

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2014-142444

(P2014-142444A)

(43) 公開日 平成26年8月7日(2014. 8. 7)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>G02B 1/11 (2006.01)</b>	G02B 1/10 A	2K009
<b>G02B 1/10 (2006.01)</b>	G02B 1/10 Z	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2013-9967 (P2013-9967)	(71) 出願人	000004341 日油株式会社 東京都渋谷区恵比寿四丁目20番3号
(22) 出願日	平成25年1月23日 (2013. 1. 23)	(74) 代理人	110000394 特許業務法人岡田国際特許事務所
		(72) 発明者	加藤 辰徳 愛知県知多郡武豊町字嶋田17番地1 日油株式会社内
		(72) 発明者	田代 寛 愛知県知多郡武豊町字嶋田17番地1 日油株式会社内
		(72) 発明者	大友 忠博 愛知県知多郡武豊町字嶋田17番地1 日油株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低屈折率層用樹脂組成物及び反射防止フィルム

## (57) 【要約】

【課題】指紋の拭取り性に優れる低屈折率層を形成可能な低屈折率層用樹脂組成物を提供する。

【解決手段】(a) フッ素含有紫外線硬化型樹脂5~15質量%、(b) アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサン2~8質量%、(c) 前記成分(a)及び成分(b)と共重合可能な紫外線硬化型樹脂9~70質量%、(d) 中空シリカ微粒子22~83質量%、(e) 光重合開始剤1~10質量%からなり(但し、前記各成分(a)~(e)の合計は100質量%である)、前記成分(b)の含有量が、前記成分(a)の含有量より少ないことを特徴とする。

【選択図】なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

(a) フッ素含有紫外線硬化型樹脂 5 ~ 15 質量%、  
 (b) アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサン 2 ~ 8 質量%、  
 (c) 前記成分 (a) 及び成分 (b) と共重合可能な紫外線硬化型樹脂 9 ~ 70 質量%、  
 (d) 中空シリカ微粒子 22 ~ 83 質量%、  
 (e) 光重合開始剤 1 ~ 10 質量%、  
 からなり (但し、前記各成分 (a) ~ (e) の合計は 100 質量%である)、  
 前記成分 (b) の含有量が、前記成分 (a) の含有量より少ないことを特徴とする、反射防止フィルムにおける低屈折率層用樹脂組成物。

10

## 【請求項 2】

請求項 1 に記載の低屈折率層用樹脂組成物を硬化させてなる低屈折率層を最表層に備えていることを特徴とする、反射防止フィルム。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

20

## 【0001】

本発明は、タッチパネル表面等に適用される反射防止フィルムの構成層の 1 つである低屈折率層を形成するための樹脂組成物、特に指紋の拭取り性に優れる低屈折率層を形成可能な樹脂組成物と、該樹脂組成物からなる低屈折率層を備える反射防止フィルムに関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

現在、画像表示部に直接触れることにより情報を入力できるデバイスとして、タッチパネルが広く用いられている。このタッチパネルの表面には、外光からの反射光によって視認性が悪化することを低減するため、一般的に反射防止フィルムが貼着されている。しかし、タッチパネルはほぼ日常的に外気と接触したり人の手に触れられるため、汚れや指紋などが反射防止フィルムの表面に付着し、視認性の悪化や美観を損ねたりする等の問題があった。

30

## 【0003】

この問題を解決するために、防汚性も兼ね備えた反射防止フィルムが、特許文献 1 及び特許文献 2 に提案されている。反射防止フィルムは、一般的に屈折率が相対的に高い高屈折率層と屈折率が相対的に低い低屈折率層とを組み合わせ構成されるが、特許文献 1 及び特許文献 2 では、反射防止フィルムの最表面層を構成する低屈折率層に防汚性を付与している。具体的には、特許文献 1 では、低屈折率層にポリジメチルシロキサン構造を有するシリコン材料を加えることで防汚性の付与が図られている。また、特許文献 2 では、

40

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0004】

【特許文献 1】特開 2011-154177 号公報

【特許文献 2】特開 2008-122603 号公報

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0005】

しかし、特許文献 1 の反射防止フィルムでは、マジックインキなどに対する汚れ防止性

50

能には優れるが、指紋付着・拭取り性が不足する課題を有する。また、特許文献2の反射防止フィルムでは、フッ素含有成分の配合量が不適切なため、指紋付着・拭取り性が不足すると共に、マジックインキなどの汚れ防止性能がないといった課題もあった。

【0006】

そこで、本発明の目的とするところは、指紋の拭取り性に優れる低屈折率層を形成可能な低屈折率層用樹脂組成物と、これを用いた反射防止フィルムを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

そのための手段として、本発明は次の手段を採る。

(1) (a) フッ素含有紫外線硬化型樹脂5～15質量%、(b) アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサン2～8質量%、(c) 前記成分(a)及び成分(b)と共重合可能な紫外線硬化型樹脂9～70質量%、(d) 中空シリカ微粒子22～83質量%、(e) 光重合開始剤1～10質量%からなり(但し、前記各成分(a)～(e)の合計は100質量%である)、前記成分(b)の含有量が、前記成分(a)の含有量より少ないことを特徴とする、反射防止フィルムにおける低屈折率層用樹脂組成物。

(2) (1)に記載の低屈折率層用樹脂組成物を硬化させてなる低屈折率層を最表層に備えていることを特徴とする、反射防止フィルム。

【0008】

なお、本発明において数値範囲を示す「 $\sim$ 」とは、その下限( )及び上限( )の数値を含む意味である。したがって、正確に表せば「 $\sim$ 以上 $\sim$ 以下」となる。

【発明の効果】

【0009】

本発明によれば、低屈折率層用樹脂組成物の組成(特に、指紋の拭取り性に直接関与する(a)フッ素含有紫外線硬化型樹脂と(b)アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサンの配合バランス)を適切に設定したことで、指紋の拭取り性に優れる低屈折率層を形成可能な樹脂組成物と、これを用いた反射防止フィルムを提供することができる。

【発明を実施するための形態】

【0010】

《樹脂組成物》

本発明の樹脂組成物は、タッチパネル等の表面に貼着される反射防止フィルムを構成する層の1つである低屈折率層を形成するための樹脂組成物であって、(a)フッ素含有紫外線硬化型樹脂と、(b)アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサンと、(c)成分(a)及び成分(b)と共重合可能な紫外線硬化型樹脂と、(d)中空シリカ微粒子と、(e)光重合開始剤とから成る。

【0011】

<(a)フッ素含有紫外線硬化型樹脂>

フッ素含有紫外線硬化型樹脂は、防汚性機能を発現するためのものであり、低屈折率層の表面を触った際に付着する脂質である指紋の付着性を弱め、指紋の拭き取り性を高めることができる。フッ素含有紫外線硬化型樹脂としては、C2～C7のパーフルオロアルキル鎖を含有する(メタ)アクリレートが挙げられ、具体的には、ダイキン工業(株)製のオプツールDAC-HPや、DIC(株)製のメガファックRS-75等が挙げられる。なお、本明細書において「(メタ)アクリレート」とは、アクリレートとメタクリレートを意味する。また、同様に、後述の「(メタ)アクリル単量体」は、アクリル単量体及びメタクリル単量体を指し、「(メタ)アクリロイル基」は、アクリロイル基及びメタクリロイル基を指す。

【0012】

10

20

30

40

50

フッ素含有紫外線硬化型樹脂は、低屈折率層用樹脂組成物中に5～15質量%含まれる。この含有量が5質量%未満では、低屈折率層の表面を触った際に付着する指紋の付着性を弱めることが出来ない。一方、15質量%を超えると、指紋の拭取り性が悪化する。

【0013】

<(b) アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサン>

アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサンは、低屈折率層の表面に付着した指紋の拭取り性を向上することが出来る。アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサンとしては、具体的には、ビックケミー・ジャパン(株)製のBYK-UV3500, BYK-UV3530, BYK-UV3570等が挙げられる。

10

【0014】

アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサンは、低屈折率層用樹脂組成物中に2～8質量%含まれる。この含有量が2質量%未満では、低屈折率層の表面に付着した指紋の拭取り性が向上しない。一方、8質量%を超えると、低屈折率層の表面を触った際に付着する指紋の付着性を弱めることが出来ない。

【0015】

<(c) 紫外線硬化型樹脂>

成分(a)及び成分(b)と共重合可能な紫外線硬化型樹脂は、低屈折率層へ硬度を付与する事が出来る。成分(a)及び成分(b)と共重合可能な紫外線硬化型樹脂としては、例えば単官能(メタ)アクリレート、多官能(メタ)アクリレートなどが挙げられる。単官能(メタ)アクリレートとして具体的には、(メタ)アクリル酸アルキルエステル、(メタ)アクリル酸(ポリ)エチレングリコール基含有(メタ)アクリル酸エステル等が好ましい。多官能(メタ)アクリレートとしては、多価アルコールと(メタ)アクリル酸とのエステル化合物、ウレタン変性アクリレート等の(メタ)アクリロイル基を2個以上含む多官能重合性化合物等が挙げられる。

20

【0016】

成分(a)及び成分(b)と共重合可能な紫外線硬化型樹脂は、低屈折率層用樹脂組成物中に9～70質量%含まれる。この含有量が9質量%未満では、低屈折率層の硬度不足や透過率の低下が生じる。一方、70質量%を超えると、指紋の拭取り性が向上しない。

30

【0017】

<(d) 中空シリカ微粒子>

中空シリカ微粒子は、低屈折率層の屈折率を積極的に低くするために配合されるものである。中空シリカ微粒子の屈折率は製法によって異なるが、1.25～1.40程度であることが好ましい。中空シリカ微粒子としては、屈折率を低くするものであれば特に限定されず、従来から反射防止フィルムを構成する低屈折率層に使用されている公知の中空シリカ微粒子を使用できる。具体的には、日揮触媒化成(株)製のアクリル修飾中空シリカ微粒子であるスルーリアNAU等が挙げられる。また、中空シリカ微粒子の平均粒子径も従来と同等であればよい。具体的には、10～100nm程度である。

40

【0018】

中空シリカ微粒子は、低屈折率層用組成物中に22～83質量%含まれる。中空シリカ微粒子の含有量が22質量%未満では、低屈折率層の屈折率を後述の範囲とすることが出来ない。一方、中空シリカ微粒子の含有量が83質量%より多いと、塗膜強度が弱くなるため好ましくない。

【0019】

<(e) 光重合開始剤>

光重合開始剤は、紫外線(UV)等の活性エネルギー線により低屈折率層用塗液を硬化させて塗膜を形成する際の重合開始剤として用いられる。光重合開始剤としては、活性工

50

エネルギー線照射により重合を開始するものであれば特に限定されず、公知の化合物を使用できる。例えば、1 - ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2 - ヒドロキシ - 2 - メチル - 1 - フェニルプロパン - 1 - オン等のアセトフェノン系重合開始剤、ベンゾイン、2, 2 - ジメトキシ - 1, 2 - ジフェニルエタン - 1 - オン等のベンゾイン系重合開始剤、ベンゾフェノン、[ 4 - (メチルフェニルチオ)フェニル ]フェニルメタノン、4 - ヒドロキシベンゾフェノン、4 - フェニルベンゾフェノン、3, 3', 4, 4' - テトラ (t - ブチルパーオキシカルボニル)ベンゾフェノン等のベンゾフェノン系重合開始剤、2 - クロロチオキサントン、2, 4 - ジエチルチオキサントン等のチオキサントン系重合開始剤等が挙げられる。

#### 【0020】

光重合開始剤は、低屈折率層用樹脂組成物中に1 ~ 10質量%含まれる。光重合開始剤の含有量が1質量%未満では、低屈折率層の硬化が不十分となる。一方、光重合開始剤の含有量が10質量%を超えると、光重合開始剤が不必要に多くなり好ましくない。

#### 【0021】

##### 《反射防止フィルム》

反射防止フィルムは、透明基材フィルムの一方向に少なくとも反射防止層が積層された構成である。反射防止層は、上記低屈折率層用樹脂組成物によって形成される低屈折率層のみによって構成することもできるが、低屈折率層よりも屈折率の高い高屈折率層と組み合わせる構成することが好ましい。低屈折率層のみによって構成する場合は、そのみで反射防止効果を担保できるが、低屈折率層と高屈折率層とを組み合わせる場合は、当該低屈折率層と高屈折率層との有意な屈折率差により、より高い反射防止効果を得られる。

#### 【0022】

##### <透明基材フィルム>

透明基材フィルムは、ポリエステル樹脂、ポリカーボネート樹脂、トリアセチルセルロース樹脂、ノルボルネン系樹脂、又はシクロオレフィン樹脂等からなるフィルムを使用できる。ポリエステル樹脂からなるフィルムとしては東レ(株)製のPETフィルム(ルミラーU-403)、ポリカーボネート樹脂からなるフィルムとしては帝人化成(株)製のポリカーボネートフィルム(PC-2151)、トリアセチルセルロース樹脂からなるフィルムとしては富士フィルム(株)製のトリアセチルセルロースフィルム(フジタック)、ノルボルネン系樹脂からなるフィルムとしてはJSR(株)製のアトフィルム、シクロオレフィン樹脂からなるフィルムとしては日本ゼオン(株)製のゼオノアフィルム(ZF14, ZF16)等が挙げられる。

#### 【0023】

透明基材フィルムの膜厚は通常25 ~ 400 μm程度、好ましくは25 ~ 200 μm程度である。

#### 【0024】

##### <低屈折率層>

低屈折率層は高屈折率層の屈折率より低く設定されることを要件とし、後述のように必要に応じてハードコート層も積層する場合は、ハードコート層よりも屈折率を低く設定する。具体的には、低屈折率層の屈折率は1.33 ~ 1.46程度が好ましい。該屈折率が1.33未満の場合には十分な硬度を得ることが困難である。その一方、屈折率が1.46を超える場合には十分な反射防止性能を得ることが難しい。

#### 【0025】

##### <低屈折率層用樹脂組成物>

低屈折率層を形成するための樹脂組成物としては、上述の組成物を使用する。これを用いて形成した低屈折率層は、十分な硬度を具備しながら上記範囲の屈折率となり、さらに優れた防汚性、詳しくは指紋拭取性を有する。そのため、低屈折率層は反射防止フィルムにおいて最表層とする。これにより、優れた指紋拭取性を有する反射防止フィルムとすることができる。一方、低屈折率層の表層側に他の層を積層すると、反射防止フィルムの指紋拭取性が損なわれる。

10

20

30

40

50

## 【0026】

## &lt;高屈折率層&gt;

高屈折率層は、低屈折率層との有意な屈折率差により反射防止効果を発現させるための層である。高屈折率層の屈折率は、低屈折率層より高く設定される。後述のように必要に応じてハードコート層も積層する場合は、ハードコート層よりも屈折率を高く設定する。具体的には、高屈折率層の屈折率は1.6～2.4程度が好ましい。この屈折率が1.6より小さい場合、反射防止性能が損なわれる。一方、屈折率が2.4を超える高屈折率層を形成することは現状では困難である。

## 【0027】

## &lt;高屈折率層用樹脂組成物&gt;

高屈折率層を形成するための樹脂組成物としては、上記高屈折率層の屈折率の範囲において、従来より反射防止フィルム等に用いられる公知のものであれば特に制限されず、バインダーとしての有機材料や、積極的に屈折率を高めるために必要に応じてバインダーに分散添加される無機材料等を従来と同様に用いることができる。

## 【0028】

有機材料としては、例えば重合硬化後の屈折率が1.6～1.8程度の重合性単量体を含む組成物等を用いることができる。そのような重合性単量体としては、2-ビニルナフタレン、4-プロモスチレン、9-ビニルアントラセン等が挙げられる。これらの重合性単量体を使用した場合は、そのみで有意に高い屈折率を有する層を形成できるので、無機材料の添加は必ずしも必要ない。一方、無機材料も併用する場合は、上記以外の重合性単量体及びこれらの重合体を含む組成物をウェットコーティング時の活性エネルギー線硬化型樹脂として用いることができる。

## 【0029】

無機材料としては、例えば酸化亜鉛、酸化チタン、酸化セリウム、酸化アルミニウム、酸化シラン、酸化アンチモン、酸化ジルコニウム、酸化錫、ITO等の金属酸化物微粒子が挙げられる。中でも、導電性や帯電防止能の観点からは、酸化錫、酸化アンチモン及びITOが好ましく、高屈折率の観点からは、酸化チタン、酸化セリウム、酸化亜鉛及び酸化ジルコニウムが好ましい。無機材料微粒子の平均粒子径は高屈折率層の厚みを大きく超えないことが好ましく、特に0.15 μm以下であることが好ましい。無機材料微粒子の平均粒子径が高屈折率層の厚みより大きくなると、光の散乱が生じる等、高屈折率層の光学性能が低下する傾向にある。

## 【0030】

## &lt;ハードコート層&gt;

また、反射防止フィルムには、表面硬度を向上するため、必要に応じて透明基材フィルムの一方向のみ若しくは両面にハードコート層を積層することもできる。反射防止層を積層した側に積層する場合は、反射防止層よりも内層側、すなわち透明基材フィルムの直上に積層する。

## 【0031】

ハードコート層の屈折率は、1.49～1.70であることが好ましい。屈折率がこの範囲から外れていると、低屈折率層と高屈折率層との屈折率バランスが崩れ、干渉縞が発生するため好ましくない。また、ハードコート層の乾燥硬化後の膜厚は、1～20 μm程度が好ましい。膜厚が1 μmより薄い場合は、十分な表面硬度が得られないため好ましくない。膜厚が20 μmより厚い場合は、屈曲性の低下等の問題が生じるため好ましくない。

## 【0032】

## &lt;ハードコート層用樹脂組成物&gt;

ハードコート層を形成するための樹脂組成物としては、従来より反射防止フィルム等に用いられる公知のものであれば、特に制限されない。例えば、テトラエトキシシラン等の反応性珪素化合物や、活性エネルギー線硬化型樹脂を用いることができ、これらを混合してもよい。そして、これらに光重合開始剤を加えて調製したハードコート層用塗液に紫外

10

20

30

40

50

線や電子線等の活性エネルギー線を照射して硬化させてハードコート層を形成することができる。

#### 【0033】

活性エネルギー線硬化型樹脂としては、例えば単官能(メタ)アクリレート、多官能(メタ)アクリレートなどが挙げられる。単官能(メタ)アクリレートとして具体的には、(メタ)アクリル酸アルキルエステル、(メタ)アクリル酸(ポリ)エチレングリコール基含有(メタ)アクリル酸エステル等が好ましい。多官能(メタ)アクリレートとしては、多価アルコールと(メタ)アクリル酸とのエステル化合物、ウレタン変性アクリレート等の(メタ)アクリロイル基を2個以上含む多官能重合性化合物等が挙げられる。これらのうち生産性及び硬度を両立させる観点より、鉛筆硬度(評価法: JIS-K5600-5-4)がH以上となる活性エネルギー線硬化型樹脂を含む組成物の硬化物であることが好ましい。

10

#### 【0034】

光重合開始剤は、紫外線(UV)等の活性エネルギー線によりハードコート層用塗液を硬化させて塗膜を形成する際の重合開始剤として用いられる。光重合開始剤としては、活性エネルギー線照射により重合を開始するものであれば特に限定されず、公知の化合物を使用できる。例えば、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルフェリノプロパン-1-オン、1-[4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル]-2-ヒドロキシ-2-メチル-1-プロパン-1-オン等のアセトフェノン系重合開始剤、ベンゾイン、2,2-ジメトキシ1,2-ジフェニルエタン-1-オン等のベンゾイン系重合開始剤、ベンゾフェノン、[4-(メチルフェニルチオ)フェニル]フェニルメタン、4-ヒドロキシベンゾフェノン、4-フェニルベンゾフェノン、3,3',4,4'-テトラ(t-ブチルパーオキシカルボニル)ベンゾフェノン等のベンゾフェノン系重合開始剤、2-クロロチオキサントン、2,4-ジエチルチオキサントン等のチオキサントン系重合開始剤等が挙げられる。

20

#### 【0035】

また、ハードコート層は、透光性微粒子を含有していてもよい。透光性微粒子は、ハードコート層に表面の凹凸を形成し、反射防止性(防眩性)を向上させるものである。透光性微粒子としては、例えばシリカのほか、塩化ビニル、(メタ)アクリル単量体、スチレン及びエチレンから選択される少なくとも1種の単量体を重合して得られる重合体などから形成される。更に、ハードコート層は、表面調整剤やスリッパ剤等その他添加剤を含有していても良い。

30

#### 【0036】

<低屈折率層、高屈折率層、ハードコート層の形成>

#### 【0037】

低屈折率層、高屈折率層、及びハードコート層は、各樹脂組成物を透明基材フィルム上へ順に塗布した後に、活性エネルギー線照射により硬化することで形成される。低屈折率層、高屈折率層、及びハードコート層の塗布方法は特に制限されず、例えばロールコート法、スピンコート法、ディップコート法、スプレーコート法、バーコート法、ナイフコート法、ダイコート法、インクジェット法、グラビアコート法等公知のいかなる方法も採用できる。活性エネルギー線の種類は特に制限されないが、利便性等の観点から紫外線を用いることが好ましい。尚、ハードコート層の透明基材フィルムに対する密着性を向上させるために、予め透明基材フィルム表面にコロナ放電処理等の前処理を施すことも可能である。

40

#### 【0038】

また、塗工性の観点から、各樹脂組成物は溶媒に希釈し塗工することが好ましい。溶媒としては、各層形成用の塗液に由来から使用されている公知のものであれば特に制限は無く、例えばアルコール系、ケトン系、エステル系の溶媒が適時選択できる。

#### 【実施例】

50

## 【 0 0 3 9 】

以下に、実施例及び比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はそれら実施例に限定されるものではない。

## 【 0 0 4 0 】

((低屈折率層用樹脂組成物；実施例))

低屈折率層用樹脂組成物として下記原料を使用し、各原料を下記表 1 に記載した組成にて、( a ) フッ素含有紫外線硬化型樹脂と、( b ) アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサンと、( c ) ( a ) 及び( b ) と共重合可能な紫外線硬化型樹脂と、( d ) 中空シリカ微粒子と、( e ) 光開始剤とを混合し、実施例 1 - 1 ~ 実施例 1 - 1 6 の低屈折率層用樹脂組成物を調製した。尚、表 1 において各材料の配合量は、固形分の質量 % を記載している。

10

## 【 0 0 4 1 】

低屈折率層用樹脂組成物の各原料としては、以下の通りである。

( a ) フッ素含有紫外線硬化型樹脂：

ダイキン工業 ( 株 ) 製 オブツール D A C - H P

D I C ( 株 ) 製 メガファック R S - 7 5

( b ) 変性ポリジメチルシロキサン：

アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン；

ビッケミー・ジャパン ( 株 ) 製 B Y K - U V 3 5 0 0

ビッケミー・ジャパン ( 株 ) 製 B Y K - U V 3 5 3 0

アクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサン；

ビッケミー・ジャパン ( 株 ) 製 B Y K - U V 3 5 7 0

20

( c ) 紫外線硬化型樹脂：

日本化薬 ( 株 ) 製 K A Y A R A D D P H A

日本合成化学工業 ( 株 ) 製 紫光 U V - 7 6 0 0 B

( d ) 中空シリカ微粒子：

日揮触媒化成 ( 株 ) 製 アクリル修飾中空シリカ微粒子 スルーリア N A U

日揮触媒化成 ( 株 ) 製 アクリル修飾中空シリカ微粒子 スルーリア 2 3 2 0

( e ) 光開始剤：

チバ・スペシャルティ・ケミカルズ ( 株 ) 製 I R G A C U R E 9 0 7 ( I - 9 0 7 )

チバ・スペシャルティ・ケミカルズ ( 株 ) 製 I R G A C U R E 1 8 4 ( I - 1 8 4 )

30

## 【 0 0 4 2 】

【 表 1 】

	実施例 1-1	実施例 1-2	実施例 1-3	実施例 1-4	実施例 1-5	実施例 1-6	実施例 1-7	実施例 1-8
(a)フッ素含有紫外線硬化型樹脂	種	DAC-HP	DAC-HP	RS-75	DAC-HP	DAC-HP	DAC-HP	RS-75
	質量%	5.0	9.0	15.0	5.0	15.0	9.0	9.0
(b)変性ポリジメチルシロキサン	種	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK3500
	質量%	4.0	4.0	4.0	2.0	8.0	4.0	4.0
(c)紫外線硬化型樹脂	種	DPHA	DPHA	DPHA	DPHA	DPHA	DPHA	DPHA
	質量%	43.0	41.0	38.0	44.0	39.0	43.0	38.5
(d)中空シリカ微粒子	種	スルージア NAU	スルージア NAU	スルージア NAU	スルージア NAU	スルージア NAU	スルージア NAU	スルージア NAU
	質量%	43.0	41.0	38.0	44.0	39.0	43.0	38.5
(e)光重合開始剤	種	I-907	I-907	I-907	I-907	I-907	I-907	I-907
	質量%	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	1.0	10.0
硬化後の組成物屈折率		1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38
	実施例 1-9	実施例 1-10	実施例 1-11	実施例 1-12	実施例 1-13	実施例 1-14	実施例 1-15	実施例 1-16
(a)フッ素含有紫外線硬化型樹脂	種	RS-75	DAC-HP	RS-75	DAC-HP	RS-75	DAC-HP	DAC-HP
	質量%	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	5.0	5.0
(b)変性ポリジメチルシロキサン	種	BYK3500	BYK3570	BYK3530	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK3500
	質量%	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	2.0	2.0
(c)紫外線硬化型樹脂	種	DPHA	DPHA	DPHA	7600B	DPHA	DPHA	DPHA
	質量%	41.0	41.0	41.0	41.0	41.0	9.0	70.0
(d)中空シリカ微粒子	種	スルージア NAU	スルージア NAU	スルージア NAU	スルージア NAU	スルージア NAU	スルージア NAU	スルージア NAU
	質量%	41.0	41.0	41.0	41.0	41.0	83.0	22.0
(e)光重合開始剤	種	I-907	I-907	I-907	I-907	I-184	I-907	I-907
	質量%	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	1.0	1.0
硬化後の組成物屈折率		1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.28	1.45

【 0 0 4 3 】

10

20

30

40

50

((低屈折率層用樹脂組成物；比較例))

低屈折率用樹脂組成物として、上記原料に加えて下記原料も使用し、各原料を表2に記載した組成にて混合し、比較例1-1～比較例1-12の低屈折率層用樹脂組成物を調製した。尚、表2において各材料の配合量は、固形分の質量%を記載している。

【0044】

各原料としては、次の通りである。(a)フッ素含有紫外線硬化型樹脂に対し、フッ素を含有し紫外線硬化しない樹脂として、DIC(株)製メガファックF-558を使用した。(b)アクリル基を有する変性ポリジメチルシロキサンに対し、アクリル基を含有しないポリエーテル変性ポリジメチルシロキサンとして、ビクケミー・ジャパン(株)製BYK331を使用した。

【0045】

【表 2】

		比較例 1-1	比較例 1-2	比較例 1-3	比較例 1-4	比較例 1-5	比較例 1-6	比較例 1-7	比較例 1-8	比較例 1-9	比較例 1-10	比較例 1-11	比較例 1-12
(a) フッ素含有 紫外線硬化型樹脂	種	DAC-HP	DAC-HP	RS-75	RS-75	DAC-HP	DAC-HP	DAC-HP	RS-75	RS-75	DAC-HP	F-558	RS-75
	質量%	4.0	17.0	5.0	7.0	13.0	8.0	5.0	5.0	8.0	15.0	9.0	9.0
(b) 変性ポリジメチル シロキサン	種	BYK3500	BYK3500	-	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK3500	BYK331
	質量%	3.0	5.0	0.0	1.0	9.0	15.0	5.0	8.0	8.0	8.0	4.0	4.0
(c) 紫外線硬化型樹脂	種	DPHA	DPHA	7600B	7600B	DPHA	DPHA	DPHA	DPHA	DPHA	DPHA	DPHA	DPHA
	質量%	44.0	36.5	45.0	43.5	36.5	36.0	42.5	41.0	39.5	46.0	41.0	41.0
(d) 中空シリカ微粒子	種	スルリア NAU	スルリア NAU	スルリア NAU	スルリア NAU	スルリア NAU	スルリア NAU	スルリア NAU	スルリア NAU	スルリア NAU	スルリア NAU	スルリア NAU	スルリア NAU
	質量%	44.0	36.5	45.0	43.5	36.5	36.0	42.5	41.0	39.5	46.0	41.0	41.0
(e) 光重合開始剤	種	I-907	I-907	I-907	I-907	I-907	I-907	I-907	I-907	I-907	-	I-907	I-907
	質量%	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	0.0	5.0	5.0

(高屈折率層用樹脂組成物；H L)

高屈折率層用樹脂組成物として(f)金属酸化物微粒子47.5質量%と、(g)紫外線硬化型樹脂47.5質量%と、(h)光開始剤5質量%とを混合し、高屈折率層用樹脂組成物H L - 1を調製した。尚、各材料の配合量は、固形分の質量%を記載している。

【0047】

高屈折率層用樹脂組成物の各原料としては、以下の通りである。

(f)金属酸化物微粒子：シーアイ化成(株)製RTTMI BK 15WT% - N24(チタニア分散液)

(g)紫外線硬化型樹脂：日本合成化学工業(株)製紫光UV - 7600B

(h)光開始剤：チバ・スペシャルティ・ケミカルズ(株)製IRGACURE 184 (I - 184)

10

【0048】

(ハードコート層用樹脂組成物；HCL)

ハードコート用樹脂組成物として下記の原料を使用し、各原料を下記表3に記載した組成にて、(i)紫外線硬化型樹脂と、(j)透光線微粒子と、(k)表面調整剤と、(l)光開始剤とを混合し、ハードコート用樹脂組成物HCL1 - 1 ~ HCL1 - 4を調製した。尚、表3において各材料の配合量は、固形分の質量%を記載している。

【0049】

ハードコート用樹脂組成物の各原料としては、以下の通りである。

(i)紫外線硬化型樹脂：

日本化薬(株)製KAYARAD DPHA

日本合成化学工業(株)製紫光UV - 7600B

(j)透光線微粒子：積水化成(株)製スチレン - アクリル共重合体有機微粒子SSX - 105TND(平均粒子径5.0μm、屈折率1.50)

(k)表面調整剤：ビックケミー・ジャパン(株)製BYK - 306

(l)光開始剤：チバ・スペシャルティ・ケミカルズ(株)製IRGACURE 184 (I - 184)

20

【0050】

【表3】

		HCL1-1	HCL1-2	HCL1-3	HCL1-4
(i)紫外線硬化型樹脂	種	7600B	7600B	DPHA	DPHA
	質量%	70.0	94.5	54.5	94.5
(j)透光線微粒子	種	SSX-105TND	-	SSX-105TND	-
	質量%	24.5	-	40.0	-
(k)光重合開始剤	種	I-184	I-184	I-184	I-184
	質量%	5.0	5.0	5.0	5.0
(l)表面調整剤	種	BYK306	BYK306	BYK306	BYK306
	質量%	0.5	0.5	0.5	0.5

30

40

【0051】

((反射防止フィルム；実施例2 - 1))

透明基材フィルムとして東洋紡績(株)製PETフィルム(製品名：A4100、膜厚：100μm)の一面に、ハードコート用樹脂組成物(HCL1 - 1)及び溶媒(メチルイソブチルケトン)を1：1の割合で混合したハードコート層用塗液をパーコーターにて硬化後の膜厚が7μmとなるように塗布し、120W高圧水銀灯にて400mJの紫外線を照射して硬化させることによりハードコート層を形成した。

【0052】

次いで、このハードコート層上に、高屈折率層用樹脂組成物(HL - 1)及び溶媒(メチルイソブチルケトン)を1：5の割合で混合した高屈折率層用塗液をパーコーターにて

50

硬化後の膜厚が  $0.1 \mu\text{m}$  となるように塗布し、窒素雰囲気下、 $120\text{W}$  高圧水銀灯にて  $400\text{mJ}$  の紫外線を照射して硬化させることにより高屈折率層を形成した。

【0053】

最後に、この高屈折率層上に、低屈折率層用樹脂組成物（実施例 1 - 1）及び溶媒（メチルイソブチルケトン）を 1 : 5 の割合で混合した低屈折率層用塗液をバーコーターにて硬化後の膜厚が  $0.1 \mu\text{m}$  となるように塗布し、窒素雰囲気下、 $120\text{W}$  高圧水銀灯にて  $400\text{mJ}$  の紫外線を照射して硬化させることにより反射防止フィルム（実施例 2 - 1）を作製した。

【0054】

((反射防止フィルム；実施例 2 - 2 ~ 実施例 2 - 16))

ハードコート用樹脂組成物、高屈折率層用樹脂組成物、低屈折率層用樹脂組成物を下記表 4 に記載した材料及び各層の組合せとした以外は、実施例 2 - 1 と同様にして、反射防止フィルム（実施例 2 - 2 ~ 実施例 2 - 16）を作製した。

【0055】

得られた各反射防止フィルムについて、指紋拭取り性、耐擦傷性、最小反射率を下記方法で測定した。その結果も下記表 4 に示す。

< 指紋拭取り性 >

人工指脂液（尿素  $1\text{g}$ 、乳酸  $4.6\text{g}$ 、ピロリン酸ナトリウム  $8\text{g}$ 、食塩  $7\text{g}$ 、エタノール  $20\text{mL}$  を蒸留水で  $1\text{L}$  に希釈したもの）を 1 滴反射防止フィルム表面に滴下する。その後、日本製紙クレシア（株）製キムワイブを用い、人工指脂液を馴染ませる。続いて、東レ（株）製トレシーを用いて 5 往復拭取りを実施した後、表面の跡を目視で観察し下記の 3 段階で評価した。

：人工指脂液の跡が無い場合

：人工指脂液の跡が一部残る場合

×：人工指脂液の跡が残る場合

【0056】

< 耐擦傷性 >

反射防止フィルム表面を # 0000 のスチールウールに  $250\text{gf}$  の荷重をかけて、ストローク幅  $25\text{mm}$ 、速度  $30\text{mm/sec}$  で 10 往復摩擦したあとの表面を目視で観察し、以下の、×で評価した。スチールウールは約  $10\text{mm}$  にまとめ、表面が均一になるようにカット、摩擦して均したものを使用した。

：傷が 0 ~ 10 本

×：傷が 11 本以上

【0057】

< 最小反射率 >

反射防止フィルムの裏面反射を防ぐため、裏面をサンドペーパーで粗し、黒色塗料で塗り潰したものを分光光度計 [日本分光（株）製、商品名：U - b e s t 5 6 0] により、光の波長  $380\text{nm} \sim 780\text{nm}$  の  $5^\circ$ 、 $-5^\circ$  正反射スペクトルを測定した。得られた反射スペクトルより、最小反射率（%）を読み取った。

【0058】

10

20

30

40

【 表 4 】

	実施例 2-1	実施例 2-2	実施例 2-3	実施例 2-4	実施例 2-5	実施例 2-6	実施例 2-7	実施例 2-8
低屈折率層用樹脂組成物	実施例 1-1	実施例 1-2	実施例 1-3	実施例 1-4	実施例 1-5	実施例 1-6	実施例 1-7	実施例 1-8
高屈折率層用樹脂組成物	HL-1	HL-1	HL-1	HL-1	HL-1	HL-1	-	-
ハードコート用樹脂組成物	HCL1-1	HCL1-2	HCL1-3	HCL1-4	HCL1-1	HCL1-2	HCL1-3	HCL1-4
指紋拭取り性	○	○	○	○	○	○	○	○
耐擦傷性	○	○	○	○	○	○	○	○
最小反射率	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1.5	1.5
	実施例 2-9	実施例 2-10	実施例 2-11	実施例 2-12	実施例 2-13	実施例 2-14	実施例 2-15	実施例 2-16
低屈折率層用樹脂組成物	実施例 1-9	実施例 1-10	実施例 1-11	実施例 1-12	実施例 1-13	実施例 1-14	実施例 1-15	実施例 1-16
高屈折率層用樹脂組成物	-	-	-	-	HL-1	HL-1	HL-1	-
ハードコート用樹脂組成物	HCL1-1	HCL1-2	HCL1-3	HCL1-4	HCL1-1	HCL1-2	HCL1-3	HCL1-4
指紋拭取り性	○	○	○	○	○	○	○	○
耐擦傷性	○	○	○	○	○	○	○	○
最小反射率	1.5	1.5	1.5	1.5	0.8	0.5	0.3	2.7

【 0 0 5 9 】

10

20

30

40

50

( ( 反射防止フィルム ; 比較例 2 - 1 ~ 比較例 2 - 1 2 ) )

低屈折率層用樹脂組成物を表 5 に記載した材料とした以外は、実施例 2 - 1 と同様にし  
て、反射防止フィルム ( 比較例 2 - 1 ~ 比較例 2 - 1 2 ) を作製した。得られた各比較例  
の反射防止フィルムについて、指紋拭取り性、耐擦傷性、最小反射率を実施例と同様に測  
定した。その結果も下記表 5 に示す。

【 0 0 6 0 】

【 表 5 】

	比較例 2-1	比較例 2-2	比較例 2-3	比較例 2-4	比較例 2-5	比較例 2-6
低屈折率層用樹脂組成物	比較例 1-1	比較例 1-2	比較例 1-3	比較例 1-4	比較例 1-5	比較例 1-6
高屈折率層用樹脂組成物	HL1	HL1	HL1	HL1	HL1	HL1
ハードコート用樹脂組成物	HCL1-1	HCL1-2	HCL1-3	HCL1-3	HCL1-4	HCL1-4
指紋拭取り性	x	x	x	x	x	x
耐擦傷性	○	○	○	○	○	○
最小反射率	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	比較例 2-7	比較例 2-8	比較例 2-9	比較例 2-10	比較例 2-11	比較例 2-12
低屈折率層用樹脂組成物	比較例 1-7	比較例 1-8	比較例 1-9	比較例 1-10	比較例 1-11	比較例 1-12
高屈折率層用樹脂組成物	HL1	-	-	-	-	-
ハードコート用樹脂組成物	HCL1-1	HCL1-2	HCL1-2	HCL1-3	HCL1-4	HCL1-1
指紋拭取り性	x	x	x	○	○	○
耐擦傷性	○	○	○	x	x	x
最小反射率	0.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5

10

20

30

40

【 0 0 6 1 】

表 4 の結果から、実施例 2 - 1 ~ 2 - 1 6 では指紋拭取り性、耐擦傷性、及び反射防止  
性能共に優れる反射防止フィルムとなっていた。

【 0 0 6 2 】

その一方、表 5 の結果から、比較例 2 - 1 ~ 2 - 9 は、( a ) フッ素含有紫外線硬化型

50

樹脂と、(b) アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサンの配合が適切でないことから、指紋拭取り性が悪い結果となった。比較例 2 - 10 は、光重合開始剤の配合量が少ないことから、硬度(耐擦傷性)に劣る結果となった。比較例 2 - 11 は、フッ素含有紫外線硬化型樹脂でなく、フッ素を含有し紫外線硬化しない樹脂を用いたことから、耐擦傷性が弱い結果となった。比較例 2 - 12 は、アクリル基を有するポリエーテル変性ポリジメチルシロキサン又はアクリル基を有するポリエステル変性ポリジメチルシロキサンでなく、アクリル基を含有しないポリエーテル変性ポリジメチルシロキサンを用いたことから、耐擦傷性が弱い結果となった。

---

フロントページの続き

(72)発明者 野島 孝之

愛知県知多郡武豊町字嶋田 1 7 番地 1 日油株式会社内

Fターム(参考) 2K009 AA03 AA15 CC09 CC24 CC42 DD02