

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2020-106821

(P2020-106821A)

(43) 公開日 令和2年7月9日(2020.7.9)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
G02F 1/1337 (2006.01)	G02F 1/1337 520	2H290
G02F 1/13 (2006.01)	G02F 1/1337 525	4H027
C09K 19/54 (2006.01)	G02F 1/13 500	
C09K 19/38 (2006.01)	C09K 19/54 Z	
C09K 19/30 (2006.01)	C09K 19/38	

審査請求 未請求 請求項の数 16 O L (全 101 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2019-194282 (P2019-194282)	(71) 出願人	311002067 JNC株式会社 東京都千代田区大手町二丁目2番1号
(22) 出願日	令和1年10月25日 (2019.10.25)	(71) 出願人	596032100 JNC石油化学株式会社 東京都千代田区大手町二丁目2番1号
(31) 優先権主張番号	特願2018-242318 (P2018-242318)	(74) 代理人	110000637 特許業務法人樹之下知的財産事務所
(32) 優先日	平成30年12月26日 (2018.12.26)	(72) 発明者	平井 吉治 千葉県市原市五井海岸5番地の1 JNC 石油化学株式会社 市原研究所内
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国 (JP)	(72) 発明者	近藤 史尚 千葉県市原市五井海岸5番地の1 JNC 石油化学株式会社 市原研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水平配向型液晶表示素子、液晶組成物、表示装置、および、水平配向型液晶表示素子の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 一对の基板のうち少なくとも一方の基板にポリイミドのような配向膜が事前に形成されていない液晶表示素子において、長時間の駆動により液晶化合物の初期配向の方向が次第にずれてしまう「AC残像」を抑制した液晶表示素子を提供する。

【解決手段】 一对の基板のうちのいずれか一方の基板にポリイミドのような配向膜を形成し、その配向膜上に、正または負の誘電率異方性を有する液晶組成物に含まれる配向制御層形成モノマーを、加熱偏光紫外線照射により重合体とした配向制御層を特定の厚みで形成する。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

対向して配置された第一の基板と第二の基板との間に液晶層が挟持され、
前記第一の基板上、および、前記第二の基板上のうちのいずれか一方に、前記液晶層を
配向させる配向膜を有し、

前記第一の基板と前記液晶層との間、および、前記第二の基板と前記液晶層との間に、
前記配向膜とは異なり、かつ液晶分子を配向制御する配向制御層を有し、

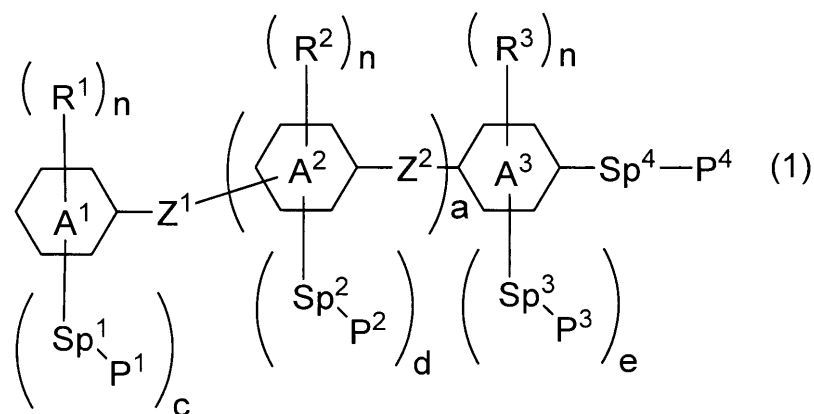
前記液晶層は、液晶組成物から形成され、

前記液晶組成物は、少なくとも1つの液晶性化合物と、第一添加物として、式(1)で
表される、光照射により光フリース転位、光異性化、および光二量化の少なくとも1つを
生じる配向制御層形成モノマーを含有し、

前記配向制御層は、少なくとも前記第一添加物を重合させてなる重合体を含有し、

前記配向制御層の厚みは、0.0005 μmから0.007 μmである、水平配向型液
晶表示素子。

【化 1】



式(1)において、

R¹、R²およびR³は、独立して、水素または炭素数1から10のアルキルであり、
このR¹、R²およびR³において、少なくとも1つの-CH₂-は、-O-または-N
H-で置き換えられてもよく、

nは、独立して、0、1または2であり；

aは、0、1、2または3であり；

環A¹は、シクロヘキシル、シクロヘキセニル、フェニル、1-ナフチル、2-ナフチ
ル、テトラヒドロピラン-2-イル、テトラヒドロピラン-3-イル、1,3-ジオキサ
ン-2-イル、1,3-ジオキサン-3-イル、ピリミジン-2-イル、ピリミジン-5
-イル、ピリジン-2-イル、ピリジン-3-イル、フルオレン-2-イル、フルオレン
-7-イル、フェナントレン-2-イル、フェナントレン-7-イル、アントラセン-2
-イル、アントラセン-6-イル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3-
イル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-17-イル、2,3,4,7,8
,9,10,11,12,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペン
タ[a]フェナントレン-3-イル、または2,3,4,7,8,9,10,11,12
,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン
-17-イルであり、

環A²は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、1,3-シクロヘキシレン、1,2
-シクロヘキシレン、1,4-シクロヘキセニレン、1,4-フェニレン、1,3-フェ
ニレン、1,2-フェニレン、ナフタレン-2,6-ジイル、ナフタレン-1,4-ジイ
ル、デカヒドロナフタレン-2,6-ジイル、デカヒドロナフタレン-1,4-ジイル、
1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-2,6-ジイル、1,2,3,4-テトラヒ

10

20

30

40

50

ドロナフタレン - 1, 4 - ジイル、テトラヒドロピラン - 2, 5 - ジイル、1, 3 - ジオキサン - 2, 5 - ジイル、ピリミジン - 2, 5 - ジイル、ピリジン - 2, 5 - ジイル、シクロペンタン - 1, 3 - ジイル、シクロペンテン - 1, 3 - ジイル、フルオレン - 2, 7 - ジイル、カルバゾール - 2, 7 - ジイル、フェナントレン - 2, 7 - ジイル、アントラセン - 2, 6 - ジイル、アントラセン - 1, 4 - ジイル、ペルヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3, 17 - ジイル、または 2, 3, 4, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 - テトラデカヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3, 17 - ジイルであり、

環 A³ は、1, 4 - シクロヘキシレン、1, 4 - シクロヘキセニレン、1, 4 - フェニレン、ナフタレン - 1, 2 - ジイル、ナフタレン - 1, 3 - ジイル、ナフタレン - 1, 4 - ジイル、ナフタレン - 1, 5 - ジイル、ナフタレン - 1, 6 - ジイル、ナフタレン - 1, 7 - ジイル、ナフタレン - 1, 8 - ジイル、ナフタレン - 2, 3 - ジイル、ナフタレン - 2, 6 - ジイル、ナフタレン - 2, 7 - ジイル、テトラヒドロピラン - 2, 5 - ジイル、1, 3 - ジオキサン - 2, 5 - ジイル、ピリミジン - 2, 5 - ジイル、ピリジン - 2, 5 - ジイル、フルオレン - 2, 7 - ジイル、フェナントレン - 2, 7 - ジイル、アントラセン - 2, 6 - ジイル、アントラセン - 1, 4 - ジイル、ペルヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3, 17 - ジイル、または 2, 3, 4, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 - テトラデカヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3, 17 - ジイルであり；

Z¹ および Z² は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この Z¹ および Z² において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O -、- CO -、- COO -、- OCO -、- CONH -、- NHCO -、- NH - または - OCOO - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、ハロゲンで置き換えられてもよいが、Z¹ および Z² の中で少なくとも 1 つは、- COO -、- OCO -、- CH = CHCOO -、- OCOCH = CH -、- CH = CHCO - または - COCH = CH - であり；

S p¹、S p²、S p³ および S p⁴ は、独立して、単結合または炭素数 1 から 12 のアルキレンであり、この S p¹、S p²、S p³ および S p⁴ において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O -、- COO -、- OCO - または - OCOO - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよく；

c、d および e は、独立して、0、1、2、3 または 4 であり、c、d および e の和は、1、2、3 または 4 であり；

P¹、P²、P³ および P⁴ は、独立して、重合性基である。

【請求項 2】

前記式 (1) において、

R¹、R² および R³ は、独立して、水素または炭素数 1 から 10 のアルキルであり、この R¹、R² および R³ において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O - または - NH - で置き換えられてもよく；

n は、独立して、0、1 または 2 であり；

a は、0、1、2 または 3 であり；

環 A¹ は、シクロヘキシル、フェニル、1 - ナフチル、2 - ナフチル、ピリミジン - 2 - イル、ピリミジン - 5 - イル、ピリジン - 2 - イル、ピリジン - 3 - イル、フルオレン - 2 - イル、フルオレン - 7 - イル、フェナントレン - 2 - イル、フェナントレン - 7 - イル、アントラセン - 2 - イルまたはアントラセン - 6 - イルであり、

環 A² は、独立して、1, 4 - シクロヘキシレン、1, 3 - シクロヘキシレン、1, 4 - フェニレン、1, 3 - フェニレン、ナフタレン - 2, 6 - ジイル、ナフタレン - 1, 4 - ジイル、ピリミジン - 2, 5 - ジイル、ピリジン - 2, 5 - ジイル、フルオレン - 2, 7 - ジイル、カルバゾール - 2, 7 - ジイル、フェナントレン - 2, 7 - ジイル、アント

10

20

30

40

50

ラセン - 2 , 6 - ジイルまたはアントラセン - 1 , 4 - ジイルであり、

環 A³ は、1 , 4 - シクロヘキシレン、1 , 4 - フェニレン、ナフタレン - 1 , 2 - ジイル、ナフタレン - 1 , 3 - ジイル、ナフタレン - 1 , 4 - ジイル、ナフタレン - 1 , 5 - ジイル、ナフタレン - 1 , 6 - ジイル、ナフタレン - 1 , 7 - ジイル、ナフタレン - 1 , 8 - ジイル、ナフタレン - 2 , 3 - ジイル、ナフタレン - 2 , 6 - ジイル、ナフタレン - 2 , 7 - ジイル、ピリミジン - 2 , 5 - ジイル、ピリジン - 2 , 5 - ジイル、フルオレン - 2 , 7 - ジイル、フェナントレン - 2 , 7 - ジイル、アントラセン - 2 , 6 - ジイル、またはアントラセン - 1 , 4 - ジイルであり；

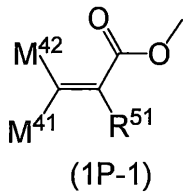
Z¹ および Z² は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この Z¹ および Z² において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O - 、 - CO - 、 - COO - 、 - OCO - 、 - CONH - 、 - NHCO - 、 - NH - または - OCOO - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、ハロゲンで置き換えられてもよいが、Z¹ および Z² の中で少なくとも 1 つは、- COO - 、 - OCO - 、 - CH = CHCOO - 、 - OCOCH = CH - 、 - CH = CHCO - または - COCH = CH - であり；

S p¹、S p²、S p³ および S p⁴ は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この S p¹、S p²、S p³ および S p⁴ において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O - 、 - COO - 、 - OCO - または - OCOO - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

c、d および e は、独立して、0、1、2、3 または 4 であり、c、d および e の和は、1、2、3 または 4 であり；

P¹、P²、P³ および P⁴ は、独立して、式 (1 P - 1) で表される重合性基であり；

【化 2】



式 (1 P - 1) において、

M⁴¹ および M⁴² は、独立して、水素、フッ素、炭素数 1 から 5 のアルキル、または少なくとも 1 つの水素がフッ素で置き換えられた炭素数 1 から 5 のアルキルであり；

R⁵¹ は、水素、フッ素、炭素数 1 から 10 のアルキル、炭素数 1 から 9 のアルコキシ、または炭素数 1 から 9 のアルコシアルキルであり、この R⁵¹ において、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き換えられてもよい、請求項 1 に記載の水平配向型液晶表示素子。

【請求項 3】

前記配向制御層の厚みが、式 (F 1) ；

配向制御層の厚み (単位 : μ m) = { セルギャップ (単位 : μ m) × 第一添加物の添加量 (単位 : 重量部) / 100 (単位 : 重量部) } / 2 . . . (F 1)

ここで、セルギャップは、第一の基板と第二の基板上の配向膜との間隔、あるいは、第一の基板上の配向膜と第二の基板との間隔のことであり、第一添加物の添加量は、液晶性化合物全量を 100 重量部としたときの値である；

に基づいて算出される、請求項 1 または 2 に記載の水平配向型液晶表示素子。

【請求項 4】

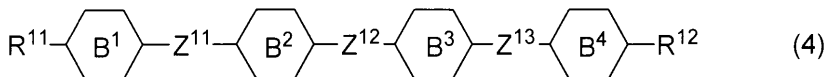
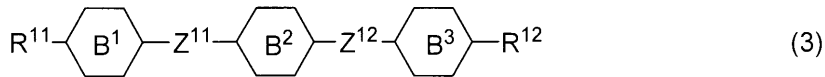
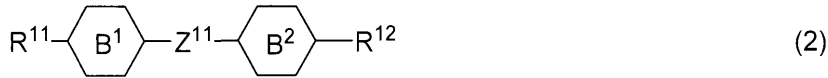
前記配向制御層の厚みが 0 . 0008 μ m から 0 . 007 μ m である、請求項 1 から 3

のいずれか 1 項に記載の水平配向型液晶表示素子。

【請求項 5】

前記液晶組成物が、式(2)から式(4)で表される化合物の群から選択される少なくとも 1 つの液晶性化合物を含有する、請求項 1 から 4 のいずれか 1 項に記載の水平配向型液晶表示素子。

【化 3】



10

式(2)から式(4)において、

R^{11} および R^{12} は、独立して、炭素数 1 から 10 のアルキルまたは炭素数 2 から 10 のアルケニルであり、この R^{11} および R^{12} において、少なくとも 1 つの $-\text{CH}_2-$ は、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{COO}-$ または $-\text{OCO}-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

20

環 B^1 、環 B^2 、環 B^3 および環 B^4 は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、2-フルオロ-1,4-フェニレン、2,5-ジフルオロ-1,4-フェニレンまたはピリミジン-2,5-ジイルであり；

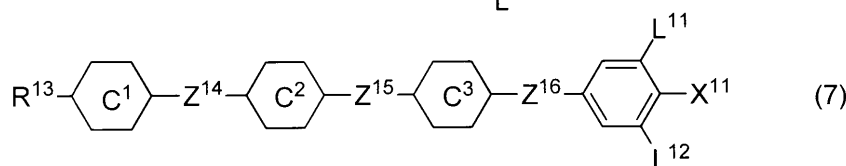
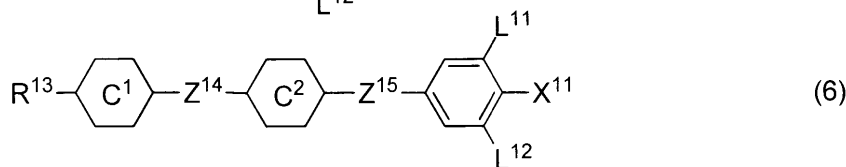
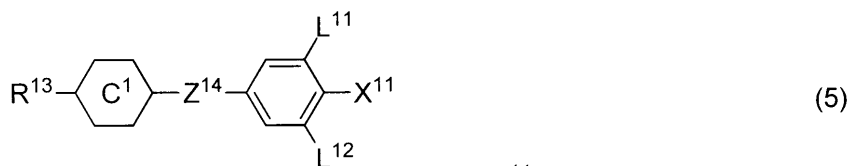
Z^{11} 、 Z^{12} および Z^{13} は、独立して、単結合、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}=\text{C}-$ または $-\text{COO}-$ である。

【請求項 6】

前記液晶組成物が、式(5)から式(7)で表される化合物の群から選択される少なくとも 1 つの液晶性化合物をさらに含有する、請求項 1 から 5 のいずれか 1 項に記載の水平配向型液晶表示素子。

30

【化 4】



40

式(5)から式(7)において、

R^{13} は、炭素数 1 から 10 のアルキルまたは炭素数 2 から 10 のアルケニルであり、この R^{13} において、少なくとも 1 つの $-\text{CH}_2-$ は、 $-\text{O}-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

X^{11} は、フッ素、塩素、 $-\text{OCF}_3$ 、 $-\text{OCHF}_2$ 、 $-\text{CF}_3$ 、 $-\text{CHF}_2$ 、 $-\text{CH}$

50

CF_2 、 $-\text{OCF}_2\text{CHF}_2$ または $-\text{OCF}_2\text{CHF}_2\text{CF}_3$ であり；

環 C^1 、環 C^2 および環 C^3 は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられてもよい1,4-フェニレン、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル、またはピリミジン-2,5-ジイルであり；

Z^{14} 、 Z^{15} および Z^{16} は、独立して、単結合、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CF}-$ 、 $-\text{CF}=\text{CF}-$ 、 $-\text{C}(\text{C})-$ 、 $-\text{COO}-$ 、 $-\text{CF}_2\text{O}-$ 、 $-\text{OCF}_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{O}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CF}-\text{CF}_2\text{O}-$ 、 $-\text{CF}=\text{CF}-\text{CF}_2\text{O}-$ または $-(\text{CH}_2)_4-$ であり；

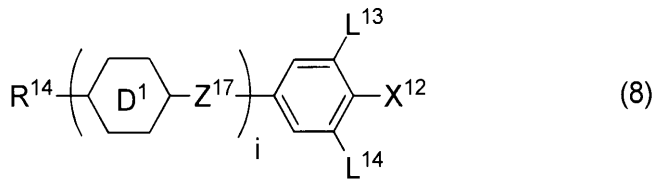
L^{11} および L^{12} は、独立して、水素またはフッ素である。

10

【請求項7】

前記液晶組成物が、式(8)で表される化合物の群から選択される少なくとも1つの液晶性化合物をさらに含有する、請求項1から6のいずれか1項に記載の水平配向型液晶表示素子。

【化5】



20

式(8)において、

R^{14} は、炭素数1から10のアルキルまたは炭素数2から10のアルケニルであり、この R^{14} において、少なくとも1つの $-\text{CH}_2-$ は、 $-\text{O}-$ で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

X^{12} は、 $-\text{C}(\text{N})$ または $-\text{C}(\text{C})-\text{C}(\text{N})$ であり；

環 D^1 は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられてもよい1,4-フェニレン、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル、またはピリミジン-2,5-ジイルであり；

Z^{17} は、独立して、単結合、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{C}(\text{C})-$ 、 $-\text{COO}-$ 、 $-\text{CF}_2\text{O}-$ 、 $-\text{OCF}_2-$ または $-\text{CH}_2\text{O}-$ であり；

30

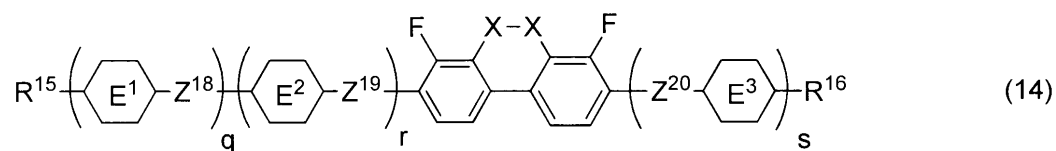
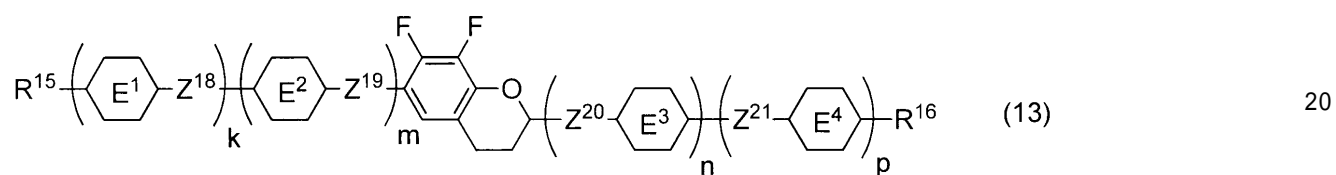
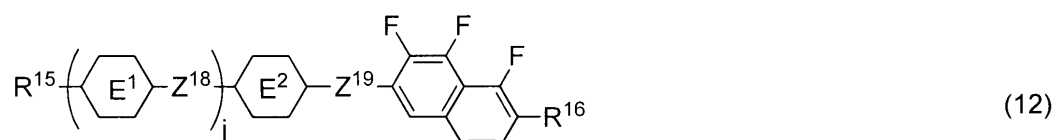
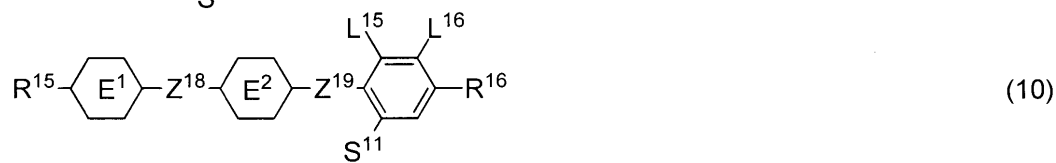
L^{13} および L^{14} は、独立して、水素またはフッ素であり；

i は、1、2、3または4である。

【請求項8】

前記液晶組成物が、式(9)から式(21)で表される化合物の群から選択される少なくとも1つの液晶性化合物をさらに含有する、請求項1から7のいずれか1項に記載の水平配向型液晶表示素子。

【化 6】

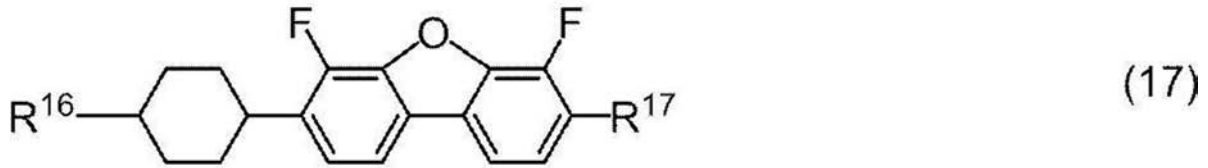


10

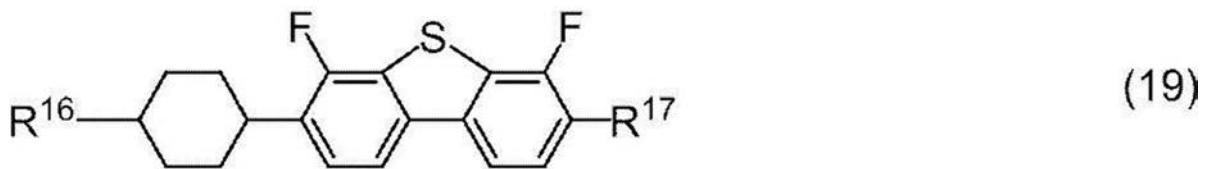
20

30

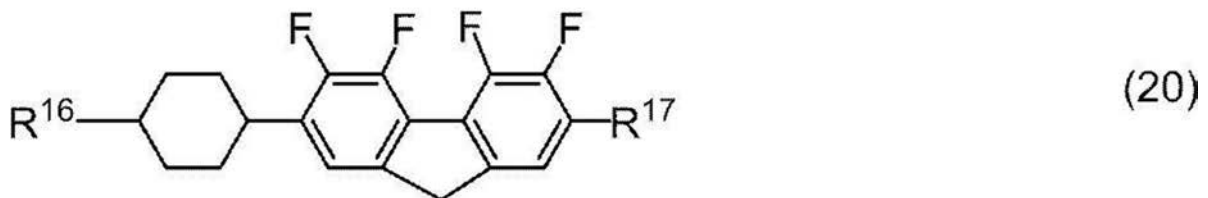
【化 7】



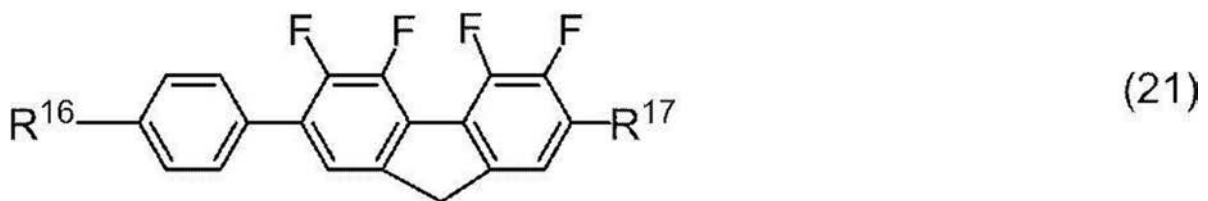
10



20



30



式(9)から式(21)において、

40

R¹⁵およびR¹⁶は、独立して、炭素数1から10のアルキルまたは炭素数2から10のアルケニルであり、このR¹⁵およびR¹⁶において、少なくとも1つの-CH₂-は、-O-で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

R¹⁷は、水素、フッ素、炭素数1から10のアルキル、または炭素数2から10のアルケニルであり、このR¹⁷において、少なくとも1つの-CH₂-は、-O-で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

環E¹、環E²、環E³および環E⁴は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、1,4-シクロヘキセニレン、少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられてもよい1,4-フェニレン、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル、またはデカヒドロナフタレン-2

50

, 6 - ジイルであり ;

環 E⁵ および環 E⁶ は、独立して、1, 4 - シクロヘキシレン、1, 4 - シクロヘキセニレン、1, 4 - フェニレン、テトラヒドロピラン - 2, 5 - ジイルまたはデカヒドロナフタレン - 2, 6 - ジイルであり ;

Z¹⁸、Z¹⁹、Z²⁰、および Z²¹ は、独立して、単結合、- (CH₂)₂ -、- COO -、- CH₂O -、- OCF₂ - または - OCF₂CH₂CH₂ - であり ;

L¹⁵ および L¹⁶ は、独立して、フッ素または塩素であり ;

S¹¹ は、水素またはメチルであり ;

X は、独立して、- CHF - または - CF₂ - であり ;

j、k、m、n、p、q、r および s は、独立して、0 または 1 であり、k、m、n および p の和は、0、1、2 または 3 であり、q、r および s の和は、0、1、2 または 3 であり、t は、1、2 または 3 である。

10

【請求項 9】

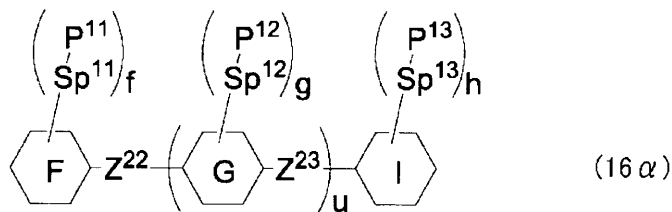
前記液晶組成物が、第二添加物として、前記第一添加物とは異なる重合性化合物をさらに含有し、前記配向制御層は、前記第一添加物および前記第二添加物を重合させてなる重合体を含む、請求項 1 から 8 のいずれか 1 項に記載の水平配向型液晶表示素子。

【請求項 10】

前記第二添加物が、式 (16) で表される、請求項 9 に記載の水平配向型液晶表示素子。

【化 8】

20



式 (16) において、

環 F および環 I は、独立して、シクロヘキシル、シクロヘキセニル、フェニル、1 - ナフチル、2 - ナフチル、テトラヒドロピラン - 2 - イル、テトラヒドロピラン - 3 - イル、1, 3 - ジオキサン - 2 - イル、1, 3 - ジオキサン - 3 - イル、ピリミジン - 2 - イル、ピリジン - 2 - イル、ピリミジン - 5 - イル、フルオレン - 2 - イル、フルオレン - 7 - イル、フェナントレン - 2 - イル、フェナントレン - 7 - イル、アントラセン - 2 - イル、アントラセン - 6 - イル、ペルヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3 - イル、ペルヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 17 - イル、2, 3, 4, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 - テトラデカヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3 - イル、または 2, 3, 4, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 - テトラデカヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 17 - イルであり、この環 F および環 I において、少なくとも 1 つの水素は、フッ素、塩素、炭素数 1 から 12 のアルキル、炭素数 1 から 12 のアルコキシ、または少なくとも 1 つの水素がフッ素または塩素で置き換えられた炭素数 1 から 12 のアルキルで置き換えられてもよく ;

30

40

環 G は、独立して、1, 4 - シクロヘキシレン、1, 3 - シクロヘキシレン、1, 2 - シクロヘキシレン、1, 4 - シクロヘキセニレン、1, 4 - フェニレン、1, 3 - フェニレン、1, 2 - フェニレン、ナフタレン - 1, 2 - ジイル、ナフタレン - 1, 3 - ジイル、ナフタレン - 1, 4 - ジイル、ナフタレン - 1, 5 - ジイル、ナフタレン - 1, 6 - ジイル、ナフタレン - 1, 7 - ジイル、ナフタレン - 1, 8 - ジイル、ナフタレン - 2, 3 - ジイル、ナフタレン - 2, 6 - ジイル、ナフタレン - 2, 7 - ジイル、テトラヒドロピラン - 2, 5 - ジイル、1, 3 - ジオキサン - 2, 5 - ジイル、フルオレン - 2, 7 - ジイル、カルバゾール - 2, 7 - ジイル、フェナントレン - 2, 7 - ジイル、アントラセン

50

- 2, 6 - ジイル、アントラセン - 1, 4 - ジイル、ペルヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3, 17 - ジイル、ピリミジン - 2, 5 - ジイルまたはピリジン - 2, 5 - ジイルであり、この環 G において、少なくとも 1 つの水素は、フッ素、塩素、炭素数 1 から 12 のアルキル、炭素数 1 から 12 のアルコキシ、または少なくとも 1 つの水素がフッ素または塩素で置き換えられた炭素数 1 から 12 のアルキルで置き換えられてもよく、

$Z^{2,2}$ および $Z^{2,3}$ は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この $Z^{2,2}$ および $Z^{2,3}$ において、少なくとも 1 つの - CH_2 - は、- O - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - $(CH_2)_2$ - は、- $CH=CH$ -、- $C=C$ -、- $C(CH_3)=CH$ -、- $CH=C(CH_3)$ - または - $C(CH_3)=C(CH_3)$ - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよく、

$P^{1,1}$ 、 $P^{1,2}$ および $P^{1,3}$ は、独立して、重合性基であり、

$Sp^{1,1}$ 、 $Sp^{1,2}$ および $Sp^{1,3}$ は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この $Sp^{1,1}$ 、 $Sp^{1,2}$ および $Sp^{1,3}$ において、少なくとも 1 つの - CH_2 - は、- O -、- COO -、- OCO - または - $COOO$ - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - $(CH_2)_2$ - は、- $CH=CH$ - または - $C=C$ - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよく、

u は、0、1 または 2 であり、

f、g および h は、独立して、0、1、2、3 または 4 であり、f、g および h の和は、2 以上である。

【請求項 11】

前記配向制御層の厚みが、式 (F2)：

$$\text{配向制御層の厚み (単位: } \mu\text{m)} = [\text{セルギャップ (単位: } \mu\text{m)} \times \{ \text{第一添加物の添加量 (単位: 重量部)} + \text{第二添加物の添加量 (単位: 重量部)} \} / 100 \text{ (単位: 重量部)}] / 2 \cdots (F2)$$

ここで、セルギャップは、第一の基板と第二の基板上の配向膜との間隔、あるいは、第一の基板上の配向膜と第二の基板との間隔であり、第一添加物および第二添加物の添加量は、液晶性化合物全量を 100 重量部としたときの値である、

に基づいて算出される、請求項 9 または 10 に記載の水平配向型液晶表示素子。

【請求項 12】

請求項 1 から 11 のいずれか 1 項に記載の水平配向型液晶表示素子を製造する水平配向型液晶表示素子の製造方法であって、

第一の基板、および、第二の基板のうちのいずれか一方に、液晶層を配向させる配向膜を形成する工程と、

対向して配置された前記第一の基板と前記第二の基板との間に、前記液晶層を形成するための液晶組成物を挟持する工程と、

前記液晶組成物を、ネマチック相から等方相への転移温度 T_{NI} 以上の温度範囲に保持し、前記液晶組成物に偏光紫外線を照射し、少なくとも前記第一添加物を重合させることによって前記配向制御層を形成する工程とを、備える、水平配向型液晶表示素子の製造方法。

【請求項 13】

前記液晶組成物を、 T_{NI} 以上、 $T_{NI} + 15$ 以下の温度範囲に保持して、波長 280 nm から 400 nm の範囲にピークを有し、照度が 2 mW/cm^2 から 300 mW/cm^2 の範囲で、 0.03 J/cm^2 から 20 J/cm^2 の露光量となる範囲で偏光紫外線を照射する、請求項 12 に記載の水平配向型液晶表示素子の製造方法。

【請求項 14】

前記偏光紫外線を照射し、さらに、追加の非偏光紫外線を、前記液晶組成物を 20 以上 45 以下の温度範囲に保持して、波長 330 nm から 400 nm にピークを有し、照度が 1 mW/cm^2 から 50 mW/cm^2 の範囲で、 1 J/cm^2 から 30 J/cm^2 の露光量となる範囲で照射する、請求項 12 または 13 に記載の水平配向型液晶表示素子の

10

20

30

40

50

製造方法。

【請求項 15】

請求項 1 から 11 のいずれか 1 項に記載の水平配向型液晶表示素子、または、請求項 12 から 14 のいずれか 1 項に記載の水平配向型液晶表示素子の製造方法に用いる液晶組成物であって、

ネマチック相から等方相への転移温度 T_{NI} を有し、少なくとも 1 つの液晶性化合物と、第一添加物として、前記式 (1) で表される配向制御層形成モノマーを少なくとも 1 つと、を含有する、液晶組成物。

【請求項 16】

請求項 1 から 11 のいずれか 1 項に記載の水平配向型液晶表示素子と；バックライトと；を備える、表示装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、水平配向型液晶表示素子および液晶組成物に関する。特に、ポリイミドのような配向膜を片側の基板に事前に形成し、加熱偏光照射により光フリース転位、光異性化および光二量化の少なくとも 1 つを生じる配向制御層形成モノマーを特定の厚みとなるように含有する液晶組成物を用いることで、液晶分子の水平配向が得られる液晶表示素子に関する。

【背景技術】

【0002】

液晶表示素子において、液晶分子の動作モードに基づいた分類は、PC (phase change)、TN (twisted nematic)、STN (super twisted nematic)、ECB (electrically controlled birefringence)、OCB (optically compensated bend)、IPS (in-plane switching)、VA (vertical alignment)、FFS (fringe field switching)、FPA (field-induced photo-reactive alignment) などのモードである。素子の駆動方式に基づいた分類は、PM (passive matrix) と AM (active matrix) である。PM は、スタティック (static)、マルチプレックス (multiplex) などに分類され、AM は、TFT (thin film transistor)、MIM (metal insulator metal) などに分類される。TFT の分類は非晶質シリコン (amorphous silicon) および多結晶シリコン (polycrystal silicon) である。後者は製造工程によって高温型と低温型とに分類される。光源に基づいた分類は、自然光を利用する反射型、バックライトを利用する透過型、そして自然光とバックライトの両方を利用する半透過型である。

【0003】

液晶表示素子はネマチック相を有する液晶組成物を含有する。この組成物は適切な特性を有する。この組成物の特性を向上させることによって、良好な特性を有する AM 素子を得ることができる。2 つの特性における関連を下記の表 1 にまとめる。組成物の特性を市販されている AM 素子に基づいてさらに説明する。ネマチック相の温度範囲は、素子の使用できる温度範囲に関連する。ネマチック相の好ましい上限温度は約 70 以上であり、そしてネマチック相の好ましい下限温度は約 -10 以下である。組成物の粘度は素子の応答時間に関連する。素子で動画を表示するためには短い応答時間が好ましい。1 ミリ秒でもより短い応答時間が望ましい。したがって、組成物における小さな粘度が好ましい。低い温度における小さな粘度はより好ましい。

【0004】

10

20

30

40

【表 1】

表1. 組成物の特性とAM素子の特性

番号	組成物の特性	AM素子の特性
1	ネマチック相の温度範囲が広い	使用できる温度範囲が広い
2	粘度が小さい	応答時間が短い
3	光学異方性が適切である	コントラスト比が大きい
4	正または負に誘電率異方性が大きい	しきい値電圧が低く、消費電力が小さい コントラスト比が大きい
5	比抵抗が大きい	電圧保持率が大きく、コントラスト比が大きい
6	紫外線および熱に安定である	寿命が長い
7	弾性定数が大きい	コントラスト比が大きい、応答時間が短い

10

【0005】

組成物の光学異方性は、素子のコントラスト比に関連する。素子のモードに応じて、大きな光学異方性または小さな光学異方性、すなわち適切な光学異方性が必要である。組成物の光学異方性（ n ）と素子のセルギャップ（ d ）との積（ $n \times d$ ）は、コントラスト比を最大にするように設計される。適切な積の値は動作モードの種類に依存する。この値は、TNのようなモードの素子では約 $0.45 \mu\text{m}$ である。この値は、VAモードの素子では約 $0.30 \mu\text{m}$ から約 $0.40 \mu\text{m}$ の範囲であり、IPSモードまたはFFSモードの素子では約 $0.20 \mu\text{m}$ から約 $0.30 \mu\text{m}$ の範囲である。これらの場合、小さなセルギャップの素子には大きな光学異方性を有する組成物が好ましい。組成物における大きな誘電率異方性は、素子における低いしきい値電圧、小さな消費電力と大きなコントラスト比に寄与する。したがって、正または負に大きな誘電率異方性が好ましい。組成物における大きな比抵抗は、素子における大きな電圧保持率と大きなコントラスト比とに寄与する。したがって、初期段階において大きな比抵抗を有する組成物が好ましい。長時間使用したあと、大きな比抵抗を有する組成物が好ましい。紫外線および熱に対する組成物の安定性は、素子の寿命に関連する。この安定性が高いとき、素子の寿命は長い。このような特性は、液晶モニター、液晶テレビなどに用いるAM素子に好ましい。

20

30

【0006】

TNモードを有するAM素子においては正の誘電率異方性を有する組成物が用いられる。VAモードを有するAM素子においては負の誘電率異方性を有する組成物が用いられる。IPSモードまたはFFSモードを有するAM素子においては正または負の誘電率異方性を有する組成物が用いられる。高分子支持配向（PSA；polymer sustained alignment）型のAM素子においては正または負の誘電率異方性を有する組成物が用いられる。高分子支持配向（PSA；polymer sustained alignment）型の液晶表示素子では、重合体を含有する液晶組成物が用いられる。まず、少量の重合性化合物を添加した組成物を素子に注入する。次に、この素子の基板の間に電圧を印加しながら、組成物に紫外線を照射する。重合性化合物は重合して、組成物中に重合体の網目構造を生成する。この組成物では、重合体によって液晶分子の配向を制御することが可能になるので、素子の応答時間が短縮され、画像の焼き付きが改善される。重合体のこのような効果は、TN、ECB、OCB、IPS、VA、FFS、FPAのようなモードを有する素子に期待できる。

40

【0007】

IPSモード、FFSモード、ECBモードにおいては液晶分子を電圧無印加時に基板の主面に対して略水平な方向に配向させる必要がある。このような液晶分子の配向制御を実現させるために、ポリイミドのような配向膜が用いられてきた。近年、液晶パネルの狭額縁化が進み、配向膜とシール剤の接着幅が狭くなることで接着強度が弱まり、配向膜と

50

シール剤の界面から剥離が進行することがあった。このような問題を防止するために、従来のポリイミドのような配向膜を用いない方法が提案されている。(特許文献1~4)

また、従来のポリイミドのような配向膜を片側の基板のみに形成することで、液晶化合物を十分に配向させて高コントラスト化を図るとともに、他の基板については配向膜形成に伴う不具合を解消させる方法が提案されている。(特許文献5)

特許文献1および4の方法では、ポリイミドのような配向膜の代わりに、カルコン構造、シンナメート構造、芳香族エステル構造を有する重合性化合物を液晶化合物中に添加して、配向制御層形成モノマーとして用いる。これらの重合性化合物が含まれる液晶組成物を液晶セルに注入し、液晶セルを液晶組成物の上限温度より高い温度で加熱しながら、液晶セルに直線偏光を照射する。この直線偏光によって配向制御層形成モノマーが、二量化、異性化、あるいは光フリース転位するとき、その分子が一定方向に配列される。この方法では、IPSやFFSのような水平配向モードの素子を製造することができる。この方法においては、配向制御層形成モノマーが液晶組成物の上限温度より高い温度で容易に溶解し、加熱しながらの直線偏光処理後、室温に戻したとき、得られる配向制御層が液晶化合物と相分離することが重要である。ただし、液晶セルとしての信頼性、例えば液晶表示素子として長時間の駆動によって初期配向の方向が次第にずれてしまうことに起因する、いわゆる「AC残像」と称する焼き付きが発生しやすくなる場合があった。特許文献2および5においては、一对の基板のうち少なくとも一方にポリイミドのような配向膜が形成されている構成が示唆されているが、AC残像を抑制するための方法については開示も示唆もされていない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】国際公開第2018/008581号

【特許文献2】国際公開第2017/102068号

【特許文献3】国際公開第2018/155322号

【特許文献4】国際公開第2018/155323号

【特許文献5】特開2019-49605号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明の課題は、一对の基板のうち少なくとも一方の基板にポリイミドのような配向膜が形成されていない液晶表示素子において、液晶化合物中に含まれる配向制御層形成モノマーを加熱偏光露光処理により配向処理し、配向制御層を特定の厚みの範囲にすることで、これまでのポリイミドなどで形成される従来の配向膜を有しない液晶表示素子よりもAC残像を抑制した液晶表示素子を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明者らは、一对の基板のうちいずれか一方の基板にポリイミドのような配向膜が形成されていない液晶表示素子において、偏光紫外線を加熱しながら照射することで光フリース転位、光二量化および光異性化の少なくとも1つを生じる配向制御層形成モノマーからなる配向制御層を形成し、この配向制御層の厚みを0.0005 μ mから0.007 μ mの範囲とすることにより、前記課題を解決できることを見出し、本発明を完成するに至った。本発明は、下記の態様などを含む。

【0011】

[1] 対向して配置された第一の基板と第二の基板との間に液晶層が挟持され、

前記第一の基板上、および、前記第二の基板上のうちのいずれか一方に、前記液晶層を配向させる配向膜を有し、

前記第一の基板と前記液晶層との間、および、前記第二の基板と前記液晶層との間に、前記配向膜とは異なり、かつ液晶分子を配向制御する配向制御層を有し、

10

20

30

40

50

前記液晶層は、液晶組成物から形成され、

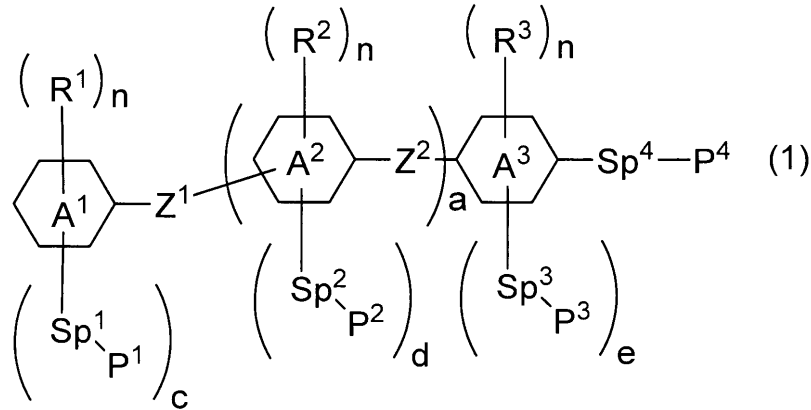
前記液晶組成物は、少なくとも1つの液晶性化合物と、第一添加物として、式(1)で表される、光照射により光フリース転位、光異性化、および光二量化の少なくとも1つを生じる配向制御層形成モノマーを含有し、

前記配向制御層は、少なくとも前記第一添加物を重合させてなる重合体を含有し、

前記配向制御層の厚みは、0.0005 μmから0.007 μmである、水平配向型液晶表示素子。

【0012】

【化1】



10

20

【0013】

式(1)において、

R¹、R²およびR³は、独立して、水素または炭素数1から10のアルキルであり、このR¹、R²およびR³において、少なくとも1つの-CH₂-は、-O-または-NH-で置き換えられてもよく、

nは、独立して、0、1または2であり、

aは、0、1、2または3であり、

環A¹は、シクロヘキシル、シクロヘキセニル、フェニル、1-ナフチル、2-ナフチル、テトラヒドロピラン-2-イル、テトラヒドロピラン-3-イル、1,3-ジオキサン-2-イル、1,3-ジオキサン-3-イル、ピリミジン-2-イル、ピリミジン-5-イル、ピリジン-2-イル、ピリジン-3-イル、フルオレン-2-イル、フルオレン-7-イル、フェナントレン-2-イル、フェナントレン-7-イル、アントラセン-2-イル、アントラセン-6-イル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3-イル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-17-イル、2,3,4,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3-イル、または2,3,4,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-17-イルであり、

30

環A²は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、1,3-シクロヘキシレン、1,2-シクロヘキシレン、1,4-シクロヘキセニレン、1,4-フェニレン、1,3-フェニレン、1,2-フェニレン、ナフタレン-2,6-ジイル、ナフタレン-1,4-ジイル、デカヒドロナフタレン-2,6-ジイル、デカヒドロナフタレン-1,4-ジイル、1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-2,6-ジイル、1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-1,4-ジイル、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル、ピリミジン-2,5-ジイル、ピリジン-2,5-ジイル、シクロペンタン-1,3-ジイル、シクロペンテン-1,3-ジイル、フルオレン-2,7-ジイル、カルバゾール-2,7-ジイル、フェナントレン-2,7-ジイル、アントラセン-2,6-ジイル、アントラセン-1,4-ジイル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3,17-ジイル、または2,3,4,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-

40

50

3, 17 - ジイルであり、

環 A³ は、1, 4 - シクロヘキシレン、1, 4 - シクロヘキセニレン、1, 4 - フェニレン、ナフタレン - 1, 2 - ジイル、ナフタレン - 1, 3 - ジイル、ナフタレン - 1, 4 - ジイル、ナフタレン - 1, 5 - ジイル、ナフタレン - 1, 6 - ジイル、ナフタレン - 1, 7 - ジイル、ナフタレン - 1, 8 - ジイル、ナフタレン - 2, 3 - ジイル、ナフタレン - 2, 6 - ジイル、ナフタレン - 2, 7 - ジイル、テトラヒドロピラン - 2, 5 - ジイル、1, 3 - ジオキサン - 2, 5 - ジイル、ピリミジン - 2, 5 - ジイル、ピリジン - 2, 5 - ジイル、フルオレン - 2, 7 - ジイル、フェナントレン - 2, 7 - ジイル、アントラセン - 2, 6 - ジイル、アントラセン - 1, 4 - ジイル、ペルヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3, 17 - ジイル、または 2, 3, 4, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 - テトラデカヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3, 17 - ジイルであり；

Z¹ および Z² は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この Z¹ および Z² において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O -、- CO -、- COO -、- OCO -、- CONH -、- NHCO -、- NH - または - OCOO - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、ハロゲンで置き換えられてもよいが、Z¹ および Z² の中で少なくとも 1 つは、- COO -、- OCO -、- CH = CHCOO -、- OCOCH = CH -、- CH = CHCO - または - COCH = CH - であり；

S p¹、S p²、S p³ および S p⁴ は、独立して、単結合または炭素数 1 から 12 のアルキレンであり、この S p¹、S p²、S p³ および S p⁴ において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O -、- COO -、- OCO - または - OCOO - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよく；

c、d および e は、独立して、0、1、2、3 または 4 であり、c、d および e の和は、1、2、3 または 4 であり；

P¹、P²、P³ および P⁴ は、独立して、重合性基である。

【 0 0 1 4 】

[2] 前記式 (1) において、

R¹、R² および R³ は、独立して、水素または炭素数 1 から 10 のアルキルであり、この R¹、R² および R³ において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O - または - NH - で置き換えられてもよく；

n は、独立して、0、1 または 2 であり；

a は、0、1、2 または 3 であり；

環 A¹ は、シクロヘキシル、フェニル、1 - ナフチル、2 - ナフチル、ピリミジン - 2 - イル、ピリミジン - 5 - イル、ピリジン - 2 - イル、ピリジン - 3 - イル、フルオレン - 2 - イル、フルオレン - 7 - イル、フェナントレン - 2 - イル、フェナントレン - 7 - イル、アントラセン - 2 - イルまたはアントラセン - 6 - イルであり、

環 A² は、独立して、1, 4 - シクロヘキシレン、1, 3 - シクロヘキシレン、1, 4 - フェニレン、1, 3 - フェニレン、ナフタレン - 2, 6 - ジイル、ナフタレン - 1, 4 - ジイル、ピリミジン - 2, 5 - ジイル、ピリジン - 2, 5 - ジイル、フルオレン - 2, 7 - ジイル、カルバゾール - 2, 7 - ジイル、フェナントレン - 2, 7 - ジイル、アントラセン - 2, 6 - ジイルまたはアントラセン - 1, 4 - ジイルであり、

環 A³ は、1, 4 - シクロヘキシレン、1, 4 - フェニレン、ナフタレン - 1, 2 - ジイル、ナフタレン - 1, 3 - ジイル、ナフタレン - 1, 4 - ジイル、ナフタレン - 1, 5 - ジイル、ナフタレン - 1, 6 - ジイル、ナフタレン - 1, 7 - ジイル、ナフタレン - 1, 8 - ジイル、ナフタレン - 2, 3 - ジイル、ナフタレン - 2, 6 - ジイル、ナフタレン - 2, 7 - ジイル、ピリミジン - 2, 5 - ジイル、ピリジン - 2, 5 - ジイル、フルオレン - 2, 7 - ジイル、フェナントレン - 2, 7 - ジイル、アントラセン - 2, 6 - ジイル

10

20

30

40

50

、またはアントラセン - 1 , 4 - ジイルであり ;

Z¹ および Z² は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この Z¹ および Z² において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O - 、 - CO - 、 - COO - 、 - OCO - 、 - CONH - 、 - NHCO - 、 - NH - または - OCOO - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、ハロゲンで置き換えられてもよいが、Z¹ および Z² の中で少なくとも 1 つは、- COO - 、 - OCO - 、 - CH = CHCOO - 、 - OCOCH = CH - 、 - CH = CHCO - または - COCH = CH - であり ;

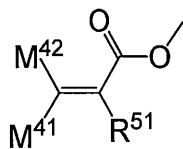
S p¹、S p²、S p³ および S p⁴ は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この S p¹、S p²、S p³ および S p⁴ において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O - 、 - COO - 、 - OCO - または - OCOO - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく ;

c、d および e は、独立して、0、1、2、3 または 4 であり、c、d および e の和は、1、2、3 または 4 であり ;

P¹、P²、P³ および P⁴ は、独立して、式 (1 P - 1) で表される重合性基であり ;

【 0 0 1 5 】

【 化 2 】



(1P-1)

【 0 0 1 6 】

式 (1 P - 1) において、

M⁴¹ および M⁴² は、独立して、水素、フッ素、炭素数 1 から 5 のアルキル、または少なくとも 1 つの水素がフッ素で置き換えられた炭素数 1 から 5 のアルキルであり ;

R⁵¹ は、水素、フッ素、炭素数 1 から 10 のアルキル、炭素数 1 から 9 のアルコキシ、または炭素数 1 から 9 のアルコキシアルキルであり、この R⁵¹ において、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き換えられてもよい、[1] に記載の水平配向型液晶表示素子。

【 0 0 1 7 】

[3] 前記配向制御層の厚みが、式 (F 1) :

配向制御層の厚み (単位 : μ m) = { セルギャップ (単位 : μ m) × 第一添加物の添加量 (単位 : 重量部) / 100 (単位 : 重量部) } / 2 . . . (F 1)

ここで、セルギャップは、第一の基板と第二の基板との配向膜との間隔、あるいは、第一の基板との配向膜と第二の基板との間隔のことであり、第一添加物の添加量は、液晶性化合物全量を 100 重量部としたときの値である ;

に基づいて算出される、[1] または [2] に記載の水平配向型液晶表示素子。

【 0 0 1 8 】

[4] 前記配向制御層の厚みが 0 . 0008 μ m から 0 . 007 μ m である、[1] から [3] のいずれかに記載の水平配向型液晶表示素子。

【 0 0 1 9 】

[5] 前記液晶組成物が、式 (2) から式 (4) で表される化合物の群から選択される少なくとも 1 つの液晶性化合物を含有する、[1] から [4] のいずれかに記載の水平配向型液晶表示素子。

【 0 0 2 0 】

10

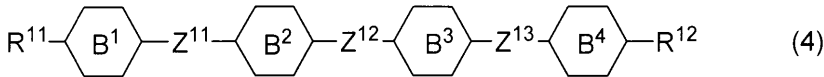
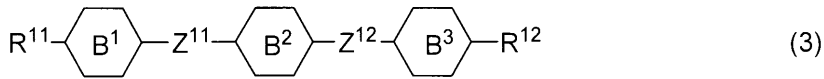
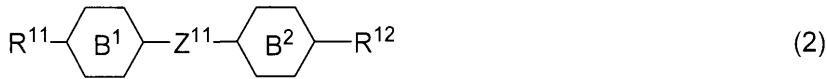
20

30

40

50

【化3】



10

【0021】

式(2)から式(4)において、

R^{11} および R^{12} は、独立して、炭素数1から10のアルキルまたは炭素数2から10のアルケニルであり、この R^{11} および R^{12} において、少なくとも1つの $-\text{CH}_2-$ は、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{COO}-$ または $-\text{OCO}-$ で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

環 B^1 、環 B^2 、環 B^3 および環 B^4 は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、2-フルオロ-1,4-フェニレン、2,5-ジフルオロ-1,4-フェニレンまたはピリミジン-2,5-ジイルであり；

Z^{11} 、 Z^{12} および Z^{13} は、独立して、単結合、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}=\text{C}-$ または $-\text{COO}-$ である。

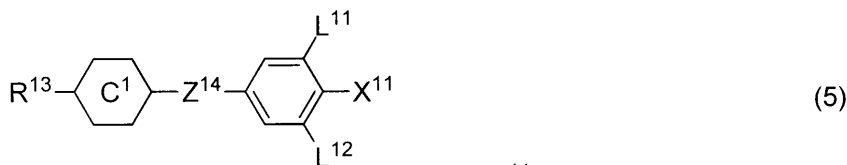
20

【0022】

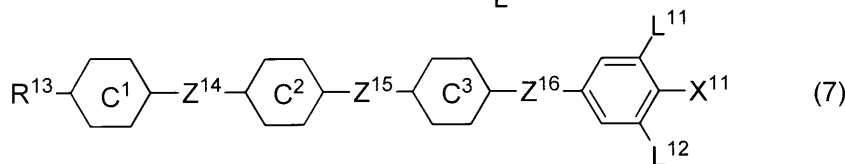
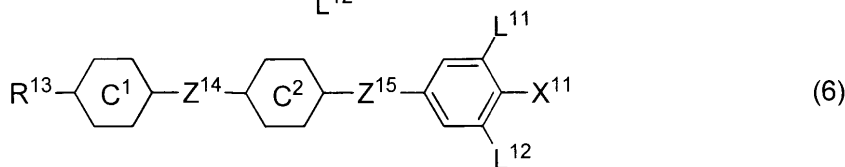
[6] 前記液晶組成物が、式(5)から式(7)で表される化合物の群から選択される少なくとも1つの液晶性化合物をさらに含有する、[1]から[5]のいずれかに記載の水平配向型液晶表示素子。

【0023】

【化4】



30



40

【0024】

式(5)から式(7)において、

R^{13} は、炭素数1から10のアルキルまたは炭素数2から10のアルケニルであり、この R^{13} において、少なくとも1つの $-\text{CH}_2-$ は、 $-\text{O}-$ で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

X^{11} は、フッ素、塩素、 $-\text{OCF}_3$ 、 $-\text{OCHF}_2$ 、 $-\text{CF}_3$ 、 $-\text{CHF}_2$ 、 $-\text{CHF}_2\text{F}$ 、 $-\text{OCF}_2\text{CHF}_2$ または $-\text{OCF}_2\text{CHF}_2\text{CF}_3$ であり；

環 C^1 、環 C^2 および環 C^3 は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられてもよい1,4-フェニレン、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル、またはピリミジン-2,5-ジイ

50

ルであり；

Z^{14} 、 Z^{15} および Z^{16} は、独立して、単結合、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-CH=CH-$ 、 $-CH=CF-$ 、 $-CF=CF-$ 、 $-C=C-$ 、 $-COO-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-CH=CF-CF_2O-$ 、 $-CF=CF-CF_2O-$ または $-(CH_2)_4-$ であり；

L^{11} および L^{12} は、独立して、水素またはフッ素である。

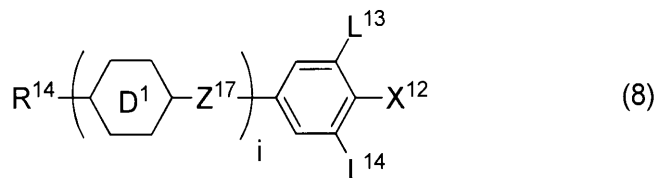
【0025】

[7] 前記液晶組成物が、式(8)で表される化合物の群から選択される少なくとも1つの液晶性化合物をさらに含有する、[1]から[6]のいずれかに記載の水平配向型液晶表示素子。

10

【0026】

【化5】



【0027】

式(8)において、

R^{14} は、炭素数1から10のアルキルまたは炭素数2から10のアルケニルであり、この R^{14} において、少なくとも1つの $-CH_2-$ は、 $-O-$ で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

20

X^{12} は、 $-CN$ または $-C(C)C(N)$ であり；

環 D^1 は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられてもよい1,4-フェニレン、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル、またはピリミジン-2,5-ジイルであり；

Z^{17} は、独立して、単結合、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-C=C-$ 、 $-COO-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ または $-CH_2O-$ であり；

L^{13} および L^{14} は、独立して、水素またはフッ素であり；

i は、1、2、3または4である。

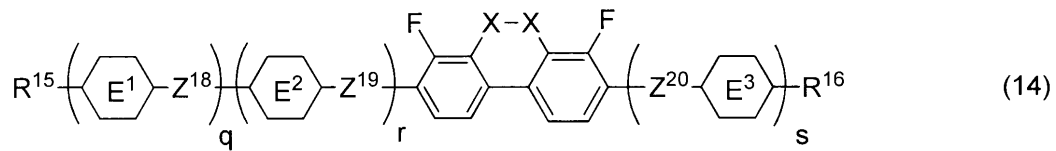
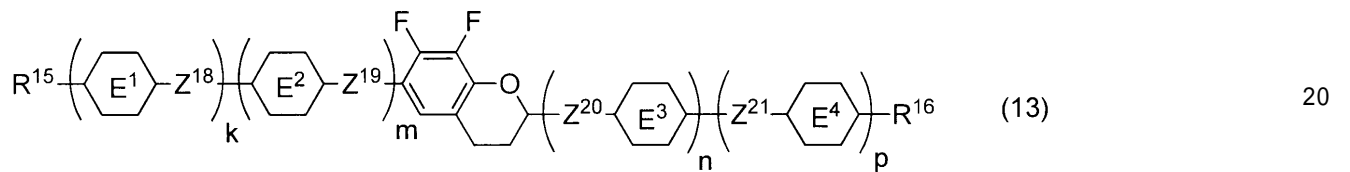
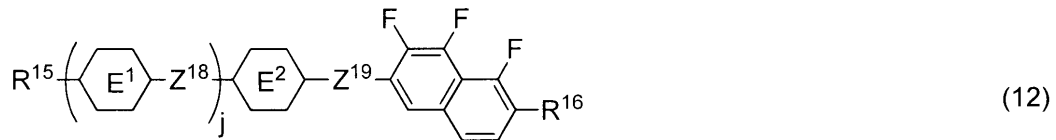
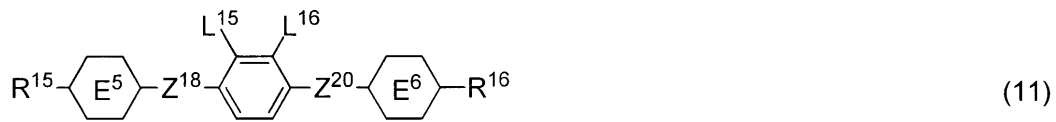
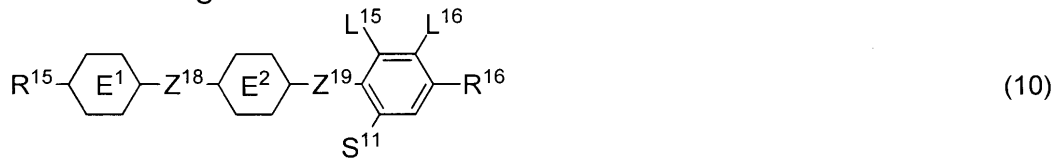
30

【0028】

[8] 前記液晶組成物が、式(9)から式(21)で表される化合物の群から選択される少なくとも1つの液晶性化合物をさらに含有する、[1]から[7]のいずれかに記載の水平配向型液晶表示素子。

【0029】

【化 6】



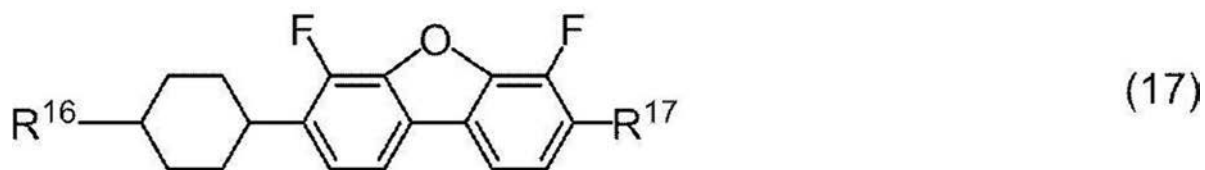
【 0 0 3 0 】

10

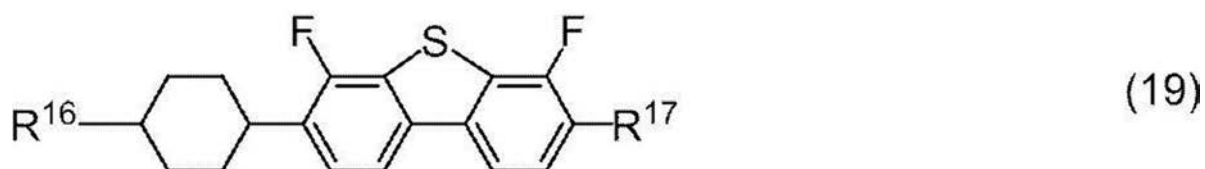
20

30

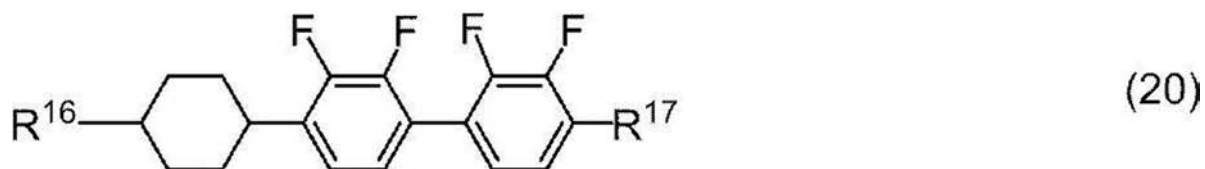
【化7】



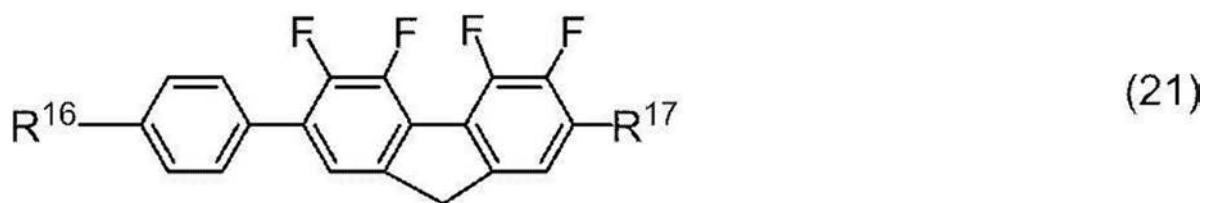
10



20



30



【0031】

式(9)から式(21)において、

40

R¹⁵およびR¹⁶は、独立して、炭素数1から10のアルキルまたは炭素数2から10のアルケニルであり、このR¹⁵およびR¹⁶において、少なくとも1つの-CH₂-は、-O-で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

R¹⁷は、水素、フッ素、炭素数1から10のアルキル、または炭素数2から10のアルケニルであり、このR¹⁷において、少なくとも1つの-CH₂-は、-O-で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく；

環E¹、環E²、環E³および環E⁴は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、1,4-シクロヘキセニレン、少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられてもよい1,4-フェニレン、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル、またはデカヒドロナフタレン-2

50

, 6 - ジイルであり ;

環 E⁵ および環 E⁶ は、独立して、1, 4 - シクロヘキシレン、1, 4 - シクロヘキセニレン、1, 4 - フェニレン、テトラヒドロピラン - 2, 5 - ジイルまたはデカヒドロナフタレン - 2, 6 - ジイルであり ;

Z¹⁸、Z¹⁹、Z²⁰、および Z²¹ は、独立して、単結合、- (CH₂)₂ -、- COO -、- CH₂O -、- OCF₂ - または - OCF₂CH₂CH₂ - であり ;

L¹⁵ および L¹⁶ は、独立して、フッ素または塩素であり ;

S¹¹ は、水素またはメチルであり ;

X は、独立して、- CHF - または - CF₂ - であり ;

j、k、m、n、p、q、r および s は、独立して、0 または 1 であり、k、m、n および p の和は、0、1、2 または 3 であり、q、r および s の和は、0、1、2 または 3 であり、t は、1、2 または 3 である。

10

【0032】

[9] 前記液晶組成物が、第二添加物として、前記第一添加物とは異なる重合性化合物をさらに含有し、前記配向制御層は、前記第一添加物および前記第二添加物を重合させる重合体を含有する、[1] から [8] のいずれかに記載の水平配向型液晶表示素子。

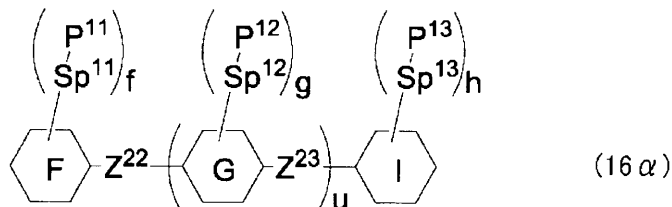
【0033】

[10] 前記第二添加物が、式 (16) で表される、[9] に記載の水平配向型液晶表示素子。

【0034】

20

【化8】



【0035】

式 (16) において、

環 F および環 I は、独立して、シクロヘキシル、シクロヘキセニル、フェニル、1 - ナフチル、2 - ナフチル、テトラヒドロピラン - 2 - イル、テトラヒドロピラン - 3 - イル、1, 3 - ジオキサン - 2 - イル、1, 3 - ジオキサン - 3 - イル、ピリミジン - 2 - イル、ピリジン - 2 - イル、ピリミジン - 5 - イル、フルオレン - 2 - イル、フルオレン - 7 - イル、フェナントレン - 2 - イル、フェナントレン - 7 - イル、アントラセン - 2 - イル、アントラセン - 6 - イル、ペルヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3 - イル、ペルヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 17 - イル、2, 3, 4, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 - テトラデカヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3 - イル、または 2, 3, 4, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 - テトラデカヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 17 - イルであり、この環 F および環 I において、少なくとも 1 つの水素は、フッ素、塩素、炭素数 1 から 12 のアルキル、炭素数 1 から 12 のアルコキシ、または少なくとも 1 つの水素がフッ素または塩素で置き換えられた炭素数 1 から 12 のアルキルで置き換えられてもよく ;

30

40

環 G は、独立して、1, 4 - シクロヘキシレン、1, 3 - シクロヘキシレン、1, 2 - シクロヘキシレン、1, 4 - シクロヘキセニレン、1, 4 - フェニレン、1, 3 - フェニレン、1, 2 - フェニレン、ナフタレン - 1, 2 - ジイル、ナフタレン - 1, 3 - ジイル、ナフタレン - 1, 4 - ジイル、ナフタレン - 1, 5 - ジイル、ナフタレン - 1, 6 - ジイル、ナフタレン - 1, 7 - ジイル、ナフタレン - 1, 8 - ジイル、ナフタレン - 2, 3 - ジイル、ナフタレン - 2, 6 - ジイル、ナフタレン - 2, 7 - ジイル、テトラヒドロピラン - 2, 5 - ジイル、1, 3 - ジオキサン - 2, 5 - ジイル、フルオレン - 2, 7 - ジ

50

イル、カルバゾール - 2 , 7 - ジイル、フェナントレン - 2 , 7 - ジイル、アントラセン - 2 , 6 - ジイル、アントラセン - 1 , 4 - ジイル、ペルヒドロシクロペンタ [a] フェナントレン - 3 , 17 - ジイル、ピリミジン - 2 , 5 - ジイルまたはピリジン - 2 , 5 - ジイルであり、この環 G において、少なくとも 1 つの水素は、フッ素、塩素、炭素数 1 から 12 のアルキル、炭素数 1 から 12 のアルコキシ、または少なくとも 1 つの水素がフッ素または塩素で置き換えられた炭素数 1 から 12 のアルキルで置き換えられてもよく；

Z^{22} および Z^{23} は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この Z^{22} および Z^{23} において、少なくとも 1 つの $-CH_2-$ は、 $-O-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの $-(CH_2)_2-$ は、 $-CH=CH-$ 、 $-C=C-$ 、 $-C(CH_3)=CH-$ 、 $-CH=C(CH_3)-$ または $-C(CH_3)=C(CH_3)-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよく；

P^{11} 、 P^{12} および P^{13} は、独立して、重合性基であり；

Sp^{11} 、 Sp^{12} および Sp^{13} は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この Sp^{11} 、 Sp^{12} および Sp^{13} において、少なくとも 1 つの $-CH_2-$ は、 $-O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ または $-OCOO-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの $-(CH_2)_2-$ は、 $-CH=CH-$ または $-C=C-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよく；

u は、0、1 または 2 であり；

f 、 g および h は、独立して、0、1、2、3 または 4 であり、 f 、 g および h の和は、2 以上である。

【0036】

[11] 前記配向制御層の厚みが、式 (F2)：

配向制御層の厚み (単位： μm) = [セルギャップ (単位： μm) \times {第一添加物の添加量 (単位：重量部) + 第二添加物の添加量 (単位：重量部)} / 100 (単位：重量部)] / 2 \dots (F2)

ここで、セルギャップは、第一の基板と第二の基板上の配向膜との間隔、あるいは、第一の基板上の配向膜と第二の基板との間隔であり、第一添加物および第二添加物の添加量は、液晶性化合物全量を 100 重量部としたときの値である；

に基づいて算出される、[9] または [10] に記載の水平配向型液晶表示素子。

【0037】

[12] [1] から [11] のいずれかに記載の水平配向型液晶表示素子を製造する水平配向型液晶表示素子の製造方法であって、

第一の基板、および、第二の基板のうちのいずれか一方に、液晶層を配向させる配向膜を形成する工程と、

対向して配置された前記第一の基板と前記第二の基板との間に、前記液晶層を形成するための液晶組成物を挟持する工程と、

前記液晶組成物を、ネマチック相から等方相への転移温度 T_{NI} 以上の温度範囲に保持し、前記液晶組成物に偏光紫外線を照射し、少なくとも前記第一添加物を重合させることによって前記配向制御層を形成する工程とを、備える、水平配向型液晶表示素子の製造方法。

【0038】

[13] 前記液晶組成物を、 T_{NI} 以上、 $T_{NI} + 15$ 以下の温度範囲に保持して、波長 280 nm から 400 nm の範囲にピークを有し、照度が $2 mW / cm^2$ から $300 mW / cm^2$ の範囲で、 $0.03 J / cm^2$ から $20 J / cm^2$ の露光量となる範囲で偏光紫外線を照射する、[12] に記載の水平配向型液晶表示素子の製造方法。

【0039】

[14] 前記偏光紫外線を照射し、さらに、追加の非偏光紫外線を、前記液晶組成物を 20 以上 45 以下の温度範囲に保持して、波長 330 nm から 400 nm にピークを有し、照度が $1 mW / cm^2$ から $50 mW / cm^2$ の範囲で、 $1 J / cm^2$ から $30 J /$

10

20

30

40

50

cm^2 の露光量となる範囲で照射する、[1 2] または [1 3] に記載の水平配向型液晶表示素子の製造方法。

【 0 0 4 0 】

[1 5] [1] から [1 1] のいずれかに記載の水平配向型液晶表示素子、または、[1 2] から [1 4] のいずれかに記載の水平配向型液晶表示素子の製造方法に用いる液晶組成物であって、

ネマチック相から等方相への転移温度 T_{NI} を有し、少なくとも 1 つの液晶性化合物と、第一添加物として、前記式 (1) で表される配向制御層形成モノマーを少なくとも 1 つと、を含有する、液晶組成物。

【 0 0 4 1 】

[1 6] [1] から [1 1] のいずれかに記載の水平配向型液晶表示素子と；バックライトと；を備える、表示装置。

【 0 0 4 2 】

本例示は、次の項も含む。(a) 重合性化合物、重合開始剤、重合禁止剤、光学活性化合物、酸化防止剤、紫外線吸収剤、光安定剤、熱安定剤、および消泡剤のような添加物の少なくとも 2 つをさらに含有する上記の液晶組成物。(b) 上記の液晶組成物に化合物 (1)、または化合物 (1 6) とは異なる重合性化合物を添加することによって調製した重合性組成物。(c) 上記の液晶組成物に化合物 (1)、および化合物 (1 6) を添加することによって調製した重合性組成物。(d) 重合性組成物を重合させることによって調製した液晶複合体。

【 発明の効果 】

【 0 0 4 3 】

本発明によれば、第一の基板上、または、第二の基板上のいずれか一方に事前に配向膜が形成された液晶表示素子において、さらに、配向制御層形成モノマーを含む誘電率異方性が正または負の液晶組成物を加熱偏光紫外線照射し、事前に形成された配向膜とは異なる配向制御層が特定の厚みで形成された液晶表示素子を用いることにより、透過率特性、コントラスト比が優れ、AC 残像が抑制された水平配向型液晶表示素子を実現することができる。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 4 4 】

この明細書における用語の使い方は次のとおりである。「液晶組成物」および「液晶表示素子」の用語をそれぞれ「組成物」および「素子」と略すことがある。「液晶表示素子」は液晶表示パネルおよび液晶表示モジュールの総称である。「液晶性化合物」は、ネマチック相、スメクチック相などの液晶相を有する化合物および液晶相を有しないが、ネマチック相の温度範囲、粘度、誘電率異方性のような特性を調節する目的で組成物に混合される化合物の総称である。この化合物は、例えば 1, 4 - シクロヘキシレンや 1, 4 - フェニレンのような六員環を有し、その分子構造は棒状 (rod like) である。また、この化合物を棒状の分子の集合体と仮想した場合、この棒状の分子のことを、「液晶分子」と称する場合がある。「重合性化合物」は、組成物中に重合体を生成させる目的で添加する化合物である。

【 0 0 4 5 】

液晶組成物は、複数の液晶性化合物を混合することによって調製される。この液晶組成物に、光学活性化合物、酸化防止剤、紫外線吸収剤、色素、消泡剤、重合性化合物、重合開始剤、重合禁止剤、極性化合物のような添加物が必要に応じて添加される。液晶性化合物の割合は、添加物を添加した場合であっても、添加物を含まない液晶組成物の重量に基づいた重量百分率 (重量 %) で表される。添加物の割合は、添加物を含まない液晶組成物の重量に基づいた重量百分率 (重量部) で表される。すなわち、液晶性化合物や添加物の割合は、液晶性化合物の全重量に基づいて算出される。重量百万分率 (ppm) が用いられることもある。重合開始剤の割合は、例外的に重合性化合物の重量に基づいて表される。

。

10

20

30

40

50

【0046】

式(1)で表される化合物を「化合物(1)」と略すことがある。化合物(1)は、式(1)で表される1つの化合物、2つの化合物の混合物、または3つ以上の化合物の混合物を意味する。このルールは、式(2)で表される化合物の群から選択される少なくとも1つの化合物などにも適用される。六角形で囲んだ B^1 、 C^1 、 D^1 、 E^1 、 F などの記号は、それぞれ環 B^1 、環 C^1 、環 D^1 、環 E^1 、環 F などに対応する。六角形は、シクロヘキサン環やベンゼン環のような六員環またはナフタレン環のような縮合環を表す。式(1)、式(16)などにおいて、六角形の一辺を横切る直線は、環上の任意の水素が、 $-(R^1)_n$ や $-Sp^{11}-P^{11}$ などの基で置き換えられてもよいことを表す。 f などの添え字は、置き換えられた基の数を示す。添え字が0のとき、そのような置き換えはない。添え字 f が2以上のとき、環 F 上には複数の $-Sp^{11}-P^{11}$ が存在する。 $-Sp^{11}-P^{11}$ が表す複数の基は、同一であってもよく、または異なってもよい。これらのルールは、他の式においても適用される。「環 F および環 G は、独立して、 X 、 Y 、または Z である」の表現では、主語が複数であるから、「独立して」を用いる。主語が「環 F 」であるときは、主語が単数であるから「独立して」を用いない。

10

【0047】

末端基 R^{11} の記号を複数の成分化合物に用いた。これらの化合物において、任意の2つの R^{11} が表す2つの基は、同一であってもよいし、または異なってもよい。例えば、化合物(2)の R^{11} がエチルであり、化合物(3)の R^{11} がエチルであるケースがある。化合物(2)の R^{11} がエチルであり、化合物(3)の R^{11} がプロピルであるケースもある。このルールは、他の末端基、環、結合基などの記号にも適用される。式(8)において、 i が2のとき、2つの環 D^1 が存在する。この化合物において、2つの環 D^1 が表す2つの基は、同一であってもよいし、または異なってもよい。このルールは、 i が2より大きいときの任意の2つの環 D^1 にも適用される。このルールは、他の環、結合基などの記号にも適用される。

20

【0048】

「少なくとも1つの A 」の表現は、 A の数は任意であることを意味する。「少なくとも1つの A は、 B で置き換えられてもよい」の表現は、 A の数が1のとき、 A の位置は任意であり、 A の数が2以上のときも、それらの位置は制限なく選択できる。このルールは、「少なくとも1つの A が、 B で置き換えられた」の表現にも適用される。「少なくとも1つの A が、 B 、 C 、または D で置き換えられてもよい」という表現は、少なくとも1つの A が B で置き換えられた場合、少なくとも1つの A が C で置き換えられた場合、および少なくとも1つの A が D で置き換えられた場合、さらに複数の A が B 、 C 、 D の少なくとも2つで置き換えられた場合を含むことを意味する。例えば、少なくとも1つの $-CH_2-$ (または、 $-(CH_2)_2-$)が $-O-$ (または、 $-CH=CH-$)で置き換えられてもよいアルキルには、アルキル、アルケニル、アルコキシ、アルコキシアルキル、アルコキシアルケニル、アルケニルオキシアルキルが含まれる。なお、連続する2つの $-CH_2-$ が $-O-$ で置き換えられて、 $-O-O-$ のようになることは好ましくない。アルキルなどにおいて、メチル部分($-CH_2-H$)の $-CH_2-$ が $-O-$ で置き換えられて $-O-H$ になることも好ましくない。

30

40

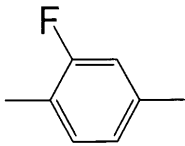
【0049】

液晶性化合物において、アルキルは、直鎖状または分岐状であり、環状アルキルを含まない。直鎖状アルキルは、一般的に分岐状アルキルよりも好ましい。これらのことは、アルコキシ、アルケニルなどの末端基についても同様である。1,4-シクロヘキシレンに関する立体配置は、ネマチック相の上限温度を上げるためにシスよりもトランスが好ましい。2-フルオロ-1,4-フェニレンは、下記の2つの二価基を意味する。化学式において、フッ素は左向き(L)であってもよいし、右向き(R)であってもよい。このルールは、テトラヒドロピラン-2,5-ジイルのような、環から水素を2つ除くことによって生成した非対称な二価基にも適用される。

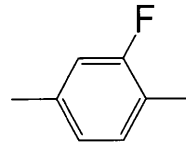
【0050】

50

【化 9】



(L)



(R)

【0051】

本発明の水平配向型液晶表示素子では、液晶組成物中に、重合性基を有し、光照射により光フリース転位、光異性化および光二量化の少なくとも1つを生じる配向制御層形成モノマーを添加した液晶組成物を素子に封入する。

10

第一添加物としての配向制御層形成モノマーは、重合性基として - アルコキシアルキルアクリレート を有する場合、 - アルコキシアルキルアクリレート が基板や事前に形成された配向膜と相互作用しやすいと考えられるため、紫外線露光工程より前の工程である液晶組成物の封入工程で配向制御層形成モノマーが基板界面側に移動すると考えられる。また、重合性基として - フルオロアクリレート を有する配向制御層形成モノマーは、液晶化合物との相溶性がアクリレートより良くなる傾向があるので、析出を抑制できるようになると考えられる。

また、中心構造（結合基）として、 - NH - を有する配向制御層形成モノマーは、基板や事前に形成された配向膜と相互作用しやすいと考えられるため、液晶組成物の封入工程で配向制御層形成モノマーが基板界面側に移動しやすいと考えられる。

20

上記の重合性基や結合基を有してもよい配向制御層形成モノマーは、式（1）で表される化合物である。

【0052】

配向制御層形成モノマーは、偏光紫外線照射により構造が方向性をもって変化するため、液晶分子の配向制御に寄与する。また、重合性基を有するため、配向制御層形成モノマーからなる重合体は配向制御膜としての役割を有する。

配向制御層形成モノマーが、芳香族エステル構造を有する場合、偏光照射により光フリース転位を生じる。芳香族エステル構造を有すると、紫外光を吸収し、芳香族エステル部位がラジカル開裂しヒドロキシケトンへの転位、すなわちフリース転位を生じる。光フリース転位において、芳香族エステル部位の光分解は偏光紫外光の偏光方向と芳香族エステル部位の長軸方向が同一方向であった場合に生じる。光分解後は再結合し、互変異性化により水酸基が分子内に生じる。この水酸基により、基板界面の相互作用が生じ、配向制御層形成モノマーが基板界面側や事前に形成された配向膜に異方性を持って吸着しやすくなると考えられる。また、 - アルコキシアルキルアクリレート のような重合性基を有している場合や、中心構造にアミン結合を有する場合は基板界面側での重合が生じやすく、これにより重合体が基板界面側に固定化される。 - フルオロアクリレート のような重合性基を有している場合は、重合性部位が液晶化合物と比較的相溶化しやすいため、基板界面側や事前に形成された配向膜への異方性を持った吸着は、より均一になりやすいと考えられる。このような性質を利用して液晶分子を配向させることが可能な薄膜を形成することができる。この薄膜を形成するために、照射する紫外線は直線偏光が適している。このような配向制御層形成モノマーとしては、式（1-1）から式（1-75）で表される化合物が挙げられる。

30

40

配向制御層形成モノマーがビニレン構造を有する場合、紫外光が照射されることにより、光二量化、光異性化や光分解を生じる。ビニレン基を有する配向制御層形成モノマーは、紫外光が照射されることでトランス体からシス体への光異性化や、二量化によるシクロブタン環の形成が生じると考えられる。この性質を利用して液晶分子を配向させることが可能な薄膜を形成することができる。ビニレン基が含まれるカルコン構造やシンナメート構造を有する場合でも同様な効果があるため好ましい。この薄膜を形成するために、照射する紫外線は直線偏光が適している。このような配向制御層形成モノマーとしては、式（

50

1 - 38) から式 (1 - 41) で表される化合物が挙げられる。

【0053】

液晶化合物への添加後は、配向制御層形成モノマーを溶解させるために組成物を加温する。この組成物を、第一の基板上、または、第二の基板上のいずれか一方に事前に配向膜が形成された素子に注入する。次に、素子を加温しながら直線偏光を照射することによって、配向制御層形成モノマーを光フリース転位、光二量化、あるいは光異性化させ、重合させる。直線偏光照射により、配向制御層形成モノマーは一定方向に配列され、重合体を形成し、その重合体からなる薄膜は、配向制御層としての機能を有する。

この配向制御層の厚みは、AC残像を抑制するために、 $0.0005\ \mu\text{m}$ から $0.007\ \mu\text{m}$ の範囲であり、好ましい配向制御層の厚みは、 $0.0008\ \mu\text{m}$ から $0.007\ \mu\text{m}$ の範囲である。配向制御層の厚みは、配向制御層形成モノマーの添加量、および、セルギャップに基づいて算出できる。なお、セルギャップは、事前に形成された配向膜厚みを含めて算出しない。つまり、セルギャップは、第一の基板と第二の基板上の配向膜との間隔、あるいは、第一の基板上の配向膜と第二の基板との間隔である。例えば、配向制御層形成モノマーが第一添加物からなる場合には、配向制御層の厚みは、下記式 (F1) に基づいて算出できる。

配向制御層の厚み (単位: μm) = {セルギャップ (単位: μm) × 第一添加物の添加量 (単位: 重量部) / 100 (単位: 重量部)} / 2 ··· (F1)

また、配向制御層形成モノマーが第一添加物および第二添加物からなる場合には、配向制御層の厚みは、下記式 (F2) に基づいて算出できる。

配向制御層の厚み (単位: μm) = [セルギャップ (単位: μm) × {第一添加物の添加量 (単位: 重量部) + 第二添加物の添加量 (単位: 重量部)} / 100 (単位: 重量部)] / 2 ··· (F2)

【0054】

第一添加物としての配向制御層形成モノマーは、本明細書においては化合物 (1) と称される。第一添加物とは異なる第二添加物としての重合性化合物は、本明細書においては化合物 (16) と称される。さらに、構造の詳細に言及する場合など必要に応じて、化合物 (16)、化合物 (16 - A) と分けて称される。

以下に、1. 化合物 (1) および化合物 (16)、2. 化合物 (1) および化合物 (16) の合成、化合物 (1) および化合物 (16) を含む組成物として 3. 液晶組成物、当該組成物を含有する素子として 4. 液晶表示素子を順に説明する。

【0055】

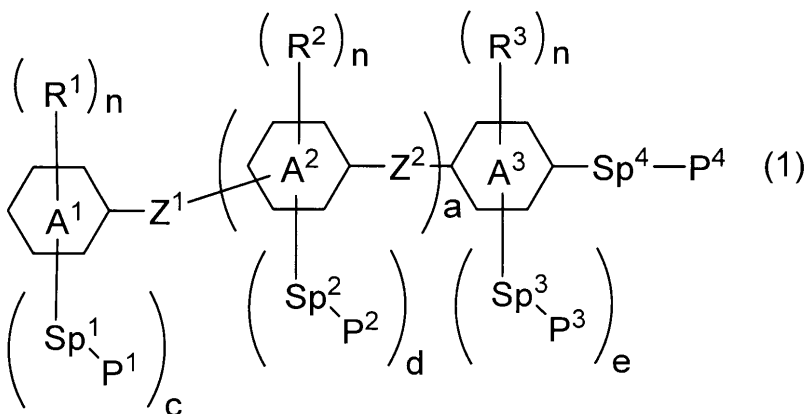
1. 化合物 (1) および化合物 (16)、それを用いた液晶組成物の例示

1 - 1. 化合物 (1) および化合物 (16)

式 (1) で表される化合物。

【0056】

【化10】



【0057】

式 (1) において、

10

20

30

40

50

R¹、R²およびR³は、独立して、水素または炭素数1から10のアルキルであり、このR¹、R²およびR³において、少なくとも1つの-CH₂-は、-O-または-NH-で置き換えられてもよい。

nは、独立して、0、1または2である。

aは、0、1、2または3である。

環A¹は、シクロヘキシル、シクロヘキセニル、フェニル、1-ナフチル、2-ナフチル、テトラヒドロピラン-2-イル、テトラヒドロピラン-3-イル、1,3-ジオキサソ-2-イル、1,3-ジオキサソ-3-イル、ピリミジン-2-イル、ピリミジン-5-イル、ピリジン-2-イル、ピリジン-3-イル、フルオレン-2-イル、フルオレン-7-イル、フェナントレン-2-イル、フェナントレン-7-イル、アントラセン-2-イル、アントラセン-6-イル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3-イル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-17-イル、2,3,4,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3-イル、または2,3,4,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-17-イルであり、好ましくは、シクロヘキシル、フェニル、1-ナフチル、2-ナフチル、ピリミジン-2-イル、ピリミジン-5-イル、ピリジン-2-イル、ピリジン-3-イル、フルオレン-2-イル、フルオレン-7-イル、フェナントレン-2-イル、フェナントレン-7-イルまたはアントラセン-2-イル、アントラセン-6-イルである。

10

20

環A²は、独立して、1,4-シクロヘキシレン、1,3-シクロヘキシレン、1,2-シクロヘキシレン、1,4-シクロヘキセニレン、1,4-フェニレン、1,3-フェニレン、1,2-フェニレン、ナフタレン-2,6-ジイル、ナフタレン-1,4-ジイル、デカヒドロナフタレン-2,6-ジイル、デカヒドロナフタレン-1,4-ジイル、1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-2,6-ジイル、1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-1,4-ジイル、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル、1,3-ジオキサソ-2,5-ジイル、ピリミジン-2,5-ジイル、ピリジン-2,5-ジイル、シクロペンタン-1,3-ジイル、シクロペンテン-1,3-ジイル、フルオレン-2,7-ジイル、カルバゾール-2,7-ジイル、フェナントレン-2,7-ジイル、アントラセン-2,6-ジイル、アントラセン-1,4-ジイル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3,17-ジイル、または2,3,4,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3,17-ジイルであり、好ましくは、1,4-シクロヘキシレン、1,3-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、1,3-フェニレン、ナフタレン-2,6-ジイル、ナフタレン-1,4-ジイル、ピリミジン-2,5-ジイル、ピリジン-2,5-ジイル、フルオレン-2,7-ジイル、カルバゾール-2,7-ジイル、フェナントレン-2,7-ジイルまたはアントラセン-2,6-ジイル、アントラセン-1,4-ジイルである。

30

環A³は、1,4-シクロヘキシレン、1,4-シクロヘキセニレン、1,4-フェニレン、ナフタレン-1,2-ジイル、ナフタレン-1,3-ジイル、ナフタレン-1,4-ジイル、ナフタレン-1,5-ジイル、ナフタレン-1,6-ジイル、ナフタレン-1,7-ジイル、ナフタレン-1,8-ジイル、ナフタレン-2,3-ジイル、ナフタレン-2,6-ジイル、ナフタレン-2,7-ジイル、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル、1,3-ジオキサソ-2,5-ジイル、ピリミジン-2,5-ジイル、ピリジン-2,5-ジイル、フルオレン-2,7-ジイル、フェナントレン-2,7-ジイル、アントラセン-2,6-ジイル、アントラセン-1,4-ジイル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3,17-ジイル、または2,3,4,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3,17-ジイルであり、好ましくは、1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、ナフタレン-1,2-ジイル、ナフタレン-1,3-ジイル、ナフタレン-1,4-ジイル、ナフタレン-1,5-ジイル、ナフタレン-1,6-ジイル、ナフタレン-1,

40

50

7 - ジイル、ナフタレン - 1 , 8 - ジイル、ナフタレン - 2 , 3 - ジイル、ナフタレン - 2 , 6 - ジイル、ナフタレン - 2 , 7 - ジイル、ピリミジン - 2 , 5 - ジイル、ピリジン - 2 , 5 - ジイル、フルオレン - 2 , 7 - ジイル、フェナントレン - 2 , 7 - ジイル、アントラセン - 2 , 6 - ジイル、またはアントラセン - 1 , 4 - ジイルである。

Z¹ および Z² は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この Z¹ および Z² において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O - 、 - CO - 、 - COO - 、 - OCO - 、 - CONH - 、 - NHCO - 、 - NH - または - OCOO - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、ハロゲンで置き換えられてもよいが、Z¹ および Z² の中で少なくとも 1 つは、- COO - 、 - OCO - 、 - CH = CHCOO - 、 - OCOCH = CH - 、 - CH = CHCO - または - COCH = CH - であり、a が 2 または 3 のとき、2 つの Z² は異なってもよい。

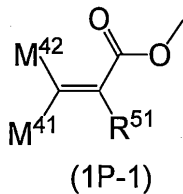
S_p¹、S_p²、S_p³ および S_p⁴ は、独立して、単結合または炭素数 1 から 12 のアルキレンであり、好ましくは、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンである。この S_p¹、S_p²、S_p³ および S_p⁴ において、少なくとも 1 つの - CH₂ - は、- O - 、 - COO - 、 - OCO - または - OCOO - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよいが、好ましくは、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き換えられてもよい。

c、d および e は、独立して、0、1、2、3 または 4 であり、c、d および e の和は、1、2、3 または 4 である。

P¹、P²、P³ および P⁴ は、独立して、重合性基であり、好ましくは式 (1P-1) で表される重合性基である。

【0058】

【化11】



【0059】

式 (1P-1) において、

M⁴¹ および M⁴² は、独立して、水素、フッ素、炭素数 1 から 5 のアルキル、または少なくとも 1 つの水素がフッ素で置き換えられた炭素数 1 から 5 のアルキルである。

R⁵¹ は、水素、フッ素、炭素数 1 から 10 のアルキル、炭素数 1 から 9 のアルコキシ、または炭素数 1 から 9 のアルコシアルキルであり、この R⁵¹ において、少なくとも 1 つの - (CH₂)₂ - は、- CH = CH - または - C C - で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き換えられてもよい。

【0060】

P¹、P²、P³ および P⁴ が式 (1P-1) で表される重合性基である場合、P¹、P²、P³ および P⁴ の少なくとも 1 つの式 (1P-1) では、R⁵¹ が、炭素数 1 から 9 のアルコシアルキルであることが好ましい。

一方で、P¹、P²、P³ および P⁴ が式 (1P-1) で表される重合性基である場合に、少なくとも 1 つの R⁵¹ は、炭素数 1 から 9 のアルコシアルキル以外の基であってもよい。このような場合、式 (1) で表される化合物としては、式 (1-A) で表される化合物が挙げられる。より好ましい化合物としては、式 (1-A-1) から (1-A-3) で表される化合物が挙げられる。

【0061】

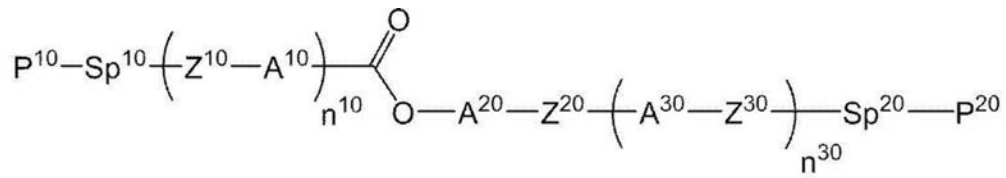
10

20

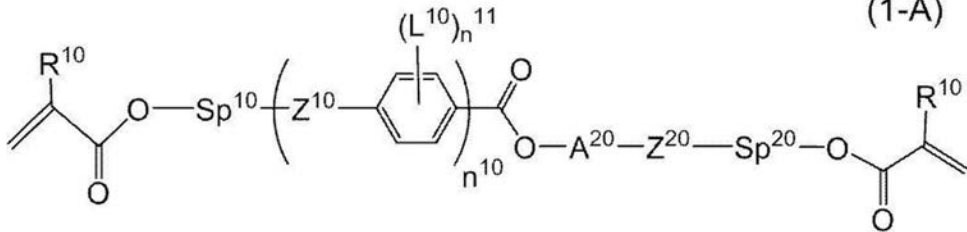
30

40

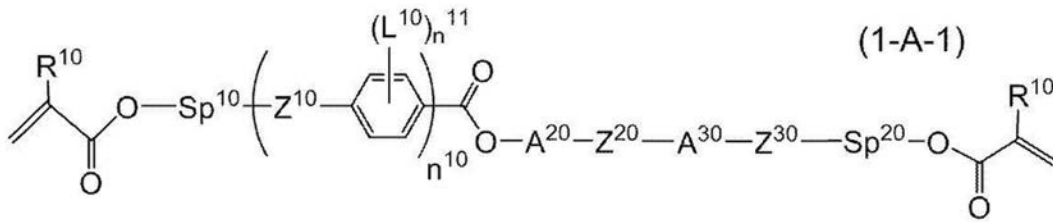
【化 1 2】



(1-A)

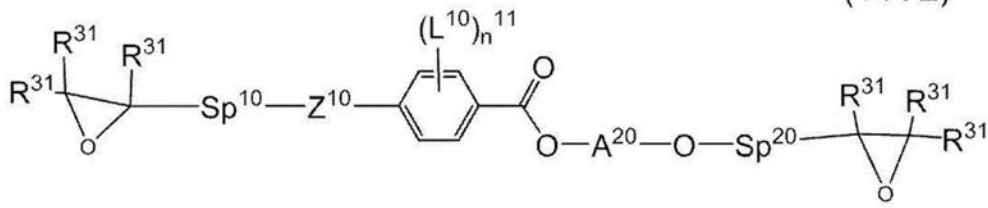


10



(1-A-2)

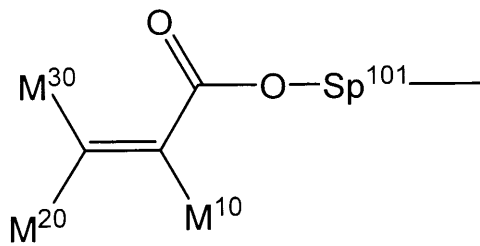
20



(1-A-3)

【 0 0 6 2】

【化 1 3】

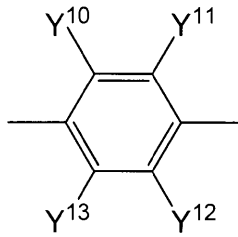


(Q-1)

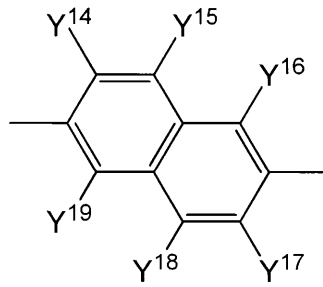
30

【 0 0 6 3】

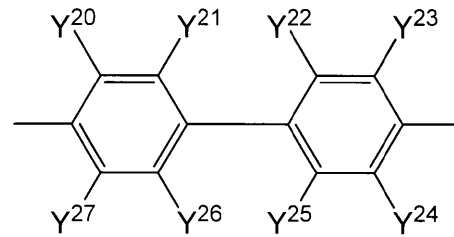
【化 1 4】



(A20-1)

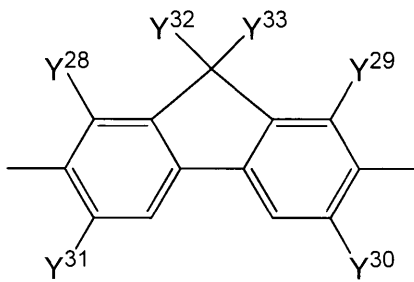


(A20-2)



(A20-3)

10



(A20-4)

20

【 0 0 6 4】

上記式において、

P^{10} および P^{20} は、独立して、重合性基であり、好ましくは、アクリロイルオキシ、メタアクリロイルオキシ、 α -フルオロアクリロイルオキシ、 α -アルコキシアクリロイルオキシ、トリフルオロメチルアクリロイルオキシ、ビニル、ビニルオキシ、またはエポキシである。

30

$S p^{10}$ および $S p^{20}$ は、独立して、単結合または炭素数 1 から 12 のアルキレンであり、このアルキレンの少なくとも 1 つの水素は、フッ素またはヒドロキシで置き換えられていてもよく、少なくとも 1 つの $-CH_2-$ は、 $-O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、または式 (Q-1) で表される基で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの $-CH_2-CH_2-$ は、 $-CH=CH-$ または $-C=C-$ で置き換えられてもよい。

式 (Q-1) において、 M^{10} 、 M^{20} および M^{30} は、独立して、水素、フッ素、炭素数 1 から 5 のアルキル、または少なくとも 1 つの水素がフッ素または塩素で置き換えられた炭素数 1 から 5 のアルキルであり、 $S p^{10}$ は、単結合または炭素数 1 から 12 のアルキレンであり、このアルキレンの少なくとも 1 つの水素は、フッ素またはヒドロキシで置き換えられていてもよく、少なくとも 1 つの $-CH_2-$ は、 $-O-$ 、 $-COO-$ または $-OCO-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの $-CH_2-CH_2-$ は、 $-CH=CH-$ または $-C=C-$ で置き換えられてもよい。

40

Z^{10} 、 Z^{20} および Z^{30} は、独立して、単結合、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-OCO-O-$ 、 $-OCO-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2-COO-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-OCH_2-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ 、 $-C=C-$ 、 $-C=C-C=C-$ 、 $-CONH-$ 、 $-NHCO-$ 、 $-(CH_2)_4-$ 、 $-CH_2CH_2-$ または $-CF_2CF_2-$ であり、好ましくは、単結合、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-OCO-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2-COO-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-OCH_2-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ 、 $-C=C-$ 、 $-C=C-C=C-$ または $-CH_2CH_2-$ である。

A^{10} および A^{30} は、独立して、1,4-フェニレン、1,4-シクロヘキシレン、

50

ピリジン - 2 , 5 - ジイル、ピリミジン - 2 , 5 - ジイル、ナフタレン - 2 , 6 - ジイル、
 ナフタレン - 1 , 5 - ジイル、テトラヒドロナフタレン - 2 , 6 - ジイル、フルオレン
 - 2 , 7 - ジイル、ピフェニレン - 4 , 4' - ジイルまたは 1 , 3 - ジオキサン - 2 , 5
 - ジイルであり、この 1 , 4 - フェニレンにおいて、少なくとも 1 つの水素は、フッ素、
 塩素、シアノ、ヒドロキシ、ホルミル、アセトキシ、アセチル、トリフルオロアセチル、
 ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、炭素数 1 から 5 のアルキル、炭素数 1 から 5 の
 アルコキシ、または $P^{10} - Sp^{10} - Z^{10}$ - で置き換えられていてもよく、このフル
 オレン - 2 , 7 - ジイルにおいて、少なくとも 1 つの水素は、フッ素、炭素数 1 から 5 の
 アルキルで置き換えられていてもよく、このピフェニレン - 4 , 4' - ジイルにおいて、
 少なくとも 1 つの水素は、フッ素、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、炭素数 1 か
 ら 5 のアルキル、または炭素数 1 から 5 のアルコキシで置き換えられていてもよく、好ま
 しい A^{10} および A^{30} は、独立して、1 , 4 - フェニレン、1 , 4 - シクロヘキシレン
 、ナフタレン - 2 , 6 - ジイル、ナフタレン - 1 , 5 - ジイル、フルオレン - 2 , 7 - ジ
 イル、またはピフェニレン - 4 , 4' - ジイルであり、この 1 , 4 - フェニレンにおいて
 、少なくとも 1 つの水素は、フッ素、シアノ、ヒドロキシ、アセトキシ、アセチル、トリ
 フルオロアセチル、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、炭素数 1 から 5 のアルキル
 、または炭素数 1 から 5 のアルコキシで置き換えられていてもよく、このフルオレン - 2
 , 7 - ジイルにおいて、少なくとも 1 つの水素は、フッ素、炭素数 1 から 5 のアルキルで
 置き換えられていてもよく、このピフェニレン - 4 , 4' - ジイルにおいて、少なくとも
 1 つの水素は、フッ素、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、炭素数 1 から 5 のアル
 キル、または炭素数 1 から 5 のアルコキシで置き換えられていてもよい。

A^{20} は、式 (A 20 - 1) で表される基、ピリジン - 2 , 5 - ジイル、ピリミジン -
 2 , 5 - ジイル、式 (A 20 - 2) で表される基、ナフタレン - 1 , 5 - ジイル、式 (A
 20 - 3) で表される基または式 (A 20 - 4) で表される基であり、好ましくは、式 (A
 20 - 1) で表される基、式 (A 20 - 2) で表される基、式 (A 20 - 3) で表され
 る基または式 (A 20 - 4) で表される基であり、より好ましくは、式 (A 20 - 1) で
 表される基、式 (A 20 - 3) で表される基または式 (A 20 - 4) で表される基である

式 (A 20 - 1) において、 Y^{10} 、 Y^{11} 、 Y^{12} および Y^{13} は、独立して、水素
 、フッ素、塩素、シアノ、ヒドロキシ、ホルミル、アセトキシ、アセチル、トリフルオロ
 アセチル、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、炭素数 1 から 5 のアルキル、または
 炭素数 1 から 5 のアルコキシであるが、 Y^{10} と Y^{13} の少なくとも一方は、水素である
 。好ましい Y^{10} 、 Y^{11} 、 Y^{12} および Y^{13} は、独立して、水素、フッ素、塩素、シ
 アノ、ヒドロキシ、ホルミル、アセトキシ、アセチル、トリフルオロアセチル、ジフルオ
 ロメチル、トリフルオロメチル、炭素数 1 から 5 のアルキル、または炭素数 1 から 5 のアル
 コキシであるが、 Y^{10} と Y^{13} の少なくとも一方は、水素である。より好ましい Y^{10}
 Y^{11} 、 Y^{12} および Y^{13} は、独立して、水素、フッ素、ヒドロキシ、ジフルオロ
 メチル、トリフルオロメチル、炭素数 1 から 5 のアルキル、または炭素数 1 から 5 のアル
 コキシであるが、 Y^{10} と Y^{13} の少なくとも一方は、水素である。

式 (A 20 - 2) において、 Y^{14} 、 Y^{15} 、 Y^{16} 、 Y^{17} 、 Y^{18} および Y^{19} は
 、独立して、水素、フッ素、炭素数 1 から 5 のアルキル、または炭素数 1 から 5 のアルコ
 キシであるが、 Y^{14} と Y^{19} の少なくとも一方は、水素である。

式 (A 20 - 3) において、 Y^{20} 、 Y^{21} 、 Y^{22} 、 Y^{23} 、 Y^{24} 、 Y^{25} 、 Y^{26}
 Y^{27} および Y^{28} は、独立して、水素、フッ素、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、
 炭素数 1 から 5 のアルキル、または炭素数 1 から 5 のアルコキシであるが、 Y^{20} と Y^{28}
 Y^{27} の少なくとも一方は、水素である。

式 (A 20 - 4) において、 Y^{28} 、 Y^{29} 、 Y^{30} 、 Y^{31} 、 Y^{32} および Y^{33} は
 、独立して、水素、フッ素、炭素数 1 から 5 のアルキルであるが、 Y^{28} と Y^{31} の少な
 くとも一方は、水素である。

式 (1 - A) において、 n^{10} および n^{30} は、独立して、0、1、2 または 3 である

。

式(1-A-1)から式(1-A-3)において、

R^{10} は、独立して、水素、フッ素、またはメチルであり、好ましくは、水素またはメチルである。

R^{31} は、独立して、水素またはメチルであり、好ましくは、水素である。

L^{10} は、独立して、水素、フッ素、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、炭素数1から5のアルキル、炭素数1から5のアルコキシまたは $P^{10}-Sp^{10}-Z^{10}$ であり、好ましくは、水素、フッ素、トリフルオロメチル、炭素数1から5のアルキル、または炭素数1から5のアルコキシである。

n^{10} は、0、1、2または3である。

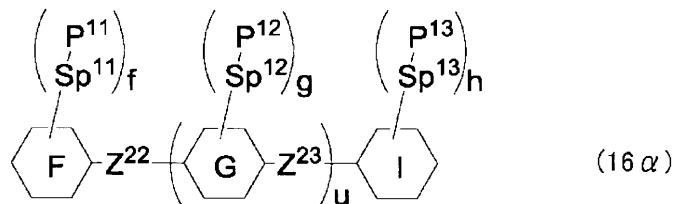
n^{11} は、独立して、0、1、2、3または4であり、好ましくは、0、1または2であり、より好ましくは、0または1である。

【0065】

式(16)で表される化合物。

【0066】

【化15】



【0067】

式(16)において、

環Fおよび環Iは、独立して、シクロヘキシル、シクロヘキセニル、フェニル、1-ナフチル、2-ナフチル、テトラヒドロピラン-2-イル、テトラヒドロピラン-3-イル、1,3-ジオキサン-2-イル、1,3-ジオキサン-3-イル、ピリミジン-2-イル、ピリジン-2-イル、ピリミジン-5-イル、フルオレン-2-イル、フルオレン-7-イル、フェナントレン-2-イル、フェナントレン-7-イル、アントラセン-2-イル、アントラセン-6-イル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3-イル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-17-イル、2,3,4,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3-イル、または2,3,4,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17-テトラデカヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-17-イルであり、この環Fおよび環Iにおいて、少なくとも1つの水素は、フッ素、塩素、炭素数1から12のアルキル、炭素数1から12のアルコキシ、または少なくとも1つの水素がフッ素または塩素で置き換えられた炭素数1から12のアルキルで置き換えられてもよい。

環Gは、独立して、1,4-シクロヘキシレン、1,3-シクロヘキシレン、1,2-シクロヘキシレン、1,4-シクロヘキセニレン、1,4-フェニレン、1,3-フェニレン、1,2-フェニレン、ナフタレン-1,2-ジイル、ナフタレン-1,3-ジイル、ナフタレン-1,4-ジイル、ナフタレン-1,5-ジイル、ナフタレン-1,6-ジイル、ナフタレン-1,7-ジイル、ナフタレン-1,8-ジイル、ナフタレン-2,3-ジイル、ナフタレン-2,6-ジイル、ナフタレン-2,7-ジイル、テトラヒドロピラン-2,5-ジイル、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル、フルオレン-2,7-ジイル、カルバゾール-2,7-ジイル、フェナントレン-2,7-ジイル、アントラセン-2,6-ジイル、アントラセン-1,4-ジイル、ペルヒドロシクロペンタ[a]フェナントレン-3,17-ジイル、ピリミジン-2,5-ジイルまたはピリジン-2,5-ジイルであり、この環Gにおいて、少なくとも1つの水素は、フッ素、塩素、炭素数1から12のアルキル、炭素数1から12のアルコキシ、または少なくとも1つの水素がフッ

10

20

30

40

50

素または塩素で置き換えられた炭素数 1 から 12 のアルキルで置き換えられてもよい。

Z^{22} および Z^{23} は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この Z^{22} および Z^{23} において、少なくとも 1 つの $-CH_2-$ は、 $-O-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの $-(CH_2)_2-$ は、 $-CH=CH-$ 、 $-C-C-$ 、 $-C(CH_3)=CH-$ 、 $-CH=C(CH_3)-$ または $-C(CH_3)=C(CH_3)-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよい。

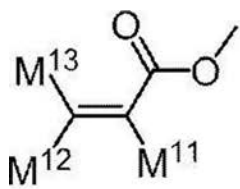
P^{11} 、 P^{12} および P^{13} は、独立して、重合性基である。

好ましい P^{11} 、 P^{12} または P^{13} は、式 (P-1) から式 (P-7) で表される基の群から選択される重合性基である。より好ましい P^{11} 、 P^{12} または P^{13} は、式 (P-1)、式 (P-2)、式 (P-3) または式 (P-6) で表される基である。さらに好ましい P^{11} 、 P^{12} または P^{13} は、式 (P-1) で表される基である。

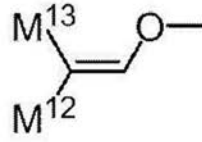
10

【0068】

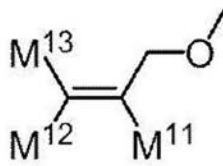
【化16】



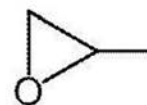
(P-1)



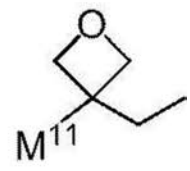
(P-2)



(P-3)

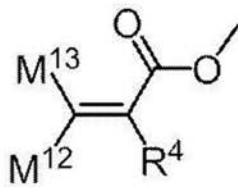


(P-4)

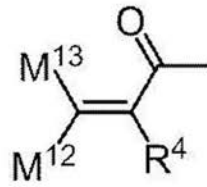


(P-5)

20



(P-6)



(P-7)

【0069】

式 (P-1) から式 (P-7) において、

M^{11} 、 M^{12} 、および M^{13} は、独立して、水素、フッ素、炭素数 1 から 5 のアルキル、または少なくとも 1 つの水素がフッ素または塩素で置き換えられた炭素数 1 から 5 のアルキルである。好ましい M^{11} 、 M^{12} または M^{13} は、反応性を上げるために水素またはメチルである。さらに好ましい M^{11} は、メチルであり、さらに好ましい M^{12} または M^{13} は、水素である。

R^4 は、炭素数 1 から 10 のアルキル、炭素数 1 から 9 のアルコキシ、または炭素数 1 から 9 のアルコシアルキルであり、この R^4 において、少なくとも 1 つの $-(CH_2)_2-$ は、 $-CH=CH-$ または $-C-C-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよいが、好ましくは、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き換えられてもよい。

40

特に好ましい P^{11} 、 P^{12} または P^{13} は、 $-OCO-CH=CH_2$ 、 $-OCO-C(CH_3)=CH_2$ 、 $-OCO-C(F)=CH_2$ または $-OCO-C(CH_2COCH_3)=CH_2$ である。

【0070】

式 (16) において、

Sp^{11} 、 Sp^{12} および Sp^{13} は、独立して、単結合または炭素数 1 から 10 のアルキレンであり、この Sp^{11} 、 Sp^{12} および Sp^{13} において、少なくとも 1 つの $-CH_2-$ は、 $-O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ または $-COOO-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの $-(CH_2)_2-$ は、 $-CH=CH-$ または $-C-C-$ で置き換え

50

られてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよい。

uは、0、1または2である。

f、gおよびhは、独立して、0、1、2、3または4であり、f、gおよびhの和は、2以上である。

【0071】

式(16)で表される化合物の中で好ましい化合物として、化合物(16-A)が挙げられる。

化合物(16-A)は、式(16)で表される化合物のうち、以下の条件を満たすものである。

uは、0または1である。

10

uが0のとき、

環Fおよび環Iは、シクロヘキシルであり、この環Fおよび環Iにおいて、少なくとも1つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよい。

Z²²は、単結合である。

uが1のとき、

環Fおよび環Iは、シクロヘキシル、シクロヘキセニル、フェニル、1-ナフチル、2-ナフチル、テトラヒドロピラン-2-イル、テトラヒドロピラン-3-イル、1,3-ジオキサン-2-イル、1,3-ジオキサン-3-イル、ピリミジン-2-イル、ピリミジン-5-イル、ピリジン-2-イル、またはピリジン-3-イルである。

環Gは、1,4-シクロヘキシレンである。

20

この環F、環Gおよび環Iにおいて、少なくとも1つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよい。

Z²²およびZ²³は、独立して、単結合または炭素数1から10のアルキレンであり、このZ²²およびZ²³において、少なくとも1つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよいが、Z²²とZ²³の少なくとも一方は、単結合である。

【0072】

1-2. 化合物(1)および化合物(16)の態様

1-2-1. 化合物(1)の態様

化合物(1)は、ラジカル重合性の重合性基を有する。化合物(1)は、紫外線照射により系内にラジカルが生じると、重合性基が反応し、重合体となる。また、前記のように、-アルコキシアルキルアクリレート構造は、基板表面と非共有結合的に相互作用する傾向があるので有用である。用途の一つは、液晶表示素子に使われる液晶組成物用の添加物である。化合物(1)は液晶化合物を配向させる重合体形成の目的で添加される。このような添加物は、液晶組成物への高い溶解度を有し、素子に密閉された条件下では化学的に安定であることが好ましい。化合物(1)は、このような特性をかなりの程度で充足する。

30

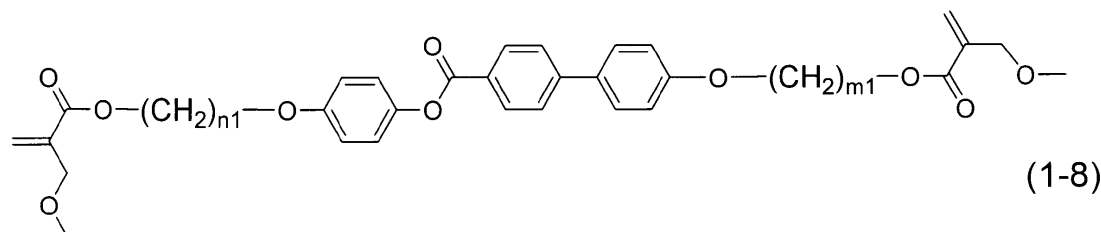
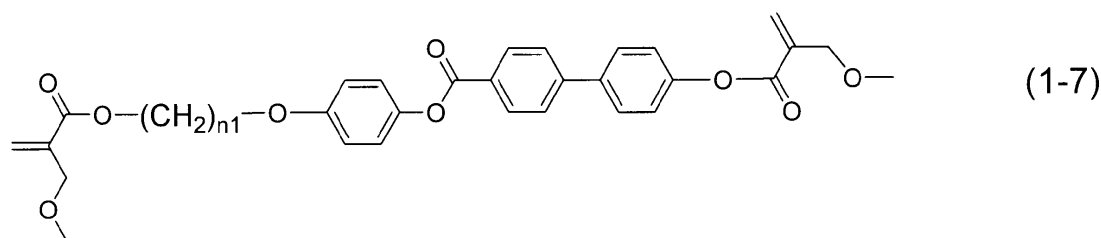
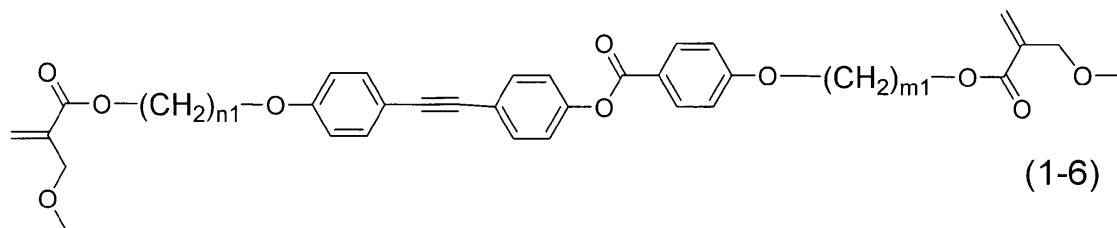
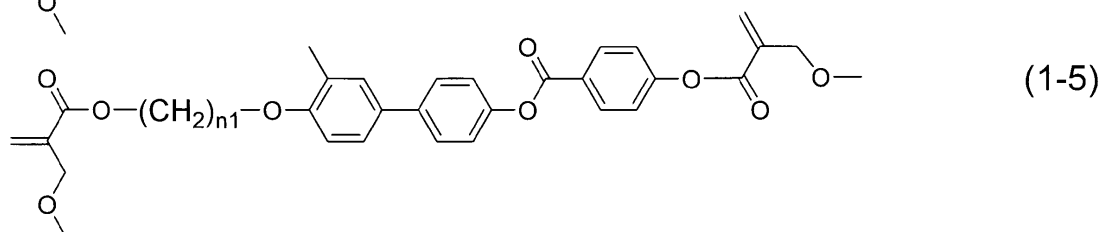
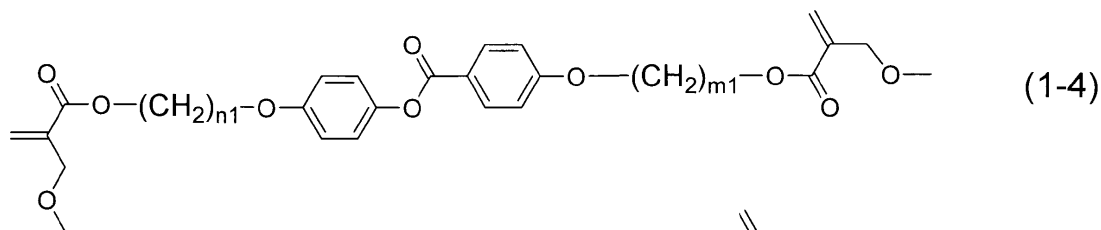
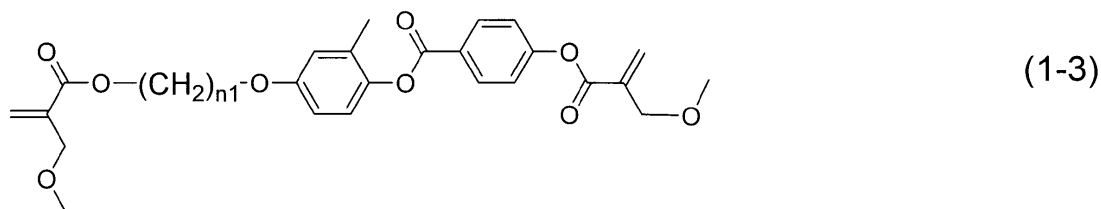
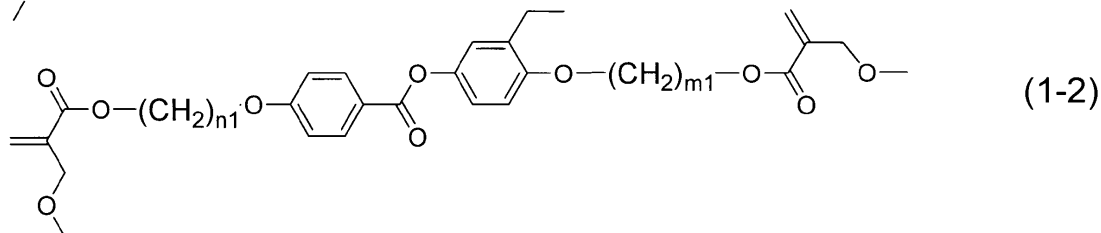
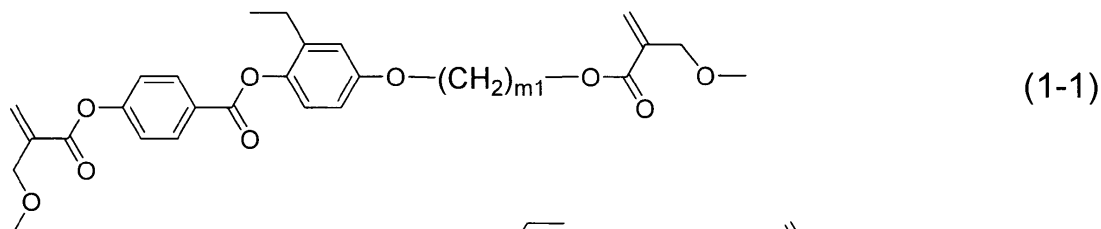
【0073】

化合物(1)の好ましい例について説明をする。好ましい化合物(1)は、下記のように、化合物(1-1)から化合物(1-75)である。下記化合物におけるn1およびm1は、独立して、2から8の整数であり、好ましくは、2から6であり、より好ましくは、2から4である。R¹⁰は、独立して、水素、メチル、フッ素またはトリフルオロメチルであり、好ましくは、水素、メチルまたはフッ素である。また、化合物(1)は、単独で用いてもよく、2種類以上を併用してもよい。

40

【0074】

【化 1 7】



10

20

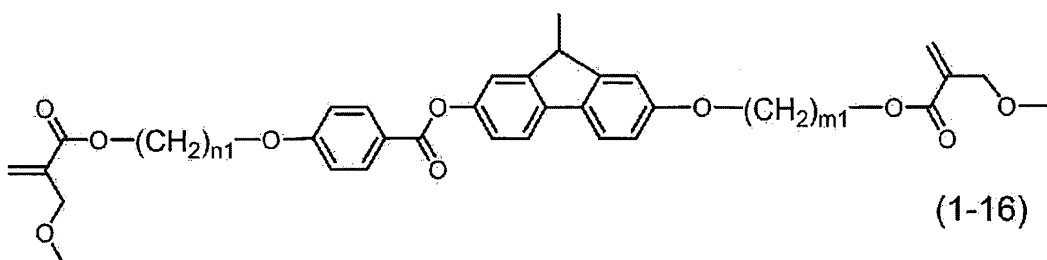
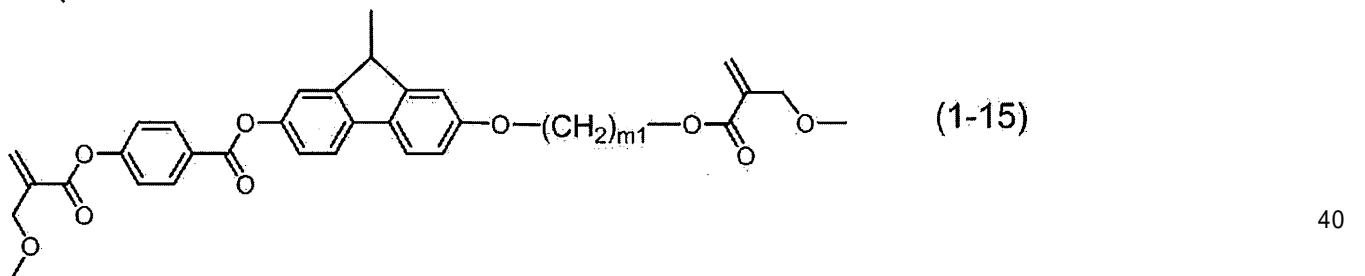
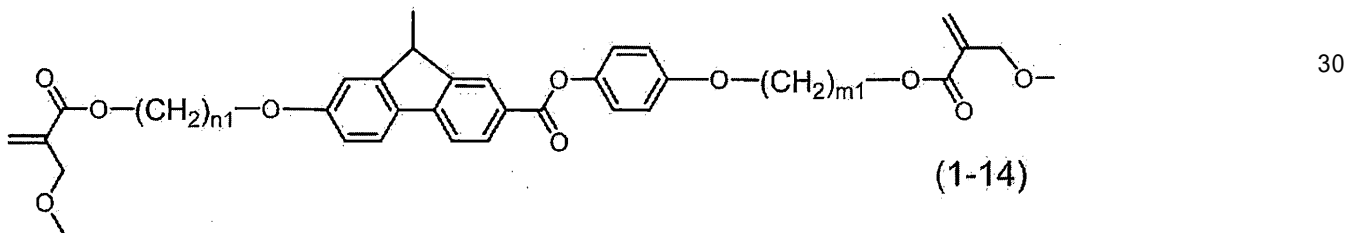
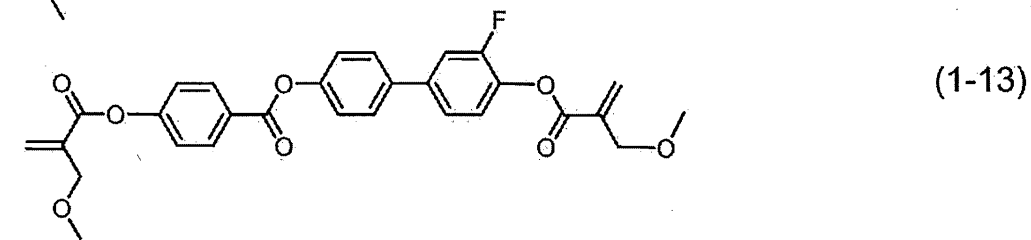
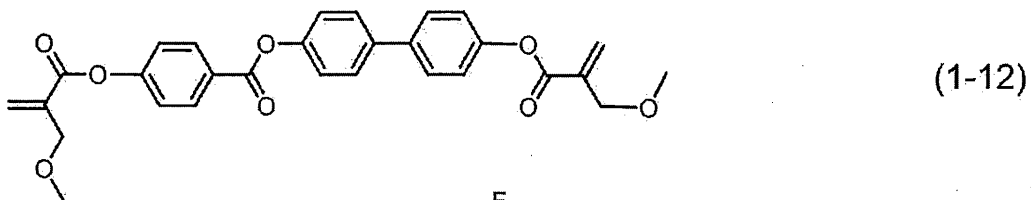
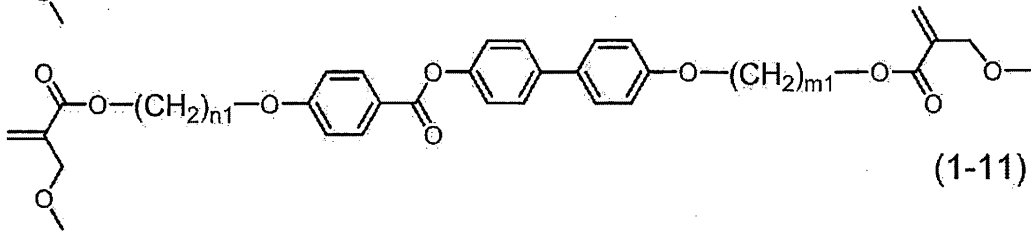
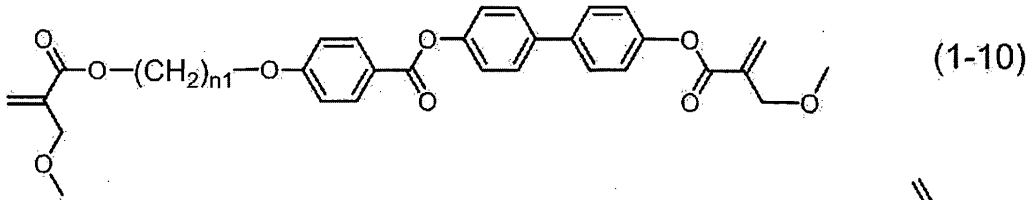
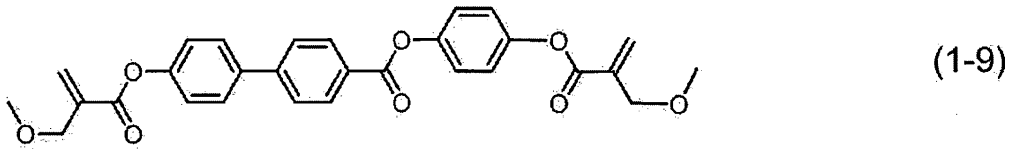
30

40

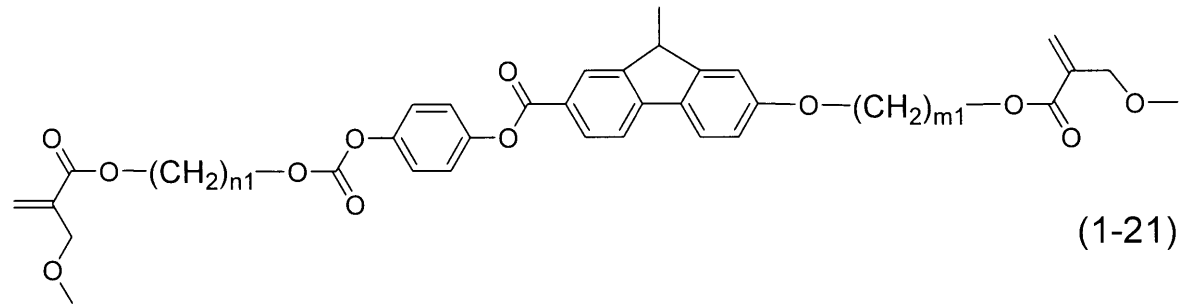
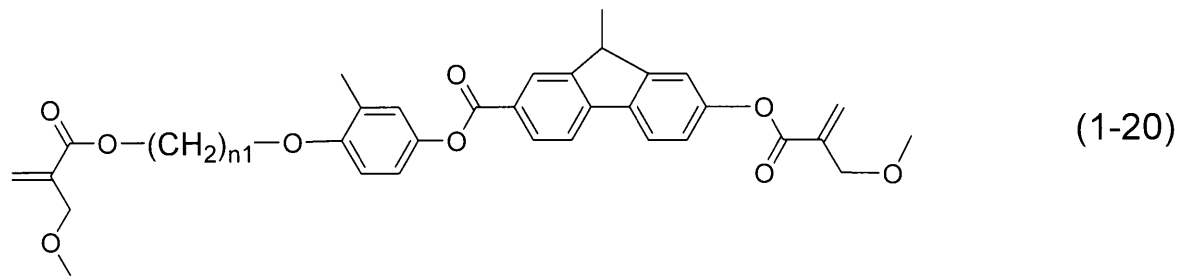
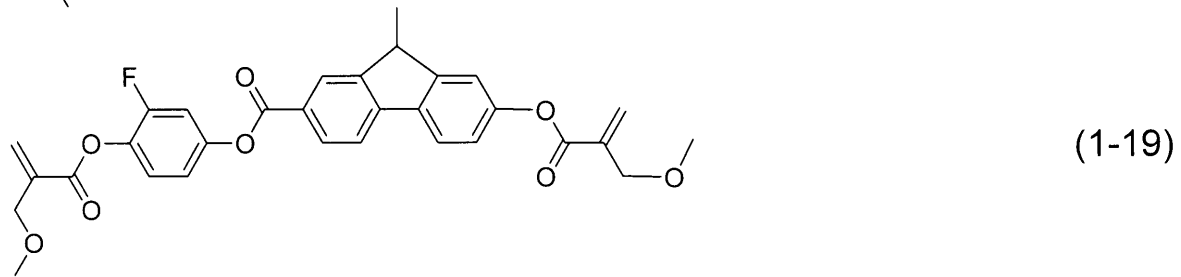
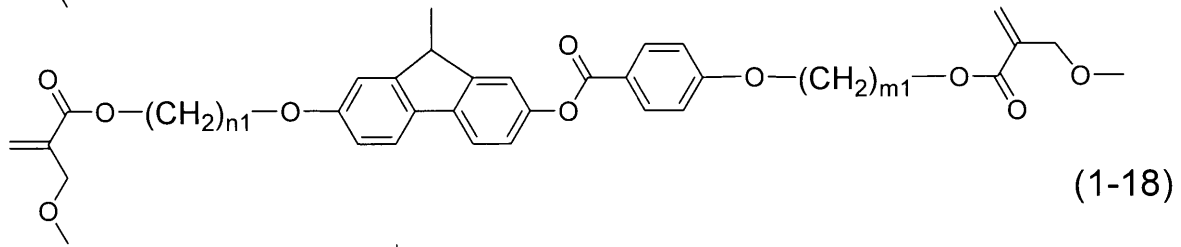
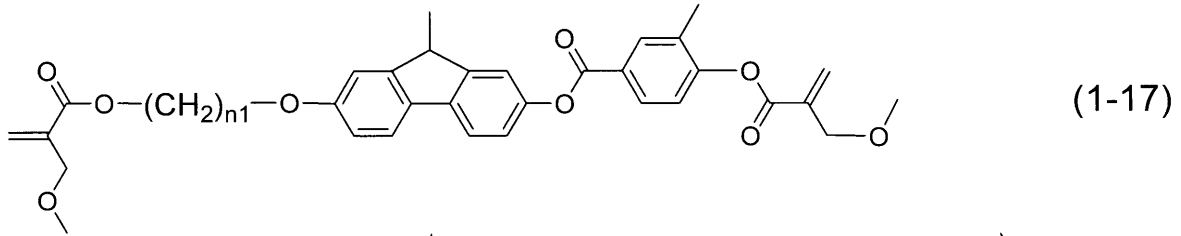
【 0 0 7 5 】

50

【化 1 8】



【化 1 9】



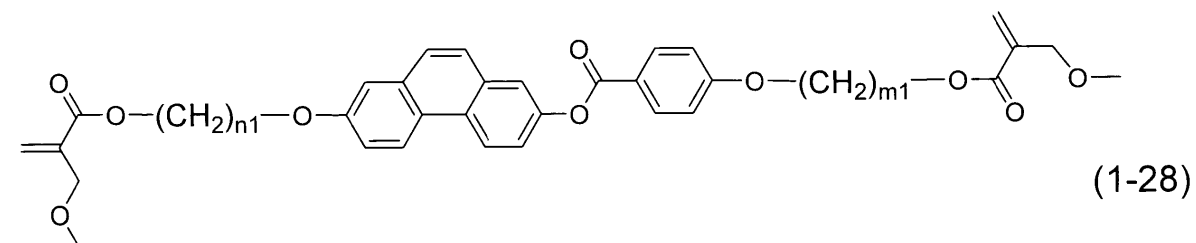
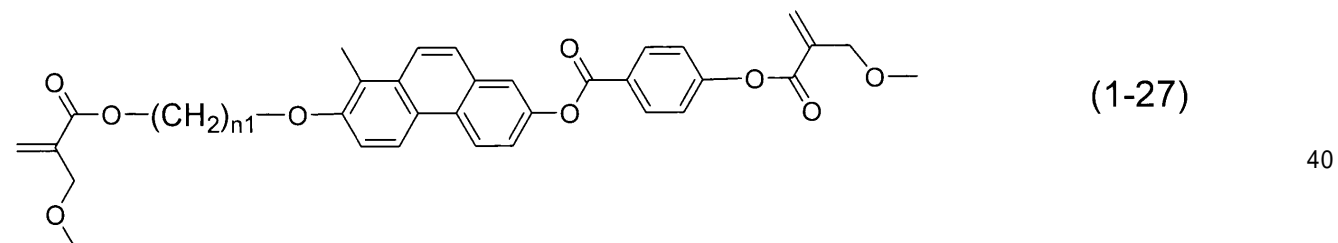
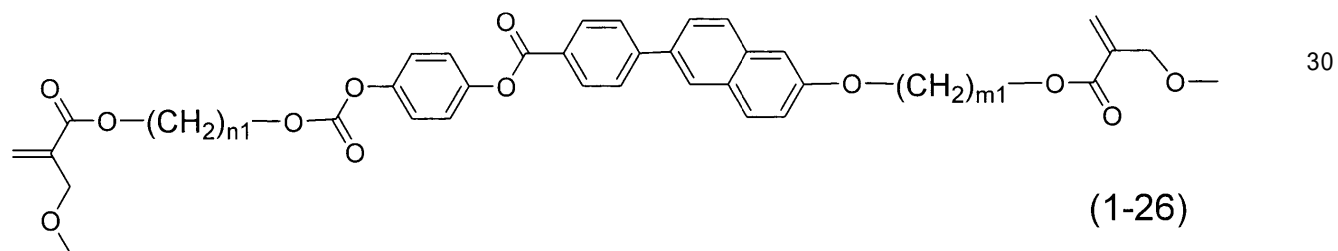
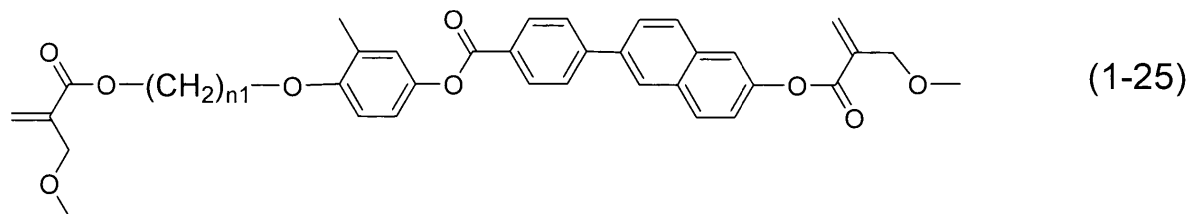
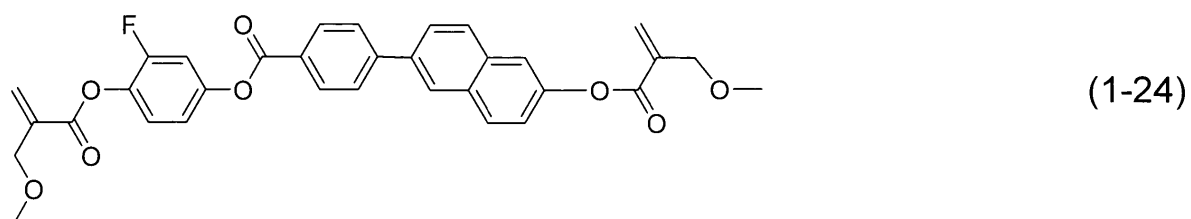
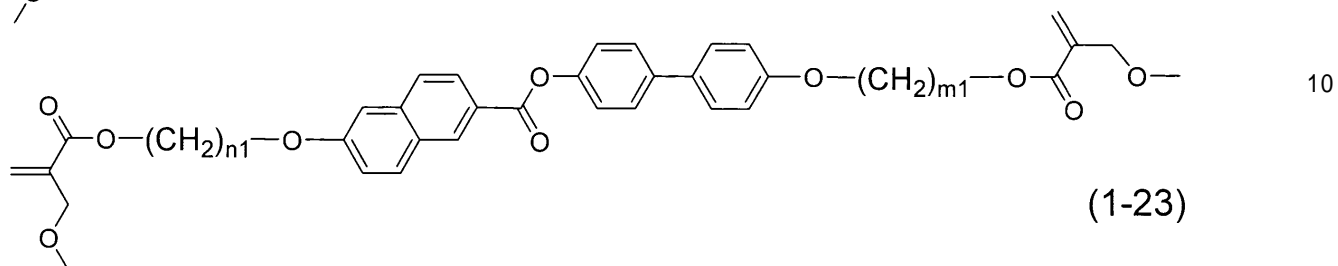
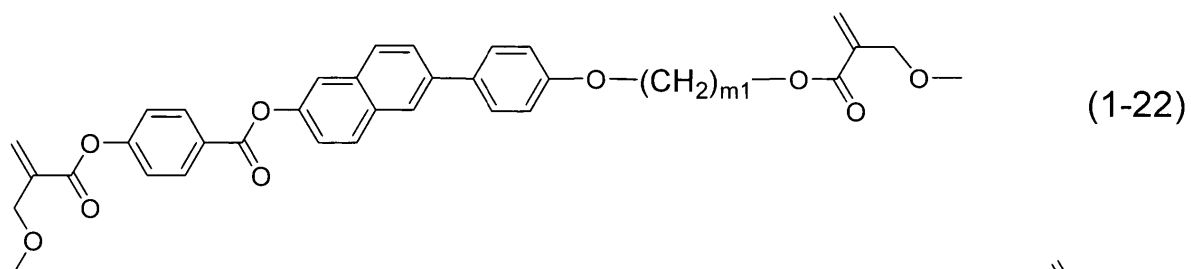
【 0 0 7 7 】

10

20

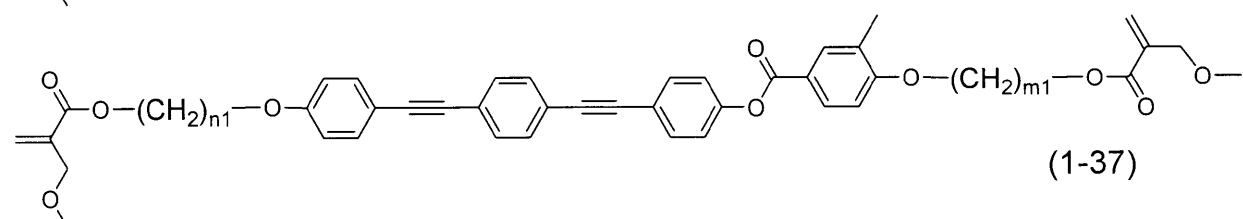
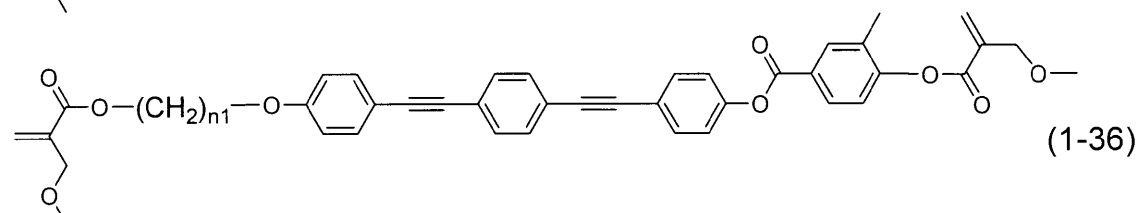
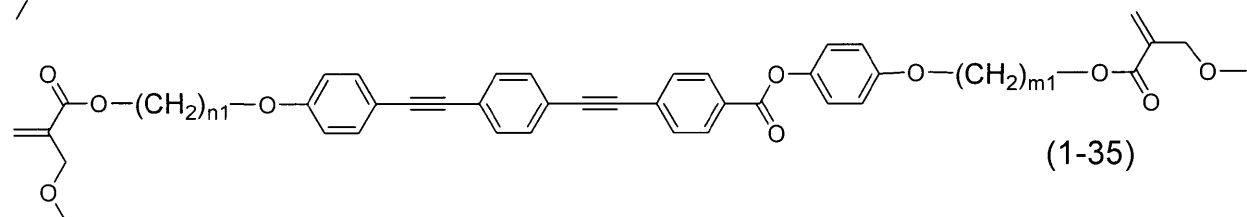
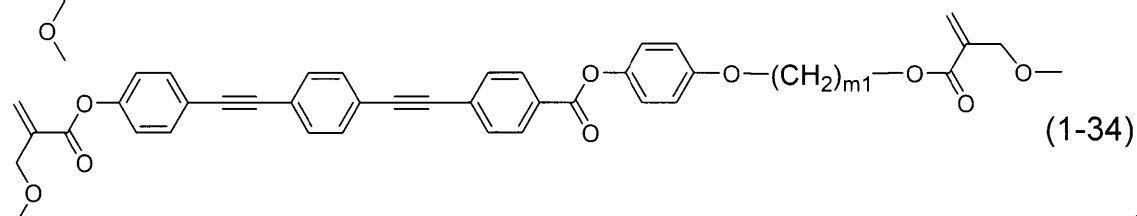
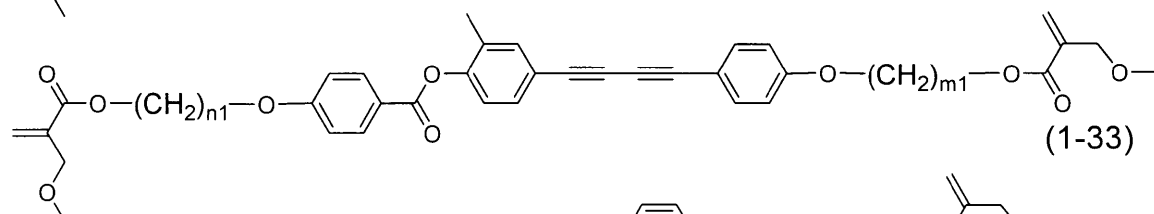
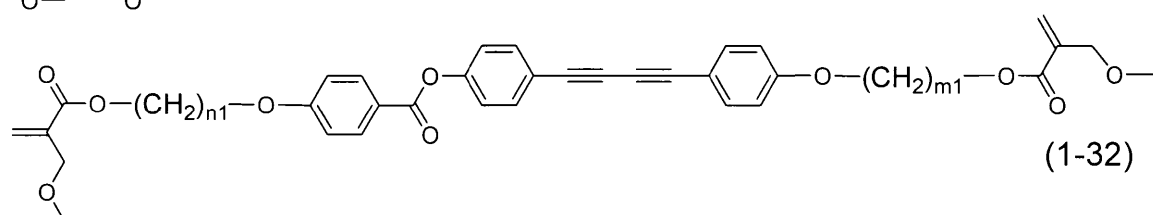
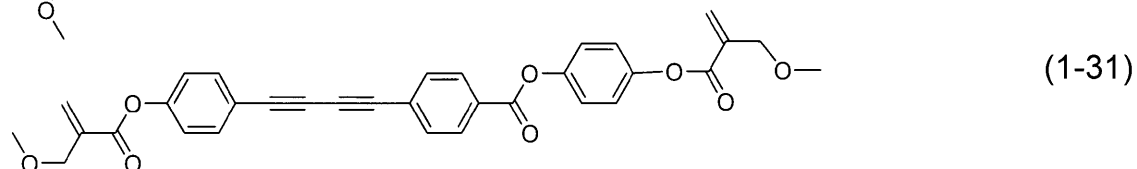
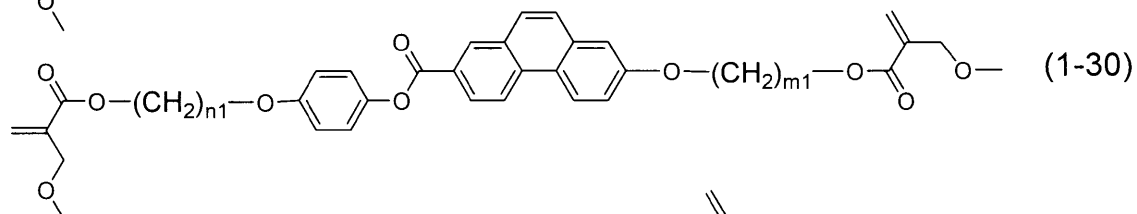
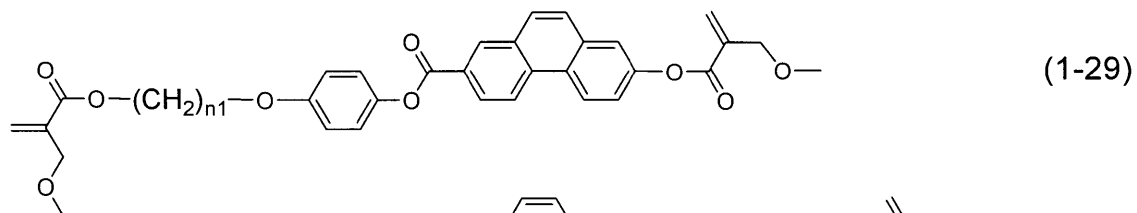
30

【化 2 0】



【 0 0 7 8】

【化 2 1】



【 0 0 7 9 】

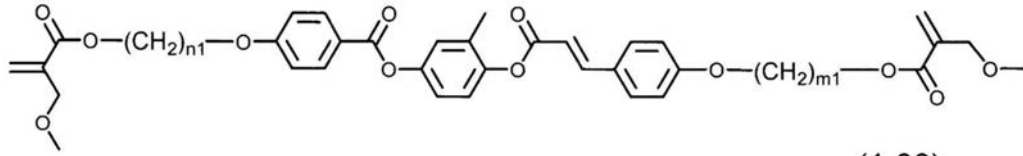
10

20

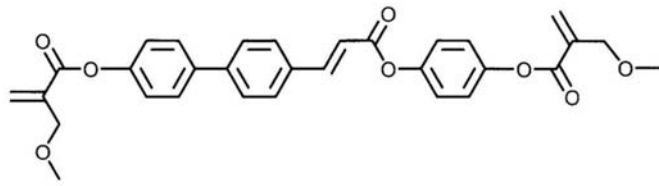
30

40

【化 2 2】

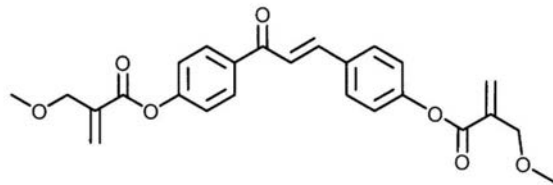


(1-38)

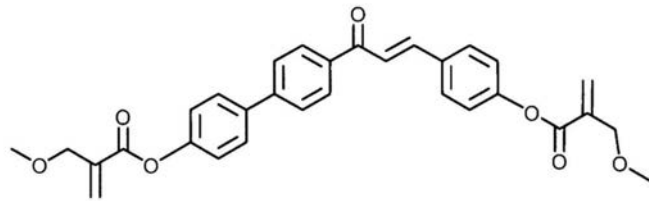


(1-39)

10



(1-40)

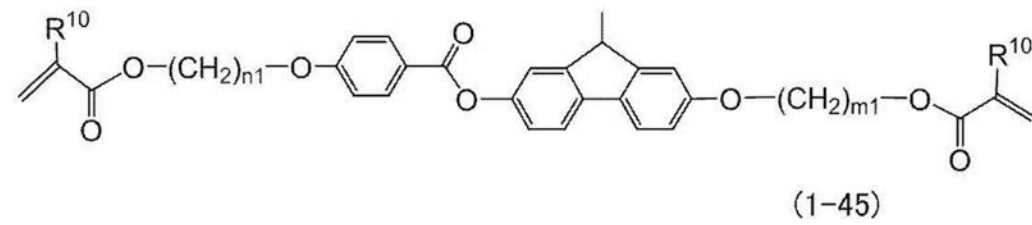
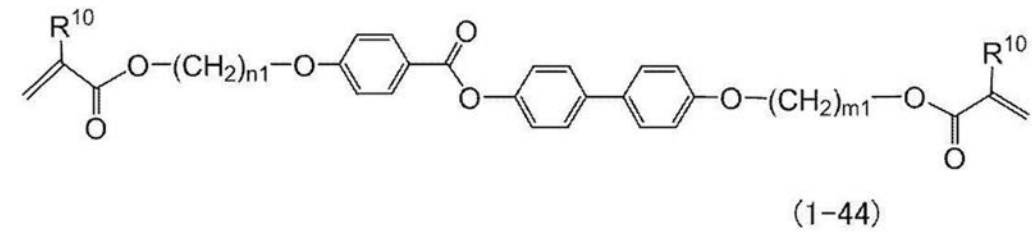
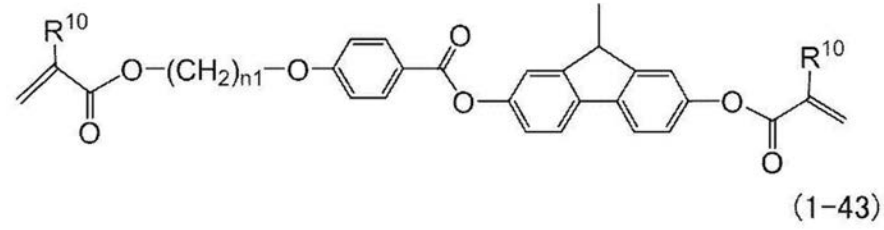
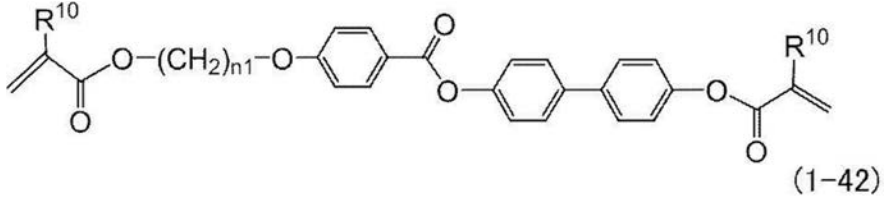


(1-41)

20

【 0 0 8 0 】

【化 2 3】

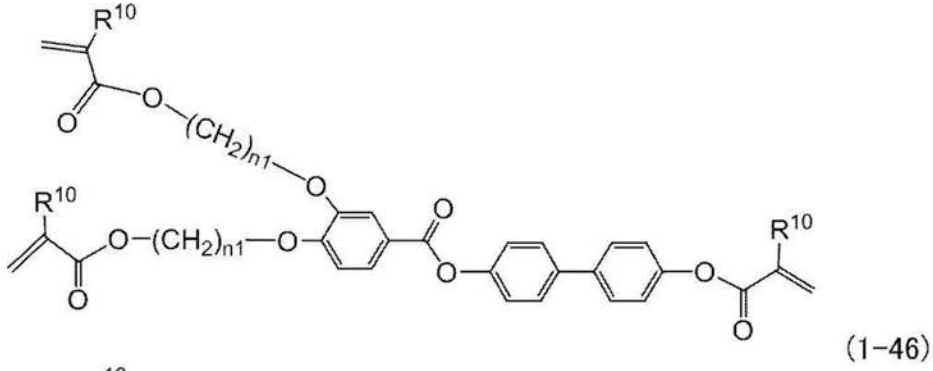


【 0 0 8 1 】

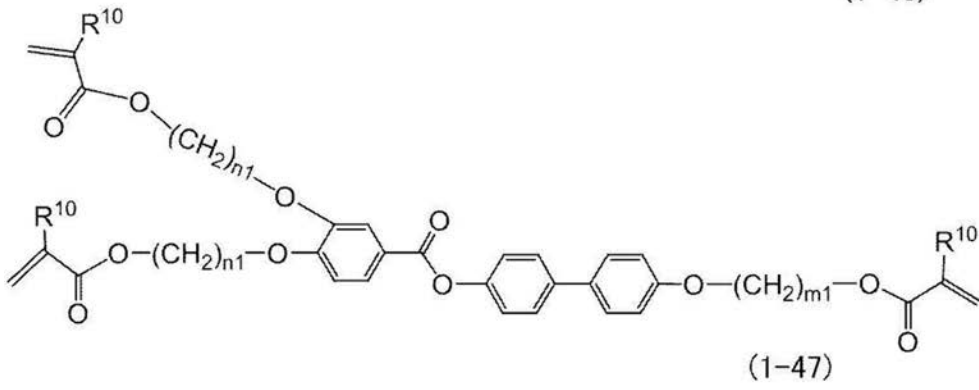
10

20

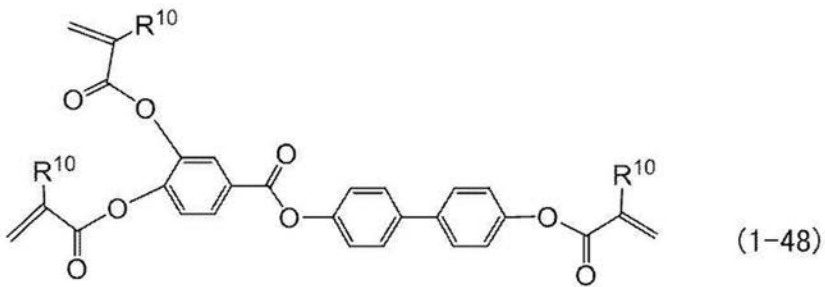
【化 2 4】



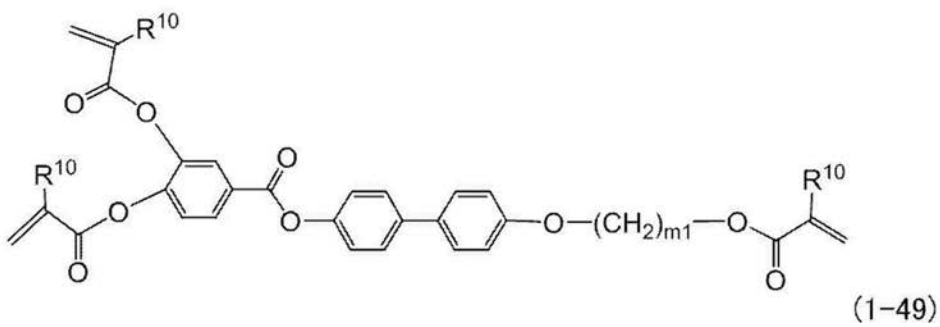
10



20

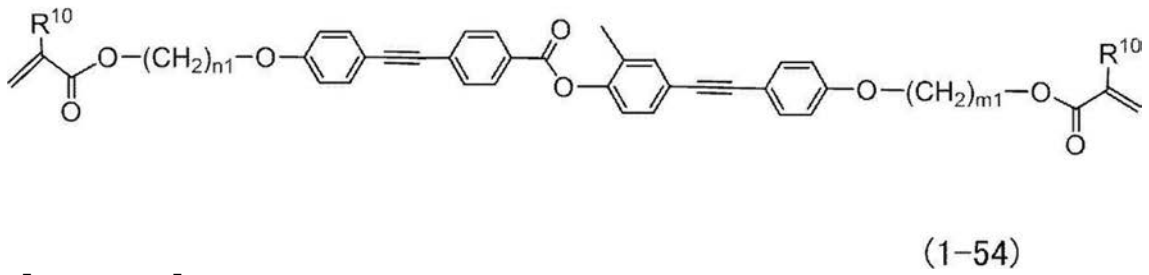
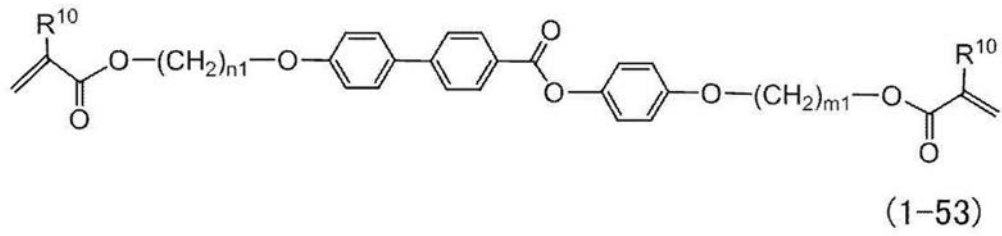
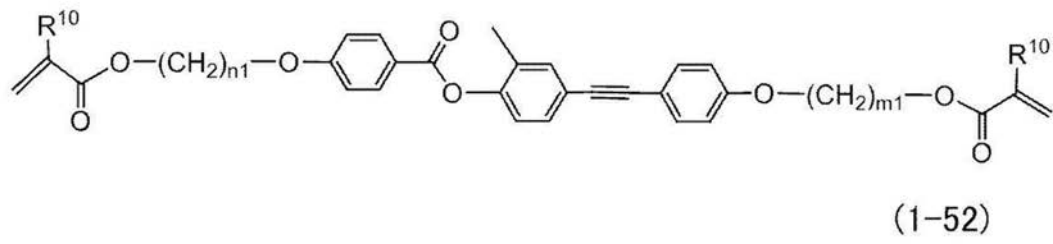
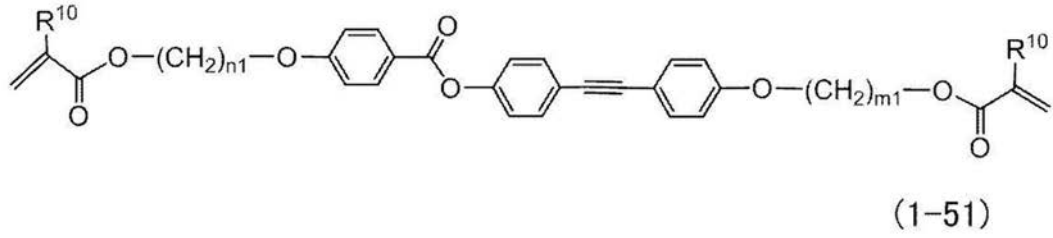
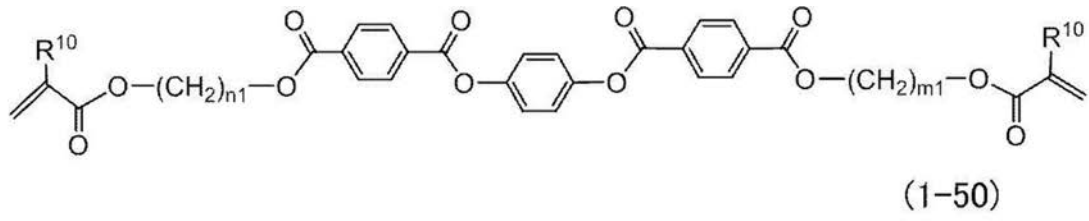


30



【 0 0 8 2 】

【化 2 5】



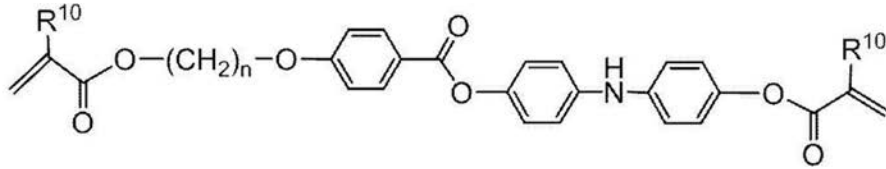
【 0 0 8 3 】

10

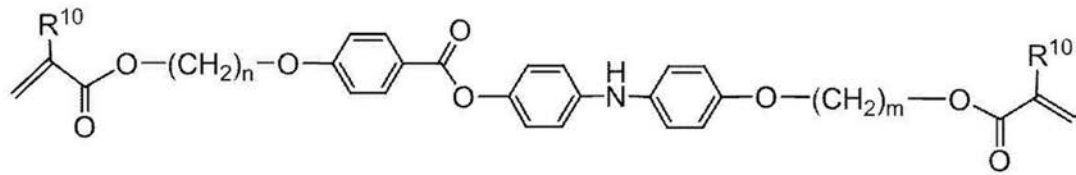
20

30

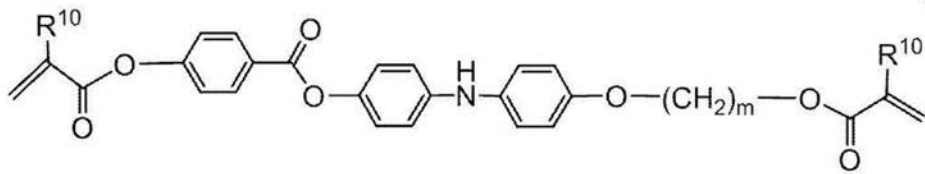
【化 2 6】



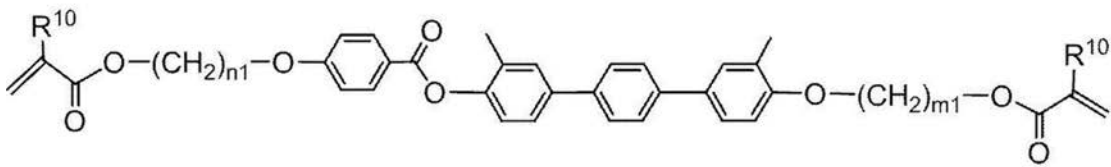
(1-55)



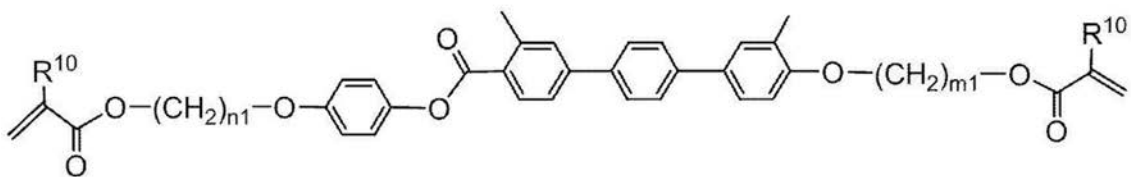
(1-56)



(1-57)



(1-58)



(1-59)

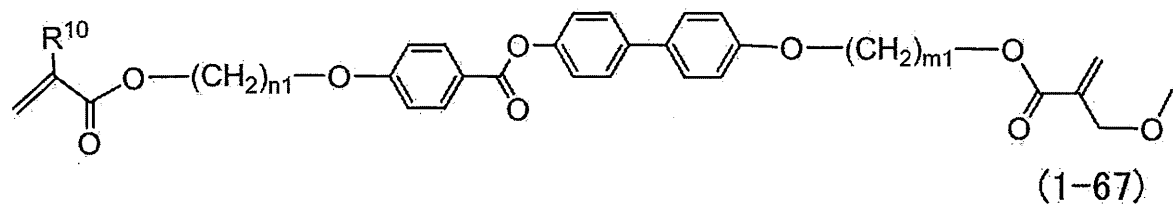
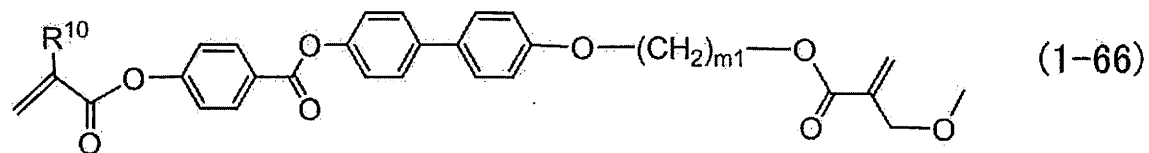
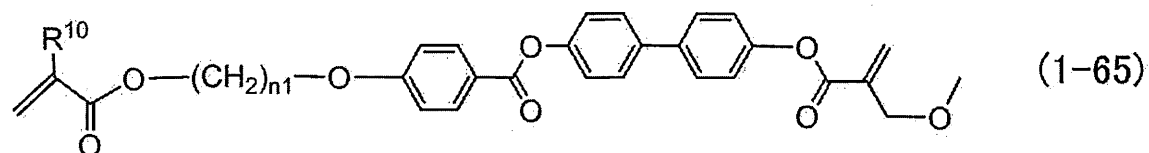
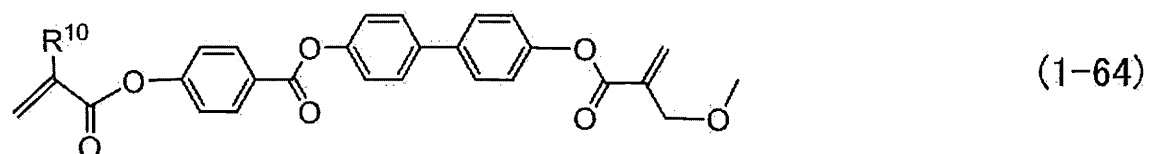
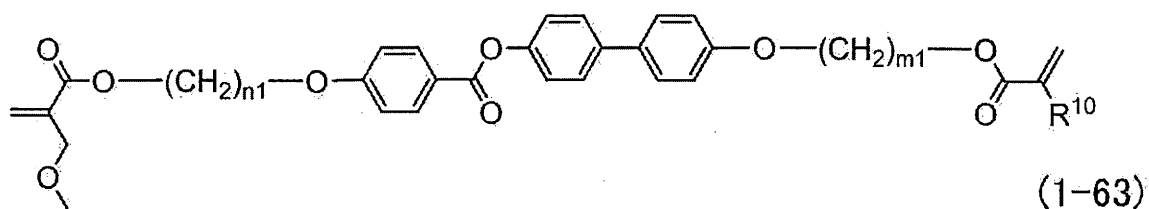
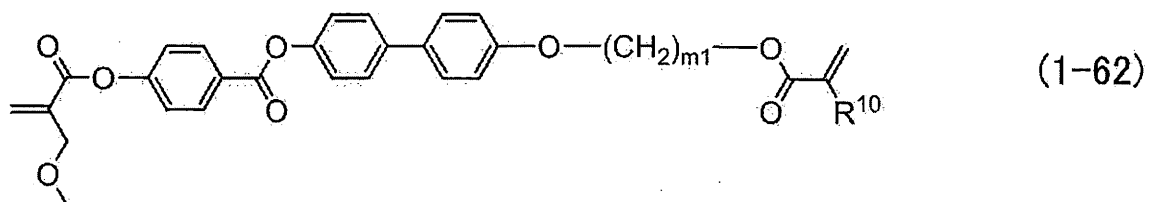
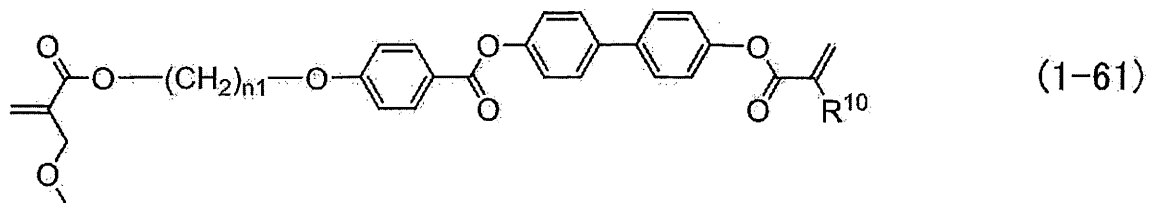
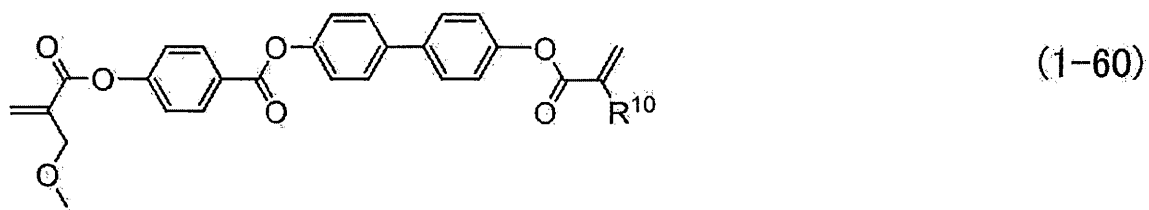
【 0 0 8 4 】

10

20

30

【化 2 7】



【 0 0 8 5 】

10

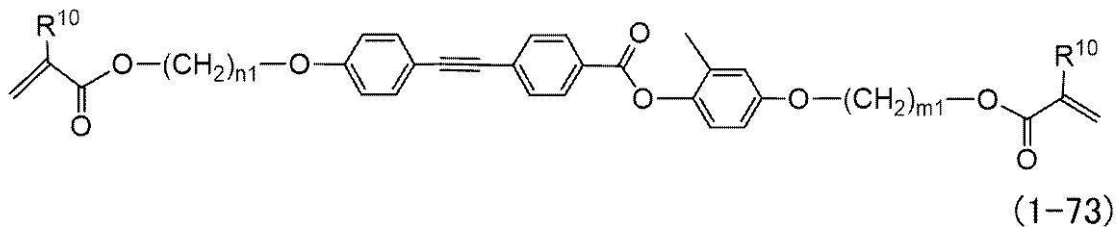
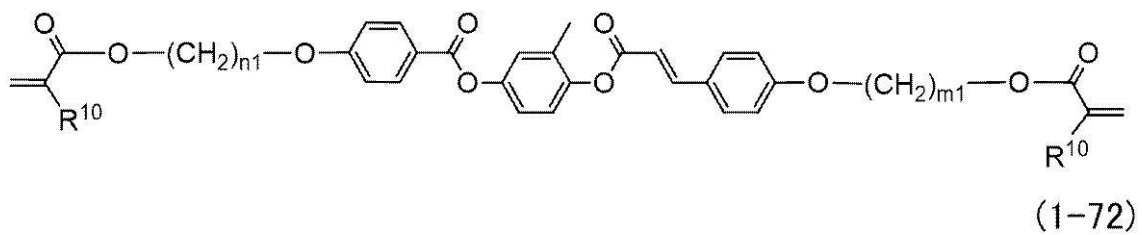
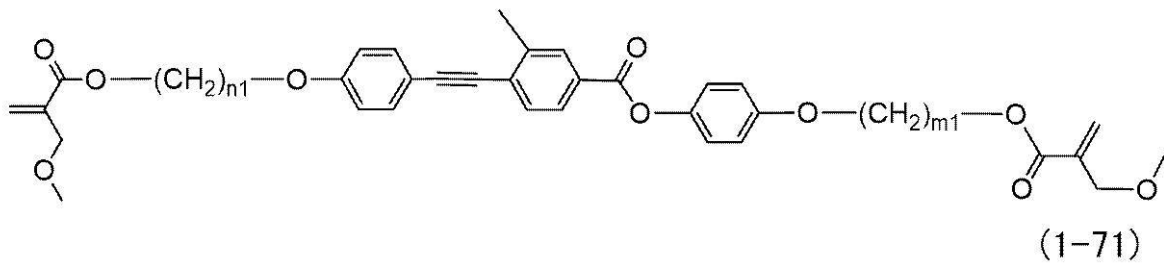
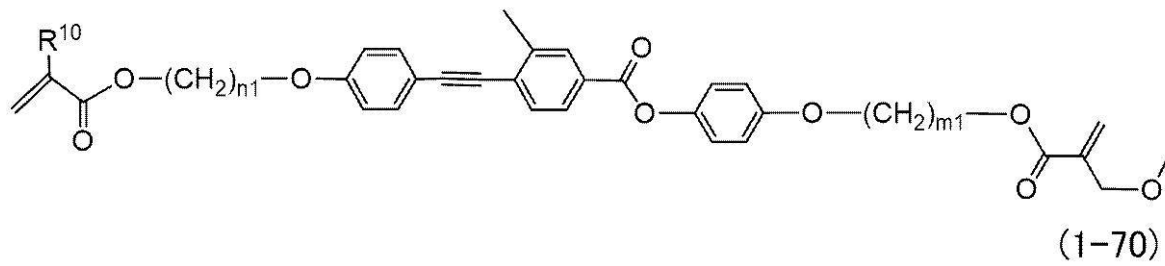
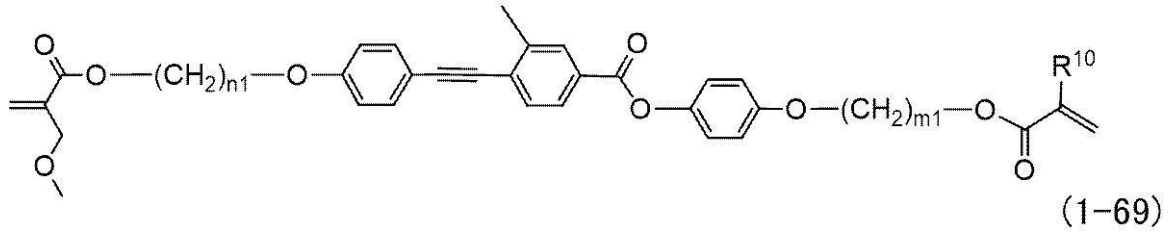
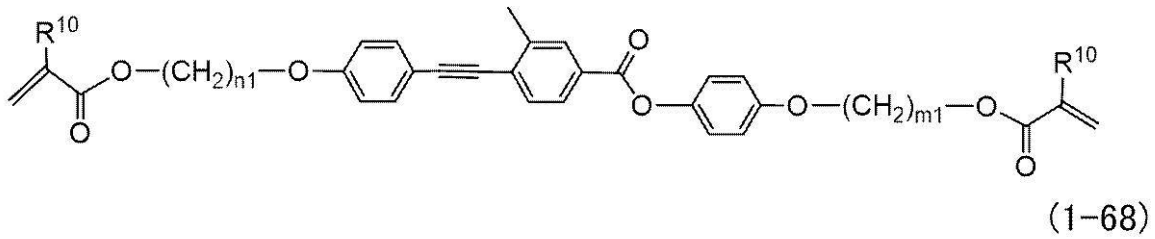
20

30

40

50

【化 2 8】



【 0 0 8 6 】

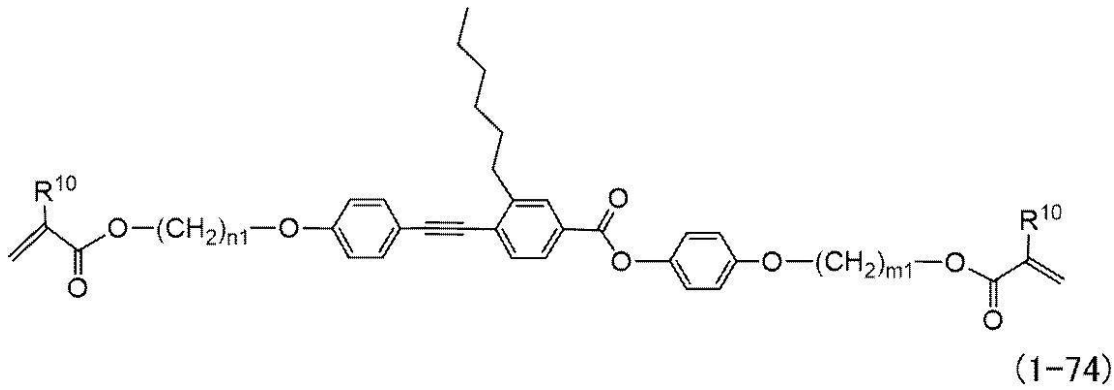
10

20

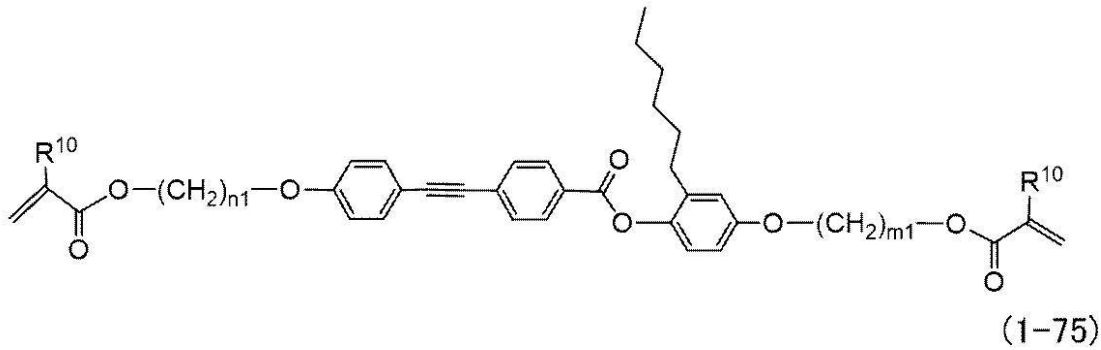
30

40

【化 2 9】



10



20

【 0 0 8 7】

1 - 2 - 2 . 化合物 (1 6) および化合物 (1 6 - A) の態様

化合物 (1 6) および化合物 (1 6 - A) は、化合物 (1) とは異なる中心骨格の構造を有することを特徴とする。

化合物 (1 6) は、紫外線照射によりラジカルが生じやすく、反応性 (重合性) を上げるのに有用である。反応性を上げることで、紫外線照射後に残存するモノマー成分を低減することができるようになるため、素子の電気的信頼性が向上する。

化合物 (1 6 - A) は、ビシクロヘキシル構造と重合性基とを有することを特徴とする。この化合物は、紫外線照射により系内にラジカルが生じると、重合性基が反応し、重合体となる。また、 β -ヒドロキシメチルアクリレートや β -メトキシメチルアクリレートを有する化合物は、基板表面と非共有結合的に相互作用する傾向があるので有用である。この化合物は重合体の電気的抵抗を上げる目的で添加してもよい。この化合物は、液晶組成物への高い溶解度を有し、素子に密閉された条件下では化学的に安定であり、そして液晶表示素子に用いた場合の電圧保持率が大きいことが好ましい。この化合物は、このような特性をかなりの程度で充足する。

30

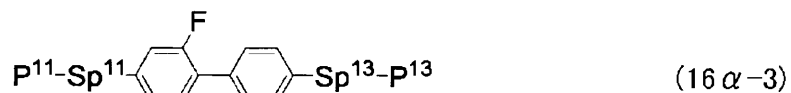
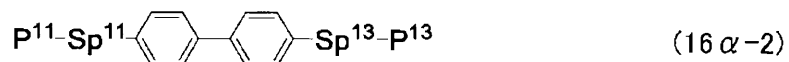
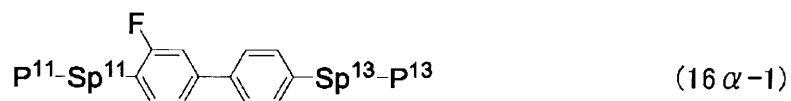
【 0 0 8 8】

化合物 (1 6) の好ましい例について説明をする。好ましい化合物 (1 6) は、下記のように、化合物 (1 6 - 1) から化合物 (1 6 - 2 9) である。化合物 (1 6) は単独で用いてもよく、2種類以上を併用してもよい。

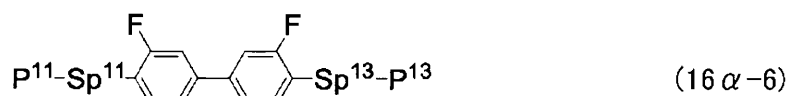
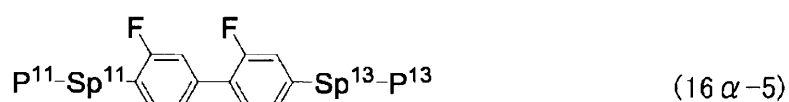
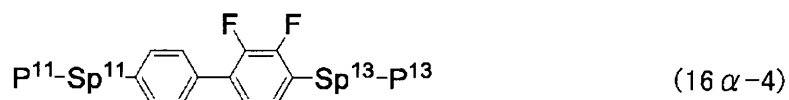
【 0 0 8 9】

40

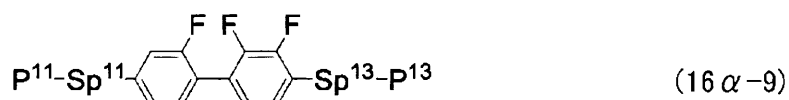
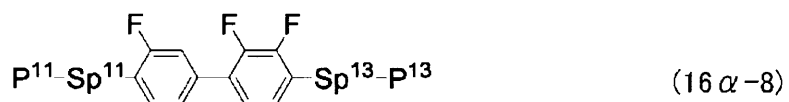
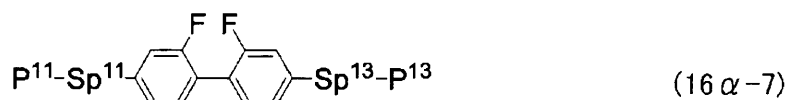
【化 3 0】



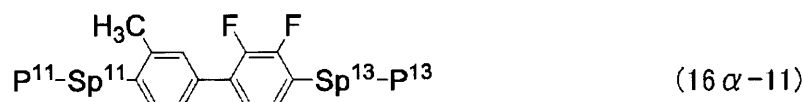
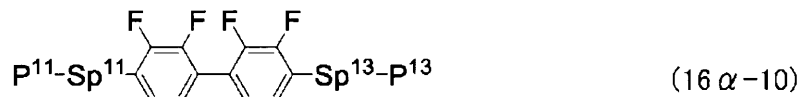
10



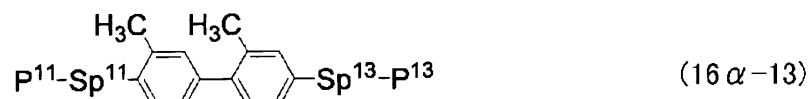
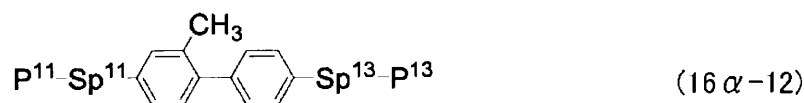
20



30

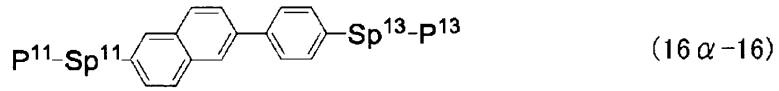
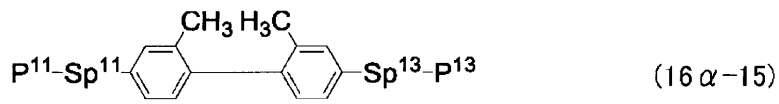
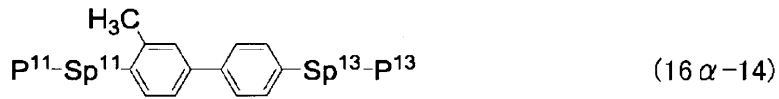


40

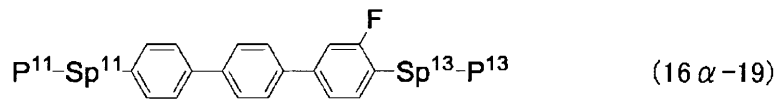
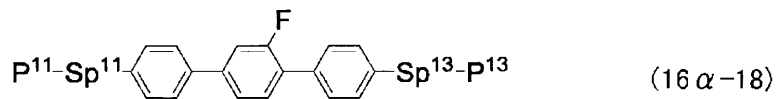
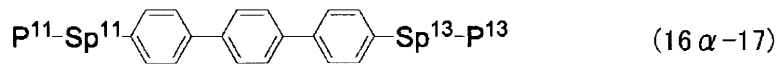


【 0 0 9 0】

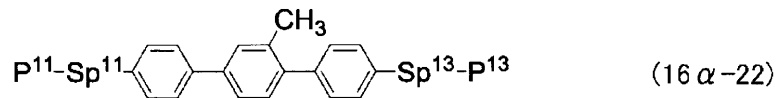
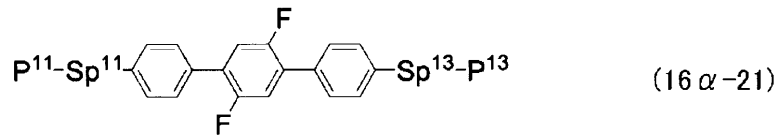
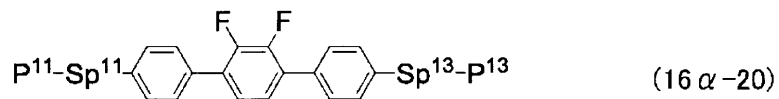
【化 3 1】



10



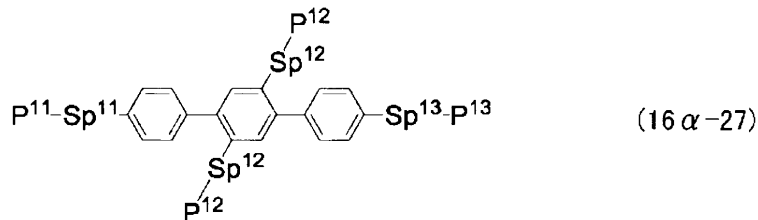
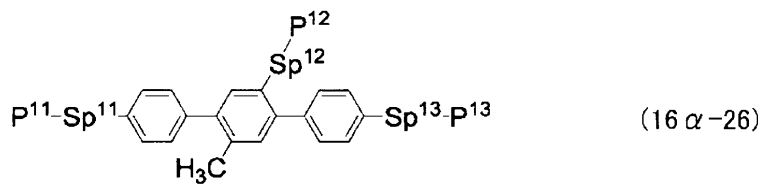
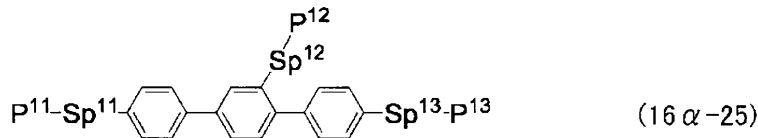
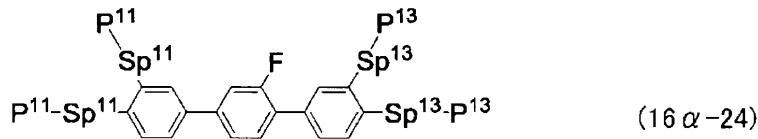
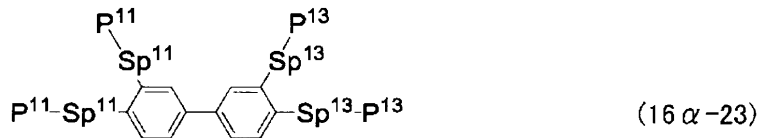
20



30

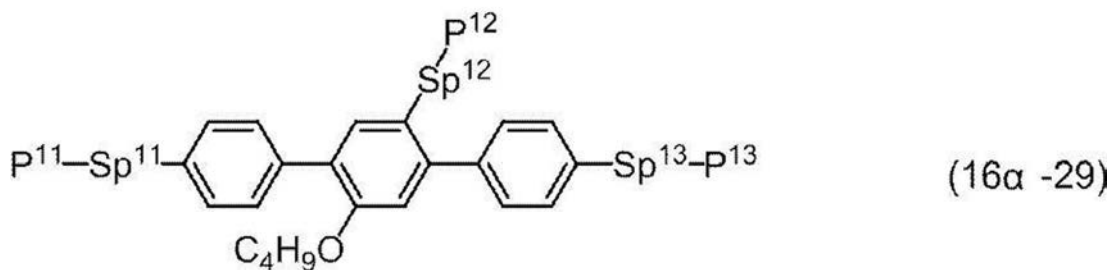
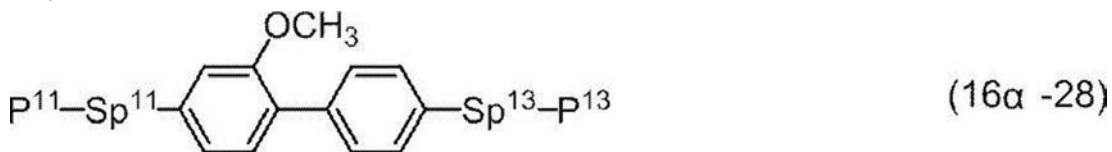
【 0 0 9 1 】

【化32】



【0092】

【化33】



【0093】

式(16-1)から式(16-29)において、

P¹¹、P¹²およびP¹³は、独立して、式(P-1)から式(P-3)および式(P-6)で表される重合性基の群から選択される基であり、ここでM¹¹、M¹²およびM¹³は、独立して、水素、フッ素、炭素数1から5のアルキル、または少なくとも1つの水素がフッ素または塩素で置き換えられた炭素数1から5のアルキルである。また、R⁴は、炭素数1から10のアルキル、炭素数1から9のアルコキシ、または炭素数1から9のアルコキシアルキルであり、このR⁴において、少なくとも1つの-(CH₂)₂-は、-CH=CH-または-C=C-で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は

10

20

30

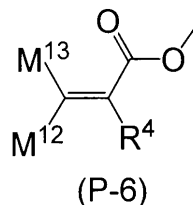
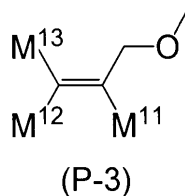
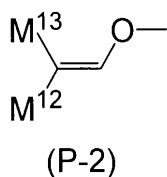
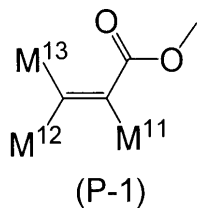
40

50

、フッ素または塩素で置き換えられてもよいが、好ましくは、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよい。

【0094】

【化34】



10

【0095】

$S p^{11}$ 、 $S p^{12}$ および $S p^{13}$ は、独立して、単結合または炭素数1から10のアルキレンであり、この $S p^{11}$ 、 $S p^{12}$ および $S p^{13}$ において、少なくとも1つの $-CH_2-$ は、 $-O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ または $-OCOO-$ で置き換えられてもよく、少なくとも1つの $-(CH_2)_2-$ は、 $-CH=CH-$ または $-C-C-$ で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素または塩素で置き換えられてもよい。

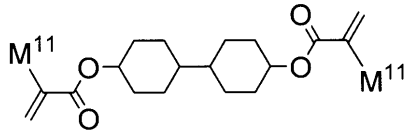
【0096】

化合物(16-A)の好ましい例について説明をする。好ましい化合物(16-A)は、下記のように、化合物(16-A-1)から化合物(16-A-13)である。下記化合物における M^{11} は、独立して、水素、メチルまたはフッ素である。化合物(16-A)は単独で用いてもよく、2種類以上を併用してもよい。

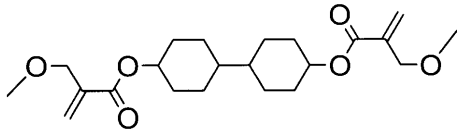
20

【0097】

【化 3 5】

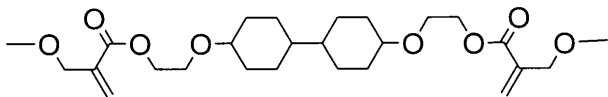


(16α-A-1)

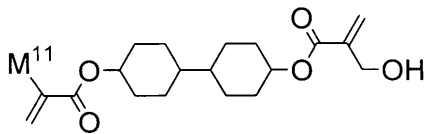


(16α-A-2)

10

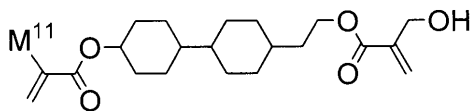


(16α-A-3)

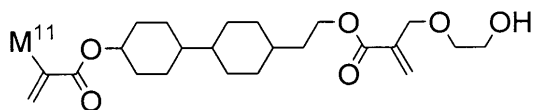


(16α-A-4)

20

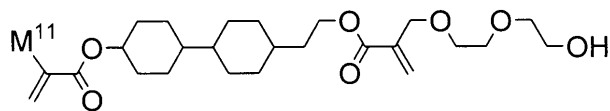


(16α-A-5)

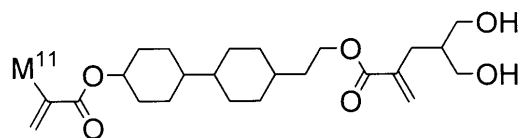


(16α-A-6)

30

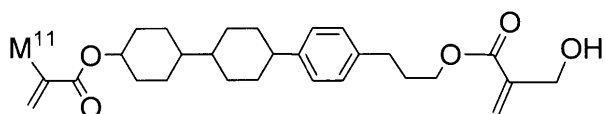


(16α-A-7)



(16α-A-8)

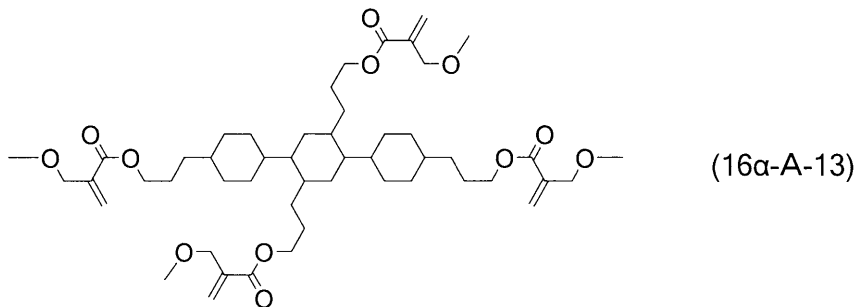
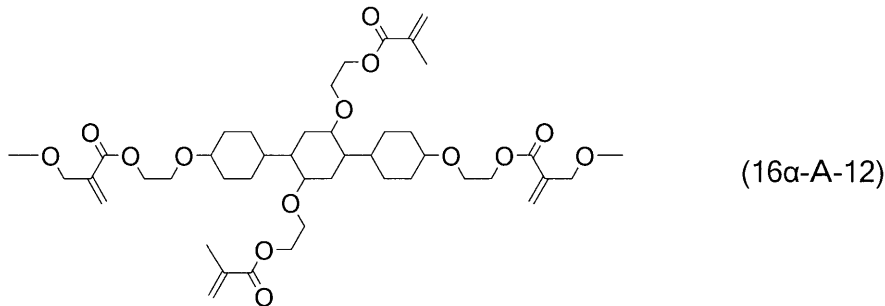
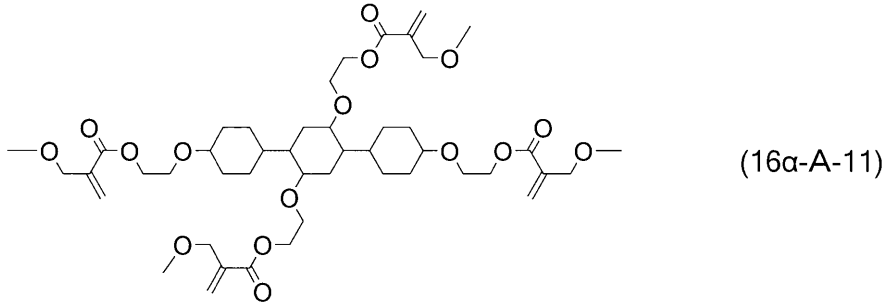
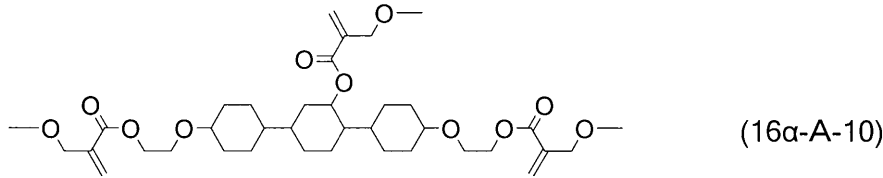
40



(16α-A-9)

【 0 0 9 8 】

【化 3 6】



10

20

30

【 0 0 9 9 】

式(2)から(21)において、液晶組成物の成分である液晶性化合物が示されている。化合物(2)から(4)は小さな誘電率異方性を有する。化合物(5)から(7)は、正に大きな誘電率異方性を有する。化合物(8)はシアノ基を有するので正により大きな誘電率異方性を有する。化合物(9)から(21)は、負に大きな誘電率異方性を有する。これらの化合物の具体的な例は、あとで述べる。

【 0 1 0 0 】

2. 化合物(1)および化合物(16)の合成

2-1. 化合物(1)の合成

化合物(1)の合成法について説明する。化合物(1-1)から化合物(1-41)は、国際公開第2017/047177号に記載された方法などに準拠して合成する。

化合物(1-42)から化合物(1-75)の合成法について説明する。これらの化合物は、国際公開第1995/022586号、特開2005-206579号公報、国際公開第2006/049111号、Macromolecules, 26, 1244-1247 (1993)、特開2003-238491号公報、国際公開第2010/133278号、特開2000-178233号公報、特開2012-1623号公報、特開2011-227187号公報に記載された方法に準拠して合成する。

- フルオロアクリレートを有する化合物は、特開2005-112850号公報に記

40

50

載の方法に準拠して合成する。 - トリフルオロメチルアクリレートを有する配向制御層形成モノマーは、特開 2004-175728 号公報に記載の方法に準拠して合成する。分子内に芳香族エステル部位とトラン部位を有する化合物は、国際公開第 2001/053248 号に準拠して合成する。

【0101】

2-2. 化合物(16)の合成

化合物(16-A-1)から化合物(16-A-13)の合成法について説明する。これらの化合物は、国際公開第 2008/061606 号に記載された方法などに準拠して合成する。

合成法を記載しなかった化合物は、公知の有機合成化学の方法を適切に組み合わせることにより合成できる。「オーガニック・シンセシス」(Organic Syntheses, John Wiley & Sons, Inc)、「オーガニック・リアクションズ」(Organic Reactions, John Wiley & Sons, Inc)、「コンプリヘンシブ・オーガニック・シンセシス」(Comprehensive Organic Synthesis, Pergamon Press)、「新実験化学講座」(丸善)などの成書を参照してもよい。

【0102】

3. 液晶組成物

3-1. 配向制御層形成モノマー(成分A)

液晶組成物は、第一添加物を成分Aとして含み、下に示す成分B、C、D、およびEから選択された液晶性化合物をさらに含むことが好ましい。

液晶組成物は、第一添加物として、芳香族エステル部位を有する重合性化合物として化合物(1)を含有する。化合物(1)は、系内で発生したラジカルにより反応が開始する重合性基を有する。化合物(1)の例は、前記の通りである。化合物(1)は、配向制御層形成モノマーとして重合することにより、配向制御能を有する重合体として寄与する。

【0103】

化合物(1)の好ましい割合は、配向制御層を好ましい厚みの範囲とするため、配向制御層形成モノマーの添加量および液晶表示素子のセルギャップに基づき算出される。計算式は下記式(F3)の通りである。

配向制御層形成モノマーの添加量(単位:重量部) = {配向制御層の厚み(単位: μm) / セルギャップ(単位: μm) \times 100(単位:重量部)} \times 2 \cdots (F3)

例えば、セルギャップが 3.2 μm である場合、配向制御層の厚みは 0.0005 μm から 0.007 μm の範囲であるので、この場合の配向制御層形成モノマーの添加量(重量部)の範囲は、約 0.03 重量部から約 0.44 重量部の範囲となる。好ましい配向制御層の厚みが 0.0008 μm から 0.007 μm の範囲のとき、配向制御層形成モノマーの添加量(重量部)の範囲は、約 0.05 重量部から約 0.44 重量部の範囲となる。

例えば、セルギャップが 3.2 μm である場合で、かつ、配向制御層形成モノマーとして、第一添加物のみを用いる場合、化合物(1)の好ましい割合は、約 0.03 重量部から約 0.44 重量部の範囲であり、さらに好ましい割合は、約 0.05 重量部から約 0.44 重量部の範囲である。

【0104】

液晶組成物は、第二添加物としての化合物(16)を含有してもよい。第二添加物としては、前記の通り、化合物(16)および化合物(16-A)が挙げられる。

化合物(16)の好ましい割合は、配向制御層を好ましい厚みの範囲とするため、上記の通り、配向制御層形成モノマーの添加量および液晶表示素子のセルギャップに基づき算出される。

配向制御層形成モノマーとして、第一添加物および第二添加物を用いる場合、第一添加物および第二添加物の総量が、配向制御層形成モノマーの添加量となる。

例えば、セルギャップが 3.2 μm である場合で、かつ、配向制御層形成モノマーとして、第一添加物および第二添加物を用いる場合、化合物(1)および化合物(16)の総量の好ましい割合は、約 0.03 重量部から約 0.44 重量部の範囲であり、さらに好

10

20

30

40

50

ましい割合は、約 0.05 重量部から約 0.44 重量部の範囲である。

【0105】

化合物(1)に対する化合物(16)あるいは化合物(16-A)の重量比(化合物(1)/化合物(16)あるいは化合物(16-A))は、配向制御層の高抵抗化のために約 1/9 以上であり、紫外線に対して高い反応性を得るために約 9/1 以下である。さらに好ましい重量比は、約 4/1 から約 1/2 の範囲である。最も好ましい重量比は、約 3/1 から約 1/2 の範囲である。第一添加物および第二添加物の総量は、好ましい配向制御層の厚みを超えない範囲で設定する。

【0106】

3-2. 液晶性化合物(成分Bから成分E)

成分Bは、化合物(2)から(4)である。成分Cは、化合物(5)から(7)である。成分Dは、化合物(8)である。成分Eは、化合物(9)から(21)である。この組成物は、化合物(2)から(21)とは異なる、その他の液晶性化合物を含んでもよい。この組成物を調製するときには、正または負の誘電率異方性の大きさなどを考慮して成分B、C、D、およびEを選択することが好ましい。成分を適切に選択した組成物は、高い上限温度、低い下限温度、小さな粘度、適切な光学異方性(すなわち、大きな光学異方性または小さな光学異方性)、正または負に大きな誘電率異方性、大きな比抵抗、熱または紫外線に対する安定性、および適切な弾性定数(すなわち、大きな弾性定数または小さな弾性定数)を有する。

10

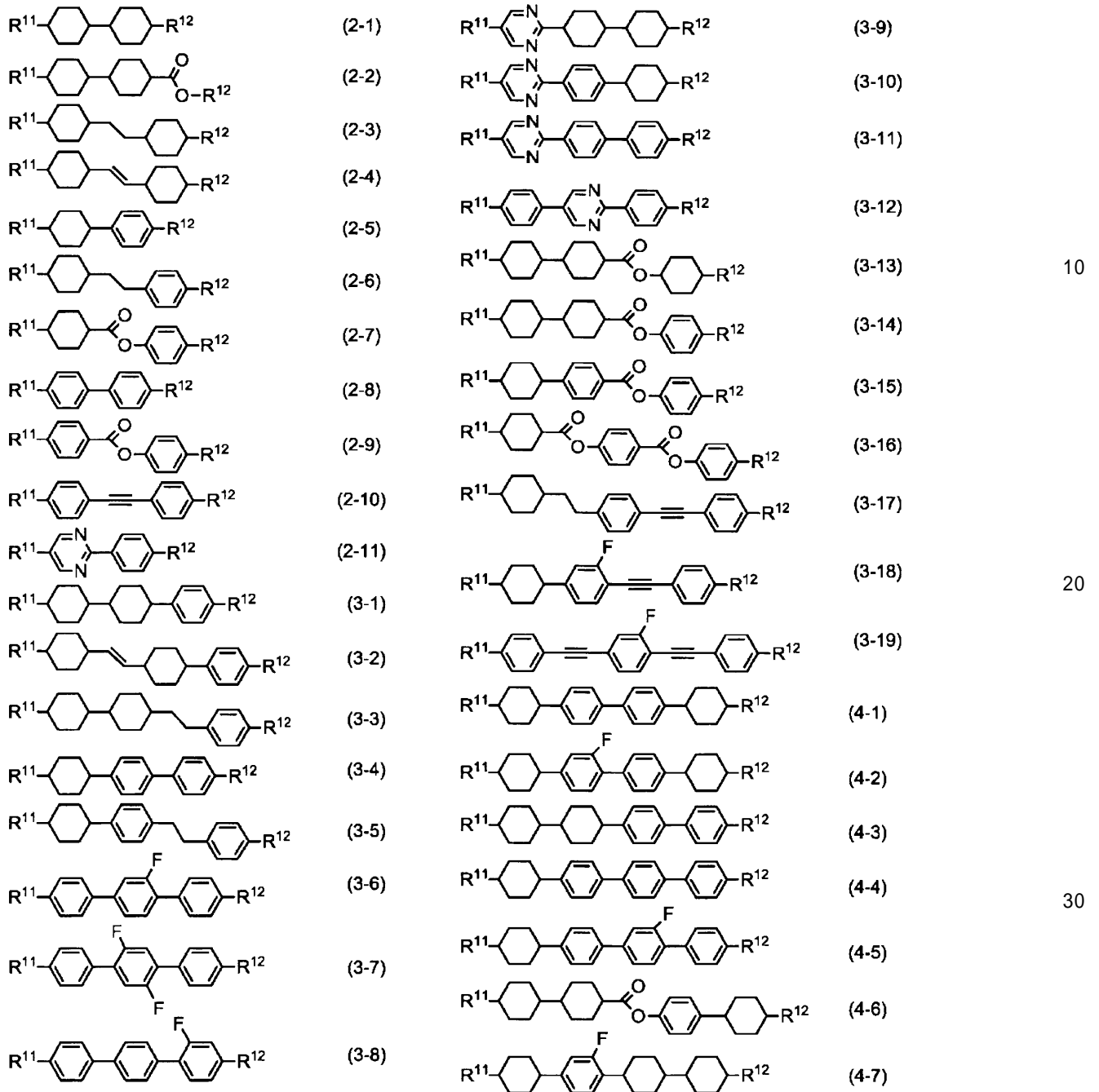
【0107】

成分Bは、2つの末端基がアルキルなどである化合物(2)から(4)である。成分Bの好ましい例として、化合物(2-1)から(2-11)、化合物(3-1)から(3-19)、および化合物(4-1)から(4-7)を挙げることができる。成分Bの化合物において、 R^{11} および R^{12} は、独立して、炭素数1から10のアルキルまたは炭素数2から10のアルケニルであり、この R^{11} および R^{12} において、少なくとも1つの $-CH_2-$ は、 $-O-$ 、 $-COO-$ または $-OCO-$ で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよい。

20

【0108】

【化 3 7】



【0109】

成分 B は、誘電率異方性の絶対値が小さいので、中性に近い化合物である。化合物 (2) は、主として粘度の減少または光学異方性の調整に効果がある。化合物 (3) および (4) は、上限温度を高くすることによってネマチック相の温度範囲を広げる効果、または光学異方性の調整に効果がある。

40

【0110】

成分 B の含有量を増加させるにつれて組成物の誘電率異方性が小さくなるが粘度は小さくなる。そこで、素子のしきい値電圧の要求値を満たす限り、含有量が多いほうが好ましい。IPS、VA などのモード用の組成物を調製する場合には、成分 B の含有量は、液晶組成物の重量に基づいて、好ましくは 30 重量% 以上、さらに好ましくは 40 重量% 以上である。

【0111】

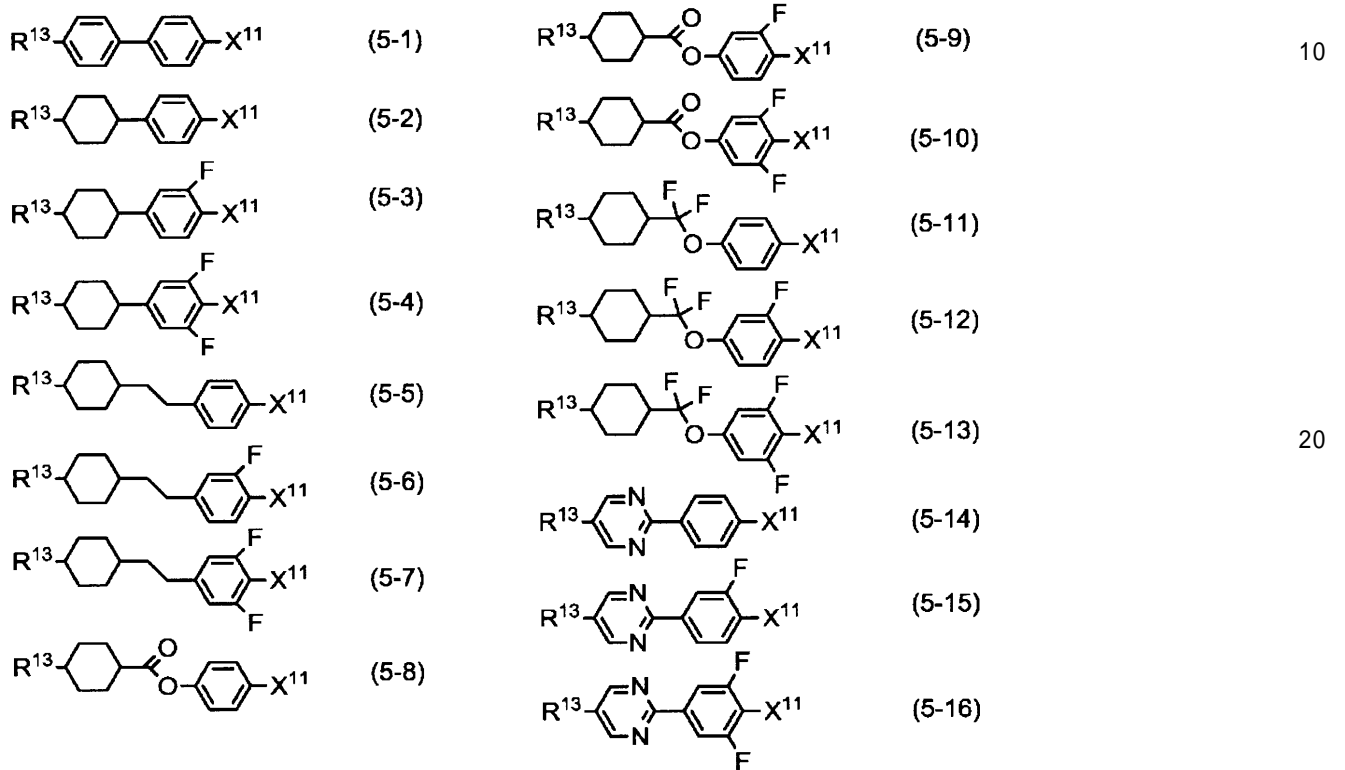
成分 C は、右末端にフッ素、塩素、またはフッ素含有基を有する化合物 (5) から (7) である。成分 C の好ましい例として、化合物 (5-1) から (5-16)、化合物 (6

50

- 1) から (6 - 1 1 3) 、および化合物 (7 - 1) から (7 - 6 1) を挙げることができる。成分 C の化合物において、 R^{1-3} は、炭素数 1 から 1 0 のアルキルまたは炭素数 2 から 1 0 のアルケニルであり、この R^{1-3} において、少なくとも 1 つの $-CH_2-$ は $-O-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素はフッ素で置き換えられてもよく、 X^{11} は、フッ素、塩素、 $-OCF_3$ 、 $-OCHF_2$ 、 $-CF_3$ 、 $-CHF_2$ 、 $-CH_2F$ 、 $-OCF_2CHF_2$ または $-OCF_2CHF_2CF_3$ である。

【 0 1 1 2 】

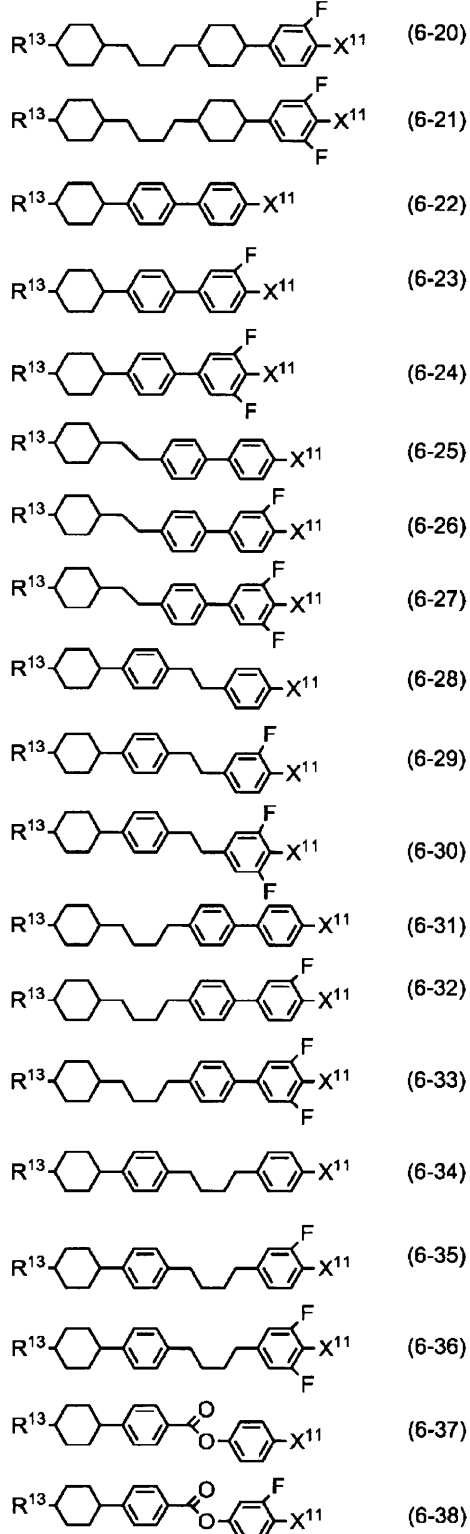
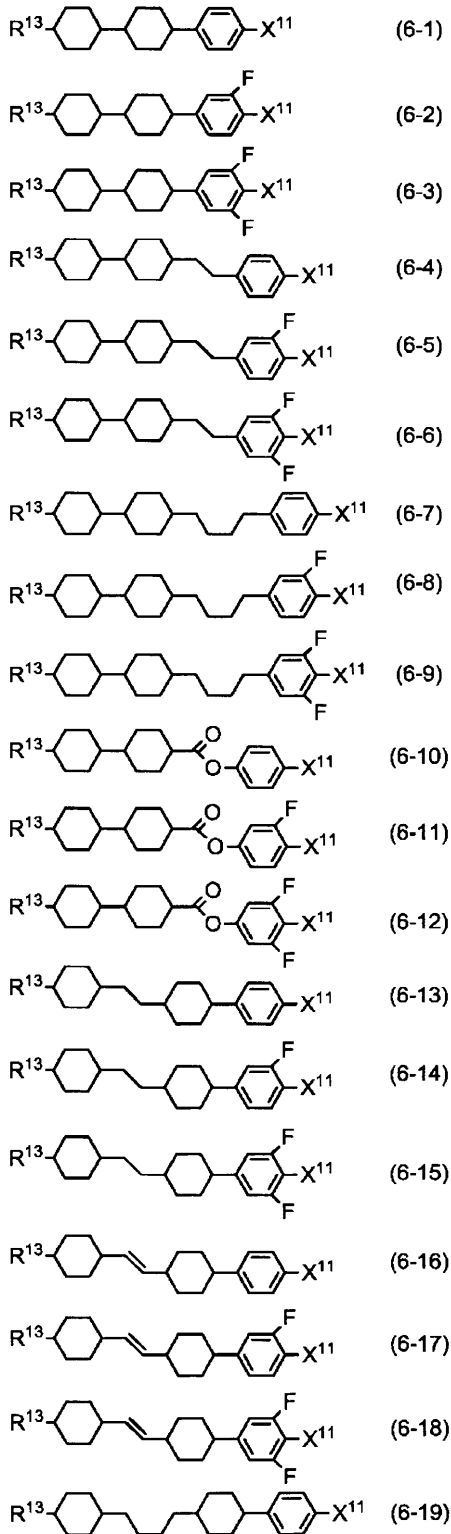
【 化 3 8 】



【 0 1 1 3 】

30

【化 3 9】



10

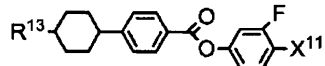
20

30

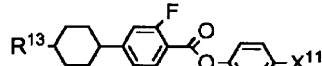
40

【 0 1 1 4】

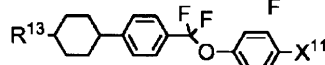
【化 4 0】



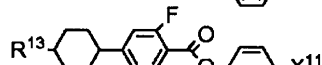
(6-39)



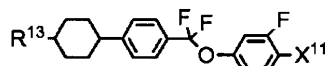
(6-58)



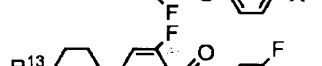
(6-40)



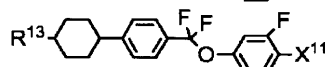
(6-59)



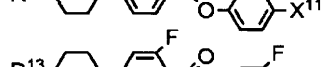
(6-41)



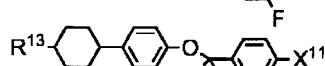
(6-60)



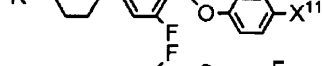
(6-42)



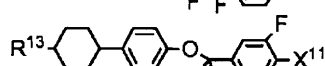
(6-61)



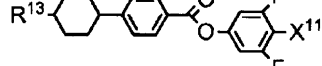
(6-43)



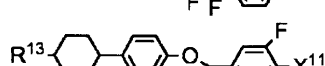
(6-62)



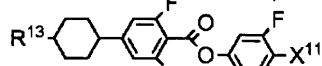
(6-44)



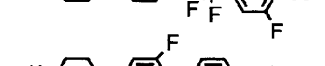
(6-63)



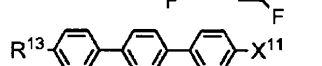
(6-45)



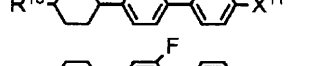
(6-64)



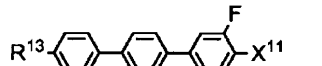
(6-46)



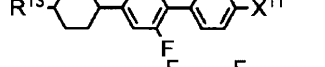
(6-65)



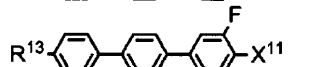
(6-47)



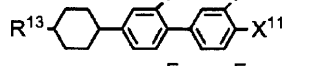
(6-66)



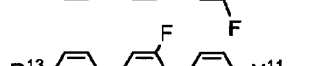
(6-48)



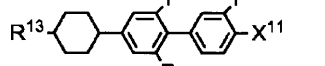
(6-67)



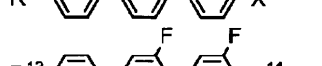
(6-49)



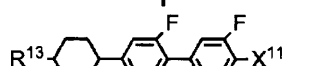
(6-68)



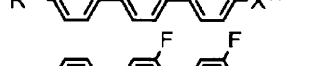
(6-50)



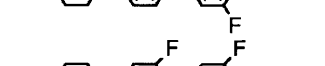
(6-69)



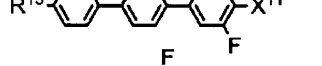
(6-51)



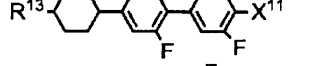
(6-70)



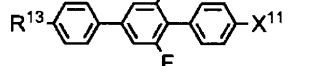
(6-52)



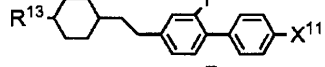
(6-71)



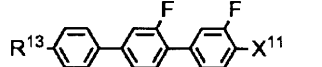
(6-53)



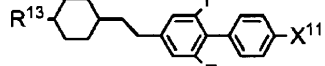
(6-72)



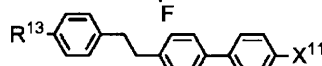
(6-54)



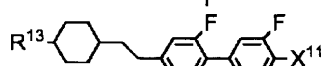
(6-73)



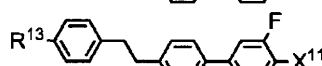
(6-55)



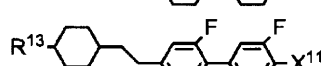
(6-74)



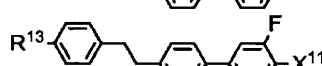
(6-56)



(6-75)



(6-57)



(6-76)

【 0 1 1 5 】

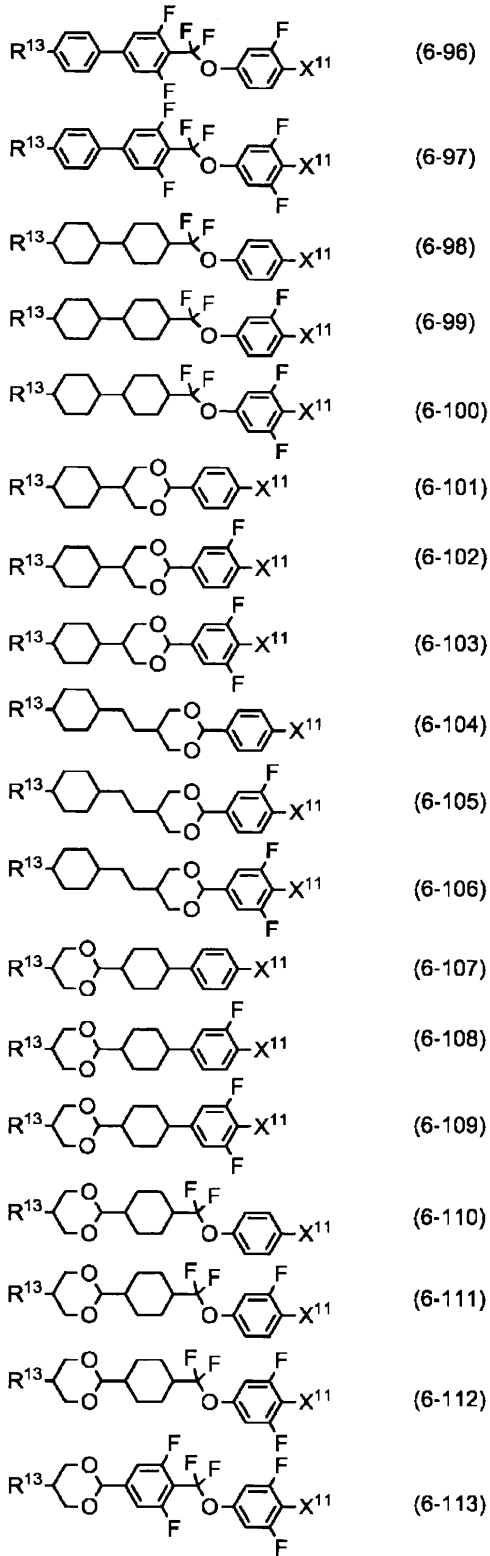
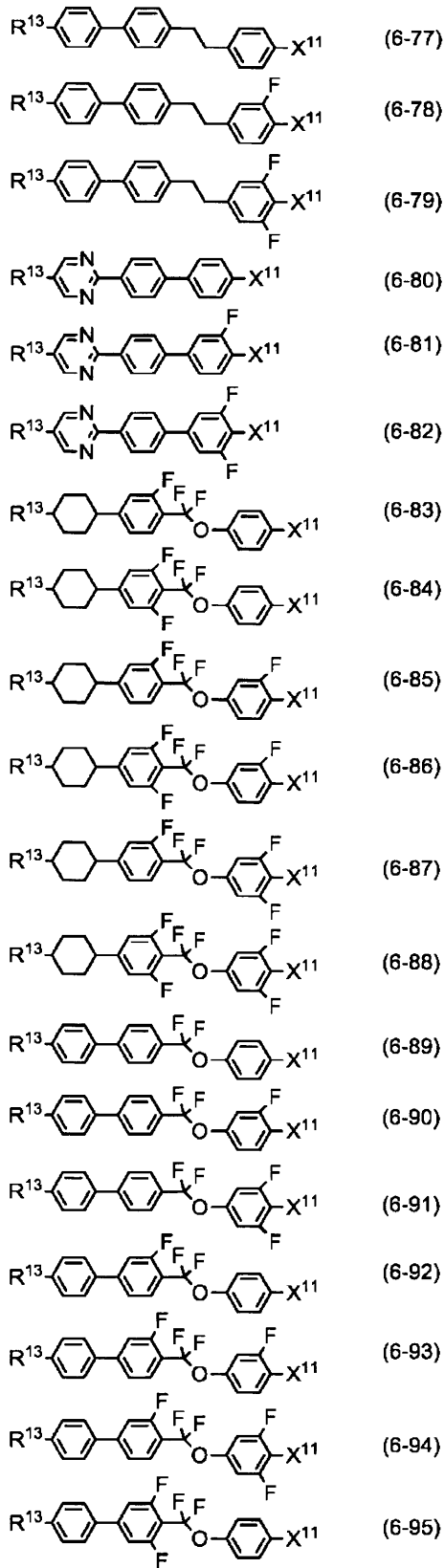
10

20

30

40

【化 4 1】



10

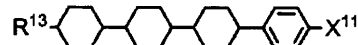
20

30

40

【 0 1 1 6 】

【化 4 2】



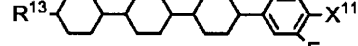
(7-1)



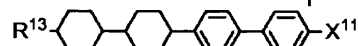
(7-2)



(7-3)



(7-4)



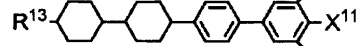
(7-5)



(7-6)



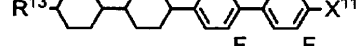
(7-7)



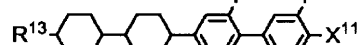
(7-8)



(7-9)



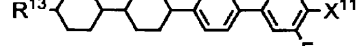
(7-10)



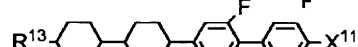
(7-11)



(7-12)



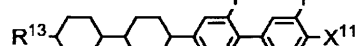
(7-13)



(7-14)



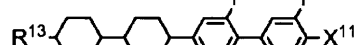
(7-15)



(7-16)



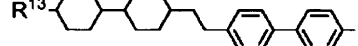
(7-17)



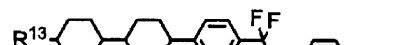
(7-18)



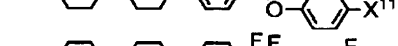
(7-19)



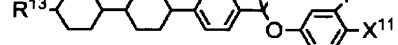
(7-20)



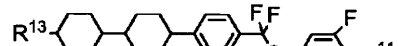
(7-21)



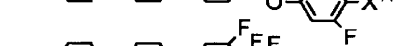
(7-22)



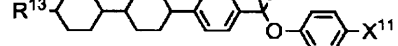
(7-23)



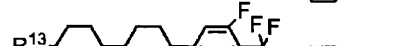
(7-24)



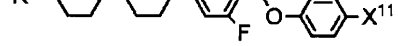
(7-25)



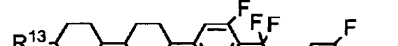
(7-26)



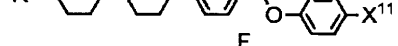
(7-27)



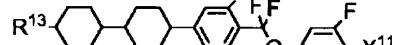
(7-28)



(7-29)



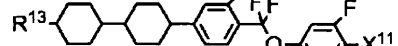
(7-30)



(7-31)



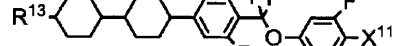
(7-32)



(7-33)



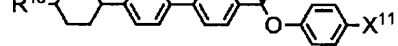
(7-34)



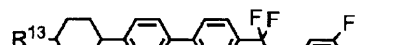
(7-35)



(7-36)



(7-37)



(7-38)

【 0 1 1 7 】

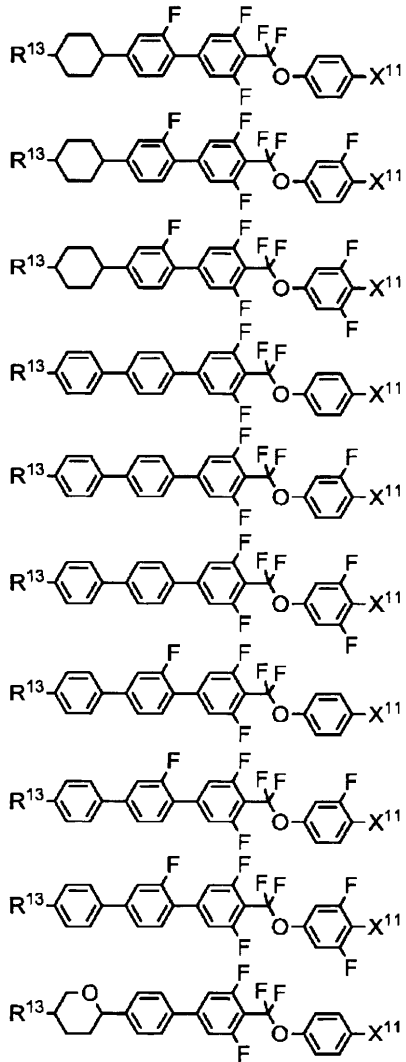
10

20

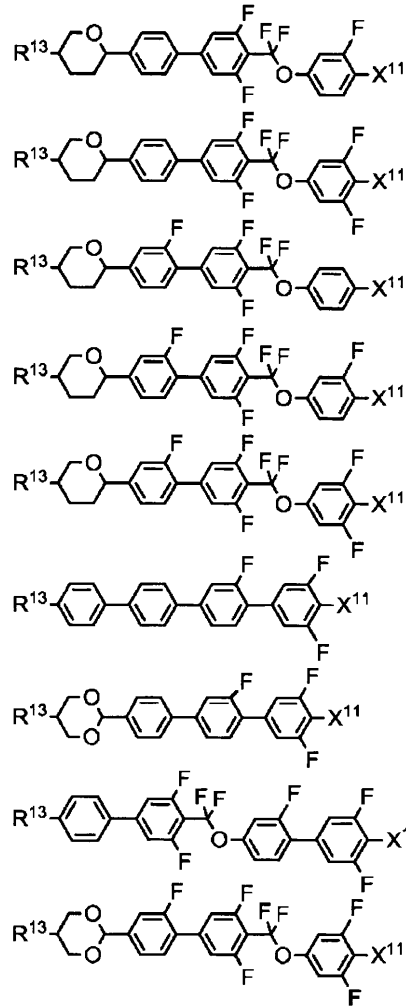
30

40

【化 4 3】



(7-39)
(7-40)
(7-41)
(7-42)
(7-43)
(7-44)
(7-45)
(7-46)
(7-47)
(7-48)



(7-49)
(7-50)
(7-51)
(7-52)
(7-53)
(7-54)
(7-55)
(7-56)
(7-57)

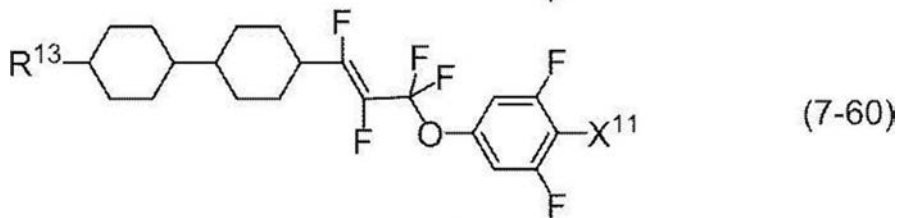
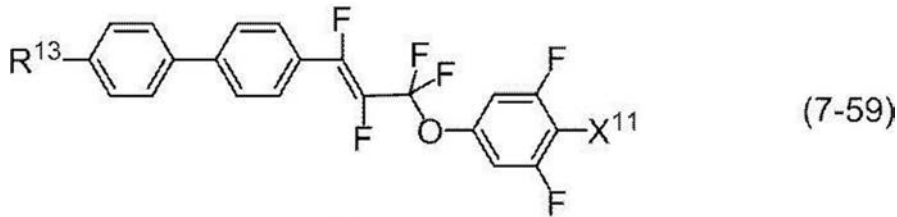
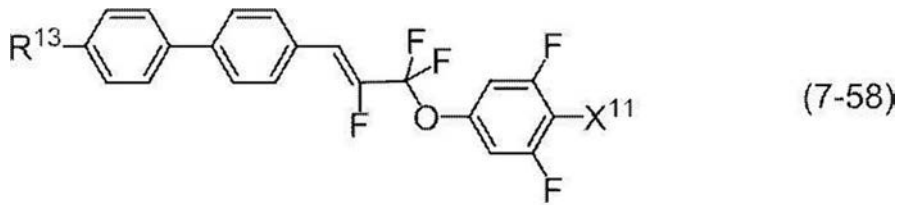
10

20

【 0 1 1 8 】

30

【化 4 4】



10

20

【0119】

成分 C は、誘電率異方性が正であり、熱、光などに対する安定性が非常に優れているので、IPS、FFS、OCBなどのモード用の組成物を調製する場合に用いられる。成分 C の含有量は、液晶組成物の重量に基づいて 1 重量% から 99 重量% の範囲が適しており、好ましくは 10 重量% から 97 重量% の範囲であり、さらに好ましくは 40 重量% から 95 重量% の範囲である。成分 C を誘電率異方性が負である組成物に添加する場合、成分 C の含有量は液晶組成物の重量に基づいて 30 重量% 以下が好ましい。成分 C を添加することにより、組成物の弾性定数を調整し、素子の電圧 - 透過率曲線を調整することが可能となる。

30

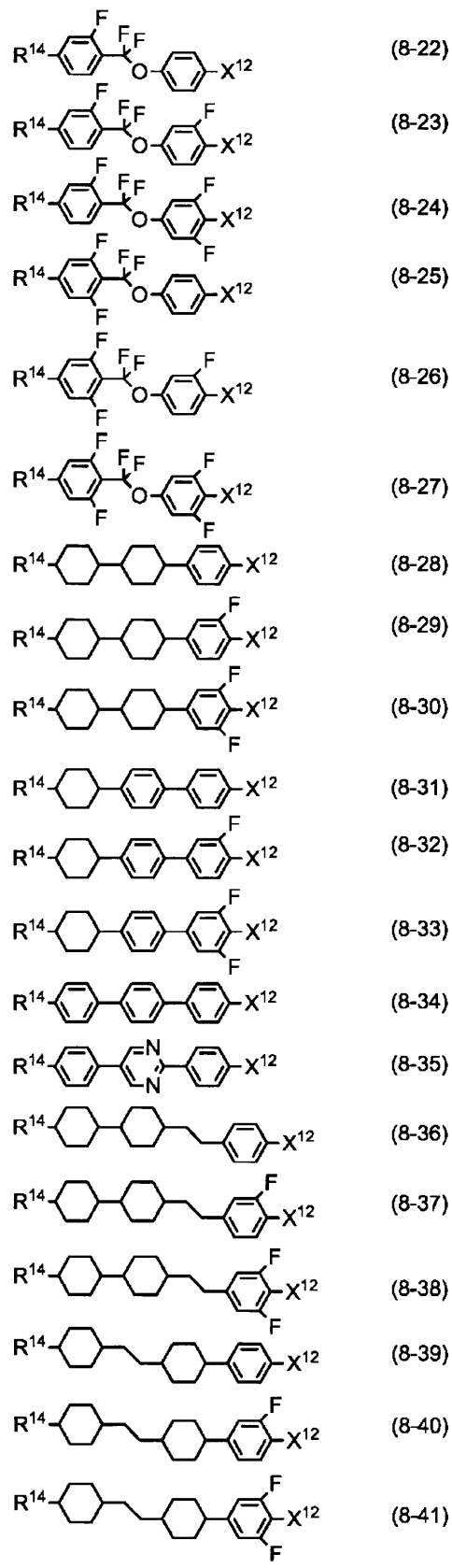
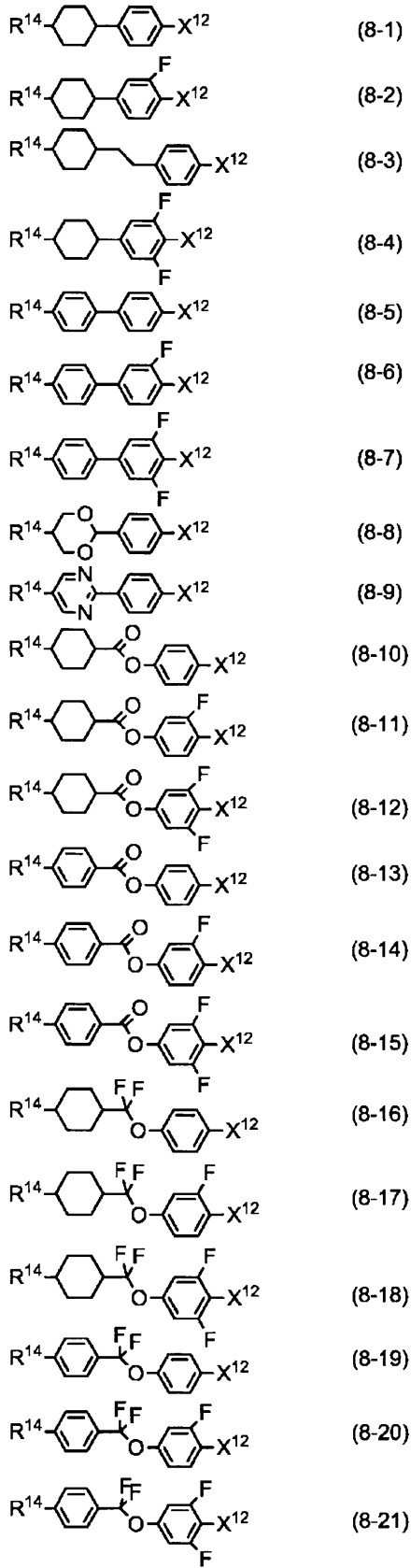
【0120】

成分 D は、右末端基が $-C-N$ または $-C-C-C-N$ である化合物 (8) である。成分 D の好ましい例として、化合物 (8-1) から (8-64) を挙げることができる。成分 D の化合物において、 R^{14} は、炭素数 1 から 10 のアルキルまたは炭素数 2 から 10 のアルケニルであり、この R^{14} において、少なくとも 1 つの $-CH_2-$ は、 $-O-$ で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き換えられてもよく、 X^{12} は、 $-C-N$ または $-C-C-C-N$ である。

40

【0121】

【化 4 5】



10

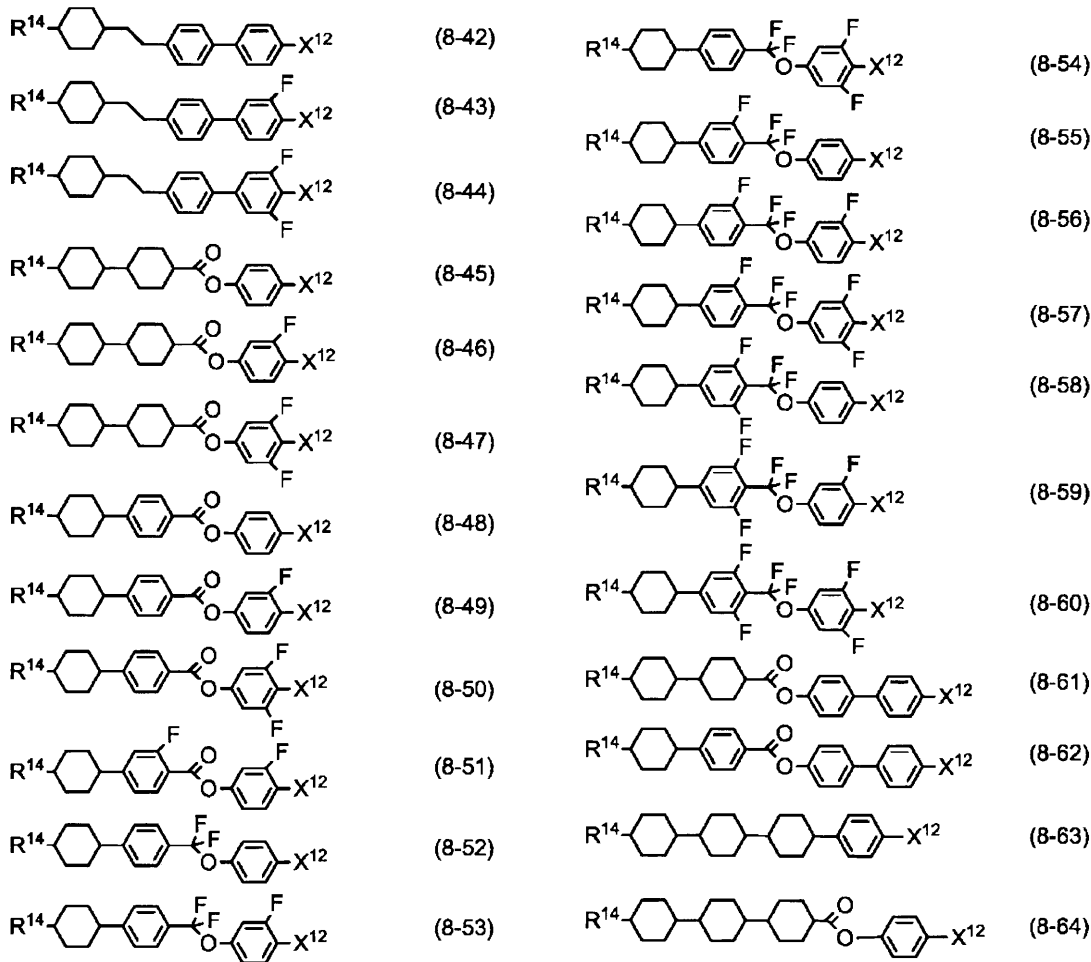
20

30

40

【 0 1 2 2 】

【化 4 6】



10

20

【 0 1 2 3】

成分 D は、誘電率異方性が正であり、その値が大きいので、TN などのモード用の組成物を調製する場合に主として用いられる。この成分 D を添加することにより、組成物の誘電率異方性を大きくすることができる。成分 D は、液晶相の温度範囲を広げる、粘度を調整する、または光学異方性を調整する、という効果がある。成分 D は、素子の電圧 - 透過率曲線の調整にも有用である。

30

【 0 1 2 4】

TN などのモード用の組成物を調製する場合には、成分 D の含有量は、液晶組成物の重量に基づいて 1 重量% から 99 重量% の範囲が適しており、好ましくは 10 重量% から 97 重量% の範囲、さらに好ましくは 40 重量% から 95 重量% の範囲である。成分 D を誘電率異方性が負である組成物に添加する場合、成分 D の含有量は液晶組成物の重量に基づいて 30 重量% 以下が好ましい。成分 D を添加することにより、組成物の弾性定数を調整し、素子の電圧 - 透過率曲線を調整することが可能となる。

40

【 0 1 2 5】

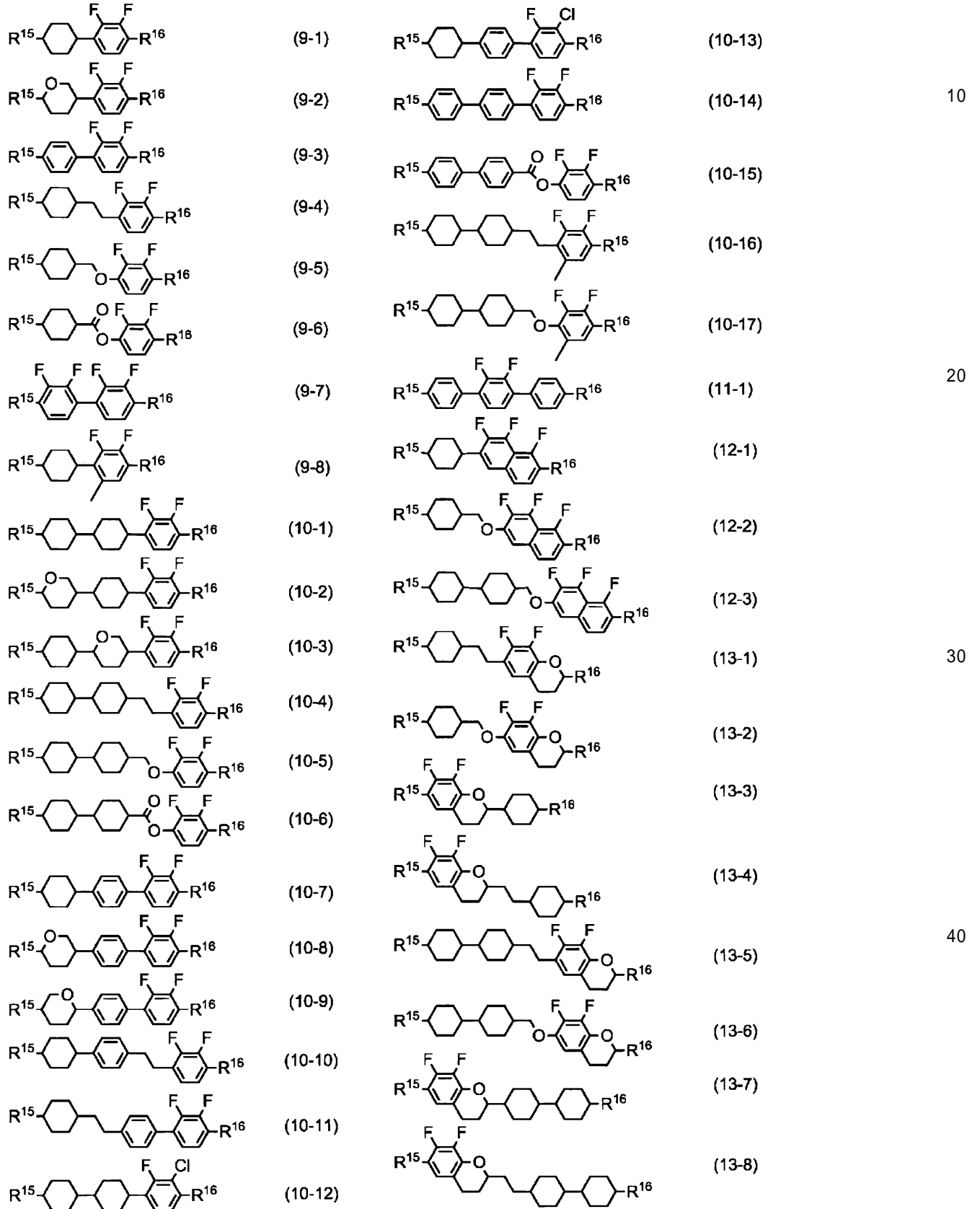
成分 E は、化合物 (9) から (21) である。これらの化合物は、2, 3 - ジフルオロ - 1, 4 - フェニレンのように、ラテラル位が 2 つのフッ素または塩素で置換されたフェニレンなどを有する。成分 E の好ましい例として、化合物 (9 - 1) から (9 - 8)、化合物 (10 - 1) から (10 - 17)、化合物 (11 - 1)、化合物 (12 - 1) から (12 - 3)、化合物 (13 - 1) から (13 - 11)、化合物 (14 - 1) から (14 - 3)、および化合物 (15 - 1) から (15 - 3) を挙げることができる。成分 E の化合物において、R¹⁵ および R¹⁶ は、独立して、炭素数 1 から 10 のアルキルまたは炭素数 2 から 10 のアルケニルであり、この R¹⁵ および R¹⁶ において、少なくとも 1 つの -CH₂- は、-O- で置き換えられてもよく、少なくとも 1 つの水素は、フッ素で置き

50

換えられてもよく、R¹⁷は、水素、フッ素、炭素数1から10のアルキル、または炭素数2から10のアルケニルであり、このR¹⁷において、少なくとも1つの-CH₂-は、-O-で置き換えられてもよく、少なくとも1つの水素は、フッ素で置き換えられてもよい。

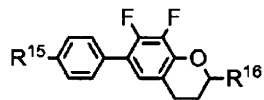
【0126】

【化47】

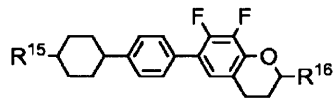


【 0 1 2 7 】

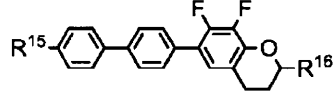
【 化 4 8 】



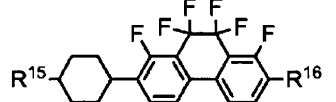
(13-9)



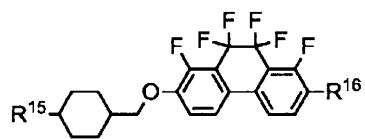
(13-10)



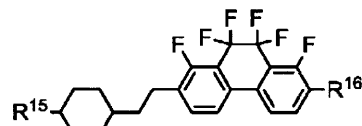
(13-11)



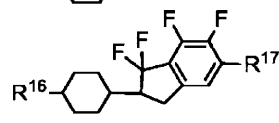
(14-1)



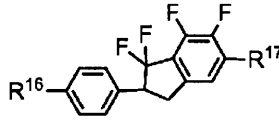
(14-2)



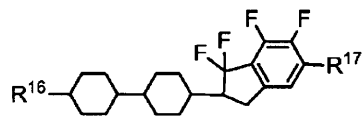
(14-3)



(15-1)



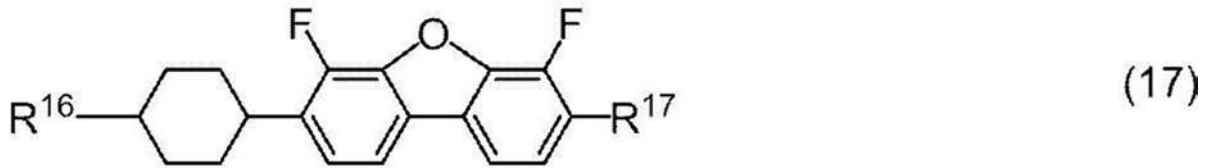
(15-2)



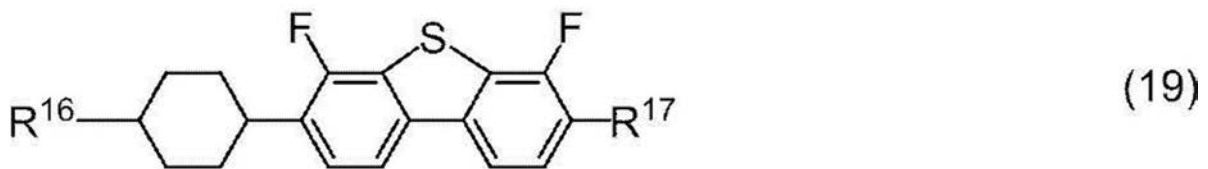
(15-3)

【 0 1 2 8 】

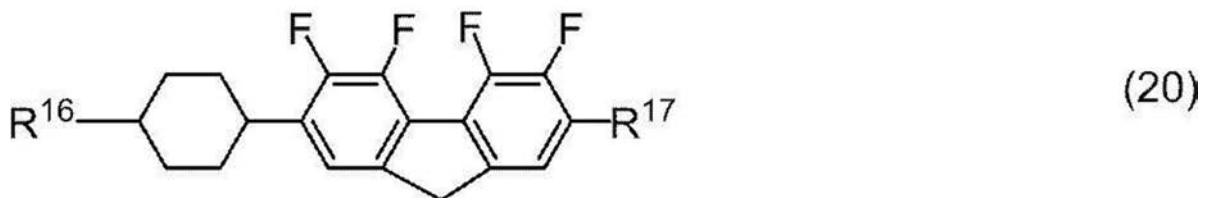
【化 4 9】



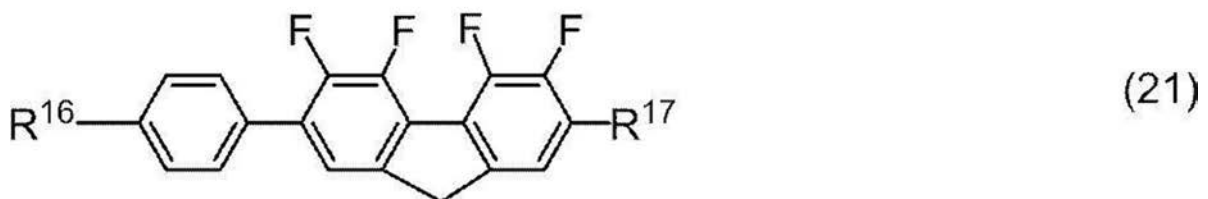
10



20



30



【 0 1 2 9】

成分 E は、誘電率異方性が負に大きい。成分 E は、IPS、VA、PSA などのモード用の組成物を調製する場合に用いられる。成分 E の含有量を増加させるにつれて組成物の誘電率異方性が負に大きくなるが、粘度が大きくなる。そこで、素子のしきい値電圧の要求値を満たす限り、含有量は少ないほうが好ましい。誘電率異方性が -5 程度であることを考慮すると、十分な電圧駆動をさせるには、含有量が 40 重量% 以上であることが好ましい。

40

【 0 1 3 0】

成分 E のうち、化合物 (9) は、二環化合物であるので、主として、粘度の減少、光学異方性の調整、または誘電率異方性の増加に効果がある。化合物 (10) および (11) は、三環化合物であるので、上限温度を高くする、光学異方性を大きくする、または誘電率異方性を大きくするという効果がある。化合物 (12) から (21) は、誘電率異方性

50

を大きくするという効果がある。

【0131】

I P S、V A、P S Aなどのモード用の組成物を調製する場合には、成分Eの含有量は、液晶組成物の重量に基づいて、好ましくは40重量%以上であり、さらに好ましくは50重量%から95重量%の範囲である。成分Eを誘電率異方性が正である組成物に添加する場合は、成分Eの含有量が液晶組成物の重量に基づいて30重量%以下が好ましい。成分Eを添加することにより、組成物の弾性定数を調整し、素子の電圧-透過率曲線を調整することが可能となる。

【0132】

以上に述べた成分B、C、D、およびEを適切に組み合わせることによって、高い上限温度、低い下限温度、小さな粘度、適切な光学異方性、正または負に大きな誘電率異方性、大きな比抵抗、紫外線に対する高い安定性、熱に対する高い安定性、大きな弾性定数などの特性の少なくとも1つを充足する液晶組成物を調製することができる。必要に応じて、成分B、C、D、およびEとは異なる液晶性化合物を添加してもよい。

【0133】

本発明の液晶組成物に用いられる第一添加物および第二添加物のような重合性化合物は、液晶組成物中に重合体を生成させる目的で添加される。化合物(1)は、単独あるいは2種以上の組み合わせで用いてもよい。また、化合物(16)および化合物(16-A)は、単独あるいは2種以上の組み合わせで用いてもよい。化合物(1)と化合物(16)および化合物(16-A)のいずれかから共重合体を形成させてもよい。共重合体を形成する場合、化合物(1)は、化合物(16)および化合物(16-A)のいずれかと共有結合で固定化され、化合物(1)は、重合性基や中心構造が基板表面と非共有結合的に相互作用した状態でも固定化される。このような共重合により、液晶分子の配向する能力がさらに向上すると同時に、化合物(1)、化合物(16)および化合物(16-A)が液晶組成物中に拡散するのを防ぐ。化合物(1)、化合物(16)および化合物(16-A)は重合によって重合体を与え、化合物(16-A)により高抵抗化すると考えられる。この重合体は配列されているので、基板表面においては、液晶分子に適切なプレチルト角を付与できる。この重合体は、液晶分子の配向を安定化するので、素子の応答時間を短縮し、そして画像の焼き付きを改善する。化合物(16)の好ましい例は、アクリレート化合物、メタクリレート化合物、 α -フルオロアクリレート化合物、 α -メトキシメチルアクリレート化合物、ビニル化合物、ビニルオキシ化合物、プロペニルエーテル化合物、エポキシ化合物(オキシラン、オキセタン)、およびビニルケトン化合物である。さらに好ましい例は、少なくとも1つのアクリロイルオキシを有する化合物、少なくとも1つのメタクリロイルオキシを有する化合物、少なくとも1つの α -フルオロアクリロイルオキシを有する化合物、および少なくとも1つの α -メトキシメチルアクリロイルオキシを有する化合物である。さらに好ましい例には、アクリロイルオキシとメタクリロイルオキシの両方を有する化合物、メタクリロイルオキシと α -フルオロアクリロイルオキシの両方を有する化合物、メタクリロイルオキシと α -メトキシメチルアクリロイルオキシを有する化合物、アクリロイルオキシと α -メトキシメチルアクリロイルオキシの両方を有する化合物、およびアクリロイルオキシと α -フルオロアクリロイルオキシの両方を有する化合物も含まれる。

【0134】

3-3. その他の添加物

液晶組成物は公知の方法によって調製される。例えば、成分化合物を混合し、そして加熱によって互いに溶解させる。用途に応じて、この組成物に第一添加物および第二添加物以外のその他の添加物を添加してもよい。添加物の例は、重合開始剤、重合禁止剤、光学活性化合物、酸化防止剤、紫外線吸収剤、光安定剤、熱安定剤、消泡剤などである。このような添加物は当業者によく知られており、文献に記載されている。

【0135】

重合開始剤を添加することによって、重合性化合物を速やかに重合させることができる

。反応温度を最適化することによって、残存する重合性化合物の量を減少させることができる。光ラジカル重合開始剤の例は、IGM Resins社のOmniRadシリーズからTPO、127、1173、2022、2100、4265、184、369、379、500、651、754、819、907、BP、LR8953X、および2959である。

【0136】

光ラジカル重合開始剤の追加例は、4-メトキシフェニル-2,4-ビス(トリクロロメチル)トリアジン、2-(4-ブトキシチリル)-5-トリクロロメチル-1,3,4-オキサジアゾール、9-フェニルアクリジン、9,10-ベンズフェナジン、ベンゾフェノン/ミヒラズケトン混合物、ヘキサアリアルピイミダゾール/メルカプトベンズイミダゾール混合物、1-(4-イソプロピルフェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチルプロパン-1-オン、ベンジルジメチルケタール、2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルホリノプロパン-1-オン、2,4-ジエチルキサントン/p-ジメチルアミノ安息香酸メチル混合物、およびベンゾフェノン/メチルトリエタノールアミン混合物である。

10

【0137】

液晶組成物に光ラジカル重合開始剤を添加したあと、紫外線を照射することによって重合を行うことができる。しかし、未反応の重合開始剤または重合開始剤の分解生成物は、素子に画像の焼き付きなどの表示不良を引き起こすかもしれない。これを防ぐために重合開始剤を添加しないまま光重合を行ってもよい。照射する光の好ましい波長は、150nmから500nmの範囲である。さらに好ましい波長は、250nmから450nmの範囲であり、最も好ましい波長は、300nmから400nmの範囲である。

20

【0138】

重合性化合物を保管するとき、重合を防止するために重合禁止剤を添加してもよい。重合性化合物は、通常は重合禁止剤を除去しないまま組成物に添加される。重合禁止剤の例は、ヒドロキノン、メチルヒドロキノンのようなヒドロキノン誘導体、4-t-ブチルカテコール、4-メトキシフェノール、およびフェノチアジンなどである。

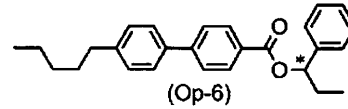
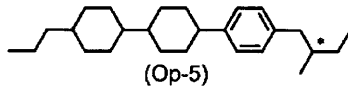
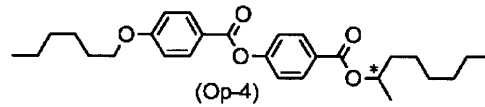
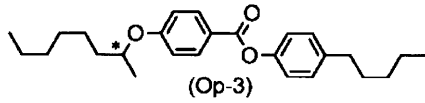
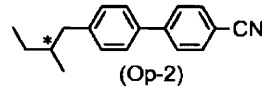
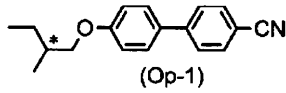
【0139】

光学活性化合物は、液晶分子にらせん構造を誘起して必要なねじれ角を与えることによって逆ねじれを防ぐ、という効果を有する。光学活性化合物を添加することによって、らせんピッチを調整することができる。らせんピッチの温度依存性を調整する目的で2つ以上の光学活性化合物を添加してもよい。光学活性化合物の好ましい例として、下記の化合物(Op-1)から(Op-18)を挙げることができる。化合物(Op-18)において、環Jは、1,4-シクロヘキシレンまたは1,4-フェニレンであり、R²⁸は、炭素数1から10のアルキルである。

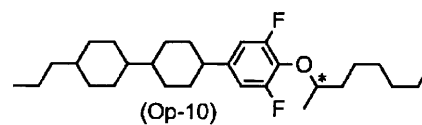
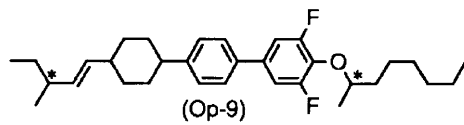
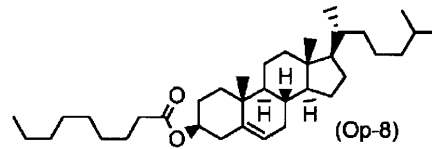
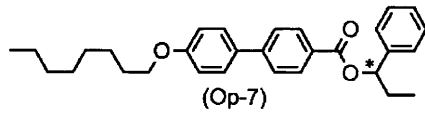
30

【0140】

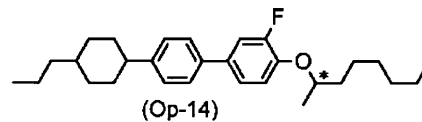
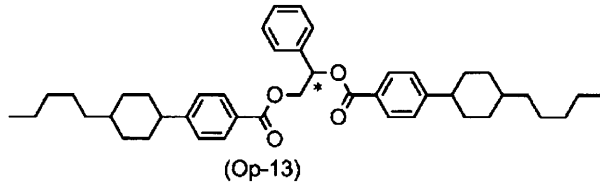
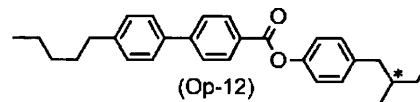
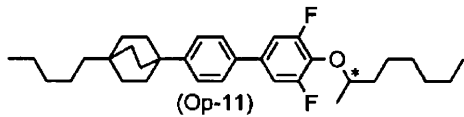
【化50】



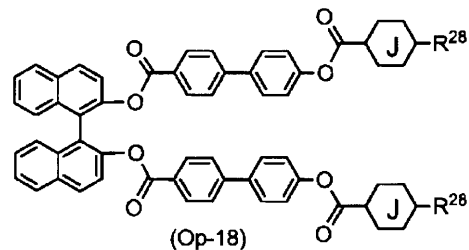
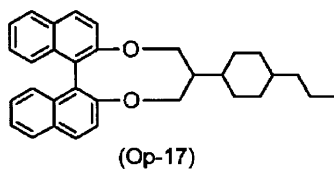
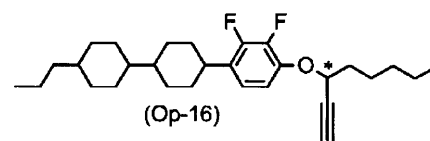
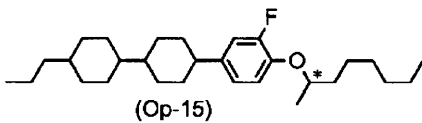
10



20



30



40

【0141】

酸化防止剤は、大きな電圧保持率を維持するために有効である。酸化防止剤の好ましい例として、下記の化合物(AO-1)および(AO-2); IRGANOX 415、IRGANOX 565、IRGANOX 1010、IRGANOX 1035、IRGANOX 3114、およびIRGANOX 1098(商品名: BASF社)を挙げることができる。紫外線吸収剤は、上限温度の低下を防ぐために有効である。紫外線吸収剤の好ましい例は、ベンゾフェノン誘導体、ベンゾエート誘導体、トリアゾール誘導体などである。具体例として下記の化合物(AO-3)および(AO-4); TINUVIN

50

329、TINUVIN P、TINUVIN 326、TINUVIN 234、TINUVIN 213、TINUVIN 400、TINUVIN 328、およびTINUVIN 99-2（商品名：BASF社）；および1,4-ジアザビシクロ[2.2.2]オクタン（DABCO）を挙げることができる。

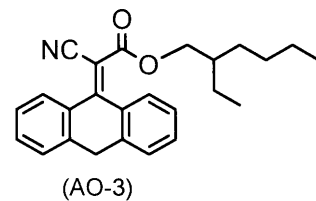
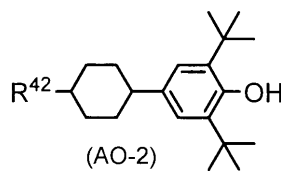
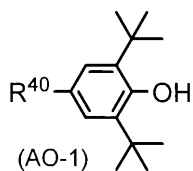
【0142】

立体障害のあるアミンのような光安定剤は、大きな電圧保持率を維持するために好ましい。光安定剤の好ましい例として、下記の化合物（AO-5）および（AO-6）；TINUVIN 144、TINUVIN 765、およびTINUVIN 770DF（商品名：BASF社）を挙げることができる。熱安定剤も大きな電圧保持率を維持するために有効であり、好ましい例としてIRGAFOS 168（商品名：BASF社）を挙げることができる。消泡剤は、泡立ちを防ぐために有効である。消泡剤の好ましい例は、ジメチルシリコンオイル、およびメチルフェニルシリコンオイルなどである。

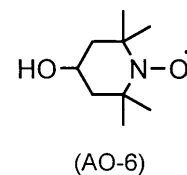
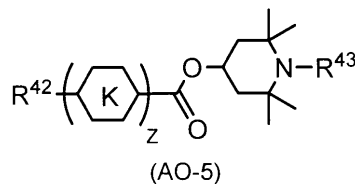
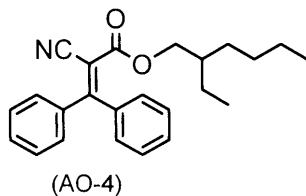
10

【0143】

【化51】



20



【0144】

化合物（AO-1）において、 R^{40} は、炭素数1から20のアルキル、炭素数1から20のアルコキシ、 $-COOR^{41}$ 、または $-CH_2CH_2COOR^{41}$ であり、ここで R^{41} は、炭素数1から20のアルキルである。化合物（AO-2）および（AO-5）において、 R^{42} は、炭素数1から20のアルキルである。化合物（AO-5）において、 R^{43} は、水素、メチル、または O^\cdot （酸素ラジカル）であり、環Kは、1,4-シクロヘキシレンまたは1,4-フェニレンであり、 z は、1、2または3である。

30

【0145】

4. 液晶表示素子

上記の液晶組成物は、PC、TN、STN、OCB、またはPSAなどの動作モードを有し、アクティブマトリクス方式で駆動する液晶表示素子に使用できる。この組成物は、PC、TN、STN、OCB、VA、IPSまたはFFSなどの動作モードを有し、パッシブマトリクス方式で駆動する液晶表示素子にも使用することができる。これらの素子は、反射型、透過型、および半透過型のいずれのタイプにも適用ができる。

40

【0146】

この組成物は、ネマチック液晶をマイクロカプセル化して作製したNCAP（nematic curvilinear aligned phase）素子、液晶中に三次元網目状高分子を形成して作製したポリマー分散型液晶表示素子（PDLCD）、そしてポリマーネットワーク液晶表示素子（PNLCD）にも使用できる。また、この組成物を用いて、PSAモードの液晶表示素子が作製される。PSAモードの素子は、アクティブマトリクス、およびパッシブマトリクスのような駆動方式で駆動させることができる。このような素子は、反射型、透過型、および半透過型のいずれのタイプにも適用ができる。重合性化合物の添加量を増やすことによって、高分子分散（polymer dispersed）モードの素子も作製することができる。

50

【0147】

配向膜は、液晶分子を一定方向に配列させるための膜である。一般にはポリイミドの薄膜が用いられる。本発明の液晶表示素子では、このような配向膜を、片側の基板側に事前に形成した状態で有している。もう一方の基板上および事前に形成された配向膜上に配向制御層を形成するために、配向制御層形成モノマーとして化合物(1)などを含有する組成物が用いられる。化合物(1)が重合によって重合体を与える。この重合体は、配向膜の機能を有するので、配向膜の代わりに用いることができる。

このような素子を製造する方法の一例は、次のとおりである。アレイ基板とカラーフィルター基板と呼ばれる2つの基板を有する素子を用意する。この基板の少なくとも1つは、電極を有する。このとき、この基板上には、第一の電極と、第一の電極と同一の基板上に設けられ、この第一の電極との間に電界を生じさせる第二の電極が設けられていることが好ましい。アレイ基板またはカラーフィルター基板側のいずれか一方に、ポリイミドなどの配向膜を事前に形成する。この事前に形成された配向膜には、ラビング処理や偏光紫外線による光配向処理が行われている。適用できるポリイミド系の配向膜は、プレチルト角が 0° 以上 5° 以下、好ましくは 0° 以上 3° 以下となることが好ましい。光配向処理を行う場合は、光異性化型、あるいは光分解型のポリイミドを用いることが好ましい。このような光配向膜としては、具体的には、国際公開2011/115078号、国際公開2011/115079号、国際公開2013/161569号、特開2016-080985号公報、特開2016-224415号公報、特開2018-106096号公報、国際公開2013/161569号などに開示されている。

次に、電極が形成された面が内側になるように対向させ、スペーサを介してセルギャップを調整し、両基板を貼りあわせて素子とする。得られる液晶層の厚みが $1\mu\text{m}$ から $100\mu\text{m}$ となるように調整するのが好ましい。好ましくは $1.5\mu\text{m}$ から $10\mu\text{m}$ である。次に、上記の化合物(1)を含む液晶組成物を素子に注入する。なお、この液晶組成物には、必要に応じて添加物をさらに添加してもよい。この素子を、液晶組成物のネマチック相から等方相への転移温度(T_{NI})以上に加熱し、液晶組成物を等方相状態に変化させた状態で偏光紫外線照射を行う。この偏光紫外線照射を「第一の紫外線照射」ということがある。ここでの偏光紫外線は、事前に形成された配向膜になされたラビング処理や光配向処理で規定される液晶の配向方向を打ち消さない偏光方向に規定するのが好ましい。

次に、液晶層を 20 以上 T_{NI} 未満の温度範囲に保持して、非偏光紫外線照射を行ってもよい。この非偏光紫外線照射を「第二の紫外線照射」ということがある。第二の紫外線照射を行うことによって、系内に残存している重合性化合物や、未反応の重合性基を完全に消費できる場合がある。ここでは、第一の紫外線照射である偏光紫外線照射により配向制御層がほぼ形成されているので、後述のように、第二の紫外線照射は、非偏光状態でも液晶配向の均一性は維持される。このような紫外線照射によって、液晶分子に均一な水平配向を誘起する配向制御層が生成し、目的の素子が作製される。

【0148】

この手順において、液晶層を液晶組成物の等方相への転移温度(T_{NI})以上の温度範囲に保持し、例えば波長 280nm から 400nm の範囲にピークを有する偏光紫外線で照射すると、配向制御層形成モノマーである化合物(1)が芳香族エステル部位を有する場合、芳香族エステル部位が光分解し、ラジカルが形成され、光フリース転位する。光フリース転位において、芳香族エステル部位の光分解は偏光紫外線の偏光方向と芳香族エステル部位の長軸方向が同一方向であった場合に生じる。光分解後は再結合し、互変異性化により水酸基が分子内に生じる。この水酸基により、基板界面の相互作用が生じ、配向制御層形成モノマーが基板界面側に異方性を持って相互作用しやすくなると考えられる。配向制御層形成モノマーである化合物(1)がビニレン構造を有する場合、紫外光が照射されることにより、光二量化や光異性化を生じる。ビニレン基を有する配向制御層形成モノマーは、紫外光が照射されることでトランス体からシス体への光異性化や、二量化によるシクロブタン環の形成が生じ、異方性を形成し、配向制御層形成モノマーが基板界面側に相互作用すると考えられる。

10

20

30

40

50

上記いずれの場合も、化合物(1)が重合性基を有しているため、重合により、重合体が基板界面側に固定化される。この重合体が、液晶分子を均一に配向させる配向制御層となる。化合物(16)あるいは化合物(16-A)を添加する場合、化合物(1)が重合する際、化合物(16)あるいは化合物(16-A)も共重合するので配向制御層に組み込まれる。

次に、第二の紫外線照射として、液晶層を 20 以上 T_{NI} 未満の温度範囲に保持し、例えば波長 330nm から 400nm にピークを有する非偏光紫外線を照射すると、配向制御層形成モノマーである化合物(1)が芳香族エステル部位を有する場合、配向制御層中に残存している芳香族エステル部位が光フリース転位する、あるいは、未反応の配向制御層形成モノマーおよび化合物(16)あるいは化合物(16-A)が配向制御層に沿って重合すると考えられる。ここでの光フリース転位は、第一の紫外線照射で方向付けられた重合体の内部で生じるため、配向制御層の異方性が高まる方向に転位反応が進行する傾向にあると考えられる。配向制御層形成モノマーである化合物(1)がビニレン構造を有する場合、配向制御層中に残存している未反応のビニレンが光二量化や光異性化する、あるいは、未反応の配向制御層形成モノマーおよび化合物(16)あるいは化合物(16-A)が配向制御層に沿って重合すると考えられる。ここでの光二量化や光異性化は、第一の紫外線照射で方向付けられた重合体の内部で生じるため、配向制御層の異方性が高まる方向に転位反応が進行する傾向にあると考えられる。

未反応の配向制御層形成モノマーおよび化合物(16)あるいは化合物(16-A)の追加重合も配向制御層の異方性付与に寄与すると考えられる。

液晶セルとしての信頼性、例えば液晶表示素子として長時間の駆動によって初期配向の方向が次第にずれてしまうことに起因する、いわゆる「AC残像」と称する焼き付きは、液晶分子に作用する配向規制力を大きくすることで低減されることが考えられる。上記のような配向制御層の異方性を上昇させることで、液晶分子に作用する配向規制力が大きくなると期待される。

本発明の素子では、片側の基板にポリイミドのような事前に形成された配向膜を有し、さらにその配向膜上ともう一方の基板上へ、 $0.0005\mu\text{m}$ から $0.007\mu\text{m}$ の厚みである配向制御層が形成される。配向制御層の厚みが非常に小さいため、事前に形成された配向膜へのラビング処理や光配向処理に由来する配向規制力の影響が液晶化合物へ作用し、配向制御層の配向規制力を更に大きくする。また、一方の基板上には、 $0.0005\mu\text{m}$ から $0.007\mu\text{m}$ の厚みである配向制御層が直接形成されることで、液晶セル中の液晶化合物の配向が制御可能となる。配向制御層の厚みは、 $0.0005\mu\text{m}$ から $0.007\mu\text{m}$ であり、 $0.0008\mu\text{m}$ から $0.007\mu\text{m}$ であることが好ましい。このような配向制御層の効果によって、画像の焼き付きが改善されることになる。また、配向規制力が大きくなることから、素子のコントラスト向上や応答時間の短縮が期待される。

【0149】

基板への紫外線照射について説明する。本発明では、一段階で紫外線照射を行う場合と、少なくとも二段階で紫外線を照射する場合がある。一段階で紫外線照射を行う場合には、第一の紫外線照射のみを行う。また、二段階で紫外線を照射する場合には、第一の紫外線照射、および第二の紫外線照射を行う。光源の例は、低圧水銀ランプ(殺菌ランプ、蛍光ケミカルランプ、ブラックライト)、高圧放電ランプ(高圧水銀ランプ、メタルハライドランプ)、およびショートアーク放電ランプ(超高圧水銀ランプ、キセノンランプ、水銀キセノンランプ)である。光源の好ましい例は、メタルハライドランプ、キセノンランプ、超高圧水銀ランプおよび高圧水銀ランプである。光源と液晶素子との間にフィルターなどを設置して特定の波長領域のみを通すことにより、照射光源の波長領域を選択してもよい。

第一の紫外線照射における液晶層の保持温度は、 T_{NI} 以上の温度範囲である。好ましい液晶層の保持温度は、 T_{NI} 以上 $T_{NI}+15$ 以下の温度範囲である。

第一の紫外線照射で照射する偏光紫外線は、波長約 280nm から約 400nm の範囲にピークを有する紫外線である。好ましい偏光紫外線は、波長約 300nm から約 400

10

20

30

40

50

n mにピークを有し、照度が約2 mW / c m² から約3 0 0 mW / c m² の範囲で、約0 . 0 3 J / c m² から約2 0 J / c m² の露光量（照度（単位：mW / c m²）と照射時間（単位：秒）の積）となる範囲である紫外線である。より好ましい偏光紫外線は、波長約3 0 0 n mから約4 0 0 n mにピークを有し、照度が約2 mW / c m² から約3 0 0 mW / c m² の範囲で、約0 . 0 3 J / c m² から約1 0 J / c m² の露光量となる範囲である紫外線である。特に好ましい偏光紫外線は、3 1 3 n m付近、3 3 5 n m付近および3 6 5 n m付近にピークを有し、照度が約2 mW / c m² から約3 0 0 mW / c m² の範囲で、約0 . 0 3 J / c m² から約1 0 J / c m² の露光量となる範囲である紫外線である。この第一の紫外線照射によって大部分の重合性化合物が重合する。

【0150】

第二の紫外線照射における液晶層の保持温度は、2 0 以上T_{N I}未満の温度範囲である。好ましい液晶層の保持温度は、2 0 以上4 5 以下の温度範囲である。

第二の紫外線照射で照射する非偏光紫外線は、波長約3 3 0 n mから約4 0 0 n mにピークを有する紫外線である。好ましい非偏光紫外線は、波長約3 3 0 n mから約4 0 0 n mにピークを有し、照度が約1 mW / c m² から約5 0 mW / c m² の範囲で、約1 J / c m² から約3 0 J / c m² の露光量となる範囲である紫外線である。より好ましい非偏光紫外線は、3 3 5 n m付近および3 6 5 n m付近にピークを有し、照度が約1 mW / c m² から約5 0 mW / c m² の範囲で、約1 J / c m² から約2 5 J / c m² の露光量となる範囲である紫外線である。この第二の紫外線照射によって、追加のフリース転位、光二量化あるいは光異性化を生じさせることができる。また、未反応の配向制御層形成モノマーおよび化合物（1 6 ）あるいは化合物（1 6 - A）を重合体に変換することができる。このような追加重合を行う場合、未反応物は極めて少なくなる。したがって、電圧保持率の大きな素子が得られることが期待される。

【0151】

水平配向型素子において、電圧無印加時に液晶分子は基板面に対して略水平配向する。この素子では、配向制御層の作用によって、液晶分子が基板に対して水平配向される。液晶分子と基板との角度（すなわちプレチルト角）は、0 °以上5 °以下である。好ましくは0 °以上3 °以下である。このような水平配向を、櫛型電極と組み合わせることにより広視野角を達成できる。

【実施例】

【0152】

実施例（合成例、使用例を含む）により、本発明をさらに詳しく説明する。本発明はこれらの実施例によっては制限されない。本発明は、使用例の組成物の少なくとも2つを混合することによって調製した混合物をも含む。

【0153】

特に記載のないかぎり、反応は窒素雰囲気下で行った。化合物（1）および化合物（1 6 ）あるいは化合物（1 6 - A）は、合成例などに示した手順により合成した。合成した化合物は、NMR分析などの方法により同定した。特性は、下記の方法により測定した。

【0154】

NMR分析：測定には、ブルカーバイオスピン社製のDRX - 5 0 0を用いた。¹H - NMRの測定では、試料をCDCl₃などの重水素化溶媒に溶解させ、測定は、室温で、5 0 0 M H z、積算回数1 6回の条件で行った。テトラメチルシランを内部標準として用いた。¹⁹F - NMRの測定では、CFCl₃を内部標準として使い、積算回数2 4回で行った。核磁気共鳴スペクトルの説明において、sはシングレット、dはダブルット、tはトリプレット、qはカルテット、q u i nはクインテット、s e xはセクステット、mはマルチプレット、b rはブロードであることを意味する。

【0155】

ガスクロマト分析：測定には、島津製作所製のGC - 2 0 1 0型ガスクロマトグラフを用いた。カラムは、Agilent Technologies Inc.製のキャピラリカラムDB - 1（長さ6

10

20

30

40

50

0 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm) を用いた。キャリアーガスとしてはヘリウム (1 mL / 分) を用いた。試料気化室の温度を 300、検出器 (FID) 部分の温度を 300 に設定した。試料はアセトンに溶解して、1 重量% の溶液となるように調製し、得られた溶液 1 μL を試料気化室に注入した。記録計には島津製作所製の GC Solution システムなどを用いた。

【0156】

HPLC 分析：測定には、島津製作所製の Prominence (LC-20AD; SPD-20A) を用いた。カラムはワイエムシー製の YMC-Pack ODS-A (長さ 150 mm、内径 4.6 mm、粒子径 5 μm) を用いた。溶出液はアセトニトリルと水を適宜混合して用いた。検出器としては UV 検出器、RI 検出器、CORONA 検出器などを適宜用いた。UV 検出器を用いた場合、検出波長は 254 nm とした。試料はアセトニトリルに溶解して、0.1 重量% の溶液となるように調製し、この溶液 1 μL を試料室に導入した。記録計としては島津製作所製の C-R7Aplus を用いた。

10

【0157】

測定試料：相構造および転移温度 (透明点、融点、重合開始温度など) を測定するときには、化合物そのものを試料として用いた。

【0158】

測定方法：特性の測定は下記の方法で行った。これらの多くは、社団法人電子情報技術産業協会 (JEITA; Japan Electronics and Information Technology Industries Association) で審議制定される JEITA 規格 (JEITA・ED-2521B) に記載された方法、またはこれを修飾した方法であった。測定に用いた TN 素子には、薄膜トランジスター (TFT) を取り付けなかった。

20

【0159】

(1) 相構造

偏光顕微鏡を備えた融点測定装置のホットプレート (メトラー社 FP-52 型ホットステージ) に試料を置いた。この試料を、3 / 分の速度で加熱しながら相状態とその変化を偏光顕微鏡で観察し、相の種類を特定した。

【0160】

(2) 転移温度 ()

測定には、パーキンエルマー社製の走査熱量計、Diamond DSC システムまたはエスエスアイ・ナノテクノロジー社製の高感度示差走査熱量計、X-DSC7000 を用いた。試料は、3 / 分の速度で昇降温し、試料の相変化に伴う吸熱ピークまたは発熱ピークの開始点を外挿により求め、転移温度を決定した。化合物の融点、重合開始温度もこの装置を使って測定した。化合物が固体からスメクチック相、ネマチック相などの液晶相に転移する温度を「液晶相の下限温度」と略すことがある。化合物が液晶相から液体に転移する温度を「透明点」と略すことがある。

30

【0161】

結晶は C と表した。結晶の種類の違いがつかう場合は、それぞれを C₁、C₂ のように表した。スメクチック相は S、ネマチック相は N と表した。スメクチック相の中で、スメクチック A 相、スメクチック B 相、スメクチック C 相、またはスメクチック F 相の区別がつかう場合は、それぞれ S_A、S_B、S_C、または S_F と表した。液体 (アイソトロピック) は I と表した。転移温度は、例えば、「C 50.0 N 100.0 I」のように表記した。これは、結晶からネマチック相への転移温度が 50.0 であり、ネマチック相から液体への転移温度が 100.0 であることを示す。

40

【0162】

(3) ネマチック相の上限温度 (T_{NI} または NI ;)

偏光顕微鏡を備えた融点測定装置のホットプレートに試料を置き、1 / 分の速度で加熱した。試料の一部がネマチック相から等方性液体に変化したときの温度を測定した。ネマチック相の上限温度を「上限温度」と略すことがある。試料が液晶性化合物と母液晶との混合物であるときは、T_{NI} の記号で示した。試料が液晶性化合物と成分 B、C、D の

50

ような化合物との混合物であるときは、N I の記号で示した。

【0163】

(4) ネマチック相の下限温度 (T_c ;)

ネマチック相を有する試料を 0、-10、-20、-30、および -40 のフリーザー中に 10 日間保管したあと、液晶相を観察した。例えば、試料が -20 ではネマチック相のままであり、-30 では結晶またはスメクチック相に変化したとき、 T_c を -20 と記載した。ネマチック相の下限温度を「下限温度」と略すことがある。

【0164】

(5) 粘度 (バルク粘度; ; 20 で測定; mPa·s)

測定には、東京計器株式会社製の E 型回転粘度計を用いた。

10

【0165】

(6) 光学異方性 (屈折率異方性; 25 で測定; n)

測定は、波長 589 nm の光を用い、接眼鏡に偏光板を取り付けたアッペ屈折計により行なった。主プリズムの表面を一方方向にラビングしたあと、試料を主プリズムに滴下した。屈折率 (n) は偏光の方向がラビングの方向と平行であるときに測定した。屈折率 (n) は偏光の方向がラビングの方向と垂直であるときに測定した。光学異方性 (n) の値は、 $n = n - n$ 、の式から計算した。

【0166】

(7) 比抵抗 (; 25 で測定; cm)

電極を備えた容器に試料 1.0 mL を注入した。この容器に直流電圧 (10 V) を印加し、10 秒後の直流電流を測定した。比抵抗は次の式から算出した。(比抵抗) = { (電圧) × (容器の電気容量) } / { (直流電流) × (真空の誘電率) }。

20

【0167】

誘電率異方性が正の試料と負の試料とでは、特性の測定法が異なることがある。誘電率異方性が正であるときの測定法は、項 (8 a) から (12 a) に記載した。誘電率異方性が負の場合は、項 (8 b) から (12 b) に記載した。

【0168】

(8 a) 粘度 (回転粘度; 1; 25 で測定; mPa·s)

正の誘電率異方性: 測定は、M. Imai et al., *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, Vol. 259, 37 (1995) に記載された方法に従った。ツイスト角が 0 度であり、そして 2 枚のガラス基板の間隔 (セルギャップ) が 5 μm である TN 素子に試料を入れた。この素子に 16 V から 19.5 V の範囲で 0.5 V 毎に段階的に印加した。0.2 秒の無印加のあと、ただ 1 つの矩形波 (矩形パルス; 0.2 秒) と無印加 (2 秒) の条件で印加を繰り返した。この印加によって発生した過渡電流 (transient current) のピーク電流 (peak current) とピーク時間 (peak time) を測定した。これらの測定値と M. Imai らの論文、40 頁の計算式 (10) とから回転粘度の値を得た。この計算に必要な誘電率異方性の値は、この回転粘度を測定した素子を用い、下に記載した方法で求めた。

30

【0169】

(8 b) 粘度 (回転粘度; 1; 25 で測定; mPa·s)

負の誘電率異方性: 測定は、M. Imai et al., *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, Vol. 259, 37 (1995) に記載された方法に従った。2 枚のガラス基板の間隔 (セルギャップ) が 20 μm の VA 素子に試料を入れた。この素子に 39 V から 50 V の範囲で 1 V 毎に段階的に印加した。0.2 秒の無印加のあと、ただ 1 つの矩形波 (矩形パルス; 0.2 秒) と無印加 (2 秒) の条件で印加を繰り返した。この印加によって発生した過渡電流 (transient current) のピーク電流 (peak current) とピーク時間 (peak time) を測定した。これらの測定値と M. Imai らの論文、40 頁の計算式 (10) とから回転粘度の値を得た。この計算に必要な誘電率異方性は、下記の誘電率異方性の項で測定した値を用いた。

40

【0170】

(9 a) 誘電率異方性 (; 25 で測定)

50

正の誘電率異方性：2枚のガラス基板の間隔（セルギャップ）が $9\ \mu\text{m}$ であり、そしてツイスト角が 80 度であるTN素子に試料を入れた。この素子にサイン波（ $10\ \text{V}$ 、 $1\ \text{kHz}$ ）を印加し、2秒後に液晶分子の長軸方向における誘電率（ ）を測定した。この素子にサイン波（ $0.5\ \text{V}$ 、 $1\ \text{kHz}$ ）を印加し、2秒後に液晶分子の短軸方向における誘電率（ ）を測定した。誘電率異方性の値は、 $=$ - 、の式から計算した。

【0171】

(9b) 誘電率異方性（ ; 25 で測定）

負の誘電率異方性：誘電率異方性の値は、 $=$ - 、の式から計算した。誘電率（ および ）は次のように測定した。

1) 誘電率（ ）の測定：よく洗浄したガラス基板にオクタデシルトリエトキシシラン（ $0.16\ \text{mL}$ ）のエタノール（ $20\ \text{mL}$ ）溶液を塗布した。ガラス基板をスピナーで回転させたあと、 150 で1時間加熱した。2枚のガラス基板の間隔（セルギャップ）が $4\ \mu\text{m}$ であるVA素子に試料を入れ、この素子を紫外線で硬化する接着剤で密閉した。この素子にサイン波（ $0.5\ \text{V}$ 、 $1\ \text{kHz}$ ）を印加し、2秒後に液晶分子の長軸方向における誘電率（ ）を測定した。

2) 誘電率（ ）の測定：よく洗浄したガラス基板にポリイミド溶液を塗布した。このガラス基板を焼成した後、得られた配向膜にラビング処理をした。2枚のガラス基板の間隔（セルギャップ）が $9\ \mu\text{m}$ であり、ツイスト角が 80 度であるTN素子に試料を入れた。この素子にサイン波（ $0.5\ \text{V}$ 、 $1\ \text{kHz}$ ）を印加し、2秒後に液晶分子の短軸方向における誘電率（ ）を測定した。

【0172】

(10a) 弾性定数（K ; 25 で測定 ; pN）

正の誘電率異方性：測定には横河・ヒューレットパカード株式会社製のHP4284A型LCRメータを用いた。2枚のガラス基板の間隔（セルギャップ）が $20\ \mu\text{m}$ である水平配向素子に試料を入れた。この素子に $0\ \text{V}$ から $20\ \text{V}$ の電荷を印加し、静電容量および印加電圧を測定した。測定した静電容量（C）と印加電圧（V）の値を「液晶デバイスハンドブック」（日刊工業新聞社）、75頁にある式（2.98）、式（2.101）を用いてフィッティングし、式（2.99）から K_{11} および K_{33} の値を得た。次に171頁にある式（3.18）に、先ほど求めた K_{11} および K_{33} の値を用いて K_{22} を算出した。弾性定数Kは、このようにして求めた K_{11} 、 K_{22} および K_{33} の平均値で表した。

【0173】

(10b) 弾性定数（ K_{11} および K_{33} ; 25 で測定 ; pN）

負の誘電率異方性：測定には株式会社東陽テクニカ製のEC-1型弾性定数測定器を用いた。2枚のガラス基板の間隔（セルギャップ）が $20\ \mu\text{m}$ である垂直配向素子に試料を入れた。この素子に $20\ \text{V}$ から $0\ \text{V}$ の電荷を印加し、静電容量および印加電圧を測定した。静電容量（C）と印加電圧（V）の値を、「液晶デバイスハンドブック」（日刊工業新聞社）、75頁にある式（2.98）、式（2.101）を用いてフィッティングし、式（2.100）から弾性定数の値を得た。

【0174】

(11a) しきい値電圧（ V_{th} ; 25 で測定 ; V）

正の誘電率異方性：測定には大塚電子株式会社製のLCD5100型輝度計を用いた。光源はハロゲンランプであった。2枚のガラス基板の間隔（セルギャップ）が $0.45/n$ (μm) であり、ツイスト角が 80 度であるノーマリーホワイトモード（normally white mode）のTN素子に試料を入れた。この素子に印加する電圧（ $32\ \text{Hz}$ 、矩形波）は $0\ \text{V}$ から $10\ \text{V}$ まで $0.02\ \text{V}$ ずつ段階的に増加させた。この際に、素子に垂直方向から光を照射し、素子を透過した光量を測定した。この光量が最大になったときに透過率 100% であり、この光量が最小であったときに透過率 0% である電圧-透過率曲線を作成した。しきい値電圧は透過率が 90% になったときの電圧で表した。

【0175】

(11b) しきい値電圧 (V_{th}; 25 で測定; V)

負の誘電率異方性：測定には大塚電子株式会社製のLCD5100型輝度計を用いた。光源はハロゲンランプであった。2枚のガラス基板の間隔(セルギャップ)が4 μmであり、ラビング方向がアンチパラレルであるノーマリーブラックモード(normally black mode)のVA素子に試料を入れ、この素子を紫外線で硬化する接着剤を用いて密閉した。この素子に印加する電圧(60 Hz、矩形波)は0 Vから20 Vまで0.02 Vずつ段階的に増加させた。この際に、素子に垂直方向から光を照射し、素子を透過した光量を測定した。この光量が最大になったときが透過率100%であり、この光量が最小であったときが透過率0%である電圧-透過率曲線を作成した。しきい値電圧は透過率が10%になったときの電圧で表した。

10

【0176】

(12a) 応答時間(; 25 で測定; ms)

正の誘電率異方性：測定には大塚電子株式会社製のLCD5100型輝度計を用いた。光源はハロゲンランプであった。ローパス・フィルタ(Low-pass filter)は5 kHzに設定した。2枚のガラス基板の間隔(セルギャップ)が5.0 μmであり、ツイスト角が80度であるノーマリーホワイトモード(normally white mode)のTN素子に試料を入れた。この素子に矩形波(60 Hz、5 V、0.5秒)を印加した。この際に、素子に垂直方向から光を照射し、素子を透過した光量を測定した。この光量が最大になったときが透過率100%であり、この光量が最小であったときが透過率0%であるとみなした。立ち上がり時間(r: rise time; ミリ秒)は、透過率が90%から10%に変化するのに要した時間である。立ち下がり時間(f: fall time; ミリ秒)は透過率10%から90%に変化するのに要した時間である。応答時間は、このようにして求めた立ち上がり時間と立ち下がり時間との和で表した。

20

【0177】

(12b) 応答時間(; 25 で測定; ms)

負の誘電率異方性：測定には大塚電子株式会社製のLCD5100型輝度計を用いた。光源はハロゲンランプであった。ローパス・フィルタ(Low-pass filter)は5 kHzに設定した。2枚のガラス基板の間隔(セルギャップ)が3.2 μmであり、ラビング方向がアンチパラレルであるノーマリーブラックモード(normally black mode)のPVA素子に試料を入れた。この素子を紫外線で硬化する接着剤を用いて密閉した。この素子にしきい値電圧を若干超える程度の電圧を1分間印加し、次に5.6 Vの電圧を印加しながら23.5 mW/cm²の紫外線を8分間照射した。この素子に矩形波(60 Hz、10 V、0.5秒)を印加した。この際に、素子に垂直方向から光を照射し、素子を透過した光量を測定した。この光量が最大になったときが透過率100%であり、この光量が最小であったときが透過率0%であるとみなした。応答時間は透過率90%から10%に変化するのに要した時間(立ち下がり時間; fall time; ミリ秒)で表した。

30

【0178】

(13) 電圧保持率

重合性化合物を重合させた素子に60 でパルス電圧(1 Vで60 マイクロ秒)を印加して充電した。減衰する電圧を高速電圧計で500 ミリ秒間測定し、単位周期における電圧曲線と横軸との間の面積Aを求めた。面積Bは減衰しなかったときの面積である。電圧保持率は面積Bに対する面積Aの百分率で表した。

40

【0179】

(14) 照度

紫外線照度の測定には、ウシオ電機株式会社製の紫外線照度計、UIT-250型(センサー: UVD-S313およびUVD-S365)を用いた。

【0180】

(15) 水平配向の均一性

配向制御層が形成された素子を偏光顕微鏡にセットして液晶の配向状態を観察した。偏

50

光顕微鏡の偏光子と検光子は各々の透過軸が直交するように配置した。まず、液晶分子の配向方向と偏光顕微鏡の偏光子の透過軸が平行となるように、すなわち、液晶分子の配向方向と偏光顕微鏡の偏光子の透過軸がなす角度が0度となるように、素子を偏光顕微鏡の水平回転ステージ上に設置した。素子の下側、すなわち、偏光子側から光を照射し、検光子を透過する光の有無を観察した。検光子を透過する光が観察されなかった場合（黒状態）、配向は「良好」と判定した。この黒状態における光透過強度の測定は横河電機株式会社製のマルチメディアディスプレイテスト・3298を用いた。同様の観察において検光子を透過する光が観察された場合は、配向は「不良」と判定した。次に、素子を偏光顕微鏡の水平回転ステージ上で回転させ、偏光顕微鏡の偏光子の透過軸と液晶分子の配向方向がなす角度を0度から変化させた。検光子を透過する光の強度は、偏光顕微鏡の偏光子の透過軸と液晶分子の配向方向がなす角度が大きくなるにしたがい増大し、その角度が45度である時に、ほぼ最大となることを確認した。この光透過状態における光強度の測定も黒状態における光透過強度の測定と同様に行った。得られた光透過強度から、下記式により、透過率比を算出した。

$$(\text{透過率比}) = (\text{光透過状態での光透過強度}) / (\text{黒状態での光透過強度})$$

この透過率比が大きいほど、水平配向の均一性が高くなり、本発明では、この透過率比の値が300以上である場合に、水平配向の均一性は良好であると判断した。

【0181】

(16) プレチルト角(度)

プレチルト角の測定には、シンテック株式会社製のOpti-Proを使用した。

【0182】

(17) 膜厚

配向膜の膜厚測定はSEM(走査型電子顕微鏡、株式会社日立ハイテクノロジー製SU-70)を用いて行った。

配向制御層の厚みは、以下の式(F4)に基づいて算出した。

$$\text{配向制御層の厚み(単位: } \mu\text{m)} = \{ \text{セルギャップ(単位: } \mu\text{m)} \times \text{配向制御層形成モノマーの添加量(単位: 重量部)} / 100 \text{(単位: 重量部)} \} / 2 \cdots (F4)$$

ここで、セルギャップは、第一の基板と第二の基板上の配向膜との間隔、あるいは、第一の基板上の配向膜と第二の基板との間隔であり、通常、スペーサの厚みと等しい。

【0183】

(18) AC残像(輝度変化率)

後述する液晶表示素子の輝度-電圧特性(B-V特性)を測定した。ストレス印加前の輝度-電圧特性: B(before)とする。また、ここで測定された最大輝度を得られる電圧をVmaxとした。次に、素子へ120Hzの交流をVmaxで20分間印加した後、1秒間ショートし、再び輝度-電圧特性(B-V特性)を測定した。これをストレス印加後の輝度-電圧特性: B(after)とする。これらの値をもとに、輝度変化率 B(%)を

$$B(\%) = [B(\text{after}) - B(\text{before})] / B(\text{before}) \quad (\text{式1})$$

の式を用いて見積もった。これらの測定は国際公開2000/43833号を参考に行った。本発明では、相対輝度が21.6%となる電圧におけるB(%)の値が小さいほど、AC残像の発生を防止できるといえ、3.0%以下が好ましい。

【0184】

化合物(1)は、以下に示した化合物から選ばれる。

【0185】

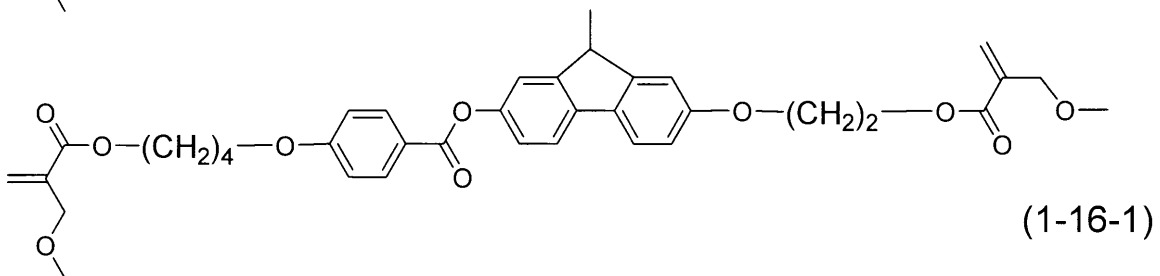
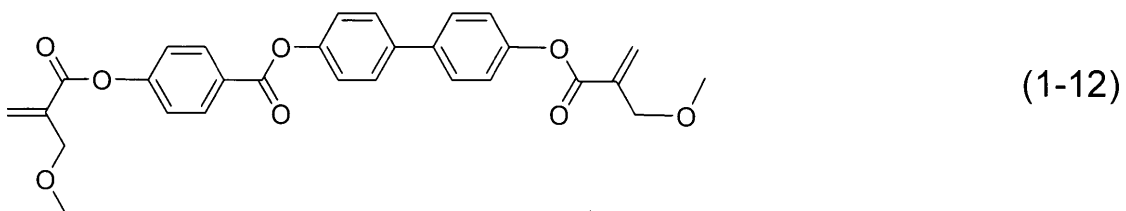
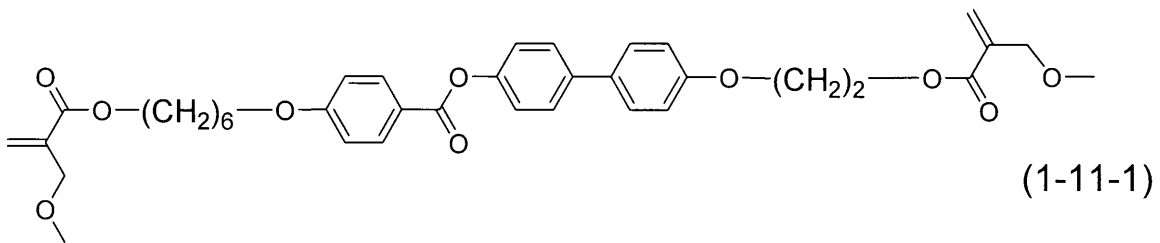
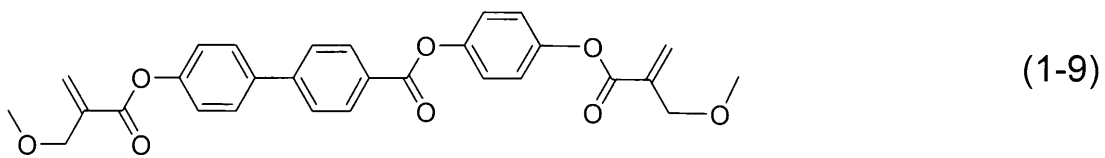
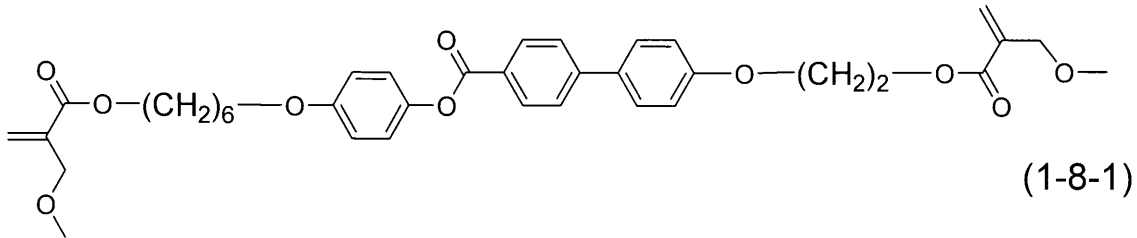
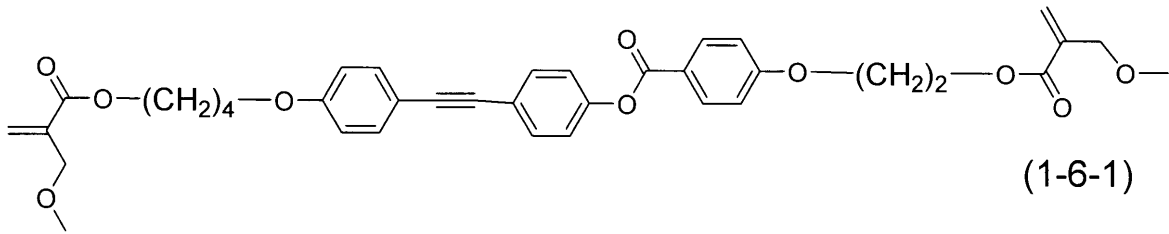
10

20

30

40

【化 5 2】



【 0 1 8 6 】

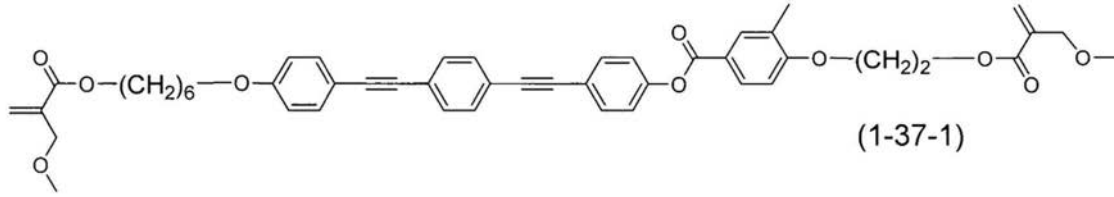
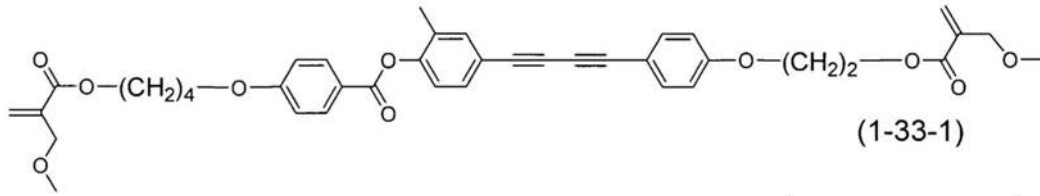
10

20

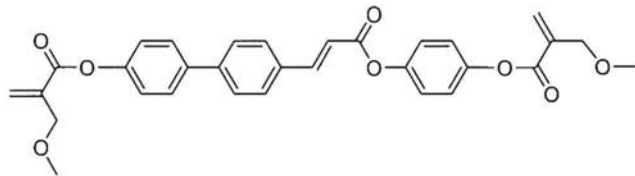
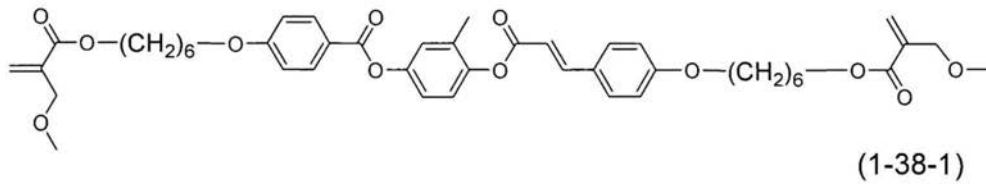
30

40

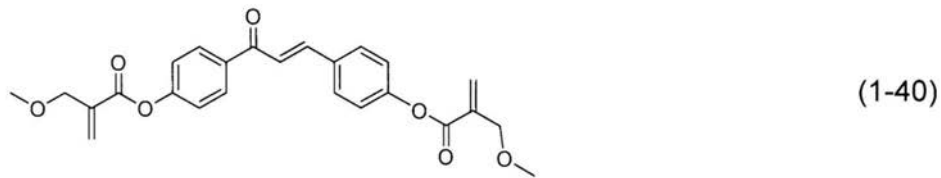
【化 5 3】



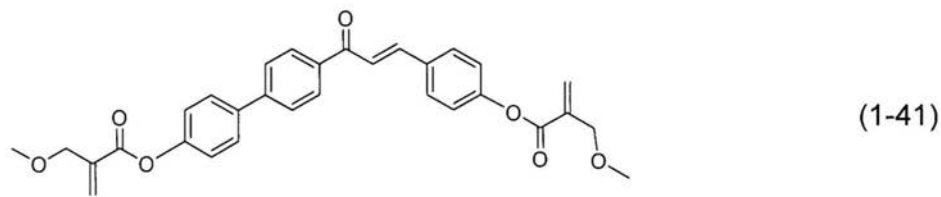
10



20

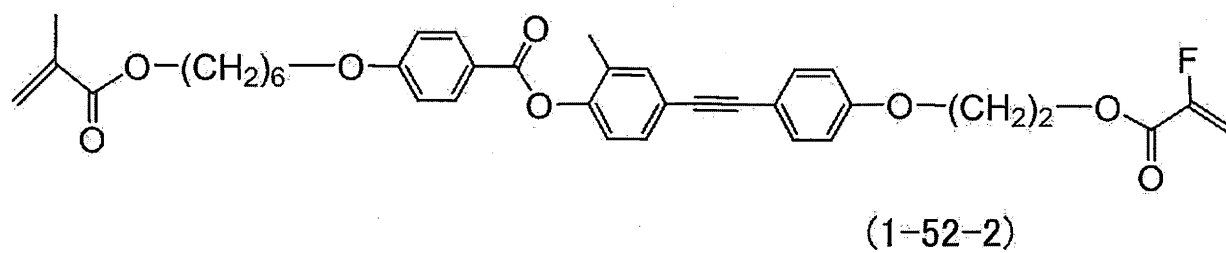
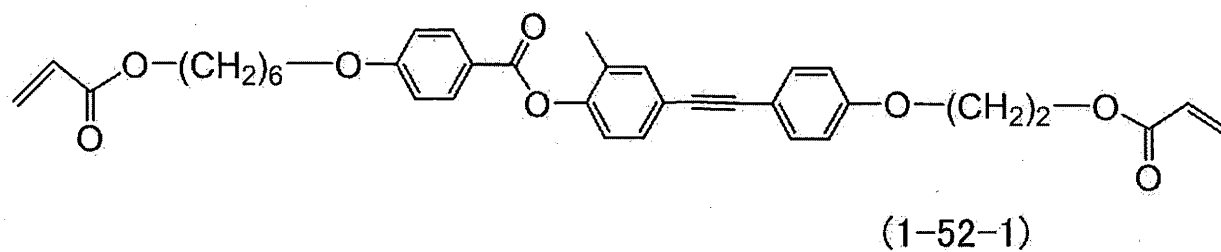
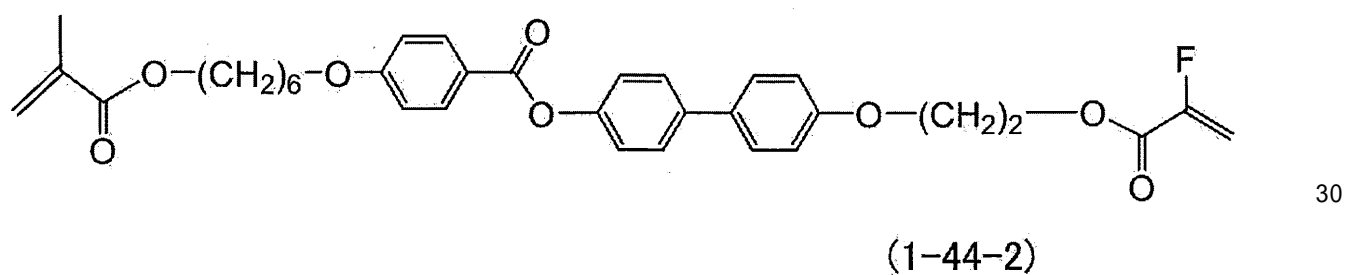
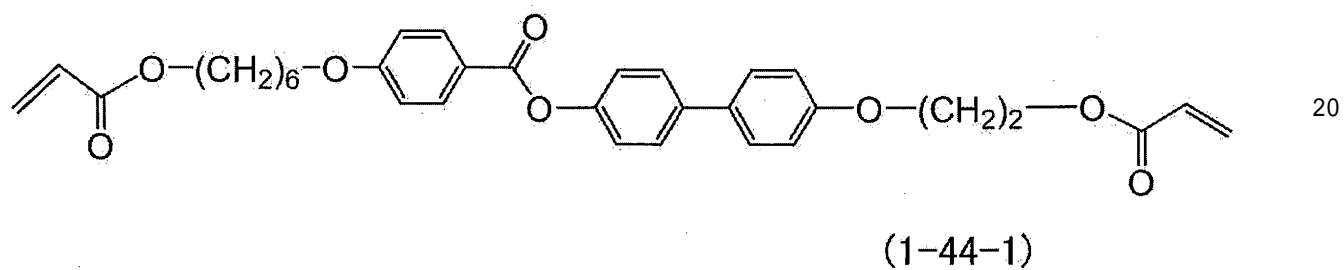
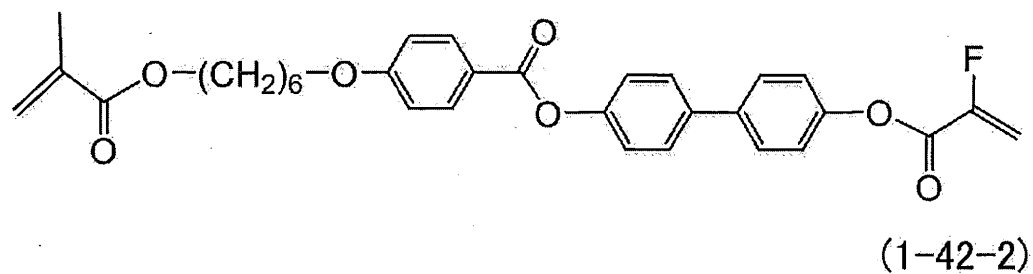
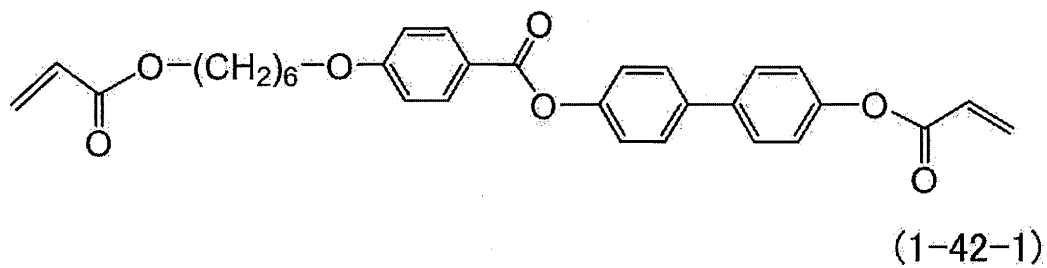


30



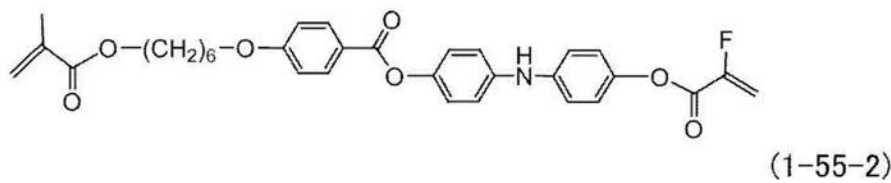
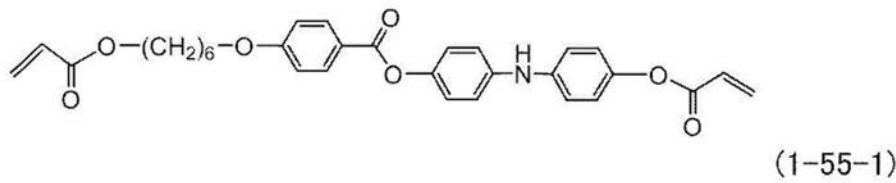
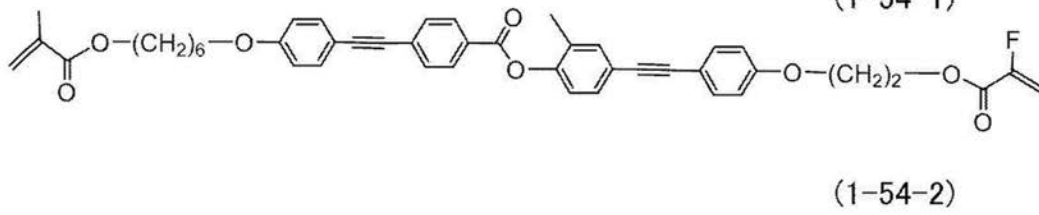
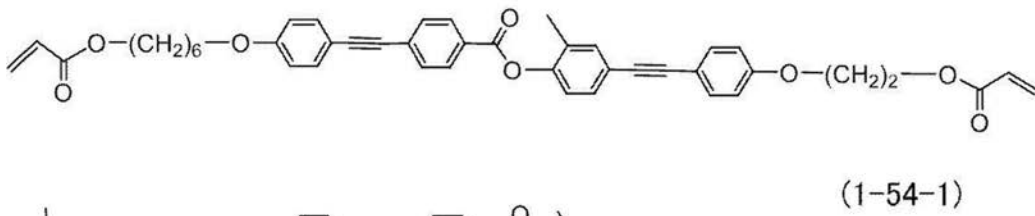
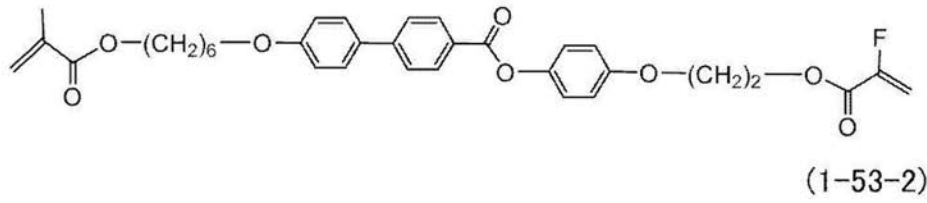
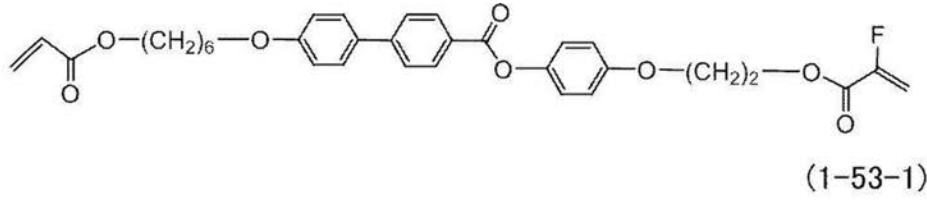
【 0 1 8 7 】

【化 5 4】



【 0 1 8 8 】

【化 5 5】



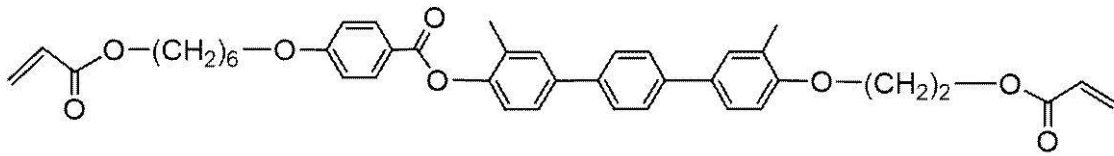
【 0 1 8 9 】

10

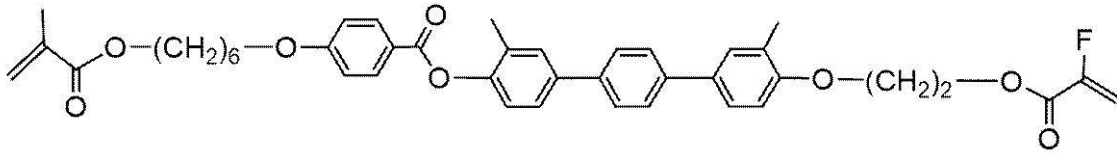
20

30

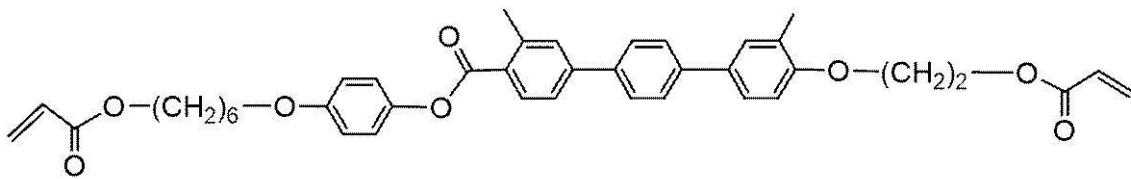
【化 5 6】



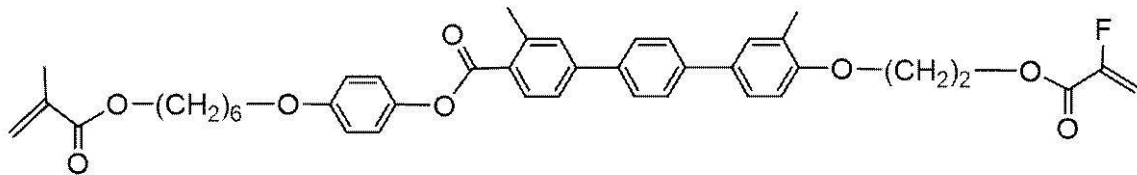
(1-58-1)



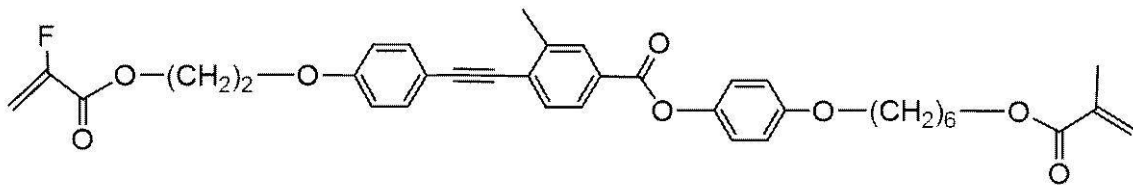
(1-58-2)



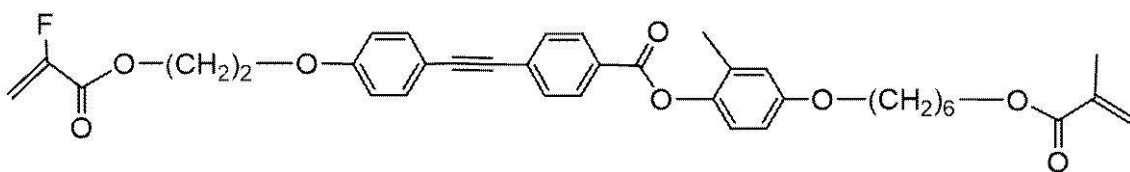
(1-59-1)



(1-59-2)



(1-68-1)



(1-73-1)

【 0 1 9 0 】

化合物 (1 6) は、以下に示した化合物から選ばれる。

【 0 1 9 1 】

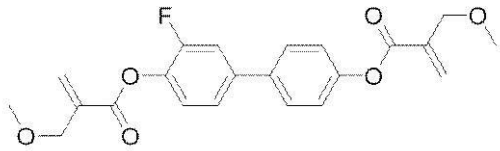
10

20

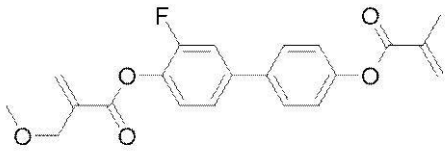
30

40

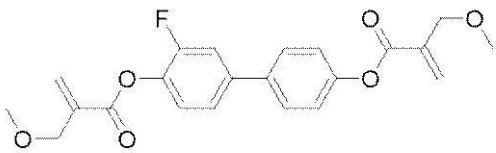
【化 5 7】



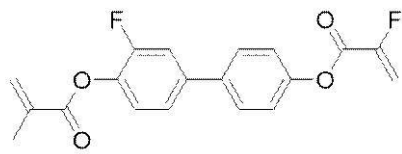
(16α-1-1)



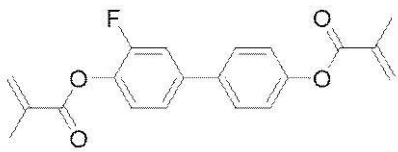
(16α-1-2)



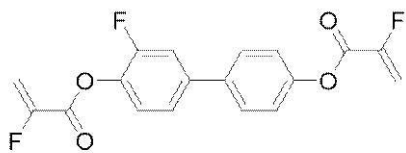
(16α-1-3)



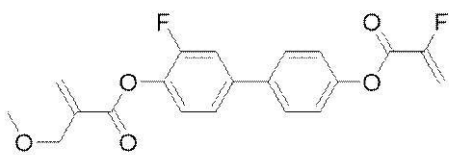
(16α-1-4)



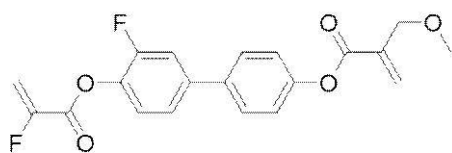
(16α-1-5)



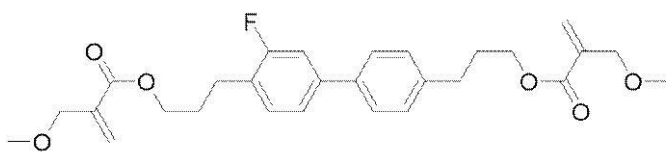
(16α-1-6)



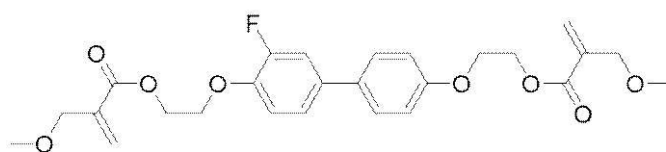
(16α-1-7)



(16α-1-8)



(16α-1-9)



(16α-1-10)

【 0 1 9 2 】

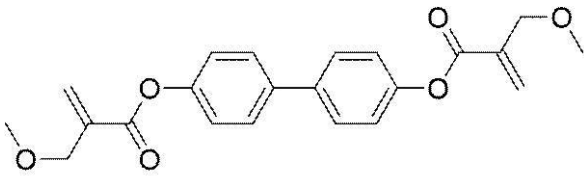
10

20

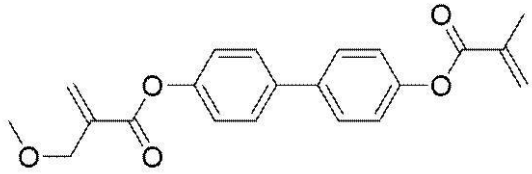
30

40

【化 5 8】

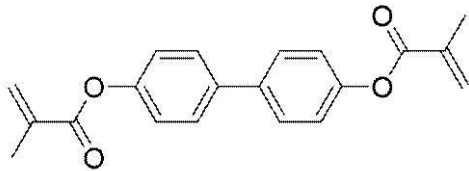


(16α-2-1)

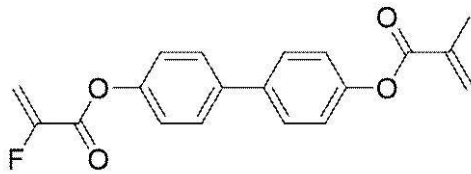


(16α-2-2)

10

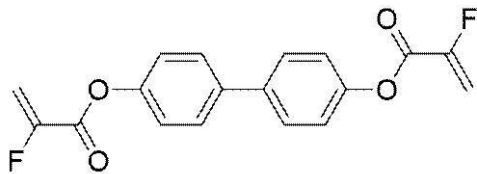


(16α-2-3)

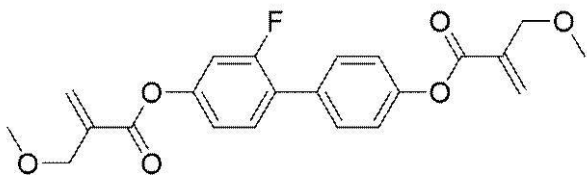


(16α-2-4)

20



(16α-2-5)

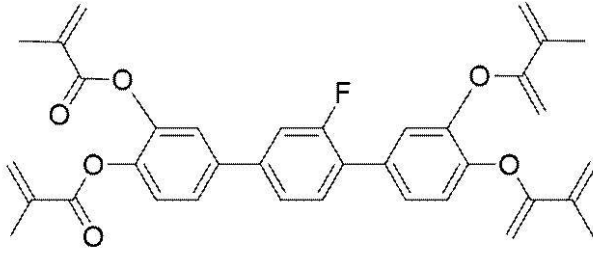


(16α-3-1)

30

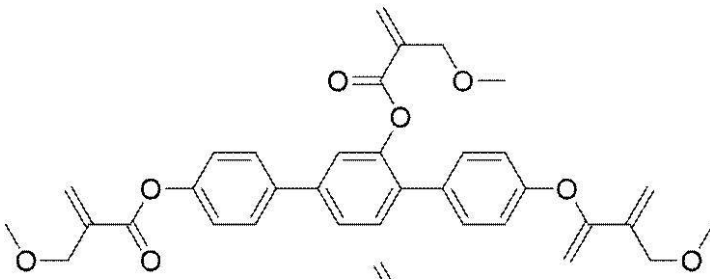
【 0 1 9 3 】

【化 5 9】



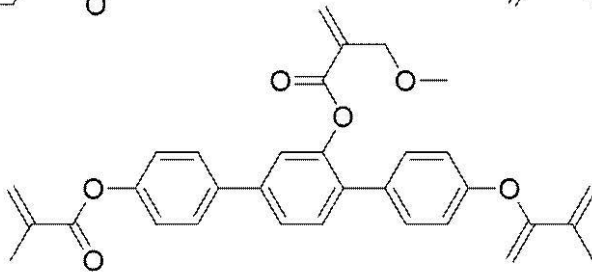
(16α-24-1)

10



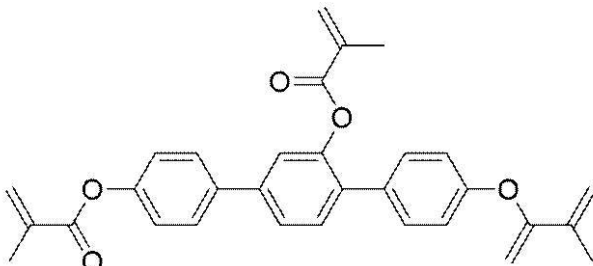
(16α-25-1)

20



(16α-25-2)

30



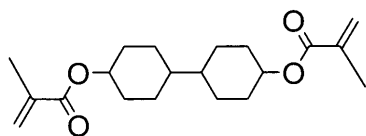
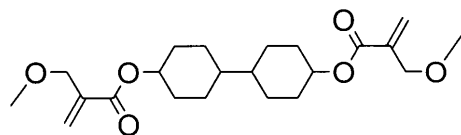
(16α-25-3)

【 0 1 9 4】

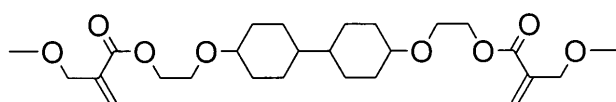
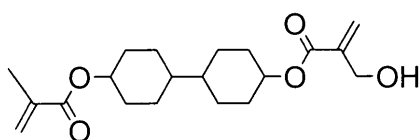
化合物 (1 6 - A) は、以下に示した化合物から選ばれる。

【 0 1 9 5】

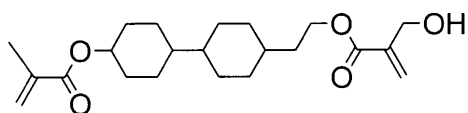
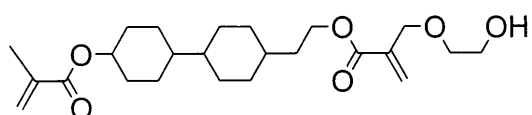
【化 6 0】

(16 α -A-1-1)(16 α -A-2)

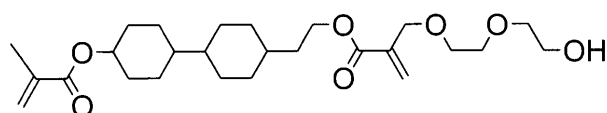
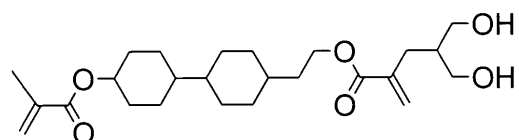
10

(16 α -A-3)(16 α -A-4-1)

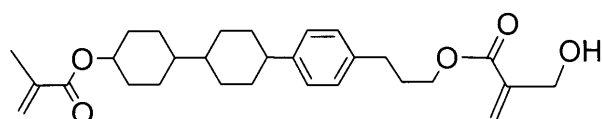
20

(16 α -A-5-1)(16 α -A-6-1)

30

(16 α -A-7-1)(16 α -A-8-1)

40

(16 α -A-9-1)

【 0 1 9 6】

組成物中の化合物は、下記の表 2 の 1) ~ 5) の定義に基づいて記号により表した。表 2 において、1, 4 - シクロヘキシレンに関する立体配置はトランスである。記号の後にあるカッコ内の番号は化合物の番号に対応する。(-) の記号はその他の液晶性化合物を意味する。液晶性化合物の割合(百分率)は、液晶組成物の重量に基づいた重量百分率(

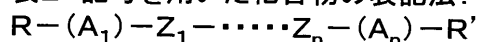
50

重量%)である。最後に、液晶組成物の特性値をまとめた。特性は、先に記載した方法にしたがって測定し、測定値を(外挿することなく)そのまま記載した。

【0197】

【表2】

表2 記号を用いた化合物の表記法:



1) 左末端基 R-	記号
$FC_nH_{2n}-$	Fn-
$C_nH_{2n+1}-$	n-
$C_nH_{2n+1}O-$	nO-
$C_mH_{2m+1}OC_nH_{2n}-$	mOn-
$CH_2=CH-$	V-
$C_nH_{2n+1}-CH=CH-$	nV-
$CH_2=CH-C_nH_{2n}-$	Vn-
$C_mH_{2m+1}-CH=CH-C_nH_{2n}-$	mVn-
$CF_2=CH-$	VFF-
$CF_2=CH-C_nH_{2n}-$	VFFn-
$C_mH_{2m+1}CF_2C_nH_{2n}-$	m(CF2)n-
$CH_2=CHCOO-$	AC-
$CH_2=C(CH_3)COO-$	MAC-

10

20

【0198】

【表2A】

2) 右末端基 -R'	記号
$-C_nH_{2n+1}$	-n
$-OC_nH_{2n+1}$	-On
$-CH=CH_2$	-V
$-CH=CH-C_nH_{2n+1}$	-Vn
$-C_nH_{2n}-CH=CH_2$	-nV
$-C_mH_{2m}-CH=CH-C_nH_{2n+1}$	-mVn
$-CH=CF_2$	-VFF
-F	-F
$-OCOCH=CH_2$	-AC
$-OCOC(CH_3)=CH_2$	-MAC

30

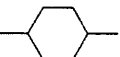
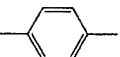
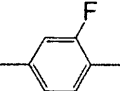
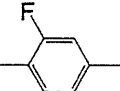
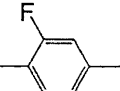
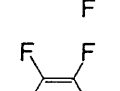
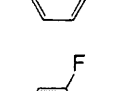
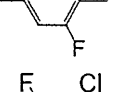

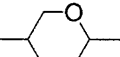
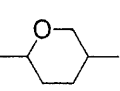
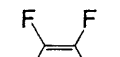
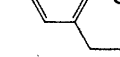
【0199】

【表 2 B】

3) 結合基 $-Z_n-$	記号
$-C_nH_{2n}-$	n
$-COO-$	E
$-CH=CH-$	V
$-CH=CHO-$	VO
$-OCH=CH-$	OV
$-CH_2O-$	IO
$-OCH_2-$	OI
$-CF_2O-$	X

【 0 2 0 0 】

【表 2 C】

4) 環構造 -A _n -	記号
	H
	B
	B(F)
	B(2F)
	B(2F,5F)
	B(2F,3F)
	B(F,F)
	B(2F,3Cl)
	dh
	Dh
	Cro(7F,8F)
	G
	ch

10

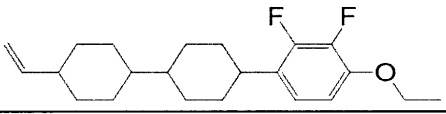
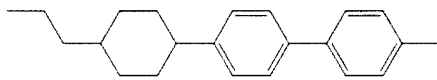
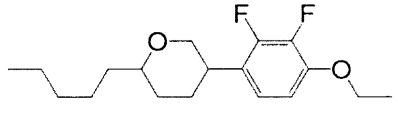
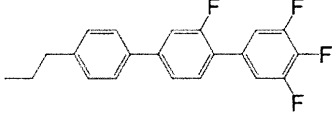
20

30

40

【 0 2 0 1 】

【表 2 D】

5) 表記例	
例1 V-HHB(2F,3F)-O2	例3 3-HBB-1
	
例2 5-DhB(2F,3F)-O2	例4 3-BB(F)B(F,F)-F
	

10

【 0 2 0 2 】

[組成物 (M 1)]

2 - H H - 3	(2 - 1)	2 1 %	
3 - H H - 4	(2 - 1)	5 %	
3 - H B - O 2	(2 - 5)	2 . 5 %	
1 - B B - 3	(2 - 8)	4 %	
3 - H H B - 1	(3 - 1)	1 . 5 %	
3 - H B B - 2	(3 - 4)	9 . 5 %	20
2 - H 1 O B (2 F , 3 F) - O 2	(9 - 5)	7 %	
3 - H 1 O B (2 F , 3 F) - O 2	(9 - 5)	1 1 %	
3 - H D h B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 3)	3 . 5 %	
3 - H H 1 O B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 5)	8 %	
2 - H B B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 7)	3 %	
3 - H B B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 7)	9 %	
5 - H B B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 7)	7 %	
V - H B B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 7)	8 %	
N I = 8 0 . 8 ; T c < - 2 0 ; n = 0 . 1 0 8 ; = - 3 . 8 ; V t h = 2			
. 0 2 V ; = 1 9 . 8 m P a · s ; 1 = 1 1 5 . 0 m P a · s .			

30

【 0 2 0 3 】

[組成物 (M 2)]

2 - H H - 3	(2 - 1)	2 1 %	
3 - H H - 4	(2 - 1)	5 %	
3 - H B B - 2	(3 - 4)	9 %	
3 - H H B - 3	(3 - 1)	8 %	
5 - H B B (F , F) - F	(6 - 2 4)	2 0 %	
3 - H B B (F , F) - F	(6 - 2 4)	3 0 %	
2 - H H B B (F , F) - F	(7 - 6)	3 %	
3 - H H B B (F , F) - F	(7 - 6)	4 %	40
N I = 8 5 . 1 ; T c < - 2 0 ; n = 0 . 1 0 9 ; = 5 . 3 ; V t h = 1 . 8			
3 V ; = 2 0 . 1 m P a · s ; 1 = 8 2 . 4 m P a · s .			

【 0 2 0 4 】

[組成物 (M 3)]

3 - H H - V	(2 - 1)	1 8 %	
3 - H H - 4	(2 - 1)	1 1 %	
5 - H B - O 2	(2 - 5)	2 %	
3 - H H B - 1	(3 - 1)	5 %	
3 - H H B - 3	(3 - 1)	5 %	
3 - H H B - O 1	(3 - 1)	6 %	50

3 - H H B (F , F) - F	(6 - 3)	1 0 %
3 - B B (F) B (F , F) - F	(6 - 6 9)	7 %
3 - B B (F , F) X B (F , F) - F	(6 - 9 7)	1 4 %
3 - H H X B (F , F) - F	(6 - 1 0 0)	2 %
3 - G H B (F , F) - F	(6 - 1 0 9)	4 %
4 - B B (F) B (F , F) X B (F , F) - F	(7 - 4 7)	1 0 %
5 - B B (F) B (F , F) X B (F , F) - F	(7 - 4 7)	6 %
N I = 7 8 . 4 ; T c < - 2 0 ; n = 0 . 1 0 8 ; = 1 0 . 4 ; V t h = 1 .		
3 5 V ; = 1 7 . 8 m P a · s ; 1 = 7 9 . 9 m P a · s .		

【 0 2 0 5 】

10

[組 成 物 (M 4)]

3 - H H - V	(2 - 1)	3 4 %
V - H H B - 1	(3 - 1)	1 2 %
V - H B B - 2	(3 - 4)	5 %
3 - H B B - 2	(3 - 4)	5 %
3 - B B (F , F) X B (F , F) - F	(6 - 9 7)	1 5 %
3 - G B (F , F) X B (F , F) - F	(6 - 1 1 3)	4 %
3 - H H B (F , F) X B (F , F) - F	(7 - 2 9)	8 %
3 - H B B X B (F , F) - F	(7 - 3 2)	5 %
3 - B B (F , F) X B (F) B (F , F) - F	(7 - 5 6)	4 %
4 - G B (F) B (F , F) X B (F , F) - F	(7 - 5 7)	4 %
5 - G B (F) B (F , F) X B (F , F) - F	(7 - 5 7)	4 %
N I = 7 7 . 4 ; T c < - 2 0 ; n = 0 . 1 0 8 ; = 1 0 . 2 ; V t h = 1 .		
3 5 V ; = 1 3 . 2 m P a · s ; 1 = 6 9 . 0 m P a · s .		

20

【 0 2 0 6 】

[組 成 物 (M 5)]

3 - H H - V	(2 - 1)	2 9 %
3 - H H - V 1	(2 - 1)	2 %
V - H H B - 1	(3 - 1)	5 %
2 - B B (2 F , 3 F) - O 2	(9 - 3)	3 %
3 - B B (2 F , 3 F) - O 2	(9 - 3)	1 0 . 5 %
3 - H 2 B (2 F , 3 F) - O 2	(9 - 4)	5 %
V 2 - H H B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 1)	1 2 %
V - H H B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 1)	1 1 . 5 %
3 - H H 2 B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 4)	9 %
V - H B B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 7)	1 1 %
V - H B B (2 F , 3 F) - O 4	(1 0 - 7)	2 %
N I = 8 9 . 1 ; T c < - 2 0 ; n = 0 . 1 0 7 ; = - 3 . 7 ; V t h = 2 .		
3 2 V ; 1 = 1 2 9 . 7 m P a · s .		

30

【 0 2 0 7 】

40

[組 成 物 (M 6)]

2 - H H - 3	(2 - 1)	2 0 %
3 - H H - V F F	(2 - 1)	6 %
V - H B B - 2	(3 - 4)	1 0 %
3 - H B (2 F , 3 F) - O 2	(9 - 1)	1 2 %
5 - H B (2 F , 3 F) - O 2	(9 - 1)	1 1 %
3 - H H B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 1)	9 %
V - H H B (2 F , 3 F) - O 1	(1 0 - 1)	3 %
V - H H B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 1)	8 %
2 - H B B (2 F , 3 F) - O 2	(1 0 - 7)	3 %

50

3 - H B B (2 F , 3 F) - O 2 (1 0 - 7) 9 %
 4 - H B B (2 F , 3 F) - O 2 (1 0 - 7) 9 %
 N I = 8 5 . 7 ; T c < - 2 0 ; n = 0 . 1 0 4 ; = - 3 . 5 ; V t h = 2 .
 1 2 V ; 1 = 1 0 2 m P a . s .

【 0 2 0 8 】

[実施例 1]

[ポリイミド系配向膜を片側の基板に有する空 I P S セルの作成例]

ガラス基板上に形成された櫛歯電極側の表面へ、ポリアミック酸ワニス（特開 2 0 1 8 - 1 0 6 0 9 6 号公報の実施例 1 に記載されている）を利用し、特開 2 0 1 8 - 1 0 6 0 9 6 号公報の実施例 1 記載の方法に準拠して光配向処理を行った。得られたポリイミド系光配向膜の厚みは約 0 . 1 0 μ m であった。この光配向膜が事前に形成された基板と、電極を有しないガラス基板を、3 . 2 μ m のスペーサ（早川ゴム株式会社のハヤビーズ 3 D S - X D ）とシール剤を介してセルを貼り合わせ、セルギャップが 3 . 2 μ m の空 I P S セルを組み立てた。

10

[本発明の液晶組成物を利用した I P S 素子の作成例]

上記の組成物（M 2）1 0 0 重量部に、第一添加物として化合物（1 - 4 4 - 1）を 0 . 1 0 重量部の割合で添加した。そして、酸化防止剤として、R⁴⁰ がヘプチル基（C₇H₁₅-）である化合物（A O - 1）を、組成物（M 2）1 0 0 重量部に対して、1 5 0 重量 ppm の割合で添加した。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約 8 5 であった。次に、この組成物を 9 0 （ネマチック相の上限温度以上）で注入した。組成物を 9 0 に保持しながら、第一の紫外線照射として、波長 3 1 3 n m、波長 3 3 5 n m および波長 3 6 5 n m にピークを有する偏光紫外線を素子に対して法線方向から 1 0 J / c m² 照射（波長 3 1 3 n m における照度は 3 m W / c m²。ウシオ電機株式会社製 U I T - 1 5 0 および U V D - S 3 1 3 を用いて測定した。）することで、配向制御層形成モノマーからなる配向制御層を形成した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0 . 0 0 1 6 μ m となる。紫外線の照射ランプは、ウシオ電機株式会社製の U S H - 2 5 0 B Y を用いた。露光機ユニットはウシオ電機株式会社製 M L - 2 5 1 A / B を用いた。偏光紫外線は、ワイヤグリッド偏光子（株）ポラテクノ製の P r o F l u x U V T 2 6 0 A ）を用いて得た。偏光方向は、事前に形成された光配向膜の配向処理方向と配向制御層の配向処理方向が同一（互いに相殺しない方向）となるように設定した。

20

30

次に配向制御層が形成された I P S 素子を偏光顕微鏡にセットして液晶の水平配向の均一性を観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であった。

また、I P S 素子を偏光顕微鏡の水平回転ステージ上で回転させ、偏光顕微鏡の偏光子の透過軸と液晶分子の配向方向がなす角度を 0 度から変化させた。検光子を透過する光の強度は、偏光顕微鏡の偏光子の透過軸と液晶分子の配向方向がなす角度が大きくなるにしたがい増大し、その角度が 4 5 度である時に、ほぼ最大となることを確認した。以上により得られた素子では液晶分子が素子の基板の主面に対して略水平な方向に配向しており、「水平配向」であると判定した。

水平配向の均一度を評価するために、液晶分子の配向方向と偏光顕微鏡の偏光子の透過軸がなす角度が 0 度となるときの光透過強度と、4 5 度となるときの光透過強度の比を前記式に従い算出したところ、約 1 0 0 0 であった。

40

上記で作製した I P S 素子を用い、上記記載の方法で A C 残像（輝度変化率） B（%）を測定したところ、2 . 1 % であった。

【 0 2 0 9 】

[実施例 2]

実施例 1 における第一添加物である化合物（1 - 4 4 - 1）の添加割合を 0 . 2 0 重量部に変更した。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約 8 5 であった。それ以外は、実施例 1 と同様な方法で I P S 素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0 . 0 0 3 2 μ m となる。配向制御層が形成された I P S 素子を実施例 1 と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平

50

配向」であった。また水平配向の均一度は、約 1050 であり、AC 残像は、2.3% であった。

【0210】

[実施例 3]

実施例 1 における第一添加物を化合物 (1-52-2) に変更した。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約 85 であった。それ以外は、実施例 1 と同様な方法で IPS 素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0.0016 μm となる。配向制御層が形成された IPS 素子を実施例 1 と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平配向」であった。また水平配向の均一度は、約 1050 であり、AC 残像は、2.9% であった。

10

【0211】

[実施例 4]

実施例 1 における第一添加物を化合物 (1-8-1) に変更した。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約 85 であった。それ以外は、実施例 1 と同様な方法で IPS 素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0.0016 μm となる。配向制御層が形成された IPS 素子を実施例 1 と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平配向」であった。また水平配向の均一度は、約 1040 であり、AC 残像は、2.2% であった。

【0212】

[実施例 5]

実施例 1 における第一添加物を化合物 (1-12) に変更した。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約 85 であった。それ以外は、実施例 1 と同様な方法で IPS 素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0.0016 μm となる。配向制御層が形成された IPS 素子を実施例 1 と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平配向」であった。また水平配向の均一度は、約 1050 であり、AC 残像は、2.4% であった。

20

【0213】

[実施例 6]

実施例 1 における組成物 (M2) を組成物 (M1) に変更し、第一添加物を化合物 (1-68-1) に変更し、第一添加物の添加量を組成物 (M1) 100 重量部に対して 0.20 重量部の割合とした。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約 81 であった。第一の偏光紫外線照射量を 0.9 J/cm^2 としたこと以外は、実施例 1 と同様な方法で配向制御層を形成した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0.0032 μm となる。配向制御層が形成された IPS 素子を実施例 1 と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平配向」であった。また水平配向の均一度は、約 900 であり、AC 残像は、2.3% であった。

30

【0214】

[実施例 7]

実施例 1 における第一添加物である化合物 (1-44-1) の添加割合を 0.05 重量部に変更した。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約 85 であった。それ以外は、実施例 1 と同様な方法で IPS 素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0.0008 μm となる。配向制御層が形成された IPS 素子を実施例 1 と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平配向」であった。また水平配向の均一度は、約 980 であり、AC 残像は、2.8% であった。

40

【0215】

[実施例 8]

実施例 1 における第一添加物を、化合物 (1-44-1) と化合物 (1-68-1) の併用に変更し、それぞれの添加割合を 0.05 重量部とした。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約 85 であった。それ以外は、実施例 1 と同様な方法で I

50

PS素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、 $0.0016\ \mu\text{m}$ となる。配向制御層が形成されたIPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察すると、良好な「水平配向」が得られ、AC残像も小さくなることが期待される。

【0216】

[実施例9]

実施例6における第一添加物を、化合物(1-68-1)とし、添加割合を0.18重量部とし、さらに第二添加物として、化合物(16-1-5)を0.02重量部とした。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約81であった。それ以外は、実施例1と同様な方法でIPS素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、 $0.0032\ \mu\text{m}$ となる。配向制御層が形成されたIPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平配向」であった。また水平配向の均一度は、約850であり、AC残像は、2.9%であった。

10

【0217】

[実施例10]

実施例6における第一添加物を、化合物(1-68-1)とし、添加割合を0.18重量部とし、さらに第二添加物として、化合物(16-2-4)を0.02重量部とした。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約81であった。それ以外は、実施例1と同様な方法でIPS素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、 $0.0032\ \mu\text{m}$ となる。配向制御層が形成されたIPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察すると、良好な「水平配向」が得られ、AC残像も小さくなることが期待される。

20

【0218】

[実施例11]

実施例6における第一添加物を、化合物(1-73-1)とし、添加割合を0.10重量部とし、さらに第二添加物として、化合物(16-2-4)と化合物(16-A-1-1)を併用し、それぞれの添加割合を0.05重量部とした。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約81であった。それ以外は、実施例1と同様な方法でIPS素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、 $0.0032\ \mu\text{m}$ となる。配向制御層が形成されたIPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察すると、良好な「水平配向」が得られ、AC残像も小さくなることが期待される。

30

【0219】

[実施例12]

実施例6における第一添加物を、化合物(1-73-1)とし、添加割合を0.15重量部とし、さらに第二添加物として、化合物(16-2-1)を0.05重量部とした。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約81であった。それ以外は、実施例1と同様な方法でIPS素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、 $0.0032\ \mu\text{m}$ となる。配向制御層が形成されたIPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察すると、良好な「水平配向」が得られ、AC残像も小さくなることが期待される。

40

【0220】

[実施例13]

実施例6における第一添加物を、化合物(1-68-1)とし、添加割合を0.17重量部とし、さらに第二添加物として、化合物(16-25-3)を0.03重量部とした。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約81であった。それ以外は、実施例1と同様な方法でIPS素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、 $0.0032\ \mu\text{m}$ となる。配向制御層が形成されたIPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察すると、良好な「水平配向」が得られ、AC残像も小さくなることが期待される。

【0221】

[実施例14]

50

実施例 9 における第一添加物を、化合物 (1 - 6 8 - 1) とし、添加割合を 0 . 1 5 重量部とし、さらに第二添加物として、化合物 (1 6 - 1 - 5) を 0 . 0 5 重量部とした。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約 8 1 であつた。それ以外は、実施例 1 で行った第一の紫外線照射後、IPS 素子を室温 (2 5) に冷却し、液晶層を室温 (2 5) に保持しながら、第二紫外線として、アイグラフィックス株式会社製のブラックライト、F 4 0 T 1 0 (ピーク波長 3 3 5 n m および 3 6 5 n m) を用い、非偏光状態 (ワイヤグリッド偏光子を用いない) で、素子に対して法線方向から 2 0 J / c m ² 照射し (波長 3 6 5 n m における照度は 3 m W / c m ² 。ウシオ電機社製 U I T - 1 5 0 および U V D - S 3 6 5 を用いて測定した。) 、素子の水平配向処理を行い、IPS 素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0 . 0 0 3 2 μ m となる。配向制御層が形成された IPS 素子を実施例 1 と同様に偏光顕微鏡で観察すると、良好な「水平配向」が得られ、AC 残像も小さくなることが期待される。

【 0 2 2 2 】

[実施例 1 5]

[ポリイミド系配向膜を片側の基板に有する空 IPS セルの作成例]

ガラス基板に形成された櫛歯電極側の表面へ、スピナー (ミカサ株式会社製、スピナーコーター (1 H - D X 2)) にて塗布した。なお、ポリアミック酸ワニス (特開 2 0 1 6 - 0 8 0 9 8 5 号公報の実施例 1 に記載されている液晶配向剤) の粘度に応じてスピナーの回転速度を調整し、配向膜が下記の厚みになるようにした。塗膜後、ホットプレート (アズワン株式会社製、EC ホットプレート (E C - 1 2 0 0 N)) 上で 7 0 にて 8 0 秒間加熱乾燥した。続いて、クリーンオープン (エスベック株式会社、P V H C - 2 3 1) 中で、2 3 0 にて 1 5 分間焼成した。焼成後の塗膜面を、レーヨン布 Y A - 2 0 - R (吉川化工株式会社製) を取り付けたロール径 1 3 0 m m のラビング装置を用いて、ロール回転数 1 0 0 0 r p m 、ロール進行速度 6 0 m m / s e c 、押し込み量 0 . 3 m m の条件でラビング処理を行った。得られたポリイミド系ラビング配向膜の厚みは約 0 . 1 0 μ m であつた。このラビング配向膜が事前に形成された基板と、電極を有しないガラス基板を、3 . 2 μ m のスペーサ (早川ゴム株式会社のハヤビーズ 3 D S - X D) とシール剤を介してセルを貼り合わせ、セルギャップが 3 . 2 μ m の空 IPS セルを組み立てた。

[本発明の液晶組成物を利用した IPS 素子の作成例]

上記の組成物 (M 6) 1 0 0 重量部に、第一添加物として化合物 (1 - 6 8 - 1) を 0 . 2 0 重量部の割合で添加した。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約 8 6 であつた。次に、この組成物を 1 0 0 (ネマチック相の上限温度以上) で注入した。組成物を 1 0 0 に保持しながら、第一の紫外線照射として、波長 3 3 5 n m および波長 3 6 5 n m にピークを有する偏光紫外線を素子に対して法線方向から 2 J / c m ² 照射 (波長 3 6 5 n m における照度は 7 m W / c m ² 。ウシオ電機株式会社製 U I T - 1 5 0 および U V D - S 3 6 5 を用いて測定した。) することで、配向制御層形成モノマーからなる配向制御層を形成した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0 . 0 0 3 2 μ m となる。紫外線の照射ランプは、ウシオ電機株式会社製の U S H - 2 5 0 B Y を用いた。露光機ユニットはウシオ電機株式会社製 M L - 2 5 1 A / B を用いた。偏光紫外線は、ワイヤグリッド偏光子 ((株) ポラテクノ製の P r o F l u x U V T 2 6 0 A) と波長 3 2 5 n m 以下をカットする短波長カットフィルターを用いて得た。偏光方向は、事前に形成されたラビング配向膜の配向処理方向と配向制御層の配向処理方向が同一 (互いに相殺しない方向) となるように設定した。

次に配向制御層が形成された IPS 素子を偏光顕微鏡にセットして液晶の水平配向の均一性を観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であつた。

また、IPS 素子を偏光顕微鏡の水平回転ステージ上で回転させ、偏光顕微鏡の偏光子の透過軸と液晶分子の配向方向がなす角度を 0 度から変化させた。検光子を透過する光の強度は、偏光顕微鏡の偏光子の透過軸と液晶分子の配向方向がなす角度が大きくなるにしたがい増大し、その角度が 4 5 度である時に、ほぼ最大となることを確認した。以上により得られた素子では液晶分子が素子の基板の主面に対して略水平な方向に配向しており、

10

20

30

40

50

「水平配向」であると判定した。

水平配向の均一度を評価するために、液晶分子の配向方向と偏光顕微鏡の偏光子の透過軸がなす角度が0度となるときの光透過強度と、45度となるときの光透過強度の比を前記式に従い算出したところ、約510であった。

上記で作製したIPS素子を用い、上記記載の方法でAC残像(輝度変化率) B(%)を測定したところ、3.0%であった。

【0223】

[比較例1]

実施例1に記載の第一添加物である化合物(1-44-1)の添加割合を0.70重量部に変更した。この組成物のネマチック相から等方相への転移温度は、約85であった。それ以外は、実施例1と同様な方法でIPS素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0.0112 μ mとなる。配向制御層が形成されたIPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平配向」であった。また水平配向の均一度は、約1070であり、AC残像は、3.8%であった。

10

【0224】

[比較例2]

ガラス基板上に形成された櫛歯電極側の表面と、電極を有しないガラス基板表面へ、それぞれポリイミド系光配向膜を実施例1と同様な方法で形成し、それぞれ光配向処理(ラビング処理)を行った。そして、ラビング処理方向が反平行(180°反転した方向)となるように基板を配置したこと以外は実施例1と同様な方法で空IPSセルを組み立てた。

20

得られた空IPSセルを用いたこと、および、実施例1における第一添加物である化合物(1-44-1)を添加しないこと以外は、実施例1と同様な方法でIPS素子を作製した。ポリイミド系光配向膜を両側の基板に有するIPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平配向」であった。また水平配向の均一度は、約1100であり、AC残像は、2.0%であった。

【0225】

[比較例3]

実施例1に記載の第一添加物である化合物(1-44-1)を添加しないこと以外は、実施例1と同様な方法でIPS素子を作製した。本比較例では、配向制御層が形成されないため、IPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けが観察され配向は不良であった。そのため、水平配向の均一度およびAC残像の評価は困難であった。

30

【0226】

[比較例4]

ポリイミド系の光配向膜を事前に形成しないこと以外は、実施例1と同様な方法で空IPSセルを作製した。次に、得られた空IPSセルを用いたこと、および、比較例1に記載の液晶組成物を利用したこと以外は、実施例1と同様な方法でIPS素子を作製した。ここで得られる配向制御層の計算厚みは、0.0112 μ mとなる。配向制御層が形成されたIPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平配向」であった。また水平配向の均一度は、約860であり、AC残像は、5.3%であった。

40

【0227】

[比較例5]

ガラス基板上に形成された櫛歯電極側の表面と、電極を有しないガラス基板表面へ、それぞれポリイミド系光配向膜を実施例1と同様な方法で形成し、それぞれ光配向処理(ラビング処理)を行った。そして、ラビング処理方向が反平行(180°反転した方向)となるように基板を配置したこと以外は実施例1と同様な方法で空IPSセルを組み立てた。

50

得られた空IPSセルを用いたこと、および、実施例6における第一添加物である化合物(1-68-1)を添加しないこと以外は、実施例1と同様な方法でIPS素子を作製した。ポリイミド系光配向膜を両側の基板に有するIPS素子を実施例1と同様に偏光顕微鏡で観察したところ、光抜けは観察されず配向は良好であり、「水平配向」であった。また水平配向の均一度は、約980であり、AC残像は、2.3%であった。

【0228】

実施例1から7、9および15の素子は、光抜けがほとんどないため透過率比が大きく、水平配向の均一度が高かった。また、AC残像も小さいため、焼き付きの発生を防止できるといえる。また、ガラス基板上に事前に形成されたポリイミド系配向膜の配向処理方法が光配向処理やラビング配向処理のいずれの場合でも、同様な効果があるといえる。

一方、比較例1の素子では、AC残像が大きかった。配向制御層形成モノマーから形成される配向制御層の厚みが大きいため、事前に形成された配向膜が有する配向規制力の影響が液晶化合物へ作用しにくくなったと考えられる。

比較例2および5の素子では、従来型の素子であるため、光抜けがほとんどないため透過率比が大きく、水平配向の均一度が高く、AC残像も小さいが、事前の配向膜形成プロセスを削減することはできない。

比較例3の素子では、一方の基板側に配向制御層がないため、液晶化合物を均一に配向させることが困難であることが分かる。

比較例4の素子では、事前に形成された配向膜がなく、配向制御層のみを有しているため、配向規制力が不足していると考えられる。

このことから、本発明の化合物(1)を用いて得られる配向制御層を特定の厚みの範囲とすることで、AC残像が低減された、信頼性に優れた水平配向型の液晶表示素子が得られることが分かる。

同様な効果は、他の液晶組成物(例えば、組成物(M3)から(M5))、他の第一添加物を用いても期待できる。また、第一添加物と第二添加物を併用する場合でも同様な効果を期待できる。また、第一の紫外線照射と第二の紫外線照射を行う場合においても同様な効果が期待される。

本発明の液晶表示素子を用いることで、液晶組成物の誘電率異方性が正の場合や、負の場合でも同様な効果が得られる。また、第一添加物および第二添加物は偏光紫外線照射により配向制御層形成に消費されるので、液晶組成物の誘電率異方性への影響はほとんどないと考えられる。

本発明の液晶表示素子は、均一な水平配向を有し、信頼性に優れていると結論できる。この素子では、光抜けが防止されるので、コントラストなどの特性にも優れているといえる。

【産業上の利用可能性】

【0229】

本発明の方法で製造された液晶表示素子は、液晶モニター、液晶テレビ、電子ペーパー、高分子分散モードを利用した調光素子などに用いることができる。

10

20

30

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	テーマコード(参考)
C 0 9 K	19/34 (2006.01)	C 0 9 K	19/30
C 0 9 K	19/12 (2006.01)	C 0 9 K	19/34
C 0 9 K	19/14 (2006.01)	C 0 9 K	19/12
C 0 9 K	19/16 (2006.01)	C 0 9 K	19/14
C 0 9 K	19/18 (2006.01)	C 0 9 K	19/16
C 0 9 K	19/20 (2006.01)	C 0 9 K	19/18
C 0 9 K	19/32 (2006.01)	C 0 9 K	19/20
		C 0 9 K	19/32

(72)発明者 荻田 和寛

千葉県市原市五井海岸 5 番地の 1 J N C 石油化学株式会社 市原研究所内

F ターム(参考) 2H290 AA15 AA18 AA33 AA53 AA73 AA85 BD01 BD04 BF13 BF24
 BF28 BF34 BF52 CA46 DA01 DA03
 4H027 BA01 BA13 BB11 BD02 BD03 BD05 BD07 BD10 BD11 BD12
 BD24 BE04 BE06 CA02 CD01 CD05 CE04 CG04 CH04 CK05
 CM01 CM05 CQ01 CQ02 CQ04 CQ05 CR04 CR05 CT01 CT02
 CT04 CT05 CU04 CW01 CW02 DH04 DH05