

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6247534号
(P6247534)

(45) 発行日 平成29年12月13日(2017.12.13)

(24) 登録日 平成29年11月24日(2017.11.24)

(51) Int.Cl.	F I
GO2B 1/111 (2015.01)	GO2B 1/111
GO2B 5/02 (2006.01)	GO2B 5/02 B

請求項の数 2 (全 23 頁)

(21) 出願番号	特願2013-534966 (P2013-534966)	(73) 特許権者	505005049
(86) (22) 出願日	平成23年10月14日(2011.10.14)		スリーエム イノベイティブ プロパティ
(65) 公表番号	特表2013-540290 (P2013-540290A)		ズ カンパニー
(43) 公表日	平成25年10月31日(2013.10.31)		アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133
(86) 国際出願番号	PCT/US2011/056262		-3427, セント ポール, ポスト オ
(87) 国際公開番号	W02012/054320		フィス ボックス 33427, スリーエ
(87) 国際公開日	平成24年4月26日(2012.4.26)		ム センター
審査請求日	平成26年10月14日(2014.10.14)	(74) 代理人	100110803
(31) 優先権主張番号	61/394, 991		弁理士 赤澤 太朗
(32) 優先日	平成22年10月20日(2010.10.20)	(74) 代理人	100135909
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 野村 和歌子
前置審査		(74) 代理人	100133042
			弁理士 佃 誠玄
		(74) 代理人	100157185
			弁理士 吉野 亮平

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光学拡散性低屈折率要素

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

光学物品であって、
光学要素と、

前記光学要素上に配設された、1.3以下の有効屈折率を有する低屈折率層であって、
該低屈折率層は、結合剤樹脂と、該結合剤樹脂中に分散された複数の金属酸化物粒子と、
複数の相互に接続された空隙とを含み、該空隙の少なくとも60%の空隙の寸法が70nm以下であり、前記低屈折率層は厚さが1~20マイクロメートルでありかつ少なくとも30%のヘーズ値を有する、低屈折率層と、を含み、前記結合剤樹脂と前記複数の金属酸化物粒子の重量比が1:2~1:10である、光学物品。

【請求項 2】

光学物品であって、

1.3以下の有効屈折率を有する低ヘーズ光学低屈折率層であって、前記低ヘーズ低屈折率層は、結合剤樹脂と、該結合剤樹脂中に分散された複数の金属酸化物粒子と、複数の相互に接続された空隙とを含み、該空隙の少なくとも60%の空隙の寸法が70nm以下であり、前記低ヘーズ低屈折率層は厚さが1~20マイクロメートルでありかつ30%未満のヘーズ値を有する、低ヘーズ光学低屈折率層と、

前記低ヘーズ光学低屈折率層上の、1.3以下の有効屈折率を有する高ヘーズ低屈折率層であって、該高ヘーズ低屈折率層は、結合剤樹脂と、該結合剤樹脂中に分散された複数の金属酸化物粒子と、複数の相互に接続された空隙とを含み、該空隙の少なくとも60%

の空隙の寸法が70 nm以下であり、前記高ヘーズ低屈折率層は厚さが1～20マイクロメートルでありかつ少なくとも30%のヘーズ値を有する、高ヘーズ低屈折率層と、を含み、前記結合剤樹脂と前記複数の金属酸化物粒子の重量比が、前記低ヘーズ低屈折率層及び前記高ヘーズ低屈折率層の両方について、1：2～1：10である、光学物品。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

ナノメートルサイズの孔又は空隙構造を有する物品は、これらのナノ中空組成物によりもたらされる光学的特性、物理的特性、又は機械的特性に基づき、様々な用途で有用である場合がある。例えば、ナノ中空物品は、細孔又はボイドを少なくとも部分的に取り囲むポリマーの固体ネットワーク又はマトリックスを含む。細孔又は空隙は、空気などの気体で満たされていることが多い。ナノ中空物品中の細孔又は空隙の寸法は、一般に、約1ナノメートル～約1000ナノメートルの範囲であることができる、平均有効径を有するものと記述可能である。The International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC)は、2 nm未満の空隙を有するミクロ細孔、2 nm～50 nmの空隙を有するメソ細孔、及び50 nmを超える空隙を有するマクロ細孔の3つの寸法のナノ細孔材料のカテゴリーを定義した。異なるサイズカテゴリのそれぞれは、ナノ中空物品に固有の特性をもたらすことができる。

10

【0002】

例えば、重合誘起相分離 (PIPS)、熱誘起相分離 (TIPS)、溶媒誘起相分離 (SIPS) 乳化重合、及び起泡剤/発泡剤添加の重合を含む、いくつかの技術を用いて、多孔性又はボイド含有物品が製造された。多くの場合、これらの方法で製造される多孔質又は中空物品は、構成体の形成に用いられる材料、例えば界面活性剤、油、又は化学残留物を除去するための洗浄工程を必要とする。洗浄工程は、形成される細孔又はボイドの寸法範囲及び均一性を制限し得る。こうした技術で使用するすることができる物質の種類もまた限定される。

20

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0003】

本開示は低屈折率拡散体層に関する。特に、本開示は、光学要素及び光学物品上に配設された低屈折率層を含む、光学物品に関する。低屈折率層は、1.3未満の有効屈折率及び少なくとも30%のヘーズ値を有する。

30

【0004】

1つの例示の実施形態では、光学物品は、光学要素と、光学物品上に配設された低屈折率層と、を含む。この低屈折率層は、1.3以下の有効屈折率を有し、かつ結合剤、結合剤中に分散された複数の金属酸化物粒子と、複数の相互に接続された空隙とを含む。この低屈折率層は少なくとも30%のヘーズ値を有する。

【0005】

別の例示の実施形態では、光学物品は、1.3以下の有効屈折率を有する低ヘーズ光学低屈折率層とこの低ヘーズ光学低屈折率層上の高ヘーズ低屈折率層と、を含む。この高ヘーズ低屈折率層は1.3以下の有効屈折率を有する。この低ヘーズ低屈折率層は、結合剤と、結合剤中に分散された複数の金属酸化物粒子と、複数の相互に接続された空隙とを含む。この低ヘーズ低屈折率層は30%未満のヘーズ値を有する。この高ヘーズ低屈折率層は、結合剤と、この結合剤中に分散された複数の金属酸化物粒子と、複数の相互に接続された空隙とを含む。この高ヘーズ低屈折率層は少なくとも30%のヘーズ値を有する。

40

【0006】

これらの機構及び利点、並びに様々な他の機構及び利点は、以下の「発明を実施するための形態」を読むことで明らかになるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0007】

50

以下の本開示の異なる実施形態の詳細な説明を添付図面と併せて考慮することで、本開示のより完全な理解が可能である。

【図 1】例示の光学物品の概略側面図。

【図 2】別の例示の光学物品の概略側面図。

【図 3】別の例示の光学物品の概略側面図。

【0008】

図面の縮尺は必ずしも正確ではない。図面で用いられる同様の番号は同様の構成要素を示すものとする。しかしながら、特定の図中のある要素を示す数字の使用は、同じ数字によって示される別の図中のその要素を限定するものではないことは理解されよう。

【発明を実施するための形態】

10

【0009】

以下の説明において、本明細書の一部を構成し複数の特定の実施形態が例として示される一連の添付図面を参照する。本開示の範囲及び趣旨から逸脱することなく、他の実施形態が想到され、実施されうる点は理解されるはずである。したがって、以下の詳細な説明は、限定的な意味で解釈されるべきではない。

【0010】

他に指示がない限り、本明細書及び特許請求の範囲で使用される特徴の大きさ、量、物理特性を表わす数字は全て、どの場合においても用語「約」によって修飾されるものとして理解されるべきである。それ故に、そうでないことが示されない限り、前述の明細書及び添付の特許請求の範囲で示される数値パラメータは、当業者が本明細書で開示される教示内容を用いて、目標対象とする所望の特性に応じて、変化し得る近似値である。

20

【0011】

本明細書及び添付の特許請求の範囲において使用するところの単数形「a」、「an」、及び「the」は、その内容によって明らかに示されない限りは複数の指示物を有する実施形態を包含する。本明細書及び添付の特許請求の範囲において使用するところの「又は」なる用語は、その内容によって明らかに示されない限り、「及び／又は」を含む意味で一般的に用いられる。

【0012】

これらに限定されるものではないが、「下側」、「上側」、「下」、「下方」、「上方」、及び「～の上」などの空間的に関連した語は、本明細書において用いられる場合、ある要素の別の要素に対する空間的関係を述べるうえで説明を容易にする目的で用いられる。このような空間的に関連した語には、図に示され、本明細書に述べられる特定の向き以外に、使用又は作動中の装置の異なる向きが含まれる。例えば、図に示されるセルが反転又は裏返されるならば、その前には他の要素の下方又は下として述べられた部分は、これらの他の要素の上となるであろう。

30

【0013】

本明細書で使用されるとき、ある要素、部材若しくは層が、例えば別の要素、部材若しくは層と「一致する境界面」を形成する、これらの「上にある」、これらと「接続される」、「結合される」、若しくは「接触する」として述べられる場合、その要素、部材若しくは層は、例えば、特定の要素、部材若しくは層の直接上にあるか、これらと直接接続されるか、直接結合されるか、直接接触してよく、又は介在する要素、部材若しくは層が特定の要素、部材若しくは層の上にあるか、これらと接続されるか、結合されるか、若しくは接触しうる。例えば、ある要素、部材又は層が、別の要素の「直接上にある」、別の要素に「直接接続される」、「直接結合する」、又は「直接接触する」で始まる表現で表される場合、介在する要素、部材又は層は存在しない。

40

【0014】

本開示は低屈折率拡散体層に関する。特に、本開示は、光学要素及びこの光学物品上に配設された低屈折率層を含む、光学物品に関する。本開示は、ディスプレイ用途に有用であることができる、フィルム構成の集積光学系を記述する。特に、本開示は、ヘーズがあり、及び拡散体シートとして機能することができる、低屈折率層を記述する。本開示は、

50

ディスプレイ用途において必要とされる、多数の個別の光学要素又はフィルムを低減する。この低屈折率層は、1.3未満の有効屈折率及び少なくとも30%のヘーズ値を有する。この光学物品は光学拡散性低屈折率構成体を提供する。本開示はそのように限定されるのではないが、以下に示す例の説明により本開示の様々な態様の認識が得られるであろう。

【0015】

本開示の拡散体コーティング、物品又は構成体の一部の実施形態は、結合剤中に分散された複数の空隙を含む、1つ以上の低屈折率層を含む。この空隙は、屈折率 n_v 及び誘電率 ϵ_v を有し、ここで、 $n_v^2 = \epsilon_v$ であり、このバインダーは屈折率 n_b 及び誘電率 ϵ_b を有し、ここで、 $n_b^2 = \epsilon_b$ である。一般に、低屈折率層と低屈折率層に入射する光又は低屈折率層中を伝播する光などの光との相互作用は、例えば、フィルム又は層の厚さ、バインダーの屈折率、空隙又は細孔の屈折率、細孔の形状及び寸法、細孔の空間分布、並びに光の波長など多数のフィルム又は層の特性に依存する。一部の実施形態では、低屈折率層上に入射する、すなわち低屈折率層内を伝搬する光は、有効誘電率 ϵ_{eff} 及び有効屈折率 n_{eff} を「目撃」又は「経験」する。式中、 n_{eff} は空隙屈折率 n_v 、結合剤屈折率 n_b 、及び空隙多孔性又は容積分率「f」の形で表現可能である。このような実施形態では、光が単一の又は孤立した空隙の形状及び特徴を分解することができない程、低屈折率層は十分に厚く、及び空隙は十分に小さい。このような実施形態では、少なくとも大多数の空隙、例えば空隙の少なくとも60%、又は70%、又は80%、又は90%の寸法は、約 $\lambda/5$ 以下、又は約 $\lambda/6$ 以下、又は約 $\lambda/8$ 以下、又は約 $\lambda/10$ 以下、又は約 $\lambda/20$ 以下であり、ここにおいて λ は光の波長である。一部の実施形態では、一部の空隙は、その主要な光学的効果が有効屈折率を低下させる程に十分に小さいことができ、一部の他の空隙は、有効屈折率を低減し、光を散乱させることができ、更に一部の他の空隙は、その主要な光学的効果が光を散乱させる程に十分に大きいことができる。

【0016】

一部の実施形態では、低屈折率層に入射する光は可視光であり、その光の波長が電磁スペクトルの可視域にあることを意味する。これらの実施形態では、可視光は、約380nm～約750nm、又は約400nm～約700nm、又は約420nm～約680nmの範囲の波長を有する。これらの実施形態では、空隙の少なくとも60%、70%、80%、又は90%など、この空隙の少なくとも大多数の空隙の寸法が、約70nm以下、約60nm以下、約50nm以下、約40nm以下、約30nm以下、約20nm以下、又は約10nm以下である場合には、この低屈折率層は、有効屈折率を有し、かつ複数の空隙を含んでいる。

【0017】

一部の実施形態では、低屈折率層は、低屈折率層が、空隙及び結合剤の屈折率、並びに空隙又は孔の容積分率又は多孔率で表現され得る有効屈折率を有する程に十分に厚い。このような実施形態では、低屈折率層の厚さは、約1マイクロメートル以上、又は約2マイクロメートル以上、又は1～20マイクロメートルの範囲である。

【0018】

開示された低屈折率層中の空隙が十分に小さく、かつ低屈折率層が十分に厚い場合には、低屈折率層は、

$$\epsilon_{eff} = f \epsilon_v + (1 - f) \epsilon_b$$
 (1)と表現可能な有効誘電率 ϵ_{eff} を有する。

【0019】

これらの実施形態では、光学フィルム又は低屈折率層の有効屈折率 n_{eff} は、
$$n_{eff}^2 = f n_v^2 + (1 - f) n_b^2$$
 (2)と表現可能である。

【0020】

細孔及び結合剤の屈折率の間の差が十分に小さい場合などの一部の実施形態では、低屈折率層の有効屈折率は次の式

10

20

30

40

50

で近似され得る： $n_{eff} = f n_v + (1 - f) n_b$ (3)

これらの実施形態では、低屈折率層の有効屈折率は、空隙及び結合剤の屈折率の容積加重平均である。外周条件下で、この空隙は空気を含有し、したがってこの空隙に対する屈折率 n_v はほぼ1.00である。例えば、空隙の容積分率が約50%である低屈折率層、及び屈折率が約1.5である結合剤は、約1.25の有効屈折率を有する。

【0021】

一部の実施形態では、低屈折率層の有効屈折率は、約1.3よりも大きくなく（すなわち未満であり）、又は約1.25未満、又は約1.23未満、又は約1.2未満、又は約1.15未満である。一部の実施形態では、屈折率は約1.14～約1.30である。一部の実施形態では、低屈折率層は、結合剤、複数の粒子、及び複数の相互に接続された空隙又は相互に接続された空隙の網目構造を含む。

10

【0022】

複数の相互に接続された空隙又は相互に接続された空隙の網目構造は、多数の方法で生じる可能性がある。1つの方法では、ヒュームドシリカ酸化物などの高構造化された高表面積のヒュームド金属酸化物の固有の多孔性を結合剤の混合物中で使用して、結合剤、粒子、空隙及び所望によって架橋剤又は他の補助材料を一体化した、複合構造物を形成する。粒子に対する所望の結合剤の比は、相互に接続された空隙化構造の形成に使用される方法の型式に依存する。

【0023】

結合剤樹脂は多孔性ヒュームドシリカ構造物の形成の必須条件ではないが、典型的には形のポリマー樹脂又は結合剤を金属酸化物網目構造に組み込んで、最終構成体の加工性、コーティング品質、接着性及び耐久性を改善することが望ましい。有用な結合剤樹脂の例は、熱硬化性、熱可塑性、及びUV硬化型ポリマーから誘導されるものである。例としては、ポリビニルアルコール、(PVA)、ポリビニルブチラール(PVB)、ポリビニルピロリドン(PVP)、ポリエチレンビニルアセテートコポリマー(EVA)、セルロースアセテートブチレート(CAB)ポリウレタン(PUR)、ポリメチルメタクリレート(PMMA)、ポリアクリレート、エポキシ、シリコン及びフルオロポリマーが挙げられる。この結合剤は、水、エチルアセテート、アセトン、2-ブトン等の適切な溶剤に可溶とすることができるか、又は分散液又はエマルジョンとして使用可能である。この混合物中で有用な一部の市販の結合剤の例は、Kuraray-USA、Wacker Chemical、Dyneon LLC、及びRohm and Haasから入手可能なものである。この結合剤はポリマー系であることができるが、これは、UV、又は熱硬化型又は架橋型の系などの重合性モノマー系としても添加可能である。このような系の例は、UV重合性アクリレート、メタクリレート、多官能性アクリレート、ウレタン-アクリレート、及びこれらの混合物である。一部の典型的な例は、1,6ヘキサンジオールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレートである。このような系は、Neo Res(Newark, DE)、Arkema(Philadelphia, PA)、又はSartomer(Exton, PA)などの供給者から容易に入手可能である。電子線(E線)、ガンマ線及び紫外(UV)線などの化学線は、これらの系の重合を開始させるのに有用な方法であり、多数の実施形態はUV活性な系を使用する。他の有用な結合剤系は、また、カチオン重合可能であり、このような系はビニルエーテル及びエポキシドとして入手可能である。

20

30

40

【0024】

このポリマー結合剤は、また、ポリマー結合剤と化学的に結合して、架橋網目構造を形成することができる架橋剤と共に配合可能である。架橋の形成は多孔性構成体の形成又は低屈折率光学的性質の前提条件ではないが、それは、コーティングの凝集力、基材への接着性又は耐水性、又は耐熱性及び耐溶剤性の改善など他の機能性の理由でしばしば望ましい。架橋剤の具体的なタイプは使用される結合剤に依存する。PVAなどのポリマー結合剤に対する典型的な架橋剤は、ジイソシアネート、TYZOR-LA(商標)(DuPont(Wilmington, DE)から入手可能)などのチタネート、PolyCup

50

172 (Hercules (Wilmington, DE) から入手可能) などのポリ (エピクロロヒドリン) アミド付加物、CX100 (Neo-Res (Newark, DE) から入手可能) などの多官能性アジリジン及びホウ酸、ジエポキシド、ジ酸等である。

【0025】

このポリマー結合剤は、粒子凝集物と共に分離相を形成してもよく、又は凝集物を一緒に結合して、金属酸化物とのイオン結合、双極子結合、ファンデアワールス力、水素結合及び物理的からみ合いなどの直接共有結合形成又は分子的相互作用により、金属酸化物粒子と接続する構造物を形成する方法で、粒子凝集物の間に相互分散してもよい。

【0026】

代表的な粒子には、例えば、ヒュームドシリカ又はアルミナなどのヒュームド金属酸化物又は火成金属酸化物が挙げられる。一部の実施形態では、高度に分岐した又は構造化された粒子を使用してもよい。このような粒子は、結合剤マトリックス中の効率的な充填を妨げ、及び間入型空隙又は細孔を形成させる。高度に分岐した又は構造化された粒子を含む代表的な材料としては、Carbo-Sil (商標) ヒュームドシリカ又は例えば、商品名TS 520で販売されているシリカ分散液、又はCarbo-Sperse (商標) PG 001、PG 002、1020K、1015 (Cabot Corporation から入手可能) として入手可能なものなどの予備分散したヒュームドシリカ粒子が挙げられる。シリカは、アルミナよりも固有の低骨格屈折率を有するので好ましいが、ヒュームドアルニウム酸化物も低屈折率系の形成に有用な構造化された粒子である。アルミニウム酸化物の例は、例えば、商品名Carbo-Sperse (商標) PG 003 又は Cabot Spec-Al (商標) で販売されているものなど商品名Carbo-Sperse で入手可能である。一部の実施形態では、これらの代表的なヒュームド金属酸化物の凝集物は、約8 nm ~ 約20 nmの範囲の複数の一次粒子を含み、及び約80 nm ~ 300 nm超の範囲の大きさの広い分布の高度に分岐した構造物を形成する。一部の実施形態では、これらの凝集物は、コーティングの単位体積中にランダムに充填して、チャンネル、トンネル、及び細孔の複雑な二連続性網目構造を有するメソ多孔性構造物を形成し、これらが網目構造中に空気を捕捉し、このようにしてコーティングの密度及び屈折率を低下させる。他の有用な多孔性材料は、クレイ、硫酸バリウム、ケイ酸アルミニウム等の天然由来の無機材料から誘導される。金属酸化物がシリカ酸化物である場合には、低屈折率層は、1.23以下の有効屈折率、及びこの金属酸化物がアルミナ酸化物である場合には1.33以下の有効屈折率を有する。

【0027】

ヒュームドシリカ粒子は、また、表面処理剤により処理可能である。この金属酸化物粒子の表面処理は、例えば、このポリマー結合剤中の改善された分散、変成した表面の性質、増強された粒子・結合剤相互作用、及び/又は反応性をもたらすことができる。一部の実施形態では、この表面処理は、この粒子がこの結合剤中で良分散されるほど粒子を安定化して、実質的に均質な組成物を生じる。表面修飾無機粒子の組み込みを調整して、例えば、結合剤への粒子の共有結合を増強して、より高耐久性で、かつより均質のポリマー/粒子網目構造を得ることができる。

【0028】

好ましいタイプの処理剤は、金属酸化物表面の化学的性質によりある程度は決定される。シリカ及び他のケイ素質充填剤に対してはシランが好ましい。シランの場合には、結合剤の中への組み込みの前にシランと粒子ジイソシアネート表面とを反応させることが好ましいことがある。表面修飾剤の必要量は、例えば、粒径、粒子タイプ、修飾剤の分子量、及び/又は修飾剤のタイプなどのいくつかの要素に依存する。このジイソシアネートシラン修飾剤は、粒子とジイソシアネート結合剤との間に共有結合を形成する反応性基、例えば、カルボキシ、ジイソシアネートアルコール、ジイソシアネートイソシアネート、ジイソシアネートアクリロキシ、ジイソシアネートエポキシ、ジイソシアネートチオール又はジイソシアネートアミンなどを有することができる。逆に、このシラン修飾剤は、非反応

10

20

30

40

50

性基、例えば、アルキル、アルコキシ、フェニル、フェニルオキシ、ポリエーテル、又はこれらの混合物を有することができる。例えば、耐汚れ性又は静電気の散逸性を改善するために、このような非反応性基がコーティングの表面を修飾してもよい。表面修飾シリカ粒子の市販されている例には、例えば、Cabo-Sil (商標) TS 720及びTS 530が挙げられる。官能性及び非官能性基の混合物を粒子の表面上で組み込んで、これらの所望の特徴の組み合わせを得ることがときには望ましいことがある。

【0029】

本開示の組成物での使用に好適な表面処理剤の代表的な実施形態としては、例えば、N - (3 - トリエトキシシリルプロピル)メトキシエトキシエチルカーバメート、N - (3 - トリエトキシシリルプロピル)メトキシエトキシエチルカーバメート、3 - (メタクリロイルオキシ)プロピルトリメトキシシラン、3 - アクリロキシプロピルトリメトキシシラン、3 - (メタクリロイルオキシ)プロピルトリエトキシシラン、3 - (メタクリロイルオキシ)プロピルメチルジメトキシシラン、3 - (アクリロイルオキシプロピル)メチルジメトキシシラン、3 - (メタクリロイルオキシ)プロピルジメチルエトキシシラン、3 - (メタクリロイルオキシ)プロピルジメチルエトキシシラン、ビニルジメチルエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、n - オクチルトリメトキシシラン、ドデシルトリメトキシシラン、オクタデシルトリメトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、ビニルメチルジアセトキシシラン、ビニルメチルジエトキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリイソプロポキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリフェノキシシラン、ビニルトリ - t - ブトキシシラン、ビニルトリス - イソブトキシシラン、ビニルトリイソプロペノキシシラン、ビニルトリス (2 - メトキシエトキシ) シラン、スチリルエチルトリメトキシシラン、メルカプトプロピルトリメトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、アクリル酸、メタクリル酸、オレイン酸、ステアリン酸、ドデカン酸、2 - [2 - (2 - メトキシエトキシ) エトキシ] 酢酸 (MEEAA)、 - カルボキシエチルアクリレート (BCEA)、2 - (2 - メトキシエトキシ) 酢酸、メトキシフェニル酢酸、及びこれらの組み合わせが挙げられる。

【0030】

粒子容積濃度 (PVC) 及び臨界粒子容積濃度 (CPVC) を使用して、コーティングの作製で使用される粒子結合剤系の多孔性を特性化することができる。用語PVC及びCPVCは、塗料及び顔料の文献においてよく定義された用語であり、頻繁に参照される物品、及び例えば「Paint Flow and Pigment Dispersion」(Patton, T.C., 2nd Edition, J.Wiley Interscience, 1978, Chapter 5, p.126) 及び「Modeling Cluster Voids and Pigment Distribution to Predict Properties and CPVC in Coatings, Part 1: Dry Coating Analysis」並びにSudduth, R.D.; 「Pigment and Resin Technology, 2008」(37(6). p.375) などの技術的なテキストで更に定義されている。

【0031】

粒子の容積濃度がCPVCよりも大きい場合、コーティングの粒子及び間入型領域の間の全ての空隙を充填するのに十分な結合剤が存在しないので、このコーティングは多孔性である。次いで、このコーティングは、結合剤、粒子、及び空隙の混合物となる。このことが起こる容積濃度は、粒子の大きさ及び粒子構造、濡れ及び/又は形状に関連する。CPVC以上の容積濃度を有する配合物は、空気により置換される、樹脂の容積欠陥を混合物中で有する。CPVC、PVC及び多孔性の関係は：

【0032】

【数 1】

$$\text{多孔性} = 1 - \frac{CPVC}{PVC}$$

【0033】

である。

【0034】

所望の低屈折率の性質を提供する材料は、粒子・結合剤混合物から誘導される高構造化されたサブミクロン細孔を有し、そのCPVC以上で配合される。一部の実施形態では、光学物品は、約60%よりも大きくない（又は未満である）、又は約50%未満、又は約40%未満であるCPVC値を有する。

10

【0035】

上述のように、高度に分岐した又は構造化された粒子は、結合剤マトリックス中の効率的な充填を妨げ、間入型空隙又は細孔を形成させる。対照的に、所望のCPVCを割る材料組み合わせは、十分に多孔性でない。BET法は、200nm未満の直径、100nm未満の直径、又は更には10nm未満の直径の細孔を分析するために、CPVC、したがって低屈折率材料の多孔性の決定に役立つことがある。本明細書で使用されるとき、用語「BET法」は、Braunauer、Emmett、及びTellerの表面積分析（S. Braunauer, P. H. Emmett and E. Teller, J. Am. Chem. Soc., 1938, 60, 309を参照のこと）を指す。BET法は、固体物質の細孔の大きさ、表面積、及びパーセント多孔性の定量に使用される、周知の科学的に認証された方法である。BET理論は、固体表面上での気体分子の物理的吸着に関するものであり、固体表面の表面積及び多孔性についての物理的情報を取得するための根拠としての役割をする。BETデータは、多孔性構造を形成するための最低限の要件に合致する材料の特性化を支援することができる。

20

【0036】

PVC/CPVCの関係により記述される粒子の容積濃度は、粒子の重量濃度にも関連する。それゆえ、CPVC以上である粒子の重量範囲を確立することが可能である。重量比又は重量パーセントの使用は、所望のCPVC値の混合物を配合するための1つの方法である。本開示の光学的構成体用には、1:1~1:10の結合剤：粒子の重量比が望ましい。1:1の重量比は約50wt%粒子と等価であり、1:8は約89wt%粒子と等価である。代表的な結合剤と金属酸化物粒子の比は、1:2未満（33%未満の結合剤）、1:3未満、1:4未満、1:5未満、1:6未満、1:7未満、1:8未満、1:9未満、及び1:10未満（約8~10%の結合剤）である。結合剤の上限は所望の屈折率により決められることもある。結合剤の下限は、所望の物理的性質、例えば、加工性又は最終的な耐久性により決められることもある。このように、結合剤：粒子比は、所望の最終使用及び所望の光学物品の性質に依存して変わる。

30

【0037】

一般に、低屈折率層は、用途において所望であってもよい任意の多孔性、細孔大きさ分布、又は空隙容積分率を有することができる。一部の実施形態では、低屈折率層中の複数の空隙の容積分率は、約20%以上、又は約30%以上、又は約40%以上、又は約50%以上、又は約60%以上、又は約70%以上、又は約80%以上である。

40

【0038】

一部の実施形態では、低屈折率層が、高い光学ヘーズ及び/又は拡散反射を有しても、低屈折率層の一部は、一部の低屈折率の性質を表すことができる。例えば、このような実施形態では、低屈折率層の一部は、結合剤の屈折率 n_b よりも小さい屈折率に相当する角度での光学利得を支持することができる。

【0039】

50

一部の実施形態では、粒子の一部が反応性基を有し、他の粒子は反応性基を有さない。例えば、一部の実施形態では、約10%の粒子が反応性基を有し、約90%の粒子が反応性基を有さず、又は約15%の粒子が反応性基を有し、約85%の粒子が反応性基を有さず、又は約20%の粒子が反応性基を有し、約80%の粒子が反応性基を有さず、又は約25%の粒子が反応性基を有し、約75%の粒子が反応性基を有さず、又は約30%の粒子が反応性基を有し、約60%の粒子が反応性基を有さず、又は約35%の粒子が反応性基を有し、約65%の粒子が反応性基を有さず、又は約40%の粒子が反応性基を有し、約60%の粒子が反応性基を有さず、又は約45%の粒子が反応性基を有し、約55%の粒子が反応性基を有さず、又は約50%の粒子が反応性基を有し、約50%の粒子が反応性基を有さない。一部の実施形態では、一部の粒子は、同一粒子上の反応性基及び非反応性基の両方によって官能基化されてもよい。

10

【0040】

粒子の集合は、大きさ、反応性基及び非反応性基を有する粒子、及び異なるタイプの粒子、例えば、アクリル、ポリカーボネート、ポリスチレン、シリコン等などのポリマー粒子を含む有機粒子、又は例えば、シリカ及び酸化ジルコニウムなどのガラス若しくはセラミックスなどの無機粒子の混合物を含んでもよい。

【0041】

一部の実施形態では、低屈折率層又は材料は、約30%超である(BET法により測定して約50m²/gの表面積に対応する)BET多孔性、約50%超である(BET法により測定して約65~70m²/gの表面積に対応する)多孔性、約60%超である(BET法により測定して約80~90m²/gの表面積に対応する)多孔性、及び最も好ましくは約65%~約80%の間の(BET法により測定して約100m²/gの若干高い表面積に対応する)多孔性を有する。一部の実施形態では、低屈折率層中の複数の相互に接続された空隙の容積分率は、約20%以上(すなわち約20%超である)、又は約30%超、又は約40%超、又は約50%超、又は約60%超、又は約70%超、又は約90%超である。一般に、表面積が大きい程、パーセント多孔性は大きく、したがって屈折率は低いということを示すことができるが、これらのパラメーターの間の関係は複雑である。本開示で示す値は単なる手引きの目的のためであり、これらの性質の間の限定的な相関を例示するには意図されていない。BET表面積及びパーセント多孔性値は、低屈折率及びコーティングの凝集力などの他の臨界的な性能をバランスさせる必要性により決められる。

20

30

【0042】

本開示の光学構成体は任意の所望の光学ヘーズを有することができる。一部の実施形態では、低屈折率層は、少なくとも約20%(又は約20%超である)、又は約30%超、又は約40%超、又は約50%超、又は約60%超、又は約70%超、又は約80%超、又は約90%超、又は約95%超である光学ヘーズを有する。一部の実施形態では、低屈折率層は低光学ヘーズを有する。低屈折率層低光学ヘーズ層は、本明細書に記載の光学構成体に追加の層であることができる。例えば、一部の実施形態では、低ヘーズの低屈折率層の光学ヘーズは、約20%未満、約7%未満、約5%未満、約3%未満、約2%未満、約1.5%未満、又は約1%未満である。

40

【0043】

本開示の光学構成体は任意の所望の光学透明性を有することができる。一部の実施形態では、低屈折率層は、約25%未満、又は約20%未満、又は約15%未満、又は約10%未満である光学透明性を有する。

【0044】

一部の実施形態では、光学構成体の各2つの隣接層の隣接する主表面の一部は、互いに物理的に接触している。例えば、光学構成体の各隣接層の隣接する主表面の一部は、互いに物理的に接触している。例えば、2つの隣り合う主表面の少なくとも30%、又は少なくとも40%、又は少なくとも50%、又は少なくとも60%、又は少なくとも70%、又は少なくとも80%、又は少なくとも90%、又は少なくとも95%は、互いに物理的

50

に接触する。

【 0 0 4 5 】

一部の実施形態では、光学構成体中の2つの各隣接層の隣接する主表面（互いに面するか、あるいは互いに隣接する主表面）の一部は、互いに物理的に接触する。例えば、一部の実施形態では、図中にははっきりと示していないが、低屈折率層と光学要素との間に配設された1つ以上の追加の層が存在してもよい。このような実施形態では、光学構成体中の各2つの隣接層の隣接する主表面の実質的な部分は、互いに物理的に接触する。このような実施形態では、光学構成体中の各2つの隣接層の隣接する主表面の少なくとも30%、又は少なくとも40%、又は少なくとも50%、又は少なくとも60%、又は少なくとも70%、又は少なくとも80%、又は少なくとも90%、又は少なくとも95%は、互

10

【 0 0 4 6 】

本明細書に記載の実施形態の作製に有用な、当業界で公知の多数のコーティング技術が存在する。より汎用の技術は、ナイフバー、スロットダイ、スライド、カーテン、ロール、及びグラビアコーティング技術などの周知のロール・ツー・ロールの自動化法であるが、これらに限定されない。インクジェット、スクリーン、オフセット印刷、ディップ及びスプレーコーティング技術などの非連続的な方法を用いて、これらの溶液を被覆することも可能である。低屈折率の性質の取得には厳密なコーティング技術は重要でないが、一部の技術によって、多層を基材上に同時に被覆することが可能となり、これはコーティング法の経済性を改善することができる。所望する最終用途がどの技術が好ましいかを定める

20

【 0 0 4 7 】

図1は例示の光学物品10の概略側面図である。光学物品10は、光学要素20及び光学要素20の表面22上に配設された低屈折率層30を含む。低屈折率層30は上述したものであり、1.3以下の有効屈折率を有する。低屈折率層30は、結合剤、結合剤中に分散された複数の金属酸化物粒子、及び複数の相互に接続された空隙を含み、少なくとも30%のヘーズ値を有する。この光学物品10は、上述のように、独自の光学的性質の組、すなわち、低屈折率及び高ヘーズをもたらす。

【 0 0 4 8 】

一部の実施形態では、光学物品10は、少なくとも50%、又は少なくとも90%のヘーズ値及び20%未満の透明性値を有する低屈折率層30（例えば、1.3以下又は1.23以下の有効屈折率）を含む。低屈折率層30は任意の有用な厚さを有することができる。多数の実施形態では、低屈折率層30は1~20マイクロメートルの範囲の厚さを有する。

30

【 0 0 4 9 】

図2は、低屈折率層30、40が光学要素20上に堆積されている別の例示の光学物品50の概略側面図である。図3は、光学要素20が低屈折率層30、40を分離する、別の例示の光学物品60の概略側面図である。光学物品50、60は、低ヘーズ光学低屈折率層40上に1.3以下の有効屈折率及び高ヘーズ低屈折率層30を有する、低ヘーズ光学低屈折率層40を含む。一部の実施形態では、低ヘーズ光学低屈折率層40は高ヘーズ低屈折率層30に類似し、30%又はそれよりも大きいヘーズ値を有する。高ヘーズ低屈折率層30は1.3以下の有効屈折率を有する。低屈折率層40は、結合剤、結合剤中に分散された複数の金属酸化物粒子、及び複数の相互に接続された空隙を含む。低ヘーズ低屈折率層40は30%未満のヘーズ値を有する。高ヘーズ低屈折率層30は、結合剤、結合剤中に分散された複数の金属酸化物粒子、及び複数の相互に接続された空隙を含む。高ヘーズ低屈折率層30は少なくとも30%のヘーズ値を有する。

40

【 0 0 5 0 】

一部の実施形態では、光学物品50、60は、少なくとも50%、又は少なくとも90%のヘーズ値及び20%未満の透明性値を有する。高ヘーズ低屈折率層30及び低ヘーズ光学低屈折率層40は、それぞれ1.3以下又は1.23以下の有効屈折率を有する。高

50

ヘーズ低屈折率層 30 及び低ヘーズ光学低屈折率層 40 は任意の有用な厚さを有することができる。多数の実施形態では、高ヘーズ低屈折率層 30 及び / 又は低ヘーズ光学低屈折率層 40 は、1 ~ 20 マイクロメートルの範囲の厚さを有する。

【0051】

一部の実施形態では、高ヘーズ低屈折率層 30 は、90 % 又はそれよりも大きいヘーズ値を有することができ、低ヘーズ光学低屈折率層 40 は 10 % 以下のヘーズ値を有することができる。

【0052】

光学要素 20 は任意の有用な光学要素を有することができる。多数の実施形態では、光学要素 20 は、偏光フィルム、拡散フィルム、部分反射性フィルム、位相差フィルム、ライトガイド又は液晶ディスプレイパネルである。一部の実施形態では、光学要素 20 は可視光に透明な又は透過性の基材である。光学要素 20 は高ヘーズ低屈折率層 30 に隣接して図示されているが、一部の実施形態では、光学要素 20 は高ヘーズ低屈折率層 30 を低ヘーズ光学低屈折率層 40 から分離し、又は光学要素 20 は低ヘーズ低屈折率層 40 に隣接する。

【0053】

一部の実施形態では、光学要素 20 は吸収型偏光板又は反射型偏光板であることができる。反射型偏光板としては、例えば、ファイバー、多層、コレステリック、及びワイヤグリッド反射型偏光板が挙げられる。多層反射型偏光板には、3M Company (St. Paul, MN) から市販されている、輝度増強フィルム (BEF) 及びデュアル輝度増強フィルム (DBEF) が挙げられる。一部の実施形態では、光学要素 20 は、光再帰性フィルムであり、回折性及び / 又は屈折性であることができる。一部の実施形態では、光学要素 20 は、グラフィックフィルム、三酢酸セルロース、又は光学用接着剤であることができる。

【実施例】

【0054】

手塗りによる例：

コーティング溶液 CE - 1A、CE - 1B 及び CE - 1C の作製 ポリビニルアルコール (PVA) とヒュームドシリカ酸化物 Cab - O - Sperse (商標) PG022 (Cabot Corp., (Billerica MA) から入手可能) との混合物を用いて、比較例コーティング溶液 CE - 1A、CE - 1B 及び CE - 1C を作製した。Cab - O - Sperse (商標) PG022 は、M5 シリカ系 Cab - O - Sil (商標) の酸安定化された表面装飾シリカ分散液である。PVA 樹脂の Poval (商標) PVA 235 は、入手可能な 88 % 加水分解ポリビニルアルコール (Kuraray - USA (Houston, TX) から入手可能) である。典型的な手順では、100 g の Cab - O - Sperse (商標) PG 022 分散 (20 wt % 固体) を空気駆動式実験室ミキサー及び加熱マントルを備えた 400 mL プラスチックビーカーに添加した。シリカ分散液を静かに攪拌し、45 ~ 50 °C まで温めた。分散液がこの温度範囲で平衡となったならば、予め温められた 14 g の 5 wt % ホウ酸水溶液 (Aldrich Chemical Company (Milwaukee, WI) から入手可能、0.7 g のホウ酸又は 0.035 g のホウ酸 / g シリカに相当) をシリカ分散液に添加し、約 30 分間混合した。この時間の後、2 g の低起泡性界面活性剤 (水中の 10 wt % Tergitol (商標) Min - Foam 1X) をシリカ・ホウ酸混合物に添加し、続いて 3.36 g のポリビニルアルコール (PVA) を添加した。Tergitol (商標) は、Dow Chemicals (Midland, MI) から入手可能な非イオン性界面活性剤である。PVA を 46.3 g の 7.2 wt % 水溶液として添加した。PVA の添加時、この混合物は極めて粘稠となり、追加の 87 g の脱イオン (DI) 水を添加して、粘度を低下させ、適切な混合を確保した。この混合物を温和な条件下で更に 20 分間攪拌した。次いで、このコーティング溶液を 1 L 一口丸底フラスコに移し、40 °C 及び 600 mmHg (80.0 kPa) 真空でロータリーエバポレーターシステム (Buchi GmbH (Flawil

l, Switzerland) から Rotovap (商標) として入手可能) でこの混合物を脱ガスした。この混合物を脱ガスした後、固体をチェックし、混合物が 10.2% の固体を含有することを認めた。最終の混合物は、乾燥重量基準で 1 部 PVA 樹脂: 6 部シリカ (1:6 PVA-Si 比、14.3 重量% PVA) からなるものであった。このコーティング混合物を CE-1A として使用した。樹脂: シリカ比がそれぞれ 1:4 (20 wt% PVA) 及び 1:3 (25 wt% PVA) に調整されたことを除いて類似の方法で、比較例コーティング溶液 CE-1B 及び CE-1C を作製した。

【0055】

コーティング溶液 1A、1B 及び 1C の作製 PVA-235 及びヒュームドシリカ酸化物分散液 Cab-O-Sperse (商標) PG002 (Cabot Corp から入手可能) の混合物からコーティング溶液 1A を作製した。これは、MH-5 シリカの非表面修飾のアルカリ安定化分散液である。典型的な方法では、138.8 g の 7.2 wt% PVA-235 溶液を 800 mL プラスチックビーカーに装填し (乾燥重量基準で 10.0 g の PVA-235)、続いて 2.0 g の 10 wt% Tergitol Min-Foam 1X 及び 1 mL の濃 NH₄OH 溶液を添加した。これらの成分を攪拌棒により十分に混合した。これら成分を完全に混合した後、300 g の Cab-O-Sperse (商標) PG002 (水中 20 wt%) を添加し、続いて 260 g の DI 水を添加した。

これらの成分を十分に混合し、及び 1 L 一口丸底フラスコに移し、Rotovap で 40 及び 600 mmHg (80.0 kPa) 真空でこの混合物を脱ガスした。最終の固体を 10% wt に調整した。最終の混合物は、乾燥重量基準で 1 部 PVA 樹脂: 6 部シリカ (1:6 PVA-Si 比、14.3 重量% PVA) からなるものであった。樹脂: シリカ比をそれぞれ 1:4 (20 wt% PVA) 及び 1:3 (25 wt% PVA) に調整したことを除いて類似の方法で、コーティング溶液 1B 及び 1C を作製した。重量パーセント固体を同様に約 10% に調整した。

【0056】

コーティング溶液 2A、2B 及び 2C の作製 使用された分散液が Cab-O-Sperse (商標) 1015A (Cabot Corp から入手可能) であることを除いてコーティング溶液 1A、1B 及び 1C に類似の方法で、コーティング溶液 2A、2B 及び 2C を作製した。

【0057】

コーティング溶液 3A、3B 及び 3C の作製 使用された分散液が Cab-O-Sperse (商標) 1020K (Cabot Corp から入手可能) であることを除いてコーティング溶液 2A、2B 及び 2C に類似の方法で、コーティング溶液 3A、3B 及び 3C を作製した。これは、分散液がアルカリ性であり、かつカリウムにより安定化されていることを除いて、1015A と同一の粒子凝集物である。最終の標的コーティング固体は全ての場合 10 wt% であった。

【0058】

コーティング溶液 4A 及び 4B の作製 最初に、50% A174 及び 50% イソオクチルトリメトキシシランにより表面修飾したシリカ粒子を次の通り作製した。攪拌棒、攪拌板、コンデンサー、加熱マントル及び熱電対/温度コントローラーを備えた 1000 mL の三口フラスコに 400 g の Cab-O-Sperse PG002 (Cabot Corp (Boston, MA) から入手可能) ヒュームドシリカの 20 wt% 固体の分散液) を装填した。この分散液に 50 g のイソプロパノールを混合しながら添加した。次に、6.15 g の 3-(メタクリロキシプロピル)トリメトキシシラン (A-174, Alfa Aesar (Ward Hill, MA) からストック# A17714 として入手可能)、5.80 g のイソオクチルトリメトキシシラン (Gelest, Inc. (Morrisville, PA) からストック# SII6458.0 として入手可能) 及び 50 g のイソプロパノールの予備混合物を混合しながら添加した。この予備混合物ビーカーを合計で 50 g となるアリコート用のイソプロパノールによりすすいだ。すすいだイソプロパノールをバッチに加えた。得られた混合物は、ヘーズのある、半透明な分散体であっ

40

50

た。このバッチを50 に加熱し、ほぼ30分間保持した。50 で30分後、この混合物は均質で、不透明な白色分散液であった。この時点で、250gのイソプロパノールをこのバッチに添加した。このバッチを還流(〜80)まで加熱し、混合しながら保持した。ほぼ30分後、このバッチは極めて粘稠となった。追加の200gのイソプロパノールを添加した。このバッチはずっと低粘性となった。このバッチを還流で合計6時間保持した。還流で6時間後、このバッチを混合しながら室温まで冷却した。この時点で、このバッチは濃いオフホワイトのスラリーであり、若干の乾燥した固体が反応フラスコの壁に付着していた。得られた反応混合物を代替の真空蒸溜及び1200gの1-メトキシ-2-プロパノールの添加により1-メトキシ-2-プロパノールに溶剤交換した。真空蒸溜によって、バッチを更に濃縮した。最終的な混合物は、15.4重量%固形分の高粘度の半透明の分散物であった。

10

【0059】

上述の表面修飾PG 002シリカ及びSartomer USA(Exton, PA)から入手可能なUV硬化型ウレタンアクリレートオリゴマーCN 9013を使用して、コーティング溶液4Aを1〜6のシリカ対樹脂重量比で作製した。適切な大きさの混合容器中で50gの修飾PG 002(15.4%固体、7.7g固体)を1.28gのCN 9013と混合した。0.18gの光開始剤Irgacure 184(Ciba Specialty Chemicals(Terrytown, NY)から入手可能)を添加し、最終混合物を追加の12.5gの2-ブタノンにより希釈して、14.4%固体の最終コーティング溶液を得た。1:3の樹脂:シリカ比であることを除いて類似の方法でコーティング溶液4Bを作製した。

20

【0060】

コーティング溶液5の作製 最初に、A-174修飾Cab-O-Sperse(商標)1020K系の表面修飾ヒュームドシリカ粒子を次の通り作製した。攪拌棒、攪拌板、コンデンサー、加熱マントル及び熱電対/温度コントローラーを備えた3000mLの三口フラスコに1000gのCab-O-Sperse 1020K(Cabot Corpから入手可能なヒュームドシリカの20wt%固体の分散液)を装填した。この分散液に1400gの1-メトキシ-2-プロパノールを攪拌しながら添加した。次に、30.75gの97% 3-(メタクリロキシプロピル)トリメトキシシラン(A-174, Alfa Aesar(Ward Hill, MA)から入手可能)を100gのポリビーカーに添加した。この3-(メタクリロキシプロピル)トリメトキシシランを攪拌しながらこのバッチに添加した。3-(メタクリロキシプロピル)トリメトキシシランを入れたビーカーを合計で100gとなる1-メトキシ-2-プロパノールのアリコートによりすすいだ。すすいだ1-メトキシ-2-プロパノールをバッチに加えた。この時点でバッチは不透明な白色の粘稠な分散液であった。バッチを80 に加熱し、約16時間保持した。得られた混合物は粘稠で、不透明な白色スラリーであった。バッチを室温まで冷却した。真空蒸溜と900gの1-メトキシ-2-プロパノールの添加を交互に行うことによって、水をバッチから除去した。このバッチを真空蒸溜により濃縮して、31.1wt%固体の極めて粘稠な、不透明な分散液を得た。

30

【0061】

最初に3.0gのCN9893(Sartomer(Exton, PA)から入手可能)を7gのエチルアセレート中超音波処理下で溶解することにより、コーティング溶液5を作製し、次いで、上記で作製した38.6gのA-174修飾Cab-O-Sperse(商標)1020K、及び0.23gのIrgacure 184と一緒に混合して、重量で1:4の樹脂:シリカ比の均質なコーティング溶液を形成した。

40

【0062】

分散液がCab-O-Sperse(商標)ヒュームドAl₂O₃であることを除いて、コーティング溶液3A、3B及び3Cに類似の方法でコーティング溶液6A、6B及び6Cを作製した。コーティング溶液6AをPVA-A1比を1:6で作製し、及びコーティング溶液6B及び6CをPVA-Aをそれぞれ1〜4及び1〜8で作製した。最終標的

50

のコーティング固体は、全ての場合、10wt%であった。

【0063】

表1は、上述のコーティング溶液に対するコーティング成分を要約する。

【0064】

【表1】

表#1: コーティング配合物に対する粒子の内容: 配合	Si分散液	相対的な一次粒子の 大きさ	凝集物の 大きさ (nm)	pH範囲	安定化	表面積 (m ² /g)
CE-1A-, CE-1B, CE-1C	PG022	小	~150	4.5	表面修飾	175~225
1A, 1B, 1C	PG002	中間	140~160	9.5	カリウム	200
2A, 2B, 2C	1015A	大	>200	4.5	アンモニア	100~120
3A, 3B, 3C	1020K	大	>200	9.5	カリウム	100~120
4A, 4B	A174表面修飾 PG002	中間	140~160	9.5	有機表面修飾	200
5	A174表面修飾 1020K	中	>200	9.5	有機表面修飾	100~120
6	A1203	大	90	4.5		

【0065】

10

20

30

40

50

手塗り用のコーティング方法：

コーティング方法：全てのコーティングを、50マイクロメートル(2mil)689プライマー処理したPETフィルム(Dupont-Teijin Films USA, (Chester, VA)から入手可能)を用いて作製した。低屈折率コーティング溶液をプライマー処理したポリエステルフィルム上に被覆することにより、良好な光学品質の実験室規模の小さい手塗りのコーティングを作製した。Elcometer Inc (Rochester Hills, MI)から入手可能な、14×11in(35.6cm×27.9cm)の水平な真空テーブルモデル4900を使用することにより、フィルムを平坦に保持した。RD Specialties (Webster, NY)から入手可能な巻線コーティングロッド(マイヤーロッド)又はElcometer Inc (Rochester Hills, MI)から入手可能なナイフバーを使用して、コーティング溶液をPET上で均等に拡げた。典型的な手順では、白色紙の標準シート(8.5×11in(21.6×27.9cm))を真空テーブルと光学フィルムとの間に置いて、真空テーブルに関連するコーティング欠陥を防止した。脱ガスした溶液を使用して、空気泡及び表面クラックなどの光学欠陥を回避して、全てのコーティングを作製した。コーティング溶液の5～8mLの試料を、フィルムの頂部近くに置き、及び45又は30マイヤーロッドを用いて、コーティングを作製し、それぞれ114又は76.2µm(4.5又は3.0mil)の公称湿潤時厚さのコーティングを得た。ナイフバーコーターを使用する場合には、50.8～101.6µm(2～4mil)のナイフバー間隙によってそれぞれ25.4及び50.8µm(1～2mil)の公称湿潤時厚さのコーティングを得た。湿ったコーティングを室温で約2～3分間風乾し、次いで平らなガラス板に注意深く移し、及び50で強制空気オープン中に入れて、完全に乾燥した。コーティングを適切な大きさのアルミニウムパンにより被覆して、オープン中の空気の動きによるフィルム上の乾燥パターンを低減した。

【0066】

試料4A、4B及び5に基づく被覆物品に対してはこの方法を改変した。コーティングの後、試料4A及び4B試料を室温で短く乾燥し、続いて100で2分間完全に乾燥した。次いで、乾燥N2により掃気した500W Fusion Systems Light Hammer UVチャンバーを用いて、このコーティングを20fpm(6.1m/分)のライン速度で硬化した。コーティングをHバルブの高強度照射に暴露した。

【0067】

上記で作製したコーティング溶液5を、RD Specialties (Webster, NY)から入手可能な#26巻線型ロッドを用いて、商品名「Melinex 617」でDupontから入手されるプライマー処理した2マイクロメートルPETフィルム上に被覆した。得られた膜をオープン内で85で2分間乾燥させ、次いで、100%のランプ電力、30フィート/分(9.14m/分)のライン速度で、窒素雰囲気下にて動作する、H電球を装備したFusion UV-Systems Inc. Light Hammer 6 UV (Gaithersburg, Maryland)プロセッサを用いて硬化させた。

【0068】

表2は手塗りフィルムの実測した性質を示す。これらには、BET表面積、粒子容積濃度(PVC)、細孔分率、屈折率(RI)、透過率(T)、ヘーズ(H)及び透明性(C)が挙げられる。Brunauer-Emmett-Teller(BET)法を用いて、表面積値を次の通り求めた。前述のロータリーエバポレーターを用いて、ほぼ120gの対応するコーティング溶液を乾燥することにより、試料を作製した。試料をほぼ120～150rpmで45～55の間まで加熱して、成分の良混合状態を確保した。本質的に全ての水(>90%)を、この方法によりかつコーティング混合物がコンシステンシーとしてほぼ粉末様になるまで除去した。この時点で、試料をロータリーエバポレーターから取り出し、箔シート付きの200mL乾燥用皿カバーに移し、75～90で少なくとも更に24時間完全に乾燥した。標準の実験室乳鉢を用いて、自由流動性の粉末を形成す

るように、完全に乾燥した混合物を更に粉末化した。次いで、乾燥した混合物をBET分析にかけた。

【0069】

Micromeritics Accupyc 1340ヘリウム気体ピクノメーター (Micromeritics Instrument Corp (Norcross, GA) から入手可能) 中で10ccカップを使用して、BETデータの測定に必要とされる密度値を測定した。 10^{-5} ~ 1.0 から及び0.05に戻る分圧の75点分析を用いて、表面積、細孔容積及び細孔直径を取得した。Quantachrome Autosorb-1アナライザー (Giangarilo Scientific Inc. (Pittsburgh, PA) から入手可能) で6mmステムラージバルブ試料セルを用いて、結果を得た。試料を窒素気体バージ下80 で少なくとも2時間乾燥した。非線形密度場理論の方法 (NLDFT法) を用いて、表面積及び多孔性をこの装置から直接に取得した。それぞれ2.2 g/mL及び1.26 g/mLのシリカ及びポリビニルアルコールに対する骨格密度値を用いて、粒子容積濃度 (PVC) を計算した。

10

【0070】

MetriCon Corp (Pennington, NJ) から入手可能なMetriCon 2010Mプリズムカップラーを用いるプリズム結合法の使用により屈折率 (RI) 値を求めた。RI (n) を633nmで求めた。TM偏光状態の屈折率を被覆フィルムのPET面から測定することにより、高ヘーズコーティングの屈折率の最善の精密決定を行った。この方法で、プリズム及びコーティングのPET面を結合し、RI測定をn = 1.55 ~ 1.05の間で走査した。この方法は、結果として2つの臨界角の遷移の検出を生じる；一方はn = ~ 1.495でPET - プリズム界面と付随するものであり、もう一方はPET - 低屈折率コーティング界面と付随するものである。MetriCon生データを解析して、この第2の臨界角の変曲点の上下の領域の200点の平滑化解析プログラムを使用することにより、この第2の遷移の臨界角を求めた。2つの直線領域を平滑化されたデータから求めた。これらの2つの線の交点は、曲線の変曲点、したがって低屈折率コーティングのRIに対応するものであった。

20

【0071】

BYK - Gardner Haze Gard Plus (BYK - Gardner USA (Columbia, MD) から入手可能) を用いて、透過率、ヘーズ及び透明性値を求めた。報告値は、被覆フィルムの異なる領域から得られる少なくとも3測定値の平均を表す。透明性値計算は、T1が1.6 ~ 2度の間の法線方向からはずれた透過光であり、及びT2が法線方向から0 ~ 及び0.7度の間にある透過光である、比 (T2 - T1) / (T1 + T2) を使用する。

30

【0072】

【表 2】

表 2

試料#	結合剤・粒子比 (W t %)	粒子タイプ	BET表面積 (m ² /g)	PVC	%多孔性	R I	%T	%H	%C
CE1A	1~6	PG-022	115	0.77	65%	1.15	92	3	100
CE1B	1~4		99	0.70	60%	1.16	91	7	99
CE1C	1~3					1.18	90	10	98
1A	1~6	PG002	124	0.78	65%	1.145	89	63	65
1B	1~4		108	0.70	59%	1.163	87	88	68
1C	1~3		105	0.63	58%	1.175	80	86	72
2A	1~6	1015-A	(a)			1.161	74	79	37
2B	1~4					1.176	67	91	46
2C	1~3					1.196	61	97	39
3A	1~6	1020-K	48	0.77	41%	1.176	64	100	2
3B	1~4		46	0.70	41%	1.191	55	100	8
3C	1~3		49	0.63	38%	1.209	47	100	12
4A	1~6	A174修飾 PG002	(a)			1.168	91.3	29.3	88
4B	1~3	A174修飾 PG002	(a)			1.204	82.8	46.5	78
5 (b)	1~4	A174修飾 1020K	(a)			1.236	71	77	66
6A	1~6	PG-003 A1203	36	0.69	49%	1.273	81	40	100
6B	1~4		24	0.60	38%	1.282	79	39	100
6C	1~8		40	0.75	53%	1.257	85	22	100

【0073】

(a) BET測定をシリカモノマー混合物には行わなかった。(b) 2.6mil (#26マイヤーロード)の湿潤コーティング重量で被覆。

【0074】

表2中のデータは、異なる材料組み合わせ及び配合物比を使用して、広範囲のヘーズ及

10

20

30

40

50

び透明性値の低屈折率コーティングを作製することにより、広範囲の低屈折率コーティングを得ることができることを示す。

【 0 0 7 5 】

手塗りフィルムの光学利得キャラクタリゼーション：有効透過率（E T）を測定することにより、これらのコーティングの光学利得を求めた。この方法は、どれだけ多くの光が視認者方向に進むかを表示し、したがって像がどれだけの輝度で視認可能であるかを表示する。表 3 中のデータは、被覆物品を偏光板に接着した場合、コーティング 3 A、3 B 及び 3 C が 1 4 0 % 超の利得を有するということを示す。非被覆コントロールは 1 0 0 % 利得を有するように設計される。

【 0 0 7 6 】

【表 3】

表 3

試料	PVA-Si 比	実測 E T	正規化 E T	粒度
3 A + 偏光板	1 ~ 6	1. 3 2 5	1. 3 3	1 5 0 %
3 A - コントロール		0. 8 4 3	0. 8 9 6	
3 B + 偏光板	1 ~ 4	1. 2 3 8	1. 2 5 9	1 4 8 %
3 B - コントロール		0. 7 9 6	0. 8 5 0	
3 C + 偏光板	1 ~ 3	1. 1 4 6	1. 1 7 3	1 4 2 %
3 C A - コントロール		0. 7 6 9	0. 8 2 5	

【 0 0 7 7 】

表 # 3 中のデータは、高ヘーズ低屈折率コーティングがコーティング（単一層の）の低屈折率の性状により高い正規化有効透過率（E T）及び利得を呈するということを示す。

【 0 0 7 8 】

自動化コーティングによる例：

自動化コーティング用のコーティング方法：ロール式ナイフコーティングを用いて、自動化方法により作製されるコーティングを作製した。このナイフは 4 1 . 9 c m (1 6 . 5 i n) であり、コーティング溶液をペリスタポンプによりコーティングリザーバに供給した。全てのコーティング溶液を脱ガスし、インライン 2 0 マイクロメートルの Alpha (商標) ポリプロピレンマイクロファイバーカプセルフィルター (Meisner Filtration Products (Camarillo , C A) から入手可能) に通した。ホウ酸 / P G 0 2 2 コーティング溶液系のコーティング溶液 C E - 1 には、ナイフ、バックアップロール、及びコーティング溶液を全て 3 8 ~ 4 2 (1 0 0 . 4 ~ 1 0 7 . 6 ° F) まで加熱して、溶液ゲル化を防止した。1 0 2 0 K、P G 0 0 2 及び 1 0 2 5 A 系のコーティング溶液を室温 2 2 (7 2 ° F) で満足に被覆することができる。ナイフコーティング間隙は、所望のコーティング厚さに依存して、5 0 ~ 1 2 5 マイクロメートルの範囲であった。全てのコーティングを、5 0 マイクロメートルプライマー処理した P E T フィルム (D u P o n t - T e i j i n 6 8 9 フィルム) 上に 4 . 5 7 m / 分 (1 5 f p m) で塗布した。フィルムを、第 1 の域を 4 6 . 1 (1 1 5 ° F) に設定し、第 2 の域を 7 9 . 4 (1 7 5 ° F) に設定した二域対流オープン中で乾燥した。

【 0 0 7 9 】

光学フィルム構成体例 A 及び B に使用されるコーティングの作製：溶液組成物 3 B と本質的に同一の低屈折率コーティング（表 2、3 B、1 - 4 P V A - S i , w / 1 0 2 0 k ヒュームド S i) を、大規模な自動化機械コーティング用に作製した。ナイフコーターを用いてこれらのより広いコーティングを P E T フィルム上に作製した。このコーティン

グ溶液をスロットフィードナイフ設計で連続的な計量システムにより送達した。このコーティング溶液を30マイクロメートルのマイスナーフィルターシステムにより室温で濾過した。133マイクロメートル(5.25 mil)のバー間隙を用いて、45.7 cm(1.8 in)のコーティング幅。10 wt % 溶液を4.57 m/分(15 fpm)の速度で被覆して、16 μ m(0.63 mil)の乾燥したコーティング厚さを製造した。RIを1.184と求め、透過率、ヘーズ及び透明性値をそれぞれ50%、100%及び16%と求めた。

【0080】

比較用の光学フィルム構成体例C及びDに使用されるコーティングの作製：これらの比較例を例A及びBに類似の方法で作製した。低屈折率層CE-1を初期の低ヘーズ低屈折率コーティングとしてPET上で使用した。この被覆フィルムは、非低屈折率拡散体を被覆して二層構成体CE-2を作製する基材となった。例A及びBに対して記述されたのと同様のコーティング装置を用いて、CE-2で使用される低ヘーズ非低屈折率層を作製した。89マイクロメートル(3.5 mil)バー間隙を用いて、10 wt % コーティング溶液CE-1Aを、プライマー処理したPET上に45.7 cm(1.8 in)のコーティング幅で被覆した。10 wt % 溶液ナイフバーに37~42 °Cの温度でフィードし、4.57 m/分(15 fpm)の速度で被覆した。これらの条件により13マイクロメートル(0.51 mil)の乾燥コーティング厚さを得た。RIを1.171と求め、透過率、ヘーズ及び透明性値をそれぞれ93%、3%及び100%と求めた。次いで、上記で述べたコーティングを下記に述べる拡散体層によりオーバーコートした。

【0081】

拡散体層コーティング溶液を、エチレンビニルアセテートコポリマー分散液(Wacker Chemie, GmbH (Burghausen, Germany)からVinnapas(商標)192として入手可能)の混合物から作製した。EVA分散液を、Soken Chemical and Engineering Co., Ltd (Sayama-shi, Saitama-ken, Japan)からKSR-3Aとして入手可能である、3 μ m架橋ポリスチレンビーズと混合した。この成分を60 wt % EVA-192及び40 wt % KSR-3Aの重量比で混合した。典型的な混合手順では、750 gのDI水及び250 gのIPAを空気駆動式、高剪断の2段ペイントミキサーを備えた適切なサイズの混合容器に装填した。攪拌機を低速で設定して、340 gのSoken KSR-3Aビーズを装填し、均質な低粘度分散液が得られるまで攪拌した。31 gの10 wt % Tergitol(商標)Min Foam 1X界面活性剤水中の溶液(Dow Chemical (Midland, MI)から入手可能)を添加し、続いて1000 gのVinnapas(商標)192(51%固体)を添加した。この添加の間混合物はより粘稠となり、攪拌速度を増して、一定の攪拌速度を維持し、完全な混合を確保した。この混合物を775 gのDI水及び255 gのイソプロパノールにより更に希釈した。これは、25%固体で3400 gの最終の拡散体コーティング混合物を生じた。

【0082】

この混合物を、例A及びBに対して述べたのと同様のコーティング装置を使用して被覆した。しかしながら、この場合、ナイフバー間隙を25.4マイクロメートル(1 mil)に設定した。フィルムの低屈折率面のRIは1.171であった。フィルムの拡散体面に対するRIデータは、1.47~1.49近傍の極めて広い遷移を示した。透過率、ヘーズ及び透明性値は、それぞれ92%、98%及び4%であることが判明した。

【0083】

拡散体側から対照光学構成体を照明するためのSchott-Fostec-DCR光源(Schott-Fostec LLC (Auburn, NY)から入手可能)、及び直線偏光子側からデータを収集するためのAutronic Conoscope Conostage 3 (Autronic-Melchers GmbH (Karlsruhe, Germany)から入手可能)を使用して、軸方向輝度(cd/m²)、積分強度(lm/m²)、及び明るさ半減角度(度)を測定した。

【 0 0 8 4 】

光学フィルム構成体例 A :

直線吸収型偏光板を 3 B の基材面上に配置することにより、コントロール堆積体を作製した。試料を光学的に結合しなかった。光学的性質を測定し、表 4 に要約する。

【 0 0 8 5 】

光学フィルム構成体例 B :

3 B の基材面を光学的に透明な接着剤 (3 M Company (St . Paul , MN) から OCA 8171 入手可能) により反射型偏光板 (3 M Company (St . Paul , MN) から DBEF - Q として入手可能) に積層することにより、光学構成体を作製した。次に、反射偏光子層のもう一方の側を直線吸収型偏光子 (San Ritz Corporation (東京、日本) から SR5618 として入手可能) に積層した。積層堆積体の光学特性を特性化し、表 4 に要約する。

【 0 0 8 6 】

光学フィルム構成体例 C :

直線吸収型偏光板を CE - 2 の基材面上に置くことにより、コントロール堆積体を作製した。試料を光学的に結合しなかった。光学的性質を測定し、表 4 に要約する。

【 0 0 8 7 】

光学フィルム構成体例 D :

CE - 2 の基材面を光学的に透明な接着剤 (3 M Company (St . Paul , MN) から OCA 8171 入手可能) により反射型偏光板 (3 M Company (St . Paul , MN) から DBEF - Q として入手可能) に積層することにより、光学構成体を作製した。次に、反射偏光子層のもう一方の側を直線吸収型偏光子 (San Ritz Corporation (Tokyo , Japan) から SR5618 として入手可能) に積層した。積層堆積体の光学特性をキャラクターゼーションし、表 4 に要約する。

【 0 0 8 8 】

【 表 4 】

表 4. 単一層被覆フィルム 3 B 及び二層被覆フィルム CE - 2 に対する実測した光学的性質の要約

実施例	フィルム構成体	軸方向の輝度 (cd/m ²)	軸方向の輝度 (cd/m ²)	積分強度 (lm/m ²)	積分強度 (lm/m ²)	明るさ半減角度 (度)	
						左	右
A - 1 つのコーティング	3 B - 光学的に非結合	376	100%	377	100%	63	62
B - 1 つのコーティング	3 B - 光学的に非結合	538	143%	539	143%	72	72
C - 2 つのコーティング	CE - 2 光学的に非結合	421	100%	422	100%	62	61
D - 2 つのコーティング	CE - 2 光学的に非結合	599	142%	600	142%	72	71

【 0 0 8 9 】

表 4 中のデータは、単一層の高ヘーズ低屈折率コーティングが、多層構成体と比較して類似の軸方向の明るさ及び集積強度を呈することができることを示す。

【 0 0 9 0 】

このように、光学拡散性の低屈折率要素の実施形態が開示される。上記の実施及び他の実施は以下の請求項の範囲内である。本開示を、開示されたもの以外の実施形態によって実施することが可能な点は当業者には認識されるであろう。開示された実施形態は、説明を目的として提示されるものであって、限定を目的として提示されるものではなく、本開

示は以下の特許請求の範囲によってのみ限定されるものである。本発明の実施形態の一部を以下の項目 [1] - [2 1] に記載する。

[1]

光学物品であって、

光学要素と、

前記光学要素上に配設された、 1 . 3 以下の有効屈折率を有する低屈折率層であって、該低屈折率層は、結合剤と、該結合剤中に分散された複数の金属酸化物粒子と、複数の相互に接続された空隙とを含み、前記低屈折率層は少なくとも 3 0 % のヘーズ値を有する、低屈折率層と、を含む、光学物品。

[2]

前記ヘーズ値が少なくとも 5 0 % である、項目 1 に記載の光学物品。

[3]

前記ヘーズ値が少なくとも 9 0 % である、項目 1 に記載の光学物品。

[4]

前記光学要素が偏光板である、項目 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の光学物品。

[5]

前記光学要素が可視光透過性基材である、項目 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の光学物品。

[6]

前記複数の金属酸化物粒子がヒュームドシリカを含む、項目 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の光学物品。

[7]

前記低屈折率層が 1 ~ 2 0 マイクロメートルの範囲の厚さを有する、項目 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の光学物品。

[8]

前記低屈折率層は、前記複数の金属酸化物粒子がシリカを含む場合には、 1 . 2 3 以下の有効屈折率を、並びに複数の金属酸化物粒子がアルミナ酸化物を含む場合には 1 . 3 3 以下の有効屈折率を有する、項目 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の光学物品。

[9]

前記結合剤と前記複数の金属酸化物粒子の重量比が 1 : 2 ~ 1 : 1 0 である、項目 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の光学物品。

[1 0]

前記低屈折率層が 2 0 % 未満の透明性を有する、項目 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の光学物品。

[1 1]

前記光学要素が、偏光フィルム、拡散型フィルム、部分反射型フィルム、位相差フィルム、ライトガイド又は液晶ディスプレイパネルである、項目 1 ~ 1 0 のいずれか一項に記載の光学物品。

[1 2]

光学物品であって、

1 . 3 以下の有効屈折率を有する低ヘーズ光学低屈折率層であって、前記低ヘーズ低屈折率層は、結合剤と、該結合剤中に分散された複数の金属酸化物粒子と、複数の相互に接続された空隙とを含み、前記低ヘーズ低屈折率層は 3 0 % 未満のヘーズ値を有する、低ヘーズ光学低屈折率層と、

前記低ヘーズ光学低屈折率層上の、 1 . 3 以下の有効屈折率を有する高ヘーズ低屈折率層であって、該高ヘーズ低屈折率層は、結合剤と、該結合剤中に分散された複数の金属酸化物粒子と、複数の相互に接続された空隙とを含み、前記高ヘーズ低屈折率層は少なくとも 3 0 % のヘーズ値を有する、高ヘーズ低屈折率層と、を含む、光学物品。

[1 3]

前記光学物品が少なくとも 5 0 % のヘーズ値を有する、項目 1 2 に記載の光学物品。

10

20

30

40

50

[1 4]

前記光学物品が少なくとも 9 0 % のヘーズ値を有する、項目 1 2 に記載の光学物品。

[1 5]

前記低ヘーズ低屈折率層又は前記高ヘーズ低屈折率層に隣接して配設された偏光板要素を更に含む、項目 1 2 ~ 1 4 のいずれか一項に記載の光学物品。

[1 6]

前記低ヘーズ低屈折率層又は前記高ヘーズ低屈折率層を形成する前記複数の金属酸化物粒子がヒュームドシリカを含む、項目 1 2 ~ 1 5 のいずれか一項に記載の光学物品。

[1 7]

前記低ヘーズ低屈折率層又は前記高ヘーズ低屈折率層が 1 ~ 2 0 マイクロメートルの範囲の厚さを有する、項目 1 2 ~ 1 6 のいずれか一項に記載の光学物品。

10

[1 8]

前記低ヘーズ低屈折率層又は前記高ヘーズ低屈折率層が 1 . 2 3 以下の有効屈折率を有する、項目 1 2 ~ 1 7 のいずれか一項に記載の光学物品。

[1 9]

前記結合剤と前記複数の金属酸化物粒子の重量比が、前記低ヘーズ低屈折率層及び前記高ヘーズ低屈折率層の両方について、1 : 2 ~ 1 : 1 0 である、項目 1 2 ~ 1 8 のいずれか一項に記載の光学物品。

[2 0]

前記低ヘーズ低屈折率層が 1 0 % 以下のヘーズ値を有し、並びに前記高ヘーズ低屈折率層が 9 0 % 以上のヘーズ値を有する、項目 1 2 ~ 1 9 のいずれか一項に記載の光学物品。

20

[2 1]

前記光学物品が 2 0 % 未満の透明性を有する、項目 1 2 ~ 2 0 のいずれか一項に記載の光学物品。

【 図 1 】

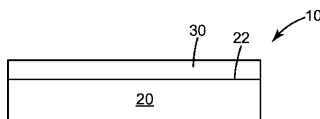


Fig. 1

【 図 2 】

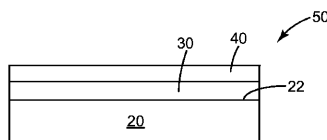


Fig. 2

【 図 3 】

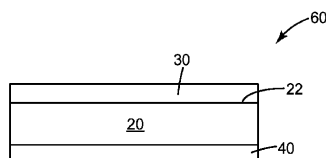


Fig. 3

フロントページの続き

- (72)発明者 ウィリアム ディー・コッギオ
アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427, スリーエム センター
- (72)発明者 マイケル エル・ステイナー
アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427, スリーエム センター
- (72)発明者 ウィリアム エフ・エドモンズ
アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427, スリーエム センター
- (72)発明者 ロバート エフ・カムラス
アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427, スリーエム センター
- (72)発明者 ラン エイチ・リュー
アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427, スリーエム センター
- (72)発明者 ハオ エンカイ
アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427, スリーエム センター

審査官 吉川 陽吾

- (56)参考文献 特開平10-130537(JP, A)
特開2010-102072(JP, A)
特開2006-003562(JP, A)
特開2003-119052(JP, A)
特開2001-278637(JP, A)
国際公開第2004/070436(WO, A1)
特表2013-545131(JP, A)
特表2014-500519(JP, A)
特表2014-500520(JP, A)
特表2012-524299(JP, A)
米国特許出願公開第2006/0204655(US, A1)
特開2008-106036(JP, A)
特開平11-153703(JP, A)
米国特許第06210858(US, B1)
特開2006-161014(JP, A)
米国特許出願公開第2002/0014090(US, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G02B 1/11、5/02