

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4843186号
(P4843186)

(45) 発行日 平成23年12月21日 (2011.12.21)

(24) 登録日 平成23年10月14日 (2011.10.14)

(51) Int. Cl. F I
GO 2 B 5/30 (2006.01) GO 2 B 5/30
GO 2 F 1/13363 (2006.01) GO 2 F 1/13363

請求項の数 12 (全 25 頁)

(21) 出願番号	特願2003-183691 (P2003-183691)	(73) 特許権者	591032596
(22) 出願日	平成15年6月27日 (2003.6.27)		メルク パテント ゲゼルシャフト ミツ
(65) 公開番号	特開2004-29824 (P2004-29824A)		ト ベシュレンクテル ハフツング
(43) 公開日	平成16年1月29日 (2004.1.29)		Merck Patent Gesell
審査請求日	平成18年6月26日 (2006.6.26)		schaft mit beschrae
審査番号	不服2009-21711 (P2009-21711/J1)		nkter Haftung
審査請求日	平成21年11月9日 (2009.11.9)		ドイツ連邦共和国 デー-64293 ダ
(31) 優先権主張番号	02014013.3		ルムシュタット フランクフルター シュ
(32) 優先日	平成14年6月27日 (2002.6.27)		トラーセ 250
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		Frankfurter Str. 25
			O, D-64293 Darmstadt
			, Federal Republic o
			f Germany
		(74) 代理人	100102842
			弁理士 葛和 清司

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリマー化液晶材料を含む膜の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

均一な平面配向を有する第一のポリマー化液晶 (LC) 材料を含む第一の膜の直上に、均一なホメオトロピック配向を有する第二のポリマー化 LC 材料を含む第二の膜を製造する方法であって、前記第一の膜上に直接第二の重合可能な LC 材料を供給し、および前記第二の LC 材料をポリマー化する前記製造方法であって、ホメオトロピック配向を有する前記第二の膜のチルト角が、平面配向を有する前記第一の膜の重合のために使用される、UV光強度を変化させることによりコントロールされることを特徴とする、前記製造方法。

【請求項 2】

前記第一の膜中のポリマー化 LC 材料が、ねじれらせん構造および平面配向を有することを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記第二の重合可能な LC 材料が、1 個の重合可能な基 (単反応性) を有する 1 または 2 種以上の重合可能な化合物、および 2 または 3 以上の重合可能な基 (多反応性) を有する 1 または 2 種以上の重合可能な化合物を含むことを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記第二の重合可能な LC 材料が、1 または 2 種以上の多反応性化合物を材料中の固体成分のトータル量の質量で、5 ~ 42 % より低い量で含むことを特徴とする、請求項 3 に記載の方法。

10

20

【請求項 5】

平面配向を有する前記第一の膜を、基板上に第一の重合可能な LC 材料を供給し、それを平面配向に配列しおよび UV 光照射により重合することにより調製することを特徴とする、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 6】

前記第一の膜の重合に使用する UV 光の強度が $1 \cdot 1 \text{ watt/cm}^2$ よりも小さいことを特徴とする、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

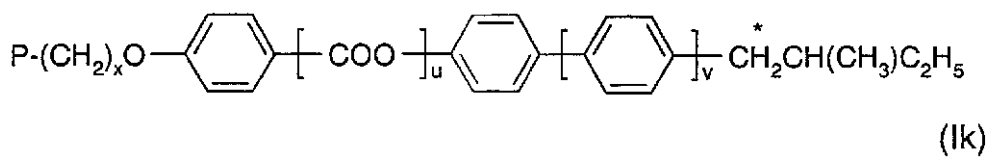
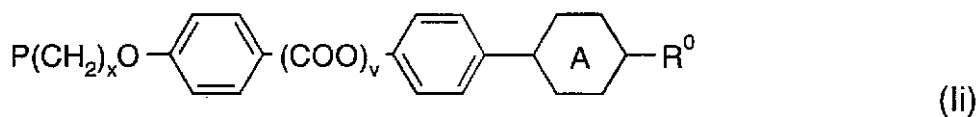
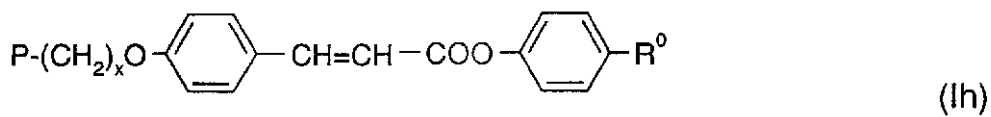
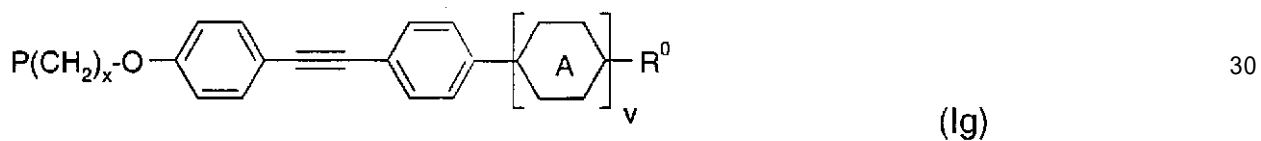
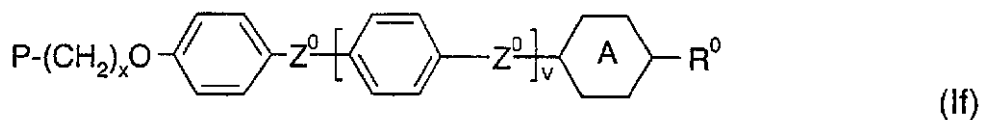
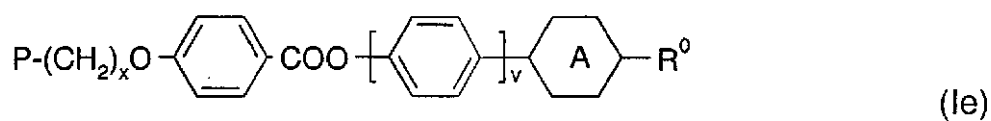
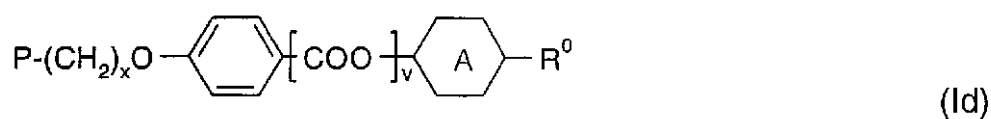
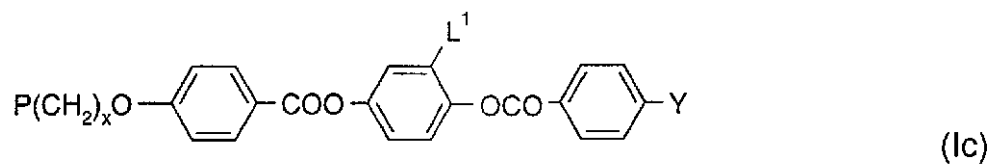
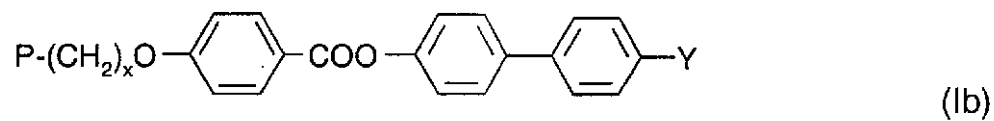
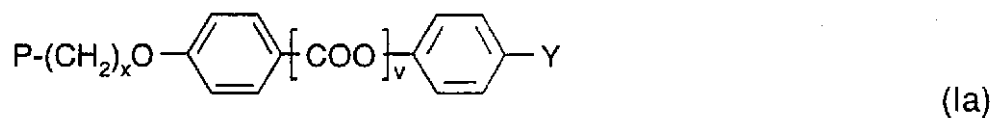
第一の膜の重合化に用いられる UV 曝露の光強度の最小量が $1 \cdot 1 \text{ W/cm}^2$ であることを特徴とする、請求項 5 に記載の方法。

10

【請求項 8】

第一のポリマー化 LC 材料および第二のポリマー化 LC 材料が以下の式 (I a) ~ (I q) および (II a) ~ (II e) から選択される化合物を含むことを特徴とする、請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載の方法。

【数 1】



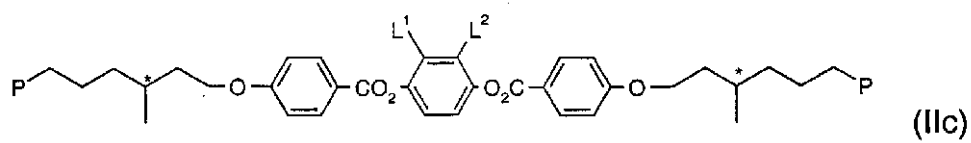
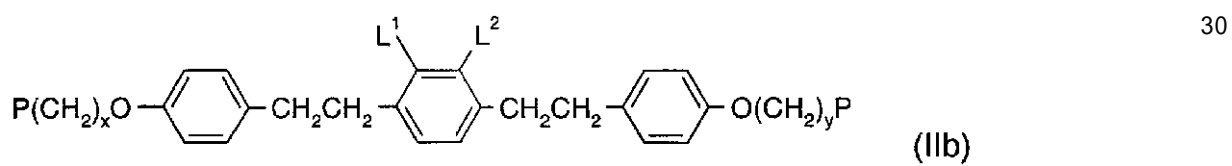
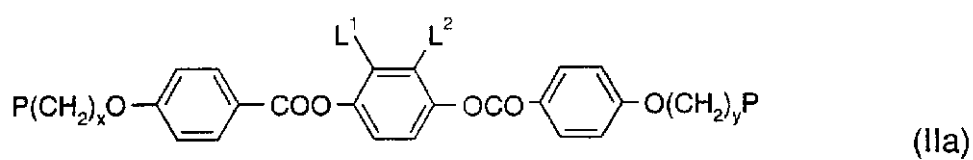
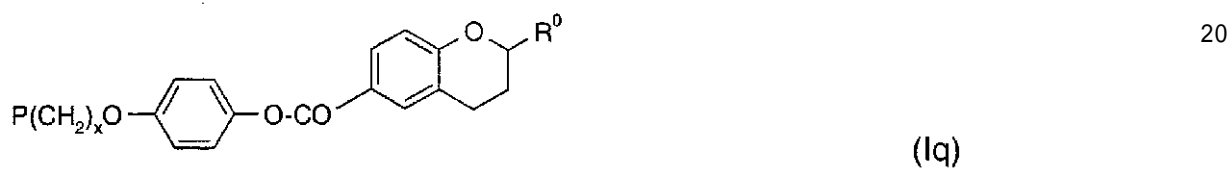
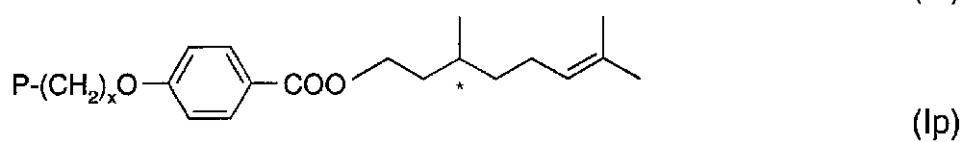
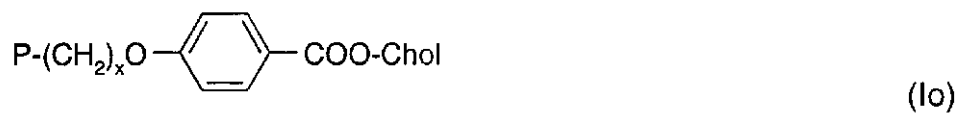
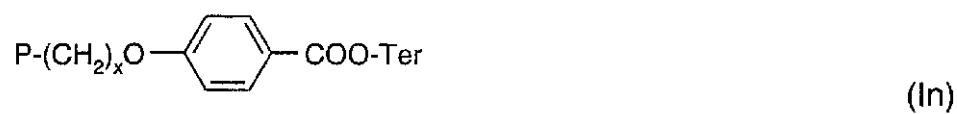
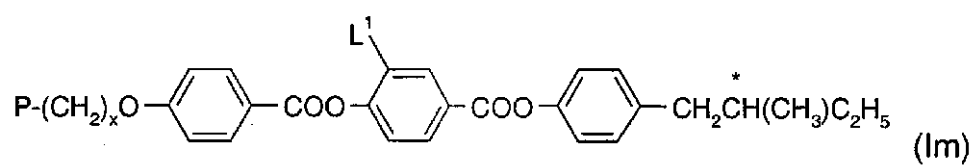
10

20

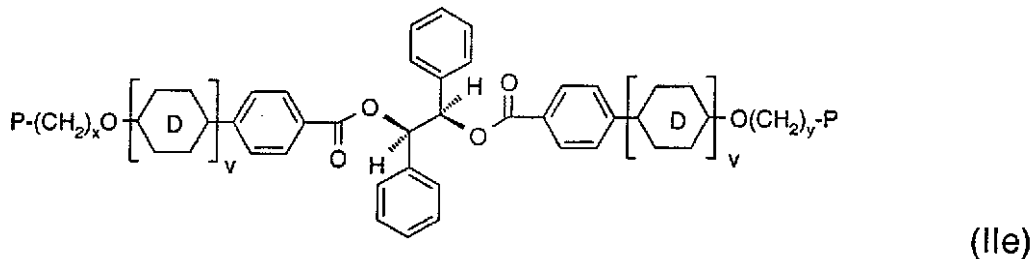
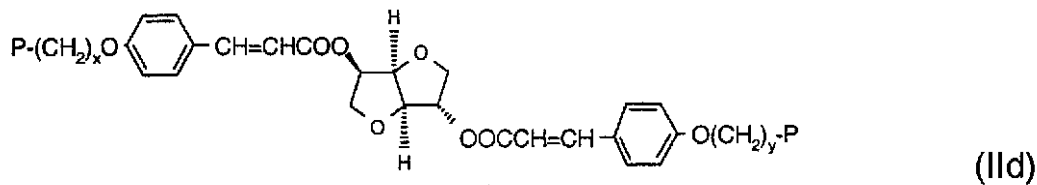
30

40

【数 2】



【数 3】



上記の式において、
 P は重合可能な基であり、
 x および y は、それぞれ独立して、1 ~ 12 であり、
 A および D は、L¹ により単、二もしくは三置換されてもよい 1,4-フェニレン、または 1,4-シクロヘキシレンであり、
 v は 0 または 1 であり、
 Z⁰ は -COO-、-OCO-、-CH₂CH₂- または単結合であり、
 Y は極性基であり、
 R⁰ は非極性アルキルまたはアルコキシ基であり、
 Ter は、テルペノイド基であり、
 Chol はコレステリル基であり、
 L¹ および L² は、それぞれ独立して、H、F、Cl、CN、または 1 ~ 7 個の炭素原子を有する、ハロゲン化されてもよい、アルキル、アルコキシ、アルキルカルボニル、アルコキシカルボニルもしくはアルコキシカルボニルオキシである。

【請求項 9】

第二の膜の製造のためのポリマー化 LC 材料が、
 - 1 または 2 種以上の二反応性アキラルメソゲン化合物を、質量で 5 ~ 41 %、
 - 1 または 2 種以上の単反応性アキラルメソゲン化合物を、質量で 49 ~ 90 %、
 - 1 または 2 種以上の光開始剤を、質量で 0.1 ~ 10 %
 を含むことを特徴とする、請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の方法。

【請求項 10】

請求項 1 ~ 9 のいずれかに記載の方法により得られた、均一配向を有する第一のポリマー化 LC 材料を含む少なくとも 1 種の第一の膜に直接隣接する、均一配向を有する第二のポリマー化 LC 材料を含む少なくとも 1 種の第二の膜を含む多層膜。

【請求項 11】

請求項 10 に記載の膜または多層膜の、光学または電気光学デバイスへの使用。

【請求項 12】

請求項 10 に記載の膜または多層膜を含む液晶ディスプレイ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、均一配向を有するポリマー化液晶材料を含む膜および多層膜の製造方法、および前記方法により得られた膜および多層膜、ならびに光学および電気工学用途でのそれらの使用に関する。

【 0 0 0 2 】

本明細書で記載するような膜に関連して、本明細書を通して使用される用語は、下記の定義で与えられる。

本明細書で使用する「膜」という用語は、おおよそ明白な機械的安定性および柔軟性を示す、自立の、すなわち独立の膜、並びに支持基板上または2つの基板の間の被覆または層を含む。

【 0 0 0 3 】

「液晶もしくはメソゲン材料」または「液晶もしくはメソゲン化合物」という用語は、1または2種以上のロッド状(rod-shaped)、板状(board-shaped)または円盤状(disk-shaped)のメソゲン基、すなわち液晶相挙動を誘導する能力を有する基を含む材料または化合物類を意味する。ロッド状または板状基を有する液晶化合物は、「カラミティック」液晶として当該技術分野で既知である。円盤状基を有する液晶化合物もまた、「ディスコティック」液晶として当該技術分野で既知である。メソゲン基を含む化合物または材料は、必ずしもそれら自身が液晶相を示さなければならないわけではない。それらが他の化合物との混合物でのみ、またはメソゲン化合物もしくは材料、またはそれらの混合物がポリマー化したとき、液晶相挙動を示すこともまた可能である。

10

【 0 0 0 4 】

簡易にするために、「液晶材料」という用語は、本明細書では液層材料およびメソゲン材料の両方に使用し、および「メソゲン(mesogen)」という用語は、材料のメソゲン基に使用する。

20

「ダイレクター(director)」という用語は、当該技術分野で既知であり、液晶材料のメソゲンの分子の長軸(カラミティック化合物の場合)、または分子の短軸(ディスコティック化合物の場合)の好ましい配向方向を意味する。

「平面構造」または「平面配向」という用語は、光学軸が膜平面に対して実質的に平行である膜を意味する。

【 0 0 0 5 】

「ホメオトロピック構造」または「ホメオトロピック配向」という用語は、光学軸が膜平面に対して実質的に垂直、すなわち膜法線に対して実質的に平行である膜を意味する。

「チルト構造」または「チルト配向」という用語は、光学軸が膜平面に対して0~90度の間の角度に傾いている膜を意味する。

30

「スプレー構造」または「スプレー配向」という用語は、上記で定義したチルト配向を意味し、さらにチルト角が、膜平面に垂直な方向に0~90°の間で、好ましくは最小値から最大値まで単調に変化する。

【 0 0 0 6 】

均一配向を有する単一軸方向(uniaxially)の正(positive)複屈折の液晶材料を含む、平面、ホメオトロピックおよびチルト光学膜において、膜の光学軸は、液晶材料のダイレクターによって与えられる。

「らせねじれ構造」という用語は、液晶材料の1又は2種以上の層を含む膜に関連し、液晶材料中のメソゲンを、分子副層で好ましい方向に、それらの主要な分子軸で配向させ、異なる副層中で前記の好ましい配向方向は、らせねじれのまわりに角度にねじれている。「平面配向を有するらせねじれ構造」という用語は、上記で記載したようにらせねじれ構造を有する膜を意味し、らせねじれは実質的に膜平面に垂直、すなわち膜法線に実質的に平行である。

40

【 0 0 0 7 】

【従来の技術】

均一配向のポリマー化液晶(LC)材料を含む異方性膜は、当該技術分野で既知である。それらは典型的にリタレーション、補償または偏向膜として、LCディスプレイまたは他の光学もしくは電子光学用途に使用される。平面LC膜は、特許文献1に例として記載される。ホメオトロピックLC膜は、特許文献2および特許文献3に例として記載される。チルトまたはスプレーLC膜は、特許文献4、特許文献5、特許文献6、特許文献7およ

50

び特許文献 8 に例として記載される。

【 0 0 0 8 】

多くの用途、たとえば液晶ディスプレイにおいては、スタック (stack)、または同一もしくは異なる配向を有する 2 もしくは 3 以上の LC 膜の多層膜などの光学部品としての使用が必要とされる。当該目的のために、通常、巨視的な配向 LC 膜は、プラスチック基板上に担持され、およびコーティング機で連続的に (on a roll to roll) 製造される。製造されたポリマー化 LC 膜は、その後、たとえば他の LC 膜または偏光板に積層される。

【 0 0 0 9 】

積層方法は、典型的に、膜に感圧接着 (PSA) シートを貼り付け、所望の部品に取り付け、その後もとのプラスチック基板の除去を伴う。LC 膜が、他の LC 膜とともに使用される場合、該支持基板からこれを同様に除去しなければならない。各積層段階は、労力および材料の両方が費やされる。また、PSA シートの使用は、材料コストおよび、しばしばフラットパネルディスプレイでの使用が望ましくない最終多層膜厚さを上昇させる。

【 0 0 1 0 】

また、ホメオトロピック膜では、たとえば多くはアルミニウム処理されたプラスチック基板が、ホメオトロピック配向を誘導するのに使用され、たとえば特許文献 9 に例が記載される。この場合、プラスチック基板表面のアルミニウムの低接着性のため、層間剥離がアルミニウムを除去することがあり、欠陥率の上昇につながる。また、したがって製造されたホメオトロピック膜は、ときおり減少した機械安定性を示す。たとえば、環境室中で、ホメオトロピック LC 膜の耐久性試験を行ったとき、他の膜と積層したときにクラックを生じる傾向を示した。

【 0 0 1 1 】

【 特許文献 1 】

国際公開第 9 8 / 0 0 4 6 5 1 号パンフレット

【 特許文献 2 】

国際公開第 9 8 / 0 0 4 7 5 号パンフレット

【 特許文献 3 】

英国特許第 2 3 2 4 3 8 2 号明細書

【 特許文献 4 】

米国特許第 5 6 1 9 3 5 2 号明細書

【 特許文献 5 】

国際公開第 9 7 / 4 4 4 0 9 号パンフレット

【 特許文献 6 】

国際公開第 9 7 / 4 4 7 0 2 号パンフレット

【 特許文献 7 】

国際公開第 9 7 / 4 4 7 0 3 号パンフレット

【 特許文献 8 】

国際公開第 9 8 / 1 2 5 8 4 号パンフレット

【 特許文献 9 】

英国特許第 2 3 2 4 3 8 2 号明細書

【 0 0 1 2 】

【 発明が解決しようとする課題 】

本発明の目的は、従来技術で既知の膜の欠点を有さず、大規模でさえ容易かつ経済的に成形加工できる、ポリマー化 LC 材料を含む異方性膜の製造方法を提供することである。

本発明の他の目的は、容易に製造され、改善された機械安定性、特に他の膜との積層時にクラックを生じる傾向を減じ、および LC ディスプレイで使用した場合良好な光学特性を有する、ポリマー化 LC 膜を提供することである。

【 0 0 1 3 】

本発明の他の目的は、同一または異なる配向を有する 1 種のポリマー化 LC 膜よりも多くのスタックを製造し、従来技術で既知の方法より労力および材料の消耗を減じ、ならびに

10

20

30

40

50

製造工程および必要な部品数を減少させる、改善した製造方法を提供することである。本発明の他の目的は、下記の詳細な説明により、当業者には瞬時に明白である。

【課題を解決するための手段】

【0014】

上記の目的を、本発明により供給される方法、膜、膜の多層膜により達成することができる。

特に、本発明者らは、ポリマー化LC材料膜を、基板として働く別の配向液晶層上に直接製造する方法により、上記目的を達成できることを見いだした。この方法の特典は、たとえば、使用するプラスチック基板量を減少し、および特に必要とされる積層工程数を減少することである。これは製造コスト削減につながる。

10

【0015】

本発明のさらなる側面は、ポリマー化LC材料を含む膜の機械的安定性を向上する方法、特に、膜が機械的ストレスを受けるとき、たとえば、他の膜に積層するとき、膜を製造するために使用される重合可能な材料中で架橋の程度を減少することにより、クラックの数を減少する方法に関する。本発明者らは、重合可能なLC材料中の多反応性(multireactive)化合物(2または3個以上の重合可能な基を有する化合物)量が減少すると、膜安定性が上昇し、およびクラックの数が減少することを見いだした。しかしながら、重合可能な混合物中の多反応性化合物の若干量は、安定で、自立膜を得るために必要である。

【0016】

本発明のさらなる側面は、ホメオトロピックまたはチルト配向を有する第二のポリマー化LC膜中で、チルト角をコントロールする方法に関し、基板として働く平面配向を有する第一のポリマー化LC膜上に、重合可能なLC材料をUV光硬化することにより製造し、前記第一の平面LC膜もまた、重合可能な液晶材料をUV光硬化することにより製造する。本発明者らは、第二のLC膜のチルト角を、前記第一のLC膜の光硬化に使用されるUV強度を減少することにより、0°(ホメオトロピック)~より高い値(チルト)まで変化できることを見いだした。

20

【0017】

本発明は、第一の膜上に直接第二の重合可能なLC材料を供給し、前記第二にLC材料をポリマー化することにより、均一配向を有する第一のポリマー化LC材料を含む前記第一の膜上に、均一配向を有する前記第二の重合可能な液晶材料(LC)を含む前記第二の膜を、直接製造する方法に関する。

30

【0018】

本発明はさらに、ホメオトロピック、チルトまたはスプレー配向を有する第二のポリマー化LC材料を含む第二の膜を製造する方法に関し、平面配向を有する重合可能なLC材料の第一の膜上に、第二の重合可能なLC材料を供給し、およびそれをポリマー化し、平面配向を有する前記第一の膜は、基板上に第一の重合可能なLC材料を供給し、平面配向に配列し、およびUV光照射によりポリマー化することにより製造され、ホメオトロピック、チルトまたはスプレー配向を有する前記第二の膜のチルト角が、平面配向を有する前記第一の膜の重合のために使用される、UV光強度を変化させることによりコントロールされることを特徴とする。

40

【0019】

本発明はさらに、平面配向および任意にらせん構造を有する第一のポリマー化LC材料の第一の膜上に、第二の重合可能なLC材料を供給し、第二のLC材料を重合することにより、ホメオトロピック、チルト、またはスプレー配向を有しおよび向上した機械安定性を有する、第二のポリマー化LC材料を含む第二の膜を製造する方法に関し、前記第二の重合可能なLC材料は、1つの重合可能な基(単反応性)を有する1または2種以上の化合物および2または3以上の重合可能な基(多反応性)を有する1または2種以上の化合物を含み、前記第二の膜の機械安定性は、前記第二の重合可能なLC材料中の多反応性化合物の量を変化させることによりコントロールすることを特徴とする。

【0020】

50

本発明はさらに、本明細書に記載の方法により得られる、ホメオトロピック、チルトまたはスプレー配向を有するポリマー化LC材料を含む膜に関する。

本発明はさらに、本明細書に記載の方法により得られる、均一配向を有する第二のポリマー化LC材料の少なくとも1種を含む多層膜に関し、前記第二の膜は、均一配向を有する第一のポリマー化LC材料を含む第一の膜の少なくとも1つに直接隣接する。

【0021】

本発明はさらに、本明細書に記載の、光学または電気光学デバイス中での膜または多層膜の使用に関する。

本発明はさらに、本明細書に記載の膜または多層膜を含む液晶ディスプレイに関する。

【0022】

他に述べなければ、本発明のポリマー化LC膜の一般的な製造は、文献により既知の標準方法により行われる。典型的に、重合可能なLC材料は被覆され、またはさもなければ均一配向に配列する基板上に用いられ、およびin situでLC相、たとえば加熱または化学線への曝露により重合し、好ましくは光重合、非常に好ましくはUV-光重合により重合し、これによりLC分子の配列を固定する。均一配列はまた、剪断、基板の表面処理、またはLC材料への界面活性剤の添加などの追加の手法により、誘導または増強することができる。

【0023】

この手順による平面LC膜の製造は、たとえばWO 98/04651に記載され、ホメオトロピックLC膜の製造は、たとえばWO 98/00475に記載され、チルトまたはスプレーLC膜は、たとえばUS5,619,352、WO 97/44702およびWO 98/12584に記載され、これらのすべての文書の全体の開示は、参照により本明細書に組み込まれる。

【0024】

平面配向を有するらせねじれLC膜を使用する場合は、好ましくはポリマー化キラルLC、特にショートピッチおよびUV線域で反射するコレステリックLC(CLC)材料を含む膜が好ましく、これは、たとえばGB 2,315,072およびWO 01/20394に記載される、「UVCLC」膜または「高ねじれAプレート」として文献で既知であり、これらの全体の開示は、参照として本明細書に組み込まれる。

【0025】

本発明の第一の好ましい実施態様は、基板として働く均一配向を有する第一のポリマー化LC材料を含む第一の膜上に、均一配向を有する第二のポリマー化LC材料を含む第二の膜を直接製造する方法に関する。

【0026】

第二のポリマー化LC膜を、上記に記載のように、第二の重合可能なLC材料を基板上に供給し、およびin situで材料を重合することにより製造する。しかしながら、従来の方法と対照的に、平面配向を有する第一のポリマー化LC膜は基板として使用される。

【0027】

平面配向を有する前記第一のLC膜は、たとえば基板上に第一の重合可能なLC材料を供給し、それを平面配向に配列し、およびUV光の照射により重合するという、当業者に既知で文献に記載の標準的な手続きにより製造される。

【0028】

本発明者らは、前記第一の平面ポリマー化LC膜上に供給される、第二の重合可能なLC混合物を、ホメオトロピック配列し、および第二のポリマー化LC膜を形成するために硬化できることを見いだした。結果として、第二の膜中のポリマー化LC材料は、ホメオトロピック、チルトまたはスプレー配向を有する。配向はさらに、下記に記載の第二の好ましい実施態様のようにコントロールすることができる。

【0029】

非常に好ましい実施態様は、

- 前記第一の膜中のポリマー化LC材料が、平面配向を有する。
- 前記第一の膜中のポリマー化LC材料が、らせねじれ構造および平面配向を有する。

10

20

30

40

50

- 前記第二の膜中のポリマー化LC材料が、ホメオトロピック配向を有する。
- 前記第二の膜中のポリマー化LC材料が、チルトまたはスプレー配向を有する。

ものである。

【0030】

下記の組み合わせは殊に好ましい：

第二の膜中のポリマー化LC材料が、ホメオトロピック配向を有しおよび第一の膜中のポリマー化LC材料が平面配向を有する。

第二の膜中のポリマー化LC材料が、ホメオトロピック配向を有しおよび第一の膜中のポリマー化LC材料が平面配向を有するら旋ねじれ構造を有する。

第二の膜中のポリマー化LC材料が、チルトまたはスプレー配向を有しおよび第一の膜のポリマー化LC材料中が、平面配向を有する。

10

【0031】

スプレー膜は、好ましくは、おおよそ連続的なチルトプロフィール、チルト角が好ましくは $0 \sim 90^\circ$ の範囲、殊に好ましくは $0 \sim 5^\circ$ の間から $85 \sim 90^\circ$ の間で変化するチルトプロフィールを有する。スプレー膜の軸上のリタデーション（すなわち 0° の視野角）は、好ましくは $50 \text{ nm} \sim 150 \text{ nm}$ 、殊に好ましくは $70 \text{ nm} \sim 120 \text{ nm}$ である。これらの値は、平面膜から分離して測定されたスプレー膜のものである。

【0032】

平面膜は、好ましくは $0.5 \sim 2$ ミクロン、殊に好ましくは $0.75 \sim 1.3$ ミクロンの厚さを有する。平面膜の軸上のリタデーションは、好ましくは $30 \text{ nm} \sim 250 \text{ nm}$ である。

20

2層膜の組み合わせのリタデーションは、2つの個々の膜のリタデーションの加法である。

本発明の第二の好ましい実施態様は、基板として働く平面配向を有する第一のポリマー化LC材料からなる第一の膜上に製造される、第二のポリマー化LC材料を含む、第二の膜中のLC分子の配向のコントロール方法に関する。

【0033】

平面配向を有する第一のLC膜を、たとえば基板上に第一の重合可能なLC材料を供給し、平面配向に配列し、およびUV光の曝露により重合することにより製造する。

第二のポリマー化LC膜を、上記に記載のように、第二の重合可能なLC材料を、前記第一の平面膜上に供給し、ホメオトロピック配向し、および前記第二の材料を重合することにより製造する。

30

【0034】

第二のLC膜のホメオトロピック配向は、基板として働く前記下層の第一の平面LC膜がその製造中に対象とされた、UV光量を変化させることによりコントロールすることができる。

たとえば、第一の平面LC膜を、不十分なUV強度で平面配向した第一のLC混合物のUV光重合により製造した基板として使用する場合は、前記平面膜上の第二の重合可能なLC混合物は良好なホメオトロピック配向を示さない。

【0035】

良好なホメオトロピック配向は、第一の膜に十分な強度のUV光を照射した場合に、達成することができる。

40

結果として、必要とされる第一の平面LC膜の調製には、ホメオトロピック配向が第二のLC膜中で製造されないUV曝露の量の最小値が存在する。必要とされる光強度の最小量は、使用される重合可能な混合物による。下記に示す好ましい混合物では、光強度の量は、好ましくはおよそ 1.1 W/cm^2 またはこれより高いが、しかしながら本発明はこの値には限定されない。

【0036】

本発明の第三の好ましい実施態様は、基板として働く平面配向を有する第一のポリマー化LC材料からなる第一の膜上に製造される、第二のポリマー化LC材料を含む第二の膜の

50

機械安定性を向上する方法に関する。

第二のポリマー化LC膜を、上記に記載のように、前記第一の平面膜上に重合可能なLC材料を供給し、およびそれを重合することにより製造する。第二のLC膜は、好ましくはホメオトロピック、チルト、またはスプレー配向を有する。

【0037】

前記第二の膜の製造に使用される重合可能なLC材料は、1つの重合可能な基（単反応性）を有する少なくとも1種の重合可能な化合物および2または3以上の重合可能な基（多反応性）を有する少なくとも1種以上の重合可能な化合物を含む。

この実施態様によると、前記第二の膜の機械安定性は、第二のポリマー化LC膜の架橋密度を変化させることによりコントロールされる。

10

【0038】

多反応性化合物が重合可能な材料中に存在する場合、三次元ポリマーネットワークが形成され、およびLC材料の配向は、永久的に固定される。そのようなネットワークで作られる光学リタデーション膜は、自立し、ならびに高い機械的および熱的安定性、その物理的および光学的特性の温度に対する低依存性を示す。

【0039】

多反応性化合物の濃度を変化させることにより、ポリマー膜の架橋密度ならびに、光学リタデーション膜の光学特性の温度依存性のためにまた重要である、ガラス転移温度、熱および機械安定性、または溶媒耐性などの物理的および化学的特性を、調製することができる。

20

【0040】

特に、本発明者らは、最小値から最大値まで多反応性化合物の量を変化させることにより、ポリマー化LC膜の機械安定性を向上できることを見いだした。このように、たとえば、LC膜を他の膜に積層する場合、クラックの数を減少する。

【0041】

非常に好ましくは、重合可能なLC材料は、1または2種以上の多反応性化合物、特に多反応性メソゲン化合物を、材料中の固形成分のトータル量の質量に対し、5～42%より低い量で、好ましくは5～40%、非常に好ましくは5～33%含む。

【0042】

殊に好ましいのは、クラッキングに対し安定性が向上した上記の本発明の方法により得られた膜である。重合可能なLC材料は、好ましくは1または2種以上の単反応性の重合可能なメソゲン化合物および1または2種以上の二または多反応性の重合可能なメソゲン化合物を含む。

30

【0043】

本発明に使用される重合可能なメソゲンの単、二および多反応性化合物は、それ自体既知の方法により製造することができ、前記方法はたとえば、Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, Thieme出版, Stuttgartなどの有機化学の標準的学術書に記載される。典型的な例は、たとえば、WO 93/22397, EP 0 261 712, DE 19504224, DE 4408171およびDE 4405316に記載される。これらの文書に開示される化合物は、しかしながら単に例として見なされるものであり、本発明の範囲を制限するものではない。

40

【0044】

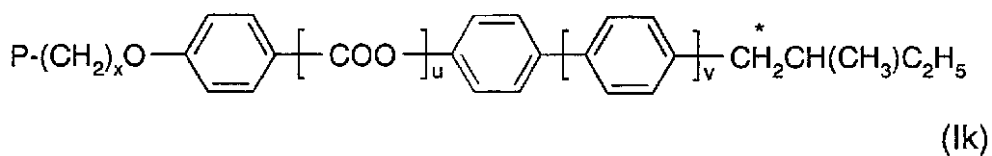
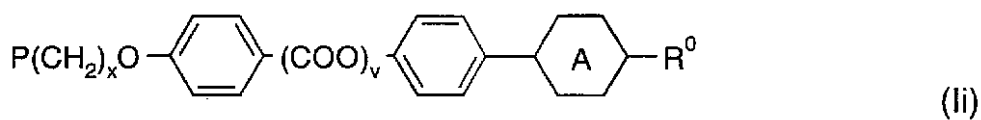
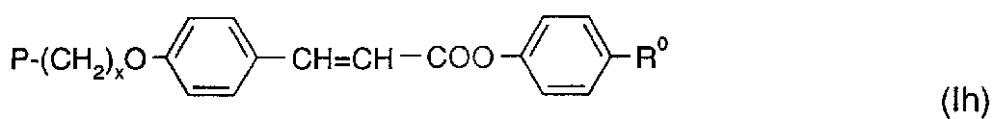
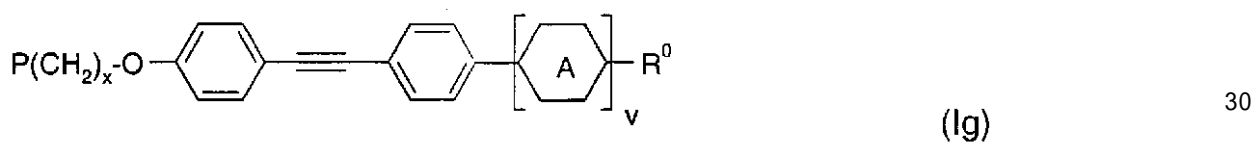
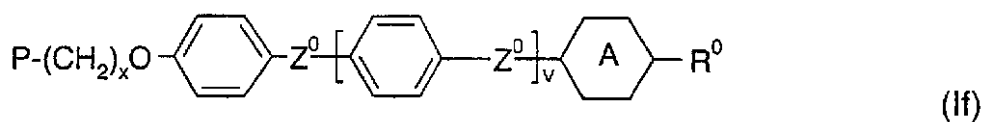
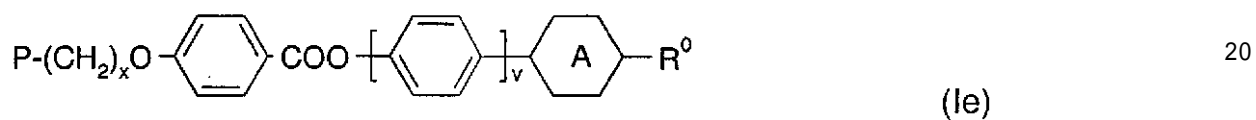
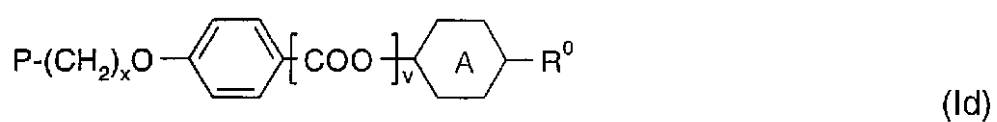
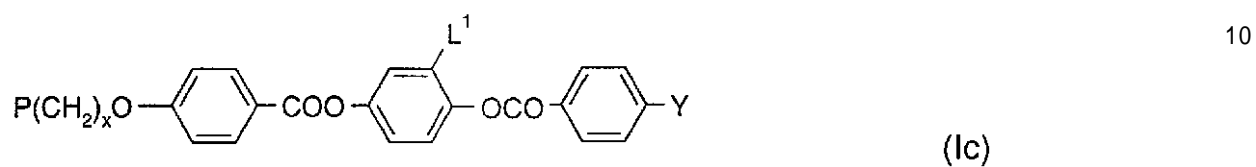
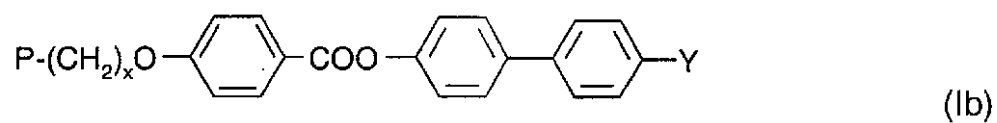
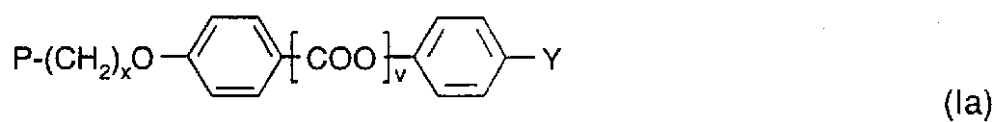
本明細書に記載の非常に好ましい液晶またはメソゲン材料、化合物およびポリマー化合物は、改良した色度を有する良好な光学性能を提供し、および殊にモノマーの場合、大規模にポリマー膜を製造する際殊に重要である、望ましい配向に容易かつ迅速に配向できる、カラミティック液晶またはメソゲン材料から選択される。

【0045】

殊に有効なカラミティック単 - および二反応性の重合可能なメソゲン化合物を表わす例は、化合物の下記のリストで示され、これはしかしながら、単に説明として用いられ、本発明の説明の代わりとして用いられ、何ら本発明を制限するものではない。

【化1】

50



【 0 0 4 6 】

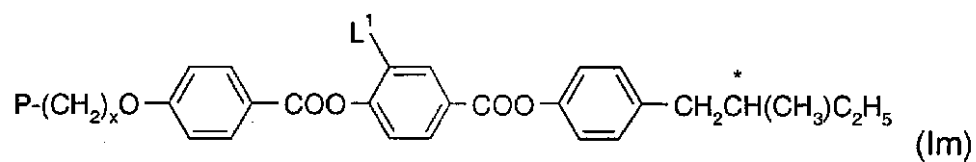
【 化 2 】

10

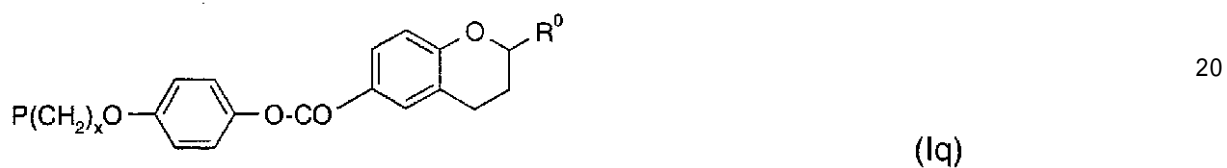
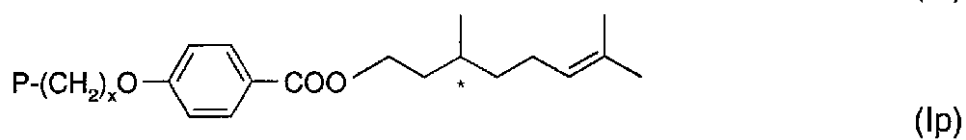
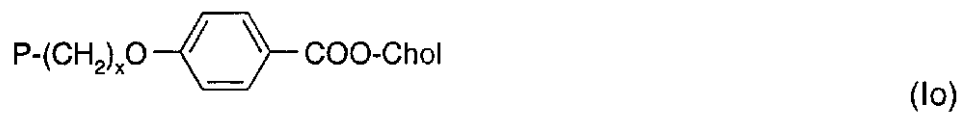
20

30

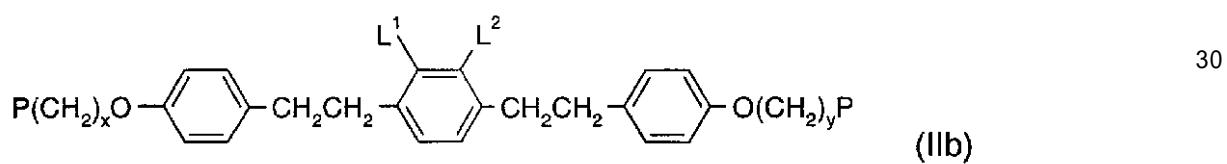
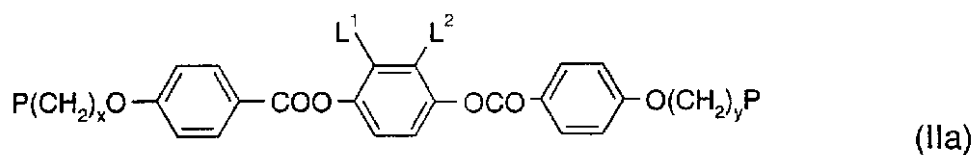
40



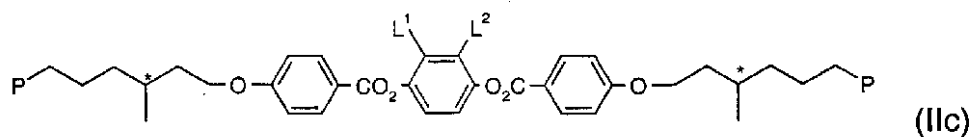
10



20



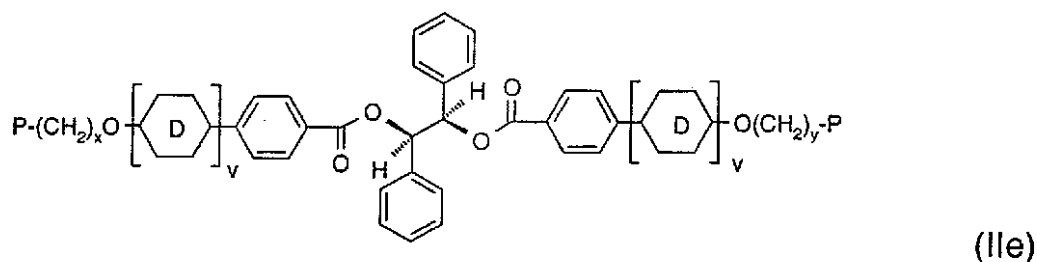
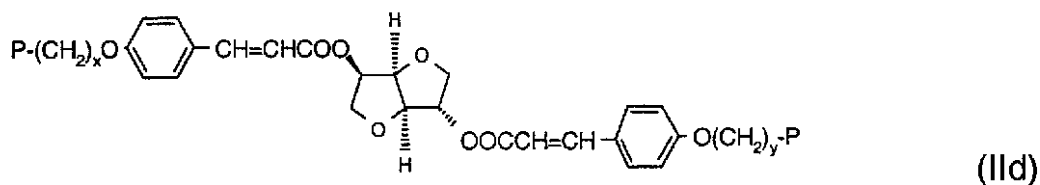
30



【 0 0 4 7 】

【 化 3 】

40



【 0 0 4 8 】

上記の式において、Pは重合可能な基であり、好ましくはアクリル、メタクリル、ビニル、ビニルオキシ、プロペニルエーテル、エポキシまたはスチレン基であり、xおよびyは、それぞれ独立して、1～12であり、AおよびDは、任意にL¹により単、二もしくは三置換される1,4-フェニレンまたは1,4-シクロヘキシレンであり、vは0または1であり、Z⁰は-COO-、-OCO-、-CH₂CH₂-または単結合であり、Yは極性基であり、R⁰は非極性アルキルまたはアルコキシ基であり、Terは、たとえばメンチルなどのテルペノイド基であり、Cholはコレステリル基であり、ならびにL¹およびL²は、それぞれ独立して、H、F、Cl、CNまたは1～7個の炭素原子を有する、任意にハロゲン化されたアルキル、アルコキシ、アルキルカルボニル、アルコキシカルボニルもしくはアルコキシカルボニルオキシである。

【 0 0 4 9 】

これに関連して、「極性基」という語は、F、Cl、CN、NO₂、OH、OCH₃、OCN、SCN、4個までの炭素を有する任意にフッ素化されたカルボニルもしくはカルボキシル基、または1～4個の炭素原子を有する単-、オリゴ-もしくは多フッ素化アルキルもしくはアルコキシ基を意味する。

「非極性基」という語は、1もしくは2以上、好ましくは1～12個の炭素原子を有するアルキル基、または2または3以上、好ましくは2～12個の炭素原子を有するアルコキシ基を意味する。

【 0 0 5 0 】

ホメオトロピック、チルトおよびスプレー膜の調製用に好ましい重合可能な液晶材料は、
 - 1または2種以上の二反応性アキラルメソゲン化合物を、質量で5～41%、好ましくは5～40%、非常に好ましくは5～32%、
 - 1または2種以上の単反応性アキラルメソゲン化合物を、質量で49～90%、好ましくは50～85%、
 - 1または2種以上の光開始剤を、質量で0.1～10%を含む。

【 0 0 5 1 】

単反応性アキラル化合物は、好ましくは上記の式Ia～IfおよびIiから選択され、特にvが1であるIaおよびIeである。

二反応性アキラル化合物は、好ましくは上記の式IIaおよびIIbから選択され、特にIIaである。

【 0 0 5 2 】

らせんねじれ構造を有する平面膜の調製のために、重合可能なLC材料は好ましくは、1または2種以上の重合可能なアキラルメソゲン化合物および少なくとも1種のキラル化合物

10

20

30

40

50

を含む。キラル化合物は、たとえば通常のキラルドーパントなどの重合できないキラル化合物、重合可能なキラル非メソゲンまたは重合可能なキラルメソゲン化合物から選択することができる。

【0053】

適当なドーパントは、たとえば商業的に入手可能な R もしくは S 8 1 1、R もしくは S 1 0 1 1、R もしくは S 2 0 1 1 または C B 1 5 (Merck KGaA, Darmstadt, Germany) から選択することができる。非常に好ましくは、高ら旋ねじれ力 (H T P) を有するキラルドーパントであり、特に WO 98/00428 に記載されるソルビトール基を含むドーパント、GB 2, 328, 207 に記載されるヒドロベンゾイン基を含むドーパント、WO 02/94805 に記載されるキラルピナフチル誘導体、WO 02/34739 に記載されるキラルピナフトールアセタール誘導体、WO 02/06265 に記載されるキラル T A D O L 誘導体、ならびに WO 02/06196 および WO 02/06195 に記載される少なくとも 1 個のフッ素化リンケージおよび末端または中央キラル基を有するキラル化合物である。

10

【0054】

重合可能な材料は、また溶媒中、好ましくは有機溶媒に溶解することができる。溶液は、その後、たとえばスピンコーティングまたは他の既知の技術により基板上に被覆され、および溶媒をポリマー化前に蒸発させる。ほとんどの場合、溶媒の蒸発を促進するために、混合物を加熱することが適当である。

【0055】

L C 材料のポリマー化は、好ましくは、化学線へ曝露することにより達成される。化学線は、U V 光、I R 光もしくは可視光などの光の照射、X 線またはガンマ線などの放射、またはイオンもしくは電子などの高エネルギー粒子の放射を意味する。好ましくはポリマー化は、光照射 (photoirradiation)、特に U V 光、非常に好ましくは直線偏光 U V 光によって行われる。化学線の線源としては、たとえば単一 U V ランプ、または U V ランプセットなどを用いることができる。高ランプ力を使用すると、硬化時間を減少することができる。光照射のための他の可能な線源は、たとえば U V レーザー、I R レーザーまたは可視レーザーなどのレーザーがある。

20

【0056】

ポリマー化は、化学線の波長で吸収する開始剤の存在下で行う。たとえば、U V 光の手法で重合するとき、光開始剤は、ポリマー化反応を開始するフリーラジカルまたはイオンを製造するために、U V 光で分解するものを使用することができる。U V 光開始剤は、特にラジカル (radicalic) U V 光開始剤が好ましい。ラジカル重合用の標準的光開始剤、たとえば商業的に入手可能な、I r g a c u r e (登録商標) 9 0 7、I r g a c u r e (登録商標) 6 5 1、I r g a c u r e (登録商標) 1 8 4、D a r o c u r e (登録商標) 1 1 7 3 または D a r o c u r e (登録商標) 4 2 0 5 (すべて Ciba Geigy AG) が使用でき、カチオン光開始剤の場合は、商業的に入手可能な U V I 6 9 7 4 (Union Carbide) が使用できる。

30

【0057】

重合可能な L C 材料は、加えて 1 または 2 種以上の他の適当な成分、たとえば触媒、感光剤、安定剤、連鎖移動剤、抑制剤、共反応性 (co-reacting) モノマー、表面活性化合物、潤滑剤、湿潤剤、分散剤、疎水剤、接着剤、流動性向上剤 (flow improvers)、消泡剤、脱気剤、希釈剤、反応性希釈剤、補助剤 (auxiliaries)、着色剤、染色剤または顔料などを含むことができる。

40

【0058】

他の好ましい実施態様において、重合可能な材料の混合物は、1 個の重合可能な官能基を有する単反応性非メソゲン化合物を、70%まで、好ましくは 1 ~ 50% 含む。典型的な例は、1 ~ 20 個の炭素原子を有するアルキルの、アルキルアクリレートまたはアルキルメタクリレートである。

【0059】

ポリマーの架橋を増加させるために、重合可能な L C 材料に、あるいはまた、ポリマーの

50

架橋を増加させる二 - もしくは多反応性の重合可能なメソゲン化合物に加え、2または3以上の重合可能な官能基を有する非メソゲン化合物を20%まで添加することができる。二反応性非メソゲンモノマーの典型的な例は、1~20個の炭素原子からなるアルキルを有するアルキルジアクリレートまたはアルキルジメタクリレートである。多反応性の非メソゲンモノマーの典型的な例は、トリメチルプロパン トリメタクリレートまたはペンタエリスリトール テトラアクリレートである。

【0060】

ポリマー膜の物理的特性を改変するために、重合可能な材料に1または2種以上の連鎖移動剤を添加することもできる。殊に好ましいのは、チオール化合物であり、たとえばドデカンチオールなどの単一官能基チオール化合物、またはたとえばトリメチルプロパントリ (3 -メルカプトプロピオネート) などの多官能基チオール化合物であり、非常に好ましくはメソゲンまたは液晶チオール化合物である。連鎖移動剤を添加すると、本発明のポリマー膜における2つの架橋間の遊離ポリマー鎖長および/またはポリマー鎖長を、コントロールすることができる。連鎖移動剤の量を増加すると、得られるポリマー膜のポリマー鎖長は、減少する。

【0061】

本発明による膜は、通常のLCDにおいてリタデーションまたは補償膜として使用することができ、特にたとえば、ECB (電気制御複屈折)、CSH (カラスーパーホメオトロピック)、VANもしくはVAC (垂直配向ネマティックもしくはコレステリック) ディスプレイなどのDAP (配列相変形) もしくはVA (垂直配向) モードの膜、MVA (マルチドメイン垂直配向) もしくはPVA (パターン垂直配向) ディスプレイ、またはたとえばOCB (光学補償ベントセルもしくは光学補償複屈折)、R-OCB (反射型OCB)、HAN (ハイブリッド配向ネマティック) もしくはpi-cell (-セル) ディスプレイなどのベントモードもしくはハイブリッド型ディスプレイ、さらにまたTN (ツイストネマティック) ディスプレイ、HTN (高ツイストネマティック) もしくはSTN (スーパーツイストネマティック) モード、AMD-TN (アクティブマトリックス駆動TN) ディスプレイ、「スーパーTFT」ディスプレイとして知られるIPS (インプレーンスイッチング) ディスプレイまたはWO 02/93244 A1に例として記載される等方性モードディスプレイにおいても使用できる。

【0062】

殊に好ましいのは、VA、MVA、PVA、OCBおよびpi-cellディスプレイである。

下記の例は、限定することなく本発明を説明するのに役立つ。本明細書全体において、他に説明がない限り、全ての温度は摂氏度で与えられ、およびすべてのパーセントは質量による。

【0063】

例1 - 平面配向LC膜上の被覆されたホメオトロピック配向LC膜の連続的な調製

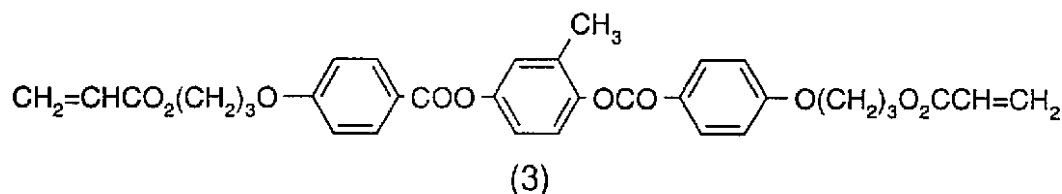
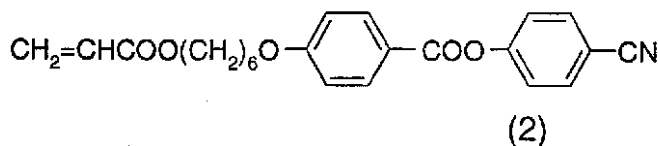
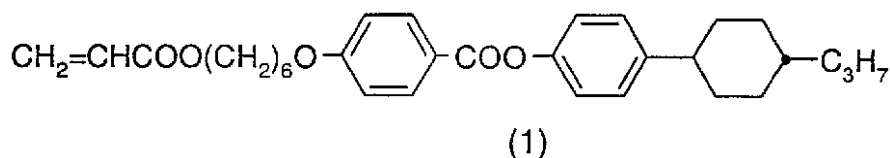
1A) 平面LC膜の調製

重合可能なLC混合物1Aは、下記のように処方された。

単反応性化合物 (1)	32.9%
単反応性化合物 (2)	18.8%
二反応性化合物 (3)	42.2%
Irgacure 907 (登録商標)	5.6%
Fluorad FC 171 (登録商標)	0.5%

【0064】

【化4】



10

【 0 0 6 5 】

単反応性化合物 (1) およびその調製は、GB2,280,445に記載される。単反応性化合物 (2) を、D. J. Broer et al., Makromol. Chem. 190, 3201-3215(1989)に記載される方法に類似した方法で調製することができる。二反応性化合物 (3) を、WO 93/22397に記載されるように調製することができる。I r g a c u r e 9 0 7 は、商業的に入手可能な光開始剤 (Ciba AG, Basel, Switzerlandより) である。F l u o r a d F C 1 7 1 は商業的に入手可能な非イオン性フッ化炭素界面活性剤 (3Mより) である。

20

【 0 0 6 6 】

トルエン/シクロヘキサノン 7 : 3 に溶解した混合物 1 A の 1 7 . 5 % 溶液を、調製し、および 0 . 2 μ m で濾過した。R K コーター (Koater) を、1 0 0 μ m の厚さのハイファイ P E T でウェブ (web) した。基板を、ベルベットでカバーしたラビングローラーで、1 0 0 0 r p m にセットし、ラビングした。ウェブ速度 3 m / min で被膜溶液を、3 . 6 m / min で回転させながらトリヘリカルグラビア (trihelical gravure) 1 5 0 l p i で塗布する。溶媒をオープンで 6 0 ° で除去し、および混合物を U V ランプで 6 0 % のパワーで重合した。

30

【 0 0 6 7 】

製造された平面ポリマー化 L C 膜は、透明で 1 . 2 μ m の厚さにうまく配列した。平面膜を、膜のリタデーションを、P E T の複屈折からの干渉がなく測定できるように P S A を有する T A C 上に積層することにより、P E T から剝離した。軸のリタデーションは、1 7 2 . 2 n m であり、プロフィールを図 1 に示す。

【 0 0 6 8 】

1 B) ホメオトロピック L C 膜の調製

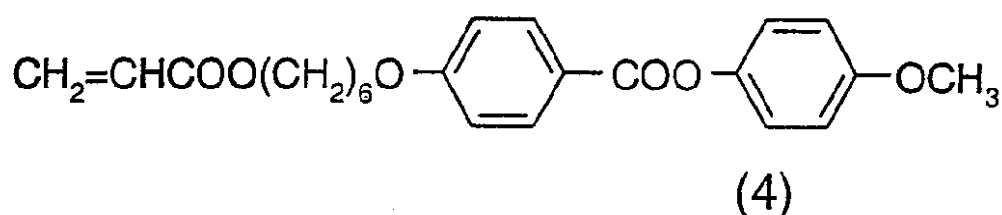
重合可能な L C 混合物 1 B は、下記のように処方された。

40

単反応性化合物 (1)	3 0 . 8 %
単反応性化合物 (2)	2 1 . 8 %
二反応性化合物 (3)	2 0 . 1 %
単反応性化合物 (4)	2 1 . 8 %
I r g a c u r e 9 0 7 (登録商標)	5 . 5 %

【 0 0 6 9 】

【 化 5 】



単反応性化合物 (4) は、D. J. Broer et al., Makromol. Chem. 190, 3201-3215(1989) に記載される方法に従って、またはそれに類似した方法で調製することができる。

【0070】

RKコーターを、被覆するホメオトロピック液晶層用にセットした。例1AのようにPET上に調製した平面膜を、機械に搬送した。トルエン/シクロヘキサノン7:3に溶解した混合物1Bの20%溶液を、ウェブ上の平面被覆上にコーティングした。機械速度および条件を、下記の2つの変化を除いて、同様に維持した。トリヘリカルグラビアを90lp*i*とし、ラビングローラをウェブパスから除去した。

【0071】

前記方法により、平面配向液晶のトップに、透明でよく配向したホメオトロピックコーティングが製造され、ホメオトロピック層の厚さはおよそ3 μmであった。

PETから除去およびTACへの積層後、組み合わされた膜のリタデーションを測定し、軸上で182.7 nmであることが判った。リタデーションプロファイルを図2に示す。

【0072】

例2 - ホメオトロピック配向LC膜の耐久性

2A) 平面LC膜上に調製されたホメオトロピックLC膜

平面LC膜を、上記例1Aで記載の方法と、使用される基板がTACであることを除いて、類似の方法でRKコーターで調製した。ホメオトロピック配向LC層に、トルエン/シクロヘキサノン中の1Bの30%溶液を調製しおよびNo.3巻き線型バーを使用して塗布した。コーティングは、20m/minでミニキュア(minicure)UV硬化システムを通して、4回のパスで硬化した。結果として得られるホメオトロピックおよび平面LC膜の二層は、PSAを用いて、50×70×0.15mmのガラススライドに移した。同様なスライドを、単一平面LC膜単独および例1で記載したように調製された単一ホメオトロピックLC膜で制作した。膜のタイプ毎に、2つのサンプル(I、II)を調製した。これらのスライドを、その後60、80%の相対湿度の環境室に置いた。クラックの量の評価を以下の表1に示す。

【0073】

表1

【表1】

時間 (時)	140 h	332 h	476 h	645 h	812 h	981 h	1220 h
ホメオトロピック + 平面 I	0	0	0	3 x 3 mm	3 x 3 mm	6 x 3 mm	6 x 3 mm
ホメオトロピック + 平面 II	0	0	0	2 x 3 mm	2 x 3 mm	3 x 3 mm	6 x 3 mm 2 x 10 mm
ホメオトロピック I	6 x ロング ¹⁾	6 x ロング	7 x ロング	8 x ロング	多数 ロング	多数 ロング	多数 ロング
ホメオトロピック II	8 x ロング	8 x ロング	8 x ロング	10 x ロング	多数 ロング	多数 ロング	多数 ロング
平面 I	0	0	0	0	0	0	0
平面 II	0	0	0	0	0	0	0

(¹⁾ ロング=20mmより長い)

【 0 0 7 4 】

ホメオトロピック膜は、容易に割れが生じ、ロングクラック (2 0 mm を超える) を与え、ついにはスライドの全体の領域にわたってクラックのネットワークが生じた。平面膜では、ほとんどクラックはみられなかった。

平面膜上のホメオトロピック膜では、4 6 7 時間後になってクラックが発生し始め、膜ナンバーをマーカーペンで膜に付けた領域内でショートクラックが発生した。

【 0 0 7 5 】

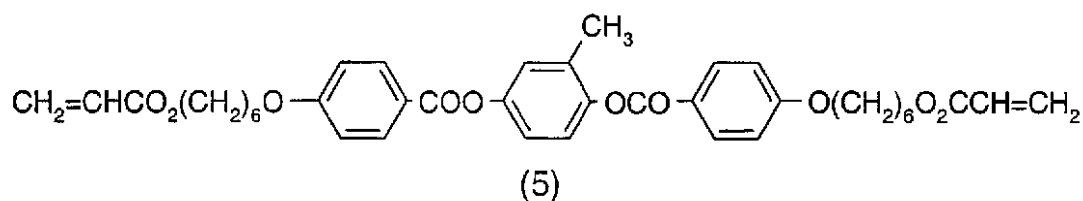
2 B) ホメオトロピック膜中での二反応性化合物量の変化

二反応性化合物の量を増加した重合可能な LC 混合物 2 B は、下記のように処方された。

単反応性化合物 (1)	3 2 . 6 7 %
単反応性化合物 (2)	1 8 . 6 7 %
二反応性化合物 (3)	2 1 . 0 0 %
二反応性化合物 (5)	2 1 . 0 0 %
ドデカノール	1 . 0 2 %
B H T	0 . 0 4 %
I r g a c u r e 9 0 7 (登録商標)	5 . 6 0 %

【 0 0 7 6 】

【 化 6 】



ホメオトロピック膜を有するガラススライド (サンプル I + II) を、例 2 A で記載のように混合物 2 B から調製した。ホメオトロピック膜のみのスライド (サンプル I + II) とともに、上記で説明した同じ環境条件で、試験の対象とした。結果を下記の表 2 に示す。

【 0 0 7 7 】

表 2

【 表 2 】

	ホメオトロピック + 平面 I	ホメオトロピック + 平面 II	ホメオトロピック のみ I	ホメオトロピック のみ II
112 h	クラックなし	クラックなし	多数の 大クラック ¹⁾	多数の 大クラック
134 h	1 大 + 数個の小クラック	小クラック	多数の 大クラック	多数の 大クラック
282 h	数個の大クラック	2 大 + 数個の小クラック	多数の 大クラック	多数の 大クラック
451 h	6 個の大クラック	2 大 + 数個の小クラック	多数の 大クラック	多数の 大クラック
618 h	8 個の大クラック	2 大 + 数個の小クラック	多数の 大クラック	多数の 大クラック
787 h	8 個の大クラック	2 大 + 数個の小クラック	多数の 大クラック	多数の 大クラック
1026 h	8 個の大クラック	2 大 + 数個の小クラック	多数の 大クラック	多数の 大クラック

(¹⁾ 大=20mmより大きい)

【 0 0 7 8 】

二反応性化合物の量を増加した混合物 2 B のホメオトロピック LC 膜は、平面 LC 膜上に被覆されたとき、単一の膜として調製された時に比べて、クラックに対する耐性の上昇がみられた。しかしながら、耐性は、二反応性化合物の量がより少ない 1 B の混合物から調製されたホメオトロピック膜よりも低い。

重合可能なホメオトロピック LC 混合物の 1 および 2 B に類似する処方 2 C ~ 2 G は、下記の表 3 に示すように処方される。

【 0 0 7 9 】

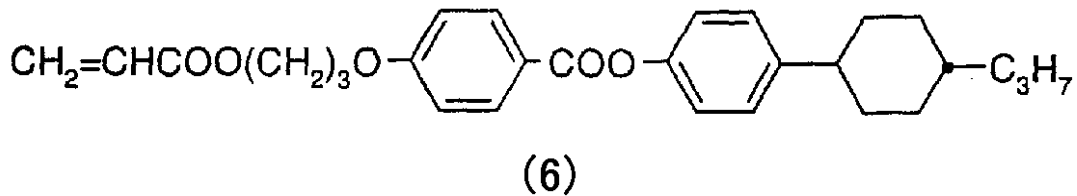
表 3

【表 3】

化合物／混合物	2B	2C	2D	2E	2F	2G
1 (単反応性)	32.67%	32%	30.0%	30.60%	33.00%	35.90%
2 (単反応性)	18.67%	20.50%	20.0%	21.70%	23.50%	25.55%
4 (単反応性)	-	11%	-	21.70%	23.50%	25.55%
6 (単反応性)	-	-	14.0 %	-	-	-
3 (二反応性)	21%	20.50%	15.0 %	20.00%	14.00%	7.00%
5 (二反応性)	21%	10%	15.0 %	-	-	-
ドデカノール	1.02%	0.50%	0.50%	0.50%	0.50%	0.50%
Irgacure 907	5.60%	5.50%	5.50%	5.50%	5.50%	5.50%
二反応性 化合物の割合	42	30.5	30	20	14	7

【 0 0 8 0 】

【化 7】



単反応性化合物 (6) は、GB2,280,445に記載される。

重合可能なホメオトロピック LC 混合物処方 1 B および 2 B ~ 2 G を、上記に記載したのと同じ方法で試験した。結果を下記の表 4 にまとめる。

【 0 0 8 1 】

表 4

【表 4】

混合物 No	ジアクリレート (%)	耐久時間 (h)	クラックが現れる時間 (h)
2B	42.0	112	136
2C	30.5	235	402
2D	30.0	235	402
1B	20.1	476	645
2E	20.0	402	809 +
2F	14.0	402	809 +
2G	7.0	402	809 +

クラックへの耐性は、重合可能な LC 混合物中の二反応性化合物のパーセントにより表される、架橋の程度に関連することを見いだすことができる。

【 0 0 8 2 】

例 3 - ホメオトロピック LC 膜中の配向のコントロール

3 A) 異なる UV ランプの影響

例 1 で記載のような混合物 1 A の普通の手動被覆平面 LC 膜を、4 回のパスでミニキュア手動被覆ステージで硬化した。平面 LC 膜のサンプルを、被覆し、パスの数を増加した。ホメオトロピック混合物 1 B を、平面層のトップに被覆した。混合物 1 B の層の応答を下記に示す。UV ランプのより低い照射がなされたサンプルでは、製造されたのはチルト膜という結果となった。UV 照射の増加は、望ましいホメオトロピック配向を与えた。

【表 5】

パスの数	結 果
4	チルト
8	ホメオトロピック
12	ホメオトロピック

同様に、混合物 1 A の平面 LC 膜の手動被覆サンプルを、RK コーターのウェブに取り付

け、異なるランプパワーの対象とした。

【 0 0 8 3 】

【表 6】

% ランプ力	強度 watts/cm ²	結果
30	0.72	チルト
40	0.96	チルト
50	1.01	チルト
55	1.08	部分的にホメオトロピック
60	1.25	ホメオトロピック

10

【 0 0 8 4 】

平面 LC 膜を、60%のランプパワーを用いて RK コーターで製造した。前記平面膜のトップに被覆した混合物 1 B の得られた膜は、ホメオトロピックに配向した。手動被覆サンプルは、4 回ミニキュアステージをとり、UV 光の不十分な量を受け取る。結果として、受け取った照射量は、平面 LC 膜の表面を改変し、前記膜上の被覆した LC 混合物のホメオトロピック配向に影響を与える。

【 0 0 8 5 】

20

3 B) から旋ねじれ構造を有する平面 LC 膜上に調製したホメオトロピック LC 膜
から旋ねじれ構造を有する平面配向 LC 膜の調製

重合可能な LC 混合物 3 B は、下記のように処方された。

単反応性化合物 (1) 3 2 . 7 %
単反応性化合物 (2) 1 8 . 8 %
二反応性化合物 (3) 4 2 . 0 %
S - 1 0 1 1 0 . 4 %
I r g a c u r e 9 0 7 (登録商標) 5 . 6 %
F l u o r a d F C 1 7 1 (登録商標) 0 . 5 %

【 0 0 8 6 】

30

S - 1 0 1 1 は、商業的に入手可能なキラルドーパント (Merck KGaA, Darmstadt, Germany より) である。

から旋ねじれ構造および平面配向 (ねじれ A プレート) を有する LC 膜を、TAC 基板および RK コーターを使用して、一般的に上記および WO 01/20394A に記載のように、混合物 3 B の 25% 溶液から調製した。

ねじれ A プレートのリタデーションプロフィールを、図 3 に示す。

【 0 0 8 7 】

から旋ねじれ構造を有する平面 LC 膜上のホメオトロピック LC 膜の調製

混合物 1 B の 30% 溶液で、No.3 巻き線型バーを用いて手動で、上記で調製したねじれ A プレート上に被覆する。溶媒を蒸発し、被覆を室温で、4 回のパスのミニキュアで 20 min で硬化した。ねじれ A プレート上のホメオトロピック LC 膜からなる 2 層膜が、得られた。結果として得られた膜は、透明でよく配向した。

40

【 0 0 8 8 】

組み合わせたホメオトロピック LC 膜およびねじれ A プレートのリタデーションプロフィールを、図 4 に示す。

ねじれ A プレート単独の軸のリタデーションは、118.1 nm である。組み合わせた膜の当該値は、108.2 nm である。これらの図における一致は、第二の LC 膜がホメオトロピックに配列したことを示唆する。

【 0 0 8 9 】

3 C) 平面 LC 膜上に調製されたスプレー LC 膜

50

平面膜上（例１Ｂ）にホメオトロピック膜を調製する間、平面膜への不十分なUV照射、この場合 1.08 mW/cm^2 は、ホメオトロピック配向膜のかわりにチルトまたはスプレー膜が製造される結果となることが見いだされた。

【００９０】

平面LC膜の調製

平面膜を、例１Ａに記載される方法に類似する方法を使用して調製する。混合物の調製および被覆条件を、１Ａに記載のものと同一とし、膜を同じUVランプで、パワーを５０％に低く減じて硬化した。

平面膜を、PSAを有するTAC上に積層することによりPETから剝離し、膜のリタデーションをPETの複屈折の影響なしに測定することができる。軸のリタデーションは、 162 nm であった。

【００９１】

平面膜上でのスプレー膜の直接的な調製

混合物１Ｂを、例１Ｂに記載のように調製し、おなじ被覆方向（CD）で、上記で調製した平面膜のトップに直接被覆した。溶媒を蒸発させ、得られた膜を中圧Hgランプで重合した。二層膜は透明であり、PSAを有するTAC上に積層することによりPETから剝離し、膜のリタデーションをPETの複屈折の影響なしに測定することができる。軸のリタデーションは 230 nm であり、CDおよび横軸方向（TD）の両方におけるプロフィールを図５に示す。

【図面の簡単な説明】

【図１】平面被膜のリタデーション

【図２】平面上のホメオトロピックLCのリタデーション

【図３】ねじれAプレートのリタデーション

【図４】ねじれA上のホメオトロピックLCのリタデーション

【図５】被覆方向および横軸方向での平面被覆上のチルトのリタデーション

【図１】

【図３】

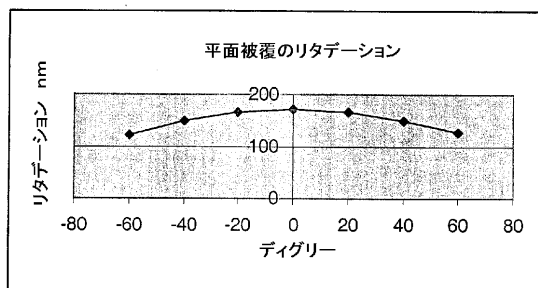


図 1

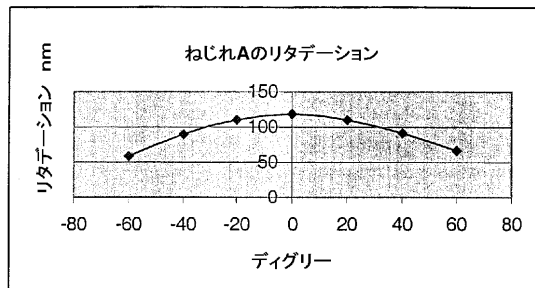


図 3

【図２】

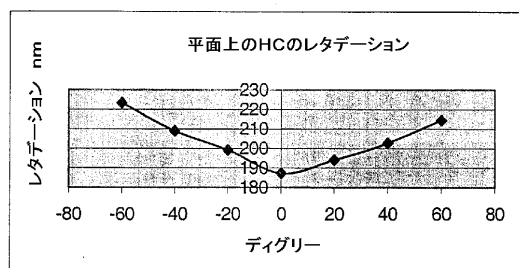


図 2

【図４】

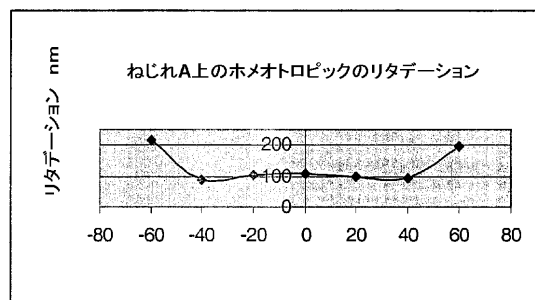


図 4

【図 5】

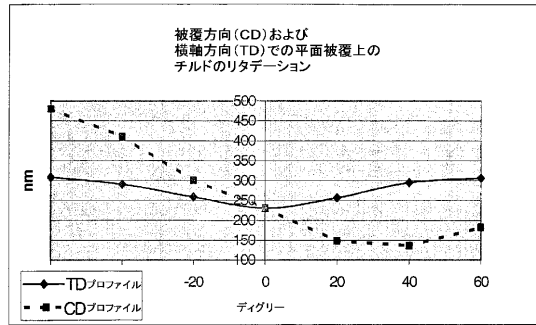


図 5

フロントページの続き

(72)発明者 ドナルド・ゴードン・グラハム
ドイツ連邦共和国 デー - 6 4 2 9 3 ダルムシュタット フランクフルター シュトラーセ 2
5 0

(72)発明者 オウェイン・パッリ
ドイツ連邦共和国 デー - 6 4 2 9 3 ダルムシュタット フランクフルター シュトラーセ 2
5 0

合議体

審判長 木村 史郎

審判官 磯貝 香苗

審判官 住田 秀弘

(56)参考文献 特開 2 0 0 1 - 3 3 0 7 3 1 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

G02B 5/30

G02F 1/13363