(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0095898
(43) 공개일자 2017년08월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 39/08 (2006.01) *C08K 5/00* (2006.01)
C08K 5/06 (2006.01) *C08K 5/095* (2006.01)
C08K 5/101 (2006.01) *C08K 5/151* (2006.01)
C08L 33/12 (2006.01) *C09D 133/12* (2006.01)
C09D 139/08 (2006.01) *G02F 1/13363* (2006.01)
H01F 1/01 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08L 39/08 (2013.01)
C08K 5/0016 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-7017520
(22) 출원일자(국제) 2015년12월07일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2017년06월26일
(86) 국제출원번호 PCT/US2015/064204
(87) 국제공개번호 WO 2016/099972
국제공개일자 2016년06월23일
(30) 우선권주장
62/093,527 2014년12월18일 미국(US)

(71) 출원인
롬 앤드 하스 일렉트로닉 머트어리얼즈 엘엘씨
미국 매사추세츠 01752 말보로우 포레스트 스트리트 455
다우 글로벌 테크놀로지스 엘엘씨
미국 48674 미시간주 미들랜드 다우 센터 2040
(72) 발명자
아가월, 프라빈
미합중국 77541 텍사스주 프리포트 비1470/디11 브라조스포트 블러버드 2301 엔.
알라보손, 저스티스
미합중국 77541 텍사스주 프리포트 비1470/비106 브라조스포트 블러버드 2301 엔.
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인한성

전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **음의 광탄성 상수를 갖는 중합체 물질**

(57) 요 약

음의 광탄성 상수를 갖는 폴리머 물질을 제공한다. 상기 폴리머 물질은 (a) 2-비닐피리딘, 4-비닐피리딘, 메틸메타크릴레이트 또는 이들의 조합물의 중합 단위를 포함하는 폴리머; (b) C_9-C_{25} 지방족의 다환식 화합물; 및 (c) 적어도 200℃의 비등점을 갖는 유기 화합물을 포함한다.

(52) CPC특허분류
C08K 5/06 (2013.01)
C08K 5/095 (2013.01)
C08K 5/101 (2013.01)
C08K 5/151 (2013.01)
C08L 33/12 (2013.01)
C09D 133/12 (2013.01)
C09D 139/08 (2013.01)
G02F 1/13363 (2013.01)
H01F 1/012 (2013.01)

(72) 발명자
창, 시-웨이
미합중국 01752 메사추세츠주 말버러 포레스트 스트리트 455
라이온스, 존 더블유.
미합중국 48640 미시간주 미들랜드 워싱턴 스트리트 빌딩 1897
오'코넬, 캐스린 엠.
미합중국 01752 메사추세츠주 말버러 포레스트 스트리트 455
울플레-굽타, 캐롤린
미합중국 77541 텍사스주 프리포트 브라조스포트 블러버드 2301 엔.
저우, 웨이준
미합중국 77541 텍사스주 프리포트 비1470/비106 브라조스포트 블러버드 2301 엔.

명 세 서

청구범위

청구항 1

폴리머 물질로서,

(a) 2-비닐피리딘, 4-비닐피리딘, 메틸메타크릴레이트 또는 이들의 조합물의 중합 단위를 포함하는 폴리머; (b) C_9-C_{25} 지방족의 다환식 화합물; 및 (c) 100℃에서 액체 상태인 적어도 200℃의 비등점을 갖는 유기 화합물을 포함하는, 폴리머 물질.

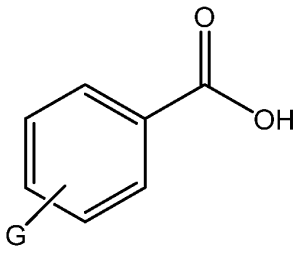
청구항 2

청구항 1에 있어서, R^2는 가교된 다환식 치환체인, 폴리머 물질.

청구항 3

폴리머 물질로서,

(a) 2-비닐피리딘, 4-비닐피리딘, 메틸메타크릴레이트 또는 이들의 조합물의 중합 단위를 포함하는 폴리머; (b) 하기 화학식(II)의 화합물:



(II)

(화학식(II) 중, G는 플루오로 및 클로로로 이루어진 군으로부터 선택된 1 내지 5개의 치환체를 나타냄); 및 (c) 100℃에서 액체 상태인 적어도 200℃의 비등점을 갖는 유기 화합물로서, 화학식(II)의 화합물이 아닌, 상기 유기화합물을 포함하는, 폴리머 물질.

청구항 4

청구항 3에 있어서, G는 플루오로를 나타내는, 폴리머 물질.

청구항 5

폴리머 물질로서,

(a) 2-비닐피리딘, 4-비닐피리딘, 메틸메타크릴레이트 또는 이들의 조합물의 중합 단위를 포함하는 폴리머; (b) 4 내지 11개의 방향족 에스테르 치환체를 갖는 단당류, 이당류, 또는 삼당류; 및 (c) 100℃에서 액체 상태인 적어도 200℃의 비등점을 갖는 유기 용매를 포함하는, 폴리머 물질.

청구항 6

청구항 5에 있어서, 성분 (b)는 이당류인, 폴리머 물질.

청구항 7

청구항 2에 있어서, 상기 코폴리머는 75 내지 85 중량%의 2-비닐피리딘 및 15 내지 25 중량%의 상기 화학식(I)의 화합물의 중합 단위들을 포함하는, 폴리머 물질.

청구항 8

청구항 7에 있어서, 상기 유기 용매는 5 내지 15 개의 탄소 원자 및 2 내지 5 개의 산소 원자를 갖는 지방족 에

테르인, 폴리머 물질.

청구항 9

음의 광탄성 상수를 갖는 폴리머 물질을 생성하는 방법으로서,

상기 폴리머 물질은 (a) 2-비닐피리딘, 4-비닐피리딘, 메틸메타크릴레이트 또는 이들의 조합물의 중합 단위를 포함하는 폴리머; (b) C_9-C_{25} 지방족의 다환식 화합물; 및 (c) 100℃에서 액체 상태인 적어도 200℃의 비등점을 갖는 유기 화합물을 포함하며,

상기 방법은 (i) 상기 폴리머 및 상기 C_9-C_{25} 지방족의 다환식 화합물을 35 내지 140℃의 비등점을 갖는 제1 용매 및 적어도 200℃의 비등점을 갖는 전술한 유기 용매를 블렌딩하여 습윤 폴리머 물질을 생성하는 단계; (b) 유리 기판 상에 상기 습윤 폴리머 물질을 코팅하는 단계; 및 (c) 온도 50 내지 120℃로 가열하여 상기 제1 용매의 적어도 90%를 제거하는 단계를 포함하는, 음의 광탄성 상수을 갖는 폴리머 물질을 생성하는, 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 음의 광탄성 상수를 갖는 폴리머 물질에 관한 것이다.

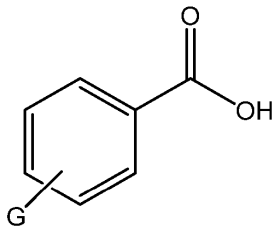
배 경 기 술

[0002] LCD 장치는 투명 전극이 서로 접하도록 제공된 투명 기판의 쌍을 배열한 후, 기판의 쌍 사이의 액정을 둘러싸서 형성된 LC(액정) 셀을 포함한다. LCD 장치는 휴대용 전화기, 휴대용 정보 단말기 등에서 광범위하게 사용되어 왔으며, 여기서 휘도의 향상 및 영상 디스플레이 품질의 개선뿐만 아니라, LCD 장치를 보다 밝고 얇게 만드는 것도 요구된다. 스마트폰 및 태블릿 컴퓨터와 같은 LCD 장치는, 이들 장치들이 완벽하게 어두운 상태에서 사용되는 경우 특히 모서리 및 가장자리 주변에서 광이 누출되는 경향이 있다. 한가지 중요한 기여 원인은 LC 셀의 얇은 유리에서 응력 유도된 복굴절(응력 유도된 복굴절)인 것으로 예측된다. 액정 디스플레이의 부위는 디스플레이에 부착되는 탑재 구조물로 인하여 또는 내부 디스플레이 구조물로 인하여 응력을 겪는다. 일반적으로 유리는 양의 광탄성 상수, 또는 Cp를 갖는다. 따라서, 유리 기판의 응력-유도된 복굴절을 보상하기 위하여, 음의 Cp 값을 갖는 물질이 보상 필름으로서 요구된다. 그러나, 음의 Cp 값을 가지는 물질은 거의 알려져 있지 않고 음의 광탄성 특성을 갖는 물질을 설계하기 위한 원리가 알려져 있지 않다. Cp에 대한 가소제의 영향을 조사하기 위한 문헌 연구가 몇몇 있었으며, 그 예는, J.H. Lamble, 등, *Brit. J. Appl. Phys.*, vol. 9, 388 이다. 그러나 이 문헌은 단지 가소제의 혼입에 의한 Cp에 있어서의 양의 변화만을 교시하고 있다.

발명의 내용

[0003] 본 발명은 하기를 포함하는 폴리머 물질을 제공한다: (a) 2-비닐피리딘, 4-비닐피리딘, 메틸메타크릴레이트 또는 이들의 조합물의 중합 단위를 포함하는 폴리머; (b) C_9-C_{25} 지방족의 다환식 화합물; 및 (c) 100℃에서 액체 상태인 적어도 200℃의 비등점을 갖는 유기 화합물로서, C_9-C_{25} 지방족의 다환식 화합물이 아닌, 상기 유기 화합물.

[0004] 본 발명은 하기를 포함하는 폴리머 물질을 추가로 제공한다: (a) 2-비닐피리딘, 4-비닐피리딘, 메틸메타크릴레이트 또는 이들의 조합물의 중합 단위를 포함하는 폴리머; (b) 하기 화학식(II)의 화합물:



(II)

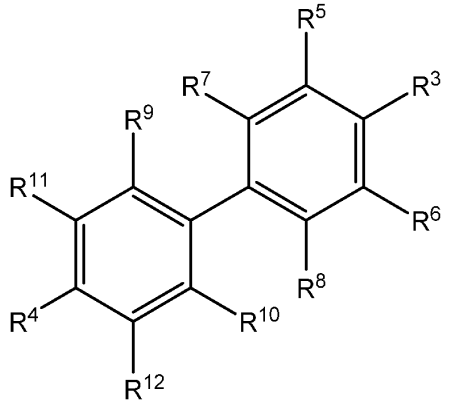
[0005]

[0006] (화학식(II) 중, G는 플루오로 및 클로로로 이루어진 군으로부터 선택된 1 내지 5개의 치환체를 나타냄); 및 (c) 100℃에서 액체 상태인 적어도 200℃의 비등점을 갖는 유기 화합물로서, 화학식(II)의 화합물이 아닌, 상기

유기화합물.

[0007] 본 발명은 하기를 포함하는 폴리머 물질을 추가로 제공한다: (a) 2-비닐피리딘, 4-비닐피리딘, 메틸메타크릴레이트 또는 이들의 조합물의 중합 단위를 포함하는 폴리머; (b) 4 내지 11개의 방향족 에스테르 치환체를 갖는 단당류, 이당류 또는 삼당류; 및 (c) 100℃에서 액체 상태인 적어도 200℃의 비등점을 갖는 유기 화합물.

[0008] 본 발명은 하기를 포함하는 폴리머 물질을 추가로 제공한다: (a) 2-비닐피리딘, 4-비닐피리딘, 메틸메타크릴레이트 또는 이들의 조합물의 중합 단위를 포함하는 폴리머; (b) 화학식(III)의 화합물:



[0009] (III)

[0010] (화학식(III) 중, R^3 및 R^4는 독립적으로 수소 또는 C_1-C_6 알킬을 나타내고; R^5, R^6, R^7, R^8, R^9, R^{10}, R^{11} 및 R^{12}는 독립적으로 수소, 히드록실, 시아노, 할로, $C(O)R^{13}$ 또는 $C(O)OR^{13}$을 나타내고, 여기서, R^{13}은 C_1-C_6 알킬이되, 단, R^5, R^6, R^7, R^8, R^9, R^{10}, R^{11} 및 R^{12} 중 적어도 하나는 수소가 아님); 및 (c) 100℃에서 액체 상태인 적어도 200℃의 비등점을 갖는 유기 화합물.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0011] 달리 명시하지 않는 한, 백분율은 중량 백분율(중량%)이고 온도는℃이다. 달리 명시하지 않는 한, 작동은 실온(20 내지 25℃)에서 수행되었다.

[0012] 비등점은 대기압(101 kPa)에서 측정된다. 유기 화합물은 탄소 및 수소 원자를 포함하는 화합물이다. 바람직하게는, 유기 화합물 탄소, 수소 및 산소 원자를 포함한다. 유기 용매는 탄소 및 수소 원자를 포함하는 화합물이고 20℃에서 액체상태이다.

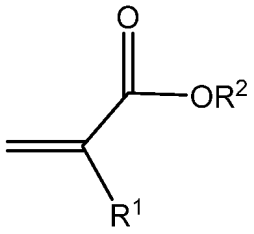
[0013] 광-탄성 효과 유도된 복굴절은 물질의 광-탄성 상수(Cp) 및 물질에 적용된 응력의 양으로 결정된다. 광-탄산 상수는 적용된 응력이 물질에서 작은 정도의 탄성 변형만을 유도하는 조건하에서 유리 물질 위로 적용된 응력의 크기와 응력-유도된 복굴절의 비를 계산함으로써 결정된다. 물질의 광-탄성 복굴절은 이러한 물질의 고유한 복굴절(Δn_0)과는 상이하다. 고유 복굴절은, 이것이 예를 들면, 물질을 하나의 방향에서 단일축으로 신장시킴으로써, 한 방향으로 완전히 배향되는 경우에 물질이 나타내는 복굴절의 양을 말한다. 양의 고유 복굴절 물질은, 물질이 완전히 배향되는 x축 방향으로의 굴절률(n_x)을 가지되, 이러한 굴절률은 다른 2개의 방향인 y 및 z축에서의 굴절률 n_y 및 n_z보다 더 크며, 여기서 x, y, z는 서로 상호 직교하는 3개의 별개의 방향을 나타낸다. 역으로, 음의 고유 복굴절 물질은, 물질이 완전히 배향되는 x축 방향의 굴절률을 가지되, 이러한 굴절률은 다른 2개의 방향인 y 및 z축에서의 굴절률보다 더 작다. 양의 고유한 복굴절 유형의 물질은 항상 양의 광-탄성형이 되는 경향이 있는 반면, 음의 복굴절 유형의 물질의 경우, 이 물질은 음의 광-탄성형 또는 양의 광-탄성형일 수 있다.

[0014] 광-탄성 상수는 각각의 물질의 고유 특성이며 양의 또는 음의 값을 가질 수 있다. 따라서, 물질은 2개의 그룹: 양의 광-탄성 상수를 갖는 그룹 및 음의 광-탄성 상수를 갖는 그룹으로 나뉜다. 양의 광-탄성 상수를 갖는 물질은, 당해 물질이 x축 방향을 따라 작은 정도의 단일축 인장 응력에 놓이는 경우 양의 복굴절(즉, nx > ny)을 나타내는 경향이 있다. 역으로, 음의 광-탄성 상수를 갖는 물질은, 당해 물질이 x축 방향을 따라 작은 정도의 단일축 인장 응력에 놓이는 경우 음의 복굴절(즉, nx < ny)을 나타낼 것이다.

[0015] 지연(Retardation)은 물질 시트(sheet)의 복굴절의 척도이다. 이는 시트의 두께와 Δn의 곱으로 정의되며, 여기

서 Δn은 n_x와 n_y 사이의 차이의 절대 값이다.

[0016] 바람직하게는, C_9-C_{25} 지방족 다환식 화합물은 탄소, 수소 및 산소 원자만을 함유하고; 바람직하게는 6개 이하, 바람직하게는 4개 이하의 산소 원자를 함유한다. 바람직하게는, C_9-C_{25} 지방족 다환식 화합물은 브릿지된(bridged) 다환식 화합물; 바람직하게는 이환식, 삼환식 또는 사환식 화합물이며; 이들 화합물은 알킬기, 알콕시기 또는 하이드록시기; 바람직하게는 메틸기 및/또는 하이드록시기로 치환될 수 있거나; 이들은 치환되지 않을 수 있다. 바람직하게는, 지방족 다환식 화합물은 탄소 원자수가 10 내지 20이다. 바람직하게는, C_9-C_{25} 지방족 다환식 화합물은 C_2-C_8 비환식 지방족 치환체에 결합된 C_6-C_{20} 지방족 다환식 치환체를 포함한다. 바람직하게는, C_2-C_8 비환식(acyclic) 지방족 치환체는 1 내지 4개; 바람직하게는 적어도 2개, 바람직하게는 3개 이하의 산소 원자를 포함한다. 바람직하게는, 비환식 지방족 치환체는 3 내지 6개의 탄소 원자를 갖는다. 바람직하게는, 비환식 지방족 치환체는 적어도 1개의 에스테르기를 갖는다. 바람직하게는, 지방족 다환식 치환체는 에스테르 산소를 통해 비환식 지방족 치환체에 결합한다. 바람직하게는, 지방족 다환식 치환체는 8 내지 12개의 탄소 원자를 갖는다. 바람직하게는, 지방족 다환식 치환체는 브릿지된 다환식 치환체, 바람직하게는 이환식, 삼환식 또는 사환식 치환체이다. 바람직하게는, C_9-C_{25} 지방족 다환식 화합물은 하기 화학식(I)의 화합물이다:



(I)

[0017]

[0018] 상기 화학식 (I)에서, R^1은 수소 또는 메틸이고, R^2는 비치환되거나 아크릴레이트 또는 메타크릴레이트 에스테르 치환체를 갖는 C_6-C_{20} 지방족 다환식 치환체이다. 바람직하게는, R^2는 C_7-C_{15} 지방족 다환식 치환체이고, 바람직하게는 R^2는 C_8-C_{12} 지방족 다환식 치환체이다. 바람직하게는, R^2는 브릿지된 다환식 치환체; 바람직하게는 이환식, 삼환식 또는 사환식 치환체이다. R^2에 대한 바람직한 구조는 예를 들면, 아다만탄, 비사이클로[2,2,1]알칸, 비사이클로[2,2,2]알칸, 비사이클로[2,1,1]알칸을 포함하며; 이들 구조는 알킬기, 알콕시기 또는 하이드록시기; 바람직하게는 메틸기 및/또는 하이드록시기로 치환될 수 있다. 아다만탄 및 비사이클로[2,2,1]알칸이 특히 바람직하다. 바람직하게는, R^1은 메틸이다. 바람직하게는, R^2는 비치환된다.

[0019] 바람직하게는, 화학식(II)의 G는 2 내지 4개, 바람직하게는 2 내지 3개, 바람직하게는 3개의 치환체를 나타낸다. 바람직하게는, G는 플루오로 또는 클로로, 바람직하게는 플루오로를 나타낸다.

[0020] 바람직하게는, 4 내지 11개의 방향족 에스테르 치환체를 갖는 단당류, 이당류 또는 삼당류는 단당류 또는 이당류, 바람직하게는 이당류이다. 바람직하게는, 단당류 또는 이당류는 3 내지 8, 바람직하게는 5 내지 8, 바람직하게는 6 내지 8개의 방향족 에스테르 치환체를 갖는다. 바람직하게는, 단당류는 3개 또는 4개, 바람직하게는 4개의 방향족 에스테르 치환체를 갖는다. 바람직하게는, 방향족 에스테르 치환체는 7 내지 20, 바람직하게는 7 내지 15, 바람직하게는 7 내지 10개의 탄소 원자를 갖는다. 바람직하게는, 방향족 에스테르 치환체는 치환되거나 비치환될 수 있는 벤조에이트 에스테르 치환체이고; 치환된 벤조에이트는 C_1-C_4 알킬기, 히드록실기 또는 C_1-C_4 알콕시기로 치환될 수 있다.

[0021] 바람직하게는, R^3 및 R^4는 독립적으로 수소 또는 C_1-C_4 알킬; 바람직하게는 수소, 메틸 또는 에틸; 바람직하게는 수소 또는 메틸을 나타낸다. 바람직하게는, R^5, R^6, R^7, R^8, R^9, R^{10}, R^{11} 및 R^{12}는 독립적으로 수소, 히드록실 또는 시아노를 나타낸다.

[0022] 바람직하게는, 코폴리머는 자유 라디칼 용액 중합에 의해 제조된다. 코폴리머의 중량 평균 분자량(Mw)은 폴리스티렌 등가 분자량을 기준으로, 50,000 g/몰 초과, 바람직하게는 75,000 g/몰 초과, 더욱 바람직하게는 100,000 g/몰 초과이다. Mw가 50,000 g/몰 미만인 코폴리머는 너무 다루기 힘들어서 많은 광학 응용 분야에서 사실상 유

용하지 못하다.

[0023] 바람직하게는, 적어도 200℃의 비등점을 갖는 유기 화합물은 단지 탄소, 수소 및 산소 원자를 함유한다. 바람직하게는, 유기 화합물은 지방족의 에테르 또는 에스테르이다. 바람직하게는, 지방족의 에테르는 적어도 하나의 히드록실기, 바람직하게는 하나 이상의 히드록실기를 갖는다. 바람직하게는, 유기 화합물은 4 내지 40; 바람직하게는 적어도 5, 바람직하게는 적어도 6; 바람직하게는 적어도 7; 바람직하게는 35 이하, 바람직하게는 30 이하, 바람직하게는 25 이하, 바람직하게는 20 이하, 바람직하게는 15개 이하의 탄소 원자를 갖는다. 바람직하게는, 유기 화합물이 20개 초과의 탄소 원자를 가질 경우, 또한 10개 초과의 산소 원자를 가지고; 바람직하게는 적어도 8개의 산소 원자가 에테르 결합에 존재하고; 바람직하게는 유기 화합물은 에틸렌 글리콜의 올리고머이다. 지방족의 에테르가 올리고머, 예를 들어, 에틸렌 글리콜의 올리고머인 경우, 탄소 원자의 수는 올리고머에서의 수 평균이다. 바람직하게는, 지방족의 에테르는 에테르 산소, 에스테르 산소 또는 히드록실기로서 존재할 수 있는 2 내지 12, 바람직하게는 2 내지 10, 바람직하게는 3 내지 6개의 산소 원자를 갖는다. 특히 바람직한 유기 화합물은 200 내지 800의 수 평균 분자량을 갖는 트리-n-부틸 시트레이트 TnBC, 헥실 카르비톨, 헥실 셀로솔브, 트리에틸렌 글리콜(TEG), 테트라에틸렌 글리콜 및 폴리에틸렌 글리콜(예를 들어, CARBOWAX 폴리에틸렌 글리콜)을 포함한다. 바람직하게는, 유기 화합물은 적어도 200℃; 바람직하게는 350℃이하, 바람직하게는 320℃이하의 비등점을 갖는다. 바람직하게는, 유기 화합물은 80℃에서, 바람직하게는 60℃에서, 바람직하게는 40℃에서, 바람직하게는 30℃에서 액체이다. 바람직하게는, 폴리머 물질 중에 유기 화합물의 양은 적어도 3 중량%, 바람직하게는 적어도 4 중량%, 바람직하게는 적어도 5 중량%, 바람직하게는 적어도 6 중량%, 바람직하게는 적어도 7 중량%; 바람직하게는 12 중량% 이하, 바람직하게는 11 중량% 이하, 바람직하게는 10 중량% 이하, 바람직하게는 9 중량% 이하이다. 바람직하게는 폴리머 물질 중에 코폴리머의 양은 적어도 70 중량%, 바람직하게는 적어도 75중량%, 바람직하게는 적어도 80 중량%; 바람직하게는 97 중량% 이하, 바람직하게는 96 중량% 이하, 바람직하게는 95 중량% 이하, 바람직하게는 94 중량% 이하, 바람직하게는 93 중량% 이하이다. 본 발명의 하나의 바람직한 구현예에서, 유기 화합물은 유기 용매이다.

[0024] 바람직하게는, 폴리머 물질은 코폴리머 및 첨가제 분자(즉, 성분(b))와 극성의 저비등 용매 및 적어도 200℃의 비등점을 가지는 전술한 유기 화합물(들)을 블렌딩함으로써 제조된다. 바람직하게는, 저비등 용매는 35 내지 140℃, 바람직하게는 45 내지 120℃, 바람직하게는 50 내지 110℃의 비등점을 갖는다. 바람직하게는, 저비등 용매는 알코올, 에스테르 또는 케톤이다. 바람직한 저비등 용매는 에탄올, 1-부탄올, 시클로펜탄온 및 에틸 락테이트를 포함한다. 바람직하게는, 코폴리머, 첨가제 분자 및 용매(저비등 용매 및 200℃초과의 bp를 갖는 유기 화합물)의 혼합물은 적어도 200℃의 비등점을 갖는 2 내지 20 중량%의 유기 화합물 및 30 내지 75 중량%의 저비등 용매를 포함한다. 바람직하게는 적어도 200℃의 비등점을 갖는 3 내지 10 중량%의 유기 용매 및 35 내지 70 중량%의 저비등 용매를 포함한다. 바람직하게는, 주조 후에, 습윤 필름을 바람직하게는 50 내지 120℃의 온도에서 건조시킨다.

[0025] 바람직하게는, 건조 시간의 적어도 일부 동안, 습윤 필름은 저비등 용매의 제거를 용이하게 하기 위해 진공하에 있다. 바람직하게는, 저비등 용매의 원래 양의 적어도 90%는 바람직하게는 적어도 95%, 바람직하게는 적어도 98%, 바람직하게는 적어도 99%가 제거된다.

[0026] 코폴리머와 용매의 혼합물은 유리 기판(예를 들어, 액정 디스플레이(LCD) 셀의 표면)상에 코팅되어 당업계에 잘 알려진 임의의 적합한 코팅 공정을 사용하여 광 누출을 억제시킬 수 있다. 예를 들면, 폴리머 물질은 딥 코팅, 스핀 코팅 또는 슬롯 다이 코팅에 의해 유리 상에 코팅될 수 있다. 슬롯 다이 코팅 공정은 코팅 면적, 코팅 두께 및 균일성의 비교적 용이한 제어로 보다 바람직하다. 폴리머 물질 층의 두께의 바람직한 범위는 100 ㎛ 미만, 바람직하게는 50 ㎛ 미만, 바람직하게는 25 ㎛ 미만; 바람직하게는 1 ㎛ 초과, 바람직하게는 5 ㎛ 초과, 더욱 바람직하게는 10 ㎛ 초과이다. 이러한 폴리머 물질의 두께가 100 ㎛ 초과인 경우, 소비자는 더 얇은 전자 장치를 선호하므로 바람직하지 못하다. 반대로, 피막의 두께가 1 ㎛ 미만인 경우, 응력 하에서 유리 복굴절을 광학 보상하는 효과는 매우 제한적이다.

[0027] 유리 시트의 두께의 바람직한 범위는 0.1㎜ 내지 0.7㎜, 바람직하게는 0.2㎜ 내지 0.5㎜이다. 유리 기판의 두께가 0.7㎜를 초과하는 경우, 광학 코팅의 효과는 충분히 강하지 않을 수 있으며 이는 또한 장치의 두께를 증가시킬 것이다. 유리 기판이 0.1㎜ 미만인 경우, 이의 물리적 강성은 장치 제작에 문제가 된다.

[0028] **실시예**

[0029] 폴리(2-비닐피리딘), 폴리(4-비닐피리딘), 트리-n 부틸 시트레이트(TnBC), 트리-페닐 포스페이트, 디에틸 프탈레이트, 디헥실 프탈레이트, 디(2-에틸 헥실) 프탈레이트, 디시클로헥실 프탈레이트, 디(2-에틸 헥실) 세바케이

트, 디(2-에틸 헥실) 아젤레이트, 디메틸 아젤레이트, 디이소데실 아디페이트, 디(2-에틸 헥실) 말레에이트를 Scientific Polymer Products로부터 입수하였다. 3-히드록시-1-아다만틸 메타크릴레이트(HAMA)를 Idemitsu로부터 입수하였다. 이소보닐 메타크릴레이트(IBOMA), 1-부탄올, 에틸 락테이트, 시클로헥산온, 시클로펜탄온, 메탄올, 에탄올(EtOH), 프로필렌 글리콜 메틸에테르 아세테이트(PGMEA)를 Sigma-Aldrich로부터 구입하였다. 1-메톡시-2-프로판올(PGME), 헥실 셀로솔브, 헥실 카르비톨, 트리에틸렌 글리콜을 The Dow Chemical Company로부터 입수하였다.

[0030] 필름을 byko-drive Automatic Film Applicator를 사용하여, 10 mm/초의 전형적인 인출 속도를 갖는 드로-다운 바(draw-down bar)로 유리 기판 상에 이형지를 용액 주조함으로써 제조하였다. 바 클리어런스(Bar clearance)를 그들의 고형물 중량% 및 목표 건조 필름 두께를 기준으로 상이한 조성에 대해 조정하였다. 자립형 필름(freestanding film) 샘플을 준비하기 위해, 액체 제형 코팅물을 Warren Universal Patent 이형지 상에 내려놓고 코팅물이 완전히 건조된 후에 필름을 박리하였다.

[0031] 80 중량%의 폴리(2-비닐피리딘)(P2VP) 및 20 중량%의 HAMA(1-히드록시-3-아다만틸 메타크릴레이트)를 포함하는 두 세트의 복합 필름을 주조 용매로서 시클로펜탄온 및 1-부탄올로부터 제조하였다. 필름을 PDMS-브러쉬 폴리머(물질의공급원)로 전처리된 2x6 인치(5.1x15.2cm) 및 0.5 mm 두께의 유리판 상에 24 mil 두께의 용액을 드로잉함으로써 제조하였다. 물질의 하나의 세트를 진공 하에서 19시간 동안 75℃에서 베이킹 하였고 다른 세트를 필름 샘플 중에 잔류 용매를 추가로 제거하기 위해 72시간 동안 95 ℃에서 추가로 베이킹을 수행하였다.

[0032] 광탄성 특성 측정을 약 1"X3"(2.54X7.62 cm) 크기의 건조 필름 표본 상에서 수행하였다. 필름 표본을 EXICOR 150 AT 복굴절 측정 시스템(Hinds Instruments)에 부착된 주문 제작 일축 인장 연신 스테이지에 장착하였다. 일축 연신력의 함수로서의 필름의 광학 지연은, 필름이 동시에 연신되는 동안, 546 나노미터(nm)의 파장에서 필름의 중간 부분 근처에서 측정하였다. 힘을 수동으로 제어하였고 샘플 마운팅 그립 중 하나와 연결된 힘 변환기(OMEGA DFG41-RS)로 기록하였다. 시험 샘플에 적용된 최대 힘은 약 10 내지 15뉴턴이었다. 필름 복굴절은 측정된 지연을 필름 두께로 나누어 얻었다. 광탄성 상수 또는 응력 광학 계수, Cp는 측정된 복굴절을 일축 인장 응력의 함수로서 선형 피팅으로부터 결정된 기울기와 같으며 Pa^{-1}의 단위로 보고된다. 그 결과는 하기에 나타낸다(브루스터 단위(Brewster unit)는 실시예 전체에 걸쳐 사용됨; 1 Br = 10^{-12} Pa^{-1}). 필름 중에 잔류 용매를 제거하면, 이 P2VP-HAMA 필름의 Cp 값은 약 8.4의 브루스터 단위에서 순수한 P2VP 의 Cp 값에 접근하는 것으로 밝혀졌다.

용매	베이킹 조건	Cp(브루스터 단위)
시클로펜탄온	75 ℃, 19 시간	-67
	75 ℃, 19 시간; 92 ℃, 72 시간	-12
1-부탄올	75 ℃, 19 시간	-41
	75 ℃, 19 시간; 92 ℃, 72 시간	+5.2

[0033]

[0034] 열 노화 후에 음의 값으로부터 양의 값으로 광탄성 특성의 관찰된 변화는 바람직하지 않다. 그러나, 더 높은 비등점을 갖는 유기 화합물의 혼입은 고온에서 베이킹 한 후에 물질의 큰 음의 Cp 특성을 유지하는데 놀라울 정도로 효과적인 것으로 밝혀졌다. 용매 시스템은 더 용이한 용매 제거를 위해 낮은 비등점, 높은 상대 증발 속도(RER)의 과반의 용매 및 최종 필름에 대체로 남아 있을 높은 비등점, 낮은 RER의 소수 용매를 포함한다. 78℃의 비등점 및 150의 RER(n-부틸 아세테이트에 비해)을 갖는 에탄올을 대부분 용매로서 사용하였다. 3종류의 높은 비등점 용매: 헥실 셀로솔브(에틸렌 글리콜 모노 n-헥실 에테르), 헥실 카르비톨(디에틸렌 글리콜 모노 n-헥실 에테르), 및 트리에틸렌 글리콜을 소수 용매로서 사용하였다.

[0035] 자립형 필름을 24 mil 바(이론적 FT 106 um)를 사용하는 드로-다운 바 제피기를 사용하여 제조하였다. 필름을 밤새 75℃에서 베이킹 한 후, 에탄올 공용매의 제거를 위해 진공하에서 추가 3시간동안 95℃에서 베이킹하였다. 광탄성 상수, 또는 Cp는 고비등 용매를 포함하는 용매 시스템에서 제조된 P2VP-20 중량% HAMA 필름에 대해 측정하였다. 기준점으로, 순수한 에탄올로부터 주조된 P2VP-20 중량% HAMA는 순수한 P2VP의 값에 매우 가까운 값인 8.42 Br의 Cp를 갖는다. 3-성분 시스템의 Cp를 복합 필름 Tg의 함수로서 그리고 필름 중에 잔류 용매의 양의 함수로서 하기에 모두 도표화하였다(열 중량 분석에 의해 결정됨). 트리에틸렌 글리콜(TEG)의 혼입은 -597.57 Br

에서 Cp의 가장 큰 감소를 가져왔다.

[0036] **실시예 1 내지 5 및 비교 실시예 C1.**

[0037] (참고: 표 1의 데이터는 P2VP 폴리머의 광탄성 특성 및 Tg에 대한 폴리머 개질제로서의 높은 보일러 TEG의 혼입의 효과를 설명한다.)

[0038] 표 1. P2VP 폴리머의 광탄성 특성에 대한 폴리머 개질제가 있거나 없는 제형의 실시예

실시예/비교실시예	성분 A		성분 B		성분 C		에탄올 (부)	Cp ($x10^{-12}$ Pa^{-1})	Tg (℃)
	폴리머	부	첨가제 화합물	부	폴리머 개질제	부			
C1	P2VP	28	HAMA	7	-	-	65	8.4	108.8
1	P2VP	28	HAMA	7	TEG	0.325	64.675	7	72.9
2	P2VP	28	HAMA	7	TEG	0.65	64.35	5.7	73.1
3	P2VP	28	HAMA	7	TEG	1.3	63.7	-10.7	70.2
4	P2VP	28	HAMA	7	TEG	3.25	61.75	-155	65.1
5	P2VP	28	HAMA	7	TEG	6.5	58.5	-598	54.7

[0039]

[0040] **실시예 6 내지 9 및 비교 실시예 C2**

[0041] 실시예 1 내지 5 및 C1에 나타낸 바와 같이, 그러나 상이한 베이스 폴리머(P4VP)로 나타내었다. 결과는 표 2에 요약되며, 폴리머 개질제 TEG의 혼입은 음의 광탄성 특성을 가진 필름을 생성한다는 것을 나타낸다.

[0042] 표 2. P4VP 폴리머의 광탄성 특성에 대한 폴리머 개질제가 있거나 없는 제형의 실시예

실시예/비교실시예	성분 A		성분 B		성분 C		에탄올 (부)	Cp ($x10^{-12}$ Pa^{-1})	Tg (℃)
	폴리머	부	첨가제 화합물	부	폴리머 개질제	부			
C2	P4VP	28	HAMA	7	-	-	65	6.9	108.8
6	P4VP	28	HAMA	7	TEG	0.325	64.675	4.1	107.2
7	P4VP	28	HAMA	7	TEG	0.65	64.35	nm	102.6
8	P4VP	28	HAMA	7	TEG	1.3	63.7	-5.9	100.0
9	P4VP	28	HAMA	7	TEG	3.25	61.75	-118.8	76.5

[0043]

[0044] **실시예 10 내지 11 및 비교 실시예 C3 내지 C8**

[0045] 실시예 1 내지 5 및 C1에 나타낸 바와 같이, 상이한 베이스 폴리머(P4VP) 및 폴리머 개질제를 나타내었다. 결과는 표 3에 요약되며, 이 표는 폴리머 개질제 및 광탄성(PE) 첨가제의 혼입이 S-r-2VP 코폴리머, S-r-MMA 코폴리머에서는 부정적인 광탄성 성능을 야기할 수 있으나, 그러나 PMMA 호모폴리머는 그렇지 않을 수 있음을 보여주며, 베이스 폴리머는 바람직하게는 폴리머 사슬의 측면 기에 매달린 벤젠 또는 피리딘 고리와 같은 큰 발색단을 가질 필요가 있음을 시사한다.

[0046] 표 3. 다양한 폴리머의 광탄성 특성에 대한 폴리머 개질제가 있거나 없는 제형의 실시예

실시예/비교실시예	성분 A		성분 B		성분 C		주조 용매	주조 용매 부	Cp ($x10^{-12}$ Pa^{-1})
	폴리머	부	첨가제 화합물	부	폴리머 개질제	부			
C3	S-r-2VP	35	-	-	-	-	시클로펜탄온	65	8.8
C4	S-r-2VP	28	HAMA	7	-	-	시클로펜탄온	65	8.5
10	S-r-2VP	28	HAMA	7	TnBC	13	시클로펜탄온	52	-2.8
C5	S-r-MMA	35	-	-	-	-	아니솔	65	NM
11	S-r-MMA	28	HAMA	7	TnBC	13	아니솔	52	-34.3
C6	PMMA	35	-	-	-	-	아니솔	65	2.6
C7	PMMA	28	HAMA	7	-	-	아니솔	65	0.6
C8	PMMA	28	HAMA	7	DHP	13	아니솔	52	2.9

[0047]

[0048] 이 결과는 복합 시스템의 구성비 Cp 및 Tg 성능을 적절하게 선택함으로써 조정될 수 있음을 나타낸다. 3-성분 시스템에 의해 제공된 제형에서의 유연성은 넓은 설계 공간을 허용하여 큰 음의 Cp 및 고온에서의 양호한 열 안정성 사이에서 올바른 균형을 찾을 수 있다.

[0049] 다른 화합물 및 용매는 하기의 표에 나타낸 바와 같이 필름에 혼입되었다:

폴리.	중량 %	첨가제 화합물	중량 %	용매		Cp
P2VP	90	4-메틸-2-비페닐카보니트릴	10	EtOH /TEG (95:5)	RT 3 시간 -> 50 C 10 분-> 진공 베이킹 75C 밤새 -> 진공 베이킹 95C 3 시간	-17.1
P2VP	90	3-페닐 페놀	10	EtOH /TEG (95:5)		-25.4
P2VP	90	HADA[1]	10	EtOH /TEG (95:5)		-37.5
P2VP	90	트랜스-스틸벤	10	아니솔/TEG (95:5)		19.4
P2VP	90	N--프탈로일-L-글루탐산	10	EtOH/Carbowax 400 (95:5)		10.4
P2VP	90	에틸렌 글리콜 디시클로펜테닐 에테르 아크릴레이트	10	EtOH/Carbowax 400 (95:5)		-47.2
P2VP	90	트리 cyclo[5,2,1,$0^{2,6}$]데칸 디메탄올 디아크릴레이트	10	EtOH/Carbowax 400 (95:5)		-5.8
P2VP	90	3,4,5-트리플루오로벤조산	10	EtOH/Carbowax 400 (95:5)		-60
P4VP	95	HAMA	5	EtOH/TEG = 95:5	RT 3 시간 -> 50C 10 분-> 진공 베이킹 75C 밤새 -> 진공 베이킹 95C 3 시간	3.6
P4VP	85	HAMA	15	EtOH/TEG = 95:5		-7.7
P4VP	80	HAMA	20	EtOH/TEG = 95:5		-76.3
P4VP	75	HAMA	25	EtOH/TEG = 95:5		-133.0

[0050]

[0051] 1. 1-히드록시-3-아다만틸 아크릴레이트

[0052] 이 표의 모든 샘플에 대해서, 폴리머 + 첨가제 = 35 부 및 총 용매 = 65 부

성분 A		성분 B		성분 C		주조 용매	주조 용매 양 (부)	Cp ($x10^{-12}$ Pa^{-1})
폴리.	부	첨가제 화합물	부	폴리머 개질제	부			
P2VP	31.5	자당 벤조에이트	3.5	CW400	5	에탄올	60	14.3
P2VP	31.5	자당 벤조에이트	3.5	CW400	10	에탄올	55	-197.5

[0053]

[0054] "자당 벤조에이트"는 8개의 벤조산염 치환체를 갖는 자당이다.

폴리.	부	첨가제 화합물	부	폴리 중에 용매, 중량%	Cp
P4VP	80	HAMA	20	EtOH/CW 200, 5	-52.6
P4VP	80	HAMA	20	EtOH/CW 400, 5	-61.5
P4VP	80	HAMA	20	EtOH/CW 600, 5	-54.3
P2VP	80	HAMA	20	EtOH/TnBC, 10	-23.0
P2VP	90	HAMA	10	EtOH/TnBC, 20	-83.1
P2VP	80	HAMA	20	EtOH/Hex Carb, 10	-427.2
P2VP	80	HAMA	20	EtOH/Hex Cell, 10	-254.2

[0055]

[0056] CW=CARBOWAX 폴리에틸렌 글리콜; Hex Carb=헥실 카르비톨; Hex Cell=헥실 셀로솔브