

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3828169号  
(P3828169)

(45) 発行日 平成18年10月4日(2006.10.4)

(24) 登録日 平成18年7月14日(2006.7.14)

(51) Int. Cl.		F I
<b>CO7C</b> 43/192 (2006.01)		CO7C 43/192
<b>CO9K</b> 19/44 (2006.01)		CO9K 19/44
<b>CO9K</b> 19/12 (2006.01)		CO9K 19/12
<b>CO9K</b> 19/30 (2006.01)		CO9K 19/30
<b>CO9K</b> 19/32 (2006.01)		CO9K 19/32

請求項の数 16 (全 70 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平6-202326
(22) 出願日	平成6年8月26日(1994.8.26)
(65) 公開番号	特開平7-82561
(43) 公開日	平成7年3月28日(1995.3.28)
審査請求日	平成13年8月24日(2001.8.24)
(31) 優先権主張番号	P 43 29 062/0
(32) 優先日	平成5年8月28日(1993.8.28)
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)
(31) 優先権主張番号	P 43 29 128/7
(32) 優先日	平成5年8月30日(1993.8.30)
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)

(73) 特許権者	591032596
	メルク パテント ゲゼルシャフト ミット ベシュレンクテル ハフトング Merck Patent Gesellschaft mit beschränkter Haftung ドイツ連邦共和国 デー-64293 ダ ルムシュタット フランクフルター シュ トラーセ 250 Frankfurter Str. 25 O, D-64293 Darmstadt , Federal Republic of Germany

(74) 代理人	100123788
	弁理士 官崎 昭夫

最終頁に続く

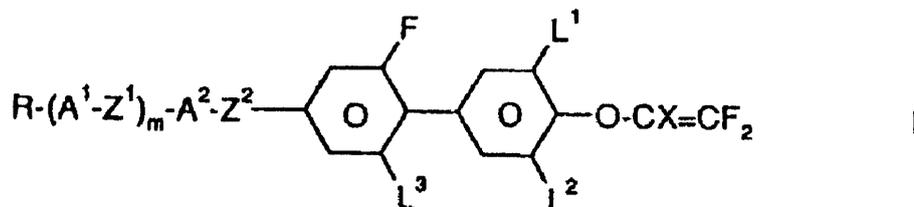
(54) 【発明の名称】 ベンゼン誘導体及び液晶媒質

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

正の誘電異方性を有する極性化合物の混合物を具備する液晶媒質において、これが、1つ以上の下記一般式 I、すなわち

【化1】



の化合物含み、但しこの式において

Rは水素、又は置換されていない、又はCN又はCF<sub>3</sub>によってモノ置換されているか、或いはハロゲンによって少なくともモノ置換されている、1ないし15個の炭素原子を有するアルキル基又はアルケニル基であって、これらの基の中の1つ以上のCH<sub>2</sub>基はいずれも互いに独立に-O-、-S-、

## 【化 2】



-CO-、-CO-O-、-O-CO-、又は-O-CO-O-によって、各酸素原子が互いに直接に結合することがないような態様で置き換えられていることができ、

A<sup>1</sup>及びA<sup>2</sup>は互いに独立に、

a) トランス-1,4-シクロヘキシレン基であって、このものの非隣接の1つ以上のCH<sub>2</sub>基は-O-及び/又は-S-により置き換えられていてもよく、

b) 1,4-フェニレン基であって、このものの1つ又は2つのCH基はNにより置き換えられていてもよく、又は

c) 1,4-シクロヘキセニレン、1,4-ビスシクロ(2・2・2)オクチレン、ピペリジン-1,4-ジイル、ナフタレン-2,6-ジイル、デカヒドロナフタレン-2,6-ジイル及び1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-2,6-ジイルよりなる群からの残基であり、その際上記のa)及びb)の残基は1個又は2個の弗素原子によって置換されていることができ、

Z<sup>1</sup>及びZ<sup>2</sup>はそれぞれ互いに独立に-CO-O-、-O-CO-、-CH<sub>2</sub>O-、-OCH<sub>2</sub>-、-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-、-CH=CH-、-C=C-又は単結合であって、Z<sup>1</sup>及びZ<sup>2</sup>の残基の一方は二者択一的に-(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-又は-CH=CH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-であり、

Xは水素又は弗素であり、

L<sup>1</sup>、L<sup>2</sup>及びL<sup>3</sup>は互いに独立に水素又は弗素であり、そして

mは0である

ことを特徴とする液晶媒質。

## 【請求項 2】

Z<sup>1</sup>及びZ<sup>2</sup>はそれぞれ互いに独立に-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-又は単結合である請求項1記載の液晶媒体。

## 【請求項 3】

L<sup>1</sup>は弗素である請求項1又は2記載の液晶媒体。

## 【請求項 4】

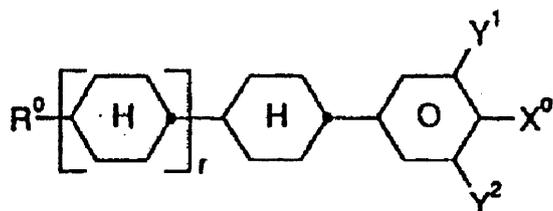
追加的に、下記の各一般式 I I、I I I、I V 及び V、すなわち

10

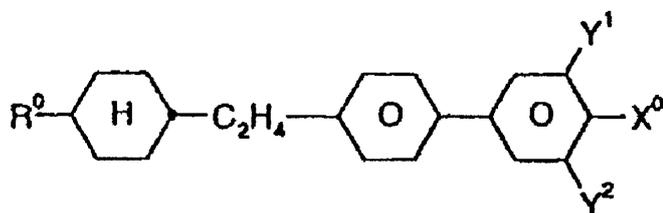
20

30

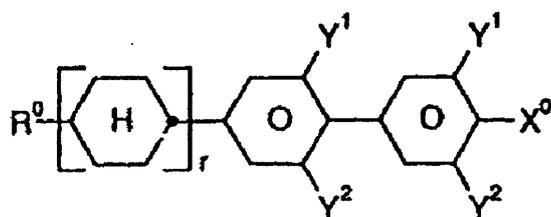
## 【化3】



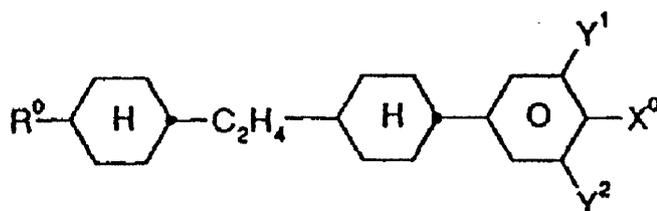
II



III



IV



V

よりなる群から選ばれる1つ以上の化合物を含み、その際これらの式において

$R^0$ は、それぞれ7個までの炭素原子を有するn-アルキル、オキサアルキル、フルオールアルキル又はアルケニルを表わし、

$X^0$ はF、Cl、 $CF_3$ 、 $OCF_3$ 、 $OCHF_2$ 、 $OCH=CF_2$ 、 $OCF=CF_2$ 、 $OCFH=CF_2H$ 、 $OCF_2-CF_2H$ 又は $OCH_2CF_3$ を表わし、

$Y^1$ 及び $Y^2$ は互いに独立にH又はFを表わし、そして

rは0又は1である

請求項1乃至3何れか記載の媒質。

## 【請求項5】

追加的に、下記の各一般式VIないしXI、すなわち

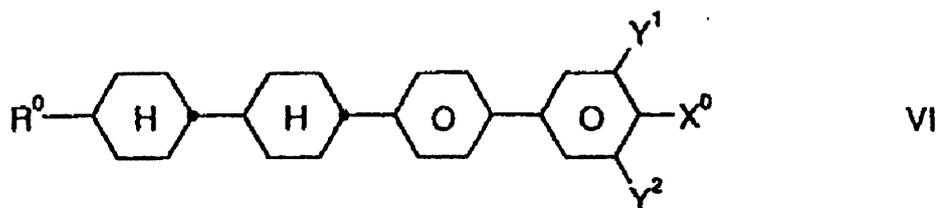
10

20

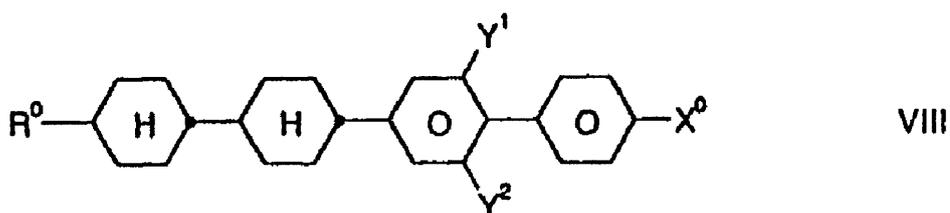
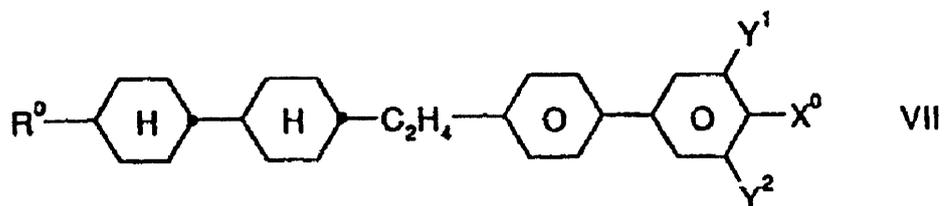
30

40

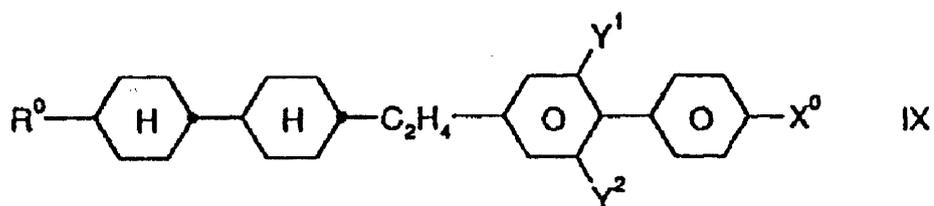
## 【化4】



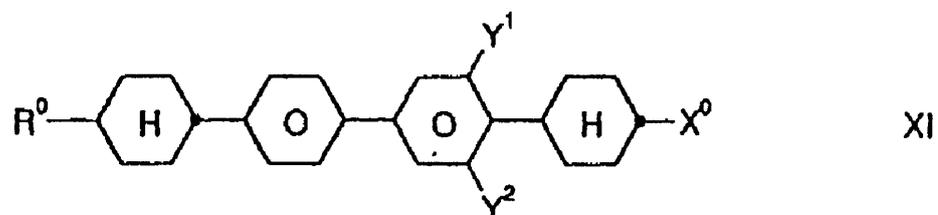
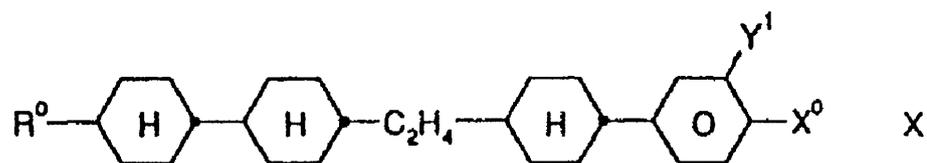
10



20



30



40

よりなる群から選ばれる1つ以上の化合物を含み、その際これらの式において $R^0$ 、 $Y^1$ 及び $Y^2$ は、それぞれ互いに独立に、請求項2において定義した通りであり、そして $X^0$ はF、Cl、 $CF_3$ 、 $OCF_3$ 、 $OCHF_2$ 、それぞれ7個までの炭素原子を有するアルキル、オキサルキル、フルオルアルキル又はアルケニルを表わす、請求項1乃至4何れか記載の媒質。

## 【請求項6】

式IないしVの化合物の合計割合が全混合物の重量の少なくとも50%である、請求項

50

4 又は 5 記載の媒質。

【請求項 7】

式 I の化合物の割合が全混合物の重量の 3 ないし 80 % である、請求項 1 乃至 4 何れか 記載の媒質。

【請求項 8】

式 I I ないし V の化合物の割合が全混合物の重量の 20 ないし 80 % である、請求項 4 乃至 6 何れか 記載の媒質。

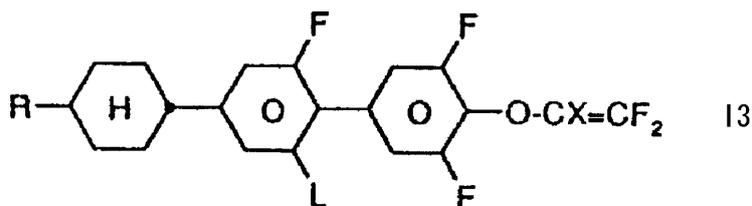
【請求項 9】

本質的に、一般式 I ないし X I の群から選ばれた化合物を含む、請求項 1 乃至 5 何れか 記載の媒質。

【請求項 10】

下記式 I 3、すなわち

【化 5】

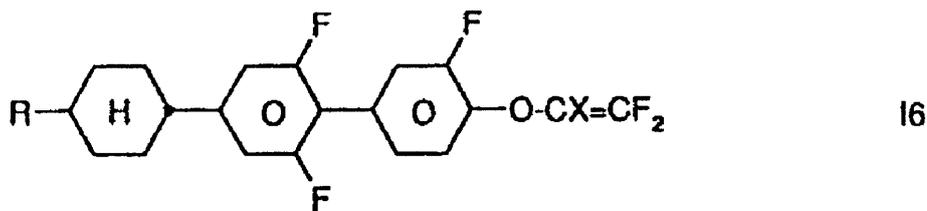


の化合物を含み、その際この式において R 及び X は請求項 1 に定義した通りであり、そして L は水素又は弗素である、請求項 1 乃至 4 何れか 記載の媒質。

【請求項 11】

下記式 I 6、すなわち

【化 6】



の化合物を含み、その際この式において R 及び X は請求項 1 に定義した通りであり、そして L は水素又は弗素である、請求項 1 乃至 4 何れか 記載の媒質。

【請求項 12】

請求項 1 乃至 11 何れか 記載の液晶媒質を電気光学的用途に使用する方法。

【請求項 13】

請求項 1 乃至 11 何れか 記載の液晶媒質を含む電気光学的液晶ディスプレイ。

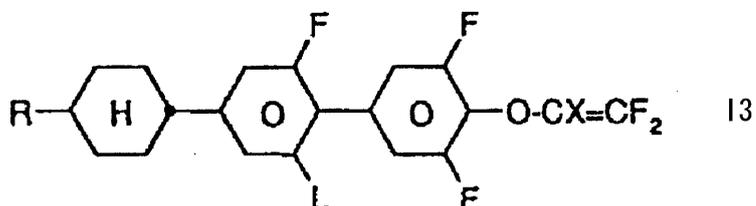
【請求項 14】

請求項 1 に記載の一般式 I の化合物。

【請求項 15】

下記式 I 3

【化 7】



10

20

30

40

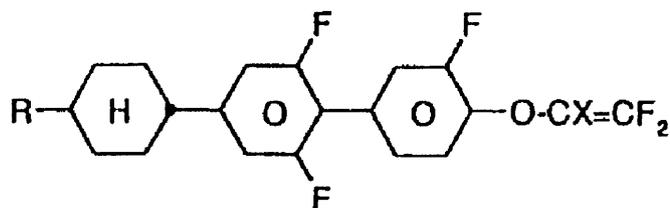
50

においてR及びXが請求項1において定義した通りであり、そしてLがH又はFである化合物。

【請求項16】

下記式I6

【化8】



I6

10

においてR及びXが請求項1に定義した通りである化合物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明はベンゼン誘導体及び液晶媒質、この後者を電気光学的諸用途に用いる方法、及びこの媒質を含んだディスプレイに関する。

【0002】

【従来の技術】

20

液晶は、このような物質の光学的性質に印加電圧によって影響を与えることができるので特に種々のディスプレイ装置における誘電体として用いられる。液晶に基づく電気光学的装置は当業者によく知られており、そして種々の効果に基づくものであることができる。この型の装置は、例えば動的散乱を有する種々のセル、DAPセル（配向相変型セル）、ゲスト/ホスト型セル、ねじれネマチック構造を有するTNセル、STNセル（スーパーネマチックセル）、SBEセル（スーパー複屈折効果セル）及びOMIセル（光学モード干渉セル）である。最も一般的なディスプレイ装置はシャート・ヘルフリッヒ効果に基づくもので、ねじれネマチック構造を有している。

【0003】

それらの液晶物質は良好な化学的及び熱的安定性と電場及び電磁線照射に対する良好な安定性とを有していなければならない。さらにこれら液晶物質は低粘度を有し、短いアドレス時間、低い閾値電圧および高いコントラストをセルに与えるべきである。

30

【0004】

更にまたそれらは、上述の各セルに好適なメソ相、例えば通常的な作動温度、すなわち室温以上及び室温以下の極めて広い範囲の温度においてネマチック相またはコレステリック相を有していなければならない。液晶は一般に複数の成分の混合物として用いられるので、各成分が互いに容易に混和できることが重要である。他の、例えば電気伝導度、誘電異方性、および光学異方性等の性質はそのセルの型や利用領域に依存する種々の要求条件に合致しなければならない。例えば、ねじれネマチック構造を有するセルのための物質は正の誘電異方性と低い電気伝導度とを有する必要がある。

40

【0005】

例えば、個々の像点をスイッチするための総合化された非線形素子を含むマトリックス液晶ディスプレイ（MLCディスプレイ）は高い正の誘電異方性、広いネマチック相、比較的低い複屈折性、非常に高い比抵抗値、紫外線及び温度に対する良好な安定性及び低い蒸気圧を有するものである。

【0006】

この型のマトリックス液晶ディスプレイは公知である。個々の像点を個別にスイッチするために使用することのできる非線形素子の例は活性素子（すなわちトランジスタ）である。これは従って「活性マトリックス」と呼ぶが、下記の2つの型に分けることができる。

1) 基材としての珪素ウエハの上のMOS（金属酸化物半導体）又はその他のダイオード

50

類

2) 基材としてのガラス板の上の薄膜トランジスタ(TFT)

単結晶の珪素を基材物質として使用することは、種々のパーツディスプレイのモジュラー構造体さえも各ジョイント部において問題を生ずるので、そのディスプレイの大きさを制限する。

【0007】

より見込みのある、好ましい上記2)の型の場合はその用いられる電気光学的効果は通常はTN効果である。2つの技術、すなわち例えばCdSeのような化合物半導体よりなるTFTと、及び多結晶性又は無定形珪素に基づくTFTとに区別される。この後者の技術に世界的に強い研究努力がなされつつある。

10

【0008】

TFTマトリックスはそのディスプレイの一方のガラス板の内側に適用されるが、もう一方のガラス板の内側には透明な対極が設けられている。像点電極の寸法と比較してこのTFTは非常に小さく、そしてその映像にはほとんどなんらの悪影響も与えない。この技術はまた、各フィルタ素子がスイッチ可能な映像素子の反対側に位置するような態様で赤と緑と青の各フィルタのモザイクが設けられている、完全にカラーコンパチブルな映像ディスプレイにも拡張することができる。

【0009】

これらのTFTディスプレイは通常、交差ポーライザを有するTNセルとして透過で動作し、そして背後から照明される。

20

【0010】

ここでMLCディスプレイの語は一体化された非線形素子を含む全てのマトリックスディスプレイを包含し、すなわち活性マトリックスに加えて、例えばパリストアやダイオードのような受動素子(MIM=金属/絶縁体/金属)を含むディスプレイをも包含するものである。

【0011】

この型のMLCディスプレイは、テレビジョン用(例えばポケット型テレビセット)、又はコンピュータ用(ラップトップ)及び自動車や航空機の構造における高情報ディスプレイとして特に適している。コントラストの角度依存性やスイッチング時間についての問題に加えて、その液晶混合物の不適切な比抵抗の値によってMLCディスプレイに種々の問題が起こる〔Togashi, S., Sekiguchi, K., Tanabe, H., Yamamoto, E., Sorimachi, K., Tajima, E., Watanabe, H. 及び Shimizu, H.: "Proc. Eurodisplay" 84, 9月号(1984); A 210-288「2段ダイオードリングにより制御されたマトリックスLCD」、141頁以下、パリ、Stromer, M.: "Proc. Eurodisplay" 84, 9月号(1984)「テレビジョン液晶ディスプレイのマトリックスアドレッシングのための薄膜トランジスタの設計」、145頁以下、パリ〕。抵抗値が減少するにつれてMLCディスプレイのコントラストは悪くなり、そして「残像除去」の問題の生ずることがある。液晶混合物の比抵抗は一般に、そのディスプレイの種々の内部表面との相互作用のためにMLCディスプレイの全寿命にわたって低下するので、受容できる実用寿命を得るためには高い(初期)抵抗値が非常に重要である。特に低電圧混合物の場合には非常に高い抵抗値に達することはこれまで不可能であった。更に、その比抵抗値は温度の上昇につれて、及び加熱の後及び/又は紫外線への暴露の後でできるだけ僅かしか上昇しないことが重要である。従来技術による種々の混合物の低温特性も特に不利である。結晶化及び/又はスメクチック相が低温においても生じないこと、及び粘度の温度依存性ができるだけ低いことが要求される。このように、従来技術によるMLCディスプレイはそれら現在の諸要求を満足しない。

30

40

【0012】

このように比抵抗値が非常に高く、そして同時に、低温度で低い閾値電圧においても作動温度範囲が広く、かつスイッチング時間が短い、上述のような欠点を持たないか、又は僅

50

かな程度でしかそのような欠点を示さないようなMLCディスプレイに対して大きな必要性がなお存在している。

【0013】

TN（シャート・ヘルフリッヒ効果）セルには、それらのセルにおいて下記の諸利点を与えるような媒質が望まれる：

ネマチック相の範囲が拡張（特に低温度領域へ）されていること

極めて低い温度においてスイッチ作動可能であること（屋外用途、自動車、アビオニクス）

紫外線照射に対する安定性が高められていること（より長い寿命）

従来技術により入手できる媒質はこれらの諸利点を、同時に他のパラメータの維持のもとに実現することができない。 10

【0014】

スーパーねじれセル（STNセル）にはより大きなマルチプレックス能力及び／又はより低い閾値電圧及び／又はより広いネマチック相範囲（なかでも低温度における）を許容するような媒質が望まれる。この目的のためにはその利用できるパラメータ範囲を更に拡張することが極めて望まれる。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、なかでもこの型のMLC、TN又はSTNディスプレイのための、上述した欠点を持たないか、又は僅かな程度でしか持たず、そして好ましくは同時に非常に高い比抵抗及び低い閾値電圧を有するような媒質を提供することである。 20

【0016】

本発明者等はこの目的が、本発明に従う媒質を種々のディスプレイにおいて用いた場合に達成できることを見出した。

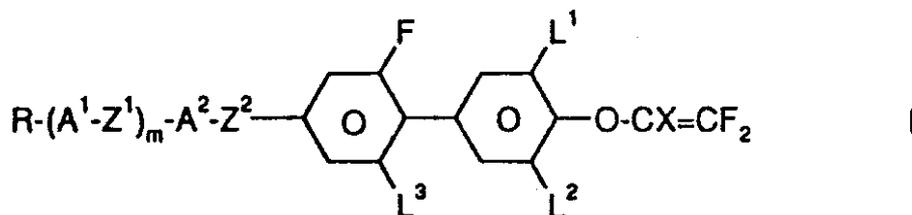
【0017】

【課題を解決するための手段】

従って本発明は、正の誘電異方性を有する極性化合物の混合物に基づく液晶媒質に関し、これは、1つ以上の下記一般式I、すなわち

【0018】

【化9】



の化合物を含むことを特徴とするものであり、但しこの式において

R は水素、又は置換されていない、又はCN又はCF<sub>3</sub>によってモノ置換されているか、或いはハロゲンによって少なくともモノ置換されている、1ないし15個の炭素原子を有するアルキル基又はアルケニル基であって、これらの基の中の1つ以上のCH<sub>2</sub>基はいずれも互いに独立に-O-、-S-、 40

【0019】

【化10】



又は-CO-、-CO-O-、-O-CO-、或いは-O-CO-O-によって、各酸素原子が互いに直接に結合することがないような態様で置き換えられていることができ、

A<sup>1</sup>及びA<sup>2</sup>は互いに独立に、

a) トランス - 1, 4 - シクロヘキシレン基であって、このものの非隣接の1つ以上の C H<sub>2</sub> 基は - O - 及び / 又は - S - により置き換えられていてもよく、又は

b) 1, 4 - フェニレン基であって、このものの1つ又は2つの C H 基は N により置き換えられていてもよく、或いは

c) 1, 4 - シクロヘキセニレン、1, 4 - ビシクロ ( 2 · 2 · 2 ) オクチレン、ピペリシン - 1, 4 - ジイル、ナフタレン - 2, 6 - ジイル、デカヒドロナフタレン - 2, 6 - ジイル及び 1, 2, 3, 4 - テトラヒドロナフタレン - 2, 6 - ジイルよりなる群からの残基

であり、その際上記の a ) 及び b ) の残基は 1 個又は 2 個の弗素原子によって置換されていることができ、

Z<sup>1</sup> 及び Z<sup>2</sup> はそれぞれ互いに独立に - C O - O - 、 - O - C O - 、 - C H<sub>2</sub> O - 、 - O C H<sub>2</sub> - 、 - C H<sub>2</sub> C H<sub>2</sub> - 、 - C H = C H - 、 - C C - 又は単結合であって、Z<sup>1</sup> 及び Z<sup>2</sup> の残基の一方は二者択一的に - ( C H<sub>2</sub> )<sub>4</sub> - 又は - C H = C H - C H<sub>2</sub> C H<sub>2</sub> - であり、

X は水素又は弗素であり、

L<sup>1</sup>、L<sup>2</sup> 及び L<sup>3</sup> は互いに独立に水素又は弗素であり、そして

m は 0 又は 1 である。

#### 【 0 0 2 0 】

式 I の各化合物は広い用途範囲を有する。各置換基の選択に依存してこれらの化合物は、液晶物質が主としてそれらから構成されるような基礎物質として用いることができるが、また式 I の化合物は他の化合物種よりなる液晶基礎物質に添加して、例えばこの型の誘電体の誘電異方性及び / 又は光学異方性を修飾し、及び / 又はその閾値電圧を最適化させ、及び / 又はその粘度を最適化させることもできる。

#### 【 0 0 2 1 】

純粋な状態においてこの式 I の各化合物は無色であり、そして電気光学的用途に好都合な温度範囲において液晶メゾ相を形成する。それらは化学的、熱的及び対光的に安定である。

#### 【 0 0 2 2 】

本発明はまた上記式 I の化合物にも関する。

#### 【 0 0 2 3 】

上記式 I の化合物は W O - 9 2 - 0 1 1 8 5 にあげられている一般式に包含されるものである。本発明に従う弗素化された各化合物はそれには言及されていない。1つ以上の弗素原子を導入することはそれら化合物の粘度に対して著しい影響を与える。

#### 【 0 0 2 4 】

式 I において L<sup>1</sup> 及び / 又は L<sup>2</sup> が弗素であるような化合物が特に好ましい。更にまた、それらの化合物において L<sup>1</sup>、L<sup>2</sup> 及び L<sup>3</sup> が弗素であるような化合物が好ましい。また、式 I 及びそれに従属する全ての従属式において A<sup>1</sup> が、弗素によってモノ置換又はジ置換されている 1, 4 - フェニレンである化合物も好ましい。これらはなかでも 2 - フルオル - 1, 4 - フェニレン、3 - フルオル - 1, 4 - フェニレン及び 3, 5 - ジフルオル - 1, 4 - フェニレンである。m は好ましくは 0 である。

#### 【 0 0 2 5 】

Z<sup>1</sup> 及び Z<sup>2</sup> は好ましくは単結合、及び - C H<sub>2</sub> C H<sub>2</sub> - であり、次いで好ましくは - C H<sub>2</sub> O - 、 - O C H<sub>2</sub> - 、 - O - C O - 及び - C O - O - である。

#### 【 0 0 2 6 】

もし Z<sup>1</sup> 及び Z<sup>2</sup> の一方の残基が - ( C H<sub>2</sub> )<sub>4</sub> - 又は - C H = C H - C H<sub>2</sub> C H<sub>2</sub> - であるときは、もう一方の残基 Z<sup>1</sup> 又は Z<sup>2</sup> ( もし存在する場合 ) は好ましくは単結合である。

#### 【 0 0 2 7 】

もし R がアルキル基及び / 又はアルコキシ基である場合には、これは直鎖状又は分岐鎖状であることができる。これは好ましくは直鎖状であって、2、3、4、5、6 又は 7 個の

10

20

30

40

50

炭素原子を有し、従って好ましくはエチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、エトキシ、プロポキシ、ブトキシ、ペントキシ、ヘキソキシ又はヘプトキシであり、更にまたメチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、メトキシ、オクトキシ、ノノキシ、デコキシ、ウンデコキシ、ドデコキシ、トリデコキシ又はテトラデコキシである。

【0028】

オキサアルキルは好ましくは直鎖状の2 - オキサプロピル (=メトキシメチル)、2 - オキサブチル (=エトキシメチル)、3 - オキサブチル (=2 - メトキシエチル)、2 - 、3 - 又は4 - オキサペンチル、2 - 、3 - 、4 - 又は5 - オキサヘキシル、2 - 、3 - 、4 - 、5 - 又は6 - オキサヘプチル、2 - 、3 - 、4 - 、5 - 、6 - 又は7 - オキサオクタ

10

【0029】

もしRがアルキル基であってその中の1個の $\text{CH}_2$ 基が $-\text{CH}=\text{CH}-$ によって置き換えられている場合には、これは直鎖状であるか、又は分岐鎖状であることができる。これは好ましくは直鎖状であって2ないし10個の炭素原子を有する。従ってこれは中でもビニル、プロパ - 1 - 又は同 - 2 - エニル、ブタ - 1 - 、同 - 2 - 又は同 - 3 - エニル、ペ

20

【0030】

もしRがアルキル基であってその中の1個の $\text{CH}_2$ 基が $-\text{O}-$ によって置き換えられており、そして1個が $-\text{CO}-$ によって置き換えられている場合には、これらは好ましくは隣接しているのがよい。従ってこれらはアシロキシ基 $-\text{CO}-\text{O}-$ 又はオキシカルボニル基 $-\text{O}-\text{CO}-$ を含む。これらは好ましくは直鎖状であって2ないし6個の炭素原子を有する。

【0031】

従ってそれらはなかでもアセトキシ、プロピオニルオキシ、ブチリルオキシ、ペンタノイルオキシ、ヘキサノイルオキシ、アセトキシメチル、プロピオニルオキシメチル、ブチリルオキシメチル、ペンタノイルオキシメチル、2 - アセトキシエチル、2 - プロピオニルオキシエチル、2 - ブチリルオキシエチル、3 - アセトキシプロピル、3 - プロピオニルオキシプロピル、4 - アセトキシブチル、メトキシカルボニル、エトキシカルボニル、プロポキシカルボニル、ブトキシカルボニル、ペントキシカルボニル、メトキシカルボニルメチル、エトキシカルボニルメチル、プロポキシカルボニルメチル、ブトキシカルボニルメチル、2 - (メトキシカルボニル)エチル、2 - (エトキシカルボニル)エチル、2 - (プロポキシカルボニル)エチル、3 - (メトキシカルボニル)プロピル、3 - (エトキシカルボニル)プロピル又は4 - (メトキシカルボニル)ブチルである。

30

40

【0032】

もしRがアルキル基であってその中の1個の $\text{CH}_2$ 基が非置換の、又は置換された $-\text{CH}=\text{CH}-$ によって置き換えられており、そして一方の隣接の $\text{CH}_2$ 基が $\text{CO}$ 又は $\text{CO}-\text{O}$  或いは $\text{O}-\text{CO}$ によって置き換えられている場合には、これは直鎖状であるか、又は分岐鎖状であることができる。このものは好ましくは直鎖状であって4ないし13個の炭素原子を有する。従ってこれは中でもアクリロイルオキシメチル、2 - アクリロイルオキシエチル、3 - アクリロイルオキシプロピル、4 - アクリロイルオキシブチル、5 - アクリロイルオキシペンチル、6 - アクリロイルオキシヘキシル、7 - アクリロイルオキシヘプチル、8 - アクリロイルオキシオクチル、9 - アクリロイルオキシノニル、10 - アクリロイルオキシデシル、メタクリロイルオキシメチル、2 - メタクリロイルオキシエチル、3

50

-メタクリロイルオキシプロピル、4-メタクリロイルオキシブチル、5-メタクリロイルオキシペンチル、6-メタクリロイルオキシヘキシル、7-メタクリロイルオキシヘプチル、8-メタクリロイルオキシオクチル又は9-メタクリロイルオキシノニルである。

【0033】

もしRがアルキル基又はアルケニル基であって、CN又はCF<sub>3</sub>によってモノ置換されている場合にはこの基は好ましくは直鎖状である。CH又はCF<sub>3</sub>による置換はいかなる所望の位置でもよい。

【0034】

もしRがアルキル基又はアルケニル基であって、ハロゲンによって少なくともモノ置換されている場合にはこの基は好ましくは直鎖状であって、ハロゲンは好ましくはF又はClである。多重置換の場合にはハロゲンは好ましくはFである。その結果得られる残基もパーフルオロ化された残基を含む。モノ置換の場合にはその弗素又は塩素の置換基はいかなる所望の位置にあってもよいが、好ましくは位置にあるのがよい。種々の重合反応にとって好ましいいくつかのウィング基Rを含んでいる式Iの化合物は液晶性重合物を製造するのに適している。

【0035】

分岐鎖状のウィング基Rを含む式Iの化合物は通常的な液晶の基礎物質への良好な溶解度のために、ときに重要であることがあるが、特にそれらが光学的に活性であるときは、なかでもキラードープ剤として重要である。この型のスメクチック化合物は強誘電体材料の成分として適している。

【0036】

S<sub>A</sub>相を有する式Iの化合物は、例えば熱的にアドレスされるディスプレイに適している。

【0037】

この型の分岐した基は一般に1個よりも多い分岐鎖を含まない。分岐した好ましい基Rはイソプロピル、2-ブチル(=1-メチルプロピル)、イソブチル(=2-メチルプロピル)、2-メチルブチル、イソペンチル(=3-メチルブチル)、2-メチルペンチル、3-メチルペンチル、2-エチルヘキシル、2-プロピルペンチル、イソプロポキシ、2-メチルプロポキシ、2-メチルブトキシ、3-メチルブトキシ、2-メチルペントキシ、3-メチルペントキシ、2-エチルヘキソキシ、1-メチルヘキソキシ及び1-メチルヘプトキシである。

【0038】

もしRがアルキル基であってその中の2個以上のCH<sub>2</sub>基が-O-及び/又は-CO-O-によって置き換えられている場合にはこれは直鎖状であるか、又は分岐鎖状であることができる。これは好ましくは分岐鎖状であって3ないし12個の炭素原子を有する。従ってこれはなかでもビスカルボキシメチル、2,2-ビスカルボキシエチル、3,3-ビスカルボキシプロピル、4,4-ビスカルボキシブチル、5,5-ビスカルボキシペンチル、6,6-ビスカルボキシヘキシル、7,7-ビスカルボキシヘプチル、8,8-ビスカルボキシオクチル、9,9-ビスカルボキシノニル、10,10-ビスカルボキシデシル、ビス(メトキシカルボニル)メチル、2,2-ビス(メトキシカルボニル)エチル、3,3-ビス(メトキシカルボニル)プロピル、4,4-ビス(メトキシカルボニル)ブチル、5,5-ビス(メトキシカルボニル)ペンチル、6,6-ビス(メトキシカルボニル)ヘキシル、7,7-ビス(メトキシカルボニル)ヘプチル、8,8-ビス(メトキシカルボニル)オクチル、ビス(エトキシカルボニル)メチル、2,2-ビス(エトキシカルボニル)エチル、3,3-ビス(エトキシカルボニル)プロピル、4,4-ビス(エトキシカルボニル)ブチル又は5,5-ビス(エトキシカルボニル)ヘキシルである。

【0039】

式Iの化合物の好ましい比較的小さな基は以下の従属式I1ないしI15のそれら(X=H又はF)である：

【0040】

10

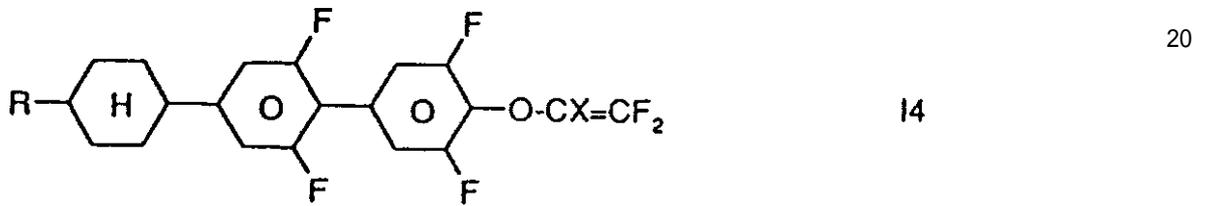
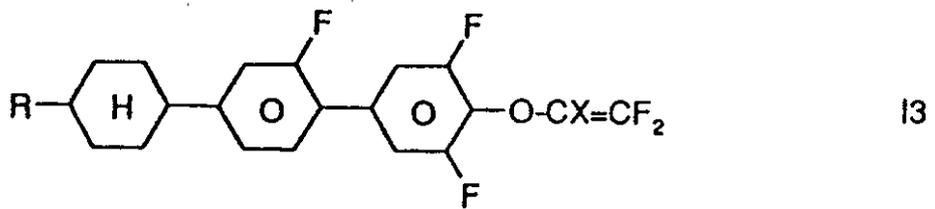
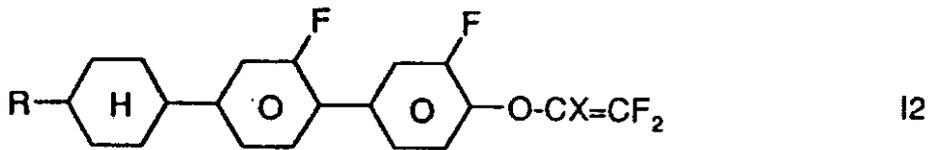
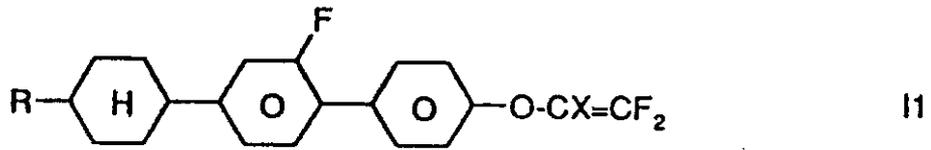
20

30

40

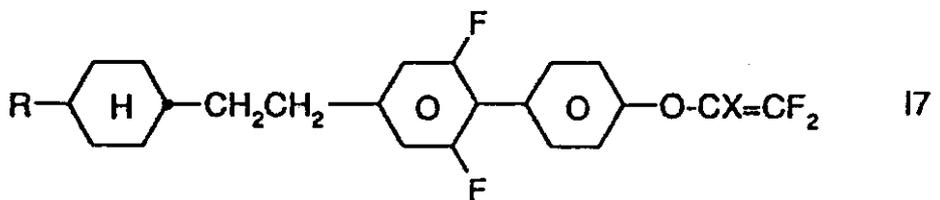
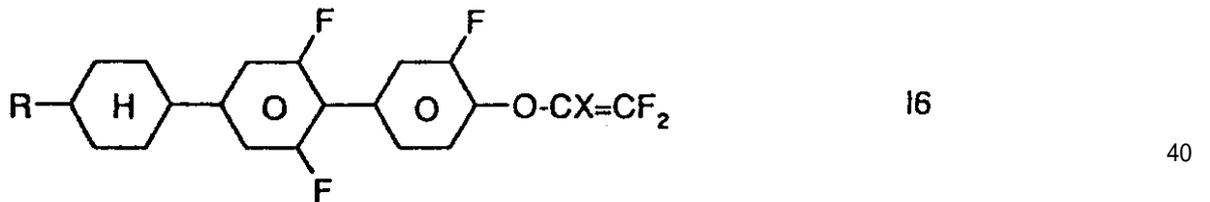
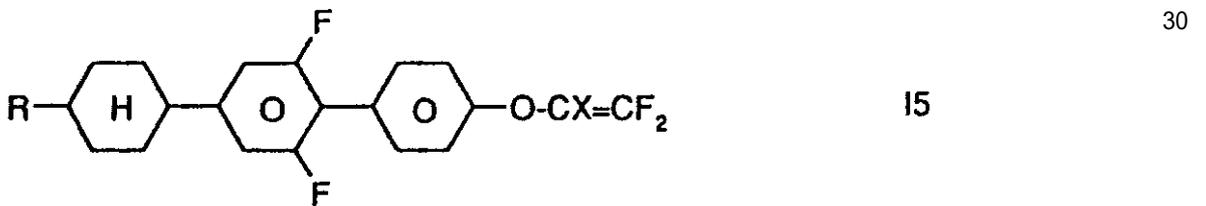
50

【化 1 1】



【 0 0 4 1】

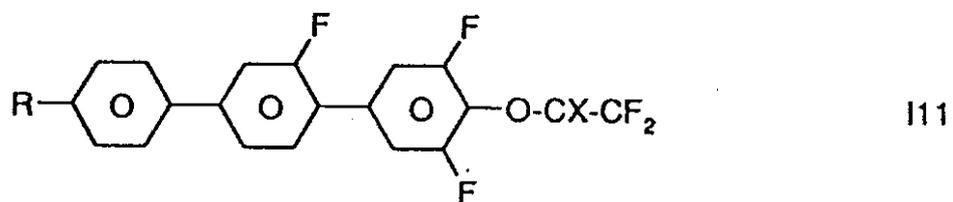
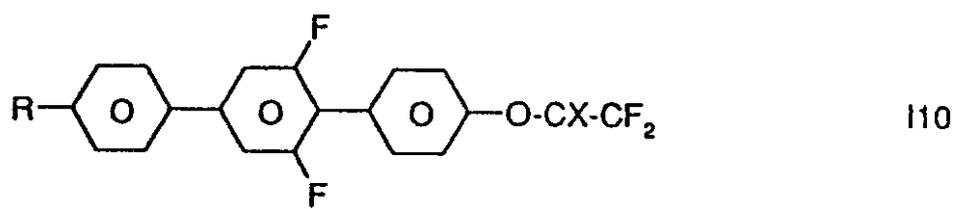
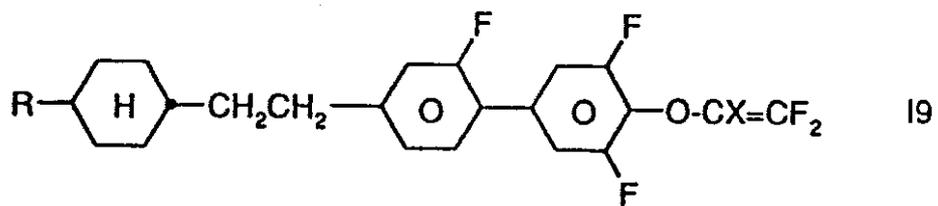
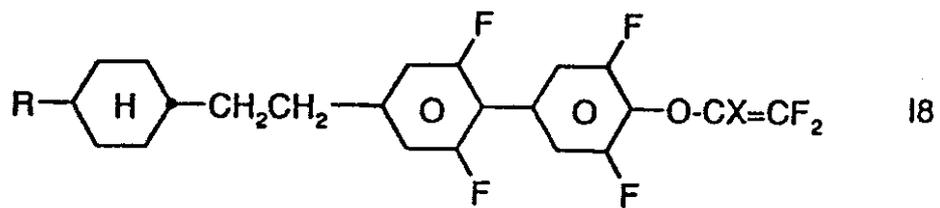
【化 1 2】



【 0 0 4 2】

50

【化 1 3】

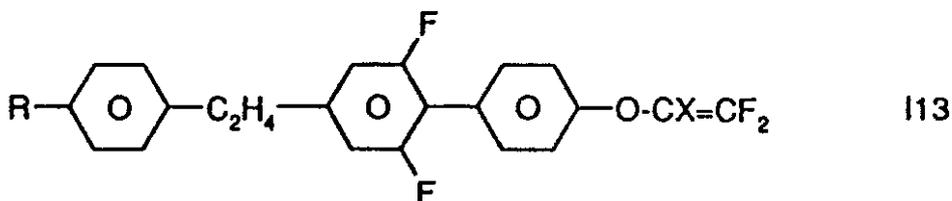
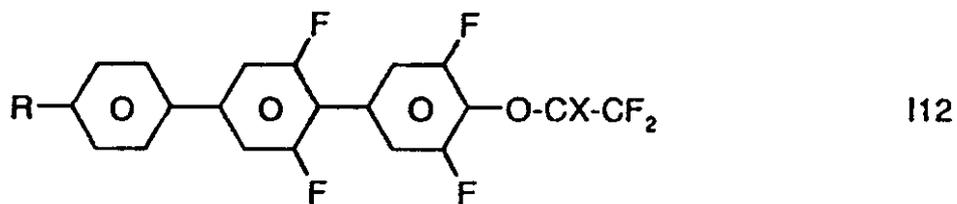


【 0 0 4 3】

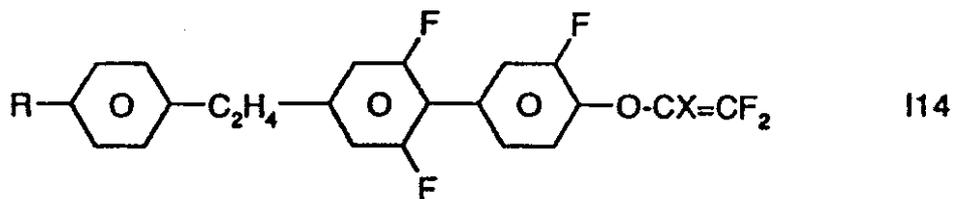
【化 1 4】

10

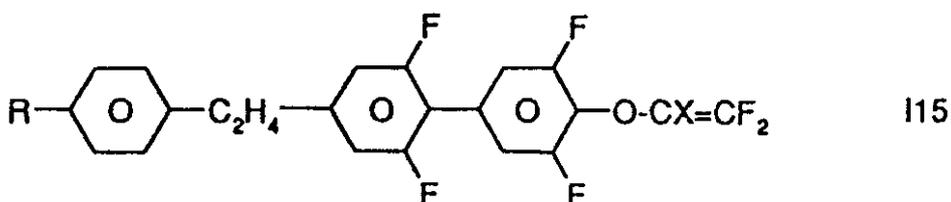
20



10



20



30

特に、式 I 2、I 3、I 4、I 8、I 9 及び I 1 2 の化合物が好ましい。

【0044】

その 1, 4 - シクロヘキセニレン基は好ましくは下記の構造

【0045】

【化15】



40

を有する。

【0046】

式 I の各化合物は文献〔例えばシュツットガルトの Georg - Thieme - Verlag 刊行の、Houben - Weyl の “Methoden der Organischen Chemie” のような標準的著作〕に記載されているように、公知であって、そのような反応に適した反応条件のもとで公知の方法により作られる。ここで、公知の種々の変法も用いることができるが、これについてはここでは詳細には記述しない。

【0047】

それらの化合物は、例えば WO - 9 2 - 0 1 1 8 5 に記述されているように作ることがで

50

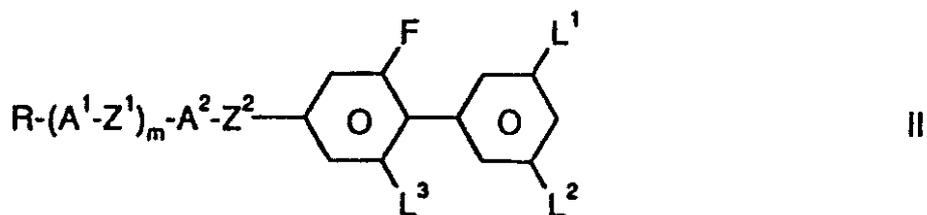
きる。

【0048】

本発明に従う各化合物は、例えば下記式 I I

【0049】

【化16】



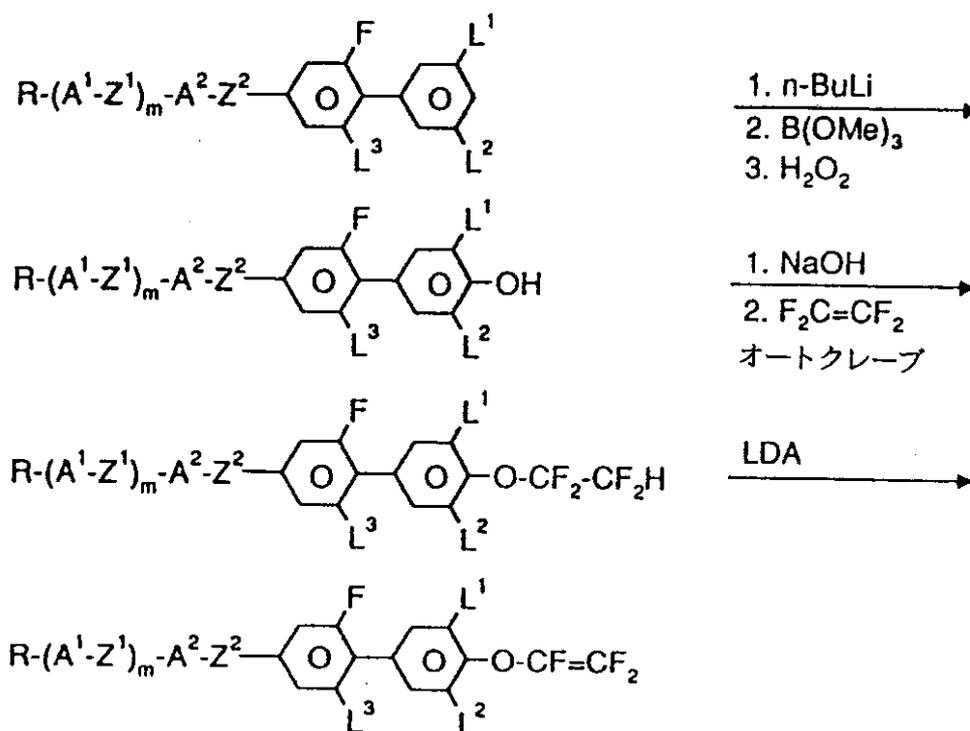
10

〔この式においてR、A<sup>1</sup>、A<sup>2</sup>、Z<sup>1</sup>、Z<sup>2</sup>、L<sup>1</sup>、L<sup>2</sup>、L<sup>3</sup>及びmは上に定義した通りである〕の化合物を以下にあげる各反応式に従って金属化し、次いでその生成物を適当な親電子試薬と反応させることにより作ることができる：

反応式 1

【0050】

【化17】



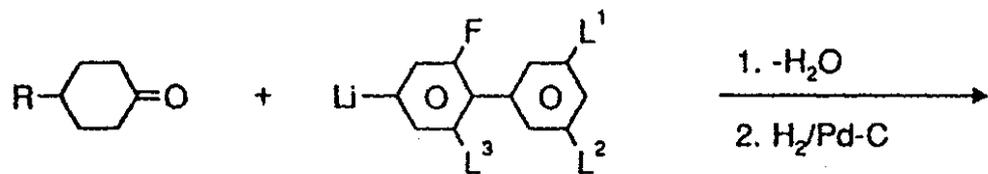
式 I の特に好ましい化合物は、例えば次のようにして作られる：

40

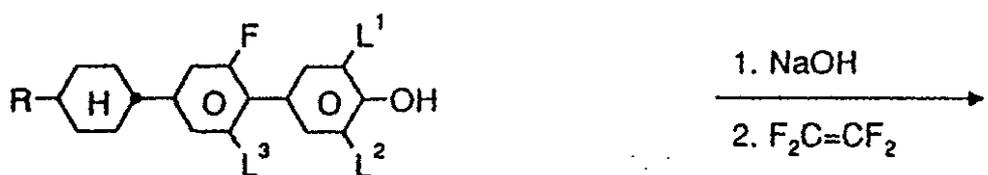
反応式 2

【0051】

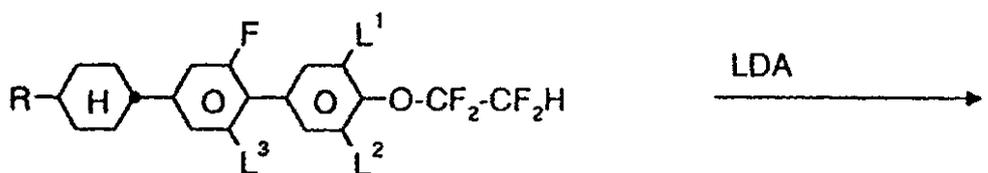
【化18】



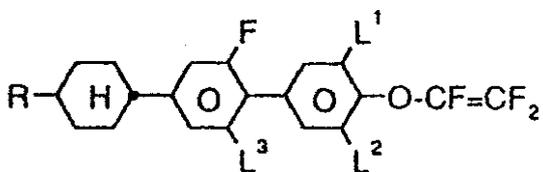
10



20



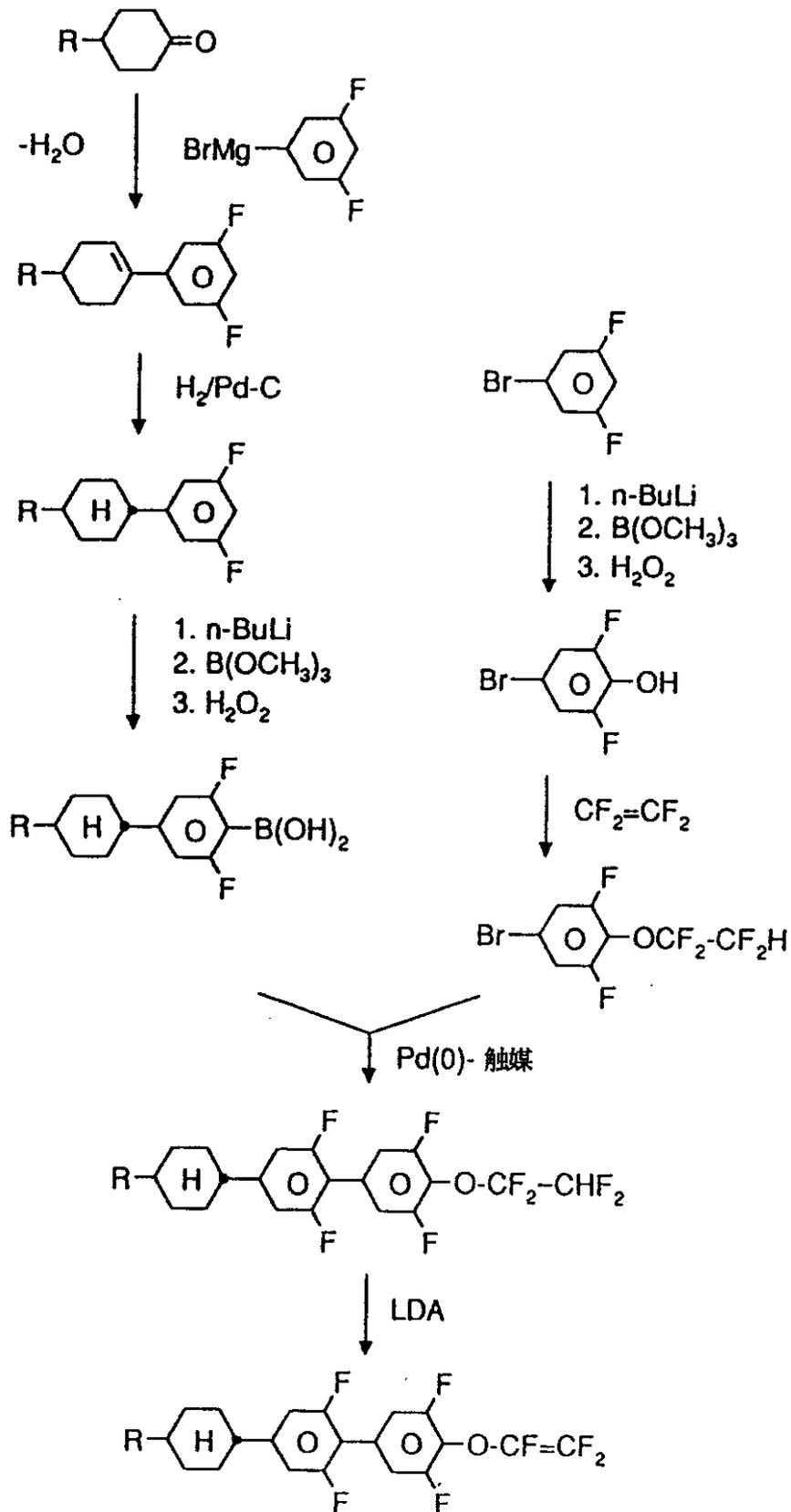
30



反応式 3

【 0 0 5 2 】

【 化 1 9 】



10

20

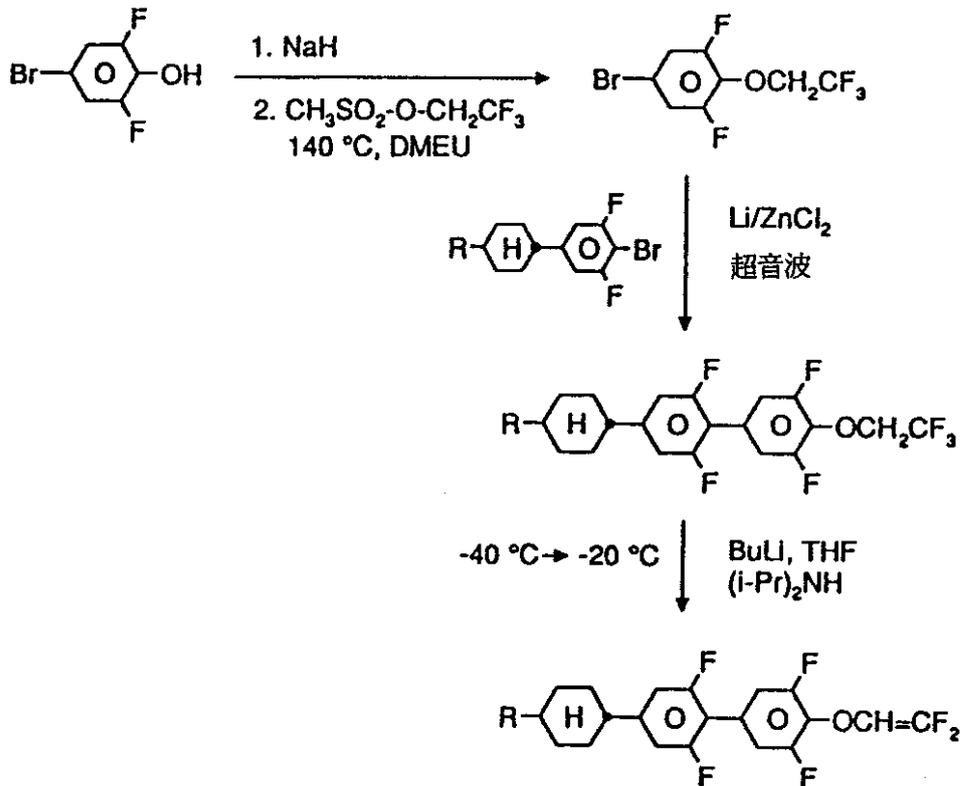
30

40

反応式 4 (  $L^3 = \text{H}$  又は  $\text{F}$  )

【 0 0 5 3 】

【 化 2 0 】



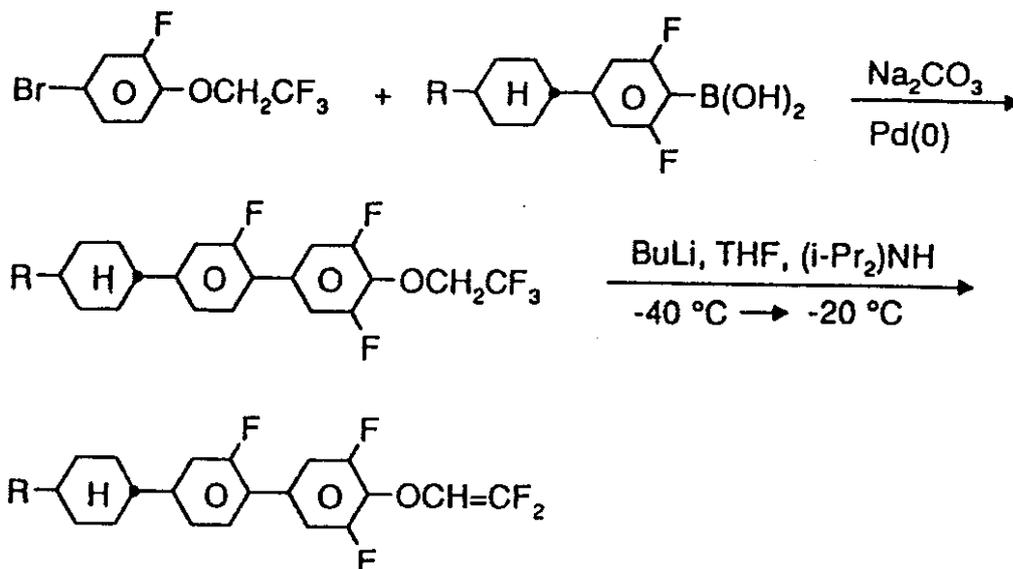
10

20

## 反応式 5

【 0 0 5 4 】

【 化 2 1 】



30

40

本発明はまた、この型の媒質を含む電気光学的な種々のディスプレイ（中でも面平行な2枚の外側プレートに有して枠とともにセルを構成するような、それら外側プレートの上の個々の像点をスイッチするための一体化された非線形素子及び正の誘電異方性と高い比抵抗とを有するネマチック液晶混合物をセルの中に有するSTNディスプレイ又はMLCディスプレイ）及びこれらの媒質を電気光学的な諸目的のために使用する方法にも関する。

【 0 0 5 5 】

本発明に従う液晶混合物は利用できるパラメータ範囲を大きく広げるのを促進する。

【 0 0 5 6 】

50

透明点、低温度における粘度、熱及び紫外線に対する安定性及び誘電異方性の到達可能な種々の組み合わせは、従来技術によるこれまでの材料よりも極めて優れている。

【0057】

高い透明点、低温度におけるネマチック相及び高い の値に対する要求は従来は不満足な程度でしか達成することができなかった。例えばZLI-3119のような系は匹敵する透明点及び比較的好ましい粘度を有するけれども、それらは僅かに+0.3の 値しか有しない。

【0058】

他の若干の混合物系が匹敵する粘度及び の値を有するけれども、それらは僅かに60の範囲の透明点しか持たない。

10

【0059】

本発明に従う液晶混合物は-20 まで、そして好ましくは-30 まで、特に好ましくは-40 までの低い温度においてネマチック相を維持しながら80 以上、好ましくは90 以上、特に好ましくは100 以上の透明点に達することを可能とし、同時に誘電異方性の値 6、好ましくは 8及び高い比抵抗値に達することが可能であり、このことは優れたSTN及びMLCディスプレイに達し得ることを意味する。これらの混合物はなかでも低い作動電圧によって特徴づけられる。それらTN閾値(VIP)は2.0ボルト以下、好ましくは1.5ボルト以下、特に好ましくは1.3Vよりも低い。

【0060】

本発明に従う混合物の各成分を適当に選ぶことによって比較的高い閾値電圧において高い透明点(例えば110 以上)に到達することも許容され、或いは他の有利な諸性質を維持しながら比較的低い閾値電圧において低い透明点に達することも許容されることは言うまでもない。粘度が対応的に小さな値だけ上昇したときに比較的高い の値、また従って低い閾値電圧の混合物を得ることが同様に可能である。本発明に従うMLCディスプレイは好ましくはGooch及びTarryの第1透過極小〔C.H. Gooch 及び H.A. Tarry: "Electron. Lett." 10, 2-4 (1974)、C.H. Gooch 及び H.A. Tarry: "Appl. Phys." 第8巻、1575-1584 (1975)〕において作動するが、この場合に、類似のディスプレイにおける同じ閾値電圧において、例えば特性曲線の勾配の高いことやコントラストの角度依存性の低いことのような特に好ましい電気光学的諸性質(ドイツ特許3022818)に加えて、その第2極小における低い誘電異方性が充分である。これは本発明に従う混合物を用いた場合に、その第1極小においてシアノ化合物を含む混合物よりも著しく高い比抵抗値に達することを許容する。当業者は個々の成分及びそれらの重量割合を適当に選ぶことによって、MLCディスプレイの或る予め特定された層厚さについて必要な複屈折性を作り出すために簡単な通常的方法を用いることができる。

20

30

【0061】

20 における粘度は好ましくは60 mPa·sよりも低く、なかでも好ましくは50 mPa·sよりも低い。そのネマチック層の範囲は好ましくは少なくとも90、特に少なくとも100 である。この範囲は少なくとも-20 から+80 までに及ぶ。

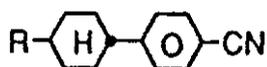
【0062】

「容量保持率」〔Capacity holding ratio〕(HR)の測定〔S. Matsumoto等: "Liquid Crystals" 5, 1320 (1989)、K. Niwa等: 1984年6月のサンフランシスコにおける"Proc. SID Conference"、304頁(1984)、G. Weber等: "Liquid Crystals" 5, 1381 (1989)〕は本発明に従う式Iの化合物を含む混合物が式Iの化合物を下記式

40

【0063】

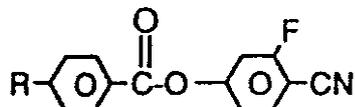
【化22】



のシアノフェニルシクロヘキサン、又は下記式

【0064】

【化23】



10

のエステルで置き換えた類似の混合物よりも温度上昇とともに著しく低いHRの低下が示されたことを示した。

【0065】

本発明に従う混合物の紫外線安定性も著しく良好であり、すなわちそれらは紫外線にさらしたときにHRの著しく僅かな上昇しか示さない。

【0066】

本発明に従う媒質は、好ましくは複数種、好ましくは2種以上の式Iの化合物に基づき、すなわちこれら化合物の割合は5 - 95%、好ましくは10 - 60%、そして特に好ましくは20 - 50%の範囲である。

20

【0067】

本発明に従う媒質において用いることのできる式IないしXI、及びそれらの各従属式の個々の化合物は公知であるか、又は公知の化合物と同様にして作ることができる。

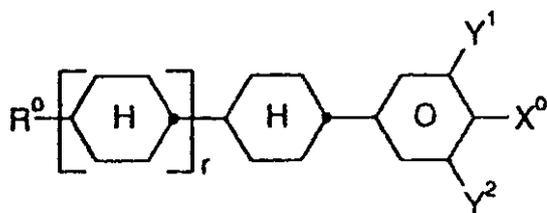
【0068】

好ましい具体例のいくつかを以下にあげる：  
、下記一般式IIないしV、すなわち

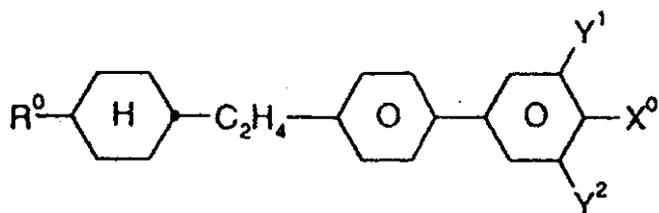
追加的に

【0069】

【化24】

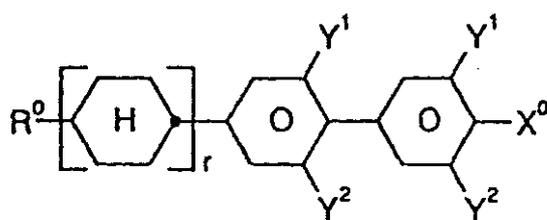


II



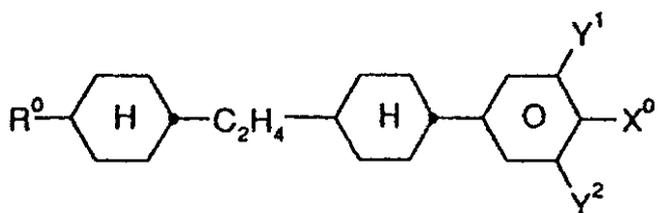
III

10



IV

20



V

〔但しこれらの式において

$R^0$  は、それぞれ9個までの炭素原子を有するn-アルキル、オキサアルキル、フルオ 30  
ルアルキル又はアルケニルを表わし、

$X^0$  はF、Cl、 $CF_3$ 、 $OCF_3$ 、 $OCHF_2$ 、 $OCH=CF_2$ 、 $OCF=CF_2$ 、  
 $OCFH=CF_2$ 、 $H$ 、 $OCF_2-CF_2$ 、 $H$ 又は $OCH_2CF_3$ を表わし、

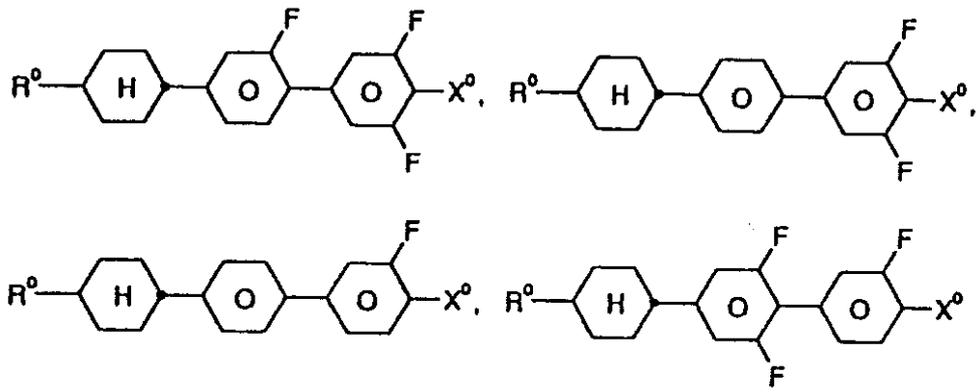
$Y^1$  及び $Y^2$  は互いに独立にH又はFを表わし、そして

$r$  は0又は1である〕

よりなる群から選ばれる1つ以上の化合物を含む媒質。ここで、式I-Vの化合物は好まし  
くは

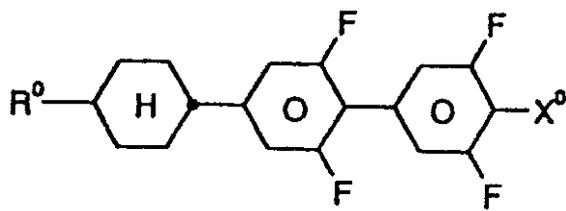
【0070】

【化25】



10

又は



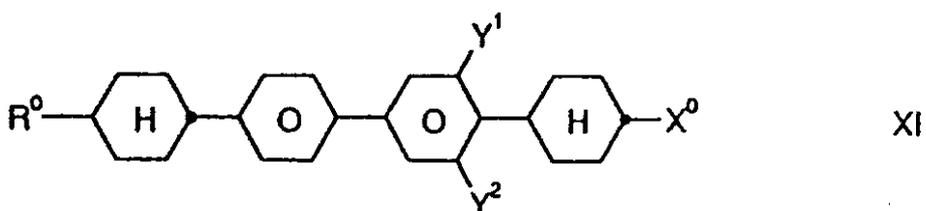
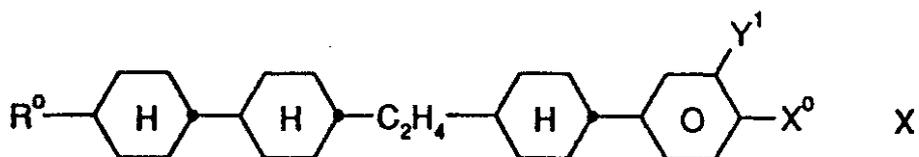
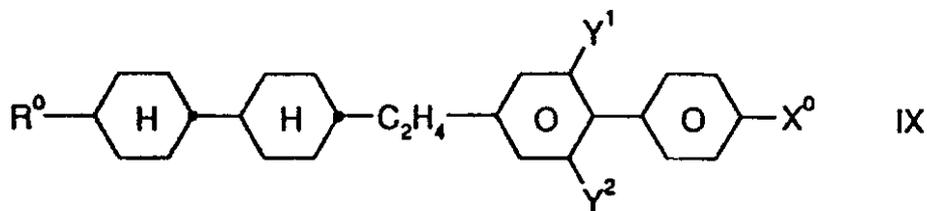
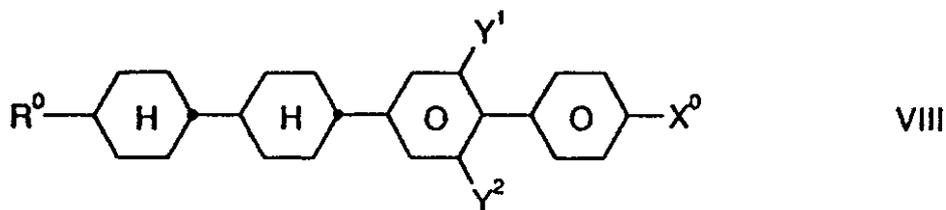
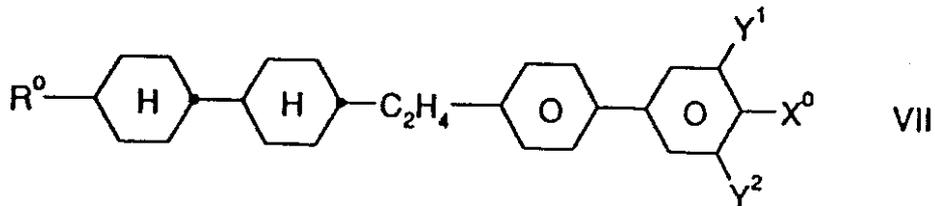
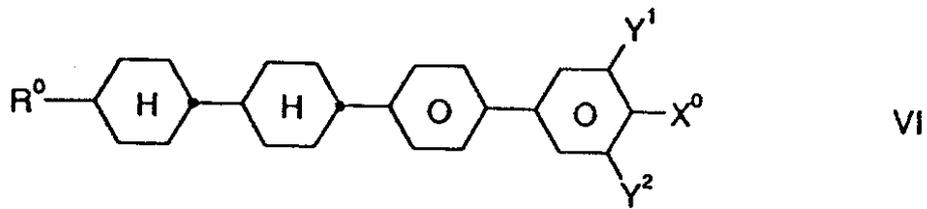
20

である。

追加的に、下記一般式 V I ないし X I、すなわち

【 0 0 7 1 】

【 化 2 6 】



〔但しこれらの式において $R^0$ 、 $Y^1$ 及び $Y^2$ は、それぞれ互いに独立に、上記一般式 I ないし V に定義した通りであり、そして $X^0$ は $F$ 、 $Cl$ 、 $CF_3$ 、 $O CF_3$ 、 $O CH F_2$ 、それぞれ 7 個までの炭素原子を有するアルキル、オキサアルキル、フルオルアルキル又はアルケニルを表わす〕よりなる群から選ばれる 1 つ以上の化合物を含む媒質。

式 I ないし V の化合物の割合は、合計して全混合物の重量の少なくとも 50 % である。

全混合物の中の式 I の各化合物の割合は 10 ないし 50 重量 % である。

全混合物の中の式 I ないし V の各化合物の割合は 30 ないし 70 重量 % である。

下記の式、すなわち

【0072】

【化27】

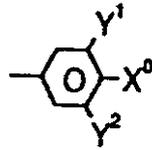
10

20

30

40

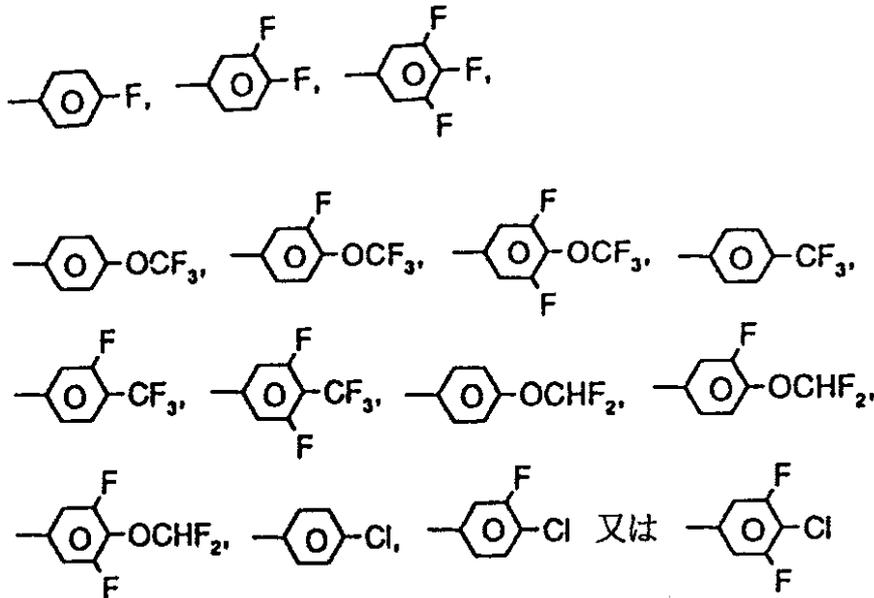
50



は好ましくは

【0073】

【化28】



10

20

である。

その媒質は式 I I、I I I、I V 又は V の化合物を含む。

R<sup>0</sup> は 2 ないし 7 個の炭素原子を有する直鎖状のアルキル基又はアルケニル基である。

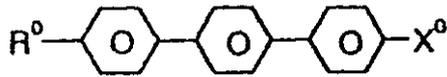
その媒質は本質的に、式 I ないし V の化合物を含む。

その媒質は更に、好ましくは下記一般式 X I I ないし X V I、すなわち

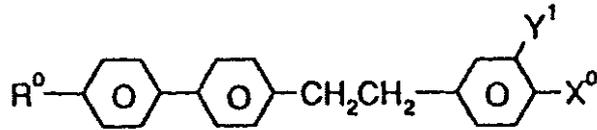
【0074】

【化29】

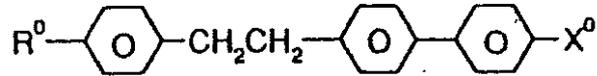
30



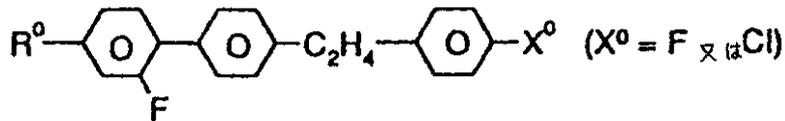
XII



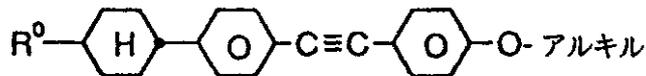
XIII



XIV



XV



XVI

〔但しこれらの式において $R^0$ 及び $X^0$ は上に定義した通りであり、そしてそれらの1,4-フェニレン環はCN、塩素又は弗素によって置換されていることができ、そしてそれらの1,4-フェニレン環は好ましくは弗素原子によりモノ置換又はポリ置換されている〕よりなる群から選ばれた種々の化合物を含む。

化合物(I)/化合物(III+III+III+V)の重量比は好ましくは1/10ないし10/1である。

その媒質は本質的に一般式IないしXIよりなる群から選ばれる種々の化合物を含む。

#### 【0075】

本発明者等は、通常の種々の液晶物質と混合され、但し特別には上記式III、III、III及び/又はVの1つ又はそれ以上の化合物と混合された式Iの化合物の比較的小さな割合でさえもその閾値電圧の顕著な低下、及び複屈折の低い値をもたらすこと、及び同時に低いスメクチック/ネマチック転位温度を有する広いネマチック相が観測されること、そしてその結果として貯蔵寿命が改善されることを見出した。式IないしVの化合物は無色であり、安定であって、相互に、及び他の液晶物質と容易に混和する。

#### 【0076】

ここで「アルキル」の語は、1ないし7個の炭素原子を有する直鎖状及び分岐鎖状のアルキル基、なかでもメチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル及びヘプチルの直鎖状基を包含する。一般に2ないし5個炭素原子を有する基が好ましい。

#### 【0077】

「アルケニル」の語は、2ないし7個の炭素原子を有する直鎖状及び分岐鎖状のアルキル基、なかでも直鎖状の基を包含する。好ましいアルケニル基は $C_2 - C_7$ の1E-アルケニル、 $C_4 - C_7$ の3E-アルケニル、 $C_5 - C_7$ の4-アルケニル、 $C_6 - C_7$ の5-アルケニル及び $C_7$ の6-アルケニルであり、中でも $C_2 - C_7$ の1E-アルケニル、 $C_4 - C_7$ の3E-アルケニル及び $C_5 - C_7$ の4-アルケニルである。好ましいアルケニル基の例は、ビニル、1E-プロペニル、1E-ブテニル、1E-ペンテニル、1E-ヘキセニル、1E-ヘプテニル、3-ブテニル、3E-ペンテニル、3E-ヘキセニル、3E-ヘプテニル、4-ペンテニル、4Z-ヘキセニル、4E-ヘキセニル、4Z-ヘプテニル、5-ヘキセニル、6-ヘプテニル等である。一般に5個までの炭素原子を有する基が好ましい。

10

20

30

40

50

## 【0078】

「フルオルアルキル」の語は好ましくは末端弗素原子を有する直鎖状基、すなわちフルオルメチル、2-フルオルエチル、3-フルオルプロピル、4-フルオルブチル、5-フルオルペンチル、6-フルオルヘキシル及び7-フルオルヘプチルを包含する。しかしながら他の位置の弗素も除外されない。

## 【0079】

「オキサアルキル」の語は好ましくは、式  $C_n H_{2n+1} - O - (CH_2)_m$  において  $n$  及び  $m$  がそれぞれ互いに独立に1ないし6であるような直鎖状基を包含する。 $n$  は好ましくは1であり、そして  $m$  は好ましくは1ないし6である。

## 【0080】

$R^0$  及び  $X^0$  を適当に選ぶことによって、アドレス時間、閾値電圧、透過特性曲線の勾配等を所望のように修飾することができる。例えば1E-アルケニル基、3E-アルケニル基、2E-アルケニルオキシ基等は一般に、アルキル基やアルコキシ基に比して短いアドレス時間、改善されたネマチック傾向及び弾性定数  $k_{33}$  (曲げ) と  $k_{11}$  (スプレイ) との比較的高い比率を与える。4-アルケニル基、3-アルケニル基等は一般に、アルキル基やアルコキシ基と比較して低い閾値電圧及び低い  $k_{33} / k_{11}$  の値を与える。

10

## 【0081】

$Z^2$  の中の  $-CH_2-CH_2-$  の基は一般に、単純な共有結合に比して高い  $k_{33} / k_{11}$  の値をもたらす。 $k_{33} / k_{11}$  の比較的高い値は、例えば  $90^\circ$  ツイストを有するTNセル(灰色色調を与えるための)において、より平坦な透過特性曲線を、そしてSTN、SBE及びOMIセルにおいて、より急勾配の透過特性曲線(より大きなマルチプレックス能)を与え、またその逆もまた同じとなる。

20

## 【0082】

式Iの化合物と式II+III+IV+Vの各化合物との最適の混合比は実質的に所望の諸性質、それら式I値II、III、IV及び/又はVの化合物の選択及び他の存在し得る諸成分の選択に依存する。上述の範囲内での好適な混合比はそのときどきに容易に求めることができる。

## 【0083】

本発明に従う混合物の中の式IないしXIの化合物の合計量は決定的ではない。従って各混合物は種々の性質を最適化するために1つ又はそれ以上の他の成分を含むことができる。しかしながらアドレス時間及び閾値電圧について観測された効果は一般に、式IないしXIの化合物の合計濃度が高ければ高い程大きい。

30

## 【0084】

特に好ましい具体例の1つでは、本発明に従う媒質は式IIないしV(好ましくはII及び/又はIII)において  $X^0$  が  $OCF_3$ 、 $OCHF_2$ 、 $F$ 、 $OCH=CF_2$ 、 $OCF=CF_2$  又は  $OCF_2-CF_2H$  であるような化合物を含む。式Iの化合物との好ましい相乗効果が特に有利な種々の性質をもたらす。

## 【0085】

STNへの用途には、その媒質は好ましくは、式IIないしVにおいて  $X^0$  が好ましくは  $OCHF_2$  又は  $CN$  である化合物よりなる群から選ばれる化合物を含む。

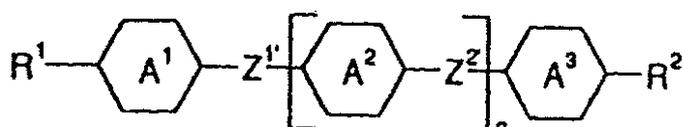
40

## 【0086】

本発明に従う媒質は更に、誘電異方性の値が  $-1.5$  から  $+1.5$  までである下記一般式I'

## 【0087】

## 【化30】



50

(但しこの式において

$R^1$  及び  $R^2$  はそれぞれ互いに独立に、9個までの炭素原子を有する  $n$ -アルキル、 $n$ -アルコキシ、 $n$ -フルオルアルキル又は  $n$ -アルケニルであり、

【0088】

【化31】



はそれぞれ互いに独立に、1,4-フェニレン、2-又は3-フルオル-1,4-フェニレン、*trans*-1,4-シクロヘキシレン又は1,4-シクロヘキセニレンを表わし

10

$Z^1$  及び  $Z^2$  はそれぞれ互いに独立に、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-C-C-$ 、 $-CO-O-$ 、 $-O-CO-$  又は単結合を表わし、そして  $n$  は0、1又は2を表わす)の1つ又はそれ以上の化合物を含む成分Aを含有することができる。

【0089】

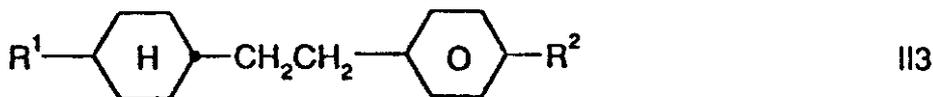
成分Aは好ましくは下記式II1ないしII7

【0090】

【化32】



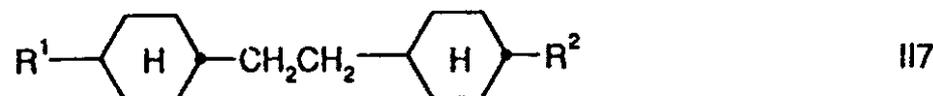
20



30



40



(これらの式において  $R^1$  及び  $R^2$  は式I'について定義したと同じである)よりなる群

50

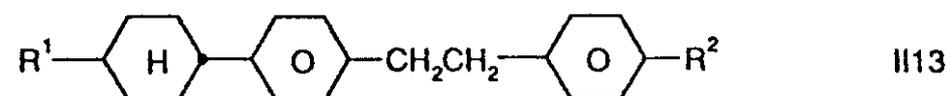
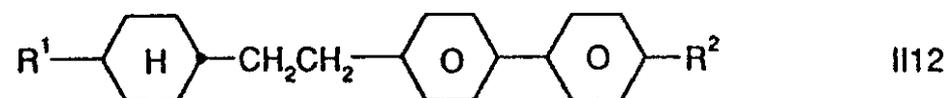
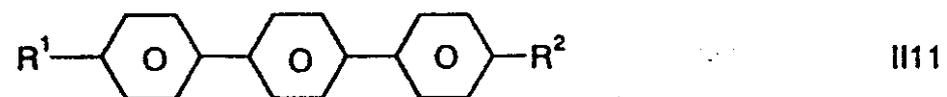
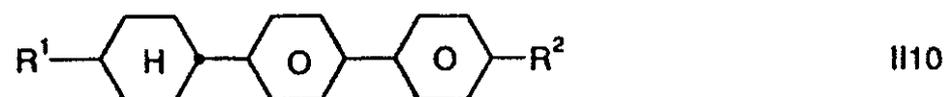
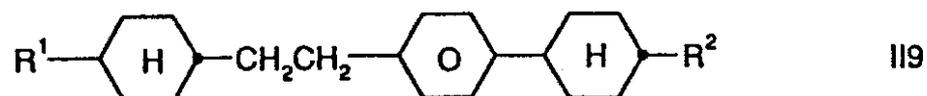
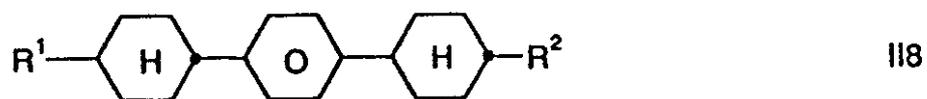
から選ばれた1つ又はそれ以上の化合物を含む。

【0091】

成分Aは好ましくは追加的に、下記式II8ないしII20

【0092】

【化33】



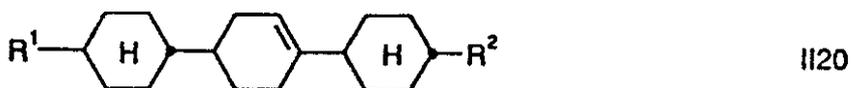
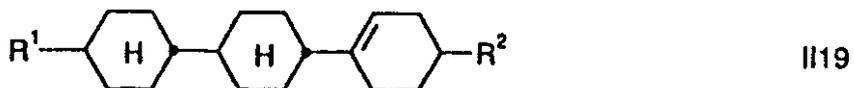
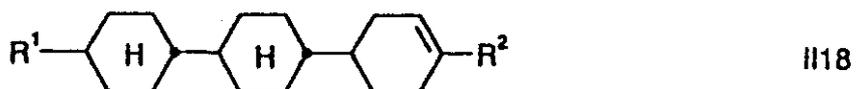
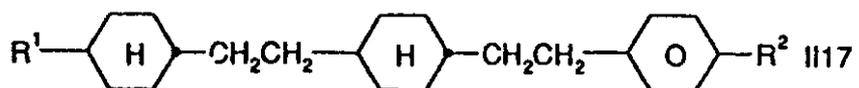
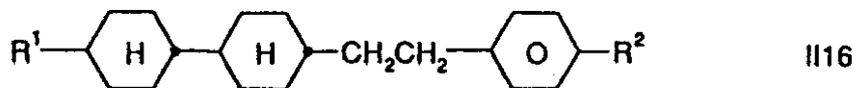
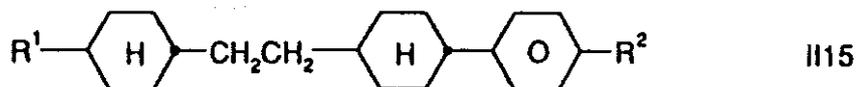
【0093】

【化34】

10

20

30



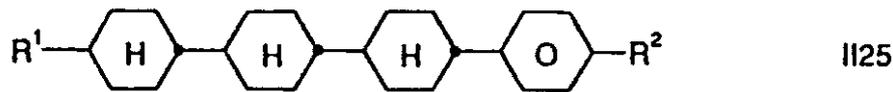
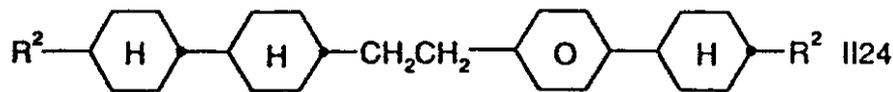
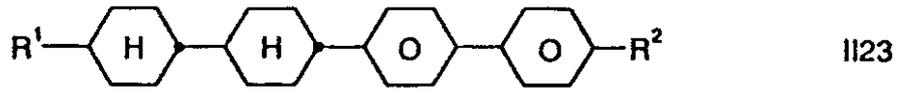
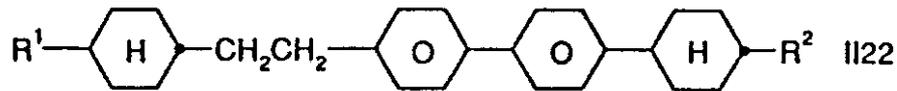
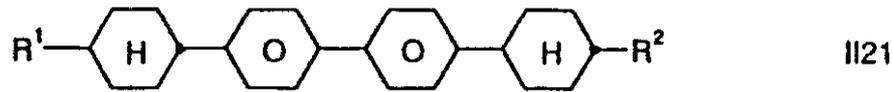
(これらの式において $R^1$ 及び $R^2$ は式I'について定義したと同じであり、そして式I I 8ないし式I I 17において各1,4-フェニレン基は互いに独立に弗素によりモノ置換又はポリ置換されていてもよい)よりなる群から選ばれた1つ又はそれ以上の化合物を含む。

【0094】

更にまた、成分Aは追加的に、下記式I I 21ないしI I 25

【0095】

【化35】



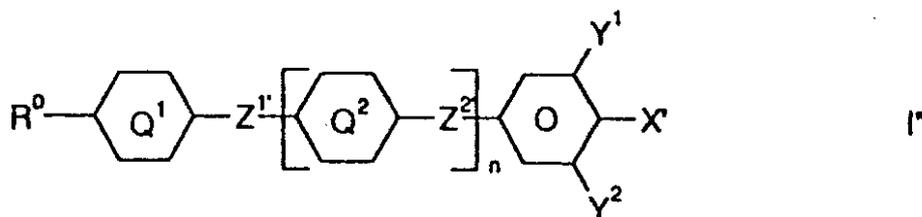
(これらの式において $R^1$ 及び $R^2$ は式I'について定義したと同じであり、そしてそれら式II21ないしII25の中の各1,4-フェニレン基はそれぞれ互いに独立に弗素によってモノ置換又はポリ置換されていてもよい)よりなる群から選ばれる1つ又はそれ以上の化合物を含む。

【0096】

正の誘電異方性値を有する各極性化合物の型及びその量はそれ自身決定的ではない。当業者は、公知であって多くの場合には市販で入手できる各成分及び基礎混合物の広い範囲の中から適当な物質を選ぶのに簡単な日常の実験を用いることができる。本発明に従う各媒質は好ましくは下記式I''

【0097】

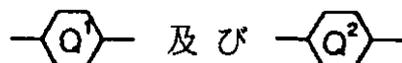
【化36】



(この式において $Z^1$ 、 $Z^2$ 及び $n$ は式I'について定義したと同じであり、

【0098】

【化37】



はそれぞれ互いに独立に1,4-フェニレン、trans-1,4-シクロヘキシレン又は3-フルオル-1,4-フェニレンであり、そして

【0099】

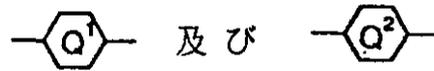
【化38】

10

20

30

40



は択一的に *trans*-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-ジイル又は1,4-シクロヘキセニレンであり、 $R^0$  は、いずれも9個までの炭素原子を有する、*n*-アルキル、*n*-アルケニル、*n*-アルコキシ又は*n*-オキサアルキルであり、 $Y^1$  又は $Y^2$  はH又はFを表わし、そして $X'$  はCN、ハロゲン、 $CF_3$ 、 $OCF_3$  又は $OCHF_2$  を表わす)の1つ又はそれ以上の化合物を含む。

【0100】

好ましい具体例の1つにおいてSTN又はTNに用いるための本発明に従う各媒質は式I''において $X'$ がCNである化合物に基づく。より少ない、又はより大きい割合の式I''の他の化合物( $X' = CN$ )も可能であることは言うまでもない。MLCに用いるための本発明に従う各媒質は好ましくは、僅かに約10%までの式I''のニトリル化合物(但し好ましくは、式I''のニトリル化合物ではなくてその代わりに式I'において $X'$ がハロゲン、 $CF_3$ 、 $OCF_3$  又は $OCHF_2$  である化合物)を含む。これらの媒質は好ましくは式I IないしX Iの各化合物に基づく。

10

【0101】

本発明に従う各媒質は、スイッチングに際してピクセルの容量の変化が僅かであることが望まれるような用途(例えばMIMディスプレイやTF-Tディスプレイ等)のためには好ましくは

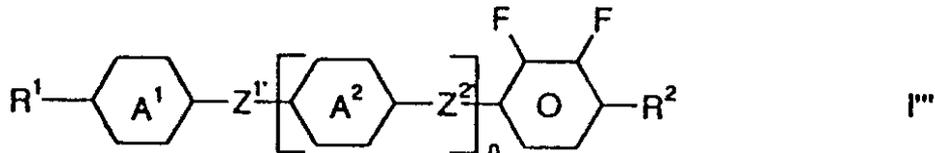
20

- 6                      - 1.5

の範囲の誘電異方性値を有する1つ以上の下記式I'''

【0102】

【化39】



30

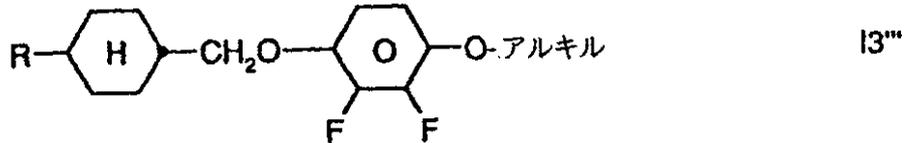
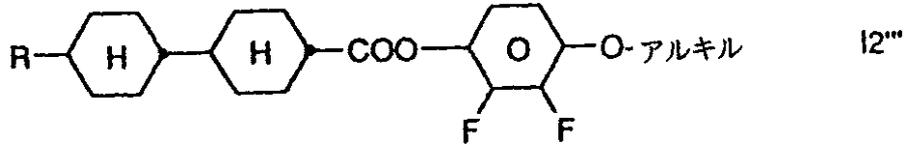
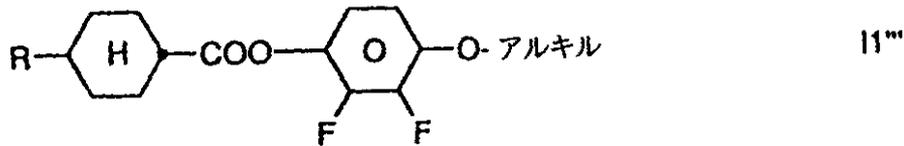
(この式において $R^1$ 、 $A^1$ 、 $Z^{1'}$ 、 $A^2$ 、 $Z^{2'}$ 、 $n$ 及び $R^2$  は式I'について説明した通りである)の化合物を含む。

【0103】

下記式I 1'''ないしI 3'''

【0104】

【化40】



10

の化合物が好ましい。

【0105】

本発明に従うSTNディスプレイ及びMLCディスプレイの、ポラライザ、電極基板及び表面処理した種々の電極からなる構造はこの型の各種ディスプレイについて慣用的である構造に相当する。ここで「慣用的構造」の語は広い意味で用いられ、そしてMLCディスプレイの全ての誘導型装置及び修飾型装置をも包含し、特にポリ-Si TFT又はMIMに基づくマトリクスディスプレイ要素をも包含する。

20

【0106】

しかしながら本発明に従う各種ディスプレイとねじれネマチックセルに基づく従来の慣用的なそれらとの間の本質的差異の1つはその液晶層内の各種液晶パラメータの選択である。

【0107】

本発明に従い使用することのできる液晶混合物は従来の慣用的な態様で作られる。一般に、比較的少ない量で用いられる各成分の所望量を主要な構成成分をなすいくつかの成分の中に、好都合には高められた温度において溶解させる。各種成分の、例えばアセトン、クロロホルム、又はメタノールのような有機溶剤の中の溶液を混合し、そして十分に混合した後で再びその溶剤を、例えば蒸留によって除去することも可能である。

30

【0108】

それら誘電体はまた、当業者に知られていて文献に記述されている他の種々の添加剤をも含むことができる。例えば、0ないし15%の、多色性染料又はキラルドープ剤を添加することができる。

【0109】

以下にあげる表においてCは結晶相を、Sはネマチック相を、S<sub>C</sub>はスメクチックC相を、Nはネマチック相を、Iは等方性相を表わす。

40

【0110】

V<sub>10</sub>は10%透過(プレート表面に対して垂直な視角)に対する電圧をあらわす。t<sub>on</sub>は、V<sub>10</sub>の値の2.5倍に相当する作動電圧におけるスイッチオン時間を、そしてt<sub>off</sub>はスイッチオフ時間を表わす。nは光学異方性の値を、そしてn<sub>0</sub>は屈折率を表わす。

は誘電異方性( = - , 但し は分子の長手軸に平行方向の誘電率で、 はこれと垂直方向の誘電率である)を表わす。電気光学的諸データは特に別に言及しない限り、20における第1極小において(すなわちd・n値が0.5において)TNセルの中で測定した。光学的諸データは特に別に言及しない限り20において測定した。

【0111】

50

この応用例及び以下にあげる諸例において各液晶化合物の構造は略記号で示してあるが、その化学式への変換は以下の表 2 ないし表 7 に従う。 $C_n H_{2n+1}$  及び  $C_m H_{2m+1}$  の基は全て  $n$  又は  $m$  個の炭素原子を含む直鎖状アルキル基である。表 4 ないし 7 にあげた記号法は自明である。表 2 ないし 3 においては基礎構造についての略記号だけをあげてある。個々の場合においてその基礎構造についての略記号に、ハイフンで隔てて各置換基  $R^1$ 、 $R^2$ 、 $L^1$  及び  $L^2$  についての記号が後続している。

【 0 1 1 2 】

【表 1】

$R^1, R^2, L^1, L^2$ の標識	$R^1$	$R^2$	$L^1$	$L^2$
$nm$	$C_n H_{2n+1}$	$C_m H_{2m+1}$	H	H
$nOm$	$C_n H_{2n+1}$	$OC_m H_{2m+1}$	H	H
$nO.m$	$OC_n H_{2n+1}$	$C_m H_{2m+1}$	H	H
$n$	$C_n H_{2n+1}$	CN	H	H
$nN.F$	$C_n H_{2n+1}$	CN	H	F
$nF$	$C_n H_{2n+1}$	F	H	H
$nOF$	$OC_n H_{2n+1}$	F	H	H
$nCl$	$C_n H_{2n+1}$	Cl	H	H
$nF.F$	$C_n H_{2n+1}$	F	H	F
$nF.F.F$	$C_n H_{2n+1}$	F	F	F
$nCF_3$	$C_n H_{2n+1}$	$CF_3$	H	H
$nOCF_3$	$C_n H_{2n+1}$	$OCF_3$	H	H
$nOCF_2$	$C_n H_{2n+1}$	$OCHF_2$	H	H
$nS$	$C_n H_{2n+1}$	NCS	H	H
$rVsN$	$C_1 H_{2r+1} - CH=CH - C_s H_{2s-}$	CN	H	H
$rEsN$	$C_1 H_{2r+1} - O - C_2 H_{2s-}$	CN	H	H
$nAm$	$C_n H_{2n+1}$	$COOC_m H_{2m+1}$	H	H
$nOCCF_2.F.F$	$C_n H_{2n+1}$	$OCH_2CF_2H$	F	F

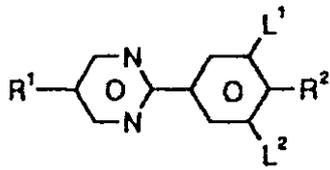
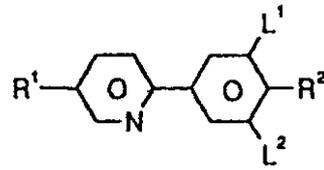
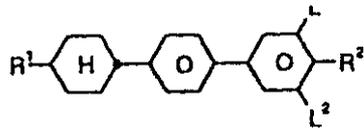
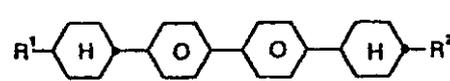
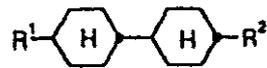
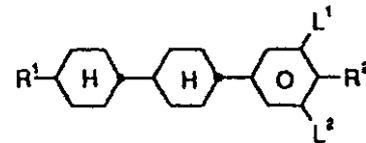
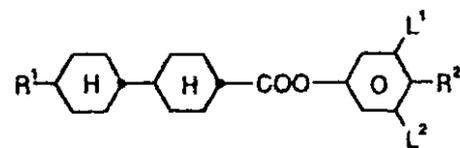
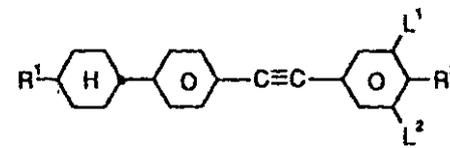
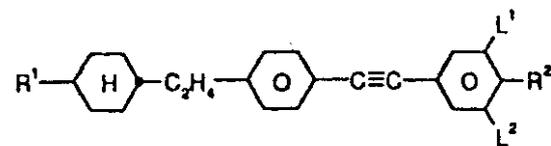
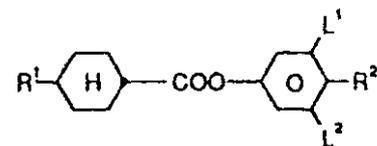
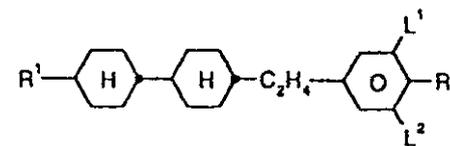
10

20

30

【 0 1 1 3 】

【表 2】

**PYP****PYRP****BCH****CBC****CCH****CCP****CP****CPTP****CEPTP****D****ECCP**

【 0 1 1 4 】

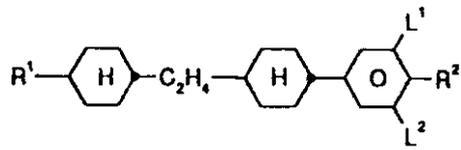
【 表 3 】

10

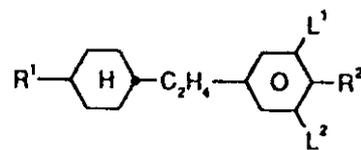
20

30

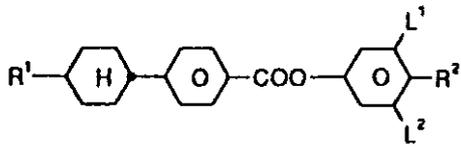
40



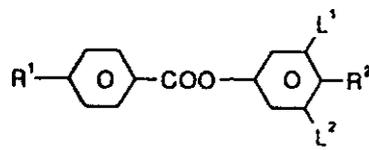
CECP



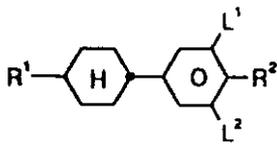
EPCH



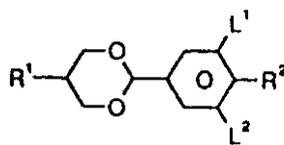
HP



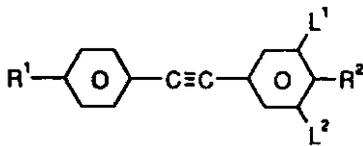
ME



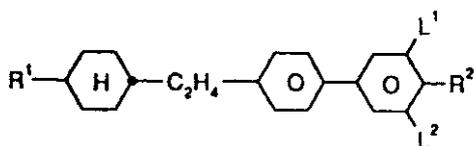
PCH



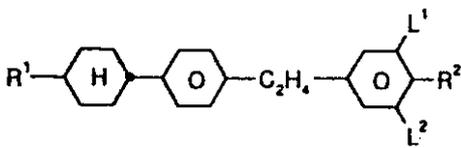
PDX



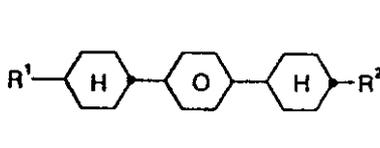
PTP



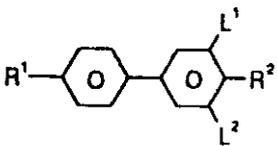
BECH



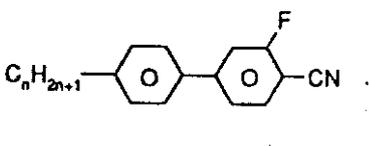
EBCH



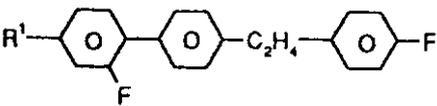
CPC



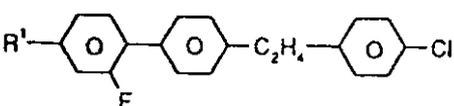
B



B-nN.F



FET-nF



FET-nCl

10

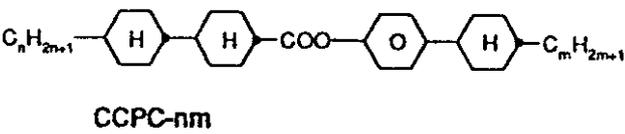
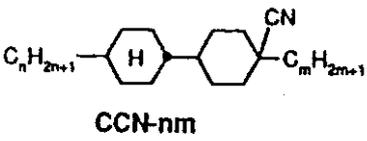
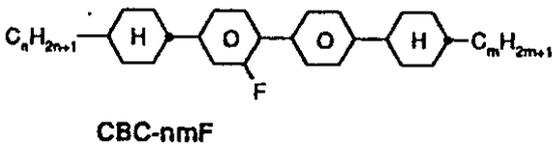
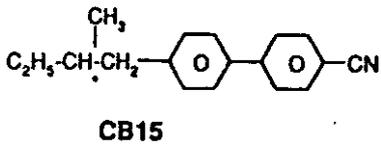
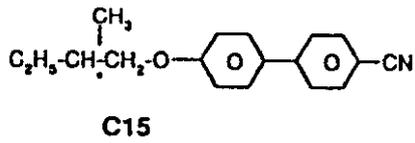
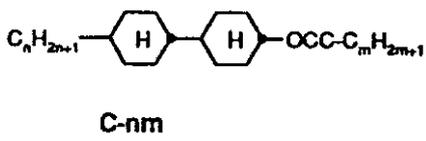
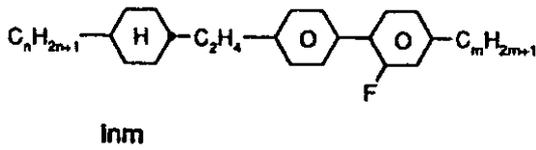
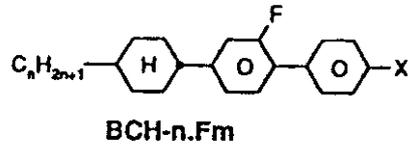
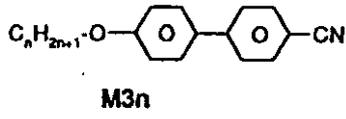
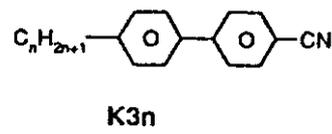
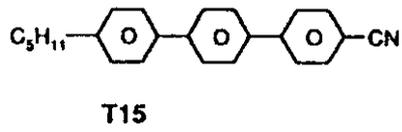
20

30

40

【 0 1 1 5 】

【 表 4 】



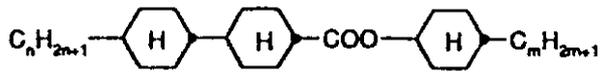
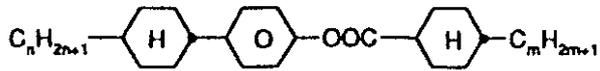
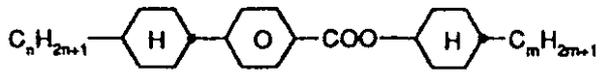
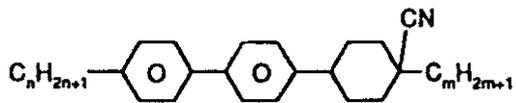
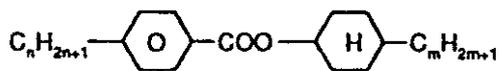
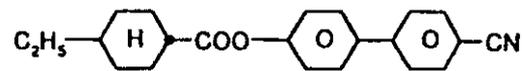
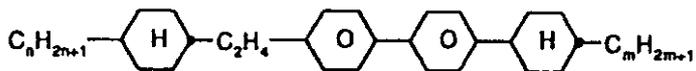
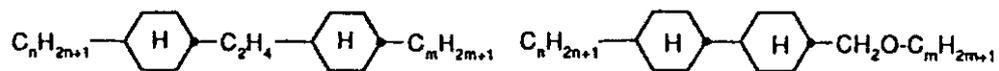
10

20

30

【 0 1 1 6 】

【 表 5 】

**CH-nm****HD-nm****HH-nm****NCB-nm****OS-nm****CHE****ECBC-nm****ECCH-nm****CCH-n1EM**

【 0 1 1 7 】

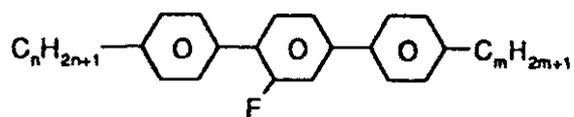
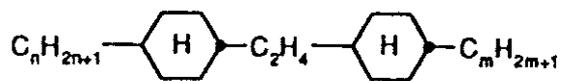
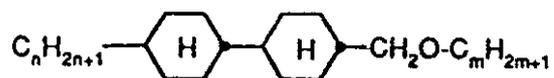
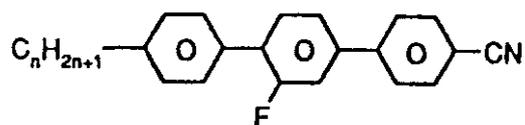
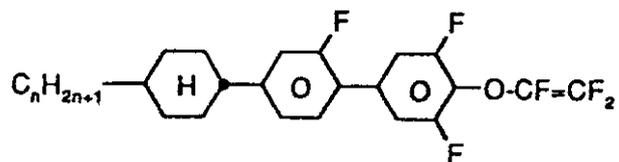
【 表 6 】

10

20

30

40

**T-nFm****ECCH-nm****CCH-n1EM****T-nFN****CGU-nOCF=CF<sub>2</sub>**

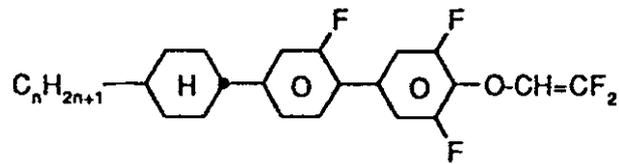
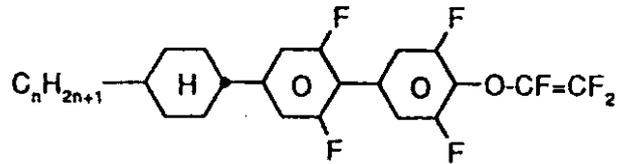
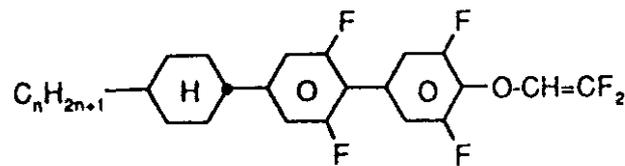
10

20

30

【 0 1 1 8 】

【 表 7 】

CGU-nOCH=CF<sub>2</sub>CUU-nOCF=CF<sub>2</sub>CUU-nOCH=CF<sub>2</sub>

10

20

【0119】

【実施例】

以下に本発明を実施例によって説明するが、これらは本発明になんら制限を与えることを意図するものではない。以上及び以下において%の値は重量基準である。温度は全て摂氏温度であり、m.p.は融点を、そしてc.p.は透明点を表わす。またCは結晶状態を、Nはネマチック相を、Sはスメクチック相を、そしてIは等方性相を表わす。これらの記号の間に挿入されている数字は転位温度を表わす。nは光学異方性(589nm、20)を、そして粘度(mm<sup>2</sup>/sec)は20において測定した値である。

30

【0120】

「通常的に後処理する」は、もし必要の場合、水を加え、その混合物をジクロロメタン、ジエチルエーテル、メチル-tert-ブチルエーテル又はトルエンで抽出し、その有機相を分離し、乾燥して蒸発させ、そしてその生成物を減圧のもとで蒸留するか、又は結晶化及び/又はクロマトグラフィーによって精製することを意味する。下記の省略記号を用いる：

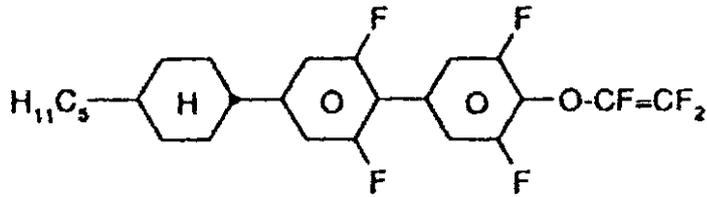
DMEU	1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン
POT	カリウムtert-ブトキシド
THF	テトラヒドロフラン
pTSH	p-トルエンスルホン酸

40

例1

【0121】

【化41】

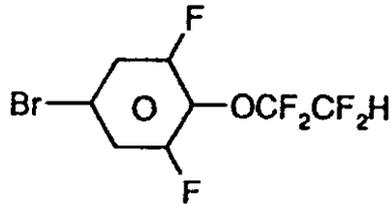


段階 1 . 1

【 0 1 2 2 】

【 化 4 2 】

10



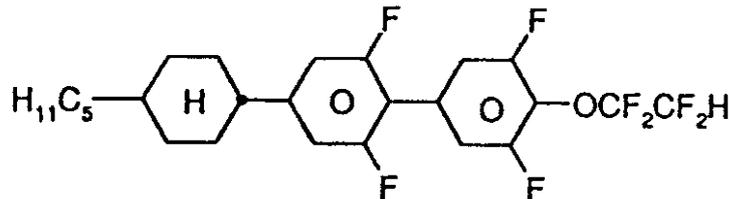
300 ml の D M E U の中に溶解させた 0 . 4 モルの 4 - ブロム - 2 , 6 - ジフルオルフェノール及び 0 . 0 4 モルのナトリウム 4 - ブロム - 2 , 6 - ジフルオルフェノキsid をオートクレーブに入れ、テトラフルオルエチレン ( 0 . 3 8 5 モル ) を飽和させ、そして 3 日間 にわたり 1 2 0 において攪拌する。この混合物を水の中に流し込んでメチル - t e r t - ブチルエーテルで抽出する。有機相を分離し、水で洗浄し、そして硫酸ナトリウムの上で乾燥させる。溶媒を回転蒸発機の上で除去し、そして残渣をシリカゲル / フリットの上に移す ( 石油エーテル 5 0 - 7 0 ° ) 。この生成物を最終的に真空フラクション蒸留によって精製する。沸点 = 7 0 / 5 ミリバール

20

段階 1 . 2

【 0 1 2 3 】

【 化 4 3 】



30

200 ml の T H F の中に 0 . 0 5 5 モルの 1 - ( 1 , 1 , 2 , 2 - テトラフルオルエトキシ ) - 4 - ブロム - 2 , 6 - ジフルオルベンゼンを溶解し、そして 0 . 0 5 モルの磷酸 2 水素カリウム、0 . 1 0 モルの磷酸水素ナトリウム及び 1 0 0 ml の水よりなる緩衝液を加え、次いで 0 . 0 5 モルの 4 - t r a n s - ( 4 - ペンチルシクロヘキシル ) - 2 , 6 - ジフルオルフェニル硼酸を加える。この混合物を 6 0 において 2 分間加熱する。

40

【 0 1 2 4 】

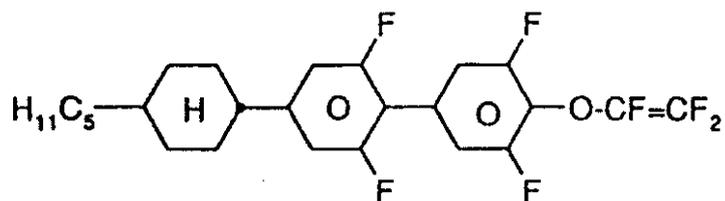
0 . 8 ミリモルのテトラキス ( トリフェニルホスフィン ) パラジウム ( 0 ) を加え、そしてこの混合物を 2 4 時間還流させる。この混合物を室温まで冷却し、そして有機相を分離して水性相をメチル t e r t ブチルエーテルで抽出する。得られた有機抽出物を水で洗浄し、そして硫酸ナトリウムの上で乾燥させる。溶媒を除去し、そして残渣をフラッシュクロマトグラフィーによって精製する。最後に、その生成物を n - ヘキサンから再結晶させる。C 7 5 N 8 8 I

段階 1 . 3

【 0 1 2 5 】

【 化 4 4 】

50



前記段階 1 . 2 からの生成物 0 . 0 2 6 モルを 1 2 0 m l の T H F の中に溶解し、そして N<sub>2</sub> ガスのもとで - 7 0 °C においてリチウムジイソプロピルアミド溶液 ( 5 0 m l の T H F の中で 0 . 0 5 5 モルの n - B u L i 及び 0 . 0 5 6 m l のジイソプロピルアミンから調製した ) を加える。この混合物を - 7 0 °C において 0 . 5 時間攪拌し、次いで室温まで温度上昇させる。飽和塩化アンモニウム溶液を加え、そしてその有機相を分離し、次いでその水性相をメチル t e r t ブチルエーテルで抽出する。合一した有機抽出物を飽和塩化ナトリウム溶液で洗浄し、そして硫酸ナトリウムの上で乾燥させる。溶媒を回転蒸発器の上で除去し、そして残渣をシリカゲル圧力カラム ( n - ヘキサン ) によって精製する。最後に、その生成物を n - ヘキサンから再結晶する。C 6 3 I ; n = + 0 . 1 1 1 , = 1 4 . 7 5

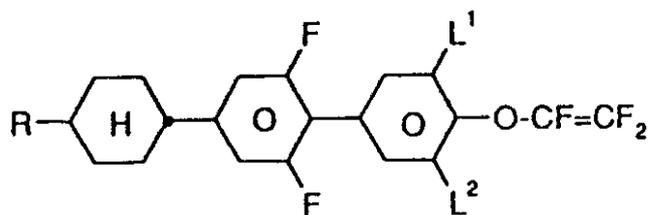
10

下記式

【 0 1 2 6 】

【 化 4 5 】

20



の下記の各化合物を同様にして調製する :

【 0 1 2 7 】

【 表 8 】

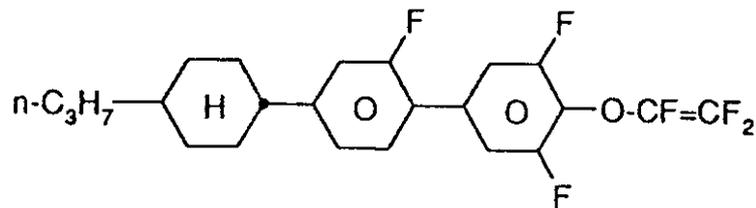
30

R	L1	L2	
CH <sub>3</sub>	H	H	
CH <sub>3</sub>	H	F	
CH <sub>3</sub>	F	F	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	F	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	F	F C77 I; $\Delta n = +0.106$ ; $\Delta \epsilon = 17.41$	10
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	H	
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	F	
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	F	F C63 I; $\Delta n = +0.105$ ; $\Delta \epsilon = 14.96$	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	H	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	F	20
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	F	F	
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>	H	H	
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>	H	F	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	H	H	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	H	F	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	F	F	

## 例 2

【 0 1 2 8 】

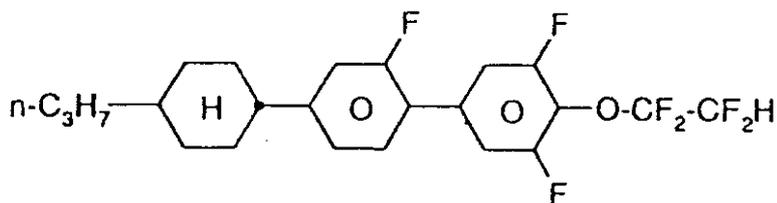
【 化 4 6 】



## 段階 2 . 1

【 0 1 2 9 】

【 化 4 7 】



30

40

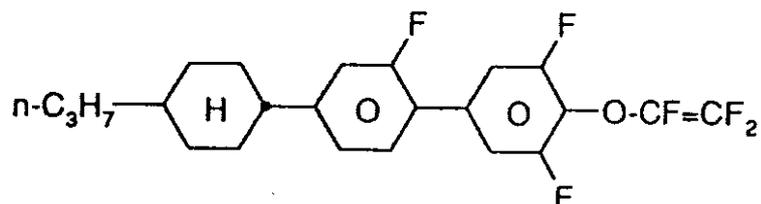
50

0.11モルの1-(1,1,2,2-テトラフルオルメトキシ)-4-ブロム-2,6-ジフルオルベンゼンを上記段階1.2と同様に、0.1モルの4-trans-(4-プロピルシクロヘキシル)-2-フルオルフェニル硼酸と、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)の存在のもとに反応させる。

段階2.2

【0130】

【化48】



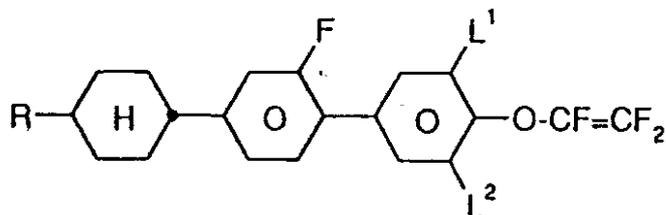
10

LDAを用いてHFの除去を前記段階1.3と同様に実施する。

下記式

【0131】

【化49】



20

の下記の各化合物を同様にして調製する：

【0132】

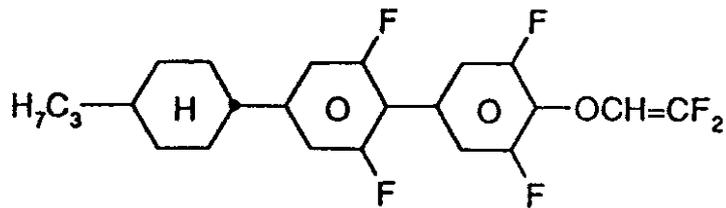
【表9】

R	L <sup>1</sup>	L <sup>2</sup>	
CH <sub>3</sub>	H	H	
CH <sub>3</sub>	H	F	
CH <sub>3</sub>	F	F	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	F	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	F	F	10
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	H	
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	F	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	H	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	F	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	F	F	
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>	H	H	
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>	H	F	20
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>	F	F	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	H	H	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	H	F	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	F	F	

## 例 3

【 0 1 3 3 】

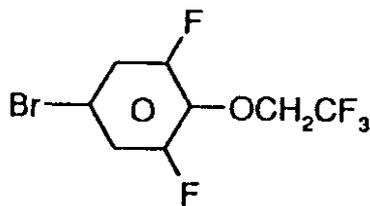
【 化 5 0 】



## 段階 3 . 1

【 0 1 3 4 】

【 化 5 1 】



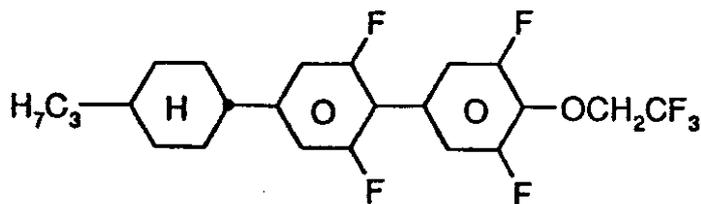
窒素ガスのもとで 0.63 モルのナトリウム 4 - ブロム - 2 , 6 - ジフルオルフェノキシドを 500 ml の DMEMU の中に溶解し、そしてこの溶液を 140 ° に加熱する。0.5 時間の間に 0.63 モルの 2 , 2 , 2 - トリフルオルエチルメシレートを追加し、そしてその混合物を 1 夜 140 ° において攪拌する。この反応混合物を室温まで冷却し、そして

2 リットルの水の中へ流し込む。エーテルで抽出した後、エーテル相をまず最初 5 % 濃度の水酸化ナトリウム溶液で、次に水で洗浄し、そして硫酸ナトリウムの上で乾燥させる。この溶液を蒸発させ、そして残渣を蒸留する。

段階 3 . 2

【 0 1 3 5 】

【 化 5 2 】



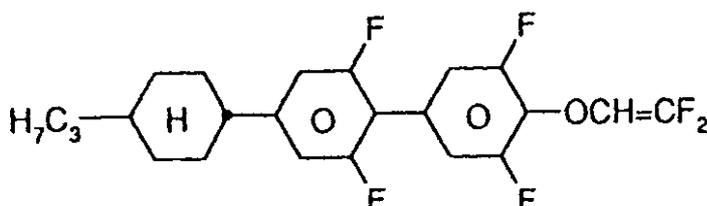
10

100 ml の THF 中の 0.05 モルの p - trans - ( 4 - プロピルシクロヘキシル ) - 2 , 6 - ジフルオルフェニル硼酸と 0.055 モルの 1 - ( 2 , 2 , 2 - トリフルオルエトキシ ) - 4 - ブロム - 2 , 6 - ジフルオルベンゼンとを攪拌しながら 40 に加温する。この溶液に 13.5 ml の緩衝溶液 ( pH = 8 ) を加え、0.33 g のテトラキス ( トリフェニルホスフィン ) パラジウム ( 0 ) を加え、そしてこの混合物を 1.5 時間還流させる。4 硼酸 2 ナトリウム 10 水和物の溶液 ( 4 % ) 150 ml を加え、そしてその pH を 6.5 と 7.5 との間に保つ。この混合物を室温まで冷却させ、そして水及び t e r t 20  
t - ブチルメチルエーテルを加える。その有機相を分離し、そしてその水性相を t e r t - ブチルメチルエーテルで抽出する。合一した有機エーテル抽出物を通常的に後処理する。

段階 3 . 3

【 0 1 3 6 】

【 化 5 3 】

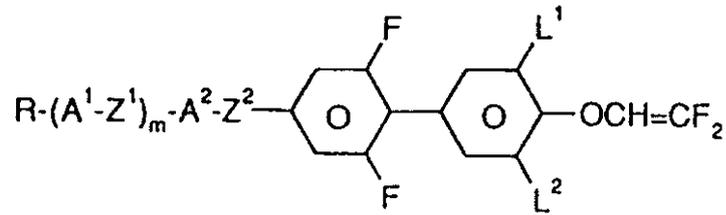


30

前記段階 3 . 2 から の トリフルオルエトキシベンゼン誘導体の 0.02 モルを窒素雰囲気のもとに 75 ml の THF 中に溶解し、そしてこの溶液を - 70 に冷却し、この反応溶液に 0.045 ml のリチウムジイソプロピルアミド溶液 ( 2 モル / リットルの溶液 ) を 0.5 時間にわたって滴加する。この混合物を更にもう 1 時間 - 70 において攪拌する。この溶液を次に - 30 まで温め、そして 10 % 濃度の炭酸水素ナトリウム溶液 30 ml を滴加する。水及びメチル t e r t 40  
t - ブチルエーテルを加え、ついで合一した有機相を分離し、そしてその水性相を t e r t - ブチルメチルエーテルで何回も抽出する。合一した有機相を水で抽出し、そして通常的に後処理する。この生成物をフラッシュクロマトグラフィ ( ヘキサン / 酢酸エチル = 30 / 1 ) により精製する。最後にこの生成物を n - ヘキサンから再結晶する。C 87 N 91 . 5 I ; n = + 0 . 126、 = 17 . 75  
下記式

【 0 1 3 7 】

【 化 5 4 】



の下記の各化合物を同様にして調製する：

【 0 1 3 8 】

【 表 1 0 】

R	-(A¹-Z¹) <sub>m</sub> -A²-Z²-	L¹	L²
CH <sub>3</sub>		H	H
CH <sub>3</sub>		H	F
CH <sub>3</sub>		F	F
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		H	H
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		H	F
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		F	F
			C 78 I; Δn = 0.127; Δε = 16.32
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>		H	H
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>		H	F
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		H	H
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		H	F
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		F	F
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		H	H
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		H	F
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		F	F
			C 86 I; Δn = +0.122; Δε = 15.07
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		H	H
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		H	F
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		F	F

10

20

30

40

50

【 0 1 3 9 】

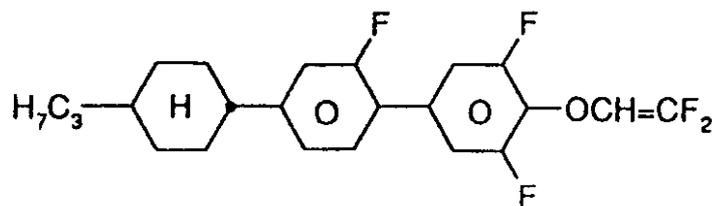
【 表 1 1 】

R	-(A1-Z1) <sub>m</sub> -A2-Z2-	L1	L2
CH <sub>3</sub>		H	H
CH <sub>3</sub>		H	F
CH <sub>3</sub>		F	F
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		H	H
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		H	F
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		F	F
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>		H	H
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>		H	F
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		H	H
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		H	F
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		F	F
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		H	H
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		H	F
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		F	F
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		H	H
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		H	F
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		F	F

例 4

【 0 1 4 0 】

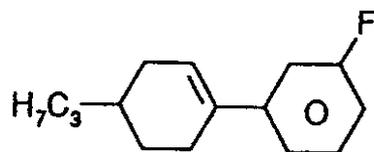
【 化 5 5 】



段階 4 . 1

【 0 1 4 1 】

【 化 5 6 】



1. 1リットルのTHFの中に2.2モルの1-ブロム-3-フルオルベンゼンを含む溶液に窒素雰囲気のもとで室温において2.2モルのマグネシウム切削片及び少量のヨードを加える。この混合物を次に1時間にわたり還流する。2モルの4-n-プロピルシクロヘキサノンを滴加し、そしてこの混合物を更にもう1時間還流する。この反応混合物を30℃まで冷却させ、そしてこれを345gの塩化マグネシウム、5リットルの水、3リットルのトルエン及び1kgの氷よりなる混合物の中へ流し込む。次にこの混合物をHClで酸性にし、そしてその有機相を分離して通常的に後処理する。

10

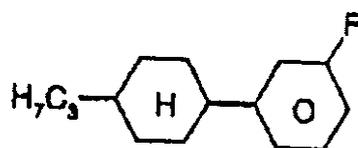
【0142】

この生成物2モルを2リットルのトルエンに溶解し、12gのp-トルエンスルホン酸を加え、そしてこの混合物を水分離器の上で1.5時間にわたり沸騰させる。この混合物を室温まで冷却し、水を加え、そしてその有機相を分離して通常的に後処理する。

段階4.2

【0143】

【化57】



20

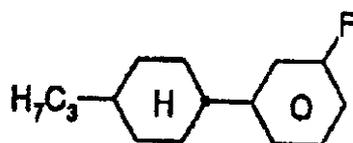
上記段階4.1からのシクロヘキセン誘導体1.71モルを5リットルのエタノールの中に溶解し、50gのPd/C(5%)を加え、そしてこの混合物を水素化する。触媒を濾過分離し、そして濾液を蒸発乾固させる。残渣を0.5リットルのn-ヘプタンの中に溶解し、そしてシリカゲルを含むガラスフリットを通して吸引濾過する。その濾液を回転蒸発器の上で蒸発乾固させる。

段階4.3

30

【0144】

【化58】



1. 5リットルの1-メチル-2-ピロリジンに100gのカリウムtertブトキシドを室温において攪拌しながら加える。

【0145】

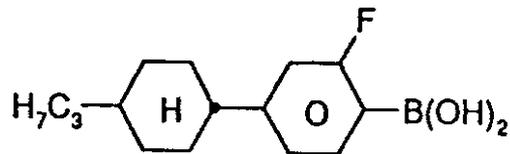
40

1. 5モルのtrans-4-プロピルシクロヘキシル-3-フルオルベンゼンを加え、そしてその反応混合物に更に500mlのNMPを加える。この混合物を次に60℃において3時間攪拌する。この反応混合物を氷1.5kg及び115mlのHClの上に流し込む。800mlのn-ヘキサンを加え、その有機相を分離し、そしてその水性相をn-ヘキサンで何回も洗浄する。合一した有機抽出物を通常的に後処理する。

段階4.4

【0146】

【化59】



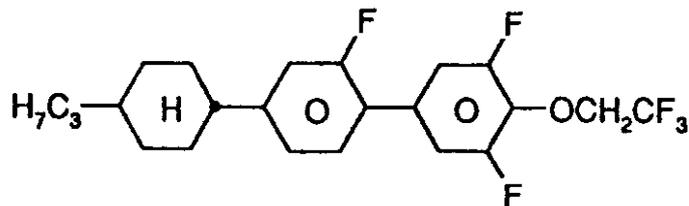
0.125モルの *trans*-4-プロピルシクロヘキシルフルオルベンゼンと、250 mlのTHFと、及び0.137モルのカリウム *tert*ブトキシドとよりなる混合物を -100 に冷却する。次いで0.14モルの *n*-BuLi (*n*-ヘキサン中15%濃度)を -90 から -100 までにおいて40分間にわたり滴加する。この混合物を次に -100 において0.5時間攪拌し、そして -35 まで温め、次いでこの混合物に18%濃度の塩酸100mlを滴加する。更に18%濃度塩酸200mlを加え、そしてその有機相を分離する。その水性相をトルエンで何回も抽出する。その合一した有機相を通常的に後処理する。

10

段階4.5

【0147】

【化60】



20

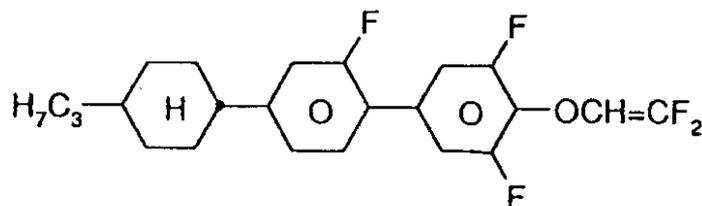
50mlのエタノールの中の0.062モルの *trans*-4-*n*-プロピルシクロヘキシルベンゼン硼酸に0.062モルの2,6-ジフルオル-4-(2',2',2'-トリフルオルエトキシ)プロムベンゼン、110mlのトルエン、0.62モルのテトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)及び炭酸ナトリウム水溶液(50mlのH<sub>2</sub>Oの中の12.9gのNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)を順に加え、そしてこの混合物を還流のもとに4時間攪拌する。この混合物を氷冷しながら37%濃度の塩酸27mlと水37mlとよりなる水溶液によって酸性化する。その有機相を分離し、そしてその水性相をトルエンとともに何回も震とうすることによって抽出する。合一した有機抽出物を次に通常的に後処理する。最後にその粗生成物をフラッシュクロマトグラフィー(ヘキサン/酢酸エチル=30/1)によって精製する。

30

段階4.6

【0148】

【化61】



40

上記段階4.5からの生成物(0.02モル)を75mlのTHFの中に溶解し、そして攪拌しながら-70 に冷却する。0.045mlのリチウムジイソプロピルアミドの溶液(2モル/リットル)を-70 から-65 までにおいて20分間にわたり滴加する。この混合物を更に-65 において1時間攪拌し、そして-30 まで加温する。10%濃度の炭酸水素ナトリウム溶液30mlを滴加する。この混合物を水で稀釈して *tert*ブチルメチルエーテルで抽出する。合一した有機抽出物を水とともに震盪することによって洗浄し、そして硫酸ナトリウムの上で乾燥させる。その溶媒を回転蒸発器の上で除去

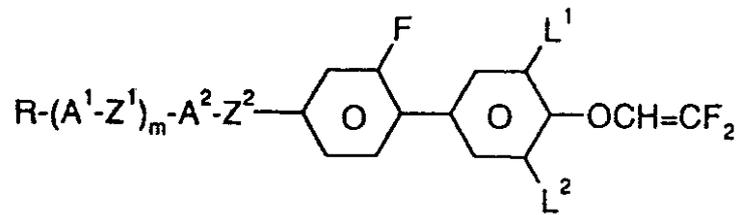
50

し、そしてその残渣をフラッシュクロマトグラフィー（ヘキサン／酢酸エチル = 30 / 1）によって精製する。C 36 N 79 . 9 I ; n = + 0 . 146、 = 13 . 8

下記式

【0149】

【化62】



10

の下記の各化合物を同様にして調製する：

【0150】

【表12】

R	-(A <sup>1</sup> -Z <sup>1</sup> ) <sub>m</sub> -A <sup>2</sup> -Z <sup>2</sup> -	L <sup>1</sup>	L <sup>2</sup>
CH <sub>3</sub>		H	H
CH <sub>3</sub>		H	F
CH <sub>3</sub>		F	F

20

【0151】

【表13】

R	-(A1-Z1) <sub>m</sub> -A2-Z2-	L1	L2	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		H	H	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		H	F	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		F	F	
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>		H	H	10
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>		H	F	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		H	H	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		H	F	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		F	F	
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		H	H	20
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		H	F	
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		F	F	C20 N 88.4 I; Δn = +0.142; Δε = 13.47
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		H	H	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		H	F	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		F	F	30
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	H	H	
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	H	F	
CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	F	F	

【 0 1 5 2 】

【 表 1 4 】

R	-(A1-Z1) <sub>m</sub> -A2-Z2-	L <sup>1</sup>	L <sup>2</sup>
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		H	H
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		H	F
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		F	F
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>		H	H
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>		H	F
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		H	H
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		H	F
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>		F	F
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		H	H
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		H	F
n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		F	F
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		H	H
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		H	F
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>		F	F

10

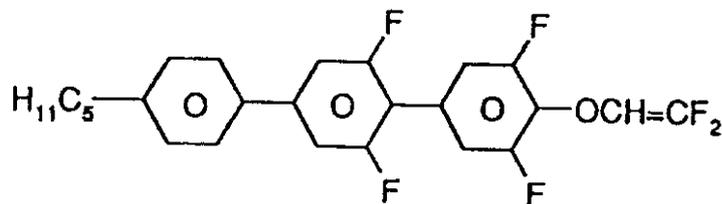
20

30

## 例 5

【 0 1 5 3 】

【 化 6 3 】

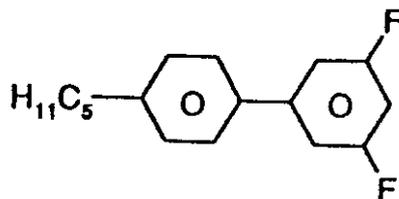


40

## 段階 5 . 1

【 0 1 5 4 】

【 化 6 4 】



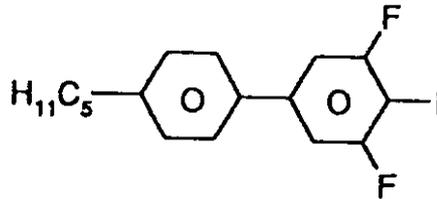
50

0.22モルの4-n-ペンチルフェニル硼酸を150mlのエタノールの中に溶解し、そしてこれに0.2モルの1-ブロム-3,5-ジフルオルベンゼン、400mlのトルエン、1.65gのテトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)及び水150mlと51.6gの炭酸ナトリウムとからなる溶液を順に加える。この混合物を次に65時間にわたり還流し、そして900mlの水の中に流し込み、170mlのHClを氷を加えながら注意深く添加し、そしてその有機相を分離する。その水性相をトルエンで抽出し、そして合一した有機相を水で抽出し、次いで通常的に後処理する。

段階5.2

【0155】

【化65】



10

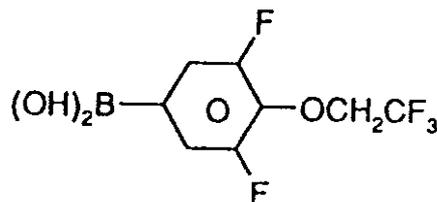
125mlのTHFの中の0.09モルの4-n-ペンチル-3',5'-ジフルオルビフェニルを窒素雰囲気のもとで攪拌しながら-70℃に冷却する。n-ブチルリチウム(n-ヘキサン中15%濃度)の0.1モルを1時間にわたり滴加し、そしてこの混合物を次に更に1時間攪拌する。35mlのTHFの中の0.1モルのヨードを加え、そしてこの混合物を-70℃において更に0.5時間攪拌する。この混合物を-5℃まで温め、そしてまず最初50mlの水を、次いで37%濃度の重亜硫酸ナトリウム溶液5.4mlをその反応混合物に滴加する。この反応混合物を攪拌しながら450mlの水と200mlのトルエンとの中に流し込む。その有機相を分離し、そして通常的に後処理する。

20

段階5.3

【0156】

【化66】



30

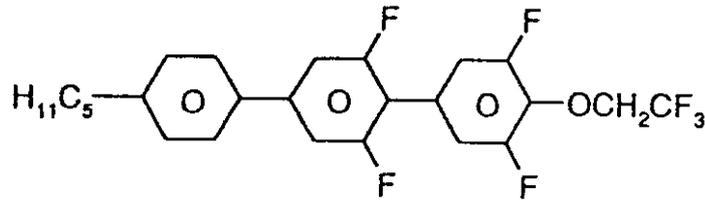
160mlのTHFの中の0.36モルの1-(2,2,2-トリフルオルエトキシ)-4-ブロム-2,6-ジフルオルベンゼンを攪拌しながらゆっくりと0.36モルのマグネシウム切片及び少量のヨードに窒素雰囲気のもとで滴加する。この混合物を次に1時間にわたり還流し、次いでこれを室温まで冷却させて0.4モルの硼酸トリメチル及び60mlのTHFを加え、そしてこの混合物を15-20℃において0.5時間攪拌する。250mlのtert-ブチルメチルエーテルを加え、そしてこの混合物をHClで酸性化する。その有機相を分離し、そして通常的に後処理する。

40

段階5.4

【0157】

【化67】



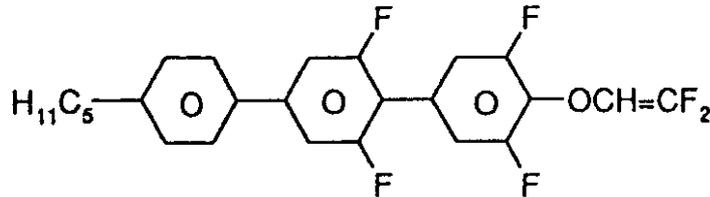
36 ml のエタノールの中の 0.05 モルの 1 - ( 2 , 2 , 2 - トリフルオルエトキシ )  
 - 2 , 5 - ジフルオルフェニル - 4 - 硼酸に、0.045 モルの 4 - n - ペンチル - 3 '  
 , 5 ' - ジフルオル - 4 ' - ヨードビフェニル、85 ml のトルエン、36 ml の水の中  
 に 11.6 g の炭酸ナトリウムを含む溶液、及び最後に 0.5 g のテトラキス(トリフェ  
 ニルホスフィン)パラジウム(0)を順に加える。この混合物を 44 時間還流し、150  
 ml の水及び 20 ml の塩酸を加え、そしてその有機相を分離する。その水性相をトル  
 エンとともに震盪することにより抽出し、そしてその合一した有機相を次に通常的に後処理  
 する。この生成物を n - ヘキサンから再結晶する。

10

段階 5 . 5

【 0 1 5 8 】

【 化 6 8 】



20

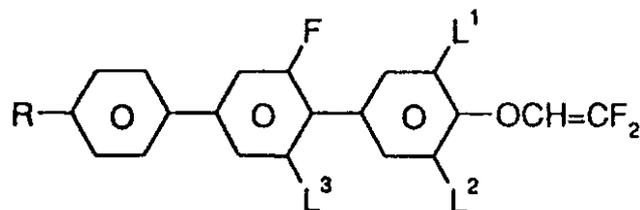
上記段階 5 . 4 からの 2 , 2 , 2 - トリフルオルエトキシターフェニルの 23 ミリモルを  
 窒素雰囲気のもとに 120 ml の THF の中に溶解し、そして - 70 に冷却する。これ  
 にまず最初リチウムドイソプロピルアミド溶液(2 モル/リットル)の 27 ml を攪拌し  
 ながら滴加する。この混合物を - 60 から - 70 までにおいて 1 時間にわたり攪拌し  
 、そして - 30 まで温める。飽和重炭酸ナトリウム溶液によって加水分解した後、その  
 混合物を tert ブチルメチルエーテルで抽出する。その有機相を分離し、水で洗浄し、  
 そして通常的に後処理する。この生成物を n - ペンタンから再結晶する。C 8 2 I ; n  
 = + 0 . 2 0 4、 = 2 3 . 4 3

30

下記式

【 0 1 5 9 】

【 化 6 9 】



40

の下記の各化合物を同様にして調製する：

【 0 1 6 0 】

【 表 1 5 】

R	L1	L2	L3
CH <sub>3</sub>	H	H	H
CH <sub>3</sub>	F	H	H
CH <sub>3</sub>	F	F	H
CH <sub>3</sub>	F	H	F
CH <sub>3</sub>	F	F	F

【 0 1 6 1 】

【 表 1 6 】

R	L1	L2	L3	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	H	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	F	H	H	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	F	F	H	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	F	H	F	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	F	F	F	
				10
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	H	H	
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	F	H	H	
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	F	F	H	
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	F	H	F	
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	F	F	F	
				20
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	H	H	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	F	H	H	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	F	F	H	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	F	H	F	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	F	F	F	
				30
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	H	H	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	F	H	H	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	F	F	H	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	F	H	F	
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	F	F	F	
				40
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	H	H	H	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	F	H	H	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	F	F	H	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	F	H	F	
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	F	F	F	

混合物例

例 A

【 0 1 6 2 】

【 表 1 7 】

PCH-5F	9.0 %
PCH-6F	7.2 %
PCH-7F	5.4 %
CCP-2OCF <sub>3</sub>	7.2 %
CCP-3OCF <sub>3</sub>	10.8 %
CCP-4OCF <sub>3</sub>	8.1 %
CCP-5OCF <sub>3</sub>	8.1 %
BCH-3F.F	10.8 %
BCH-5F.F	9.0 %
ECCP-3OCF <sub>3</sub>	4.5 %
ECCP-5OCF <sub>3</sub>	4.5 %
CBC-33F	1.8 %
CBC-53F	1.8 %
CBC-55F	1.8 %
CUU-2OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %

透明点 (°C) :	86
$\Delta n$ [589 nm; 20 °C]:	0.0970
$\Delta \epsilon$ [1 kHz, 20 °C]:	5.9
粘度 [cSt, 20 °C]:	14.7

10

20

## 例 B

【 0 1 6 3 】

【 表 1 8 】

PCH-5F	9.0 %
PCH-6F	7.2 %
PCH-7F	5.4 %
CCP-2OCF <sub>3</sub>	7.2 %
CCP-3OCF <sub>3</sub>	10.8 %
CCP-4OCF <sub>3</sub>	8.1 %
CCP-5OCF <sub>3</sub>	8.1 %
BCH-3F.F	10.8 %
BCH-5F.F	9.0 %
ECCP-3OCF <sub>3</sub>	4.5 %
ECCP-5OCF <sub>3</sub>	4.5 %
CBC-33F	1.8 %
CBC-53F	1.8 %
CBC-55F	1.8 %
CUU-3OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %

透明点 (°C) :	83
$\Delta n$ [589 nm; 20 °C]:	0.0973
$\Delta \epsilon$ [1 kHz, 20 °C]:	6.2
粘度 [cSt, 20 °C]:	15.3

30

40

## 例 C

【 0 1 6 4 】

【 表 1 9 】

PCH-5F	9.0 %
PCH-6F	7.2 %
PCH-7F	5.4 %
CCP-2OCF <sub>3</sub>	7.2 %
CCP-3OCF <sub>3</sub>	10.8 %
CCP-4OCF <sub>3</sub>	8.1 %
CCP-5OCF <sub>3</sub>	8.1 %
BCH-3F.F	10.8 %
BCH-5F.F	9.0 %
ECCP-3OCF <sub>3</sub>	4.5 %
ECCP-5OCF <sub>3</sub>	4.5 %
CBC-33F	1.8 %
CBC-53F	1.8 %
CBC-55F	1.8 %
CUU-5OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %

透明点 (°C)	:	84
$\Delta n$ [589 nm; 20 °C]:		0.0980
$\Delta \epsilon$ [1 kHz, 20 °C]:		6.2
粘度 [cSt, 20 °C]:		15.3

10

## 例 D

【 0 1 6 5 】

【 表 2 0 】

PCH-5F	5.0 %
PCH-7F	6.0 %
CCP-2OCF <sub>3</sub>	11.0 %
CCP-3OCF <sub>3</sub>	12.0 %
CCP-4OCF <sub>3</sub>	10.0 %
CCP-5OCF <sub>3</sub>	12.0 %
CUU-3OCF=CF <sub>2</sub>	12.0 %
CUU-5OCF=CF <sub>2</sub>	11.0 %
CCP-3F.F.F	12.0 %
CCP-5F.F.F	9.0 %

透明点 (°C)	:	74
$\Delta n$ [589 nm; 20 °C]:		0.0854
$V_{(110,0,20)}$ [V]:		1.31
$V_{(150,0,20)}$ [V]:		1.63
$V_{(90,0,20)}$ [V]:		2.06

30

## 例 E

【 0 1 6 6 】

【 表 2 1 】

40

PCH-5F	3.0 %	透明点 (°C)	95
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$\Delta n$ [589 nm; 20 °C]:	0.1060
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %	$V_{(10,0,20)}$ [V]:	1.15
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$V_{(50,0,20)}$ [V]:	1.45
CUP-2F.F	5.0 %	$V_{(90,0,20)}$ [V]:	1.84
CUP-3F.F	5.0 %		
CUP-5F.F	5.0 %		
CUU-3OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %		
CUU-5OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %		
CBC-33F	5.0 %		
CBC-53F	5.0 %		
CBC-55F	5.0 %		

10

## 例 F

【 0 1 6 7 】

【 表 2 2 】

PCH-5F	2.0 %	透明点 (°C)	100
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$\Delta n$ [589 nm; 20 °C]:	0.1078
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %	$V_{(10,0,20)}$ [V]:	1.25
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$V_{(50,0,20)}$ [V]:	1.54
CUP-2F.F	5.0 %	$V_{(90,0,20)}$ [V]:	1.95
CUP-3F.F	5.0 %		
CUP-5F.F	5.0 %		
CUU-3OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %		
CUU-5OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %		
CBC-33F	6.0 %		
CBC-53F	5.0 %		
CBC-55F	5.0 %		

20

30

## 例 G

【 0 1 6 8 】

【 表 2 3 】

CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	透明点 (°C) :	86
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %	$\Delta n$ [589 nm; 20 °C]:	0.1050
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$V_{(10.0.20)}$ [M]:	1.08
CUP-2F.F	5.0 %	$V_{(50.0.20)}$ [M]:	1.35
CUP-3F.F	5.0 %	$V_{(90.0.20)}$ [M]:	1.71
CUP-5F.F	4.0 %		
CUU-2OCF=CF <sub>2</sub>	9.0 %		
CUU-3OCF=CF <sub>2</sub>	9.0 %		
CUU-5OCF=CF <sub>2</sub>	9.0 %		
CBC-33F	4.0 %		
CBC-53F	4.0 %		
CBC-55F	4.0 %		

10

例 H

【 0 1 6 9 】

【 表 2 4 】

PCH-5F	3.0 %	透明点 (°C) :	+106
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$\Delta n$ [589 nm; 20 °C]:	0.1117
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %	$V_{(10.0.20)}$ [M]:	1.24
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$V_{(90.0.20)}$ [M]:	1.94
CUP-2F.F	5.0 %		
CUP-3F.F	5.0 %		
CUP-5F.F	5.0 %		
CUU-3OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %		
CUU-5OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %		
CBC-33F	5.0 %		
CBC-53F	5.0 %		
CBC-55F	5.0 %		

20

30

例 I

【 0 1 7 0 】

【 表 2 5 】

PCH-5F	4.5 %	透明点 (°C) :	+99
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %		
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %		
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %		
CUP-2F.F	5.0 %		
CUP-3F.F	5.0 %		
CUP-5F.F	5.0 %		
CUU-3OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %		10
CUU-5OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %		
CBC-33F	5.0 %		
CBC-53F	4.5 %		
CBC-55F	4.0 %		

## 例 J

【 0 1 7 1 】

【 表 2 6 】

PCH-5F	4.0 %	透明点 (°C) :	+101	20
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	Δn [589 nm; 20 °C]:	+0.1098	
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %			
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %			
CUP-2F.F	5.0 %			
CUP-3F.F	5.0 %			
CUP-5F.F	5.0 %			
CUU-3OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %			
CUU-5OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %			30
CBC-33F	5.0 %			
CBC-53F	5.0 %			
CBC-55F	4.0 %			

## 例 K

【 0 1 7 2 】

【 表 2 7 】

PCH-5F	4.0 %	透明点 (°C)	:	+101
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	S → N [°C]:		< -20
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %	Δn [589 nm, 20 °C]:		+0.1105
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	V <sub>(110,0,20)</sub> [V]:		1.24
CUP-2F.F	5.0 %	V <sub>(90,0,20)</sub> [V]:		1.93
CUP-3F.F	5.0 %			
CUP-5F.F	5.0 %			
CUU-3OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %			
CUU-5OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %			
CBC-33F	5.0 %			
CBC-53F	5.0 %			
CBC-55F	4.0 %			

10

## 例 L

【 0 1 7 3 】

【 表 2 8 】

PCH-6F	4.0 %	透明点 (°C)	:	+85
PCH-7F	3.0 %	Δn [589 nm, 20 °C]:		+0.1030
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	V <sub>(110,0,20)</sub> [V]:		+1.15
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %	V <sub>(90,0,20)</sub> [V]:		1.79
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	17.0 %			
CUP-2F.F	6.0 %			
CUP-5F.F	5.0 %			
CUU-3OCH=CF <sub>2</sub>	9.0 %			
CUU-5OCH=CF <sub>2</sub>	9.0 %			
CBC-33F	4.0 %			
CBC-53F	3.0 %			
CBC-55F	3.0 %			

20

30

## 例 M

【 0 1 7 4 】

【 表 2 9 】

PCH-6F	3.0 %	透明点 (°C) :	+87
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$\Delta n$ [589 nm, 20 °C]:	+0.1071
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %	$V_{(10,0,20)}$ [V]:	+1.11
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$V_{(90,0,20)}$ [V]:	1.74
CUP-2F.F	7.0 %		
CUP-3F.F	7.0 %		
CUP-5F.F	7.0 %		
CUU-3OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %		10
CUU-5OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %		
CBC-33F	3.0 %		
CBC-53F	3.0 %		
CBC-55F	3.0 %		

## 例 N

【 0 1 7 5 】

【 表 3 0 】

PCH-6F	3.0 %	透明点 (°C) :	+84	20
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	17.0 %	$\Delta n$ [589 nm, 20 °C]:	+0.1061	
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %	$V_{(10,0,20)}$ [V]:	+1.10	
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$V_{(90,0,20)}$ [V]:	1.72	
CUP-2F.F	7.0 %			
CUP-3F.F	7.0 %			
CUP-5F.F	7.0 %			
CUU-3OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %			30
CUU-5OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %			
CBC-33F	3.0 %			
CBC-53F	3.0 %			
CBC-55F	2.0 %			

## 例 O

【 0 1 7 6 】

【 表 3 1 】

PCH-5F	5.0 %	透明点 (°C)	: +92
PCH-7F	6.0 %	$\Delta n$ [589 nm, 20 °C]:	+0.0951
CCP-2OCF <sub>3</sub>	11.0 %	$V_{(10,0,20)}$ [V]:	1.42
CCP-3OCF <sub>3</sub>	12.0 %	$V_{(90,0,20)}$ [V]:	2.30
CCP-5OCF <sub>3</sub>	17.0 %		
CGU-30CH=CF <sub>2</sub>	12.0 %		
CGU-50CH=CF <sub>2</sub>	11.0 %		
CCP-3F.F.F	12.0 %		
CCP-5F.F.F	9.0 %		

10

## 例 P

【 0 1 7 7 】

【 表 3 2 】

PCH-5F	3.0 %	透明点 (°C)	: +111
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %	$\Delta n$ [589 nm, 20 °C]:	+0.1147
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %	$V_{(10,0,20)}$ [V]:	1.29
CUP-2F.F	5.0 %	$V_{(90,0,20)}$ [V]:	2.00
CUP-3F.F	5.0 %		
CUP-5F.F	5.0 %		
CGU-30CH=CF <sub>2</sub>	10.0 %		
CGU-50CH=CF <sub>2</sub>	10.0 %		
CBC-33F	5.0 %		
CBC-53F	5.0 %		
CBC-55F	5.0 %		

20

30

## 例 Q

【 0 1 7 8 】

【 表 3 3 】

PCH-5F	9.0 %	透明点 (°C) :	85.5	
PCH-6F	7.2 %	$\Delta n$ [589 nm, 20 °C]:	+0.1079	
PCH-7F	5.4 %	$\Delta \epsilon$ [1 kHz, 20 °C]:	7.1	
CCP-2OCF <sub>3</sub>	7.2 %	粘度 [cSt, 20 °C]:	14.6	
CCP-3OCF <sub>3</sub>	10.8 %			
CCP-4OCF <sub>3</sub>	8.1 %			
CCP-5OCF <sub>3</sub>	8.1 %			10
BCH-3F.F	10.8 %			
BCH-5F.F	9.0 %			
ECCP-3OCF <sub>3</sub>	4.5 %			
ECCP-5OCF <sub>3</sub>	4.5 %			
CBC-33F	1.8 %			
CBC-53F	1.8 %			
CBC-55F	1.8 %			
CUU-5OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %			20

## 例 R

【 0 1 7 9 】

【 表 3 4 】

PCH-5F	9.0 %	透明点 (°C) :	87.3	
PCH-6F	7.2 %	$\Delta n$ [589 nm, 20 °C]:	+0.0995	
PCH-7F	5.4 %	$\Delta \epsilon$ [1 kHz, 20 °C]:	6.2	
CCP-2OCF <sub>3</sub>	7.2 %	粘度 [cSt, 20 °C]:	15.0	
CCP-3OCF <sub>3</sub>	10.8 %			30
CCP-4OCF <sub>3</sub>	8.1 %			
CCP-5OCF <sub>3</sub>	8.1 %			
BCH-3F.F	10.8 %			
BCH-5F.F	9.0 %			
ECCP-3OCF <sub>3</sub>	4.5 %			
ECCP-5OCF <sub>3</sub>	4.5 %			
CBC-33F	1.8 %			
CBC-53F	1.8 %			40
CBC-55F	1.8 %			
CUU-5OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %			

## 例 S

【 0 1 8 0 】

【 表 3 5 】

PCH-5F	9.0 %	透明点 (°C) :	86.6	
PCH-6F	7.2 %	$\Delta n$ [589 nm, 20 °C]:	+0.0994	
PCH-7F	5.4 %	$\Delta \epsilon$ [1 kHz, 20 °C]:	6.5	
CCP-2OCF <sub>3</sub>	7.2 %	粘度 [cSt, 20 °C]:	15.2	
CCP-3OCF <sub>3</sub>	10.8 %			
CCP-4OCF <sub>3</sub>	8.1 %			
CCP-5OCF <sub>3</sub>	8.1 %			10
BCH-3F.F	10.8 %			
BCH-5F.F	9.0 %			
ECCP-3OCF <sub>3</sub>	4.5 %			
ECCP-5OCF <sub>3</sub>	4.5 %			
CBC-33F	1.8 %			
CBC-53F	1.8 %			
CBC-55F	1.8 %			
CUU-3OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %			20

## 例 T

【 0 1 8 1 】

【 表 3 6 】

PCH-5F	9.0 %	透明点 (°C) :	84.6	
PCH-6F	7.2 %	$\Delta n$ [589 nm, 20 °C]:	+0.0996	
PCH-7F	5.4 %	$\Delta \epsilon$ [1 kHz, 20 °C]:	5.9	
CCP-2OCF <sub>3</sub>	7.2 %	粘度 [cSt, 20 °C]:	15.2	
CCP-3OCF <sub>3</sub>	10.8 %			30
CCP-4OCF <sub>3</sub>	8.1 %			
CCP-5OCF <sub>3</sub>	8.1 %			
BCH-3F.F	10.8 %			
BCH-5F.F	9.0 %			
ECCP-3OCF <sub>3</sub>	4.5 %			
ECCP-5OCF <sub>3</sub>	4.5 %			
CBC-33F	1.8 %			
CBC-53F	1.8 %			40
CBC-55F	1.8 %			
CUU-2OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %			

## 例 U

【 0 1 8 2 】

【 表 3 7 】

PCH-5F	9.0 %
PCH-6F	7.2 %
PCH-7F	5.4 %
CCP-2OCF <sub>3</sub>	7.2 %
CCP-3OCF <sub>3</sub>	10.8 %
CCP-4OCF <sub>3</sub>	8.1 %
CCP-5OCF <sub>3</sub>	8.1 %
BCH-3F.F	10.8 %
BCH-5F.F	9.0 %
ECCP-3OCF <sub>3</sub>	4.5 %
ECCP-5OCF <sub>3</sub>	4.5 %
CBC-33F	1.8 %
CBC-53F	1.8 %
CBC-55F	1.8 %
CGU-5OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %

透明点 (°C)	:	90.9
$\Delta n$ [589 nm, 20 °C]:		+0.1009
$\Delta \epsilon$ [1 kHz, 20 °C]:		6.0
粘度 [cSt, 20 °C]:		14.4

10

20

## 例 V

【 0 1 8 3 】

【 表 3 8 】

PCH-5F	9.0 %
PCH-6F	7.2 %
PCH-7F	5.4 %
CCP-2OCF <sub>3</sub>	7.2 %
CCP-3OCF <sub>3</sub>	10.8 %
CCP-4OCF <sub>3</sub>	8.1 %
CCP-5OCF <sub>3</sub>	8.1 %
BCH-3F.F	10.8 %
BCH-5F.F	9.0 %
ECCP-3OCF <sub>3</sub>	4.5 %
ECCP-5OCF <sub>3</sub>	4.5 %
CBC-33F	1.8 %
CBC-53F	1.8 %
CBC-55F	1.8 %
CGU-3OCH=CF <sub>2</sub>	10.0 %

透明点 (°C)	:	89.7
$\Delta n$ [589 nm, 20 °C]:		+0.1017
$\Delta \epsilon$ [1 kHz, 20 °C]:		6.1
粘度 [cSt, 20 °C]:		14.8

30

40

## 例 W

【 0 1 8 4 】

【 表 3 9 】

PCH-5	3.0 %
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %
CUP-2F.F	5.0 %
CUP-3F.F	5.0 %
CUP-5F.F	5.0 %
CUG-3OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %
CUG-5OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %
CBC-33F	5.0 %
CBC-53F	5.0 %
CBC-55F	5.0 %

透明点 (°C) : 101  
 $\Delta n$  [589 nm, 20 °C]: +0.108  
 $V_{(110.0,20)}$  [V]: 1.25

10

## 例 X

【 0 1 8 5 】

【 表 4 0 】

PCH-5	3.0 %
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0 %
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0 %
CUP-2F.F	5.0 %
CUP-3F.F	5.0 %
CUP-5F.F	5.0 %
CGU-3OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %
CGU-5OCF=CF <sub>2</sub>	10.0 %
CBC-33F	5.0 %
CBC-53F	5.0 %
CBC-55F	5.0 %

透明点 (°C) : 105  
 $\Delta n$  [589 nm, 20 °C]: +0.115  
 $V_{(110.0,20)}$  [V]: 1.28

20

30

## 例 Y

【 0 1 8 6 】

【 表 4 1 】

PCH-5F	3.0%
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0%
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	15.0%
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	16.0%
CUP-2F.F	5.0%
CUP-3F.F	5.0%
CUP-5F.F	5.0%
CUG-3OCH=CF <sub>2</sub>	10.0%
CUG-5OCH=CF <sub>2</sub>	10.0%
CBC-33F	5.0%
CBC-53F	5.0%
CBC-55F	5.0%

透明点 (°C) : 107  
 $\Delta\epsilon$ [589 nm, 20°C]: +0.109  
 $V_{(10,0.20)}$  [M]: 1.23

10

例 Z

【 0 1 8 7 】

【 表 4 2 】

PCH-5F	3.60%
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	19.17%
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	18.00%
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	19.17%
CUP-2F.F	6.03%
CUP-3F.F	6.03%
CBC-33F	6.03%
CBC-53F	6.03%
CBC-55F	5.94%
CUU-3OCH=CF <sub>2</sub>	10.00%

透明点 (°C) : 117  
 $\Delta\epsilon$ [1 kHz, 20°C]: 9.6  
 $K_3/K_1$ : 1.55

20

例

【 0 1 8 8 】

【 表 4 3 】

PCH-5F	3.20%
CCP-2OCF <sub>2</sub> .F.F	17.04%
CCP-3OCF <sub>2</sub> .F.F	16.00%
CCP-5OCF <sub>2</sub> .F.F	17.04%
CUP-2F.F	5.36%
CUP-3F.F	5.36%
CBC-33F	5.36%
CBC-53F	5.36%
CBC-55F	5.28%
CGU-3OCH=CF <sub>2</sub>	20.00%

透明点 (°C) : 115  
 $\Delta\epsilon$ [1 kHz, 20°C]: 10.0  
 $K_3/K_1$ : 1.54

30

40

## フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I	
<b>C 0 9 K 19/34 (2006.01)</b>		C 0 9 K 19/34	
<b>C 0 9 K 19/54 (2006.01)</b>		C 0 9 K 19/54	Z
<b>G 0 2 F 1/13 (2006.01)</b>		G 0 2 F 1/13	5 0 0

(74)代理人 100088328

弁理士 金田 暢之

(74)代理人 100106297

弁理士 伊藤 克博

(74)代理人 100106138

弁理士 石橋 政幸

(72)発明者 ヘルベルト ブラハ

ドイツ連邦共和国 6 4 2 8 7 ダルムシュタット ウィンゲルツベルクシュトラッセ 5

(72)発明者 エケハルト バルトマン

ドイツ連邦共和国 6 4 3 9 0 エルツハウゼン ディーブルガー ヴェーク 1 2 アー

審査官 富永 保

(56)参考文献 国際公開第 9 2 / 0 2 1 7 3 4 (WO , A 1 )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B名)

C09K 19/00

G02F 1/13

CAplus(STN)

REGISTRY(STN)