



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년02월15일

(11) 등록번호 10-1594282

(24) 등록일자 2016년02월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08F 220/10 (2006.01) *C08J 5/18* (2006.01)
C08L 33/06 (2006.01) *F21V 8/00* (2016.01)
G02B 1/04 (2006.01)

(52) CPC특허분류(Coo. Cl.)

C08F 220/10 (2013.01)
C08J 5/18 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2015-7010242(분할)

(22) 출원일자(국제) 2013년08월22일

심사청구일자 2015년04월21일

(85) 번역문제출일자 2015년04월21일

(65) 공개번호 10-2015-0051238

(43) 공개일자 2015년05월11일

(62) 원출원 특허 10-2015-7009583

원출원일자(국제) 2013년08월22일

(86) 국제출원번호 PCT/US2013/056073

(87) 국제공개번호 WO 2014/046837

국제공개일자 2014년03월27일

(30) 우선권주장

61/703,407 2012년09월20일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020120101401 A*

KR1020060131688 A*

WO2010074862 A1

US20070212533 A1

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박
스 33427 쓰리엠 센터

(72) 발명자

헨트 브라이언 브이

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

넬슨 모린 씨

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

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

양영준, 조윤성, 김영

전체 청구항 수 : 총 8 항

심사관 : 박범용

(54) 발명의 명칭 나노입자 및 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 단량체를 포함하는 미세구조화 필름

(57) 요약

본 명세서에는, 미세구조화 표면을 갖는 미세구조화 필름, 예컨대 휨도 향상 필름이 기재되어 있다. 미세구조화 표면은 20 중량% 이상의 무기 나노입자 및 적어도 3개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체를 포함하는 중합성 조성물의 반응 생성물을 포함한다. 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 전형적으로 2개 또는 3개의 (메트)아크릴레이트기를 포함한다. 알킬렌 옥사이드 반복 단위는 화학식 $-[0-L]-$ 을 가지며, 여기서 각각의 L은 독립적으로 C_2 내지 C_6 알킬렌이다. 중합성 수지 조성물이 또한 기재되어 있으며, 이는 굴절률이 1.68 이상인 20 중량% 이상의 무기 나노입자 및 적어도 3개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체를 포함한다.

(52) CPC특허분류(Coo. Cl.)

C08L 33/06 (2013.01)

G02B 1/04 (2013.01)

G02B 6/0053 (2013.01)

G02B 6/0065 (2013.01)

(72) 발명자

넬슨 에릭 더블유

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

올슨 데이비드 비

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

포코르니 리처드 제이

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

특허청구의 범위

청구항 1

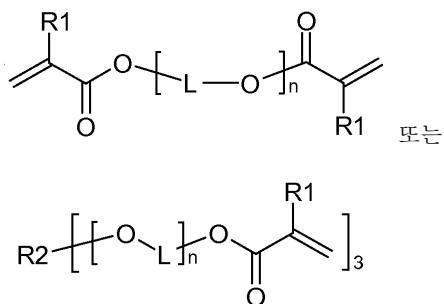
반사 및 굴절을 통해 광을 방향전환시킬 수 있도록 복수의 프리즘을 포함하는 미세구조화 표면을 가지며, 미세구조화 표면은 굴절률이 1.68 이상이며, 지르코니아를 포함하는 20 중량% 이상의 무기 나노입자 및 적어도 3개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체를 포함하는 중합성 조성물의 반응 생성물을 포함하는, 휘도 향상 필름.

청구항 2

제1항에 있어서, 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 2개 또는 3개의 (메트)아크릴레이트 기를 포함하는, 휘도 향상 필름.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 하기 일반 화학식을 갖는, 휘도 향상 필름:



(여기서, R1은 H 또는 메틸이고, R2는 3가 유기 잔기이고, L은 독립적으로 C₂ 내지 C₆ 알킬렌이고, n은 3 내지 30임).

청구항 4

제1항에 있어서, 중합성 조성물은 적어도 3개의 (메트)아크릴레이트 기를 포함하는 가교결합제, 모노(메트)아크릴레이트 희석제, 또는 이들의 조합을 추가로 포함하는, 휘도 향상 필름.

청구항 5

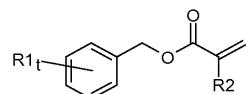
제4항에 있어서, 가교결합제는 (메트)아크릴레이트 기당 분자량이 150 g/mol 이하인, 휘도 향상 필름.

청구항 6

제5항에 있어서, 모노(메트)아크릴레이트 희석제는 굴절률이 1.55 이상인 바이페닐 단량체 또는 벤질 단량체인, 휘도 향상 필름.

청구항 7

제6항에 있어서, 벤질 단량체는 하기 일반 화학식을 갖는, 휘도 향상 필름:



(여기서, 적어도 하나의 R1은 방향족 치환체를 포함하고;

t는 1 내지 4의 정수이고;

R2는 수소 또는 메틸임).

청구항 8

제1항에 있어서, 중합성 조성물은 굴절률이 1.56 이상인, 휘도 향상 필름.

청구항 9

삭제

명세서

발명의 내용

[0001] 본 명세서에는, 미세구조화 표면을 갖는 미세구조화 필름, 예컨대 휘도 향상 필름이 기재되어 있다. 미세구조화 표면은 20 중량% 이상의 무기 나노입자 및 적어도 3개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체를 포함하는 중합성 조성물의 반응 생성물을 포함한다. 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 전형적으로 2개 또는 3개의 (메트)아크릴레이트기를 포함한다. 일부 실시 형태에서, 알킬렌 옥사이드 반복 단위는 화학식 $-[0-L]-$ 을 가지며, 여기서 각각의 L은 독립적으로 C_2 내지 C_6 알킬렌이다.

[0002] 중합성 수지 조성물이 또한 기재되어 있으며, 이는 굴절률이 1.68 이상인 20 중량% 이상의 무기 나노입자 및 적어도 3개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체를 포함한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0003] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "중합성 조성물"은 유기 성분 및 표면 개질된 무기 나노입자를 포함한 전체 조성물을 말한다. "유기 성분"은 표면 개질된 무기 나노입자를 제외한 조성물의 모든 성분을 말한다. 표면 처리제는 일반적으로 무기 나노입자의 표면에 흡착되거나 또는 달리 부착되므로, 표면 처리제는 유기 성분의 일부로 간주되지 않는다. 표면 개질된 무기 나노입자의 중량%는 무기 나노입자 단독의 농도보다 크다. 표면 처리제의 중량%는 표면 개질된 무기 나노입자의 약 20 내지 25 중량%인 것이 전형적이다.

[0004] 휘도 향상 필름은 일반적으로 조명 장치의 축상 휘도(on-axis luminance) (본 명세서에서는 "휘도"(brightness)로 지칭됨)를 향상시킨다. 휘도 향상 필름은 광 투과성 미세구조화 필름일 수 있다. 미세구조화 토포그래피 (topography)는 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. 랩톱 및 노트북 컴퓨터, 휴대폰 등에서 발견되는 것과 같은 광학 디스플레이에서 사용될 때, 미세구조화 광학 필름은 광학 디스플레이로부터 나오는 광을 광학 디스플레이를 관통하는 법선 축으로부터 원하는 각도로 배치된 한 쌍의 평면 내로 제한함으로써 광학 디스플레이의 휘도를 증가시킬 수 있다. 그 결과, 허용가능한 범위 밖으로 디스플레이에서 나갔을 광은 디스플레이 내부로 다시 반사되며, 여기서 이 광의 일부분은 "재활용"(recycled)되어, 광이 디스플레이에서 나갈 수 있게 하는 각도로 미세구조화 필름으로 다시 되돌아갈 수 있다. 이러한 재활용은 원하는 휘도 수준을 갖는 디스플레이를 제공하는 데 필요한 전력 소비량을 감소시킬 수 있기 때문에 유용하다.

[0005] 참고로 본 명세서에 포함되는 미국 특허 제5,183,597호 (루(Lu)) 및 미국 특허 제5,175,030호 (루 등)에서 설명되는 바와 같이, 미세구조체-보유 물품 (예를 들어, 휘도 향상 필름)은 (a) 중합성 조성물을 제조하는 단계; (b) 중합성 조성물을 미세구조화된 마스터 음각 성형면 상에 마스터의 공동을 충전시키기에 겨우 충분한 양으로 침착시키는 단계; (c) 사전형성된 베이스 (예를 들어, 기재)와 마스터 - 이들 중 적어도 하나는 가요성임 - 사이로 중합성 조성물의 비드를 이동시킴으로써 공동을 충전시키는 단계; 및 (d) 조성물을 경화시키는 단계를 포함하는 방법에 의해 제조될 수 있다. 전형적으로, 중합성 조성물은 (예를 들어, 75 마이크로미터 두께의 휘도 향상 필름의 경우) 바람직하게는 5분 미만의 기간(time scale)에서 에너지 경화성이다. 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. 광학 충의 베이스에 대한 접착을 향상시키기 위해, 베이스 필름의 하나 이상의 표면이 선택적으로 프라이밍될(primed) 수 있거나 다른 방식으로 처리될 수 있다.

[0006] 유기 성분 및 중합성 조성물은 바람직하게는 실질적으로 무용매이다. "실질적으로 무용매"는 중합성 조성물이 5 중량%, 4 중량%, 3 중량%, 2 중량%, 1 중량% 및 0.5 중량% 미만의 (예를 들어, 유기) 용매를 갖는 것을 말한다. 용매의 농도는 공지된 방법, 예를 들어 기체 크로마토그래피로 측정될 수 있다. 0.5 중량% 미만의 용매

농도가 바람직하다.

[0007] 중합성 조성물의 성분들은 바람직하게는 중합성 조성물이 낮은 점도를 갖도록 선택된다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 점도는 동적 응력 점도계(Dynamic Stress Rheometer)를 사용하여 40 mm 평행 플레이트로 (최대 1000 sec⁻¹까지의 전단율로) 측정된다. 중합성 조성물의 점도는 1000 cp 미만, 전형적으로는 900 cp 미만이다. 중합성 조성물의 점도는 코팅 온도에서 800 cp 미만, 700 cp 미만, 600 cp 미만, 또는 500 cp 미만일 수 있다.

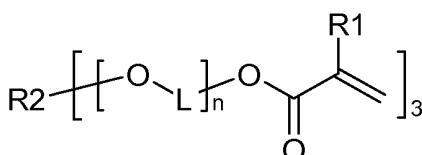
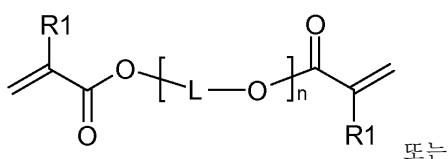
[0008] 코팅 온도는 전형적으로 주위 온도 (즉, 25°C) 내지 180°F (82°C)의 범위이다. 코팅 온도는 170°F (77°C) 미만, 160°F (71°C) 미만, 150°F (66°C) 미만, 140°F (60°C) 미만, 130°F (54°C) 미만, 또는 120°F (49°C) 미만일 수 있다. 중합성 조성물에서의 융점이 코팅 온도 미만이라면, 유기 성분은 고체이거나, 고형 성분을 포함할 수 있다. 유기 성분은 주위 온도에서 액체일 수 있다.

[0009] 유기 성분뿐만 아니라 중합성 조성물도 대부분의 제품 응용에 있어서 굴절률이 1.47 이상이지만, 반면 터닝 필름(turning film)의 중합성 수지 조성물은 굴절률이 1.44만큼 작을 수 있다. 유기 성분 또는 중합성 조성물의 굴절률은 1.48, 1.49, 1.50, 1.51, 1.52, 1.53, 1.54, 1.55, 1.56, 1.57, 1.58, 1.59, 1.60, 또는 1.61 이상일 수 있다. 나노입자를 함유하는 중합성 조성물은 굴절률이 1.70만큼 클 수 있다 (예를 들어, 1.61, 1.62, 1.63, 1.64, 1.65, 1.66, 1.67, 1.68, 또는 1.69 이상). 가시광 스펙트럼에서의 고 투과율이 또한 전형적으로 바람직하다.

[0010] 중합성 조성물은 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 적어도 하나의 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체를 포함한다. 알킬렌 반복 단위는 전형적으로 화학식 $-[0-L]-$ 을 가지며, 여기서 L은 선형 또는 분지형 알킬렌이다. 일부 실시 형태에서, 알킬렌 옥사이드는 선형 또는 분지형 C₂ 내지 C₆ 알킬렌이다. 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 전형적으로 2개 또는 3개의 (메트)아크릴레이트기를 포함한다.

[0011] 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 일반적으로 적어도 3개 또는 4개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함한다. 일부 실시 형태에서, 다이 또는 트라이(메트)아크릴레이트 단량체는 적어도 5개, 6개, 7개, 8개, 9개, 또는 10개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함한다. 일부 실시 형태에서, 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위의 수는 30, 또는 25, 또는 20, 또는 15 이하이다.

[0012] 일부 실시 형태에서, 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 하기 일반 화학식으로 나타낼 수 있다:



[0015] (여기서, R1은 H 또는 메틸이고, R2는 3가 유기 잔기이고, L은 독립적으로 직쇄 또는 분지쇄 C₂ 내지 C₆ 알킬렌이고, n은 3 내지 30임).

[0016] 일부 실시 형태에서, R2는 3개, 4개, 5개, 또는 6개 이상의 탄소 원자 및 전형적으로 12개 이하의 탄소 원자를 포함하는 탄화수소 잔기이다. 일부 실시 형태에서, R은, 하나 이상의 산소, 황 또는 질소 원자를 선택적으로 추가로 포함하는 탄화수소 잔기이다.

[0017] 적어도 3개 또는 4개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 선형 및/또는 분지형 알킬렌 옥사이드 반복 단위의 임의의 조합을 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 단량체는 단지 에틸렌 옥사이드 반복 단위만을 포함한다. 다른 실시 형태에서, 단량체는 단지 프로필렌 옥사이드 반복 단위만을 포함한다. 또 다른 실시 형태에서, 단량체는 단지 부틸렌 옥사이드 반복 단위만을 포함한다. 또 다른 실시 형태에서, 단량체는 그러한 알킬렌 옥사이드 반복 단위들의 다양한 조합을 포함할 수 있다. 예를 들어, 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 에틸렌 옥사이드 반복 단위 및 프로필렌 옥사이드 반복 단위

둘 모두의 조합을 포함할 수 있다.

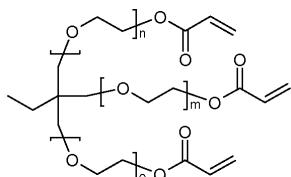
[0018] 적어도 3개의 인접한 C₂ 내지 C₄ 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 다양한 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 구매가능하다. 다른 단량체가 합성될 수 있는데, 이는 예를 들어 본 명세서에 참고로 포함된 2012년 7월 13일에 출원된 미국 출원 제61/671354호에 기재된 것과 같은, 폴리알킬렌 옥사이드 폴리올과 아크릴산의 반응에 의해 합성될 수 있다.

[0019] 일부 실시 형태에서, 3개 또는 4개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위, 예컨대 에틸렌 옥사이드 반복 단위, 프로필렌 옥사이드 반복 단위, 또는 이들의 조합을 포함하는 다이(메트)아크릴레이트 단량체가 이용된다. 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위의 수는 13, 또는 12, 또는 11, 또는 10, 또는 9, 또는 8 이하이며, 일부 실시 형태에서는 7, 또는 6, 또는 5 이하일 수 있다. 사토머 유에스에이(Sartomer USA) (미국 펜실베이니아주 엑스턴 소재)로부터 입수가능한 대표적인 단량체에는 상표명 "SR268", "SR259", "SR344" 및 "SR610"으로 입수가능한 것과 같은 테트라에틸렌 글리콜 다이아크릴레이트 및 폴리에틸렌 글리콜 다이아크릴레이트가 포함된다.

[0020] 다른 대표적인 단량체에는 미국 펜실베이니아주 소재의 모노머-폴리머 앤드 다자크 랩스(Monomer-Polymer & Dajac Labs)로부터 상표명 "폴리프로필렌 글리콜 400 다이아크릴레이트"(Polypropylene Glycol 400 diacrylate)로 입수가능한 폴리프로필렌 글리콜 다이아크릴레이트가 포함된다.

[0021] 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌 글리콜 다이아크릴레이트는 n이 상기에 명시된 범위를 평균한 것인 분자들의 혼합물을 전형적으로 포함한다.

[0022] 다른 실시 형태에서, 4개 또는 5개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위, 예컨대 에틸렌 옥사이드 반복 단위, 프로필렌 옥사이드 반복 단위, 또는 이들의 조합을 포함하는 트라이(메트)아크릴레이트 단량체가 이용된다. 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위의 수는 15, 또는 14, 또는 13 이하이며, 일부 실시 형태에서는 12, 또는 9, 또는 10 이하일 수 있다. 대표적인 단량체에는 에톡실화 트라이메틸올 프로판 트라이(메트)아크릴레이트 단량체가 포함되며, 이러한 아크릴레이트는 하기 화학식을 갖는다:



[0023] 여기서, n, m 또는 o 중 적어도 하나는 3 또는 4이다. n+m+o의 합계는 전형적으로 5, 6, 7, 8, 9, 또는 10 이상이며, 일부 실시 형태에서 30 이하이다.

[0024] n, m 및 o의 합계가 약 15인 그러한 화학식의 다른 대표적인 단량체는 사토머로부터 상표명 "SR9035"로 입수가능하다.

[0025] 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체(들)의 포함은, 하기의 실시예에서 설명된 바와 같이 볼 낙하 시험(Ball Drop Test)에 따라 측정했을 때, 충격에 의한 손상 콘트라스트(damage contrast)를 감소시킬 수 있다. 손상 콘트라스트는 미세구조화 휘도 향상 필름의 내충격성을 평가하기 위해 본 명세서에서 사용된 측정치이다. 손상 콘트라스트는 충격 영역의 휘도와 비충격 영역의 휘도 사이의 차이를 측정하고 이를 비충격 영역의 휘도로 나눔으로써 결정될 수 있다. 손상 콘트라스트가 0일 때, 낙하하는 볼의 충격에 의한 손상은 측정 불가능하다. 손상 콘트라스트가 0.50일 때, 볼에 의해 충격을 받은 영역은 측정 관찰각에서 비충격 영역보다 50% 더 밝다. 콘트라스트가 더 클수록 손상된 영역은 더 가시적이며, 그 역도 성립된다. 미세구조화 표면이 본 명세서에 기재된 조성물의 반응 생성물을 포함하는 미세구조화 (예를 들어, 휘도 향상) 필름의 경우, 손상 콘트라스트는 전형적으로 0.35 또는 0.30 이하이다. 선호되는 실시 형태에서, 손상 콘트라스트는 0.25, 0.20, 또는 0.15 이하이다. 더 선호되는 실시 형태에서, 손상 콘트라스트는 0.14, 또는 0.12, 또는 0.10 이하이다. 더욱 더 선호되는 실시 형태에서, 손상 콘트라스트는 0.09, 또는 0.08, 또는 0.07, 또는 0.06, 또는 0.05 이하이다. 하기의 실시예에서 예시된 바와 같이, 본 명세서에 기재된 중합성 조성물의 사용에 의해, 손상 콘트라스트에 의해 측정된 내충격성을 0.05, 0.03, 0.02, 0.01 및 심지어 0으로 감소될 수 있다. 다른 유형의 미세구조화 필름의 경우에 (손상 콘트라스트 외의) 다른 특성들이 측정될 수 있음이 이해된다.

[0026] 중합성 조성물 내의 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체의 농도는

전형적으로 3 중량%, 4 중량% 또는 5 중량% 이상이다. 일부 실시 형태에서, 유기 성분은 단지 그러한 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체들 중 하나 이상으로만 이루어진다. 따라서, 유기 성분의 100%는 적어도 3개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체(들)이다. 조성물은 또한 약 20 중량% 이상의 무기 나노입자 및 약 5 중량% 이상의 표면 처리제를 포함하기 때문에, 중합성 조성물은 전형적으로 적어도 3개의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체(들)를 최대 약 75 중량% 포함한다.

[0028] 또 다른 실시 형태에서, 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체는 다른 (즉, 상이한) 단량체, 예컨대 가교결합제 및/또는 일작용성 희석제와 배합된다. 그러한 실시 형태에서, 중합성 조성물은 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체(들)를 6 중량%, 7 중량%, 8 중량%, 9 중량%, 또는 10 중량% 이상, 그리고 전형적으로는 50 중량% 또는 45 중량% 이하로 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 중합성 조성물은 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체(들)를 40 중량%, 39 중량%, 38 중량%, 37 중량%, 36 중량%, 또는 35 중량% 이하로 포함한다.

[0029] 일부 실시 형태에서, 유기 성분에는 가교결합제가 없다. 그러한 실시 형태에서, 중합성 조성물은 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체를 단독으로 또는 모노(메트)아크릴레이트 희석제(들)와 조합하여 포함한다.

[0030] 다른 실시 형태에서, 유기 성분에는 모노(메트)아크릴레이트 희석제가 없다. 그러한 실시 형태에서, 중합성 조성물은 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체를 단독으로 또는 가교결합제와 조합하여 포함한다.

[0031] 또 다른 실시 형태에서, 유기 성분은 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 적어도 하나의 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체, 하나 이상의 모노(메트)아크릴레이트 희석제(들), 및 하나 이상의 가교결합제(들)를 포함한다.

[0032] 일부 실시 형태에서, 중합성 조성물은 모노(메트)아크릴레이트 희석제를 추가로 포함한다. 희석제는 전형적으로 굴절률이 1.50 초과 (예를 들어, 1.51 또는 1.52 이상)이다. 그러한 반응성 희석제는 할로겐화되거나 비-할로겐화 (예를 들어, 비-브롬화)될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 모노(메트)아크릴레이트 희석제는 굴절률이 1.53, 1.54, 1.55, 1.56, 1.57, 또는 1.58 이상, 및 전형적으로 1.60 이하이다.

[0033] 일부 실시 형태에서, 모노(메트)아크릴레이트 희석제(들)는 점도가 25°C에서 150 cp, 100 cp, 80 cp, 60 cp, 40 cp, 또는 20 cp 미만이다. 저점도 희석제의 충분한 농도는 유기 성분의 점도를 감소시킬 수 있으며, 이는 무기 나노입자의 농도를 증가시키기 쉽다.

[0034] 존재할 때, 중합성 조성물은 모노(메트)아크릴레이트 희석제(들)를 5 중량%, 10 중량%, 또는 15 중량% 이상, 그리고 전형적으로 60 중량% 또는 55 중량% 이하로 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 중합성 조성물은 모노(메트)아크릴레이트 희석제(들)를 16 중량%, 17 중량%, 18 중량%, 19 중량%, 또는 20 중량% 이상으로 포함할 수 있다. 다른 실시 형태에서, 중합성 조성물은 모노(메트)아크릴레이트 희석제(들)를 21 중량%, 22 중량%, 23 중량%, 24 중량%, 또는 25 중량% 이상으로 포함할 수 있다. 또 다른 실시 형태에서, 중합성 조성물은 모노(메트)아크릴레이트 희석제(들)를 25 중량% 초과, 예컨대 30 중량%, 35 중량%, 40 중량%, 45 중량%, 또는 50 중량% 이상으로 포함할 수 있다.

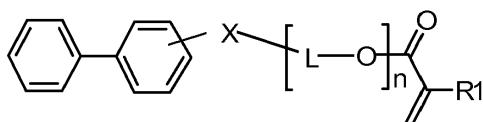
[0035] 적합한 모노(메트)아크릴레이트 희석제에는, 예를 들어, 폐녹시 에틸 (메트)아크릴레이트; 폐녹시-2-메틸에틸 (메트)아크릴레이트; 폐녹시에톡시에틸 (메트)아크릴레이트, 3-하이드록시-2-하이드록시프로필 (메트)아크릴레이트; 벤질 (메트)아크릴레이트; 폐닐티오 에틸 아크릴레이트; 2-나프틸티오 에틸 아크릴레이트; 1-나프틸티오 에틸 아크릴레이트; 2,4,6-트라이브로모페녹시 에틸 아크릴레이트; 2,4-다이브로모페녹시 에틸 아크릴레이트; 2-브로모페녹시 에틸 아크릴레이트; 1-나프틸옥시 에틸 아크릴레이트; 2-나프틸옥시 에틸 아크릴레이트; 폐녹시-2-메틸에틸 아크릴레이트; 폐녹시에톡시에틸 아크릴레이트; 3-폐녹시-2-하이드록시 프로필 아크릴레이트; 2,4-다이브로모-6-sec-부틸페닐 아크릴레이트; 2,4-다이브로모-6-아이소프로필페닐 아크릴레이트; 벤질 아크릴레이트; 폐닐 아크릴레이트; 2,4,6-트라이브로모페닐 아크릴레이트가 포함된다. 다른 고굴절률 단량체, 예를 들어 웬타브로모벤질 아크릴레이트 및 웬타브로모페닐 아크릴레이트가 또한 사용될 수 있다.

[0036] 일부 실시 형태에서, 유기 성분은 모노(메트)아크릴레이트 희석제로서 바이페닐 단량체, 벤질 단량체, 또는 이들의 조합을 포함한다.

[0037] 일작용성 바이페닐 단량체는 말단 바이페닐 기 (여기서, 2개의 페닐 기는 융합되어 있지 않으나 결합에 의해 연결됨) 또는 연결 기에 의해 연결된 2개의 방향족 기를 포함하는 말단 기를 포함한다. 일작용성 바이페닐 단량체(들)는 또한 단일 에틸렌계 불포화 기 - 바람직하게는 (예를 들어, UV) 방사선에 대한 노출에 의해 중합됨 - 를 포함한다. 일작용성 바이페닐 단량체(들)는 바람직하게는 단일 (메트)아크릴레이트 기 또는 단일 티오(메트)아크릴레이트 기를 포함한다. 아크릴레이트 작용기가 전형적으로 바람직하다.

[0038] 중합성 조성물은 단일 바이페닐 (메트)아크릴레이트 단량체 또는 2개 이상의 바이페닐(메트)아크릴레이트 단량체의 조합을 포함할 수 있다.

[0039] 일 실시 형태에서, 중합성 조성물은 하기 일반 화학식을 갖는 바이페닐 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함한다:



[0040]

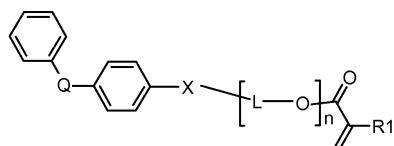
[0041] (상기 식에서, R1은 H 또는 CH₃이고;

[0042] X는 O 또는 S이고;

[0043] n은 0 내지 10의 범위이고 (예를 들어, n은 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 또는 10임);

[0044] L은, 하이드록시로 선택적으로 치환된 1 내지 5개의 탄소 원자를 갖는 알킬렌 기 (즉, 메틸렌, 에틸렌, 프로필렌, 부틸렌, 또는 펜틸렌)임).

[0045] 다른 실시 형태에서, 중합성 조성물은 하기 일반 화학식을 갖는 바이페닐 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함한다:



[0046]

[0047] (상기 식에서, R1은 H 또는 CH₃이고;

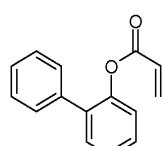
[0048] X는 O 또는 S이고;

[0049] Q는 -(C(CH₃)₂-), -CH₂, -C(O)-, -S(O)-, 및 -S(O)₂-로부터 선택되고;

[0050] n은 0 내지 10의 범위이고 (예를 들어, n은 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 또는 10임);

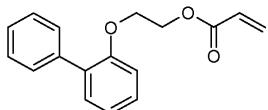
[0051] L은, 하이드록시로 선택적으로 치환된 1 내지 5개의 탄소 원자를 갖는 알킬렌 기임).

[0052] 일본 소재의 토아고세이 컴퍼니 리미티드(Toagosei Co. Ltd.)로부터 상표명 "T0-2344"로 구매가능한 하나의 대표적인 바이페닐 (메트)아크릴레이트 단량체인 2-페닐-페닐 아크릴레이트는 하기와 같이 나타내어진다:



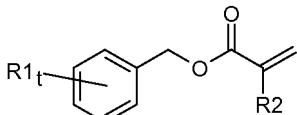
[0053]

[0054] 다른 바이페닐 (메트)아크릴레이트 단량체는 토아고세이 컴퍼니 리미티드로부터 상표명 "T0-2345"로 입수가능한 4-(2-페닐-2-프로필)페닐 아크릴레이트이다. 토아고세이 컴퍼니 리미티드로부터 상표명 "T0-1463"으로, 그리고 한국 소재의 미원 스페셜티 케미칼 컴퍼니 리미티드(Miwon Specialty Chemical Co. Ltd.)로부터 상표명 "M1142"로 입수가능한 또 다른 바이페닐 (메트)아크릴레이트 단량체인 2-페닐-2-페녹시에틸 아크릴레이트는 하기와 같이 나타내어진다:



[0055]

[0056] 다른 실시 형태에서, 중합성 조성물은 모노(메트)아크릴레이트 희석제로서 벤질 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함한다. 적합한 벤질 (메트)아크릴레이트 단량체는 본 명세서에 참고로 포함된 PCT 공개 WO2012/158317호에 기재되어 있다. 벤질 (메트)아크릴레이트 단량체는 전형적으로 하기 일반 화학식을 갖는다:



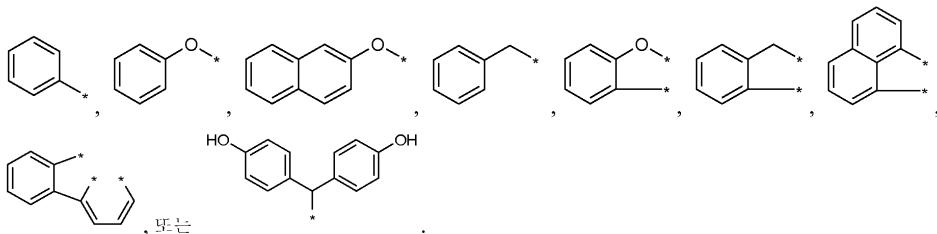
[0057]

[0058] (상기 식에서, 적어도 하나의 R1은 방향족 치환체를 포함하고;

[0059] t는 1 내지 4의 정수이고;

[0060] R2는 수소 또는 메틸임).

[0061] R1은 하기와 같은 다양한 방향족 치환체를 포함할 수 있다:

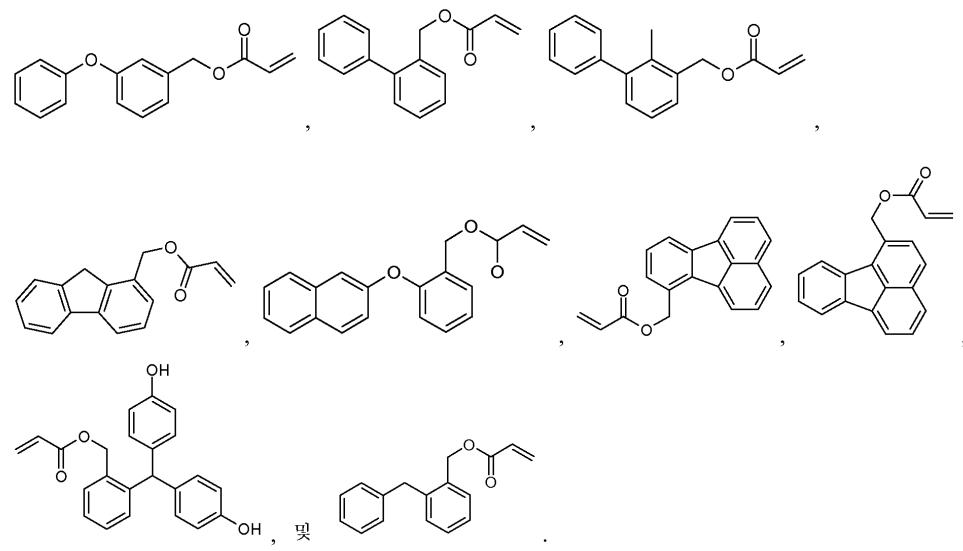


[0062]

[0063] 방향족 치환체 R1은 일반적으로 적어도 하나의 2가 (예를 들어, 알킬렌 또는 에테르) 연결기에 의해 벤질 기의 방향족 고리에 결합된다. 그러므로, R1의 방향족 고리는 전형적으로, 나프탈의 경우에서와 같이, 방향족 벤질 고리에 융합되지 않는다. 일부 실시 형태에서, 방향족 치환체 R1은 2개 이상의 2가 (예를 들어, 알킬렌 또는 에테르) 연결기에 의해 방향족 벤질 고리에 결합된다.

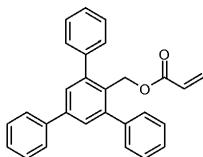
[0064]

일부 선호되는 실시 형태에서, t는 1이다. 대표적인 구조에는 하기가 포함된다:



[0065]

[0066] 다른 실시 형태에서, t는 1 초과이다. 예를 들어, 일 실시 형태에서, t는 3이다. 대표적인 하나의 구조는 하기와 같다:



[0067]

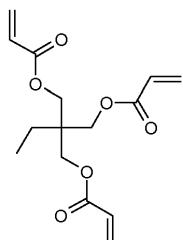
일부 실시 형태에서, 중합성 조성물은 적어도 3개의 (메트)아크릴레이트 기를 포함하는 가교결합제를 포함한다.

적합한 가교결합제에는, 예를 들어 펜타에리트리톨 트라이(메트)아크릴레이트, 펜타에리트리톨 테트라(메트)아크릴레이트, 트라이메틸올프로판 트라이(메타크릴레이트), 다이펜타에리트리톨 펜타(메트)아크릴레이트, 다이펜타에리트리톨 헥사(메트)아크릴레이트, 트라이메틸올프로판 에톡실레이트 트라이(메트)아크릴레이트, 글리세릴 트라이(메트)아크릴레이트, 펜타에리트리톨 프로포실레이트 트라이(메트)아크릴레이트, 및 다이트라이메틸올프로판 테트라(메트)아크릴레이트가 포함된다. 가교결합제들 중 임의의 하나 또는 이들의 조합이 이용될 수 있다. 메타크릴레이트 기는 아크릴레이트 기보다 반응성이 덜한 경향이 있기 때문에, 가교결합제(들)에는 바람직하게는 메타크릴레이트 작용기가 없다.

가교결합제는, 알킬렌 옥사이드 반복 단위가 없거나 3개 미만의 인접한 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함함으로써, 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체와 구별된다.

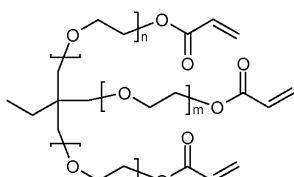
가교결합제가 알킬렌 옥사이드 반복 단위, 예컨대 에틸렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 경우, 가교결합제는, 가교결합제의 (메트)아크릴레이트 기당 분자량이 150 g/mol 이하인 반면에 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체의 (메트)아크릴레이트 기당 분자량은 200, 250, 또는 300 g/mol 이상이라는 점에서, 알킬렌 옥사이드 반복 단위를 포함하는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체와 구별된다.

다양한 가교결합제가 구매가능하다. 예를 들어, 펜타에리트리톨 트라이아크릴레이트 (PETA)는 사토며 컴퍼니로부터 상표명 "SR444"로, 일본 오사카 소재의 오사카 오가닉 케미칼 인더스트리, 리미티드(Osaka Organic Chemical Industry, Ltd.)로부터 상표명 "비스코트(Viscoat) #300"으로, 일본 도쿄 소재의 토아고세이 컴퍼니 리미티드로부터 상표명 "아로닉스(Aronix) M-305"로, 그리고 타이완 카오슝 소재의 이터널 케미칼 컴퍼니, 리미티드(Eternal Chemical Co., Ltd.)로부터 상표명 "이터머(Etermer) 235"로 구매가능하다. 하기와 같이 나타낸 트라이메틸올 프로판 트라이아크릴레이트 (TMPTA)는 사토며 컴퍼니로부터 상표명 "SR351"로 그리고 토아고세이 컴퍼니 리미티드로부터 상표명 "아로닉스 M-309"로 구매가능하다.



[0073]

에톡실화 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트 및 에톡실화 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트 가교결합제는 각각 상표명 "SR454" 및 "SR494"로 사토며로부터 구매가능하다. SR454는 하기와 같이 나타내어진다:



(여기서, $n+m+o$ 는 약 3임).

일부 실시 형태에서, 중합성 조성물에는 브롬이 실질적으로 없는 (예를 들어, 1 중량% 미만의 브롬을 함유하는) 것이 바람직하다. 다른 실시 형태에서, 염소와 조합된 브롬의 총량이 1 중량% 미만이다. 일부 태양에서, 중합성 조성물은 실질적으로 비-할로겐화된다 (즉, 브롬, 염소, 불소 및 요오드의 총량을 1 중량% 미만으로 함유한

다).

[0077] 미세구조화 표면을 형성하기 위한 중합성 수지는 무기 나노입자를 추가로 포함한다.

[0078] 중합성 수지 또는 광학 물품 내에 존재하는 무기 나노입자의 총량은 20 중량%, 25 중량%, 30 중량% 35 중량% 또는 40 중량% 이상이다. 중합성 수지 조성물이 미세구조화 필름 제조의 캐스팅 및 경화 공정에 사용하기에 적합한 점도를 갖기 위하여, 이 농도는 전형적으로 70 중량% 미만, 그리고 더 전형적으로는 60 중량% 미만이다. 일부 실시 형태에서, 상기 농도는 고굴절률 나노입자의 농도이다. 다른 실시 형태에서, 상기 농도는 더 높은 굴절률의 나노입자와 더 낮은 굴절률의 나노입자, 예컨대 실리카의 조합의 농도이다.

[0079] 그러한 입자의 크기는 상당한 가시광 산란을 피하도록 선택된다. 광학적 특성 또는 재료 특성을 최적화하고 전체 조성물 비용을 낮추기 위하여 무기 산화물 입자 유형들의 혼합물을 이용하는 것이 바람직할 수도 있다. 표면 개질된 콜로이드성 나노입자는 1 nm, 5 nm 또는 10 nm 초과의 (예를 들어, 비회합) 일차 입자 크기 또는 회합 입자 크기를 갖는 산화물 입자일 수 있다. 일차 또는 회합 입자 크기는 일반적으로 100 nm, 75 nm, 또는 50 nm 미만이다. 전형적으로, 일차 또는 회합 입자 크기는 40 nm, 30 nm, 또는 20 nm 미만이다. 나노입자는 비회합된 것이 바람직하다. 그 측정은 투과 전자 현미경 분석법(transmission electron microscopy, TEM)에 기초 할 수 있다.

[0080] 고굴절률 나노입자는 전형적으로 굴절률이 1.68 이상이다. 전형적으로, 그러한 나노입자는 예를 들어 알루미나, 지르코니아, 티타니아, 이들의 혼합물, 또는 이들의 혼합 산화물과 같은 금속 산화물을 포함하거나 이로 이루어진다.

[0081] 지르코니아 및 티타니아 나노입자는 입자 크기가 5 내지 50 nm, 또는 5 내지 15 nm, 또는 8 nm 내지 12 nm일 수 있다. 지르코니아 나노입자는 10 내지 70 중량%, 또는 30 내지 60 중량%의 양으로 내구성 물품 또는 광학 요소에 존재할 수 있다. 본 발명의 조성물 및 물품에 사용하기 위한 지르코니아는 날코 케미칼 컴퍼니(Nalco Chemical Co.)로부터 상표명 "날코 OOSS008"로, 그리고 스위스 우쓰빌 소재의 부흘러 아게(Buhler AG)로부터 상표명 "부흘러 지르코니아 Z-WO 줄"로 입수 가능하다.

[0082] 지르코니아 입자는, 본 명세서에 참고로 포함된 PCT 공개 WO2009/085926 및 미국 특허 제7,241,437호에 기재된 열수 기술(hydrothermal technology)을 사용하여 제조될 수 있다. 일단 형성되면, 나노입자는 흡착된 휘발성 산 (즉, 6개 이하의 탄소 원자를 갖는 모노카르복실산), 예컨대 아세트산을 전형적으로 포함한다.

[0083] 무기 나노입자는 일반적으로 표면 개질된다. 표면 개질은 표면 개질제를 무기 산화물 (예를 들어, 지르코니아) 입자에 부착시켜 표면 특징을 변경하는 것을 포함한다. 무기 입자의 표면 개질의 전반적인 목적은 균질한 성분들과, 바람직하게는 저점도를 가지며, (예를 들어 캐스팅 및 경화 공정을 이용하여) 휘도가 높은 필름으로 제조 될 수 있는 수지를 제공하는 것이다.

[0084] 나노입자는 흔히 유기 성분과의 상용성을 개선시키기 위하여 표면 개질된다. 표면 개질된 나노입자는 유기 성분 중에서 흔히 비회합되거나, 비응집되거나, 또는 이들의 그 조합이다. 이러한 표면 개질된 나노입자를 함유하는 생성된 광 관리 필름(light management film)은 높은 광 투명도 및 낮은 헤이즈(haze)를 갖는 경향이 있다. 지르코니아와 같은 고굴절률의 표면 개질된 나노입자의 첨가는 중합된 유기 재료만을 함유하는 필름에 비하여 휘도 향상 필름의 이득을 증가시킬 수 있다.

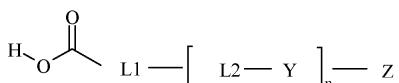
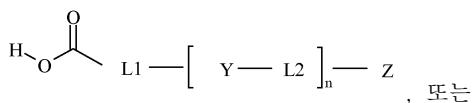
[0085] 모노카르복실산 (즉, 분자당 하나의 카르복실산 기를 함유함) 표면 처리제는 화학식 A-B로 나타낼 수 있으며, 여기서 A기는 (예를 들어, 지르코니아 또는 티타니아) 나노입자의 표면에 부착될 수 있는 모노카르복실산 기이고, B는 각종 상이한 작용기를 포함하는 상용화 기(compatibilizing group)이다. 카르복실산 기는 흡착 및/또는 이온 결합의 형성에 의해 표면에 부착될 수 있다. 일반적으로, 상용화 기 B는 (예를 들어, 휘도 향상) 미세구조화 광학 물품의 중합성 수지와 상용성이 되도록 선택된다. 상용화 기 B는 반응성 또는 비반응성일 수 있으며, 극성 또는 비극성일 수 있다.

[0086] 바람직하게는, 상용화 기 B는 (예를 들어, 휘도 향상) 미세구조화 광학 물품의 유기 성분과 공중합될 수 있도록 반응성이다. 예를 들어, 자유 라디칼 중합성 기, 예를 들어 (메트)아크릴레이트 상용화 기는 (메트)아크릴레이트 작용성 유기 단량체와 공중합하여 균질성이 우수한 휘도 향상 물품을 생성할 수 있다.

[0087] 표면 개질된 나노입자는 실질적으로 완전히 압축될 수 있다. 완전 압축 나노입자 (실리카는 제외)는 전형적으로 결정도 (단리된 금속 산화물 입자로서 측정됨)가 55% 초과, 바람직하게는 60% 초과, 그리고 더 바람직하게는 70% 초과이다. 예를 들어, 결정도는 최대 약 86% 이상의 범위일 수 있다. 결정도는 X선 회절 기술로 결정될

수 있다. 압축된 결정성 (예를 들어, 지르코니아) 나노입자는 고굴절률을 가지며, 반면 비결정성 나노입자는 전형적으로 더 낮은 굴절률을 갖는다.

[0088] 일부 실시 형태에서, 본 명세서에 참고로 포함된 미국 특허 출원 공개 제2011/0227008호에 기재된 바와 같이, 기재된 (예를 들어, 지르코니아) 무기 나노입자는 카르복실산 말단 기 및 C₃ 내지 C₁₆ 에스테르 단위, 예컨대 C₃ 내지 C₈ 에스테르 반복 단위 또는 적어도 하나의 C₆ 내지 C₁₆ 에스테르 단위를 포함하는 화합물을 포함하는 표면 처리제로 표면 개질된다. 더 높은 분자량의 에스테르 단위를 가진 화합물을 심지어 적은 농도로 사용함으로써 중합성 수지의 광학적 투명도를 개선시킬 수 있다. 이러한 화합물은 전형적으로 하기 일반 화학식을 갖는다:

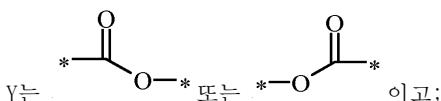


[0091] (여기서,

[0092] n은 평균 1.1 내지 6이고;

[0093] L1은 하나 이상의 산소 원자 또는 에스테르 기로 선택적으로 치환된, C₁ 내지 C₈ 알킬렌, 아릴알킬렌, 또는 아릴렌 기이고;

[0094] L2는 하나 이상의 산소 원자로 선택적으로 치환된, C₃ 내지 C₈ 알킬렌, 아릴알킬렌, 또는 아릴렌 기이고;



[0096] Z는 C₂ 내지 C₈ 알킬, 에테르, 에스테르, 알킬렌 옥사이드, (메트)아크릴레이트, 또는 이들의 조합을 포함하는 말단 기임).

[0097] 일부 실시 형태에서, L2는 C₆ 내지 C₈ 알킬렌 기를 포함하고, n은 평균 1.5 내지 2.5이다. Z는 바람직하게는 C₂ 내지 C₈ 알킬렌 기를 포함한다. Z는 바람직하게는 (메트)아크릴레이트 말단 기를 포함한다.

[0098] 카르복실산 말단 기와 C₃ 내지 C₁₆ 에스테르 반복 단위를 포함하는 표면 개질제는 하이드록시 폴리카프로락톤, 예를 들어 하이드록시 폴리카프로락톤 (메트)아크릴레이트를 지방족 또는 방향족 무수물과 반응시켜 유도될 수 있다. 하이드록시 폴리카프로락톤 화합물은 전형적으로 분자들의 분포를 가진 중합된 혼합물로서 이용가능하다. 분자들 중 적어도 일부는 C₃ 내지 C₈ 에스테르 반복 단위를 가지며, 즉 n이 2 이상이다. 그러나, 혼합물은 또한 n이 1인 분자를 포함하기 때문에, 하이드록시 폴리카프로락톤 화합물 혼합물에 대한 평균 n은 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 또는 1.5일 수 있다. 일부 실시 형태에서, n은 평균 2.0, 2.1, 2.2, 2.3, 2.4 또는 2.5이다.

[0099] 적합한 하이드록시 폴리카프로락톤 (메트)아크릴레이트 화합물은 코그니스(Cognis)로부터 상표명 "펩큐어 (Pemcure) 12A"로, 그리고 사토미로부터 상표명 "SR495" (분자량이 344 g/mol인 것으로 보고됨)로 구매 가능하다.

[0100] 적합한 지방족 무수물은, 예를 들어 말레산 무수물, 석신산 무수물, 수베르산 무수물, 및 글루타르산 무수물을 포함한다. 일부 실시 형태에서, 지방족 무수물은 바람직하게는 석신산 무수물이다.

[0101] 방향족 무수물은 상대적으로 굴절률이 높다 (예를 들어, RI가 1.50 이상이다). 방향족 무수물로부터 유도된 것과 같은 표면 처리 화합물의 포함은 전체 중합성 수지 조성물의 굴절률을 상승시킬 수 있다. 적합한 방향족 무수물은, 예를 들어 프탈산 무수물을 포함한다.

[0102] 콜로이드 분산물 중의 입자의 표면 개질은 다양한 방식으로 이루어질 수 있다. 이러한 방법은 일반적으로 무기 입자 분산물과 표면 개질제의 혼합물을 포함한다. 선택적으로, 예컨대 1-메톡시-2-프로판올, 에탄올, 아이소프

로판올, 에틸렌 글리콜, N,N-다이메틸아세트아미드 및 1-메틸-2-피롤리디논과 같은 공용매가 첨가될 수 있다. 공용매는 표면 개질제뿐만 아니라 표면 개질된 입자의 용해성을 향상시킬 수 있다. 무기 졸과 표면 개질제를 포함하는 혼합물은 실온 또는 승온에서, 혼합하거나 혼합하지 않으면서, 후속적으로 반응시킨다.

[0103] 이어서 표면 개질된 입자는 다양한 방법으로 경화성 (즉, 중합성) 수지 조성물 내로 혼입될 수 있다. 바람직한 태양에서는, 용매 교환 절차가 이용되는데, 여기서는 수지가 표면 개질된 졸에 첨가되고, 이어서 물 및 공용매 (사용될 경우)가 증발을 통하여 제거되며, 그에 따라 중합성 수지 중에 분산된 입자가 남겨진다. 증발 단계는, 예를 들어 종류, 회전 증발 또는 오븐 건조를 통하여 성취될 수 있다. 다른 태양에서, 표면 개질된 입자는 수 불흔화성 용매 내로 추출될 수 있고, 이어서 원활 경우 용매 교환될 수 있다. 대안적으로, 표면 개질된 나노입자를 중합성 수지 내에 혼입시키는 다른 방법은 개질된 입자를 분말로 건조시키고, 이어서 수지 재료를 첨가하고, 이 수지 재료 내에 입자를 분산시키는 것을 포함한다. 이러한 방법에서 건조 단계는, 예를 들어 오븐 건조 또는 분무 건조와 같이, 그 시스템에 적합한 통상적인 수단에 의해 성취될 수 있다.

[0104] 표면 개질된 나노입자의 포함은 중합성 수지 조성물의 Tg를 상승시킬 수 있다. 따라서, 유기 성분은 (즉, 나노입자-함유) 중합성 수지 조성물보다 더 낮은 Tg를 가질 수 있다. 유리 전이 온도는 시차 주사 열량 측정법 (Differential Scanning Calorimetry, DSC), 조절된 DSC, 또는 동적 기계 분석법과 같이 당업계에 공지된 방법으로 측정될 수 있다. 중합성 조성물은 통상적인 자유 라디칼 중합 방법에 의해 중합될 수 있다.

[0105] UV 경화성 중합성 조성물은 적어도 하나의 광개시제를 포함한다. 단일 광개시제 또는 그 블렌드가 본 발명의 휘도 향상 필름에 이용될 수 있다. 일반적으로 광개시제(들)는 (예를 들어, 수지의 가공 온도에서) 적어도 부분적으로 용해성이며 중합된 후 실질적으로 무색이다. 광개시제는 유색 (예를 들어, 황색)일 수 되, 단 광개시제는 UV 광원에 노출된 후에는 실질적으로 무색으로 된다.

[0106] 적합한 광개시제에는 모노아실포스핀 옥사이드 및 비스아실포스핀 옥사이드가 포함된다. 구매가능한 모노 또는 비스아실포스핀 옥사이드 광개시제에는 바스프(BASF) (미국 노스 캐롤라이나주 샬롯 소재)로부터 상표명 "루시린(Lucirin) TPO"로 구매가능한 2,4,6-트라이메틸벤조이바이페닐포스핀 옥사이드; 바스프로부터 상표명 "루시린 TPO-L"로 또한 구매가능한 에틸-2,4,6-트라이메틸벤조일페닐 포스페이트; 및 시바 스페셜티 케미칼스(Ciba Specialty Chemicals)로부터 상표명 "이르가큐어(Irgacure) 819"로 구매가능한 비스 (2,4,6-트라이메틸벤조일)-페닐포스핀 옥사이드가 포함된다. 다른 적합한 광개시제에는 시바 스페셜티 케미칼스로부터 상표명 "다로큐르(Darocur) 1173"으로 구매가능한 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온뿐만 아니라 시바 스페셜티 케미칼스로부터 상표명 "다로큐르 4265", "이르가큐어 651", "이르가큐어 1800", "이르가큐어 369", "이르가큐어 1700", 및 "이르가큐어 907"로 구매가능한 다른 광개시제가 포함된다.

[0107] 광개시제는 약 0.1 내지 약 10 중량%의 농도로 사용될 수 있다. 더 바람직하게는, 광개시제는 약 0.5 내지 약 5 중량%의 농도로 사용된다. 휘도 향상 필름의 황변 변색을 일으키는 경향의 관점에서, 5 중량% 초과는 일반적으로 불리하다. 당업자에 의해 결정될 수 있는 바와 같이, 다른 광개시제들 및 광개시제가 또한 적합하게 이용될 수 있다.

[0108] 표면 장력을 감소시키고, 습윤성을 개선하고, 보다 매끈한 코팅 및 그 코팅의 보다 적은 결함 등을 가능하게 하기 위해서, 계면활성제, 예를 들어 플루오로계면활성제 및 실리콘계 계면활성제가 선택적으로 중합성 조성물 내에 포함될 수 있다.

[0109] 광학 층은 베이스 층과 직접 접촉하거나 베이스 층에 광학적으로 정렬될 수 있으며, 광학 층이 광의 흐름을 유도하거나 집중시키도록 하는 크기, 형상 및 두께의 것일 수 있다. 광학 층은 미국 특허 제7,074,463호에서 설명되고 예시된 것과 같은 많은 유용한 패턴들 중 임의의 것을 가질 수 있는 구조화 또는 미세구조화 표면을 가질 수 있다. 미세구조화 표면은 필름의 길이 또는 폭을 따라 연장하는 복수의 평행한 종방향 리지(ridge)일 수 있다. 이들 리지는 복수의 프리즘 정점으로부터 형성될 수 있다. 이들 정점은 뾰족하거나, 둥글거나, 평평하거나, 또는 절두형일 수 있다. 예를 들어, 리지는 4 내지 7 내지 15 마이크로미터 범위의 반경으로 둥글게 될 수 있다.

[0110] 이들은 규칙적 또는 불규칙적인 프리즘 패턴을 포함하며, 환상 프리즘 패턴, 큐브-코너 패턴 또는 임의의 다른 렌즈형 미세구조체일 수 있다. 유용한 미세구조체는 휘도 향상 필름으로서 사용하기 위한 내부 전반사 필름으로서 작용할 수 있는 규칙적 프리즘 패턴이다. 다른 유용한 미세구조체는, 반사 필름으로서 사용하기 위한 역반사 필름 또는 요소로서 작용할 수 있는 코너-큐브 프리즘 패턴이다. 다른 유용한 미세구조체는 광학 디스플레이에서 사용하기 위한 광학 요소로 작용할 수 있는 프리즘 패턴이다. 다른 유용한 미세구조체는 광학 디스플레이에서 사용하기 위한 광학 요소로 작용할 수 있는 프리즘 패턴이다.

레이에 사용하기 위한 광학 터닝 필름 또는 요소로서 작용할 수 있는 프리즘 패턴이다.

[0111] 베이스 층은 광학 제품, 즉 광의 흐름을 제어하도록 고안된 제품에서 사용하기에 적합한 성질 및 조성의 것일 수 있다. 재료가 충분히 광학적으로 투명하고 특정 광학 제품으로 조립되거나 특정 광학 제품 내에서 사용하기에 구조적으로 충분히 강다면, 거의 모든 재료가 베이스 재료로서 사용될 수 있다. 광학 제품의 성능이 시간 경과에 따라 손상되지 않도록 온도 및 에이징(aging)에 대해 충분한 내성을 가진 베이스 재료가 선택될 수 있다.

[0112] 임의의 광학 제품용 베이스 재료의 특정한 화학적 조성 및 두께는 구성될 특정 광학 제품의 요건에 따라 달라질 수 있다. 즉, 특히 강도, 투명도, 내온도성, 표면 에너지, 광학 층에의 접착성에 대한 균형이 요구된다.

[0113] 유용한 베이스 재료에는, 예를 들어 스티렌-아크릴로니트릴, 세룰로오스 아세테이트, 세룰로오스 아세테이트 프로피오네이트, 세룰로오스 트라이아세테이트, 폴리에테르 살폰, 폴리메틸 메타크릴레이트, 폴리우레тан, 폴리에스테르, 폴리카르보네이트, 폴리비닐 클로라이드, 폴리스티렌, 폴리에틸렌 나프탈레이트, 나프탈렌 다이카르복실산을 기반으로 한 공중합체 또는 블렌드, 폴리사이클로-올레핀, 폴리이미드, 및 유리가 포함된다. 선택적으로, 베이스 재료는 이들 재료의 혼합물 또는 조합을 포함할 수 있다. 일 실시 형태에서, 베이스는 다층일 수 있거나, 또는 연속상(continuous phase) 중에 혼탁되거나 분산된 분산 성분을 함유할 수 있다.

[0114] 몇몇 (예를 들어, 휘도 향상) 광학 제품의 경우, 바람직한 베이스 재료에는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (PET) 및 폴리카르보네이트가 포함된다. 유용한 PET 필름의 예에는 사진등급(photograde) 폴리에틸렌 테레프탈레이트 및 미국 델라웨어주 월밍تون 소재의 듀퐁 필름즈(DuPont Films)로부터 입수 가능한 멜리넥스(MELINEX)TM PET가 포함된다.

[0115] 일부 베이스 재료는 광학적으로 활성일 수 있고, 편광 재료로서의 역할을 할 수 있다. 본 명세서에서 필름 또는 기재로도 지칭되는 다수의 베이스가 광학 제품 분야에서 편광 재료로서 유용한 것으로 알려져 있다. 필름을 통과하는 광의 편광은, 예를 들어 통과하는 광을 선택적으로 흡수하는 필름 재료 내에 이색성(dichroic) 편광기를 포함시킴으로써 달성될 수 있다. 광 편광은 또한, 정렬된 운모 조각과 같은 무기 재료를 포함함으로써, 또는 연속 필름 중에 분산된 불연속 상, 예컨대 연속 필름 중에 분산된 광 조절 액정의 액적에 의하여 달성될 수 있다. 대안으로서, 필름은 상이한 재료들의 초미세(microfine) 층들로부터 제조될 수 있다. 필름 내의 편광 재료는, 예를 들어 필름의 연신, 전기장 또는 자기장의 인가, 및 코팅 기술과 같은 방법을 이용함으로써 편광 배향으로 정렬될 수 있다.

[0116] 편광 필름의 예는 미국 특허 제5,825,543호 및 제5,783,120호에 기술된 것을 포함한다. 이를 편광 필름을 휘도 향상 필름과 병용하는 것은 미국 특허 제6,111,696호에 기재되어 있다.

[0117] 베이스로서 사용될 수 있는 편광 필름의 두 번째 예는 미국 특허 제5,882,774호에 기재되어 있는 그러한 필름들이다. 구매 가능한 필름은 쓰리엠(3M)으로부터 상표명 DBEF(Dual Brightness Enhancement Film, 이중 휘도 향상 필름)으로 판매되는 다층 필름이다. 휘도 향상 필름에서의 이러한 다층 편광 광학 필름의 사용은 미국 특허 제5,828,488호에 기재되어 있다.

[0118] 하기의 정의된 용어에 있어서, 특히 청구범위 또는 본 명세서의 어딘가 다른 곳에서 상이한 정의가 주어지지 않는다면, 이를 정의가 적용될 것이다.

[0119] 본 명세서에서, "미세구조체"는 미국 특허 제4,576,850호에 정의되고 설명된 바와 같이 사용된다. 따라서, 이는 미세구조체를 갖는 물품의 소정의 원하는 실용적 목적 또는 기능을 묘사하거나 특정짓는 표면의 형상을 의미한다. 상기 물품의 표면에서의 돌출부 및 만입부와 같은 불연속부는, 평균 중심선 위의 표면 윤곽(profile)에 의해 둘러싸이는 영역들의 합계가 그 중심선 아래의 영역들의 합계와 동일해지도록 미세구조체를 통과하여 그려진 평균 중심선으로부터 윤곽에 있어서 벗어날 것이며, 상기 중심선은 물품의 (미세구조체를 보유하는) 공칭 표면에 본질적으로 평행하다. 상기 편차의 높이는, 표면의 대표적인 특징적 길이, 예를 들어 1 내지 30 cm를 통해 광학 또는 전자 현미경으로 측정했을 때, 전형적으로 약 +/- 0.005 내지 +/- 750 마이크로미터일 것이다. 상기 평균 중심선은 평면, 오목, 볼록, 비구면 또는 이들의 조합일 수 있다. 상기 편차가 낮은 차수, 예를 들어 +/- 0.005 +/- 0.1 또는 바람직하게는 +/- 0.05 마이크로미터의 것이고, 상기 편차는 자주 나타나지 않거나 최소로 나타나는, 즉 상기 표면에 임의의 상당한 불연속부가 없는 물품은 미세구조체-보유 표면이 본질적으로 "평평"하거나 "매끄러운" 표면인 물품인데, 그러한 물품은, 예를 들어 정밀 광학 계면을 갖는 정밀 광학 요소 또는 요소들, 예를 들어 안과용 렌즈로서 유용하다. 상기 편차가 낮은 차수이고 빈번하게 나타나는 물품은 반사방지 미세구조체를 갖는 것을 포함한다. 상기 편차가 높은 차수, 예를 들어 +/- 0.1 내지 +/- 750 마이크로

미터의 것이고, 복수의 실용적 불연속부 - 상기 불연속부는 동일하거나 상이하거나, 랜덤하거나 규정된 방식으로 인접하거나 이격됨 - 를 포함하는 미세구조체에 기인하는 물품은 재귀반사 프리즘 시트류, (예컨대, 페이스트를 성형하여 장벽 리브를 제공하기 위한) 미세구조화 주형, 선형 프레넬(Fresnel) 렌즈, 비디오 디스크, 광-시준(light-collimating) 프라이버시 필름 및 휘도 향상 필름과 같은 물품이다. 미세구조체-보유 표면은 상기 낮은 차수 및 높은 차수 둘 모두의 소정의 실용적 불연속부를 포함할 수 있다. 미세구조체-보유 표면은 불연속부의 양 또는 유형이 상기 물품의 소정의 원하는 용도를 상당히 방해하지 않거나 이에 악영향을 미치지 않는 한, 본질적이지 않거나 기능적이지 않은(extraneous or nonutilitarian) 불연속부를 포함할 수 있다.

[0120] "굴절률"은 재료 (예를 들어, 단량체)의 절대 굴절률을 말하며, 이는 자유 공간에서의 전자기 방사선의 속도 대상기 재료 내에서의 전자기 방사선의 속도의 비로 이해된다. 굴절률은 공지된 방법을 사용하여 측정할 수 있고, 일반적으로 바슈 앤드 롬(Bausch and Lomb) 굴절계(CAT No. 33.46.10)를 사용하여 측정한다. 측정된 굴절률은 기기에 따라 어느 정도 달라질 수 있는 것으로 일반적으로 이해된다.

[0121] "(메트)아크릴레이트"는 아크릴레이트 및 메타크릴레이트 화합물 둘 모두를 말한다.

[0122] 본 명세서에서, 용어 "나노입자"는 직경이 약 100 nm 미만인 입자 (일차 입자 또는 회합된 일차 입자)를 의미하도록 정의된다.

[0123] "표면 개질된 나노입자"는 나노입자들이 안정한 분산물을 제공하도록 각각이 개질된 표면을 갖는 나노입자들을 말한다.

[0124] 본 명세서에서, "안정한 분산물"은 나노입자가 주위 조건 - 예를 들어, 실온 (약 20 내지 22°C), 대기압, 및 극한 전자기력이 없음 - 하에서 소정 기간 동안, 예를 들어 약 24시간 동안 정치된 후 응집되지 않는 분산물로서 정의된다.

[0125] "일차 입자 크기"는 단일한 (비집합, 비응집) 입자의 평균 직경을 말한다.

[0126] "집합(aggregate)"은 서로에게 화학적으로 결합될 수 있는 일차 입자들 사이의 강한 회합을 말한다. 집합체의 보다 작은 입자로의 봉괴는 탈성하기가 어렵다.

[0127] "응집(agglomerate)"은 전하 또는 극성에 의해 결속될 수 있는 일차 입자들 사이의 약한 회합을 말하며, 보다 작은 실체(entity)로 분해될 수 있다.

[0128] 종점(endpoint)에 의한 수치 범위의 언급은 그 범위 내에 포함되는 모든 수를 포함한다 (예를 들어, 1 내지 5는 1, 1.5, 2, 2.75, 3, 3.80, 4, 및 5를 포함한다).

[0129] 본 명세서 및 첨부된 특허청구범위에 사용될 때, 단수형은 그 내용이 명백하게 달리 지시하지 않는 한 복수의 지시 대상을 포함한다. 따라서, 예를 들어 "화합물"을 함유하는 조성물에 대한 언급은 2종 이상의 화합물들의 혼합물을 포함한다. 본 명세서 및 첨부된 특허청구범위에 사용되는 바와 같이, 용어 "또는"은 일반적으로 그 내용이 달리 명백히 나타내지 않는 한 그 의미에 "및/또는"을 포함하는 것으로 사용된다.

[0130] 달리 나타내지 않는 한, 본 명세서 및 특허청구범위에서 사용되는, 성분들의 양 및 특성들의 측정치 등을 표현하는 모든 수는 모든 경우 "약"이라는 용어로 수식되는 것으로 이해되어야 한다.

[0131] 본 발명은 본 명세서에 기재된 특정 실시예에 제한되는 것으로 여겨져서는 안되며, 오히려 첨부된 특허청구범위에 분명하게 기재된 것과 같은 본 발명의 모든 태양을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 본 발명이 적용될 수 있는 다수의 구조뿐만 아니라 다양한 변형, 등가의 방법들이 본 명세서의 개관시 본 발명이 속한 기술 분야의 숙련자에게 쉽게 명백해질 것이다.

0132] 실시예

[0133] 이들 실시예의 모든 부, 백분율, 비 등은 달리 기재되지 않는 한 중량을 기준으로 한다. 사용된 용매 및 기타 시약은, 달리 언급하지 않는 한, 미국 위스콘신주 밀워키 소재의 시그마-알드리치 케미칼 컴퍼니(Sigma-Aldrich Chemical Company)로부터 입수하였다.

0134] 재료

알킬렌 옥사이드 반복 단위를 갖는 비방향족 멀티-(메트)아크릴레이트 단량체 ("A")

[0135] 사토며 유에스에이 (미국 펜실베이니아주 엑스턴 소재)로부터의 SR259 는 폴리에틸렌 글리콜 (200) 다이아크릴

레이트이다.

[0137] 사토며 유에스에이로부터의 SR344는 폴리에틸렌 글리콜 (400) 다이아크릴레이트이다.

[0138] 사토며 유에스에이로부터의 SR268은 테트라에틸렌 글리콜 다이아크릴레이트이다.

[0139] 미국 펜실베이니아주 모노머-폴리머 앤드 다자크 랩스로부터의 폴리프로필렌 글리콜 400 다이아크릴레이트 ("PPG400").

[0140] 사토며 유에스에이로부터의 SR9035는 아크릴레이트 기당 분자량이 319 g/mol인 에톡실화 (15) 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트이다.

가교결합 단량체 ("B")

[0142] 사토며 유에스에이로부터의 SR351은 아크릴레이트 기당 분자량이 99 g/mol인 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트 (TMPTA)이다.

[0143] 사토며 유에스에이로부터의 SR454는 아크릴레이트 기당 분자량이 143 g/mol인 에톡실화 (3) 트라이메틸올프로판 트라이아크릴레이트이다.

일작용성 희석제 ("C")

[0145] PBA는 미원 스페셜티 케미칼 컴퍼니 리미티드 (한국 소재)로부터 상표명 "M1122"로 입수 가능한 3-페녹시 벤질 아크릴레이트 - 이는 굴절률이 1.565이고 점도가 25°C에서 16 cp임 - 이다.

[0146] 2BEA는 미원 스페셜티 케미칼 컴퍼니 리미티드 (한국 소재)로부터 상표명 "M1142"로 입수 가능한 2-페닐페녹시에틸 아크릴레이트 - 이는 굴절률이 1.575이고 점도가 25°C에서 약 120 cp임 - 이다.

[0147] oPPA는 토아고세이 컴퍼니 리미티드 (일본 소재)로부터 상표명 "TO-2344"로 입수 가능한 2-페닐-페닐 아크릴레이트 - 이는 굴절률이 1.584이고 점도가 25°C에서 약 90 cp임 - 이다.

[0148] 에베크릴(Ebecryl) 110 (표에서 EB110으로서 확인됨)은 사이텍 인더스트리즈 인크., 아메리카스(Cytec Industries Inc., Americas) (미국 조지아주 소재)로부터 입수 가능한, 페녹시에틸 아크릴레이트라고도 불리는, 옥시에틸화 페놀 아크릴레이트 - 이는 굴절률이 1.510이고 점도가 25°C에서 25 cp임 - 이다.

[0149] 사토며 유에스에이로부터의 SR339는 페녹시 에틸 아크릴레이트 (PEA) - 이는 굴절률이 1.517이고 점도가 25°C에서 12 cp임 - 이다.

다른 재료

약어/제품명	설명	입수 가능한 공급원
DCLA-SA	하이드록시-폴리카프로락톤 아크릴레이트와 석신산 무수물의 반응 생성물	미국 특히 출원 공개 제 2011/0227008 호의 실시예 1에서와 같이 제조됨
HEAS	2-하이드록시에틸 아크릴레이트와 석신산 무수물의 반응 생성물	미국 특히 출원 공개 제 2011/0227008 호의 실시예 1에서와 같이 제조됨
다로큐르 4265	2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-1-프로파노과 2,4,6-트라이메틸벤조일아이페닐포스핀 옥사이드의 50:50 블렌드	미국 뉴욕 테리타운 소재의 시바 스페셜티 케미칼스
ZrO ₂ 수성 졸	불 및 아세트산 중 41 중량% ZrO ₂	미국 특히 출원 공개 제 2011/0227008 호에 기재됨

실시예 1 내지 실시예 36과 비교예 C1 내지 비교예 C3

[0151] 중합성 수지 조성물 1 내지 36 및 C1 내지 C3을 하기와 기술된 바와 같이 제조하였다. 하기의 재료들을 하기 표들에 기재된 수지 조성물을 달성하는 데 필요한 양으로 용기에 첨가하였다: ZrO₂ 수성 졸 및 대략 등량의 1-메톡시-2-프로판올, 1-메톡시-2-프로판올 중에 50%로 희석된 HEAS, 1-메톡시-2-프로판올 중에 50%로 희석된 DCLA-SA, 및 이들 표에 규정된 아크릴레이트. 불 및 알코올을 진공 증류를 통해 제거하고, 이어서 스텁을 첨가한 후, 결과적인 수지 조성이 대략적으로 하기 표에 나타난 바와 같이 되도록 추가로 진공 증류를 행하였다. 각각의 수지에 0.68 중량%의 다로큐르 4265 광개시제를 첨가하였다.

[0153] PCT 공개 WO2012/158317호의 조성물 1에 기재된 바와 같이 비교예 C1을 제조하였다. 그러한 조성은 하기와 같다:

예	ZrO ₂ 중량%	HEAS 중량%	DCLA-SA 중량%	SR339	oPPA	SR601
C1	46.3%	10.8%	2.5%	12.1%	20.2%	8.1%

[0154]

미국 특허 출원 공개 2009/0017256호에 기재된 바와 같이 비교예 C2 및 비교예 C3을 제조하였다. C2는 수지 R8이고, C3은 수지 R12이다.

실시예	ZrO ₂ 중량%	HEAS 중량%	DCLA-SA 중량%	A 중량%	B 중량%	C 중량%	A	B	C
1	49.5%	12.8%		11.3%	5.7%	20.7%	SR268	SR454	2BEA
2	51.0%	13.2%		10.7%	5.4%	19.7%	SR268	SR351	PBA
3	51.0%	13.2%		10.7%	5.4%	19.7%	SR268	SR454	PBA
4	50.0%	13.0%		11.1%	11.1%	14.8%	SR268	SR454	PBA
5	48.0%	11.2%	2.6%	11.5%	11.5%	15.3%	SR268	SR454	PBA
6	52.0%	13.5%		10.4%		24.2%	SR268		PBA
7	48.0%	11.2%	2.6%	11.5%	11.5%	15.3%	SR259	SR454	PBA
8	48.0%	11.2%	2.6%	5.7%	17.2%	15.3%	SR259	SR454	PBA
9	48.0%	11.2%	2.6%	17.2%	5.7%	15.3%	SR259	SR454	PBA
10	50.0%	11.7%	2.7%	17.8%	3.6%	14.3%	SR344	SR351	2BEA
11	50.0%	11.7%	2.7%	3.6%	17.8%	14.3%	SR344	SR351	2BEA
12	48.0%	11.2%	2.6%	11.5%	11.5%	15.3%	SR344	SR351	2BEA
13	46.0%	10.7%	2.5%	4.1%	20.4%	16.3%	SR344	SR351	2BEA
14	46.0%	10.7%	2.5%	20.4%	4.1%	16.3%	SR344	SR351	2BEA
15	48.0%	11.2%	2.6%	11.5%	11.5%	15.3%	SR344	SR351	PBA
16	51.3%	12.0%	2.7%	10.2%	5.1%	18.7%	SR344	SR454	PBA
17	48.0%	11.2%	2.6%	11.5%	11.5%	15.3%	SR344	SR454	PBA
18	50.0%	11.7%	2.7%	17.8%	17.8%		SR344	SR351	
19	46.0%	10.7%	2.5%	20.4%	20.4%		SR344	SR351	
20	46.0%	7.2%	9.8%	37.0%			SR344		
21	46.0%	6.0%	12.3%	35.8%			SR9035		
22	48.0%	11.2%	2.6%	7.6%	7.6%	22.9%	SR344	SR351	2BEA
23	48.0%	11.2%	2.6%	15.3%		22.9%	SR344		2BEA
24	48.0%	11.2%	2.6%	15.3%	3.8%	19.1%	SR344	SR454	2BEA
25	48.0%	11.2%	2.6%	22.9%		15.3%	SR344		2BEA
26	48.0%	11.2%	2.6%	22.9%	3.8%	11.5%	SR344	SR454	2BEA
27	50.0%	11.7%	2.7%	7.1%		28.5%	SR344		PBA
28	50.0%	11.7%	2.7%	10.7%		25.0%	SR344		PBA
29	50.0%	11.7%	2.7%	10.7%	3.6%	21.4%	SR344	SR454	PBA
30	50.0%	11.7%	2.7%	14.3%		21.4%	SR344		PBA
31	50.0%	11.7%	2.7%	17.8%		17.8%	SR344		PBA
32	52.0%	13.5%		6.9%		20.7%/6.9%	SR268		PBA/EB110
33	52.0%	13.5%		34.5%			SR268		
34	60.0%	15.6%		7.3%		17.1%	SR268		PBA
35	20.0%	5.2%		22.4%		52.4%	SR268		PBA
36	48.0%	11.2%	2.6%	7.6%		30.6%	PPG400		PBA

[0156]

광학 필름 샘플의 제조

[0158]

상기의 중합성 수지 조성물을 사용하여 희도 향상 필름 샘플을 제조하였다. 약 3 g의 가운된 수지를 (미국 텔라웨어주 월밍턴 소재의 듀폰으로부터 상표명 "멜리넥스 623"으로 입수가능한) 51 마이크로미터 (2 밀) 프라이밍된 PET (폴리에스테르) 필름에 적용하였다. (수지가 적용된 표면의 반대쪽의 표면인) 이 필름의 후면은, 필름이 6%의 헤이즈, 53%의 투명도 및 96%의 투과율을 갖도록 무광 마무리(matte finish)를 가졌다. 필름의 액체 수지 면을 90/24 패턴, 즉 약 90도의 프리즘 정각 및 약 24 마이크로미터의 프리즘 피크들 사이의 간격을 갖는 미세복제된 툴(tool)에 대고 놓았다. PET, 수지 및 툴을 대략 66°C (150°F)로 설정된 가열된 라미네이터 (laminator)를 통과시켜 균일한 두께의 샘플을 생성하였다. 필름 및 코팅된 수지 샘플을 포함하는 툴을 하나의 236 W/cm (600 W/in) H-전구 및 하나의 236 W/cm (600 W/in) D-전구를 포함하는 퓨전(Fusion) UV 프로세서를 통해 15 m/min (50 fpm)으로 통과시켰다. PET 및 경화된 수지를 툴로부터 제거하고, 이를 약 8 cm × 13 cm (3 in × 5 in)의 샘플들로 잘랐다. PET 상에 형성된 프리즘형 미세구조화 표면은 대략 12 내지 13 마이크로미

터의 두께를 가졌다. 라미네이터 온도를 대략 54°C (130°F)로 설정하는 것과 경화 조건이 하나의 236 W/cm (600 W/in) D-전구를 포함하는 퓨전 UV 프로세서를 통해 11 m/min (35 fpm)으로 통과시키는 것을 제외하고는 동일한 방식으로 실시예 10 내지 실시예 19와 실시예 22 내지 실시예 36의 중합성 수지 조성물을 사용하여 휘도 향상 필름 샘플들을 제조하였다. 무광 마무리가 결여된 127 마이크로미터 (5 밀) 프라이밍된 PET를 베이스 기재로서 사용하는 것을 제외하고는 동일한 방식으로 실시예 20 및 실시예 21의 중합성 수지 조성물을 사용하여 휘도 향상 필름 샘플들을 제조하였다.

[0159] 볼 낙하 시험

시험 필름을 3 mm PMMA 플레이트 상부에 있는 0.2 mm PET 필름의 시트 상에 프리즘들을 위로 한 상태로 놓았다. 시험 필름을, 테크라(Tekra)로부터의 하드 코트를 시험 프리즘을 향해 놓은 상태로, PET로 라미네이팅된 1.6 mm PC 플레이트로 덮었다. 이 PC 플레이트를 4개의 0.2 mm PET 필름 시트의 스택으로 덮었다. 중량이 약 53 g인 스테인리스 강 볼 베어링을 약 30 cm 높이로부터 시험 필름 스택 상에 가이드 튜브를 통해 낙하시켰다. 시험 필름을 제거하고, 충격 영역을 표시하고, 프리즘을 광원으로부터 떨어뜨린 상태로 필름을 라이트박스(lightbox) 상에 놓았다. 프리즘 방향을 따라 그리고 필름에 대해 수직으로부터 55°에서 충격 영역에서의 필름의 디지털 사진을 촬영하였다. 충격 영역은 일반적으로 비충격 영역보다 더 밝게 보인다. 이미지제이(ImageJ) 분석 소프트웨어 (내셔널 인스티튜츠 오브 헬쓰(National Institutes of Health)로부터 입수가능한, 저작권이 소멸된 자바-기반 이미지 처리 프로그램)를 사용하여 충격 스폿 상의 그리고 충격 스폿 외의 이미지 휘도를 측정하였다.

[0161] 더 높은 볼 낙하 손상 콘트라스트는 더 심한 손상을 나타내며, 경화된 프리즘 조성물은 더 낮은 내충격성을 갖는다. 대부분의 결과는 단일 측정에 기초한다. 시험을 동일 필름 샘플에 대해 반복했을 경우에는, 평균을 보고한다.

[0162] 굴절률 측정

비교예 및 실시예의 각각의 수지 블렌드의 굴절률을 바슈 앤드 롬 굴절계(CAT No. 33.46.10)를 사용하여 측정하였다. 볼 낙하 시험 및 굴절률 측정의 결과가 하기 표에 보고되어 있다. 이들 예는 놀라울 정도로 낮은 볼 낙하 손상 콘트라스트 및 고굴절률을 보여준다.

<u>예</u>	<u>불낙하 순상 콘트라스트</u>	<u>글꼴률</u>
C1	0.36	1.624
C2	0.30	1.547
C3	0.14	1.531
1	0.11	1.611
2	0.05	1.612
3	0.05	1.612
4	0.03	1.600
5	0.02	1.594
6	0.07	1.625
7	0.01	1.593
8	0.02	1.593
9	0.01	1.593
10	0.03	1.599
11	0.02	1.603
12	0.02	1.598
13	0.02	1.592
14	0.02	1.589
15	0.00	1.595
16	0.01	1.613
17	0.00	1.594
18	0.01	1.575
19	0.00	1.562
20	0.03	1.562
21	0.03	1.562
22	0.05	1.611
23	0.01	1.609
24	0.01	1.599
25	0.01	1.594
26	0.00	1.588
27	0.00	1.624
28	0.00	1.618
29	0.00	1.611
30	0.00	1.611
31	0.00	1.606
32	0.06	1.623
33	0.00	1.579
34	0.00	1.651
35	0.00	1.560
36	0.00	1.613

[0164]