(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년06월05일
(11) 등록번호 10-1270862
(24) 등록일자 2013년05월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G02B 5/22 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2008-7013073
(22) 출원일자(국제) 2006년11월24일
심사청구일자 2011년11월11일
(85) 번역문제출일자 2008년05월30일
(65) 공개번호 10-2008-0080515
(43) 공개일자 2008년09월04일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2006/323461
(87) 국제공개번호 WO 2007/061061
국제공개일자 2007년05월31일
(30) 우선권주장
JP-P-2005-00340566 2005년11월25일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
US20020191270 A1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
도꾸리쯔교세이호진 상교기쥬쯔 소고겡뀨죠
일본 도쿄도 치요다쿠 카스미가세키 1-3-1
세키스이가가쿠 고교가부시키가이샤
일본 오사카후 오사카시 기타구 니시템마 2죠메 4-4
(72) 발명자
야하라 가즈유키
일본 오사카후 미시마군 시마모토쵸 햐쿠야마 2-1 세키스이가가쿠고교가부시키가이샤 나이
츠치하라 겐지
일본 이바라키켕 츠쿠바시 히가시 1죠메 1-1 쥬오다이 5도쿠리쯔교세이호진 상교기쥬쯔 소고겡뀨죠 나이
(74) 대리인
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 5 항 심사관 : 정수환

(54) 발명의 명칭 **조광 재료 및 조광 필름**

(57) 요 약

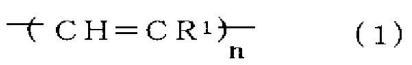
본 발명은 감자극성 수지를 함유하고 특정 파장 영역의 광 투과율을 제어할 수 있는 조광 재료로서, 상기 감자극성 수지가 폴리아세틸렌 화합물인 것을 특징으로 하는 조광 재료이다.

특허청구의 범위

청구항 1

감자극성 수지를 함유하고 특정 파장 영역의 광 투과율을 제어할 수 있는 조광(調光) 재료로서, 상기 감자극성 수지가 하기 일반식 (1) 또는 하기 일반식 (2) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 폴리아세틸렌 화합물인 것을 특징으로 하는 조광 재료.

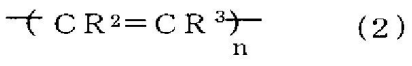
[화학식 1]



(1)

식 (1) 중, R^1 은 탄소수 1 ~ 40 의 알킬기, 알콕시기 (알킬기의 탄소수가 1 ~ 40), SR^4 기 (R^4 는 수소 원자 또는 탄소수 1 ~ 40 의 알킬기를 나타낸다), NR^5R^6 기 (R^5 및 R^6 은 수소 원자 또는 탄소수 1 ~ 40 의 알킬기로 이루어지는 군에서 선택되는 기를 나타내고, 동일하거나 상이한 기이어도 된다), 시아노기, 카르복실기, 술폭실기, 에스테르기, 아미드기 및 COR^7 (R^7 은 탄소수 1 ~ 40 의 알킬기를 나타낸다) 로 이루어지는 군에서 선택되는 기에 의해 치환되어 있는 나프탈렌기, 페난트렌기, 피레닐기, 또는 안트라센기를 나타내고, n 은 5 내지 10 만을 나타낸다.

[화학식 2]



(2)

식 (2) 중, R^2 는 나프탈렌기 또는 안트라센기를 나타낸다. R^3 은 치환기 X 에 의해 m 또는 p 의 위치가 치환되어 있는 페닐기를 나타낸다. 치환기 X 는, 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기, 알콕시기 (알킬기의 탄소수가 1 ~ 20), SR^4 기 (R^4 는 수소 원자 또는 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기를 나타낸다), NR^5R^6 기 (R^5 및 R^6 은 수소 원자 또는 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기로 이루어지는 군에서 선택되는 기를 나타내고, 동일하거나 상이한 기이어도 된다), 시아노기, 카르복실기, 술폭실기, 에스테르기, 아미드기 및 COR^7 (R^7 은 탄소수 1 내지 20 의 알킬기를 나타낸다) 로 이루어지는 군에서 선택되는 기를 나타내고, n 은 5 내지 10 만을 나타낸다.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

산화제, 환원제, 또는 양자 모두를 함유하는 것을 특징으로 하는 조광 재료.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 기재된 조광 재료로 이루어지는 것을 특징으로 하는 조광 필름.

청구항 4

제 3 항에 기재된 조광 필름과, 외적 자극을 부여하기 위한 수단을 갖는 것을 특징으로 하는 조광체.

청구항 5

제 3 항에 기재된 조광 필름과, 외적 자극을 부여하기 위한 수단을 갖는 것을 특징으로 하는 조광체로서, 상기 외적 자극이 전기적 자극이고, 1 쌍의 전극 기판 간에 제 3 항에 기재된 조광 필름과 전해질층의 적층체를 협지(挾持)하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 조광체.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 넓은 파장 영역에 있어서의 임의의 파장 영역의 광 투과율을 임의로 제어할 수 있는 조광(調光)

재료, 및, 그 조광 재료를 사용하여 이루어지는 조광 필름에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 특정 파장 영역의 광의 투과율을 제어할 수 있는 조광 재료는, 특정 파장의 광을 차단함으로써 투과광을 조정하거나, 색을 조정하는 목적에 이용되고 있으며, 예를 들어, 실내 부재, 건축 부재, 전자 부품 등 다양한 분야에서 이용되고 있다. 또, 최근에는 적외선 영역의 광 투과율을 제어할 수 있게 하는 재료도 주목을 모으고 있어, 여러 가지 검토가 행해지고 있다.

[0003] 이러한 조광 재료로는, 예를 들어, 특허 문헌 1, 2 에는, 편광 입자 현탁액과 중합성 수지를 함유하는 조광 재료가 제안되어 있다. 이러한 조광 재료를 사용하여 이루어지는 조광체는, 전장(電場)에 응답하여 편광 입자가 배열되어, 투명 상태를 형성한다. 그러나, 이러한 조광 재료로는, 가시광 영역에서부터 근적외 영역의 충분히 넓은 파장 영역에서 임의의 파장 영역의 광 투과율을 임의로 그리고 용이하게 제어할 수는 없다는 문제점이 있었다.

[0004] 특허 문헌 3, 4 에는, 온도에 따라 체적 변화하는 고분자 겔을 사용한 조광 재료로서, 고분자 겔 중에 색재와 적외선 흡수 재료를 함유시킨 열선 차폐 조광 재료가 개시되어 있다. 이러한 조광 재료를 사용하여 이루어지는 조광체는, 적외선 흡수 재료에 의하여 온도에 응답하여 열선 (근적외선) 의 투과율을 조정할 수 있으며, 또한, 색재에 의하여 가시광 영역의 투과율을 조정할 수 있다. 그러나, 이러한 조광 재료에서는, 가시광 영역에서부터 근적외 영역의 충분히 넓은 파장 영역에서 임의의 파장 영역의 광 투과율을 임의로 그리고 용이하게 제어할 수 없다는 문제점이 있었다.

[0005] 특허 문헌 5 에는, 산화니오브로 이루어지는 일렉트로크로믹 박막이 개시되어 있으며, 넓은 파장 영역에서 우수한 조광 특성을 나타낸다고 하는 취지가 기재되어 있다. 그러나, 이러한 무기 산화물을 조광 재료로서 사용하는 경우, 조광 소자를 제조하는 데에 번잡한 공정을 거칠 필요가 있어, 실용화하는 데에 과제가 남아 있었다.

[0006] 적외선 영역의 광 투과율을 제어하기 위한 조광 재료로는, 예를 들어, 특허 문헌 6 에는, 적외선 흡수성을 갖는 디이모늄염계 화합물과 폴리에스테르를 함유하는 재료가 기재되어 있고, 특허 문헌 7 에는 적외 흡수 특성을 갖는 디옥사디나프토펜타센 화합물과 바인더 수지를 함유하는 도공액이 기재되어 있으며, 특허 문헌 8 에는 적외선 흡수성의 페릴렌계 안료를 사용한 차열 도료가 기재되어 있다. 그러나, 이들 조광 재료에서는, 바인더 수지 중에 있어서의 적외선 흡수성 화합물의 분산성이 문제가 되어 분산이 불균일해지는 결과, 균일한 흡수 특성이 얻어지기 어렵다고 하는 문제가 있었다.

[0007] 특허 문헌 1 : 일본 공개특허공보 2005-105131호

[0008] 특허 문헌 2 : 일본 공개특허공보 2002-214653호

[0009] 특허 문헌 3 : 일본 공개특허공보 2002-155215호

[0010] 특허 문헌 4 : 일본 공개특허공보 2002-082364호

[0011] 특허 문헌 5 : 일본 공개특허공보 평9-227860호

[0012] 특허 문헌 6 : 일본 공개특허공보 2001-174627호

[0013] 특허 문헌 7 : 일본 공개특허공보 2002-139619호

[0014] 특허 문헌 8 : 일본 공개특허공보 2005-076019호

발명의 상세한 설명

[0015] 발명의 개시

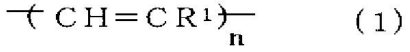
[0016] 발명이 해결하고자 하는 과제

[0017] 본 발명은 상기 현상(現狀)을 감안하여, 넓은 파장 영역에 있어서의 임의의 파장 영역의 광 투과율을 임의로 제어할 수 있는 조광 재료, 및, 그 조광 재료를 사용하여 이루어지는 조광 필름을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0018] 과제를 해결하기 위한 수단

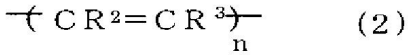
[0019] 본 발명은, 감자극성 수지를 함유하고 특정 파장 영역의 광 투과율을 제어할 수 있는 조광 재료로서, 상기 감자극성 수지가 하기 일반식 (1) 또는 하기 일반식 (2) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 폴리아세틸렌 화합물인 조광 재료이다.

[0020] [화학식 1]

[0021] 

[0022] 식 (1) 중, R^1 은 탄소수 1 ~ 40 의 알킬기, 알콕시기 (알킬기의 탄소수가 1 ~ 40), SR^4 기 (R^4 는 수소 원자 또는 탄소수 1 ~ 40 의 알킬기를 나타낸다), NR^5R^6 기 (R^5 및 R^6 은 수소 원자 또는 탄소수 1 ~ 40 의 알킬기로 이루어지는 군에서 선택되는 기를 나타내고, 동일하거나 상이한 기이어도 된다), 시아노기, 카르복실기, 술폭실기, 에스테르기, 아미드기 및 COR^7 (R^7 은 탄소수 1 ~ 40 의 알킬기를 나타낸다) 로 이루어지는 군에서 선택되는 기에 의해 치환되어 있는 나프탈렌기, 페난트렌기, 피레닐기, 또는 안트라센기를 나타낸다.

[0023] [화학식 2]

[0024] 

[0025] 식 (2) 중, R^2 는 나프탈렌기 또는 안트라센기를 나타낸다. R^3 은 치환기 X 에 의해 m 또는 p 의 위치가 치환되어 있는 페닐기를 나타낸다. 치환기 X 는, 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기, 알콕시기 (알킬기의 탄소수가 1 ~ 20), SR^4 기 (R^4 는 수소 원자 또는 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기를 나타낸다), NR^5R^6 기 (R^5 및 R^6 은 수소 원자 또는 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기로 이루어지는 군에서 선택되는 기를 나타내고, 동일하거나 상이한 기이어도 된다), 시아노기, 카르복실기, 술폭실기, 에스테르기, 아미드기 및 COR^7 (R^7 은 탄소수 1 내지 20 의 알킬기를 나타낸다) 로 이루어지는 군에서 선택되는 기를 나타낸다.

[0026] 이하에 본 발명을 상세히 서술한다.

[0027] 본 발명자들은 예의 검토한 결과, 특정 구조를 갖는 폴리아세틸렌 화합물은, 화학적 또는 전기적인 자극에 의해, 또, 압력이나 온도를 변화시키는 등의 물리적인 자극에 의해, 매우 넓은 파장 영역에 있어서의 광의 투과를 제어할 수 있다는 것을 알아내어, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

[0028] 본 발명의 조광 재료는, 상기 일반식 (1) 또는 상기 일반식 (2) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 폴리아세틸렌 화합물인 감자극성 수지를 함유한다. 이들 폴리아세틸렌계 화합물을 함유하는 조광 재료는, 다환 방향족 측쇄를 1 개 이상 가짐으로써, 화학적인 자극이나 전기적인 자극, 압력이나 온도라고 하는 물리적인 자극에 응답하여, 넓은 파장 영역에서 광의 투과율을 변화시킬 수 있다.

[0029] 상기 일반식 (1) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 폴리아세틸렌 화합물 중에서도, R^1 은 치환되어 있는 나프탈렌기인 것이 바람직하다. R^1 이 나프탈렌기임으로써, 자극을 부여했을 때에 충분한 장파장 영역에까지 우수한 광흡수 특성을 나타내고, 근적외선 영역의 광 투과율도 바람직하게 제어할 수 있다.

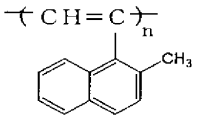
[0030] 또, R^1 을 치환하는 치환기로는, 특히 탄소수 6 ~ 20 의 직쇄 알킬기를 갖는 기가 바람직하다. 이러한 치환기에 의해 치환함으로써, 후술하는 자극을 부여한 경우에 근적외부에 큰 흡수를 가지게 되어, 근적외선 커팅 용도에 적합하다. 또, 치환기를 선택함으로써 근적외부의 흡수의 크기 및 파장을 임의로 컨트롤할 수 있다. 또한, 본 발명의 조광 재료의 반복 내구성이 특히 우수해지고, 이 때문에, 예를 들어, 전기적 자극과 같이 반복 주파수를 가지고 인가되는 외적 자극을 부하하여 조광하기 위한 조광 재료로서 매우 유용하다. 또, 자극의 유무에 따른 색의 콘트라스트를 크게 할 수도 있다.

[0031] 단, R^1 을 치환하는 치환기나 R^3 을 치환하는 치환기로서 분기상의 알킬기를 사용한 경우에는, 상기 일반식 (1) 또는 (2) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 폴리아세틸렌 화합물의 용매에 대한 용해성을 향상시킬 수 있다. 따라서, 본 발명의 조광 재료로는, 요구되는 광 흡수 특성과 용매에 대한 용해성을 감안하여, R^1 을 치환하는 치환기나 R^3 을 치환하는 치환기가 상이한 상기 일반식 (1) 또는 (2) 로 나타내는 반복 단위를 적절한 배합비로

갖는 공중합체로 하는 것이 바람직하다.

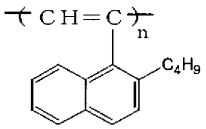
[0032] 상기 일반식 (1) 또는 (2) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 폴리아세틸렌 화합물 중에서도, 바람직한 화합물로는 특별히 한정은 되지 않지만, 예를 들어, 하기 식 (1-1), (1-2), (1-3), (1-4), (1-5), 식 (2-1) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 폴리아세틸렌 화합물을 들 수 있다. 이들 폴리아세틸렌 화합물은, 특히 용매에 가용이며, 근적외역의 흡수가 커지기 때문이다. 또, 하기 화합물 중에서도 특히 하기 식 (1-3), (1-4) 및 (1-5) 는, 탄소수 6 ~ 18 의 직쇄 알킬기에 의해 치환된 나프탈렌기를 가지고 있으며, 예를 들어, 전기적 자극과 같이 반복 주파수를 가지고 인가되는 외적 자극을 부하하여 조광하기 위한 조광 재료로서 매우 유용하다.

[0033] [화학식 3]

[0034] 

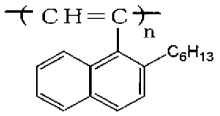
(1-1)

[0035] [화학식 4]

[0036] 

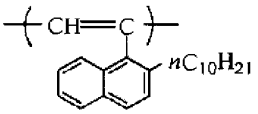
(1-2)

[0037] [화학식 5]

[0038] 

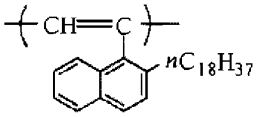
(1-3)

[0039] [화학식 6]

[0040] 

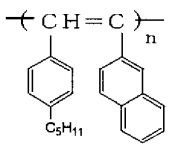
(1-4)

[0041] [화학식 7]

[0042] 

(1-5)

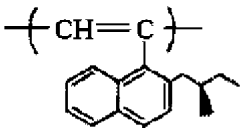
[0043] [화학식 8]

[0044] 

(2-1)

[0045] R^1 을 치환하는 치환기나 R^3 을 치환하는 치환기로서, 키랄 중심이 되는 탄소 원자를 갖는 것을 사용한 경우에는, 화학적인 자극이나 전기적인 자극, 압력이나 온도 등의 물리적인 자극에 의해 원 2 색성의 온-오프를 가역적으로 달성할 수 있어, 편광 필터로서 사용할 수도 있게 된다. 이러한 키랄 중심이 되는 탄소 원자를 갖는 치환기를 갖는 것으로는, 예를 들어, 하기 식 (1-6), (1-7) 로 나타내는 반복 단위 등을 들 수 있다.

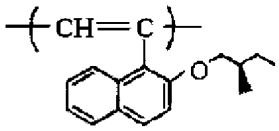
[0046] [화학식 9]



(1-6)

[0047]

[0048] [화학식 10]



(1-7)

[0049]

[0050] 상기 일반식 (1) 또는 일반식 (2) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 폴리아세틸렌 화합물에 있어서, 상기 반복 단위의 반복수로는 특별히 한정은 되지 않지만, 바람직한 하한은 5 이고, 바람직한 상한은 10 만이다. 5 미만이면, 충분한 조색 성능을 발휘할 수 없는 경우가 있으며, 10 만을 초과하면, 용해성이 저하되는 경우가 있다. 보다 바람직한 하한은 10, 보다 바람직한 상한은 1000 이다.

[0051] 상기 감자극성 수지는, 상기 식 (1) 또는 상기 식 (2) 로 나타내는 반복 단위 이외의 반복 단위를 가지고 있어도 된다.

[0052] 그러한 상기 식 (1) 또는 상기 식 (2) 로 나타내는 반복 단위 이외의 반복 단위로는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들어, 페닐아세틸렌, 디페닐아세틸렌, 스티렌 등을 들 수 있다.

[0053] 이와 같이 상기 감자극성 수지가 상기 식 (1) 또는 상기 식 (2) 로 나타내는 반복 단위 이외의 반복 단위를 갖는 경우에 있어서, 상기 식 (1) 또는 상기 식 (2) 로 나타내는 반복 단위의 함유량의 바람직한 하한은 90 몰% 이다. 90 몰% 미만이면, 충분한 조광성을 발휘할 수 없는 경우가 있다. 보다 바람직한 하한은 98 몰% 이다.

[0054] 상기 일반식 (1) 또는 일반식 (2) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 폴리아세틸렌 화합물을 제조하는 방법으로는 특별히 한정되지 않지만, 예를 들어, 건조 질소 분위기 하에서 원료 모노머, 촉매 및 용매를 혼합하여, 실온 또는 소정 온도에서 소정 시간 중합시킨 후, 대량의 메탄올을 첨가하여 중합 반응을 정지시켜 폴리머를 석출시키는 방법 등을 들 수 있다.

[0055] 또, 상기 감자극성 수지가 상기 식 (1) 또는 상기 식 (2) 로 나타내는 반복 단위 이외의 반복 단위를 갖는 경우에 있어서는, 원료 모노머로서, 예를 들어, 페닐아세틸렌, 디페닐아세틸렌, 스티렌 등의 모노머도 병용해도 된다.

[0056] 상기 촉매로는 특별히 한정되지 않지만, 예를 들어, WCl_6, WBr_6, WI_6, WF_6, $W(CO)_6$, $MoCl_5$, $CrCl_3$, $TaCl_5$, $NbCl_5$, $MnCl_3$, $RuCl_3$, $RhCl_3$ 등이 적합하다.

[0057] 상기 용매로는 특별히 한정은 되지 않으며, 예를 들어, 톨루엔, 클로로포름, 사염화탄소 등을 들 수 있다. 이들 용매로는, 중합 반응을 저해하지 않도록, 종래 공지된 방법에 의해 탈수된 것을 사용하는 것이 바람직하다.

[0058] 상기 중합 방법으로는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들어, 교반 막대가 설치된 반응기 등에 각각의 화합물을 소정량 도입하고, 일정한 온도에서 혼합하는 방법 등을 들 수 있다.

[0059] 상기 중합 온도로는 실온이어도 되고, 80℃ 정도로 가열해도 된다.

[0060] 본 발명의 조광 재료는, 감자극성 수지로서 상기 서술한 폴리아세틸렌 화합물 이외의 감자극성 수지를 함유해도 된다. 그러한 감자극성 수지로는 특별히 한정은 되지 않지만, 예를 들어, 폴리아닐린 화합물, 폴리티오펜 화합물, 폴리피롤 화합물 등을 들 수 있다.

[0061] 본 발명의 조광 재료는 성형성이나 얻어진 성형물의 기계적 강도를 향상시킬 목적에서 다른 수지를 함유해도 된다.

[0062] 상기 다른 수지로는, 투명성이 높고 또한 상기 감자극성 수지와의 혼합성이 우수한 것이라면 특별히 한정되지

않으며, 예를 들어, 폴리올레핀류, 폴리아크릴레이트류, 폴리메타크릴레이트류, 폴리에스테르류, 폴리아미드류, 폴리카보네이트류 등을 들 수 있다.

[0063] 본 발명의 조광 재료는, 상기 감자극성 수지 외에, 산화제 및/또는 환원제를 함유해도 된다. 산화제 및/또는 환원제를 함유함으로써, 이들 산화제 및/또는 환원제가 상기 감자극성 수지에 대해 화학적 자극으로서 작용하여, 임의의 파장에 있어서의 투과율을 제어할 수 있다.

[0064] 상기 산화제로는 특별히 한정은 되지 않으며, 질산, 염산, 황산, 요오드, 염소, 염화철 (Ⅲ), 브롬화철 (Ⅲ), 염화구리 (Ⅱ), 염화주석 (Ⅳ), 염화금 (Ⅲ), 과염소산리튬, 과염소산구리 등을 들 수 있다.

[0065] 상기 환원제로는 특별히 한정은 되지 않으며, 티오황산나트륨, 아질산나트륨, 아황산, 황화수소, 아이티온산, 아이티온산나트륨, 히드라진, 페닐히드라진, 염산히드라진 등을 들 수 있다.

[0066] 감자극성 수지로서 상기 식 (1-1) ~ (1-5) 식의 폴리아세틸렌 화합물을 함유하는 경우, 상기 산화제 중에서도 염화철 (Ⅲ), 브롬화철 (Ⅲ), 염화구리 (Ⅱ), 염화금 (Ⅲ) 등의 전이 금속의 할로겐화물을 사용하는 것이 바람직하다. 이들 산화제를 사용함으로써, 투과율 변화가 큰 조광 재료를 얻을 수 있다. 보다 바람직한 산화제는 염화금 (Ⅲ), 염화철 (Ⅲ) 이다.

[0067] 감자극성 수지로서 상기 식 (2-1) 의 폴리아세틸렌 화합물을 함유하는 경우, 상기 산화제 중에서도 염화철 (Ⅲ), 브롬화철 (Ⅲ), 염화구리 (Ⅱ), 염화금 (Ⅲ) 등의 전이 금속의 할로겐화물이나, 질산을 사용하는 것이 바람직하다. 이들 산화제를 사용함으로써, 투과율 변화가 큰 조광 재료를 얻을 수 있다. 보다 바람직한 산화제는 염화금 (Ⅲ) 이다.

[0068] 본 발명의 조광 재료에 상기 산화제 및/또는 환원제를 첨가하는 방법으로는 특별히 한정은 되지 않으며, 예를 들어, 상기 폴리아세틸렌 화합물을 톨루엔, 클로로포름, 사염화탄소 등의 적당한 용매에 용해시킨 용액 중에 상기 산화제 및/또는 환원제를 직접 첨가하거나, 또는, 산화제 및/또는 환원제의 용액을 첨가하고, 액상 중에서 감자극성 수지와 산화제 및/또는 환원제를 접촉시키는 방법을 바람직하게 사용할 수 있다.

[0069] 이러한 방법으로 산화제 및/또는 환원제를 첨가하는 경우, 감자극성 수지의 종류, 산화제 및/또는 환원제의 종류 및 그 용액 중에서의 농도를 변화시킴으로써, 광의 투과율이 변화하는 파장 영역 및 광 투과율을 임의로 제어할 수 있다. 또, 후술하는 방법으로 조광 필름을 제조하는 경우, 상기와 같이 광의 투과율을 임의로 조정한 조광 재료를 사용함으로써, 원하는 조광 특성을 갖는 조광 필름을 제조할 수 있다.

[0070] 상기 산화제 및/또는 환원제를 첨가하여 임의의 파장 영역의 광 투과율을 조정하는 방법에 있어서, 산화제 및/또는 환원제의 첨가량과 광 투과율의 관계로는 구체적으로는 예를 들어, 감자극성 수지가 상기 식 (1-1) ~ (1-5) 또는 (2-1) 로 나타내는 폴리아세틸렌 화합물인 경우, 감자극성 수지의 클로로포름 용액에 대해, 조광 재료 중에서의 폴리아세틸렌에 대한 상기 산화제의 배합량이 5 ~ 300 중량% 가 되도록 염화철 (Ⅲ) 를 첨가하면, 가시광 영역의 광의 투과율을 변화시켜 조광에 의한 색 변화를 발현시킬 수 있으며, 최종 농도가 20 ~ 100 중량% 가 되도록 염화철 (Ⅲ) 를 첨가하면, 근적외선 영역의 광의 투과율을 변화 (저감) 시킬 수 있다.

[0071] 본 발명의 조광 재료는, 본 발명의 목적을 저해하지 않는 범위에서 필요에 따라, 예를 들어, 산화 방지제, 자외선 흡수제 등의 종래 공지된 첨가제를 함유해도 된다.

[0072] 본 발명의 조광 재료를 제조하는 방법으로는 특별히 한정되지 않으며, 상기 감자극성 수지와 필요에 따라 첨가되는 산화제, 환원제, 각종 첨가제를, 소정의 배합량 용매 중에서 균일하게 혼합하는 방법 등을 들 수 있다.

[0073] 본 발명의 조광 재료의 용도로는 특별히 한정은 되지 않지만, 예를 들어, 가시광 영역의 광의 흡수를 증대시킴으로써 유색의 각종 필터 등의 광학 부품용 코팅제나, 각종 표시 소자용 코팅제 등으로서 사용할 수 있다. 또, 표시 재료에 사용할 수도 있다. 또, 근적외선이나 적외선 영역의 흡수를 증대시킴으로써, 차열 도료나, 각종 표시 패널의 근적외선 차폐용 코팅제 등으로서도 사용할 수 있다. 또한, 본 발명의 조광 재료를 성막하여 조광 필름으로서 사용해도 된다. 본 발명의 조광 재료로 이루어지는 조광 필름도 또한, 본 발명의 하나이다.

[0074] 본 발명의 조광 필름의 양태로는 특별히 한정은 되지 않지만, 예를 들어, 상기 조광 재료를 성막한 성막체이어도 되고, 기재 상에 상기 조광 재료를 사용하여 성막체를 형성한 것이어도 된다. 또, 2 장의 기재 간에 상기 조광 재료를 사용한 성막체를 개재시켜 사용해도 된다. 또한, 상기 조광 재료를 성막하지 않는 상태에서

2 장의 기판 간에 밀봉한 양태이어도 된다.

[0075] 상기 기재로는 특별히 한정은 되지 않지만, 조광 필름의 성질상, 투명한 것이 바람직하다. 이러한 투명 기재로는, 예를 들어, 소다석회 유리, 납 유리, 붕규산 유리, 석영 유리 등의 유리판, 폴리아크릴류, 비닐계 수지, 폴리올레핀류, 폴리에스테르류, 폴리아미드류, 폴리카보네이트류, 에폭시계 수지, 아세탈계 수지 등의 호모폴리머, 코폴리머, 폴리머 블렌드 등의 수지판 등을 들 수 있다. 또, 폴리에스테르류, 폴리이미드류, 폴리에테르에테르케톤, 폴리에테르술폰, 폴리에틸렌테레프탈레이트 등의 플렉서블 기판도 바람직하게 사용할 수 있다.

[0076] 본 발명의 조광 필름은, 상기 조광 재료로 이루어지는 필름 및/또는 기재만으로 이루어지는 것이어도 되고, 상기 조광 재료로 이루어지는 필름과 다른 필름의 적층체이어도 된다.

[0077] 상기 다른 필름으로는 특별히 한정은 되지 않으며, 예를 들어, 상기 조광 재료로 이루어지는 필름과 적층함으로써 적층체로서 새로운 기능을 부여하는 것, 상기 조광 재료로 이루어지는 필름의 기능을 향상시키는 것을 들 수 있다.

[0078] 이러한 다른 필름으로는, 예를 들어, 폴리올레핀류, 폴리에스테르류, 폴리부티랄류 등으로 이루어지는 수지 필름이나, 전해질층으로 이루어지는 필름 등을 들 수 있다.

[0079] 상기 본 발명의 조광 필름의 두께로는 특별히 한정은 되지 않지만, 바람직한 하한은 100Å, 바람직한 상한은 10㎛ 이다. 100Å 미만이면, 충분한 조광 성능을 발휘하지 않는 경우가 있고, 10㎛ 를 초과하면, 가시광의 투과율이 저하되어, 투명성이 상실되는 경우가 있다.

[0080] 본 발명의 조광 필름을 제조하는 방법으로는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들어, 본 발명의 조광 재료를 이형 필름 상이나 상기 기재 상에 도공한 후, 건조시키는 방법 등을 들 수 있다.

[0081] 상기 도공하는 방법으로는 특별히 한정은 되지 않으며, 스핀 코트법, 캐스트법 등, 종래 공지된 방법을 사용할 수 있다.

[0082] 본 발명의 조광 필름은, 감자극성 수지를 함유하는 조광 재료로 이루어지기 때문에, 화학적인 자극이나 전기적인 자극, 압력이나 온도와 같은 물리적인 자극에 응답하여, 넓은 파장 영역에서 광의 투과율을 변화시킬 수 있다.

[0083] 본 발명의 조광 필름과 외적 자극을 부여하기 위한 수단을 갖는 조광체도 또한, 본 발명의 하나이다.

[0084] 본 발명의 조광 필름에 화학적인 자극을 부여하는 방법으로는 특별히 한정은 되지 않지만, 본 발명의 조광 필름에, 산화제 및/또는 환원제를 접촉시키는 방법을 들 수 있다.

[0085] 상기 접촉시키는 방법으로는 특별히 한정은 되지 않지만, 예를 들어, 산화제 및/또는 환원제의 용액 중에 본 발명의 조광 필름을 원하는 투과율 변화를 줄 수 있는 시간 동안 담그는 방법 ; 본 발명의 조광 필름을 산화제 및/또는 환원제를 함유하는 증기에 접촉시키는 방법 등을 들 수 있다. 상기 산화제 및/또는 환원제의 종류나 이들 용액의 농도, 접촉시키는 시간 등을 조정함으로써, 원하는 조광 특성을 갖는 조광 필름을 얻을 수 있다.

[0086] 또한, 여기에서 사용하는 산화제 및 환원제로는 특별히 한정은 되지 않으며, 예를 들어, 상기 서술한 것과 동일한 것을 사용할 수 있으며, 감자극성 수지와 산화제 및/또는 환원제의 조합으로는, 상기 서술한 바람직한 조합과 동일한 조합을 바람직하게 사용할 수 있다.

[0087] 본 발명의 조광 필름에 전기적인 자극을 부여하는 방법으로는 특별히 한정은 되지 않지만, 예를 들어, 1 쌍의 전극 기판 간에, 본 발명의 조광 필름과 전해질층의 적층체를 협지(挾持)시켜, 기판 간에 전압을 인가하는 방법 등을 들 수 있다.

[0088] 상기 전극 기판으로는 특별히 한정은 되지 않으며, 종래 공지된 투명 기판 상에 투명 전극막이 형성된 것 등을 사용할 수 있다. 상기 투명 기판으로는 특별히 한정은 되지 않으며, 예를 들어, 유리나 수지 등을 사용할 수 있다.

[0089] 상기 유리로는 특별히 한정되지 않으며, 소다석회 유리, 납 유리, 붕규산 유리, 석영 유리 등을 들 수 있다. 또, 상기 수지로는 특별히 한정되지 않으며, 폴리아크릴류, 비닐계 수지, 폴리올레핀류, 폴리에스테르류, 폴리아미드류, 폴리카보네이트류, 에폭시계 수지, 아세탈계 수지 등의 호모폴리머, 코폴리머, 폴리머 블렌드 등의

수지판 등을 들 수 있다. 또, 폴리에스테르류, 폴리이미드류, 폴리에테르에테르케톤, 폴리에테르술폰, 폴리에틸렌테레프탈레이트 등의 플렉서블 기판도 바람직하게 사용할 수 있다.

[0090] 상기 투명 전극막으로는 특별히 한정되지 않으며, 종래 공지된 투명 도전막으로 이루어지는 것 등을 들 수 있다. 상기 투명 도전막으로는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들어, 금, 은, 크롬, 구리, 텅스텐 등의 금속 박막 ; ITO, 산화주석, 산화아연 등의 금속 산화물로 이루어지는 것 ; 폴리피롤, 폴리아세틸렌, 폴리 티오펜, 폴리파라페닐렌비닐렌, 폴리아닐린, 폴리아센, 폴리에틸렌디옥시티오펜 등의 도전성 고분자 화합물로 이루어지는 것 등을 들 수 있다.

[0091] 상기 전해질층을 형성하는 전해질로는 특별히 한정은 되지 않으며, 예를 들어, 산화탄탈, 산화니오브, 산화티탄 등의 무기 유전체 박막 ; 과염소산리튬, 붕플루오르화테트라에틸암모늄, 요오드화리튬 등의 알칼리 금속염, 알칼리 토금속염 등의 무기 이온염이나 4 급 암모늄염, 고리형 4 급 암모늄염으로 이루어지는 전해질과, 폴리비닐알코올, 폴리비닐부티랄, 폴리에틸렌옥사이드, 폴리옥시에틸렌메타크릴레이트, 폴리스티렌술폰산, 폴리글리콜 골격을 갖는 고분자 등의 고체 도전성 화합물로 이루어지는 고분자 전해질 ; 상기 고분자 전해질을 아세토니트릴, 니트로메탄, 탄산프로필렌, 탄산에틸렌 등의 유기 용매에 용해시킨 액층 전해질 등을 들 수 있다.

[0092] 이와 같이, 1 쌍의 전극 기판 간에, 본 발명의 조광 필름과 전해질층의 적층체를 협지시켜 이루어지는 조광체도 또한, 본 발명의 하나이다.

[0093] 본 발명의 조광 필름에 온도에 의한 자극을 부여하는 방법으로는 특별히 한정은 되지 않지만, 예를 들어, 본 발명의 조광 필름을 80 ~ 300℃, 보다 바람직하게는 150 ~ 250℃ 로 가열하는 방법 등을 들 수 있다. 이러한 온도 조건에서 가열함으로써 조광 필름을 구성하는 분자 구조가 변화되어, 1 차 구조, 고차 구조의 규칙성이 향상됨으로써, 조광 필름의 가시광 영역의 흡수 파장을 장파장측으로 시프트시킬 수 있어, 용이하게 광의 투과율을 변화시킬 수 있다. 온도 자극에 의한 조광 필름의 광의 투과율의 조정은 분자 구조의 변화에 의한 것이기 때문에, 온도 조건 등을 선택함으로써, 본 발명의 조광 필름의 광의 투과율을 불가역적으로 조정할 수도 있다.

[0094] 본 발명의 조광 필름 및 조광체는, 넓은 파장 영역에 있어서의 광의 투과율에 대하여, 임의의 파장 영역의 광의 투과율을 임의로 제어할 수 있고, 용도로는 특별히 한정은 되지 않으며, 가시광 영역의 광의 흡수를 조정함으로써 유색의 각종 필터 등의 광학 부품 등이나, 차량용 창재, 건축용 창재, 안경용 재료로서 사용할 수 있다. 또, 근적외선이나 적외선 영역의 투과율을 저감시킴으로써, 각종 표시 패널의 근적외선 흡수 필터나 각종 스크린, 차량용 창재, 건축용 창재 등에 사용할 수 있다.

[0095] 발명의 효과

[0096] 본 발명에 의하면, 넓은 파장 영역에 있어서의 광의 투과율에 대하여 임의의 파장 영역의 광 투과율을 임의로 제어할 수 있는 조광 재료, 및, 그 조광 재료를 사용하여 이루어지는 조광 필름을 제공할 수 있다. 또, 자극을 부여하는 조건을 선정함으로써, 시인성이 우수하고 또한 차열성도 우수한 조광 필름으로서 사용할 수 있다.

실 시 예

[0097] 발명을 실시하기 위한 최선의 형태

[0098] 이하에 실시예를 들어 본 발명의 양태를 더욱 상세하게 설명하는데, 본 발명은 이들 실시예에만 한정되는 것은 아니다.

[0099] (실시예 1)

[0100] (1) 폴리(1-에티닐-2-메틸나프탈렌)의 조제

[0101] 20㎖ 의 트리에틸아민에 10g의 1-브로모-2-메틸나프탈렌, 0.63g 의 디클로로 비스(트리페닐포스핀)팔라듐, 0.24g 의 트리페닐포스핀, 0.24g 의 브롬화구리, 0.95g 의 브롬화리튬, 7.6g 의 3-메틸-1-부틴-3-올을 첨가하고, 90℃ 에서 8 시간 반응시켰다.

[0102] 이배퍼레이터로 탈용제한 후, 에틸에테르를 첨가하여, 생성된 화합물을 추출하였다. 이 에틸에테르층을 증류수 300㎖ 로 3 회 세정한 후, 무수 황산마그네슘으로 24 시간 건조시킨 후, 여과하고, 여과액의 용매를 증류 제거한 후, 아세트산 에틸/헥산 (1/4) 을 전개 용매로 하여 칼럼 정제하였다.

[0103] 얻어진 화합물에 30㎖ 의 디에틸렌글리콜, 4.4g 의 수산화칼륨을 첨가하고, 90℃ 에서 15 시간 교반하였다. 에틸에테르를 첨가하여, 생성된 화합물을 추출하였다. 이 에틸에테르층을 증류수 300㎖ 로 2 회 세정한 후, 무수 황산마그네슘으로 24 시간 건조시키고, 여과 후, 용매를 증류 제거하였다. 헥산을 전개 용매로 하여 칼럼 생성함으로써 3.5g 의 1-에티닐-2-메틸나프탈렌을 얻었다. 얻어진 1-에티닐-2-메틸나프탈렌에 대하여 ^{1}H-NMR (270㎒, $CDCl_3$) 에 의해 분석한 결과, δ 8.3(1H), 7.8(2H), 7.5(3H), 3.7(1H), 2.6(3H) 의 피크가 관찰되었다.

[0104] 얻어진 1-에티닐-2-메틸나프탈렌 0.39g 을 WCl_6 촉매에 의해 중합시켜, 폴리(1-에티닐-2-메틸나프탈렌) 0.21g 을 얻었다.

[0105] (2) 조광 재료 및 조광 필름의 제조

[0106] 얻어진 폴리(1-에티닐-2-메틸나프탈렌)을 0.8 중량% 가 되도록 클로로포름에 용해시켜 클로로포름 용액을 조제하였다. 또한, 염화철 (Ⅲ) 를 폴리(1-에티닐-2-메틸나프탈렌)에 대한 배합량이 16 중량%, 30 중량%, 50 중량% 가 되도록 첨가하고, 교반하여 3 종류의 조광 재료를 얻었다. 또, 상기 클로로포름 용액에 염화금 (Ⅲ) 를 폴리(1-에티닐-2-메틸나프탈렌)에 대한 배합량이 30 중량% 가 되도록 첨가하고 교반하여 조광 재료를 얻었다. 얻어진 조광 재료를, 두께 0.1㎜ 의 유리 기재 상에 스핀 코트법 (800rpm × 10 분간) 으로 도공하고, 30℃, 1 시간 건조시켜 도막을 형성시켜 조광 필름을 얻었다.

[0107] 얻어진 조광 필름의 광 투과 특성을 도 1, 2 에 나타냈다.

[0108] 도 1, 2 로부터, 얻어진 각 조광 필름은 넓은 파장 영역에 흡수를 가지며, 그 광 투과율은 산화제의 종류나 양에 의해 임의로 제어할 수 있다는 것이 판명되었다. 또한, 적외선 영역에 높은 흡수역을 가지고, 또, 흡수 파장이 산화제의 종류 및 첨가하는 양에 따라 상이하다는 것을 알 수 있었다.

[0109] (실시예 2)

[0110] (1) 폴리(1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌)아세틸렌의 조제

[0111] 질소 분위기 하 150℃ 에서 에티닐나프탈렌 3g 의 테트라히드로푸란 용액 30㎖ 에 노르말부틸리튬의 1.6mol/ℓ 헥산 용액을 첨가하였다. -90℃ 로 냉각시킨 후, 칼륨tert-부톡시드 2.5g 의 테트라히드로푸란 용액 15㎖ 를 첨가하고, -80℃ 에서 1 시간 교반한 후 5℃ 까지 승온시켰다. -70℃ 에서 브로모헥산 3.3g 을 적하하고, 30℃ 에서 하룻밤 교반하였다. 0℃ 에서 물 100㎖ 를 적하하고, 헥산을 첨가하여, 생성된 화합물을 추출하였다. 이 헥산층을 증류수 300㎖ 로 3 회 세정한 후, 무수 황산마그네슘으로 24 시간 건조시키고, 여과 후, 용매를 증류 제거하였다. 칼럼 정제한 후 용매를 증류 제거하고, 헥산을 전개 용매로 하여 칼럼 생성함으로써 2.2g 의 1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌을 얻었다. 얻어진 1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌에 대하여 ^{1}H-NMR (270㎒, $CDCl_3$) 에 의해 분석한 결과, δ 8.3(1H), 7.8(2H), 7.5(3H), 3.6(1H), 3.0(2H), 1.7(2H), 1.3(6H), 0.9(3H) 의 피크가 관찰되었다. 얻어진 1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌 0.35g 을 WCl_6 촉매에 의해 중합시켜, 폴리(1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌)아세틸렌 0.25g 을 얻었다.

[0112] (2) 조광 재료 및 조광 필름의 제조

[0113] 얻어진 폴리(1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌) 5㎎ 을 클로로포름 0.37㎖ 에 용해 시켜 0.9 중량% 의 클로로포름 용액을 조제하고, 또한, 염화철 (Ⅲ) 1.5㎎ 을 폴리(1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌)에 대해 30 중량% 가 되도록 첨가하고 실온에서 30 분 교반하여 조광 재료를 얻었다. 또, 염화철 (Ⅲ) 2.5㎎ (폴리(1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌) 에 대해 50 중량%) 을 첨가한 것, 및, 염화금 (Ⅲ) 1.5㎎ (폴리(1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌)에 대해 30 중량%) 을 첨가한 것에 대해서도 동일하게 하여 조광 재료를 얻었다. 얻어진 조광 재료를 사용한 것 이외에는 실시예 1 과 동일한 방법으로 조광 필름을 얻었다.

[0114] 얻어진 조광 필름의 광 투과 특성을 도 3 에 나타냈다.

[0115] 도 3 으로부터, 얻어진 각 조광 필름은 적외선 영역에 높은 흡수역을 갖고, 또 흡수 파장이 염화철 (Ⅲ) 의 도핑량에 따라 상이하다는 것을 알 수 있었다.

[0116] (실시예 3)

[0117] (1) 폴리(1-에티닐-2-n-부틸나프탈렌)의 조제

[0118] 브로모헥산 대신에 브로모부탄을 사용한 것 이외에는 실시예 2 와 동일한 방법으로 1-에티닐-2-n-부틸나프탈렌을 조제하고, 이것을 중합하여 폴리(1-에티닐-2-n-부틸나프탈렌)을 얻었다.

[0119] (2) 조광 재료 및 조광 필름의 제조

[0120] 얻어진 (1-에티닐-2-n-부틸나프탈렌)을 0.8 중량% 가 되도록 클로로포름에 용해시켜 클로로포름 용액을 조제하였다. 또한, 염화철 (Ⅲ) 를 (1-에티닐-2-n-부틸나프탈렌)에 대한 배합량이 30 중량% 가 되도록 첨가하고, 교반하여 3 종류의 조광 재료를 얻었다. 또, 상기 클로로포름 용액에 염화금 (Ⅲ) 를 (1-에티닐-2-n-부틸나프탈렌)에 대한 배합량이 20 중량% 가 되도록 첨가하고 교반하여 조광 재료를 얻었다. 얻어진 조광 재료를, 두께 0.1㎜ 의 유리 기재 상에 스핀 코트법 (800rpm × 10 분간) 으로 도공하고, 30℃, 1 시간 건조시켜 도막을 형성시켜 조광 필름을 얻었다.

[0121] 얻어진 조광 필름의 광 투과 특성을 도 4 에 나타냈다.

[0122] (실시예 4)

[0123] (1) 폴리1-(2-나프틸)-2-(4-펜틸페닐)아세틸렌의 조제

[0124] 250㎖ 의 트리에틸아민에 3.4g 의 4-펜틸페닐아세틸렌, 0.61g 의 디클로로 비스(트리페닐포스핀)팔라듐, 0.63g 의 트리페닐포스핀, 0.62g 의 요오드화구리, 4.55g 의 2-브로모나프탈렌을 첨가하고, 90℃ 에서 3 시간 반응시켰다. 이배퍼레이터로 탈용제한 후, 에틸에테르를 첨가하여, 생성된 화합물을 추출하였다. 이 에틸에테르층을 증류수 300㎖ 로 3 회 세정한 후, 무수 황산마그네슘으로 24 시간 건조시키고, 그 후에 여과하여, 여과액의 용매를 증류 제거하였다. 헥산을 전개 용매로 하여 칼럼 생성함으로써 3.2g 의 1-(2-나프틸)-2-(4-펜틸페닐)아세틸렌을 얻었다. 얻어진 1-(2-나프틸)-2-(4-펜틸페닐)아세틸렌에 대하여 ^{1}H-NMR (270㎒, $CDCl_3$) 에 의해 분석한 결과, δ 8.0(1H), 7.8(3H), 7.6(1H), 7.5(4H), 7.2(2H), 2.6(2H), 1.6(2H), 1.3(4H), 0.9(3H) 에 피크가 관찰되었다.

[0125] 얻어진 1-(2-나프틸)-2-(4-펜틸페닐)아세틸렌 0.46g 을, $TaCl_5$-nBu_4Sn 촉매에 의해 중합시켜, 폴리(1-(2-나프틸)-2-(4-펜틸페닐)아세틸렌) 0.25g 을 얻었다.

[0126] (2) 조광 재료 및 조광 필름의 제조

[0127] 얻어진 폴리1-(2-나프틸)-2-(4-펜틸페닐)아세틸렌을 톨루엔에 용해시켜 0.8 중량% 의 용액을 조제하여, 이것을 조광 재료로 하였다. 얻어진 조광 재료를, 두께 0.1㎜ 의 유리 기재 상에 스핀 코트법 (800rpm × 10 분간) 으로 도공하고, 30℃ 에서 1 시간 건조시켜 도막을 형성시켰다. 도막이 형성된 유리 기재를, 상온 상압으로 질산 증기에 10 분간 노출시킨 후, 건조시켜, 조광 필름을 얻었다.

[0128] 또, 폴리1-(2-나프틸)-2-(4-펜틸페닐)아세틸렌을 톨루엔에 용해시켜 0.8 중량% 의 용액을 조제하고, 폴리1-(2-나프틸)-2-(4-펜틸페닐)아세틸렌에 대한 배합량이 20 중량% 가 되도록 염화금 (Ⅲ) 를 첨가하고, 교반하여 조광 재료로 하였다. 얻어진 조광 재료를, 두께 0.1㎜ 의 유리 기재 상에 스핀 코트법 (800rpm × 10 분간) 으로 도공하고, 30℃ 에서 1 시간 건조시켜 도막을 형성시켜, 조광 필름을 얻었다.

[0129] 얻어진 조광 필름의 광 투과 특성을 도 5 에 나타냈다.

[0130] (실시예 5)

[0131] 실시예 1 에서 얻어진 폴리(1-에티닐-2-메틸나프탈렌)을 톨루엔에 용해시켜 1.0 중량% 의 용액을 조제하여, 이것을 조광 재료로 하였다.

[0132] 얻어진 조광 재료를, 두께 0.7㎜ 의 ITO 를 도포한 유리 전극 기재 (표면 저항 100Ω) 상에 스핀 코트법 (800rpm × 10 초간) 으로 도공하고, 30℃ 에서 5 분간 건조시켜 도막을 형성시켜, 조광 필름을 얻었다.

[0133] 한편, 과염소산리튬 1.0g 을 탄산프로필렌 66㎖ 에 용해시키고, 폴리에틸렌 글리콜 (분자량 30 만) 3.3g 을 첨가하여 전해질을 조제하였다.

[0134] 도막이 형성된 유리 기재 상에 두께 100㎛ 인 전해질층을 적층하고, 또한 ITO 를 도포한 유리 전극 기재를 적층함으로써 조광체를 제조하였다.

[0135] 얻어진 조광체에 전압 0, 1.2, 1.5, 2.0 의 직류 전압을 인가하고, 분광 광도계 (UV-3101PC, 시마즈 제작소 제

조) 로 투과율을 관찰하였다. 각 전압을 인가했을 때의 조광체의 광 투과 특성을 도 6 에 나타냈다.

[0136] 도 6 에 의해, 얻어진 각 조광체는 전압의 인가에 의해 넓은 파장 영역에 걸쳐 조광 작용을 나타낸다는 것을 알 수 있다. 또, 인가하는 전압을 조정함으로써, 투과광의 파장 영역이나 투과율을 제어할 수 있다는 것을 알 수 있다.

[0137] (실시예 6)

[0138] 실시예 4 에서 얻어진 1-(2-나프틸)-2-(4-펜틸페닐)아세틸렌을 톨루엔에 용해시켜 0.75 중량% 의 용액을 조제하여, 이것을 조광 재료로 하였다.

[0139] 얻어진 조광 재료를, 두께 0.7㎜ 의 ITO 를 도포한 유리 전극 기재 (표면 저항 100Ω) 상에 스핀 코트법 (800rpm × 10 초간) 으로 도공하고, 30℃ 에서 5 분간 건조시켜 도막을 형성시켜, 조광 필름을 얻었다.

[0140] 한편, 과염소산리튬 1.0g 을 탄산프로필렌 66㎖ 에 용해시키고, 폴리에틸렌 글리콜 (분자량 30 만) 3.3g 을 첨가하여 전해질을 조제하였다.

[0141] 도막이 형성된 유리 기재 상에 두께 100㎛ 의 전해질층을 적층하고, 또한 ITO 를 도포한 유리 전극 기재를 적층함으로써 조광체를 제조하였다.

[0142] 얻어진 조광체에 전압 0, 1.7, 2.2, 2.5 의 직류 전압을 인가하고, 분광 광도계 (UV-3101PC, 시마즈 제작소 제조) 로 투과율을 관찰하였다. 각 전압을 인가했을 때의 조광체의 광 투과 특성을 도 7 에 나타냈다.

[0143] 도 7 에 의해, 얻어진 각 조광체는 전압의 인가에 의해 넓은 파장 영역에 걸쳐 조광 작용을 나타낸다는 것을 알 수 있다. 또, 인가하는 전압을 조정함으로써, 투과광의 파장 영역이나 투과율을 제어할 수 있다는 것을 알 수 있다.

[0144] (실시예 7)

[0145] 실시예 2 에서 얻어진 폴리(1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌)아세틸렌을 사용한 것 이외에는 실시예 5 와 동일하게 하여 조광체를 제조하였다.

[0146] (실시예 8)

[0147] 질소 분위기 하 -50℃ 에서 에티닐나프탈렌 3.05g 의 테트라히드로푸란 용액 25㎖ 에 노르말부틸리튬의 1.6mol/ℓ 헥산 용액 27.5㎖ 를 첨가하였다. -80℃ 로 냉각시킨 후, 칼륨tert-부톡시드 2.25g 의 테트라히드로푸란 용액 15㎖ 를 첨가하고, -80℃ 에서 1 시간 교반한 후, 5℃ 까지 승온시켰다. -70℃ 에서 브로모데칸 4.42g 을 적하하고, 20℃ 에서 2 시간 교반하였다. 0℃ 에서 디에틸에테르 150㎖ 를 첨가한 후 물 50㎖ 를 적하하여, 생성된 화합물을 추출하였다. 이 디에틸에테르층을 증류수 50㎖ 로 3 회 세정한 후, 무수 황산마그네슘으로 1 시간 건조시키고, 여과한 후, 용매를 증류 제거하였다. 헥산을 전개 용매로 하여 칼럼 생성 함으로써 2.1g 의 1-에티닐-2-n-데실나프탈렌을 얻었다. 얻어진 1-에티닐-2-n-데실나프탈렌에 대하여 ^{1}H-NMR (270㎒, $CDCl_3$) 에 의해 분석한 결과, δ8.3(1H), 7.8(2H), 7.5(3H), 3.6(1H), 3.0(2H), 1.7(2H), 1.3(16H), 0.9(3H) 이었다.

[0148] 얻어진 1-에티닐-2-n-헥실나프탈렌 1.0g 을 WCl_6 촉매에 의해 중합시켜, 폴리(1-에티닐-2-n-데실나프탈렌) 0.6g 을 얻었다. 얻어진 폴리(1-에티닐-2-n-데실나프탈렌) 0.5g 을 톨루엔에 용해시켜 1.0 중량% 의 용액을 조제하고, 이것을 조광 재료로 하였다. 얻어진 조광 재료를 사용한 것 이외에는 실시예 5 와 동일하게 하여 조광체를 제조하였다.

[0149] 조광체에 전압 0, 1.2, 1.5, 2.0 의 직류 전압을 인가하고, 분광 광도계 (UV-3101PC, 시마즈 제작소 제조) 로 투과율을 관찰하였다. 각 전압을 인가했을 때의 조광체의 광 투과 특성을 도 8 에 나타냈다.

[0150] 도 8 에 의해, 얻어진 각 조광체는 전압의 인가에 의해 넓은 파장 영역에 걸쳐 조광 작용을 나타낸다는 것을 알 수 있다. 또, 인가하는 전압을 조정함으로써, 투과광의 파장 영역이나 투과율을 제어할 수 있다는 것을 알 수 있다.

[0151] (실시예 9)

[0152] 질소 분위기 하 -50℃ 에서 에티닐나프탈렌 2.88g 의 테트라히드로푸란 용액 20㎖ 에 노르말부틸리튬의 1.6mol/ℓ 헥산 용액 25㎖ 를 첨가하였다. -90℃ 로 냉각시킨 후, 칼륨tert-부톡시드 2.3g 의 테트라히드로푸란 용

액 12㎖ 를 첨가하고, -80℃ 에서 1 시간 교반한 후 5℃ 까지 승온시켰다. -70℃ 에서 브로모옥타데칸 6.9g 을 적하하고, 30℃ 에서 하룻밤 교반하였다. 0℃ 에서 물 100㎖ 를 적하하고, 헥산을 첨가하여, 생성된 화합물을 추출하였다. 이 헥산층을 증류수 30㎖ 로 3 회 세정한 후, 무수 황산마그네슘으로 24 시간 건조시키고, 여과한 후, 용매를 증류 제거하였다. 칼럼 정제한 후 용매를 증류 제거하고, 헥산을 전개 용매로 하여 칼럼 생성함으로써 1.5g 의 1-에티닐-2-n-옥타데실나프탈렌을 얻었다. 얻어진 1-에티닐-2-n-옥타데실나프탈렌에 대하여 ^{1}H-NMR (270㎒, $CDCl_3$) 에 의해 분석한 결과, δ 8.3(1H), 7.8(2H), 7.5(3H), 3.6(1H), 3.0(2H), 1.7(2H), 1.3(32H), 0.9(3H) 이었다.

[0153] 얻어진 1-에티닐-2-n-옥타데실나프탈렌 1.0g 을 WCl_6 촉매에 의해 중합시켜, 폴리(1-에티닐-2-n-옥타데실나프탈렌) 0.5g 을 얻었다. 얻어진 폴리(1-에티닐-2-n-옥타데실나프탈렌) 0.5g 을 톨루엔에 용해시켜 1.0 중량% 의 용액을 조제하고, 이것을 조광 재료로 하였다. 얻어진 조광 재료를 사용한 것 이외에는 실시예 5 와 동일하게 하여 조광체를 제조하였다.

[0154] 조광체에 전압 0, 1.2, 1.5, 2.0 의 직류 전압을 인가하고, 분광 광도계 (UV-3101PC, 시마즈 제작소 제조) 로 투과율을 관찰하였다. 각 전압을 인가했을 때의 조광체의 광 투과 특성을 도 9 에 나타냈다.

[0155] 도 9 에 의해, 얻어진 각 조광체는 전압의 인가에 의해 넓은 파장 영역에 걸쳐 조광 작용을 나타낸다는 것을 알 수 있다. 또, 인가하는 전압을 조정함으로써, 투과광의 파장 영역이나 투과율을 제어할 수 있다는 것을 알 수 있다.

[0156] (평가)

[0157] 실시예 5 ~ 9 에서 얻어진 조광체에 대하여, 이하의 방법으로 응답성 및 반복 내구성을 평가하였다.

[0158] 결과를 표 1 에 나타냈다.

[0159] (1) 응답성

[0160] 인가 전압을 변화시킨 경우의 색 변화의 응답성을 육안으로 관찰하고, 하기의 기준에 따라 평가를 실시하였다.

[0161] ○ ; 응답성이 양호하고, 색의 변화가 빠르다.

[0162] △ ; 응답성이 약간 나쁘고, 색의 변화가 나타날 때까지 시간을 필요로 한다.

[0163] × ; 응답성이 나쁘고, 색의 변화가 나타날 때까지 긴 시간을 필요로 한다.

[0164] (2) 반복 내구성

[0165] 2.5V 의 전압 인가, 비인가를 반복한 경우의 내구성에 대하여, 하기의 기준에 따라 평가를 실시하였다.

[0166] ◎ ; 10000 회 이상 반복한 경우에도 조광 성능이 떨어지지 않는다.

[0167] ○ ; 5000 회 정도 반복한 경우에는 조광 성능이 떨어지지 않지만, 9000 회 정도 반복함으로써, 현저한 조광 성능의 열화가 관찰된다.

[0168] △ ; 500 회 정도 반복한 경우에는 조광 성능이 떨어지지 않지만, 1000 회 정도 반복함으로써, 현저한 조광 성능의 열화가 관찰된다.

[0169] × ; 500 회 정도 반복함으로써, 현저한 조광 성능의 열화가 관찰된다.

표 1

[0170]

	실시예 5	실시예 6	실시예 7	실시예 8	실시예 9
응답성	○	○	○	○	○
반복 내구성	○	○	◎	◎	◎

[0171] (실시예 10)

[0172] 실시예 9 에서 조제한 폴리(1-에티닐-2-n-옥타데실나프탈렌)을 0.8 중량% 가 되도록 클로로포름에 용해시켜 클로로포름 용액을 조제하여 조광 재료를 얻었다. 얻어진 조광 재료를, 두께 0.7㎜ 의 유리 기재 상에 스핀 코트

법 (800rpm × 10 초간) 으로 도공하고, 30℃ 에서 5 분간 건조시켜 도막을 형성시켜, 조광 필름을 얻었다. 얻어진 조광 필름을 150℃, 200℃ 의 각 온도에서 핫 플레이트 상에서 5 분간 가열하였다. 상기 가열 처리를 실시한 조광 필름을 사용하여 실시예 9 와 마찬가지로 조광체를 제조하고, 가열 전 및 가열 후의 조광체의 광 투과 특성을 분광 광도계 (UV-3101PC, 시마즈 제작소 제조) 로 투과율을 관찰하였다. 광 투과율 특성을 도 10 에 나타냈다.

[0173] 도 10 으로부터, 얻어진 조광 필름은, 가시부의 흡수 파장을 가열에 의해 제어할 수 있다는 것으로 판명되었다.

[0174] 상기 가열 처리를 실시한 조광체에 전압 2.0V 의 직류 전압을 인가하고, 분광 광도계 (UV-3101PC, 시마즈 제작소 제조) 로 투과율을 관찰하였다. 전압을 인가했을 때의 조광체의 광 투과 특성을 도 11 에 나타냈다.

[0175] 도 10 및 도 11 에 의해, 조광체를 가열함으로써, 근적외역의 흡수 특성을 저해시키지 않고 가시 영역의 흡수 파장 영역을 제어할 수 있다는 것을 알 수 있다.

산업상 이용 가능성

[0176] 본 발명에 의하면, 넓은 파장 영역에 있어서의 임의의 파장 영역의 광 투과율을 임의로 제어할 수 있는 조광 재료, 및, 그 조광 재료를 사용하여 이루어지는 조광 필름을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0177] 도 1 은 실시예 1 에서 제조한 조광 필름의 광 투과 특성을 나타내는 투과율 스펙트럼이다.

[0178] 도 2 는 실시예 1 에서 제조한 조광 필름의 광 투과 특성을 나타내는 투과율 스펙트럼이다.

[0179] 도 3 은 실시예 2 에서 제조한 조광 필름의 광 투과 특성을 나타내는 투과율 스펙트럼이다.

[0180] 도 4 는 실시예 3 에서 제조한 조광 필름의 광 투과 특성을 나타내는 투과율 스펙트럼이다.

[0181] 도 5 는 실시예 4 에서 제조한 조광 필름의 광 투과 특성을 나타내는 투과율 스펙트럼이다.

[0182] 도 6 은 실시예 5 에서 제조한 조광체에 직류 전압을 인가했을 때의 광 투과 특성을 나타내는 투과율 스펙트럼이다.

[0183] 도 7 은 실시예 6 에서 제조한 조광체에 직류 전압을 인가했을 때의 광 투과 특성을 나타내는 투과율 스펙트럼이다.

[0184] 도 8 은 실시예 8 에서 제조한 조광체에 직류 전압을 인가했을 때의 광 투과 특성을 나타내는 투과율 스펙트럼이다.

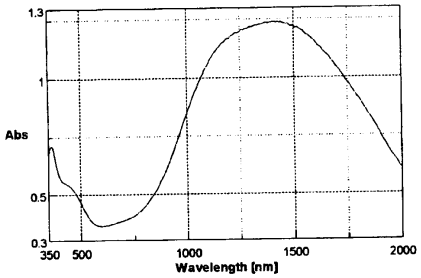
[0185] 도 9 는 실시예 9 에서 제조한 조광체에 직류 전압을 인가했을 때의 광 투과 특성을 나타내는 투과율 스펙트럼이다.

[0186] 도 10 은 실시예 10 에서 제조한 조광체를 가열 처리했을 때의 광 투과 특성을 나타내는 투과율 스펙트럼이다.

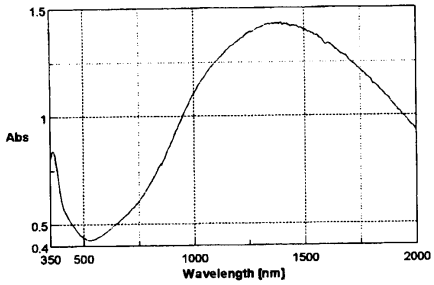
[0187] 도 11 은 실시예 10 에서 제조한 조광체에 직류 전압을 인가했을 때의 광 투과 특성을 나타내는 투과 스펙트럼이다.

도면

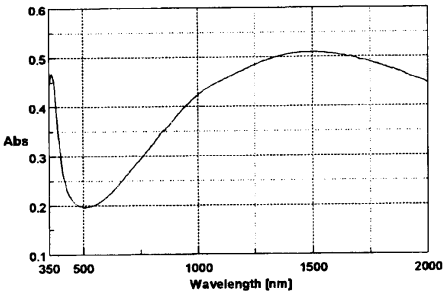
도면1



염화철(ＩＩＩ) １６%

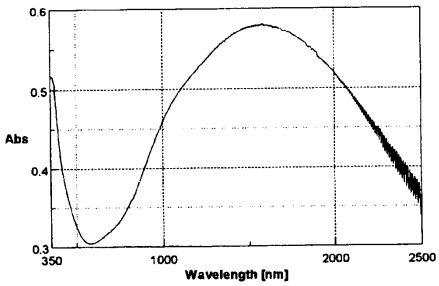


염화철 (ＩＩＩ) ３０%



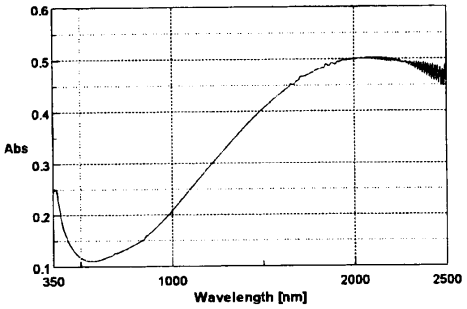
염화철 (ＩＩＩ) ５０%

도면2

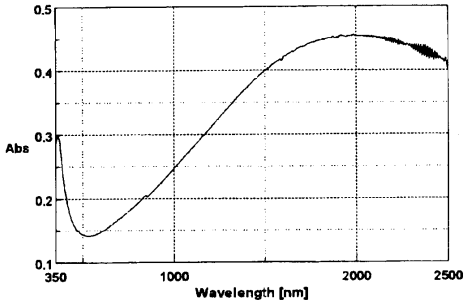


염화금 (ＩＩＩ) ３０%

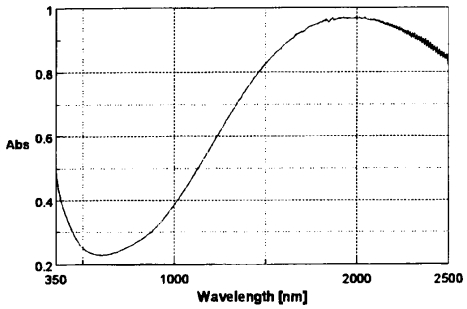
도면3



염화철 (ＩＩＩ) ３０%

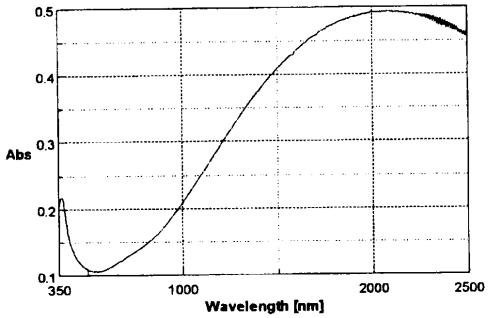


염화철 (ＩＩＩ) ５０%

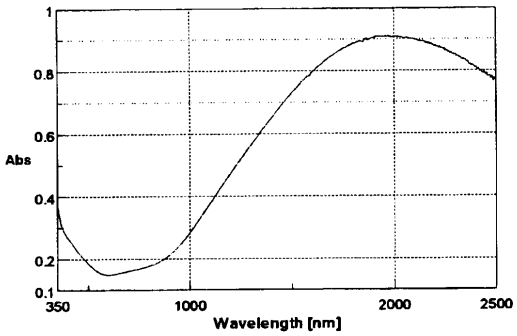


염화금 (ＩＩＩ) ３０%

도면4

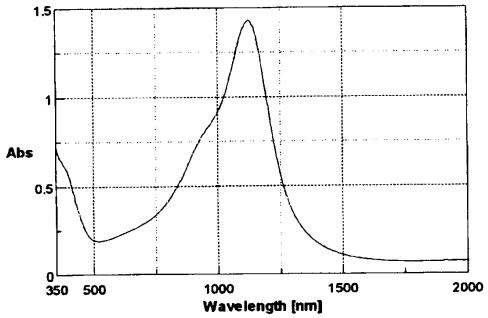


염화철 (ＩＩＩ) ３０%

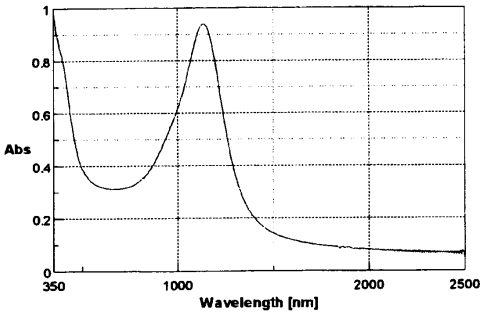


염화금 (ＩＩＩ) ２０%

도면5

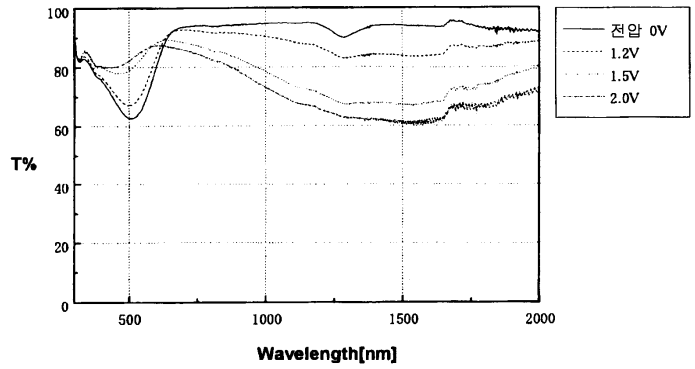


질산 증기１０분간 노출

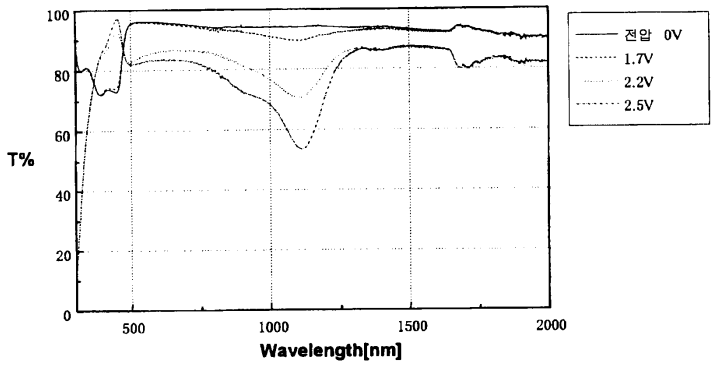


염화금 (ＩＩＩ) ２０%

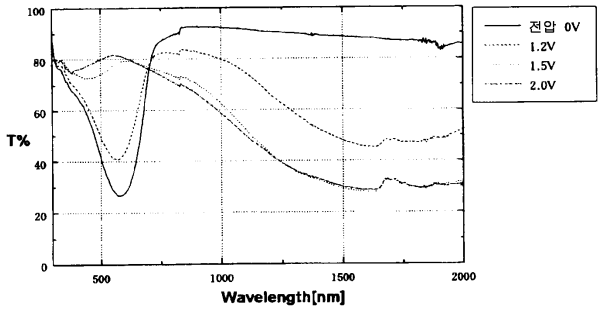
도면6


100
80
60
40
20
0
T%
500
1000
1500
2000
Wavelength[nm]
전압 0V
1.2V
1.5V
2.0V

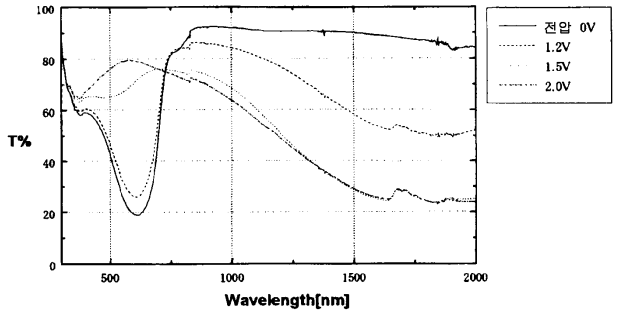
도면7


100
80
60
40
20
0
T%
500
1000
1500
2000
Wavelength[nm]
전압 0V
1.7V
2.2V
2.5V

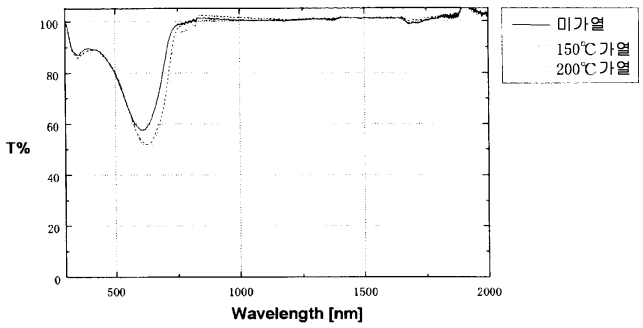
도면8


100
80
60
40
20
0
T%
500
1000
1500
2000
Wavelength[nm]
전압 0V
1.2V
1.5V
2.0V

도면9



도면10



도면11

