



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년07월10일

(11) 등록번호 10-1535843

(24) 등록일자 2015년07월06일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 19/20 (2006.01) *C09K 19/22* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2013-0130279
 (22) 출원일자 2013년10월30일
 심사청구일자 2013년10월30일
 (65) 공개번호 10-2015-0049560
 (43) 공개일자 2015년05월08일
 (56) 선행기술조사문헌
 JP2887069 B2

(73) 특허권자
애경화학 주식회사
 서울특별시 구로구 공원로 7 (구로동)
 (72) 발명자
전윤태
 대전광역시 유성구 유성대로642번길 53, 403호(구
 압동, 애경(사원주))
이기우
 대전 유성구 배울1로 35, 404동 901호 (관평동,
 쌍용스윗닷홈)
최광식
 대전 유성구 배울1로 35, 407동 902호 (관평동,
 쌍용스윗닷홈)
 (74) 대리인
이순국

전체 청구항 수 : 총 8 항

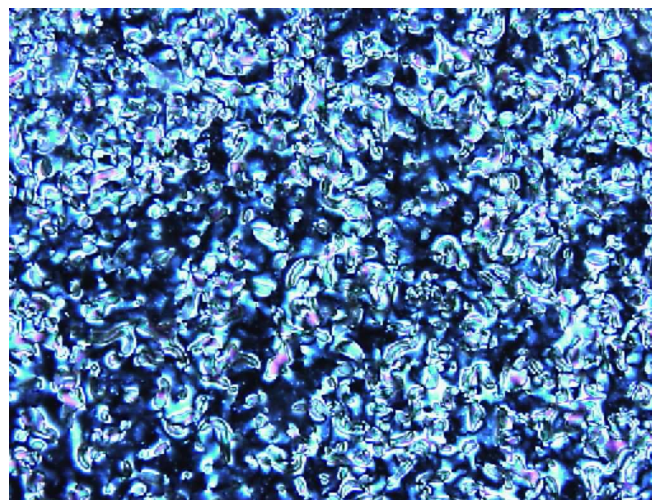
심사관 : 서대중

(54) 발명의 명칭 **2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 반응성 메조겐 화합물 및 그 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물 및 그 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 광중합에 의해 고분자 네트워크를 형성하여 넓은 온도범위에서 액정상을 나타내며, 열안정성이 우수하고, 높은 복굴절률값을 가지므로 대화면 광시야각 액정 표시장치의 핵심 소재인 초박막 보상필름 및 위상차 필름으로 제작할 수 있고 얇은 두께의 효율적인 보상필름 및 위상차 필름을 구현할 수 있는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 반응성 메조겐 화합물 및 그 제조방법에 관한 것이다.

대표도 - 도2



명세서

청구범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

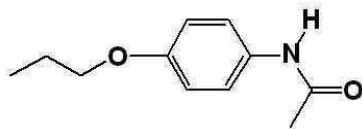
청구항 5

삭제

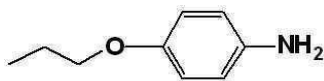
청구항 6

하기 [화학식 1]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 1]의 화합물로부터 하기 [화학식 2]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 3]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 3]의 화합물로부터 하기 [화학식 4]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 2]의 화합물과 하기 [화학식 4]의 화합물을 반응시켜 하기 [화학식 5]의 화합물을 제조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 [화학식 5]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 반응성 메조겐 화합물의 제조방법

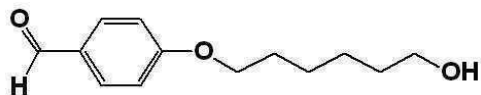
[화학식 1]



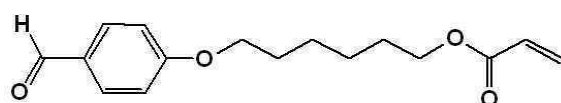
[화학식 2]



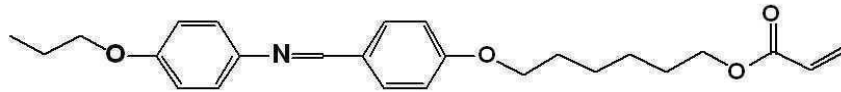
[화학식 3]



[화학식 4]



[화학식 5]



청구항 7

제6항에 있어서,

상기 [화학식 1]의 화합물은 4-Acetamidophenol와 Bromopropane을 반응시켜 제조되는 것을 특징으로 하는 [화학식 5]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 반응성 메조겐 화합물의 제조방법

청구항 8

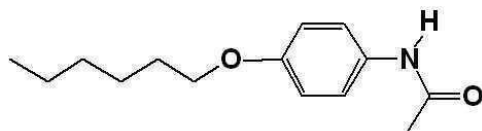
제6항에 있어서,

상기 [화학식 3]의 화합물은 4-hydroxybenzaldehyde와 Bromohexanol을 반응시켜 제조되는 것을 특징으로 하는 [화학식 5]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 반응성 메조겐 화합물의 제조방법

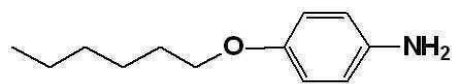
청구항 9

하기 [화학식 6]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 6]의 화합물로부터 하기 [화학식 7]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 8]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 8]의 화합물로부터 하기 [화학식 9]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 7]의 화합물과 하기 [화학식 9]의 화합물을 반응시켜 하기 [화학식 10]의 화합물을 제조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 [화학식 10]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 반응성 메조겐 화합물의 제조방법

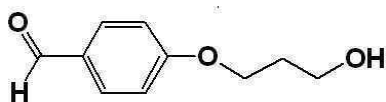
[화학식 6]



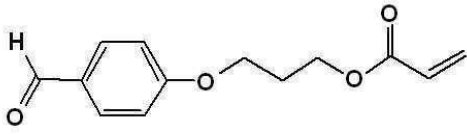
[화학식 7]



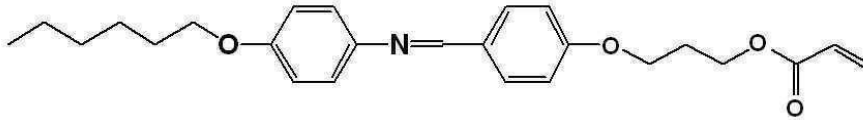
[화학식 8]



[화학식 9]



[화학식 10]



청구항 10

제9항에 있어서,

상기 [화학식 6]의 화합물은 4-Acetamidophenol와 Bromohexane을 반응시켜 제조되는 것을 특징으로 하는 [화학식 10]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 반응성 메조겐 화합물의 제조방법

청구항 11

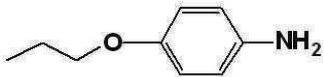
제9항에 있어서,

상기 [화학식 8]의 화합물은 4-hydroxybenzaldehyde와 Bromopropanol을 반응시켜 제조되는 것을 특징으로 하는 [화학식 10]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 반응성 메조겐 화합물의 제조방법

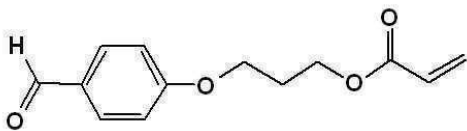
청구항 12

하기 [화학식 2]의 화합물과 하기 [화학식 9]의 화합물을 반응시켜 제조되는 것을 특징으로 하는 하기 [화학식 11]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 반응성 메조겐 화합물의 제조방법

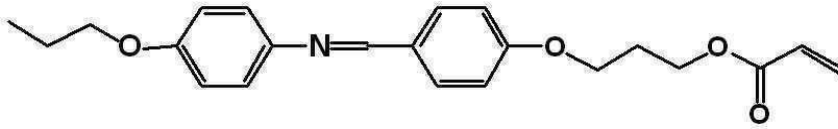
[화학식 2]



[화학식 9]



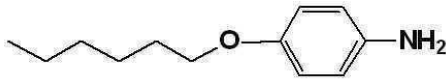
[화학식 11]



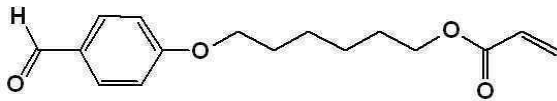
청구항 13

하기 [화학식 7]의 화합물과 하기 [화학식 4]의 화합물을 반응시켜 제조되는 것을 특징으로 하는 하기 [화학식 12]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 반응성 메조겐 화합물의 제조방법

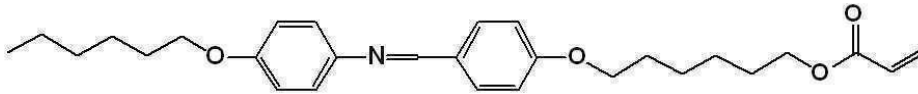
[화학식 7]



[화학식 4]



[화학식 12]



발명의 설명

기술분야

[0001]

본 발명은 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물 및 그 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 광중합에 의해 고분자 네트워크를 형성하여 넓은 온도 범위에서 액정상을 나타내며, 열안정성이 우수하고, 높은 복굴절률값을 가지므로 대화면 광시야각 액정 표시 장치의 핵심 소재인 초박막 보상필름 및 위상차 필름으로 제작할 수 있고 얇은 두께의 효율적인 보상필름 및 위상차 필름을 구현할 수 있는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002]

일반적으로 디지털화, 정보화가 가속화되면서 많은 IT 기기들이 생활속에서 이용되고 있고, IT 기기들의 디스플레이 기술도 많은 발전을 하고 있으며, 주로 평판디스플레이로서 LCD, PDP, OLED 등이 대표적으로, 이중 현재 가장 보편적인 것이 LCD이다.

[0003]

액정과 반도체 기술이 접목된 LCD는 얇고 가벼우며 소비전력이 낮은 장점으로 인해 현재 대형 TV, PC 모니터, 각종 측정장치의 표시소자, PMP나 mp3기기, 자동차의 네비게이션 장치, 휴대폰 등에 널리 응용되고 있다.

[0004]

고품질의 대형 LCD를 구현하기 위해서는 광시야각, 고휘도 높은 콘트라스트비, 빠른 응답속도가 요구되는데, 현

재 알려져 있는 LCD 동작 모드중 실용화되어 널리 사용되고 있는 것은 TN(Twisted Nematic), STN(Super Twisted Nematic), VA (Vertical Alignment) 그리고 IPS (In-Plane Switching)이다.

[0005] 이러한 LCD에서 사용되는 막대형 액정분자는 고분자 배향막 위에 한쪽 방향으로 배향되게 되고 이러한 배향은 각각의 LCD에서 시야각에 따른 액정의 겉보기 Δn 의 변화를 일으켜 LCD에서의 광시야각을 제한하는 원인이 된다.

[0006] 전기장의 인가에 의해 액정분자의 배열이 변화하는 경우 진행하는 빛은 다른 각도로 액정분자와 만나게 되고 이에 따라 투과되는 빛의 편광 상태에 차이가 발생하게 된다. 그 결과 투과된 빛이 LCD 표면의 편광판을 통과할 경우 일부의 빛이 누출된다. 이 경우 정면에서와 경사각에서 휘도의 차이가 나거나 콘트라스트의 역전이 일어난다.

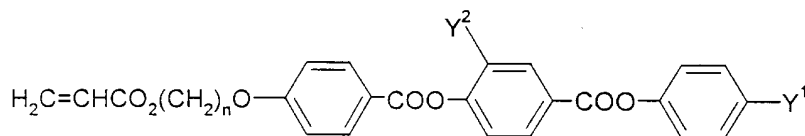
[0007] 이러한 현상을 극복하고 광시야각을 확보하려는 다양한 시도가 있었는 바, 이러한 시도 중 현재는 보상필름을 이용하는 방법이 비교적 널리 사용되어지고 있다. 보상 필름은 시야각의 증가에 따른 위상차의 변화값을 가지면서 방향이 반대인 필름을 사용하여 보상하는 원리이다.

[0008] 다양한 LCD모드에 대응하여 다양한 보상필름이 요구되어 지는데, 현재의 보상필름 기술은 두꺼운 두께의 연신필름을 사용하는 것과 제한적으로 액정필름을 사용하는 것이 있다. 이러한 보상필름재료로서 반응성 액정을 이용하면 고효율의 보상필름을 구현할 수 있다.

[0009] 고효율의 초박막 보상필름을 구현하기 위해서는 광중합에 의해 고분자 네트워크를 형성하여 분자배향을 갖는 액정고유의 특성을 가지면서 넓은 온도범위에서 액정상을 나타내며, 열안정성이 우수하고, 높은 복굴절률값을 가져야 하나, 현재 시판되고 있는 반응성 액정화합물들은 충분한 액정상을 나타내지 못하고, 복굴절률 값이 만족스럽지 못하며, 열안정성이 취약한 문제가 있다.

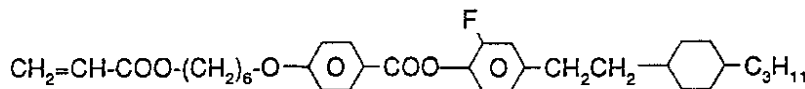
[0010] 특히, 기존의 반응성 액정화합물로는 한국공개특허공보 특2002-3993에 다음 [화학식 I]로 표시되는 모노반응성 메조제닉 화합물이 공지되어 있고, 영국특허공개공보 GB 2280445 A에는 다음 [화학식 II]로 표시되는 반응성 액정 화합물이 공지되어 있으며, 국제특허공개공보 WO 95/22586 A1에는 다음 [화학식 III]으로 표시되는 반응성 액정화합물이 공지되어 있고, 국제특허공개공보 WO 97/00600 A2에는 다음 [화학식 IV]로 표시되는 반응성 액정화합물이 공지되어 있으며, 미국공개특허공보 US 5770107 A에는 다음 [화학식 V]로 표시되는 반응성 액정화합물이 공지되어 있고, 독일공개특허공보 DE 19504224 A1에는 [화학식 VI]으로 표시되는 반응성 액정화합물이 공지되어 있다.

[0011] [화학식 I]



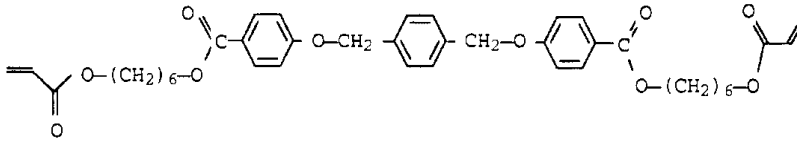
[0012]

[0013] [화학식 II]



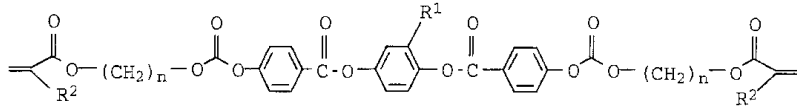
[0014]

[0015] [화학식 III]



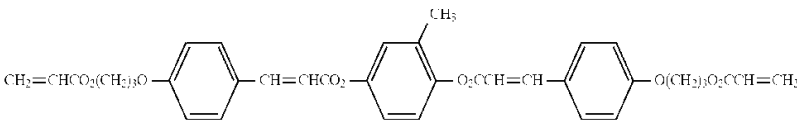
[0016]

[0017] [화학식 IV]



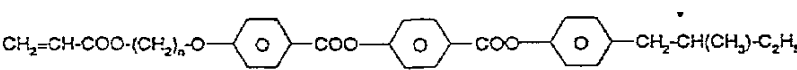
[0018]

[0019] [화학식 V]



[0020]

[0021] [화학식 VI]



[0022]

[0023] 그러나, 종래 상기 반응성 메조겐 화합물들은 넓은 온도범위에서 액정상을 나타내기는 하지만 복굴절률이 취약한 단점이 있었다.

[0024] 이에 본 발명자들은 상기 반응성 메조겐 화합물들이 넓은 온도범위에서 액정상을 나타내기는 하지만 복굴절률이 취약한 이유를 연구한 결과, 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물이 넓은 온도범위에서 액정상을 나타내면서도 초박막 보상필름을 구현하기 위한 높은 복굴절율을 가지는 것을 발견하고 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

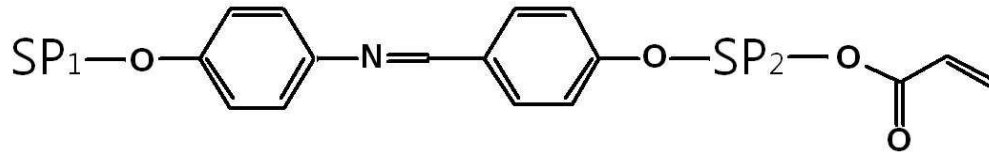
해결하려는 과제

[0025] 본 발명은 광중합에 의해 고분자 네트워크를 형성하여 넓은 온도범위에서 액정상을 나타내며, 열안정성이 우수하고, 높은 복굴절률값을 가지므로 대화면 광시야각 액정 표시장치의 핵심 소재인 초박막 보상필름 및 위상차 필름으로 제작할 수 있고 얇은 두께의 효율적인 보상필름 및 위상차 필름을 구현할 수 있는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물 및 그 제조방법을 제공하는 것을 해결하고자 하는 과제로 한다.

과제의 해결 수단

[0026] 본 발명은 상기 과제의 해결을 위하여 하기 [일반식]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물을 과제의 해결수단으로 한다.

[0027] [일반식]

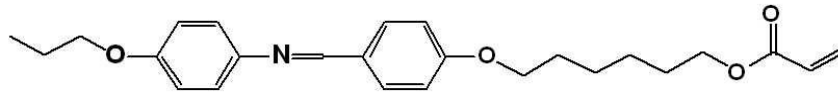


[0028]

[0029] 상기 [일반식]에서 SP_1 과 SP_2 는 각각 스페이서 그룹으로써, 독립적으로 서로 상이한 길이의 C1~C25의 비치환 또는 치환된 알킬기이다.

[0030] 또한, 상기 [일반식]에 의한 신규한 반응성 메조겐 화합물은 [화학식 5]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물을 과제의 해결수단으로 한다.

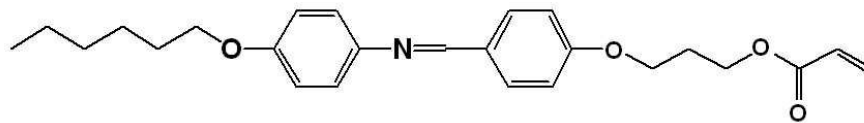
[0031] [화학식 5]



[0032]

[0033] 또한, 상기 [일반식]에 의한 신규한 반응성 메조겐 화합물은 [화학식 10]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물을 과제의 해결수단으로 한다.

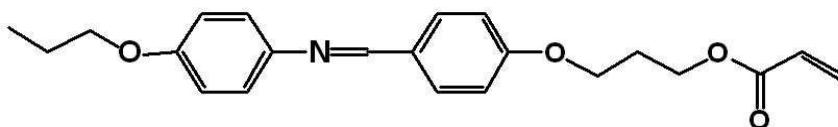
[0034] [화학식 10]



[0035]

[0036] 또한, 상기 [일반식]에 의한 신규한 반응성 메조겐 화합물은 [화학식 11]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물을 과제의 해결수단으로 한다.

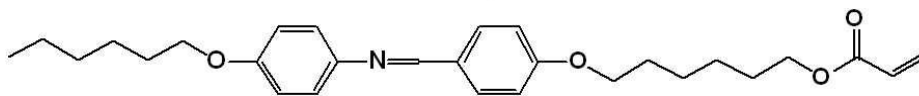
[0037] [화학식 11]



[0038]

[0039] 또한, 상기 [일반식]에 의한 신규한 반응성 메조겐 화합물은 [화학식 12]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물을 과제의 해결수단으로 한다.

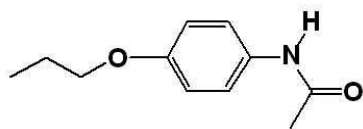
[0040] [화학식 12]



[0041]

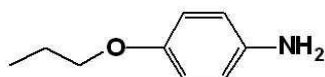
[0042] 또한, 하기 [화학식 1]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 1]의 화합물로부터 하기 [화학식 2]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 3]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 3]의 화합물로부터 하기 [화학식 4]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 2]의 화합물과 하기 [화학식 4]의 화합물을 반응시켜 상기 [화학식 5]의 화합물을 제조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 [화학식 5]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물의 제조방법을 과제의 해결수단으로 한다.

[0043] [화학식 1]



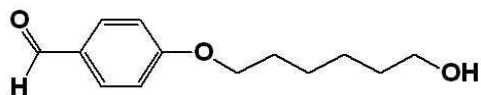
[0044]

[0045] [화학식 2]



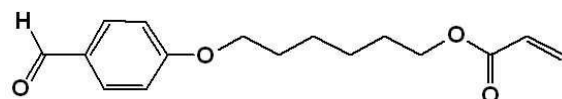
[0046]

[0047] [화학식 3]



[0048]

[0049] [화학식 4]



[0050]

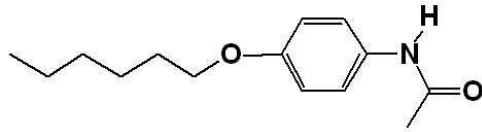
[0051] 또한, 상기 [화학식 1]의 화합물은 4-Acetamidophenol와 Bromopropane을 반응시켜 제조되는 것을 과제의 해결수단으로 한다.

[0052] 또한, 상기 [화학식 3]의 화합물은 4-hydroxybenzaldehyde와 Bromohexanol을 반응시켜 제조되는 것을 과제의 해결수단으로 한다.

[0053] 또한, 하기 [화학식 6]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 6]의 화합물로부터 하기 [화학식 7]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 8]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 8]의 화합물로부터 하기 [화학식 9]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 7]의 화합물과 하기 [화학식 9]의 화합물을 반응시켜 상기 [화학식 10]의 화합물을 제조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 [화학식 10]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물의 제조방법을 과제의 해결수단으로 한다.

[0054]

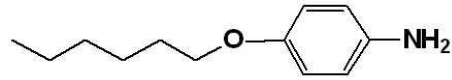
[화학식 6]



[0055]

[0056]

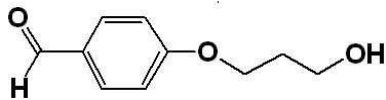
[화학식 7]



[0057]

[0058]

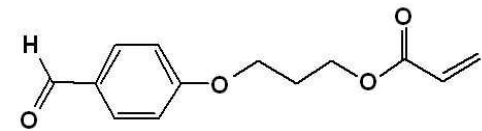
[화학식 8]



[0059]

[0060]

[화학식 9]



[0061]

[0062]

또한, 상기 [화학식 6]의 화합물은 4-Acetamidophenol와 Bromohexane을 반응시켜 제조되는 것을 과제의 해결수단으로 한다.

[0063]

또한, 상기 [화학식 8]의 화합물은 4-hydroxybenzaldehyde와 Bromopropanol을 반응시켜 제조되는 것을 과제의 해결수단으로 한다.

[0064]

또한, 상기 [화학식 11]의 화합물은 상기 [화학식 2]의 화합물과 상기 [화학식 9]의 화합물을 반응시켜 제조되는 것을 과제의 해결수단으로 한다.

[0065]

또한, 상기 [화학식 12]의 화합물은 상기 [화학식 7]의 화합물과 상기 [화학식 4]의 화합물을 반응시켜 제조되는 것을 과제의 해결수단으로 한다.

발명의 효과

[0066]

본 발명에 따른 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물은 광중합에 의해 고분자 네트워크를 형성하여 넓은 온도범위에서 액정상을 나타내며, 열안정성이 우수하고, 높은 복굴절률값을 가지므로 대화면 광시야각 액정 표시장치의 핵심 소재인 초박막 보상필름 및 위상차 필름으로 제작할 수 있고 얇은 두께의 효율적인 보상필름 및 위상차 필름을 구현할 수 있는 유리한 효과가 있으며, 넓은 액정상 온도범위로 인한 용매의 선택성, 공정마진 확보, 용매 휘발공정 에너지 절감의 장점을 가지고 있으면서, 높은 복굴절률은 코팅도막의 박막화와 원료 사용량의 절감을 통한 원가절감의 장점이 있다.

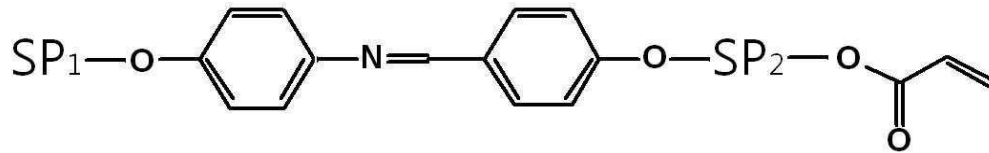
도면의 간단한 설명

[0067] 도 1은 본 발명의 일시예에 따른 [화학식 5]의 화합물의 Crystal phase Image 사진
 도 2는 본 발명의 일시예에 따른 [화학식 5]의 화합물의 Nematic phase Image 사진

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0068] 본 발명은 하기 [일반식]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물을 기술구성의 특징으로 한다.

[0069] [일반식]

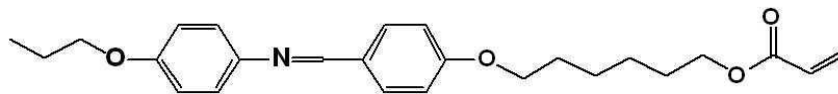


[0070]

[0071] 상기 [일반식]에서 SP₁과 SP₂는 각각 스페이서 그룹으로써, 독립적으로 서로 상이한 길이의 C1~C25의 비치환 또는 치환된 알킬기이다.

[0072] 또한, 상기 [일반식]에 의한 신규한 반응성 메조겐 화합물은 [화학식 5]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물을 기술구성의 특징으로 한다.

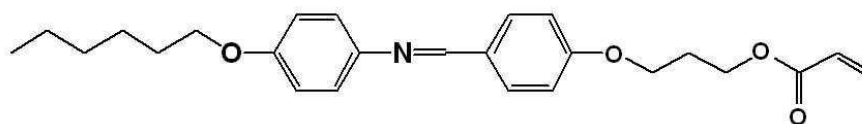
[0073] [화학식 5]



[0074]

[0075] 또한, 상기 [일반식]에 의한 신규한 반응성 메조겐 화합물은 [화학식 10]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물을 기술구성의 특징으로 한다.

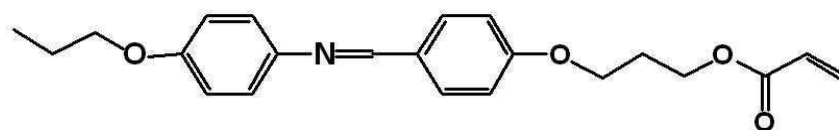
[0076] [화학식 10]



[0077]

[0078] 또한, 상기 [일반식]에 의한 신규한 반응성 메조겐 화합물은 [화학식 11]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물을 기술구성의 특징으로 한다.

[0079] [화학식 11]

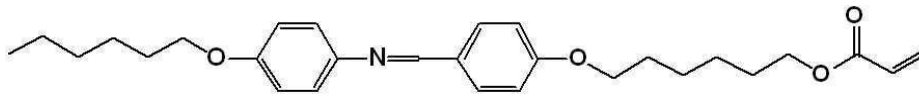


[0080]

[0081] 또한, 상기 [일반식]에 의한 신규한 반응성 메조겐 화합물은 [화학식 12]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민

결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물을 기술구성의 특징으로 한다.

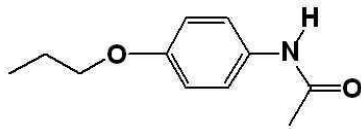
[0082] [화학식 12]



[0083]

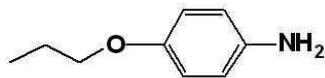
[0084] 또한, 하기 [화학식 1]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 1]의 화합물로부터 하기 [화학식 2]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 3]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 3]의 화합물로부터 하기 [화학식 4]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 2]의 화합물과 하기 [화학식 4]의 화합물을 반응시켜 상기 [화학식 5]의 화합물을 제조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 [화학식 5]로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물의 제조방법을 기술구성의 특징으로 한다.

[0085] [화학식 1]



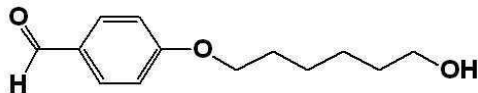
[0086]

[0087] [화학식 2]



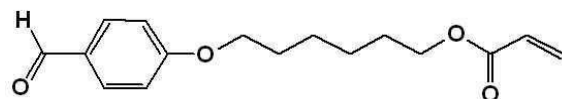
[0088]

[0089] [화학식 3]



[0090]

[0091] [화학식 4]



[0092]

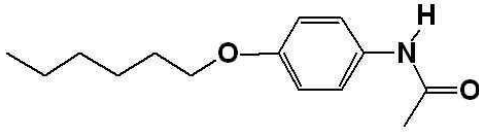
[0093] 또한, 상기 [화학식 1]의 화합물은 4-Acetamidophenol과 Bromopropane을 반응시켜 제조되는 것을 기술구성의 특징으로 한다.

[0094] 또한, 상기 [화학식 3]의 화합물은 4-hydroxybenzaldehyde와 Bromohexanol을 반응시켜 제조되는 것을 기술구성의 특징으로 한다.

[0095] 또한, 하기 [화학식 6]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 6]의 화합물로부터 하기 [화학식 7]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 8]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 8]의 화합물로부터 하기 [화학식 9]의 화합물을 제조하는 단계; 하기 [화학식 7]의 화합물과 하기 [화학식 9]의 화합물을 반응시켜 상기 [화학식 10]의 화합물을 제조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 [화학식 10]으로 표시되는 2개의 벤젠링 사이에 이민결합과 양 말단에 가변길이의 스페이서 그룹을 갖는 신규한 반응성 메조겐 화합물의 제조방법을 기술구성의

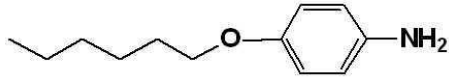
특징으로 한다.

[0096] [화학식 6]



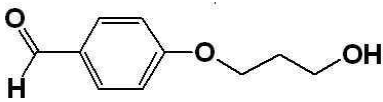
[0097]

[0098] [화학식 7]



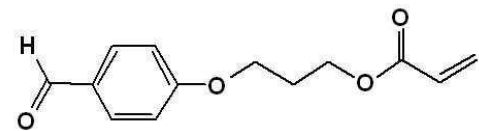
[0099]

[0100] [화학식 8]



[0101]

[0102] [화학식 9]



[0103]

[0104] 또한, 상기 [화학식 6]의 화합물은 4-Acetamidophenol과 Bromohexane을 반응시켜 제조되는 것을 기술구성의 특징으로 한다.

[0105] 또한, 상기 [화학식 8]의 화합물은 4-hydroxybenzaldehyde와 Bromopropanol을 반응시켜 제조되는 것을 기술구성의 특징으로 한다.

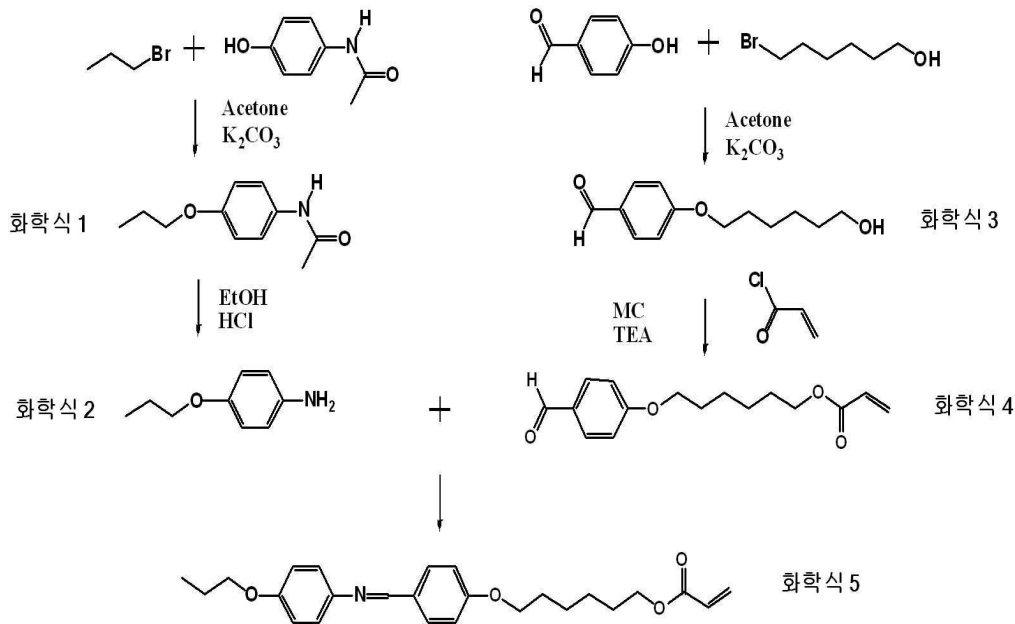
[0106] 또한, 상기 [화학식 11]의 화합물은 상기 [화학식 2]의 화합물과 상기 [화학식 9]의 화합물을 반응시켜 제조되는 것을 기술구성의 특징으로 한다.

[0107] 또한, 상기 [화학식 12]의 화합물은 상기 [화학식 7]의 화합물과 상기 [화학식 4]의 화합물을 반응시켜 제조되는 것을 기술구성의 특징으로 한다.

[0108] 이하에서는 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본 발명의 바람직한 실시예를 통하여 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며, 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다.

실시예 1

[0109] 다음 반응식에 따른 [화학식 5]의 화합물의 합성



[0110]

[0111] [화학식 1]의 화합물의 합성

[0112] K_2CO_3 (0.1mol), 4-Acetamidophenol(0.05mol)와 Acetone 100mL 용액에 투입하여 교반하였다. 30분간 교반 후, Bromopropane(0.05mol)이 포함된 Acetone 용액을 적하하고, 적하 후 50℃로 승온하여 12시간 반응시켰다. 반응물의 용매를 제거하고, EAc와 증류수를 이용하여 추출하고, 유기층에서 얻어진 반응물을 Hexane/EAc 전개용매를 이용하여 실리카 컬럼 분리하여 [화학식 1]의 화합물인 N-(4-propoxyphenyl)acetamide를 합성하였다.

[0113] [화학식 2]의 화합물의 합성

[0114] [화학식 1]의 화합물 N-(4-propoxyphenyl)acetamide을 EtOH에 녹인용액에 HCl 을 적하하여 pH가 7~8이 되도록 교반하였다. 증류수와 MC를 이용하여 추출하여 용매를 제거한 후, EAc/Hexane의 전개 용매를 통하여 컬럼 분리하여 [화학식 2]의 화합물인 4-propoxyaniline을 합성하였다.

[0115] [화학식 3]의 화합물의 합성

[0116] K_2CO_3 (0.1mol), 4-hydroxybenzaldehyde(0.05mol)와 Acetone 100mL 용액에 투입하여 교반하였다. 30분간 교반 후, Bromohexanol(0.05mol)이 포함된 Acetone 용액을 적하하고, 적하후 50℃로 승온하여 12시간 반응시켰다. 반응물의 용매를 제거하고, EAc와 증류수를 이용하여 추출하고, 유기층에서 얻어진 반응물을 Hexane/EAc 전개용매를 이용하여 실리카 컬럼 분리하여 [화학식 3]의 화합물인 4-(6-hydroxyhexyloxy)benzaldehyde를 합성하였다.

[0117] [화학식 4]의 화합물의 합성

[0118] [화학식 3]의 화합물 4-(3-hydroxyhexyloxy)benzaldehyde(0.05mol)을 냉각된 MC 50ml과 질소 기류하에서 30분간 교반하였다. Triethylamine(0.05mol)을 넣고, Acryloyl Chloride(0.06mol)을 MC에 희석하여 천천히 적하하였다. 이때 0℃ 를 유지하였다. 적하완료 후, 상온에서 6시간 반응시켰다. 반응물의 용매를 제거하고, 증류수와 MC를 이용하여 추출하여 용매를 제거한 후, EAc/Hexane의 전개 용매를 통하여 컬럼 분리하여 [화학식 4]의 화합물인 6-(4-formylphenoxy)hexyl acrylate을 합성하였다.

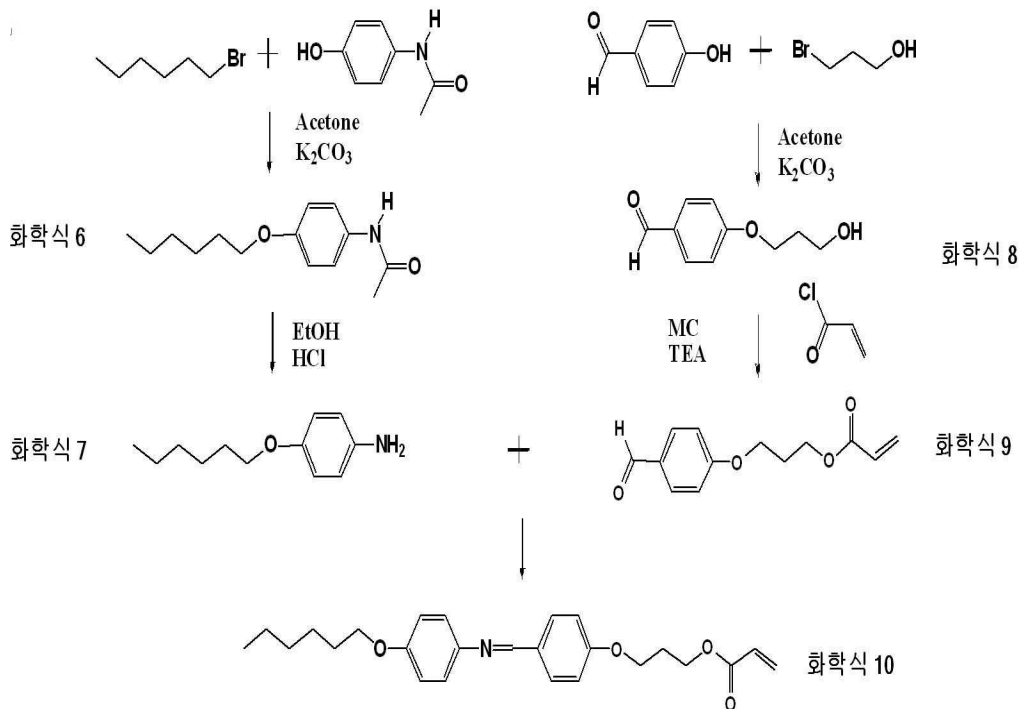
[0119] [화학식 5]의 화합물의 합성

[0120] THF 200ml에 [화학식 2]의 화합물 4-propoxyaniline과 [화학식 4]의 화합물 6-(4-formylphenoxy)hexyl acrylate(0.05mol)을 넣고 질소 기류하에서 30분간 교반 하였다. MgSO₄(0.1mol)을 넣고 상온을 유지하며 8시간 반응하였다. 반응물의 용매를 제거하고, 증류수와 MC를 이용하여 추출하여 용매를 제거한 후, EAc/Hexane의 전개 용매를 통하여 컬럼 분리하여 [화학식 5]의 화합물인 6-(4-((4-propoxyphenylimino)methyl)phenoxy)hexyl acrylate을 합성하였다.

[0121] ¹H NMR δ (ppm) : 1.00(3H,t), 1.40~1.90(10H,m), 3.90~4.30(6H,m), 5.80(1H,dd), 6.05(1H,dd), 6.40(1H,dd), 6.95(4H,m), 7.18(2H,m), 7.81(2H,d), 8.38(1H,s)

실시예 2

[0122] 다음 반응식에 따른 [화학식 10]의 화합물의 합성



[0123]

[0124] [화학식 6]의 화합물의 합성

[0125] K₂CO₃(0.1mol), 4-Acetamidophenol(0.05mol)와 Acetone 100mL 용액에 투입하여 교반하였다. 30분간 교반 후, Bromohexane(0.05mol)이 포함된 Acetone 용액을 적하하고, 적하 후 50℃로 승온하여 12시간 반응시켰다. 반응물의 용매를 제거하고, EAc와 증류수를 이용하여 추출하고, 유기층에서 얻어진 반응물을 Hexane/EAc 전개용매를 이용하여 실리카 컬럼 분리하여 [화학식 6]의 화합물인 N-(4-(hexyloxy)phenyl)acetamide를 합성하였다.

[0126] [화학식 7]의 화합물의 합성

[0127] [화학식 6]의 화합물 N-(4-(hexyloxy)phenyl)acetamide을 EtOH에 녹인용액에 HCl 을 적하하여 pH가 7-8이 되도록 교반하였다. 증류수와 MC를 이용하여 추출하여 용매를 제거한 후, EAc/Hexane의 전개 용매를 통하여 컬럼 분리하여 [화학식 7]의 화합물인 4-(hexyloxy)aniline을 합성하였다.

[0128] [화학식 8]의 화합물의 합성

[0129] $K_2CO_3(0.1mol)$, 4-hydroxybenzaldehyde(0.05mol)와 Acetone 100mL 용액에 투입하여 교반하였다. 30분간 교반 후, Bromopropanol(0.05mol)이 포함된 Acetone 용액을 적하하고, 적하후 50℃로 승온하여 12시간 반응시켰다. 반응물의 용매를 제거하고, EAc와 증류수를 이용하여 추출하고, 유기층에서 얻어진 반응물을 Hexane/EAc 전개용매를 이용하여 실리카 컬럼 분리하여 [화학식 8]의 화합물인 4-(3-hydroxypropoxy)benzaldehyde를 합성하였다.

[0130] [화학식 9]의 화합물의 합성

[0131] [화학식 8]의 화합물 4-(3-hydroxypropoxy)benzaldehyde(0.05mol)을 냉각된 MC 50ml과 질소 기류하에서 30분간 교반하였다. Triethylamine(0.05mol)을 넣고, Acryloyl Chloride(0.06mol)을 MC에 희석하여 천천히 적하하였다. 이때 0℃를 유지하였다. 적하완료 후, 상온에서 6시간 반응시켰다. 반응물의 용매를 제거하고, 증류수와 MC를 이용하여 추출하여 용매를 제거한 후, EAc/Hexane의 전개 용매를 통하여 컬럼 분리하여 [화학식 9]의 화합물인 3-(4-formylphenoxy)propyl acrylate을 합성하였다.

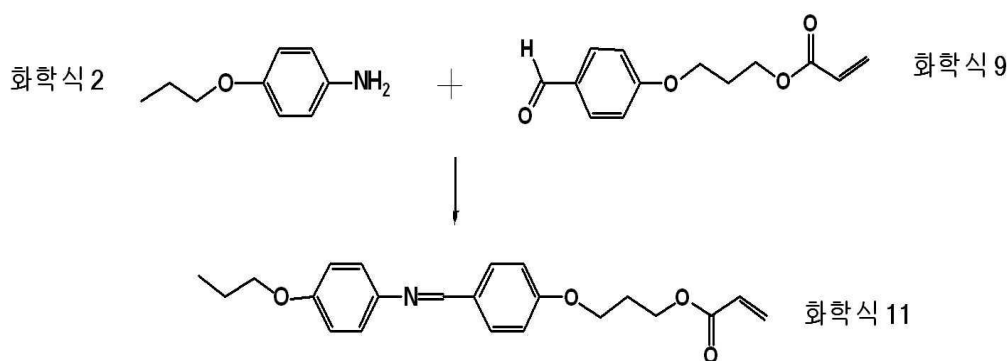
[0132] [화학식 10]의 화합물의 합성

[0133] THF 200ml에 [화학식 7]의 화합물 4-(hexyloxy)aniline과 [화학식 9]의 화합물 3-(4-formylphenoxy)propyl acrylate(0.05mol)을 넣고 질소 기류하에서 30분간 교반하였다. $MgSO_4(0.1mol)$ 을 넣고 상온을 유지하며 8시간 반응하였다. 반응물의 용매를 제거하고, 증류수와 MC를 이용하여 추출하여 용매를 제거한 후, EAc/Hexane의 전개 용매를 통하여 컬럼 분리하여 [화학식 10]의 화합물인 3-(4-((4-(hexyloxy)phenylimino)methyl)phenoxy)propyl acrylate을 합성하였다.

[0134] 1H NMR δ (ppm) : 0.95(3H,t), 1.25~1.72(6H,m), 1.80(2H,m), 2.20(2H,m), 3.90~4.30(6H,m), 5.80(1H,dd), 6.05(1H,dd), 6.40(1H,dd), 6.95(4H,m), 7.18(2H,m), 7.81(2H,d), 8.38(1H,s)

실시예 3

[0135] 다음 반응식에 따른 [화학식 11]의 화합물의 합성



[0136]

[0137] [화학식 11]의 화합물의 합성

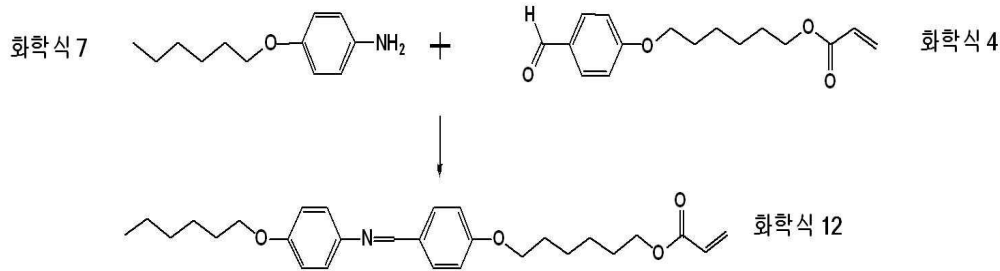
[0138] THF 200ml에 [화학식 2]의 화합물 4-propoxyaniline과 [화학식 9]의 화합물 3-(4-formylphenoxy)propyl acrylate(0.05mol)을 넣고 질소 기류하에서 30분간 교반하였다. $MgSO_4(0.1mol)$ 을 넣고 상온을 유지하며 8시간 반응하였다. 반응물의 용매를 제거하고, 증류수와 MC를 이용하여 추출하여 용매를 제거한 후, EAc/Hexane의 전개 용매를 통하여 컬럼 분리하여 [화학식 11]의 화합물인 3-(4-((4-propoxyphenylimino)methyl)phenoxy)propyl

acrylate을 합성하였다.

[0139] 1H NMR δ (ppm) : 1.03(3H,t), 1.80(2H,m), 2.20(2H,m), 3.95~4.40(6H,m), 5.82(1H,dd), 6.05(1H,dd), 6.40(1H,dd), 6.95(4H,m), 7.18(2H,m), 7.81(2H,d), 8.38(1H,s)

실시예 4

[0140] 다음 반응식에 따른 [화학식 12]의 화합물의 합성



[0141]

[0142] [화학식 12]의 화합물의 합성

[0143] THF 200ml에 [화학식 7]의 화합물 4-(hexyloxy)aniline과 [화학식 4]의 화합물 6-(4-formylphenoxy)hexyl acrylate(0.05mol)을 넣고 질소 기류하에서 30분간 교반하였다. MgSO₄(0.1mol)을 넣고 상온을 유지하며 8시간 반응하였다. 반응물의 용매를 제거하고, 증류수와 MC를 이용하여 추출하여 용매를 제거한 후, EAc/Hexane의 전개 용매를 통하여 컬럼 분리하여 [화학식 11]의 화합물인 6-(4-((4-(hexyloxy)phenylimino)methyl)phenoxy)hexyl acrylate을 합성하였다.

[0144] 1H NMR δ (ppm) : 0.89(3H,t), 1.25~1.90(16H,m), 3.97~4.27(6H,m), 5.82(1H,dd), 6.05(1H,dd), 6.40(1H,dd), 6.95(4H,m), 7.18(2H,m), 7.81(2H,d), 8.40(1H,s)

실시예 5

[0145] 복굴절률 측정

[0146] ATAGO사의 ABBE 굴절계 DR-M4 장비를 사용하여 배향된 액정분자의 수평방향(ne), 수직방향(no) 굴절률을 측정하였다. 합성된 화합물들을 녹일 수 있는 Host 액정물질에 굴절율을 측정하고자 하는 화합물을 녹여서 수평방향 굴절율(ne)와 수직방향굴절율(no) 두굴절율의 차이인 복굴절율(Δn)을 측정하고 그 결과를 다음 [표 1]에 나타내었다.

실시예 6

[0147] 액정상 온도 측정

[0148] DSC(시차주사열량분석기)를 이용하여 화합물의 액정상의 온도를 측정하였다. 측정조건은 Temp 10°C/min, Range -40° C 에서 140~165° C, 질소환경(50mL/min)에서 측정하였다. 측정결과를 다음 [표 1]에 나타내었다.

표 1

	액정상 온도범위	복굴절률(Δn)
화학식 5	Heating: Cr 79 I Cooling : I 77 N 47 Cr	0.207

[0149]

화학식 10	Heating: Cr 82 I Cooling : I 79 N 71 Cr	0.211
화학식 11	Heating: Cr 74 I Cooling : I 70 N 59 Cr	0.203
화학식 12	Heating: Cr 78 N 73 I Cooling : I 81 S 65 N 47 Cr	0.203

[0150] 상기 [표 1]에 나타난 바와 같이, 본 발명의 화합물들은 복굴절율(Δn) 값에서 기존 RM에 비해 훨씬 높은 복굴절률을 나타냄을 알 수 있으며, 스페이서 길이를 조절함으로써 액정상 온도범위를 용의하게 조절 가능한 것을 확인 할 수 있다.

[0151] 예를 들어 [도 1] 내지 [도 2]에 도시한 바와 같이, [화학식 5]의 화합물의 Crystal phase Image 및 Nematic phase Image를 확인할 수 있다.

[0152]

[0153] 따라서, 본 발명의 RM 화합물은 넓은 액정상 온도범위로 인한 용매의 선택성, 공정마진 확보, 용매 휘발공정 에너지 절감의 장점을 가지고 있으면서, 높은 복굴절률은 코팅도막의 박막화와 원료 사용량의 절감을 통한 원가절감의 장점을 가지고 있으므로 대화면 광시야각 액정 표시장치의 핵심 소재로서 초박막 보상필름 및 위상차 필름으로 제작할 수 있고 얇은 두께의 효율적인 보상필름 및 위상차 필름을 구현할수 있는 효과가 있음을 알 수 있다.

[0154] 이상의 설명은 본 발명의 기술사상을 예시적으로 설명한 것에 불과한 것으로서, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 본 발명의 본질적인 특성에서 벗어나지 않는 범위에서 다양한 수정 및 변형이 가능할 것이다. 따라서, 본 발명에 개시된 실시예들은 본 발명의 기술 사상을 한정하기 위한 것이 아니라 설명하기 위한 것이고, 이러한 실시예에 의하여 본 발명의 기술 사상의 범위가 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 보호 범위는 아래의 청구범위에 의하여 해석되어야 하며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 기술 사상은 본 발명의 권리범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다

도면

도면1



도면2

