

文章编号:1007-2780(2016)09-0862-08

硅氧烷近晶相单体的合成及应用

郭 剑^{1,2}, 隋 岩^{1,2}, 李正强^{1,2}, 华瑞茂^{1,2,3*}

(1. 诚志永华显示材料有限公司 北京研发中心, 北京 100084;

2. 河北省平板显示材料工程技术研究中心, 河北 石家庄 050091;

3. 清华大学 化学系, 北京 100084)

摘要: 为了改善聚合物分散液晶(PDLC)在智能玻璃领域应用中存在的视角较差、透明态效果不够理想以及无法实现双稳态的缺点, 合成了一种具有硅氧烷长链结构的近晶相液晶单体, 并将该近晶相液晶单体用于近晶相的混晶配方制备了简单的近晶相双稳态器件。以 10-溴-1-癸烯、对羟基联苯氰和 1,1,1,3,3,5,5-七甲基硅氧烷为原料, 以较高收率合成了该近晶相液晶单体。通过核磁共振(NMR)和元素分析(EA)确认了分子结构的正确性; 利用偏光显微镜(POM)、示差扫描量热仪(DSC)等对其单体液晶参数和混晶配方参数进行测定, 通过基板处理、液晶盒制备、器件老化等过程制备了近晶相双稳态器件。实验表明, 该近晶相混晶配方制得的近晶相双稳态器件具有较宽的近晶相温宽($-62^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$), 较低的驱动电压(50 V), 透明态参数优秀(雾度 = 0.06%, 平行光透过率 = 90.34%), 完全无视角缺陷, 且可以仅在状态切换时需要通电实现双稳态效果。该硅氧烷类近晶相液晶单体对于改善近晶相混晶配方有着重要的作用, 该材料制备方法简单, 原料易得, 收率较高, 易于生产, 对于智能玻璃领域的市场推广有着重要的作用。

关键词: 硅氧烷; 近晶相; 双稳态器件; 智能玻璃

中图分类号: O753.2 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/YJYXS20163109.0862

Synthesis and application of organosiloxane smectic liquid crystals

GUO Jian^{1,2}, SUI Yan^{1,2}, LI Zheng-qiang^{1,2}, HUA Rui-mao^{1,2,3*}(1. *Beijing Research Center of Shijiazhuang Chengzhi Yonghua Display Material Co. Ltd*,
Beijing 100084, China;2. *Hebei Engineering & Technology Center for FPD Material, Shijiazhuang 050091, China*;3. *Department of Chemistry, Tsinghua University, Beijing 100084, China*)

Abstract: In order to improve the view angle, the haze of clear state and the bistable property of smart window by polymer dispersed liquid crystal(PDLC), we have synthesized an organosiloxane smectic liquid crystal with long carbon chain and prepared simple optical bistable device by using this material. This organosiloxane smectic liquid crystal was synthesized from 10-bromodec-1-ene, 4'-hydroxybiphenyl-4-carbonitrile and 1,1,1,3,3,5,5-heptamethyltrisiloxane in high yield. The molecular structure

收稿日期: 2016-05-11; **修订日期:** 2016-06-22.

基金项目: 河北省科技计划项目(No. 13211202D)

Supported by Science and Technology Program of Hebei Province(No. 13211202D)

* 通信联系人, E-mail: guoj@slichem.com

was confirmed by nuclear magnetic resonance (NMR) and elemental analysis (EA). We also measured the parameters and the performances of this compound and the liquid crystal mixture by polarizing optical microscope (POM) and differential scanning calorimetry (DSC). Simple optical bistable device was prepared by several steps including substrate surface treatment, preparation of liquid crystal cell, aging of the cell and so on. This optical bistable device has wide smectic phase temperature range ($-62^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$), low driving voltage (50 V), excellent parameters at clear state (haze = 0.06%, parallel light transmittance = 90.34%), good view angle and bistable property only need to be electrified when switching the state. This organosiloxane smectic liquid crystal can be used to improve the parameters of the smectic liquid crystal mixture. The preparation method is simple and economical, which can also realize industrialization easily and plays an important role to promote the popularization of smart glass market.

Key words: organosiloxane; smectic phase; optical bistable device; smart window

1 引 言

智能调光玻璃 (Smart window) 近些年在户外投影、室内隔断等领域得到了越来越广泛的应用,其是由美国肯特州立大学的研究人员于 20 世纪 80 年代末发明并申请发明专利,于 2003 年开始进入国内市场,但由于其成本较高,且初期产品性能并不十分优秀,所以往后的十年内在中国的发展十分缓慢,随着近些年国内建材市场的迅速发展,智能调光玻璃的成本飞速下降,且性能不断提高,已经逐渐在户外投影、室内隔断、家庭装修等领域有了越来越多的应用。

智能调光玻璃有着很多优异的特点,包括保护个人隐私的功能、投影功能、具备安全玻璃的优点、环保和隔音特性。目前智能调光玻璃的主要是用聚合物分散液晶 (PDLC) 为主要材料制备调光膜,再用两层玻璃层压制得。其中两片 PET 基材之间,涂有 PDLC 液晶,通过间隔子控制膜层厚度,经过光照固化或者加热固化得到 PDLC 调光膜。

利用 PDLC 所制得的调光膜,有着一些显著的优点,比如驱动电压较低 ($<60\text{ V}$); 关态的遮蔽性十分良好、开态的透明度也较为清晰。但是 PDLC 也有着一些明显的缺点。比如,智能调光玻璃最常用的状态应该为透明态,但是 PDLC 调光玻璃在不通电状态是雾态,如果需要保持透明态,则需要长时间保持通电状态,造成能耗较高。虽然也有反向 PDLC 调光玻璃产品,在不通电状态下为透明态,通电状态下为雾态,但由于其制作工艺与传统 PDLC 调光玻璃完全不同,较为复

杂,且其对比度较差,因此市面上并无成熟的反向 PDLC 产品。此外 PDLC 调光玻璃还有另外一个致命的缺点,就是视角问题,在侧面方向上看会有明显的雾浊状态,这是由其工作原理所决定的,所以只能改善,并无法完全消除。

因此,近些年来有越来越多的研究在双稳态的应用上。双稳态的最大优点就在保持雾态和透明态的同时,都不需要保持持续通电状态,仅在两个状态切换时通电即可,这就大大减少了能耗的问题。双稳态包括向列相双稳态、近晶 A 相双稳态和胆甾相双稳态,目前主要的研究是在近晶 A 相双稳态,由近晶 A 相所制得的调光玻璃是完全没有视角问题的。

近晶相双稳态液晶主要由近晶相液晶与离子盐擦除剂构成,当通过施加高频电压 ($>1\ 000\text{ Hz}$),此时离子盐无法被驱动,液晶分子在通电状态下保持取向一致,此时呈透明状态,而由于近晶相液晶的高黏度,所以撤去电压时,并不能恢复至散乱状态;当对液晶施加低频电压时 ($<100\text{ Hz}$),此时离子盐被驱动,无规则运动扰乱了液晶分子的排布,此时呈现雾态,同理由于黏度较大,撤去电压时,无法恢复至原先状态。

早期的近晶 A 相已 4-正辛基-4'-氰基-联苯 (8CB) 为主要原料进行开发^[1],但由于该类混晶制得的调光膜存在着驱动电压高 ($>200\text{ V}$) 和需要反复老化等,已逐步被淘汰。2006 年剑桥大学发明了一系列的硅氧烷单体^[2-3],应用于近晶 A 相液晶,发现驱动电压大幅降低,因此近些年来硅氧烷类单体已得到越来越多的关注和应用,并已经在电子价签领域有了初步的市场化应用。

本文以 10-溴-1-癸烯、对羟基联苯氰和 1,1,1,3,3,5,5-七甲基硅氧烷为原料,通过两步反应以较高收率合成了一种含有硅氧烷长链结构的近晶 A 相液晶单体。通过核磁共振(NMR)、元素分析(EA)确认了结构的正确性;利用偏光显微镜(POM)和示差扫描量热仪(DSC)等对其液晶参数进行测定,并将该类含有硅氧烷长链结构的近晶 A 相液晶单体用于制备近晶 A 相混晶,并以该混晶为材料制备了具有双稳态特性光学器件。实验表明,该近晶相混晶配方制得的近晶相双稳态器件具有较宽的近晶相温宽($-62^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$),较低的驱动电压(50 V),透明态参数优秀(雾度 = 0.06%,平行光透过率 = 90.34%),完全无视角缺陷,且可以仅在状态切换时需要通电实现双稳态效果。该材料制备方法简单,原料易得,收率较高,易于生产,对于双稳态智能玻璃领域的市场推广有着重要的作用。

2 实 验

2.1 实验原料和测试仪器

实验中采用的原料主要有以下几种:

10-溴-1-癸烯(北京偶合科技有限公司,纯度 > 99.0%);对羟基联苯氰(石家庄诚志永华有限公司,纯度 > 98.0%);1,1,1,3,3,5,5-七甲基硅氧烷(北京偶合科技有限公司,纯度 > 99.0%);氯铂酸(北京偶合科技有限公司,纯度 > 98.0%)。

实验室中所用的溶剂及添加试剂主要有二氯甲烷、石油醚、乙酸乙酯、苯、无水乙醇、甲苯、N,N-二甲基甲酰胺(DMF)、氢氧化钾、碳酸钾、硅胶等。

测定单体液晶化合物光学各向异性 Δn 、介电各向异性 $\Delta\epsilon$ 参数及黏度所用的母体液晶是

SLC960526,其主要参数为: $C_p = 81^{\circ}\text{C}$; $\Delta n = 0.122$; $\Delta\epsilon = 3.45$ 。由石家庄诚志永华显示材料有限公司出产。

所用旋涂配向液 SLC7492 由石家庄诚志永华显示材料有限公司出产。

实验中所用的测试仪器如下:

TA-2010 示差扫描量热仪(美国 TA 仪器公司),用于对化合物的升降温曲线进行差热分析;JOEL JNM-ECA 300 MHz 核磁共振波谱仪(JOEL 公司),通过氢谱及碳谱核磁归属确定所合成化合物结构的正确性;Vario EL III 元素分析仪(德国 Elementar 公司),用于验证化合物中碳、氢元素的含量比例,进一步确定产品结构的正确性;LWT300LPT 偏光显微镜(上海测维光电技术有限公司),用于对所合成的化合物在偏光镜片下观察其液晶相态及转变温度;HIOKI 3522-50 LCR 测试仪(日置电机株式会社),用于对液晶进行介电各向异性参数的测试;NAR-4T 阿贝折射仪(ATAGO),用于对液晶进行光学各向异性参数的测试。

实验中双稳态器件驱动与测量的仪器如下:

TEGAM 2340 波形发生器(美国 TEGAM 仪器公司),用于产生双稳态器件所需的波形及电流频率的调节;TEGAM 2732 波形放大器(美国 TEGAM 仪器公司),用于将发生器的信号进行倍数放大;WGT-S 雾度透过率测试仪(广州标际包装设备有限公司),用于测量双稳态器件的雾度与透过率。

2.2 硅氧烷近晶相单体的合成

本文合成了 4'-(10-(1,1,3,3,5,5,5-七甲基硅氧烷基)癸氧基)-联苯氰(2)近晶相液晶单体,合成路线见图 1。

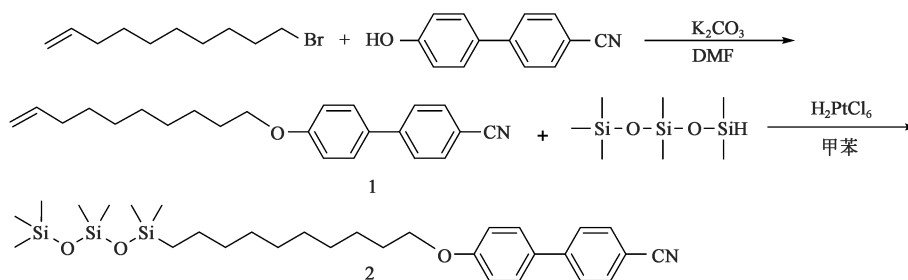


图 1 近晶相液晶单体化合物 2 的合成

Fig.1 Synthesis of smectic liquid crystal 2

2.3 硅氧烷近晶相单体的合成过程

2.3.1 4'-(9-烯-癸氧基)-联苯氰(1)的合成

向 500 mL 茄形瓶中,加入 11.0 g (0.050 mol) 10-溴-1-癸烯、10.7 g (0.055 mol) 对羟基联苯氰和 10.4 g (0.075 mol) 碳酸钾,将 200 mL DMF 加入,在 120 °C 下搅拌反应 8 h。冷却后,在搅拌下将反应混合物倒入水中,出现大量白色固体,继续搅拌 10 min,过滤,用水洗涤固体,得化合物 1 粗品,粗品过硅胶柱提纯,石油醚:二氯甲烷=6:1 为洗脱剂,冲下产品,白色固体。用 20 mL 乙醇重结晶,得到白色固体 15.4 g,测得液相色谱纯度 HPLC 为 98.3%,收率 92%。

2.3.2 4'-(10-(1,1,3,3,5,5,5-七甲基硅氧烷基)-癸氧基)-联苯氰(2)的合成^[4-6]

向 250 mL 茄形瓶内,加入 12.2 g (0.037 mol) 4'-(9-烯-癸氧基)-联苯氰(1),8.1 g (0.037 mol) 的 1,1,1,3,3,5,5-七甲基硅氧烷,10 mg 的六氯铂酸和 150 mL 甲苯,氮气保护下搅拌溶解,然后回流 8 h。旋去溶剂,剩余固体过硅胶柱分离,石油醚:二氯甲烷=3:1 为洗脱剂,冲下产品白色粘稠状液体 14.3 g,测得液相色谱纯度 HPLC 为 98.6%,收率 70%。

产品核磁测试结果如下:

¹H NMR (CDCl₃, 300M Hz): δ = 7.66-7.59 (m, 4H, Ph-H), 7.50 (d, 2H, J = 8.6 Hz, Ph-H), 6.98 (d, 2H, J = 8.6 Hz, Ph-H), 3.99 (t, 2H, J = 6.5 Hz, Ph-O-CH₂), 1.84~1.79 (m, 2H, -CH₂-), 1.49~1.28 (m, 12H, -CH₂-), 0.60~0.55 (m, 2H, -CH₂-), 0.13 (s, 9H, -Si-CH₃), 0.11 (s, 6H, -Si-CH₃), 0.07 (s, 6H, -Si-CH₃);

¹³C NMR (CDCl₃, 75M Hz): δ = 160.0, 145.3, 132.6, 131.2, 128.4, 127.1, 119.1, 115.2, 110.2, 68.2, 33.6, 29.8, 29.7, 29.5, 29.4, 26.2, 23.4, 18.4, 1.9, 1.4, 0.4.

元素分析结果:

C₃₀H₄₉NO₃Si₃, 理论值(%): C: 64.81, H: 8.88, N: 2.52; 实测值(%): C: 64.99, H: 8.34, N: 2.50.

上述结果表明,所得化合物结构正确。

3 结果与讨论

3.1 相关液晶参数的测量方法^[7,8]

(1) 单体液晶化合物的光学各向异性(Δn)采用 NAR-4T 型阿贝折射仪在 25 °C 温度下,用钠光源(589 nm),将质量分数 5% 的所合成的近晶相单体溶解于液晶母体,测量出混合物的寻常光折射率及非常光折射率,然后计算出混合物的光学各向异性值 Δn ,由于为线性关系,因此可以反推出纯的单体液晶的光学各向异性值;

(2) 单体液晶化合物的介电各向异性($\Delta\epsilon$)采用 HIOKI 3522-50 LCR 测试仪在 25 °C 温度下,将质量分数 5% 的所合成的近晶相单体溶解于液晶母体,测量出混合物的介电各向异性值 $\Delta\epsilon$,由于为线性关系,因此可以反推出纯的单体液晶的介电各向异性值;

(3) 化合物的 DSC 升温曲线图所用的设备为 TA-2010 型差热分析扫描仪,初始温度 -100 °C,加热速率为 10 °C/min,升温至 300 °C,找出液晶单体具体的相态转变温度;然后通过偏光显微镜(POM)控制温度,着重观察在相态转变温度时,化合物观察化合物的液晶织构的变化,确定所合成的近晶相化合物的液晶相态。

(4) 测量所合成的近晶相单体液晶化合物的黏度,采用 NDJ-79 旋转黏度计,在 25 °C 温度下测定,将质量分数 5% 的所合成的近晶相单体溶解于液晶母体,测量出混合物的黏度,由于黏度是对数关系,根据公式 $\text{Log}\gamma_1 = \sum C_i \text{Log}\gamma_{1i}$,混合物中各组分含量可以反推出纯的单体液晶的黏度。

3.2 单体液晶参数的测定结果

采用上面的测试方法,得到的化合物 2 的液晶参数如表 1 所示,从表 1 可以看出,该单体具有非常宽的近晶 A 相温宽,从 -9.0 °C 到 59.2 °C,温宽超过 60 °C,用于调配近晶相混晶有着较大的优势。图 2 为化合物 2 的近晶相织构图。

表 1 化合物 2 的液晶参数

Tab.1 Liquid crystal parameters of compound 2

化合物	Δn	$\Delta\epsilon$	黏度/ (mPa·s)	相变温度/ °C
2	0.140 8	0.85	2200	C-9.0 S _A 59.2 I

注: C 表示晶体; S_A 表示近晶 A 相; I 表示各向同性液体

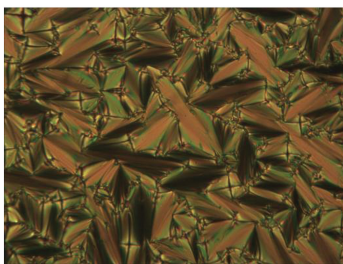


图 2 化合物 2 在降温至 59.0 °C 时呈现出的近晶相组织图

Fig.2 Smectic texture of compound 2 at 59.0 °C during cooling

3.3 近晶相混晶的制备

3.3.1 近晶相配方的组成

我们将制得的近晶相单体用于近晶相配方的测试,其配方组成如下:

表 2 近晶相混晶配方组成

Tab.2 Formulation of smectic liquid crystal mixture

单体结构	含量组成/%
	11.52
	7.62
	6.82
	16.94
	5.60
	5.82
	15.10
	15.10
	26.77
四丁基溴化铵	10 mg/每克 上述组合物

3.3.2 近晶相配方的性能测试

采用 3.1 所述的测试方法,得到了近晶相配方的相关参数如下表所示,其 DSC 曲线如图 3 所示。

表 3 近晶相混晶配方参数

Tab.3 Parameters of smectic liquid crystal mixture

近晶相配方参数	结 果
Δn	0.168
$\Delta\epsilon$	4.6
黏度(mPa·s)	1 800
相变温度(°C)	C -62.06 S _A 60.86 I

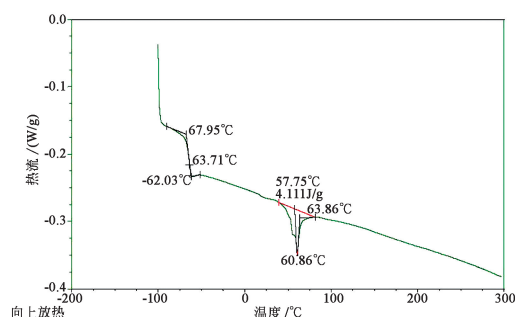


图 3 近晶相配方的 DSC 曲线图

Fig.3 DSC diagram of smectic liquid crystal mixture

得到的近晶相配方温宽为 -62.06 °C 到 60.86 °C。

3.4 近晶相双稳态器件的制备

3.4.1 ITO 玻璃的清洗

将 5 cm×5 cm 的 ITO 玻璃,放入盛有洗涤剂的自来水中,40 °C 情况下超声 30 min,然后用去离子水水超声清洗 30 min,用无水丙酮 20 °C 超声清洗 30 min;玻璃转入超净间,用氧气等离子气体对 ITO 玻璃的基面再进行处理一次,处理后要尽快使用。

3.4.2 配向液旋涂

配向液用 5 倍的 N-甲基吡咯烷酮稀释,磁力搅拌 1 h 后,用 0.25 μm 的滤膜过滤,过滤后的配向液装入干净的玻璃瓶中。将 ITO 玻璃片真空吸附于旋涂机上,调整参数(匀胶时间 I : 1 200 r/min, 12 s; 匀胶时间 II : 4 000 r/min, 30 s),进行 ITO 表面的 PI 旋涂过程。

3.4.3 玻璃的烘干

涂好的玻璃片放入热风烘箱中,110 °C 预烘 15 min,然后升温至 250 °C 固化 30 min,自然冷却至室温,备用。

3.4.4 液晶盒的制备

将2片ITO玻璃片标记出ITO面,将其中一片玻璃的ITO面用框胶在玻璃的四个框边涂好矩形四边,预留好两个灌晶口,少量10 μm 的间隔子均匀的洒落在ITO玻璃表面,然后用另一片玻璃的ITO面进行压合,均匀压合5 min,然后控制UV灯光强为16 mW/cm^2 ,在此能量下聚合固化5 min,即得到器件所需的液晶盒。

3.5 近晶相双稳态器件的测试

3.5.1 近晶相双稳态器件的制备

将上述3.3.1调配的近晶相混晶加热至100 $^{\circ}\text{C}$ 清亮,灌入3.4.4自制的10 μm 的液晶盒内,至完全均匀的铺满,得到所需的近晶相双稳态器件。

3.5.2 近晶相双稳态器件的老化

将3.5.1所制得的近晶相双稳态器件进行加电老化,采用交流电方波电压70 V 频率50 Hz,通电10 s,然后将电压调至0 V,反复5次。

3.5.3 近晶相双稳态器件的测试

将3.5.2老化后的近晶相双稳态器件进行测试,测量结果如表4所示,仅需在状态转换时进行驱动,驱动完毕即可撤去电源,保持状态。其实物效果图如图4所示。

表4 近晶相双稳态器件的参数

Tab.4 Parameters of smectic bistable device

	驱动条件	雾度/总透过率
遮蔽态	方波	
	电压 50 V	89.58/84.5
	频率 50 Hz	
透明态	方波	
	电压 50 V	0.06/90.4
	频率 2 000 Hz	

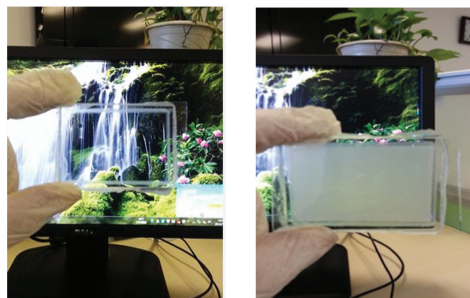


图4 近晶相双稳态器件的效果图

Fig.4 Visual effect of smectic bistable device

3.5.4 与PDLC膜片的参数对比

我们将制得的近晶相双稳态器件与市售产品PDLC膜片进行了常规的光电参数对比,其对比参数如表5所示。

表5 近晶相双稳态器件与PDLC膜参数对比

Tab.5 Comparison of smectic bistable device and PDLC films

参数	PDLC膜 -1(20 μm)	PDLC膜 -2(15 μm)	近晶相器件 (10 μm)
关态雾度	92.65	91.68	89.58
关态平行	5.50	7.22	8.80
光透过率			
开态雾度	9.68	7.66	0.06
开态平行	77.10	81.10	90.34
光透过率			
驱动电压	60 V	45 V	50 V
双稳态	需通电	需通电	双稳态

我们从表中可以看出,由于自制近晶相双稳态器件厚度是10 μm ,而市面上常规的PDLC的膜厚为20 μm 或者15 μm ,所以在关态下,遮蔽效果要比市售PDLC略差,而提高液晶盒的厚度之后又会使通电后的配向效果变差,所以关态要比PDLC效果略差。而开态的优势则非常明显,PDLC产品的在开态下仍有一定的雾度,而近晶相双稳态雾度为0.06,几乎和基板一致,透过率也比PDLC产品要高出许多,从图4也可以看出,开态的效果非常透明。而驱动电压仅为50 V,也比文献用8CB类的近晶相单体要低出很多,可见硅氧烷类单体的长链结构对于降低体系的驱动电压有着重要的作用。

我们也考察了产品与PDLC的产品视角对比视觉效果,PDLC产品通电的情况下在侧面和斜视的状态下,会出现雾浊的状态,严重影响产品的视觉效果,这也是限制PDLC产品发展的重要的原因之一。而近晶相双稳态则完全没有视角问题,如图5所示,即使在侧向斜视的情况下,近晶相双稳态器件也没有视角的问题,非常清晰。

3.6 讨论

(1)PDLC产品虽然现在在市面上已经较多的用在了包括室内隔断、户外幕墙、背投等领域,



图 5 侧向观察近晶相双稳态器件

Fig.5 Smectic bistable device from lateral observation

但 PDLC 的缺点也十分显著。首先 PDLC 常用状态为透态,而要保持透态则需要持续处于通电状态,且 PDLC 的透态并非十分清晰,而反向 PDLC 目前并无成熟且性能较好的市面产品。而近晶相双稳态则解决了这些问题,其两种工作状态下均无需持续通电,只需在状态改变时进行通电驱动,而且开态十分透亮,与玻璃基本一致,视觉效果非常好。

(2)其次 PDLC 存在严重的视角问题,这点是由 PDLC 本身的原理所决定的,只能改善,无法彻底消除,当处于开态时,液晶分子在通电下均处在相同的排列方式,而此时液晶分子的 n_o 与聚合物的折射率 n_p 相匹配,所以正面看是处于比较透明的状态,而从侧面看,此时 n_o 在该方向上的分量与 n_p 已经有了差值,所以呈现出一定的雾浊状态。而近晶相由于其中未添加聚合物,所以并不存在匹配的问题,因此其开态透亮,视角在即使非常大的角度上也没有雾浊现象。

(3)虽然近晶相双稳态有着一些 PDLC 所无法实现的优点,但其本身由于特性在应用上也存在着一定的限定性。首先,由于其需要配向层进行配向,所以目前暂时无法在 PET 基材上使用,只能在玻璃液晶盒中使用;其次,由于近晶相双稳态器件中是有电流存在的,所以随着尺寸面积的增大,驱动电压也会显著增加,所以目前只能用在小尺寸领域,而大尺寸的器件则需要用小尺寸拼接,无疑增加了器件的制作难度。

4 结 论

本文以 10-溴-1-癸烯、对羟基联苯氰和 1,1,1,3,3,5,5-七甲基硅氧烷为原料,通过两步反应以较高收率合成了一种含有硅氧烷长链结构的近晶 A 相液晶单体。通过核磁共振(NMR)、元素分析(EA)确认了结构的正确性;利用偏光显微镜(POM)和示差扫描量热仪(DSC)等对其液晶参数进行测定,并将该类含有硅氧烷长链结构的近晶 A 相液晶单体用于制备近晶 A 相混晶,并以该混晶为材料制备了具有双稳态特性光学器件。实验表明,该近晶相混晶配方制得的近晶相双稳态器件具有较宽的近晶相温宽($-62 \sim 60^\circ\text{C}$),较低的驱动电压(50 V),透明态参数优秀(雾度 = 0.06%,平行光透过率 = 90.34%),完全无视角缺陷,且可以仅在状态切换时需要通电实现双稳态效果。该材料制备方法简单,原料易得,收率较高,易于生产,对于双稳态智能玻璃领域的市场推广有着重要的作用。

参 考 文 献:

- [1] DEMUS D, GOODBY J, GRAY G W, et al. *Handbook of Liquid Crystals* [M]. New York: Wiley-VCH, 1998: 470-490.
- [2] GARDINER D J, COLES H J. Highly anisotropic conductivity in organosiloxane liquid crystals [J]. *J. Appl. Phys.*, 2006, 100(12): 124903.
- [3] COLES H J, GARDINER D J. Wide temperature-range smectic liquid crystal materials; UK, WO2010070606 [P]. 2010-06-24.
- [4] 刘斌.聚硅氧烷侧链液晶的合成与表征[D].西安:西安科技大学,2011.
LIU B. Synthesis and characterization of side-chain liquid crystalline polysiloxane [D]. Xi'an: Xi'an University of Science and Technology, 2011. (in Chinese)
- [5] 李颖.环己烷类聚硅氧烷侧链液晶的合成与液晶行为研究[J].液晶与显示,2016,31(2):142-148.
LI Y. Synthesis and mesomorphic behavior of side-chain liquid-crystalline polysiloxanes containing two mesomorphic monomer with cyclohexane [J]. *Chin. J. Liq. Cryst. Disp.*, 2016, 31(2): 142-148. (in Chinese)

- [6] 李颖,张广成,刘斌,等.近晶 A 球粒织构聚硅氧烷侧链液晶的合成与液晶性能研究[J].液晶与显示,2011,26(4): 437-442.
- LI Y, ZHANG G C, LIU B, *et al.* Syhthesis and mesomorphic properties of side-chain liquid-crystalline polysiloxanes exhibiting spherulite texture of polymeric smectic A phase [J]. *Chin. J. Liq. Cryst. Disp.*, 2011, 26(4): 437-442. (in Chinese)
- [7] GREENFIELD S, COATES D, GOULDING M, *et al.* Nematogenic laterally fluorinated biphenyls with polar terminal groups [J]. *Liq. Cryst.*, 1995, 18(4): 665-672.
- [8] KIRSCH P, BREMER M. Nematic liquid crystals for active matrix displays: molecular design and synthesis[J]. *Angew. Chem. Int. Ed.*, 2000, 39(23): 4216-4235.

作者简介:郭剑(1982—),男,山西长治人,硕士,研究员,主要从事液晶与膜材料的研究。E-mail:guoj@slichem.com