(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년09월28일
(11) 등록번호 10-1783062
(24) 등록일자 2017년09월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 219/06 (2006.01) *C07C 229/16* (2006.01)
C07C 271/16 (2006.01) *C07D 233/60* (2006.01)
C08F 222/10 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-7007828
(22) 출원일자(국제) 2010년08월24일
심사청구일자 2015년07월29일
(85) 번역문제출일자 2012년03월27일
(65) 공개번호 10-2012-0079079
(43) 공개일자 2012년07월11일
(86) 국제출원번호 PCT/US2010/046411
(87) 국제공개번호 WO 2011/031442
국제공개일자 2011년03월17일
(30) 우선권주장
61/237,992 2009년08월28일 미국(US)
61/289,072 2009년12월22일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
JP2007112722 A*
논문 Polymer Composites, Vol. 30, No. 5, pp. 612-618 (2009.05)
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터
(72) 발명자
레완도우스키 케빈 엠
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
크렙스키 래리 알
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 5 항 심사관 : 이선화

(54) 발명의 명칭 **다작용성 양이온을 포함하는 중합성 이온성 액체 및 정전기 방지 코팅**

(57) 요 약

적어도 2개의 에틸렌계 불포화 중합성 기가 각각 2가 비-알킬 연결 기를 통해 결합되어 있는 양이온성 기, 및 음이온을 포함하는 다작용성 중합성 이온성 액체가 개시된다. 다작용성 연결 기는 독립적으로 헤테로원자, 예를 들어, 산소 또는 질소를 포함한다. 연결 기는 독립적으로 하나 이상의 결합, 예를 들어, 아미드, 우레아, 또는 에테르 결합, 그리고 더욱 전형적으로는 우레탄 또는 에스테르 결합을 포함할 수 있다. 에틸렌계 불포화 중합성 기는 전형적으로 (메트)아크릴레이트 기이다. 코팅 및 코팅된 용품이 또한 개시된다.

(72) 발명자

왕 이종

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

옥스만 조엘 디

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

주 페이왕

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

홈스 브라이언 엔

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

클룬 토마스 피

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

헌트 브라이언 브이

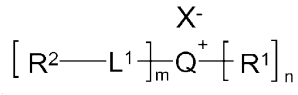
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

명 세 서

청구범위

청구항 1

하기 화학식을 갖는 화합물을 포함하는 다작용성 중합성 이온성 액체.



(여기서,

Q는 질소 또는 인이고;

R^1은 독립적으로 수소, 알킬, 아릴, 알크아릴, 또는 그 조합이고;

R^2는 독립적으로 (메트)아크릴 또는 비닐 에테르로부터 선택되는 에틸렌계 불포화 기이고;

L^1은 독립적으로 연결 기이되, 단, 적어도 2개의 연결 기는 아미드, 우레탄, 우레아, 또는 에스테르로부터 선택되는 하나 이상의 결합을 포함하고;

m은 2 내지 4의 정수이고;

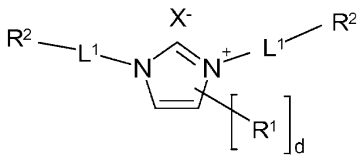
n은 0 내지 2의 정수이고;

m + n = 4이고;

X는 음이온이고, m이 2일 때 X는 유기 음이온임).

청구항 2

하기 화학식을 갖는 화합물을 포함하는 다작용성 중합성 이온성 액체.



(여기서,

R^1은 독립적으로 수소, 알킬, 아릴, 알크아릴, 또는 그 조합이고;

R^2는 독립적으로 (메트)아크릴 또는 비닐 에테르로부터 선택되는 에틸렌계 불포화 기이고;

L^1은 독립적으로 연결 기이되, 단, 적어도 2개의 연결 기는 아미드, 우레탄, 우레아, 또는 에스테르로부터 선택되는 하나 이상의 결합을 포함하고;

d는 0 내지 3의 정수이고;

X는 음이온임).

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 공기 대 질소 경화 발열 비가 0.90 이상인 다작용성 중합성 이온성 액체.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 공기 중에서 경화될 수 있는 다작용성 중합성 이온성 액체.

청구항 5

제1항 또는 제2항의 다작용성 중합성 이온성 액체 및 1작용성 중합성 이온성 액체를 포함하고,

상기 1작용성 중합성 이온성 액체는 하기 화학식을 갖는 화합물을 포함하는 코팅:

$(R^1)_{a-b}G^+[(CH_2)_qDR^2]X^-$

(여기서,

각각의 R^1은 독립적으로 수소, 알킬, 아릴, 알크아릴, 또는 그 조합이고;

G는 질소, 황 또는 인이고;

G가 황인 경우에 a는 3이고 G가 질소 또는 인인 경우에 a는 4이며;

b는 1이고;

q는 1 내지 4의 정수이고;

D는 산소, 황, 또는 NR이고, R은 H 또는 탄소 원자 1 내지 4개의 저급 알킬이고;

R^2는 (메트)아크릴이고;

X-는 음이온임).

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

청구항 22

삭제

청구항 23

삭제

청구항 24

삭제

청구항 25

삭제

청구항 26

삭제

청구항 27

삭제

청구항 28

삭제

청구항 29

삭제

청구항 30

삭제

청구항 31

삭제

청구항 32

삭제

청구항 33

삭제

청구항 34

삭제

청구항 35

삭제

청구항 36

삭제

청구항 37

삭제

청구항 38

삭제

청구항 39

삭제

청구항 40

삭제

청구항 41

삭제

청구항 42

삭제

청구항 43

삭제

청구항 44

삭제

청구항 45

삭제

청구항 46

삭제

청구항 47

삭제

청구항 48

삭제

청구항 49

삭제

청구항 50

삭제

청구항 51

삭제

청구항 52

삭제

발명의 설명

배 경 기 술

[0001] 이온성 액체(IL)는 양이온과 음이온이 불충분하게 배위된(poorly coordinated) 염이다. 이온성 성분들 중 적어도 하나는 유기물이며 이온들 중 하나는 비편재화된 전하를 갖는다. 이는 안정한 결정 격자의 형성을 방해하여, 그러한 물질이, 흔히 실온에서, 그리고 적어도, 정의에 의하면, 100℃ 미만에서 액체로서 존재하게 한다. 예를 들어, 전형적인 이온성 염인 염화나트륨은 융점이 약 800℃인 반면에, 이온성 액체인 N-메틸이미다졸륨 클로라이드는 융점이 약 75℃이다.

[0002] 전형적으로 이온성 액체는 무기 음이온과 결합된, 유기 양이온, 예를 들어, 치환된 암모늄 또는 질소-함유 헤테로사이클, 예를 들어, 치환된 이미다졸륨을 포함한다. 그러나, 양이온과 음이온이 유기물인 화학종이 또한 개시되어 있다. 이온성 액체가 적어도 하나의 중합성 기를 포함하는 경우, 그러한 이온성 액체가 중합성 이온성 액체 ("PIL")이다.

발명의 내용

과제의 해결 수단

[0003] 다양한 중합성 이온성 액체가 개시되어 있지만, 산업 분야에서는 새로운 다작용성 중합성 이온성 액체에서 이점을 찾을 것이다.

[0004] 일 실시 형태에서, 적어도 2개의 에틸렌계 불포화 중합성 기가 각각 2가 비-알킬 연결 기를 통해 결합되어 있는 양이온성 기, 및 음이온을 포함하는 다작용성 중합성 이온성 액체가 개시된다. 다작용성 연결 기는 독립적으로 헤테로원자, 예를 들어, 산소 또는 질소를 포함한다. 연결 기는 독립적으로 하나 이상의 결합, 예를 들어, 아미드, 우레아, 또는 에테르 결합, 그리고 더욱 전형적으로는 우레탄 또는 에스테르 결합을 포함할 수 있다. 에틸렌계 불포화 중합성 기는 전형적으로 (메트)아크릴레이트 기이다.

[0005] 다른 실시 형태에서, 본 명세서에 개시된 임의의 다작용성 중합성 이온성 액체를 단독으로 또는 다른 (메트)아크릴레이트 성분, 예를 들어, 1작용성 (예를 들어, 모노(메트)아크릴레이트) 중합성 이온성 액체와 조합하여 포함하는 (예를 들어, 정전기 방지) 코팅이 개시된다.

[0006] 또 다른 실시 형태에서, (예를 들어, 필름) 기재 및 기재의 표면 상에 경화된, 본 명세서에 개시된 코팅을 포함하는 코팅된 기재가 개시된다.

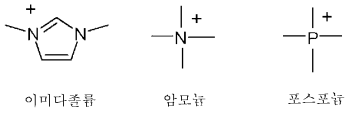
[0007] 또 다른 실시 형태에서, 공기 대 질소 경화 발열 비가 0.70 이상인, 개시제를 포함하는 다작용성 중합성 이온성 액체가 개시된다. 중합성 이온성 액체는 2가 비-알킬 연결 기를 통해 양이온성 기에 결합된 적어도 하나의 에틸렌계 불포화 중합성 기를 포함한다. 다작용성 중합성 이온성 액체가 충분히 높은 공기 대 질소 경화 발열 비

를 갖는 경우, 중합성 이온성 액체는 질소 존재 하의 경화와 같은 산소 부재 하의 경화를 필요로 하지 않고 공기 중에서 경화될 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0008] 불충분하게 배위된 양이온 및 음이온을 포함하는 중합성 이온성 액체가 이제 개시된다. 그러한 중합성 이온성 액체는 융점 (T_m)이 약 100℃ 미만이다. 코팅 제형 중 용매 캐리어의 도움이 있거나 없이 (예를 들어, 정전기 방지) 코팅과 같은 다양한 중합성 조성물에서 사용하기에 용이하게 하기 위해, 이러한 화합물의 융점은 더욱 바람직하게는 약 60℃, 50℃, 40℃, 또는 30℃ 미만이고 가장 바람직하게는 약 25℃ 미만이다. 융점이 25℃ 미만인 중합성 이온성 액체는 주위 온도에서 액체이다.

[0009] 오늄 염으로도 알려져 있는, 적합한 양이온성 기는 치환된 암모늄 염, 치환된 포스포늄 염, 및 치환된 이미다졸륨 염을 포함한다. 그러한 오늄 염의 양이온의 구조는 하기와 같이 도시된다:

[0010] 

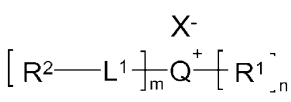
[0011] 음이온은 유기 음이온 또는 무기 음이온일 수 있으며, 전형적으로 1가 음이온이고, 즉, -1의 전하를 갖는다.

[0012] 본 명세서에 개시된 중합성 이온성 액체는 2개 이상의 중합성 기를 포함하며, 따라서 단일 중합성 기를 갖는 1작용성 중합성 이온성 액체가 아니라 다작용성 중합성 이온성 액체로서 개시된다. 중합성 이온성 액체는 전형적으로 2개 또는 3개의 중합성 기를 포함한다. 중합성 기는 (메트)아크릴아미드 (H_2C=CHCON- 및 H_2C=CH(CH_3)CON-) 및 (메트)아크릴레이트(CH_2CHCOO- 및 $CH_2C(CH_3)COO$-)와 같은 (메트)아크릴을 포함하는 에틸렌계 불포화 말단 중합성 기이다. 다른 에틸렌계 불포화 중합성 기는 비닐 에테르 (H_2C=CHOCH-)를 비롯한 비닐 (H_2C=C-)을 포함한다.

[0013] 중합성 이온성 액체는 반응성 단량체로서 작용하며, 따라서 경화성 조성물이 (예를 들어, 필름) 기재에 적용되는 시점에 경화성 (예를 들어, 정전기 방지) 코팅 조성물 중에서는 사실상 중합되지 않는다. 경화성 조성물은 다작용성 중합성 이온성 액체의 에틸렌계 불포화 기의 중합을 통해 경화 시에 경질화(hardening)된다.

[0014] 본 명세서에 개시된 다작용성 중합성 이온성 액체는, 각각 2가 비-알킬 연결 기를 통해 동일한 양이온성 기에 결합되는 둘 이상의 중합성 기를 갖는, 다작용성 양이온을 갖는 것을 특징으로 할 수 있다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 연결 기는 (예를 들어, 단일) 양이온과 에틸렌계 불포화 말단 기 사이의 원자들의 사슬 전체를 지칭한다. 연결 기는 예를 들어, 1 내지 4개의 탄소 원자의 저급 알킬 세그먼트를 포함할 수 있으며 흔히 포함하지만, 연결 기는 탄소 골격 및/또는 (예를 들어, 탄소) 골격에 대해 펜던트인 다른 기 내에 다른 원자들을 추가로 포함한다. 가장 일반적으로는, 연결 기는 황, 산소, 또는 질소와 같은 헤테로원자를 포함하며, 더욱 일반적으로는 산소 또는 질소를 포함한다. 연결 기는 아미드 (-CONR-), 우레아 (-RNCONR-) 또는 에테르 (-COC-) 결합과 같은 결합을 포함할 수 있으며, 더욱 일반적으로는 우레탄 (-ROCONR-) 또는 에스테르 결합 (-COOR)-을 포함할 수 있다 (여기서, R은 1 내지 4개의 탄소 원자의 저급 알킬임).

[0015] 양이온이 암모늄 또는 포스포늄인 실시 형태의 경우, 중합성 이온성 액체는 하기 일반식을 가질 수 있다:

[0016] 

[0017] (여기서,

[0018] Q는 질소 또는 인이고;

[0019] R^1은 독립적으로 수소, 알킬, 아릴, 알크아릴, 또는 그 조합이고;

[0020] R^2는 독립적으로 에틸렌계 불포화 기이고;

[0021] L^1은 독립적으로 연결 기이되, 단, 적어도 2개의 연결 기는 알킬 연결 기가 아니고;

[0022] m은 2 내지 4의 정수이고;

[0023] n은 0 내지 2의 정수이며;

[0024] m + n = 4이고;

[0025] X는 음이온임)

[0026] 적어도 2개의 연결 기, L^1은 바람직하게는 하나 이상의 헤테로원자, 예를 들어, 질소, 산소, 또는 황을 포함하는 연결 기이다. 유리한 실시 형태에서, 적어도 2개의 연결 기, L^1은 질소 또는 산소 헤테로원자를 포함하며, 예를 들어, 아미드, 우레아, 에테르, 우레탄, 또는 에스테르 결합을 포함하는 연결 기이다. 연결 기는 하나를 초과하는 그러한 결합을 포함할 수 있다.

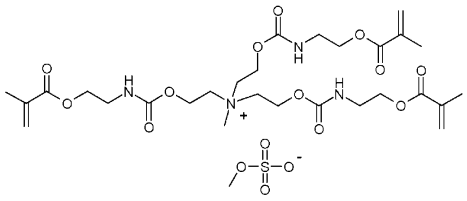
[0027] 각각의 연결 기에 결합된 각각의 말단 에틸렌계 불포화 기, R^2는 상이한 에틸렌계 불포화 기를 포함할 수 있지만, 말단 에틸렌계 불포화 기, R^2는 전형적으로 동일한 에틸렌계 불포화 중합성 기이며, 예를 들어, 동일한 비닐, (메트)아크릴아미드, 또는 (메트)아크릴레이트 기이다.

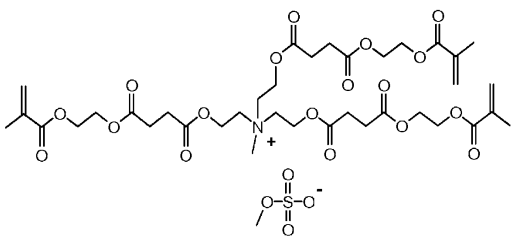
[0028] 일부 실시 형태에서, m은 3이며, 따라서, 중합성 이온성 액체는 3작용성 (예를 들어, 트라이(메트)아크릴레이트) 중합성 이온성 액체이다. 다른 실시 형태에서, m은 2이며, 따라서 중합성 이온성 액체는 2작용성 (예를 들어, 다이(메트)아크릴레이트) 중합성 이온성 액체이다.

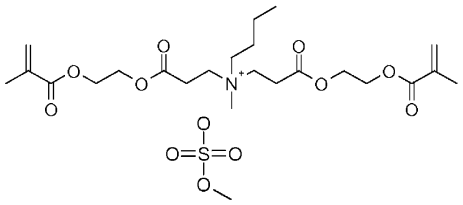
[0029] 일부 실시 형태에서, n은 1 이상이다. R^1은 전형적으로 수소, 또는 1 내지 4개의 탄소 원자의 직쇄 저급 알킬이다. 그러나, R^1은 선택적으로 분지형일 수 있거나 또는 환형 구조를 포함할 수 있다. R^1은 선택적으로 인, 할로겐, 하나 이상의 헤테로원자, 예를 들어, 질소, 산소, 또는 황을 포함할 수 있다.

[0030] 본 발명에서 유용한 음이온의 예시적인 예에는 다양한 유기 음이온, 예를 들어, 카르복실레이트 ($CH_3CO_2^-$, $C_2H_5CO_2^-$, $ArCO_2^-$), 설페이트 (HSO_4^-, $CH_3SO_4^-$), 설포네이트 ($CH_3SO_3^-$), 토실레이트, 및 플루오로유기물 (fluoroorganics) ($CF_3SO_4^-$, $(CF_3SO_2)_2N^-$, $(C_2F_5SO_2)_2N^-$, $(C_2F_5SO_2)(CF_3SO_2)N^-$, $CF_3CO_2^-$, $CF_3C_6F_4SO_3^-$, $CH_3C_6F_4SO_3^-$, 테트라키스(펜타플루오로페닐)보레이트)가 포함된다. 음이온은 대안적으로 무기 음이온, 예를 들어, ClO_4^-, 플루오로무기물(fluoroinorganic) (PF_6^-, BF_4^-, AsF_6^-, SbF_6^-) 및 할라이드 (Br^-, I^-, Cl^-)일 수 있다. 일부 실시 형태에서, 음이온은 바람직하게는 설포네이트이다. 그러한 예시적인 음이온은 에틸렌계 불포화 기가 없으며, 따라서 비-중합성 음이온이다.

[0031] 양이온이 암모늄인 바람직한 중합성 이온성 화학종에는:

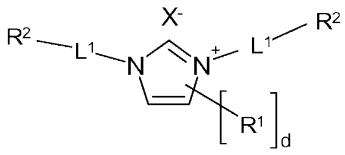
[0032]  ;

[0033]  ; 및

[0034]  가 포함된다.

[0035] 직전에 기재된 이러한 화학종들은 다양한 다른 음이온, 예를 들어, 플루오로유기 음이온을 포함할 수 있다.

[0036] 양이온이 이미다졸륨인 실시 형태의 경우, 중합성 이온성 액체는 하기 일반식을 가질 수 있다:

[0037] 

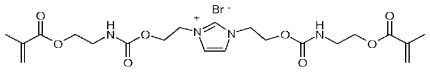
[0038] (여기서,

[0039] X, R^1, L^1 및 R^2는 앞서 기재된 바와 같으며;

[0040] d는 0 내지 3의 정수임).

[0041] 중합성 기가 연결 기를 통해 이미다졸륨 양이온의 질소 원자에 결합된 것으로 도시되지만, 선택적으로 중합성 기 중 하나 또는 둘 모두가 연결 기, L^1을 통해 이미다졸륨 고리의 다른 위치에서 결합될 수 있다.

[0042] 양이온이 이미다졸륨인 바람직한 중합성 이온성 화학종에는

[0043]  가 포함된다.

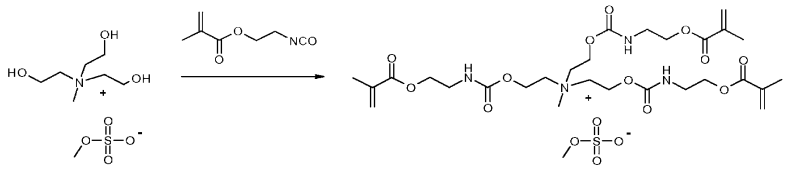
[0044] 바람직한 다작용성 중합성 이온성 액체는 실시예에 기재된 시험 방법에 따라 광 DSC에 의해 측정할 수 있는 것과 같이, 높은 공기 대 질소 경화 발열 비를 나타낸다. 공기 대 질소 경화 비는 전형적으로 0.70 또는 0.75 이상이다. 바람직한 실시 형태에서, 공기 대 질소 경화 발열 비는 전형적으로 0.80, 0.85, 0.90, 또는 0.95 이상이다. 예시된 조성물은 질소의 존재 하에 경화되었지만, 공기 대 질소 경화 비가 충분히 높은 경우에는, 중합성 이온성 액체가 유리하게는 산소 부재 하의 경화를 필요로 하지 않고 공기 (즉, 산소가 풍부한 환경) 중에서 사실상 완전히 경화될 수 있음이 밝혀졌다.

[0045] 조성물이 공기 중에서 경화되며 다작용성 중합성 이온성 액체가 상이한 1작용성 중합성 이온성 액체, 예를 들어, (메트)아크릴레이트와 조합되어 높은 공기 대 질소 경화 발열 비를 나타내는 실시 형태의 경우, 본 명세서에서 기재된 다작용성 중합성 이온성 액체의 공기 대 산소 경화 발열 비는 0.70보다 훨씬 더 낮을 수 있다.

[0046] 다작용성 중합성 이온성 액체와 조합될 수 있는 한 가지 적합한 1작용성 중합성 이온성 액체는 공기 대 질소 경화 발열 비가 약 0.98인 (아크릴로일옥시에틸)-N,N,N-트라이메틸암모늄 비스(트라이플루오로메탄설포닐)이미드)이다.

[0047] 완전히 경화된 (즉, 경질화된) 중합성 이온성 액체는 25℃에서 고체이며 미경화된 중합성 이온성 액체가 사실상 없다. 미경화된 중합성 이온성 액체가 존재하는 경우, 이는 전형적으로 "젖은" 외관을 나타내는 표면 잔류물이 된다. 최소한의 표면 억제가 더욱 완전한 경화를 제공할 뿐만 아니라 덜 경화된 산소 억제 표면 층의 형성을 최소화시킨다. 경화 정도는 본 기술 분야에 공지된 다양한 방법에 의해 결정될 수 있다. 한 가지 일반적인 방법은 용매 추출에 의해 미경화된 재료의 양을 결정하는 것이다. 바람직한 실시 형태에서, 미경화된 추출가능한 중합성 이온성 액체의 양은 경화된 조성물의 10 중량% 미만, 더욱 바람직하게는 5 중량% 미만, 그리고 가장 바람직하게는 1 중량% 미만이다.

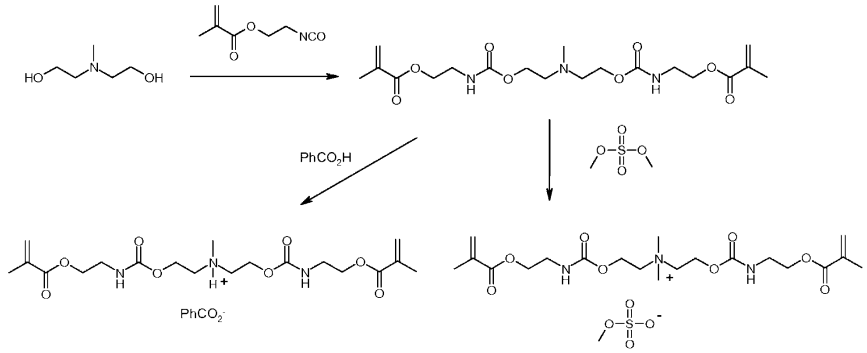
[0048] 본 명세서에서 개시된 중합성 이온성 액체는 몇몇 방법에 의해 제조될 수 있다. 한 가지 방법은 하기 반응 도식에 의해 도시되는 것과 같이, 하이드록실 작용성 이온성 전구체와 중합성 아이소시아네이트의 반응을 포함한다:



[0049]

[0050] 구매가능한 시재료에는 바스프(BASF)로부터 입수가능한 트리스-(2-하이드록시에틸)-메틸 암모늄 메틸 설페이트(바시오닉(BASIONIC) FS01), 다이에탄올아민 하이드로클로라이드, 2-아미노-1,3-프로판다이올 하이드로클로라이드, 및 트리스(하이드록시메틸) 아미노메탄 하이드로클로라이드가 포함된다. 이온성 생성물은 문헌 ["Ionic Liquids", Meindersma, G. W., Maase, M., and De Haan, A. B., Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2007]에 기재된 바와 같이 음이온 복분해를 사용하여 음이온을 교환하도록 추가로 반응될 수 있다.

[0051] 다른 방법은 하기 반응 도식에 의해 도시된 바와 같이, 하이드록실 작용성 아민 전구체와 중합성 아이소시아네이트를 반응시킨 다음 알킬화 또는 산성화시키는 것을 포함한다:

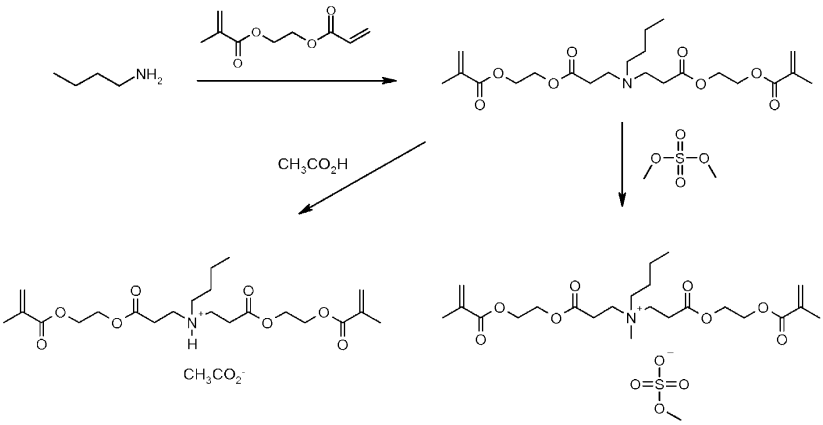


[0052]

[0053] 구매가능한 시재료에는 다이에탄올 아민, 다이아이소프로판올아민, N-메틸다이에탄올 아민, N-에틸다이에탄올 아민, N-부틸다이에탄올 아민, 트라이에탄올 아민, 1-[N,N-비스(2-하이드록시에틸)-아미노]-2-프로판올, 트라이아이소프로판올 아민, 3-아미노-1,2-프로판다이올, 3-(다이메틸아미노)-1,2-프로판다이올, 3-(다이에틸아미노)-1,2-프로판다이올, 3-(다이프로필아미노)-1,2-프로판다이올, 3-(다이아이소프로필아미노)1,2,-프로판다이올, 2-아미노-1,3-프로판다이올, 2-아미노-2-에틸-1,3,-프로판다이올, 2-아미노-2-메틸-1,3,-프로판다이올, 트리스(하이드록시메틸)아미노 메탄, 비스(2-하이드록시에틸)아미노-트리스(하이드록시메틸)메탄, 2,2-비스(하이드록시메틸)-2,2',2''-니트릴로트라이에탄올, N,N'비스(2-하이드록시에틸)-에틸렌다이아민, N-N-N'-N'-테트라키스(2-하이드록시프로필)-에틸렌다이아민, 1,3-비스[트리스(하이드록시메틸)-메틸아미노]프로판, 3-피롤리디노-1,2-프로판다이올, 3-피페리디노-1,2-프로판다이올, 및 1,4-비스(2-하이드록시에틸)-피페라진이 포함된다.

[0054] 유용한 알킬화제에는 알킬 할라이드, 설페이트, 및 포스포네이트 에스테르, 예를 들어, 메틸 요오다이드, 에틸 요오다이드, 메틸 브로마이드, 에틸 브로마이드, 다이메틸 설페이트, 다이에틸 설페이트, 및 다이메틸 메틸포스포네이트가 포함된다. 유용한 산성화제에는 카르복실산, 유기설폰산, 및 유기포스폰산, 및 무기산, 예를 들어, 염산, 플루오르화수소산, 브롬화수소산, 인산, 질산 등이 포함된다.

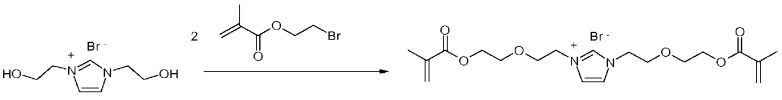
[0055] 다른 방법은 하기 반응 도식에 의해 도시된 바와 같이, 아민과 아크릴레이트 화합물을 반응시켜 중합성 아민 전구체를 얻은 후에, 알킬화 또는 산성화시키는 것을 포함한다:



[0056]

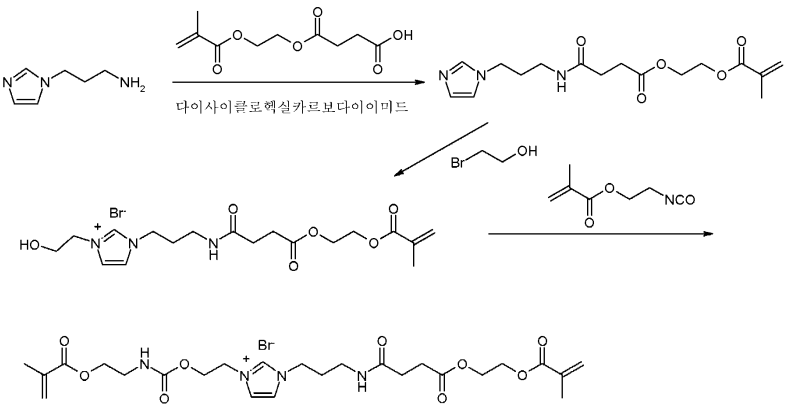
[0057] 구매가능한 시재료에는 아민, 예를 들어, 메틸아민, 에틸아민, 프로필아민, 부틸아민, 헥실아민, 아이소프로필아민, 아이소부틸아민, 1-메틸부틸아민, 1-에틸 프로필아민, 2-메틸부틸아민, 아이소아밀아민, 1,2-다이메틸프로필아민, 1,3-다이메틸부틸아민, 3,3-다이메틸부틸아민, 2-아미노헵탄, 3-아미노헵탄, 1-메틸헵틸아민, 2-에틸헥실아민, 1,5-다이메틸헥실아민, 사이클로프로필아민, 사이클로헥실아민, 사이클로부틸아민, 사이클로펜틸아민, 사이클로헵틸아민, 사이클로옥틸아민, 2-아미노노르보르난, 1-아다만탄아민, 알릴아민, 테트라하이드로푸르푸릴아민, 에탄올아민, 3-아미노-1-프로판올, 2-(2-아미노에톡시)에탄올, 벤질아민, 페네틸아민, 3-페닐-1-프로필아민, 1-아미노인단, 에틸렌다이아민, 다이아미노프로판, 및 헥사메틸렌다이아민이 포함된다.

[0058] 에테르 연결 기를 포함하는 중합성 이온성 액체를 제공하는 다른 방법은 하기 반응 도식에 의해 도시된 바와 같이, 하이드록실 작용성 전구체와 작용화된 (메트)아크릴레이트 분자의 반응을 포함한다:



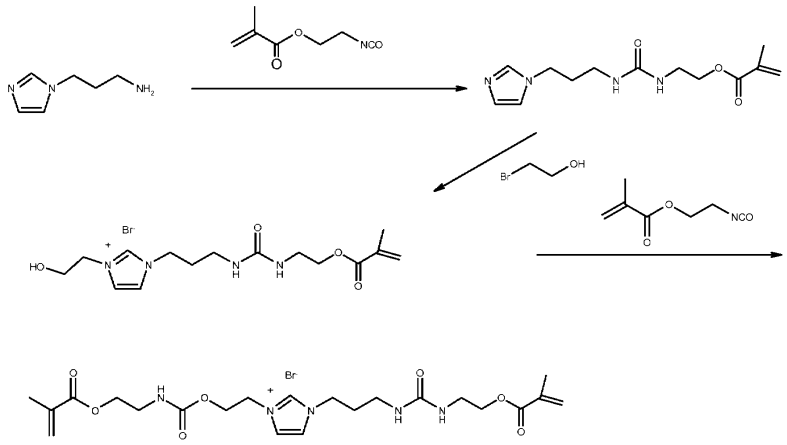
[0059]

[0060] 아미드 연결 기를 포함하는 중합성 이온성 액체를 제공하는 다른 방법은 하기 반응 도식에 의해 도시된 바와 같이, 아민 작용성 전구체와 작용화된 (메트)아크릴레이트 분자의 반응을 포함한다:



[0061]

[0062] 우레아 연결 기를 포함하는 중합성 이온성 액체를 제공하는 다른 예시적인 방법이 하기 반응 도식에 의해 도시된다:



[0063]

[0064] 다작용성 양이온 (즉, 둘 이상의 에틸렌계 불포화 기를 갖는 양이온)을 갖는, 본 명세서에서 개시된 중합성 이온성 액체는 광학 필름의 정전기 방지 층을 제조하는 데 유용한 정전기 방지 코팅과 같은 다양한 중합성 조성물에 이용될 수 있다.

[0065] 일부 실시 형태에서, 정전기 방지 코팅은 임의의 다른 에틸렌계 불포화 중합성 (예를 들어, (메트)아크릴레이트) 성분의 부재 하에, 본 명세서에 기재된 바와 같은, 다작용성 양이온을 갖는 중합성 이온성 액체로 구성된다.

[0066] 다른 실시 형태에서, 정전기 방지 층은, 적어도 하나의 1작용성 (예를 들어, 모노(메타크릴레이트)) 중합성 이온성 액체와 조합된, 본 명세서에 기재된 바와 같은, 다작용성 양이온을 갖는 적어도 하나의 중합성 이온성 액체의 조합을 포함한다. 또 다른 실시 형태에서, 정전기 방지 층은 적어도 하나의 중합성 실리콘 단량체, 올리고머, 또는 중합체를 추가로 포함한다. 중합성 이온성 액체(들)는 1 내지 99.95%, 10 내지 60%, 또는 30 내지 50%의 중량 백분률로 정전기 방지 층에 존재할 수 있다. 아크릴레이트 작용성 오늄 염이 더 빠르고 더 큰 정도의 경화를 나타내기 때문에 메타크릴레이트 오늄 염보다 바람직하다.

[0067] 어느 실시 형태에서든, 전형적으로 개시제가, 본 명세서에 기재된 바와 같은, 다작용성 중합성 이온성 액체에, 또는 적어도 하나의 다작용성 중합성 이온성 액체를 포함하는 중합성 성분들의 혼합물에 첨가된다. 개시제는 중합성 조성물 중에 쉽게 용해가 가능하도록 (그리고 중합성 조성물로부터의 분리를 막도록) 수지 시스템과 충분히 혼화성이다. 중합성 이온성 액체의 음이온은, 특히 개시제 시스템을 갖는, 중합성 이온성 액체의 용해도에 영향을 줄 수 있는 것으로 판단된다. 중합성 이온성 액체가 플루오로유기 음이온을 포함하는 경우, 적절한 부류 및 농도의 개시제를 선택하도록 주의한다.

[0068] 전형적으로, 개시제는 유효량으로, 예를 들어, 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.1 중량% 내지 약 5.0 중량%로 조성물에 존재한다.

[0069] 일부 실시 형태에서, 다작용성 중합성 이온성 액체 또는 그를 포함하는 조성물은 광중합성이며 조성물은 화학방사선 조사 시에 조성물의 중합 (또는 경질화)을 개시하는 광개시제 (즉, 광개시제 시스템)를 포함한다. 그러한 광중합성 조성물은 자유 라디칼 중합성일 수 있다. 광개시제는 전형적으로 작용 파장 범위가 약 250 ㎚ 내지 약 800 ㎚이다.

[0070] 자유 라디칼 광중합성 조성물의 중합에 적합한 광개시제(즉, 하나 이상의 화합물을 포함하는 광개시제 시스템)는 2성분 시스템 및 3성분 시스템을 포함한다. 미국 특허 제5,545,676호 (팔라조토(Palazzotto) 등)에 개시된 바와 같이, 전형적인 3성분 광개시제는 요오도늄 염, 감광제, 및 전자 공여 화합물을 포함한다. 요오도늄 염에는 다이아릴 요오도늄 염, 예를 들어, 다이페닐요오도늄 클로라이드, 다이페닐요오도늄 헥사플루오로포스페이트, 및 다이페닐요오도늄 테트라플루오로보레이트가 포함된다. 일부 바람직한 감광제에는 약 300 ㎚ 내지 약 800 ㎚ (바람직하게는, 약 400 ㎚ 내지 약 500 ㎚)의 범위 내의 일부 광을 흡수하는 모노케톤 및 다이케톤 (예를 들어, 알파 다이케톤), 예를 들어, 캄포르퀴논, 벤질, 푸릴, 3,3,6,6-테트라메틸사이클로헥산다이온, 페난트라퀴논 및 기타 환형 알파 다이케톤이 포함된다. 이들 중 캄포르퀴논이 전형적으로 바람직하다. 바람직한 전자 공여 화합물에는 치환된 아민, 예를 들어, 에틸 4-(N,N-다이메틸아미노)벤조에이트가 포함된다.

[0071] 자유 라디칼 광중합성 조성물을 중합하는 데 적합한 다른 광개시제에는 전형적으로 약 380 ㎚ 내지 약 1200 ㎚의 작용 파장 범위를 갖는 포스핀 옥사이드 부류가 포함된다. 약 380 ㎚ 내지 약 450 ㎚의 작용 파장 범위를 갖는 바람직한 포스핀 옥사이드 자유 라디칼 개시제는 아실 및 비스아실 포스핀 옥사이드이다.

[0072] 약 380 ㎚ 초과 내지 약 450 ㎚까지의 파장 범위에서 조사될 때 자유 라디칼 개시가 가능한 구매가능한 포스핀 옥사이드 광개시제는 비스(2,4,6-트라이메틸벤조일)페닐 포스핀 옥사이드 (이르가큐어(IRGACURE) 819, 미국 뉴욕주 태리타운 소재의 시바 스페셜티 케미칼스(Ciba Specialty Chemicals)), 비스(2,6-다이메톡시벤조일)-(2,4,4-트라이메틸펜틸) 포스핀 옥사이드 (CGI 403, 시바 스페셜티 케미칼스), 비스(2,6-다이메톡시벤조일)-2,4,4-트라이메틸펜틸 포스핀 옥사이드와 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐프로판-1-온의 25:75 혼합물 - 중량 기준 - (이르가큐어 1700, 시바 스페셜티 케미칼스), 비스(2,4,6-트라이메틸벤조일)페닐 포스핀 옥사이드와 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐프로판-1-온의 1:1 혼합물 - 중량 기준 - (다로큐르(DAROCUR) 4265, 시바 스페셜티 케미칼스), 및 에틸 2,4,6-트라이메틸벤질페닐 포스피네이트 (루시린(LUCIRIN) LR8893X, 미국 노스캐롤라이나주 샬로트 소재의 바스프 코포레이션(BASF Corp.))를 포함한다.

[0073] 3차 아민 환원제는 아실포스핀 옥사이드와 조합하여 사용될 수 있다. 본 발명에 유용한 예시적 3차 아민에는 에틸 4-(N,N-다이메틸아미노)벤조에이트 및 N,N-다이메틸아미노에틸 메타크릴레이트가 포함된다. 존재할 때, 아민 환원제는 광중합성 조성물 중에, 조성물의 총 중량을 기준으로, 약 0.1 중량% 내지 약 5.0 중량%의 양으로 존재한다.

[0074] 일부 실시 형태에서, 경화성 치과용 조성물은 자외선 (UV)으로 조사될 수 있다. 이러한 실시 형태를 위해 적합한 광개시제는 상표명 이르가큐어 및 다로큐르로 미국 뉴욕주 태리타운 소재의 시바 스페셜티 케미칼 코포레이션으로부터 입수가능한 것들을 포함하며, 1-하이드록시 사이클로헥실 페닐 케톤(이르가큐어 184), 2,2-다이메톡시-1,2-다이페닐에탄-1-온(이르가큐어 651), 비스(2,4,6-트라이메틸벤조일)페닐포스핀옥사이드(이르가큐어 819), 1-[4-(2-하이드록시에톡시)페닐]-2-하이드록시-2-메틸-1-프로판-1-온(이르가큐어 2959), 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모르폴리노페닐)부탄온(이르가큐어 369), 2-메틸-1-[4-(메틸티오)페닐]-2-모르폴리노프로판-1-온(이르가큐어 907), 및 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐 프로판-1-온(다로큐르 1173)을 포함한다.

[0075] 광중합성 조성물은 전형적으로 조성물의 다양한 성분들을 혼합하여 제조된다. 광중합성 조성물이 공기의 존재하에 경화되지 않는 실시 형태의 경우, 광개시제는 "안전광" 조건 (즉, 조성물의 조기 경질화를 야기하지 않는 조건) 하에 조합된다. 혼합물을 제조할 때, 원한다면 적합한 불활성 용매를 이용할 수 있다. 적합한 용매의 예에는 아세톤 및 다이클로로메탄이 포함된다.

[0076] 경질화는 조성물을 방사선 공급원, 바람직하게는 가시광원에 노출시켜 행해진다. 250 ㎚ 내지 800 ㎚의 화학 방사선 광(특히 380 내지 520 ㎚ 파장의 청색광)을 방출하는 광원, 예를 들어, 석영 할로겐등, 텅스텐-할로겐등, 수은 아크등, 탄소 아크등, 저압, 중압 및 고압 수은등, 플라즈마 아크등, 발광 다이오드, 및 레이저를 사용하는 것이 편리하다. 일반적으로, 유용한 광원은 0.200 내지 1000 W/㎠ 범위의 세기를 갖는다. 그러한 조성물을 경질화하기 위한 다양한 통상적인 등이 사용될 수 있다.

[0077] 노출은 몇몇 방법으로 달성될 수 있다. 예를 들어, 중합성 조성물을 전체 경질화 공정 내내 (예를 들어, 약 2초 내지 약 60초) 방사선에 연속적으로 노출시킬 수 있다. 조성물을 1회 선량의 방사선에 노출시킨 다음, 방사선 공급원을 제거하여, 중합이 일어나게 하는 것이 또한 가능하다. 일부 경우에, 낮은 세기로부터 높은 세기로 증가하는 광원에 재료를 노출시킬 수 있다. 이중 노출이 사용되는 경우, 각각의 조사의 세기는 동일하거나 상이할 수 있다. 유사하게, 각각의 노출의 총 에너지는 동일하거나 상이할 수 있다.

[0078] 다작용성 중합성 이온성 액체 또는 그를 포함하는 조성물은 화학적으로 경질화가능할 수 있으며, 즉, 조성물은 화학 방사선의 조사에 의존하지 않고 조성물을 중합, 경화, 또는 달리 경질화시킬 수 있는 화학 개시제 (즉, 개시제 시스템)를 포함한다. 그러한 화학적으로 경질화가능한 (예를 들어, 중합성 또는 경화성) 조성물은 때때로 "자가-경화" 조성물로 지칭되며, 산화환원 경화 시스템, 열 경화 시스템 및 그 조합을 포함할 수 있다. 추가로, 중합성 조성물은 상이한 개시제들 (그 중 적어도 하나는 자유 라디칼 중합을 개시하기에 적합함)의 조합을 포함할 수 있다.

[0079] 화학 경질화가능한 조성물은 중합성 성분(예를 들어, 에틸렌계 불포화 중합성 성분) 및 산화제와 환원제를 포함하는 산화환원 제제를 포함하는 산화환원 경화 시스템을 포함할 수 있다.

[0080] 환원제 및 산화제는 서로 반응하거나 이와 달리 함께 작용하여 수지 시스템(예를 들어, 에틸렌계 불포화 성분)의 중합을 개시할 수 있는 자유-라디칼을 생성한다. 이러한 유형의 경화는 암반응이며, 즉 광의 존재에 의존적

이지 않으며 광의 부재 하에 진행될 수 있다. 환원제와 산화제는 전형적인 조건 하에서 보관 및 사용을 가능하게 하기 위하여 충분한 저장-안정성이 있으며 바람직하지 않은 착색이 없는 것이 바람직하다.

[0081] 유용한 환원제는 미국 특허 제5,501,727호 (왕(Wang) 등)에 기재된 바와 같이 아스코르브산, 아스코르브산 유도체, 및 금속과 착물을 형성한 아스코르브산 화합물; 아민, 특히 3차 아민, 예를 들어 4-tert-부틸 다이메틸아닐린; 방향족 설핀산 염, 예를 들어 p-톨루엔설핀산 염 및 벤젠설핀산 염; 티오우레아, 예를 들어 1-에틸-2-티오우레아, 테트라에틸 티오우레아, 테트라메틸 티오우레아, 1,1-다이부틸 티오우레아, 및 1,3-다이부틸 티오우레아와; 그 혼합물을 포함한다. 다른 2차 환원제는 염화코발트(II), 염화제1철, 황산제1철, 하이드라진, 하이드록실아민 (선택된 산화제에 따라서), 다이티오나이트 또는 설파이트 음이온의 염, 및 이들의 혼합물을 포함할 수도 있다. 바람직하게는, 환원제는 아민이다.

[0082] 적합한 산화제가 또한 당업자에게 잘 알려져 있을 것이며, 이는 과황산 및 그 염, 예를 들어 나트륨, 칼륨, 암모늄, 세슘 및 알킬 암모늄 염을 포함하지만, 이로 한정되는 것은 아니다. 추가의 산화제는 퍼옥사이드, 예를 들어 벤조일 퍼옥사이드, 하이드로퍼옥사이드, 예를 들어 쿠밀 하이드로퍼옥사이드, t-부틸 하이드로퍼옥사이드, 및 아밀 하이드로퍼옥사이드와, 전이 금속의 염, 예를 들어 염화코발트 (III) 및 염화제2철, 황산세륨 (IV), 과붕산 및 그 염, 과망간산 및 그 염, 과인산 및 그 염과 이들의 혼합물을 포함한다.

[0083] 하나 초과의 산화제 또는 하나 초과의 환원제를 사용하는 것이 바람직할 수도 있다. 또한, 소량의 전이 금속 화합물을 첨가하여 산화환원 경화의 속도를 빠르게 할 수도 있다. 환원제 또는 산화제는 미국 특허 제5,154,762호 (미트라(Mitra) 등)에 기재된 바와 같이 마이크로캡슐화될 수 있다. 이것에 의해 중합성 조성물의 저장 안정성이 일반적으로 향상될 것이며, 필요할 경우 환원제 및 산화제를 함께 포장하는 것이 가능해질 것이다. 예를 들어, 캡슐화제(encapsulant)를 적절하게 선택함으로써, 산화제 및 환원제를 산-작용성 성분 및 선택적인 충전제와 조합할 수 있고 보관-안정 상태에서 유지할 수 있다.

[0084] 본 발명의 조성물은 또한 열적으로 또는 열 활성화된 자유 라디칼 개시제를 사용하여 경화될 수 있다. 전형적인 열 개시제에는 벤조일 퍼옥사이드와 같은 퍼옥사이드 및 아조아이소부티로니트릴과 같은 아조 화합물이 포함된다.

[0085] 본 명세서에 기재된 바와 같은 정전기 방지 코팅을 갖는 광학 필름은 정전기 소산성이며, 전면에 인가되는 5 킬로볼트 전하의 90%를 10초 미만, 바람직하게는 5초 미만 내에 소산시킬 것이다. 미국 특허 제6,740,413호의 컬럼 13에는 정전기 소산 및 표면 저항률에 대한 시험 방법이 기재되어 있다. 여기에 사용되는 특정 절차가 실험 섹션에 기재되어 있다. 일부 실시 형태에서, 정전기 감쇠 시간(static decay time)은 2초 이하이다. 일부 바람직한 정전기 방지제는 0.5, 0.4, 0.3, 0.2, 또는 0.1초 이하의 정전기 감쇠 시간을 제공한다.

[0086] 일부 이점에는 본 명세서에 개시된 정전기 방지 층이 (1) 다양한 광학 필름에 잘 부착되며; (2) 생성되는 광학 소자에 양호한 정전기 방지 특성을 부여하고; (3) 내구성이 있어서, 예를 들어, 디스플레이 소자를 제조하기 위해, 광학 소자가 사용될 때, 취급 및 조작을 견뎌낼 수 있으며; (4) 투명하고 무색이어서, 그대로 사용될 수 있거나, 또는 색상 선택, 탁도(haze), 또는 다른 원하는 효과를 제공하도록 부여되는 추가적인 제제를 가질 수 있기 때문에, 다양한 광 관리 목적에 매우 적합하다는 것이 포함된다.

[0087] 다작용성 양이온을 갖는 중합성 이온성 액체와 조합하여 사용되는 바람직한 1작용성 (예를 들어, 모노(메타크릴레이트)) 중합성 이온성 액체는 하기 화학식을 갖는다:

[0088] $(R^1)_{a-b}G^+[(CH_2)_qDR^2]_bX$

[0089] (여기서, X, R^1, 및 R^2는 앞서 기재된 바와 같으며;

[0090] G는 질소, 황 또는 인이고;

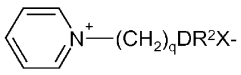
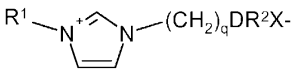
[0091] G가 황인 경우에 a는 3이고 G가 질소 또는 인인 경우에 a는 4이며;

[0092] b는 1이고;

[0093] q는 1 내지 4의 정수이고;

[0094] D는 산소, 황, 또는 NR이고, R은 H 또는 1 내지 4개의 탄소 원자의 저급 알킬임).

[0095] G가 고리에 포함되는 일부 실시 형태에서, 오늄 염은 하기 화학식 중 하나를 갖는다:

[0096]  , 또는 

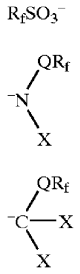
[0097] 일부 실시 형태에서, G는 암모늄 양이온의 질소 원자이다. 일부 실시 형태에서, D는 산소이다. 추가로, 일부 실시 형태에서 R^1은 1 내지 4개의 탄소 원자의 저급 알킬이다.

[0098] 본 발명에 유용한 음이온의 예시적인 예에는 앞서 기재된 것과 동일한 음이온이 포함된다.

[0099] 불소화합물계 음이온이 정전기 방지 코팅을 위해 유리할 수 있다. 따라서, 일부 실시 형태에서, 음이온은 불소화합물계 음이온이다. 일부 실시 형태에서, 다작용성 양이온을 갖는 중합성 이온성 액체의 음이온은, 본 명세서에 기재된 바와 같이, 불소화합물계 음이온이다. 다른 실시 형태에서, 다작용성 양이온을 갖는 중합성 이온성 액체와 조합하여 사용되는 1작용성 중합성 이온성 액체의 음이온은 불소화합물계 음이온이다. 일부 예시적인 예에는 $-C(SO_2CF_3)_3$, $-O_3SCF_3$, $-O_3SC_4F_9$, 및 $-N(SO_2CF_3)_2$가 포함된다. 입수가능성 및 가격으로 인해, 다음이 흔히 바람직하다: $-O_3SCF_3$, $-O_3SC_4F_9$, 및 $-N(SO_2CF_3)_2$.

[0100] 본 발명에 유용한 약하게 배위하는(weakly coordinating) 플루오로유기 음이온의 대표적인 예에는 플루오르화 아릴설포네이트, 퍼플루오로알칸설포네이트, 시아노퍼플루오로알칸설포닐아미드, 비스(시아노)퍼플루오로알칸설포닐메타이드, 비스(퍼플루오로알칸설포닐)이미드, 시아노-비스-(퍼플루오로알칼설포닐)메타이드, 비스(퍼플루오로알칸설포닐)메타이드, 및 트리스(퍼플루오로알칸설포닐)메타이드 등이 포함된다.

[0101] 적합한 약하게 배위하는 플루오로유기 음이온의 예에는 다음이 포함된다:

[0102] 

[0103] (여기서, 각각의 R_f는 독립적으로, 환형 또는 비환형, 포화 또는 불포화일 수 있으며 카테나형 ("사슬 내"(in-chain)) 또는 말단 헤테로원자, 예를 들어, N, O, 및 S (예를 들어, $-SF_4-$ 또는 $-SF_5$)를 선택적으로 포함할 수 있는 플루오르화 알킬 또는 아릴 기임). Q는 독립적으로 SO_2 또는 CO 연결 기이고 X는 기 QR_f, CN, 할로겐, H, 알킬, 아릴, Q-알킬, 및 Q-아릴로부터 선택된다. 임의의 2개의 인접한 R_f 기들이 연결되어 고리를 형성할 수 있다. 바람직하게는, R_f는 퍼플루오로알킬 기이고, Q는 SO_2이고 각각의 X는 QR_f이다.

[0104] 플루오로유기 음이온이 사용되는 경우, 이는 완전히 플루오르화되거나, 즉, 퍼플루오르화되거나, 또는 요구되는 대로 (그의 유기 부분 내에서) 부분적으로 플루오르화된다. 플루오로유기 음이온은 적어도 하나의 고도로 플루오르화된 알칸설포닐 기, 즉, 퍼플루오로알칼설포닐 기 또는 부분적으로 플루오르화된 알칸설포닐 기를 포함하는 것들을 포함하며, 모든 비-불소, 탄소-결합 치환체는 설포닐 기에 직접 결합된 탄소 원자 이외의 탄소 원자에 결합된다 (바람직하게는, 모든 비-불소, 탄소-결합 치환체는 설포닐 기로부터 2개 초과의 탄소 원자만큼 떨어져 있는 탄소원자에 결합된다).

[0105] 플루오로유기 음이온은 약 80% 이상 플루오르화될 수 있다 (즉, 음이온의 탄소-결합 치환체의 약 80% 이상이 불소 원자이다). 음이온은 퍼플루오르화될 수 있다 (즉, 완전히 플루오르화될 수 있다, 이 경우에 모든 탄소-결합 치환체가 불소 원자이다). 바람직한 퍼플루오르화된 음이온을 비롯한 음이온은 하나 이상의 카테나형 (즉, 사슬 내) 또는 말단 헤테로원자, 예를 들어, 질소, 산소, 또는 황 (예를 들어, $-SF_4-$ 또는 $-SF_5$)을 포함할 수 있다.

[0106] 유기 또는 플루오로유기 음이온은 퍼플루오로알칸설포네이트, 2개 또는 3개의 설포네이트 기를 갖는 플루오로유기 음이온, 비스(퍼플루오로알칸설포닐)이미드, 및 트리스(퍼플루오로알칸설포닐)메타이드를 포함한다. 일부 실시 형태를 위해 바람직한 음이온은, 모든 X가 QR_f이고 모든 Q가 SO_2인 퍼플루오르화된 음이온이며, 더욱 바람

직하게는 음이온은 퍼플루오로알칸설포네이트 또는 비스(퍼플루오로알칸설포닐)이미드이고, 가장 바람직하게는 음이온은 비스(퍼플루오로알칸설포닐)이미드이다.

[0107] 플루오로유기 이온은 비-오늄 중합성 단량체, 올리고머, 또는 중합체와 오늄 염의 더 큰 상용성(compatibility) 및 용해성을 제공할 수 있다. 이는 양호한 투명도와, 층의 정전기 방지 성능을 개선할 수 있는 양호한 이온 이동도(ion mobility)를 갖는 층을 제공하는 데 있어서 중요하다. 바람직한 음이온에는 $-C(SO_2CF_3)_3$, $-O_3SCF_3$, $-O_3SC_4F_9$, 및 $-N(SO_2CF_3)_2$가 포함된다. 더욱 바람직한 음이온은, 입수가능성 및 가격으로 인해, $-O_3SCF_3$, $-O_3SC_4F_9$, 및 $-N(SO_2CF_3)_2$이지만, 가장 바람직한 음이온은 $-N(SO_2CF_3)_2$이다.

[0108] 중합성 실리콘 단량체, 올리고머, 및 중합체의 예시적인 예는 데구사(Degussa)로부터 테고 (TEGO(등록상표)) Rad 제품군으로 입수할 수 있다. 특히 유용한 중합성 실리콘은 테고™ Rad 2250과 같은 아크릴레이트 작용성 실리콘 폴리에테르이다.

[0109] 상기에 논의된 중합성 실리콘 단량체, 올리고머, 및 중합체 대신에 또는 그에 더하여 중합성 퍼플루오로폴리에테르 부분(moiety) 함유 단량체, 올리고머, 또는 중합체를 사용하여 정전기 방지 층을 또한 제조할 수 있다. 미국 특허 출원 공개 제2006/0216500A1호 (클룬(Klun) 등)는 본 발명에 유용한 퍼플루오로폴리에테르 부분 함유 우레탄 아크릴레이트의 합성을 개시한다. 미국 특허 출원 공개 제2008-0124555호 (클룬 등)는 본 발명에 유용한 경우의 폴리(에틸렌 옥사이드) 부분을 포함하는 퍼플루오로폴리에테르 부분 함유 우레탄 아크릴레이트를 개시한다. 국제 특허 공개 WO2009/029438호 (포커니(Pokorny) 등)는 본 발명에 유용한 퍼플루오로폴리에테르 부분 함유 우레탄 아크릴레이트를 갖는 경화성 실리콘을 개시한다.

[0110] 본 기술 분야의 숙련자에게 공지된 바와 같이, 표면 무광(matte) 코팅이 광학 필름에 흔히 유용하며 본 발명의 정전기 방지 코팅에 그러한 무광 특성을 부여하는 것이 요구될 수 있다. 무광 코팅으로부터의 증가된 탁도 및 감소된 투명도는, 더욱 균일한 디스플레이를 제공하며, 특히 액정 디스플레이(LCD)에서, 하부 필름 적층물 및 백라이트로부터의 광학 결함을 은폐하는 데 도움을 준다. 다양한 수단이 무광 코팅을 제공하는 데 이용가능하며 본 발명에 유용하다.

[0111] 다중상 코팅은 코팅에 포함된 비혼화성 재료들로부터 코팅의 표면에 또는 벌크 내에 생성된, 예를 들어, 폴리메틸 메타크릴레이트 비드와 같은 입자를 코팅 중에 혼입시켜 생성된 무광 표면 구조를 가질 수 있다. 일부 실시 형태에서, 반드시 무광 표면을 수득하지 않고도, 코팅의 벌크와 상이한 굴절률을 갖는 입자를 사용하여 원하는 탁도 특성을 부여할 수 있다. 유용한 입자는 임의의 형상을 가질 수 있지만, 전형적으로 바람직한 입자 형상은 흔히 구형 또는 장방형 비드의 형태이다. 바람직한 입자 크기는 일반적으로 평균 직경이 약 0.1 마이크로미터 내지 약 20 마이크로미터이다. 입자는 코팅과 상용성인 임의의 재료로부터 제조될 수 있다. 입자를 위해 적합한 재료의 일부 예시적인 예에는 폴리메틸 메타크릴레이트, 폴리부틸 메타크릴레이트, 폴리스티렌, 폴리우레탄, 폴리아미드, 폴리실리콘, 및 실리카가 포함된다. 유용한 입자는 간츠 케미칼(Ganz Chemical), 세키스이 플라스틱스 컴퍼니 리미티드(Sekisui Plastics Co., Ltd.), 및 소켄 케미칼 앤드 엔지니어링 컴퍼니 리미티드(Soken Chemical & Engineering Co., Ltd) (모두 일본 소재)로부터 입수할 수 있다.

[0112] 특히, 투명성이 중요한 용도 (예를 들어, 광학 필름과 사용하기 위한 정전기 방지 층)를 위해 중합성 조성물이 사용되는 경우에, 중합성 이온성 액체(들) 및 선택적인 중합성 실리콘 성분 뿐만 아니라 존재한다면 다른 구성 성분들은, 혼합 및 중합되어 투명한 필름을 형성한다는 점에서, 상용성이어야 한다.

[0113] 상기에 기재된 중합성 이온성 액체(들) 및 중합성 실리콘 구성성분에 더하여, 본 발명의 정전기 방지 층은 중합성 비-실리콘 단량체, 올리고머, 또는 중합체를 추가로 포함하는 경화성 조성물로부터 제조될 수 있다. 그러한 재료는 생성되는 층의 특성, 예를 들어, 광학 필름에 대한 접착성, 가요성, 또는 다른 기계적 특성, 광학 특성, 예를 들어, 그의 탁도, 투명도 등을 변경시키는 데; 비용을 감소시키는 데 등에 사용될 수 있다.

[0114] 본 발명에 유용한 중합성 (즉, 비-실리콘, 비-오늄) 단량체, 올리고머, 또는 중합체의 일부 예시적인 예에는, 예를 들어, (a) 모노(메타크릴) 함유 화합물, 예를 들어, 페녹시에틸 아크릴레이트, 에톡실화 페녹시에틸 아크릴레이트, 2-에톡시에톡시에틸 아크릴레이트, 에톡실화 테트라하이드로푸르푸랄 아크릴레이트, 및 카프로락톤 아크릴레이트, (b) 다이(메트)아크릴 함유 화합물, 예를 들어, 1,3-부틸렌 글리콜 다이아크릴레이트, 1,4-부탄다이올 다이아크릴레이트, 1,6-헥산다이올 다이아크릴레이트, 1,6-헥산다이올 모노아크릴레이트 모노메타크릴레이트, 에틸렌 글리콜 다이아크릴레이트, 알콕실화 지방족 다이아크릴레이트, 알콕실화 사이클로헥산 다이메탄올 다이아크릴레이트, 알콕실화 헥산다이올, 다이아크릴레이트, 알콕실화 네오펜틸 글리콜 다이아크릴레이트, 카프로락톤 개질된 네오펜틸글리콜 하이드록시피발레이트 다이아크릴레이트, 카프로락톤 개질된 네오펜틸글리콜 하

이드록시피발레이트 다이아크릴레이트, 사이클로헥산다이메탄올 다이아크릴레이트, 다이에틸렌 글리콜 다이아크릴레이트, 다이프로필렌 글리콜 다이아크릴레이트, 에톡실화 (10) 비스페놀 A 다이아크릴레이트, 에톡실화 (3) 비스페놀 A 다이아크릴레이트, 에톡실화 (30) 비스페놀 A 다이아크릴레이트, 에톡실화 (4) 비스페놀 A 다이아크릴레이트, 하이드록시피발알데하이드 개질된 트라이메틸올프로판 다이아크릴레이트, 네오펜틸 글리콜 다이아크릴레이트, 폴리에틸렌 글리콜 (200) 다이아크릴레이트, 폴리에틸렌 글리콜 (400) 다이아크릴레이트, 폴리에틸렌 글리콜 (600) 다이아크릴레이트, 프로폭실화 네오펜틸 글리콜 다이아크릴레이트, 테트라에틸렌 글리콜 다이아크릴레이트, 트라이사이클로데칸다이메탄올 다이아크릴레이트, 트라이에틸렌 글리콜 다이아크릴레이트, 트라이프로필렌 글리콜 다이아크릴레이트; (c) 트라이(메트)아크릴 함유 화합물, 예를 들어, 글리세롤 트라이아크릴레이트, 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트, 펜타에리트리톨 트라이아크릴레이트, 에톡실화 트라이아크릴레이트 (예를 들어, 에톡실화 (3) 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트, 에톡실화 (6) 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트, 에톡실화 (9) 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트, 에톡실화 (20) 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트), 프로폭실화 트라이아크릴레이트 (예를 들어, 프로폭실화 (3) 글리세릴 트라이아크릴레이트, 프로폭실화 (5.5) 글리세릴 트라이아크릴레이트, 프로폭실화 (3) 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트, 프로폭실화 (6) 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트), 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트, 트리스(2-하이드록시에틸)아이소시아누레이트 트라이아크릴레이트; (d) 더 고도의 작용성의 (메트)아크릴 함유 화합물, 예를 들어, 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트, 다이트라이메틸올프로판 테트라아크릴레이트, 다이펜타에리트리톨 펜타아크릴레이트, 에톡실화 (4) 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트, 카프로락톤 개질된 다이펜타에리트리톨 헥사아크릴레이트; (e) 올리고머성 (메트)아크릴 화합물, 예를 들어, 우레탄 아크릴레이트, 폴리에스테르 아크릴레이트, 에폭시 아크릴레이트; 상기한 것들의 폴리아크릴아미드 유사체; 및 그 조합로 이루어진 군으로부터 선택되는 폴리(메트)아크릴 단량체가 포함된다. 그러한 화합물은 예를 들어 미국 펜실베이니아주 엑스톤 소재의 사토머 컴퍼니(Sartomer Company); 미국 조지아주 스미르나 소재의 유씨비 케미칼즈 코포레이션(UCB Chemicals Corporation); 미국 위스콘신주 밀워키 소재의 사이텍 코포레이션(Cytec Corporation), 코그니스(Cognis), 및 알드리치 케미칼 컴퍼니(Aldrich Chemical Company)와 같은 판매처로부터 널리 입수가능하다. 추가적인 유용한 (메트)아크릴레이트 재료에는, 예를 들어, 미국 특허 제4,262,072호(웬들링(Wendling) 등)에 기재된 바와 같은 하이단토인 부분-함유 폴리(메트)아크릴레이트가 포함된다.

[0115] 광학 필름

[0116] 전형적으로, 본 발명의 소자의 광학 필름은 반사 편광기 (예를 들어, 소위 다층 광학 필름, 또는 교번하는 굴절률의 규칙적으로 반복되는 층을 갖는 "MOF"), 휘도 향상 필름, 및 확산 반사 편광기 필름 (때때로, 교번하는 굴절률의 도메인을 갖는 다중상 구조를 갖는 "DRPF"로도 지칭됨)으로 이루어진 군으로부터 선택될 것이다. 반사 편광기의 한 가지 예시적인 예는 쓰리엠(3M)으로부터 구매가능한, 비퀴티(VIKUITI™) 듀얼 휘도 향상 필름 II (DBEF-II)이며, 미국 특허 제7,345,137호 (헤브링크(Hebrink) 등)에 기재되어 있다. 쓰리엠으로부터 또한 구매가능한, 적합한 프리즘형 휘도 향상 필름 (때때로, "BEF"로 지칭됨)이, 예를 들어, 미국 특허 제5,771,328호 (워트맨(Wortman) 등), 제6,280,063호 (퐁(Fong)), 및 제6,354,709호 (캠벨(Campbell) 등) 및 미국 특허 출원 공개 제2009/0017256호 (헌트(Hunt) 등)에 기재되어 있다. 본 발명에 사용될 수 있는 확산 반사 편광기 필름의 예시적인 예에는 미국 특허 제5,825,543호 (오더키르크(Ouderkirk) 등)에 개시된 것들이 포함된다. 본 발명에 사용하기에 적합한 구매가능한 광학 필름의 예시적인 예에는 비퀴티™ 듀얼 휘도 향상 필름 (DBEF), 비퀴티™ 휘도 향상 필름 (BEF), 비퀴티™ 확산 반사 편광기 필름 (DRPF), 비퀴티™ 향상된 경면 반사체 (ESR), 및 비퀴티™ 어드밴스드 편광 필름 (APF) (모두 쓰리엠 컴퍼니(3M Company)로부터 입수가능)이 포함된다.

[0117] 미국 특허 제5,175,030호(루(Lu) 등) 및 미국 특허 제5,183,597호(루)에 기재된 바와 같이, 미세구조-함유 물품 (예컨대, 휘도 향상 필름)은 (a) 중합성 조성물을 제조하는 단계; (b) 중합성 조성물을 마스터 음각 미세구조화 성형 표면 상에 마스터의 공동을 충전하기에 겨우 충분한 양으로 침착하는 단계; (c) 사전 형성된 베이스 (예를 들어, PET 필름)와 마스터(이들 중 적어도 하나는 가요성임) 사이에서 중합성 조성물의 비드를 이동시켜 공동을 충전하는 단계; 및 (d) 조성물을 경화시켜 베이스 상에 미세구조화 광학 요소의 어레이를 수득하는 단계를 포함하는 방법에 의해 제조될 수 있다. 마스터는 금속, 예를 들어 니켈, 니켈 도금 구리 또는 황동일 수 있거나, 중합 조건 하에서 안정하고 바람직하게는 마스터로부터 중합된 재료가 깨끗이 제거되게 하는 표면 에너지를 갖는 열가소성 재료일 수 있다.

[0118] 유용한 베이스 재료에는, 예를 들어 스티렌-아크릴로니트릴, 셀룰로오스 아세테이트 부티레이트, 셀룰로오스 아세테이트 프로피오네이트, 셀룰로오스 트라이아세테이트, 폴리에테르 설폰, 폴리메틸 메타크릴레이트, 폴리우레탄, 폴리에스테르, 폴리카르보네이트, 폴리비닐 클로라이드, 폴리스티렌, 폴리에틸렌 나프탈레이트, 나프탈렌

다이카복실산을 기반으로 한 공중합체 또는 블렌드, 폴리사이클로-올레핀, 폴리이미드, 및 유리가 포함된다. 선택적으로, 베이스 재료는 이들 재료의 혼합물 또는 조합을 포함할 수 있다. 또한, 베이스는 다층일 수 있거나, 연속상(continuous phase)으로 현탁되거나 분산된 분산 성분을 함유할 수 있다.

[0119] 휘도 향상 필름과 같은 일부 미세구조-함유 제품의 경우, 바람직한 베이스 재료의 예에는 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 및 폴리카르보네이트가 포함된다. 유용한 PET 필름의 예는 미국 델라웨어주 윌밍턴 소재의 듀폰 필름스(DuPont Films)로부터 입수가능한 멜리넥스(MELINEX™) PET 및 광등급 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 포함한다.

[0120] 일부 베이스 재료는 광학적으로 활성일 수 있고, 편광 재료로서 역할을 할 수 있다. 필름을 통과하는 광의 편광은, 예를 들어 통과 광을 선택적으로 흡수하는 필름 재료 내에 이색성 편광기(dichroic polarizer)를 포함시킴으로써 달성될 수 있다. 광 편광은 또한 정렬된 운모 조각(mica chip)과 같은 무기 재료를 포함함으로써, 또는 연속 필름 내에 분산된 불연속 상, 예컨대 연속 필름 내에 분산된 광 조절 액정의 액적에 의하여 달성될 수 있다. 대안으로서, 편광 필름은 상이한 재료의 초미세(microfine) 층으로부터 제조될 수 있다. 필름 내의 재료는, 예를 들어 필름의 신장, 전기장 또는 자기장의 인가, 및 코팅 기술과 같은 방법을 이용함으로써 편광 배향(polarizing orientation)으로 정렬될 수 있다.

[0121] 편광 필름의 예에는 미국 특허 제5,825,543호 (오더키르크 등) 및 제5,783,120 (오더키르크 등)에 기재된 것들이 포함된다. 휘도 향상 필름과 조합하여 이러한 편광기 필름을 사용하는 것이 미국 특허 제6,111,696호 (앨런(Allen) 등)에 기재되어 있다. 베이스로서 사용될 수 있는 편광 필름의 다른 예는 미국 특허 제5,882,774호 (존자(Jonza) 등)에 기재된 필름이다.

[0122] 베이스 필름 재료의 표면들 중 하나 이상은 선택적으로 프라이밍되거나 다른 방식으로 처리되어 베이스에 대한 광학 층의 점착을 촉진시킬 수 있다. 폴리에스테르 베이스 필름 층에 특히 적합한 프라이머에는 미국 특허 제5,427,835호 (모리슨(Morrison) 등)에 기재된 것과 같은 설포폴리에스테르 프라이머가 포함된다. 프라이머 층의 두께는 전형적으로 약 20 ㎚ 이상이며, 일반적으로 약 300 ㎚ 내지 약 400 ㎚ 이하이다.

[0123] 광학 요소는 다수의 유용한 패턴 중 임의의 것을 가질 수 있다. 이들은 규칙적이거나 불규칙적인 프리즘 패턴을 포함하며, 상기 패턴은 환형 프리즘 패턴, 큐브코너(cube-corner) 패턴 또는 임의의 다른 렌즈형 미세구조일 수 있다. 유용한 미세구조체는 휘도 향상 필름으로서 사용하기 위한 내부 전반사 필름으로서 작용할 수 있는 규칙적 프리즘 패턴이다. 다른 유용한 미세구조는 반사 필름으로서 사용하기 위한 재귀반사 필름 또는 요소로서 작용할 수 있는 코너-큐브 프리즘 패턴이다. 다른 유용한 미세구조체는 광학 디스플레이에 사용하기 위한 광학 터닝 필름 또는 소자로서 작용할 수 있는 프리즘 패턴이다.

[0124] 중합된 미세구조화 표면을 갖는 하나의 바람직한 광학 필름은 휘도 향상 필름이다. 휘도 향상 필름은 일반적으로 조명 장치의 축상 휘도(on-axis luminance)(본 명세서에서 "휘도"(brightness)라고 함)를 향상시킨다. 미세구조화 형상(topography)은 필름이 반사 및 굴절을 통해 광을 방향전환시키는 데 사용될 수 있도록 하는 필름 표면 상의 복수의 프리즘일 수 있다. 프리즘의 높이는 전형적으로 약 1 내지 약 75 마이크로미터 범위이다. 랩탑 컴퓨터, 시계 등에서 발견되는 것과 같은 광학 디스플레이에 사용될 때, 미세구조화 광학 필름은 디스플레이로부터 나오는 광을 광학 디스플레이를 관통하는 법선축으로부터 원하는 각도로 배치된 한 쌍의 평면 내로 제한함으로써 광학 디스플레이의 휘도를 증가시킬 수 있다. 그 결과, 허용가능한 범위 밖으로 디스플레이에서 나가는 광은 디스플레이 내부로 다시 반사되며, 여기서 이 광의 일부분은 "재활용"되어 이 광이 디스플레이로부터 벗어날 수 있게 하는 각도로 미세구조화 필름으로 다시 되돌아갈 수 있다. 이러한 재활용은 원하는 휘도 수준을 갖는 디스플레이를 제공하는 데에 필요한 전력 소비량을 감소시킬 수 있기 때문에 유용하다.

[0125] 휘도 향상 필름의 미세구조화 광학 요소는 일반적으로 필름의 길이 또는 폭을 따라 연장되는 복수의 평행한 종방향 리지(ridge)들을 포함한다. 이들 리지는 복수의 프리즘 정점으로부터 형성될 수 있다. 각각의 프리즘은 제1 소면(facet) 및 제2 소면을 갖는다. 프리즘은, 프리즘이 그 위에 형성되는 제1 표면 및 실질적으로 평탄 또는 평면이고 제1 표면에 반대편인 제2 표면을 갖는 베이스 상에 형성된다. 직각 프리즘은 정점각이 전형적으로 약 90° 인 것을 의미한다. 그러나, 이 각은 약 70° 내지 약 120° 의 범위일 수 있으며, 약 80° 내지 약 100° 범위일 수도 있다. 이들 정점은 날카롭거나, 둥글거나, 또는 평탄하거나 또는 절두된 형태일 수 있다. 예를 들어, 리지는 약 4 내지 약 7 내지 약 15 마이크로미터 범위의 반경으로 둥글게 될 수 있다. 프리즘 피크들 사이의 간격(또는 피치)은 약 5 내지 약 300 마이크로미터일 수 있다. 이들 프리즘은 미국 특허 제7,074,463호 (존스 (Jones) 등)에 기재된 바와 같은 다양한 패턴으로 배열될 수 있다.

[0126] 얇은 휘도 향상 필름을 사용하는 본 발명의 광학 소자에서, 피치는 바람직하게는 약 10 내지 약 36 마이크로미터, 더욱 바람직하게는 약 17 내지 약 24 마이크로미터이다. 이는 바람직하게는 약 5 내지 약 18 마이크로미터, 그리고 더욱 바람직하게는 약 9 내지 약 12 마이크로미터의 프리즘 높이에 해당한다. 프리즘 소면들은 동일할 필요는 없으며, 프리즘들은 서로에 대하여 기울어질 수도 있다. 광학 용품의 총 두께와 프리즘의 높이 사이의 관계는 달라질 수도 있다. 그러나, 전형적으로는, 명확한 프리즘 소면을 가진 비교적 얇은 광학층을 사용하는 것이 바람직하다. 두께가 약 20 내지 약 35 마이크로미터(1 밀)에 근접하는 기재 상의 얇은 휘도 향상 필름의 경우, 전체 두께에 대한 프리즘 높이의 전형적인 비는 일반적으로 약 0.2 내지 약 0.4이다. 다른 실시 형태에서, 더 두꺼운 BEF 재료, 50 마이크로미터 피치 및 25 마이크로미터 두께의 BEF 재료가 사용될 것이다.

[0127] 본 기술 분야의 숙련자에게 이해되는 바와 같이, 본 발명의 광학 소자는 상기에 논의된 예시적인 예와는 다른 종류의 광학 층 또는 다른 실시 형태의 MOF, BEF, 또는 DRPF 재료를 사용하여 제조될 수 있다.

[0128] 휘도 향상 필름 상의 외층 정전기 방지 코팅은 필름의 휘도 향상 특성을 방해하지 않도록 최소한의 흡광도 및 색상을 부여하여야만 한다. 코팅은 탁도를 증가시키고 투명도를 감소시킬 수 있어서, 균일한 디스플레이를 제공하고 하부 필름 적층물 및 백라이트로부터의 광학 결함을 은폐시킬 수 있다. 코팅은 합리적인 내구성을 제공하여야만 한다.

[0129] 아마도 가장 단순한 실시 형태에서, 본 발명의 소자는 본 명세서에 기재된 바와 같은 정전기 방지층을 한쪽 표면에 갖는 광학 층을 포함할 것이다. 일부 실시 형태에서, 광학 소자는 본 발명의 정전기 방지 층을 광학 층의 양쪽 표면에 포함할 수 있으며 (예를 들어, DBEF-II), 이 경우에 정전기 방지 층은 동일하거나 또는 독립적으로 최적화될 수 있다 (예를 들어, 한쪽 정전기 방지 층에는 PMMA 비드가 있으나 다른 쪽에는 없는 것 등).

[0130] 실시예

[0131] 본 발명을 하기의 예시적인 실시예를 참고하여 설명할 것이다. 달리 표시되지 않는다면 모든 양은 중량%로 표현된다.

[0132] 시험 방법

[0133] 하기 방법을 사용하여 평균 정전기 감쇠를 결정하였다. 시험 재료의 시트를 12 cm × 15 cm 샘플로 절단하고 약 50%의 상대 습도 (RH)에에서 12시간 이상 동안 컨디셔닝하였다. 22 내지 25℃ 범위의 온도에서 재료를 시험하였다. ETS 모델 406D 정전 감쇠 시험 유닛(Static Decay Test Unit) (미국 펜실베이니아주 글렌사이드 소재의 일렉트로-테크 시스템즈, 인크(Electro-Tech Systems, Inc.)에 의해 제조됨)을 사용하여, 미연방 시험 방법 표준 (Federal Test Method Standard) 10113, 방법 4046, "재료의 정전기 특성"(Antistatic Properties of Materials)으로 이전에 공지된, MIL-STD 3010, 방법 4046에 따라, 정전하 감쇠 시간을 측정하였다. 이러한 장치는 고전압 (5000 볼트)을 사용하여 평탄한 시험 재료의 표면 상에 초기 정전하 (평균 유도 정전하)를 유도하며, 전장 측정기(field meter)로 5000 볼트 (또는 유도 정전하인 어떤 것)로부터 초기 유도 전하의 10%에 이르는 표면 전압의 감쇠 시간을 관측할 수 있다. 이것이 정전하 감쇠 시간이다. 정전하 감쇠 시간이 더 짧을 수록, 시험 재료의 정전기 방지 특성이 더 우수하다. 본 발명의 정전하 감쇠 시간의 모든 보고된 값은 3회 이상의 개별 측정에 대한 평균 (평균 정전하 감쇠율)이다. 60초 초과로 보고된 값은 시험된 샘플의 초기 정전하가 표면 전도에 의해 제거될 수 없으며 정전기 방지되지 않음을 나타낸다. 시험된 샘플이 약 3000 볼트 이상의 전하를 수용하지 않았을 경우, 정전기 방지되기에 충분하게 하전된 것으로 간주되지 않았다.

[0134] 재료

[0135] DBEF 필름 (광학 층): 각각의 실시예에서, 쓰리엠으로부터의 비키티™ 듀얼 휘도 향상 필름 II (또는 DBEF II)를 광학 필름으로서 사용하였다. 그러한 필름은 다음과 같이 제조할 수 있다:

[0136] 폴리에틸렌 나프탈레이트로부터 생성된 제1 광학 층과 코(폴리에틸렌 나프탈레이트)로부터 생성된 제2 광학층, 및 노바 케미칼스(NOVA Chemicals)로부터 입수가능한 스티렌-아크릴레이트 공중합체 "NAS30"과 추가로 블렌딩된 이스트맨 케미칼 컴퍼니(Eastman Chemical Company)로부터 상표명 "VM365"로 구매가능한 지환족 폴리에스테르/폴리카르보네이트 블렌드로부터 생성된 피층 또는 비-광학층으로 다층 반사 평광기 필름을 구성하였다.

[0137] 제1 광학 층을 형성하는 데 사용되는 코폴리에틸렌-헥사메틸렌 나프탈레이트 중합체 (CoPEN5050HH)는 배치(batch) 반응기에서 하기 원료를 충전하여 합성한다: 다이메틸 2,6-나프탈렌다이카르복실레이트 (80.9 kg), 다이메틸 테레프탈레이트 (64.1 kg), 1,6-헥산 다이올 (15.45 kg), 에틸렌 글리콜 (75.4 kg), 트라이메틸올 프로

판 (2 kg), 코발트 (II) 아세테이트 (25 g), 아연 아세테이트 (40 g), 및 안티몬 (III) 아세테이트 (60 g). 혼합물을 202.7 kPa (2 기압 (2×10^5 N/m²))의 압력에서 254℃의 온도까지 가열하고, 메탄올 반응 생성물을 제거하면서 혼합물을 반응하게 두었다. 반응을 완료하고 메탄올(대략 42.4 kg)을 제거한 후에, 반응 용기를 트라이에틸 포스포노아세테이트 (55 g)로 충전하고 290℃로 가열하면서 압력을 133.3 Pa (1 토르 (263 N/m²))로 감소시켰다. 페놀과 o-다이클로로벤젠의 60/40 중량% 혼합물에서 측정할 때 고유 점도가 0.55 dl/g인 중합체가 생성될 때까지 축합 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속 제거하였다. 이러한 방법으로 생성된 CoPEN5050HH 중합체는, 분당 20℃의 온도 상승율로 시차 주사 열량법으로 측정할 때 유리 전이 온도(T_g)가 85℃였다. CoPEN5050HH 중합체는 굴절률이 632 nm에서 1.601이었다.

[0138] 상기한 PEN 및 CoPEN5050HH를 다층 용융물 매니폴드를 통해 공압출하여 275개의 교번하는 제1 및 제2 광학 층을 갖는 다층 광학 필름을 생성하였다. 이러한 275개 층의 다층 적층물을 3 부분으로 나누고 적층하여 825층을 형성하였다. PEN 층이 제1 광학 층이었고 CoPEN5050HH 층이 제2 광학 층이었다. 제1 및 제2 광학 층에 더하여, 2 세트의 피층을 추가의 용융물 포트를 통해 광학 층의 외면에 공압출하였다. 22 중량% NAs30와 블렌딩된 VM365를 사용하여 외부 세트의 피층을 형성하였다. 따라서, 구조물은 층의 순서가 다음과 같았다: VM365/NAS30 블렌드 외측 피층, 광학 층 1과 2의 825개의 교번하는 층, VM365/NAS30 블렌드 외측 피층.

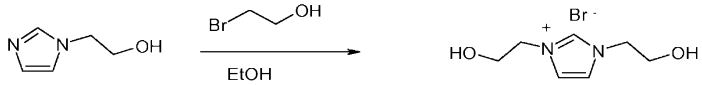
[0139] 다층 압출된 필름을 5 미터/분 (15피트/분)으로 칠 롤(chill roll) 상에 캐스팅하고, 150℃ (302°F) 오븐에서 30초 동안 가열한 다음, 5.5:1의 연신비로 단축 배향시켰다. 약 150 마이크로미터 (8 밀) 두께의 반사 편광기 필름이 생성되었다.

[0140] 이러한 다층 필름은 가드너 헤이즈 측정기(Gardner haze meter)로 측정 시 탁도 수준이 42%인 것으로 측정되었다. 이러한 다층 필름은 열 충격 시험 (와프 시험(warp test))에 노출 시 -35℃ 내지 85℃의 열 사이클링 100 시간 후에 허용가능한 수준의 와프를 가졌다.

[0141] 다작용성 양이온을 갖는 중합성 이온성 액체의 합성

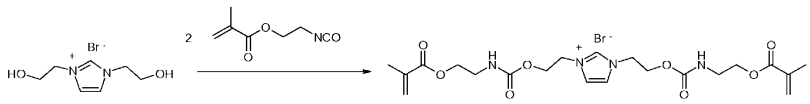
[0142] PIL A의 제조

[0143] 단계 1: 비스 하이드록시에틸화 이미다졸륨 염의 제조

[0144] 

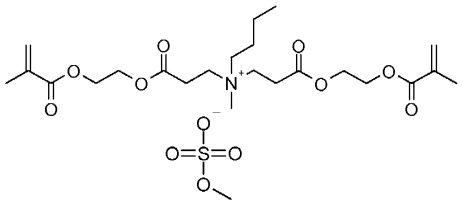
[0145] 에탄올 (100 mL) 중 1-(2-하이드록시에틸)이미다졸 (25.0 g, 0.22 mol, 알드리치로부터 입수가능) 및 2-브로모에탄올(27.9 g, 0.22 mol, 알드리치로부터 입수가능)의 용액을 36 시간 동안 환류 가열한 다음, 실온으로 냉각시키고 에탄올을 감압 하에 제거하였다. 잔류 오일을 4회의 100 mL 분액의 메틸렌 클로라이드로 추출한 다음, 감압 하에 농축하여 비스 하이드록시에틸화 이미다졸륨 염을 주황색 오일 (50.1 g)로 남겼다. 오일의 NMR 분석으로 원하는 생성물이 형성되었음을 확인하였다.

[0146] 단계 1: 비스 메타크릴레이트 이온성 액체의 제조

[0147] 

[0148] 메틸렌 클로라이드 (50 mL) 중, 단계 1로부터의 비스 하이드록시에틸화 이미다졸륨 염 (4.40 g, 18.6 mmol), 2-아이소시아나토에틸 메타크릴레이트 (5.75 g, 37.1 mmol, 알드리치로부터 입수가능), 및 1 방울 (약 20 mg)의 다이부틸주석 다이라우레이트 (알드리치로부터 입수가능)의 혼합물을 실온에서 4일 동안 교반하였다. 이 시점에, 초기에는 불용성이었던 염이 용해되었고 적외선 분광법에 의한 반응 혼합물의 분석은 초기에 존재하던 2275 cm^{-1}에서의 아시소시아네이트 흡수가 사라졌음을 나타내었다. 메틸렌 클로라이드를 감압 하에 제거한 반응 생성물의 분액의 NMR 분석으로 원하는 비스 메타크릴레이트가 형성되었음을 확인하였다. 비스 메타크릴레이트를 메틸렌 클로라이드 용액 중에 유지하였고 그대로 사용하였다.

[0149] PIL B의 제조



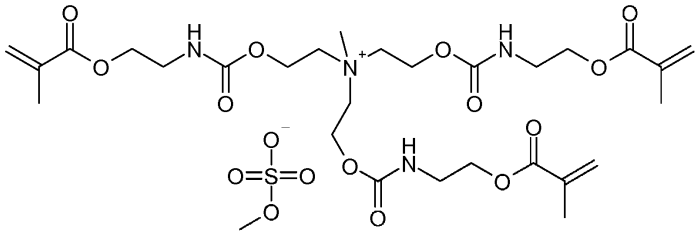
[0150]

[0151] n-부틸아민 (0.993 g, 14 mmol, 알드리치)과 메타크릴옥시에틸 아크릴레이트 (5.00 g, 27 mmol, 문헌[Klee, J.E., et.al., Macromol. Chem. Phys., 200, 1999, 517]에 따라 제조됨)의 혼합물을 실온에서 24시간 동안 교반하였다. 중간 생성물은 무색 액체였다.

[0152] 다이메틸 설페이트 (0.57 g, 4.5 mmol)를 상기로부터의 중간 생성물 (2.00 g, 4.5 mmol)에 10분에 걸쳐 적가하였다. 혼합물을 17시간 동안 교반하여 최종 PIL 생성물을 진한 액체로서 얻었다.

[0153] PIL-C ("POS-2")의 제조

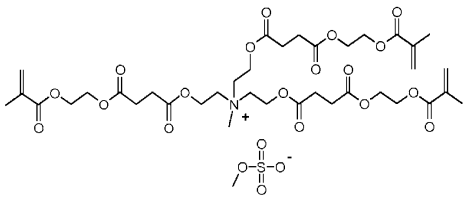
[0154] 하기 화학식으로 나타내어지는 중합성 오늄 염 2 (POS-2):



[0155]

[0156] 건조관 및 자석 교반기가 구비된 플라스크에서 메틸렌 클로라이드 (50 mL) 중, 트리스-(2-하이드록시에틸)메틸암모늄 메틸설페이트 (11.58 g, 0.04 mol, 바스프로부터 입수가능) ,아이소시아나토에틸 메타크릴레이트 (19.58 g, 0.12 mol), 및 2,6-다이-tert-부틸-4-메틸페놀 (BHT, 0.020 g, 알드리치로부터 입수가능)의 용액에 한 방울의 다이부틸주석 다이라우레이트를 첨가하였다. 용액을 얼음조에서 냉각하고 3시간 동안 교반한 다음, 실온으로 가온되게 하고 다시 36시간 동안 계속 교반하였다. 적외선 분광법으로 반응의 진행을 감시하여, 아이소시아네이트 흡광이 사라지는 지를 관찰하였다. 반응이 완료되었을 때 용매를 감압 하에 제거하여 매우 점성인 액체를 수득하였다.

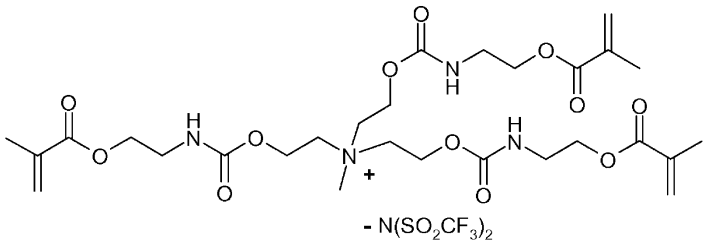
[0157] PIL D의 제조



[0158]

[0159] 에틸 아세테이트 (150 mL) 중, 트리스-(2-하이드록시에틸)메틸암모늄 메틸설페이트 (17.38 g, 0.06 mol), 모노-2-(메타크릴로일옥시)에틸 석시네이트 (41.42 g, 0.18 mol, 알드리치로부터 입수가능), 및 4-다이메틸아미노피리딘 (1.098 g, 0.009 mol, 알드리치로부터 입수가능)의 교반되고, 얼음 냉각된 용액에 에틸 아세테이트 (150 mL) 중 1,3-다이사이클로헥실카르보다이이미드 (DCC, 37.1 g, 0.18 mol, 알드리치로부터 입수가능)의 용액을 2시간에 걸쳐 적가하였다. DCC 용액을 첨가한 후에, 반응 혼합물의 온도를 점진적으로 실온으로 증가되게 하였고, 이어서 반응물을 14시간 동안 교반하였다. 이어서, 0.5 g의 탈이온수 및 2.0 g의 실리카 겔을 플라스크에 첨가하고 반응 혼합물을 1시간 동안 교반하였다. 이어서, 혼합물을 여과하고 여과액으로부터 용매를 감압 하에 제거하여 약간 황색 색상을 갖는 매우 점성인 액체 생성물을 수득하였다.

[0160] PIL-E의 제조

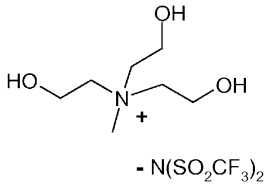


[0161]

[0162] 250 mL 둥근바닥 플라스크에서 PIL-C (14.09 g, 0.0190 mol)에 14.09 g의 물을 첨가하고, 이것을 공기 하에 55 ℃ 조에서 가열하였다. 이어서, 쓰리엠 컴퍼니로부터 상표명 "HQ-115"로 입수한, 리튬 비스(트라이플루오로메탄설포닐)이미드, $Li^{+-}N(SO_2CF_3)_2$의, 물 중 80% 고형물 용액 6.82 g (0.0190 mol)을 10초에 걸쳐 첨가하고, 다소 흰 고체가 침전된 채로, 이어서 0.78 g의 물을 첨가하였다. 플라스크를 조에서 꺼내고 교반하면서 50 g의 메틸렌 클로라이드를 반응물에 첨가하였다. 반응물을 분별 깔때기에서 분리하고, 아래쪽의 유기층을 15.1 g의 물로 세척하였다. 유기층을 다시 분리하고, 무수 마그네슘 설페이트로 건조하고, 2 mg BHT로 처리하고, 공기 하에 380 ㎜의 압력에서 53℃에서 농축하여 13.2 g의 투명한 진한 오일을 수득하였다.

[0163] PIL-E의 대안적인 제조

[0164] 50℃ 오일조 내의 250 mL 플라스크에서 37.5 g 물 중 트리스-(2-하이드록시에틸)메틸암모늄 메틸설페이트 (50.0 g, 0.182 mol)의 용액에 리튬 비스(트라이플루오로메탄설포닐)이미드 (물 중 80% 고형물 용액 65.18 g (0. 182 mol))를 교반하면서 20초에 걸쳐 첨가한 다음 6.26 g의 물을 첨가하였다. 3분의 교반 후에, 반응물을 최대 100 ℃의 조에서 회전식 증발기로 농축하여 101.75 g의

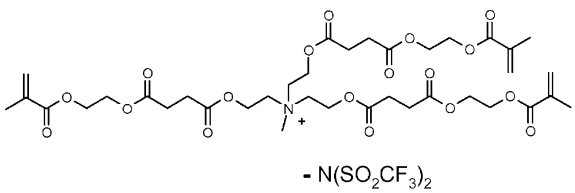


[0165]

[0166] 및 Li+ $-OSO_3CH_3$를 다소 흰 고체가 분산된 투명한 액체로서 얻었다. 이러한 물질은 균질할 때 78.85 중량%의 쿼트(quat) 염이다.

[0167] 오버헤드 교반기가 구비된 2구 250 mL 둥근바닥 플라스크에서, 앞선 반응으로부터의 혼합물 50 g (0.0889 mol, 0.267 OH 당량의 $(HOCH_2CH_2)_3N(CH_3)+ - N(SO_2CF_3)_2$)에 56.62 g의 메틸렌 클로라이드를 첨가하였다. 플라스크를 공기 하에 40℃ 오일조에 넣고, 1 방울의 다이부틸주석 다이라우레이트를 첨가하였다. 그 다음, 아이소시아나토에틸 메타크릴레이트 (41.40 g, 0.267 mol)를 20분에 걸쳐 첨가하였다. 반응물을 2275 cm^{-1}에서 아이소시아네이트 피크가 사라지는 지에 대해 FTIR로 감시하였고, 7시간의 반응 후에 완료된 것으로 판정하였다. 교반하면서 실온의 반응물에 75 g의 메틸렌 클로라이드 및 50 g의 물을 첨가하였다. 반응물을 분별 깔때기에서 분리하고, 아래쪽의 유기층을 무수 마그네슘 설페이트로 건조하고, 12 mg의 BHT로 처리하고 공기 하에 380 ㎜의 압력에서 53℃에서 약 5시간 동안 농축하여 86.76 g의 투명한 진한 오일을 수득하였다.

[0168] PIL-F의 제조



[0169]

[0170] 125 mL 둥근 바닥 플라스크에서 PIL-D (15.74, 0.0173 mol)에 15.74 g의 물을 첨가하고, 이것을 공기 하에 55 ℃ 조에서 가열하였다. 이 물질은 물에 별로 용해성이지 않았으며, 반응물은 탁한 상부 상과 액체 하부 상으로

이루어졌다. 이어서, 리튬 비스(트라이플루오로메탄설포닐)이미드, $Li^{+}N(SO_2CF_3)_2$의, 물 중 80% 고형물 용액 6.20 g (0.0173 mol)을 10초에 걸쳐 첨가하고, 다소 흰 고체가 침전된 채로, 이어서 5.84 g의 물을 첨가하였다. 반응물을 2시간 동안 교반한 다음, 조의 온도를 40℃로 떨어뜨렸다. 그 다음, 30분 동안 교반하면서 50 g의 메틸렌 클로라이드를 반응물에 첨가하였다. 반응물을 분별 깔때기에서 분리하고, 아래쪽의 유기층을 25.0 g의 물로 세척하였다. 유기층을 다시 분리하고, 무수 마그네슘 설페이트로 건조하고, 공기 하에 280 ㎜의 압력에서 53℃에서 농축하여 16.12 g의 다소 황색인 투명한 오일을 수득하였다.

[0171] 공기 대 질소 경화 발열 비의 결정:

[0172] 시차 주사 광열량측정법 (광 DSC)을 사용하여 N2 및 공기 하에서의 단량체의 광중합 거동을 시험하였다. 광 DSC는 티에이 인스트루먼트(TA instrument)(미국 델라웨어주 뉴캐슬 소재)의 DSC 모듈 2920이었다. 광원은 오리엘(Oriel) PN 59480 425 nm 롱 패스 광 필터를 갖는 수은/아르곤 등이었다. 모델 XRL, 340A 검출기가 구비된 인터내셔널 라이트(International Light)의 광측정기 모델 IL 1400을 사용하여 측정한 광 세기는 3㎽/㎠였다. 광경화성 샘플은 0.5% 캄포르퀴논 (시그마-알드리치(Sigma-Aldrich)), 1.0% 에틸 4-(N,N-다이메틸아미노)벤조에이트(시그마-알드리치) 및 1.0% 다이페닐 요오듐 헥사플루오로포스페이트를 광개시제 패키지로서 함유하였다. 10 ㎎의 경화된 샘플을 기준물로서 사용하였다.

[0173] 시험을 위해 샘플 홀더로서 밀봉 팬(Hermetic Pan) (알루미늄 샘플 팬)을 사용하여 약 10 ㎎의 샘플을 정확하게 칭량하였다. 샘플을 37℃에서 5분 동안 평형을 이루게 한 다음, 광 개구를 열어서 샘플을 조사하였다. 조사 동안, 샘플 온도는 37℃로 유지하였다. 총 조사 시간은 30분이었다. 30분 후에, 개구를 닫고 샘플을 37℃에서 다시 5분 동안 유지하였다. 샘플을 각각 질소 및 공기 분위기 하에서 시험하였다.

[0174] 단위 중량당 열 출력(㎽/g)으로서 데이터를 수집하였다. 티에이 서멀 솔루션 유니버셜 어날리시스(TA Thermal Solutions Universal Analysis) 소프트웨어를 사용하여 데이터를 분석하였다.

[0175] 단량체를 일단 질소 하에서 진행시켰고, 동일한 샘플을 공기 하에 진행시켰다. DSC는 노출 동안 경화하는 샘플로부터의 열 발생을 기록하였고, 곡선 아래의 면적을 적분하여 총 줄/그램을 얻었다. 샘플이 공기 중에서 경화될 때 발생하는 열을 샘플이 질소 중에서 경화될 때 발생하는 열로 나누어서 경화 비를 얻었다. 비가 더 클수록 산소 억제가 더 적음을 나타낸다.

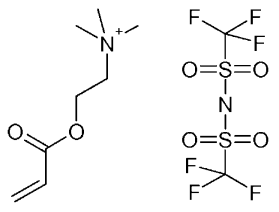
[0176] 광 DSC에 의한 다작용성 PIL 및 트라이에틸렌 글리콜 다이메타크릴레이트 (TEGDMA, 알드리치로부터 입수가능)의 광경화에 대한 시험 결과

[0177]

샘플	경화 비 (공기/N2)
PIL-C	0.97
TEGDMA	0.36

[0178] 다작용성 중합성 이온성 액체와 조합하여 사용되는 1작용성 중합성 이온성 액체

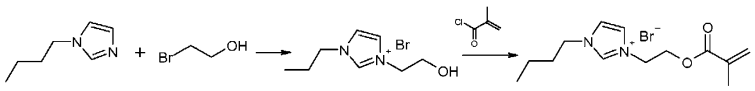
[0179] 1. 중합성 오늄 염 1 (POS-1) $(CH_3)_3NCH_2CH_2OC(O)CH=CH_2^{+}\ ^{-}N(SO_2CF_3)_2$, -(아크릴로일옥시에틸)-N,N,N-트라이메틸 암모늄 비스(트라이플루오로메탄설포닐)이미드

[0180]  POS-1

[0181] 을 다음과 같이 제조하였다. 오버헤드 교반기가 구비된, 무게를 측정한 5L, 3구 둥근바닥 플라스크를 1486 g (물 중 79.1% 고형물, 6.069 mol) 아게플렉스(AGEFLEX™) FA1Q80MC*500로 충전하고 내용물을 40℃로 가열하였다. 플라스크에 약 1분에 걸쳐 2177.33 g (물 중 80% 고형물, 6.069 mol) HQ-115를 첨가한 다음, 597.6 g의 탈이온수를 첨가하였다. 1시간 동안 교반한 후에, 반응물을 분별 깔때기로 옮기고 아래쪽 유기층 (2688.7 g)을 반응 플라스크로 되돌려 보내고 40℃에서 30분 동안 1486 g의 탈이온수로 세척하였다. 수성층으로부터 아래쪽 층 (2656.5 g)을 다시 분리하고, 오버헤드 교반기 및 스틸헤드(stillhead), 그리고 공기 버블러(air bubbler)가 구비된 건조한 5L, 3구 둥근바닥 플라스크에 넣었다. 플라스크에 2000 g의 아세톤을 첨가하고, 공기 스파징

하면서 반응물을 대기압에서 6시간에 걸쳐 증류시켜 생성물을 공비 건조하여 2591 g의 투명한 액체를 수득하였고, 이것은 천천히 고체로 결정화하였다.

[0182] 2. 중합성 오늄 염 1 ("POS-3") 3-부틸-1-[2-(2-메틸-아크릴로일옥시)-에틸]-3H-이미다졸-1-윰 브로마이드

[0183] 

[0184] A) 3-부틸-1-(2-하이드록시-에틸)-3H-이미다졸-1-윰 브로마이드의 합성

[0185] N-부틸 이미다졸 (새로 증류됨 37.2 g, 300 mmol) 및 2-브로모에탄올(새로 증류됨. 37.5 g, 300 mmol)을 실온에서 혼합하여 다소 발열인 반응을 야기하였다. 혼합물을 50℃에서 90시간 동안 가열하였다. 생성물로서 매우 점성인 액체를 얻었다.

[0186] B) 3-부틸-1-[2-(2-메틸-아크릴로일옥시)-에틸]-3H-이미다졸-1-윰 브로마이드의 합성

[0187] 3-부틸-1-(2-하이드록시-에틸)-3H-이미다졸-1-윰 브로마이드 (29.9 g, 120 mmol)에 20 mg의 BHT 및 2-메타크릴로일 클로라이드 (13.8 g, 132 mmol)를 첨가하였다. 시재료인 이온성 액체 (IL)는 2-메타크릴로일 클로라이드에 불용성이었다. 혼합물을 실온에서 교반하였다. IL이 점진적으로 용해되었고 약 30분 후에 균일한 분홍색 용액을 얻었다. 4시간 반응 후에 휘발성 부생성물 및 시재료를 진공 하에 제거하였다. 밝은 갈색 액체를 생성물로서 얻었다.

[0188] 실시예 1 내지 실시예 3

[0189] 표시된 바와 같은 제형을 갖는, 3개의 중합성 투명 코팅 제형을 제조하고, DBEF-II 상에 코팅하고, 건조하고, 경화하고, 시험하였다. 이들 제형은 모두 85% 메탄올 및 0.15% 시바(CIBA™) 다로큐르(DAROCUR™) 4265 경화제를 함유하였다. 그렇지 않다면, 하기 표 1에 나타낸 바와 같이 변화시켰다. 각각의 제형을 용해성 성분들이 용해되게 보장하도록 혼합하였다. #16 와이어 권취 메이어(Meyer) 막대를 사용하여 각각의 제형을 약 3 마이크로미터의 평균 건조 두께를 얻도록 DBEF-II의 후면 상에 추가로 코팅하였다. 각각의 코팅을 60℃ (140°F) 배치 오븐에서 2분 동안 건조하고, 이어서 퓨전 유브이 시스템즈 인크.(Fusion UV Systems Inc.)로부터의, D 전구를 사용하는 퓨젼 F600 마이크로파 구동 중압등(Fusion F600 Microwave driven medium pressure lamp) 하에 분당 10.7 m (35 피트)로 2회 통과시켜 질소 환경에서 UV 경화시켰다. 10.7 미터/분 (35 fpm)의 속도에서, 방출되는 UV 에너지는 다음과 같다: UVA 460 mJ/㎠, UVB 87 mJ/㎠, UVC 12 mJ/㎠, UVV 220 mJ/㎠. 모든 코팅이 DBEF-II 필름의 휘도 향상 특성을 방해하지 않으면서 매끄럽고 투명한 코팅 층을 제공하였다.

[0190] 제형 및 정전 감쇠 결과는 표 1에 나타낸 바와 같으며, 여기에는 중합성 오늄 이온성 액체와 중합성 실리콘의 조합으로부터의 중합성 투명 코팅의 정전기 방지 특성의 놀랍고도 극적인 개선이 나타나있다.

[0191] [표 1]

실시예	POS-1 (중량% 고형물)	PIL-C (POS-2) (중량% 고형물)	테고 Rad 2250 중합성 실리콘 (중량% 고형물)	평균 정전 감쇠 (초)
실시예 1	0	14.9 g (99%)	0	4.8
실시예 2	0	14.7 g (97.8%)	0.18 g (1.2)	2.0
실시예 3	7.3 g (48.9%)	7.3 g (48.9%)	0.18 g (1.2)	0.04

[0192]

[0193] 실시예 4 및 실시예 5를 위해, 표 2에 기재된 성분들을 2.0 그램의 메탄올에 용해시켰다. #12 와이어 권취 메이어 막대를 사용하여, 약 10 마이크로미터의 평균 건조 두께를 얻도록 각각의 제형을 PET 필름 (듀폰(Dupont)으로부터 상표명 "멜리넥스(Melinex) 618"로 입수가능) 상에 코팅하였다. 각각의 코팅을 60℃ 배치 오븐에서 5분 동안 건조한 다음, 퓨전 유브이 시스템즈 인크.로부터의 퓨전 UV H 전구 (9.1 m (30 피트)/분 속도에서 58 mJ/㎠를 제공하는 고출력 100% UV)가 구비된 15.24 cm (6 인치) UV 경화 처리 라인 상에서 9.1 m (30 피트)/분으로 2회 통과시켜 질소 환경에서 UV 경화시켰다. 모든 경화된 코팅은 비점착성의 매끄럽고 투명한 코팅 층을 제공하였다.

[0194] 경화된 코팅을 주위 습도에서 즉시 시험하여 2회의 별개의 측정을 평균한 점을 제외하고는, 경화된 코팅을 앞서 기재된 바와 같이 시험하였다.

[0195] [표 2]

실시예	PIL - A (중량% 고형물)	PIL-C (중량% 고형물)	POS-3 (중량% 고형물)	다로큐르 1173 광개시제	평균 정전 감쇠 (초)	표면 저항 Ohm/square
실시예 4	0.0 g	2.0 g (79.3%)	0.50 g (19.8%)	0.023 g (0.9%)	0.19	1.70×10^{11}
실시예 5	3.0 g (91.7%)	0.0g	0.25g (7.6%)	0.023g (0.8%)	0.02	2.60×10^{9}

[0196]

[0197] 본 발명이 첨부된 도면을 참조하여 그의 바람직한 실시 형태와 관련하여 충분히 설명되었지만, 다양한 변경 및 변형이 당업자에게 명백하다는 것을 유념하여야 한다. 그러한 변경 및 변형은 본 발명의 범주 내에 포함되는 것으로 이해되어야 한다.

[0198] 본 명세서에 인용된 특허 및 특허 출원은 모두 전체적으로 참고로 포함된다.