す。)、および、他の成分の割合は用途によって調整することが好ましい。たとえば、他の成分としてカイラル剤を使用する場合、液晶の総量は、液晶組成物に対して20~95質量%が好ましく、50~95質量%が特に好ましい。カイラル剤の量は、液晶組成物に対して5~80質量%が好ましく、5~50質量%が特に好ましい。

10

【0058】

他の成分として二色性色素を使用する場合、液晶の総量は、液晶組成物に対して80~99質量%が好ましく、82~97質量%が特に好ましい。二色性色素の量は、液晶組成物に対して1~20質量%が好ましく、3~18質量%が特に好ましい。

【0059】

他の成分として、紫外線吸収剤、酸化防止剤、光安定剤等を使用する場合は、これらの成分の量は液晶組成物に対して5質量%以下が好ましく、2質量%以下が特に好ましい。この場合の液晶の総量は、液晶組成物に対して95~100質量%が好ましく、98~100質量%が特に好ましい。重合開始剤の割合については後述する。

【0060】

20

つぎに、本発明の光学異方性材料について説明する。本発明の光学異方性材料は、前記液晶組成物を、該液晶組成物が液晶相を示す状態でかつ液晶が配向した状態で重合反応を行うことによって得られる。

【0061】

液晶組成物が液晶相を示す状態に保つためには、雰囲気温度をネマチック相-等方相相転移温度(T_c)以下にすればよいが、 T_c に近い温度では液晶組成物の Δn がきわめて小さいので、雰囲気温度の上限は($T_c - 10$)以下とすることが好ましい。

【0062】

重合反応としては、光重合反応および熱重合反応等が挙げられ、光重合反応が好ましい。光重合反応に用いる光としては、紫外線または可視光線が好ましい。光重合反応を行う場合は光重合開始剤を用いることが好ましく、アセトフェノン類、ベンゾフェノン類、ベンゾイン類、ベンジル類、ミヒラケトン類、ベンゾインアルキルエーテル類、ベンジルジメチルケタール類、およびチオキサントン類等から適宜選択される。光重合開始剤は1種または2種以上を使用できる。光重合開始剤の量は、液晶組成物の全体量に対して0.1~5質量%が好ましく、0.3~2質量%が特に好ましい。

30

【0063】

つぎに本発明の光学素子について説明する。本発明の光学素子は、配向処理が施された1対の支持体間に前記液晶組成物を挟持し、該液晶組成物が液晶相を示す状態でかつ液晶が配向した状態で重合反応を行うことによって得られる。

【0064】

40

支持体としては、ガラス製または樹脂製の透明基板に配向処理を施した支持体が好ましい。配向処理は、綿、羊毛、ナイロン、ポリエステル等の繊維で透明基板表面を直接ラビングする方法、透明基板表面にポリイミド配向膜を積層した後に該配向膜表面を上記繊維等でラビングする方法、透明基板表面に無機材料を斜方蒸着する方法等によって行うことが好ましい。

【0065】

つぎに、配向処理が施された面にガラスビーズなどのスペーサを配置し、複数枚の支持体を所望の間隔に制御して対向させ、支持体間に液晶組成物を挟持した後に重合反応を行う。重合反応は、前記光学異方性材料を作製する場合の重合反応と同様に行うことができる。重合反応によって得られた光学素子は、支持体に挟持したまま用いてもよく、支持体

50

から剥離して用いてもよい。

【 0 0 6 6 】

本発明の光学異方性材料および光学素子は、青色レーザー光に対して良好な耐久性を示すので、該レーザー光を透過させて使用する光学異方性材料および光学素子として有用である。特に、該レーザー光の位相状態および/または波面状態を変調する用途に使用される光学異方性材料や該光学異方性材料からなる部材を有する光学素子として有用である。たとえば、偏光ホログラム等の回折素子、位相板等として光ヘッド装置に搭載して使用される。偏光ホログラムとしては、レーザー光源からの出射光が光ディスクの情報記録面によって反射されて発生する信号光を分離し、受光素子へ導光する例が挙げられる。位相板としては、1/2波長板として使用し、レーザー光源からの出射光の位相差制御を行う例、1/4波長板として光路中に設置し、レーザー光源の出力を安定化する例が挙げられる。

10

【実施例】

【 0 0 6 7 】

以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの例によって限定されない。ただし、例1～例20は実施例であり、例21は比較例である。なお、以下の例における光重合開始剤は、チバスペシャリティーケミカルズ社製のイルガキュア-907を用いた。

【 0 0 6 8 】

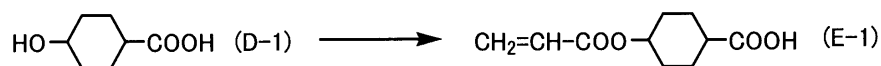
[例1] 化合物(1Aaa13)の合成例

20

[例1-1] 化合物(E-1)の合成例

【 0 0 6 9 】

【化8】



【 0 0 7 0 】

滴下装置、攪拌機を装備した3つ口フラスコ中に化合物(D-1)(25g)、トリエチルアミン(21.7g)、THF(300mL)を加えた。そこにアクリル酸クロリド(18.8g)を、反応温度が20℃を超えないように氷冷しながら滴下した。滴下終了後、室温で24時間攪拌を行い、濃塩酸(2mL)、水(200mL)およびジエチルエーテル(200mL)を反応液に添加して分液した後、有機層を回収した。回収した有機層を水洗した後、有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥した。無水硫酸マグネシウムをろ別した後、溶媒を留去することによって化合物(E-1)を含む粗生成物(31g)を得た。

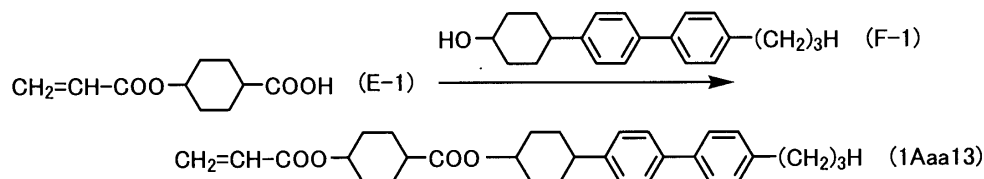
30

【 0 0 7 1 】

[例1-2] 化合物(1Aaa13)の合成例

【 0 0 7 2 】

【化9】



40

【 0 0 7 3 】

攪拌機を装備した3つ口フラスコ中に、例1-1で得た化合物(E-1)を含む粗生成物(9.3g)、化合物(F-1)(14.4g)、1,3-ジシクロヘキシルカルボジイミド(DCC)(16.7g)、ジメチルアミノピリジン(1.8g)、ジクロロメタン(300mL)を加え、室温で24時間攪拌した。

50

【 0 0 7 4 】

攪拌終了後、不溶物をろ過し、ろ液に1 mol / LのHCl水溶液(100 mL)を加えて分液した後、有機層を回収した。有機層を水洗し、無水硫酸マグネシウムを加えて乾燥した。無水硫酸マグネシウムをろ過後、溶媒を留去して粗結晶を得た。粗結晶をジクロロメタン(30 mL)に溶解し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開液:ヘキサン/酢酸エチル=6/4、容量比)により精製し、目的物を含む分画を得た。該分画を濃縮して得られた白色粉末結晶を、ヘキサン/ジクロロメタン(8/2、容量比)(200 mL)から再結晶して化合物(1Aaa13)(10.6 g)を得た。収率は48%であった。

【 0 0 7 5 】

10

化合物(1Aaa13)の結晶からネマチック相への相転移温度は134、ネマチック相から等方相への相転移温度は299.6(外挿値)であった。また、化合物(1Aaa13)の60における波長589 nmのレーザー光に対する Δn は0.1863(外挿値)であった。

【 0 0 7 6 】

化合物(1Aaa13)の $^1\text{H NMR}$ スペクトルの結果は以下の通りであった。

$^1\text{H NMR}$ (400 MHz、溶媒:CDCl₃、内部標準:TMS) δ (ppm): 0.97(t, 3H)、1.4~1.8(m, 12H)、2.0~2.4(m, 7H)、2.6~2.7(m, 3H)、4.81(m, 2H)、5.8~6.7(m, 3H)、7.2~7.4(dd, 8H)。

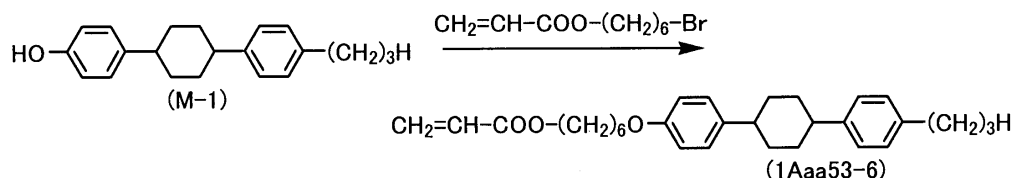
20

【 0 0 7 7 】

[例2] 化合物(1Aaa53-6)の合成例

【 0 0 7 8 】

【化10】



【 0 0 7 9 】

30

化合物(M-1)(5.00 g、0.017 mol)、式 $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COO}-(\text{CH}_2)_6-\text{Br}$ で表される化合物(3.37 g、0.019 mol)、炭酸カリウム(4.22 g、0.031 mol)、ヨウ化カリウム(0.40 g、0.002 mol)、および脱水アセトン(200 mL)の混合物を、24時間加熱還流した。ジエチルエーテル(100 mL)、水(200 mL)を加えて分液し、有機層を回収した。有機層を1 M塩酸(100 mL)で洗浄し、つぎに飽和塩化ナトリウム溶液(200 mL)で洗浄した後、再度有機層を回収した。有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧濾過によって無水硫酸マグネシウムを除去した。減圧下に溶媒を留去し、得られた残渣をカラムクロマトグラフィー(展開液:ジクロロメタン/ヘキサン=5/5、容量比)により精製し、目的物を含む分画を得た。該分画を濃縮することによって粉末結晶を得た。この粉末結晶にヘキサン(100 mL)を加えて再結晶を行い、化合物(1Aaa53-6)(5.64 g)を得た。収率は74%であった。

40

【 0 0 8 0 】

化合物(1Aaa53-6)の結晶相からネマチック相への相転移温度は110、ネマチック相から等方相への相転移温度は200(外挿値)であった。また、化合物(1Aaa53-6)の80における波長589 nmのレーザー光に対する Δn は0.0903であった。

【 0 0 8 1 】

化合物(1Aaa53-6)のNMRスペクトル;

$^1\text{H NMR}$ (400 MHz、溶媒:CDCl₃、内部標準:TMS) δ (ppm) 0.

50

9 (t、3 H)、1.3 ~ 1.8 (m、18 H)、2.3 (t、2 H)、2.5 ~ 2.7 (m、2 H)、3.9 (t、2 H)、4.2 (t、2 H)、5.8 ~ 6.4 (d d、3 H)、7.0 ~ 7.2 (m、8 H)。

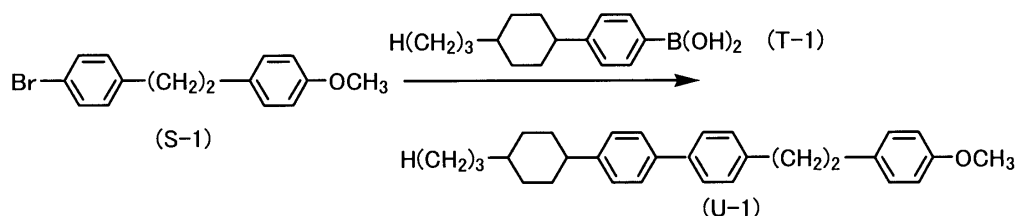
【 0 0 8 2 】

[例 3] 化合物 (1 A a a 6 3) の合成例

[例 3 - 1] 化合物 (U - 1) の合成例

【 0 0 8 3 】

【 化 1 1 】



10

【 0 0 8 4 】

還流装置、攪拌機を装備した 1 L の 4 つ口フラスコに、既報 (J . P o l y m . S c i . , P a r t A , 2 7 , 4 5 3 (1 9 8 9)) にしたがって合成した化合物 (S - 1) (18.8 g、0.065 モル)、化合物 (T - 1) (15.8 g、0.064 g)、Pd [P (C₆H₅)₃]₄ (5.55 g)、20 % 炭酸ナトリウム水溶液 (400 mL)、脱水テトラヒドロフラン (600 mL) を加え、窒素気流下、70 にて 24 時間加熱攪拌を行った。反応終了後、ジエチルエーテル (200 mL)、水 (200 mL) を加えて、有機層を回収した。有機層を 1 M 塩酸 (100 mL)、飽和食塩水 (100 mL) で洗浄した後、再度有機層を回収した。有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧濾過によって無水硫酸マグネシウムを除去した。溶媒を減圧下に留去し、得られた残渣をカラムクロマトグラフィー (展開液 : ジクロロメタン / ヘキサン = 5 / 5、容量比) により精製し、目的物を含む分画を得た。該分画を濃縮することによって粉末結晶を得た。この粉末結晶にヘキサン (100 mL) を加えて再結晶を行い、化合物 (U - 1) (17.2 g) を得た。収率は 65 % であった。

20

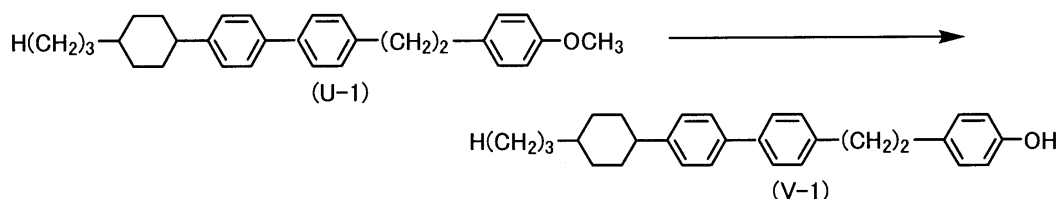
【 0 0 8 5 】

[例 3 - 2] 化合物 (V - 1) の合成例

30

【 0 0 8 6 】

【 化 1 2 】



【 0 0 8 7 】

例 3 - 1 で得た化合物 (U - 1) (10.0 g、0.064 モル) と脱水ジクロロメタン (200 mL) との混合物中に、三臭化ホウ素 (2.75 g、0.064 モル) を滴下した。滴下操作は、反応液の温度が 10 を超えないよう、氷冷しながら行った。室温で 4 時間攪拌を続けた後、水およびジエチルエーテルを加えて分液し、有機層を回収した。回収した有機層を飽和炭酸ナトリウム水溶液で洗浄し、無水硫酸マグネシウムを加えて乾燥した。減圧濾過によって無水硫酸マグネシウムを除去し、濾液を濃縮することによって粉末結晶を得た。ジクロロメタンとヘキサンとの混合溶媒 (90 mL) を用いて再結晶を行い、化合物 (V - 1) (9.27 g) を得た。収率は 96 % であった。

40

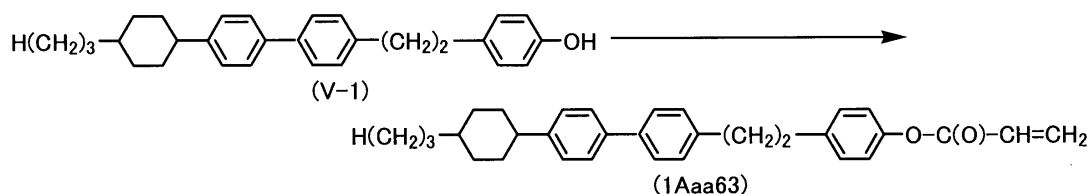
【 0 0 8 8 】

[例 3 - 3] 化合物 (1 A a a 6 3) の合成例

【 0 0 8 9 】

50

【化 1 3】



【 0 0 9 0 】

還流装置、攪拌機、滴下装置を装備した 500 mL の 4 つ口フラスコに例 3 - 2 で得た化合物 (V - 1) (8.0 g、0.02 モル)、トリエチルアミン (3.12 g、0.03 モル)、テトラヒドロフラン (200 mL) を加えた。窒素気流下で、内温が 20 を超えないように氷冷しながら、アクリル酸クロリド (2.88 g、0.03 モル) を滴下した。24 時間攪拌した後、濃塩酸 (2 mL)、氷 (20 g)、および水 (30 mL) の混合物を添加して分液し、有機層を回収した。例 3 - 1 と同様に後処理および再結晶を行い、化合物 (1 A a a 6 3) (7.05 g) を得た。収率は 78 % であった。

10

【 0 0 9 1 】

化合物 (1 A a a 6 3) の結晶相からネマチック相への相転移温度は 200 、ネマチック相から等方相への相転移温度は 370 (外挿値) であった。また、化合物 (1 A a a 6 3) の 60 における波長 589 nm のレーザー光に対する Δn は 0.2443 (外挿値) であった。

20

【 0 0 9 2 】

化合物 (1 A a a 6 3) の NMR スペクトル;

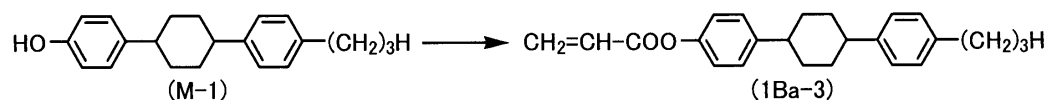
^1H NMR (400 MHz、溶媒: CDCl_3 、内部標準: TMS) δ (ppm) 0.96 (t、3 H)、1.1 ~ 1.4 (m、9 H)、1.91 (m、4 H)、2.51 (m、1 H)、2.88 (t、4 H)、5.9 ~ 6.7 (m、3 H)、7.0 ~ 7.2 (dd、4 H)、7.4 ~ 7.6 (dd、8 H)。

【 0 0 9 3 】

[例 4] 化合物 (1 B a - 3) の合成例

【 0 0 9 4 】

【化 1 4】



30

【 0 0 9 5 】

化合物 (M - 1) (3.0 g、0.010 モル)、テトラヒドロフラン (70 mL)、およびトリエチルアミン (1.27 g、0.012 モル) の混合物に、アクリル酸クロリド (1.10 g、0.012 モル) を添加した。滴下操作は、反応液の温度が 20 を超えないよう、氷冷しながら行った。24 時間攪拌した後、濃塩酸 (2 mL)、氷 (20 g) および水 (30 mL) の混合物を加えて分液し、有機層を回収した。有機層を飽和塩化ナトリウム水溶液 (40 mL) で洗浄し、つぎに水洗した後、再度有機層を回収した。有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧濾過によって無水硫酸マグネシウムを除去した。濾液をカラムクロマトグラフィー (展開液: ジクロロメタン / ヘキサン = 5 / 5、容量比) により精製し、目的物を含む分画を得た。該分画を濃縮することによって粉末結晶を得た。この粉末結晶にジクロロメタンとヘキサンとの混合溶媒 (90 mL) を加えて再結晶を行い、化合物 (1 B a - 3) (2.7 g) を得た。収率は 76 % であった。

40

【 0 0 9 6 】

化合物 (1 B a - 3) の結晶相からネマチック相への相転移温度は 124 、ネマチック相から等方相への相転移温度は 200 (外挿値) であった。また、化合物 (1 B a - 3) の 50 における波長 589 nm のレーザー光に対する Δn は 0.08 (外挿値) であった。

50

【 0 0 9 7 】

化合物 (1 B a - 3) の $^1\text{H NMR}$ スペクトルを以下に示す。

$^1\text{H NMR}$ (4 0 0 M H z 、 溶媒 : CDCl_3 、 内部標準 : TMS) δ (p p m) 0 . 9 (t 、 3 H) 、 1 . 4 ~ 1 . 8 (m 、 1 0 H) 、 2 . 5 ~ 2 . 7 (m 、 4 H) 、 6 . 0 ~ 6 . 6 (d d 、 3 H) 、 7 . 0 ~ 7 . 2 (s 、 8 H) 。

【 0 0 9 8 】

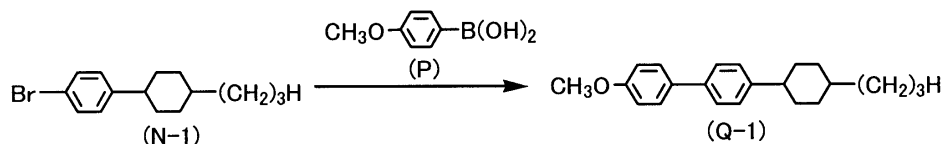
[例 5] 化合物 (1 B b - 3) の合成例

[例 5 - 1] 化合物 (Q - 1) の合成例

【 0 0 9 9 】

【 化 1 5 】

10



【 0 1 0 0 】

還流装置、攪拌機を装備した 1 L の 4 つ口フラスコに化合物 (N - 1) (1 8 . 2 g 、 0 . 0 6 4 モル) 、 化合物 (P) (9 . 7 5 g 、 0 . 0 6 4 モル) 、 $\text{Pd}[\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3]_4$ (5 . 5 5 g 、 0 . 0 0 4 8 モル) 、 2 0 % 炭酸ナトリウム水溶液 (4 0 0 m L) 、 テトラヒドロフラン (6 4 0 m L) を加え、窒素気流下、70℃にて24時間反応を行った。反応終了後、水およびジエチルエーテルを加えて分液し、有機層を回収した。回収した有機層を飽和塩化ナトリウム水溶液 (4 0 m L) で洗浄し、つぎに水洗し、再度有機層を回収した。有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧濾過によって無水硫酸マグネシウムを除去した。濾液をカラムクロマトグラフィー (展開液 : ジクロロメタン / ヘキサン = 5 / 5 、 容量比) により精製して目的物を含む分画を得た。該分画を濃縮することによって粉末結晶を得た。この粉末結晶にジクロロメタンとヘキサンとの混合溶媒 (9 0 m L) を加えて再結晶を行い、化合物 (Q - 1) (1 7 . 4 g) を得た。収率は 8 6 % であった。

20

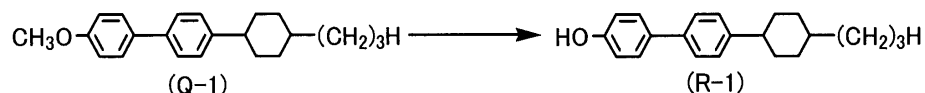
【 0 1 0 1 】

[例 5 - 2] 化合物 (R - 1) の合成例

30

【 0 1 0 2 】

【 化 1 6 】



【 0 1 0 3 】

還流装置、攪拌機、滴下装置を装備した 5 0 0 m L の 4 つ口フラスコに例 5 - 1 で得た化合物 (Q - 1) (1 0 g 、 0 . 0 3 2 モル) 、 ジクロロメタン (3 0 0 m L) を加えた。窒素気流下にて、1 mol / L の三臭化ホウ素 - ジクロロメタン溶液 (3 4 m L) を 3 0 分かけて滴下した。滴下操作は、内温が 1 0℃を超えないように氷冷しながら行った。室温で2時間攪拌を続けた後、水およびジエチルエーテルを加えて分液し、有機層を回収した。回収した有機層を飽和炭酸ナトリウム水溶液で洗浄し、無水硫酸マグネシウムを加えて乾燥した。減圧濾過によって無水硫酸マグネシウムを除去し、濾液を濃縮することによって粉末結晶を得た。ジクロロメタンとヘキサンとの混合溶媒 (9 0 m L) を用いて再結晶を行い、化合物 (R - 1) (8 . 9 3 g) を得た。収率は 9 4 % であった。

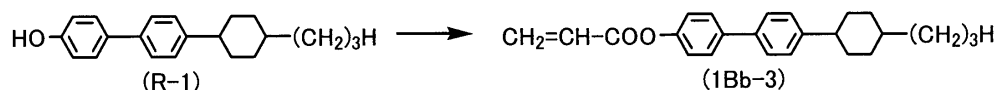
40

【 0 1 0 4 】

[例 5 - 3] 化合物 (1 B b - 3) の合成例

【 0 1 0 5 】

【化 1 7】



【0106】

還流装置、攪拌機、滴下装置を装備した500mLの4つ口フラスコに例5-2で得た化合物(R-1)(8.0g、0.027mol)、トリエチルアミン(3.40g、0.033mol)、テトラヒドロフラン(300mL)を加えた。窒素気流下で、内温が20を超えないように氷冷しながら、アクリル酸クロリド(2.94g、0.033mol)を滴下した。24時間攪拌した後、濃塩酸(2mL)、氷(20g)、および水(30mL)の混合物を添加して分液し、有機層を回収した。例1-1と同様に後処理および再結晶を行い、化合物(1Bb-3)(8.1g)を得た。収率は86%であった。

10

【0107】

化合物(1Bb-3)の結晶相からネマチック相への相転移温度は160、ネマチック相から等方相への相転移温度は198(外挿値)であった。また、化合物(1Bb-3)の50における波長589nmのレーザー光に対する Δn は0.18(外挿値)であった。

【0108】

化合物(1Bb-3)の $^1\text{H NMR}$ スペクトルを以下に示す。

$^1\text{H NMR}$ (400MHz、溶媒: CDCl_3 、内部標準: TMS) δ (ppm): 0.91(t, 3H)、1.09(m, 2H)、1.1~1.4(m, 5H)、1.50(m, 2H)、1.91(t, 4H)、2.51(m, 1H)、5.9~6.7(m, 3H)、7.0~7.3(dd, 4H)、7.4~7.6(dd, 4H)。

20

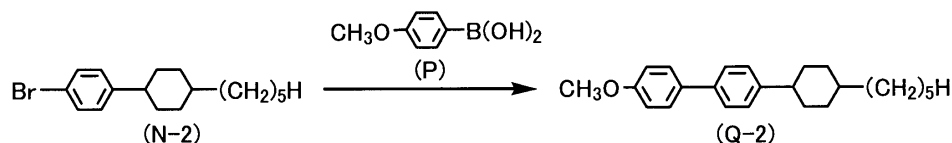
【0109】

[例6] 化合物(1Bb-5)の合成例

[例6-1] 化合物(Q-2)の合成例

【0110】

【化 1 8】



30

【0111】

化合物(N-1)(18.2g、0.064mol)を化合物(N-2)(20.1g、0.064mol)に変更する以外は、例5-1と同様の操作を行い、化合物(Q-2)(18.7g)を得た。収率は87%であった。

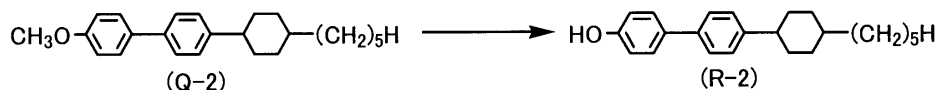
【0112】

[例6-2] 化合物(R-2)の合成例

【0113】

40

【化 1 9】



【0114】

化合物(Q-1)(10g、0.032mol)を例6-1で合成した化合物(Q-2)(10.9g、0.032mol)に変更する以外は例5-2と同様にして化合物(R-2)(19.7g)を得た。収率は82%であった。

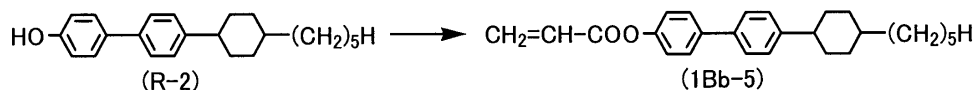
【0115】

[例6-3] 化合物(1Bb-5)の合成例

50

【 0 1 1 6 】

【 化 2 0 】



【 0 1 1 7 】

化合物 (R - 1) (8 . 0 g 、 0 . 0 2 7 モル) を例 6 - 2 で得た化合物 (R - 2) (8 . 8 g 、 0 . 0 2 7 モル) に変更する以外は、例 5 - 3 と同様にして化合物 (1 B b - 5) (8 . 0 g) を得た。収率は 8 2 % であった。

【 0 1 1 8 】

化合物 (1 B b - 5) の結晶相からネマチック相への相転移温度は 1 6 0 、ネマチック相から等方相への相転移温度は 1 9 8 (外挿値) であった。また、化合物 (1 B b - 5) の 5 0 における波長 5 8 9 n m のレーザー光に対する Δn は 0 . 1 8 (外挿値) であった。

【 0 1 1 9 】

化合物 (1 B b - 5) の $^1\text{H NMR}$ スペクトルを以下に示す。

$^1\text{H NMR}$ (4 0 0 M H z 、溶媒 : CDCl_3 、内部標準 : T M S) δ (p p m) : 0 . 9 1 (t 、 3 H) 、 1 . 0 9 (m 、 2 H) 、 1 . 1 ~ 1 . 4 (m 、 9 H) 、 1 . 5 0 (m 、 2 H) 、 1 . 9 1 (t 、 4 H) 、 2 . 5 1 (m 、 1 H) 、 5 . 9 ~ 6 . 7 (m 、 3 H) 、 7 . 0 ~ 7 . 3 (d d 、 4 H) 、 7 . 4 ~ 7 . 6 (d d 、 4 H) 。

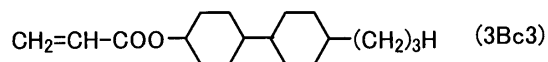
【 0 1 2 0 】

[例 7] 液晶組成物の調製例 (その 1)

例 1 で合成した化合物 (1 A a a 1 3) と、下記化合物 (3 B c 3) とを 1 : 1 の割合 (モル比) で混合して液晶組成物 A を得た。液晶組成物 A は 4 3 . 4 で結晶化した。また、ネマチック相から等方相への相転移温度は 1 2 5 以上であった。つぎに、液晶組成物 A に光重合開始剤を液晶組成物 B に対して 0 . 5 質量 % 添加し、液晶組成物 A 1 を得た。

【 0 1 2 1 】

【 化 2 1 】



【 0 1 2 2 】

[例 8] 液晶組成物 B の調製例 (その 2)

例 2 で得た化合物 (1 A a a 5 3 - 6) と例 4 で得た化合物 (1 B a - 3) とを、 1 : 1 (モル比) で混合して液晶組成物 A を得た。液晶組成物 B は 5 9 . 0 ~ 1 1 6 . 6 の間でネマチック相を示した。つぎに、液晶組成物 B に光重合開始剤を液晶組成物 A に対して 0 . 5 質量 % 添加し、液晶組成物 B 1 を得た。

【 0 1 2 3 】

[例 9] 液晶組成物の調製例 (その 3)

例 3 で得た化合物 (1 A a a 6 3) と下記化合物 (3 B c 3) と下記化合物 (3 B c 5) を、 2 : 1 : 1 (モル比) で混合して液晶組成物 C を得た。液晶組成物 C は 5 0 . 0 ~ 1 2 0 . 6 の間でネマチック相を示した。つぎに、液晶組成物 C に光重合開始剤を液晶組成物 C に対して 0 . 5 質量 % 添加し、液晶組成物 C 1 を得た。

【 0 1 2 4 】

【 化 2 2 】



【 0 1 2 5 】

10

20

30

40

50

【例 10】液晶組成物の調製例（その 4）

例 4 で得た化合物（1 B a - 3）と前記化合物（3 B c 5）とを、1 : 1（モル比）で混合して液晶組成物 D を得た。液晶組成物 A は 45 . 4 ~ 92 . 1 の間でネマチック相を示した。つぎに、液晶組成物 D に光重合開始剤を液晶組成物 D に対して 0 . 5 質量 % 添加し、液晶組成物 D 1 を得た。

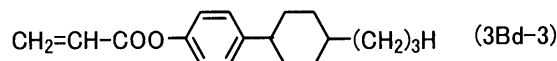
【0126】

【例 11】液晶組成物の調製例（その 5）

例 4 で得た化合物（1 B a - 3）と下記化合物（3 B d - 3）とを、1 : 1（モル比）で混合して液晶組成物 E を得た。液晶組成物 E は 43 . 7 ~ 90 . 8 の間でネマチック相を示した。つぎに、液晶組成物 E に、光重合開始剤を液晶組成物 E に対して 0 . 5 質量 % 添加し、液晶組成物 E 1 を得た。

【0127】

【化 23】



【0128】

【例 12】液晶組成物の調製例（その 6）

例 5 で得た化合物（1 B b - 3）、例 6 で得た化合物（1 B b - 5）、前記化合物（3 B c 3）、および前記化合物（3 B c 5）をモル比で 1 : 1 : 1 : 1 で混合して、液晶組成物 F を得た。液晶組成物 F は 77 以上でネマチック相を示した。またネマチック相から等方相への相転移温度は 124 以上であった。つぎに、液晶組成物 F に光重合開始剤を液晶組成物 F に対して、それぞれ 0 . 5 質量 %、1 . 0 質量 % 添加し、液晶組成物 F 1、液晶組成物 F 2 を得た。

【0129】

【例 13】液晶組成物の調製例（その 7）

例 12 と同様の化合物を使用し、混合比を変更して液晶組成物 G を得た。化合物（1 B b - 3）、化合物（1 B b - 5）、化合物（3 B c 3）、化合物（3 B c 5）の混合比は 7 : 7 : 18 : 18（モル比）とした。

液晶組成物 G は 30 以上でネマチック相を示した。またネマチック相から等方相への相転移温度は 124 以上であった。

つぎに、液晶組成物 G に光重合開始剤を液晶組成物 G に対して、0 . 5 質量 % 添加し、液晶組成物 G 1 を得た。

【0130】

【例 14】光学素子 A の作製および評価例

縦 5 cm、横 5 cm、厚さ 0 . 5 mm のガラス基板にポリイミド溶液をスピンコートで塗布して乾燥した後、ナイロクロスで一定方向にラビング処理して支持体を作製した。配向処理を施した面が向かい合うように 2 枚の支持体を接着剤を用いて貼り合わせてセルを作製した。接着剤には、直径 4 μm のガラスビーズを添加し、支持体の間隔が 4 μm になるように調整した。

【0131】

つぎに、前記セル内に、例 7 で得た液晶組成物 A 1 を 100 で注入した。80 において、強度 80 mW / cm² の紫外線を積算光量が 5300 mJ / cm² となるよう照射して光重合反応を行い、光学素子 A を得た。光学素子 A はラビング方向に沿って水平配向していた。光学素子 A の波長 589 nm のレーザー光に対する Δn は 0 . 046 であった。また、光学素子 A は可視光領域で透明であり、散乱も認められなかった。

【0132】

また、光学素子 A に Kr レーザー（波長 407 nm、413 nm のマルチモード）を照射し、青色レーザー光曝露加速試験を行った。照射条件は、温度 25、積算曝露エネルギー 15 W × hour / mm² とした。加速試験前の Δn に対する試験後の Δn の低下率は 1 % 未満であり、波長 405 nm のレーザー光の透過率の低下率は 1 % 未満であったこ

10

20

30

40

50

とから、光学素子 A は青色レーザー光に対する耐久性に優れることを確認した。

【 0 1 3 3 】

[例 1 5] 光学素子 B の作製例および評価例

液晶組成物 A 1 を、例 8 で得た液晶組成物 B 1 に変更する以外は、例 1 4 と同様の方法で光学素子 B を得た。光学素子 B はラビング方向に沿って水平配向していた。光学素子 B の波長 5 8 9 n m のレーザー光に対する Δn は 0 . 1 1 9 であった。また、光学素子 B は可視光領域で透明であり、散乱も認められなかった。

【 0 1 3 4 】

光学素子 B に対して、例 1 4 と同様の方法で青色レーザー光曝露加速試験を行った。加速試験前の Δn に対する試験後の Δn の低下率は 1 % 未満であり、波長 4 0 5 n m のレーザー光の透過率の低下率は 1 % 未満であったことから、光学素子 B は青色レーザー光に対する耐久性に優れることを確認した。

10

【 0 1 3 5 】

[例 1 6] 光学素子 C の作製例および評価例

液晶組成物 A 1 を、例 9 で得た液晶組成物 C 1 に変更する以外は、例 1 4 と同様の方法で光学素子 C を得た。光学素子 C はラビング方向に沿って水平配向していた。光学素子 C の波長 5 8 9 n m のレーザー光に対する Δn は 0 . 0 6 8 であった。また、光学素子 C は可視光領域で透明であり、散乱も認められなかった。

【 0 1 3 6 】

光学素子 C に対して、例 1 4 と同様の方法で青色レーザー光曝露加速試験を行った。加速試験前の Δn に対する試験後の Δn の低下率は 1 % 未満であり、波長 4 0 5 n m のレーザー光の透過率の低下率は 1 % 未満であったことから、光学素子 C は青色レーザー光に対する耐久性に優れることを確認した。

20

【 0 1 3 7 】

[例 1 7] 光学素子 D の作製例および評価例

液晶組成物 A 1 を、例 1 0 で得た液晶組成物 D 1 に変更する以外は、例 1 4 と同様の方法で光学素子 D を得た。光学素子 D はラビング方向に沿って水平配向していた。光学素子 D の波長 5 8 9 n m のレーザー光に対する Δn は 0 . 0 5 5 であった。また、光学素子 D は可視光領域で透明であり、散乱も認められなかった。

【 0 1 3 8 】

光学素子 D に対し、例 1 4 と同様の方法で青色レーザー光曝露加速試験を行った。加速試験前の Δn に対する試験後の Δn の低下率は 1 % 未満であり、波長 4 0 5 n m のレーザー光の透過率の低下率は 1 % 未満であったことから、光学素子 D は青色レーザー光に対する耐久性に優れることを確認した。

30

【 0 1 3 9 】

[例 1 8] 光学素子 E の作製例および評価例

液晶組成物 A 1 を、例 1 1 で得た液晶組成物 E 1 に変更する以外は、例 1 4 と同様の方法で光学素子 E を得た。光学素子 E は基板のラビング方向に水平配向していた。波長 5 8 9 n m のレーザー光に対する Δn は 0 . 0 5 8 であった。また、光学素子 E は可視光領域で透明であり、散乱も認められなかった。

40

【 0 1 4 0 】

光学素子 E に対して例 1 4 と同様の方法で青色レーザー光曝露加速試験を行った。加速試験前の Δn に対する試験後の Δn の低下率は 1 % 未満であり、波長 4 0 5 n m のレーザー光の透過率の低下率は 1 . 7 % であったことから、光学素子 E は青色レーザー光に対する耐久性に優れることを確認した。

【 0 1 4 1 】

[例 1 9] 光学素子の作製例 (その 1)

[例 1 9 - 1 a] 光学素子 F の作製例

液晶組成物 A 1 を、例 1 2 で得た液晶組成物調製した液晶組成物 F 1 に変更し、注入温度を 1 1 0 とし、重合温度を 9 0 とする以外は、例 1 4 と同様の方法で光学素子 F 1

50

を得た。光学素子 F 1 は基板のラビング方向に水平配向していた。光学素子 F 1 は可視域で透明であり、散乱も認められなかった。また、波長 589 nm のレーザー光に対する Δn は 0.064 であった。

【0142】

[例 19 - 1 b] 光学素子 F 1 の評価例

光学素子 F 1 に対し、例 14 と同様の方法で青色レーザー光曝露加速試験を行った。加速試験前の Δn に対する試験後の Δn の低下率は 1 % 未満であり、波長 405 nm のレーザー光の透過率の低下率は 1 % 未満であったことから、光学素子 F 1 は青色レーザー光に対する耐久性に優れることを確認した。

【0143】

[例 19 - 2] 偏光ホログラムの作製例

ピッチ 9 μm 、深さ 3 μm の矩形格子をもつガラス基板の上に、配向剤としてポリイミドをスピコートで塗布し、熱処理した。つぎにナイロンクロスで格子と平行方向にラビング処理を行って支持体を作製した。前記の支持体を 2 枚準備し、配向処理が施された面が対向するように接着剤を用いて貼り合わせてセルを作製した。その際、配向方向が平行になるようにした。

【0144】

このセル内に、例 12 で得た液晶組成物 F 2 を 100 で注入した。つぎに、90 において、強度 40 mW/cm^2 の紫外線を 3 分間照射して光重合反応を行い、光学素子 F 2 を得た。光学素子 A 2 の片面に 1/4 波長板を積層し、偏光ホログラムビームスプリッタを作製した。この偏光ホログラムビームスプリッタを光ヘッド装置に搭載したところ、波長 650 nm のレーザー光に対して 27 % の光利用効率を得た。

【0145】

[例 20] 光学素子の作製例

[例 20 - 1] 光学素子 G の作製例

液晶組成物 A 1 を例 13 で得た液晶組成物 G 1 とする以外は例 14 と同様の方法で光学素子 G を得た。光学素子 G は基板のラビング方向に水平配向していた。光学素子 G は可視域で透明であり、散乱も認められなかった。また、波長 589 nm のレーザー光に対する Δn は 0.039 であった。

【0146】

[例 20 - 2] 光学素子 G の評価例

光学素子 G に対して、例 14 と同様の方法で青色レーザー光曝露加速試験を行った。加速試験前の Δn に対する試験後の Δn の低下率は 1 % 未満であり、また、波長 405 nm のレーザー光に対する透過率の低下率は 1 % 未満であったことから、光学素子 G は青色レーザー光に対する耐久性に優れることを確認した。

【0147】

[例 21]

[例 21 - 1] 液晶組成物の調製例 (その 8)

下記化合物 (4a)、下記化合物 (4b)、下記化合物 (4c)、下記化合物 (4d) を 1 : 1 : 1 : 1 (質量比) で混合し、液晶組成物 H を調製した。つぎに、液晶組成物 H に光重合開始剤を液晶組成物 H に対して 0.5 質量 % 添加し、液晶組成物 H 1 を得た。

【0148】

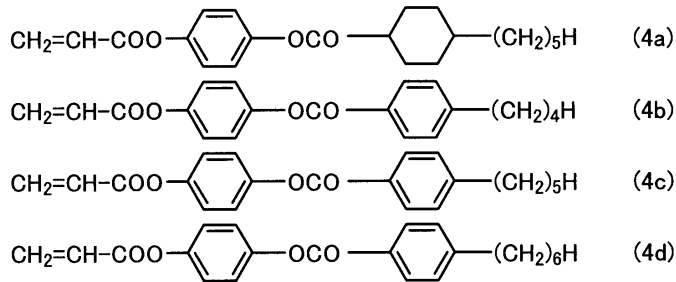
10

20

30

40

【化 2 4】



【 0 1 4 9 】

10

[例 2 1 - 2] 光学素子 H の作製・評価例

液晶組成物 A 1 を、例 2 1 - 1 で得た液晶組成物 H 1 に変更する以外は、例 1 4 と同様の方法で光学素子 H を得た。波長 5 8 9 n m のレーザー光に対する Δn は 0 . 0 4 6 であった。また、光学素子 H は可視光領域で透明であり、散乱も認められなかった。

【 0 1 5 0 】

光学素子 H に対して例 1 4 と同様の方法で青色レーザー光曝露加速試験を行った。加速試験前の Δn に対する試験後の Δn の低下率は 3 0 % であった。また、試験後の波長 4 0 5 n m のレーザー光の透過率は試験前の 6 0 % に低下していた。

【産業上の利用可能性】

【 0 1 5 1 】

20

本発明の新規化合物は、光学異方性材料に要求される特性を満たし、かつ青色レーザー光に対する耐久性に優れた化合物である。本発明の新規化合物を含む液晶組成物を重合してなる光学異方性材料、および光学素子は青色レーザー光に対する耐久性に優れることから、青色レーザー光を変調する回折素子および位相板等の材料として有効に用いる。

なお、本出願の優先権主張の基礎となる、日本特許願 2 0 0 4 - 1 8 5 0 9 0 号 (2 0 0 4 年 6 月 2 3 日に日本特許庁に出願)、日本特許願 2 0 0 4 - 1 8 7 7 8 8 号 (2 0 0 4 年 6 月 2 5 日に日本特許庁に出願) および日本特許願 2 0 0 4 - 1 8 7 7 9 5 号 (2 0 0 4 年 6 月 2 5 日に日本特許庁に出願) の全明細書の内容をここに引用し、本発明の明細書の開示として、取り入れるものである。

30

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
G 0 2 F	1/13363	(2006.01)	G 0 2 F 1/13363
G 0 2 B	5/18	(2006.01)	G 0 2 B 5/18
G 0 2 B	5/30	(2006.01)	G 0 2 B 5/30

審査官 増永 淳司

(56)参考文献 特開 2 0 0 3 - 2 1 3 2 6 5 (J P , A)
特開 2 0 0 3 - 1 9 3 0 5 5 (J P , A)
特開 2 0 0 3 - 2 3 8 4 9 1 (J P , A)
特開 2 0 0 3 - 2 3 8 4 9 2 (J P , A)
国際公開第 0 2 / 0 5 3 6 0 9 (W O , A 1)
欧州特許出願公開第 0 0 9 7 2 8 1 8 (E P , A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C07C 69/54
C09K 19/30
C09K 19/38
C09K 19/46
G02B 5/18
G02B 5/30
G02F 1/13
G02F 1/13363
CA/REGISTRY(STN)