

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成17年10月6日(2005.10.6)

【公開番号】特開2004-231934(P2004-231934A)

【公開日】平成16年8月19日(2004.8.19)

【年通号数】公開・登録公報2004-032

【出願番号】特願2003-173728(P2003-173728)

【国際特許分類第7版】

C 0 8 L 33/04

C 0 8 K 7/14

C 0 8 L 63/00

G 0 2 F 1/1333

【F I】

C 0 8 L 33/04

C 0 8 K 7/14

C 0 8 L 63/00 C

G 0 2 F 1/1333 5 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成17年5月27日(2005.5.27)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

透明樹脂(a)とガラスフィラー(b)からなり、透明樹脂(a)のアッベ数が45以上である透明複合体組成物であって、前記ガラスフィラー(b)がガラスクロス、ガラス纖維、又はガラス不織布である透明複合体組成物。

【請求項2】

透明樹脂(a)とガラスフィラー(b)からなり、透明樹脂(a)のアッベ数が45以上の表示素子用プラスチック基板、又はアクティブマトリックス表示素子用基板である透明複合体組成物。

【請求項3】

前記ガラスフィラー(b)がガラスクロス、ガラス纖維、又はガラス不織布である請求項2の透明複合体組成物。

【請求項4】

透明樹脂(a)とガラスフィラー(b)との屈折率差が0.01以下である請求項1~3いすれかの透明複合体組成物。

【請求項5】

前記透明樹脂(a)が、ガラスフィラー(b)よりも屈折率の高い1種以上の成分とガラスフィラー(b)よりも屈折率の低い1種以上の成分からなる請求項1~4いすれかの透明複合体組成物。

【請求項6】

前記ガラスフィラー(b)の屈折率が1.45~1.55である請求項1~5いすれかの透明複合体組成物。

【請求項7】

前記透明樹脂(a)のガラス転移温度が150以上である請求項1~6いすれかの透

明複合体組成物。

【請求項 8】

透明樹脂(a)とガラスフィラー(b)からなり、透明樹脂(a)がアッベ数45以上であつて2つ以上の官能基を有する(メタ)アクリレートを主成分とする架橋したアクリレート樹脂である透明複合体組成物。

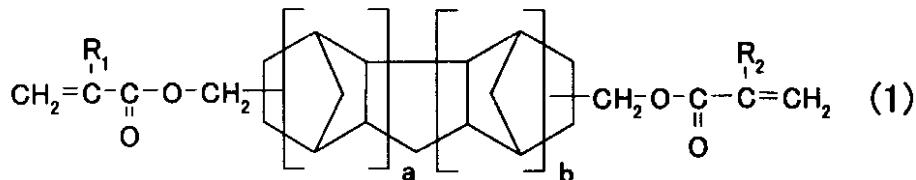
【請求項 9】

前記架橋したアクリレート樹脂が、脂環式構造を有する(メタ)アクリレートを構成成分として含む請求項8の透明複合体組成物。

【請求項 10】

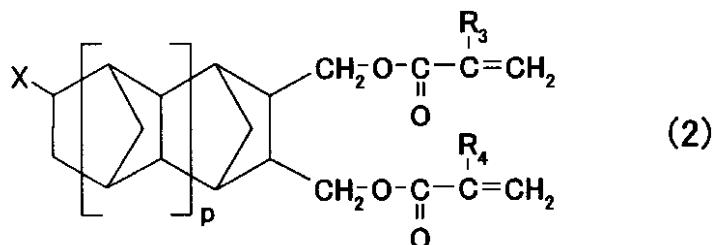
前記脂環式構造を有する(メタ)アクリレートが、一般式(1)および(2)より選ばれた少なくとも1種以上の(メタ)アクリレートである請求項9の透明複合体組成物。

【化1】



(式(1)中、R₁及びR₂は水素原子又はメチル基であつて互いに異なつてもよく、aは1又は2、bは0又は1を示す。)

【化2】



(一般式(2)中、Xは、H、-CH₃、-CH₂OH、NH₂、

【化3】



R₃及びR₄は、Hまたは-CH₃、pは0または1である。)

【請求項 11】

前記透明樹脂(a)が、2つ以上の官能基を有するエポキシ樹脂を主成分とする硬化したエポキシ樹脂である請求項1~7いずれかの透明複合体組成物。

【請求項 12】

前記エポキシ樹脂が、トリグリシジルイソシアヌレートを構成成分とする請求項11の透明複合体組成物。

【請求項 13】

前記エポキシ樹脂が、脂環式エポキシ樹脂を構成成分として含む請求項11の透明複合体組成物。

【請求項 14】

前記エポキシ樹脂が、酸無水物系硬化剤で硬化した架橋体である請求項11~13いず

れかの透明複合体組成物。

【請求項 15】

前記エポキシ樹脂が、カチオン系硬化触媒で硬化した架橋体である請求項11～13いずれかの透明複合体組成物。

【請求項 16】

厚み50～2000μmのシート状に成形されてなる請求項1、2又は8の透明複合体組成物。

【請求項 17】

30～150の平均線膨張係数が40ppm以下である請求項1～16いずれかの透明複合体組成物。

【請求項 18】

波長400nmにおける光線透過率が80%以上である請求項1～17いずれかの透明複合体組成物。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

【発明の詳細な記述】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明では、アッペ数が45以上の透明樹脂(a)を用いることを特徴とし、アッペ数が50以上の透明樹脂がより好ましい。ここでいうアッペ数(d)とは、屈折率の波長依存性、すなわち分散の度合いを示すもので、 $d = (n_D - 1) / (n_F - n_C)$ で求めることができる。ここで、 n_C 、 n_D 、 n_F は、それぞれフラウンホーファーの線のC線(波長656nm)、D線(589nm)、F線(486nm)に対する屈折率である。アッペ数が小さい材料は、波長によって屈折率が大きく変化する。一般的なガラスフィラーはアッペ数が50以上あるため、アッペ数が45以下の透明樹脂と複合化すると、波長589nmで屈折率を合わせたとしても、例えば400nm以下の波長では屈折率が大きく異なり、400nm以下の光線透過率が低下する。アッペ数が45以上の透明樹脂の使用により、一般的なガラスフィラーと広い波長範囲で屈折率を一致させることができ、例えば400nm以下の波長においても優れた光線透過率を実現できた。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

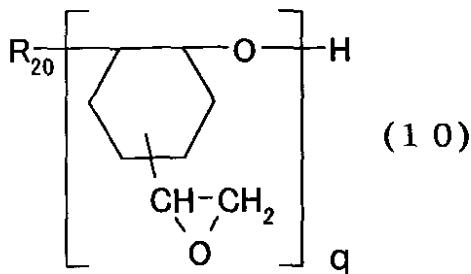
【補正対象項目名】0035

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0035】

【化15】



(一般式(10)中、R₂₀はアルキル基またはトリメチロールプロパン残基を示す。q

は1～20である。)

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

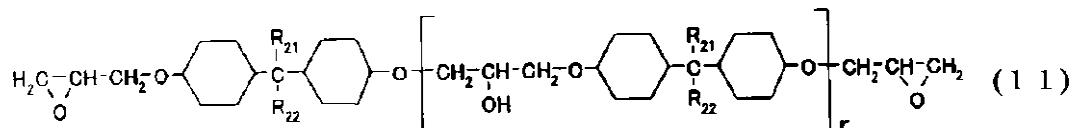
【補正対象項目名】0036

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0036】

【化16】



(式中、 R_{21} 及び R_{22} は互いに異なっても良く、Hまたは CH_3 を示す。 r は0～2である。)

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

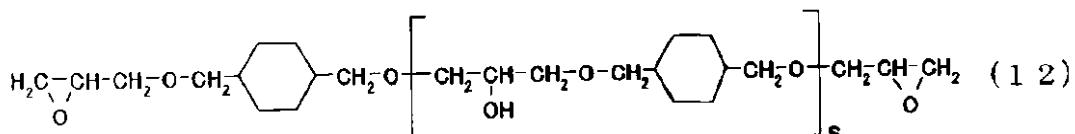
【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0037】

【化17】



(式中、 s は0～2である。)

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0051

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0051】

(実施例1)

100 μmのSガラス系ガラスクロス(ユニチカグラスファイバー製(#2117タイプ)屈折率1.530)を焼きだしして有機物を除去した後、アクリロイロキシプロピルトリエトキシシラン(アクリルシラン)で処理した。このクロスにジシクロペンタジエニルジアクリレート(東亞合成(株)製M-203、架橋後の屈折率1.527)92重量部とビス[4-(アクリロイロキシエトキシ)フェニル]スルフィド(東亞合成(株)試作品TO-2066、架橋後の屈折率1.606)8重量部、光重合開始剤として1-ヒドロキシ-シクロヘキシリ-フェニル-ケトン(チバスペシャリティケミカル製のイルガキュア184)を0.5重量部とからなる樹脂(架橋後の屈折率1.533)を含浸し、脱泡した。この樹脂を含浸したクロスを離型処理したガラス板に挟み込んで、両面から約10J/cm²のUV光を照射して硬化させた。さらに真空オーブン中250℃で3時間加熱し、0.1mmの透明シートを得た。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0052

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0052】

(実施例2)

100μmのSガラス系ガラスクロス(ユニチカグラスファイバー製(#2117タイプ)屈折率1.530)を焼きだしして有機物を除去した後、アクリロイロキシプロピルトリエトキシシラン(アクリルシラン)で処理した。このクロスにジシクロペンタジエニルジアクリレート(東亞合成(株)製M-203、架橋後の屈折率1.527)96重量部とビス[4-(アクリロイロキシエトキシ)フェニル]フルオレン(東亞合成(株)試作品TO-2065、架橋後の屈折率1.624)4重量部、光重合開始剤として1-ヒドロキシ-シクロヘキシル-フェニル-ケトン(チバスペシャリティケミカル製のイルガキュア184)を0.5重量部とからなる樹脂(架橋後の屈折率1.531)を含浸し、脱泡した。この樹脂を含浸したクロスを離型処理したガラス板に挟み込んで、両面から約10J/cm²のUV光を照射して硬化させた。さらに真空オープン中、250で3時間加熱し、0.1mmの透明シートを得た。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0055

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0055】

(実施例5)

実施例4と同様の処理を行ったNEガラス系ガラスクロスに式(10)で示される脂環式エポキシ樹脂(ダイセル化学工業製EHP-E3150)80重量部、ビスフェノールS型エポキシ樹脂(大日本インキ化学工業製エピクロンEXA1514)20重量部、メチルヘキサヒドロ無水フタル酸(新日本理化製リカシッドMH-700)77重量部、1-ベンジル-2-フェニルイミダゾール(1B2PZ)1重量部を100で溶融混合した樹脂を含浸し、脱泡した。この樹脂を含浸したクロス2枚を積層して離型処理したガラス板に挟み込み、オープン中で(100×2時間)+(120×2時間)+(150×2時間)+(200×2時間)加熱して、0.1mmの透明シートを得た。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0056

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0056】

(実施例6)

100μmのSガラス系ガラスクロス(ユニチカグラスファイバー製(#2117タイプ)屈折率1.530)を焼きだしして有機物を除去した後、-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン(エポキシシラン)で処理した。このクロスにトリグリシジルイソシアヌレート(日産化学工業製TEPI-C)90重量部、ビスフェノールS型エポキシ樹脂(大日本インキ化学工業製エピクロンEXA1514)10重量部、メチル水添無水ナジック酸(新日本理化製リカシッドHNA-100)153重量部、テトラフェニルホスホニウムプロマイド(北興化学工業製TPP-PB)2重量部を110で溶融混合した樹脂を含浸し、脱泡した。この樹脂を含浸したクロスを離型処理したガラス板に挟み込んで、オープン中で(100×2時間)+(120×2時間)+(150×2時間)+(175×2時間)加熱して、0.1mmの透明シートを得た。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0059

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0059】

(実施例9)

平均粒径 $3.1\mu\text{m}$ のTガラスパウダー(日東紡製、屈折率1.530)を焼きだしして有機物を除去した後、アクリロイロキシプロピルトリエトキシシラン(アクリルシラン)で処理した。このガラスパウダー100重量部をジクロペンタジエニルジアクリレート(東亞合成(株)製M-203、架橋後の屈折率1.527)96重量部とビス[4-(アクリロイロキシエトキシ)フェニル]フルオレン(東亞合成(株)試作品TO-2065、架橋後の屈折率1.624)4重量部、光重合開始剤として1-ヒドロキシ-シクロヘキシリ-フェニル-ケトン(チバスペシャリティケミカル製のイルガキュア184)を0.5重量部とからなる樹脂(架橋後の屈折率1.532)に分散し、脱泡した。これを厚さ $80\mu\text{m}$ のアルミ箔をスペーサーとしてガラス板に挟み込んで、両面から約10J/cm²のUV光を照射して硬化させた。さらに真空オープン中、250で3時間加熱し、0.1mmの透明シートを得た。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0060

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0060】

(比較例1)

100μmのEガラス系ガラスクロス(ユニチカグラスファイバー製E10A(#2117)屈折率1.560)を焼きだしして有機物を除去した後、アクリロイロキシプロピルトリエトキシシラン(アクリルシラン)で処理した。このクロスにジクロペンタジエニルジアクリレート(東亞合成(株)製M-203、架橋後の屈折率1.527)58重量部とビス[4-(アクリロイロキシエトキシ)フェニル]スルフィド(東亞合成(株)試作品TO-2066、架橋後の屈折率1.606)42重量部、光重合開始剤として1-ヒドロキシ-シクロヘキシリ-フェニル-ケトン(チバスペシャリティケミカル製のイルガキュア184)を0.5重量部とからなる樹脂(架橋後の屈折率1.560)を含浸し、脱泡した。この樹脂を含浸したクロスを離型処理したガラス板に挟み込んで、両面から約500mJ/cm²のUV光を照射して硬化させた。さらに真空オープン中で、約100で3時間加熱後、さらに約250で3時間加熱し、0.1mmの透明シートを得た。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0061

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0061】

(比較例2)

100μmのEガラス系ガラスクロス(ユニチカグラスファイバー製(#2117タイプ)屈折率1.560)を焼きだしして有機物を除去した後、-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン(エポキシシラン)で処理した。このクロスにトリグリシジルイソシアヌレート(日産化学工業製TEPIC)20重量部、ビスフェノールS型エポキシ樹脂(大日本インキ化学工業製エピクロンEXA1514)80重量部、メチル水添無水ナジック酸(新日本理化製リカシッドHMA-100)75重量部、テトラフェニルホスホニアムプロマイド(北興化学工業製TPP-PB)1重量部を100で溶融混合した樹脂を含浸し、脱泡した。この樹脂を含浸したクロスを離型処理したガラス板に挟み込んで、オープン中で(100×2時間)+(120×2時間)+(150×2時間)+(175

×2時間)加熱して、0.1mmの透明シートを得た。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0062

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0062】

以上のようにして作製した光学シートについて、下記に示す評価方法により、各種特性を測定した。

a) 平均線膨張係数

セイコーインスツルメンツ(株)製TMA/SS120C型熱応力歪測定装置を用いて、窒素の存在下、1分間に5の割合で温度を30から400まで上昇させて20分間保持し、30～150の時の値を測定して求めた。荷重を5gにし、引張モードで測定を行った。

測定は、独自に設計した石英引張チャック(材質：石英、線膨張係数0.5ppm)を用いた。一般に使われているインコネル製のチャックは、それ自体の線膨張が高いことやサンプルの支持形態に不具合があり、100μmを超える厚いシートに適用すると線膨張係数が圧縮モードで測定した結果よりも大きめに出たり、測定ばらつきが大きくなる問題があった。したがって、石英引張チャックを独自に設計し、それを用いて線膨張係数を測定することにした。この引張チャックを用いることにより、圧縮モードで測定した場合とほぼ同様の値で測定できることを確認している。

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0063

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0063】

b) 耐熱性(Tg)

セイコーインスツルメンツ(株)製DMS-210型粘弾性測定装置で測定し、1Hzでのtanθの最大値をガラス転移温度(Tg)とした。

c) 光線透過率

分光光度計U3200(日立製作所製)で400nm及び550nmの光線透過率を測定した。

d) 屈折率、アッベ数

アタゴ社製アッベ屈折率計DR-M2を用いて、25で波長589nmの屈折率を測定した。また、波長656nm及び486nmの屈折率を測定してアッベ数を求めた。

評価結果を表1～3に示す。