

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2014년 1월 3일 (03.01.2014)



(10) 국제공개번호
WO 2014/003416 A1

- (51) 국제특허분류: *C09K 19/32* (2006.01) *G02B 5/30* (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2013/005608
- (22) 국제출원일: 2013년 6월 25일 (25.06.2013)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:
10-2012-0070200 2012년 6월 28일 (28.06.2012) KR
10-2013-0072986 2013년 6월 25일 (25.06.2013) KR
- (71) 출원인: **주식회사 엘지화학 (LG CHEM, LTD.)**
[KR/KR]; 150-721 서울시 영등포구 여의도동 20, Seoul (KR).
- (72) 발명자: **서경창 (SEO, Kyung-Chang)**; 305-738 대전시 유성구 문지동 104-1 번지 LG 화학 기술연구원 내, Daejeon (KR). **전성호 (CHUN, Sung-Ho)**; 305-738 대전시 유성구 문지동 104-1 번지 LG 화학 기술연구원 내, Daejeon (KR). **최대승 (CHOI, Dai-Seung)**; 305-738 대전시 유성구 문지동 104-1 번지 LG 화학 기술연구원 내, Daejeon (KR). **홍미라 (HONG, Mi-Ra)**; 305-738 대전시 유성구 문지동 104-1 번지 LG 화학 기술연구원 내, Daejeon (KR).
- (74) 대리인: **유미특허법인 (YOU ME PATENT AND LAW FIRM)**; 135-080 서울시 강남구 역삼동 649-10 서림빌딩, Seoul (KR).
- (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,

[다음 쪽 계속]

(54) Title: POLYMERIZABLE LIQUID CRYSTAL COMPOUND, AND LIQUID CRYSTAL COMPOSITION AND OPTICALLY ANISOTROPIC BODY COMPRISING SAME

(54) 발명의 명칭: 중합성 액정 화합물, 이를 포함하는 액정 조성물 및 광학 이방체

AA		AA	
화합물	BB 빛샘 정도	화합물	BB 빛샘 정도
RM-01		RM-02	
RM-03		RM-04	
RM-05		RM-06	
RM-07		RM-08	

AA ... Compound
BB ... Extent of light leakage

(57) Abstract: The present invention relates to a polymerizable liquid crystal compound, and to a liquid crystal composition and optically anisotropic body comprising same. The polymerizable liquid crystal compound according to the present invention makes it possible to produce an optically anisotropic body that not only has a high birefractive index but also has outstanding orientation properties during coating and has outstanding optical properties despite being thin.

(57) 요약서: 본 발명은 중합성 액정 화합물, 이를 포함하는 액정 조성물 및 광학 이방체에 관한 것이다. 본 발명에 따른 중합성 액정 화합물은 높은 복굴절율을 가질 뿐 아니라 코팅시 배향성이 우수하여, 두께가 얇으면서도 광학적 물성이 우수한 광학 이방체의 제조를 가능케 한다.

WO 2014/003416 A1

MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, **공개:**
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, — 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))
KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

【명세서】

【발명의 명칭】

중합성 액정 화합물, 이를 포함하는 액정 조성물 및 광학 이방체

【기술분야】

- 5 본 발명은 중합성 액정 화합물, 이를 포함하는 액정 조성물 및 광학 이방체에 관한 것이다.

【배경기술】

- 위상 지연기(phase retarder)는 이를 통과하는 빛의 편광 상태를 바꾸어주는 광학 소자의 일종으로 파장판(wave plate)이라고도 한다.
10 전자기파가 위상 지연기를 통과하면 편광 방향(전기장 벡터 방향)이 광축에 평행하거나 수직한 두 성분(정상광선과 이상광선)의 합이 되고, 위상 지연기의 복굴절과 두께에 따라 두 성분의 벡터합이 변하게 되므로 통과한 후의 편광 방향이 달라지게 된다.

- 최근 위상 지연기 등에 사용되는 광학 필름의 제조에 관한 큰 이슈
15 중 하나는 적은 비용으로 고성능의 필름을 제조하는 것이다. 광학 필름의 제조시 높은 복굴절율을 가지는 액정 화합물을 사용할 경우, 적은 양의 액정 화합물로도 필요로 하는 위상차 값의 구현이 가능하기 때문이다. 또한, 이러한 액정 화합물을 사용할 경우, 보다 얇은 박층의 필름을 제조할 수 있기 때문이다.

- 20 이에 높은 복굴절율을 가지는 액정 화합물을 얻기 위한 연구가 활발히 진행되고 있으나, 이전의 액정 화합물은 필름에 코팅될 경우 막의 배향성 문제 등으로 인해 산업계에 실제 적용하기에 한계가 있는 실정이다.

【발명의 내용】

【해결하려는 과제】

- 25 이에 본 발명은 높은 복굴절율을 가지면서도 코팅시 배향성이 우수한 중합성 액정 화합물을 제공하기 위한 것이다.

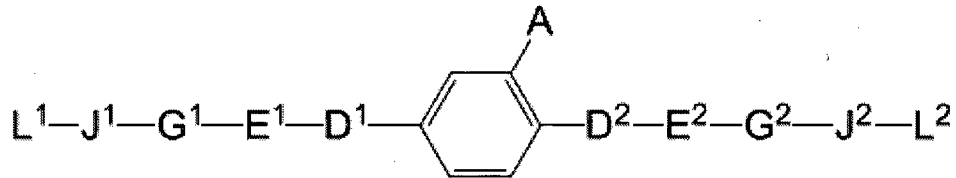
 또한, 본 발명은 상기 화합물을 포함하는 중합성 액정 조성물을 제공하기 위한 것이다.

- 30 또한, 본 발명은 상기 중합성 액정 조성물의 중합체를 포함하는 광학 이방체를 제공하기 위한 것이다.

【과제의 해결 수단】

본 발명에 따르면, 하기 화학식 1로 표시되는 중합성 액정 화합물이 제공된다:

[화학식 1]



상기 화학식 1에서,

A는 탄소수 1 내지 10의 알킬기이고;

D¹, D², G¹ 및 G²는 각각 독립적으로 단일 결합 또는 2가의 연결기로서, 상기 D¹, D², G¹ 및 G² 중 적어도 하나는 이민기이고;

10 E¹ 및 E²는 각각 독립적으로 벤젠환 또는 나프탈렌환으로서, 상기 E¹ 및 E² 중 적어도 하나는 나프탈렌환이고;

J¹ 및 J²는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 10의 알킬렌기이고;

L¹ 및 L²는 각각 독립적으로 수소 또는 중합성기이다.

또한, 본 발명의 다른 구현예에 따르면, 상기 화학식 1로 표시되는
15 화합물을 포함하는 중합성 액정 조성물이 제공된다.

그리고, 본 발명의 또 다른 구현예에 따르면, 상기 중합성 액정 화합물의 경화물 또는 중합체를 포함하는 광학 이방체가 제공된다.

【발명의 효과】

본 발명에 따른 중합성 액정 화합물은 높은 복굴절율을 가질 뿐
20 아니라 코팅시 배향성이 우수하여, 두께가 얇으면서도 광학적 물성이 우수한 광학 이방체의 제조를 가능케 한다.

【도면의 간단한 설명】

도 1 및 도 2는 본 발명의 일 실시예 및 비교예에 따른 화합물을
포함하는 위상차 필름에 대하여 빛샘 정도를 확인하기 위해 시험예 2의
25 방법으로 촬영한 사진이다.

【발명을 실시하기 위한 구체적인 내용】

이하, 본 발명의 구현 예들에 따른 중합성 액정 화합물, 이를

포함하는 액정 조성물 및 광학 이방체에 대하여 설명하기로 한다.

그에 앞서, 본 명세서 전체에서 명시적인 언급이 없는 한, 전문용어는 단지 특정 구현예를 언급하기 위한 것이며, 본 발명을 한정하는 것을 의도하지 않는다.

5 그리고, 여기서 사용되는 단수 형태들은 문구들이 이와 명백히 반대의 의미를 나타내지 않는 한 복수 형태들도 포함한다.

또한, 명세서에서 사용되는 '포함'의 의미는 특정 특성, 영역, 정수, 단계, 동작, 요소 또는 성분을 구체화하며, 다른 특정 특성, 영역, 정수, 단계, 동작, 요소, 또는 성분의 부가를 제외시키는 것은 아니다.

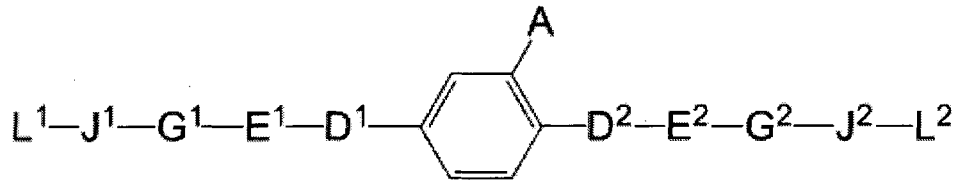
10 한편, '중합성 액정 화합물'은 중합성 관능기를 가지는 액정 화합물로서, 상기 중합성 액정 화합물을 적어도 1종 함유하는 액정 조성물을 액정 상태로 배향시킨 후, 그 상태에서 자외선 등의 활성에너지선을 조사하면, 액정 분자의 배향 구조를 고정화한 중합물을 얻을 수 있다. 이렇게 얻어진 중합물은 굴절율, 유전율, 자화율, 탄성율, 열팽창율 등의 물리적 성질의 이방성을 가지고 있으므로, 예를 들어
15 위상차판, 편광판, 편광 프리즘, 휘도 향상 필름, 광 섬유의 피복재 등의 광학 이방체로서 응용 가능하다. 그리고, 이러한 중합물의 이방성 이외에도, 예를 들면 투명성, 강도, 도포성, 용해도, 결정화도, 내열성 등의 물성도 중요하다.

20

본 발명자들은 액정 화합물에 대한 연구를 거듭한 결과, 하기 화학식 1과 같은 화학구조를 가지는 중합성 액정 화합물, 특히 알킬 치환기가 도입된 중심 벤젠환을 가지며, 주쇄에 적어도 하나의 이민 연결기와 나프탈렌환 연결기를 동시에 가지는 중합성 액정 화합물은 높은 복굴절율을
25 가질 뿐 아니라 코팅시 배향성이 우수하여, 두께가 얇으면서도 광학적 물성이 우수한 광학 이방체의 제조를 가능케 함을 확인하고, 본 발명을 완성하였다.

이와 같은 본 발명의 일 구현 예에 따르면, 하기 화학식 1로 표시되는 중합성 액정 화합물이 제공된다:

30 [화학식 1]



상기 화학식 1에서,

A는 탄소수 1 내지 10의 알킬기이고;

D¹, D², G¹ 및 G²는 각각 독립적으로 단일 결합 또는 2가의
 5 연결기로서, 상기 D¹, D², G¹ 및 G² 중 적어도 하나는 이민기이고;

E¹ 및 E²는 각각 독립적으로 벤젠환 또는 나프탈렌환으로서, 상기 E¹
 및 E² 중 적어도 하나는 나프탈렌환이고;

J¹ 및 J²는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 10의 알킬렌기이고;

L¹ 및 L²는 각각 독립적으로 수소기 또는 중합성기이다.

10

상기 화학식 1로 표시되는 중합성 액정 화합물은 메조겐에 축합환이
 도입된 화합물에 적어도 하나의 이민 연결기가 도입된 구조를 가질 수 있는
 것으로서, 그에 따라 높은 복굴절율을 나타내면서도 코팅시 우수한
 배향성을 나타낼 수 있다.

15

본 발명에 따르면, 상기 화학식 1에서 A는 화합물의 중심 벤젠환에
 결합된 치환기로서, 중합성 액정 화합물이 보다 우수한 배향성을 갖도록
 하며, 이를 사용하여 제조된 위상차 필름의 빛샘 현상이 적어지도록 할 수
 있다. 일 구현 예에 따르면, 상기 A는 탄소수 1 내지 10의 알킬기일 수
 있고, 바람직하게는 탄소수 1 내지 6의 알킬기, 보다 바람직하게는 탄소수
 20 1 내지 3의 알킬기일 수 있다.

20

그리고, 상기 화학식 1에서 D¹, D², G¹ 및 G²는 각각 독립적으로 단일
 결합 또는 2가의 연결기일 수 있다. 여기서, 상기 '2가의 연결기'는 -CH=N-,
 -O-, -S-, -CO-, -COO-, -OCO-, -O-COO-, -CO-NR-, -NR-CO-, -NR-CO-NR-, -
 OCH₂-, -CH₂O-, -SCH-, -CH₂S-, -CF₂O-, -OCF₂-, -CF₂S-, -SCF₂-, -CH₂CH₂-, -
 25 (CH₂)₃-, -(CH₂)₄-, -CF₂CH₂-, -CH₂CF₂-, -CF₂CF₂-, -C=C- 또는 -C≡C- 일 수
 있으며, 상기 R은 각각 독립적으로 수소 또는 탄소수 1 내지 10의 알킬기일
 수 있다. 특히, 본 발명에 따르면, 상기 D¹, D², G¹ 및 G² 중 적어도 하나는

이민기(-CH=N-)일 수 있으며, 바람직하게는, 상기 D^1 과 D^2 , 또는 G^1 과 G^2 는 각각 이민기일 수 있다. 상기 일 구현 예의 중합성 액정 화합물은 적어도 하나의 이민기를 포함함에 따라, 8.0 ppm 내지 8.5 ppm의 δ 에서 적어도 하나의 피크를 갖는 ^1H NMR 스펙트럼을 나타낼 수 있다.

5 또한, 상기 화학식 1에서 E^1 및 E^2 는 각각 독립적으로 벤젠환 또는 나프탈렌환으로서, 상기 E^1 및 E^2 중 적어도 하나는 나프탈렌환일 수 있고, 바람직하게는 상기 E^1 및 E^2 는 각각 나프탈렌환일 수 있다.

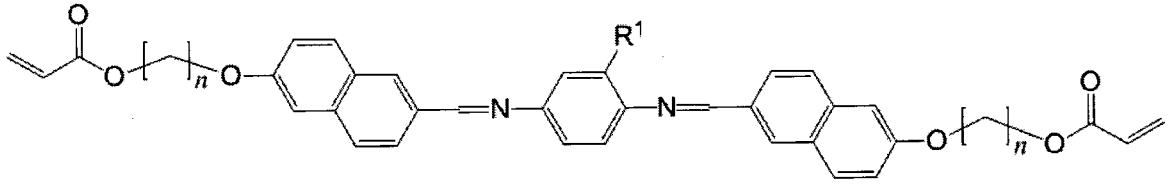
즉, 상기 일 구현 예의 중합성 액정 화합물은 알킬 치환기가 도입된 중심 벤젠환을 가지며, 특히 주쇄에 적어도 하나의 이민 연결기와 나프탈렌환 연결기가 동시에 도입된 구조를 갖는다. 그에 따라 상기 일 구현 예의 중합성 액정 화합물은 이들 치환기 및 연결기들에 의한 상승 작용에 의해 보다 높은 복굴절율을 나타낼 수 있을 뿐 아니라, 이를 포함하는 조성물의 코팅시 우수한 배향성을 나타낼 수 있어, 두께가 얇으면서도 광학적 물성이 우수한 광학 이방체의 제조를 가능케 한다.

15 한편, 상기 화학식 1에서 상기 J^1 및 J^2 는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 10의 알킬렌기일 수 있고, 바람직하게는 탄소수 2 내지 9의 알킬렌기, 보다 바람직하게는 탄소수 3 내지 6의 알킬렌기일 수 있다.

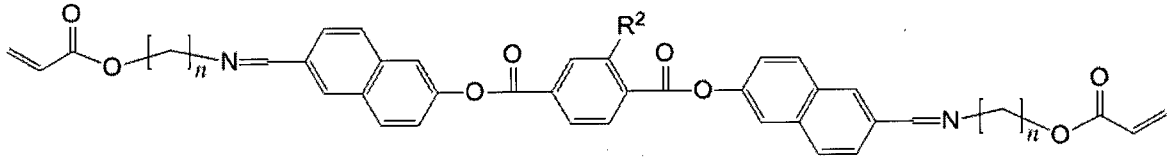
그리고, 상기 화학식 1에서 상기 L^1 및 L^2 는 각각 독립적으로 수소 또는 중합성기일 수 있는데, 여기서 상기 '중합성기'는 불포화 결합 또는 (메트)아크릴레이트기 등과 같이 가교 또는 중합 가능한 임의의 작용기를 의미하는 것으로 정의될 수 있다. 본 발명에 따르면, 상기 L^1 및 L^2 는 각각 독립적으로 수소기, 아크릴레이트기, 메타크릴레이트기, 에폭시기 등일 수 있다.

25 상기 화학식 1로 표시되는 중합성 액정 화합물의 구체예들로는 하기 화학식 2a 및 2b를 들 수 있다. 하기 화학식 2a 및 2b에서 R^1 및 R^2 는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 10의 알킬기일 수 있고, n 은 각각 1 내지 10의 정수일 수 있다. 다만 본 발명의 중합성 액정 화합물을 이하의 예시 화합물들만으로 한정하는 것은 아니다.

30 [화학식 2a]



[화학식 2b]



5 한편, 상기 화학식 1로 표시되는 중합성 액정 화합물은 공지의 반응을 응용하여 제조될 수 있는데, 보다 상세한 제조 방법에 대해서는 본 명세서의 실시예 부분에서 상술한다.

10 한편, 본 발명의 다른 구현 예에 따르면, 상기 화학식 1로 표시되는 화합물을 포함하는 중합성 액정 조성물이 제공된다.

 본 발명에 따른 상기 조성물은 중합성 액정 단량체인 화학식 1로 표시되는 화합물을 포함하는 것으로서, 상기 화학식 1로 표시되는 화합물을 단독 또는 2종 이상을 조합하여, 단독 중합 또는 공중합시킬 수 있다.

15 그리고, 상기 조성물은 상기 화학식 1로 표시되는 화합물 이외에, 임의의 액정 화합물을 더욱 포함할 수 있으며, 상기 임의의 액정 화합물은 중합성을 갖거나 갖지 않는 것일 수 있다. 여기서, 상기 임의의 액정 화합물로는 에틸렌성 불포화 결합을 가지는 액정 화합물, 광학 활성기를 가지는 화합물, 봉상 액정 화합물 등을 예로 들 수 있다.

20 이때, 상기 임의의 액정 화합물은 그들의 구조에 따라 적절한 양으로 혼합될 수 있는데, 바람직하게는 본 발명에 따른 상기 화학식 1로 표시되는 화합물이 전체 단량체 중량의 60 중량% 이상으로 포함되도록 하는 것이, 전술한 목적 달성 측면에서 보다 유리하다.

25 또한, 상기 중합성 액정 조성물에는 필요에 따라 용매, 중합 개시제, 보존 안정제, 액정 배향 조제, 염료, 안료 등이 더욱 첨가될 수 있으며, 상기 첨가제는 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상적인 성분들일 수

있으므로, 그 구성을 특별히 한정하지 않는다.

한편, 본 발명의 또 다른 구현 예에 따르면, 상기 화학식 1의 중합성 액정 화합물의 경화물 또는 중합체를 포함하는 광학 이방체가 제공된다.

5 상기 광학 이방체는 상기 화학식 1의 중합성 액정 화합물의 말단 중합성기의 적어도 일부가 부가 중합 또는 가교되어 있는 경화물 또는 중합체를 포함하는 것일 수 있다.

 특히, 본 발명에 따른 광학 이방체는 전술한 중합성 액정 화합물의 경화물 또는 중합체를 포함함에 따라, 높은 위상차 값을 나타내면서도 빛샘
10 현상이 없거나 최소화될 수 있다. 또한, 본 발명에 따른 광학 이방체는, 이전의 라미네이트형 광학 이방체에 비하여, 두께가 얇으면서도 보다 단순화된 공정으로 제조될 수 있다.

 한편, 상기 광학 이방체는 상기 중합성 액정 조성물을 지지체 상에
15 도포 및 건조하고, 액정 화합물을 배향 시킨 후, 자외선 등을 조사하여 중합시킴으로써 제조될 수 있다.

 여기서, 상기 지지체는 특별히 한정되지 않으나, 바람직하게는 유리판, 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름, 셀룰로오스계 필름 등이 이용될 수 있다. 그리고, 상기 중합성 액정 조성물을 지지체에 도포하는
20 방법으로는 공지된 방법이 특별한 제한 없이 적용될 수 있으며, 예를 들면 롤 코팅법, 스펀 코팅법, 바 코팅법, 스프레이 코팅법 등이 적용될 수 있다.

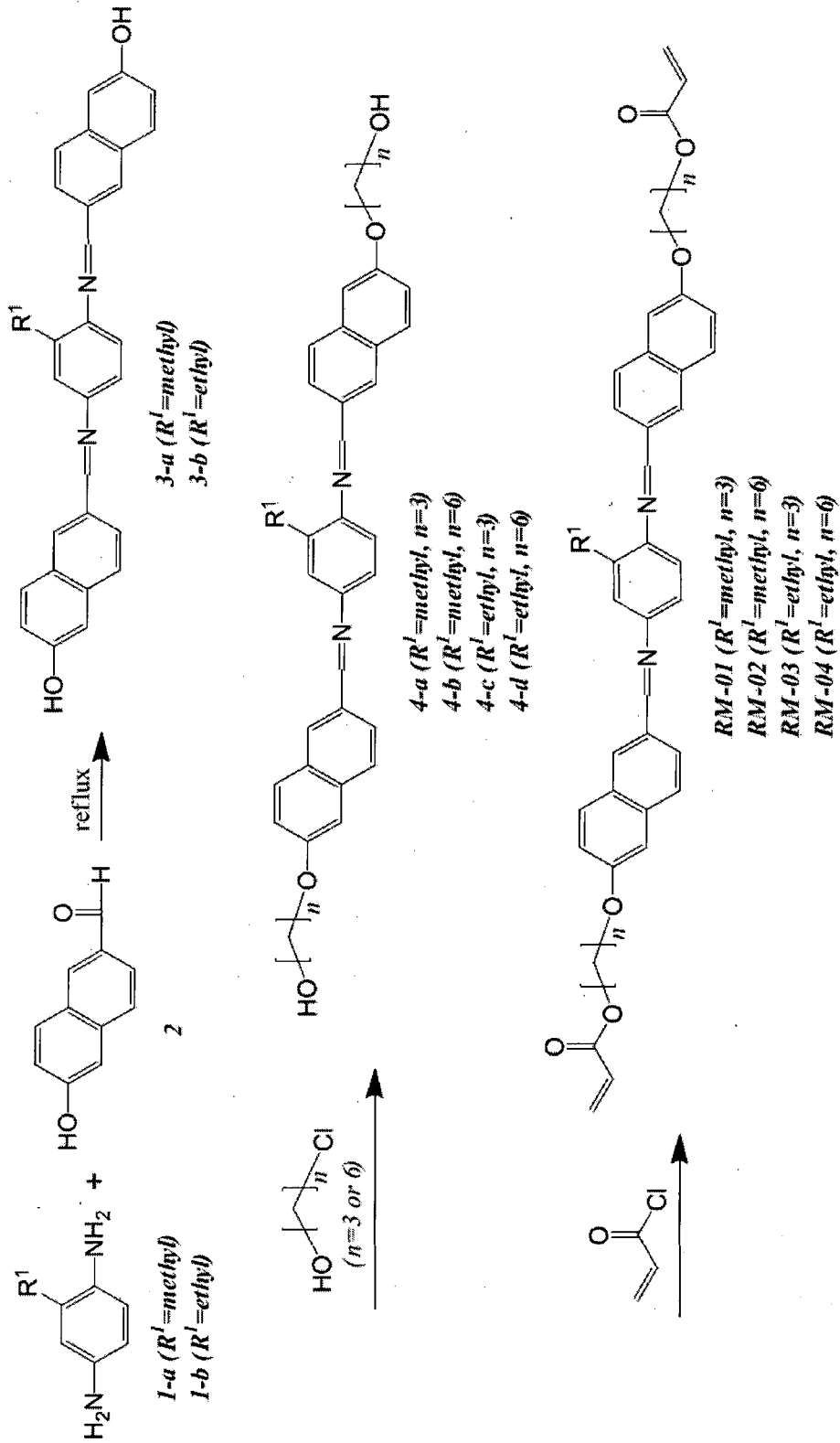
 또한, 상기 중합성 액정 조성물을 배향시키는 방법으로는 형성된 조성물층을 러빙(rubbing) 처리하거나, 형성된 조성물층에 자장이나 전장 등을 인가하는 방법 등 공지된 방법이 적용될 수 있다.

25 그리고, 상기 광학 이방체는 용도에 따라 그 두께가 조절될 수 있는데, 바람직하게는 0.01 내지 100 μm 의 범위로 조절될 수 있다.

 이와 같은 본 발명의 광학 이방체는 액정 표시장치의 위상차 필름, 광학 보상판, 배향막, 편광판, 시야각 확대판, 반사 필름, 컬러 필터, 홀로그래픽 소자, 광편광 프리즘, 광 헤드 등의 광학 소자로 사용될 수
30 있다.

이하, 본 발명에 따른 구체적인 실시예를 통해, 발명의 작용 및 효과를 보다 상세히 서술하기로 한다. 다만, 이러한 실시예는 발명의 예시로 제시된 것에 불과하며, 이에 의해 발명의 권리범위가 정해지는 것은
5 아니다.

[Scheme 1: 실시예 1 ~ 실시예 10]



실시예 1: 화합물 3-a의 합성

상기 Scheme 1에서 화합물 1-a인 2-methylbenzene-1,4-diamine

[Journal of Chemical Research, 2005, 2, 123] 약 8g을 에탄올 약 80ml에 녹인 후, 약 90℃로 가열하였다. 여기에, 화합물 2인 6-hydroxy-2-naphthaldehyde 약 40g을 에탄올 약 150ml에 녹인 용액을 적가하였고, 약 8시간 동안 환류 교반하였다. 반응 혼합물을 상온으로 냉각시켜 고체 생성물을 얻었고, 이를 에탄올로 여과한 후 진공 건조하여 약 24g의 화합물 3-a (R^1 =methyl)를 얻었다.

실시예 2: 화합물 3-b의 합성

화합물 1-a 대신 화합물 1-b인 2-ethylbenzene-1,4-diamine을 사용한 것을 제외하고, 실시예 1과 동일한 방법 및 조건으로 약 31g의 화합물 3-b (R^1 =ethyl)를 얻었다.

실시예 3: 화합물 4-a의 합성

실시예 1에 따른 화합물 3-a 약 10g, 3-클로로프로판올 약 6.6g, 및 포타슘 카보네이트 약 13g을 아세톤에 녹인 후, 약 24 시간 동안 환류 교반하였다. 반응 혼합물을 상온으로 냉각한 후, 여과하여 고체를 제거하고 감압 증류하였다. 그리고, 컬럼 크로마토그래프 정제를 통해 약 11.5g의 화합물 4-a (R^1 =methyl, $n=3$)를 얻었다.

실시예 4: 화합물 4-b의 합성

3-클로로프로판올 대신 6-클로로헥산올을 사용한 것을 제외하고, 실시예 3과 동일한 방법 및 조건으로 약 10.4g의 화합물 4-b (R^1 =methyl, $n=6$)를 얻었다.

실시예 5: 화합물 4-c의 합성

화합물 3-a 대신 실시예 2에 따른 화합물 3-b를 사용한 것을 제외하고, 실시예 3과 동일한 방법 및 조건으로 약 12g의 화합물 4-c (R^1 =ethyl, $n=3$)를 얻었다.

실시예 6: 화합물 4-d의 합성

화합물 3-a 대신 실시예 2에 따른 화합물 3-b를 사용하고, 3-클로로프로판올 대신 6-클로로헥산올을 사용한 것을 제외하고, 실시예 3과 동일한 방법 및 조건으로 약 12.5g의 화합물 4-d (R^1 =ethyl, $n=6$)를 얻었다.

실시예 7: 화합물 RM-01의 합성

실시예 3에 따른 화합물 4-a 약 10g을 디메틸아세트아마이드 약 100ml에 녹인 후, 약 0°C로 냉각시켰다. 여기에 아크릴로일클로라이드 약 3.3g을 30분에 걸쳐 적가하였고, 상온에서 약 2시간 동안 교반하였다. 상기
 5 반응용액을 디에틸에테르로 희석시킨 후, 염화나트륨 수용액으로 씻어주었다. 이로부터 유기 부분을 수거하였고, 화학적으로 건조한 후, 감압 증류하여 용매를 제거하였다. 수득된 생성물을 컬럼 크로마토그래프 정제하여 약 11g의 화합물 RM-01 (R^1 =methyl, $n=3$)을 얻었다.

상기 화합물 RM-01에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

10 ^1H NMR (CDCl_3 , 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.39(2H,s), 8.28(2H,s), 7.96(2H,d), 7.84(2H,m), 7.60(2H,m), 7.10(7H,m), 6.41(2H,dd), 6.03(2H,dd), 5.82(2H,dd), 4.12(4H,m), 4.03(4H,m), 2.36(3H,s), 1.98(2H,m)

그리고, 화합물 RM-01의 조직을 편광현미경으로 관찰하고
 15 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 온도가 상승함에 따라 약 167°C에서 결정상의 네마틱 상으로 변화하였으며, 약 181°C를 초과할 때 등방성 액정상이 나타났다. 이러한 방식으로, 화합물 RM-01이 약 167°C 내지 181°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

실시예 8: 화합물 RM-02의 합성

20 화합물 4-a 대신 실시예 4에 따른 화합물 4-b를 사용한 것을 제외하고, 실시예 7과 동일한 방법 및 조건으로 약 10.2g의 화합물 RM-02 (R^1 =methyl, $n=6$)를 얻었다.

상기 화합물 RM-02에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

25 ^1H NMR (CDCl_3 , 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.38(2H,s), 8.26(2H,s), 7.91(2H,d), 7.81(2H,m), 7.62(2H,m), 7.16(7H,m), 6.44(2H,dd), 6.05(2H,dd), 5.81(2H,dd), 4.14(4H,m), 4.06(4H,m), 2.34(3H,s), 1.71(4H,m), 1.57(4H,m), 1.29(8H,m)

그리고, 화합물 RM-02의 조직을 편광현미경으로 관찰하고
 30 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-02는 약 170°C 내지 185°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

실시예 9: 화합물 RM-03의 합성

화합물 4-a 대신 실시예 5에 따른 화합물 4-c를 사용한 것을 제외하고, 실시예 7과 동일한 방법 및 조건으로 약 11.9g의 화합물 RM-03 (R^1 =ethyl, $n=3$)을 얻었다.

5 상기 화합물 RM-03에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

^1H NMR (CDCl_3 , 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.40(2H,s), 8.27(2H,s), 7.91(2H,d), 7.82(2H,m), 7.57(2H,m), 7.11(7H,m), 6.42(2H,dd), 6.03(2H,dd), 5.84(2H,dd), 4.11(4H,m), 4.00(4H,m), 2.53(2H,s), 1.94(2H,m), 1.24(3H,m)

10 그리고, 화합물 RM-03의 조직을 편광현미경으로 관찰하고 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-03은 약 148°C 내지 161°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

실시예 10: 화합물 RM-04의 합성

15 화합물 4-a 대신 실시예 6에 따른 화합물 4-d를 사용한 것을 제외하고, 실시예 7과 동일한 방법 및 조건으로 약 10.3g의 화합물 RM-04 (R^1 =ethyl, $n=6$)를 얻었다.

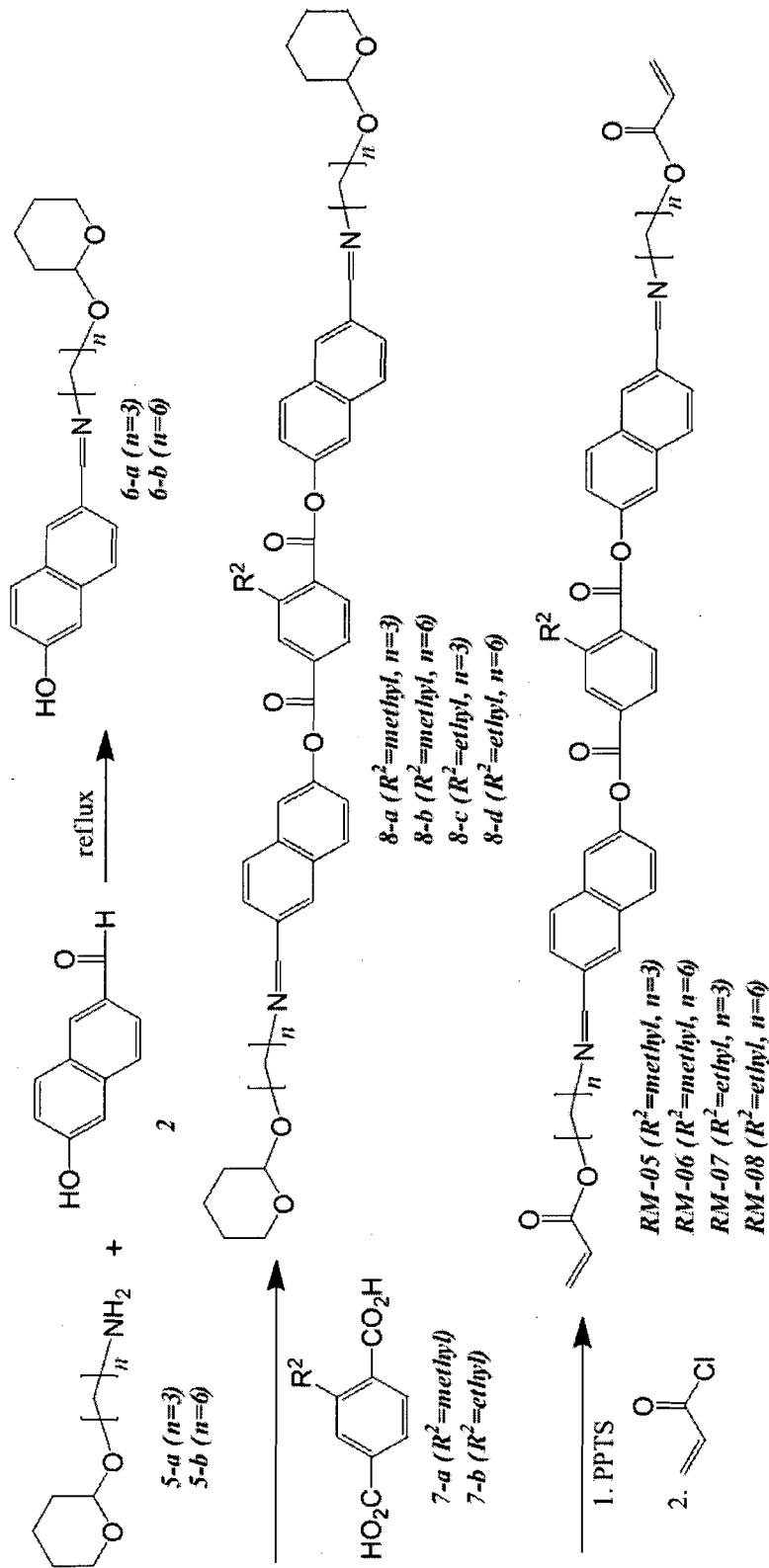
상기 화합물 RM-04에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

20 ^1H NMR (CDCl_3 , 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.41(2H,s), 8.29(2H,s), 7.95(2H,d), 7.84(2H,m), 7.62(2H,m), 7.16(7H,m), 6.43(2H,dd), 6.01(2H,dd), 5.81(2H,dd), 4.14(4H,m), 4.04(4H,m), 2.58(3H,s), 1.71(4H,m), 1.54(4H,m), 1.22(8H,m)

그리고, 화합물 RM-04의 조직을 편광현미경으로 관찰하고 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-04는 약 178°C 내지 189°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

25

[Scheme 2: 실시예 11 ~ 실시예 20]



실시예 11: 화합물 6-a의 합성

상기 Scheme 2에서 화합물 5-a [Journal of Medicinal Chemistry,

2008, 51, 17, 5176] 약 8g을 에탄올 약 80ml에 녹인 후, 약 90°C로 가열하였다. 여기에, 화합물 2인 6-hydroxy-2-naphthaldehyde 약 40g을 에탄올 약 150ml에 녹인 용액을 적가하였고, 약 8 시간 동안 환류 교반하였다. 반응 혼합물을 상온으로 냉각시켜 고체 생성물을 얻었고, 이를
5 에탄올로 여과한 후 진공 건조하여 약 22g의 화합물 6-a (n=3)을 얻었다.

실시예 12: 화합물 6-b의 합성

화합물 5-a 대신 화합물 5-b [Organic & Biomolecular Chemistry, 2008, 6, 7, 1176]을 사용한 것을 제외하고, 실시예 11과 동일한 방법 및 조건으로 약 27g의 화합물 6-b (n=6)를 얻었다.

10

실시예 13: 화합물 8-a의 합성

실시예 11에 따른 화합물 6-a (n=3) 약 10g, 화합물 7-a (R^2 =methyl)인 2-methylterephthalic acid [Chem. Comm., 2011, 47, 18, 5244] 약 2.9g, 및 EDC (N-(3-dimethylaminopropyl)-N'-ethylcarbodiimide hydrochloride) 약 6.5g을 디클로로메탄에 녹인 후, 약 0°C로 냉각시켰다.
15 여기에 디메틸아미노피리딘 약 0.4g과 디아이소프로필에틸아민 약 8g을 첨가한 후, 약 3시간 동안 교반하였다. 상기 반응 용액을 디클로로메탄으로 희석시킨 후, 1N 염산과 브라인으로 씻어주고 화학적으로 건조시켰다. 그리고, 여과와 감압증류를 통해 반응물을 얻었고, 이를 컬럼 크로마토그래피로 정제하여 약 10.5g의 화합물 8-a (R^2 =methyl, n=3)를
20 얻었다.

실시예 14: 화합물 8-b의 합성

화합물 6-a 대신 실시예 12에 따른 화합물 6-b (n=6)를 사용한 것을 제외하고, 실시예 13과 동일한 방법 및 조건으로 약 12.4g의 화합물 8-b
25 (R^2 =methyl, n=6)를 얻었다.

실시예 15: 화합물 8-c의 합성

화합물 7-a 대신 화합물 7-b인 2-ethylterephthalic acid를 사용한 것을 제외하고, 실시예 13과 동일한 방법 및 조건으로 약 11.5g의 화합물 8-c (R^2 =ethyl, n=3)를 얻었다.

30

실시예 16: 화합물 8-c의 합성

화합물 6-a 대신 실시예 12에 따른 화합물 6-b (n=6)를 사용하고, 화합물 7-a 대신 화합물 7-b인 2-ethylterephthalic acid를 사용한 것을 제외하고, 실시예 13과 동일한 방법 및 조건으로 약 10.4g의 화합물 8-d (R^2 =ethyl, n=6)를 얻었다.

5

실시예 17: 화합물 RM-05의 합성

실시예 13에 따른 화합물 8-a 약 10g과 PPTS(피리디늄 파라톨루엔설포네이트) 약 0.4g을 테트라하이드로퓨란에 녹이고 약 2 시간 동안 환류 교반하였다. 그 후 감압증류를 통해 반응 용액의 용매를 제거하였고, 디클로로메탄으로 희석시킨 후, 브라인으로 씻어주었다. 이로부터 얻은 유기층을 화학적으로 건조하였고, 감압증류하여 흰색 고체 화합물을 얻었다.

상기 흰색 고체 화합물을 디메틸아세트아마이드 약 100ml에 녹인 후, 약 0°C로 냉각시켰다. 여기에 아크릴로일클로라이드 약 3.3g을 30분에 걸쳐 적가하였고, 상온에서 약 2시간 동안 교반하였다. 상기 반응용액을 디에틸에테르로 희석시킨 후, 염화나트륨 수용액으로 씻어주었다. 이로부터 유기 부분을 수거하였고, 화학적으로 건조한 후, 감압 증류하여 용매를 제거하였다. 수득된 생성물을 컬럼 크로마토그래프 정제하여 약 9.5g의 화합물 RM-05 (R^2 =methyl, n=3)을 얻었다.

20 상기 화합물 RM-05에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

^1H NMR (CDCl_3 , 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.26(2H,s), 8.12(5H,m), 7.91(2H,m), 7.77(2H,m), 7.64(2H,m), 6.99(4H,m), 6.41(2H,dd), 6.02(2H,dd), 5.83(2H,dd), 4.11(4H,m), 3.53(4H,m), 2.35(3H,s), 1.91(2H,m)

25 그리고, 화합물 RM-05의 조직을 편광현미경으로 관찰하고 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-05는 약 153°C 내지 177°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

실시예 18: 화합물 RM-06의 합성

30 화합물 8-a 대신 실시예 14에 따른 화합물 8-b를 사용한 것을 제외하고, 실시예 17과 동일한 방법 및 조건으로 약 10.1g의 화합물 RM-06

(R²=methyl, n=6)을 얻었다.

상기 화합물 RM-06에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

¹H NMR (CDCl₃, 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.23(2H,s), 8.10(5H,m),
7.89(2H,m), 7.74(2H,m), 7.61(2H,m), 6.94(4H,m), 6.38(2H,dd),
5 6.00(2H,dd), 5.80(2H,dd), 4.12(4H,m), 3.53(4H,m), 2.34(3H,s),
1.61(8H,m), 1.29(8H,m)

그리고, 화합물 RM-06의 조직을 편광현미경으로 관찰하고 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-06은 약 150°C 내지 184°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

10 실시예 19: 화합물 RM-07의 합성

화합물 8-a 대신 실시예 15에 따른 화합물 8-c를 사용한 것을 제외하고, 실시예 17과 동일한 방법 및 조건으로 약 9.8g의 화합물 RM-07 (R²=ethyl, n=3)을 얻었다.

상기 화합물 RM-07에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

15 ¹H NMR (CDCl₃, 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.25(2H,s), 8.10(5H,m),
7.91(2H,m), 7.74(2H,m), 7.61(2H,m), 7.01(4H,m), 6.42(2H,dd),
6.01(2H,dd), 5.86(2H,dd), 4.14(4H,m), 3.51(4H,m), 2.54(5H,s),
1.94(2H,m), 1.21(3H,m)

20 그리고, 화합물 RM-07의 조직을 편광현미경으로 관찰하고 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-07은 약 164°C 내지 180°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

실시예 20: 화합물 RM-08의 합성

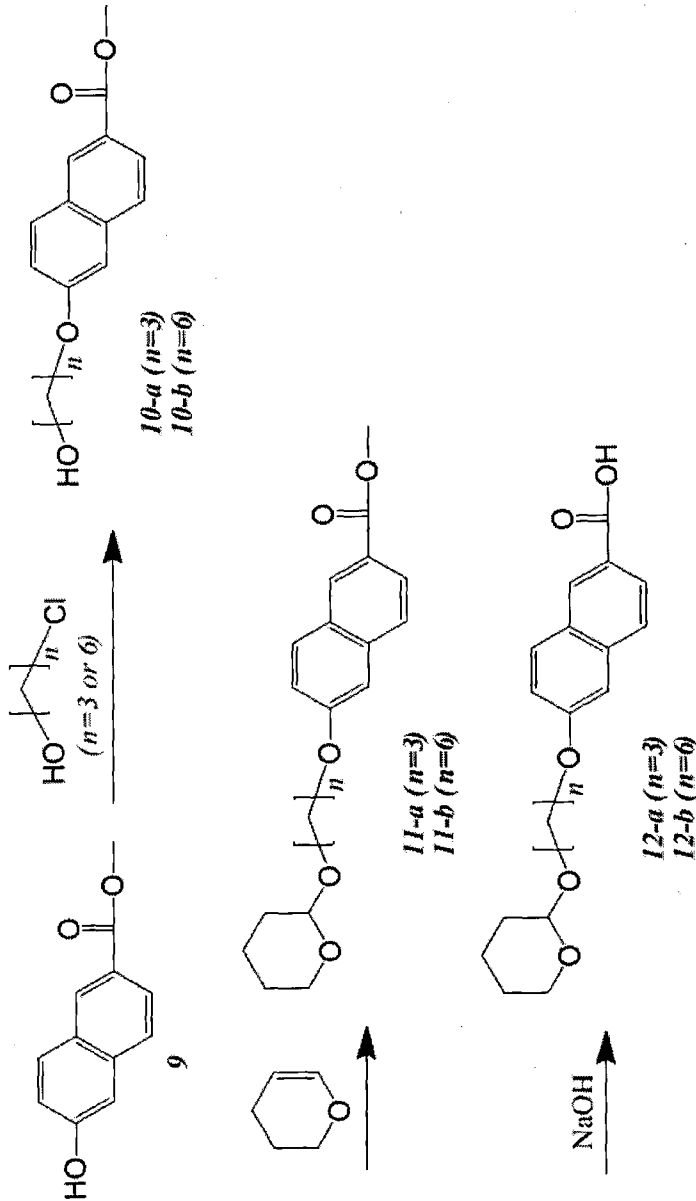
25 화합물 8-a 대신 실시예 16에 따른 화합물 8-d를 사용한 것을 제외하고, 실시예 17과 동일한 방법 및 조건으로 약 11.0g의 화합물 RM-08 (R²=ethyl, n=6)을 얻었다.

상기 화합물 RM-08에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

30 ¹H NMR (CDCl₃, 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.26(2H,s), 8.12(5H,m),
7.89(2H,m), 7.75(2H,m), 7.64(2H,m), 6.95(4H,m), 6.38(2H,dd),
6.01(2H,dd), 5.81(2H,dd), 4.15(4H,m), 3.53(4H,m), 2.53(2H,s),
1.62(8H,m), 1.28(8H,m), 1.20(3H,m)

그리고, 화합물 RM-08의 조직을 편광현미경으로 관찰하고 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-08은 약 178℃ 내지 202℃의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

5 [Scheme 3: 비교예 1 ~ 비교예 6]



비교예 1: 화합물 10-a의 합성

상기 Scheme 3에서 화합물 9인 methyl 6-hydroxy-2-naphthoate 약 100g, 3-클로로프로판올 약 94g, 및 포타슘 카보네이트 약 182g을 아세톤에

녹인 후, 약 24 시간 동안 환류 교반하였다. 반응 혼합물을 상온으로 냉각한 후, 여과하여 고체를 제거하고 감압 증류하였다. 그리고, 컬럼 크로마토그래프 정제를 통해 약 132g의 화합물 10-a (n=3)를 얻었다.

비교예 2: 화합물 10-b의 합성

5 3-클로로프로판올 대신 6-클로로헥산올을 사용한 것을 제외하고, 비교예 1과 동일한 방법 및 조건으로 약 110g의 화합물 10-b (n=6)를 얻었다.

비교예 3: 화합물 11-a의 합성

10 비교예 1에 따른 화합물 10-a 약 120g과 PPTS(피리디늄 파라톨루엔설포네이트) 약 21g을 디클로로메탄에 녹인 후, 약 0°C로 냉각시켰다. 여기에 3,4-dihydro-2H-pyran 약 42g을 디클로로메탄에 녹여서 적가한 후, 약 12시간 동안 교반하였다. 그리고, 상기 반응용액을 브라인으로 세척하고 화학적으로 건조시킨 후, 감압증류하여 약 145g의
15 화합물 11-a (n=3)를 얻었다.

비교예 4: 화합물 11-b의 합성

 화합물 10-a 대신 비교예 2에 따른 화합물 10-b를 사용한 것을 제외하고, 비교예 3과 동일한 방법 및 조건으로 약 110g의 화합물 11-b (n=6)를 얻었다.

20

비교예 5: 화합물 12-a의 합성

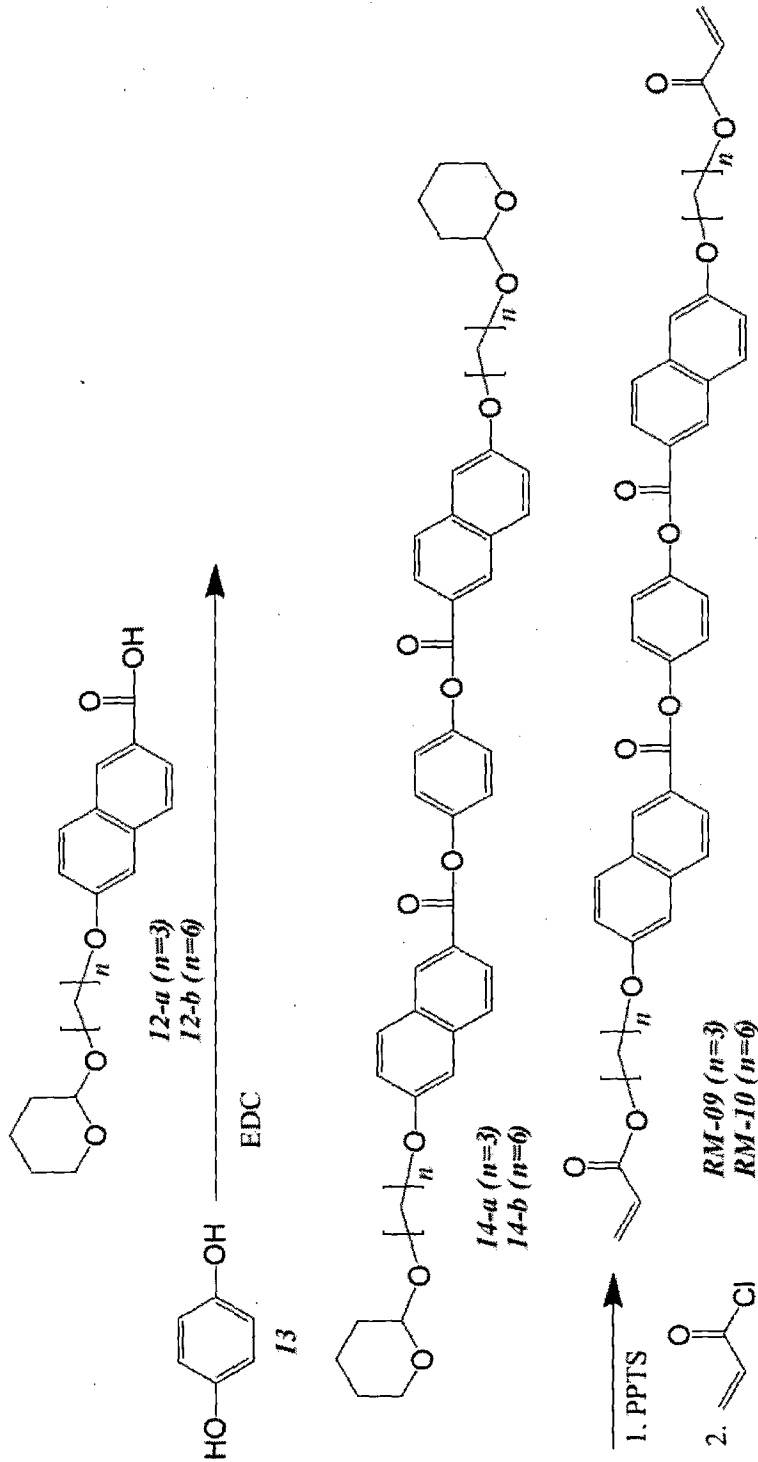
 비교예 3에 따른 화합물 11-a 약 140g을 메탄올에 녹인 후, 소듐하이드록사이드(2M, 300ml)를 첨가하였고, 약 2시간 동안 환류 교반하였고, 감압 증류하였다. 상기 반응물을 물과 디클로로메탄에 녹인 후,
25 3M 염산을 사용하여 pH를 5로 조절하였다. 이로부터 유기층을 분리하여 화학적으로 건조한 후 감압증류하였고, 헥산으로 씻어 약 107g의 흰색 고체인 화합물 12-a (n=3)를 얻었다.

비교예 6: 화합물 12-b의 합성

 화합물 11-a 대신 비교예 4에 따른 화합물 11-b를 사용한 것을
30 제외하고, 비교예 5와 동일한 방법 및 조건으로 약 89g의 화합물 12-b

(n=6)를 얻었다.

[Scheme 4: 비교예 7 ~ 비교예 10]



5

비교예 7: 화합물 14-a의 합성

비교예 5에 따른 화합물 12-a 약 12.1g, 화합물 13인 hydroquinone 약 3g, 및 EDC (N-(3-dimethylaminopropyl)-N'-ethylcarbodiimide hydrochloride) 약 7.2g을 디클로로메탄에 녹인 후 약 0°C로 냉각시켰다. 여기에 디메틸아미노피리딘 약 0.9g과 디아이소프로필에틸아민 약 9g을
5 첨가하고, 약 3시간 동안 교반하였다. 상기 반응 용액을 디클로로메탄으로 희석시킨 후, 1N 염산과 브라인으로 씻어주고 화학적으로 건조시켰다. 그리고, 여과와 감압증류를 통해 반응물을 얻었고, 이를 컬럼 크로마토그래피로 정제하여 약 10.5g의 화합물 14-a (n=3)를 얻었다.

비교예 8: 화합물 14-b의 합성

10 화합물 12-a 대신 비교예 6에 따른 화합물 12-b를 사용한 것을 제외하고, 비교예 7과 동일한 방법 및 조건으로 약 11.5g의 화합물 14-b (n=6)를 얻었다.

비교예 9: 화합물 RM-09의 합성

15 비교예 7에 따른 화합물 14-a 약 10g과 PPTS(피리디늄 파라톨루엔설포네이트) 약 0.4g을 테트라하이드로퓨란에 녹이고 약 2 시간 동안 환류 교반하였다. 그 후 감압증류를 통해 반응 용액의 용매를 제거하였고, 디클로로메탄으로 희석시킨 후, 브라인으로 씻어주었다. 이로부터 얻은 유기층을 화학적으로 건조하였고, 감압증류하여 흰색 고체
20 화합물을 얻었다.

상기 흰색 고체 화합물을 디메틸아세트아마이드 약 90ml에 녹인 후, 약 0°C로 냉각시켰다. 여기에 아크릴로일클로라이드 약 7g을 30분에 걸쳐 적가하였고, 상온에서 약 2시간 동안 교반하였다. 상기 반응용액을 디에틸에테르로 희석시킨 후, 염화나트륨 수용액으로 씻어주었다. 이로부터
25 유기 부분을 수거하였고, 화학적으로 건조한 후, 감압 증류하여 용매를 제거하였다. 수득된 생성물을 컬럼 크로마토그래프 정제하여 약 12.0g의 화합물 RM-09 (n=3)를 얻었다.

상기 화합물 RM-09에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

30 ^1H NMR (CDCl₃, 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.52(2H,s), 8.20(2H,d), 7.75(2H,d), 7.60(2H,d), 7.22(4H,s), 7.02(4H,m), 6.44(2H,dd),

6.09(2H,dd), 5.90(2H,dd), 4.04(4H,m), 3.95(4H,m), 1.99(4H,m)

그리고, 화합물 RM-09의 조직을 편광현미경으로 관찰하고 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-09는 약 190°C 내지 205°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

5 **비교예 10: 화합물 RM-10의 합성**

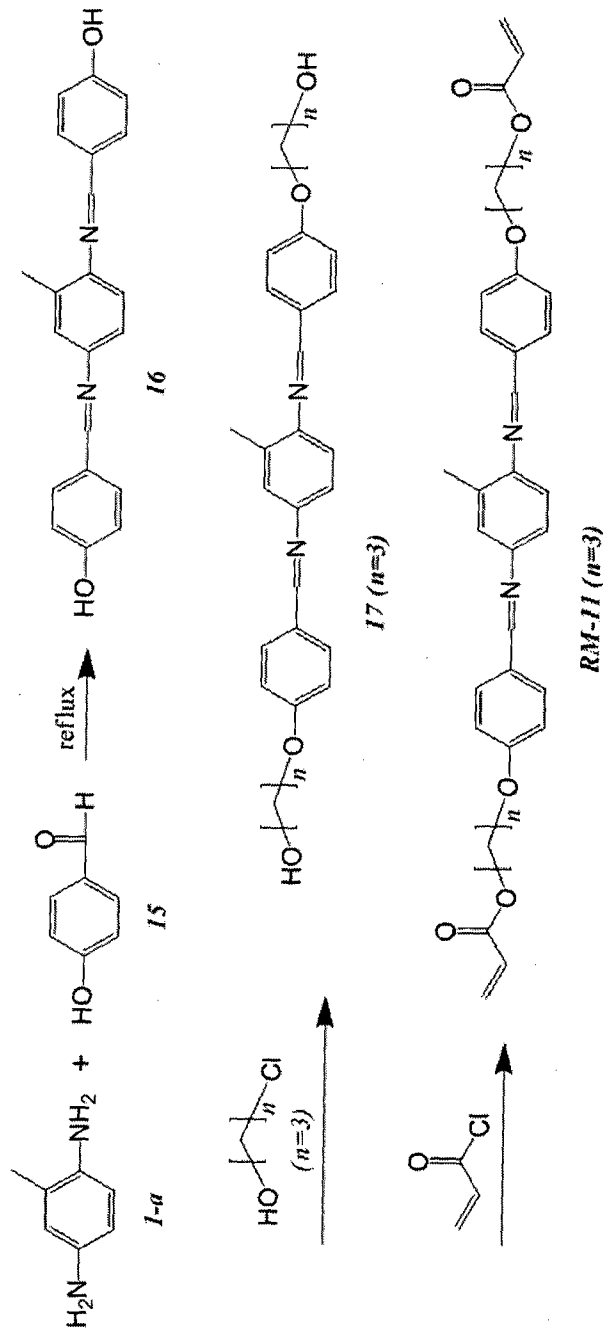
화합물 14-a 대신 비교예 8에 따른 화합물 14-b를 사용한 것을 제외하고, 비교예 9와 동일한 방법 및 조건으로 약 11.1g의 화합물 RM-10 (n=6)을 얻었다.

상기 화합물 RM-10에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

10 ^1H NMR (CDCl_3 , 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.50(2H,s), 8.19(2H,d), 7.73(2H,d), 7.62(2H,d), 7.24(4H,s), 7.00(4H,m), 6.45(2H,dd), 6.07(2H,dd), 5.91(2H,dd), 4.14(4H,m), 4.04(4H,m), 1.75(4H,m), 1.51(4H,m), 1.29(8H,m)

15 그리고, 화합물 RM-10의 조직을 편광현미경으로 관찰하고 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-10은 약 201°C 내지 212°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

[Scheme 5: 비교예 11 ~ 비교예 13]



비교예 11: 화합물 16의 합성

화합물 2 대신 화합물 15인 4-hydroxybenzaldehyde를 사용한 것을 제외하고, 실시예 1과 동일한 방법 및 조건으로 약 22g의 화합물 16을 얻었다.

5

비교예 12: 화합물 17의 합성

화합물 3-a 대신 비교예 11에 따른 화합물 16을 사용한 것을 제외하고, 실시예 3과 동일한 방법 및 조건으로 약 15.3g의 화합물 17을

얻었다.

비교예 13: 화합물 RM-11의 합성

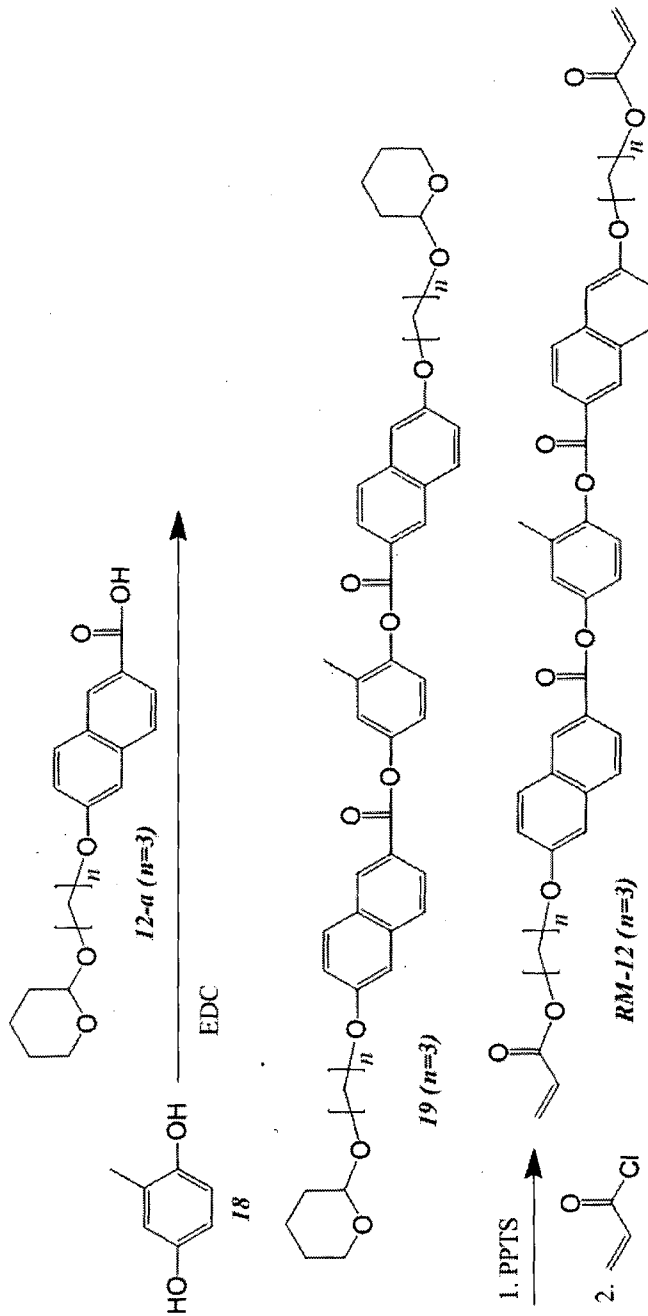
5 화합물 4-a 대신 비교예 12에 따른 화합물 17을 사용한 것을 제외하고, 실시예 7 동일한 방법 및 조건으로 약 12g의 화합물 RM-11을 얻었다.

상기 화합물 RM-11에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

^1H NMR (CDCl_3 , 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.39(2H,s), 7.85(4H,m), 7.30(2H,m), 7.06(4H,m), 6.46(1H,d), 6.27(2H,dd), 6.05(2H,dd), 5.59(2H,dd), 4.20(8H,m), 2.36(3H,s), 2.10(4H,m)

10 그리고, 화합물 RM-11의 조직을 편광현미경으로 관찰하고 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-11은 약 103°C 내지 132°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

[Scheme 6: 비교예 14 ~ 비교예 15]



비교예 14: 화합물 19의 합성

화합물 13 대신 화합물 18인 2-methylbenzene-1,4-diol을 사용한 것을 제외하고, 비교예 7과 동일한 방법 및 조건으로 약 15g의 화합물 19를 얻었다.

비교예 15: 화합물 RM-12의 합성

화합물 14-a 대신 비교예 14에 따른 화합물 19를 사용한 것을 제외하고, 비교예 9와 동일한 방법 및 조건으로 약 9g의 화합물 RM-12를

얻었다.

상기 화합물 RM-12에 대한 NMR 스펙트럼은 다음과 같다.

^1H NMR (CDCl_3 , 표준물질 TMS) δ (ppm): 8.64(2H,s), 8.32(2H,d),
7.92(4H,d), 7.88(4H,d), 7.42(3H,m), 6.43(2H,dd), 6.04(2H,dd),
5 5.92(2H,dd), 4.16(4H,m), 4.03(4H,m), 2.15(3H,s), 1.75(4H,m),
1.49(4H,m), 1.29(8H,m)

그리고, 화합물 RM-12의 조직을 편광현미경으로 관찰하고 상전이온도를 측정하였다. 그 결과, 화합물 RM-12는 약 198°C 내지 210°C의 온도 범위에서 네마틱 상을 형성한다는 것이 확인되었다.

10

제조예 1~8 (위상차 필름의 제조)

전체 조성물 100 중량부를 기준으로, 상기 화합물 RM-01 25 중량부, 광개시제로 Irgacure 907(스위스의 Ciba-Geigy사 제조) 5 중량부, CPO(cyclopentanone) 잔부를 포함하는 중합성 액정 조성물을 제조하였다.

15 상기 액정 조성물을 롤 코팅 방법으로 노보넨계 광 배향물질이 코팅된 COP(시클로올레핀폴리머) 필름 위에 코팅한 후, 약 90°C로 2분 동안 건조하여 액정 화합물이 배향되도록 하였다. 그 후, 상기 필름에 200mW/cm²의 고압 수은등을 광원으로 하는 비편광 UV를 조사하여 액정의 배향 상태를 고정시켜 위상차 필름을 제조하였다.

20 상기와 같은 방법으로, 화합물 RM-01 대신 화합물 RM-02 내지 RM-08 중 어느 하나를 포함하는 조성물을 제조하였고, 이를 사용하여 위상차 필름을 각각 제조하였다.

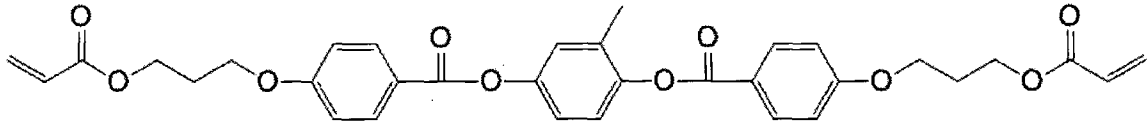
비교 제조예 1~4 (위상차 필름의 제조)

25 화합물 RM-01 대신 비교예들에 따른 화합물 RM-09, RM-10, RM-11, 또는 RM-12를 사용한 것을 제외하고, 제조예 1~8과 동일한 방법으로 위상차 필름을 각각 제조하였다.

참고예

30 화합물 RM-01 대신 하기 화학식 10으로 표시되는 중합성 액정 화합물(RM 257, 제조사: XI'AN RUILIAN MODERN Co., Ltd)을 사용한 것을 제외하고, 제조예 1~8과 동일한 방법으로 위상차 필름을 제조하였다.

[화학식 10]



시험예 1

5 제조예 1~8, 비교 제조예 1~4 및 참고예에 따른 각각의 위상차 필름에 대하여, 정량적인 위상차 값을 Axoscan(Axomatrix사 제조)을 이용하여 측정하였다. 이때 독립적으로 두께를 측정하고, 측정된 값으로부터 Δn 값을 구했으며, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

시험예 2

10 직교 상태로 배치된 편광판 사이에 제조예 1~8, 비교 제조예 1~4 및 참고예에 따른 각각의 위상차 필름을 배치한 다음, ECLIPSE LV100POL (NIKON사 제조)을 이용하여 촬영하는 방법으로 빛샘 정도를 확인하였다. 촬영 결과는 각 화합물별로 도 1 및 도 2에 나타내었다.

【표 1】

15

화합물	Δn	화합물	Δn
RM-01	0.17	RM-02	0.18
RM-03	0.16	RM-04	0.18
RM-05	0.18	RM-06	0.18
RM-07	0.17	RM-08	0.19
RM-09	-	RM-10	-
RM-11	0.13	RM-12	-
RM257	0.12		

20

상기 표 1을 통해 알 수 있는 바와 같이, 상기 표 1을 통해 알 수 있는 바와 같이, 상기 화합물 RM-09, RM-10, 또는 RM-12를 포함하는 위상차 필름의 경우, 제조 과정에서 화합물의 배향이 고르지 않아 정확한 복굴절율을 측정할 수 없었다. 또한, 주쇄에 이민 연결기를 포함하지만 나프탈렌환을 포함하지 않는 화합물 RM-11의 경우 배향성은 양호하였으나, 복굴절율이 화합물 RM257과 유사한 수준으로 낮게 나타났다.

그에 비하여, 제조예 1~8에 따른 화합물 RM-01 내지 RM-08을 포함하는 위상차 필름은 기존의 필름보다 상대적으로 높은 복굴절율을 가지는 것으로 확인되었다.

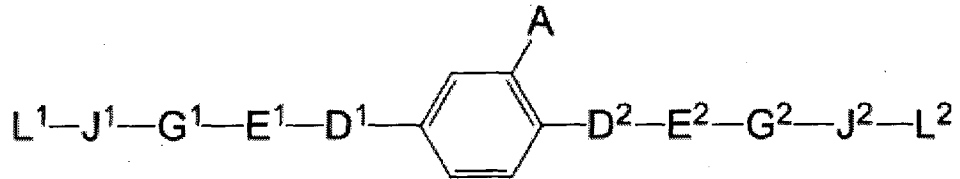
- 5 나아가, 도 1 및 도 2를 통해 알 수 있는 바와 같이, 제조예 1~8에 따른 화합물 RM-01 내지 RM-08을 포함하는 위상차 필름은 비교 제조예 1~4 및 참고예의 필름에 비하여 빛샘 현상도 거의 나타나지 않는 것으로 확인되었다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

하기 화학식 1로 표시되는 중합성 액정 화합물:

[화학식 1]



5

상기 화학식 1에서,

A는 탄소수 1 내지 10의 알킬기이고;

D¹, D², G¹ 및 G²는 각각 독립적으로 단일 결합 또는 2가의 연결기로서, 상기 D¹, D², G¹ 및 G² 중 적어도 하나는 이민기이고;

10 E¹ 및 E²는 각각 독립적으로 벤젠환 또는 나프탈렌환으로서, 상기 E¹ 및 E² 중 적어도 하나는 나프탈렌환이고;

J¹ 및 J²는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 10의 알킬렌기이고;

L¹ 및 L²는 각각 독립적으로 수소 또는 중합성기이다.

15 【청구항 2】

제 1 항에 있어서,

8.0 ppm 내지 8.5 ppm의 δ에서 적어도 하나의 피크를 갖는 ¹H NMR 스펙트럼을 나타내는 중합성 액정 화합물.

20 【청구항 3】

제 1 항에 있어서,

상기 D¹, D², G¹ 및 G²는 각각 독립적으로 단일결합, -CH=N-, -O-, -S-, -CO-, -COO-, -OCO-, -O-COO-, -CO-NR-, -NR-CO-, -NR-CO-NR-, -OCH₂-, -CH₂O-, -SCH-, -CH₂S-, -CF₂O-, -OCF₂-, -CF₂S-, -SCF₂-, -CH₂CH₂-, -(CH₂)₃-,
 25 -(CH₂)₄-, -CF₂CH₂-, -CH₂CF₂-, -CF₂CF₂-, -C=C- 또는 -C≡C- 이고, 상기 R은 각각 독립적으로 수소 또는 탄소수 1 내지 10의 알킬기이며;

상기 D¹, D², G¹ 및 G² 중 적어도 하나는 이민기(-CH=N-)인 중합성

액정 화합물.

【청구항 4】

제 1 항에 있어서,
5 상기 E¹ 및 E²는 각각 나프탈렌환인 중합성 액정 화합물.

【청구항 5】

제 1 항에 있어서,
상기 L¹ 및 L²는 각각 독립적으로 수소기, 아크릴레이트기,
10 메타크릴레이트기 또는 에폭시기인 중합성 액정 화합물.

【청구항 6】

제 1 항에 따른 화합물을 포함하는 중합성 액정 조성물.

15 **【청구항 7】**

제 6 항에 있어서,
중합 개시제 및 용매를 더 포함하는 중합성 액정 조성물.

【청구항 8】

20 제 1 항에 따른 화학식 1의 중합성 액정 화합물의 경화물 또는
중합체를 포함하는 광학 이방체.

【청구항 9】

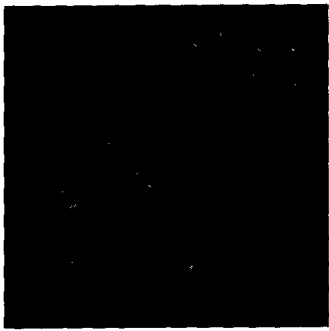
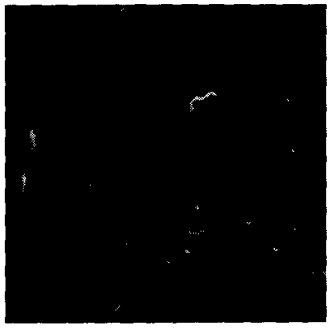
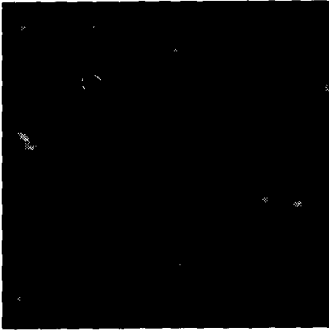
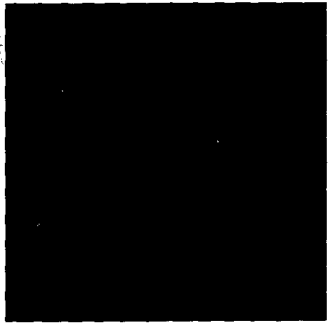
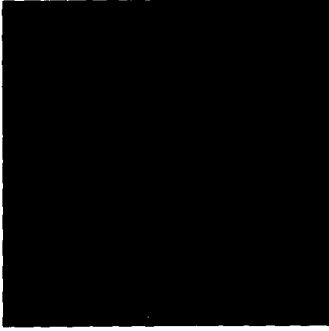
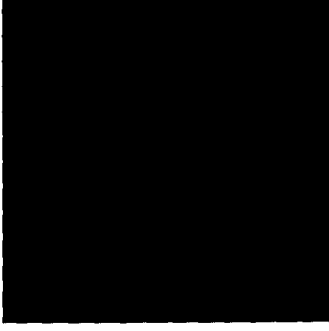
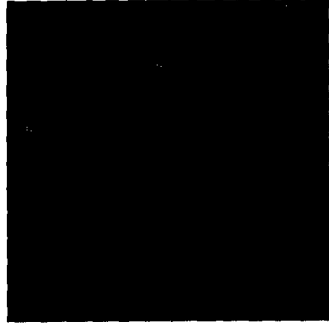
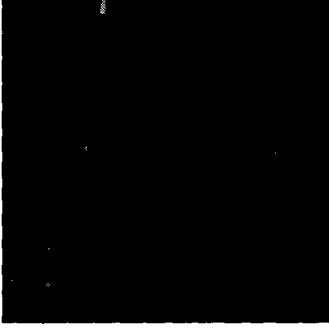
제 8 항에 있어서,
25 상기 화학식 1의 중합성 액정 화합물의 말단 중합성기의 적어도
일부가 부가 중합 또는 가교되어 있는 경화물 또는 중합체를 포함하는 광학
이방체.

【청구항 10】

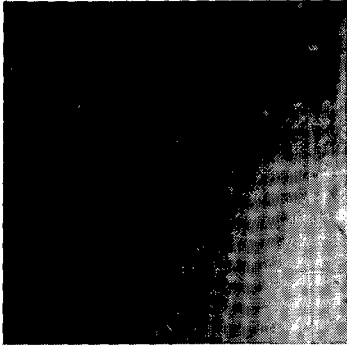
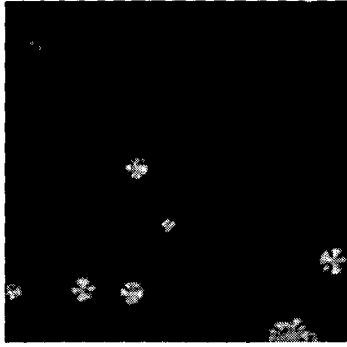
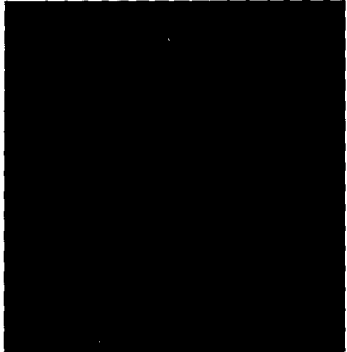
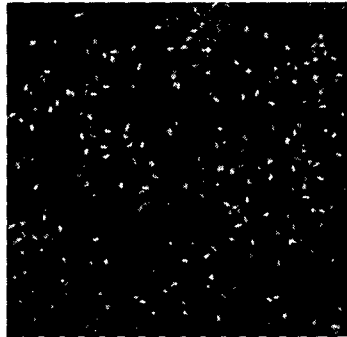

30 제 8 항에 따른 광학 이방체를 포함하는 액정 표시장치용 광학 소자.

【도면】

【도 1】

화합물	빛샘 정도	화합물	빛샘 정도
RM-01		RM-02	
RM-03		RM-04	
RM-05		RM-06	
RM-07		RM-08	

【도 2】

화합물	빛샘 정도	화합물	빛샘 정도
RM-09		RM-10	
RM-11		RM-12	
RM257		-	-

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2013/005608

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09K 19/32(2006.01)i, G02B 5/30(2006.01)i

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

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09K 19/32; C09K 19/38; C08L 63/00; C08F 220/34; C08L 79/08; C08F 214/18; C08F 220/18; C09K 19/54; C07C 251/88; C08F 20/36; G02B 5/30

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

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above
Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

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

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: polymerizable, liquid, optical anisotropic body, birefringence, oriented, alkyl group, alkyl, imine group, imine, benzene ring, benzene, naphthalene ring, naphthalene, alkylene group

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	KR 10-2010-0126182 A (CHISSO CORPORATION et al.) 01 December 2010 See abstract; claims 2, 13; paragraphs [0180]-[0183].	1-10
A	KR 10-2009-0041385 A (ADEKA CORPORATION) 28 April 2009 See abstract; claim 1; paragraph [0033], chemical formula 6.	1-10
A	KR 10-1136495 B1 (DIC CORPORATION) 19 April 2012 See abstract; claims 1-2.	1-10
A	KR 10-2010-0014882 A (ZEON CORPORATION) 11 February 2010 See abstract; claims 1-6.	1-10
A	KR 10-2011-0040789 A (ZEON CORPORATION) 20 April 2011 See abstract; claims 1-2.	1-10



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

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

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

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

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

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

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

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

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

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

25 SEPTEMBER 2013 (25.09.2013)

Date of mailing of the international search report

25 SEPTEMBER 2013 (25.09.2013)

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2013/005608

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-2010-0126182 A	01/12/2010	JP 2011-008218 A	13/01/2011
		TW 201105713 A	16/02/2011
		US 2010-0297367 A1	25/11/2010
		US 2012-0274888 A1	01/11/2012
KR 10-2009-0041385 A	28/04/2009	CN 101490117 A	22/07/2009
		CN 101490117 B	15/06/2011
		EP 2039707 A1	25/03/2009
		EP 2039707 B1	23/11/2011
		JP 2008-019290 A	31/01/2008
		TW 200804434 A	16/01/2008
		US 2009-0294730 A1	03/12/2009
		US 7981320 B2	19/07/2011
		WO 2008-007479 A1	17/01/2008
KR 10-1136495 B1	19/04/2012	CN 1961057 A	09/05/2007
		EP 1754768 A1	21/02/2007
		EP 1754768 B1	30/03/2011
		JP 2006-016599 A	19/01/2006
		US 2007-0170394 A1	26/07/2007
		US 7449223 B2	11/11/2008
KR 10-2010-0014882 A	11/02/2010	CN 101622219 A	06/01/2010
		WO 2008-105538 A1	04/09/2008
KR 10-2011-0040789 A	20/04/2011	CN 102076721 A	25/05/2011
		CN 102076721 B	24/04/2013
		EP 2295477 A1	16/03/2011
		EP 2295477 B1	21/11/2012
		US 2011-0140041 A1	16/06/2011
		US 8454857 B2	04/06/2013
		WO 2010-001725 A1	07/01/2010

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

C09K 19/32(2006.01)i, G02B 5/30(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

C09K 19/32; C09K 19/38; C08L 63/00; C08F 220/34; C08L 79/08; C08F 214/18; C08F 220/18; C09K 19/54; C07C 251/88; C08F 20/36; G02B 5/30

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 중합성, 액정, 광학 이방체, 복굴절, 배향성, 알킬기, alkyl, 이민기, imine, 벤젠환, benzene, 나프탈렌환, naphthalene, 알킬렌기

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
A	KR 10-2010-0126182 A (킷소가부시키가이샤 외 1명) 2010.12.01 요약; 청구항 2, 13; 단락 [0180]-[0183] 참조.	1-10
A	KR 10-2009-0041385 A (가부시키가이샤 아테카) 2009.04.28 요약; 청구항 1; 단락 [0033], 화학식 6 참조.	1-10
A	KR 10-1136495 B1 (디아이씨 가부시키가이샤) 2012.04.19 요약; 청구항 1-2 참조.	1-10
A	KR 10-2010-0014882 A (제온 코포레이션) 2010.02.11 요약; 청구항 1-6 참조.	1-10
A	KR 10-2011-0040789 A (제온 코포레이션) 2011.04.20 요약; 청구항 1-2 참조.	1-10

추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

“A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

“T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

“E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

“X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

“L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

“Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

“O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

“&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

“P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

국제조사의 실제 완료일
2013년 09월 25일 (25.09.2013)

국제조사보고서 발송일
2013년 09월 25일 (25.09.2013)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소
대한민국 특허청
(302-701) 대전광역시 서구 청사로 189,
4동 (둔산동, 정부대전청사)
팩스 번호 +82-42-472-7140

심사관
홍성란
전화번호 +82-42-481-5405



국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
KR 10-2010-0126182 A	2010/12/01	JP 2011-008218 A TW 201105713 A US 2010-0297367 A1 US 2012-0274888 A1	2011/01/13 2011/02/16 2010/11/25 2012/11/01
KR 10-2009-0041385 A	2009/04/28	CN 101490117 A CN 101490117 B EP 2039707 A1 EP 2039707 B1 JP 2008-019290 A TW 200804434 A US 2009-0294730 A1 US 7981320 B2 WO 2008-007479 A1	2009/07/22 2011/06/15 2009/03/25 2011/11/23 2008/01/31 2008/01/16 2009/12/03 2011/07/19 2008/01/17
KR 10-1136495 B1	2012/04/19	CN 1961057 A EP 1754768 A1 EP 1754768 B1 JP 2006-016599 A US 2007-0170394 A1 US 7449223 B2 WO 2005-116165 A1	2007/05/09 2007/02/21 2011/03/30 2006/01/19 2007/07/26 2008/11/11 2005/12/08
KR 10-2010-0014882 A	2010/02/11	CN 101622219 A WO 2008-105538 A1	2010/01/06 2008/09/04
KR 10-2011-0040789 A	2011/04/20	CN 102076721 A CN 102076721 B EP 2295477 A1 EP 2295477 B1 US 2011-0140041 A1 US 8454857 B2 WO 2010-001725 A1	2011/05/25 2013/04/24 2011/03/16 2012/11/21 2011/06/16 2013/06/04 2010/01/07