國立交通大學

材料科學與工程學系

碩士論文

高分子安定藍相液晶材料之研究與應用 Study and Applications of Polymer Stabilized Blue Phase Liquid Crystals

研究生:魏崇倫

指導教授:林宏洲 博士

中華民國九十九年七月

高分子安定藍相液晶材料之研究與應用

Study and Applications of Polymer Stabilized Blue Phase Liquid Crystals

研究生:魏崇倫

Student : Chung-Lun Wei

指導教授:林宏洲 博士

Advisor : Dr. Hong-Cheu Lin

國立交通大學



A Thesis Submitted to Department of Materials Science and Engineering College of Engineering National Chiao Tung University In Partial Fulfillment of the Requirement For the Degree of Master of Science In Materials Science and Engineering August 2010 Hsinchu, Taiwan

July 2010

Hsinchu, Taiwan

中華民國九十九年七月

高分子安定藍相液晶材料之研究與應用

研究生:魏崇倫

指導教授:林宏洲

國立交通大學材料科學與工程學系

摘要

現今液晶電視採用的是 120 Hz 倍速驅動,然而 Blue Phase 模式液晶面板的液晶回應時間短,因此無需加速 (Over Drive),即可以 實現 240 Hz 以上的高速驅動,而且用藍相模態的顯示器具有不需 要配向膜以及超高速的反應時間等優點。

但當前藍相液晶所遭遇的難題有:(1)溫寬短、(2)工作電壓高; 因此,在文獻中^[3]使用高分子聚合來穩定藍相液晶可以有效的拉大藍 相溫寬,本研究探討使用高分子網狀結構來擴大添加掌性旋光物質的 藍相液晶溫度範圍以及對其工作電壓的影響。

關鍵字:藍相液晶、高分子網狀結構、掌性旋光物質。

Study and Applications of Polymer Stablized

Blue Phase Liquid Crystals

Student : Chung-Lun Wei

Advisor : Dr. Hong-Cheu Lin

Department of Materials Science and Engineering College of Engineering National Chiao Tung University

Abstract

Today LCD TVs are drived by 120 Hz speed, but blue phase liquid crystal mode LCD panel response time are short so that it is no need to over drive, which can achieve 240 Hz even more high-speed driving. And blue phase mode displays have no need with the membrane but ultra-fast response time and so on.

However, the problems of blue phase liquid crystal are: (1) shortage of the blue phase temperature, (2) high working voltage. Therefore, in the literature ^[3] used the polymer to stabilize the blue phase liquid crystal that can effectively expand the blue phase temperature, so this study uses of polymer network structure to change the temperature and working voltage of blue phase liquid crystal with chiral materials.

Key Words: Blue phase liquid crystal, Polymer network structure, Chiral materials.

我深信一個人的成功,一定是眾人幫忙的結果

這篇碩士論文是在眾人的努力幫助下完成的,首先感謝我的指導 教授 林宏洲老師的指導以及博仁、怜詠、玄之、威宏、曉萍、守仁、 彦興、鈞傑、奕宏等學長姐們,以及春吉、士傑、明修、瑋廷等學弟 們在我實驗上的幫助,也謝謝印度同學們讓我訓練英語的口說能力。 同樣和我一起並肩努力修課、作實驗的同窗們怡婷、沛霖、煜證謝謝 你們的幫忙,同時謝謝依宸的陪伴。

在建功教書的日子,很謝謝教務處的師長們對我的關照,也很感 謝數學科的老師們給我的支持,也謝謝被我教過的孩子們,你們給了 我很珍貴的回憶。

碩班這兩年帶給我許許多多的回憶有歡笑有汗水,更少不了的是 大家一起所培養出來的革命情感,點點滴滴滋潤我心。在新竹交大的 生活已邁入第六個年頭了,歷經了許多不同的人事物也讓我從中逐步 學習成長,也謝謝母校對我的培育以期將來能對社會有所貢獻並回饋 母校。

感謝我的雙親含辛茹苦的一路栽培我唸到碩士,因為有雙親的支持,我才能有今天的成果;最後,我以誠敬的心將此文獻給我摯愛的 雙親。

目錄

第一章 序論	1
1-1 前言	2
1-2 藍相液晶簡介	5
1-3 高分子網狀結構穩	定藍相12
第二章 實驗部份	14
2-1 實驗儀器	
2-2 實驗藥品	
2-3 合成步驟	
2-4 混掺	
2-4-1 混掺藥品	1896
2-4-2 混掺配方	
2-4-3 混掺流程	51
2-5 光電量測	51
第三章 結果與討論	53
3-1 混掺後溫寬變化	
3-1-1 壓克力基 (El	HA/RM257) 比例改變54
3-1-2 單體 (EHA/	RM257) 總量改變56
3-1-3 單一照光聚	合單體

	3-1-4 掌性分子 (ZLI-4572) 總量改變60
	3-1-5 Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换62
	3-1-6 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换64
	3-1-7 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-166
	3-1-8 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-268
	3-1-9 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-S671
	3-1-10 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-H72
3-2	電性量測
	3-2-1 單體 (EHA/RM257) 總量改變電性量測
	3-2-2 單一照光聚合單體 TMPTA 與 EHA/RM257-3 電性比較76
	3-2-3 Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换電性量測
	3-2-4 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互換電性量測79
	3-2-5 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-180
	3-2-6 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-281
3-3	偏光顯微鏡紋理圖
	3-3-1 壓克力基 (EHA/RM257) 比例改變
	3-3-2 單體 (EHA/RM257) 總量改變
	3-3-3 單一照光聚合單體
	3-3-4 掌性分子 (ZLI-4572) 總量改變

	3-3-5 Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换	5
	3-3-6 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换	6
	3-3-7 將 ZLI-4572 置换成自行開發設計之掌性分子-1	6
	3-3-8 將 ZLI-4572 置换成自行開發設計之掌性分子-2	7
3-4	結論	9
參考文	款9	1

附錄



圖目錄

圖 1-1. 三星電子推出藍相的 TFT-LCD4
圖 1-2-1. 藍相的溫度區間,介於等方向液體與膽固醇相之間5
圖 1-2-2. (a) 藍相液晶分子於同一層中的排列方式 (圓柱之上視圖); (b) 藍相
液晶分子層與層之間的排列方式 (圓柱之側視圖)6
圖 1-2-3. (a) 藍相液晶分子層與層之間堆疊成員柱狀排列; (b) body center
cubic 的 BPI 藍相; (c) simple cubic 的 BPII 藍相7
圖 1-2-4. 由 Yoshizawa 團隊開發出來的 T 型藍相液晶分子8
圖 1-2-5. T 型藍相液晶分子 LCD 模組顯示器光電量測
圖 1-2-6. 具有藍相液晶相的超分子結構
圖 1-2-7. 對稱雙分子 (symmetric dimer) 結構添加 BDH1281 旋光掺雜體
(chiral dopant) 後具有極寬廣 40°C 的藍相液晶相。10
圖 1-2-8. 不對稱雙分子 (asymmetric dimer) 結構 (單一成份) 具有藍相液晶
相。11
圖 1-2-9. 在藍相溫度範圍內照光聚合,可擴大藍相液晶溫度範圍11
圖 1-3-1. FLC3B2C 結構12
圖 1-3-2. HDDA 結構12
圖 1-3-3. (a) 藍相液晶的三維光子晶體結構 (b) 藍相液晶晶體結構中的
disclination line (c) 高分子鏈穿過藍相液晶晶體結構中的 disclination line13

圖	2-5-1.	應答時間定義52	2
圖	2-5-2.	起始電壓定義	2
圖	3-1-1.	(a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖5	5
圖	3-1-2.	(a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖57	7
圖	3-1-3.	(a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖5	9
圖	3-1-4.	(a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖6	1
圖	3-1-5.	(a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖6	3
圖	3-1-6.	(a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖6	5
圖	3-1-7.	(a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖6	б
圖	3-1-8.	(a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖70	0
圖	3-1-9.	將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-S672	2
圖	3-2-1.	單體 (EHA/RM257) 總量改變電性量測74	4
圖	3-2-2.	單一照光聚合單體 TMPTA 與 EHA/RM257-3 電性量測70	б
圖	3-2-3.	Host (JC-1041XX/5CB) 比例互換電性量測	8
圖	3-2-4.	雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互換電性量測7	9
圖	3-2-5.	將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-1 電性量測8	0
圖	3-2-6.	將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-2 電性量測8	1
圖	3-3-1.	EHA/RM257 (a) 照光聚合前 44 °C (b) 照光聚合後 25 °C82	3
圖	3-3-2.	EHA+RM257-5 (a) 照光聚合前 35 °C (b) 照光聚合後 25 °C84	4



表目錄

表	2-4-2. Kikuchi 藍相液晶比例
表	3-1-1. 壓克力基 (EHA/RM257) 比例改變
表	3-1-2. 單體 (EHA/RM257) 總量改變
表	3-1-3. 單一照光聚合單體
表	3-1-4. 掌性分子 (ZLI-4572) 總量改變60
表	3-1-5. Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换62
表	3-1-6. 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换
表	3-1-7. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-1
表	3-1-8. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-2
表	3-1-9. 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-S6
表	3-1-10. 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-H
表	3-2-1-1. 單體 (EHA/RM257) 總量改變配方
表	3-2-1-2. 單體 (EHA/RM257) 總量改變 RT 量測
表	3-2-2-1. 單一照光聚合單體 TMPTA 與 EHA/RM257-3 配方
表	3-2-2-2. 單一照光聚合單體 TMPTA 與 EHA/RM257-3 RT 量測77
表	3-2-3-1. Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换配方
表	3-2-3-2. Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换 RT 量测
表	3-2-4-1. 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换配方

表	3-2-4-1. 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换 RT 量测80
表	3-2-5. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-1 配方81
表	3-2-5-1. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-2 配方
表	3-2-5-2. 將 ZLI-4572 換成自行開發設計之掌性分子-2 RT 量测





1-1 前言

廿一世紀是光電產業的世紀,而光電產業中以平面顯示器的市場 最大,平面顯示器中又以液晶顯示器最具競爭潛力,因為液晶顯示器 的優點甚多,如體積小、厚度薄、質量輕、耗電量小、輻射量低等, 因此液晶顯示器可望取代映像管成為平面顯示器的主流。尤其政府將 平面顯示器和半導體產業視為兩兆雙星的重點明星產業並全力扶 植,再加上大尺寸液晶電視的量產,使液晶顯示產業的未來更璀璨, 而液晶材料的應用不僅在顯示器的領域,其它如光柵、變色玻璃等, 都是液晶材料的應用範圍,因此使液晶材料研究成為目前相當熱門的 研究主題。

平面顯示器產品技術的發展趨勢為:

(1) 高畫質:包括精細化、對比度、全彩化、廣視角、高輝度及 高應答速度。

(2) 輕型化:朝反射式、塑膠基板、Chip on Glass LCD 及OLED。

(3) 大型化:投影式 (40"-200")、直射型 (10.4"-30" 以 a-TFT
 LCD 為主,40"-80" 以 PDP 及 PALCD 為主)。

(4)低價化:省驅動 IC,提高生產效益及採用新技術導入,如 LTPS 結合 OLED 全彩化。

2

在此趨勢下,材料技術研發更是平面顯示器是否達成上述需求關 鍵因素,如高彩域材料、高應答速度液晶材料、高亮度材料、廣視角 材料及大面積用非刷膜式材料之開發。因此為了因應大型液晶電視之 普及,液晶面板零組件及材料成本以目前的二分之一為目標,同時朝 高性能化邁進,開發各種新材料、新製造方法以實現低成本與高性能 之需求。

隨著快速應答、廣視角新式液晶顯示器的發展,液晶材料發展必 須進入新時代,在 2008 SID 三星電子宣佈推出藍相的 TFT-LCD 技術,畫面更新頻率可達 240 Hz,相較於傳統技術,藍相模式液晶 面板擁有比 OCB (Optically Compensated Bend) 模式更快的超高速 1896 回應、比 IPS (In-plane switching) 模式更寬的超寬視角,可與 CRT 及 PDP (Plasma Display Panel) 媲美的優勢。

現今液晶電視採用的是 120 Hz 倍速驅動,而 Blue Phase 模式 液晶面板的液晶應答時間短,因此無需加速 (Over Drive),即可以 實現 240 Hz 以上的高速驅動。另外,目前的主流面板- TN (Twi sted Nematic)液晶、VA (Vertical Alignment)模式液晶以及 IPS (I n-plane Switching)模式液晶都需要配向膜,並且需要多個刷膜制程 來實施機械性配向處理。藍相單元結構很簡單,不需要配向膜,無需 機械處理,因此對液晶及其介面的損傷小,面板表面亮度均勻;而且 無需偏光板以外的光學膜片,相較之下體積與重量又可進一步減少。 據瞭解,三星公司表示 2011 年可以量產 Blue Phase 模式液晶面板 用作播放高速視訊所需的電視面板 (圖 1-1. 三星電子推出藍相的 T FT-LCD)。



圖 1-1. 三星電子推出藍相的 TFT-LCD

1-2 藍相液晶簡介

藍相 (Blue phase) 液晶為一個自組裝的三維光子晶體結構,這液晶相出現的在均向相 (Isotropic phase) 與膽固醇相 (Cholesteric) 之間。BPIII 為非晶態 (amorphous)、BPII 和 BPI 分別為簡單立方與體心立方結構 (圖 1-2-1. 所示)。



圖 1-2-1. 藍相的溫度區間,介於等方向液體與膽固醇相之間

因為藍相的自組裝三維週期結構,且晶格週期大小約數百奈米, 所以具有可見光 Bragg 反射的特性。一直以來,藍相的電場效應一 直引起眾人的興趣。在電場的影響下,會引至包括晶格或分子的指向 改變、晶格的變形、相轉換等。除此之外,藉由電場引致出藍相雙折 射性的效應^[1]也在最近被廣泛的討論。使用藍相模態的顯示器跟目前 的液晶顯示器相比,具有不需要配向膜以及超高速的反應時間等優 點。

藍相液晶的溫度區間大致上是介於等方向液體 (isotropic state)

5

與膽固醇相 (chiral nematic phase) 之間,分子由於導入了含有旋光對 掌中心 (chiral center) 的官能基,於膽固醇相堆疊中,從中心主軸分 子垂直排列開始往外延伸其旋轉排列,而越往外延伸的分子會做螺旋 扭轉直到最外圍的 45°為止 (再往外延伸旋轉便失去安定性), 從垂 直中心向四週圍旋轉排列後形成一個圓柱形 (cylinder) 排列 (如圖 1-2-2.(a) 圓柱之上視圖及(b) 圓柱之側視圖), 其圓柱形直徑為1/4 個螺距 (pitch/4 or P/4), 而這樣的圓柱也會以不同方式堆疊, 形成自 我交錯的排列,於圓柱排列中的交錯銜接點產生晶格缺陷,這樣的晶 格缺陷點會形成立方體 (cubic) 的堆疊排列,可分成三種方式排列: 一、為體心立方 (body center cubic) 排列,二、為簡單立方 (simple cubic) 排列,三、為近似等方向 (iso-like) 排列,分別被命名為 BPI、 BPII、BPIII 三種藍相液晶 (如圖 1-2-3. 所示),但不論是哪種藍相 液晶,因為都是等方向性排列,所以在任意方向之晶格軸向性是一致 的,因此也可視為是一種近似於 isotropic 的液晶相。但因藍相的溫 度範圍過於狹窄 (1~2°C)^[2],故藍相的研究一直未受到重視。



圖 1-2-2. (a) 藍相液晶分子於同一層中的排列方式 (圓柱之上視

圖);(b) 藍相液晶分子層與層之間的排列方式 (圓柱之側視圖)



圖 1-2-3.(a) 藍相液晶分子層與層之間堆疊成員柱狀排列;(b) body center cubic 的 BPI 藍相; (c) simple cubic 的 BPII 藍相 針對藍相模組的液晶顯示驅動方式而言,在無電場狀態下 (off state) 液晶是以無配向之藍相作為基本排列,不論是任何藍相 (BPI、 BPII、BPIII 三種液晶) 均為 isotropic 狀態,所以在 cross-polarizers 下的液晶 cell 是為暗態,當施加電場 (on state) 時,由於藍相 isotropic 的排列狀態被電場破壞,變成膽固醇相的螺旋排列,此時是 為類似 TN cell 內的螺旋向列相排列,所以在液晶 cell 內是為亮 態。由此可知,在 IPS 模組的電壓驅動下,藍相液晶顯示器是種 normally black 的液晶顯示器,而這類型的液晶顯示器具有超高快速 應答的特點,最快可到達幾毫秒之等級。在早期,藍相的溫度範圍狹 窄 (1~2°C)^[2] 一直是藍相的重大缺點,可是近幾年來的研究,可以調 配不同比例的反應型單體,在藍相的溫度範圍內透過照光聚合之方式 ^[3],將藍相溫寬拉大到幾十度 (>60 °C),也因此暫時解決了溫寬過窄

的問題,可是應用在顯示器上依然有需高驅動電壓的缺點存在,因此,如何降低藍相液晶顯示器之驅動電壓則變成是另一個急需被克服 的重點。

在文獻^[4-8]的搜尋中我們可發現,要具有藍相的液晶分子大致上 都具備幾個結構上的要素:(1)有芳香環的硬端、(2)旋光中心之軟 端結構、(3)側向極性等要素。在分子組成上,有單分子結構、雙分 子(兩硬段中間以軟段相連)結構、或添加摻雜體(chiral dopant)等 多樣化結構產生。近幾年來,由日本 Yoshizawa^[4-7]團隊的研究中, 開發出多種 T型(T-shaped)的藍相液晶分子(如圖 1-2-4.由 Yoshizawa 團隊開發出來的 T型藍相液晶分子),這系列的 T型分 子中(單一成份)最寬廣的藍相溫度範圍約 13°C^[4],同時也對此材 料做為顯示器的一些光電量測也做了些研究(如圖 1-2-5.T型藍相 液晶分子 LCD 模組顯示器光電量測)^[5-7]。對超分子而言,由 Huai Yang 團隊^[8]所開發出的含旋光中心及側向極性氟的苯環酸分子,



圖 1-2-4. 由 Yoshizawa 團隊開發出來的 T 型藍相液晶分子



圖 1-2-5. T 型藍相液晶分子 LCD 模組顯示器光電量測 因其可以自身之氫鍵產生雙分子 (dimer) 結構當作旋光掺雜體 (chiral dopant),再與具有 pyridyl 官能基分子以氫鍵方式組成不對稱 的超分子結構,而當其 chiral dopant 與不對稱的超分子結構比例約 2:1 時,可以達到最寬廣的藍相液晶相溫度範圍,約為 23 ℃ (如圖 1-2-6. 具有藍相液晶相的超分子結構)。即使以添加 S811 旋光掺雜 體 (chiral dopant) 於此不對稱的超分子結構中,亦僅能擁有 15 ℃ 藍相的液晶相溫度範圍。



圖 1-2-6. 具有藍相液晶相的超分子結構

針對雙分子 (dimer) 而言,一篇發表在 nature 的文章^[9]充分顯示對 稱雙分子 (symmetric dimer) 結構在藍相液晶溫寬的潛力,其藍相溫 度範圍在添加 BDH1281 旋光摻雜體 (chiral dopant) 後可達約 40 ℃ 的溫度範圍 (如圖 1-2-7. 對稱雙分子結構添加 BDH1281 旋光 摻雜體)。而具有藍相液晶的不對稱雙分子 (asymmetric dimer) 結構 也發表在最近的文獻^[10-11],其單一成份的藍相的溫度範圍可達約 9.2 °C (如圖 1-2-8. 不對稱雙分子結構具有藍相液晶相)。然而,對於利 用添加不同比例的反應型單體在藍相溫度範圍內照光聚合,一篇發表 在 nature materials 的論文^[3]中提到,藉由調配藍相液晶組成中適當比 例的反應型單體、光起始劑、及旋光摻雜體 (chiral dopant),利用照 光聚合的方式可以將原本約 7 ℃ 的藍相溫度範圍擴充到大於 60 ℃ 以上的溫寬 (如圖 1-2-9. 在藍相溫度範圍內照光聚合,可擴大藍相 液晶溫度範圍)。以上幾個例子就可以充分的說明目前在拓寬藍相液 晶温度範圍的研究已逐步在改進中,也可顯見其在未來液晶顯示器上 的應用潛力。



圖 1-2-7. 對稱雙分子 (symmetric dimer) 結構添加BDH1281旋光掺
 雜體 (chiral dopant) 後具有極寬廣 40 ℃ 的藍相液晶相。



199.2 °C BP 90 N*-TGB 74 (SmA 53.9 SmAb 51.2 SmA) 29.1Cr

圖 1-2-8. 不對稱雙分子 (asymmetric dimer) 結構 (單一成份) 具有

藍相液晶相。

	Mono	omer	Initiator	Liquid	crystal	Chiral dopant	Transition	n temperature	
	(mo	1%)	(mol%)	(mo	1%)	(mol%)		(K)	
Sample no.	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	N*–BP	BP-Iso	ΔT ^a
									(K)
1	0	0	0	48.19	47.37	4.44	330.7	331.8	1.1
2	2.37	1.51	0.19	45.08	45.79	5.06	319.5	326.3	6.8
3	3.99	2.60	0.33	44.74	43.44	4.89	<260	326.4	>60
4	5.76	3.66	0.47	42.73	42.54	4.85	<260	326.4	>60
5	6.81	4.33	0.58	39.73	43.69	4.87	<260	327.0	>60
6	4.11 ^b	2.00	0.38	44.40	43.89	5.22	<260	326.2	>60
7	4.00 ^C	2.03	0.34	44.12	44.32	5,17	318.0	326.2	8.2
8	3.60 ^d	0.19	0.19	46.64	44.37	5.01	329.0	330.8	1.8
9	2.76 ^d	1.14	0.20	46.18	44.67	5.01	327.7	329.8	2.1
10	1.16 ^d	2.67	0.21	45.58	45.35	5.04	328.2	329.9	1.7

圖 1-2-9. 在藍相溫度範圍內照光聚合,可擴大藍相液晶溫度範圍 除了液晶相溫度範圍外,藍相液晶若要應用在液晶顯示器,則其 高驅動電壓仍是有待克服的目標,根據 Suk-Won Choi 所發表的文獻 可知^[12],驅動電壓跟液晶的 Kerr effect 有關。其公式如下: Δn induced = $\lambda K'E^2$ 或 K' ∞E^{-2} 。因此,想得到低的驅動電壓,就必須把材料的 Kerr constant 提高,而 Kerr constant 又跟材料的 $\Delta \epsilon \cdot \Delta n \cdot K_{33}/K_{11}$ 有 關,關係式如下:K' $\propto \Delta n \Delta \epsilon K_{33}/K_{11}$,表示,提高 $\Delta \epsilon \cdot \Delta n \cdot K_{33}/K_{11}$ 等 參數可以提高 Kerr constant,來降低所需提供的驅動電壓。

1-3 高分子網狀結構穩定藍相

C₁₀H₂₁

高分子穩定化液晶 Polymer-Stabilized Liquid Crystal (PSLC),將 少量高分子分散於液晶中,高分子濃度通常在 5% 以下,因高分子 濃度很低所以與液晶間的折射率差異非常小。

使用高分子網狀結構擴大藍相溫度範圍,是由於高分子所形成的 網狀結構可以穩固住藍相液晶的三維光子晶體結構,有相關研究^[13] 指出在 FLC3B2C (圖 1-3-1.)中加入雙官能基高分子 HDDA (圖 1-3-2.)控制溫度於藍相下進行高分子聚合反應,則藍相溫度可有效 的擴張為 13.5°C。



ĊI ĊĦ₃



圖 1-3-2. HDDA 結構

一般使用 PSLC 方法是藉著高分子結構控制液晶區域 (domain) 的凝聚結構及固定液晶排列方向,例如以高分子來固定藍相液晶;因 為當高分子照光聚合後所形成的立體網狀結構 (crosslinked network) 時,高分子鏈可以穿過藍相液晶晶體結構中的 disclination line 藉此 穩固住藍相液晶的液晶型態 (圖 1-3-3.)^[3]。



圖 1-3-3. (a) 藍相液晶的三維光子晶體結構 (b) 藍相液晶結構中的

disclination line (c) 高分子鏈穿過藍相液晶結構中的 disclination line





2-1 實驗儀器

1. 真空系統 (Vacuum Line & Schlenk Line)

2. 核磁共振光譜儀 (Nuclear Magnetic Resonance)

型號: Varian 300 型

測量方法:將 Sample 溶於 d-solvent 中,利用所測得之¹H 與 ¹³C 光譜判斷化合物之結構與純度。化學位移單位為 ppm,偶合常數 單位為 Hz,並以 d-solvent 值為內標 (見 d-solvent 列表)。s 代表 singlet,d 代表 doublet,t 代表 triplet,m 代表 multiplet。

d-solvent	1H	13C		
d-CHCl3	7.24 FSN	77.36		
d-DMSO 📄	2.49, 3.32	39.52		
d-THF	1.72, 3.57	25.26,67.2		
本實驗所用到之 d-solvent 列表				

3. 元素分析儀 (Elemental Analyzer)

型號: Heraeus CHN-OS RAPID elemental analyzer.

由國立交通大學貴重儀器中心代測樣品。

4. 偏光顯微鏡 (Polarized Optical Microscope)

型號:LEICA DMLP

偏光顯微鏡以二片偏光片配合 Mettler FP 900 與 FP82HT 組合 之加熱裝置,觀察樣品在加熱或冷卻過程中光學紋理變化。可初步判 斷樣品是否具有液晶性質及其液晶相種類與溫度範圍。二片偏光片 (下稱為 Polarizer,上稱為 Analyzer) 偏光角度差通常調為 90 度。 偏光顯微鏡之主要分析原理:在交叉偏光的二片偏光片中的試樣,若 是等向性的,光無法透過,顯微鏡下呈黑暗;反之,試樣若具有雙折 射性,光則可通過,顯微鏡下可呈現紋理。

5. 加熱控溫系統(Therm-control system)

型號: Models FP 800, FP 900 (Mettler Instruments)

6. 高精度天平

型號: METTLER TOLEDO AG245

7. 超音波洗淨器

型號: BRANSON 521Q

8. 加熱台 (Hot plate)

型號: Corning PC-420D

9. IPS 液晶空盒 (cell)

型號:友達光電提供

10. 真空烘箱

型號: DENG YNG DOV-60

- 任意波形產生器 (Arbitrary Waveform Generator, AWG)
 型號: Tektronix AFG 3021
- 12. 數位示波器 (Digital Oscilloscope)

型號: Tektronix TDS-3012B

13. 高速電源放大器 (High Speed Power Amplifier)

型號:固緯電子公司-自組裝

2-2 實驗藥品

實驗所需化學試劑如下:

藥品名稱	容量	廠商
S(+) 2-octanol	5g	Alfa
2-Fluoro-4-methoxyacetophenone	100g	Alfa
BBr ₃	100g	ACROS
1,8-Dibromooctane	25g	ACROS
1,6-Dibromohexane	100g	Alfa
Isosorbide	100g	TCI
4-Dimethyl aminopyridine, 99%	100g	Lancaster
N,N'-dicyclohexylcarbodiimide 1896	100g	Fluka
Diisopropyl azodicarboxylate	100g	ACROS
Hydrochloric acid	2.5L	Fisher Scientific
Potassium hydroxide	500g	SHOWA
Potassium iodide	500g	SHOWA
Potassium carbonate	500g	SHOWA
Methyl-4-hydroxybenzote	500g	TCI
Benzyl bromide	100g	Alfa
1-Bromohexane	500g	Alfa
Hydroquinone	100g	ACROS
Bromine	100g	Alfa
Triphenyl phosphine, 99%	1000g	ACROS
Sodium hydroxide	500g	SHOWA
Sulfuric acid	1L	Fisher Scientific
10 % Pd-C	10g	TCI
1,6-hexanediol	100g	Alfa
2,6-di- <i>tert</i> -butyl-4-methylphenol	10g	ACROS

實驗所使用溶劑如下:

溶劑	容量	廠商
Acetone	4L	GRAND
Dichloromethane	4L	TEDIA
Ethyl Acetate	4L	GRAND
Ethyl Alcohol	4L	TEDIA
n-Hexane	4L	GRAND
Tetrahydrofuran	4L	Mallinckrodt
		Chemicals
Toluene	4L	TEDIA

註:無水之 tetrahydrofuran 以金屬鈉乾燥;無水之 dichloromethane

則以 CaH2 乾燥,使用前再煮沸蒸餾而得。



2-Fluoro-4-methoxybenzoic acid, (1)

 $\begin{array}{c} & & & & \\ & & & & \\ & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & &$

將化合物 2-fluoro-4-methoxyacetophenone (5 g, 29.8 mmol) 置於 500 mL 圓底燒瓶內,加入適量溶劑 1,4-Dioxane 混合攪拌溶解,再 將 NaOH (3.57g, 89.3 mmol) 和適量 H₂O 溶解,然後慢慢滴入 Bromine (4.75g, 29.8 mmol) 之後一起緩慢在冰浴下加入圓底燒瓶 內,在室溫下反應,運用 TLC 片,點片追蹤直到反應完全為止。利 用 H₂O 和 DCM 萃取,取水層加入鹽酸水溶液直到 PH 值等於 3 為止,過濾後得到純白色固體,產率 90%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm) : 7.9 (d, *J* = 9.9 Hz, 1H, Ar-H), 7.83-7.78 (dd, *J*₁ = 11.4 Hz, *J*₂ = 2.1 Hz, 1H, Ar-H), 7.02 (t, *J* = 8.4 Hz, 1H, Ar-H), 3.97(s, 3H, -OCH₃)

2-Fluoro-4-hydroxybenzoic acid, (2)



將化合物 (1) (4.9 g, 28.8 mmol) 置於 250 mL 雙頸瓶內,在氮氣 系統下,打入 DCM (30 ml),於 -78 °C 下打入 BBr₃ (14.4g, 57.6 mmol),反應回到室溫約 12 小時,用 2N NaOH 溶液終止反應,直 至溶液澄清,隨後加入鹽酸溶液直至中性為止,並用 EA 萃取,取 有機層用 MgSO₄ 除水,真空旋轉濃縮得到白色固體,產率 99%。 ¹H NMR (300 MHz, DMSO-d₆): δ (ppm) 12.74 (s, 1H, COOH), 10.74(s, 1H, Ar-OH), 7.62-7.58 (m, 1H, Ar-H), 7.01 (t, J = 8.4 Hz, 2H, Ar-H)



取化合物 (2) (5 g, 32 mmol)、H₂SO₄ (7 ml) 以及 MeOH (250 ml) 同置於 500 mL 圓底燒瓶內,於 90 °C 下迴流;運用 TLC 片,點 片追蹤確定反應完全。真空旋轉濃縮去除溶劑後,利用 EA 和水萃 取;取有機層並用 MgSO₄ 除水,最後藉由 silica gel 管柱層析純化, 用 n-hexane/EA 當沖提液,得到純白色固體,產率 80%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 7.76 (d, 1H, Ar-H), 7.74 (s, 1H, Ar-H), 7.06 (d, 1H, Ar-H), 6.10 (s, 1H, Ar-OH), 3.91 (s, 3H, -OCH₃)

(S)-methyl -2-fluoro-4-(octan-2-yloxy)benzoate, (4)



將化合物 (3) (5 g, 29.4 mmol)、PPh₃ (8.89 g, 33.8 mmol) 加入 500 mL 雙頸瓶內,預先抽真空約一小時,在氮氣系統下,進行抽 灌動作至少三次;加入適量溶劑 THF,並於 10 分鐘後打入 (S)-2-octanol (4.6 g, 35.2 mmol),攪拌 15 分鐘後打入 DIAD (8.9 g, 44 mmol),點片追蹤確定反應完全。待反應完全,先將溶劑真空旋 轉濃縮乾燥;最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 n-hexane/DCM 當沖提液,得到淡黃色液體,產率 85%。 ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 7.92 (d, 1H, Ar-H), 7.25 (d, 1H, Ar-H), 6.87 (d, 1H, Ar-H), 3.89 (s, 3H, -OCH₃), 3.86 (m, 1H, -OCH), 1.67 (q, 2H, OCH<u>CH₂</u>), 0.88 (t, *J* = 6.6 Hz, 3H, <u>CH₃</u>)

(S)-2-fluoro-4-(octan-2-yloxy)benzoic acid, (5)



取化合物 (4) (5 g, 17.7 mmol)、KOH (3.0 g, 53.1 mmol) 以及適 量溶劑 EtOH 置於 500 mL 圓底燒瓶內,加熱迴流 90 °C 運用 TLC 片,點片追蹤確定反應完全。先將溶劑旋轉濃縮抽乾;加入鹽酸水溶 液酸化達 PH 值等於 3 為止,得到淡黃色固體,產率 82%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 11.01 (s, 1H, Ar-COOH), 8.02 (d, 1H, Ar-H), 7.35 (d, 1H, Ar-H), 6.97 (d, 1H, Ar-H), 3.94 (s, 3H, -OCH₃), 3.86 (m, 1H, -OCH), 1.67 (q, 2H, OCH<u>CH₂</u>), 0.88 (t, *J* = 6.6 Hz, 3H, <u>CH₃</u>)

ISO-S 的合成步驟:



Reagent: (a) K₂CO₃, KI, acetone, reflux; (b) ethanol, reflux; (c) DCC, DMAP, DCM, r.t.



將化合物 methyl 4-hydroxybenzoate (5 g, 32.9 mmol) 置於 500 mL 圓底燒瓶內,加入適量溶劑 acetone 混合攪拌溶解,再加入 K₂CO₃ (13.6 g, 98.6 mmol) 和少許 KI,攪拌打散,然後慢慢滴入 1-bromohexane (8.13 g, 49.3 mmol) 加熱迴流,運用 TLC 片,點片追 蹤直到反應完全為止。冷卻至室溫,真空旋轉濃縮移除溶劑,再利用 H₂O 和 DCM 萃取,取有機層加入 MgSO₄ 除水,濃縮乾燥;最後 藉由 silica gel 管柱層析純化,用 n-hexane/ethyl acetate 當沖提液, 得到純白色固體,產率 90%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm) : 7.95 (d, J = 8.4 Hz, 2H, Ar-H), 6.87 (d, J = 8.4 Hz, 2H, Ar-H), 3.98 (t, J = 6.3 Hz, 2H, -OCH₂-), 3.86(s, 3H, -OCH₃), 1.77 (m, 2H, -OCH₂CH₂-), 0.86 (t, J = 6.3 Hz, 3H, -CH₃)

206

4-(hexyloxy)benzoic acid, 1-2 $0 \rightarrow 0$ + KOH EtOH $H_3C(H_2C)_5O \rightarrow 1-1$ 1-2

將化合物 1-1 (3.68 g, 15.6 mmol) 置於 500 mL 圓底燒瓶內,加入 180 mL 的乙醇 (EtOH) 攪拌溶解,再加入 20 mL 的 KOH 水溶液,加熱迴流反應 overnight,運用 TLC 片,點片追蹤確定反應完全。冷卻至室溫,真空旋轉濃縮移除溶劑;倒入 H₂O 溶解,並慢慢

加入鹽酸,此時會有白色固體析出,直到溶液 PH 值等於 3 ,靜置 半小時,過濾取固體;將過濾物放入真空乾燥箱乾燥,然後以乙醇再 結晶,產率 95%。

¹H NMR (300 MHz, DMSO-d₆): δ (ppm) 12.59 (s, 1H, COOH), 7.85 (d, *J* = 8.7 Hz, 2H, Ar-H), 6.98 (d, *J* = 8.7 Hz, 2H, Ar-H), 4.01 (t, *J* = 6.3 Hz, 2H, O<u>CH</u>₂), 1.74-1.66 (m, 2H, OCH₂<u>CH</u>₂), 0.84 (t, *J* = 6.3 Hz, 3H, <u>CH</u>₃)

代號 ISO-S

1-2 + HO^I HO^I

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm) : 8.04 (d, 4H, Ar-H), 7.94 (d, 4H, Ar-H), 6.94 (d, 4H, Ar-H), 6.87 (d, 4H, Ar-H), 5.36-5.45 (m, 4H, -OCH), 5.01 (t, 2H, -CH), 4.66 (d, 2H, -CH), 3.98-4.11 (m, 16H, O<u>CH₂</u>), 0.86 (t, 12H, -<u>CH₃</u>)

23
EA for
$$C_{34}H_{42}O_8(554.67)$$
 Calcd : C, 69.29 ; H, 7.63
Found : C, 69.30 ; H, 7.64

FBMS : m/e 554.29 ; $C_{34}H_{42}O_8$ requires m/e 555

ISO-SF 的合成步驟:



將化合物 (3) (5.59 g, 32.9 mmol) 置於 500 mL 圓底燒瓶內,加 入適量溶劑 acetone 混合攪拌溶解,加入 K₂CO₃ (13.6 g, 98.6 mmol) 和少許 KI,攪拌打散,然後慢慢滴入 1-bromohexane (8.13 g, 49.3 mmol) 加熱迴流,運用 TLC 片,點片追蹤直到反應完全為止。冷卻 至室溫,真空旋轉濃縮移除溶劑,再利用 H₂O 和 DCM 萃取,取有 機層加入 MgSO₄ 除水,濃縮乾燥;最後藉由 silica gel 管柱層析純 化,用 n-hexane/ethyl acetate 當沖提液,得到純白色固體,產率 90%。 ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm) : 7.92 (d, 1H, Ar-H), 7.28 (s, 1H, Ar-H), 7.01 (d, 1H, Ar-H) ,3.98 (t, *J* = 6.3 Hz, 2H, -OCH₂-), 3.86(s, 3H, -OCH₃), 0.86 (t, *J* = 6.3 Hz, 3H, -CH₃)



將化合物 2-1 (3.74 g, 15.6 mmol) 置於 500 mL 圓底燒瓶內,加 入 180 mL 的乙醇 (EtOH) 攪拌溶解,再加入 20 mL 的 KOH 水溶 液,加熱迴流反應 overnight,運用 TLC 片,點片追蹤確定反應完 全。冷卻至室溫,真空旋轉濃縮移除溶劑;倒入 H₂O 溶解,並慢慢 加入鹽酸,此時會有白色固體析出,直到溶液 PH 值等於 3,靜置 半小時,過濾取固體;將過濾物放入真空乾燥箱乾燥,然後以乙醇再 1896

¹H NMR (300 MHz, DMSO- d_6): δ (ppm) 12.59 (s, 1H, COOH), 7.89 (d, 1H, Ar-H), 7.26 (s, 1H, Ar-H), 7.01 (d, 1H, Ar-H) ,3.98 (t, *J* = 6.3 Hz, 2H, -OCH₂-), 0.86 (t, *J* = 6.3 Hz, 3H, -CH₃)

代號 ISO-SF



取化合物 2-2 (2.88 g, 12 mmol)、Isosorbide (0.71 g, 5 mmol) 以及

催化劑 4-(N,N-dimethylamino)pyridine (DMAP) (0.014g, 0.12 mmol)

與 N,N'-dicyclohexylcarbodiimide (DCC) (9.9g, 48 mmol) 同置於 250

mL 雙頸瓶內,預先抽真空約一小時,在氮氣系統下,進行抽灌動作 至少三次;再加入適量溶劑 dry DCM 混合攪拌溶解,反應 overnight;運用 TLC 片,點片追蹤確定反應完全。過濾掉固體,旋 轉濃縮將溶劑抽乾,最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 n-hexane/DCM 當沖提液,得到純白色固體,產率72%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 7.26 (m, 2H, Ar-H), 6.09 (m, 4H, Ar-H), 5.36 (m, 4H, -OCH₂), 5.02 (d, 1H, -CH), 4.67 (d, 1H, -CH), 4.04 (m, 16H, -OCH₂), 1.12 (t, 12H, - CH₃)



Reagent: (a) DCC, DMAP, DCM, r.t.; (b) K₂CO₃, KI, acetone, reflux; (c) ethanol, reflux; (d) DCC, DMAP, DCM, r.t.

(3S,3aS,6R,6aS)-6-hydroxyhexahydrofuro[3,2-b]furan-3-yl 4-(hexyloxy)benzoate, 3-1



取化合物 1-2 (5 g, 22.49 mmol)、Isosorbide (3.2 g, 22.49 mmol) 以及催化劑 4-(N,N-dimethylamino)pyridine (DMAP) (0.027 g, 0.22 mmol) 與 N,N'-dicyclohexylcarbodiimide (DCC) (8.35 g, 40.48 mmol) 同置於 250 mL 雙頸瓶內,預先抽真空約一小時,在氮氣系統下,進 行抽灌動作至少三次;再加入適量溶劑 dry DCM 混合攪拌溶解,反 應 overnight;運用 TLC 片,點片追蹤確定反應完全。過濾掉固體, 旋轉濃縮將溶劑抽乾,最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 n-hexane/DCM 當沖提液,得到純白色固體,產率 62%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm) : 8.14 (d, 2H, Ar-H), 6.89 (d, 2H, Ar-H), 5.39 (q, 1H, -OCH), 4.98 (t, 1H, -OCH), 4.42 (t, 1H, -OCH), 4.36 (s, 1H, -OH), 3.86-3.98 (m, 6H, -OCH₂), 0.92 (t, 3H, -CH₃)





將化合物 Methyl-4-hydroxybenzote (5 g, 32.9 mmol) 置於 500
mL 圓底燒瓶內,加入適量溶劑 acetone 混合攪拌溶解,再加入
K₂CO₃ (13.6 g, 98.6 mmol) 和少許 KI,攪拌打散,然後慢慢滴入
1,6-dibromohexane (3.64 g, 14.9 mmol) 加熱迴流,運用 TLC 片,點

片追蹤直到反應完全為止。冷卻至室溫,真空旋轉濃縮移除溶劑,再 利用 H₂O 和 DCM 萃取,取有機層加入 MgSO₄ 除水,濃縮乾燥; 最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 n-hexane/ethyl acetate 當沖提 液,得到純白色固體,產率 90%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 7.81 (d, 2H, Ar-H), 7.77 (2H, Ar-H), 7.19 (d, 2H, Ar-H), 4.10 (t, 4H, -OCH₂), 3.89 (s, 6H, -OCH₃)

4,4'-(hexane-1,6-diylbis(oxy))dibenzoic acid, 3-3

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 13.06 (s, 2H, Ar-COOH), 7.74(d, 2H, Ar-H), 7.71 (2H, Ar-H), 7.66 (d, 2H, Ar-H), 4.10 (t, 4H, -OCH₂), 3.32 (s, 6H, -OCH₃)

代號 ISO-D



取化合物 3-1 (6.92 g, 20 mmol)、3-3 (3.25 g, 9.09 mmol) 以及催

化劑 4-(N,N-dimethylamino)pyridine (DMAP) (0.024 g, 0.2 mmol) 與 N,N'-dicyclohexylcarbodiimide (DCC) (8.25 g, 40 mmol) 同置於 250 mL 雙頸瓶內,預先抽真空約一小時,在氮氣系統下,進行抽灌動作 至少三次;再加入適量溶劑 dry DCM 混合攪拌溶解,反應 overnight;運用 TLC 片,點片追蹤確定反應完全。過濾掉固體,旋 轉濃縮將溶劑抽乾,最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 n-hexane/DCM 當沖提液,得到純白色固體,產率 78%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 8.03 (d, 4H, Ar-H), 7.94 (d, 4H, Ar-H), 6.90 (t, 8H, Ar-H), 5.36-5.45 (m, 8H, -OCH), 5.03 (t, 1H, -OCH), 4.66 (d, 1H, -OCH), 3.99-4.11 (m, 32H, -OCH₂), 0.82 (t, 12H, -<u>CH₃</u>)

EA for $C_{58}H_{70}O_{16}(1023.17)$ Calcd : C, 68.08 ; H, 6.90 Found : C, 68.13 ; H, 6.97

FBMS : m/e 1022.47 ; $C_{58}H_{70}O_{16}$ requires m/e 1024

ISO-DF 的合成步驟: ^{0th} ⓐ ┌^{0, th}



Reagent: (a) DCC, DMAP, DCM, r.t.; (b) K_2CO_3 , KI, acetone, reflux; (c) ethanol, reflux; (d) DCC, DMAP, DCM, r.t.





取化合物 2-2 (5.40 g, 22.49 mmol)、Isosorbide (3.2 g, 22.49 mmol) 以及催化劑 4-(N,N-dimethylamino)pyridine (DMAP) (0.027 g, 0.22

mmol)與 N,N'-dicyclohexylcarbodiimide (DCC) (8.35 g, 40.48 mmol) 同置於 250 mL 雙頸瓶內,預先抽真空約一小時,在氮氣系統下,進 行抽灌動作至少三次;再加入適量溶劑 dry DCM 混合攪拌溶解,反 應 overnight;運用 TLC 片,點片追蹤確定反應完全。過濾掉固體, 低轉濃縮將溶劑抽乾,最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 n-hexane/DCM 當沖提液,得到純白色固體,產率 62%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm) : 7.92 (t, 1H, Ar-H), 6.59-6.73 (dd, 2H, Ar-H), 5.34 (q, 1H, -CH) ,4.99 (t, 1H, -OCH), 4.00-4.45 (m, 2H, -OCH), 3.87-3.98 (m, 6H, -OCH₂), 0.89 (t, 3H, CH₃)

dimethyl 4,4'-(hexane-1,6-diylbis(oxy))bis(2-fluorobenzoate), 4-2



將化合物 1-3 (5.59 g, 32.9 mmol) 置於 500 mL 圓底燒瓶內,加 入適量溶劑 acetone 混合攪拌溶解,加入 K₂CO₃ (13.6 g, 98.6 mmol) 和少許 KI,攪拌打散,然後慢慢滴入 1,6-dibromohexane (3.64 g, 14.9 mmol) 加熱迴流,運用 TLC 片,點片追蹤直到反應完全為止。冷卻 至室溫,真空旋轉濃縮移除溶劑,再利用 H₂O 和 DCM 萃取,取有 機層加入 MgSO₄ 除水,濃縮乾燥;最後藉由 silica gel 管柱層析純 化,用 n-hexane/ethyl acetate 當沖提液,得到純白色固體,產率 90%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 7.96 (d, 4H, Ar-H), 6.88 (4H, Ar-H), 4.02 (t, 4H, -OCH₂), 3.88 (s, 6H, -OCH₂), 1.82 (t, 4H, -OCH₃CH₂), 1.55 (m, 4H, -CH₂)

4,4'-(hexane-1,6-diylbis(oxy))bis(2-fluorobenzoic acid), 4-3



片,點片追蹤確定反應完全。先將溶劑旋轉濃縮抽乾;加入鹽酸水溶

液酸化達 PH 值等於 3 為止,過濾得到純白固體,產率 92%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ (ppm) 13.05 (s, 2H, Ar-COOH), 7.74(d, 2H, Ar-H), 7.71 (2H, Ar-H), 7.66 (d, 2H, Ar-H), 4.10 (t, 4H, -OCH₂)

代號 ISO-DF



取化合物 4-1 (7.28 g, 20 mmol)、4-3 (3.58 g, 9.09 mmol) 以及催 化劑 4-(N,N-dimethylamino)pyridine (DMAP) (0.024 g, 0.2 mmol) 與 N,N'-dicyclohexylcarbodiimide (DCC) (8.25 g, 40 mmol) 同置於 250 mL 雙頸瓶內,預先抽真空約一小時,在氦氣系統下,進行抽灌動作 至少三次;再加入適量溶劑 dry DCM 混合攪拌溶解,反應 overnight;運用 TLC 片,點片追蹤確定反應完全。過濾掉固體,旋 轉濃縮將溶劑抽乾,最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 n-hexane/DCM 當沖提液,得到純白色固體,產率 83%。

¹H NMR (300 MHz, d- CDCl₃) δ (ppm): 7.94 (m, 4H, Ar-H), 7.16(m, 4H, Ar-H), 6.73 (t, 4H, Ar-H), 6.62 (m, 8H, Ar-H), 5.38 (m, 12H, -OCH₂), 5.03 (t, 4H, OCH₂), 4.66 (d, 4H, -OCH), 4.11 (m, 4H, -OCH), 3.00 (dd, 4H, -CH), 1.31 (t, 12H, -CH₂), 0.88 (m, 6H, -CH₃)

EA for $C_{58}H_{66}F_4O_{16}(1095.13)$ Calcd : C, 63.61 ; H, 6.94 Found : C, 63.60 ; H, 6.20

FBMS : m/e 1095.43 ; $C_{58}H_{70}O_{16}$ requires m/e 1096



Reagents and conditions: (i) 48 wt% HBr, toluene, reflux, 24 h; (ii) methyl 4-hydroxybenzoate, K_2CO_3 , KI, acetone, reflux, 48 h; (iii) KOH, EtOH/H₂O (9:1, v/v), reflux, overnight, then 6 N HCl; (iv) acryloyl chloride, 2,6-di-*tert*-butyl-4-methylphenol, *N*,*N*'-dimethylaniline, 1,4-dioxane, 50 °C, 4 h; (v) isosorbide, DCC, DMAP, CH₂Cl₂, r.t., 16 h.

89F

1-Bromohexanol, 1-1

 $HO(CH_2)_6OH + HBr \xrightarrow{toluene} HO(CH_2)_6Br$ 1-1

將化合物 1,6-hexanediol (20.00 g, 169.2 mmol) 置於 500 mL 圓 底燒瓶內,加入 250 mL 的 toluene 混合攪拌溶解,然後慢慢滴入 48 wt % HBr (23 ml, 423.0 mmol) 加熱迴流 24 小時。冷卻至室溫,真空 旋轉濃縮移除溶劑,再利用 H₂O 和 CH₂Cl₂ 萃取,取有機層加入 MgSO₄ 除水,濃縮乾燥;最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 *n*-hexane/ethyl acetate 當沖提液,得到淡黃色液體,產率 74%。 ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 3.65 (s, 1H, -OH), 3.51-3.50 (m, 4H, CH₂), 1.82 (m, 2H, CH₂), 15.3-1.29 (m, 6H, CH₂)

Methyl 4-(6-hydroxyhexyloxy)benzoate, 1-2



將化合物 methyl 4-hydroxybenzoate (5.00 g, 32.9 mmol) 置於 500 mL 圓底燒瓶內,加入 200 mL 的 acetone 混合攪拌溶解,再加 入 K₂CO₃ (13.60 g, 98.6 mmol) 和少許 KI (0.50 g, 3.0 mmol),攪拌打 散,然後慢慢滴入化合物 1-1 (7.15 g, 39.5 mmol) 加熱迴流 48 小 時,運用 TLC 片,點片追蹤直到反應完全為止。冷卻至室溫,真空 旋轉濃縮移除溶劑,再利用 H₂O 和 CH₂Cl₂ 萃取,取有機層加入 1896 MgSO₄ 除水,濃縮乾燥;最後藉由 silica gel 管桂層析純化,用 *n*-hexane/ethyl acetate 當沖提液,得到純白色固體,產率 94%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 7.10 (dd, 4H, Ar-H), 6.8 (dd, 4H, Ar-H), 4.06 (t, 2H, -OCH₂), 3.89 (s, 3H, Ar-COOCH₃), 3.65 (s, 1H, -OH), 3.50 (t, 2H, CH₂), 1.76 (m, 2H, CH₂), 1.43 (m, 4H, CH₂)

4-(6-Hydroxyhexyloxy)benzoic acid, 1-3



將化合物 1-2 (10.00 g, 39.6 mmol) 置於 500 mL 圓底燒瓶內, 加

入 180 mL 的 EtOH 攪拌溶解, 再加入 20 mL 的 KOH (6.65 g,

118.8 mmol) 水溶液,加熱迴流反應 overnight,運用 TLC 片,點片 追蹤確定反應完全。冷卻至室溫,真空旋轉濃縮移除溶劑;倒入 H₂O 溶解,並慢慢加入 6 N HCl 水溶液,此時會有白色固體析出,直到 溶液 pH 值等於 2~3,靜置半小時,過濾取固體;將過濾物放入真 空乾燥箱乾燥,產率 95%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 11.0 (s, 1H, Ar-COOH), 8.10 (d, 2H, Ar-H), 7.20 (t, 2H, Ar-H), 4.06 (t, 2H, -OCH₂), 3.65 (s, 1H, -OH), 3.50 (t, 2H, OCH₂), 1.53 (m, 2H, CH₂), 1.43 (m, 4H, CH₂)



柱層析純化,用 CH₂Cl₂ 當沖提液,得到純白色固體,產率 78%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 11.0 (s, 1H, Ar-COOH), 8.10 (d, 2H, Ar-H), 7.20 (t, 2H, Ar-H), 6.27 (dd, 1H, =CH), 6.05 (m, 1H, =CH), 5.59 (d, 1H, =CH), 4.06 (m, 2H, -OCH₂), 3.97 (m, 2H, -OCH₂), 1.76 (m, 2H, CH₂), 1.62 (m, 2H, CH₂), 1.43 (m, 4H, CH₂)

代號 ISO-S6



取化合物 1-4 (4.00 g, 13.7 mmol) 和 isosorbide (0.9 g, 6.2 mmol) 以及催化劑 4-(*N*,*N*-dimethylamino)pyridine (DMAP) (75.71 mg, 0.62 mmol) 同置於 250 mL 雙頸瓶內,預先抽真空約一小時,在氦氣系 統下,進行抽灌動作至少三次;再加入 150 mL 的 dry CH₂Cl₂ 混合 搅拌溶解,隨後加入 *N*,*N*-dicyclohexylcarbodiimide (DCC) (2.82 g, 13.7 mmol) 搅拌均匀,於室溫下反應約 16 小時;運用 TLC 片,點 片追蹤確定反應完全。產生 dicyclohexylurea (DCU) 白色沉澱,過濾 並以 CH₂Cl₂ 洗滌,濾液加水萃取,取有機層加入 MgSO₄ 除水,濃 縮乾燥;最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 *n*-hexane/CH₂Cl₂ 當 沖提液,得到純白色固體,產率 90%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 7.10 (dd, 4H, Ar-H), 6.82 (dd, 4H, Ar-H), 6.27 (d, 2H, =CH), 6.05 (m, 2H, =CH), 5.59 (d, 2H, =CH), 4.06 (m, 4H, -OCH₂), 4.12 (m, 2H, OCH), 3.97 (m, 4H, -OCH₂), 1.62 (m, 4H, CH₂), 1.43 (m, 8H, CH₂)

ISO-H 的合成步驟:



Reagents and conditions: (i) benzyl bromide, K_2CO_3 , KI, acetone, reflux, 48 h; (ii) KOH, EtOH/H₂O (9:1, v/v), reflux, overnight, then 6 N HCl; (iii) isosorbide, DCC, DMAP, CH₂Cl₂, r.t., 16 h; (iv) H₂, 10% Pd-C, THF, r.t., 10 h; (v) acryloyl chloride, 2,6-di-*tert*-butyl-4-methylphenol, Et₃N, CH₂Cl₂, r.t., 10 h.

Methyl 4-benzyloxy-benzoate, 2-1



合成方法與 1-2 相似。Quantities: methyl 4-hydroxybenzoate

(10.00 g, 65.7 mmol)、benzyl bromide (11.80 g, 69.0 mmol)、K₂CO₃
(18.15 g, 131.4 mmol)、KI (0.5 g, 3.0 mmol)、acetone (250 mL),純化

後得到純白色固體,產率 90%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 7.47-7.38 (m, 5H, Ar-H), 7.10 (dd, 2H, Ar-H), 6.80 (d, 2H, Ar-H), 5.16 (s, 2H, -OCH₂), 3.89 (s, 3H, -OCH₃)

4-Benzyloxy-benzoic acid, 2-2



合成方法與 1-3 相似。Quantities: 2-1 (10.00 g, 41.3 mmol)、EtOH

(180 mL)、KOH (4.6 g, 82.6 mmol)、H₂O (20 mL), 純化後得到純白色

固體,產率 85%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 11.0 (s, 1H, Ar-COOH), 8.10 (d, 2H, Ar-H), 7.47-7.38 (m, 5H, Ar-H), 7.20 (d, 2H, Ar-H), 5.16 (s, 2H, -OCH₂)

89

2-3



合成方法與 ISO-S6 相似。Quantities: 2-2 (7.00 g, 30.7 mmol)、

isosorbide (2.04 g, 13.9 mmol)、DCC (6.32 g, 30.7 mmol)、DMAP (0.38 g, 3.1 mmol)、dry CH₂Cl₂ (250 mL),純化後得到純白色固體,產率70%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 7.47-7.38 (m, 5H, Ar-H), 7.10 (dd, 2H, Ar-H), 6.82 (dd, 4H, Ar-H), 5.16 (s, 2H, -OCH₂), 4.64 (m, 2H, -OCH), 4.29 (m, 2H, OCH), 4.04 (m, 2H, OCH)



將化合物 2-3 (6.00 g, 10.6 mmol) 置於 500 mL 雙頸瓶內,以 200 mL 的 THF 溶解,加入 10% Pd-C (1.0 g) 催化劑,混合攪拌均 匀,在氫氣系統下反應 10 小時;運用 TLC 片,點片追蹤確定反應 完全。待反應完全,以矽藻土過濾掉 Pd-C,先將溶劑真空旋轉濃縮 乾燥;最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 CH₂Cl₂ 當沖提液,得 到純白色固體,產率 82%。 ES

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 16.77 (s, 1H, =COH), 7.9 (d, 2H, Ar-H), 7.50 (d, 1H, =CH), 6.81 (d, 2H, Ar-H), 6.55 (d, 1H, =CH), 5.35 (m, 1H, Ar-OH), 5.32-5.24 (m, 2H, =CH), 4.64 (m, 2H, -OCH), 4.65 (m, 1H, OCH), 3.78 (m, 1H, OCH)

2-5



取化合物 2-4 (3.00 g, 7.8 mmol) 和 BHT (30.85 mg, 0.14 mmol) 置於 250 mL 雙頸瓶內,預先抽真空約一小時,在氮氣系統下,進行 抽灌動作至少三次;再加入 150 mL dry CH₂Cl₂ 混合攪拌溶解,在冰 浴下慢慢滴入 acryloyloxy chloride (1.58 mL, 19.5 mmol),再打入 3.5 mL 的 dry Et₃N,在室溫下反應約 10 小時;運用 TLC 片,點片追 蹤確定反應完全。利用 H₂O 和 CH₂Cl₂ 萃取,取有機層加入 MgSO₄ 除水,濃縮乾燥;最後藉由 silica gel 管柱層析純化,用 *n*-hexane/CH₂Cl₂ 當沖提液,得到純白色固體,產率 93%。

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ (ppm): 8.04 (d, 4H, Ar-H), 7.04 (d, 4H, Ar-H), 6.10-6.03 (m, 4H, =CH), 5.50 (m, 2H, =CH), 4.64 (m, 2H, -OCH), 4.21 (m, 2H, -OCH), 4.04 (m, 2H, -OCH)

2-4 混掺



(2) 市售液晶分子 5CB:



ISO 35.3 N 24 Cr

(3) 市售起始劑 (Initiator) (DMPAP):



(4) 市售單體 (Monomer) (EHA):



(5) 市售單體 (Monomer) (RM257): 0 0 0 1896 1896

(6) 市售單體 (Monomer) (TMPTA):



(7) 市售掌性分子 (Chiral dopant) (ZLI-4572):



(8) 自行開發掌性分子 (Chiral dopant):

ISO-S



ISO-DF











2-4-2 混掺配方

本實驗中的混掺配方皆以一篇 nature materials 的論文^[3]中的 藍相液晶配方 (表 2-4-2.) 當基準配方,進而調整內容物的比例來觀 察照光聚合前後其溫寬的變化情形。

表 2-4-2. Kikuchi 藍相液晶比例

Kikuchi	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	4.89

I. 壓克力基 (EHA/RM257) 比例改變:

將壓克力基 EHA 及 RM257 的比例做增減,並觀察照光聚合前

後其溫寬的變化情形。

EHA/RM257-1	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	650.93
理論 MOLE%	4.4	2.2	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	4.45	1.9	0.58	44.88	43.5	4.66
EHA/RM257-2	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.95	2.64	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	4.14	2.66	0.49	45.17	42.08	5.45
EHA/RM257-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.3	3.3	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	2.75	2.87	0.43	41.56	47.83	4.55
EHA/RM257-4	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	2.64	3.95	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	2.52	4.03	0.62	43.88	42.9	6.03
EHA/RM257-5	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	2.2	4.4	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	2.24	4.37	0.73	44.57	42.9	5.2

II. 壓克力基 (EHA/RM257) 總量改變:

將壓克力基 EHA 及 RM257 的 mol 總量以 1% 為單位來增

减,並觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形。

EHA+RM257-1	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	650.93
理論 MOLE%	3.38	2.21	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	3.41	2.23	0.33	45.2	43.88	4.94
EHA+RM257-2	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	3.77	2.58	0.33	44.4	43.99	4.92
EHA+RM257-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	4.6	2.99	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	4.55	2.96	0.33	44.3	43.01	4.84
EHA+RM257-4	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	5.2	3.39	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	5.1	3.32	0.32	43.87	42.59	4.79
EHA+RM257-5	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	5.81	3.78	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	5.64	3.67	0.32	43.44	42.18	4.75

III. 單一壓克力基成分:

將雙壓克力基 (EHA/RM257) 成分換成單一壓克力基 (EHA,

TMPTA, RM257) 成分,並觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形。

EHA	ЕНА	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
MW(g/mole)	184.28	256.3	323.9	249.35	650.93
理論 MOLE%	6.59	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	6.6	0.49	44.96	43	4.93
ТМРТА	ТМРТА	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
MW(g/mole)	296.32	256.3	323.9	249.35	650.93

理論 MOLE%	6.59	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	6.74	0.56	44.58	43.31	4.79
RM257	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
MW(g/mole)	586.63	256.3	323.9	249.35	650.93
理論 MOLE%	6.59	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	6.25	0.86	44.13	43.98	4.77

IV. 掌性分子 (ZLI-4572) 總量改變:

將掌性分子的 mol 總量以 1% 為單位來增減,並觀察照光聚合

前後其溫寬的變化情形。

ZLI-4572-1	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	650.93
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	3.89
實際 MOLE%	4.09	2.63	0.39	45.68	43.32	3.87
ZLI-4572-2	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	3.77	2.58	0.336	44.4	43.99	4.92
ZLI-4572-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	5.89
實際 MOLE%	4.14	2.56	0.48	44.43	42.69	5.67
ZLI-4572-4	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	6.89
實際 MOLE%	3.96	2.53	0.23	44.19	42.32	6.76
ZLI-4572-5	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	7.89
實際 MOLE%	3.75	2.36	0.51	43.83	41.75	7.79
ZLI-4572-6	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	8.89
實際 MOLE%	3.82	2.52	0.57	42.79	41.62	8.65

V. Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换:

將液晶成分 (Host) JC-1041XX 及 5CB 的比例做增減,並觀察

J-5CB-1	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	650.93
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	88.18	0	4.89
實際 MOLE%	3.97	2.61	0.32	87.13	0	4.8
J-5CB-2	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	58.75	29.38	4.89
實際 MOLE%	3.86	2.65	0.33	57.65	28.37	4.92
J-5CB-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.07	44.07	4.89
實際 MOLE%	3.9	2.61	0.36	43.23	44.1	4.89
J-5CB-4	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	29.38	58.75	4.89
實際 MOLE%	4.04	2.57	0.38	28.33	58.23	4.79
J-5CB-5	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	0	88.18	4.89
實際 MOLE%	3.92	2.6	0.29	0	89.2	4.85

照光聚合前後其溫寬的變化情形。

VI. 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 + ISO-S 比例互换:

將單一掌性分子 ZLI-4572 部分用 ISO-S 取代,並觀察照光聚合

前後	其溫	窅	的	繜	化	情形	0
71 12	ラ、1単	76.	чJ	1	10		

Z+ISO-S-1	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	650.93	554.29
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	4.89	0
實際 MOLE%	3.77	2.4	0.32	43.64	42.43	5.02	0
Z+ISO-S-2	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	3.89	1

實際 MOLE%	4.01	2.79	0.35	44.91	43.74	4.1	1.3
Z+ISO-S-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	1	3.89
實際 MOLE%	3.89	2.87	0.41	45.03	44.01	1.34	4.12
Z+ISO-S-4	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	0.5	4.39
實際 MOLE%	3.79	2.83	0.48	44.43	43.67	0.78	4.58
Z+ISO-S-5	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	0	4.39
實際 MOLE%	3.23	2.9	0.36	44.77	43.01	0	4.89

VII. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子 (1):

將單一掌性分子 ZLI-4572 使用實驗室自行開發設計之掌性分子 ISO-S、ISO-SF、ISO-D、ISO-DF 等四支結構取代,而聚合單體為

(EHA / RM257) 並觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形。

EHA/ISO-S	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	554.29
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	3.79	2.5	0.34	41.54	42.24	5.12
EHA/ISO-SF	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-SF
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	590.27
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	3.85	2.8	0.32	43.7	44 22	4.92
	0.00	2.0	0.52	1317	11.22	1172
EHA/ISO-D	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-D
EHA/ISO-D MW(g/mole)	EHA 184.28	RM257 586.63	DMPAP 256.3	JC-1041XX 323.9	5CB 249.35	ISO-D 1022.47
EHA/ISO-D MW(g/mole) 理論 MOLE%	EHA 184.28 3.99	RM257 586.63 2.6	DMPAP 256.3 0.33	JC-1041XX 323.9 44.74	5CB 249.35 43.44	ISO-D 1022.47 2.44
EHA/ISO-D MW(g/mole) 理論 MOLE% 實際 MOLE%	EHA 184.28 3.99 3.76	RM257 586.63 2.6 2.3	DMPAP 256.3 0.33 0.31	JC-1041XX 323.9 44.74 42.64	5CB 249.35 43.44 43.04	ISO-D 1022.47 2.44 2.69
EHA/ISO-D MW(g/mole) 理論 MOLE% 實際 MOLE% EHA/ISO-DF	EHA 184.28 3.99 3.76 EHA	RM257 586.63 2.6 2.3 RM257	DMPAP 256.3 0.33 0.31 DMPAP	JC-1041XX 323.9 44.74 42.64 JC-1041XX	5CB 249.35 43.44 43.04 5CB	ISO-D 1022.47 2.44 2.69 ISO-DF
EHA/ISO-D MW(g/mole) 理論 MOLE% 實際 MOLE% EHA/ISO-DF MW(g/mole)	EHA 184.28 3.99 3.76 EHA 184.28	RM257 586.63 2.6 2.3 RM257 586.63	DMPAP 256.3 0.33 0.31 DMPAP 256.3	JC-1041XX 323.9 44.74 42.64 JC-1041XX 323.9	5CB 249.35 43.44 43.04 5CB 249.35	ISO-D 1022.47 2.44 2.69 ISO-DF 1094.43
EHA/ISO-D MW(g/mole) 理論 MOLE% 實際 MOLE% EHA/ISO-DF MW(g/mole) 理論 MOLE%	EHA 184.28 3.99 3.76 EHA 184.28 3.99	RM257 586.63 2.6 2.3 RM257 586.63 2.6 2.6	DMPAP 256.3 0.33 0.31 DMPAP 256.3 0.31	JC-1041XX 323.9 44.74 42.64 JC-1041XX 323.9 44.74	5CB 249.35 43.44 43.04 5CB 249.35 43.44	ISO-D 1022.47 2.44 2.69 ISO-DF 1094.43 2.44

VIII. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子 (2):

將單一掌性分子 ZLI-4572 使用實驗室自行開發設計之掌性分子 ISO-S、ISO-SF、ISO-D、ISO-DF 等四支結構取代,而聚合單體為 (TMPTA/RM257) 並觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形。

TMPTA/ISO-S	ТМРТА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S
MW(g/mole)	296.32	586.63	256.3	323.9	249.35	554.29
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	3.97	2.8	0.34	44.51	42.42	5.78
TMPTA/ISO-SF	ТМРТА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-SF
MW(g/mole)	296.32	586.63	256.3	323.9	249.35	590.27
理論 MOLE%	3.99	2.6	0.33	44.74	43.44	4.89
實際 MOLE%	4.01	2.9	0.41	43.98	45.02	5.31
TMPTA/ISO-D	ТМРТА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-D
TMPTA/ISO-D MW(g/mole)	TMPTA 296.32	RM257 586.63	DMPAP 256.3	JC-1041XX 323.9	5CB 249.35	ISO-D 1022.47
TMPTA/ISO-D MW(g/mole) 理論 MOLE%	TMPTA 296.32 3.99	RM257 586.63 2.6	DMPAP 256.3 0.33	JC-1041XX 323.9 44.74	5CB 249.35 43.44	ISO-D 1022.47 2.44
TMPTA/ISO-D MW(g/mole) 理論 MOLE% 實際 MOLE%	TMPTA 296.32 3.99 3.89	RM257 586.63 2.6 2.4	DMPAP 256.3 0.33 0.3996	JC-1041XX 323.9 44.74 44.62	5CB 249.35 43.44 43.95	ISO-D 1022.47 2.44 3.01
TMPTA/ISO-D MW(g/mole) 理論 MOLE% 實際 MOLE% TMPTA/ISO-DF	TMPTA 296.32 3.99 3.89 3.89	RM257 586.63 2.6 2.4 RM257	DMPAP 256.3 0.33 0.39 5 DMPAP	JC-1041XX 323.9 44.74 44.62 JC-1041XX	5CB 249.35 43.44 43.95 5CB	ISO-D 1022.47 2.44 3.01 ISO-DF
TMPTA/ISO-D MW(g/mole) 理論 MOLE% 實際 MOLE% TMPTA/ISO-DF MW(g/mole)	TMPTA 296.32 3.99 3.89 TMPTA 296.32	RM257 586.63 2.6 2.4 RM257 586.63	DMPAP 256.3 0.33 0.39 DMPAP 256.3	JC-1041XX 323.9 44.74 44.62 JC-1041XX 323.9	5CB 249.35 43.44 43.95 5CB 249.35	ISO-D 1022.47 2.44 3.01 ISO-DF 1094.43
TMPTA/ISO-D MW(g/mole) 理論 MOLE% 實際 MOLE% TMPTA/ISO-DF MW(g/mole) 理論 MOLE%	TMPTA 296.32 3.99 3.89 TMPTA 296.32 3.99	RM257 586.63 2.6 2.4 RM257 586.63 2.6	DMPAP 256.3 0.33 0.39 DMPAP 256.3 0.33	JC-1041XX 323.9 44.74 44.62 JC-1041XX 323.9 44.74	5CB 249.35 43.44 43.95 5CB 249.35 43.44	ISO-D 1022.47 2.44 3.01 ISO-DF 1094.43 2.44

IX. 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-S6:

在實驗中我們將合成具有與 ISO-S 相似之掌旋中心 (chiral center) 且兩端具有長碳鏈 (6C) 尾端具壓克力基的分子 ISO-S6, 觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形。

ISO-S/ISO-S6-1	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S	ISO-S6
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	554.67	694.3
理論 MOLE%	3.99	1.99	0.33	44.74	43.44	4.89	0.31

實際 MOLE%	4.01	2.12	0.33	46.27	42.17	4.81	0.36
ISO-S/ISO-S6-2	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S	ISO-S6
理論 MOLE%	3.99	1.15	0.33	44.74	43.44	4.89	1.15
實際 MOLE%	4.22	1.17	0.32	45.31	43.23	4.72	1.09
ISO-S/ISO-S6-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S	ISO-S6
理論 MOLE%	3.99	0.31	0.33	44.74	43.44	4.89	1.99
實際 MOLE%	3.74	0.36	0.35	44.87	43.84	4.87	2.06

X. 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-H:

在實驗中我們將合成具有與 ISO-S 相似之掌旋中心 (chiral

center) 且尾端具壓克力基的分子 ISO-H, 觀察照光聚合前後其溫寬

的變化情形。

|--|

ISO-S/ISO-H-1	EHA	RM257	DMPAP C	JC-1041XX	5CB	ISO	ISO-H
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	554.67	494.12
理論 MOLE%	3.99	1.99	0.33	44.74	43.44	4.89	0.31
實際 MOLE%	3.87	1.94	0.32 18	96 44.41	44.38	4.73	0.32
ISO-S/ISO-H-2	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO	ISO-H
理論 MOLE%	3.99	1.15	0.33	44.74	43.44	4.4	1.15
實際 MOLE%	3.78	1.28	0.36	44.94	43.67	4.83	1.12
ISO-S/ISO-H-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO	ISO-H
理論 MOLE%	3.99	0.31	0.33	44.74	43.44	4.4	1.99
實際 MOLE%	4.06	0.45	0.34	44.40	43.79	4.98	1.94

2-4-3 混掺流程

- 利用高精度天平(誤差 0.1 mg)將市售液晶分子(JC-1041XX、 5CB)、市售起始劑(Initiator)(DMPAP)、市售單體(Monomer) (EHA、RM257、TMPTA)、自行開發掌性分子(Chiral dopant) (ISO-S、ISO-SF、ISO-D、ISO-DF、ISO-S6、ISO-H)分別進行如 述比例的混掺,使總重量約在100~150 mg。我們先參考文獻^[3]找 出最佳化數據,再將此混摻比例應用自行開發之藍相液晶材料上。
 將混摻完畢之混合物置於超音波洗淨器上震動約10分鐘,使樣品 完全互溶。
- 將混合好之混摻物置於加熱台上,將溫度控制為 50°C,靜置1~
 2天即可作為性質量測所需之樣品。
- 將混合好之混合液晶灌入 IPS 液晶空盒中,在藍相下利用 UV 光 做照光聚合即可進行光電量測。

2-5 光電量測

一般光電性質定義如下:

應答時間 (Response Time):上升時間 (rise time) 與下降時間 (fall time) 之總和即為應答時間。

上升時間: 透光率由 10% 變化至 90% (t₁~t₂) 所需之時間

下降時間: 透光率由 90% 變化至 10% (t3~t4) 所需之時間

如圖 2-5-1.



圖 2-5-1. 應答時間定義

2. 起始電壓 (Threshold Voltage, Vth): 由圖 2-5-2. 可知, 當輸入相當 低的電壓於 cell 上光穿透率幾乎沒變化 ,但越過某一電壓值後光穿 透會急速變化,此電壓稱為 Threshold Voltage (Vth)。 1896 100 90 80 70 60 透度 50 ᇝ 40 30 20 10 1 3 電 壓 (V)

圖 2-5-2. 起始電壓定義



3-1 混掺後溫寬變化

3-1-1 壓克力基 (EHA/RM257) 比例改變:

壓克力基 EHA 及 RM257 的總 mol 固定,將 EHA 及 RM257 的比例做增減 (EHA/RM257 的 mol 比 2.34, 1.6, 0.95, 0.62,

0.51), 並觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形 (表 3-1-1.)。

EHA/RM257-1	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	4.45	1.9	0.58	44.88	43.5	4.66		
Curing 前:ISO 46.4 BP 42.1 N* Curing 後:ISO 50.3 BP 34 N*								
EHA/RM257-2	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	4.14	2.66	0.49	45.17	42.08	5.45		
Curing 前:ISO 48.3 BP 45 N* Curing 後:ISO 52 BP <-30 N*								
EHA/RM257-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	2.75	2.87	0.4396	41.56	47.83	4.55		
Curing 前:ISO 52 BP 50 N* Curing 後:ISO 51.2 BP 40.3 N*								
EHA/RM257-4	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	2.52	4.03	0.62	43.88	42.9	6.03		
Curin	Curing 前:ISO 52.4 BP 49.2 N* Curing 後:ISO 52.2 BP 39.6 N*							
EHA/RM257-5	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	2.24	4.37	0.73	44.57	42.9	5.2		
Curing 前:ISO 54.6 BP 51.7 N* Curing 後:ISO 51.8 BP 39.7 N*								

表 3-1-1. 壓克力基 (EHA/RM257) 比例改變

由圖 3-1-1. 可以發現壓克力基 EHA 比上 RM257 的比值逐漸 減少時,在照光聚合前藍相的溫寬上界有上拉的趨勢,但是溫寬下界 也跟著上抬;因此可以推斷, RM257 對於藍相溫寬有整體上移的趨 勢。在混合單體中隨著 EHA 的含量下降,未照光聚合前藍相溫寬往 高溫區位移;隨著 RM257 的含量上升,未照光聚合前藍相溫寬縮 短。由結果發現當 EHA/RM257 = 1.5 時,照光聚合後有最寬之拉升 溫寬且可以有效減低未照光聚合之藍相發生溫度。



(a)



3-1-2 單體 (EHA/RM257) 總量改變:

將單體 EHA 及 RM257 的 mol 總量以 1% 為單位來增減,並 觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形 (表 3-1-2.)。

EHA+RM257-1	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	3.41	2.23	0.33	45.2	43.88	4.94		
Curing 前:ISO 18.9 BP 11.7 N* Curing 後:N*								
EHA+RM257-2	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	3.77	2.58	0.33	44.4	43.99	4.92		
Curing 前:ISO 46.4 BP 42.3 N* Curing 後:ISO 48.8 BP <-30 N*								
EHA+RM257-3	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	4.55	2.96	0.33	44.3	43.01	4.84		
Curing 前:ISO 42.5 BP 39.6 N* Curing 後:ISO 52.9 BP <-30 N*								
EHA+RM257-4	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	5.1	3.32	0.32	43.87	42.59	4.79		
Curing	g 前:ISO 4	0 BP 35.3 N [*]	¹ Curing	,後 :ISO 52.	.1 BP <-30 N	[*		
EHA+RM257-5	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	5.64	3.67	0.32	43.44	42.18	4.75		
Curing 前:ISO 39.7 BP 33.9 N* Curing 後:ISO 51.7 BP <-30 N*								

表 3-1-2. 單體 (EHA/RM257) 總量改變

由表 3-1-2. 得知當照光聚合單體總量大於 6 mol% 後,有最佳 之照光聚合後藍相溫寬拉伸預計可以大於 100°C,且當照光聚合單 體總量再增加時,其照光聚合後藍相溫寬已經維持一定值並無再增加 之趨勢。並可以發現隨著照光聚合單體總量加入增加,未照光聚合之 藍相溫寬有增加及往低溫區位移的現象,經照光聚合後可以得知藍相 溫寬之上界溫度較未照光聚合前藍相溫度上界高,且不隨照光聚合單 體總量上升而升高。

因此可以得知當加入照光聚合單體總量增加大於 (6 mol %),可以將藍相溫寬拉伸且可以將溫度下界往低溫區位移,照光聚合後可以有效將藍相溫寬下界溫度拉至負溫區,如圖 3-1-2. 所示。



圖 3-1-2.(a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖

57

3-1-3 單一照光聚合單體:

將雙照光聚合單體 (EHA/RM257) 成分換成單一照光聚合單體 (EHA, TMPTA, RM257), 並觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形 (表 3-1-3.)。

EHA	EHA	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572			
實際 MOLE%	6.6	0.49	44.96	43	4.93			
Curing 前:ISO 33.6 BP 31.2 N* Curing 後:N*								
ТМРТА	ТМРТА	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572			
實際 MOLE%	6.74	0.56	44.58	43.31	4.79			
Curing 前:ISO 31.1 BP 16.3 N* Curing 後:ISO 48.4 BP <-30 N*								
RM257	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572			
實際 MOLE%	6.25	0.86	44.13	43.98	4.77			
Curing 前: ISO 62 BP 59.8 N* Curing 後: ISO 51.1 BP 37.6 N*								

表 3-1-3. 單一照光聚合單體

之前的實驗中使用 EHA 與 RM257 做為混合照光聚合單體,並 以 DMPAP 為光起始劑;選擇混合單體之原因,因為 RM257 之分 子結構類似於 chiral dopant (ZLI-4572) 且具有可照光聚合反應之交 聯基團,因此可以增加混合單體在混合液晶中之相溶性。

這次我們試著將混合單體換成單一照光聚合單體,來觀察其藍相 溫寬變化情形。照光聚合前 TMPTA 具有較寬的藍相溫寬,照光聚 合後 TMPTA 的藍相溫寬更可拉伸至負溫區 (圖 3-1-3.)。這是因為 EHA 為單壓克力基之反應型單體,行照光聚合後無高分子網狀交聯 作用,因此無法看到藍相溫寬;而 RM257 具有雙壓克力基,照光聚 合後雖無網狀交聯作用,但可稍微將藍相溫寬拉寬;而 TMPTA 為 具有三壓克力基團之反應型單體,當 TMPTA 為單體之混合液晶照 光聚合後會有最好之高分子交聯立體結構,可以穩定藍相液晶使其藍 相溫寬拉伸至負溫區。



圖 3-1-3. (a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖
3-1-4 掌性分子 (ZLI-4572) 總量改變:

將掌性分子 (chiral) 的 mol 總量以 1% 為單位來增減,並觀察 照光聚合前後其溫寬的變化情形 (表 3-1-4.)。

ZLI-4572-1	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572			
實際 MOLE%	4.09	2.63	0.39	45.68	43.32	3.87			
Curing 前:ISO 49.6 BP 46.4 N* Curing 後:ISO 53.5 BP 35.5 N*									
ZLI-4572-2	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572			
實際 MOLE%	3.9	2.61	0.36	43.23	44.1	4.89			
Curing	,前:ISO 45	5.3 BP 41.8 N	J* Curin	g後:ISO 51	1.2 BP <-30 I	N*			
ZLI-4572-3	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572			
實際 MOLE%	4.14	2.56	0.48	44.43	42.69	5.67			
	Curing	前: ISO 391	BP 36 N*	Curing 後:	N*				
ZLI-4572-4	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572			
ZLI-4572-4 實際 MOLE%	EHA 3.96	RM257 2.53	DMPAP 0.23	JC-1041XX 44.19	5CB 42.32	ZLI-4572 6.76			
ZLI-4572-4 實際 MOLE%	EHA 3.96 Curing 前	RM257 2.53 : ISO 36.61	0.23 BP 34.2 N*	JC-1041XX 44.19 Curing 後	5CB 42.32 : N *	ZLI-4572 6.76			
ZLI-4572-4 實際 MOLE% ZLI-4572-5	EHA 3.96 Curing 前 EHA	RM257 2.53 : ISO 36.61 RM257	DMPAP 0.23 BP 34.2 N* DMPAP	JC-1041XX 44.19 Curing 後 JC-1041XX	5CB 42.32 : N* 5CB	ZLI-4572 6.76 ZLI-4572			
ZLI-4572-4 實際 MOLE% ZLI-4572-5 實際 MOLE%	EHA 3.96 Curing 前 EHA 3.75	RM257 2.53 : ISO 36.61 RM257 2.36	DMPAP 0.23 BP 34.2 N* DMPAP 0.51	JC-1041XX 44.19 Curing 後 JC-1041XX 43.83	5CB 42.32 : N* 5CB 41.75	ZLI-4572 6.76 ZLI-4572 7.79			
ZLI-4572-4 實際 MOLE% ZLI-4572-5 實際 MOLE%	EHA 3.96 Curing 前 EHA 3.75	RM257 2.53 :ISO 36.61 RM257 2.36 室溫下鹳	DMPAP 0.23 BP 34.2 N* DMPAP 0.51 夏察不到藍相	JC-1041XX 44.19 Curing 後 JC-1041XX 43.83 液晶	5CB 42.32 : N* 5CB 41.75	ZLI-4572 6.76 ZLI-4572 7.79			
ZLI-4572-4 實際 MOLE% ZLI-4572-5 實際 MOLE% ZLI-4572-6	EHA 3.96 Curing 前 EHA 3.75 EHA	RM257 2.53 :ISO 36.61 RM257 2.36 室溫下鸛 RM257	DMPAP 0.23 BP 34.2 N* DMPAP 0.51 見察不到藍相 DMPAP	JC-1041XX 44.19 Curing 後 JC-1041XX 43.83 液晶 JC-1041XX	5CB 42.32 : N* 5CB 41.75 5CB	 ZLI-4572 6.76 ZLI-4572 7.79 ZLI-4572 			
ZLI-4572-4 實際 MOLE% ZLI-4572-5 實際 MOLE% ZLI-4572-6 實際 MOLE%	EHA 3.96 Curing 前 EHA 3.75 EHA 3.82	RM257 2.53 :ISO 36.61 RM257 2.36 室溫下衛 RM257 2.52	DMPAP 0.23 BP 34.2 N* DMPAP 0.51 見察不到藍相 DMPAP 0.57	JC-1041XX 44.19 Curing 後 JC-1041XX 43.83 液晶 JC-1041XX 42.79	5CB 42.32 : N* 5CB 41.75 5CB 41.62	ZLI-4572 6.76 ZLI-4572 7.79 ZLI-4572 8.65			

表 3-1-4. 掌性分子 (ZLI-4572) 總量改變

在添加不同比例之 chiral 分子的實驗中,以 LC host 與 chiral dopant 做為混合液晶。由實驗結果可以發現當混合液晶中 ZLI-4572 的添加量約為 5 mol % (表 3-1-4. ZLI-4572-2) 時,經照光聚合後有 最佳的藍相溫寬可至負溫區 (圖 3-1-4.)。在肉眼直接觀察混合液晶時 在此比例下混合液晶有很好之混合情況,並無相分離或固體析出之情

況;當 ZLI-4572 的添加量大於 5 mol%(表 3-1-4. ZLI-4572-3)時之 混合液晶,照光聚合後並無藍相出現,因為混合液晶系統中 Chiral dopant 之添加比例過多,照光聚合後大量誘發 chiral nematic phase; 此外,我們發現 ZLI-4572 添加量增加時,會有許多固體存在混合液 晶中,是因為固體之 ZLI-4572 在此混合液晶系統下並非擁有良好的 相容性。





圖 3-1-4.(a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖

3-1-5 Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换:

將液晶成分 (Host) JC-1041XX 及 5CB 的比例做增減,並觀察 照光聚合前後其溫寬的變化情形 (表 3-1-5.)。

J-5CB-1	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
實際 MOLE%	3.97	2.61	0.32	87.13	0	4.8
Curing	,前: ISO	74.6 BP 73.2	N* Cu	ring後: ISO 80	0.2 BP 55.1	N*
J-5CB-2	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
實際 MOLE%	3.86	2.65	0.33	57.65	28.37	4.92
Curiı	ng 前: ISC) 56.7 BP 53.	.4 N* C	Curing後:ISO(51 BP 32 N	[*
J-5CB-3	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
實際 MOLE%	3.9	2.61	0.36	43.23	44.1	4.89
Curing	,前:ISO 4	45.3 BP 4 1.8	N* F Cw	ring 後 :ISO 51	.2 BP <-30	N*
J-5CB-4	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
實際 MOLE%	4.04	2.57	0.38	28.33	58.23	4.79
Curing	; 前:ISO ?	36.6 BP 32.8	N* 1 Cu	ring後:ISO 41	.3 BP <-30	N*
J-5CB-5	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
實際 MOLE%	3.92	2.6	0.29	0	89.2	4.85
		室溫下	觀察不到藍	相液晶		

表 3-1-5. Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换

上表 (表 3-1-5.) 中可以發現,當 LC host 混合物中 JC-1041XX 的含量降低時,未照光聚合前之藍相發生溫度會下拉,在照光聚合後 可以涵蓋到室溫區。在控制 LC host 混合物之比例上 JC-1041XX: 5CB=1:1~2 時可以有效控制照光聚合後之藍相發生溫度包含到室溫 區 (圖 3-1-5.);雖然隨著 5CB 的加入可以有效降低未照光聚合前藍 相之發生溫度至室溫區,但是 5CB 含量過高時會發生未照光聚合前 在室溫區下液晶卻已呈現 isotropic 觀察不到藍相 (表 3-1-5. J-5CB-5) •

隨著 JC-1041XX 的含量上升,藍相溫度區向高溫區位移且未照 光聚合前藍相溫寬縮短;隨著 5CB 的含量上升藍相溫度區向低溫區 位移。



圖 3-1-5. (a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖

3-1-6 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换:

將單一掌性分子 ZLI-4572 部分用 ISO-S 取代,並觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形 (表 3-1-6.)。

表 3-1-6. 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换

Z+ISO-S-1	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S	
實際 MOLE%	3.77	2.4	0.32	43.64	42.43	5.02	0	
C	Curing 前:ISO 45.8 BP 41.7 N* Curing 後:ISO 51.2 BP <-30 N*							
Z+ISO-S-2	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S	
實際 MOLE%	4.01	2.79	0.35	44.91	43.74	4.1	1.3	
C	uring 前	: ISO 44.2 I	BP 40.8 N*	Curing 後:	ISO 50.1 H	BP 36.2 N *		
Z+ISO-S-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S	
實際 MOLE%	3.89	2.87	0.41	45.03	44.01	1.34	4.12	
С	uring 前	: ISO 36.8 I	BP 30.3 N*	Curing 後:	ISO 44.7 B	BP 37.2 N *		
Z+ISO-S-4	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S	
實際 MOLE%	3.79	2.83	0.48	44.43	43.67	0.78	4.58	
C	uring 前	: ISO 36.1	BP 30.5 N*	Curing 後:	ISO 43.2 E	BP 26.3 N *		
Z+ISO-S-5	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S	
實際 MOLE%	3.23	2.9	0.36	44.77	43.01	0	4.89	
C	uring 前	: ISO 28.1 I	BP 20.2 N*	Curing 後:	ISO 38.9 B	BP <-30 N *		

在圖 3-1-6. 中我們可以發現藉由調控 ZLI-4572 與 ISO-S 的比例可以將藍相溫寬作平移的動作,在原本純 ZLI-4572 的系統中未照 光聚合前的藍相溫寬在室溫之上 (45.8 ℃~41.7 ℃),當以 ISO-S 逐 步取代 ZLI-4572 時藍相溫寬卻往室溫區 (28.1 ℃~20.2 ℃) 移動。

在照光聚合後純 ZLI-4572 系統 (Z+ISO-S-1) 以及 純 ISO-S 系統 (Z+ISO-S-5) 卻都可以同時將藍相溫寬拉至負溫區;此外,在 實驗上自行開發的掌性旋光分子 ISO-S 與混合液晶系統的互溶性比 市售的性旋光分子 ZLI-4572 還要來的好,因此將實驗室自行開發設計的掌性分子完全取代 ZLI-4572 以達到更好的物性表現。



(a)

圖 3-1-6. (a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖

3-1-7 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-1:

將單一掌性分子 ZLI-4572 使用實驗室自行開發設計之掌性分子 ISO-S、ISO-SF、ISO-D、ISO-DF 等四支結構取代,而聚合單體為 (EHA/RM257) 並觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形 (表 3-1-7.)。

EHA/ISO-S	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S		
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	554.29		
實際 MOLE%	3.79	2.5	0.34	41.54	42.24	5.12		
Curing 前	: ISO 28.3	3 BP 21.9 N	I* Curi	ng 後: ISO 40	.6 BP <-30	N*		
EHA/ISO-SF	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-SF		
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	590.27		
實際 MOLE%	3.85	2.8	0.32	43.7	44.22	4.92		
Curing 前:ISO 39.8 BP 31.5 N* Curing 後:ISO 39 BP <-30 N*								
C min 8 /1;	1 1 1 1 1			- 0 A		·		
EHA/ISO-D	ЕНА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-D		
EHA/ISO-D MW(g/mole)	EHA 184.28	RM257 586.63	DMPAP 256.336	JC-1041XX 323.9	5CB 249.35	ISO-D 1022.47		
EHA/ISO-D MW(g/mole) 實際 MOLE%	EHA 184.28 3.76	RM257 586.63 2.3	DMPAP 256.3 0.31	JC-1041XX 323.9 42.64	5CB 249.35 43.04	ISO-D 1022.47 2.69		
EHA/ISO-D MW(g/mole) 實際 MOLE%	EHA 184.28 3.76 混え	RM257 586.63 2.3 掺性不佳,	DMPAP 256.3 0.31 互溶度差	JC-1041XX 323.9 42.64 ,析出嚴重	5CB 249.35 43.04	ISO-D 1022.47 2.69		
EHA/ISO-D MW(g/mole) 實際 MOLE% EHA/ISO-DF	EHA 184.28 3.76 混え EHA	RM257 586.63 2.3 掺性不佳, RM257	DMPAP 256.3 0.31 互溶度差 DMPAP	JC-1041XX 323.9 42.64 ,析出嚴重 JC-1041XX	5CB 249.35 43.04 5CB	ISO-D 1022.47 2.69 ISO-DF		
EHA/ISO-D MW(g/mole) 實際 MOLE% EHA/ISO-DF MW(g/mole)	EHA 184.28 3.76 混之 EHA 184.28	RM257 586.63 2.3 掺性不佳, RM257 586.63	DMPAP 256.3 0.31 互溶度差 DMPAP 256.3	JC-1041XX 323.9 42.64 ,析出嚴重 JC-1041XX 323.9	5CB 249.35 43.04 5CB 249.35	ISO-D 1022.47 2.69 ISO-DF 1094.43		
EHA/ISO-D MW(g/mole) 實際 MOLE% EHA/ISO-DF MW(g/mole) 實際 MOLE%	EHA 184.28 3.76 混: EHA 184.28 4.1	RM257 586.63 2.3 掺性不佳, RM257 586.63 2.4	DMPAP 256.3 0.31 互溶度差 DMPAP 256.3 0.35	JC-1041XX 323.9 42.64 ,析出嚴重 JC-1041XX 323.9 44.98	5CB 249.35 43.04 5CB 249.35 42.97	ISO-D 1022.47 2.69 ISO-DF 1094.43 2.55		

表 3-1-7. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-1

在相同的比例下,將 ZLI-4572 置換成不同的 chiral dopant 時, 其藍相溫寬也會有明顯的不同 (圖 3-1-7.)。單一分子 (single unit) ISO-S 與 ISO-SF 其藍相溫寬比二聚體分子 (dimer) ISO-DF 來的 低,這是因為二聚體分子 (dimer) 比起單一分子 (single unit) 具有較 多的偶極誘導偶極力,因此相轉移溫度隨著 chiral dopant 的偶極誘 導偶極力增加而上升。此外,在實驗中我們發現 ISO-D 在混合液晶 系統的互溶性相當不好,在室溫下有明顯的固體析出,但是 ISO-DF 卻有很好的互溶現象,這是因為 ISO-D 結構上是 dimer,且硬段具 有八個環,互溶性差,但是 ISO-DF 結構上雖然是 dimer 但具有極 性官能基,因此能夠增加與系統的互溶性。

在行照光聚合後我們發現 ISO-S 與 ISO-SF 的藍相溫寬皆可達 到負溫區 (<-30°C),但是 ISO-DF 卻只能達到室溫區 (45.8℃~ 30.8℃),這是因為二聚體分子 (dimer) 比單一分子 (single unit) 來 的大,因此容易受到壓克力基的照光固定,所以無法有效的誘導混合 液晶的藍相發生,故 ISO-DF 照光聚合後藍相溫寬比 ISO-S 與 ISO-SF 來的短 (圖 3-1-7.)。 1896 (a)

m





(b)

圖 3-1-7. (a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖

5

3-1-8 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-2:

將單一掌性分子 ZLI-4572 使用實驗室自行開發設計之掌性分子 ISO-S、ISO-SF、ISO-D、ISO-DF 等四支結構取代,而聚合單體為 (TMTPA/RM257) 並觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形(表 3-1-8.)。

TMPTA/ISO-S	ТМРТА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S		
MW(g/mole)	296.32	586.63	256.3	323.9	249.35	554.29		
實際 MOLE%	3.97	2.8	0.34	44.51	42.42	5.78		
Curing 前	• : ISO 28.	3 BP 25 N*	* Curin	g 後: ISO 42.6	5 BP <-30 M	N *		
TMPTA/ISO-SF	ТМРТА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-SF		
MW(g/mole)	296.32	586.63	256.3	323.9	249.35	590.27		
實際 MOLE%	4.01	2.9	0.41	43.98	45.02	5.31		
Curing 前:ISO 34.5 BP 26.4 N* Curing 後:ISO 45 BP <-30 N*								
TMPTA/ISO-D	ТМРТА	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-D		
TMPTA/ISO-D MW(g/mole)	TMPTA 296.32	RM257 586.63	DMPAP 256.3	JC-1041XX 323.9	5CB 249.35	ISO-D 1022.47		
TMPTA/ISO-D MW(g/mole) 實際 MOLE%	TMPTA 296.32 3.89	RM257 586.63 2.4	DMPAP 256.3 0.39	JC-1041XX 323.9 44.62	5CB 249.35 43.95	ISO-D 1022.47 3.01		
TMPTA/ISO-D MW(g/mole) 實際 MOLE%	TMPTA 296.32 3.89 混打	RM257 586.63 2.4 参性不佳,	DMPAP 256.3 0.39 互溶度差	JC-1041XX 323.9 44.62 ,析出嚴重	5CB 249.35 43.95	ISO-D 1022.47 3.01		
TMPTA/ISO-D MW(g/mole) 實際 MOLE% TMPTA/ISO-DF	TMPTA 296.32 3.89 混才 TMPTA	RM257 586.63 2.4 参性不佳, RM257	DMPAP 256.3 0.39 互溶度差 DMPAP	JC-1041XX 323.9 44.62 ,析出嚴重 JC-1041XX	5CB 249.35 43.95 5CB	ISO-D 1022.47 3.01 ISO-DF		
TMPTA/ISO-D MW(g/mole) 實際 MOLE% TMPTA/ISO-DF MW(g/mole)	TMPTA 296.32 3.89 混才 TMPTA 296.32	RM257 586.63 2.4 参性不佳, RM257 586.63	DMPAP 256.3 0.39 互溶度差 DMPAP 256.3	JC-1041XX 323.9 44.62 ,析出嚴重 JC-1041XX 323.9	5CB 249.35 43.95 5CB 249.35	ISO-D 1022.47 3.01 ISO-DF 1094.43		
TMPTA/ISO-D MW(g/mole) 實際 MOLE% TMPTA/ISO-DF MW(g/mole) 實際 MOLE%	TMPTA 296.32 3.89 混才 TMPTA 296.32 4.26	RM257 586.63 2.4 参性不佳, RM257 586.63 2.7	DMPAP 256.3 0.39 互溶度差 DMPAP 256.3 0.45	JC-1041XX 323.9 44.62 ,析出嚴重 JC-1041XX 323.9 44.36	5CB 249.35 43.95 5CB 249.35 44.01	ISO-D 1022.47 3.01 ISO-DF 1094.43 2.98		

表 3-1-8. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-2

我們將實驗 3-1-7 中的聚合單體 EHA 置換成 TMPTA,探討照 光聚合後其溫寬變化情形,我們發現照光聚合後藍相溫寬上界有上抬 的趨勢而溫寬下界亦有下拉的情形 (表 3-1-7. EHA/ISO-DF 與表 3-1-8. TMPTA/ISO-DF),這是因為 EHA 為雙壓克力基單體,而 TMPTA 為三壓克力基單體,照光聚合後,TMPTA 所形成的高分子 網狀立體結構比 EHA 會來的穩固,所以溫寬拉寬的效果 TMPTA 會比 EHA 來的顯著 (圖 3-1-8.)。



(a)

圖 3-1-8. (a) 照光聚合前溫寬圖 (b) 照光聚合後溫寬圖

3-1-9 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-S6:

為了增加聚合單體與混合液晶系統的相容性,本實驗室合成了具 有與 ISO-S 相似之 chiral center,但分子上具有長碳鏈壓克力基,以 期藉由相溶性佳來提升電性表現。並觀察照光聚合前後其溫寬的變化 情形 (表 3-1-9.)。

ISO-S/ISO-S6-1	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S	ISO-S6
MW(g/mole)	184.28	586.63	256.3	323.9	249.35	554.67	694.3
實際 MOLE%	4.01	2.12	0.33	46.27	42.17	4.81	0.36
	Curing	前: ISO 3	1.7 BP 29.6	5 N* Curing	;後:N*		
ISO-S/ISO-S6-2	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S	ISO-S6
實際 MOLE%	4.22	1.17	0.32E S	45.31	43.23	4.72	1.09
		室溫	下觀察不到	川藍相液晶			
ISO-S/ISO-S6-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S	ISO-S6
實際 MOLE%	3.74	0.36	0.35	44.87	43.84	4.87	2.06
		室溫	下觀察不到	川藍相液晶			

表 3-1-9. 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-S6

但在實驗中我們發現,當 ISO-S6 含量越多時在室溫下則是呈現 isotropic 的狀態,但是少部份取代的話 curing 前其藍相溫寬表現也 不盡理想約為 2.1 ℃,而 curing 後卻呈現 N* 相 (圖 3-1-9.)。

溫寬結果也吻合實驗 3-1-6 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互換,藍相溫寬隨著 ISO-S 的添加而下拉。Curing 後 ISO-S6 又隨即扮演著壓克力基的角色,使得 chiral 總量下降無法有效誘導 藍相發生。



圖 3-1-9. 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-S6

3-1-10 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-H:
同樣為了增加聚合單體與混合液晶系統的相容性,本實驗室合成
了具有與 ISO-S 相似之 chiral center,但是不具長碳鏈,分子末端具
壓克力基 ISO-H。並觀察照光聚合前後其溫寬的變化情形 (表
3-1-10.)。

ISO-S/ISO-H-1 EHA **RM257** DMPAP **JC-1041XX** 5CB ISO ISO-H 實際 MOLE% 1.94 44.41 44.38 3.87 0.32 4.73 0.32 室溫下觀察不到藍相液晶 ISO-S/ISO-H-2 **RM257** DMPAP **JC-1041XX** EHA 5CB ISO ISO-H 實際 MOLE% 3.78 1.28 0.36 44.94 43.67 4.83 1.12 室溫下觀察不到藍相液晶 ISO-S/ISO-H-3 EHA **RM257** DMPAP **JC-1041XX** 5CB ISO **ISO-H** 實際 MOLE% 0.34 44.40 43.79 4.98 4.06 0.45 1.94 室溫下觀察不到藍相液晶

表 3-1-10. 將 RM257 部分置換成實驗室自行合成之 ISO-H

在實驗中我們合成 ISO-H,與 ISO-S6 不同的是 ISO-H 不含長 碳鏈,在取代 RM257 的過程中我們發現在室溫下看不到藍相,這是 因為以 chiral dopant 的角度來看 ISO-H 不含長碳鏈可以減少藍相 液晶間的空間擾動,更有效的將藍相溫寬拉的比室溫更低。透過這次 實驗我們嘗試的讓一種成分扮演兩種角色-掌性分子與聚合單體,可 是藍相溫寬無法在室溫以上出現,因此在混掺的分子中應該避免具有 雙重特性的分子存在。



3-2 電性量測

我們將混掺後的樣品持溫在藍相態,以 UV 能量為 2.4 mW/cm² 照光聚合 5 分鐘,之後我們挑選照光聚合後的藍相溫寬可以涵蓋至 室溫的配方,將其加熱至 isotropic 然後灌入 5/5 μm 之 IPS 的液晶 cell 中,然後以相同的條件照光聚合,再以頻率為 60 Hz,波長 633 nm, 雷射光源條件為 He-Ne 的雷射,在室溫下進行光電量測。

3-2-1 單體 (EHA/RM257) 總量改變電性量測:



圖 3-2-1. 單體 (EHA/RM257) 總量改變電性量測

表 3-2-1-1. 單體 (EHA/RM257) 總量改變配方

Sample NO	Monome	r (mol%)	Initiator (mol%)Liquid crystal (mol%)			Chiral dopant (mol%)
Sample NO.	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
EHA/RM257-2	3.77	2.58	0.33	44.4	43.99	4.92
EHA/RM257-3	4.55	2.96	0.33	44.3	43.01	4.84
EHA/RM257-4	5.1	3.32	0.32	43.87	42.59	4.79
EHA/RM257-5	5.64	3.67	0.32	43.44	42.18	4.75

實驗中我們發現在照光聚合單體總量 < 7mol % (表 3-2-1-1.) 時 其暗態較照光聚合單體 > 7 mol % 為低 (圖 3-2-1.)。因為照光聚合 單體總量少時高分子交聯程度就較低,在 cell 中保有較多的未被交 聯的藍相液晶,因此可以有效保有藍相 normally black 之特性。此 外,由飽和電壓可以發現藍相液晶受到高分子交聯結構之影響:高分 子交聯結構在 cell 中含量較高時可以發現當給予電壓 165.1 Vrms 時依然未達飽和狀態,因為高分子交聯結構過多後會嚴重抑制在電場 下液晶分子的運動行為;且可以發現高分子交聯結構在 cell 中含量 上升其藍相液晶暗態會變亮,有此推論是因為高分子交聯結構導致藍 相液晶分子在未通電下已經被預先傾斜一個角度所導致。實驗中較為 特別的數據為當照光聚合單體總量約為 7 mol % 時,可以發現較其 他不同照光聚合單體總量之樣品有最低之飽和電壓及最差之暗態,推 論為當照光聚合單體為 7 mol % 時在整體液晶混合物中, 藍相液晶 被預先傾斜的最為嚴重所以導致其暗態最差。

實驗中發現 response time (RT) 非常快速,約為 1 ms 左右 (表 3-2-1-2.),並發現經過高分子交聯結構凍結後之藍相液晶其應答時間 上 rise time 皆高於 fall time,推論為在 IPS cell 中受到增加電場作 用液晶分子形狀發生改變,但在液晶分子形狀改變時受到周圍高分子 交聯結構之限制,所以必須先克服周圍之交聯結構,因此其 rise time 因而延長;而在減少電場知情狀下,液晶分子回復原狀過程中,並不 需要克服高分子交聯結構之限制,且高分子交聯結構甚至可能提供一 個回覆力加速器液晶分子回復原形,因此在高分子交聯穩定藍相 (PSBP)之其具有非常快速之 fall time。

Sample	rise time (ms)	fall time (ms)	response time (ms)	saturation voltage (Vrms)
EHA/RM257-2	1.03	0.26	1.29	165.1
EHA/RM257-3	0.58	0.37	0.95	134.2
EHA/RM257-4	0.55	0.32	0.87	>165.1
EHA/RM257-5	0.59	0.34	0.93	>165.2

表 3-2-1-2. 單體 (EHA/RM257) 總量改變 RT 量測

3-2-2 單一照光聚合單體 TMPTA 與 EHA/RM257-3 電性比較:



圖 3-2-2. 單一照光聚合單體 TMPTA 與 EHA/RM257-3 電性量測

表	3-2-2-1.	單一	-照光聚	.合單體	TMPTA	與	EHA/RM257-3	配方
---	----------	----	------	------	-------	---	-------------	----

Samula NO	Monomer (mol%)		Initiator (mol%) Liquid crystal (mol%)			Chiral dopant (mol%)	
Sample NO.	EHA	TMPTA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
ТМРТА		6.74		0.56	44.58	43.31	4.79
EHA/RM257	4.55		2.96	0.33	44.3	43.01	4.84

在實驗中(圖 3-2-2.) 我們發現單一照光聚合單體 TMPTA 的 暗態比 EHA/RM257-3 來的低,這是因為當壓克力機中混有 RM257 時,照光聚合後會對液晶產生一個預傾角的作用,進而導致暗態不夠 暗。在飽和電壓方面我們發現壓克力基為 TMPTA 與 EHA/RM257 來比較,則 TMPTA 的飽和電壓比 EHA/RM257 來的低,因為 RM257 其分子結構與液晶分子相似,再經照光聚合後容易影響液晶 分子本身的排列情形,雖然 TMPTA 具有三壓克力基的性質,但 RM257 卻會直接影響藍相液晶的排列構型,所以 EHA/RM257 照光 聚合後的飽和電壓較高。

TMPTA 所構成的高分子網狀立體結構比 EHA/RM257 穩固堅 定,所以反應時間極短約為 0.46 ms (表 3-2-2-2.),而 EHA/RM257-3 則因為 RM257 結構與藍相液晶相似影響應達速度,所以 EHA/RM257 應答時間較長。

表 3-2-2-2. 單一照光聚合單體 TMPTA 與 EHA/RM257-3 RT 量測

Sample	rise time (ms)	fall time (ms)	response time (ms)	saturation voltage (Vrms)
ТМРТА	0.27	0.19	0.46	134.2
EHA/RM257-3	0.58	0.37	0.95	149.9



Sample NO	Monomer	• (mol%)	Initiator (mol%)	Liquid crysta	al (mol%)	Chiral dopant (mol%)
Sample NO.	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
J-5CB-3	3.9	2.61	0.36	43.23	44.1	4.89
J-5CB-4	4.04	2.57	0.38	28.33	58.23	4.79

改變 LC host 混合物之間比例對其飽和電壓影響並不大 (表 3-2-3-2.),但是對於穿透度卻有影響,我們發現 JC-1041XX 含量較 多的比例具有較大的穿透度,因為 5CB 液晶分子上所帶的 CN 官能 基其 dipole moment 比 JC-1041XX 上的 F 基團還要來的大,所以 造成 5CB 的黏度比 JC-1041XX 來的大。因此通電時, JC-1041XX 含量較多則容易受到電場驅使而產生回應。由電性實驗中可以得知, 其高分子交聯穩定藍相 (PSBP) 之 rise time 較 fall time 為慢;但其 response time 皆非常快速約為 1 ms,如下表 (表 3-2-3-2.)所示。

Sample	rise time (ms)	fall time (ms)	response time (ms)	saturation voltage (Vrms)
J-5CB-3	0.59	0.42	1.01	130
J-5CB-4	0.65	0.33	0.98	126

表 3-2-3-2. Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换 RT 量測

3-2-4 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互換電性量测:



圖 3-2-4. 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换電性量测

表 3-2-4-1. 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换配方

Samula NO	Monome	r (mol%)	Initiator (mol%)	Liquid cryst	tal (mol%)	Chiral dopa	nt (mol%)
Sample NO.	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S
Z+ISO-1	3.77	2.4	0.32	43.64	42.43	5.02	0
Z+ISO-3	3.89	2.87	0.41	45.03	44.01	1.34	4.12
Z+ISO-4	3.79	2.83	0.48	44.43	43.67	0.78	4.58
Z+ISO-5	3.23	2.9	0.36	44.77	43.01	0	4.89

實驗中發現純 ZLI-4572 當 chiral dopant 時具有較好的電性約為 126 V,但我們嘗試使用雙 chiral 系統,在 ZLI-4572 中添加更強的旋光物質可以降低飽和電壓,本實驗室自行合成 ISO-S 添加進

ZLI-4572,我們發現當 ZLI-4572:ISO-S=1:4(表 3-2-4-1.)時其飽和電壓可降至 88 V(圖 3-2-4.)。

由圖 3-2-4. 可以發現藍相液晶的暗態會隨著 ISO-S 添加量增加 (表 3-2-4-1.) 而有效的降低,但是 ISO-S 添加過多時又會使飽和電 壓過高,太少時則暗態變差,因此我們在此一配方中找到適當比例 ZLI-4572:ISO-S=1:4 有最好的飽和電壓其暗態也有不錯的表現。

我們也可以推論在混合液晶的系統中,若有 ZLI-4572 容易受到 RM257 照光聚合後的預傾作用影響使得暗態表現不佳。

表 3-2-4-1. 雙 Chiral 系统 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换 RT 量測

Sample	rise time (ms)	fall time (ms)	response time (ms)	saturation voltage (Vrms)
Z+ISO-S-1	0.594	0.423	1.017	134.2
Z+ISO-S-3	1.056	0.348	1.404	88
Z+ISO-S-4	0.653	0.468	1896.121/2	125.7
Z+ISO-S-5	0.802	0.414	1.216	165.1
-	-			



3-2-5 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-1:



圖 3-2-5. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-1 電性量測

Samula NO	Monomer (mol%)		Initiator (mol%)	Liquid cryst	tal (mol%)	Chiral dop	oant (mol%)
Sample NO.	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S	ISO-SF
EHA/ISO-S	3.79	2.5	0.34	41.54	42.24	5.12	
EHA/ISO-SF	3.85	2.8	0.32	43.7	44.22		4.92

表 3-2-5. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-1 配方

在實驗中(圖 3-2-5.) 我們發現,在相同的驅動電壓下含有氟的 chiral dopant 分子 (ISO-SF) 有較佳的穿透度表現,這是因為當 chiral dopant 上具有強誘導偶極力的官能基時,受到電場影響會較為 明顯。此外,我們也發現 ISO-S 與 ISO-SF 為 chiral dopant 時暗態 驅近於零,可顯示 ISO-S 與 ISO-SF 並不會受到 RM257 預傾角作 用,因為本實驗室自行合成的 ISO-S 與 ISO-SF 其結構不同於 RM257,所以可以保持較佳的暗態。

3-2-6 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-2:



圖 3-2-6. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-2 電性量測表 3-2-5-1. 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-2 配方

Sample NO	Monomer (mol%)		Initiator (mol%)) Liquid crystal (mol%		%) Chiral dopant (mol%)		
Sample NO.	TMPTA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S	ISO-SF	ISO-DF
TMPTA/ISO-S	3.97	2.8	0.34	44.51	42.42	5.78		
TMPTA/ISO-SF	4.01	2.9	0.41	43.98	45.02		5.31	
TMPTA/ISO-DF	4.26	2.7	0.45	44.36	44.01			2.98

由圖 3-2-6. 中我們可以發現 chiral dopant ISO-DF 比 ISO-SF 的飽和電壓還低,這是因為 ISO-DF 的側向強誘導偶極力的官能基 (氟) 比 ISO-SF 還要多出一倍來 (4:2),因此在電場的誘發下有較 低的飽和電壓 (表 3-2-5-2.);此外,我們也發現在照光單體為 TMPTA/RM257 系統下 ISO-DF 與 ISO-SF 都雙雙具有絕佳的暗態 表現,這也是歸功於側向強誘導偶極力的官能基 (氟) 的貢獻。圖 3-2-5. 與圖 3-2-6. 比較下我們發現在照光單體為 TMPTA/RM257 系統中 ISO-SF 有較顯著的飽和電壓,這是因為具有三壓克力基團的 TMPTA 可形成較立體的高分子網狀結構,使的藍相液晶表現出較高 且較明顯的飽和電壓。在應答時間 (RT) 方面 ISO-SF 與 ISO-DF 其 rise time 都比 fall time 來的短,因為 chiral dopant 上皆具有側向誘 導偶極力,因此受電場驅動快;但是在 fall time 時 ISO-DF 卻比 ISO-SF 來的慢,原因在於 ISO-DF 的分子比 ISO-SF 來的大,回復 時易受網狀立體空間影響導致 fall time 長。

在實驗的過程中我們曾嘗試將 ISO-DF 的 mol % 添加與

82

ISO-SF 相同,但是我們發現卻無法有效的誘導出藍相,這是因為 ISO-DF 為二聚體分子 (dimer) 比單一分子 (single unit) 的 ISO-SF 多出一倍的 chiral center,因此我們為了使旋光中心總數固定,在混 掺的過程中我們將 ISO-SF 的 mol% 減半作為 ISO-DF 的混掺 mol % (表 3-2-5-1.) 以維持相同數量的 chiral center。

表 3-2-5-2. 將 ZLI-4572 換成自行開發設計之掌性分子-2 RT 量測

Sample	rise time (ms)	fall time (ms)	response time (ms)	saturation voltage (Vrms)
TMPTA/ISO-SF	0.317	0.812	1.129	165.1
TMPTA/ISO-DF	0.232	1.389	1.621	125.7

- 3-3 偏光顯微鏡紋理圖
- 3-3-1 壓克力基 (EHA/RM257) 比例改變:

EHA/RM257-1	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
實際MOLE%	4.45	1.9	0.58	44.88	43.5	4.66
Curing前:I	SO 46	.4 BP 42.	.1 N* C	uring後:ISC) 52 BP <	-30 N*

(a)





圖 3-3-1. EHA/RM257 (a) 照光聚合前 44 ℃ (b) 照光聚合後 25 ℃

3-3-2 單體 (EHA/RM257) 總量改變:

EHA+RM257-5	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際 MOLE%	5.64	3.67	0.32	43.44	42.18	4.75		
Curing前: ISO 39.7 BP 33.9 N* Curing後: ISO 51.7 BP <-30 N*								

(a)

(b)



圖 3-3-2. EHA+RM257-5 (a) 照光聚合前 35 ℃ (b) 照光聚合後 25

°C

3-3-3 單一照光聚合單體

ТМРТА	TMPTA	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
實際 MOLE%	6.74	0.56	44.58	43.31	4.79
Curing前:ISO	31.1 BP 1	6.3 N *	Curing後:IS	SO 48.4 B	P <-30 N *

(a)

(b)



圖 3-3-3. TMPTA (a) 照光聚合前 25 ℃ (b) 照光聚合後 25 ℃

3-3-4 掌性分子 (ZLI-4572) 總量改變:

ZLI-4572-2	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
實際 MOLE%	3.9	2.61	0.36	43.23	44.1	4.89
Curing前:ISO	45.3	BP 41.8 N	V* Curin	g後:ISO 5	1.2 BF	• <-30 N*

(a)

(b)



圖 3-3-4. ZLI-4572-2 (a) 照光聚合前 43 ℃ (b) 照光聚合後 25 ℃

3-3-5 Host (JC-1041XX/5CB) 比例互换:

J-5CB-4	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572		
實際MOLE%	4.04	2.57	0.38	28.33	58.2	4.79		
Curing前: ISO 36.6 BP 32.8 N* Curing後: ISO 41.3 BP <-30 N*								

(a)





圖 3-3-5. J-5CB-4 (a) 照光聚合前 33 ℃ (b) 照光聚合後 25 ℃

3-3-6 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例互换:

Z+ISO-S-3	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S
實際MOLE%	3.89	2.87	0.41	45.03	44	1.34	4.12
Curing前: ISO 36.8 BP 30.3 N* Curing後: ISO 44.7 BP 31.2 N*							

(a)

(b)



- 圖 3-3-6. Z+ISO-S-3 (a) 照光聚合前 32 ℃ (b) 照光聚合後 25 ℃
- 3-3-7 將 ZLI-4572 置換成自行開發設計之掌性分子-1:

EHA/ISO-S	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S
實際 MOLE%	3.79	2.5	0.34	41.54	42.24	5.12
Curing前:ISO	28.3 I	BP 21.9 N	V* Curin	g後:ISO 4	0.6 BP ·	<-30 N*
EHA/ISO-SF	EHA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-SF
實際 MOLE%	3.85	2.8	0.32	43.7	44.22	4.92
Curing前:ISC) 39.8	BP 31.5	N* Curi	ng後:ISO:	39 BP <	-30 N*

(a)







圖 3-3-7. EHA/ISO-S (a) 照光聚合前 25 ℃ (b) 照光聚合後 25 ℃

EHA/ISO-SF(c) 照光聚合前 35°C(d) 照光聚合後 25°C

3-3-8	將	ZLI-4572	置换成自行開發設	(計之掌性分子-2:

TMPTA/ISO-S	TMPTA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-S
MW(g/mole)	296.32	586.63	256.3	323.9	249.35	554.29
實際 MOLE%	3.97	2.8	0.34	0 44.51	42.42	5.78
Curing前:	ISO 28.3	BP 25 N*	· Curing	羑: ISO 42.6	BP <-30	N*
TMPTA/ISO-SF	TMPTA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-SF
MW(g/mole)	296.32	586.63	256.3	323.9	249.35	590.27
實際 MOLE%	4.01	2.9	0.41	43.98	45.02	5.31
Curing前:	ISO 34.5	BP 26.4 M	N* Curin	g後: ISO 45	BP <-30	N*
TMPTA/ISO-DF	TMPTA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ISO-DF
MW(g/mole)	296.32	586.63	256.3	323.9	249.35	1094.43
實際 MOLE%	4.26	2.7	0.45	44.36	44.01	2.98
Curing前:	ISO 39.5	BP 30.9 N	* Curing	後: ISO 51.	5 BP 18.2	N *

(a)





3-4 結論

- 壓克力基 EHA/RM257 的比值逐漸減少時,對於照光聚合前的藍相溫寬有整體向上位移的趨勢;當 EHA/RM257 = 1.5 時,照光 聚合後可將藍相溫寬拉至負溫區。
- 照光聚合單體 (EHA+RM257) 總量大於 6 mol % 後,有最佳照 光聚合後的藍相溫寬可以拉伸至負溫區。
- 實驗結果可以發現當混合液晶中 ZLI-4572 的添加量約為 5 mol
 % 時,經照光聚合後有最佳的藍相溫寬可至負溫區;但是 chiral dopant 太多時在室溫下混合液晶會呈現 isotropic。
- LC host 混合物之比例上 JC-1041XX:5CB=1:1~2 時可以有效 控制照光聚合後之藍相發生溫度包含到負溫區,但 5CB 含量過 多時在室溫下混合液晶會呈現 isotropic。
- 5. 藍相溫寬下界會隨著掌性分子上的 dipole moment 增加而上升。
- 在混合液晶系統中應避免讓其中的分子具有雙重特性,這會使成 分比例不明確,而影響藍相溫寬的效果。
- RM257 在照光聚合後對液晶會有預傾作用導致暗態表現不佳;
 而 TMPTA 為三壓克力基單體,照光聚合後對藍相溫寬可大大的 拉伸。
- 8. 雙 Chiral 系統 ZLI-4572 與 ISO-S 比例為 1:4 時飽和電壓可

達 88 V。

9. Chiral dopant 中的強誘導偶極力的官能基越多且越強時在電場

的誘發下有較低的飽和電壓。

10. 總整理:

Sample NO	Mon	omer (mo	ol%)	Initiator (mol%	Liquid cry	stal (mol%)		Chiral dopant (mol%)		before cu	ring	after curi	ing	response tin	ne (a+b) (ms)	seturation voltage(Vrms)
Sample NO.	EHA	TMPTA	RM257	DMPAP	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572	ISO-S ISO-SF ISO-D ISO-DF	ISO-S6 ISO-H	Blue phase (°C)	∆T (℃)	Blue phase (°C)	∆T (℃)	a) rise time (ms)	b)fall time (ms)	seturation voltage(vrins)
A-1	4.45		1.9	0.58	44.88	43.5	4.66			46.4 ~ 42.1	4.3	50.3 ~ 34	>82			
A-2	4.14		2.66	0.49	45.17	42.08	5.45			48.3 ~ 45	3.3	52~<-30	16.3			
A-3	2.75		2.87	0.43	41.56	47.83	4.55			52 ~ 50	8	51.2 ~ 40.3	10.9			
A-4	2.52		4.03	0.62	43.88	42.9	6.03			52.4 ~ 49.2	3.2	52.2 ~ 39	13.2			
A-5	2.24		4.37	0.73	44.57	42.9	5.2			54.6 ~ 51.7	2.9	51.8 ~ 39.7	12.1			
B-1	3.77		2.58	0.33	44.4	43.99	4.92			18.9 ~ 11.7	7.2	N*				
B-2	3.41		2.23	0.33	45.2	43.88	4.94			46.4 ~ 42.3	4.1	48.8 ~ <-30	35.9	1.03	0.26	165.1
B-3	4.55		2.96	0.33	44.3	43.01	4.84			42.5 ~ 39.6	2.9	52.9 ~ <-30	>82.9	0.58	0.37	134.2
B-4	5.1		3.32	0.32	43.87	42.59	4.79			40 ~ 35.3	4.7	52.1 ~ <-30	>82.1	0.55	0.32	>165.1
B-5	5.64		3.67	0.32	43.44	42.18	4.75			39.7 ~ 33.9	5.8	51.7 ~ <-30	>81.7	0.59	0.34	>165.2
C-1	6.6			0.49	44.96	43	4.93			33.6 ~ 31.2	2.4	N*				
C-2		6.74		0.56	44.58	43.31	4.79			31.1 ~ 16.3	14.8	48.4 ~ <-30	>78.4	0.27	0.19	134.2
C-3			6.25	0.86	44.13	43.98	4.77			62 ~ 59.8	2.2	51.1 ~ 37.6	13.5			
D-1	4.09		2.63	0.39	45.68	43.32	3.87			49.6 ~ 46.4	3.2	53.5 ~ 35.5	18			
D-2	3.77		2.58	0.33	44.4	43.99	4.92			45.3 ~ 41.8	3.5	N*				
D-3	4.14		2.56	0.48	44.43	42.69	5.67			39 ~ 36	3	N*				
D-4	3.96		2.53	0.23	44 19	42.32	6.76			36.6 ~ 34.2	2.4	N*				
D-5	3.75		2.00	0.51	43.83	41.75	7 79			at root	m temnera	ture no blue nhase				
D-5	3.82		2.50	0.57	43.05	41.73	8 65		912	at 100	m tempera	ture no blue phase				
E 1	3.02		2.52	0.37	97.13	41.02	18			74.6 ~ 73.2	1 /	80 2 ~ 55 1	25.1			
E-1	3.97		2.01	0.32	57.65	28.37	4.02			567~534	3.3	61 ~ 32	20.1			
E-2	2.0		2.03	0.33	42.02	44.1	4.92			15.3 . 11.8	3.5	51.2	29	0.50	0.42	130
E-3	3.9		2.01	0.30	43.23	44.1 50.02	4.09			26.6 22.9	2.9	11.2 ~ <=30	>01.2	0.59	0.42	100
E-4	2.02		2.31	0.30	20.33	20.23	4.79			50.0 ~ 52.8	5.0	41.5 ~ <=50	>/1.5	0.00	0.55	120
E-J E-1	2.92		2.0	0.29	42.64	42.42	4.03		202	45 9 41 7		51.2 20	01.0	0.50	0.42	124.0
F-1	3.//		2.4	0.52	43.04	42.43	5.02		030	43.0~41.7	4.1	50.1 26.2	δ1.Z	0.39	0.42	154.2
F-2	4.01		2.19	0.55	44.91	45.74	4.1	1.5		44.2 ~ 40.8	5.4	30.1 ~ 30.2	13.9	1.05	0.24	00
F-5	3.89		2.87	0.41	45.05	44.01	1.34	4.12		26.1 20.5	0.3	44.7 ~ 27.2	15.5	1.05	0.54	00 105 7
F-4	3.79		2.83	0.48	44.43	43.07	0.78	4.38		20.1 ~ 30.3	3.0	45.2 ~ 20.5	16.9	0.00	0.40	125.7
F-3	3.23		2.9	0.30	44.//	43.01	0	4.89		28.1 ~ 20.2	1.9	38.9~<-30	08.9	0.8	0.41	103.1
(j-1	3.79		2.5	0.34	41.54	42.24		5.12		28.3 ~ 21.9	0.4	40.0 ~ <- 30	>/0.6			
G-2	3.85		2.8	0.32	43.7	44.22		4.92		39.8 ~ 31.3	8.5	39~<-30	>09			
G-3	3.76		2.3	0.31	42.64	43.04		2.69	ſ	40.0 41.2	cannot di	Issolve well	15			
G-4	4.1		2.4	0.35	44.98	42.97		2.55	l	48.8 ~ 41.5	1.5	45.8 ~ 30.8	15			
H-I		3.97	2.8	0.54	44.51	42.42		5.78		28.3 ~ 25	3.3	42.6 ~ <-30	>/2.6	0.04	0.01	165.1
H-2		4.01	2.9	0.41	43.98	45.02		5.31		34.5 ~ 20.4	18.1	45~<-30	>/3	0.31	0.81	105.1
H-3		3.89	2.4	0.39	44.62	43.95		3.01	T	20.5 20.0	cannot di	Issolve well	22.2		1.00	105.5
H-4	1.04	4.26	2.7	0.45	44.56	44.01		2.98		39.5 ~ 30.9	8.0	51.5 ~ 18.2	55.5	0.23	1.38	125.7
I-1	4.01		2.12	0.33	46.27	42.17		4.81	0.36	31.7~29.0	2.1	N*				
1-2	4.22		1.17	0.32	45.31	43.23	-	4.72	1.09	at root	m tempera	ture no blue phase				
1-3	3.74		0.36	0.35	44.87	43.84		4.87	2.06	at rooi	m tempera	ture no blue phase				
J-1	3.87		1.94	0.32	44.41	44.38		4.73	0.32	at rooi	m tempera	ture no blue phase				
J-2	3.78		1.28	0.36	44.94	43.67		4.83	1.12	at rooi	m tempera	ture no blue phase				
J-3	4.06		0.45	0.34	44.4	43.79		4.98	1.94	at rooi	m tempera	ture no blue phase				
A 3	T .1	I		顾 +1	. # /T		1057	んしった 仏教	7							
A 斧	刘			<u> </u>	<u> 彔 (</u> Ŀ	HA/R	IMI257) 比	1例戊变								
B 糸	列			壓克力]基(E	EHA/R	M257) 總	息量改變								
C 糸	列	—————————————————————————————————————														
D	列			堂性	分子	(ZLI-4	4572) 總計	量改 變	1							
$ \begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $																
	57		錐(Thirol 3	5 45 7	TI 15	$\frac{1}{72} + 180$	<u> </u>	-							
	· 21	பிதா	<u> </u>	1111 al 3	下邻乙	LI-4J	1ム + ISU· 明 水	いに例生供	-							
G 済	刘	将了		4372 j	<u> 重</u> 換 成	目行	用發設計	<u> 之 挙 性 分 十 (1</u>	4							
日子	列	將」	LLI-	4572	直換成	自行	開發設計	之军性分子(2	4							
I系	列	將	RM	257 部	分置拍	與成實	驗室自行	F合成之ISO-Se	5							
J糸	列	將	RM	257 部	分置打	奥成寶	驗室自行	亍合成之ISO-H								

参考文獻

- [1] Linghui Rao, Zhibing Ge, Shin-Tson Wu, and Seung Hee Lee, App. *Phy.Let.* **2009**, 95, 231101.
- [2] 松本正一、角田市良,《液晶的基礎與應用》,劉瑞祥譯,國立編

譯館,民國85年。

- [3] Hirotsugu Kikuchi, *Nature materials*, **2002**, 1, 64.
- [4] Atsushi Yoshizawa, J. Mater. Chem., 2005, 15, 3285.
- [5] Atsushi Yoshizawa, *Liq. Cryst.*, 2007, 34, 1039.
- [6] Atsushi Yoshizawa, Appl. Phy. E., 2008, 1, 111801.
- [7] Atsushi Yoshizawa, Adv. Mater. 2007, 19, 4145.
- [8] Huai Yang, Adv. Mater., 2009, 21, 1.
- [9] Harry J. Coles, Mikhail N. Pivnenko, *Nature*, **2005**, 436, 18.
- [10] C. V. Yelamaggad, J. Mater. Chem., 2009, 19, 2906.
- [11] Suk-Won Choi, App. Phy. Let., 2008, 92, 043119.
- [12] Vorflusev, V.; Kumar, S., Phase-separated composite films for liquid crystal displays. Science, 1999, 283, (5409), 1903-1905.
- [13] 曾德仁、蔡協和、黃振球,高分子網狀結構於強誘電性液晶中 1896 對藍相溫度範圍擴張影響之研究。

附錄

附錄 A

化合物 ISO-S 之 NMR







附錄 B

化合物 ISO-S 之 EA

國立交通大學應用化學系

元素儀 Heraeus CHN-O Rapid 服務報告書

使用者姓名:黃	煜證		中心編號:9	90325	5				
服務單位:交大	材料 林宏洲實	實驗室	樣品名稱或作	弋號:	ISO	-I			
收件日期: 99	年 2 月	24 E	日完成日期:	99	年	3	月	3	日
分析結果:									
實驗值:	N%	111	C%			H	I%		
1.			69.46			7.	.61		
2.	E		E 69.30	Æ		7.	.64		
3.			6	上					
4.	E		1896	E					
推測值:								0 N	
本日所使用之 St	andard : A								
(A)Acetanilide	(B)Atropin	C	N-Anilin						
	N%		C%			H	I%		
理論値:	10.36		71.09			6	.71		
測出值:	10.43		70.92			6	.50		
建議:									
費用核算:NCH	:800元								
報告日期: 99	年 3 月	5 E	3						
2								B	

儀器負責人簽章: 謝有容 技術員簽章: 技士李蘊明
國立交通大學應用化學系

元素儀 Heraeus CHN-O Rapid 服務報告書

使用者姓名:黃	長煜證		中心編號:9	90327					
服務單位:交大	、材料 林宏洲	實驗室	宦 樣品名稱或伯	弋號:	ISO-	·II			с. с. ⁴ .,
收件日期: 99	9年2月	24	日完成日期:	99	年	3	月	3	
分析結果:									
實驗値:	N%		C%		H%				
1.	-	111	65.06		6.94				
2.			65.02		7.18				
3.	E-		ESA	E					
4.				E					
推測值:		X	1896	E					
本日所使用之S	tandard : A								
(A)Acetanilide	(B)Atropin	(©N-Anilin						
	N%		C%			H	[%		
理論值:	10.36		71.09			6.	71		
測出值:	10.43		70.92			6.	.50		
建議:									
費用核算:NCI	H:800元					0			
報告日期: 99	年 3 月	5	日				2 2		

儀器負責人簽章: 謝有容 技術員簽章: 技士李蘊明

國立交通大學應用化學系

元素儀 Heraeus CHN-O Rapid 服務報告書

使用者姓名:黃	思證		中心編號:	990329					
服務單位:交大和	材料 林宏洲	實驗	室 樣品名稱或	试代號:	ISO-J	[-D			
收件日期: 99	年 2 月	24	日 完成日期:	99	年	3	月	3	日
分析結果:							1		
實驗値:	N%		С%		H%				
1.	-	11	68.16		7.21				
2.	-3/1		68.13	E	6.97				
3.	E		ICI) M	E					
4.				٥E					
推測値:	E	X	1896	E			Ľ.		
本日所使用之 Sta	andard : A								
(A)Acetanilide	(B)Atropin		©N-Anilin						
	N%		С%			H	[%		
理論値:	10.36		71.09			6.	71		
測出値:	10.43		70.92			6.	50		
建議:									
				,					
費用核算:NCH	:800元								
報告日期: 99	年 3 月	5	日						
儀器負責人簽章	: 谢有容		技術員簽章	技士	李蘊	明			

國立交通大學應用化學系

元素儀 Heraeus CHN-O Rapid 服務報告書

使用者姓名: 鍾沛霖 中心編號: 990462									
服務單位:交大相	才料 林宏洲	實驗	室 樣品名稱或代	號:	ISO	-II-I	C		è.
收件日期: 99	年 4 月	14	日完成日期:	99	年	4	月	22	日
分析結果:									
實驗値:	N%		C%		H%				
1.		11	63.60		6.20				
2.	-		63.48		6.03				
3.									
4.			0	E		k	.07		
推測值:	÷	X	1 868.49	3	6.86				
本日所使用之 Sta	andard : A								
(A)Acetanilide	(B)Atropin		©N-Anilin						
	N%		С%			ł	ł%		
理論値:	10.36		71.09		6.71				
測出値:	10.43		71.45			6	.72		
建議:									
		2							
費用核算:NCH:800元									
報告日期: 99 年 4 月 26 日									
儀器負責人簽章	: 谢有:	×	技術員簽章:	技	 士李	蘊	明		

附錄 C

化合物 ISO-S 之 MS







÷