



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2009년04월17일
(11) 등록번호 10-0893844
(24) 등록일자 2009년04월10일

(51) Int. Cl.

C07C 41/16 (2006.01) C07C 43/192 (2006.01)
C09K 19/30 (2006.01) G02F 1/13 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-7001828

(22) 출원일자 2007년01월25일

심사청구일자 2007년07월16일

번역문제출일자 2007년01월25일

(65) 공개번호 10-2007-0038522

(43) 공개일자 2007년04월10일

(86) 국제출원번호 PCT/JP2005/013123

국제출원일자 2005년07월15일

(87) 국제공개번호 WO 2006/011377

국제공개일자 2006년02월02일

(30) 우선권주장

JP-P-2004-00218656 2004년07월27일 일본(JP)

(56) 선행기술조사문헌

JP평성06306361 A

전체 청구항 수 : 총 17 항

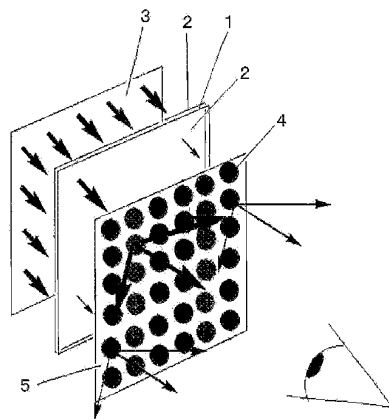
심사관 : 김동석

(54) 액정 재료, 액정 재료의 제조 방법 및 액정 디바이스

(57) 요약

자외광 영역에서 광 흡수가 적은 액정 재료, 액정 재료의 제조 방법 및 그 액정 디바이스를 제공한다. 화학식 (1) 에 나타내는 화합물로서, R 은 하나 혹은 복수의 산소 혹은 황 원자가 임의로 포함되는 알킬기 혹은 알케닐기이고, Y 는 산소 혹은 황으로부터 독립적으로 선택되고, n 은 2 내지 8 의 정수이며, X 는 직접 결합, C₁₋₄ 알킬렌 또는 C₂₋₄ 알케닐렌이고, A 는 다양한 특성의 고리상 구조물로부터 선택된다. 본 발명의 액정 재료 (화합물) 는, 낮은 복굴절을 나타내고, 자외선에 대하여 안정적이며, 반사형 디스플레이와 같은 낮은 복굴절을 필요로 하는 액정 디바이스나, 형광 디스플레이 셀과 같은 고레벨의 자외선에 노출되는 액정 디바이스에 유효하다.

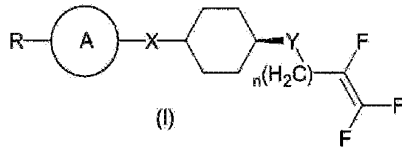
도면 - 도1



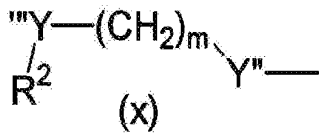
특허청구의 범위

청구항 1

이하의 화학식 (I) 에 나타내는 화합물로서,

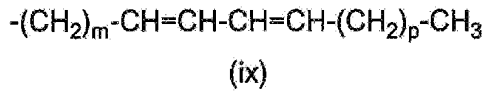


R은 C₁₋₆ 알킬기, 화학식 (x):



[식 중, m 은 1 내지 5 의 정수이고, Y' 와 Y'' 는 산소와 황으로부터 독립적으로 선택되며, R² 는 C₁₋₄ 알킬이 다]의 기이거나; C₂₋₁₀ 알케닐기, 또는

화학식 (ix):

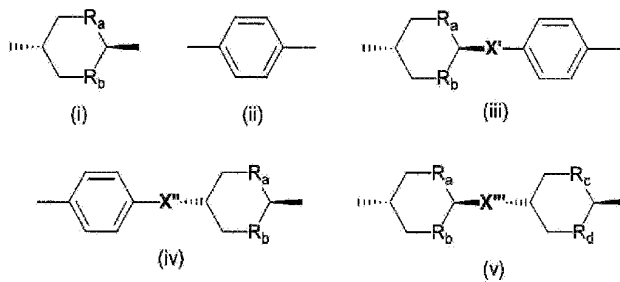


[식 중, m 과 p 는 0 또는 1 내지 5 의 정수이고, m+p 가 5 를 초과하지 않는다] 의 디엔이고, Y 는 산소 혹은 황으로부터 독립적으로 선택되고, n 은 2 내지 8 의 정수이며, X 는 직접 결합, C₁₋₄ 알킬렌 또는 C₂₋₄ 알케닐렌 이며, A 는 1 개 혹은 2 개의 고리로 이루어지는 기이며, 그들은 직접 결합되거나, 또는 C₁₋₄ 알킬렌기 혹은 C₂₋₄ 알케닐렌기에 의해 결합되는 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

화학식 (I) 의 A 기는 화학식 (i), (ii), (iii), (iv) 및 (v) 의 기에서 선택되고,



X', X'', X''' 는 각각, 직접 결합, C₁₋₄ 알킬렌 또는 C₂₋₄ 알케닐렌사슬에서 선택되며, Ra, Rb, Rc, Rd 의 각각의 기는 CH₂ 나 산소로부터 독립적으로 선택되는 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

Ra, Rb, Rc, Rd 는 CH₂ 인 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,
Y 는 산소인 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

청구항 5

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,
n 은 2 인 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

청구항 6

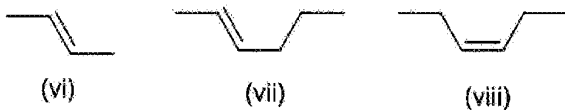
제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,
X 는 직접 결합이거나 C₁₋₂ 알킬렌사슬인 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

청구항 7

제 6 항에 있어서,
X 는 직접 결합인 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

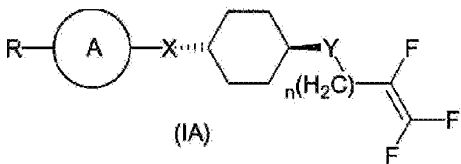
청구항 8

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,
X 는 화학식 (vi), (vii) 및 (viii) 의 C₂₋₄ 알케닐렌사슬인 것을 특징으로 하는 액정 화합물.



청구항 9

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,
화학식 (IA) 의 화합물이고,



R, A, X, Y 및 n 은 상기 제 1 항에서 정의된 바와 같은 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

청구항 10

삭제

청구항 11

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,
R 은 C₂₋₁₀ 알케닐기인 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

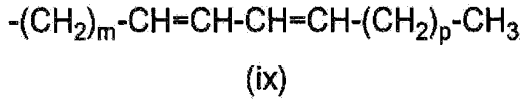
청구항 12

제 11 항에 있어서,
알케닐기는 2 개의 2 중 결합을 포함하는 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

청구항 13

제 11 항에 있어서,

알케닐기는 화학식 (ix) 의 디엔이고,

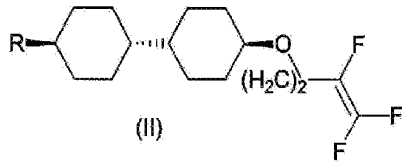


m 과 p 는 0 혹은 1~5 의 정수이고, m+p 가 5 를 초과하지 않는 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

청구항 14

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

화학식 (II) 의 화합물이고,

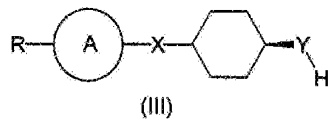


R 은 제 1 항에서 정의된 바와 같은 것을 특징으로 하는 액정 화합물.

청구항 15

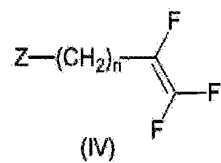
제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 기재된 액정 화합물의 제조 방법으로서,

화학식 (III) 의 화합물에서



R, A, X, Y 는 제 1 항에 정의된 바와 같고,

화학식 (IV) 의 화합물에서,



n 은 제 1 항에서 정의된 바와 같고, Z 는 탈리기인 것을 반응시키는 것을 특징으로 하는 액정 화합물의 제조 방법.

청구항 16

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 기재된 액정 화합물을 포함하는 액정 혼합물.

청구항 17

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 기재된 액정 화합물을 포함하는 액정 디바이스.

청구항 18

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 기재된 액정 화합물을 포함하는 액정 혼합물로 이루어지는 액정 재료의 층으로 이루어지는 디스플레이 셀,

어드레스되었을 때에 광이 통과하도록 액정 재료를 어드레스하는 수단, 및

형광체 소자로 이루어지고, 액정층을 통과하는 광을 수광하도록 배치되는 발광층

으로 이루어지는 액정 디바이스.

명세서

기술분야

<1> 본 발명은, 액정 재료에 관한 것으로, 특히, 반사형 액정 디바이스나 형광 액정 디바이스에 적합한, 자외광 저 흡수, 저복굴절률, 저점성 등의 특성을 구비한 새로운 액정 화합물, 액정 혼합물, 그 제조 방법 및 액정 디바이스에 관한 것이다.

배경기술

<2> 본 발명은, 액정의 특성을 가지고, 자외선 조사에 대해서도 안정적인 새로운 화합물, 및 그 제조 방법과, 이들을 이용한 액정 디바이스 (LCDs) 에 관한 것이다.

<3> "액정" 이라는 말은 잘 알려져 있다. 그것은, 분자 구조의 결과로서, 바람직하게는 예를 들어 -40℃ 에서 200℃ 의 동작 온도에서, 분자 장축이 동일한 방향으로 자기 배열하는 화합물을 의미한다. 액정 재료는, PDA, 휴대전화, 랩톱형 컴퓨터 스크린, 시계 등과 같은 전자 광학 표시 디바이스로의 사용으로 잘 알려져 있다. 가장 널리 사용되는 타입의 액정 재료는, 네마틱 액정상을 나타내는 것이다. 네마틱 액정 재료에 있어서의 바람직한 특성으로는, 높은 네마틱-등방상 전이 온도와 낮은 고체 결정-네마틱 전이 온도, 그리고 스�멕틱 (S) 상이 존재하지 않는 것이다.

<4> 또, 그 외의 바람직한 특성으로는, 낮은 점성, 제조의 용이함, 화학적·열적 안정성이 있다. LCD 에 사용되는 네마틱 액정 재료는, 일반적으로 화합물의 혼합물로 이루어져 있다.

<5> 또한, 불소화 액정의 선행 기술이, 하기 특허 문헌 1 및 하기 특허 문헌 2 에 개시되어 있지만, 본 발명에서는, 그들 액정 재료와는 상이한 액정 재료의 제조에 성공하였다.

<6> 특허 문헌 1 : EP 특허 공개 공보 제418362호

<7> 특허 문헌 2 : EP 특허 공개 공보 제732330호

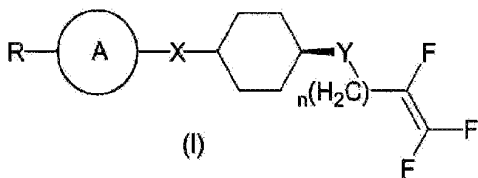
발명의 상세한 설명

<8> **발명의 개시**

<9> 본 발명은, 상기 상황을 감안하여, 반사형 액정 표시 장치 (AM-TFT-LCD) 나 새롭게 응용이 검토되고 있는 형광 형 액정 표시 장치 (PL-LCD) 에 적절한, 자외광 영역에서 광 흡수가 적은 액정 재료, 액정 재료의 제조 방법 및 그 액정 디바이스를 제공하는 것을 목적으로 한다.

<10> 본 발명은, 상기 목적을 달성하기 위해서,

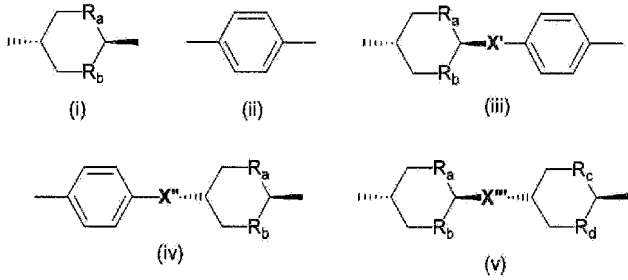
<11> [1] 이하의 화학식 (I) 에 나타내는 액정 화합물로서,



<12>

<13> R 은 하나 혹은 복수의 산소 혹은 황 원자가 임의로 포함되는 알킬기 혹은 알케닐기이고, Y 는 산소 혹은 황으로부터 독립적으로 선택되고, n 은 2 내지 8 의 정수이며, X 는 직접 결합, C₁₋₄ 알킬렌 또는 C₂₋₄ 알케닐렌사슬이며, A 는 1 개 혹은 2 개의 고리로 이루어지는 기이며, 그들은 직접 결합되거나, 또는 C₁₋₄ 알킬렌기 혹은 C₂₋₄ 알케닐렌기에 의해 결합되는 것을 특징으로 한다.

<14> [2] 상기 [1] 기재의 액정 화합물로서, 화학식 (I) 의 A 기는 화학식 (i), (ii), (iii), (iv) 및 (v) 의 기에서 선택되고,



<15>

<16> X', X'', X''' 는 각각, 직접 결합, C_{1-4} 알킬렌 또는 C_{2-4} 알케닐렌사슬에서 선택되며, R_a, R_b, R_c, R_d 의 각각의 기는 CH_2 나 산소로부터 독립적으로 선택되는 것을 특징으로 한다.

<17> [3] 상기 [2] 기재의 액정 화합물로서, R_a, R_b, R_c, R_d 는 CH_2 인 것을 특징으로 한다.

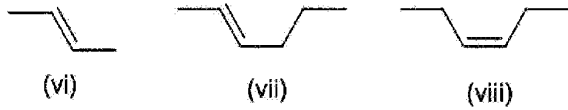
<18> [4] 상기 [1] ~ [3] 중 어느 1 항 기재의 액정 화합물로서, Y 는 산소인 것을 특징으로 한다.

<19> [5] 상기 [1] ~ [4] 중 어느 1 항 기재의 액정 화합물로서, n 은 2 인 것을 특징으로 한다.

<20> [6] 상기 [1] ~ [5] 중 어느 1 항 기재의 액정 화합물로서, X 는 직접 결합이거나 C_{1-2} 알킬렌사슬인 것을 특징으로 한다.

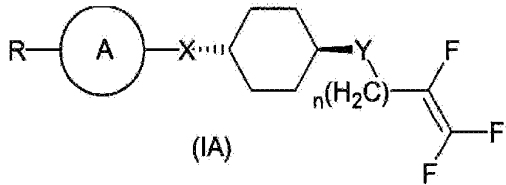
<21> [7] 상기 [6] 기재의 액정 화합물로서, X 는 직접 결합인 것을 특징으로 한다.

<22> [8] 상기 [1] ~ [5] 중 어느 1 항 기재의 액정 화합물로서, X 는 화학식 (vi), (vii) 및 (viii) 의 C_{2-4} 알케닐렌 사슬인 것을 특징으로 한다.



<23>

<24> [9] 상기 [1] ~ [8] 중 어느 1 항 기재의 액정 화합물로서, 화학식 (IA) 의 화합물이고,



<25>

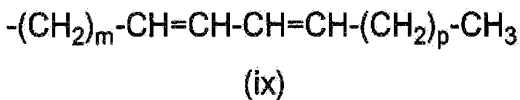
<26> R, A, X, Y 및 n 은 상기 [1] 에서 정의된 바와 같은 것을 특징으로 한다.

<27> [10] 상기 [1] ~ [9] 중 어느 1 항 기재의 액정 화합물로서, R 은 직쇄 C_{1-6} 알킬기이며, 임의로 1 개 혹은 2 개의 산소 혹은 황 원자를 포함하는 것을 특징으로 한다.

<28> [11] 상기 [1] ~ [9] 중 어느 1 항 기재의 액정 화합물로서, R 은 C_{2-10} 알케닐기인 것을 특징으로 한다.

<29> [12] 상기 [11] 기재의 액정 화합물로서, 알케닐기는 2 개의 2 중 결합을 포함하는 것을 특징으로 한다.

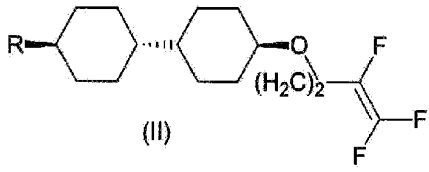
<30> [13] 상기 [11] 기재의 액정 화합물로서, 알케닐기는 화학식 (ix) 의 디엔이고,



<31>

<32> m 과 p 는 0 혹은 1~5 의 정수이고, $m+p$ 가 5 를 초과하지 않는 것을 특징으로 한다.

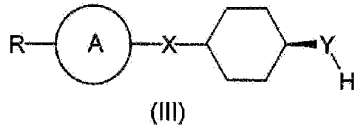
<33> [14] 상기 [1] ~ [13] 중 어느 1 항 기재의 액정 화합물로서, 화학식 (II) 의 화합물이고,



<34>

<35> R 은 상기 [1] 에서 정의된 바와 같은 것을 특징으로 한다.

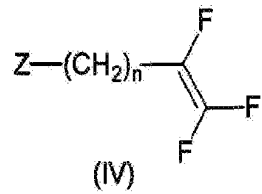
<36> [15] [1] ~ [14] 중 어느 1 항 기재의 액정 화합물의 제조 방법으로서, 화학식 (III) 의 화합물에서



<37>

<38> R, A, X, Y 는 화학식 (I) 과의 관계로 정의되는 것과,

<39> 화학식 (IV) 의 화합물에서



<40>

<41> n 은 상기 [1] 에서 정의된대로이고, Z 는 탈리기인 것을 반응시키는 것을 특징으로 한다.

<42> [16] 액정 혼합물로서, 상기 [1] ~ [15] 중 어느 1 항에 기재된 액정 화합물과 화학식 (I) 의 화합물을 포함하거나 혹은 포함하지 않는 그 외의 액정 화합물로 이루어지는 것을 특징으로 한다.

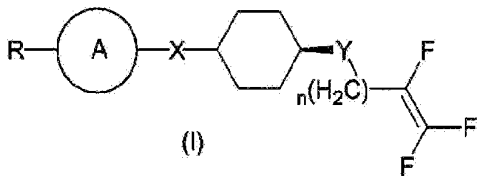
<43> [17] 액정 디바이스로서, 상기 [1] ~ [14] 중 어느 1 항에 기재된 액정 화합물 혹은 상기 [16] 에 기재된 혼합물로 이루어진다.

<44> [18] 상기 [17] 기재의 액정 디바이스로서, 상기 [1] 에서 정의된 화학식 (I) 의 화합물 혹은 상기 [16] 기재의 혼합물로 이루어지는 액정 재료의 층으로 이루어지는 디스플레이 셀과, 적절하게 어드레스되었을 때에 광이 통과하도록 액정 재료를 어드레스하는 수단과, 형광체 소자로 이루어지고, 액정층을 통과하는 광을 수광(受光)하도록 배치되는 발광층으로 이루어진다.

실시예

<48> 이하, 본 발명의 실시형태에 대해 상세하게 설명한다.

<49> 본 발명은, 화학식 (I) 에 나타내는 화합물로서,



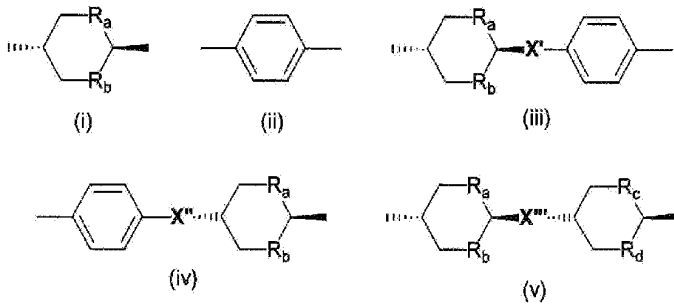
<50>

<51> R 은 하나 혹은 복수의 산소 혹은 황 원자가 임의로 포함되는 알킬기 혹은 알케닐기이고, Y 는 산소 혹은 황으로부터 독립적으로 선택되고, n 은 2 내지 8 의 정수이며, X 는 직접 결합, C₁₋₄ 알킬렌 또는 C₂₋₄ 알케닐렌이고, A 는 1 개 혹은 2 개의 고리로 이루어지는 기이며, 그들은 직접 결합되거나, 또는 C₁₋₄ 알킬렌기 혹은 C₁₋₄ 알케닐렌기에 의해 결합된다.

<52> 여기에서, 우선, 용어를 설명한다.

<53> "알킬"이라는 용어는, 이하, 직쇄 혹은 분지쇄의 알킬기를 칭하고, 최대로 20 원자, 보다 바람직하게는 10 원자까지, 더욱 바람직하게는 6 원자까지의 탄소 원자를 포함한다. "알킬렌"이라는 용어는, 2 개의 알킬기를 칭하고, "시클로알킬"이라는 용어는, 적어도 3 탄소 원자를 가지고, 구조가 고리상인 것을 칭한다. "알케닐"이라는 용어는, 불포화의 직쇄 혹은 분지쇄로서, 2 내지 20 원자, 바람직하게는 2 내지 10 원자의 탄소 원자를 포함하는 것을 칭한다. "아릴"이라는 용어는, 페닐이나 나프틸과 같은 방향고리를 칭하지만, 바람직하게는 페닐을 칭한다. "헤테로사이클릭기"라는 용어는, 바람직하게는 4 내지 8 원자를 포함하는 고리로서, 그 중의 3 원자까지가 산소, 질소, 황 중에서 선택되는 이종(異種) 원자인 것을 칭한다. 이들은 포화여도 되고, 불포화여도 되지만, 바람직하게는 포화이다.

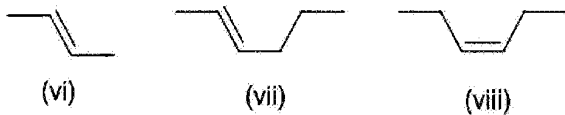
<54> 바람직하게는, A 기의 고리는 파라 치환되어 있고, 포화하고 있는 부분에서는, 치환기는 바람직하게는, 서로 트랜스 관계로 되어 있다. 화학식 (I) 에 있어서 특히 바람직한 A 기의 예는, 화학식 (i), (ii), (iii), (iv) 혹은 (v) 의 기이며,



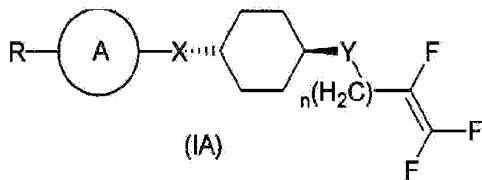
<55>
 <56> X', X'', X''' 는 각각, 직접 결합, C₁₋₄ 알킬렌사슬 또는 C₂₋₄ 알케닐렌사슬에서 선택되고, R_a, R_b, R_c, R_d 의 각각의 기는 CH₂ 나 산소로부터 독립적으로 선택된다. 특히, R_a, R_b, R_c, R_d 의 어느 하나가 산소인 곳에서는, 다른 하나 또한 산소이므로, A 기는 디옥산 고리이거나, 혹은 디옥산 고리를 포함한다. 그러나, 바람직한 것은, R_a, R_b, R_c, R_d 가 CH₂ 기로서 존재하는 것이다.

<57> 바람직하게는 Y 는 산소이고, 특히 바람직한 실시예에서는, n 은 정수 2 이다. 바람직하게는, X 는 직접 결합이거나 C₁₋₂ 알킬렌사슬이며, 보다 바람직하게는 직접 결합이다.

<58> 또, X 가 C₂₋₄ 알케닐렌사슬인 곳은, (vi), (vii) 또는 (viii) 의 부분식의 기가 바람직하다.

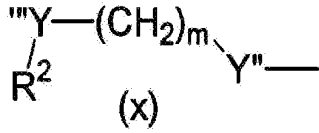


<59>
 <60> 화학식 (I) 에 표시되는 시클로헥산 고리는 바람직하게는, 트랜스 결합이다. 따라서, 특히, 화학식 (I) 의 화합물은 바람직하게는, 화학식 (IA) 의 화합물이고,



<61>
 <62> R 은 하나 혹은 복수의 산소 혹은 황 원자가 임의로 포함되는 알킬기 혹은 알케닐기이고, Y 는 산소 혹은 황으로부터 독립적으로 선택되며, n 은 2 내지 8 의 정수이고, X 는 직접 결합, C₁₋₄ 알킬렌 또는 C₂₋₄ 알케닐렌사슬이며, A 는 1 개 혹은 2 개의 고리로 이루어지는 기이고, 그들은 직접 결합되거나, C₁₋₄ 알킬렌기 또는 C₂₋₄ 알케닐렌기에 의해 결합된다.

<63> 바람직한 실시예에서는, R 은 직쇄 C₁₋₆ 알킬기이고, 보다 바람직하게는 C₃₋₅ 알킬기이며, 임의로 1 개 혹은 2 개의 산소 혹은 황 원자를 포함한다. R 기의 특별한 예는, 화학식 (x) 의 기이며,

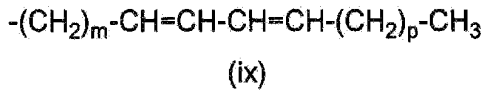


<64>

<65> m 은 1 내지 5 의 정수이고, Y'' 와 Y''' 는 산소와 황으로부터 독립적으로 선택되며, R² 는 알킬, 특히 C₁₋₄ 알킬이다. 바람직하게는 m 은 2 이며, Y'' 와 Y''' 는 산소이다.

<66> 또, R 기의 다른 특별한 예에서는, R 은 C₃₋₅ 알킬이다.

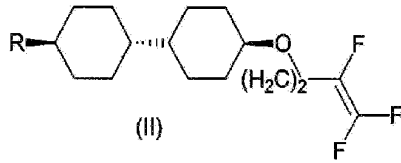
<67> 또한, 그 외의 실시예에서는, R 은 알케닐기이고, 특히 C₂₋₁₀ 알케닐기이다. 바람직하게는, 알케닐기는 2 개 이상의 탄소의 2 중 결합을 포함하고, 바람직하게는 화학식 (ix) 의 디엔이며,



<68>

<69> m 과 p 는 0 혹은 1~5 의 정수이고, m+p 가 5 를 초과하지 않도록 규정한다. 바람직하게는, m 과 p 는 0 이다.

<70> 화학식 (I) 에 있어서 특히 바람직한 고리 A 는 부분식 (i), (ii), (v) 의 기이고, 바람직한 고리 A 는 부분식 (i) 의 기이다. 부분식 (iii), (iv), (v) 의 기에서는, X', X'', X''' 는 바람직하게는, 직접 결합 혹은 C₁₋₂ 알킬렌기이다. 특히, 직접 결합이 좋다. 이들이 C₂₋₄ 알킬렌기인 곳은, X 와 관련하여 상기 기술한 (vi), (vii) 혹은 (viii) 의 기에서 선택되는 것이 바람직하다. 따라서, 화학식 (I) 의 화합물의 예는, 화학식 (II) 의 화합물이고,



<71>

<72> R 은 1 개 혹은 복수의 산소 혹은 황 원자가 임의로 포함되는 알킬기 혹은 알케닐기이다.

<73> 상기 기술한 본 발명의 액정 화합물은, 단체로, 혹은 다른 액정 화합물과의 혼합물로서 이용할 수 있고, 다른 액정 화합물은 화학식 (I) 의 화합물을 포함해도 되고, 포함하지 않아도 된다.

<74> 본 발명의 화합물은, 매우 낮은 복굴절 (분자 내의 탄소 2 중 결합 혹은 3 중 결합과 같은, 분극 구조 소자 수의 최소화에 의한다) 과, 작은 선형과 관능기에 대한 인력의 최소화에 기인하는 매우 낮은 회전 점성을 갖는다.

이들 특성에 의해, 본 발명의 화합물은 낮은 복굴절을 필요로 하는 반사형 액정 디스플레이 재료로서 특히 유효하다. 이들 화합물이 특히 바람직한 것은, LCD 의 파워 소비 전체에 있어서의 가장 큰 원인이 (약 70-90%), 디스플레이를 빛나게 할 수 있는 백라이트에 의하는 것이기 때문이다. 최근, 많은 휴대형 디바이스, 예를 들어 작은 노트형 컴퓨터, 비디오 게임, 혹은 퍼스널 디지털 어시스턴스 (PDA, 전자 노트 및 캘린더와 같은 것) 는 따라서 전지의 수명을 증가시키기 위해서 반사형 TFT 디스플레이를 탑재하고 있다. 반사형 디스플레이를 통과한 반사광의 광로는 통상적인 TN-LCD 와는 상이하므로, 액정 화합물의 복굴절에 관해서 다른 필요 사항이 존재한다. 즉, 상기 특허 문헌 1, DE-B 제19525314호 그리고 상기 특허 문헌 2 에 기재되어 있는 대로, 통상적인 TFT 디스플레이에서는 대략적으로 약 0.1 의 Δn 치가 필요해지는 것에 반하여, 최적 화질 반사형 TFT 디스플레이에서는, 화합물은 약 0.06 의 Δn 치가 필요해진다. 여기에서, Δn 이란 액정 물질의 복굴절성의 크기를 나타내는 양이고, 분자 장축과 광의 편광이 갖추어진 경우를 n_e, 그것과 수직인 경우를 n_o 로 하면, Δn=n_e-n_o 이다. Δn 이 정인 경우, 전장에 분자 장축을 향하게 하지만, Δn 이 부(負)인 경우는, 수직이 된다. 이 때문에, 디스플레이에서는 Δn 이 정인 것이 주류이다.

<75> 본 발명의 화합물을 포함하는 액정 화합물 혹은 혼합물은, 이미 공지된 어떠한 네마틱 액정 디바이스에 이용할 수 있고, 예를 들어, 비틀림 네마틱 (TN) 디바이스에 이용할 수 있고, 직접, 시분할 (multiplex) 되어도 액티브 매트릭스 어드레싱 방식이어도 된다.

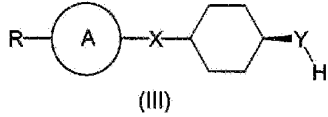
- <76> 본 발명의 액정 화합물은 또, 자외선 조사에 대해서도 우수한 안정성을 갖는다. 특히, 많은 액정 디바이스에 사용되는 파장의 자외선이 조사되어도 흡수하지 않는다. 이러한 특성에서, 야외 디스플레이에 사용되는, 고레벨의 자외선 조사에 노출되는 액정 디스플레이에 대해서 이용하는데, 특히 유효하다. 또한, 본 발명의 화합물은, 미국 특허 No.4830469, W095/27920, EP-A-185495, 및 유럽 특허 No.0755532 에 기재되어 있는 바와 같은, 형광 물질이나 형광체층 액정 디바이스와 접합으로도 이용할 수 있다.
- <77> 이들 디바이스는, 보는 사람에게 빛을 보내기 때문에, 액정을 셔터로서 이용 하는 경우의 문제점을 해결하므로, 특히 디스플레이 셀로서, 그 중에서도 컬러 디스플레이 셀로서 바람직하다. 이들 액정 화합물의 광 산란 혹은 복굴절 특성은 이 점에 있어서 유효하고, 자장의 인가에 의해 제어될 수 있다. 그러나, 액정 재료는 광이 통과하는 각도에 대해 감수성을 가지고, 그러므로 직접 이들을 볼 때는 뷰잉 (시야) 각에 대한 콘란이 생길 수 있다.
- <78> 이들 디바이스에 있어서의 상기 뷰잉각의 문제는, 광원으로부터의 광의 방향에 의해 해결할 수 있다. 이 광원은 통상 자외광원으로서, 그 광은 액정 셀을 통과하여 자기 방사 소자 (self radiating elements) 혹은 형광체에 조사하고, 이들이 액정 셀을 통과하여 도달한 광에 의해 활성화되어 발광한다. 이 발광 프로세스에 의해, 패시브 액정 디바이스보다, 넓은 뷰잉각을 갖는다. 각각의 형광체는, 디바이스에 있어서의 개개의 화소를 형성하기 위한 적, 청, 녹의 형광체 그룹으로 이루어지는 하나의 화소 구조 내에 배치된다. 따라서, 이들 3 종류의 형광체와 디바이스를 통과하는 광의 강도를 제어하기 위한 셔터 시스템으로서의 액정 셀을 이용하면, 화소는 상대적 자극에 의존하여 어떠한 색이라도 발광할 수 있어, 우수한 콘트라스트와 뷰잉각을 갖는 풀 컬러 디스플레이를 제조할 수 있다.
- <79> 따라서, 본 발명에 의한 바람직한 액정 디바이스는 디스플레이 셀이며, 화학식 (I) 의 화합물 혹은 그것을 포함하는 혼합물로 이루어지는 액정 재료의 층과, 올바르게 어드레스되었을 때에는 광이 액정 재료를 통과하도록 액정 재료를 어드레스하는 수단과, 액정층을 통과하는 광을 수광하도록 배치된 형광 소자로 이루어지는 발광층에 의해 구성된다.
- <80> 도 1 은 본 발명의 실시예를 나타내는 고체 표시 소자를 갖는 디바이스의 개략도이다.
- <81> 여기에서 도시하는 디바이스는 어디까지나 본 발명의 하나의 응용예이며, 그 응용에 따라 다양하게 변형될 수 있다.
- <82> 이 도에 있어서, 1 은 액정 재료 (액정 화합물, 액정 혼합물), 2 는 투명 기판, 3 은 광원, 4 는 형광체, 5 는 발광층을 각각 칭한다.
- <83> 바람직하게는 이들 디바이스에서는, 액정 재료 (액정 화합물·액정 혼합물 ; 1) 는, 개개의 셀이나 연속적 패널 중 어느 하나인, 2 개의 평행하게 공간적으로 분리된 투명 기판 (2) 사이에 배치된다. 본 발명의 화합물 혹은 그것을 포함하는 혼합물인 액정 재료 (1) 는, 셀에 공급되고, 그 배향은, 층의 어느 측에 배치된 전극 (도시하지 않음) 과 같은, 어드레스 수단에 의해 제어 가능하다. 광원 (3) 으로부터의 광은 화살표의 방향으로 공급되고, 액정 재료 (1) 의 활성화에 의존하여, 액정 재료 (1) 에 의해 내부에서 반사되거나, 발광층 (5) 상에서 형광체 (4) 로 전환된다 (divert). 형광체 (4) 가 거기에서 원하는 뷰잉각으로 발광한다.
- <84> 디바이스는 또, 편광자 및/또는 이색성 자외광 흡수기 (미국 특허 No.4830469호에 기재) 를 포함해도 된다.
- <85> 특히 바람직한 디바이스는, 또한 여기광을 형광체로 콜리메이트하는 수단도 포함한다. 그러한 콜리메이트 수단의 다양한 배치는, W095/27920 에 기재되어 있다. 그들은 렌즈를 포함하고, 그 렌즈는 하나의 층 내 혹은 층 상에 배치되어도 된다.
- <86> 자외광원은, 예를 들어 투명 기판을 광도파로로서 사용하여, 액정층에 뒤에서부터 직접적으로 혹은 단(端) 으로부터 공급되어도 된다. 각 셀이나 패널의 영역 내에서의 액정 재료의 배향의 제어를 실시하는 앵커링 방법은 주지 기술이다. 결과적으로, 광이 특정한 형광 소자를 향하고 있으면, 형광체 소자는 여기되어 발광하고, 향하고 있지 않으면, 어두운 상태가 된다. 이 앵커링 방법의 제어에 의해, 각각의 화소점은 임의의 시간점에서 개개의 가시광 출력 특성을 가진다.
- <87> 이들 디스플레이는 컴퓨터나 텔레비전의 스크린에 이용되어도 되고, 거기에는 수십만의 화소를 필요로 하며, 그 개개의 화소가, 예를 들어 100 μ m 이하와 같은, 스크린이 매우 작은 영역에 도달하는 적, 녹, 청의 광의 양을 제어한다. 그러한 경우, 필요해지는 전기적 접속의 수를 줄이기 위해서, 액정 재료를 어드레스하기 위해서 사

용되는 전극의 하나가 세로의 열로 접속되고, 다른 일방이 가로 열로 접속된다 (가로과 세로는 서로 수직이다).

그러나, 개개의 화소를 확실하게 제어하기 위해서, 이들 화소는 종래 기술에 있는 바와 같이 시분할되지 않으면 안된다. 시분할은, 1 초간 몇 번이나 원하는 전압과 제로의 사이를 순환하는 전압을 인가함으로써 달성할 수 있다. 각각의 가로 열이 필요로 하는 전압을 받으면, 정 혹은 부의 전압이 각각 세로의 열에 인가되어, 가로 열 내의 각각의 화소가 원하는 방법으로 어드레스된다. 이것은, "온" 의 화소에 있어서의 모든 액정 화합물은 그 액정 화합물의 역치를 초과한 전압에 따르는 것을 의미한다. 디스플레이의 모든 가로 열은 화소를 리프레시하기 위해서 스캔된다.

<88> 이하에, 본 발명의 액정 화합물이 어떻게 제조되는지를 나타낸다.

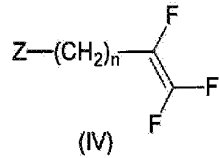
<89> 화학식 (I) 의 화합물은, 화학식 (III) 의 화합물에서,



<90>

<91> R, A, X 및 Y 가 화학식 (I) 과의 관계로 정의되는 것과,

<92> 화학식 (IV) 의 화합물에서,



<93>

<94> n 은 청구항 1 에서 정의된대로이고, Z 는 탈리기인 것을

<95> 반응시킴으로써 제조된다.

<96> 반응은, 바람직하게는 예를 들어 수소화나트륨과 같은 알칼리 금속 수소화물과 같은 강 염기의 존재에서 테트라히드로푸란과 같은 유기 용매 중에서 일어난다. 바람직한 탈리기 Z 는 클로로, 브로모, 요오도, 메실산 (mesylate), 토실산 (tosilate) 과 같은 할로를 포함하고, 특히 브로모와 같은 할로기이다. 화학식 (III) 의 화합물은, 이미 공지된 화합물이거나 혹은 종래 기술에 의해 이미 공지된 화합물로부터 제조해도 된다. 이들 화합물을 제조하기 위해서는, 공업 제품을 간편하게 스케일 업시키는 비교적 용이한 반응을 발생시키는, 이미 공지된 화합물을 이용한 1 공정만으로 완료되므로, 매우 간편하게 실현할 수 있다.

<97> <실험>

<98> [트랜스, 트랜스-4-프로필-4'-(3,4,4-트리플루오로부틸-3-에닐옥시[3,4,4-trifluorobutyl-3-enyloxy]) 비시클로hex산 (후술하는 표 1 의 화합물 13) 의 제조]

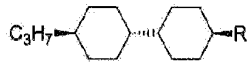
<99> 테트라히드로푸란 (25cm³) 내의 트랜스-4-(트랜스-4-프로필시클로hex실)-1-시클로hex사놀 (0.50g, 2.23×10⁻³ 몰) 의 용매는, 실온, 질소 분위기 하에서, 테트라히드로푸란 (25cm³) 내의 나트륨 수소화물의 현탁액 (0.06g, 2.68×10⁻³ 몰) 에 적하 된다. 이어서, 이 용액은 교반되고 (2 시간), 4-브로모-1,1,2-트리플루오로-1-부탄 (0.42g, 2.23×10⁻³ 몰) 이 첨가되어, 반응액이 교반된다 (48 시간). 메탄올 (20cm³) 이 반응액에 첨가되고, 이어서, 물 (75cm³) 이 첨가된다. 이 생성물은 에테르 (3×50cm³) 로 추출되고, 화합된 유기층이 브라인 (2×50cm³) 으로 세정되어, 황산 마그네슘으로 건조된다. 용액은 이어서 여과되고, 용매는 감압되어 제거되며, 비정제된 생성물은 칼럼 크로마토그래피에 의해 실리카겔 상에서 3 : 7 의 에틸아세테이트-hex산 혼합물을 용리제로 하여 정제되고, 저온 프로판으로부터 재결정화되어, 백색 결정 고체, 0.18g (25%) 으로서의 원하는 화합물이 만들어진다.

<100> OM : Cr80N(55)I DSC Cr79.1I(heating), I54.8N29.0Cr(Cooling)

<101> 다음으로, 본 발명의 액정 화합물의 특성에 대해 설명한다.

<102> 본 발명의 액정 화합물의 특성은, 종래 수법을 이용하여 테스트된다. 특히, 본 발명의 화합물의 용융·투명 점은 동일한 이미 공지된 화합물로부터 결정·비교되었다. 그 결과를 표 1 에 나타낸다.

표 1



No.	R	Cr	S _B	N	I
1		• 23	• 96	-	•
2		• 32	• 74	-	•
3		• 15	• 42	-	•
4		• 25	• 85	-	•
5		• 61	-	-	•
6		• 45	-	(• 34)	•
7		• 86	(• 83)	-	•
8		• 47	-	(• 44)	•
9		• -16	• 89	-	•
10		• 44	• 75	• 96	•
11		• 60	-	(• 47)	•
12		• 30	• 70	• 73	•
13		• 80	-	(• 55)	•

<103>

<104>

표 1 은, 트랜스,트랜스-4-프로필-4'-R-비시클로헥산의 코어부의 화합물에 대한, 액정상 형성에 있어서의 말단 사슬 (end chain) 의, 극성기 혹은 전자 공여기의 위치 및 수의 영향을 나타낸다. 1 위치 (1-position) 의 산소 (극성기) 와 4 위치 (4-position) 의 다른 하나의 극성기 혹은 전자 공여기의 어느 하나를 도입하는 시리즈의 모든 멤버는 어떠한 고질서 스펙트릭 B 상도 없는 네마틱만의 액정 화합물을 형성한다. 화합물 (5) 은 네마틱상은 나타내지 않았는데, 이것은 큰 브로모 유사체 (6) 와 달리 불소 극성 관능기가 너무 작기 때문이다.

또, 화합물 7 도, 말단 알코올 관능성으로부터의 수소 결합을 위해서 네마틱상을 형성하지 않고, 이 전자 흡인기에 의해 고(高)질서 스펙트릭 B 상의 안정에 유도된다. 표 1 의 다른 모든 화합물은 스펙트릭 B 상이거나, 또는 스펙트릭 B 상을 포함하거나의 어느 한쪽이다.

<105>

본 발명에 의해, 말단사슬의 1 위치의 산소 (극성기) 와 4 위치의 극성기·전자 공여기가 결합되고, 매우 광범위하게 걸친 네마틱 온도 폭을 갖는 단변(單邊)의 네마틱상이 된다.

<106>

상기 기술한 혼합물의 물리적 특성은 종래 수법을 이용하여 평가되었다.

<107>

트랜스,트랜스-4-프로필-4'-(3,4,4-트리플루오로부틸-3-에닐옥시[3,4,4-trifluorobutyl-3-enyloxy]) 비시클로헥산 (13) 의 표준 실은 네마틱 액정 혼합물 ZLI-1083 이 합성되고, 상(相)거동, 역치 전압, 유전 이방성, 회전 점성, 복굴절이 결정되었다. 혼합 화합물과 그 상거동을 표 2 에 나타낸다. 이 표 2 에서 알 수 있는 바와 같이 어느 혼합물도 고질서 스펙트릭상을 나타내지 않았다.

표 2

Mixture No.	Mixture Composition	N-I (C)	I-N (C)	V _{th}
M1	ZLI-1083	53	51	1.3 V
M2	10%wt Compound 13 in ZLI-1083	49	48	1.6 V
M3	20%wt Compound 13 in ZLI-1083	47	46	1.7 V

<108>

<109>

25℃ 에서 0.7mm 간격의 광학 쉘 내에서 계측된 혼합물의 복굴절이 하기에 표 3 에 나타내어져 있다.

최종 보외(補外) 복굴절은 화합물 13 에서 계산되어, 그 값은 가장 밑에 나타내어져 있다.

표 3

Mixture No.	Mixture Composition	n_c	n_o	Δn
M1	ZLI-1083	1.5813	1.4713	0.1100
M2	10% Compound 13 in ZLI-1083	1.5734	1.4713	0.1021
M3	20% Compound 13 in ZLI-1083	1.5655	1.4713	0.0942
	Compound 13			0.067

<110>

<111> 혼합물의 유전 이방성은 표 4 에 나타내어져 있다.

표 4

Mixture No.	Mixture Composition	\tilde{d}	\hat{d}	$\tilde{\Delta n}$
M1	ZLI-1083			
M2	10% Compound 13 in ZLI-1083			
M3	20% Compound 13 in ZLI-1083			
	Compound 13			

<112>

<113> 화합물 13 과 동일한 응용에 사용되는 다른 이미 공지된 액정 화합물의 물리적 특성의 비교는 표 5 에 나타내어져 있다.

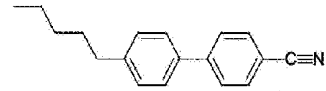
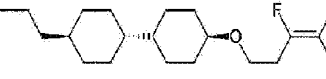
표 5

No.	Structure	Mesophases	$T_{NI,cal}$	$\tilde{\Delta d}$	$\tilde{\Delta n}$	\tilde{a}_1
14		Cr 35 S _B (33) I	-20.5	5.3	0.051	99
15		Cr 33 N (18.2) I	-13.2	6.9	0.059	89
16		Cr 34 N (31.0) I	15.1	5.6	0.065	65
13		Cr 80 N (54.9) I	18.6		0.067	

<114>

<115> 또, 고강도 자외 백라이트를 이용하는 광 루미네선스 (PL) 액정 디바이스는, 300-400nm 의 파장 폭으로 동작한다. 따라서, 이들 디바이스에 사용되는 액정 화합물은, 이 파장에서의 조사에 대해서 화학적으로 안정적이어야 하므로, 보다 바람직하게는 이 폭에서는 자외선을 흡수하지 않는 쪽이 좋다. 이 파장에서의 자외선 흡수율이 화합물 13 에서 시험되어, 표 6 에 나타내는 바와 같이 표준의 4-시아노-4'-펜틸비페닐 (5CB) 과 비교되었다. 화합물 13 은 표준의 PL 액정 디바이스의 동작 폭 내에서의 자외선 조사를 흡수하지 않는 것을 나타내고, 따라서 이들 타입의 디바이스에 단일로 혹은 혼합물의 구성 요소로서 이용할 수 있는 유효한 화합물이라고 할 수 있다.

표 5

No.	Mixture Composition	Wave length of absorbance
17		323 nm
13		261 nm

<116>

<117> 또한, 본 발명은 상기 실시예에 한정되는 것이 아니고, 본 발명의 취지에 기초하여 다양한 변형이 가능하며, 이들을 본 발명의 범위로 부터 배제하는 것은 아니다.

<118> 본 발명에 의하면, 이하와 같은 효과를 가져올 수 있다.

<119> 네마틱상만이 출현하는 새로운 액정 화합물의 합성에 성공하였다. 이 액정 화합물은, 회전 점성이 낮고, 복굴절이 작으며, 자외광 조사에 안정적이고, 유전 이방성이 정인, 등의 특징을 가지고 있다. 이 때문에, AM-TFT-LCD 및 PL-LCD 로의 응용 전개를 기대할 수 있다.

<120> 상세하게는, 네마틱상의 출현 온도 영역이 넓고, 복굴절성이 실용화에 적절한 범위 내에서 우수한, 자외광에 대한 안정성이 높은, 유전 이방성이 정인 등의 장점을 가지고 있다. 재료 합성 방법도 저가 원료를 출발로 하는 합성 방법이며, 또한 합성 프로세스도 간편하므로, 실용적 관점으로부터도 새로운 액정 재료로서 우수하다.

산업상 이용 가능성

<121> 본 발명은, 자외광 저흡수, 저복굴절률, 저점성 등의 특성을 구비한 새로운 액정 화합물, 액정 혼합물 및 액정 디바이스에 적절하다. 특히, 반사형 액정 표시 장치 (AM-TFT-LCD) 나 새롭게 응용이 검토되고 있는 형광형 액정 표시 장치 (PL-LCD) 로의 적용이 기대된다.

도면의 간단한 설명

<45> 도 1 은 본 발명의 실시예를 나타내는 고체 표시 소자를 갖는 디바이스의 개략도이다.

<46> 발명을 실시하기 위한 최선의 형태

<47> 네마틱상만이 출현하는 새로운 액정 화합물의 합성에 성공하였다. 이 액정 화합물은, 회전 점성이 낮고, 복굴절이 작으며, 자외광 조사에 안정적이고, 유전 이방성이 정(正)인 등의 특징을 가지고 있다. 이 때문에, AM-TFT-LCD 및 PL-LCD 로의 응용 전개를 기대할 수 있다.

도면

도면1

