

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B1)

(11) 特許番号

特許第5170602号  
(P5170602)

(45) 発行日 平成25年3月27日(2013.3.27)

(24) 登録日 平成25年1月11日(2013.1.11)

(51) Int. Cl. F I  
**C09K 19/12 (2006.01)** C O 9 K 19/12  
**C09K 19/44 (2006.01)** C O 9 K 19/44

請求項の数 10 (全 28 頁)

(21) 出願番号	特願2012-548254 (P2012-548254)	(73) 特許権者	000002886
(86) (22) 出願日	平成24年8月16日 (2012. 8. 16)		D I C株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2012/070836		東京都板橋区坂下3丁目35番58号
審査請求日	平成24年10月19日 (2012.10.19)	(74) 代理人	100124970
(31) 優先権主張番号	特願2012-117546 (P2012-117546)		弁理士 河野 通洋
(32) 優先日	平成24年5月23日 (2012. 5. 23)	(72) 発明者	栗山 毅
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		埼玉県北足立郡伊奈町小室4472-1
早期審査対象出願			D I C株式会社
			埼玉工場内
		(72) 発明者	河村 丞治
			埼玉県北足立郡伊奈町小室4472-1
			D I C株式会社
			埼玉工場内
		審査官	吉田 邦久
			最終頁に続く

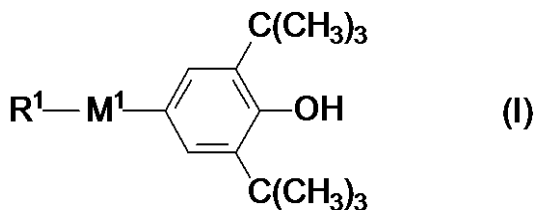
(54) 【発明の名称】 ネマチック液晶組成物及びこれを用いた液晶表示素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

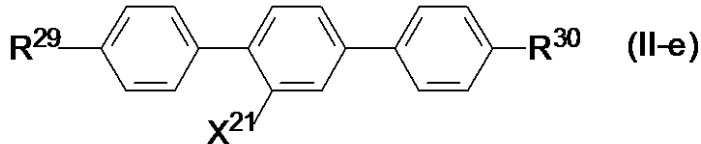
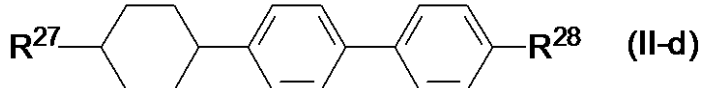
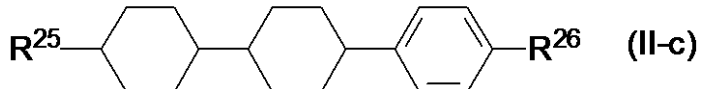
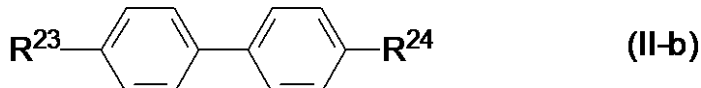
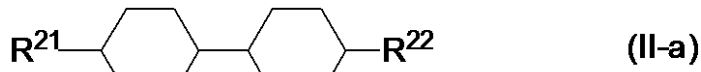
第一成分として、一般式(I)

【化1】



(式中、R<sup>1</sup> は炭素原子数 1 から 22 の直鎖アルキル基又は分岐鎖アルキル基を表し、該アルキル基中の 1 つの C H<sub>2</sub> 基は、- O - で置換されてよく、M<sup>1</sup> はトランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基又は単結合を表す。) で表される化合物を一種又は二種以上含有し、第二成分として、一般式 ( I I - a ) から一般式 ( I I - e )

【化 2】



(式中、 $R^{21} \sim R^{30}$  はお互い独立して炭素原子数 1 から 10 のアルキル基又は炭素原子数 2 から 10 のアルケニル基を表し、 $X^{21}$  は水素原子又はフッ素原子を表す。) で表される化合物からなる群より選ばれる化合物を一種又は二種以上含有し、25 における誘電率異方性 ( ) が +3.5 以上であることを特徴とするネマチック液晶組成物。

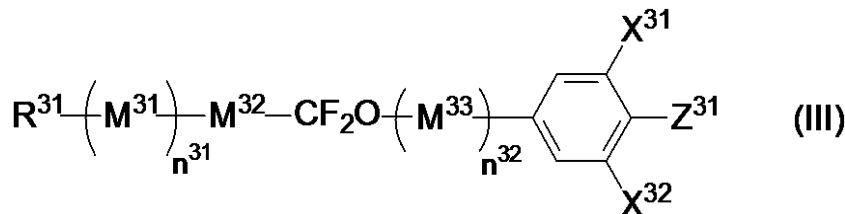
10

20

【請求項 2】

第三成分として、一般式 (III)

【化 3】



(式中、 $R^{31}$  は炭素原子数 1 から 10 のアルキル基、アルコキシ基、炭素原子数 2 から 10 のアルケニル基又はアルケニルオキシ基を表し、 $M^{31} \sim M^{33}$  はお互い独立して、トランス-1,4-シクロヘキシレン基又は 1,4-フェニレン基を表し、該トランス-1,4-シクロヘキシレン基中の 1 つ又は 2 つの  $-CH_2-$  は酸素原子が直接隣接しないように、 $-O-$  で置換されていてもよく、該フェニレン基中の 1 つ又は 2 つの水素原子はフッ素原子で置換されていてもよく、 $X^{31}$  及び  $X^{32}$  はお互い独立して水素原子又はフッ素原子を表し、 $Z^{31}$  はフッ素原子、トリフルオロメトキシ基又はトリフルオロメチル基を表し、 $n^{31}$  は及び  $n^{32}$  はお互い独立して 0、1 又は 2 を表し、 $n^{31} + n^{32}$  は 0、1 又は 2 を表し、 $M^{31}$  及び  $M^{33}$  が複数存在する場合には同一であっても異なっても良い。)

30

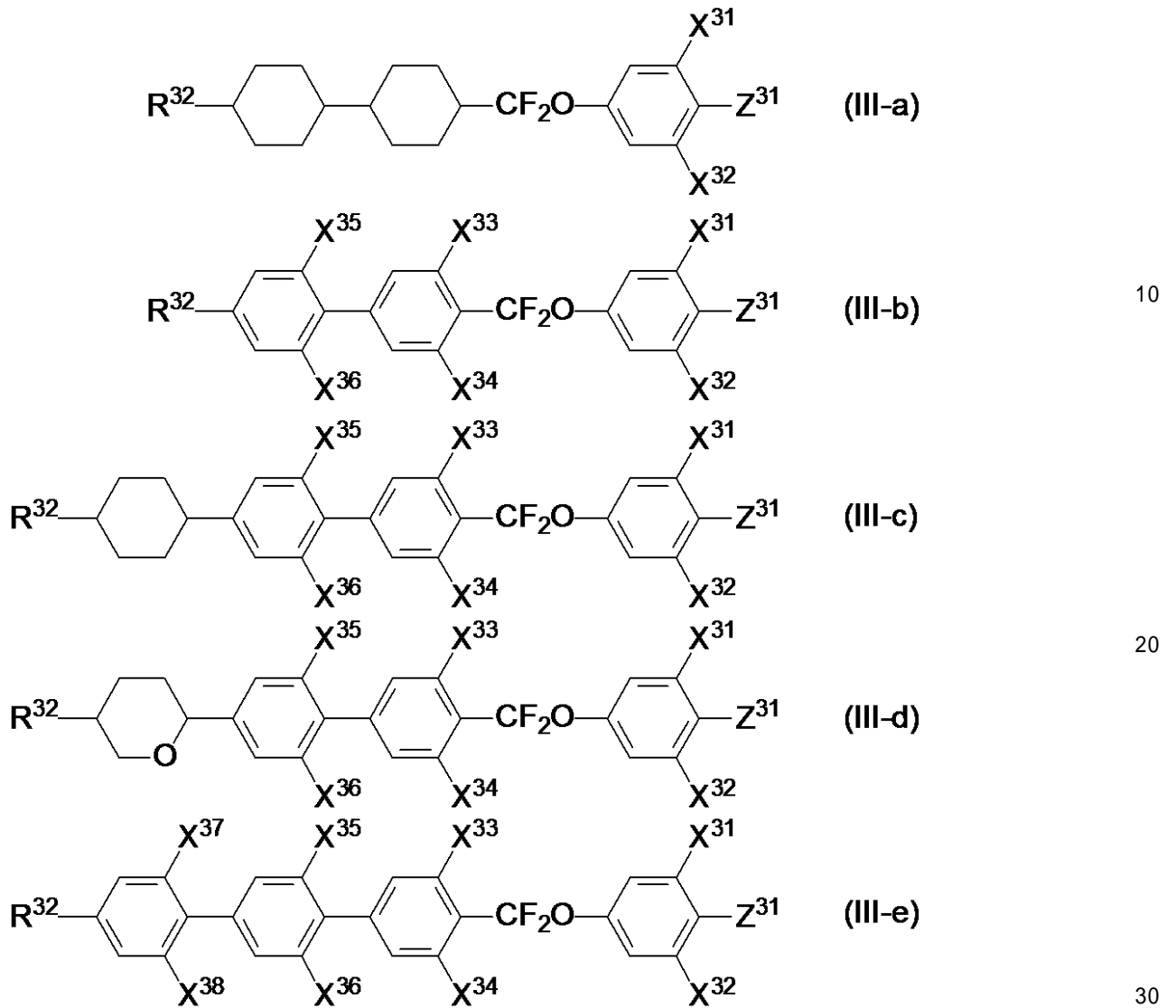
で表される化合物を一種又は二種以上含有する請求項 1 記載のネマチック液晶組成物。

40

【請求項 3】

一般式 (III) が、一般式 (III-a) から一般式 (III-e)

## 【化4】

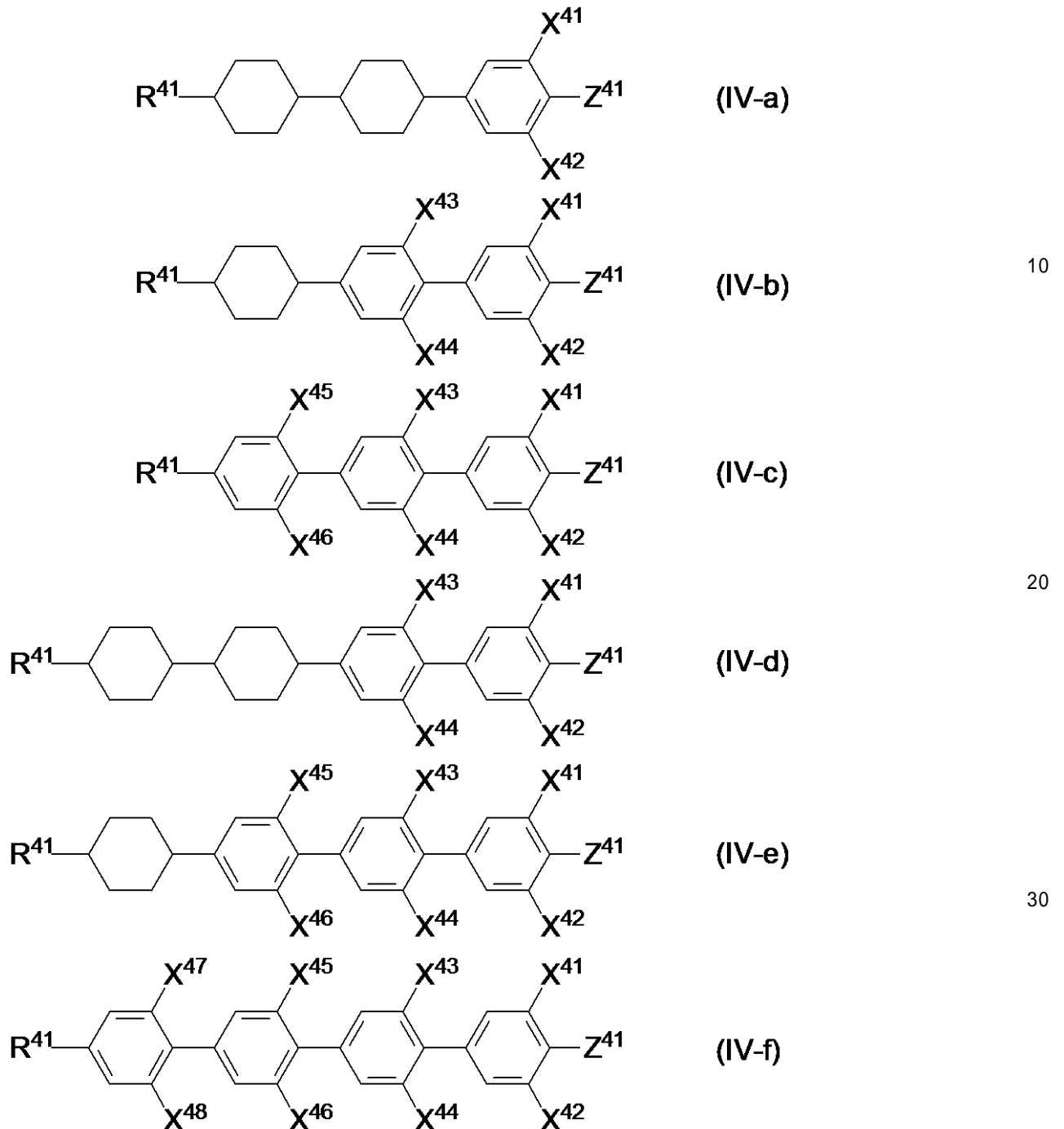


(式中、 $R^{32}$ は炭素原子数1から10のアルキル基、アルコキシ基、炭素原子数2から10のアルケニル基又はアルケニルオキシ基を表し、 $X^{31} \sim X^{38}$ はお互い独立して水素原子又はフッ素原子を表し、 $Z^{31}$ はフッ素原子、トリフオロメトキシ基又はトリフルオロメチル基を表す。)を表わされる請求項1又は2のいずれか一項に記載のネマチック液晶組成物。

## 【請求項4】

更に、一般式(IV-a)から一般式(IV-f)

## 【化5】



(式中、 $R^{41}$ は炭素原子数1から10のアルキル基、アルコキシ基、炭素原子数2から10のアルケニル基又はアルケニルオキシ基を表し、 $X^{41} \sim X^{48}$ はお互い独立して水素原子又はフッ素原子を表し、 $Z^{41}$ はフッ素原子、トリフロロメトキシ基又はトリフルオロメチル基を表す。)で表される化合物からなる群より選ばれる化合物を一種又は二種以上含有することを特徴とする請求項1から3のいずれか一項に記載のネマチック液晶組成物。

## 【請求項5】

一般式(I)において、 $R^1$ が炭素原子数1から10の直鎖アルキル基又は分岐炭アルキル基を表し、 $M^1$ はトランス-1,4-シクロヘキシレン基又は1,4-フェニレン基を表す請求項1から4のいずれか一項に記載のネマチック液晶組成物。

## 【請求項6】

一般式(I)で表される化合物の含有量が0.001質量%から1質量%であり、一般式(II)で表される化合物の含有量が10質量%から70質量%である請求項1から5の

10

20

30

40

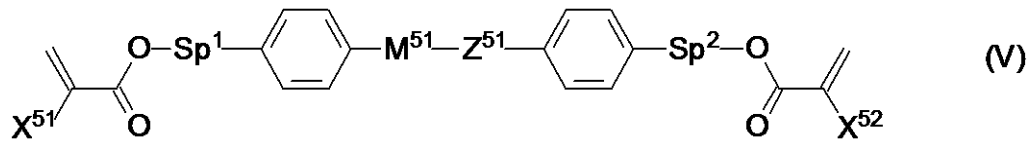
50

いずれか一項に記載のネマチック液晶組成物。

【請求項 7】

一般式 (V)

【化 6】



(式中、 $X^{51}$  及び  $X^{52}$  はそれぞれ独立して、水素原子又はメチル基を表し、 $Sp^1$  及び  $Sp^2$  はそれぞれ独立して、単結合、炭素原子数 1 ~ 8 のアルキレン基又は  $-O-(CH_2)_s-$

10

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

$Z^{51}$  は  $-OCH_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CF_2CF_2-$ 、 $-CH=CH-COO-$ 、 $-CH=CH-OCO-$ 、 $-COO-CH=CH-$ 、 $-OCO-CH=CH-$ 、 $-COO-CH_2CH_2-$ 、 $-OCO-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2-COO-$ 、 $-CH_2CH_2-OCO-$ 、 $-COO-CH_2-$ 、 $-OCO-CH_2-$ 、 $-CH_2-COO-$ 、 $-CH_2-OCO-$ 、 $-CY^1=CY^2-$  (式中、 $Y^1$  及び  $Y^2$  はそれぞれ独立して、フッ素原子又は水素原子を表す。)、 $-C-C-$  又は単結合を表し、

20

$M^{51}$  は 1, 4 - フェニレン基、トランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基又は単結合を表し、式中の全ての 1, 4 - フェニレン基は、任意の水素原子がフッ素原子により置換されていても良い。) で表される重合性化合物を含有する請求項 1 から 6 のいずれか一項に記載のネマチック液晶組成物。

【請求項 8】

請求項 1 から 7 のいずれか一項に記載の液晶組成物を用いたアクティブマトリックス駆動用液晶表示素子。

【請求項 9】

請求項 1 から 7 のいずれか一項に記載の液晶組成物を用いた IPS モード、FFS モード又は VA - IPS モード用液晶表示素子。

30

【請求項 10】

請求項 7 に記載の重合性化合物を含有するネマチック液晶組成物を用い、電圧印加下あるいは電圧無印加下で該液晶組成物中に含有する重合性化合物を重合させて作製した高分子安定化モード液晶表示素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は液晶表示材料として有用な誘電率異方性 ( ) が正の値を示すネマチック液晶組成物及びこれを用いた液晶表示素子に関する。

【背景技術】

40

【0002】

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

50

等を最適な値とするために、数種類から数十種類の化合物から構成されている。

【0003】

垂直配向型ディスプレイでは が負の液晶組成物が用いられており、TN型、STN型又はIPS型等の水平配向型ディスプレイでは が正の液晶組成物が用いられている。また、 が正の液晶組成物を電圧無印加時に垂直に配向させ、横電界を印加する事で表示する駆動方式も報告されており、 が正の液晶組成物の必要性はさらに高まっている。一方、全ての駆動方式において低電圧駆動、高速応答、広い動作温度範囲が求められている。すなわち、 が正で絶対値が大きく、粘度( )が小さく、高いネマチック相-等方性液体相転移温度( $T_{ni}$ )が要求されている。また、  $n$ とセルギャップ( $d$ )との積である  $n \times d$ の設定から、液晶組成物の  $n$ をセルギャップに合わせて適当な範囲に調節する必要がある。加えて液晶表示素子をテレビ等へ応用する場合においては高速応答性が重視されるため、 $\gamma_1$ の小さい液晶組成物が要求される。

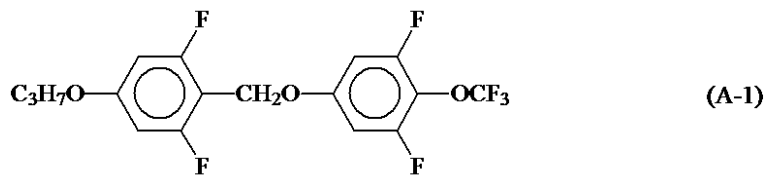
10

【0004】

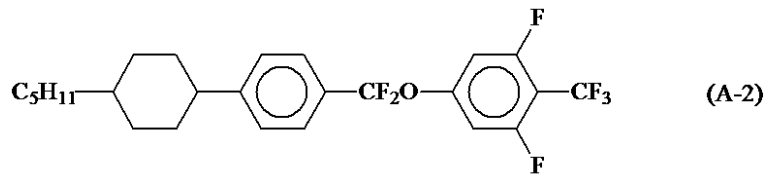
液晶組成物の構成成分として、 が正の液晶化合物である式(A-1)や(A-2)で表される化合物を使用した液晶組成物の開示がされている。(特許文献1から4)

【0005】

【化1】



20



【0006】

一方で、液晶組成物は、実用的に液晶表示素子に使用するためには、表示品位に不具合が発生しないことが必要となる。特に、TFE素子等で駆動するアクティブマトリクス駆動液晶表示素子に使用される液晶組成物においては、高い比抵抗値あるいは高い電圧保持率を有することが必要になる。加えて、光や熱等の外部刺激に対して安定であることも必要になってくる。これに対して、熱に対する安定性を向上させるための酸化防止剤やそれを用いた液晶組成物の開示がされている(特許文献3及び特許文献4参照)が、必ずしも十分と言えるものではなく、特に、大きい を有する液晶化合物は相対的に光や熱に対する安定性に劣るため、そのような組成物における品質安定性は十分とは言えなかった。

30

【0007】

また更に、液晶表示素子の用途が拡大するに至り、その使用方法、製造方法にも大きな変化が見られこれらに対応するためには、従来知られているような基本的な物性値以外の特性を最適化することが求められるようになった。すなわち、液晶組成物を使用する液晶表示素子はVA(垂直配向)型やIPS(イン・プレーン・スイッチング)型等が広く使用されるに至り、その大きさも50型以上の超大型サイズの表示素子が実用化されるに至り使用されるようになった。基板サイズの大型化に伴い、液晶組成物の基板への注入方法も従来の真空注入法から滴下注入(ODF: One Drop Fill)法が注入方法の主流となったが、液晶組成物を基板に滴下した際の滴下痕が表示品位の低下を招く問題が表面化するに至った。さらに、液晶表示素子中の液晶材料のプレチルト角の生成と高速応答性を目的に、PS液晶表示素子(polymer stabilized、ポリマー安定化)が開発されたが、これらの表示素子は液晶組成物中にモノマーを添加し、組成物中のモノマーを硬化させることに特徴としており、多くの場合、紫外線を組成物に照射することでモノマーを硬化させる。そのため、光に対する安定性の劣る成分が添加されている場合には、比抵

40

50

抗値あるいは電圧保持率の低下を招き、場合によっては同時に滴下痕の発生を誘発し、表示不良による液晶表示素子の歩留まりが悪化する問題があった。

【 0 0 0 8 】

このように、高速応答性能等の液晶表示素子として求められている特性や性能を維持しつつ、光や熱等に対する安定性が高く、また、焼き付きや滴下痕等の表示不良の発生し難い液晶表示素子の開発が求められていた。

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 9 】

【 特許文献 1 】 WO 9 6 / 0 3 2 3 6 5 号

10

【 特許文献 2 】 特開平 0 9 - 1 5 7 2 0 2 号

【 特許文献 3 】 WO 9 8 / 0 2 3 5 6 4 号

【 特許文献 4 】 特開 2 0 0 3 - 1 8 3 6 5 6 号

【 特許文献 5 】 特開平 9 - 1 2 4 5 2 9 号

【 特許文献 6 】 特開 2 0 0 6 - 1 6 9 4 7 2 号

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 1 0 】

本発明が解決しようとする課題は、広い温度範囲の液晶相を有し、粘性が小さく、低温での溶解性が良好で、比抵抗や電圧保持率が高く、熱や光に対して安定な が正の液晶組成物を提供し、更にこれを用いることで表示品位に優れ、焼き付きや滴下痕等の表示不良の発生し難い IPS 型や TN 型等の液晶表示素子を提供することにある。

20

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 1 】

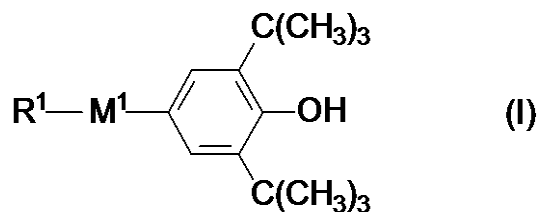
本発明者は、種々の液晶化合物および種々の化学物質を検討し、特定の化合物を組み合わせることにより前記課題を解決することができることを見出し、本発明を完成するに至った。

第一成分として、一般式 ( I )

【 0 0 1 2 】

【 化 2 】

30



【 0 0 1 3 】

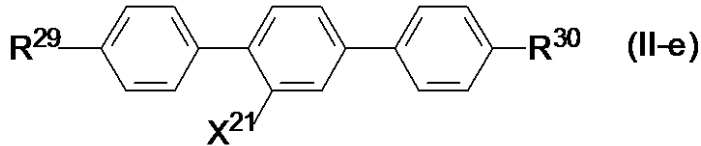
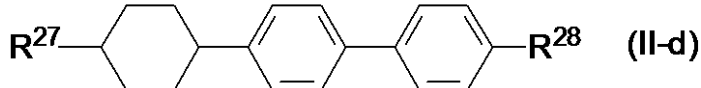
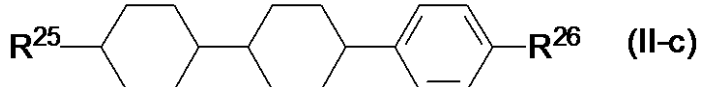
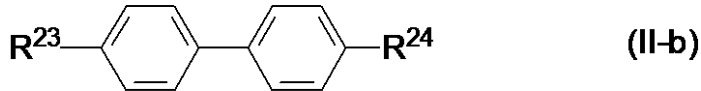
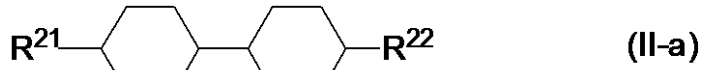
( 式中、 R <sup>1</sup> は炭素原子数 1 から 2 2 の直鎖アルキル基又は分岐鎖アルキル基を表し、該アルキル基中の 1 つ又は 2 つ以上の C H <sub>2</sub> 基は、酸素原子が直接隣接しないように、 - O - 、 - C H = C H - 、 - C O - 、 - O C O - 、 - C O O - 、 - C C - 、 - C F <sub>2</sub> O - 、 - O C F <sub>2</sub> - で置換されてよく、 M <sup>1</sup> はトランス - 1 , 4 - シクロヘキシレン基、 1 , 4 - フェニレン基又は単結合を表す。 ) で表される化合物を一種又は二種以上含有し、

40

第二成分として、一般式 ( I I - a ) から一般式 ( I I - e )

【 0 0 1 4 】

【化3】



10

【0015】

(式中、 $R^{21} \sim R^{30}$  はお互い独立して炭素原子数1から10のアルキル基又は炭素原子数2から10のアルケニル基を表し、 $X^{21}$  は水素原子又はフッ素原子を表す。)で表される化合物からなる群より選ばれる化合物を一種又は二種以上含有し、25における誘電率異方性( )が+3.5以上であることを特徴とするネマチック液晶組成物を提供し、更に、当該液晶組成物を用いた液晶表示素子を提供する。

20

【発明の効果】

【0016】

本発明の が正の液晶組成物は、大幅に低い粘性を得ることができ、低温での溶解性が良好で、比抵抗や電圧保持率が熱や光によって受ける変化が極めて小さいため、製品の実用性が高く、これを用いたIPS型やFFS型等の液晶表示素子は高速応答を達成でき、表示不良が抑制され、非常に有用である。

【発明を実施するための形態】

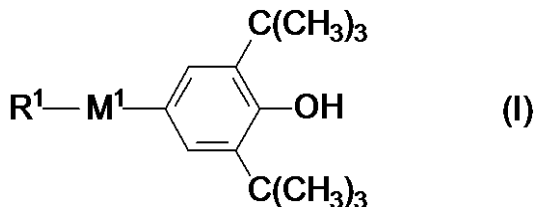
【0017】

本発明における液晶組成物において、第一成分として使用する一般式(I)

30

【0018】

【化4】



【0019】

で表される化合物において、 $R^1$  は炭素原子数1から22の直鎖アルキル基又は分岐鎖アルキル基を表し、該アルキル基中の1つ又は2つ以上の $CH_2$ 基は、酸素原子が直接隣接しないように、 $-O-$ 、 $-CH=CH-$ 、 $-CO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-COO-$ 、 $-C-C-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ で置換されてよいが、炭素原子数1から10の直鎖アルキル基、直鎖アルコキシ基、1つの $CH_2$ 基が $-OCO-$ 又は $-COO-$ に置換された直鎖アルキル基、分岐鎖アルキル基、分岐アルコキシ基、1つの $CH_2$ 基が $-OCO-$ 又は $-COO-$ に置換された分岐鎖アルキル基が好ましく、炭素原子数1から20の直鎖アルキル基、1つの $CH_2$ 基が $-OCO-$ 又は $-COO-$ に置換された直鎖アルキル基、分岐鎖アルキル基、分岐アルコキシ基、1つの $CH_2$ 基が $-OCO-$ 又は $-COO-$ に置換された分岐鎖アルキル基が更に好ましい。 $M^1$  はトランス-1,4-シクロヘキシレン基、

40

50



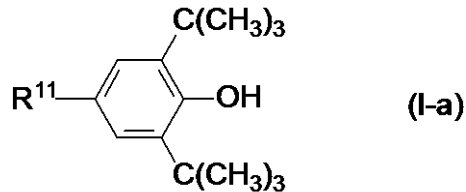
1,4-フェニレン基又は単結合を表すが、トランス-1,4-シクロヘキシレン基又は1,4-フェニレン基が好ましい。

【0020】

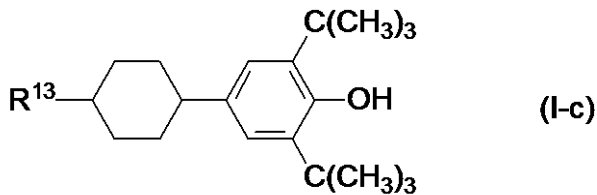
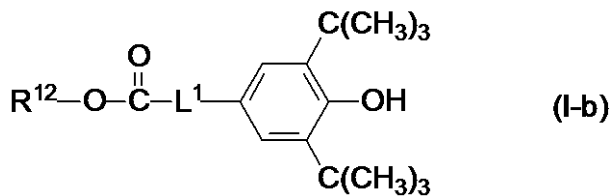
一般式(I)で表される化合物は、より具体的には、下記の一般式(I-a)から一般式(I-d)で表される化合物が好ましい。

【0021】

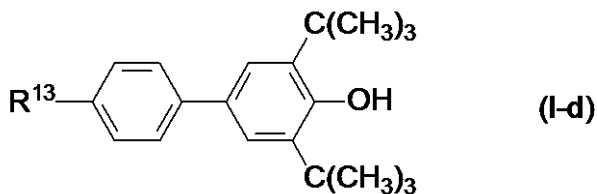
【化5】



10



20



30

【0022】

式中、R<sup>11</sup>は炭素原子数1から10の直鎖アルキル基又は分岐鎖アルキル基が好ましく、R<sup>12</sup>は炭素原子数1から20の直鎖アルキル基又は分岐鎖アルキル基が好ましく、R<sup>13</sup>は炭素原子数1から8の直鎖アルキル基、分岐鎖アルキル基、直鎖アルコキシ基又は分岐鎖アルコキシ基が好ましく、L<sup>1</sup>は炭素原子数1から8の直鎖アルキレン基又は分岐鎖アルキレン基が好ましい。一般式(I-a)から一般式(I-d)で表される化合物中、一般式(I-c)及び一般式(I-d)で表される化合物が更に好ましい。

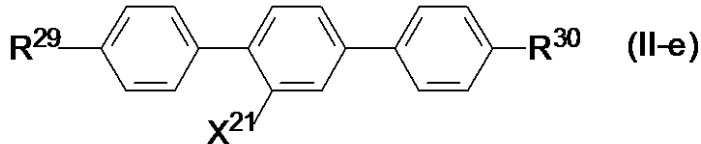
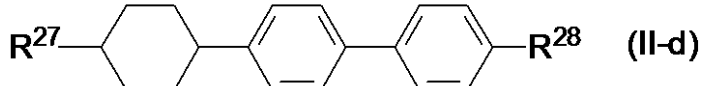
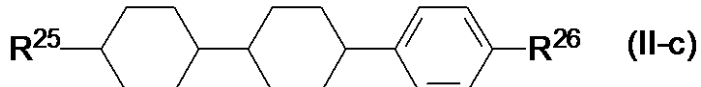
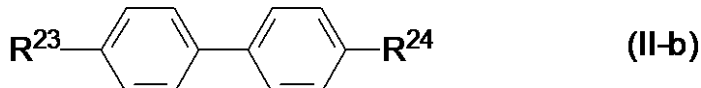
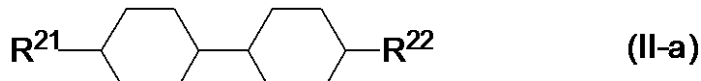
本願発明の液晶組成物において、一般式(I)で表される化合物を1種又は2種を含有するが好ましく、1種から5種含有することが更に好ましく、その含有量は0.001から1質量%であることが好ましく、0.001から0.1質量%が更に好ましく、0.001から0.05質量%が特に好ましい。

40

本願発明の液晶組成物は、第二成分として、一般式(II-a)から一般式(II-e)

【0023】

## 【化6】



10

## 【0024】

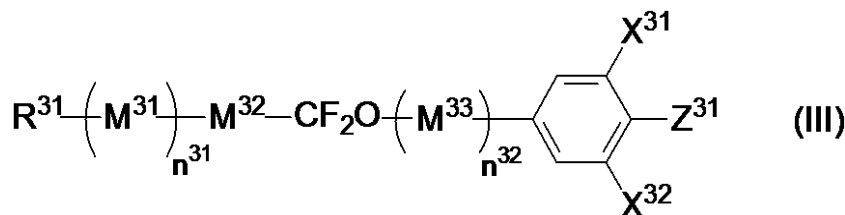
を含有する。式中、 $R^{21} \sim R^{30}$  はお互い独立して炭素原子数1から10のアルキル基又は炭素原子数2から10のアルケニル基を表す。 $X^{21}$  は水素原子又はフッ素原子を表すが、フッ素原子であることが好ましい。一般式(II)で表される化合物群は1種~10種含有することが好ましく、1種~8種含有することが特に好ましく、その含有量は5から80質量%であるが、10から70質量%であることが好ましく、20から60質量%であることが特に好ましい。

20

本願発明の液晶組成物は、更に、第三成分として、第三成分として、一般式(III)

## 【0025】

## 【化7】



30

## 【0026】

で表される化合物を含有することが好ましい。

## 【0027】

一般式(III)で表される化合物において、 $R^{31}$  は炭素原子数1から10のアルキル基、アルコキシ基、炭素原子数2から10のアルケニル基又はアルケニルオキシ基を表す。 $M^{31} \sim M^{33}$  はお互い独立して、トランス-1,4-シクロヘキシレン基又は1,4-フェニレン基を表し、該トランス-1,4-シクロヘキシレン基中の1つ又は2つの-CH<sub>2</sub>-は酸素原子が直接隣接しないように、-O-で置換されていてもよく、該フェニレン基中の1つ又は2つの水素原子はフッ素原子で置換されていてもよい。 $X^{31}$  及び $X^{32}$  はお互い独立して水素原子又はフッ素原子を表し、 $Z^{31}$  はフッ素原子、トリフルオロメトキシ基又はトリフルオロメチル基を表し、 $n^{31}$  は及び $n^{32}$  はお互い独立して0、1又は2を表し、 $n^{31} + n^{32}$  は、0、1又は2を表し、 $M^{31}$  及び $M^{33}$  が複数存在する場合には同一であっても異なってもよい。

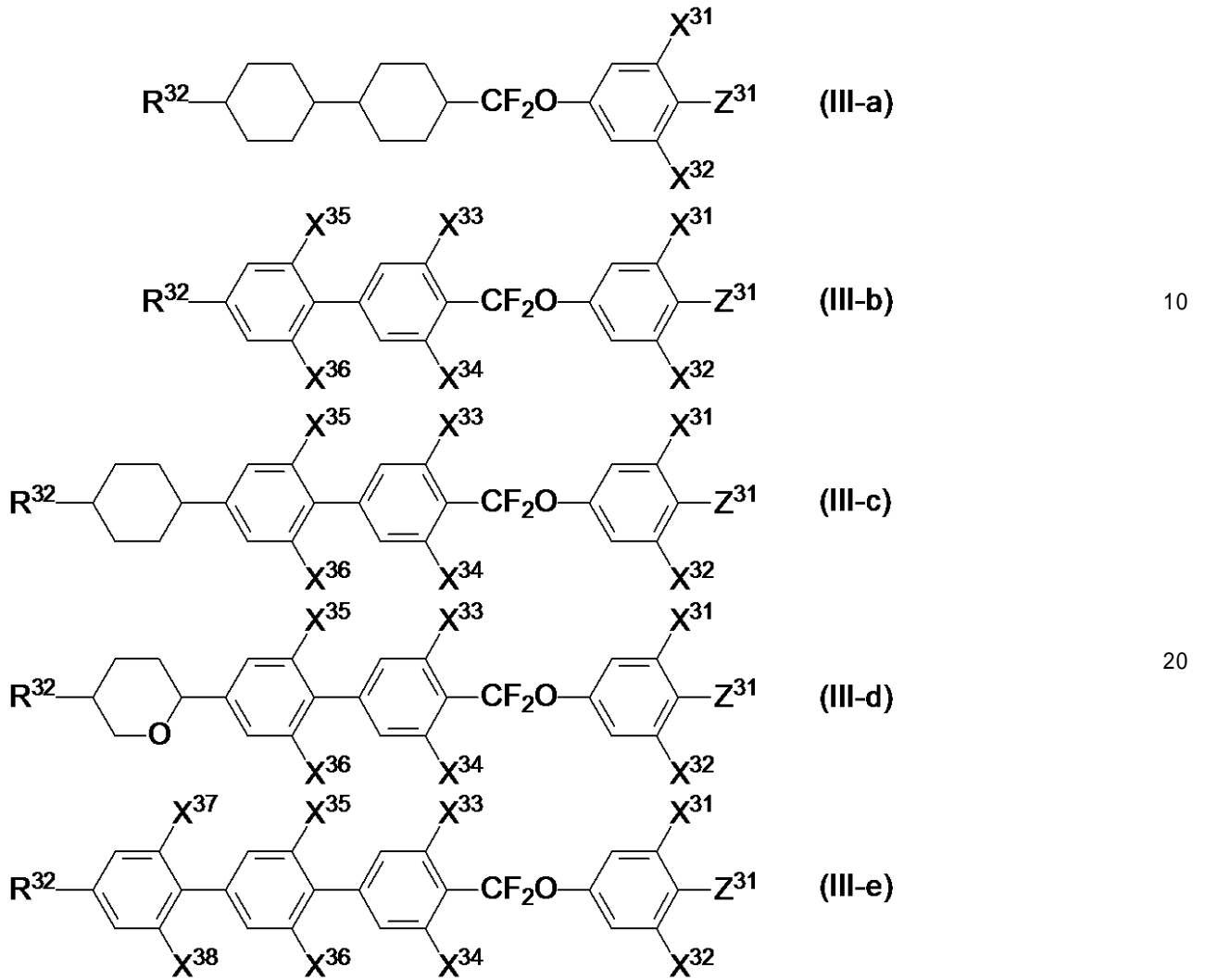
40

## 【0028】

一般式(III)で表される化合物は、より具体的には、下記の一般式(III-a)から一般式(III-e)で表される化合物が好ましい。

## 【0029】

## 【化 8】



## 【 0 0 3 0 】

(式中、 $R^{32}$ は炭素原子数1から10のアルキル基、アルコキシ基、炭素原子数2から10のアルケニル基又はアルケニルオキシ基を表し、 $X^{31} \sim X^{38}$ はお互い独立して水素原子又はフッ素原子を表し、 $Z^{31}$ はフッ素原子、トリフオロメトキシ基又はトリフルオロメチル基を表す。)

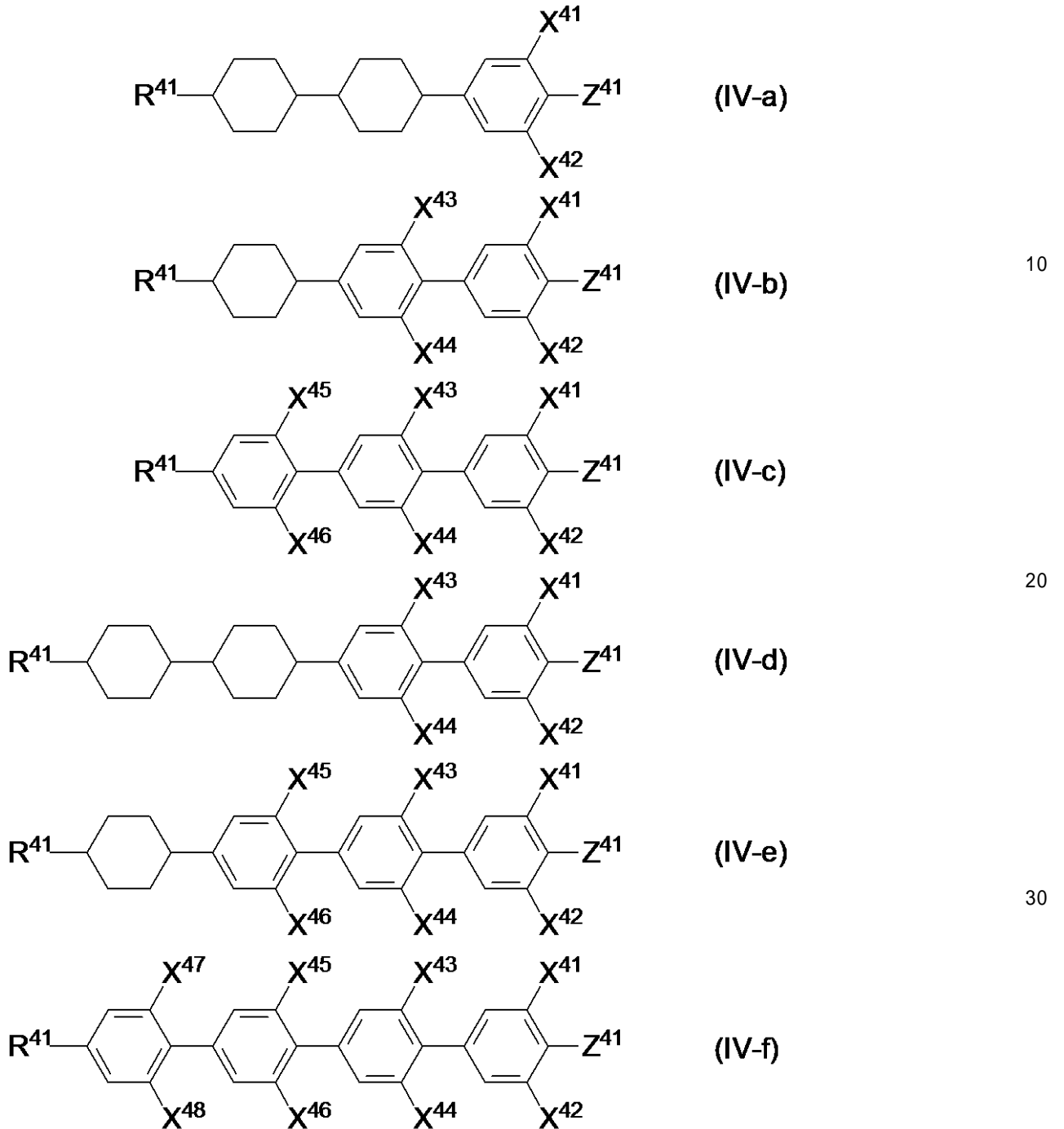
一般式(III)で表される化合物群は1種~8種含有することが好ましく、1種~5種含有することが特に好ましく、その含有量は3から50質量%であるが、5から40質量%であることが好ましい。

## 【 0 0 3 1 】

本願発明の液晶組成物は、更に、第四成分として、一般式(IV-a)から一般式(IV-f)

## 【 0 0 3 2 】

## 【化9】



## 【0033】

(式中、 $R^{41}$ は炭素原子数1から10のアルキル基、アルコキシ基、炭素原子数2から10のアルケニル基又はアルケニルオキシ基を表し、 $X^{41} \sim X^{48}$ はお互い独立して水素原子又はフッ素原子を表し、 $Z^{41}$ はフッ素原子、トリフオロメトキシ基又はトリフルオロメチル基を表す。)で表される化合物群から選ばれる化合物を含有することができるが、1種～10種含有することが好ましく、1種～8種含有することが特に好ましく、その含有量は5から50質量%であることが好ましく、10から40質量%であることが好ましい。

## 【0034】

本願発明の液晶組成物は、25における  $n$  が+3.5以上であるが、+3.5から+15.0がより好ましい。25における  $n$  が0.08から0.14であるが、0.09から0.13がより好ましい。更に詳述すると、薄いセルギャップに対応する場合は0.10から0.13であることが好ましく、厚いセルギャップに対応する場合は0.0

40

50

8 から 0.10 であることが好ましい。20 における  $\eta_{sp}/c$  が 10 から 45 mPa·s であるが、10 から 25 mPa·s であることがより好ましく、10 から 20 mPa·s であることが特に好ましい。 $T_{ni}$  が 60 から 120 であるが、70 から 100 がより好ましく、70 から 85 が特に好ましい。

【0035】

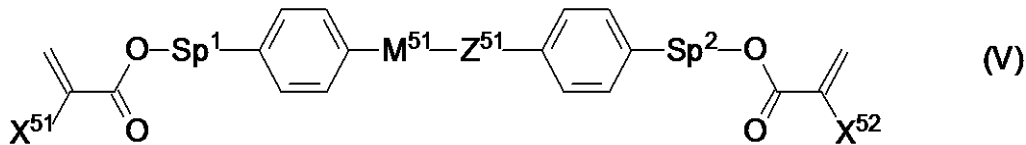
本願発明の液晶組成物は、上述の化合物以外に、通常のネマチック液晶、スメクチック液晶、コレステリック液晶などを含有してもよい。

【0036】

本願発明の液晶組成物には、PSモード、横電界型PSAモード又は横電界型PSVAモードなどの液晶表示素子を作製するために、重合性化合物を含有することができる。使用できる重合性化合物として、光などのエネルギー線により重合が進行する光重合性モノマーなどが挙げられ、構造として、例えば、ビフェニル誘導体、ターフェニル誘導体などの六員環が複数連結した液晶骨格を有する重合性化合物などが挙げられる。更に具体的には、一般式(V)

【0037】

【化10】



【0038】

(式中、 $X^{51}$  及び  $X^{52}$  はそれぞれ独立して、水素原子又はメチル基を表し、 $Sp^1$  及び  $Sp^2$  はそれぞれ独立して、単結合、炭素原子数 1 ~ 8 のアルキレン基又は  $-O-(CH_2)_s-$  (式中、s は 2 から 7 の整数を表し、酸素原子は芳香環に結合するものとする。)) を表し、

$Z^{51}$  は  $-OCH_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CF_2CF_2-$ 、 $-CH=CH-COO-$ 、 $-CH=CH-OCO-$ 、 $-COO-CH=CH-$ 、 $-OCO-CH=CH-$ 、 $-COO-CH_2CH_2-$ 、 $-OCO-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2-COO-$ 、 $-CH_2CH_2-OCO-$ 、 $-COO-CH_2-$ 、 $-OCO-CH_2-$ 、 $-CH_2-COO-$ 、 $-CH_2-OCO-$ 、 $-CY^1=CY^2-$  (式中、 $Y^1$  及び  $Y^2$  はそれぞれ独立して、フッ素原子又は水素原子を表す。)、 $-C-C-$  又は単結合を表し、

$M^{51}$  は 1,4-フェニレン基、トランス-1,4-シクロヘキシレン基又は単結合を表し、式中の全ての 1,4-フェニレン基は、任意の水素原子がフッ素原子により置換されていても良い。) で表される二官能モノマーが好ましい。

【0039】

$X^{51}$  及び  $X^{52}$  は、何れも水素原子を表すジアクリレート誘導体、何れもメチル基を有するジメタクリレート誘導体の何れも好ましく、一方が水素原子を表しもう一方がメチル基を表す化合物も好ましい。これらの化合物の重合速度は、ジアクリレート誘導体が最も早く、ジメタクリレート誘導体が遅く、非対称化合物がその中間であり、その用途により好ましい態様を用いることができる。PSA表示素子においては、ジメタクリレート誘導体が特に好ましい。

【0040】

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

アルキル基が好ましく、 $s$  は 1 ~ 4 が好ましい。

【0041】

$Z^{51}$  は、 $-OCH_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-CF_2O-$ 、 $-OCF_2-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CF_2CF_2-$  又は単結合が好ましく、 $-COO-$ 、 $-OCO-$  又は単結合がより好ましく、単結合が特に好ましい。

【0042】

$M^{51}$  は任意の水素原子がフッ素原子により置換されていても良い 1,4-フェニレン基、トランス-1,4-シクロヘキシレン基又は単結合を表すが、1,4-フェニレン基又は単結合が好ましい。C が単結合以外の環構造を表す場合、 $Z^{51}$  は単結合以外の連結基も好ましく、 $M^{51}$  が単結合の場合、 $Z^{51}$  は単結合が好ましい。

10

【0043】

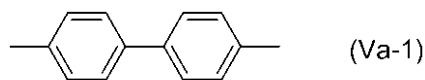
これらの点から、一般式 (V) において、 $Sp^1$  及び  $Sp^2$  の間の環構造は、具体的には次に記載する構造が好ましい。

【0044】

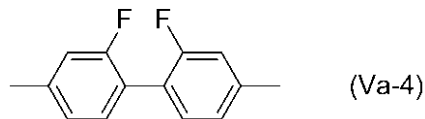
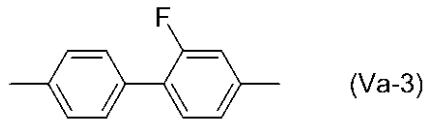
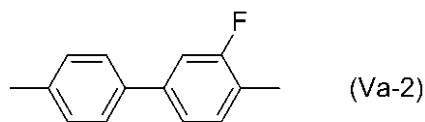
一般式 (V) において、 $M^{51}$  が単結合を表し、環構造が二つの環で形成される場合において、次の式 (Va-1) から式 (Va-5) を表すことが好ましく、式 (Va-1) から式 (Va-3) を表すことがより好ましく、式 (Va-1) を表すことが特に好ましい。

【0045】

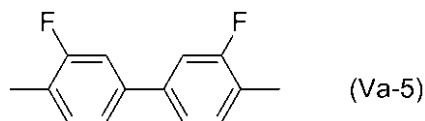
【化11】



20



30



【0046】

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

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

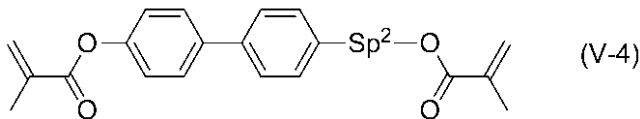
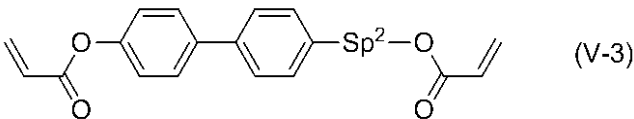
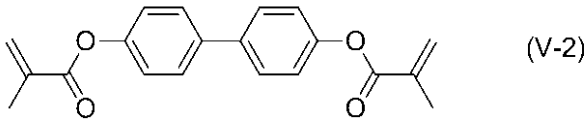
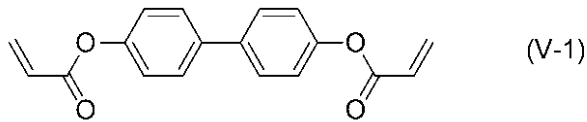
40

【0047】

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

【0048】

## 【化12】



10

## 【0049】

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

本発明の液晶組成物にモノマーを添加する場合において、重合開始剤が存在しない場合でも重合は進行するが、重合を促進するために重合開始剤を含有していてもよい。重合開始剤としては、ベンゾインエーテル類、ベンゾフェノン類、アセトフェノン類、ベンジルケタール類、アシルフォスフィンオキサイド類等が挙げられる。

20

## 【0050】

本発明の重合性化合物を含有した液晶組成物は、これに含まれる重合性化合物が紫外線照射により重合することで液晶配向能が付与され、液晶組成物の複屈折を利用して光の透過量を制御する液晶表示素子に使用される。液晶表示素子として、AM-LCD (アクティブマトリックス液晶表示素子)、TN (ネマチック液晶表示素子)、STN-LCD (超ねじれネマチック液晶表示素子)、OCB-LCD 及び IPS-LCD (インプレーンスイッチング液晶表示素子) に有用であるが、AM-LCD に特に有用であり、透過型あるいは反射型の液晶表示素子に用いることができる。

30

## 【0051】

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

## 【0052】

カラーフィルターは、例えば、顔料分散法、印刷法、電着法又は、染色法等によって作成することができる。顔料分散法によるカラーフィルターの作成方法を一例に説明すると、カラーフィルター用の硬化性着色組成物を、該透明基板上に塗布し、パターンニング処理を施し、そして加熱又は光照射により硬化させる。この工程を、赤、緑、青の 3 色についてそれぞれ行うことで、カラーフィルター用の画素部を作成することができる。その他、該基板上に、TFT、薄膜ダイオード、金属絶縁体金属比抵抗素子等の能動素子を設けた画素電極を設置してもよい。

40

## 【0053】

前記基板を、透明電極層が内側となるように対向させる。その際、スペーサーを介して、基板の間隔を調整してもよい。このときは、得られる調光層の厚さが  $1 \sim 100 \mu\text{m}$  となるように調整するのが好ましい。1.5 から  $10 \mu\text{m}$  が更に好ましく、偏光板を使用する場合は、コントラストが最大になるように液晶の屈折率異方性  $n$  とセル厚  $d$  との積を調整することが好ましい。又、二枚の偏光板がある場合は、各偏光板の偏光軸を調整して

50

視野角やコントラストが良好になるように調整することもできる。更に、視野角を広げるための位相差フィルムも使用することもできる。スペーサーとしては、例えば、ガラス粒子、プラスチック粒子、アルミナ粒子、フォトレジスト材料等が挙げられる。その後、エポキシ系熱硬化性組成物等のシール剤を、液晶注入口を設けた形で該基板にスクリーン印刷し、該基板同士を貼り合わせ、加熱しシール剤を熱硬化させる。

【0054】

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

10

【0055】

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

20

【0056】

照射時の温度は、本発明の液晶組成物の液晶状態が保持される温度範囲内であることが好ましい。室温に近い温度、即ち、典型的には15～35度の温度で重合させることが好ましい。紫外線を発生させるランプとしては、メタルハライドランプ、高圧水銀ランプ、超高圧水銀ランプ等を用いることができる。また、照射する紫外線の波長としては、液晶組成物の吸収波長域でない波長領域の紫外線を照射することが好ましく、必要に応じて、紫外線をカットして使用することが好ましい。照射する紫外線の強度は、0.1mW/cm<sup>2</sup>～100W/cm<sup>2</sup>が好ましく、2mW/cm<sup>2</sup>～50W/cm<sup>2</sup>がより好ましい。照射する紫外線のエネルギー量は、適宜調整することができるが、10mJ/cm<sup>2</sup>から500J/cm<sup>2</sup>が好ましく、100mJ/cm<sup>2</sup>から200J/cm<sup>2</sup>がより好ましい。紫外線を照射する際に、強度を変化させても良い。紫外線を照射する時間は照射する紫外線強度により適宜選択されるが、10秒から3600秒が好ましく、10秒から600秒がより好ましい。

30

【0057】

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

40

【実施例】

【0058】

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

【0059】

50



実施例中、測定した特性は以下の通りである。

【0060】

$T_{ni}$  : ネマチック相 - 等方性液体相転移温度 ( )

$n$  : 25 における屈折率異方性

: 25 における誘電率異方性

: 20 における粘度 (mPa·s)

1 : 25 における回転粘性 (mPa·s)

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

焼き付き :

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

10

【0061】

残像無し

残像ごく僅かに有るも許容できるレベル

残像有り許容できないレベル

× 残像有りかなり劣悪

滴下痕 :

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

20

【0062】

残像無し

残像ごく僅かに有るも許容できるレベル

残像有り許容できないレベル

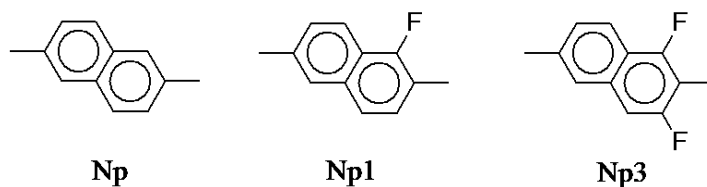
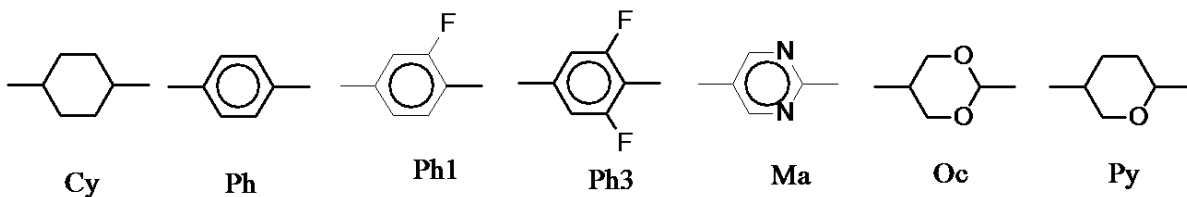
× 残像有りかなり劣悪

尚、実施例において化合物の記載について以下の略号を用いる。

(環構造)

【0063】

【化13】



【0064】

(側鎖構造及び連結構造)

【0065】

【表 1】

末端のn(数字)	$C_nH_{2n+1}-$
-2-	$-CH_2CH_2-$
-10-	$-CH_2O-$
-01-	$-OCH_2-$
-V-	$-CO-$
-VO-	$-COO-$
-CFFO-	$-CF_2O-$
-F	$-F$
-Cl	$-Cl$
-CN	$-C\equiv N$
-OCFFF	$-OCF_3$
-CFFF	$-CF_3$
-On	$-OC_nH_{2n+1}$
-T-	$-C\equiv C-$
ndm-	$C_nH_{2n+1}-HC=CH-(CH_2)_{m-1}-$
-ndm	$-(CH_2)_{n-1}-HC=CH-C_mH_{2m+1}$
ndmO-	$C_nH_{2n+1}-HC=CH-(CH_2)_{m-1}O-$
-Ondm	$-O-(CH_2)_{n-1}-HC=CH-C_mH_{2m+1}$
-ndm-	$-(CH_2)_{n-1}-HC=CH-(CH_2)_{m-1}-$

10

20

【 0 0 6 6 】

( 実施例 1 )

以下に示す液晶組成物 LC - 1 を調製した。

【 0 0 6 7 】

## 【化14】

化学構造	比率	略記号
	48%	3-Cy-Cy-1d0
	4%	3-Cy-Cy-1d1
	8%	1-Ph-Ph-3d1
	5%	3-Cy-Ph-Ph-2
	5%	2-Ph-Ph1-Ph-3
	2%	3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F
	3%	3-Cy-Cy-CFFO-Ph3-F
	7%	3-Ph-Ph1-Ph3-CFFO-Ph3-F
	5%	4-Cy-Cy-Ph3-CFFO-Ph3-F

## 【0068】

LC-1の物性値は以下の通りであった。

## 【0069】

## 【表2】

$T_{NI} / ^\circ\text{C}$	75.8
$\Delta n$	0.112
$n_o$	1.488
$\epsilon_1$	5.5
$\Delta\epsilon$	2.9
$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	13.5

## 【0070】

液晶組成物 LC-1 99.97%に式(I-c-1)

## 【0071】

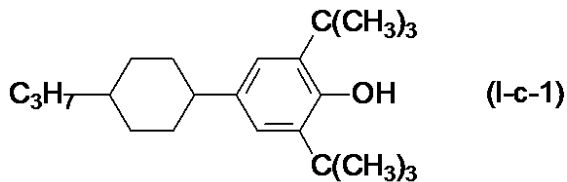
10

20

30

40

## 【化15】



## 【0072】

で表される化合物を0.03%添加して液晶組成物LCM-1を調製した。その物性値はLC-1とほとんど変化がなかった。液晶組成物LCM-1の初期のVHRは99.3%であったのに対し、150で1時間の高温放置後のVHRは、98.9%であった。また、液晶組成物LCM-1を用いてIPS液晶表示素子を作製し、前述の方法により焼き付き及び滴下痕の測定したところ、以下に示すように優れた結果を示した。

10

## 【0073】

## 【表3】

滴下痕評価	◎
焼き付き評価	◎

## 【0074】

## (比較例1)

実施例1に記載の式(I-c-1)で表される化合物を添加していない液晶組成物LC-1の初期のVHRは99.5%であったのに対し、150で1時間の高温放置後のVHRは、87.2%と初期に対して大きく低下した。

20

また、液晶組成物LC-1を用いてVA液晶表示素子を作製し、前述の方法により焼き付き及び滴下痕の測定したところ、以下に示すように実施例1と比べて劣る結果を示した。

## 【0075】

## 【表4】

滴下痕評価	△
焼き付き評価	×

## 【0076】

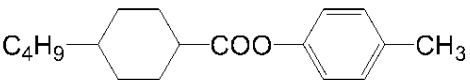
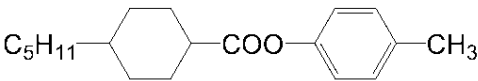
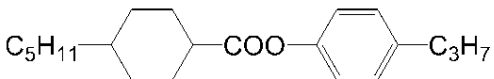
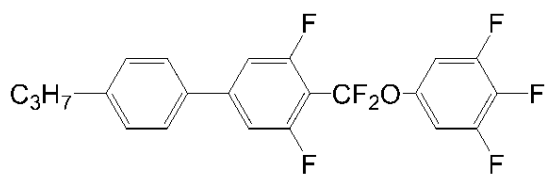
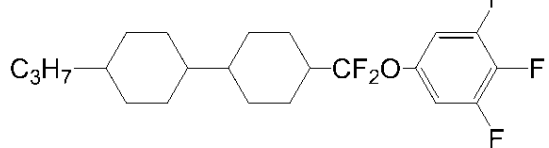
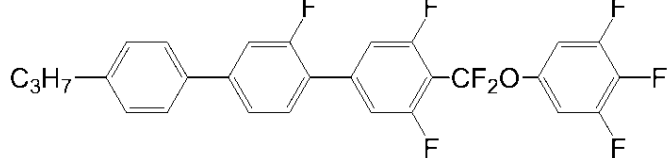
## (比較例2)

一般式(II)で表される化合物を含有しない、以下に示される液晶組成物LC-2を調製した。

30

## 【0077】

## 【化16】

化学構造	比率	略記号	
	27%	4-Cy-VO-Ph-1	
	20%	5-Cy-VO-Ph-1	
	20%	5-Cy-VO-Ph-3	10
	8%	3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	
	13%	3-Cy-Cy-CFFO-Ph3-F	20
	12%	3-Ph-Ph1-Ph3-CFFO-Ph3-F	

## 【0078】

LC-2の物性値は以下の通りであった。

## 【0079】

## 【表5】

$T_N / ^\circ\text{C}$	69.3
$\Delta n$	0.096
$n_o$	1.484
$\epsilon_{\perp}$	5.5
$\Delta\epsilon$	4.8
$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	30.3

30

## 【0080】

液晶組成物LC-A99.97%に式(I-c-1)で表される化合物を0.03%添加して液晶組成物LCM-Aを調製した。その物性値はLC-Aとほとんど変化がなかった。一般式(II)で表される化合物を含有しない液晶組成物LCM-Aは、一般式(II)で表される化合物を含有する液晶組成物LCM-1と比べて、粘度が大幅に上昇することが示された。液晶組成物LCM-Aの初期のVHRは92.3%であったのに対し、150で1時間の高温放置後のVHRは、67.4%であった。

40

また、液晶組成物LCM-Aを用いてIPS液晶表示素子を作製し、前述の方法により焼き付き及び滴下痕の測定したところ、以下に示すように実施例1に比べて劣る結果を示した。

## 【0081】

【表 6】

滴下痕評価	×
焼き付き評価	×

【 0 0 8 2 】

(実施例 2 から実施例 4 )

次に示す液晶組成物 LC - 2 ~ LC - 4 を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

【 0 0 8 3 】

【表 7】

$T_m / ^\circ\text{C}$	101	$T_{NI} / ^\circ\text{C}$	100.7	$T_{NI} / ^\circ\text{C}$	103.2
$\Delta n$	0.095	$\Delta n$	0.094	$\Delta n$	0.102
$\Delta\epsilon$	8.2	$\Delta\epsilon$	8.0	$\Delta\epsilon$	7.1
$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	23.6	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	22.2	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	20.8
$\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$	115	$\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$	108	$\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$	96
4-Cy-Cy-1d0	15%	4-Cy-Cy-1d0	15%	5-Cy-Cy-1d0	5%
0d1-Cy-Cy-Ph-1	4%	0d1-Cy-Cy-Ph-1	4%	3-Cy-Cy-1d1	10%
0d3-Cy-Cy-Ph-1	14%	0d3-Cy-Cy-Ph-1	14%	0d1-Cy-Cy-Ph-1	8%
3-Cy-Ph-Ph-Cy-3	3%	3-Cy-Ph-Ph-Cy-3	3%	5-Cy-Cy-Ph-O1	6%
3-Cy-Ph-Ph1-Cy-3	4%	3-Cy-Ph-Ph1-Cy-3	4%	2-Ph-Ph1-Ph-3	8%
1-Cy-Cy-Ph3-F	9%	1-Cy-Cy-Ph3-F	9%	2-Cy-Cy-Ph3-F	11%
2-Cy-Cy-Ph3-F	10%	2-Cy-Cy-Ph3-F	10%	3-Cy-Cy-Ph3-F	15%
3-Cy-Cy-Ph3-F	10%	3-Cy-Cy-Ph3-F	10%	5-Cy-Cy-Ph3-F	5%
5-Cy-Cy-Ph3-F	5%	5-Cy-Cy-Ph3-F	5%	3-Cy-Ph-Ph3-F	6%
3-Cy-Ph1-Ph3-F	8%	0d1-Cy-Cy-Ph1-F	8%	3-Cy-Ph-Ph1-F	9%
5-Cy-Ph1-Ph3-F	7%	3-Cy-Cy-Ph1-Ph3-F	8%	4-Cy-Cy-Ph-OCFFF	4%
3-Ph-Ph1-Ph3-F	3%	2-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	4%	3-Cy-Cy-CFFO-Ph3-F	7%
3-Cy-Cy-Ph1-Ph3-F	8%	3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	6%	5-Cy-Cy-CFFO-Ph3-F	4%
				3-Cy-Cy-Ph1-Ph3-F	2%

【 0 0 8 4 】

液晶組成物 LC - 2 ~ LC - 4 の各々 99.97% に対して、式 (I - c - 1) で表される化合物を 0.03% 添加して液晶組成物 LCM - 2 ~ LCM - 4 を各々調製した。その物性値は添加前とほとんど変化がなかった。

液晶組成物 LCM - 2 ~ LCM - 4 の初期の VHR 及び 150 で 1 時間の高温放置後の VHR はほとんど変化がなかった。また、液晶組成物 LCM - 2 ~ LCM - 4 を用いて作製した IPS 液晶表示素子の焼き付き及び滴下痕の測定したところ、以下に示すように優れた結果を示した。

【 0 0 8 5 】

【表 8】

	LCM-2	LCM-3	LCM-4
初期VHR(%)	98.6	98.6	98.5
150°C, 1時間後VHR(%)	98.2	98.3	98.1
滴下痕評価	◎	◎	◎
焼き付き評価	◎	◎	◎

【 0 0 8 6 】

(実施例 5 から実施例 7 )

次に示す液晶組成物 LC - 5 ~ LC - 7 を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

【 0 0 8 7 】

【表9】

$T_{NI} / ^\circ\text{C}$	90.2	$T_{NI} / ^\circ\text{C}$	110	$T_{NI} / ^\circ\text{C}$	77.4
$\Delta n$	0.098	$\Delta n$	0.0990	$\Delta n$	0.1010
$\Delta\epsilon$	9.1	$\Delta\epsilon$	8.3	$\Delta\epsilon$	7.0
$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	18.1	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	23.4	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	14.2
$\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$	90	$\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$	112	$\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$	86
5-Cy-Cy-1d0	15%	5-Cy-Cy-1d0	10%	5-Cy-Cy-1d0	12%
3-Cy-Cy-1d1	2%	3-Cy-Cy-1d1	5%	3-Cy-Cy-1d0	25%
0d1-Cy-Cy-Ph-1	12%	0d1-Cy-Cy-Ph-1	8%	3-Cy-Cy-1d1	12%
2-Ph-Ph1-Ph-3	3%	0d3-Cy-Cy-Ph-1	12%	0d1-Cy-Cy-Ph-1	4%
2-Ph-Ph1-Ph-4	3%	2-Ph-Ph1-Ph-5	2%	0d3-Cy-Cy-Ph-1	9%
2-Cy-Cy-Ph3-F	8%	3-Cy-Ph-Ph-Cy-3	3%	2-Ph-Ph1-Ph3-F	5%
2-Cy-Ph-Ph3-F	3%	3-Cy-Ph-Ph1-Cy-3	3%	3-Ph-Ph1-Ph3-F	9%
3-Cy-Ph-Ph3-F	9%	1-Cy-Cy-Ph3-F	9%	2-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	4%
4-Cy-Cy-Ph-OCFFF	14%	2-Cy-Cy-Ph3-F	10%	3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	6%
3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	11%	3-Cy-Cy-Ph3-F	6%	3-Cy-Cy-CFFO-Ph3-F	2%
2-Cy-Cy-CFFO-Ph3-F	9%	5-Cy-Cy-Ph3-F	5%	5-Cy-Cy-CFFO-Ph3-F	3%
3-Cy-Cy-CFFO-Ph3-F	8%	0d1-Cy-Cy-Ph1-F	8%	3-Cy-Cy-Ph1-Ph3-F	9%
3-Cy-Cy-Ph1-Ph3-F	3%	2-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	4%		
		3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	6%		
		3-Cy-Cy-Ph1-Ph3-F	9%		

## 【0088】

液晶組成物LC-5～LC-7の各々99.97%に対して、式(I-c-1)で表される化合物を0.03%添加して液晶組成物LCM-5～LCM-7を各々調製した。その物性値は添加前とほとんど変化がなかった。

液晶組成物LCM-5～LCM-7の初期のVHR及び150で1時間の高温放置後のVHRはほとんど変化がなかった。また、液晶組成物LCM-5～LCM-7を用いて作製したIPS液晶表示素子の焼き付き及び滴下痕の測定したところ、以下に示すように優れた結果を示した。

## 【0089】

【表10】

	LCM-5	LCM-6	LCM-7
初期VHR(%)	98.4	98.5	98.4
150°C,1時間後VHR(%)	98.1	98.3	98.0
滴下痕評価	◎	◎	◎
焼き付き評価	◎	◎	◎

## 【0090】

(実施例8から実施例10)

次に示す液晶組成物LC-8～LC-10を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

## 【0091】

10

20

30

40

【表 1 1】

$T_{NI}/^{\circ}\text{C}$	76.0	$T_{NI}/^{\circ}\text{C}$	81.8	$T_{NI}/^{\circ}\text{C}$	75.0
$\Delta n$	0.097	$\Delta n$	0.099	$\Delta n$	0.112
$\Delta\epsilon$	6.8	$\Delta\epsilon$	8.0	$\Delta\epsilon$	8.7
$\eta/\text{mPa}\cdot\text{s}$	14.5	$\eta/\text{mPa}\cdot\text{s}$	14.6	$\eta/\text{mPa}\cdot\text{s}$	15.2
$\gamma_1/\text{mPa}\cdot\text{s}$	83	$\gamma_1/\text{mPa}\cdot\text{s}$	83	$\gamma_1/\text{mPa}\cdot\text{s}$	87
3-Cy-Cy-1d0	38%	3-Cy-Cy-1d0	38%	3-Cy-Cy-1d0	30%
3-Cy-Cy-1d1	9%	3-Cy-Cy-1d1	14%	3-Cy-Cy-1d1	17%
0d1-Cy-Cy-Ph-1	16%	0d3-Cy-Cy-Ph-1	8%	0d1-Cy-Cy-Ph-1	7%
0d3-Cy-Cy-Ph-1	4%	3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	9%	0d3-Cy-Cy-Ph-1	7%
2-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	2%	3-Cy-Cy-CFFO-Ph3-F	15%	3-Cy-Cy-Ph-2	2%
3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	12%	3-Ph-Ph1-Ph3-CFFO-Ph3-F	2%	2-Ph-Ph1-Ph-4	2%
3-Cy-Cy-CFFO-Ph3-F	7%	4-Ph-Ph1-Ph3-CFFO-Ph3-F	7%	2-Ph-Ph1-Ph3-F	8%
3-Ph-Ph-Ph1-Ph3-F	1%	5-Ph-Ph1-Ph3-CFFO-Ph3-F	7%	3-Ph-Ph1-Ph3-F	12%
3-Ph-Ph1-Ph3-CFFO-Ph3-F	2%			3-Ph-Ph3-Ph3-F	4%
2-Py-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	3%			3-Cy-Cy-Ph1-CFFO-Ph3-F	11%
2-Py-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	6%				

10

## 【 0 0 9 2 】

液晶組成物 LC - 8 ~ LC - 10 の各々 99.97% に対して、式 (I - c - 1) で表される化合物を 0.03% 添加して液晶組成物 LCM - 8 ~ LCM - 10 を各々調製した。その物性値は添加前とほとんど変化がなかった。

20

液晶組成物 LCM - 8 ~ LCM - 10 の初期の VHR 及び 150℃ で 1 時間の高温放置後の VHR はほとんど変化がなかった。また、液晶組成物 LCM - 8 ~ LCM - 10 を用いて作製した IPS 液晶表示素子の焼き付き及び滴下痕の測定したところ、以下に示すように優れた結果を示した。

## 【 0 0 9 3 】

【表 1 2】

	LCM-8	LCM-9	LCM-10
初期VHR(%)	98.5	98.6	98.6
150℃,1時間後VHR(%)	98.2	98.3	98.2
滴下痕評価	◎	◎	◎
焼き付き評価	◎	◎	◎

30

## 【 0 0 9 4 】

(実施例 11 から実施例 13)

次に示す液晶組成物 LC - 11 ~ LC - 13 を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

## 【 0 0 9 5 】



【表 1 3】

$T_{NI} / ^\circ\text{C}$	76.0	$T_{NI} / ^\circ\text{C}$	77.2	$T_{NI} / ^\circ\text{C}$	77.9
$\Delta n$	0.114	$\Delta n$	0.135	$\Delta n$	0.131
$\Delta\epsilon$	6.0	$\Delta\epsilon$	4.5	$\Delta\epsilon$	4.6
$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	13.3	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	10.5	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	12.4
$\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$	77	$\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$	57	$\gamma_1 / \text{mPa}\cdot\text{s}$	74
3-Cy-Cy-1d0	39%	2-Cy-Cy-1d0	32%	3-Cy-Cy-1d0	44%
3-Cy-Cy-1d1	7%	0d1-Cy-Cy-Ph-1	4%	3-Cy-Cy-1d1	3%
0d1-Cy-Cy-Ph-1	11%	2-Ph-Ph1-Ph-3	10%	2-Ph-Ph-3d1	13%
2-Ph-Ph1-Ph-3	8%	2-Ph-Ph1-Ph-5	11%	3-Cy-Ph-Ph-2	7%
2-Ph-Ph1-Ph-5	8%	3-Ph-Ph1-Ph-5	7%	2-Ph-Ph1-Ph-3	8%
3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	10%	2-Cy-Cy-Ph-F	6%	3-Ph-Ph1-Ph-3	7%
3-Cy-Cy-Ph-Ph3-F	6%	3-Cy-Cy-Ph-F	21%	3-Ph-Ph1-Ph3-CFFO-Ph3-F	9%
4-Ph-Ph1-Ph3-CFFO-Ph3-F	11%	5-Cy-Ph-Ph-F	7%	4-Cy-Cy-Ph1-CFFO-Ph3-F	3%
		3-Cy-Ph-Ph3-F	2%	3-Cy-Ph3-Ph1-OCFFF	6%

10

## 【0096】

液晶組成物 LC-11~LC-13 の各々 99.97% に対して、式 (I-c-1) で表される化合物を 0.03% 添加して液晶組成物 LCM-11~LCM-13 を各々調製した。その物性値は添加前とほとんど変化がなかった。

液晶組成物 LCM-11~LCM-13 の初期の VHR 及び 150 で 1 時間の高温放置後の VHR はほとんど変化がなかった。また、液晶組成物 LCM-11~LCM-13 を用いて作製した IPS 液晶表示素子の焼き付き及び滴下痕の測定したところ、以下に示すように優れた結果を示した。

20

## 【0097】

【表 1 4】

	LCM-11	LCM-12	LCM-13
初期VHR(%)	98.7	98.6	98.8
150°C, 1時間後VHR(%)	98.4	98.4	98.5
滴下痕評価	◎	◎	◎
焼き付き評価	◎	◎	◎

30

## 【0098】

(実施例 14 から実施例 16)

次に示す液晶組成物 LC-14~LC-16 を調製し、その物性値を測定した。この結果を次の表に示す。

## 【0099】

【表 15】

$T_{NI}/^{\circ}\text{C}$	80.6	$T_{NI}/^{\circ}\text{C}$	74.9	$T_{NI}/^{\circ}\text{C}$	80.0
$\Delta n$	0.122	$\Delta n$	0.121	$\Delta n$	0.110
$\Delta\epsilon$	6.0	$\Delta\epsilon$	4.1	$\Delta\epsilon$	5.9
$\eta/\text{mPa}\cdot\text{s}$	11.1	$\eta/\text{mPa}\cdot\text{s}$	10.8	$\eta/\text{mPa}\cdot\text{s}$	11.6
$\gamma_1/\text{mPa}\cdot\text{s}$	65	$\gamma_1/\text{mPa}\cdot\text{s}$	60	$\gamma_1/\text{mPa}\cdot\text{s}$	68
3-Cy-Cy-1d0	47%	3-Cy-Cy-1d0	29%	3-Cy-Cy-1d0	10%
3-Cy-Cy-1d1	9%	5-Cy-Cy-0d1	8%	3-Cy-Cy-1d1	6%
3-Cy-Cy-Ph-2	7%	3-Cy-Cy-1d1	13%	3-Cy-Cy-1d1-F	28%
2-Ph-Ph1-Ph-3	4%	5-Ph-Ph-1	2%	0d1-Cy-Cy-Ph-1	11%
2-Ph-Ph1-Ph-5	7%	2-Ph-Ph1-Ph-3	6%	0d3-Cy-Cy-Ph-1	10%
3-Cy-Ph-Ph-Cy-3	2%	2-Ph-Ph1-Ph-4	6%	2-Ph-Ph1-Ph-3	10%
2-Ph-Ph1-Ph-3	6%	2-Ph-Ph1-Ph-5	6%	2-Ph-Ph1-Ph-5	10%
3-Ph-Ph1-Ph-3	7%	3-Cy-Ph-Ph-Cy-3	4%	5-Cy-Ph-Ph1-Ph-2	2%
3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	2%	3-Ph-Ph1-Ph3-F	9%	3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	7%
3-Cy-Cy-Ph1-Ph3-F	2%	2-Ph-Ph3-Ph3-F	7%	3-Cy-Cy-Ph1-CFFO-Ph3-F	6%
3-Cy-Ph-Ph3-Ph1-OCFFF	7%	3-Ph-Ph3-CFFO-Ph3-F	4%		
		3-Cy-Ph-Cl	3%		
		3-Cy-Cy-Ph1-Ph3-F	3%		

## 【0100】

液晶組成物 LC-14~LC-16の各々99.97%に対して、式(I-c-1)で表される化合物を0.03%添加して液晶組成物 LCM-14~LCM-16を各々調製した。その物性値は添加前とほとんど変化がなかった。

液晶組成物 LCM-14~LCM-16の初期のVHR及び150で1時間の高温放置後のVHRはほとんど変化がなかった。また、液晶組成物 LCM-14~LCM-16を用いて作製したIPS液晶表示素子の焼き付き及び滴下痕の測定したところ、以下に示すように優れた結果を示した。

## 【0101】

【表 16】

	LCM-14	LCM-15	LCM-16
初期VHR(%)	98.9	98.7	98.9
150°C,1時間後VHR(%)	98.6	98.4	98.5
滴下痕評価	◎	◎	◎
焼き付き評価	◎	◎	◎

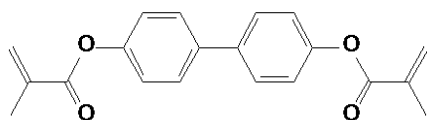
## 【0102】

(実施例17)

実施例1に示すネマチック液晶組成物 LCM-199.7%に対して、式(IV-b)

## 【0103】

【化17】



## 【0104】

で示される重合性化合物を0.3%添加し均一溶解することにより重合性液晶組成物 CLCM-1を調製した。CLCM-1の物性は実施例1に示すネマチック液晶組成物の物性とほとんど違いはなかった。CLCM-2をセルギャップ3.5μmのホモジニアス配向を誘起するポリイミド配向膜を塗布したITO付きセルに真空注入法で注入した。このセルに周波数1kHzの矩形波を印加しながら、320nm以下の紫外線をカットするフィルターを介して、高圧水銀灯により液晶セルに紫外線を照射した。セル表面の照射強度が

10 mW / cm<sup>2</sup> となるように調整して600秒間照射して、重合性液晶組成物中の重合性化合物を重合させた水平配向性液晶表示素子を得た。重合性化合物が重合することにより、液晶化合物に対する配向規制力が生じていることが確認できた。

【要約】

本発明は、液晶表示材料として有用な誘電率異方性( )が正のネマチック液晶組成物及びこれを用いた液晶表示素子に関する。本発明の液晶組成物は、その誘電率異方性の絶対値が大きく、粘度が低く、これを用いた液晶表示素子は、高コントラスト、高速応答性と同時に焼き付きや表示不良が発生しない表示品質に優れた液晶表示素子を提供することができる。本発明の液晶組成物を用いた液晶表示素子は高速応答と表示不良の抑制を両立させた有用なものであり、特に、アクティブマトリックス駆動用液晶表示素子に有用であり、IPS型やTN型等の液晶表示素子に適用できる。

10

【選択図】なし

---

フロントページの続き

- (56)参考文献 国際公開第96/032365(WO, A1)  
特開平9-157202(JP, A)  
国際公開第98/023564(WO, A1)  
特開2003-183656(JP, A)  
特開平9-124529(JP, A)  
特開2006-169472(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09K 19/12

C09K 19/44