

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014年4月17日(17.04.2014)

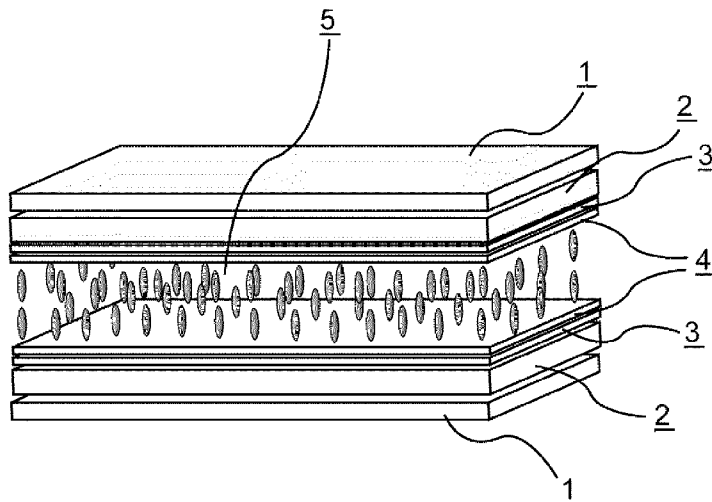


(10) 国際公開番号
WO 2014/057578 A1

- (51) 国際特許分類:
C09K 19/30 (2006.01) C09K 19/34 (2006.01)
C09K 19/12 (2006.01) C09K 19/38 (2006.01)
C09K 19/20 (2006.01) G02F 1/13 (2006.01)
 - (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/076471
 - (22) 国際出願日: 2012年10月12日(12.10.2012)
 - (25) 国際出願の言語: 日本語
 - (26) 国際公開の言語: 日本語
 - (71) 出願人: D I C株式会社(DIC CORPORATION)
[JP/JP]; 〒1748520 東京都板橋区坂下三丁目3番5号8号 Tokyo (JP).
 - (72) 発明者: 岩下 芳典(IWASHITA Yoshinori); 〒3628577 埼玉県北足立郡伊奈町大字小室4472番地1 D I C株式会社 埼玉工場内 Saitama (JP). 丹羽 雅裕(NIWA Masahiro); 〒3628577 埼玉県北足立郡伊奈町大字小室4472番地1 D I C株式会社 埼玉工場内 Saitama (JP).
 - (74) 代理人: 河野通洋(KONO Michihiro); 〒1038233 東京都中央区日本橋三丁目7番20号 D I C株式会社社内 Tokyo (JP).
 - (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
 - (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: LIQUID-CRYSTAL COMPOSITION AND LIQUID-CRYSTAL DISPLAY ELEMENT OBTAINED USING SAME

(54) 発明の名称: 液晶組成物及びそれを使用した液晶表示素子



(57) Abstract: The present invention addresses the problem of providing a liquid-crystal composition suitable for use in liquid-crystal display elements which does not impair both various properties required for use in liquid-crystal display elements, such as permittivity anisotropy, viscosity, nematic-phase upper-limit temperature, and γ_1 , and the image sticking resistance of the display element, and which is less apt to cause drop marks during the production and enables the liquid-crystal material to be delivered in a stable amount in the ODF step, the liquid-crystal composition being characterized by containing a compound represented by formula (I) and containing a compound represented by general formula (II) in an amount of 15% or larger. Also provided is a liquid-crystal display element obtained using the liquid-crystal composition.

(57) 要約:

[続葉有]



WO 2014/057578 A1

本発明が解決しようとする課題は、誘電率異方性、粘度、ネマチック相上限温度、 γ_1 等の液晶表示素子としての諸特性及び表示素子の焼き付き特性を悪化させること無く、製造時の滴下痕が発生し難く、ODF工程における安定した液晶材料の吐出量を実現する液晶表示素子に適する液晶組成物式(I)で表される化合物を含有し、一般式(II)で表される化合物を15%以上含有することを特徴とする液晶組成物を提供し、併せて該液晶組成物を用いた液晶表示素子を提供する。

明 細 書

発明の名称：液晶組成物及びそれを使用した液晶表示素子

技術分野

[0001] 本願発明は液晶表示装置等の構成部材として有用な液晶組成物及び液晶表示素子に関する。

背景技術

[0002] 液晶表示素子は、時計、電卓をはじめとして、各種測定機器、自動車用パネル、ワードプロセッサ、電子手帳、プリンター、コンピューター、テレビ、時計、広告表示板等に用いられるようになっている。液晶表示方式としては、その代表的なものにTN（ツイステッド・ネマチック）型、STN（スーパー・ツイステッド・ネマチック）型、TFT（薄膜トランジスタ）を用いたVA（垂直配向）型やIPS（イン・プレーン・スイッチング）型等がある。これらの液晶表示素子に用いられる液晶組成物は水分、空気、熱、光などの外的要因に対して安定であること、また、室温を中心としてできるだけ広い温度範囲で液晶相を示し、低粘性であり、かつ駆動電圧が低いことが求められる。さらに液晶組成物は個々の表示素子に対してあわせ最適な誘電率異方性（ $\Delta \epsilon$ ）又は及び屈折率異方性（ Δn ）等を最適な値とするために、数種類から数十種類の化合物から構成されている。

[0003] 垂直配向型ディスプレイでは $\Delta \epsilon$ が負の液晶組成物が用いられており、液晶TV等に広く用いられている。一方、全ての駆動方式において低電圧駆動、高速応答、広い動作温度範囲が求められている。すなわち、 $\Delta \epsilon$ が正で絶対値が大きく、粘度（ η ）が小さく、高いネマチック相－等方性液体相転移温度（ T_{ni} ）が要求されている。また、 Δn とセルギャップ（ d ）との積である $\Delta n \times d$ の設定から、液晶組成物の Δn をセルギャップに合わせて適当な範囲に調節する必要がある。加えて液晶表示素子をテレビ等へ応用する場合においては高速応答性が重視されるため、 γ_1 の小さい液晶組成物が要求される。

従来、 γ_1 の小さい液晶組成物を構成するためには、ジアルキルビスクロヘキサン骨格を有する化合物を用いることが一般的であった（特許文献1参照）。しかしながら、ビスクロヘキサン系化合物は γ_1 の低減には効果が高いものの、一般に蒸気圧が高くアルキル鎖長の短い化合物は特にその傾向が顕著である。又、 T_{ni} も低い傾向があることからそのため、アルキルビスクロヘキサン系化合物は側鎖長の合計が炭素原子数7以上の化合物を用いることが多く、側鎖長の短い化合物については十分な検討がなされていないのが実情であった。

[0004] 側鎖長の短いジアルキルビスクロヘキサン系化合物を用いた液晶組成物として知られているものもあるが（特許文献2参照）、誘電率異方性が負の化合物として三つの環構造を有する化合物を多用し、ジフルオロエチレン骨格を有する化合物を用いて全体としての物性のバランスを取っている。しかし、この組成物で使用されるジフルオロエチレン骨格は光に対して安定性が低い問題があり、このような化合物を用いない液晶組成物の開発が望まれている。

[0005] 一方、液晶表示素子の用途が拡大するに至り、その使用方法、製造方法にも大きな変化が見られこれらに対応するためには、従来知られているような基本的な物性値以外の特性を最適化することが求められるようになった。すなわち、液晶組成物を使用する液晶表示素子はVA（垂直配向）型やIPS（イン・プレーン・スイッチング）型等が広く使用されるに至り、その大きさも50型以上の超大型サイズの表示素子が実用化されるに至り使用されるようになった。基板サイズの大型化に伴い、液晶組成物の基板への注入方法も従来の真空注入法から滴下注入（ODF：One Drop Fill）法が注入方法の主流となり（特許文献3参照）、液晶組成物を基板に滴下した際の滴下痕が表示品位の低下を招く問題が表面化するに至った。さらに、液晶表示素子中の液晶材料のプレチルト角の生成を高速応答性を目的に、PS液晶表示素子（polymer stabilized、ポリマー安定化）、PSA液晶表示素子（polymer sustained alignment、ポリ

マー維持配向)が開発され(特許文献4参照)この問題はより大きな問題となっている。すなわち、これらの表示素子は液晶組成物中にモノマーを添加し、組成物中のモノマーを硬化させることに特徴を有する。アクティブマトリクス用液晶組成物は、高い電圧保持率を維持する必要性から、使用可能な化合物が特定され、化合物中にエステル結合を有する化合物は使用が制限されている。PSA液晶表示素子に使用するモノマーはアクリレート系が主であり、化合物中にエステル結合を有するものが一般的であり、このような化合物はアクティブマトリクス用液晶化合物としては通常使用されないものである(特許文献4参照)。このような異物は、滴下痕の発生を誘発し、表示不良による液晶表示素子の歩留まりの悪化が問題となっている。また、液晶組成物中に酸化防止剤、光吸収剤等の添加物を添加する際にも歩留まりの悪化が問題となる。

[0006] ここで、滴下痕とは、黒表示した場合に液晶組成物を滴下した痕が白く浮かび上がる現象と定義する。

[0007] 滴下痕の抑制には、液晶組成物中に混合した重合性化合物の重合により、液晶層中にポリマー層を形成することにより配向制御膜との関係で発生する滴下痕を抑制する方法が開示されている(特許文献5)。しかしながら、この方法においては液晶中に添加した重合性化合物に起因する表示の焼き付きの問題があり、滴下痕の抑制についてもその効果は不十分であり、液晶表示素子としての基本的な特性を維持しつつ、焼き付きや滴下痕の発生し難い液晶表示素子の開発が求められていた。

先行技術文献

特許文献

- [0008] 特許文献1：特表2008-505235号公報
特許文献2：特開2012-136623号公報
特許文献3：特開平6-235925
特許文献4：特開2002-357830号公報
特許文献5：特開2006-58755号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

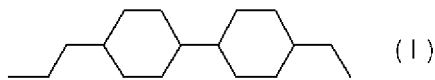
[0009] 本発明が解決しようとする課題は、誘電率異方性、粘度、ネマチック相上限温度、低温でのネマチック相安定性、 γ_1 等の液晶表示素子としての諸特性及び表示素子の焼き付き特性を悪化させること無く、製造時の滴下痕が発生し難く、ODF工程における安定した液晶材料の吐出量を実現する液晶表示素子に適する液晶組成物及びそれを用いた液晶表示素子を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者らは上記課題を解決するために、滴下法による液晶表示素子の作製に最適な種々の液晶組成物の構成を検討し、特定の液晶化合物を特定の混合割合で使用することにより液晶表示素子における滴下痕の発生を抑制することができることを見出し本願発明の完成に至った。

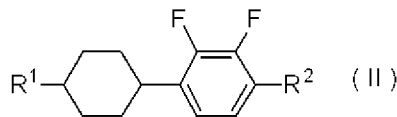
[0011] 本願発明は、式(I)

[0012] [化1]



[0013] で表される化合物を含有し、
一般式(II)

[0014] [化2]



[0015] (式中R¹及びR²はそれぞれ独立して、炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表し、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中の1つ以上の水素原子はフッ素原子で置換されていてもよく、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中のメチレン基は酸素原子が連続して結合しない限り酸素原子で置換されていてもよく、カルボニル基が連続して結合しない限りカルボ

ニル基で置換されていてもよい。) で表される化合物を15質量%以上含有することを特徴とする、負の誘電率異方性を有する液晶組成物及び当該液晶組成物を用いた液晶表示素子を提供する。

発明の効果

[0016] 本発明の液晶表示素子は高速応答性優れ、焼き付きの発生が少ない特徴を有し、その製造に起因する滴下痕の発生が少ない特徴を有することから、液晶TV、モニター等の表示素子に有用である。

図面の簡単な説明

[0017] [図1]本発明の液晶表示素子の構造の一例

[図2]逆スタガード型薄膜トランジスターの構成例

符号の説明

- [0018]
- 1 偏光板
 - 2 基板
 - 3 透明電極もしくはアクティブ素子を伴う透明電極
 - 4 配向膜
 - 5 液晶
 - 1 1 ゲート電極
 - 1 2 陽極酸化皮膜
 - 1 3 ゲート絶縁層
 - 1 4 透明電極
 - 1 5 ドレイン電極
 - 1 6 オーミック接触層
 - 1 7 半導体層
 - 1 8 保護膜
 - 1 9 a ソース電極 1
 - 1 9 b ソース電極 2
 - 1 0 0 基板
 - 1 0 1 保護層

発明を実施するための形態

- [0019] 前述の通り、滴下痕の発生のプロセスは現時点では明らかで無い、しかし、液晶化合物中の不純物と配向膜の相互作用、クロマト現象等が関係している可能性が高い。液晶化合物中の不純物は化合物の製造プロセスに大きな影響を受けるものであるが、化合物の製造方法は、たとえ側鎖の炭素原子数が異なるのみであっても同一とは限らない。すなわち、液晶化合物は精密な製造プロセスによって製造されることから、そのコストは化成品の中では高価格であり、製造効率の向上が強く求められている。そのため、少しでも安い原料を使用するためには、たとえ側鎖の炭素原子数が一つ異なっただけでも全く別種の原料から製造を行った方が効率がよい場合もある。従って、液晶原体の製造プロセスは、各原体ごとに異なっていることがあり、たとえプロセスが同一であっても、原料が異なることは大部分であり、その結果、各原体毎に異なった不純物が混入していることが多い。しかし、滴下痕はきわめて微量の不純物によっても発生する可能性があり、原体の精製のみにより滴下痕の発生を抑制することには限界がある。
- [0020] その一方で、汎用されている液晶原体の製造方法は製造プロセス確立後は、各原体毎に一定に定まる傾向がある。分析技術の発展した現在においても、どのような不純物が混入しているかを完全に明らかにすることは容易ではないが、各原体毎に定まった不純物が混入している前提で組成物の設計を行うことが必要となる。本願発明者らは、液晶原体の不純物と滴下痕の関係について検討を行った結果、組成物中に含まれていても滴下痕が発生し難い不純物と、発生し易い不純物があることを経験的に明らかにした。従って、滴下痕の発生を抑えるためには、特定の化合物を特定の混合割合で使用すること重要であり、特に滴下痕の発生がし難い組成物の存在を明らかにしたものである。以下に記載する好ましい実施の態様は、前記の観点から見いだされたものである。
- [0021] 本発明おける液晶組成物において、第一成分として式(I)で表される化合物を含有するが、10～40%含有することが好ましく、10～35%含有す

ることがより好ましく、15～35%含有することがより好ましく、15～30%含有することがさらに好ましく、15～25%含有することが特に好ましくいが、より具体的には、応答速度を重視する場合には20～30%含有することが好ましく、20～25%含有することがより好ましく、より駆動電圧を重視する場合や、電圧保持率等の信頼性を重視する場合には15%～20%含有することが好ましい。

[0022] 第二成分として一般式(II)で表される化合物を15%以上含有するが、15～25%含有することが好ましく、15～20%含有することがより好ましい。

[0023] 一般式(II)において、R¹は炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表すが、炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基を表すことが好ましく、炭素原子数1～8のアルキル基を表すことがより好ましく、炭素原子数3～5のアルキル基を表すことがより好ましく、炭素原子数3又は5のアルキル基を表すことが更に好ましい。

[0024] 一般式(II)において、R²は炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表すが、炭素原子数1～8のアルキル基又は炭素原子数1～8のアルコキシ基を表すことが好ましく、炭素原子数3～5のアルキル基又は炭素原子数2～4のアルコキシ基を表すことがより好ましく、炭素原子数3又は5のアルキル基又は炭素原子数2又は4のアルコキシ基を表すことがより好ましく、炭素原子数2又は4のアルコキシ基を表すことが更に好ましい。

[0025] 表示素子の応答速度の改善を重視する場合はアルケニル基が好ましく、電圧保持率等の信頼性を重視する場合にはアルキル基が好ましい。R¹、及びR²がアルケニル基を表す場合は、下記の構造が好ましい。

[0026]

[化3]

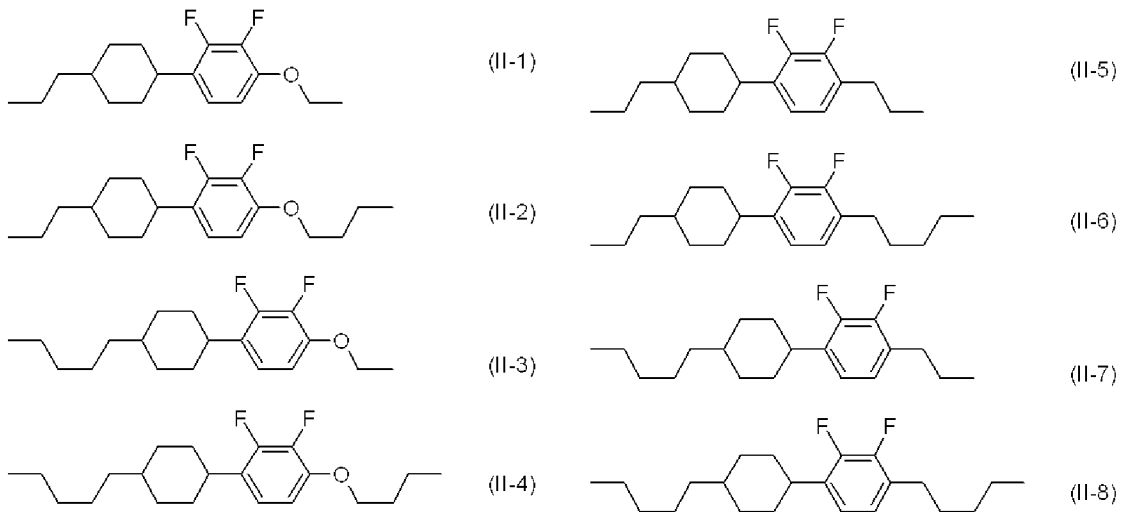


[0027] (式中、環構造へは右端で結合するものとする。)

R¹が炭素原子数が3～5のアルキル基を表し、R²が炭素原子数が2～4のアルコキシ基を表す一般式(II)の化合物の含有量が、一般式(II)で表される化合物中の50%以上であることが好ましく、70%以上であることがより好ましく、80%以上であることが更に好ましい。

[0028] 一般式(II)で表される化合物は具体的には次に記載する式(II-1)～式(II-8)

[0029] [化4]



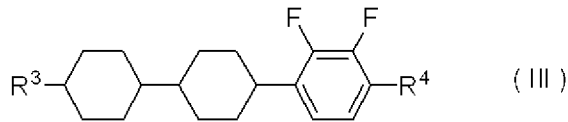
[0030] で表される化合物が好ましいが、式(II-1)～式(II-4)で表される化合物がより好ましく、式(II-1)及び式(II-3)で表される化合物が更に好ましく、式(II-1)で表される化合物が特に好ましい。

[0031] 一般式(II)で表される化合物を15%以上含有するが、式(II-1)で表される化合物を15%以上含有することが好ましい。

[0032] 本願発明の液晶組成物は、第三成分として、一般式(III)で表される化合物を含有することが好ましい。

[0033]

[化5]



[0034] (式中、 R^3 及び R^4 はそれぞれ独立して、炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表し、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中の1つ以上の水素原子はフッ素原子で置換されていてもよく、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中のメチレン基は酸素原子が連続して結合しない限り酸素原子で置換されているか、カルボニル基が連続して結合しない限りカルボニル基で置換されていてもよい。)

一般式(III)で表される化合物を含有する場合には、5～35%含有することが好ましく、10～30%含有することがより好ましく、15～20%含有することが更に好ましい。

[0035] 一般式(III)において、 R^3 は炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表すことが好ましく、炭素原子数1～8のアルキル基又は炭素原子数2～8のアルケニル基を表すことが好ましく、炭素原子数1～8のアルキル基を表すことがより好ましく、炭素原子数2～5のアルキル基を表すことが更に好ましく、炭素原子数3～5のアルキル基を表すことが特に好ましい。 一般式(III)において、 R^4 は炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表すことが好ましいが、炭素原子数1～8のアルキル基又は炭素原子数1～8のアルコキシ基を表すことが好ましく、炭素原子数1～5のアルキル基又は炭素原子数1～4のアルコキシ基を表すことがより好ましく、炭素原子数1～4のアルコキシ基を表すことが更に好ましく、炭素原子数2又は3のアルコキシ基を表すことが特に好ましい。

[0036] 表示素子の応答速度の改善を重視する場合はアルケニル基が好ましく、電圧保持率等の信頼性を重視する場合にはアルキル基が好ましい。R³、及びR⁴がアルケニル基を表す場合は、下記の構造が好ましい。

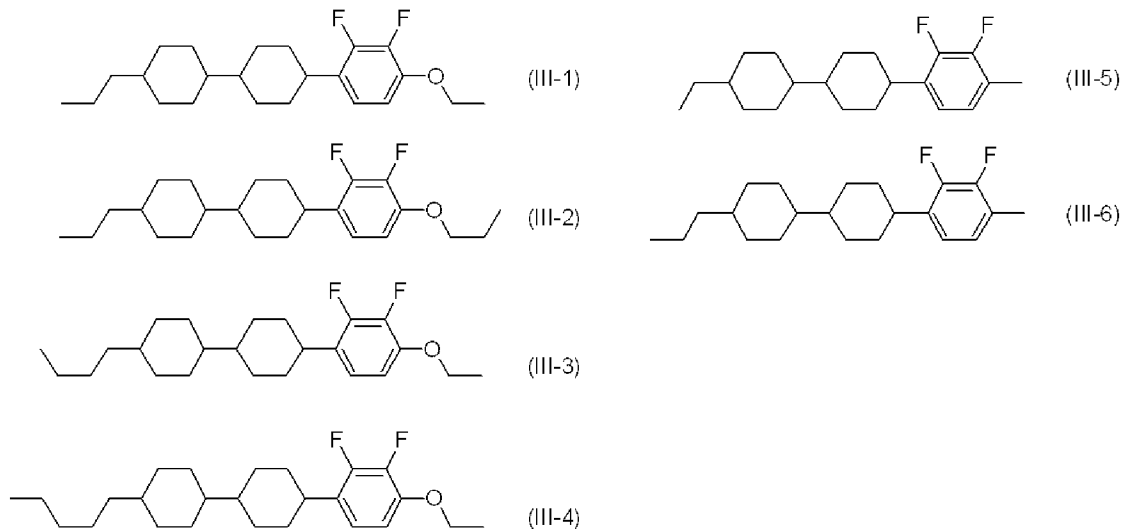
[0037] [化6]



[0038] (式中、環構造へは右端で結合するものとする。)

一般式(III)で表される化合物は具体的には次に記載する式(III-1)～(III-6)

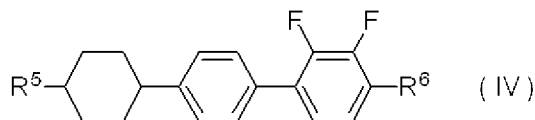
[0039] [化7]



[0040] で表される化合物が好ましいが、式(III-1)～式(III-4)で表される化合物がより好ましく、式(III-1)～式(III-3)で表される化合物が更に好ましい。

[0041] 本願発明の液晶組成物は、第四成分として一般式(IV)で表される化合物を含有することが好ましい。

[0042] [化8]



[0043] (式中、R⁵及びR⁶はそれぞれ独立して、炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表し、該アルキル基、アルケニル基、ア

ルコキシ基又はアルケニルオキシ基中の1つ以上の水素原子はフッ素原子で置換されていてもよく、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中のメチレン基は酸素原子が連続して結合しない限り酸素原子で置換されているか、カルボニル基が連続して結合しない限りカルボニル基で置換されていてもよい。))

一般式(IV)で表される化合物を含有する場合には、5～30%含有することが好ましく、10～25%含有することがより好ましく、10～20%含有することが更に好ましい。

[0044] 一般式(IV)において、R⁵は炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表すことが好ましいが、炭素原子数1～8のアルキル基又は炭素原子数2～8のアルケニル基を表すことが好ましく、炭素原子数1～8のアルキル基を表すことがより好ましく、炭素原子数2～5のアルキル基を表すことが更に好ましく、炭素原子数2又は3のアルキル基を表すことが特に好ましい。

[0045] 一般式(IV)において、R⁶は炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表すことが好ましいが、炭素原子数1～8のアルキル基又は炭素原子数1～8のアルコキシ基を表すことが好ましく、炭素原子数1～5のアルキル基又は炭素原子数1～4のアルコキシ基を表すことがより好ましく、炭素原子数1～4のアルコキシ基を表すことが更に好ましく、炭素原子数2又は3のアルコキシ基を表すことが特に好ましく、炭素原子数2のアルコキシ基を表すことが最も好ましい。

[0046] 表示素子の応答速度の改善を重視する場合はアルケニル基が好ましく、電圧保持率等の信頼性を重視する場合にはアルキル基が好ましい。R⁵、及びR⁶がアルケニル基を表す場合は、下記の構造が好ましい。

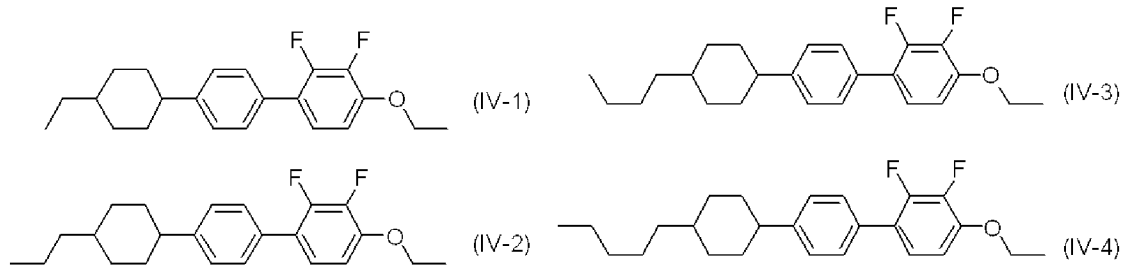
[0047] [化9]



[0048] (式中、環構造へは右端で結合するものとする。)

一般式(IV)で表される化合物は具体的には次に記載する式(IV-1)~(IV-4)

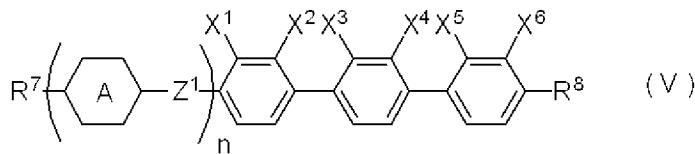
[0049] [化10]



[0050] で表される化合物が好ましいが、式(IV-1)又は式(IV-2)で表される化合物が好ましい。

[0051] 本願発明の液晶組成物は、第五成分として一般式(V)で表される化合物を含有することが好ましい。

[0052] [化11]



[0053] (式中 R^7 及び R^8 はそれぞれ独立して、炭素原子数1~8のアルキル基、炭素原子数2~8のアルケニル基、炭素原子数1~8のアルコキシ基又は炭素原子数2~8のアルケニルオキシ基を表し、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中の1つ以上の水素原子はフッ素原子で置換されていてもよく、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中のメチレン基は酸素原子が連続して結合しない限り酸素原子で置換されているか、カルボニル基が連続して結合しない限りカルボニル基で置換されていてもよく、

Aは1,4-シクロヘキシレンシクロヘキシレン基、1,4-フェニレン基又はテトラヒドロピラン-2,5-ジイル基を表すが、Aが1,4-フェニレン基を表す場合、該1,4-フェニレン基中の1つ以上の水素原子はフッ素に置換されていてもよく、

Z^1 は単結合、 $-OCH_2-$ 、 $-OCF_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、又は CF_2O- を表

し、

n は0又は1であり、

$X^1 \sim X^6$ はそれぞれ独立して水素原子、又はフッ素原子を表すが、 $X^1 \sim X^6$ の少なくとも2つはフッ素原子を表す。）

一般式(V)で表される化合物を含有する場合には、3～20%含有することが好ましく、5～15%含有することがより好ましく、一般式(V)で表される化合物中、式(IV-1)及び式(IV-2)で表される化合物の占める割合が50%以上が好ましく、75%以上がより好ましく、90%以上が更に好ましい。

[0054] 一般式(V)において、 R^7 及び R^8 それぞれ独立して炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表すことが好ましいが、炭素原子数1～8のアルキル基又は炭素原子数2～8のアルケニル基を表すことが好ましく、炭素原子数1～8のアルキル基を表すことがより好ましく、炭素原子数2～5のアルキル基を表すことが更に好ましく、炭素原子数3～5のアルキル基を表すことが特に好ましく、 R^1 及び R^2 の炭素原子数はそれぞれ異なることが最も好ましい。

[0055] 表示素子の応答速度の改善を重視する場合はアルケニル基が好ましく、電圧保持率等の信頼性を重視する場合にはアルキル基が好ましい。 R^7 、及び R^8 がアルケニル基を表す場合は、下記の構造が好ましい。

[0056] [化12]



[0057] (式中、環構造へは右端で結合するものとする。)

一般式(V)において $X^1 \sim X^6$ はそれぞれ独立して水素原子又はフッ素原子を表すことが好ましいが、1つ～5つがフッ素原子であることが好ましく、1つ～4つがフッ素原子であることがより好ましく、1つ～3つがフッ素原子であることがより好ましく、1つ～2つがフッ素原子であることが更に好ましく、2つがフッ素原子であることが最も好ましい。

[0058] この場合において、フッ素原子が1つの場合は、 $X^3 \sim X^6$ のいずれか1つがフ

ッ素であることが好ましく、 X^3 又は X^4 がフッ素原子であることがより好ましく、フッ素原子が2つの場合は、 $X^3\sim X^6$ のいずれか2つがフッ素原子であることが好ましく、 X^3 及び X^4 又は X^5 及び X^6 がフッ素原子であることがより好ましく、 X^3 及び X^4 がフッ素原子であることが更に好ましく、フッ素原子が3つ以上の場合は、少なくとも X^3 及び X^4 又は少なくとも X^5 及び X^6 はフッ素原子であることが好ましく、少なくとも X^3 及び X^4 はフッ素原子であることがより好ましい。

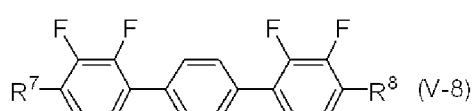
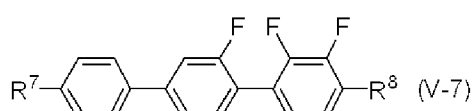
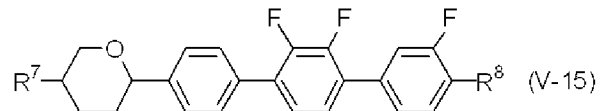
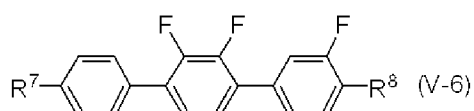
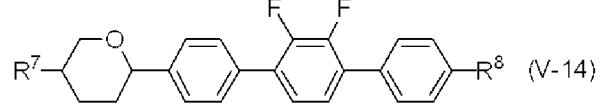
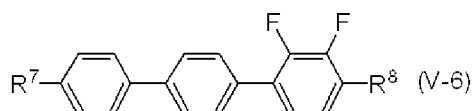
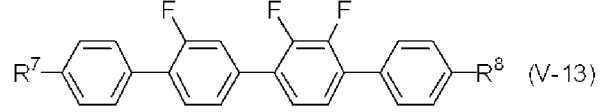
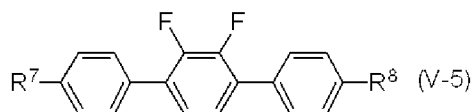
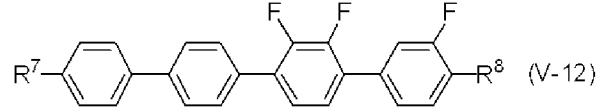
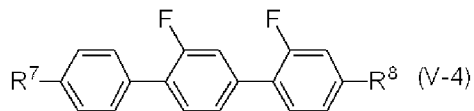
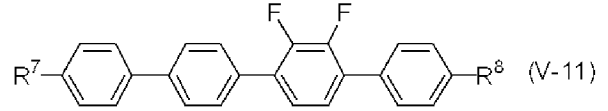
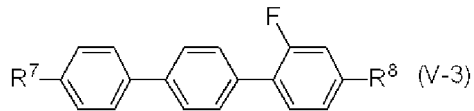
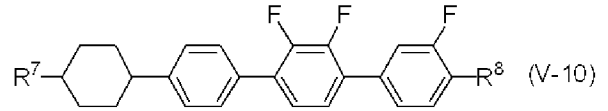
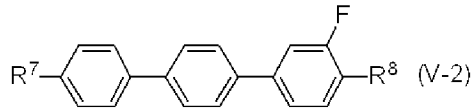
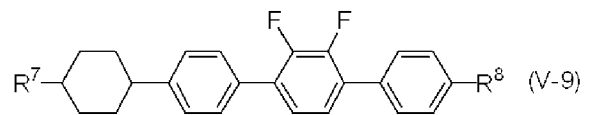
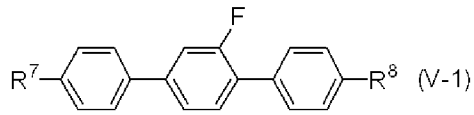
[0059] 一般式(V)において、Aは1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン又はテトラヒドロピラン-2,5-ジイルを表すことが好ましいが、当該液晶組成物を用いて作製される表示素子及び液晶ディスプレイにおいて応答速度を重視する場合には、1,4-フェニレン又はテトラヒドロピラン-2,5-ジイルを表すことが好ましく、1,4-フェニレンを表すことがより好ましく、駆動電圧を重視する場合には1,4-フェニレン又はテトラヒドロピラン-2,5-ジイルを表すことが好ましく、テトラヒドロピラン-2,5-ジイルを表すことがより好ましく、動作温度範囲を重視する場合、すなわち高い動作温度範囲を必要とする場合、1,4-シクロヘキシレン又はテトラヒドロピラン-2,5-ジイルを表すことが好ましく、1,4-シクロヘキシレンを表すことがより好ましく、1,4-フェニレンを表す場合には、ベンゼン環中の1つ以上の水素原子はフッ素に置換されていても良いが、無置換、1置換又は2置換が好ましく、1置換の場合には2-フルオロベンゼンを表すことが好ましく、2置換の場合には2,3-ジフルオロベンゼンを表すことが好ましい。

[0060] 一般式(V)において、 Z^1 は単結合、 $-\text{OCH}_2-$ 、 $-\text{OCF}_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{O}-$ 、又は $\text{CF}_2\text{O}-$ を表すことが好ましいが、単結合、 $-\text{OCF}_2-$ 又は $\text{CF}_2\text{O}-$ を表すことが好ましく、単結合を表すことがより好ましい。

[0061] 一般式(V)において、 n は0又は1を表すことが好ましいが、応答速度を重視する場合0を表すことが好ましく、動作温度範囲を重視する場合、すなわち高い動作温度範囲を必要とする場合、1を表すことが好ましい。

[0062] 一般式(V)で表される化合物は具体的には次に記載する一般式(V-1)~(V-14)

[0063] [化13]



[0064] で表される化合物が好ましいが、式(V-1)、式(V-3)～式(V-9)及び式(V-12)～式(V-15)がより好ましく、式(V-1)、式(V-3)、式(V-5)、式(V-6)、式(V-9)、式(V-12)、式(V-13)及び式(V-15)が更に好ましく、式(V-1)、式(V-5)、式(V-6)が特に好ましく、式(V-5)が最も好ましい。

[0065] 一般式(V)におけるR⁷及びR⁸はそれぞれ独立して、炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表すが、炭素原子数1～8のアルキル基又は炭素原子数2～8のアルケニル基を表すことが好ましく、

炭素原子数 2～5 のアルキル基又は炭素原子数 2～5 のアルケニル基を表すことがより好ましく、炭素原子数 2～5 のアルキル基を表すことが更に好ましく、 R^7 及び R^8 が共にアルキル基である場合には、それぞれの炭素原子数は異なっている方が好ましい。

更に詳述すると、 R^7 がプロピル基を表し R^8 がエチル基を表す化合物又は R^7 がブチル基を表し R^8 がエチル基を表す化合物が好ましい。

[0066] 本発明の液晶組成物はネマチック相-等方性液体相転移温度 (T_{NI}) を幅広い範囲で使用することができるものであるが、は 60 から 120℃であることが好ましく、70 から 100℃がより好ましく、70 から 90℃が特に好ましい。

[0067] 本発明における液晶組成物は、式(I)及び一般式(II)の化合物を必須とするものであるが、より好ましい態様として、一般式(III)～(V)で表される化合物を含有することができる。この場合に含有量は次に記載する含有量が好ましい。

[0068] 式(I)、一般式(II)及び(III)で表される化合物を含有する場合には、これらの化合物の合計含有量が 25%～80%が好ましく、30～75%がより好ましく、35～70%が更に好ましく、35%～65%が特に好ましく、38～60%が最も好ましい。

[0069] 式(I)、一般式(II)及び(IV)で表される化合物を含有する場合には、これらの化合物の合計含有量が 30～90%が好ましく、35～85%がより好ましく、40%～80%が更に好ましく、45～75%が特に好ましく、50～70%が最も好ましい。

[0070] 式(I)、一般式(II)及び(V)で表される化合物を含有する場合には、これらの化合物の合計含有量が 25～70%が好ましく、25%～65%がより好ましく、25～60%が更に好ましく、25～55%が特に好ましく、30～50%が最も好ましい。

[0071] 式(I)、一般式(II)、(III)及び(IV)で表される化合物を含有する場合には、これらの化合物の合計含有量が 45～95%が好ましく、50～95%が

より好ましく、55～95%が更に好ましく、60～90%が特に好ましく、65～85%が最も好ましい。

[0072] 式(I)、一般式(II)、(III)及び(V)で表される化合物を含有する場合には、これらの化合物の合計含有量が35～90%が好ましく、35～85%がより好ましく、35～80%が更に好ましく、35～75%が特に好ましく、40～70%が最も好ましい。

[0073] 式(I)、一般式(II)、(IV)及び(V)で表される化合物を含有する場合には、これらの化合物の合計含有量が35～95%が好ましく、40～95%がより好ましく、45～90%が更に好ましく、50～85%が特に好ましく、55～75%が最も好ましい。

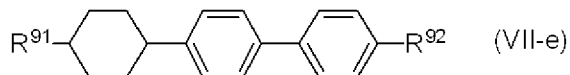
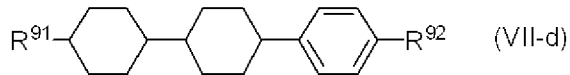
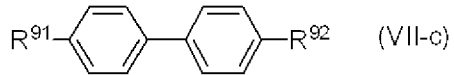
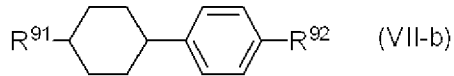
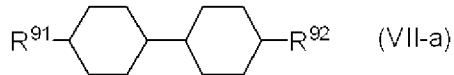
[0074] 式(I)及び一般式(II)～(V)で表される化合物の全てを含有する場合には、これらの化合物の合計含有量が60～98%が好ましく、65～98%がより好ましく、70～98%が更に好ましく、73～98%が特に好ましく、80～95%が最も好ましい。

[0075] 本発明における液晶組成物を構成する各化合物中、フッ素原子数が2以上の化合物、具体的には一般式(II)、(III)、(VI)及び2つ以上のフッ素原子を含む一般式(V)で表される化合物の占める割合は40～80%が好ましく、45～75%がより好ましく、50～70%が更に好ましいが、更に詳述すると、応答速度を重視する場合には50%～60%が好ましく、駆動電圧を重視する場合には60～70%が好ましい。

[0076] 本願発明の液晶組成物は、また更に、一般式(VII-a)から一般式(VII-e)で表される化合物群から選ばれる化合物を含有することができる。

[0077]

[化14]



[0078] (式中、 R^{91} 及び R^{92} はそれぞれ独立しては炭素原子数1から10のアルキル基、炭素原子数1から10のアルコキシ基又は炭素原子数2から10のアルケニル基を表すが、一般式(VII-a)において、 R^{91} が炭素原子数3のアルキル基を表し、 R^{92} が炭素原子数2のアルキル基を表す化合物は除かれる。)

一般式(VII-a)から一般式(VII-d)で表される化合物群から選ばれる化合物を含有する場合、1種~10種含有することが好ましく、1種~8種含有することが特に好ましく、1種~5種含有することが特に好ましく、2種以上の化合物を含有することも好ましい、この場合の含有量は5~40%であることが好ましく、5~35%であることが更に好ましく、7~30%であることが特に好ましい。

R^{91} 及び R^{92} はそれぞれ独立しては炭素原子数1から10のアルキル基又は炭素原子数2から10のアルケニル基を表すことが好ましく、炭素原子数1から5のアルキル基又は炭素原子数2から5のアルケニル基を表すことがより好ましく、アルケニル基を表す場合は、下記の構造が好ましく、

[0079] [化15]



[0080] (式中、環構造へは右端で結合するものとする。) 次の構造が特に好ましい

。

[0081]

[化16]

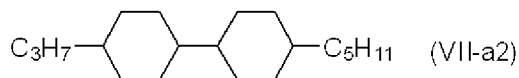
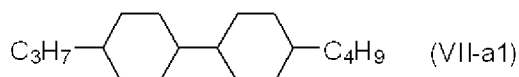


[0082] (式中、環構造へは右端で結合するものとする。)

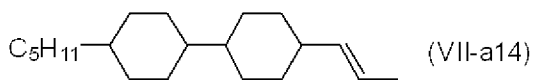
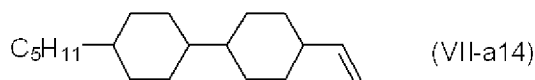
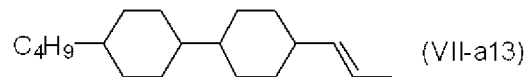
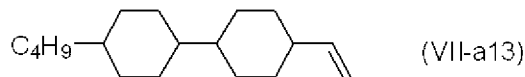
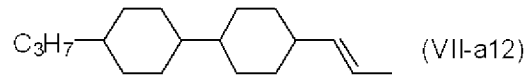
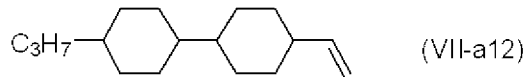
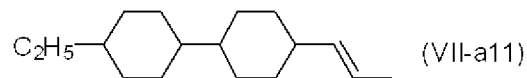
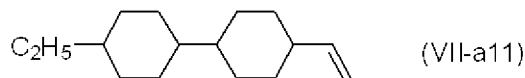
又、 R^{91} 及び R^{92} は同一でも異なっても良いが、異なった置換基を表すことが好ましい。

[0083] これらの点から、一般式 (VII-a) から一般式 (VII-e) で表される化合物は、より具体的には次に記載する化合物が好ましい。

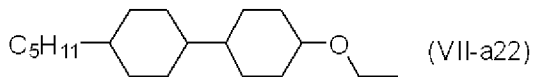
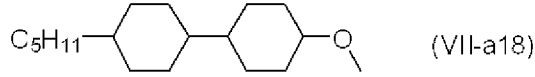
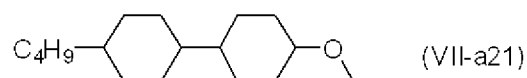
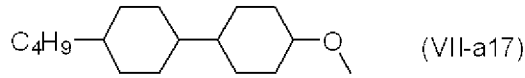
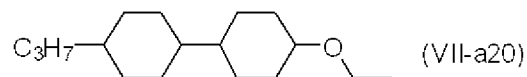
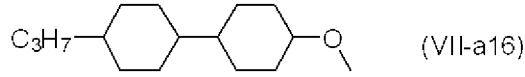
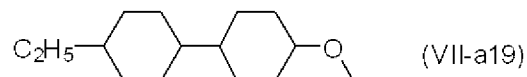
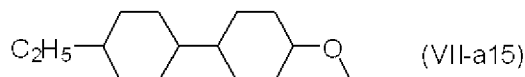
[0084] [化17]



[0085] [化18]

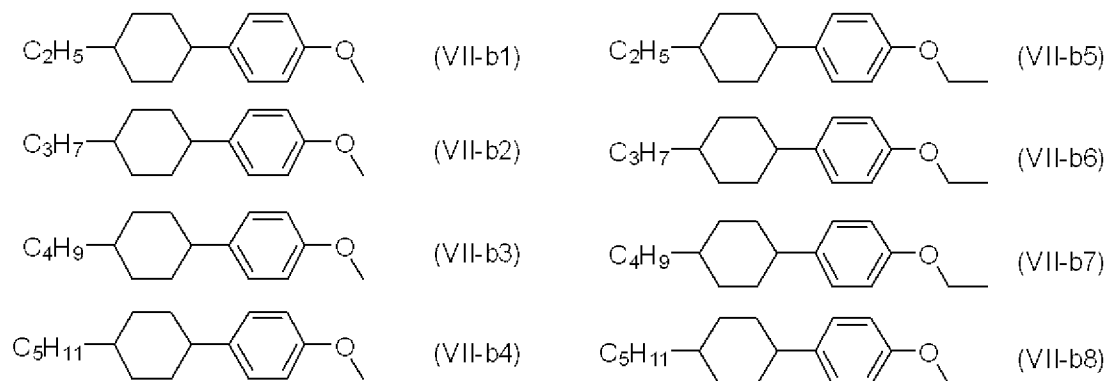


[0086] [化19]



[0087]

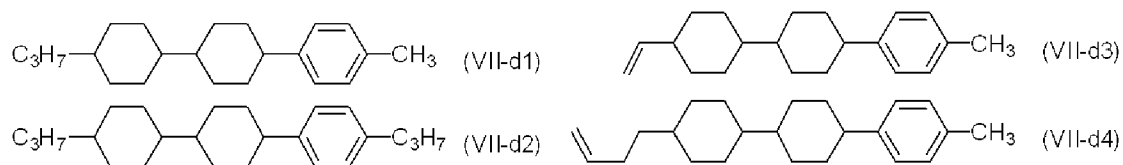
[化20]



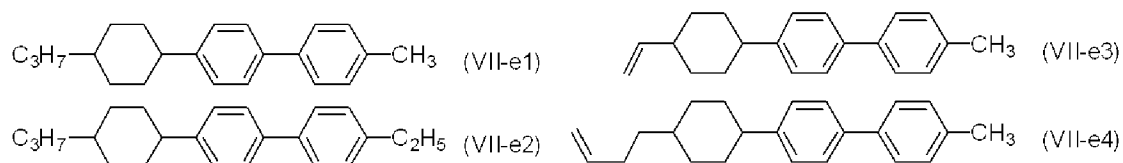
[0088] [化21]



[0089] [化22]



[0090] [化23]



[0091] これらの中でも、(VII-a1)、(VII-a2)、(VII-a16)、(VII-a-18)、(VII-b2)、(VII-b6)、(VII-c2)、(VII-c4)、(VII-c5)、(VII-d1)～(VII-d4)又は(VII-e2)が好ましい。

[0092] 一般式 (VII) の化合物は式 (I) の化合物と誘電率異方性がほぼ0である点で共通するものであるが、式 (I) の化合物と、一般式 (VII) の化合物の

割合は、式 (I) と一般式 (VII) の合計含有量の内、式 (I) が 40～85% であることが好ましく、45～80% がより好ましく、50～75% が特に好ましい。又、式 (I) と一般式 (VII) の合計含有量は、組成物全体の含有量の内、10～70% 含有することが好ましく、15～65% 含有することがより好ましく、20～60% 含有することがより好ましく、25～55% 含有することがさらに好ましく、30～50% 含有することが特に好ましい。

[0093] 本願における 1, 4-シクロヘキシル基はトランス-1, 4-シクロヘキシル基であることが好ましい。

[0094] 本発明における液晶組成物の誘電率異方性は、25℃において、-2.0 から -6.0 であることが好ましく、-2.5 から -5.0 であることがより好ましく、-2.5 から -4.0 であることが特に好ましいが、更に詳述すると、応答速度を重視する場合には -2.5 ～ -3.4 であることが好ましく、駆動電圧を重視する場合には -3.4 ～ -4.0 であることが好ましい。

[0095] 本発明における液晶組成物の屈折率異方性は、25℃において、0.08 から 0.13 であることが好ましいが、0.09 から 0.12 であることがより好ましい。更に詳述すると、薄いセルギャップに対応する場合は 0.10 から 0.12 であることが好ましく、厚いセルギャップに対応する場合は 0.08 から 0.10 であることが好ましい。

[0096] 本発明における液晶組成物の回転粘度 (γ_1) は 150 以下が好ましく、130 以下がより好ましく、120 以下が特に好ましい。

[0097] 本発明における液晶組成物では、回転粘度と屈折率異方性の関数である Z が特定の値を示すことが好ましい。

[0098] [数1]

$$Z = \gamma_1 / \Delta n^2$$

[0099] (式中、 γ_1 は回転粘度を表し、 Δn は屈折率異方性を表す。)

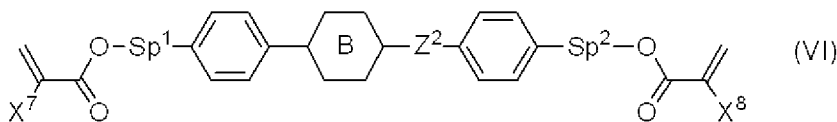
Zは、13000以下が好ましく、12000以下がより好ましく、11000以下が特に好ましい。

[0100] 本発明の液晶組成物は、アクティブマトリクス表示素子に使用する場合においては、 10^{12} ($\Omega \cdot m$) 以上の比抵抗を有することが必要であり、 10^{13} ($\Omega \cdot m$) が好ましく、 10^{14} ($\Omega \cdot m$) 以上がより好ましい。

[0101] 本発明の液晶組成物は、上述の化合物以外に、用途に応じて、通常のネマチック液晶、スメクチック液晶、コレステリック液晶、酸化防止剤、紫外線吸収剤、重合性モノマーなどを含有しても良い。

[0102] 重合性モノマーとしては、一般式 (VI)

[0103] [化24]



[0104] (式中、 X^7 及び X^8 はそれぞれ独立して、水素原子又はメチル基を表し、

Sp^1 及び Sp^2 はそれぞれ独立して、単結合、炭素原子数1~8のアルキレン基又は $-O-(CH_2)_s-$

(式中、sは2から7の整数を表し、酸素原子は芳香環に結合するものとする。)を表し、

Z^2 は $-OCH_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CF_2CF_2-$ 、 $-CH=CH-COO-$ 、 $-CH=CH-OCO-$ 、 $-COO-CH=CH-$ 、 $-OCO-CH=CH-$

$-$ 、 $-COO-CH_2CH_2-$ 、 $-OCO-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2-COO-$ 、 $-CH_2CH_2-OCO-$ 、 $-COO-CH_2-$ 、 $-OCO-CH_2-$ 、 $-CH_2-COO-$ 、 $-CH_2-OCO-$ 、 $-CY^1=CY^2-$ (式中、 Y^1 及び Y^2 はそれぞれ独立して、フッ素原子又は水素原子を表す。)

$-$ 又は単結合を表し、

Bは1,4-フェニレン基、トランス-1,4-シクロヘキシレン基又は単結合を表し、式中の全ての1,4-フェニレン基は、任意の水素原子がフッ素

原子により置換されていても良い。) で表される二官能モノマーが好ましい。
。

[0105] X^7 及び X^8 は、何れも水素原子を表すジアクリレート誘導体、何れもメチル基を有するジメタクリレート誘導体の何れも好ましく、一方が水素原子を表しもう一方がメチル基を表す化合物も好ましい。これらの化合物の重合速度は、ジアクリレート誘導体が最も早く、ジメタクリレート誘導体が遅く、非対称化合物がその中間であり、その用途により好ましい態様を用いることができる。P S A表示素子においては、ジメタクリレート誘導体が特に好ましい。
。

[0106] $S p^1$ 及び $S p^2$ はそれぞれ独立して、単結合、炭素原子数1～8のアルキレン基又は $-O-(CH_2)_s-$ を表すが、P S A表示素子においては少なくとも一方が単結合であることが好ましく、共に単結合を表す化合物又は一方が単結合でもう一方が炭素原子数1～8のアルキレン基又は $-O-(CH_2)_s-$ を表す態様が好ましい。この場合1～4のアルキル基が好ましく、 s は1～4が好ましい。

[0107] Z^1 は、 $-OCH_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CF_2CF_2-$ 又は単結合が好ましく、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 又は単結合がより好ましく、単結合が特に好ましい。
。

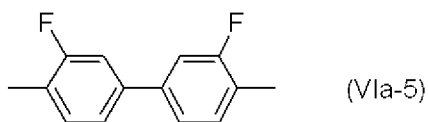
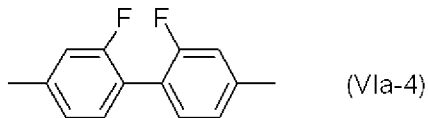
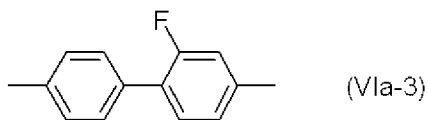
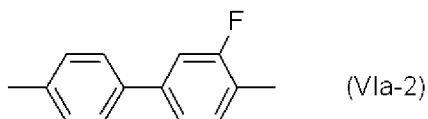
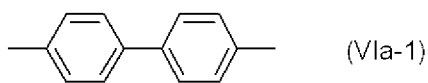
[0108] B は任意の水素原子がフッ素原子により置換されていても良い1, 4-フェニレン基、トランス-1, 4-シクロヘキシレン基又は単結合を表すが、1, 4-フェニレン基又は単結合が好ましい。 C が単結合以外の環構造を表す場合、 Z^2 は単結合以外の連結基も好ましく、 C が単結合の場合、 Z^1 は単結合が好ましい。

[0109] これらの点から、一般式(VI)において、 $S p^1$ 及び $S p^2$ の間の環構造は、具体的には次に記載する構造が好ましい。

[0110] 一般式(VI)において、 C が単結合を表し、環構造が二つの環で形成される場合において、次の式(VIa-1)から式(VIa-5)を表すことが好ましく、

式 (VIa-1) から式 (VIa-3) を表すことがより好ましく、式 (VIa-1) を表すことが特に好ましい。

[0111] [化25]



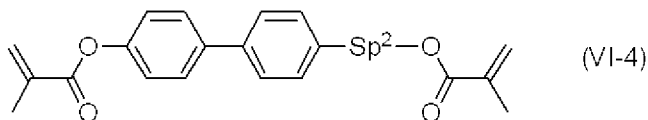
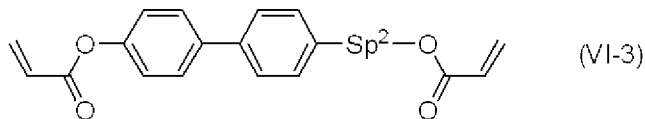
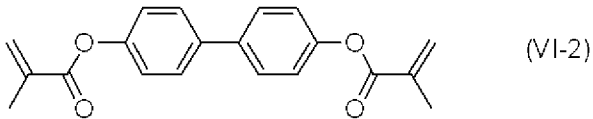
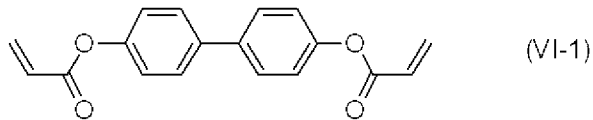
[0112] (式中、両端は Sp^1 又は Sp^2 に結合するものとする。)

これらの骨格を含む重合性化合物は重合後の配向規制力がP S A型液晶表示素子に最適であり、良好な配向状態が得られることから、表示ムラが抑制されるか、又は、全く発生しない。

[0113] 以上のことから、重合性モノマーとしては、一般式 (VI-1) ~ 一般式 (VI-4) が特に好ましく、中でも一般式 (V-2) が最も好ましい。

[0114]

[化26]



[0115] (式中、 Sp^2 は炭素原子数2から5のアルキレン基を表す。)

本発明の液晶組成物にモノマーを添加する場合において、重合開始剤が存在しない場合でも重合は進行するが、重合を促進するために重合開始剤を含有していてもよい。重合開始剤としては、ベンゾインエーテル類、ベンゾフェノン類、アセトフェノン類、ベンジルケタール類、アシルフォスフィンオキサイド類等が挙げられる。また、保存安定性を向上させるために、安定剤を添加しても良い。使用できる安定剤としては、例えば、ヒドロキノン類、ヒドロキノンモノアルキルエーテル類、第三ブチルカテコール類、ピロガロール類、チオフェノール類、ニトロ化合物類、 β -ナフチルアミン類、 β -ナフトール類、ニトロソ化合物等が挙げられる。

[0116] 本発明の重合性化合物含有液晶組成物は、液晶表示素子に有用であり、特にアクティブマトリクス駆動用液晶表示素子に有用であり、PSAモード、PSVAモード、VAモード、IPSモード又はECBモード用液晶表示素子に用いることができる。

[0117] 本発明の重合性化合物含有液晶組成物は、これに含まれる重合性化合物が紫外線照射により重合することで液晶配向能が付与され、液晶組成物の複屈折を利用して光の透過量を制御する液晶表示素子に使用される。液晶表示

素子として、AM-LCD（アクティブマトリックス液晶表示素子）、TN（ネマチック液晶表示素子）、STN-LCD（超ねじれネマチック液晶表示素子）、OCB-LCD及びIPS-LCD（インプレーンスイッチング液晶表示素子）に有用であるが、AM-LCDに特に有用であり、透過型あるいは反射型の液晶表示素子に用いることができる。

[0118] 液晶表示素子に使用される液晶セルの2枚の基板はガラス又はプラスチックの如き柔軟性をもつ透明な材料を用いることができ、一方はシリコン等の不透明な材料でも良い。透明電極層を有する透明基板は、例えば、ガラス板等の透明基板上にインジウムスズオキシド（ITO）をスパッタリングすることにより得ることができる。

[0119] 前記基板を、透明電極層が内側となるように対向させる。その際、スペーサーを介して、基板の間隔を調整してもよい。このときは、得られる調光層の厚さが1～100 μm となるように調整するのが好ましい。1.5から10 μm が更に好ましく、偏光板を使用する場合は、コントラストが最大になるように液晶の屈折率異方性 Δn とセル厚 d との積を調整することが好ましい。又、二枚の偏光板がある場合は、各偏光板の偏光軸を調整して視野角やコントラストが良好になるように調整することもできる。更に、視野角を広げるための位相差フィルムも使用することもできる。スペーサーとしては、例えば、ガラス粒子、プラスチック粒子、アルミナ粒子、フォトレジスト材料等が挙げられる。その後、エポキシ系熱硬化性組成物等のシール剤を、液晶注入口を設けた形で該基板にスクリーン印刷し、該基板同士を貼り合わせ、加熱しシール剤を熱硬化させる。

[0120] 2枚の基板間に重合性化合物含有液晶組成物を挟持させる方法は、通常真空注入法又はODF法などを用いることができるが、真空注入法においては滴下痕は発生しないものの、注入の後が残る課題を有しているものであるが、本願発明においては、ODF法を用いて製造する表示素子により好適に使用することができる。

[0121] 重合性化合物を重合させる方法としては、液晶の良好な配向性能を得るた

めには、適度な重合速度が望ましいので、紫外線又は電子線等の活性エネルギー線を単一又は併用又は順番に照射することによって重合させる方法が好ましい。紫外線を使用する場合、偏光光源を用いても良いし、非偏光光源を用いても良い。また、重合性化合物含有液晶組成物を2枚の基板間に挟持させて状態で重合を行う場合には、少なくとも照射面側の基板は活性エネルギー線に対して適当な透明性が与えられていなければならない。また、光照射時にマスクを用いて特定の部分のみを重合させた後、電場や磁場又は温度等の条件を変化させることにより、未重合部分の配向状態を変化させて、更に活性エネルギー線を照射して重合させるという手段を用いても良い。特に紫外線露光する際には、重合性化合物含有液晶組成物に交流電界を印加しながら紫外線露光することが好ましい。印加する交流電界は、周波数10Hzから10kHzの交流が好ましく、周波数60Hzから10kHzがより好ましく、電圧は液晶表示素子の所望のプレチルト角に依存して選ばれる。つまり、印加する電圧により液晶表示素子のプレチルト角を制御することができる。MVAモードの液晶表示素子においては、配向安定性及びコントラストの観点からプレチルト角を80度から89.9度に制御することが好ましい。

[0122] 照射時の温度は、本発明の液晶組成物の液晶状態が保持される温度範囲内であることが好ましい。室温に近い温度、即ち、典型的には15~35℃での温度で重合させることが好ましい。紫外線を発生させるランプとしては、メタルハライドランプ、高圧水銀ランプ、超高圧水銀ランプ等を用いることができる。また、照射する紫外線の波長としては、液晶組成物の吸収波長域でない波長領域の紫外線を照射することが好ましく、必要に応じて、紫外線をカットして使用することが好ましい。照射する紫外線の強度は、 $0.1 \text{ mW/cm}^2 \sim 100 \text{ W/cm}^2$ が好ましく、 $2 \text{ mW/cm}^2 \sim 50 \text{ W/cm}^2$ がより好ましい。照射する紫外線のエネルギー量は、適宜調整することができるが、 10 mJ/cm^2 から 500 J/cm^2 が好ましく、 100 mJ/cm^2 から 200 J/cm^2 がより好ましい。紫外線を照射する際に、強度を変化さ

せても良い。紫外線を照射する時間は照射する紫外線強度により適宜選択されるが、10秒から3600秒が好ましく、10秒から600秒がより好ましい。

[0123] 本発明の液晶表示素子の構成は、図1に記載するように透明導電性材料からなる共通電極を具備した第一の基板と、透明導電性材料からなる画素電極と各画素に具備した画素電極を制御する薄膜トランジスターを具備した第二の基板と、前記第一の基板と第二の基板間に挟持された液晶組成物を有し、該液晶組成物中の液晶分子の電圧無印加時の配向が前記基板に対して略垂直である液晶表示素子であって、該液晶組成物として前記本発明の液晶組成物を用いたことに特徴を有するものである。

[0124] 滴下痕の発生は注入される液晶材料に大きな影響を受けるものであるが、表示素子の構成によってもその影響は避けられない。特に、液晶表示素子中に形成されるカラーフィルター、薄膜トランジスター等は薄い配向膜、透明電極等しか液晶組成物とを隔てる部材が無いことから組合せにより滴下痕の発生に影響を与える。

[0125] 特に該薄膜トランジスターが逆スタガード型である場合には、ドレイン電極がゲート電極を覆うように形成されるためその面積が増大する傾向にある。ドレイン電極は、銅、アルミニウム、クロム、チタン、モリブデン、タンタル等の金属材料で形成され、一般的には、パッシベーション処理が施されるのが通常の形態である。しかし、保護膜は一般に薄く、配向膜も薄く、イオン性物質を遮断しない可能性が高いことから、金属材料と液晶組成物の相互作用による滴下痕の発生を避けることができなかった。

[0126] 本件発明においては、図2に記載するように薄膜トランジスターが逆スタガード型である液晶表示素子に好適に使用でき、アルミニウム配線を用いる場合に好ましい。

[0127] 本発明の液晶組成物を用いた液晶表示素子は高速応答と表示不良の抑制を両立させた有用なものであり、特に、アクティブマトリックス駆動用液晶表示素子に有用であり、VAモード、PSVAモード、PSAモード、IPS

モード又はECBモード用に適用できる。

実施例

[0128] 以下に実施例を挙げて本発明を更に詳述するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。また、以下の実施例及び比較例の組成物における「%」は『質量%』を意味する。

[0129] 実施例中、測定した特性は以下の通りである。

[0130] T_{ni} : ネマチック相－等方性液体相転移温度 (°C)

Δn : 25°Cにおける屈折率異方性

$\Delta \varepsilon$: 25°Cにおける誘電率異方性

η : 20°Cにおける粘度 (mPa·s)

γ_1 : 25°Cにおける回転粘度 (mPa·s)

VHR : 周波数60Hz, 印加電圧1Vの条件下で60°Cにおける電圧保持率 (%)

焼き付き :

液晶表示素子の焼き付き評価は、表示エリア内に所定の固定パターンを1000時間表示させた後に、全画面均一な表示を行ったときの固定パターンの残像のレベルを目視にて以下の4段階評価で行った。

[0131] ◎残像無し

○残像ごく僅かに有るも許容できるレベル

△残像有り許容できないレベル

×残像有りかなり劣悪

滴下痕 :

液晶表示装置の滴下痕の評価は、全面黒表示した場合における白く浮かび上がる滴下痕を目視にて以下の4段階評価で行った。

[0132] ◎残像無し

○残像ごく僅かに有るも許容できるレベル

△残像有り許容できないレベル

×残像有りかなり劣悪

プロセス適合性 :

プロセス適合性は、ODFプロセスにおいて、定積計量ポンプを用いて1回に50 μ Lずつ液晶を滴下することを100000回行い、次の「0~100回、101~200回、201~300回、・・・99901~100000回」の各100回ずつ滴下された液晶量の変化を以下の4段階で評価した。

[0133] ◎変化が極めて小さい（安定的に液晶表示素子を製造できる）

○変化が僅かに有るも許容できるレベル

△変化が有り許容できないレベル（斑発生により歩留まりが悪化）

×変化が有りかなり劣悪（液晶漏れや真空気泡が発生）

低温での溶解性 :

低温での溶解性評価は、液晶組成物を調製後、2 mLのサンプル瓶に液晶組成物を1 g秤量し、これに温度制御式試験槽の中で、次を1サイクル「-20 $^{\circ}$ C（1時間保持）→昇温（0.1 $^{\circ}$ C/毎分）→0 $^{\circ}$ C（1時間保持）→昇温（0.1 $^{\circ}$ C/毎分）→20 $^{\circ}$ C（1時間保持）→降温（-0.1 $^{\circ}$ C/毎分）→0 $^{\circ}$ C（1時間保持）→降温（-0.1 $^{\circ}$ C/毎分）→-20 $^{\circ}$ C」として温度変化を与え続け、目視にて液晶組成物からの析出物の発生を観察し、以下の4段階評価を行った。

[0134] ◎600時間以上析出物が観察されなかった。

[0135] ○300時間以上析出物が観察されなかった。

[0136] △150時間以内に析出物が観察された。

[0137] ×75時間以内に析出物が観察された。

尚、実施例において化合物の記載について以下の略号を用いる。

（側鎖）

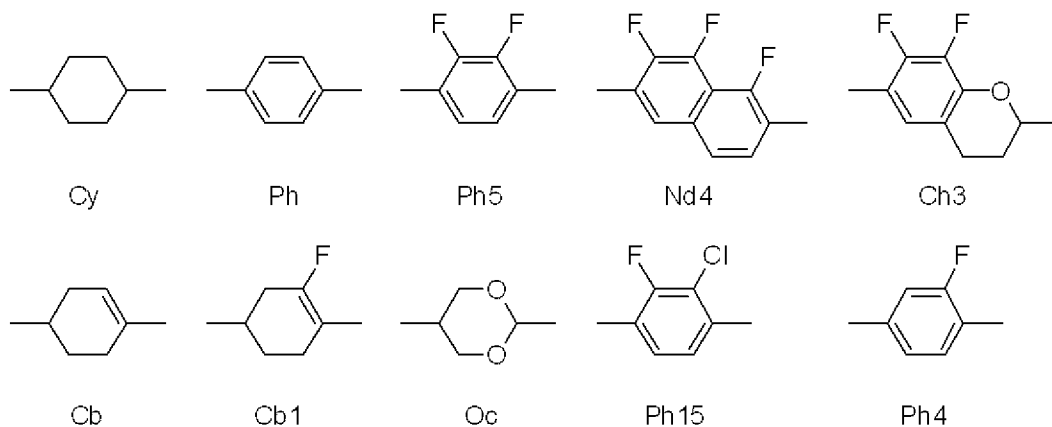
-n -C_nH_{2n+1} 炭素原子数 n の直鎖状アルキル基

-0n -OC_nH_{2n+1} 炭素原子数 n の直鎖状アルコキシ基

-V -C=CH₂ ビニル基

（環構造）

[0138] [化27]



[0139] (実施例1)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

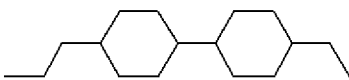
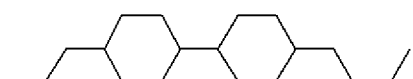
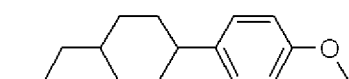
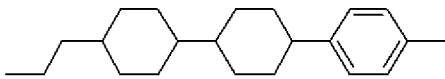
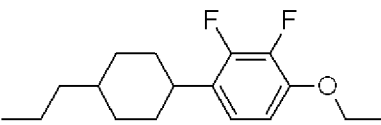
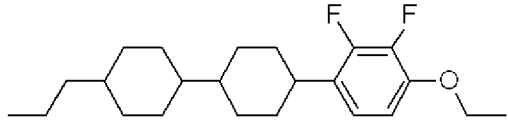
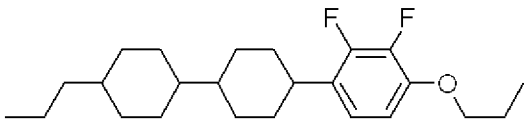
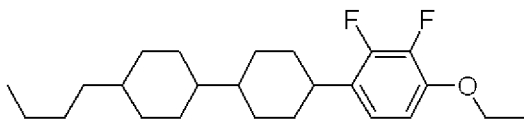
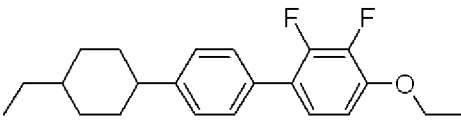
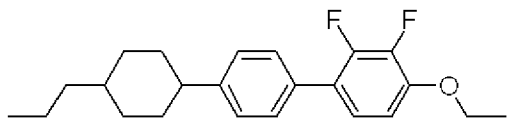
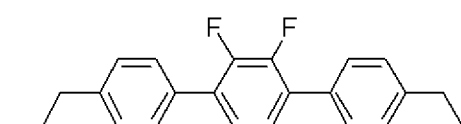
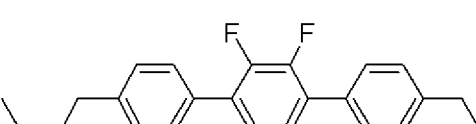
[0140] 実施例1の液晶組成物を用いて、図1に示すVA液晶表示素子を作製した。この液晶表示素子は、アクティブ素子として逆スタガード型の薄膜トランジスターを有している。液晶組成物の注入は、滴下法にて行い、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った。

[0141] 尚、含有量の左側の記号は、上記化合物の略号の記載である。

[0142]

[化28]

実施例1

| | | |
|---|------------|-----|
|  | 3CyCy2 | 18% |
|  | 3CyCy4 | 4% |
|  | 3CyPhO1 | 10% |
|  | 3CyCyPh1 | 6% |
|  | 3CyPh5O2 | 20% |
|  | 3CyCyPh5O2 | 6% |
|  | 3CyCyPh5O3 | 5% |
|  | 4CyCyPh5O2 | 5% |
|  | 2CyPhPh5O2 | 9% |
|  | 3CyPhPh5O2 | 9% |
|  | 3PhPh5Ph2 | 4% |
|  | 4PhPh5Ph2 | 4% |

[0143]

[表1]

| | |
|--|-------|
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 76.5 |
| Δn | 0.107 |
| n_o | 1.486 |
| $\Delta\varepsilon$ | -3.3 |
| ε_{\perp} | 7.1 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 22.8 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 149 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 13.0 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.8 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.2 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ◎ |

[0144] 実施例1の液晶組成物は、TV用液晶組成物として実用的な76.5°Cの液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例1記載の液晶組成物を用いて、図1記載のVA液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、極めて優れた評価結果を示した。

(実施例2及び3)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0145] 実施例2及び3の液晶組成物を用いて、実施例1と同様にVA液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0146]

[表2]

実施例2

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20% |
| 3CyCy4 | 7% |
| 3CyPhO1 | 12% |
| 3CyPh5O2 | 15% |
| 3CyCyPh5O2 | 4% |
| 3CyCyPh5O3 | 4% |
| 4CyCyPh5O2 | 4% |
| 2CyPhPh5O2 | 14% |
| 3CyPhPh5O2 | 14% |
| 3PhPh5Ph2 | 3% |
| 4PhPh5Ph2 | 3% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 76.5 |
| Δn | 0.108 |
| n_o | 1.486 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.2 |
| ϵ_{\perp} | 7.0 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 22.7 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 157 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 13.5 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.7 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.0 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

実施例3

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 21% |
| 3CyCyPh1 | 12% |
| 3CyPhPh3 | 6% |
| 3CyPh5O2 | 17% |
| 3CyPh5O4 | 7% |
| 5CyPh5O2 | 5% |
| 3CyCyPh5O2 | 4% |
| 3CyCyPh5O3 | 3% |
| 4CyCyPh5O2 | 3% |
| 2CyPhPh5O2 | 5% |
| 3CyPhPh5O2 | 5% |
| 3PhPh5Ph2 | 6% |
| 4PhPh5Ph2 | 6% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 75.6 |
| Δn | 0.108 |
| n_o | 1.485 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.3 |
| ϵ_{\perp} | 6.9 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 20.7 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 135 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 11.6 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.8 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.0 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ◎ |

[0147] 実施例2及び3の液晶組成物は、TV用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例2及び3記載の液晶組成物を用いて、図1記載のVA液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を示した。

(比較例1)

式(I)で表される化合物を含有しない、以下に示される液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

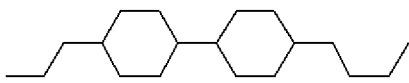
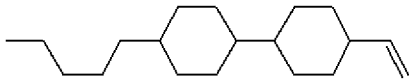
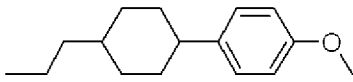
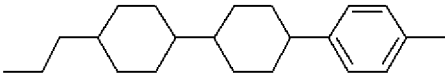
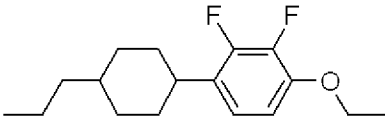
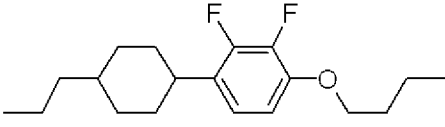
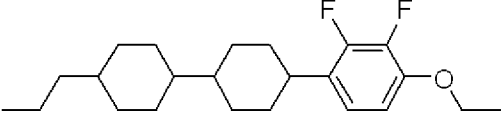
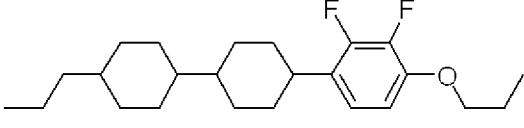
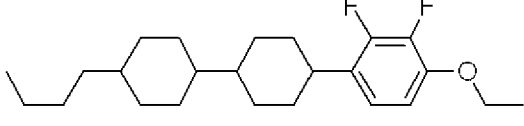
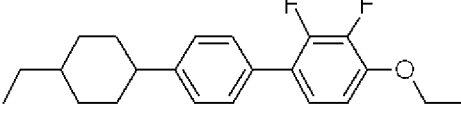
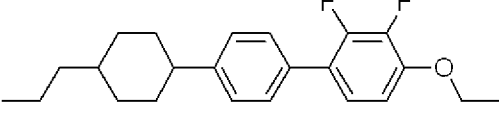
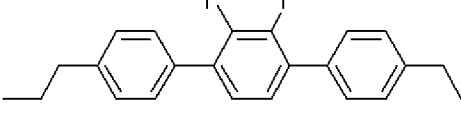
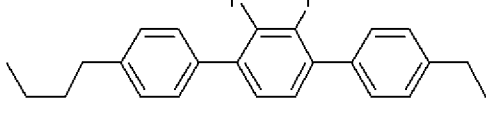
[0148] 尚、含有量の左側の記号は、実施例1と同様に、前記化合物略号の記載で

ある。

[0149]

[化29]

比較例1

| | | |
|---|------------|-----|
|  | 3CyCy4 | 7% |
|  | 5CyCyV | 18% |
|  | 3CyPhO1 | 10% |
|  | 3CyCyPh1 | 7% |
|  | 3CyPh5O2 | 20% |
|  | 3CyPh5O4 | 3% |
|  | 3CyCyPh5O2 | 5% |
|  | 3CyCyPh5O3 | 5% |
|  | 4CyCyPh5O2 | 5% |
|  | 2CyPhPh5O2 | 7% |
|  | 3CyPhPh5O2 | 7% |
|  | 3PhPh5Ph2 | 3% |
|  | 4PhPh5Ph2 | 3% |

[0150] [表3]

| | |
|--|-------|
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 75.6 |
| Δn | 0.106 |
| n_o | 1.484 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.3 |
| ϵ_{\perp} | 7.0 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 24.3 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 154 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 13.7 |
| 初期電圧保持率 / % | 98.7 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 97.6 |
| 焼き付き評価 | × |
| 滴下痕評価 | × |
| プロセス適合性評価 | △ |
| 低温での溶解性評価 | △ |

[0151] 式(I)で表される化合物を含有しない液晶組成物(比較例1)は、式(I)で表される化合物を含有する液晶組成物(実施例1~3)と比べて、粘度 η が上昇することが示された。 γ_1 については、比較例1の値である154mPa・sは実施例2の値である157mPa・sと比較して低い値を示しているが、液晶表示素子及びディスプレイにおける実効的な応答速度を表すパラメータである $\gamma_1 / \Delta n^2$ の値で比較すると劣る結果となった。比較例1の初期のVHRは98.7%であったのに対し、150°Cで1時間の高温放置後のVHRは、97.6%であった。プロセス適合性について評価したところ、実施例1~3と比べて変化が許容できないレベルとなった。低温での溶解性を評価したところ、実施例1~3と比べて早期に析出が観察された。

(比較例2)

式(II)で表される化合物を12%しか含有しない、以下に示される液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0152]

[表4]

比較例2

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 18% |
| 3CyPhO1 | 8% |
| 5PhPh1 | 10% |
| 3CyPh5O2 | 6% |
| 3CyPh5O4 | 6% |
| 3CyCyPh5O2 | 10% |
| 3CyCyPh5O3 | 10% |
| 4CyCyPh5O2 | 10% |
| 2CyPhPh5O2 | 8% |
| 3CyPhPh5O2 | 8% |
| 3PhPh5Ph2 | 3% |
| 4PhPh5Ph2 | 3% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 79.0 |
| Δn | 0.112 |
| n_o | 1.489 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.2 |
| ϵ_{\perp} | 6.9 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 29.4 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 207 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 16.5 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.0 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 98.2 |
| 焼き付き評価 | △ |
| 滴下痕評価 | △ |
| プロセス適合性評価 | △ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0153] 一般式(II)で表される化合物を12%しか含有しない液晶組成物(比較例2)は、一般式(II)で表される化合物を15%以上含有する液晶組成物(実施例1~3)と比べて、粘度 η 及び回転粘度 γ_1 が上昇することが示された。比較例2の初期のVHRは99.0%であったのに対し、150°Cで1時間の高温放置後のVHRは、98.2%であった。プロセス適合性について評価したところ、実施例1~3と比べて変化が許容できないレベルとなった。低温での溶解性を評価したところ、実施例1~3と比べて早期に析出が観察された。

(実施例4及び5)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0154] 実施例4及び5の液晶組成物を用いて、実施例1と同様にVA液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0155] [表5]

実施例4

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 18% |
| 3CyCy4 | 4% |
| 3CyPhO1 | 8% |
| 3CyCyPh1 | 6% |
| 3CyPh5O2 | 17% |
| 3CyPh5O4 | 3% |
| 3CyCyPh5O2 | 4% |
| 3CyCyPh5O3 | 4% |
| 4CyCyPh5O2 | 4% |
| 2CyPhPh5O2 | 9% |
| 3CyPhPh5O2 | 9% |
| 3PhPh5Ph2 | 7% |
| 4PhPh5Ph2 | 7% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 76.1 |
| Δn | 0.116 |
| n_o | 1.488 |
| $\Delta\varepsilon$ | -3.2 |
| ε_{\perp} | 7.0 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 23.3 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 160 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 11.9 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.7 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 98.9 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ○ |
| 低温での溶解性評価 | ◎ |

実施例5

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20% |
| 3CyCy4 | 6% |
| 3CyPhO1 | 9% |
| 3CyCyPh1 | 5% |
| 3CyPh5O2 | 18% |
| 3CyPh5O4 | 3% |
| 3CyCyPh5O2 | 8% |
| 3CyCyPh5O3 | 8% |
| 4CyCyPh5O2 | 8% |
| 2CyPhPh5O2 | 5% |
| 3CyPhPh5O2 | 5% |
| 3PhPh5Ph2 | 5% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 74.8 |
| Δn | 0.094 |
| n_o | 1.482 |
| $\Delta\varepsilon$ | -3.2 |
| ε_{\perp} | 6.9 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 21.0 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 134 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 15.2 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.6 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 98.8 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0156] 実施例4及び5の液晶組成物は、TV用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例4及び5記載の液晶組成物を用いて、図1記載のVA液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を示した。

(実施例6及び7)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0157] 実施例6及び7の液晶組成物を用いて、実施例1と同様にVA液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0158] [表6]

実施例6

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 18% |
| 3CyCy4 | 5% |
| 3CyPhO1 | 9% |
| 3CyPh5O2 | 21% |
| 3CyCyPh5O2 | 7% |
| 3CyCyPh5O3 | 7% |
| 4CyCyPh5O2 | 7% |
| 2CyPhPh5O2 | 9% |
| 3CyPhPh5O2 | 9% |
| 3PhPh5Ph2 | 4% |
| 4PhPh5Ph2 | 4% |
| $T_{NI} / ^\circ C$ | 75.3 |
| Δn | 0.106 |
| n_o | 1.485 |
| $\Delta \epsilon$ | -3.8 |
| ϵ_{\perp} | 7.8 |
| $\eta / mPa \cdot s$ | 25.0 |
| $\gamma_1 / mPa \cdot s$ | 160 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 14.2 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.4 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 98.8 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ○ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ◎ |

実施例7

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20% |
| 3CyCy4 | 9% |
| 3CyPhO1 | 9% |
| 3CyCyPh1 | 5% |
| 3CyPh5O2 | 16% |
| 3CyCyPh5O2 | 5% |
| 3CyCyPh5O3 | 4% |
| 4CyCyPh5O2 | 4% |
| 2CyPhPh5O2 | 8% |
| 3CyPhPh5O2 | 8% |
| 3PhPh5Ph2 | 6% |
| 4PhPh5Ph2 | 6% |
| $T_{NI} / ^\circ C$ | 75.8 |
| Δn | 0.106 |
| n_o | 1.486 |
| $\Delta \epsilon$ | -2.7 |
| ϵ_{\perp} | 6.2 |
| $\eta / mPa \cdot s$ | 19.7 |
| $\gamma_1 / mPa \cdot s$ | 138 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 12.3 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.6 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.0 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0159] 実施例6及び7の液晶組成物は、TV用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例6及び7記載の液晶組成物を用いて、図1記載のVA液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を

示した。

(実施例 8 及び 9)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0160] 実施例 6 及び 7 の液晶組成物を用いて、実施例 1 と同様に V A 液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0161] [表7]

実施例8

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20% |
| 3CyCy4 | 5% |
| 3CyPhO1 | 10% |
| 3CyCyPh1 | 6% |
| 3CyPh5O2 | 16% |
| 3CyCyPh5O2 | 3% |
| 3CyCyPh5O3 | 3% |
| 4CyCyPh5O2 | 3% |
| 2CyPhPh5O2 | 9% |
| 3CyPhPh5O2 | 9% |
| 3PhPh5Ph2 | 8% |
| 4PhPh5Ph2 | 8% |
| $T_{NI} / ^\circ C$ | 75.3 |
| Δn | 0.116 |
| n_o | 1.489 |
| $\Delta \epsilon$ | -2.7 |
| ϵ_{\perp} | 6.2 |
| $\eta / mPa \cdot s$ | 20.8 |
| $\gamma_1 / mPa \cdot s$ | 150 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 11.1 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.5 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.1 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ○ |
| プロセス適合性評価 | ○ |
| 低温での溶解性評価 | ◎ |

実施例9

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 25% |
| 3CyCy4 | 10% |
| 3CyCy5 | 5% |
| 3CyCyPh1 | 2% |
| 3CyPh5O2 | 15% |
| 3CyPh5O4 | 3% |
| 3CyCyPh5O2 | 7% |
| 3CyCyPh5O3 | 6% |
| 4CyCyPh5O2 | 6% |
| 2CyPhPh5O2 | 5% |
| 3CyPhPh5O2 | 4% |
| 3PhPh5Ph2 | 6% |
| 4PhPh5Ph2 | 6% |
| $T_{NI} / ^\circ C$ | 75.6 |
| Δn | 0.095 |
| n_o | 1.481 |
| $\Delta \epsilon$ | -2.7 |
| ϵ_{\perp} | 6.1 |
| $\eta / mPa \cdot s$ | 18.2 |
| $\gamma_1 / mPa \cdot s$ | 122 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 13.5 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.8 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.3 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ○ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0162] 実施例 8 及び 9 の液晶組成物は、TV 用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例 8 および 9 記載の液晶組成物を用いて

、図1記載のVA液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を示した。

(実施例10及び11)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0163] 実施例10及び11の液晶組成物を用いて、実施例1と同様にVA液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0164] [表8]

実施例10

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20% |
| 3CyCy4 | 4% |
| 3CyPhO1 | 5% |
| 3CyCyPh1 | 2% |
| 3CyPh5O2 | 21% |
| 3CyCyPh5O2 | 5% |
| 3CyCyPh5O3 | 4% |
| 4CyCyPh5O2 | 4% |
| 2CyPhPh5O2 | 11% |
| 3CyPhPh5O2 | 11% |
| 3PhPh5Ph2 | 7% |
| 4PhPh5Ph2 | 6% |
| $T_{NI} / ^\circ C$ | 76.6 |
| Δn | 0.116 |
| n_o | 1.487 |
| $\Delta \epsilon$ | -3.7 |
| ϵ_{\perp} | 7.7 |
| $\eta / mPa \cdot s$ | 24.6 |
| $\gamma_1 / mPa \cdot s$ | 163 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 12.1 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.7 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.1 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ○ |
| 低温での溶解性評価 | ◎ |

実施例11

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20% |
| 3CyCy4 | 7% |
| 3CyCyPh1 | 9% |
| 3CyPh5O2 | 20% |
| 3CyPh5O4 | 5% |
| 5CyPh5O2 | 3% |
| 3CyCyPh5O2 | 8% |
| 3CyCyPh5O3 | 7% |
| 4CyCyPh5O2 | 7% |
| 2CyPhPh5O2 | 4% |
| 3CyPhPh5O2 | 4% |
| 3PhPh5Ph2 | 3% |
| 4PhPh5Ph2 | 3% |
| $T_{NI} / ^\circ C$ | 76.0 |
| Δn | 0.094 |
| n_o | 1.480 |
| $\Delta \epsilon$ | -3.7 |
| ϵ_{\perp} | 7.5 |
| $\eta / mPa \cdot s$ | 21.5 |
| $\gamma_1 / mPa \cdot s$ | 129 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 14.6 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.6 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.0 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ○ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0165] 実施例10及び11の液晶組成物は、TV用液晶組成物として実用的な液

晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例10及び11記載の液晶組成物を用いて、図1記載のVA液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を示した。

(実施例12及び13)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0166] 実施例12及び13の液晶組成物を用いて、実施例1と同様にVA液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0167] [表9]

実施例12

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 25% |
| 3CyCy4 | 9% |
| 3CyCyPh1 | 10% |
| 3CyPh5O2 | 15% |
| 3CyCyPh5O2 | 9% |
| 3CyCyPh5O3 | 8% |
| 4CyCyPh5O2 | 8% |
| 2CyPhPh5O2 | 3% |
| 3CyPhPh5O2 | 3% |
| 3PhPh5Ph2 | 5% |
| 4PhPh5Ph2 | 5% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 87.2 |
| Δn | 0.095 |
| n_o | 1.482 |
| $\Delta\epsilon$ | -2.7 |
| ϵ_{\perp} | 6.0 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 19.5 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 131 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 14.5 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.7 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.2 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ○ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

実施例13

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 21% |
| 3CyCy4 | 10% |
| 3CyCyPh1 | 10% |
| 3CyPhPh3 | 4% |
| 3CyPh5O2 | 16% |
| 3CyCyPh5O2 | 5% |
| 3CyCyPh5O3 | 4% |
| 4CyCyPh5O2 | 4% |
| 2CyPhPh5O2 | 7% |
| 3CyPhPh5O2 | 7% |
| 3PhPh5Ph2 | 6% |
| 4PhPh5Ph2 | 6% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 87.8 |
| Δn | 0.107 |
| n_o | 1.485 |
| $\Delta\epsilon$ | -2.7 |
| ϵ_{\perp} | 6.0 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 19.8 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 138 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 12.1 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.8 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.3 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ◎ |

[0168] 実施例 1 2 及び 1 3 の液晶組成物は、TV 用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例 1 2 及び 1 3 記載の液晶組成物を用いて、図 1 記載の VA 液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を示した。

(実施例 1 4)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0169] 実施例 1 4 の液晶組成物を用いて、実施例 1 と同様に VA 液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0170]

[表10]

実施例14

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 16% |
| 3CyPhO1 | 10% |
| 3CyCyPh1 | 10% |
| 3CyPhPh3 | 8% |
| 3CyPh5O2 | 16% |
| 3CyCyPh5O2 | 5% |
| 3CyCyPh5O3 | 5% |
| 4CyCyPh5O2 | 4% |
| 2CyPhPh5O2 | 7% |
| 3CyPhPh5O2 | 7% |
| 3PhPh5Ph2 | 7% |
| 4PhPh5Ph2 | 7% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 87.4 |
| Δn | 0.117 |
| n_o | 1.491 |
| $\Delta\epsilon$ | -2.7 |
| ϵ_{\perp} | 6.2 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 23.6 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 171 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 12.5 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.6 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.2 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ○ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0171] 実施例14の液晶組成物は、TV用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例14記載の液晶組成物を用いて、図1記載のVA液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を示した。(比較例3及び4)

[0172]

[表11]

比較例3

| | |
|--|-------|
| 5CyCyV | 33% |
| 3CyPhO1 | 4% |
| 3CyCyPh1 | 4% |
| 3CyPh5O2 | 16% |
| 3CyCyPh5O2 | 9% |
| 3CyCyPh5O3 | 9% |
| 4CyCyPh5O2 | 9% |
| 2CyPhPh5O2 | 5% |
| 3CyPhPh5O2 | 5% |
| 3PhPh5Ph2 | 3% |
| 4PhPh5Ph2 | 3% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 87.8 |
| Δn | 0.106 |
| n_o | 1.481 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.3 |
| ϵ_{\perp} | 6.9 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 27.9 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 183 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 16.3 |
| 初期電圧保持率 / % | 98.9 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 97.9 |
| 焼き付き評価 | × |
| 滴下痕評価 | × |
| プロセス適合性評価 | ○ |
| 低温での溶解性評価 | ◎ |

比較例4

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 25% |
| 3CyCy4 | 4% |
| 3CyPhO1 | 2% |
| 5PhPh1 | 6% |
| 3CyPh5O2 | 9% |
| 3CyCyPh5O2 | 10% |
| 3CyCyPh5O3 | 10% |
| 4CyCyPh5O2 | 10% |
| 2CyPhPh5O2 | 9% |
| 3CyPhPh5O2 | 9% |
| 3PhPh5Ph2 | 3% |
| 4PhPh5Ph2 | 9% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 88.2 |
| Δn | 0.106 |
| n_o | 1.485 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.2 |
| ϵ_{\perp} | 6.7 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 26.3 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 184 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 16.4 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.1 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 98.0 |
| 焼き付き評価 | △ |
| 滴下痕評価 | △ |
| プロセス適合性評価 | △ |
| 低温での溶解性評価 | × |

[0173] 式(I)で表される化合物を含有しない液晶組成物(比較例3)は、式(I)で表される化合物を含有する液晶組成物(実施例12~14)と比べて、粘度 η 及び回転粘度 γ_1 が上昇することが示された。比較例3の初期のVHRは98.9%であったのに対し、150°Cで1時間の高温放置後のVHRは、97.9%であった。プロセス適合性について評価したところ、実施例12~14と比べて変化が許容できないレベルとなった。低温での溶解性を評価したところ、実施例1~3と比べて早期に析出が観察された。

[0174] 一般式(II)で表される化合物を9%しか含有しない液晶組成物(比較例4)は、一般式(II)で表される化合物を15%以上含有する液晶組成物(実施例12~14)と比べて、粘度 η 及び回転粘度 γ_1 が上昇することが示された。比

較例4の初期のVHRは99.1%であったのに対し、150°Cで1時間の高温放置後のVHRは、98.0%であった。プロセス適合性について評価したところ、実施例12~14と比べて変化が許容できないレベルとなった。低温での溶解性を評価したところ、実施例1~3と比べて早期に析出が観察された。

(実施例15及び16)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0175] 実施例15及び16の液晶組成物を用いて、実施例1と同様にVA液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0176] [表12]

実施例15

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 22% |
| 3CyCy4 | 5% |
| 3CyPhO1 | 6% |
| 3CyCyPh1 | 5% |
| 3CyPh5O2 | 15% |
| 3CyCyPh5O2 | 11% |
| 3CyCyPh5O3 | 11% |
| 4CyCyPh5O2 | 11% |
| 2CyPhPh5O2 | 4% |
| 3CyPhPh5O2 | 4% |
| 3PhPh5Ph2 | 3% |
| 4PhPh5Ph2 | 3% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 87.1 |
| Δn | 0.095 |
| n_o | 1.482 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.3 |
| ϵ_{\perp} | 6.8 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 23.9 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 157 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 17.4 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.5 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.1 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

実施例16

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 18% |
| 3CyCy4 | 4% |
| 3CyPhO1 | 8% |
| 3CyCyPh1 | 9% |
| 3CyPh5O2 | 16% |
| 3CyCyPh5O2 | 7% |
| 3CyCyPh5O3 | 7% |
| 4CyCyPh5O2 | 7% |
| 2CyPhPh5O2 | 9% |
| 3CyPhPh5O2 | 9% |
| 3PhPh5Ph2 | 3% |
| 4PhPh5Ph2 | 3% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 87.5 |
| Δn | 0.106 |
| n_o | 1.486 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.3 |
| ϵ_{\perp} | 7.0 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 24.9 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 166 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 14.8 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.7 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.2 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ○ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0177] 実施例 15 及び 16 の液晶組成物は、TV 用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例 15 及び 16 記載の液晶組成物を用いて、図 1 記載の VA 液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を示した。

(実施例 17 及び 18)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0178] 実施例 17 及び 18 の液晶組成物を用いて、実施例 1 と同様に VA 液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0179]

[表13]

実施例17

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 19% |
| 3CyPhO1 | 8% |
| 3CyCyPh1 | 9% |
| 3CyPh5O2 | 15% |
| 3CyCyPh5O2 | 7% |
| 3CyCyPh5O3 | 6% |
| 4CyCyPh5O2 | 6% |
| 2CyPhPh5O2 | 9% |
| 3CyPhPh5O2 | 9% |
| 3PhPh5Ph2 | 6% |
| 4PhPh5Ph2 | 6% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 87.8 |
| Δn | 0.116 |
| n_o | 1.489 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.2 |
| ϵ_{\perp} | 6.9 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 26.4 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 184 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 13.7 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.6 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.2 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

実施例18

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20% |
| 3CyCy4 | 9% |
| 3CyCy5 | 4% |
| 3CyPh5O2 | 18% |
| 3CyCyPh5O2 | 11% |
| 3CyCyPh5O3 | 11% |
| 4CyCyPh5O2 | 11% |
| 2CyPhPh5O2 | 5% |
| 3CyPhPh5O2 | 5% |
| 3PhPh5Ph2 | 3% |
| 4PhPh5Ph2 | 3% |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 87.1 |
| Δn | 0.094 |
| n_o | 1.480 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.8 |
| ϵ_{\perp} | 7.5 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 25.1 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 157 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 17.8 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.7 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.1 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ○ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0180] 実施例17及び18の液晶組成物は、TV用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例17及び18記載の液晶組成物を用いて、図1記載のVA液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を示した。

(実施例19及び20)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0181] 実施例19及び20の液晶組成物を用いて、実施例1と同様にVA液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の

評価を行った結果を同じ表に示す。

[0182] [表14]

実施例19

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20% |
| 3CyCy4 | 6% |
| 3CyPhO1 | 3% |
| 3CyCyPh1 | 3% |
| 3CyPh5O2 | 17% |
| 3CyCyPh5O2 | 9% |
| 3CyCyPh5O3 | 8% |
| 4CyCyPh5O2 | 8% |
| 2CyPhPh5O2 | 9% |
| 3CyPhPh5O2 | 9% |
| 3PhPh5Ph2 | 4% |
| 4PhPh5Ph2 | 4% |
| $T_{NI} / ^\circ C$ | 87.8 |
| Δn | 0.107 |
| n_o | 1.484 |
| $\Delta \epsilon$ | -3.8 |
| ϵ_{\perp} | 7.6 |
| $\eta / mPa \cdot s$ | 26.7 |
| $\gamma_1 / mPa \cdot s$ | 175 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 15.3 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.6 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.1 |
| 焼き付き評価 | ◎ |
| 滴下痕評価 | ○ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

実施例20

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20% |
| 3CyCy4 | 9% |
| 3CyPh5O2 | 16% |
| 3CyCyPh5O2 | 7% |
| 3CyCyPh5O3 | 6% |
| 4CyCyPh5O2 | 6% |
| 2CyPhPh5O2 | 11% |
| 3CyPhPh5O2 | 11% |
| 3PhPh5Ph2 | 7% |
| 4PhPh5Ph2 | 7% |
| $T_{NI} / ^\circ C$ | 87.6 |
| Δn | 0.117 |
| n_o | 1.486 |
| $\Delta \epsilon$ | -3.8 |
| ϵ_{\perp} | 7.6 |
| $\eta / mPa \cdot s$ | 27.2 |
| $\gamma_1 / mPa \cdot s$ | 187 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 13.7 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.5 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.0 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ○ |
| プロセス適合性評価 | ○ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0183] 実施例19及び20の液晶組成物は、TV用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例19及び20記載の液晶組成物を用いて、図1記載のVA液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を示した。

(実施例21及び22)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0184] 実施例 2 1 及び 2 2 の液晶組成物を用いて、実施例 1 と同様に V A 液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0185] [表15]

実施例21

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20 |
| 3CyCy4 | 6 |
| 3CyCyPh1 | 10 |
| 3CyPhPh3 | 10 |
| 3CyPh5O2 | 16 |
| 3PhPh5O2 | 12 |
| 3CyCyPh5O2 | 4 |
| 3CyCyPh5O3 | 3 |
| 4CyCyPh5O2 | 3 |
| 2CyPhPh5O2 | 5 |
| 3CyPhPh5O2 | 5 |
| 3PhPh5Ph2 | 3 |
| 4PhPh5Ph2 | 3 |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 75.4 |
| Δn | 0.106 |
| n_o | 1.486 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.4 |
| ϵ_{\perp} | 6.8 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 17.1 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 112 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 10.0 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.7 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.1 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ◎ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ◎ |

実施例22

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 20 |
| 3CyCyPh1 | 14 |
| 3CyPhPh3 | 12 |
| 3CyPh5O2 | 15 |
| 3PhPh5O2 | 10 |
| 3CyCyPh5O2 | 6 |
| 3CyCyPh5O3 | 6 |
| 4CyCyPh5O2 | 6 |
| 2CyPhPh5O2 | 5 |
| 3PhPh5Ph2 | 3 |
| 4PhPh5Ph2 | 3 |
| $T_{NI} / ^\circ\text{C}$ | 85.5 |
| Δn | 0.106 |
| n_o | 1.487 |
| $\Delta\epsilon$ | -3.3 |
| ϵ_{\perp} | 6.7 |
| $\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 19.7 |
| $\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$ | 130 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 11.6 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.6 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.2 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ○ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0186] 実施例 2 1 及び 2 2 の液晶組成物は、T V 用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例 2 1 及び 2 2 記載の液晶組成物を用いて、図 1 記載の V A 液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価結果を示した。

(実施例 2 3 及び 2 4)

次に示す組成を有する液晶組成物を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

[0187] 実施例23及び24の液晶組成物を用いて、実施例1と同様にVA液晶表示素子を作製し、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性の評価を行った結果を同じ表に示す。

[0188] [表16]

実施例23

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 22 |
| 3CyCy4 | 9 |
| 3CyCy5 | 2 |
| 3PhPh4Ph2 | 5 |
| 3CyPh5O2 | 18 |
| 3CyPh5O4 | 3 |
| 3CyCyPh5O2 | 5 |
| 3CyCyPh5O3 | 5 |
| 4CyCyPh5O2 | 5 |
| 2CyPhPh5O2 | 9 |
| 3CyPhPh5O2 | 9 |
| 3PhPh5Ph2 | 4 |
| 4PhPh5Ph2 | 4 |
| $T_{NI} / ^\circ C$ | 76.1 |
| Δn | 0.108 |
| n_o | 1.483 |
| $\Delta \epsilon$ | -3.37 |
| ϵ_{\perp} | 7.16 |
| $\eta / mPa \cdot s$ | 21.4 |
| $\gamma_1 / mPa \cdot s$ | 139 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 11.9 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.5 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.1 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ○ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

実施例24

| | |
|--|-------|
| 3CyCy2 | 22 |
| 3CyCy4 | 6 |
| 3CyCyPh1 | 2 |
| 3PhPh4Ph2 | 8 |
| 3CyPh5O2 | 18 |
| 3PhPh5O2 | 5 |
| 3CyCyPh5O2 | 5 |
| 3CyCyPh5O3 | 5 |
| 4CyCyPh5O2 | 5 |
| 2CyPhPh5O2 | 8 |
| 3CyPhPh5O2 | 8 |
| 3PhPh5Ph2 | 4 |
| 4PhPh5Ph2 | 4 |
| $T_{NI} / ^\circ C$ | 75.1 |
| Δn | 0.117 |
| n_o | 1.486 |
| $\Delta \epsilon$ | -3.65 |
| ϵ_{\perp} | 7.52 |
| $\eta / mPa \cdot s$ | 21.6 |
| $\gamma_1 / mPa \cdot s$ | 141 |
| $\gamma_1 / \Delta n^2 \times 10^{-3}$ | 10.3 |
| 初期電圧保持率 / % | 99.4 |
| 150°C1時間後電圧保持率 / % | 99.1 |
| 焼き付き評価 | ○ |
| 滴下痕評価 | ○ |
| プロセス適合性評価 | ◎ |
| 低温での溶解性評価 | ○ |

[0189] 実施例23及び24の液晶組成物は、TV用液晶組成物として実用的な液晶層温度範囲を有し、大きい誘電率異方性の絶対値を有し、低い粘性及び最適な Δn を有していることが解る。実施例23及び24記載の液晶組成物を用いて、図1記載のVA液晶表示素子を作製し前述の方法により、焼き付き、滴下痕、プロセス適合性及び低温での溶解性を評価したところ、優れた評価

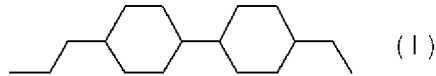
結果を示した。

請求の範囲

[請求項1]

式(I)

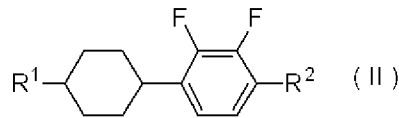
[化1]



で表される化合物を含有し、

一般式(II)

[化2]



(式中R¹及びR²はそれぞれ独立して、炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表し、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中の1つ以上の水素原子はフッ素原子で置換されていてもよく、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中のメチレン基は酸素原子が連続して結合しない限り酸素原子で置換されていてもよく、カルボニル基が連続して結合しない限りカルボニル基で置換されていてもよい。)で表される化合物を15質量%以上含有することを特徴とする、負の誘電率異方性を有する液晶組成物。

[請求項2]

一般式(I)で表される化合物を10～35質量%含有する請求項1に記載の液晶組成物。

[請求項3]

一般式(II)で表される化合物を25～40質量%含有する請求項1に記載の液晶組成物。

[請求項4]

一般式(II)で表される化合物を少なくとも2種以上含有する請求項1～3のいずれか1項に記載の液晶組成物。

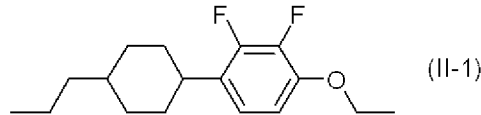
[請求項5]

一般式(II)においてR¹が炭素原子数3から5のアルキル基又は炭素原子数2から5のアルケニル基を表し、R²が炭素原子数2から4のアル

コキシ基又は炭素原子数3から5のアルケニル基を表す請求項1に記載の液晶組成物。

[請求項6] 式(II-1)

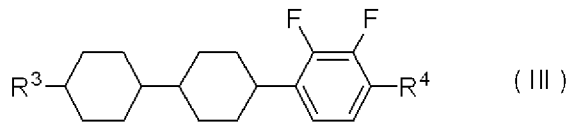
[化3]



で表される化合物を15質量%以上含有する請求項1に記載の液晶組成物。

[請求項7] 一般式(III)

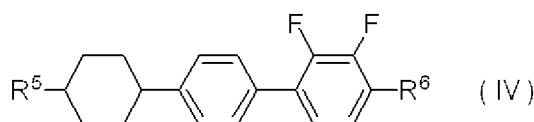
[化4]



(式中R³及びR⁴はそれぞれ独立して、炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基、炭素原子数1～8のアルコキシ基又は炭素原子数2～8のアルケニルオキシ基を表し、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中の1つ以上の水素原子はフッ素原子で置換されていてもよく、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中のメチレン基は酸素原子が連続して結合しない限り酸素原子で置換されていてもよく、カルボニル基が連続して結合しない限りカルボニル基で置換されていてもよい。)で表される化合物を含有する請求項1に記載の液晶組成物。

[請求項8] 一般式(IV)

[化5]



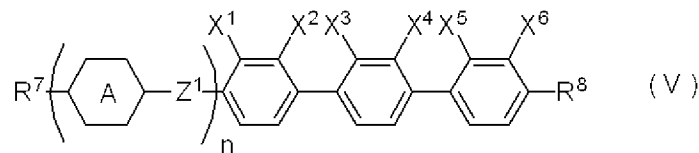
(式中R⁵及びR⁶はそれぞれ独立して、炭素原子数1～8のアルキル基

、炭素原子数 2～8 のアルケニル基、炭素原子数 1～8 のアルコキシ基又は炭素原子数 2～8 のアルケニルオキシ基を表し、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中の 1 つ以上の水素原子はフッ素原子で置換されていてもよく、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中のメチレン基は酸素原子が連続して結合しない限り酸素原子で置換されていてもよく、カルボニル基が連続して結合しない限りカルボニル基で置換されていてもよい。) で表される化合物を含有する請求項 1 に記載の液晶組成物。

[請求項9]

式(V)

[化6]



(式中R⁷及びR⁸はそれぞれ独立して、炭素原子数 1～8 のアルキル基、炭素原子数 2～8 のアルケニル基、炭素原子数 1～8 のアルコキシ基又は炭素原子数 2～8 のアルケニルオキシ基を表し、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中の 1 つ以上の水素原子はフッ素原子で置換されていてもよく、該アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基又はアルケニルオキシ基中のメチレン基は酸素原子が連続して結合しない限り酸素原子で置換されていてもよく、カルボニル基が連続して結合しない限りカルボニル基で置換されていてもよく、

Aは1,4-シクロヘキシレンシクロヘキシレン基、1,4-フェニレン基又はテトラヒドロピラン-2,5-ジイル基を表すが、Aが1,4-フェニレン基を表す場合、該1,4-フェニレン基中の1つ以上の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよく、

Z¹は単結合、-OCH₂-、-OCF₂-、-CH₂O-、又はCF₂O

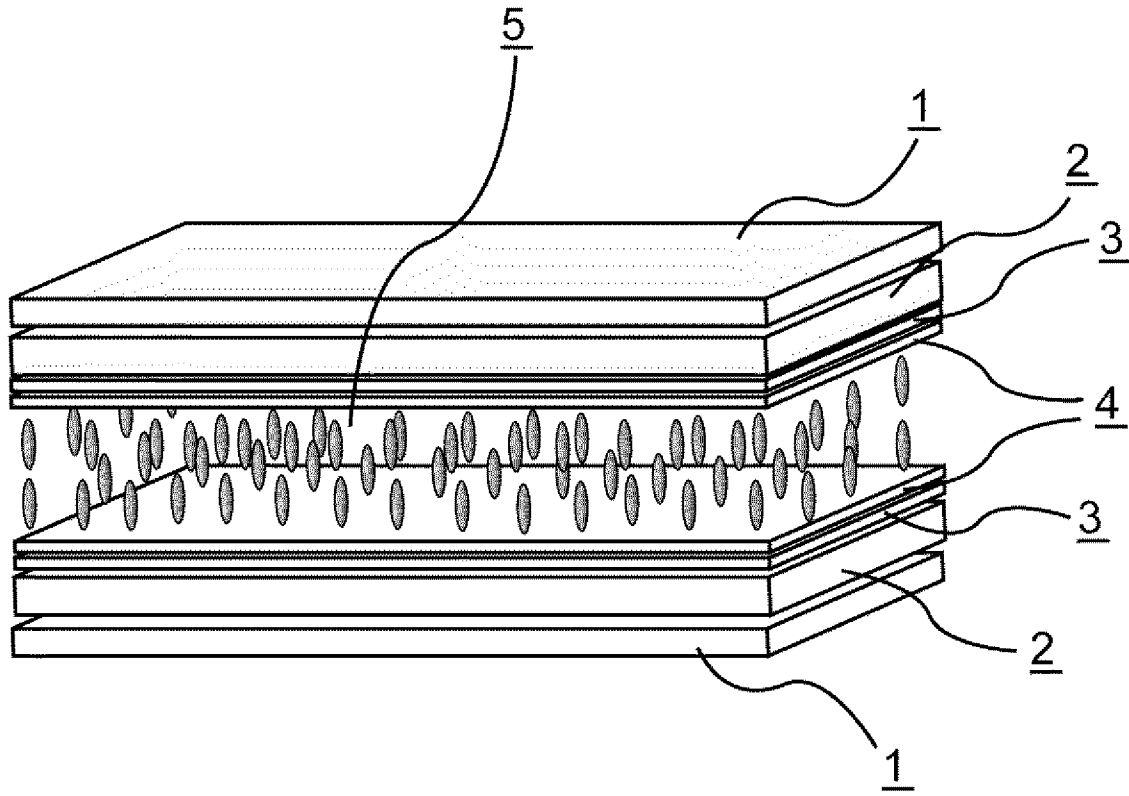
—を表し、

nは0又は1を表し、

X¹～X⁶はそれぞれ独立して水素原子、又はフッ素原子を表すが、X¹～X⁶の少なくとも1つはフッ素原子を表す。) で表される化合物を含有する請求項1に記載の液晶組成物。

- [請求項10] 請求項1記載の式(I)で表される化合物を15～30質量%含有し、請求項6記載の式(II-1)で表される化合物を15～25質量%含有し、請求項7記載の一般式(III)で表される化合物を10～20質量%含有し、請求項8記載の一般式(IV)で表される化合物を10～25質量%含有し、請求項9記載の一般式(V)で表される化合物を0～20質量%含有する液晶組成物。
- [請求項11] 反応性モノマーを含有する請求項1に記載の液晶組成物。
- [請求項12] 請求項1に記載の液晶組成物を用いた液晶表示素子。
- [請求項13] 請求項11に記載の液晶組成物を用いた液晶表示素子。
- [請求項14] 請求項12又は13に記載の液晶表示素子を用いた液晶ディスプレイ。

[図1]



[図2]

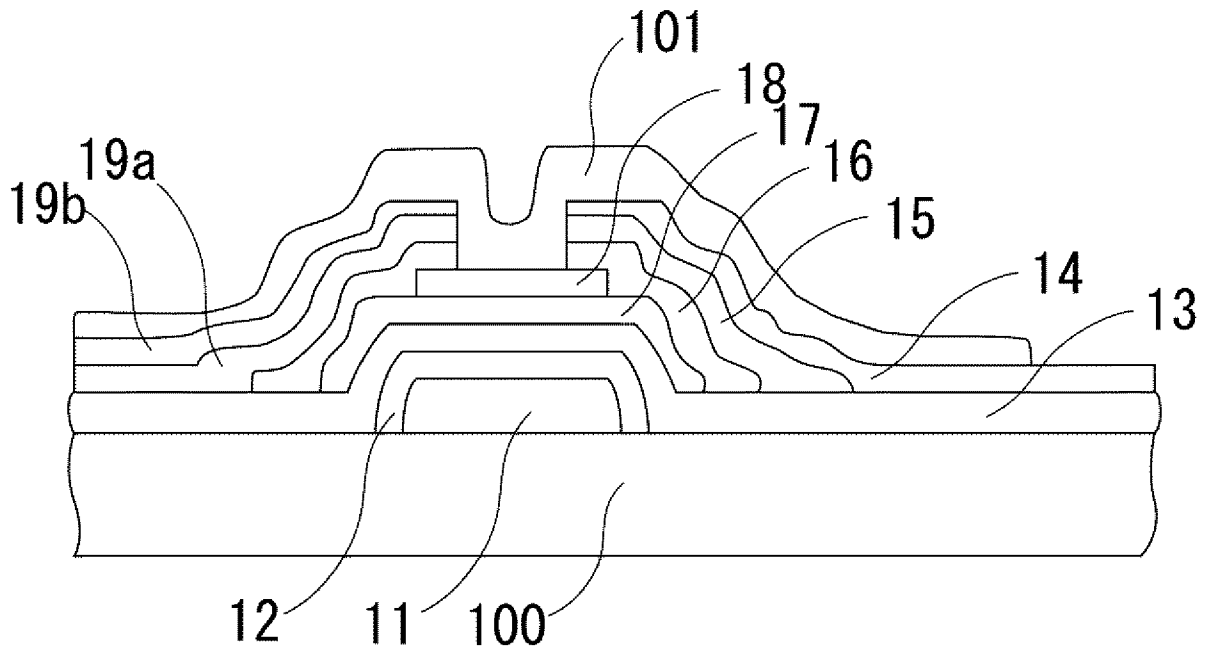


図 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/076471

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09K19/30(2006.01)i, C09K19/12(2006.01)i, C09K19/20(2006.01)i, C09K19/34(2006.01)i, C09K19/38(2006.01)i, G02F1/13(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09K19/30, C09K19/12, C09K19/20, C09K19/34, C09K19/38, G02F1/13

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

| | | | |
|---------------------------|-----------|----------------------------|-----------|
| Jitsuyo Shinan Koho | 1922-1996 | Jitsuyo Shinan Toroku Koho | 1996-2012 |
| Kokai Jitsuyo Shinan Koho | 1971-2012 | Toroku Jitsuyo Shinan Koho | 1994-2012 |

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAPLUS/REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| X | JP 2012-513483 A (Merck Patent GmbH), 14 June 2012 (14.06.2012), claims; paragraph [0154]; examples (particularly, examples 1, 2, 9, 11, 13, 18 to 21, 23, 24) & WO 2010/072370 A1 & DE 102008064171 A & CN 102264867 A | 1-14 |
| X | JP 2011-089082 A (Chisso Corp.), 06 May 2011 (06.05.2011), claims; paragraph [0076]; examples (particularly, examples 1, 3, 6) & US 2011/0097519 A1 | 1-14 |

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
13 December, 2012 (13.12.12)

Date of mailing of the international search report
25 December, 2012 (25.12.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/076471

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| X | JP 2011-042696 A (Chisso Corp.), 03 March 2011 (03.03.2011), claims; paragraph [0073]; examples (particularly, examples 1, 2, 4) & US 2011/0043747 A1 | 1-14 |
| X | JP 2010-037510 A (Chisso Corp.), 18 February 2010 (18.02.2010), claims; paragraph [0073]; examples (particularly, example 2) & WO 2010/016389 A1 & CN 102112580 A | 1-14 |
| X | CN 102433130 A (Beijing Bayi Space LCD Materials Technology Co., Ltd.), 02 May 2012 (02.05.2012), claims; examples (Family: none) | 1-14 |

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C09K19/30(2006.01)i, C09K19/12(2006.01)i, C09K19/20(2006.01)i, C09K19/34(2006.01)i, C09K19/38(2006.01)i, G02F1/13(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C09K19/30, C09K19/12, C09K19/20, C09K19/34, C09K19/38, G02F1/13

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

| | |
|-------------|------------|
| 日本国実用新案公報 | 1922-1996年 |
| 日本国公開実用新案公報 | 1971-2012年 |
| 日本国実用新案登録公報 | 1996-2012年 |
| 日本国登録実用新案公報 | 1994-2012年 |

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAPlus/REGISTRY (STN)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求項の番号 |
|-----------------|--|----------------|
| X | JP 2012-513483 A (メルク パテント ゲゼルシャフト ミット ベ シュレンクテル ハフツング) 2012.06.14, 特許請求の範囲、【0154】、実施例 (特に、例1, 2, 9, 11, 13, 18-21, 23, 24) 等 & WO 2010/072370 A1 & DE 102008064171 A & CN 102264867 A | 1-14 |

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

13.12.2012

国際調査報告の発送日

25.12.2012

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
 郵便番号100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

井上 恵理

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

4V

4767

| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | |
|-----------------------|--|----------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求項の番号 |
| X | JP 2011-089082 A (チッソ株式会社) 2011.05.06, 特許請求の範囲、【0076】、実施例 (特に、実施例1, 3, 6) 等 & US 2011/0097519 A1 | 1-14 |
| X | JP 2011-042696 A (チッソ株式会社) 2011.03.03, 特許請求の範囲、【0073】、実施例 (特に、実施例1, 2, 4) 等 & US 2011/0043747 A1 | 1-14 |
| X | JP 2010-037510 A (チッソ株式会社) 2010.02.18, 特許請求の範囲、【0073】、実施例 (特に、実施例2) 等 & WO 2010/016389 A1 & CN 102112580 A | 1-14 |
| X | CN 102433130 A (Beijing Bayi Space LCD Materials Technology Co., Ltd.) 2012.05.02, Claims, Examples (ファミリーなし) | 1-14 |