

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4294839号  
(P4294839)

(45) 発行日 平成21年7月15日(2009.7.15)

(24) 登録日 平成21年4月17日(2009.4.17)

(51) Int.Cl.

F I

C O 7 D 213/74 (2006.01)

C O 7 D 213/74

G O 2 F 1/1337 (2006.01)

G O 2 F 1/1337 5 2 0

C O 9 K 19/56 (2006.01)

C O 9 K 19/56

請求項の数 2 (全 21 頁)

(21) 出願番号 特願2000-221113 (P2000-221113)  
 (22) 出願日 平成12年7月21日(2000.7.21)  
 (65) 公開番号 特開2002-37776 (P2002-37776A)  
 (43) 公開日 平成14年2月6日(2002.2.6)  
 審査請求日 平成17年9月16日(2005.9.16)

(73) 特許権者 306037311  
 富士フイルム株式会社  
 東京都港区西麻布2丁目26番30号  
 (74) 代理人 100074675  
 弁理士 柳川 泰男  
 (72) 発明者 西川 尚之  
 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写  
 真フイルム株式会社内  
 (72) 発明者 小川 雅隆  
 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写  
 真フイルム株式会社内

審査官 井上 明子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アミノピリジニウム置換トリフェニレン

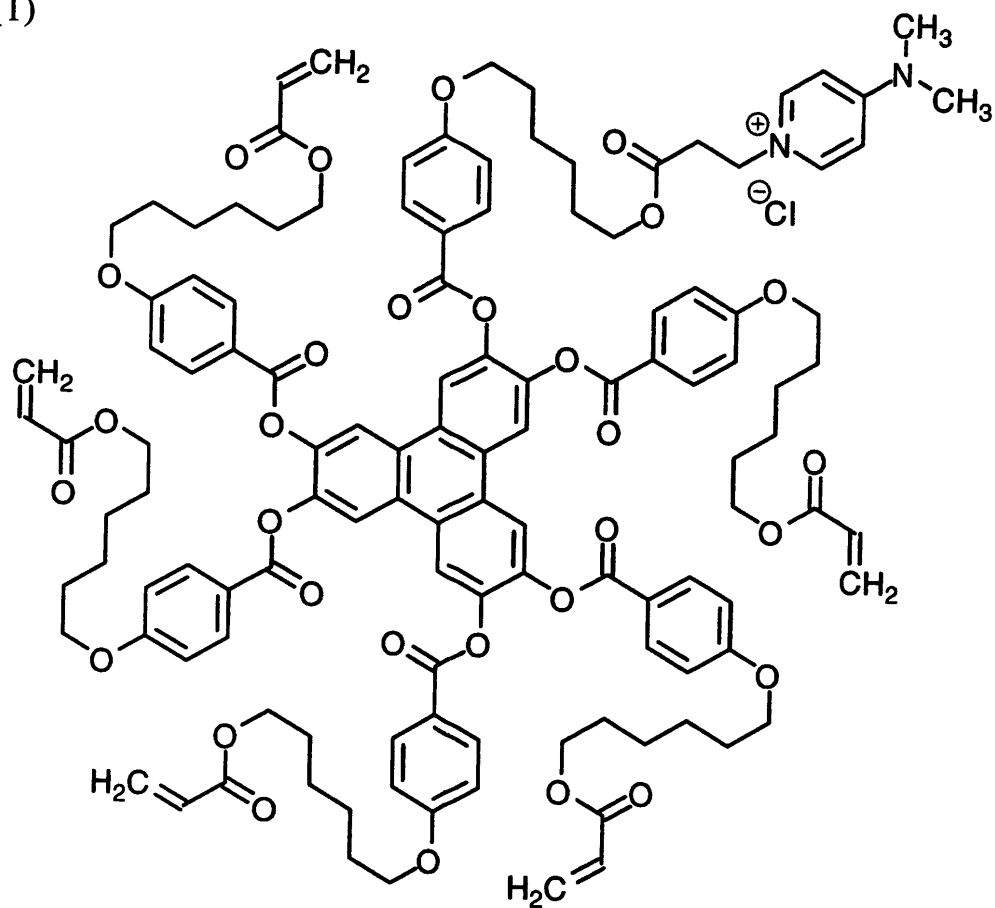
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

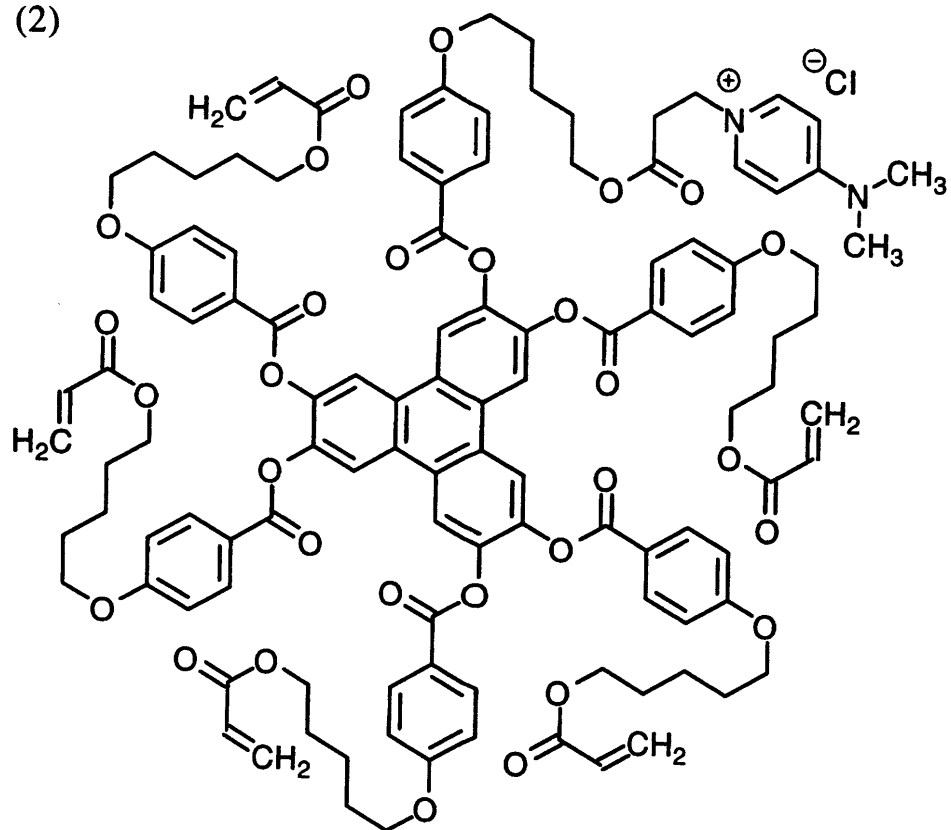
下記式(1)~(10)のいずれか一つで表されるアミノピリジニウム置換トリフェニレン。

【化 1】

(1)

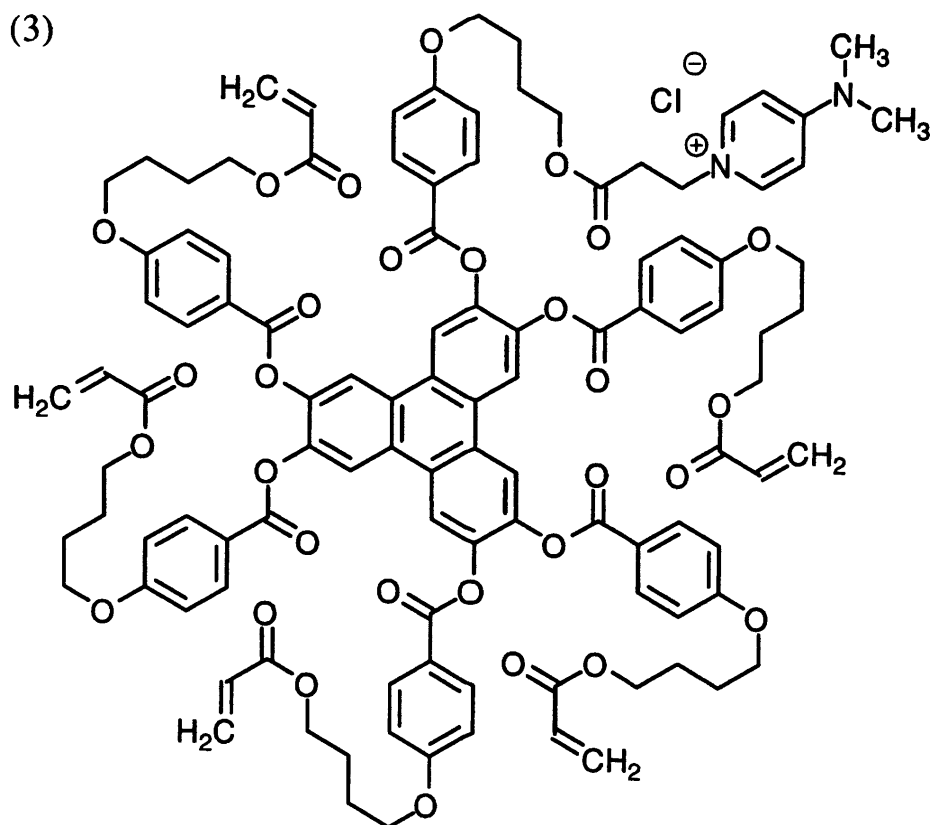


(2)



【化 2】

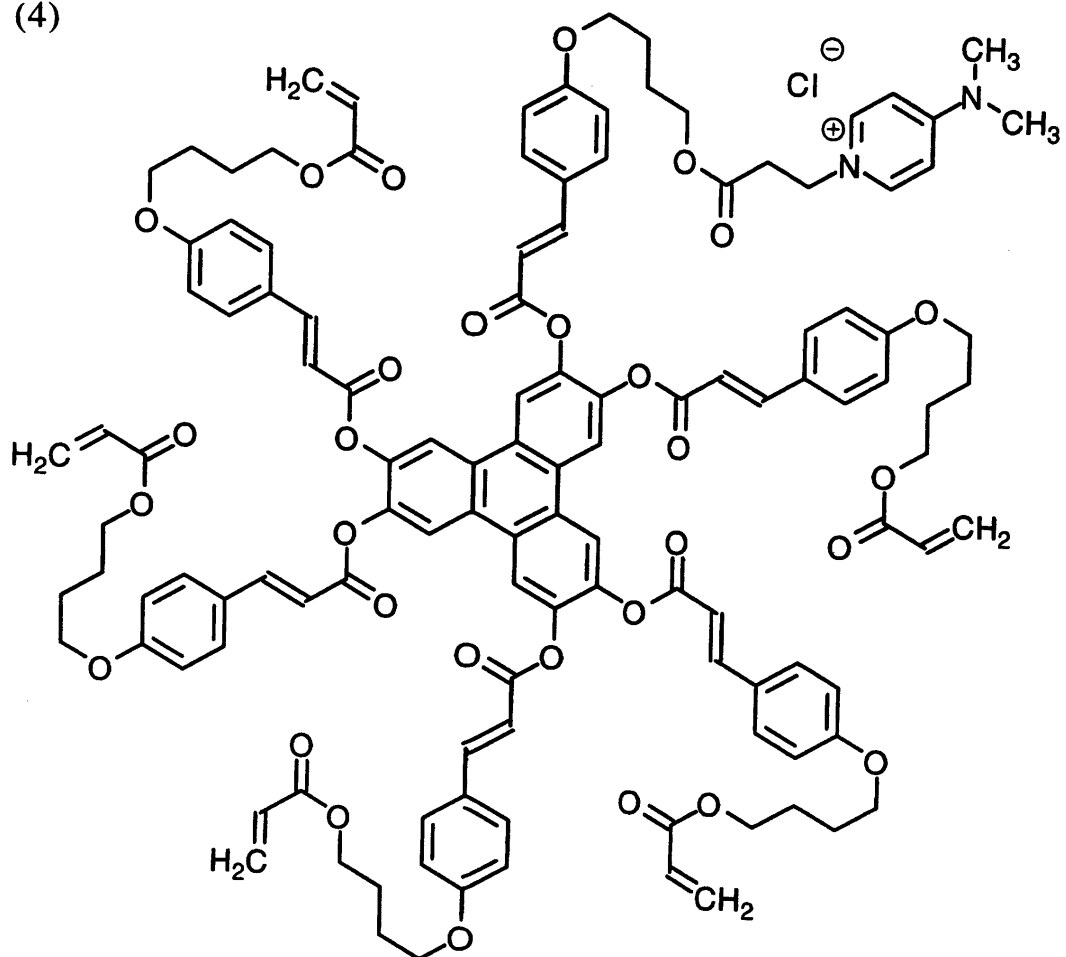
(3)



10

20

(4)

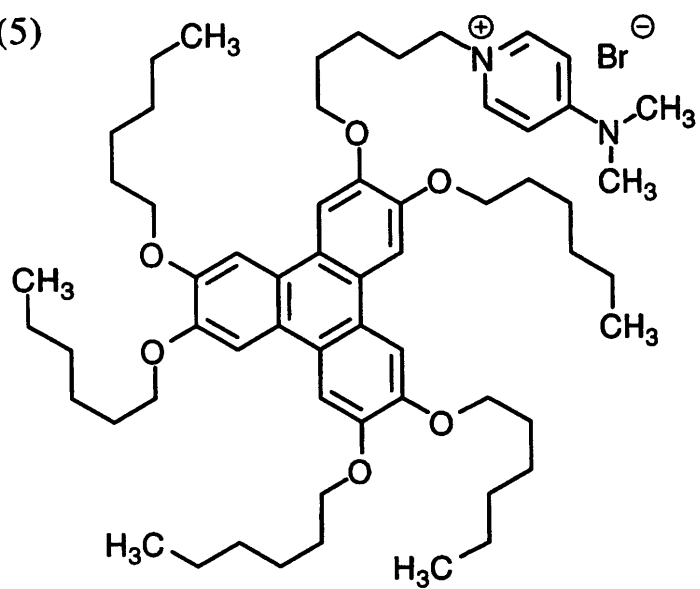


30

40

【化 3】

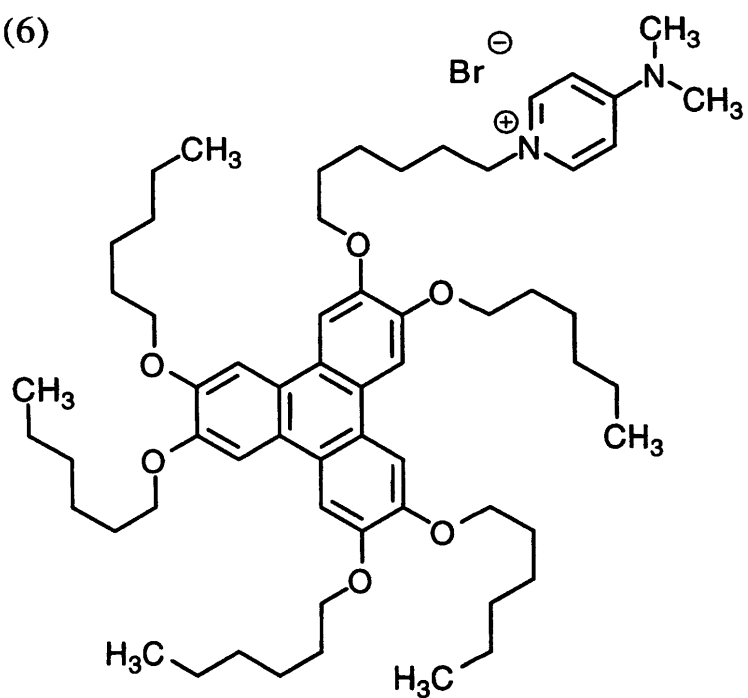
(5)



10

20

(6)

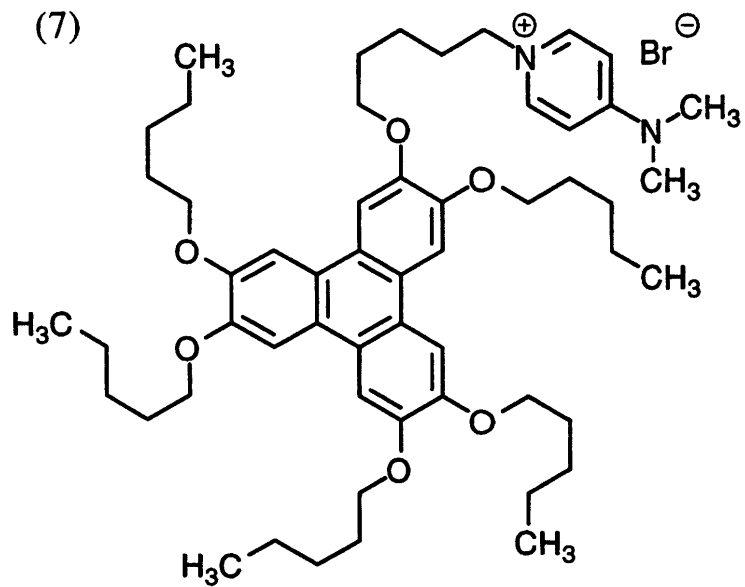


30

40

【化 4】

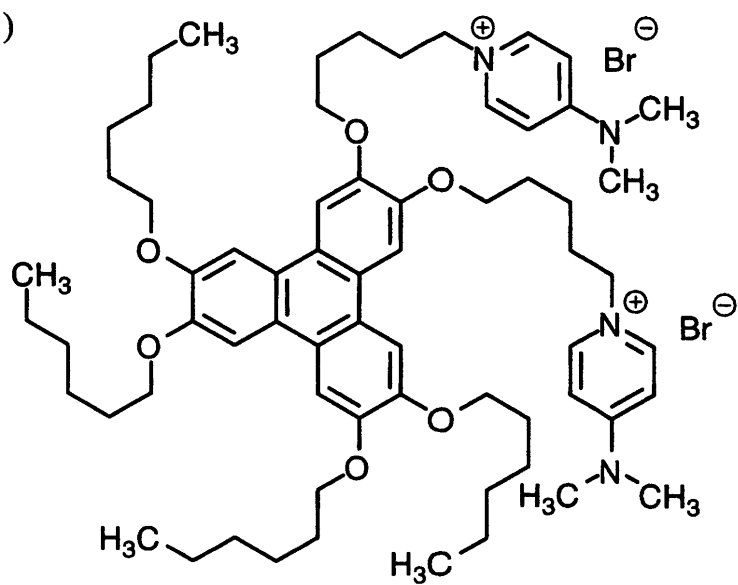
(7)



10

20

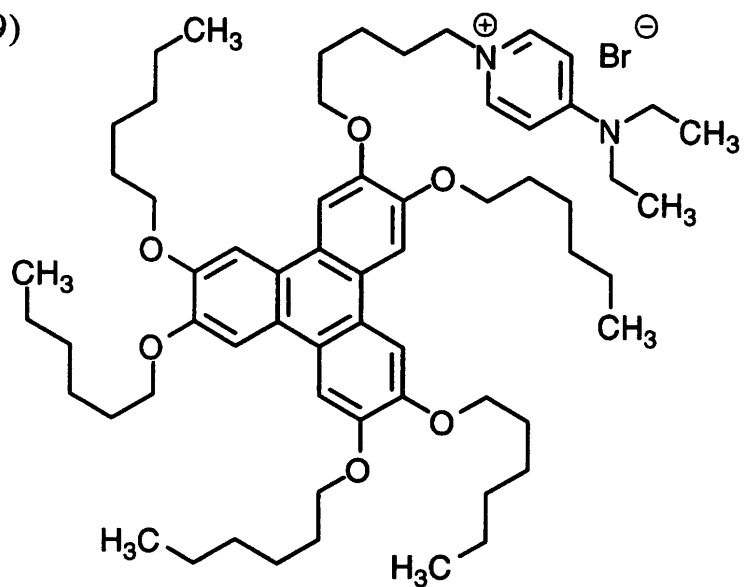
(8)



30

【化 5】

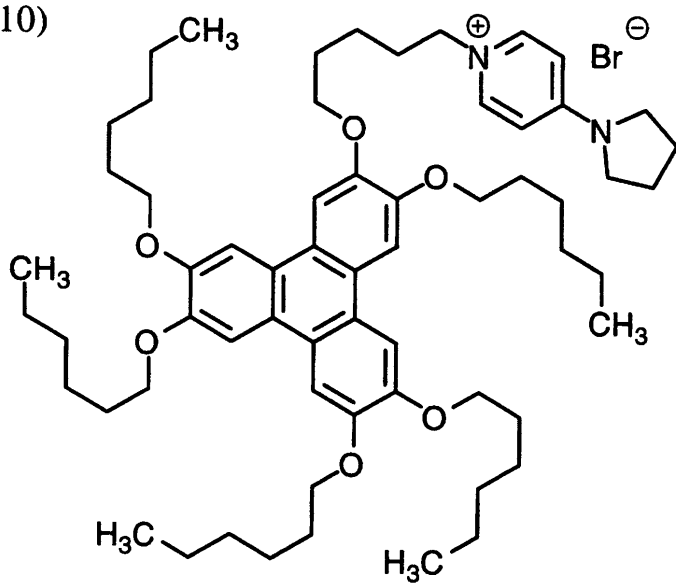
(9)



10

20

(10)

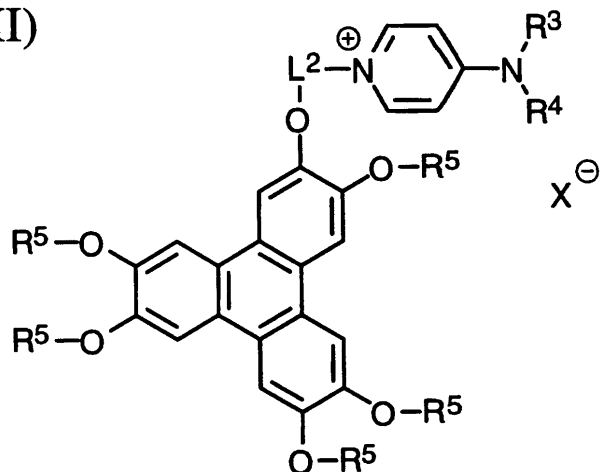


30

【請求項 2】

下記式 (II) で表されるアミノピリジニウム置換トリフェニレン：

【化 6】  
(II)



〔式中、 $L^2$  は、炭素原子数が 1 乃至 20 のアルキレン基であるか、あるいは、アルキレン基と  $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-CO-$ 、 $-NH-$ 、アルケニレン基、アルキニレン基またはアリーレン基との組み合わせからなる炭素原子数が 1 乃至 20 の二価の連結基であり； $R^3$  および  $R^4$  は、それぞれ独立に、炭素原子数が 1 乃至 8 の鎖状脂肪族基であるか、あるいは、 $R^3$  と  $R^4$  とが結合して含窒素複素環を形成し； $R^5$  は、炭素原子数が 1 乃至 30 の鎖状脂肪族基または炭素原子数が 2 乃至 30 のアシル基であり；そして、 $X$  は、アニオンである〕。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、アミノピリジニウム置換トリフェニレンに関する。特に本発明は、液晶化合物の配向傾斜角を制御できるアミノピリジニウム置換トリフェニレンに関する。

【0002】

【従来の技術】

液晶化合物は液晶相を形成すると、条件によって液体のような流動性と結晶のような規則的な分子配列とを示す。液晶化合物には、液晶表示装置を含む様々な用途（液晶デバイス）がある。いずれの用途においても、液晶化合物の分子配列（配向）制御が重要である。

液晶の配向には、ホメオトロピック配向、ホモジニアス配向、ティルト配向、ハイブリッド配向、ツイスト配向、プレーナ配向、フォーカルコニック配向の 7 種類が知られている（液晶の基礎と応用、工業調査会出版（1991 年）記載）。

【0003】

液晶の配向は、一般に液晶の種類と配向処理とによって決定される。従来の配向処理（液晶の基礎と応用、工業調査会出版（1991 年）記載）は、基板表面に対して実施する。配向処理には、様々な方法が提案されており、例えば、垂直、あるいは平行配向させる方法として、Appl. Phys. Lett. 誌、第 27 巻、268 頁（1975 年）、Appl. Phys. Lett. 誌、第 29 巻、67 頁（1976 年）、Appl. Phys. Lett. 誌、第 22 巻、111 頁（1973 年）等にはカルボン酸クロム錯体や有機シラン等の配向剤を基板面に化学吸着させる方法、応用物理誌、第 43 巻、18 頁（1974 年）、Phys. Rev. Lett. 誌、第 25 巻、67 頁（1976 年）等には配向剤を基板面に物理吸着させる方法、Appl. Phys. Lett. 誌、第 24 巻、297 頁（1974 年）等には低分子量物質をプラズマ放電で基板面に重合付着させる方法、J. Appl. Phys. 誌、第 47、1270 頁（1976 年）等には高分子量物質を高電界の作用で基板面に重合付着させる方法が開示されている。次に、傾斜平行配向させる方法として Appl. Phys. Lett. 誌、第 25 巻、479 頁（1974 年）等には基板面に斜めの角度から酸化珪素等の酸化物を蒸着させる斜め蒸着法が、傾斜垂直配向させる方法として前記の斜め蒸着法と垂直配向剤を併用する方法が開示されて

10

20

30

40

50

いる。傾斜垂直配向させる方法としては、他に基板面を回転させながら斜めの角度から酸化珪素等の酸化物を蒸着させる斜め蒸着法が第6回液晶討論会要旨集、96頁(1980年)に開示されている。

【0004】

以上のように様々な配向技術が提案され、液晶性化合物を傾斜配向させる技術も開示されている。しかしながら、傾斜角の制御という観点からはいずれも十分ではなく、容易に液晶性化合物の配列傾斜角を制御できる傾斜角制御剤の開発が望まれていた。

【0005】

本発明の化合物と構造的に関連する化合物としては、Colloid Polym.Sci.誌、第264巻、第924頁(1986年)には側鎖末端にピリジウム基あるいはトリメチルアンモニウム基を有するトリフェニレン化合物が開示されている。特開平11-35535号には側鎖末端にビスフェニルアミノフェニル基を有するトリフェニレン化合物が開示されている。その他、構造的に関連する化合物としては、Liquid Cryst.誌、第27巻、703頁(2000年)、Synthesis誌、第1119頁(1998年)等に記載されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、容易に液晶性化合物の配列傾斜角を制御できる化合物を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明は、後述する式(1)～(10)のいずれか一つで表されるアミノピリジニウム置換トリフェニレンを提供する。

【0009】

また、本発明は、後述する式(II)で表されるアミノピリジニウム置換トリフェニレンも提供する。

【0012】

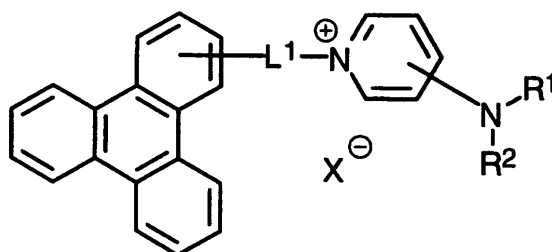
【発明の実施の形態】

本発明者は、研究の結果、液晶性化合物の配列傾斜角を容易に制御する機能を有する化合物として、下記式(I)で表されるアミノピリジニウム置換トリフェニレンを見いだした。

【0013】

【化7】

(I)



【0014】

式(I)において、 $L^1$ は、炭素原子数が1乃至20の二価の連結基である。 $L^1$ は、アルキレン基と-O-、-S-、-CO-、-NH-、アルケニレン基、アルキニレン基またはアリーレン基との組み合わせからなる炭素原子数が1乃至20の二価の連結基であることが好ましい。 $L^1$ が組み合わせからなる二価の連結基の場合、組み合わせの最もトリフェニレン環側が-O-または-S-であることが好ましく、-O-であることが特に好ましい。

【0015】

以下に、連結基の例を示す。左側がトリフェニレン環に結合し、右側がピリジニウム環に結合する。



L<sup>1</sup> : - O - C O - アリーレン基 - O - アルキレン基 - O - C O - アルキレン基 -

L<sup>2</sup> : - O - C O - アルケニレン基 - アリーレン基 - O - アルキレン基 - O - C O - アルキレン基 -

L<sup>3</sup> : - O - アルキレン基 -

【 0 0 1 6 】

式 ( I ) において、R<sup>1</sup> および R<sup>2</sup> は、それぞれ独立に、炭素原子数が 1 乃至 8 の脂肪族基であるか、あるいは、R<sup>1</sup> と R<sup>2</sup> とが結合して含窒素複素環を形成し。

脂肪族基は、アルキル基、置換アルキル基、アルケニル基、置換アルケニル基、アルキニル基および置換アルキニル基を含む。環状脂肪族基よりも鎖状脂肪族基の方が好ましい。

R<sup>1</sup> および R<sup>2</sup> は、それぞれ独立に、アルキル基、置換アルキル基、アルケニル基または置換アルケニル基であることが好ましく、アルキル基または置換アルキル基であることがさらに好ましく、アルキル基であることが最も好ましい。

R<sup>1</sup> および R<sup>2</sup> の炭素原子数は、1 乃至 7 であることが好ましく、1 乃至 5 であることがさらに好ましく、1 乃至 4 であることが最も好ましい。

脂肪族基の例には、メチル、エチル、n - プロピル、イソプロピル、シクロプロピル、n - ブチル、sec-ブチル、t - ブチル基、シクロブチル基、シクロプロピルメチル、n - ペンチル、ネオペンチル、n - ヘキシル、シクロヘキシルおよび n - ヘプチルが含まれる。

R<sup>1</sup> と R<sup>2</sup> とが結合して形成する含窒素複素環は、5 員環または 6 員環であることが好ましい。

【 0 0 1 7 】

式 ( I ) において、X は、アニオンである。アニオンの例には、塩素イオン、臭素イオン、ヨウ素イオン、p - トルエンスルホニウムイオンおよびベンゼンスルホニウムイオンが含まれる。

【 0 0 1 8 】

式 ( I ) において、トリフェニレン環は、他の置換基を有していてもよい。置換基の例には、アルキル基、アルコキシ基およびアシル基が含まれる。アルコキシ基およびアシル基が好ましい。トリフェニレン環は、前記のアミノピリジニウム基と連結基 ( L<sup>1</sup> ) との組み合わせに相当する一価の基を置換基として有していてもよい。

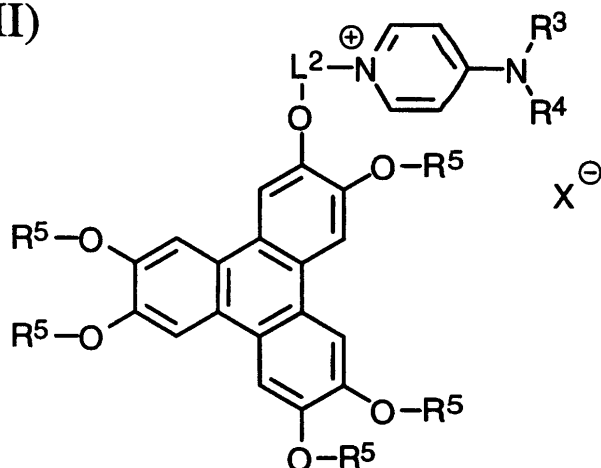
【 0 0 1 9 】

下記式 ( II ) で表されるアミノピリジニウム置換トリフェニレンが特に好ましい。

【 0 0 2 0 】

【 化 8 】

(II)



【 0 0 2 1 】

式 ( II ) において、L<sup>2</sup> は、炭素原子数が 1 乃至 20 のアルキレン基であるか、あるいは、アルキレン基と - O - 、 - S - 、 - C O - 、 - N H - 、アルケニレン基、アルキニレン基またはアリーレン基との組み合わせからなる炭素原子数が 1 乃至 20 の二価の連結基である。

式(II)において、 $R^3$  および  $R^4$  は、それぞれ独立に、炭素原子数が1乃至8の脂肪族基であるか、あるいは、 $R^3$  と  $R^4$  とが結合して含窒素複素環を形成する。

式(II)において、 $R^5$  は、炭素原子数が1乃至30の脂肪族基または炭素原子数が2乃至30のアシル基である。

式(II)において、Xは、アニオンである。

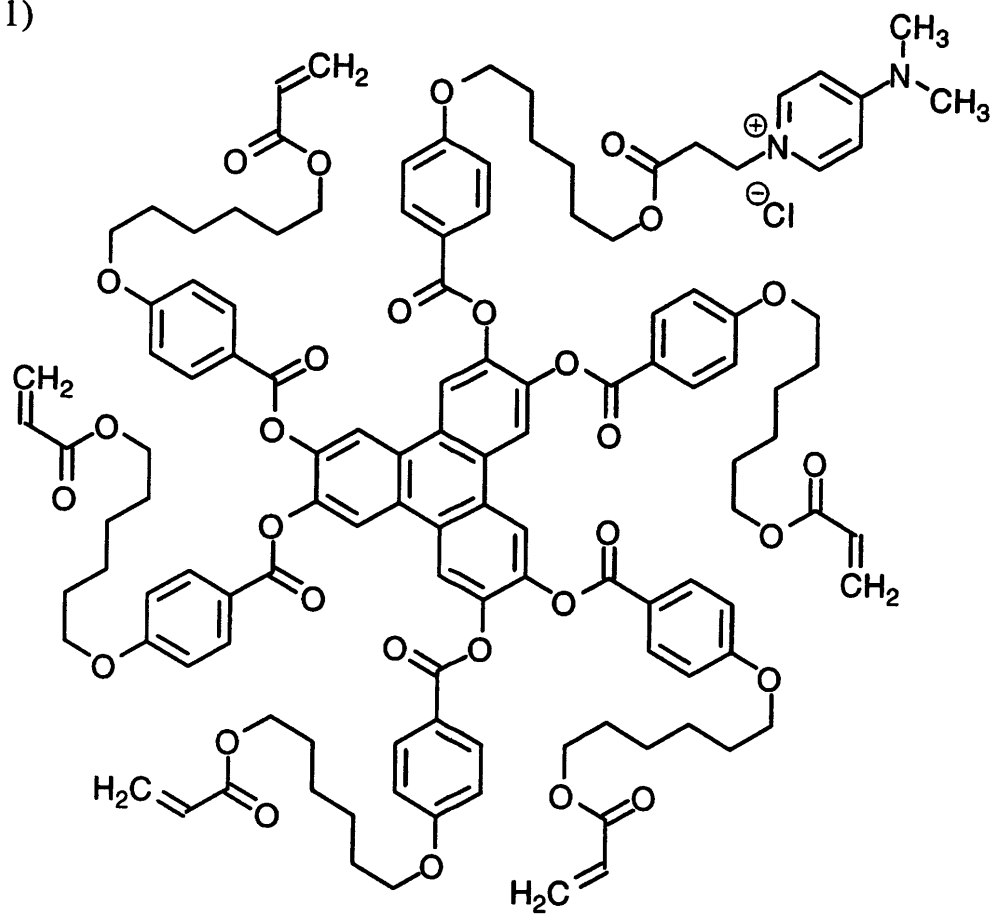
【0022】

以下に、式(I)で表される化合物の具体例を示す。

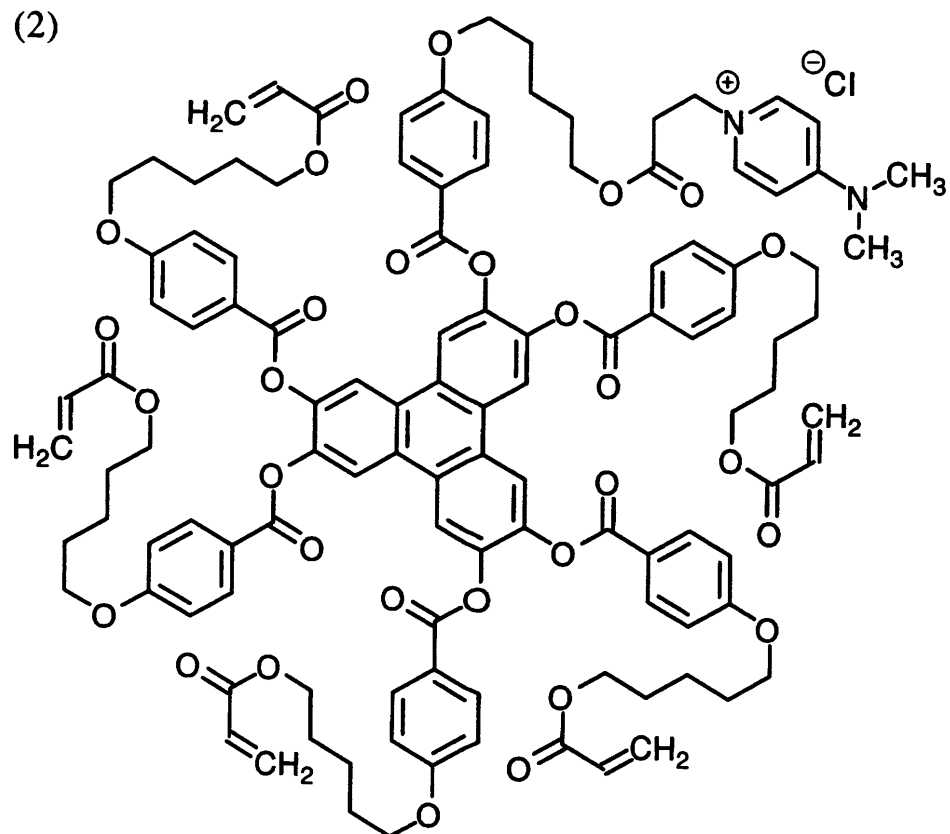
【0023】

【化9】

(1)



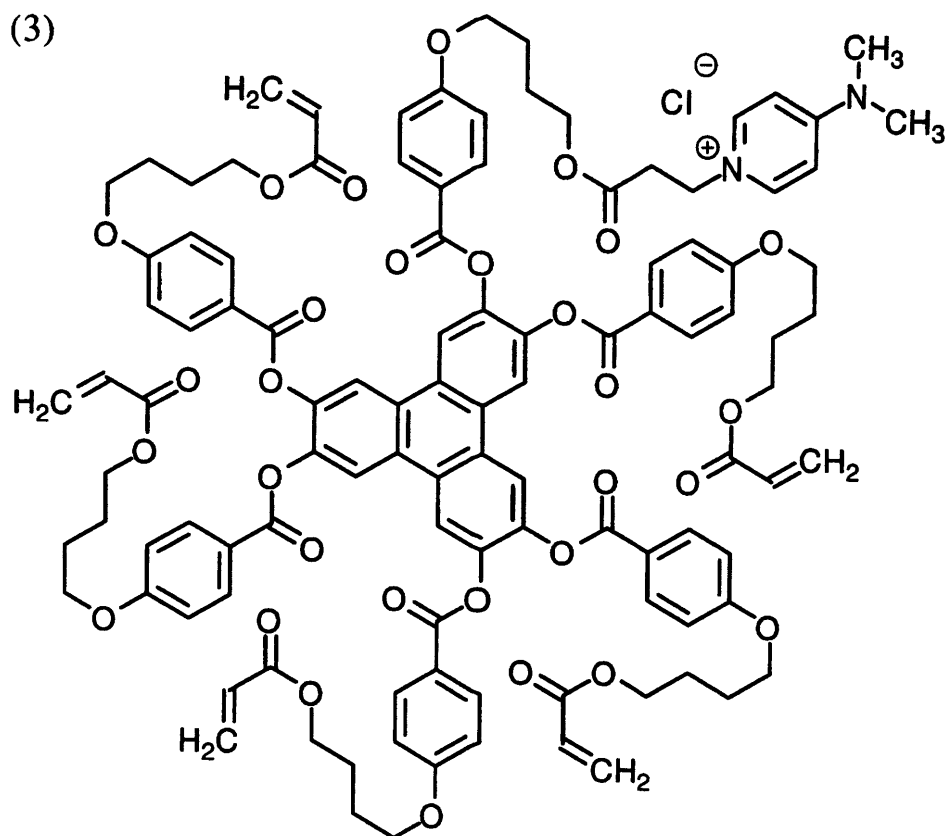
(2)



【 0 0 2 5 】

【 化 1 0 】

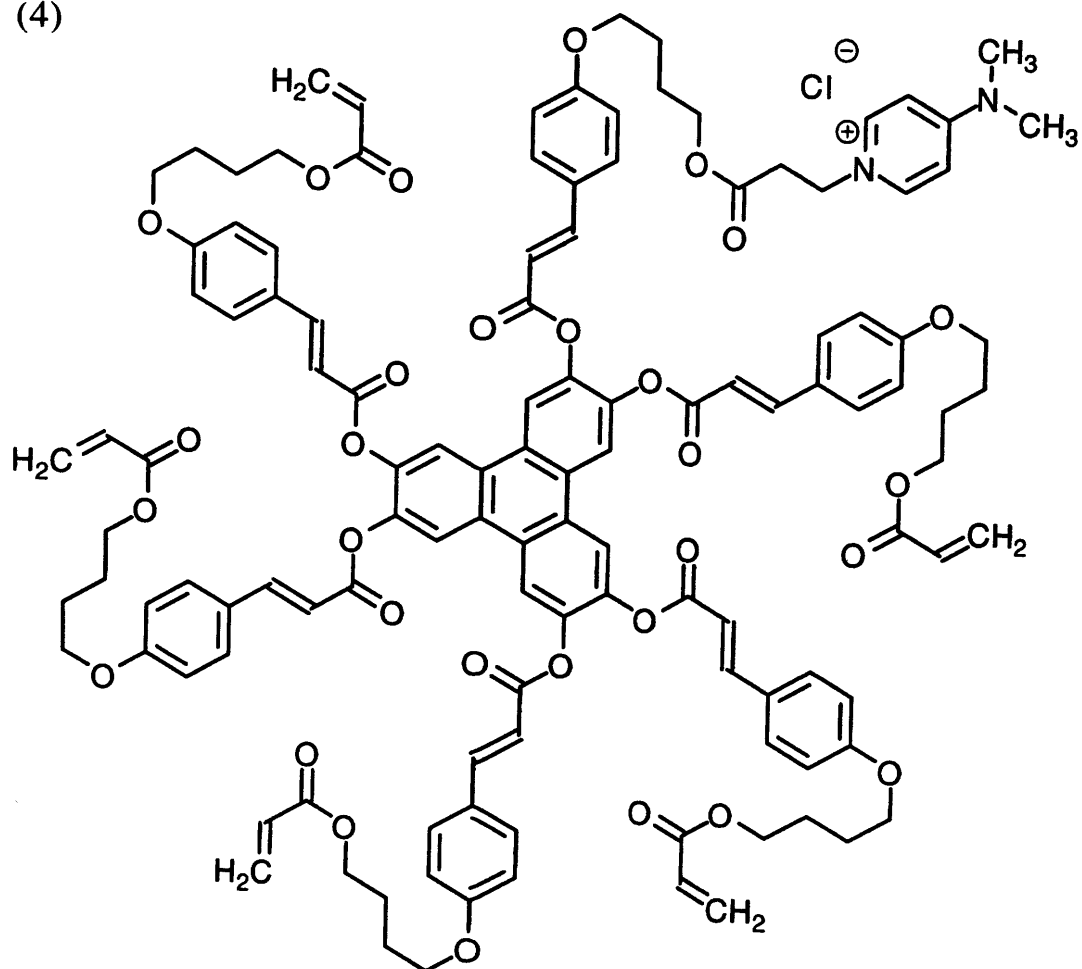
(3)



10

20

(4)



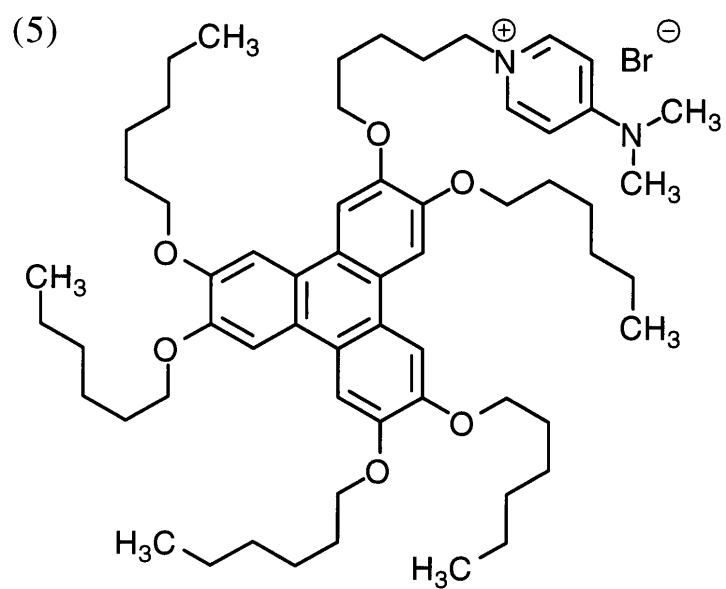
30

40

【 0 0 2 7 】

【 化 1 1 】

50

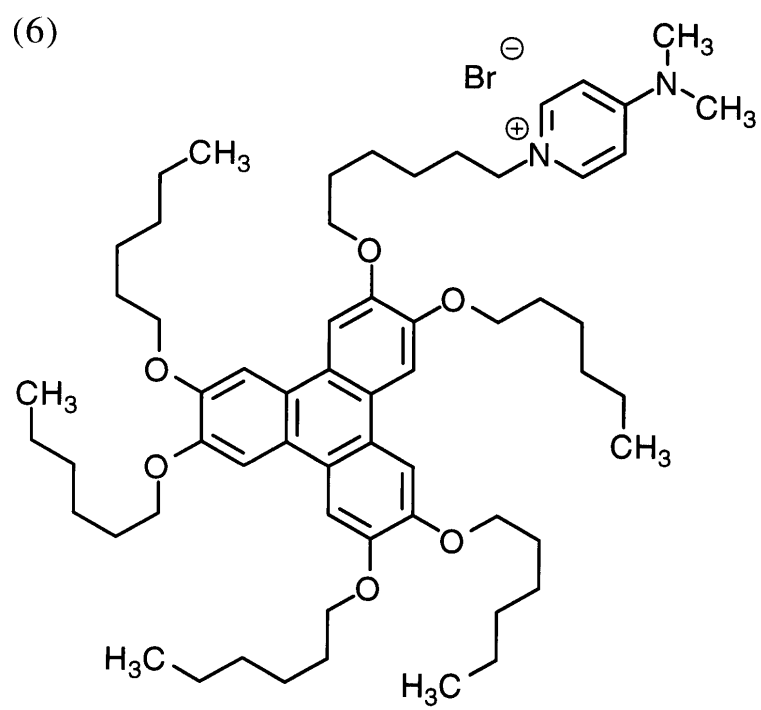


10

【 0 0 2 8 】

【 化 1 2 】

20

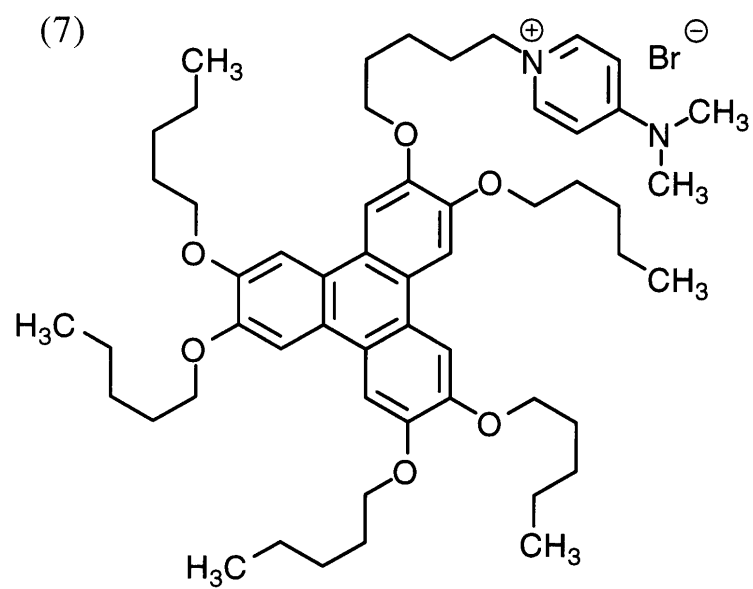


30

【 0 0 2 9 】

【 化 1 3 】

40

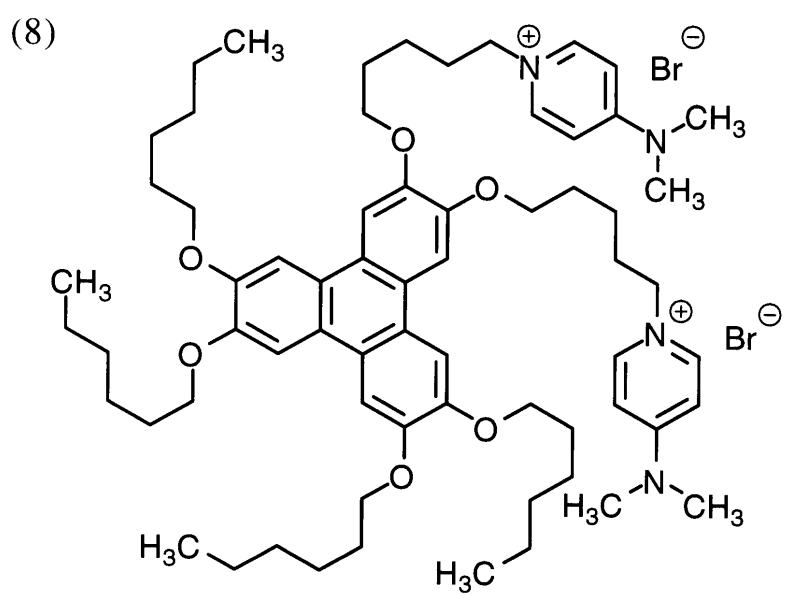


10

【 0 0 3 0 】

【 化 1 4 】

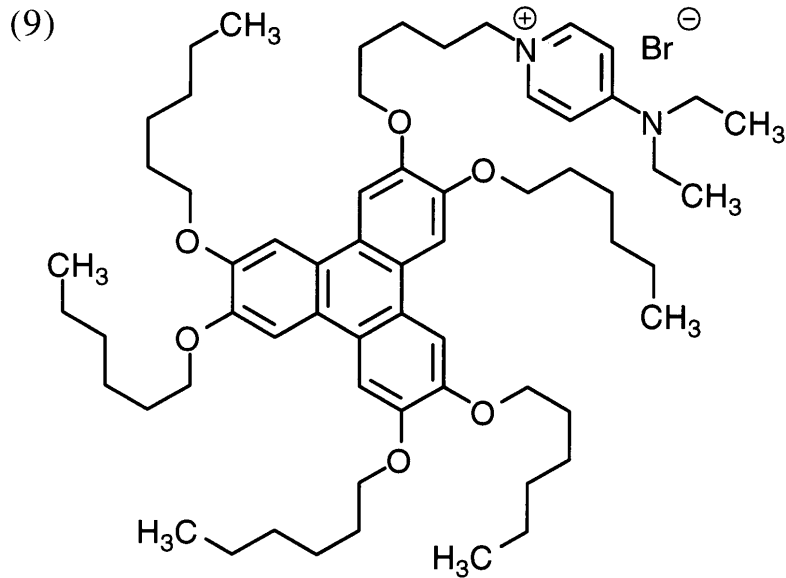
20



30

【 0 0 3 1 】

【 化 1 5 】

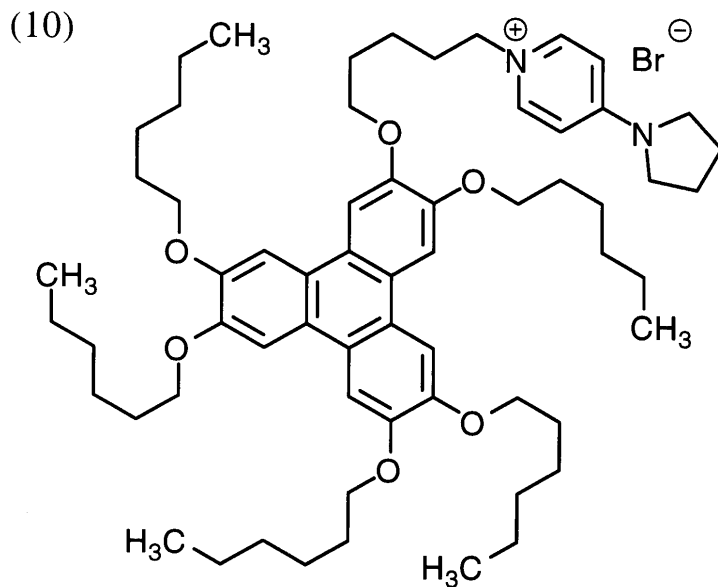


10

【 0 0 3 2 】

【 化 1 6 】

20



30

【 0 0 3 3 】

式 (I) で表される化合物は、液晶化合物の配向傾斜角制御剤として特に有利に用いることができる。配向傾斜角制御剤は、液晶化合物に加えて、配向補助剤、カイラル剤、重合開始剤や重合補助剤と混合した液晶組成物として用いることができる。

40

【 0 0 3 4 】

式 (I) で表される化合物は、以下に述べる方法で合成できる。

【 0 0 3 5 】

最初に、Synthesis誌、第 1 1 1 9 頁 (1 9 9 8 年) 記載の方法に準じて、下記式 (III) で表される化合物を調製する。

【 0 0 3 6 】

(III)  $Q_m M(-YH)_n$

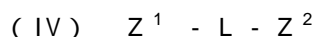
式中、Qはトリフェニレン環の置換基であり、Mはトリフェニレン環であり、Yは酸素原子または硫黄原子であり、mは0乃至5の整数であり、nは1乃至6の整数である。

【 0 0 3 7 】

50

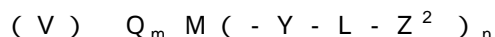
次に、式 (III) で表される化合物を有機溶媒に溶解し、下記式 (IV) で示される化合物と塩基存在下に反応させ、下記式 (V) で示される化合物を合成する。

【0038】



式中、L は二価の連結基であり、 $Z^1$  および  $Z^2$  は、それぞれ、脱離基である。

【0039】



式中、Q、M、Y、L、 $Z^2$ 、m および n は、それぞれ前記と同じ定義を有する。

【0040】

上記有機溶媒の例には、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジクロロメタンおよびアセトニトリルが含まれる。塩基の例には、炭酸カリウムおよびトリエチルアミンが含まれる。

式 (IV) の化合物を 1.5 当量以上用いることが好ましい。反応温度は、通常 -20 から用いる溶媒の沸点までである。還流条件での反応が好ましい。反応時間は通常 10 分 ~ 3 日間であり、好ましくは 1 時間から 1 日間である。

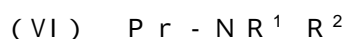
【0041】

$Z^2$  がハロゲンである式 (V) で示される化合物は、Langmuir 誌、第 15 巻、第 3790 頁 (1999) の方法を参照して合成することもできる。

【0042】

式 (V) で示される化合物と、下記式 (VI) で示される化合物とを有機溶媒中にて反応させると、 $Z^2$  の塩として式 (I) の化合物を製造できる。

【0043】



式中、Pr は、ピリジン環であり、 $R^1$  および  $R^2$  は、式 (I) と同じ定義を有する。

【0044】

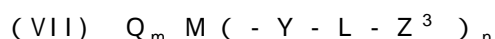
上記有機溶媒の例には、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジクロロメタン、クロロホルムおよびアセトニトリルが含まれる。ジクロロメタンおよびクロロホルムが好ましい。反応温度は、通常 -20 から用いる溶媒の沸点である。還流条件での反応が好ましい。反応時間は、通常 10 分 ~ 3 日間であり、好ましくは 1 時間から 1 日間である。

【0045】

式 (I) で示される化合物の一部は、以下の方法により製造することもできる。

例えば、富士フィルム研究報告誌、第 42 巻、第 48 頁 (1997 年)、あるいは「光を制御する次世代高分子・超分子」、高分子学会編 (2000 年) 記載の方法を参照して、下記式 (VII) の化合物を調製する。

【0046】



式中、Q、M、Y、L、m および n は、それぞれ前記と同じ定義を有する。 $Z^3$  は、アクリロイルオキシまたはメタクリロイルオキシである。

【0047】

得られた式 (VII) の化合物を、重合禁止剤とともに有機溶媒に溶解し、三級アミンの塩を添加した後、式 (VI) の化合物を加えて反応させることにより式 (I) の化合物を製造することができる。

上記有機溶媒の例には、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジクロロメタン、クロロホルムおよびアセトニトリルが含まれる。テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミドおよびジメチルアセトアミドが好ましい。重合禁止剤としては、ニトロベンゼンが好ましい。三級アミンの塩としては、トリエチルアミンのハロゲン化塩が好ましい。反応温度は、通常 -20 から用いる溶媒の沸点である。反応は、還流条件が好ましい。反応時間は通常 10 分 ~ 7 日間であり、好ましくは 1 日間から 3 日間である。

10

20

30

40

50



## 【 0 0 4 8 】

## 【実施例】

## [ 実施例 1 ]

## ( 化合物 1 の合成 )

富士フィルム研究報告誌、第 4 2 巻、第 4 8 頁 ( 1 9 9 7 年 )、あるいは「光を制御する次世代高分子・超分子」、高分子学会編 ( 2 0 0 0 年 ) 記載の方法により合成した 2 , 3 , 6 , 7 , 1 0 , 1 1 - ヘキサキス ( 4 - ( 6 - アクリロイルオキシヘキシルオキシ ) フェニルカルボニルオキシ ) - トリフェニレン ( 1 0 g ) を 1 0 0 mL のテトラヒドロフランに溶解し、1 g のニトロベンゼンと 2.7 g のトリエチルアミン塩酸塩を加え、還留条件で 1 時間攪拌した。次に、2.4 g のジメチルアミノピリジンを加え、還留条件で 3 日間攪拌した。反応液を 1 N - 塩酸に滴下し、得られた沈殿をシリカゲルクロマトにより精製 ( 溶離液 : メタノール / クロロホルム = 7 / 3 ) し、3 g の化合物 1 を得た。

$^1\text{H-NMR}$  (300MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) 1.4-1.6 (m, 24H), 1.7-1.9 (m, 24H), 2.97 (s, 6H), 3.00 (t, 2H), 3.87 (brs, 2H), 3.95 (brs, 10H), 4.06 (brs, 2H), 4.18 (brs, 10H), 4.50 (t, 2H), 5.8-5.84 (m, 5H), 6.0-6.2 (m, 5H), 6.3-6.5 (m, 5H), 6.5-6.7 (m, 14H), 7.75-7.90 (m, 12H), 8.1-8.4 (m, 8H)

TOF-MS (M Cl) $^+$ =2094

## 【 0 0 4 9 】

## [ 実施例 2 ]

## ( 化合物 2 の合成 )

実施例 1 の 2 , 3 , 6 , 7 , 1 0 , 1 1 - ヘキサキス ( 4 - ( 6 - アクリロイルオキシヘキシルオキシ ) フェニルカルボニルオキシ ) - トリフェニレンを 2 , 3 , 6 , 7 , 1 0 , 1 1 - ヘキサキス ( 4 - ( 5 - アクリロイルオキシペンチルオキシ ) フェニルカルボニルオキシ ) - トリフェニレンに変え、後は実施例 1 と同様にして化合物 2 を合成した。

$^1\text{H-NMR}$  (300MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) 1.4-1.6 (m, 12H), 1.7-1.9 (m, 24H), 2.98 (s, 6H), 3.00 (t, 2H), 3.86 (brs, 2H), 3.95 (brs, 10H), 4.07 (brs, 2H), 4.18 (brs, 10H), 4.50 (t, 2H), 5.8-5.84 (m, 5H), 6.0-6.2 (m, 5H), 6.3-6.5 (m, 5H), 6.5-6.7 (m, 14H), 7.75-7.90 (m, 12H), 8.1-8.4 (m, 8H)

TOF-MS (m/e) (M Cl) $^+$ =2010

## 【 0 0 5 0 】

## [ 実施例 3 ]

## ( 化合物 3 の合成 )

実施例 1 の 2 , 3 , 6 , 7 , 1 0 , 1 1 - ヘキサキス ( 4 - ( 6 - アクリロイルオキシヘキシルオキシ ) フェニルカルボニルオキシ ) - トリフェニレンを 2 , 3 , 6 , 7 , 1 0 , 1 1 - ヘキサキス ( 4 - ( 4 - アクリロイルオキシブチルオキシ ) フェニルカルボニルオキシ ) - トリフェニレンに変え、後は実施例 1 と同様にして化合物 3 を合成した。

$^1\text{H-NMR}$  (300MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) 1.7-1.9 (m, 24H), 2.97 (s, 6H), 3.00 (t, 2H), 3.87 (brs, 2H), 3.94 (brs, 10H), 4.06 (brs, 2H), 4.20 (brs, 10H), 4.50 (t, 2H), 5.8-5.84 (m, 5H), 6.0-6.2 (m, 5H), 6.3-6.5 (m, 5H), 6.5-6.7 (m, 14H), 7.75-7.90 (m, 12H), 8.1-8.4 (m, 8H),

TOF-MS (m/e) (M-Cl) $^+$ =1926

## 【 0 0 5 1 】

## [ 実施例 4 ]

## ( 化合物 4 の合成 )

実施例 1 の 2 , 3 , 6 , 7 , 1 0 , 1 1 - ヘキサキス ( 4 - ( 6 - アクリロイルオキシヘキシルオキシ ) フェニルカルボニルオキシ ) - トリフェニレンを特開平 9 - 104656 号記載の 2 , 3 , 6 , 7 , 1 0 , 1 1 - ヘキサキス ( 4 - ( 4 - アクリロイルオキシブチルオキシ ) フェニルエチルカルボニルオキシ ) - トリフェニレンに変え、後は実施例 1 と同様にして化合物 4 を合成した。

$^1\text{H-NMR}$  (300MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) 1.7-1.9 (m, 24H), 2.94 (s, 6H), 3.06 (t, 2H), 3.86 (brs

, 2H), 3.93 (brs, 10H), 4.07 (brs, 2H), 4.22 (brs, 10H), 4.50 (t, 2H), 5.8-5.84 (m, 5H), 6.0-6.2 (m, 5H), 6.3-6.5 (m, 13H), 6.67 (d, 12H), 7.27 (d, 12H), 7.82 (d, 6H), 8.08 (s, 6H), 8.27 (s, 2H)

TOF-MS (m/e) (M-Cl)<sup>+</sup>=2081

【0052】

[実施例5]

(化合物5の合成)

Langmuir誌、第15巻、第3790頁(1999)記載の方法により合成した2-(5-プロモペンチルオキシ)-3,6,7,10,11-ヘキサキス(ヘキシルオキシ)-トリフェニレン(3g)を50mLのクロロホルムに溶解し、0.4gのジメチルアミノピリジンを加え、還留条件で5時間攪拌した。反応液を1N-臭化水素酸に滴下し、得られた沈殿をシリカゲルクロマトにより精製(溶離液:メタノール/クロロホルム=7/3)し、2.1gの化合物5を得た。

TOF-MS (m/e) (M-Br)<sup>+</sup>=936

【0053】

[実施例6]

(化合物6の合成)

2-(5-プロモペンチルオキシ)-3,6,7,10,11-ヘキサキス(ヘキシルオキシ)-トリフェニレンの替わりにLangmuir誌、第15巻、第3790頁(1999)記載の方法に準じて合成した2-(6-プロモヘキシルオキシ)-3,6,7,10,11-ヘキサキス(ヘキシルオキシ)-トリフェニレンを用い、後は実施例5と同様にして化合物6を合成した。

TOF-MS (m/e) (M-Br)<sup>+</sup>=950

【0054】

[実施例7]

(化合物7の合成)

2-(5-プロモペンチルオキシ)-3,6,7,10,11-ヘキサキス(ヘキシルオキシ)-トリフェニレンの替わりにLangmuir誌、第15巻、第3790頁(1999)記載の方法に準じて合成した2-(5-プロモペンチルオキシ)-3,6,7,10,11-ヘキサキス(ペンチルオキシ)-トリフェニレンを用い、後は実施例5と同様にして化合物7を合成した。

TOF-MS (m/e) (M-Br)<sup>+</sup>=866

【0055】

[実施例8]

(化合物8の合成)

Langmuir誌、第15巻、第3790頁(1999)記載の方法により合成した2,3-ビス(5-プロモペンチルオキシ)-3,6,7,10,11-ヘキサキス(ヘキシルオキシ)-トリフェニレン(3g)を10mLのクロロホルムに溶解し、0.8gのジメチルアミノピリジンを加え、還留条件で5時間攪拌した。反応液を1N-臭化水素酸に滴下し、得られた沈殿をシリカゲルクロマトにより精製(溶離液:メタノール/クロロホルム=7/3)し、1.3gの化合物8を得た。

TOF-MS (m/e) (M-2Br)<sup>+</sup>=1043

【0056】

[実施例9]

(化合物9の合成)

4-ジメチルアミノピリジンの替わりに4-ジエチルアミノピリジンを用い、後は実施例5と同様にして化合物9を合成した。

TOF-MS (m/e) M<sup>+</sup>=964

【0057】

[実施例10]

10

20

30

40

50

(化合物 10 の合成)

4 - ジメチルアミノピリジンの替わりに 4 - ピロリジノピリジンを用い、後は実施例 5 と同様にして化合物 10 を合成した。

TOF-MS (m/e)  $M^+ = 962$

【0058】

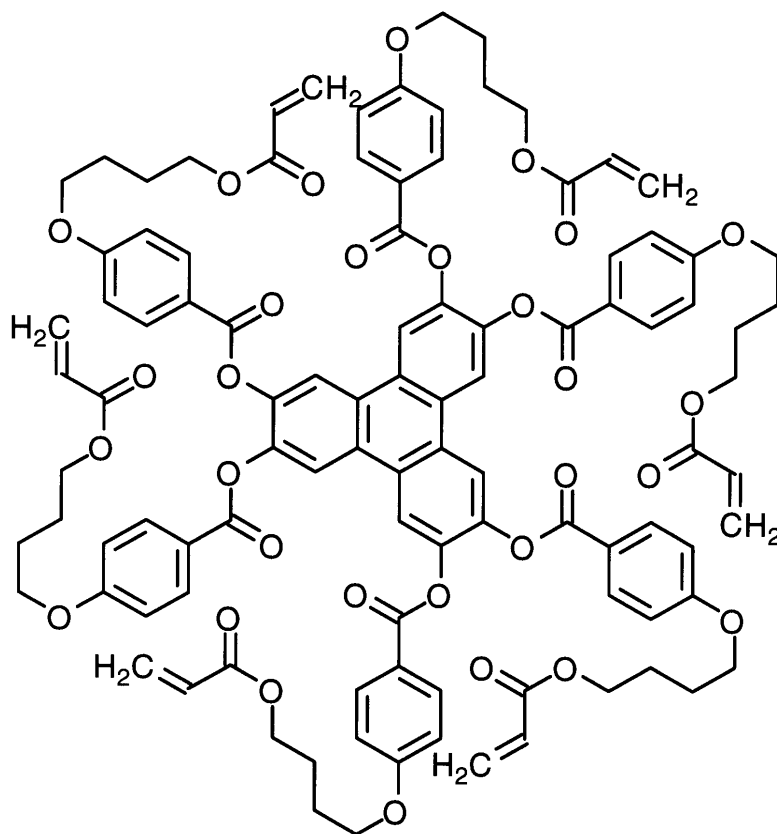
[実施例 11]

(液晶傾斜角制御能の評価)

特開平 8 - 4 8 1 9 7 号公報記載のメタクリロイルオキシソシアネートで修飾したポリビニルアルコールの水溶液をガラス基板(厚さ: 0.85mm)にバーコーターで塗布し、乾燥、ラビング処理を行った。次に、メチルエチルケトン(400重量部)に、下記のディスコティック液晶化合物(100重量部)と本発明の化合物(1重量部)を溶解した液をスピコートで塗布した後、室温で乾燥した。塗布層を 180 に加熱した後、130 で液晶化合物を配向させ、基板を急速に室温まで冷却してその配向状態を固定した。そして、得られた配向膜のレタデーションが最小となる方向の角度を測定することにより、その液晶分子の平均傾斜角を測定した。

【0059】

【化 17】



【0060】

結果を以下に示す。

【0061】

使用した傾斜制御剤：平均傾斜角

未使用：	27度
化合物 1：	33度
化合物 2：	34度
化合物 3：	35度
化合物 4：	35度
化合物 5：	32度

化合物 6 : 3 2 度  
化合物 7 : 3 1 度  
化合物 8 : 3 2 度  
化合物 9 : 3 1 度  
化合物 1 0 : 3 0 度

【 0 0 6 2 】

[ 実施例 1 2 ]

( 液晶傾斜角制御能の評価 )

化合物 3 および化合物 4 を用いて、実施例 1 1 と同様にして添加量と傾斜角の関係を調べた。

10

結果を以下に示す。

【 0 0 6 3 】

使用傾斜制御剤：添加量： 平均傾斜角

未使用： 2 7 度

化合物 3 : 0 . 5 重量部 : 3 0 度

化合物 3 : 0 . 7 重量部 : 3 2 度

化合物 3 : 1 . 0 重量部 : 3 4 度

化合物 3 : 1 . 5 重量部 : 3 6 度

化合物 4 : 0 . 5 重量部 : 3 1 度

化合物 4 : 0 . 7 重量部 : 3 3 度

化合物 4 : 1 . 0 重量部 : 3 5 度

化合物 4 : 1 . 5 重量部 : 3 6 度

20

---

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平 1 1 - 0 3 5 5 3 5 ( J P , A )

Colloid and Polymer Science , 1 9 8 6 年 , Vol.264, No.11 , p.924-935

Liquid Crystals , 2 0 0 0 年 , Vol.27, No.5 , p.703-706

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C07D 213/74

C09K 19/56

G02F 1/1337

CAplus(STN)

REGISTRY(STN)