

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5110157号  
(P5110157)

(45) 発行日 平成24年12月26日(2012.12.26)

(24) 登録日 平成24年10月19日(2012.10.19)

(51) Int.Cl.

G02F 1/167 (2006.01)

F 1

G02F 1/167

請求項の数 3 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2010-501959 (P2010-501959)  
 (86) (22) 出願日 平成21年3月5日 (2009.3.5)  
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2009/054196  
 (87) 国際公開番号 WO2009/110563  
 (87) 国際公開日 平成21年9月11日 (2009.9.11)  
 審査請求日 平成24年2月13日 (2012.2.13)  
 (31) 優先権主張番号 特願2008-54791 (P2008-54791)  
 (32) 優先日 平成20年3月5日 (2008.3.5)  
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000004455  
 日立化成工業株式会社  
 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号  
 (74) 代理人 100083806  
 弁理士 三好 秀和  
 (72) 発明者 大野 茂思  
 茨城県筑西市五所宮1150番地 日立化成工業株式会社内  
 (72) 発明者 小川 道夫  
 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化成工業株式会社内  
 (72) 発明者 千葉 俊昭  
 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化成工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】調光フィルムの製造方法及び調光フィルム

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

樹脂マトリックスを形成する高分子媒体と光調整懸濁液とを含む調光材料を用いて形成される調光層が、2つの透明樹脂基材間に挟持されてなる調光フィルムの製造方法であつて、下記(a)～(c)工程を含む調光フィルムの製造方法。

(a) 一方の透明樹脂基材(第1の透明樹脂基材)上に前記調光材料を塗布する工程、  
 (b) 前記第1の透明樹脂基材に塗布した調光材料上に他方の透明樹脂基材(第2の透明樹脂基材)を貼り合わせ、前記第1の透明樹脂基材側及び第2の透明樹脂基材側のいずれか一方向から、又は、前記第1の透明樹脂基材側及び第2の透明樹脂基材側の両側から押圧する工程、

(c) 第1の透明樹脂基材と第2の透明樹脂基材とで挟持された調光材料にエネルギー線を第1の透明樹脂基材側及び第2の透明樹脂基材側の両側から照射し、前記調光材料中に含まれる前記樹脂マトリックスを形成する高分子媒体を硬化させ、調光層を形成して、調光フィルムを得る工程。

## 【請求項 2】

前記(b)工程の前に、前記第2の透明樹脂基材上にあらかじめ調光材料を塗布する工程を有する請求項1記載の調光フィルムの製造方法。

## 【請求項 3】

前記(a)工程において、第1の透明樹脂基材をロールから巻出し、前記(b)において第2の透明樹脂基材をロールから巻き出し、且つ前記(c)工程で得られた調光フィル

ムをロールで巻き取る工程をさらに有する請求項1又は2に記載の調光フィルムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、調光フィルムの製造方法及び調光フィルムに関する。詳しくは、窓ガラス、各種平面表示素子、各種液晶表示素子の代替品、光シャッター、広告及び案内表示板、眼鏡、サングラス等に好適に用いられる調光フィルムの製造方法及び調光フィルムに関する。

【背景技術】

10

【0002】

調光材料は、電界の印加の有無により光透過率が変化し、入射光量の調整が可能な材料である。例えば、電界に対して応答可能な光調整粒子を分散した光調整懸濁液を樹脂マトリックス中に分散した調光層を2つの透明導電性基板で挟持した調光フィルムが知られている（特表平8-503314号公報参照）。

【0003】

この調光フィルムは、光調整粒子を分散した光調整懸濁液の微細な液滴が紫外線照射によって硬化した樹脂マトリックス中に分散したフィルムである。この調光フィルム中で光調整粒子は、電界を印加していない状態では、ブラウン運動により光を吸収、散乱又は反射するため、フィルムへの入射光は透過できない。電界を印加した場合、光調整粒子の分極により、電界について平行な方向に配列するため、フィルムに入射した光を透過させる。

20

【0004】

このように、光調整粒子の電界への応答により、光の透過量を調整している。

【0005】

このような調光フィルムとしては、例えば、特表平8-503314号公報に記載のポリエステルシートに調光層を形成し、これを硬化させた後、ITOで被覆したガラス板上に転写し、前記ポリエステルシートを剥がしてから、同様の別のガラス板で挟み込んだものや、ITOを塗布した2つのガラス基体にそれぞれ厚さ約50μmの調光層を形成し、これらを真空下で一緒に併せて形成したもの（特開平9-113939号公報参照）などの、調光層を直接にガラス板の間に形成したものが知られている。しかしながら、このようなガラス板に直接調光層を形成する方法では、例えば、大面積のガラス基板に形成するのは、作業性が悪く、また調光層の膜厚を均一にしにくいため、全体に均一で優れた調光性能を有する調光フィルムを得ることが困難である。

30

【0006】

これを改善するものとして、ITO透明電極膜が表面に形成されたポリエステルフィルムの上に調光材料を塗布し、調光材料を硬化して調光層を形成した後に、得られた調光層付フィルムと調光層のないフィルムとを、又は、得られた調光層付フィルム同士を、調光層を狭持するように重ね合わせることにより得られる調光フィルムが知られている（特開2002-189123号公報参照）。

40

【0007】

また、特開平2005-300962号公報や特開平2006-64832号公報等では、調光層を挟みこむ透明基板として、ガラスの場合には1~15mm、高分子フィルムの場合には10~1000μmの厚みが好ましい旨の広範囲な記載がされている。しかし、検討が十分にされていないのが実情である。

【発明の開示】

【0008】

ガラス基板に直接調光層を設ける方法と異なり、特開2002-189123号公報に記載される高分子フィルムを透明基板とする方法は、可とう性のある高分子フィルムをロール状で提供し、連続的に調光フィルムを形成できるため、作業性に優れるとともに、調

50

光層の均一な調光フィルムを長尺で提供することができる。特開2002-189123号公報等に記載される方法では、ITO透明導電膜が表面に形成されたポリエステルフィルムの上に調光材料を塗布し、紫外線照射により調光材料を硬化させて調光層を形成した後に、得られた調光層付フィルムと調光層のないフィルムとを、又は、得られた調光層付フィルム同士を、調光層を挟持するように重ねあわせている。そのため、紫外線照射により調光材料を硬化させる際に、酸素による重合阻害の影響をなくすために真空下又は不活性雰囲気下で行う必要がある。この場合、残存酸素量によっては、調光材料中に含まれる、樹脂マトリックスを形成する高分子媒体が充分に硬化しないことも起こりうる。そのため、それを回避するためには、高度な真空度又は不活性ガスで充分に満たされた不活性雰囲気下での紫外線照射が必要であり、製造工程が複雑化し大がかりな装置が必要といった問題がある。

## 【0009】

また、前記方法は、ポリエステルフィルム上に形成された硬化した調光層同士を貼り合わせるため、密着性が低下し、さらに、貼り合わせ面には界面が生じるため電界印加時に高い透過率を得ることができにくい。また、調光フィルムのヘイズ（濁度）が高くなる問題がある。このような貼り合わせによる問題を解決するためには、ポリエステルフィルム上に形成された硬化した調光層上に直接他の高分子フィルムをラミネートする方法も考えられるが、この場合、硬化した調光層と高分子フィルムとの密着性が悪く、両者が剥がれやすくなる問題がある。

## 【0010】

本発明は、このような課題を解決するものであり、全体に均一な外観と、調光層と透明樹脂基材との密着性に優れた調光フィルムを得るための製造方法を提供するものである。

## 【0011】

本発明者等は、鋭意検討した結果、上記課題を解決できることを見い出した。すなわち本発明は、下記〔1〕～〔7〕に記載の事項をその特徴とするものである。

## 【0012】

〔1〕樹脂マトリックスを形成する高分子媒体と光調整懸濁液とを含む調光材料を用いて形成される調光層が、2つの透明樹脂基材間に挟持されてなる調光フィルムの製造方法であって、下記(a)～(c)工程を含む調光フィルムの製造方法。

## 【0013】

(a)一方の透明樹脂基材(第1の透明樹脂基材)上に前記調光材料を塗布する工程、  
(b)前記第1の透明樹脂基材に塗布した調光材料上に他方の透明樹脂基材(第2の透明樹脂基材)を貼り合わせる工程、

(c)第1の透明樹脂基材と第2の透明樹脂基材とで挟持された調光材料にエネルギー線を照射し、前記調光材料中に含まれる前記樹脂マトリックスを形成する高分子媒体を硬化させ、調光層を形成して、調光フィルムを得る工程。

## 【0014】

〔2〕前記(b)工程の前に、前記第2の透明樹脂基材上にあらかじめ調光材料を塗布する工程を有する上記〔1〕記載の調光フィルムの製造方法。

## 【0015】

〔3〕前記(b)工程において、前記第1の透明樹脂基材側又は第2の透明樹脂基材側のいずれか一方向から押圧する上記〔1〕又は〔2〕に記載の調光フィルムの製造方法。

## 【0016】

〔4〕前記(b)工程において、前記第1の透明樹脂基材側及び第2の透明樹脂基材側の両側から押圧することを特徴とする上記〔1〕又は〔2〕に記載の調光フィルムの製造方法。

## 【0017】

〔5〕前記(c)工程において、前記エネルギー線を、第1の透明樹脂基材側及び第2の透明樹脂基材側の両側から照射する上記〔1〕～〔4〕のいずれか一つに記載の調光フィルムの製造方法。

10

20

30

40

50

**【0018】**

[6] 前記(a)工程において、第1の透明樹脂基材をロールから巻出し、前記(b)において第2の透明樹脂基材をロールから巻き出し、且つ前記(c)工程で得られた調光フィルムをロールで巻き取る工程をさらに有する上記[1]～[5]のいずれか一つに記載の調光フィルムの製造方法。

**【0019】**

[7] 上記[1]～[6]のいずれか一つに記載の調光フィルムの製造方法によって製造される調光フィルム。

**【0020】**

本発明の調光フィルムの製造方法によれば、全体に均一な外観と、調光層と透明樹脂基材との密着性に優れた調光フィルムを得ることが可能である。 10

**【0021】**

本発明の開示は、2008年3月5日に出願された特願2008-054791号に記載の主題と関連しており、それらの開示内容は引用によりここに援用される。

**【図面の簡単な説明】****【0022】**

【図1】本発明の調光フィルムの一態様の断面構造概略図である。

【図2】(a)は、調光フィルムの電界が印加されていない場合の作動を説明するための概略図であり、(b)は液滴の拡大図である。

【図3】(a)は、調光フィルムの電界が印加されている場合の作動を説明するための概略図であり、(b)は液滴の拡大図である。 20

**【発明を実施するための最良の形態】****【0023】**

以下に、本発明について詳細に説明する。

**【0024】**

本発明は、調光フィルムの製造方法であり、樹脂マトリックスを形成する高分子媒体と光調整懸濁液とを含む調光材料を用いて形成される調光層が、2つの透明樹脂基材間に挟持されてなる調光フィルムの製造方法であって、下記(a)～(c)工程を含むことを特徴とする。

**【0025】**

30

(a)一方の透明樹脂基材(第1の透明樹脂基材)上に前記調光材料を塗布する工程、  
(b)前記第1の透明樹脂基材に塗布した調光材料上に他方の透明樹脂基材(第2の透明樹脂基材)を貼り合わせる工程、

(c)第1の透明樹脂基材と第2の透明樹脂基材とで挟持された調光材料にエネルギー線を照射し、前記調光材料中に含まれる前記樹脂マトリックスを形成する高分子媒体を硬化させ、調光層を形成して、調光フィルムを得る工程。

**【0026】**

本発明における調光フィルムは、調光層が少なくとも2枚の透明樹脂基材間に挟持されて形成される。本発明における調光層は、調光性能を有する光調整懸濁液の液滴が、樹脂マトリックスを形成する高分子媒体中に分散した調光材料を用いて形成されるものである。 40

**【0027】**

高分子媒体は、エネルギー線を照射することにより硬化して樹脂マトリックスを形成する。また、光調整懸濁液は、光調整粒子と、該光調整粒子が流動可能な分散媒と、を有する。

**【0028】**

調光フィルムに電界が印加されていない状態では、前記光調整懸濁液の液滴中に流動状態で浮遊分散されている光調整粒子のブラウン運動により光を吸収、散乱又は反射するため、フィルムに入射した光はほとんど透過できない。しかし、調光フィルムに電界を印加すると、上記光調整粒子が電気的双極子モーメントを持つことから、光調整粒子が電界につ 50

れて平行な方向に配列するため、フィルムに入射した光を透過させる。このように、光調整粒子が印加された電界に対して応答することにより、光の透過量を調整することが可能となる。

#### 【0029】

以下、調光フィルムに用いる調光材料について説明する。

#### 【0030】

<調光材料>

##### <1>光調整懸濁液

本発明における光調整懸濁液は、光調整粒子が流動可能な状態で分散媒中に分散したものである。

10

#### 【0031】

本発明における光調整粒子としては、例えば、ポリ過ヨウ化物、炭素纖維、カーボンナノファイバー等の無機纖維、カーボンナノチューブ、無金属フタロシアニン、銅、ニッケル、鉄、コバルト、クロム、チタン、ベリリウム、モリブデン、タングステン、アルミニウム、クロム等を中心金属とする金属フタロシアニン等が挙げられる。中でも、ポリ過ヨウ化物を用いることが好ましい。

#### 【0032】

ポリ過ヨウ化物としては、ピラジン-2,3-ジカルボン酸・2水和物、ピラジン-2,5-ジカルボン酸・2水和物、ピリジン-2,5-ジカルボン酸・1水和物からなる群の中から選ばれた1つの物質とヨウ素及びヨウ化物を反応させて作製したポリ過ヨウ化物が挙げられる。このようにして得られるポリ過ヨウ化物としては、例えば、下記一般式



$\text{CaI}_a (\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_4)_b \cdot c\text{H}_2\text{O} \quad (a: 3 \sim 7, b: 1 \sim 2, c: 1 \sim 3)$

で表されるものが挙げられる。これらのポリ過ヨウ化物は針状結晶であることが好ましい。

#### 【0033】

また、光調整粒子としては、例えば、米国特許第2,041,138号明細書(E.H.Land)、米国特許第2,306,108号明細書(Landら)、米国特許第2,375,963号明細書(Thomas)、米国特許第4,270,841号明細書(R.L.Saxe)及び英国特許第433,455号明細書等に開示されている化合物も用いることができる。これらに開示されている化合物は、ピラジンカルボン酸、ピリジンカルボン酸の内の1つを選択して、ヨウ素と反応させることにより、ポリヨウ化物、ポリ塩化物又はポリ臭化物等のポリハロゲン化物とすることによって作製されている。これらのポリハロゲン化物は、ハロゲン原子が無機質又は有機質と反応した錯化合物で、これらの詳しい製法は、例えば、サックスの米国特許第4,422,963号明細書に開示されている。

30

#### 【0034】

ここで光調整粒子を合成する過程において、均一な大きさの粒子を形成させるため、及び、光調整懸濁液の分散媒中での光調整粒子の分散性を向上させるため、ニトロセルロース等の高分子物質を使用することが好ましい。ニトロセルロース等の高分子分子物質を用いることにより、光調整懸濁液が、硬化した高分子媒体内に微細な液滴の形態で分散された際に、光調整粒子が微細な液滴中へ容易に分散、浮遊し、電界に対する応答性が向上する傾向にある。

40

#### 【0035】

本発明において、光調整懸濁液の分散媒としては、光調整粒子を流動可能な状態で分散させる役割を果たし、また、光調整粒子に選択的に付着被覆し、樹脂マトリックスとしての高分子媒体との相分離の際に光調整粒子が相分離された液滴相に移動するように作用し、且つ電気導電性がなく、高分子媒体とは親和性がなく、調光フィルムとした際に高分子媒体から形成される樹脂マトリックスとの屈折率が近似した液状共重合体を使用すること

50

が好ましい。具体的には、本発明における樹脂マトリックスと分散媒との屈折率の差は、好ましくは0.005以下、より好ましくは0.003以下であることが好ましい。

#### 【0036】

例えば、フルオロ基及び/又は水酸基を有する(メタ)アクリル酸エステルオリゴマーが好ましく、フルオロ基及び水酸基を有する(メタ)アクリル酸エステルオリゴマーがより好ましい。このような液状共重合体を使用すると、フルオロ基、水酸基のどちらか1つのモノマー単位は光調整粒子に向き、残りのモノマー単位は高分子媒体中で光調整懸濁液が液滴として安定に維持するために働くことから、光調整懸濁液内に光調整粒子が分散しやすく、相分離の際に光調整粒子が相分離される液滴内に誘導されやすい。

#### 【0037】

このようなフルオロ基及び/又は水酸基を有する(メタ)アクリル酸エステルオリゴマーとしては、フルオロ基含有モノマー及び/又は水酸基含有モノマーを用いて共重合させたものが挙げられ、メタクリル酸2,2,2-トリフルオロエチル/アクリル酸ブチル/アクリル酸2-ヒドロキシエチル共重合体、アクリル酸3,5,5-トリメチルヘキシリ/アクリル酸2-ヒドロキシプロピル/スマール酸共重合体、アクリル酸ブチル/アクリル酸2-ヒドロキシエチル共重合体、アクリル酸2,2,3,3-テトラフルオロプロピル/アクリル酸ブチル/アクリル酸2-ヒドロキシエチル共重合体、アクリル酸1H,1H,5H-オクタフルオロペンチル/アクリル酸ブチル/アクリル酸2-ヒドロキシエチル共重合体、アクリル酸1H,1H,2H,2H-ヘプタデカフルオロデシル/アクリル酸ブチル/アクリル酸2-ヒドロキシエチル共重合体、メタクリル酸2,2,2-トリフルオロエチル/アクリル酸ブチル/アクリル酸2-ヒドロキシエチル共重合体、メタクリル酸2,2,3,3-テトラフルオロプロピル/アクリル酸ブチル/アクリル酸2-ヒドロキシエチル共重合体、メタクリル酸1H,1H,5H-オクタフルオロペンチル/アクリル酸ブチル/アクリル酸2-ヒドロキシエチル共重合体、メタクリル酸1H,1H,2H,2H-ヘプタデカフルオロデシル/アクリル酸ブチル/アクリル酸2-ヒドロキシエチル共重合体等が挙げられる。また、これらの(メタ)アクリル酸エステルオリゴマーはフルオロ基及び水酸基の両方を有することがより好ましい。

#### 【0038】

これらの(メタ)アクリル酸エステルオリゴマーは、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーで測定した標準ポリスチレン換算の重量平均分子量が1,000~20,000であることが好ましく、2,000~10,000であることがより好ましい。

#### 【0039】

これらの(メタ)アクリル酸エステルオリゴマーの原料となるフルオロ基含有モノマーの使用量は、原料であるモノマー総量の6~12モル%であることが好ましく、7~8モル%であることがより好ましい。フルオロ基含有モノマーの使用量が12モル%を超えると、屈折率が大きくなり、光透過率が低下する傾向がある。また、これらの(メタ)アクリル酸エステルオリゴマーの原料となる、水酸基含有モノマーの使用量は0.5~2.2モル%であることが好ましく、1~8モル%であることがより好ましい。水酸基含有モノマーの使用量が2.2モル%を超えると、屈折率が大きくなり、光透過性が低下する傾向がある。

#### 【0040】

本発明における光調整懸濁液は、光調整粒子を1~70質量%含有することが好ましく、4~50質量%含有することがより好ましい。また、分散媒を30~99質量%含有することが好ましく、50~96質量%含有することがより好ましい。

#### 【0041】

また、光調整懸濁液は、高分子媒体に100質量部に対して、1~100質量部含有することが好ましく、4~70質量部含有することがより好ましく、6~60質量部含有することがさらに好ましく、8~50質量部含有することが特に好ましい。

#### 【0042】

<2>高分子媒体

本発明の調光層における樹脂マトリックスを形成する高分子媒体は、エネルギー線を照射することにより硬化するものが好ましい。本発明において、エネルギー線を照射することにより硬化する高分子媒体としては、例えば、光重合開始剤及び、紫外線、可視光線、電子線等のエネルギー線により硬化する高分子化合物を含む高分子組成物が挙げられる。

【0043】

上記高分子化合物としては、例えば、エチレン性不飽和結合を有する置換基をもつ高分子化合物等が挙げられる。

【0044】

上記エチレン性不飽和結合を有する置換基をもつ高分子化合物としては、シリコーン系樹脂、アクリル系樹脂、ポリエステル樹脂等が、合成容易性、調光性能、耐久性等の点から好ましい。これらの樹脂は、置換基として、メチル基、エチル基、プロピル基、イソブロピル基、ブチル基、イソブチル基、*t* *e* *r* *t* - ブチル基、アミル基、イソアミル基、ヘキシル基、シクロヘキシル基等のアルキル基、フェニル基、ナフチル基等のアリール基を有することが、調光性能、耐久性等の点から好ましい。

10

【0045】

シリコーン系樹脂として、具体的には、例えば、特公昭53-36515号公報、特公昭57-52371号公報、特公昭58-53656号公報、特公昭61-17863号公報等に記載の高分子化合物を挙げることができる。

【0046】

また、上記シリコーン系樹脂としては、例えば、両末端シラノールポリジメチルシロキサン、両末端シラノールポリジフェニルシロキサン - ジメチルシロキサンコポリマー、両末端シラノールポリジメチルジフェニルシロキサン等の両末端シラノールシロキサンポリマー、トリメチルエトキシシラン等のトリアルキルアルコキシシラン、(3-アクリロキシプロピル)メチルジメトキシシラン等のエチレン性不飽和結合含有シラン化合物などを、2-エチルヘキサン錫等の有機錫系触媒の存在下で、脱水素縮合反応及び脱アルコール反応させて合成される。シリコーン系樹脂の形態としては、無溶剤型が好ましい。すなわち、シリコーン系樹脂の合成に溶剤を用いた場合には、合成反応後に溶剤を除去することが好ましい。

20

【0047】

なお、シリコーン系樹脂の製造時の各種原料の仕込み配合において、(3-アクリロキシプロピル)メトキシシラン等のエチレン性不飽和結合含有シラン化合物の使用量は、原料シロキサン及びシラン化合物総量の19~50質量%とすることが好ましく、25~40質量%とすることがより好ましい。

30

【0048】

前記アクリル系樹脂は、例えば、(メタ)アクリル酸アルキルエステル、(メタ)アクリル酸アリールエステル、(メタ)アクリル酸ベンジル、スチレン等の主鎖形成モノマーと、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸ヒドロキシエチル、(メタ)アクリル酸イソシアナトエチル、(メタ)アクリル酸グリシジル等のエチレン性不飽和結合導入用官能基含有モノマーなどを共重合して、プレポリマーを一旦合成し、次いで、このプレポリマーの官能基と反応させるべく(メタ)アクリル酸グリシジル、(メタ)アクリル酸イソシアナトエチル、(メタ)アクリル酸ヒドロキシエチル、(メタ)アクリル酸等のモノマーを前記プレポリマーに付加反応させることにより得ることができる。

40

【0049】

前記ポリエステル樹脂は、特に制限はなく、公知の方法で容易に製造できるものが挙げられる。

【0050】

これらエチレン性不飽和結合を有する置換基をもつ高分子化合物のゲルバーミエーションクロマトグラフィーによって得られるポリスチレン換算の重量平均分子量は、20,000~100,000であることが好ましく、30,000~80,000であることがより好ましい。

50

**【0051】**

エチレン性不飽和結合を有する置換基をもつ高分子化合物のエチレン性不飽和結合濃度は、好ましくは0.3モル/kg～0.5モル/kgとされる。この濃度が0.3モル/kg以上であると、調光フィルム端部の処理が容易に行え、相対する透明電極間がショートすることもなく電気的信頼性が劣る傾向もない。一方この濃度が0.5モル/kg以下であると硬化した高分子媒体が、光調整懸濁液の液滴を構成する分散媒に溶け込みにくく、溶け込んだ高分子媒体が液滴中の光調整粒子の動きを阻害し、調光性能が低下することを回避できる。

**【0052】**

エチレン性不飽和結合を有する置換基をもつ高分子化合物のエチレン性不飽和結合濃度は、NMRの水素の積分強度比から求められる。また、仕込み原料の高分子化合物への転化率がわかる場合は、計算によっても求められる。10

**【0053】**

上記エチレン性不飽和結合を有する置換基をもつ高分子化合物を用いる場合、エネルギー一線に露光するとラジカル重合を活性化する光重合開始剤を用いることができる。具体的には2,2-ジメトキシ-1,2-ジフェニルエタン-1-オン、1-(4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチル-1-プロパン-1-オン、ビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)フェニルフォスフィンオキサイド、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、(1-ヒドロキシシクロヘキシル)フェニルケトン等を用いることができる。20

**【0054】**

これらの光重合開始剤の使用量は、上記エチレン性不飽和結合を有する置換基をもつ高分子化合物100質量部に対して0.05～20質量部であることが好ましく、0.1～5質量部であることがより好ましい。

**【0055】**

また、上記エチレン性不飽和結合を有する置換基をもつ高分子化合物の他に、有機溶剤可溶型樹脂又は熱可塑性樹脂、例えば、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーにより測定したポリスチレン換算の重量平均分子量が1,000～100,000のポリアクリル酸、ポリメタクリル酸等も併用することができる。

**【0056】**

また、高分子媒体中には、ジブチル錫ジラウレート等の着色防止剤等の添加物を必要に応じて添加してもよい。さらに、高分子媒体には、溶剤が含まれていてもよく、溶剤としては、テトラヒドロフラン、トルエン、ヘプタン、シクロヘキサン、エチルアセテート、エタノール、メタノール、酢酸イソアミル、酢酸ヘキシル等を用いることができる。30

**【0057】****<3> 調光材料**

調光材料は、液状の光調整懸濁液を高分子媒体と均質に混合し、光調整懸濁液を高分子媒体中に液滴状態で分散させて、混合液として得られる。

**【0058】**

具体的には、以下の通りである。光調整粒子を溶媒に分散した液と光調整懸濁液の分散媒を混合し、ロータリーエバボレーター等で溶媒を留去し、光調整懸濁液を作製する。40

**【0059】**

次いで、光調整懸濁液及び高分子媒体を混合し、光調整懸濁液が高分子媒体中に液滴状態で分散した混合液(調光材料)とする。

**【0060】**

本発明における調光材料は、高分子媒体に100質量部に対して、光調整懸濁液を1～100質量部含有することが好ましく、4～70質量部含有することがより好ましく、6～60質量部含有することがさらに好ましく、8～50質量部含有することが特に好ましい。

**【0061】**1020304050

## &lt;調光フィルム&gt;

## &lt;4&gt;調光層

本発明における調光層は、以上のような、樹脂マトリックスを形成する高分子媒体と光調整懸濁液とを含む調光材料を硬化させて形成することができる。

## 【0062】

調光フィルムにおける調光層の厚みは特に制限されないが、一般に5~1,000μmであり、充分な調光性能を示す点では10~200μmが好ましい。また、樹脂マトリックスとなる高分子媒体と、液状の光調整懸濁液との混合比率を種々変えることにより、調光フィルムの光透過率を調節することができる。

## 【0063】

得られる調光層において、樹脂マトリックス中に分散されている光調整懸濁液の液滴の大きさ(平均粒子径)は、光調整粒子の凝集と沈積を防止するとの観点で、0.5~50μmであることが好ましく、1~10μmであることがより好ましい。

## 【0064】

平均液滴径は、例えば、光学顕微鏡を用いて、調光フィルムの一方の面方向から写真等の画像を撮影し、任意に選択した複数の液滴直径を測定し、その平均値として算出することができる。また、上記調光フィルムの光学顕微鏡での視野画像をデジタルデータとしてコンピュータに取り込み、画像処理インテグレーションソフトウェアを使用し算出することも可能である。

## 【0065】

## &lt;5&gt;透明樹脂基材

本発明における透明樹脂基材は、透明樹脂基材は調光機能を発現させる電界印加のために導電性を有するものであれば、特に制限はない。本発明においては、調光機能を発現させる電界印加のために、透明導電膜が表面に形成されている形態が好ましい。透明導電膜としては、例えば、インジウム錫オキサイド(ITO)、SnO<sub>2</sub>、In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等の膜が使用される。透明樹脂基材上に透明導電膜を形成する場合、その表面電気抵抗値が3~3000程度であることが好ましい。

## 【0066】

透明樹脂基材本体の樹脂の種類としては、充分な透明性があり、透明導電膜や調光層との接着が充分できるものであれば制限されず、ポリエチレンテレフタレート等のポリエスチル系フィルム、ポリプロピレン等のポリオレフィン系フィルム、ポリ塩化ビニル、アクリル樹脂系のフィルムなどの樹脂フィルムが挙げられる。なかでも、ポリエチレンテレフタレートフィルムが、透明性に優れ、成形性、接着性、加工性等に優れるので好ましい。

## 【0067】

このような透明樹脂基材としては、例えば、商品名：300R(東洋紡績株式会社製)、商品名：ITO/PETフィルム155954(シェルダール製)などとして市販されるものを入手することができる。

## 【0068】

前記透明導電膜の厚みは特に制限はないが、10~5,000nmであることが好ましい。また、基材間の間隔が狭く、異物質の混入等により発生する短絡現象を防止するために、透明導電層の上に200~1,000オングストローム( )程度の厚さの透明絶縁層が形成されている基板を使用してもよい。

## 【0069】

また、透明樹脂基材の光透過率は80%以上であることが調光性の観点で好ましい。透明樹脂基材の光透過率はJIS K7105の全光線透過率の測定法に準拠して測定することができる。

## 【0070】

## &lt;6&gt;調光フィルム

本発明における調光フィルムは、樹脂マトリックスを形成する高分子媒体と光調整懸濁液とを含む調光材料を用いて硬化することによって形成される調光層が、透明樹脂基材間

10

20

30

40

50

に挟持されてなる。

【0071】

<7>調光フィルムの製造方法

製造は、下記の方法による。

【0072】

本発明は、調光フィルムの製造方法であり、樹脂マトリックスを形成する高分子媒体と光調整懸濁液とを含む調光材料を用いて形成される調光層が、2つの透明樹脂基材間に挟持されてなる調光フィルムの製造方法であって、下記(a)～(c)工程を含むことを特徴とする。

【0073】

10

(a)一方の透明樹脂基材(第1の透明樹脂基材)上に前記調光材料を塗布する工程、  
(b)前記第1の透明樹脂基材に塗布した調光材料上に他方の透明樹脂基材(第2の透明樹脂基材)を貼り合わせる工程、

(c)第1の透明樹脂基材と第2の透明樹脂基材とで挟持された調光材料にエネルギー線を照射し、前記調光材料中に含まれる前記樹脂マトリックスを形成する高分子媒体を硬化させ、調光層を形成して、調光フィルムを得る工程。

【0074】

第1の透明樹脂基材に調光材料を塗布し、調光材料を硬化させる前に、調光材料を介して第2の透明樹脂基材を貼り合わせることで、調光材料中に含まれる樹脂マトリックスを形成する高分子媒体がエネルギー線により硬化する際の阻害要因となる酸素を遮断することが可能である。これによって、エネルギー線を照射し調光材料中に含まれる樹脂マトリックスを形成する高分子媒体を硬化させる際に、真空下又は不活性雰囲気下で照射を行わなくても、酸素による重合阻害を防ぐことが可能となる。調光材料を硬化させる前に、調光材料を介して、第1の透明樹脂基材と第2の透明樹脂基材とを貼り合わせることで、調光層と透明樹脂基材との密着性が優れるものとなることから好ましい。

20

【0075】

さらには、(b)工程において、第1の透明樹脂基材及び第2の透明樹脂基材のいずれか一方側から、又は両側から押圧する工程を有することが好ましい。この工程により、調光層と透明樹脂基材との密着性をより高めることができ、また、調光材料に透明樹脂基材を貼り合わせる際にボイドの巻き込み等を回避できる。(b)工程の押圧については、後述する。

30

【0076】

本発明の調光フィルムの製造方法に用いる調光材料の調製方法は、特に制限されないが、上述した光調整懸濁液及び高分子媒体を用いて調製することが好ましい。

【0077】

本発明の調光フィルムの製造方法においては、第1の透明樹脂基材及び第2の透明樹脂基材のそれぞれに調光材料を塗布し、次いで調光材料を塗布した2枚の透明樹脂基材を貼り合わせ、その後、エネルギー線を照射し樹脂マトリックスを形成する高分子媒体を硬化させ調光層を形成してもよい。

【0078】

40

上記工程(a)において、上記調光材料を透明樹脂基材上に塗布する方法としては、一定な厚さで塗布することができる方法であれば特に制限はないが、例えば、バーコーター、アプリケーター、ドクターブレード、ロールコーラー、ダイコーター、コンマコーラー等の塗工手段を用いて、透明樹脂基材に塗布することが可能である。

【0079】

なお、調光材料を塗布する際は、必要に応じて、適當な溶剤で希釈してもよい。溶剤を用いた場合には、基材上に塗布した後に乾燥を要する。溶剤としては、例えば、テトラヒドロフラン、トルエン、ヘプタン、シクロヘキサン、エチルアセテート、エタノール、メタノール、酢酸イソアミル、酢酸ヘキシル等を用いることができる。

【0080】

50

本発明の調光フィルムの製造方法の上記(b)工程において、つまり調光材料を介して第1の透明樹脂基材に第2の透明樹脂基材を貼り合わせる際に、第1の透明樹脂基材側又は第2の透明樹脂基材側のいずれか一方向から押圧することが好ましい。

#### 【0081】

上記押圧する方法としては、均一に力を加えることができる方法であれば特に制限はない。例えば、第1の透明樹脂基材上に塗布された調光材料上へ第2の透明樹脂基材を貼り合わせる際に、調光材料を介して、第1の透明樹脂基材と第2の透明樹脂基材とを貼り合わせる起点(以下、「第1の透明樹脂基材と第2の透明樹脂基材との貼り合わせ部分」ともいう)において、第2の透明樹脂基材の表面(調光材料と接している面とは反対の面)側で押圧用ロールが接するように押圧用ロールを設置して、調光フィルムとなる積層体の厚み方向に対して押圧する方法が挙げられる。10

#### 【0082】

この場合、調光フィルムとなる積層体の厚み方向に対して、具体的には第2の透明樹脂基材、調光材料、第1の透明樹脂基材を貼り合わせた面の垂直方向に対して、第2の透明樹脂基材の表面(調光材料と接している面とは反対の面)側から第1の透明樹脂基材方向へ押圧することができ、押しムラなく均一に力を加えることが可能となり、より色むらなく外観に優れた調光フィルムを製造することが可能となる。なお、調光フィルムとなる積層体の厚み方向に対して、第1の透明樹脂基材の表面(調光材料と接している面とは反対の面)側から第2の透明樹脂基材方向へ押圧する場合は、第1の透明樹脂基材の表面(調光材料と接している面とは反対の面)側で押圧用ロールが接するように押圧用ロールを設置する。20

#### 【0083】

また、本発明の調光フィルムの製造方法の上記(b)工程において、第1の透明樹脂基材側及び第2の透明樹脂基材側の両側から押圧してもよい。上記押圧する方法としては、均一に力を加えることができる方法であれば特に制限はないが、例えば、第1の透明樹脂基材上に塗布された調光材料上への第2の透明樹脂基材の貼り合わせ部分において、第1の透明樹脂基材の表面(調光材料と接している面とは反対の面)側及び第2の透明樹脂基材の表面(調光材料と接している面とは反対の面)側で押圧用ロールが接するように、それぞれ1つずつ2つの押圧用ロールを設置することで両側から押圧することができる。この場合、第1の透明樹脂基材の表面側及び第2の透明樹脂基材の表面側の双方から押圧することができ、調光材料中に空気が混入しづらく、また、第2の透明樹脂基材の貼り合わせ時に混入した空気を押し出しやすい傾向がある。30

#### 【0084】

(b)工程における押圧により、調光フィルム中のボイド発生を抑制することが可能となり、色むらなく外観に優れた調光フィルムを製造することが可能となる。

#### 【0085】

本発明の調光フィルムの製造方法の(c)工程においては、エネルギー線を、第1の透明樹脂基材側及び第2の透明樹脂基材側の両側から照射することが好ましい。前記方法により、調光材料中の樹脂マトリックスを形成する高分子媒体が充分に硬化し、また、調光層と透明樹脂基材との界面における光調整懸濁液の凝集を防ぐことができ、調光層と透明樹脂基材との密着性が向上する傾向にある。40

#### 【0086】

また、エネルギー線源としては、例えば、メタルハライドランプ、高圧水銀灯等を用いることができる。

#### 【0087】

エネルギー線として、例えば、UV-A(320~390nm程度)の波長領域の紫外線を使用する場合、積算光量としては、上記両側からの積算光量の合計で500~4000mJ/cm<sup>2</sup>であることが好ましく、500~2000mJ/cm<sup>2</sup>であることがより好ましい。また、照度としては、100~400mW/cm<sup>2</sup>であることが好ましく、250~300mW/cm<sup>2</sup>であることがより好ましい。50

**【0088】**

前記(a)工程において、第1の透明樹脂基材をロールから巻出し、前記(b)においても第2の透明樹脂基材をロールから巻き出し、且つ前記(c)工程で得られた調光フィルムをロールで巻き取る工程をさらに有することが好ましい。

**【0089】**

この方法によれば、均質で均一な膜厚の調光層を有する調光フィルムを連続的に製造することが可能である。また、この方法によれば、第1の透明樹脂基材及び第2の透明樹脂基材の巻だし、第1の透明樹脂基材への調光材料の塗工、第2の透明樹脂基材の貼り合わせ、エネルギー線の照射、調光フィルムの巻き取り等調光フィルム製造工程を連続的に一貫して行うことができる。従って、製造工程が複雑化することもなく、不活性雰囲気下、真空中でのエネルギー線照射の必要がないため大がかりな装置を用いることなく、全体に均一な外観と、調光層と透明樹脂基材との密着性に優れた調光フィルムを連続的に製造することが可能である。10

**【0090】**

ロールの巻だし及び巻き取りの速度としては、特に制限はないが、例えば、0.5~100m/分であれば均一で外観よく密着性に優れた調光フィルムを連続的に製造することができ好ましい。

**【0091】****<8>調光フィルムの利用**

調光性能を発揮させる条件は特に制限はないが、通常、使用電源は交流で、10~220ボルト(実効値)、30Hz~500kHzの周波数の範囲で作動させることができる。20

**【0092】**

本発明の製造方法によって得られる調光フィルムは、例えば、室内外の仕切り(パーテイション)、建築物用の窓硝子/天窓、電子産業及び映像機器に使用される各種平面表示素子、各種計器板と既存の液晶表示素子の代替品、光シャッター、各種室内外広告及び案内標示板、航空機/鉄道車両/船舶用の窓硝子、自動車用の窓硝子/バックミラー/サンルーフ、眼鏡、サングラス、サンバイザー等の用途に好適に使用することができる。特に曲面を有するような基材に有用である。

**【0093】**

調光フィルムの適用法としては、調光フィルムを直接適用することも可能であるが、例えば、調光フィルムを2枚の基材に挟持させる方法、基材の片面に貼り付ける方法等也可能である。前記基材としては、ガラス板を用いることができる。なお、本発明においていうガラス板とは、可視光線等に透明な基板を意味し、二酸化ケイ素を主成分とする一般的なガラス板の他、種々の組成の無機材料のガラス板、透明なアクリル樹脂、ポリカーボネート樹脂等の有機材料を用いた樹脂ガラス板も含む。30

**【0094】**

本発明の調光フィルムを用いると、特に曲面の存在するガラスなどに適用してもフィルムの追従性が良く、調光性能の不均一さなどが多くなく、全体に均一な外観と均一で安定な調光性能を有する調光ガラスを得ることができる。40

**【0095】**

従来技術である液晶を使用した調光フィルムの製造における水を用いたエマルジョンによる方法を使用すると、液晶が水分と反応して光調整特性を失うことが多く、同一の特性のフィルムを製造しにくいという問題がある。

**【0096】**

本発明においては、液晶ではなく、光調整粒子が光調整懸濁液内に分散されている液状の光調整懸濁液を使用するため、液晶を利用した調光フィルムとは異なり、電界が印加されていない場合にも光が散乱せず、鮮明度が優れて視野角の制限のない着色状態を表す。そして、光調整粒子の含量、液滴形態や膜厚を調節したり、又は電界強度を調節したりすることにより、光可変度を任意に調節できる。50

## 【0097】

また、本発明の調光フィルムは、液晶を用いないことから、紫外線露光による色調変化及び可変能力の低下、大型製品特有の透明樹脂基材の周辺部と中央部間に生ずる電圧降下に伴う応答時間差も解消される。

## 【0098】

本発明の調光フィルムの製造方法によって得られる調光フィルムの構造及び動作を図面により更に詳しく説明する。

## 【0099】

図1は、本発明の一態様の調光フィルムの構造概略図である。調光層1が、透明導電膜5がコーティングされている透明樹脂基材6からなる透明導電性基材4の2枚の間に挟まれている。スイッチ8の切り換えにより、電源7と2枚の透明導電膜5の接続、非接続を行う。調光層1は、高分子を硬化させた樹脂マトリックス2と、樹脂マトリックス2内に液滴3の形態で分散されている液状の光調整懸濁液からなる。10

## 【0100】

図2は、図1に示した調光フィルムの作動を説明するための図面で、スイッチ8が切れ、電界が印加されていない場合を示す。この場合には、液状の光調整懸濁液の液滴3を構成している分散媒9の中に分散している光調整粒子10のブラウン運動により、入射光11は光調整粒子10に吸収、散乱又は反射され、透過できない。

## 【0101】

しかし、図3に示すように、スイッチ8を接続して電界を印加すると、光調整粒子10が印加された電界によって形成される電場と平行に配列するため、入射光11は配列した光調整粒子10間を通過するようになる。このようにして、散乱及び透明性の低下のない光透過機能が付与される。20

## 【実施例】

## 【0102】

以下、本発明の実施例及びその比較例によって本発明を更に具体的に説明する。

## 【0103】

## &lt;調光材料の製造例&gt;

## (光調整粒子の製造例)

光調整粒子を製造するために、攪拌機及び冷却管を装着した500mlの四つ口プラスコに、ニトロセルロース1/4LIG(商品名、ベルジュラックNC社製)15質量%の酢酸イソアミル(試薬特級、和光純薬工業株式会社製)希釀溶液87.54g、酢酸イソアミル44.96g、脱水CaI<sub>2</sub>(化学用、和光純薬工業株式会社製)4.5g、無水エタノール(有機合成用、和光純薬工業株式会社製)2.0g、精製水(精製水、和光純薬工業株式会社製)0.6gの溶液に、ヨウ素(JIS試薬特級、和光純薬工業株式会社製)4.5gを溶解し、光調整粒子の基盤形成物質であるピラジン-2,5-ジカルボン酸2水和物(PolyCarbon Industries製)3gを添加した。3045で3時間攪拌して反応を終了させた後、超音波分散機で2時間分散させた。このとき、混合液の色相は、茶色から暗紺色に変化した。

## 【0104】

次に、反応溶液から一定な大きさの光調整粒子を取り出すために、遠心分離機を用いて光調整粒子を分離した。反応溶液を750Gの速度で10分間遠心分離して沈殿物を取り除き、更に7390Gで2時間遠心分離して、浮遊物を取り除き、沈殿物粒子を回収した。この沈殿物粒子は、サブミクロン粒子アナライザ(N4MD、ベックマン・コールタ社製)で測定した平均粒径が0.36μmを有する針状結晶であった。この沈殿物粒子を光調整粒子とした。40

## 【0105】

## (光調整懸濁液の製造例)

前記の(光調整粒子の製造例)で得た光調整粒子45.5gを、光調整懸濁液の分散媒としてのアクリル酸ブチル(和光特級、和光純薬工業株式会社製)/メタクリル酸2,250

, 2 - トリフルオロエチル(工業用、共栄社化学工業株式会社製) / アクリル酸 2 - ヒドロキシエチル(和光 1 級、和光純薬工業株式会社製)共重合体(モノマーモル比: 1.8 / 1.5 / 0.5、重量平均分子量: 2,000、屈折率 1.4719) 50 g に加え、攪拌機により 30 分間混合した。次いで酢酸イソアミルを、ロータリーエバポレーターを用いて 133 Pa の真空で 80 °C、3 時間減圧除去し、光調整粒子の沈降及び凝集現象のない安定な液状の光調整懸濁液を製造した。

#### 【0106】

(エネルギー線硬化型シリコーン系樹脂の製造例)

ディーンスタークトラップ、冷却管、攪拌機、加熱装置を備えた四つ口フラスコに、両末端シラノールポリジメチルシロキサン(試薬、チッソ株式会社製) 17.8 g、両末端シラノールポリジメチルジフェニルシロキサン(試薬、チッソ株式会社製) 62.2 g、(3-アクリロキシプロピル)メチルジメトキシシラン(試薬、チッソ株式会社製) 20 g、2-エチルヘキサン錫(和光純薬工業株式会社製) 0.1 g を仕込み、ヘプタン中で 100 °C で 3 時間リフラックスし、反応を行った。10

#### 【0107】

次いで、トリメチルエトキシシラン(試薬、チッソ株式会社製) 25 g を添加し、2 時間リフラックスし、脱アルコール反応させ、ヘプタンを、ロータリーエバポレーターを用いて 100 Pa の真空で 80 °C、4 時間減圧除去し、重量平均分子量 35000、屈折率 1.4745 のエネルギー線硬化型シリコーン系樹脂を得た。NMR の水素積分比からこの樹脂のエチレン性不飽和結合濃度は、0.31 モル / kg であった。なお、エチレン性不飽和結合濃度は下記の方法により測定した。20

#### 【0108】

[エチレン性不飽和結合濃度の測定方法]

エチレン性不飽和結合濃度(モル / kg)は、NMR の水素積分比から算出した(エチレン性不飽和結合の水素の 6 ppm 近傍の積分値、フェニル基の水素の 7.5 ppm 近傍の積分値、及びメチル基の水素の 0.1 ppm 近傍の積分値を使用)。測定溶媒は CDC<sub>13</sub> とした。上記で製造した樹脂においては、NMR の水素積分比から算出した質量比率がメチル基 : フェニル基 : エチレン性不飽和結合基 = 11 : 6.4 : 1、全体の中のエチレン性不飽和結合基の割合は 5.4 %、各々の分子量から 1 分子あたりのエチレン性不飽和結合基の数は 9.35、よって、1 kg あたりのモル数は 0.31 モル / kg と算出した。30

#### 【0109】

(調光材料の製造例)

前記(エネルギー線硬化型シリコーン系樹脂の製造例)で得たエネルギー線硬化型シリコーン樹脂 10 g、光重合開始剤としてのビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)フェニルフォスフィンオキサイド(チバ・スペシャルティ・ケミカルス株式会社製) 0.2 g、着色防止剤としてのジブチル錫ジラウレート 0.3 g に、前記(光調整懸濁液の製造例)で得た光調整懸濁液 2.5 g を添加し、1 分間機械的に混合し、調光材料を製造した。40

#### 【0110】

<調光フィルムの製造例>

(実施例 1)

この調光材料を、ITO(インジウム錫の酸化物)の透明導電膜(厚み 300 nm)がコーティングされている表面電気抵抗値が 200 ~ 300 Ω のポリエチレンテレフタレートフィルム(商品名: 300R、東洋紡績株式会社製、厚み: 125 μm)(第 1 の透明樹脂基材)をロールから巻出し、ダイコーターを用いて、乾燥膜厚が 90 μm、塗工速度(フィルムの巻出し速度) 2 m / 分で塗布した。

#### 【0111】

次いで、塗布された調光材料上に第 1 の透明樹脂基材と同じポリエチレンテレフタレートフィルム(第 2 の透明樹脂基材)を貼り合わせた。この際、第 1 の透明樹脂基材と第 250

の透明樹脂基材との貼り合わせ部分において、第2の透明樹脂基材の表面（調光材料と接している面とは反対の面）側で押圧用ロールが接するように押圧用ロールを設置して、調光フィルムとなる積層体の厚み方向に対して押圧した。

#### 【0112】

その後、出力80mW/cmに調整されたメタルハライドランプを第1の透明樹脂基材方向及び第2の透明樹脂基材方向の両側に設置し、積算光量（2つのメタルハライドランプの合計）で40000mJ/cm<sup>2</sup>（測定；UV Power Pack S/N 8601UV-A（320～390nm）フェージョン製）の紫外線を照射し、光調整懸濁液が球形の液滴として、シリコーン樹脂内に紫外線硬化して分散形成された調光層を持つ、調光フィルムを製造した。

10

#### 【0113】

##### （実施例2）

第1の透明樹脂基材に塗布された調光材料上に、第2の透明樹脂基材を貼り合わせる際に、第1の透明樹脂基材と第2の透明樹脂基材との貼り合わせ部分において、第1の透明樹脂基材の表面（調光材料と接している面とは反対の面）側及び第2の透明樹脂基材の表面（調光材料と接している面とは反対の面）側で、押圧用ロールが接するようにそれぞれ1つずつ2つの押圧用ロールを設置して、調光フィルムとなる積層体の厚み方向に対して、両側から押圧した他は実施例1と同様に調光フィルムを製造した。

#### 【0114】

##### （比較例1）

20

上記で製造した調光材料を、ITO（インジウム錫の酸化物）の透明導電膜（厚み300）がコーティングされている、表面電気抵抗値が200～300/Sqのポリエチレンテレフタレートフィルム（商品名：300R、東洋紡績株式会社製、厚み：125μm）（第1の透明樹脂基材）上に、ダイコーターで乾燥膜厚が90μmになるように塗布した。その後、充分に窒素置換された雰囲気下で出力80mW/cmに調整されたメタルハライドランプを第1の透明樹脂基材方向及び調光材料塗布面方向の両側に設置し、積算光量（2つのメタルハライドランプの合計）で40000mJ/cm<sup>2</sup>（測定；UV Power Pack S/N 8601UV-A（320～390nm）フェージョン製）の紫外線を照射した。

#### 【0115】

30

次いで、前記と同じポリエチレンテレフタレートフィルム（第2の透明樹脂基材）をラミネータで貼合わせた。

#### 【0116】

各実施例及び比較例で製造した調光フィルムを用いて、下記記載の方法により接着強度、色むら、光透過率及びコントラストの評価を行った。結果を表1に示す。

#### 【0117】

##### <調光層の接着強度の測定方法>

接着強度の測定はレオメーター、STROGRAPH E-S（東洋精機株式会社）を使用し、90°ピール、ロード加重50N、引き上げスピード50mm/minで測定した。接着強度はそれぞれの調光フィルムを用いた試験における破壊モードでの接着強度とした。

40

#### 【0118】

##### <色むら>

各実施例及び各比較例で得られた調光フィルムについて、検反板で、電界未印加時における濃度の均一性（濃淡）を目視にて観察した。評価基準は下記の通りである。

#### 【0119】

：色が均一

×：部分的にムラがあるが全体的にほぼ均一

##### <光透過率及びコントラスト>

各実施例及び比較例で得られた調光フィルムの電界未印加時と400Hzの交流電圧（

50

実効値) 100V の電界印加時における光透過率を測定した。調光フィルムの光透過率は、分光式色差計 (SZ-90、日本電色工業株式会社製) を使用し、A光源、視野角2度で測定したY値(%)を光透過率とした。また、電界印加時の光透過率から電界未印加時の光透過率を減じコントラストを算定した。

【表1】

項目	接着強度 (N/m)	色むら (外観)	光透過率(%)		コントラスト
			(Off)	(On)	
実施例1 (凝集破壊)	1.0	◎	0.9	52.3	51.4
実施例2 (凝集破壊)	1.4	◎	0.8	51.1	50.3
比較例1 (界面剥離)	0.5	×	0.6	50.1	49.5

10

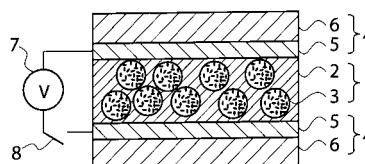
## 【産業上の利用可能性】

## 【0120】

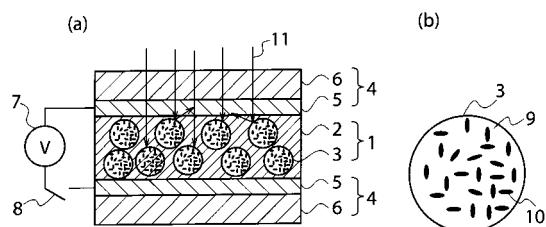
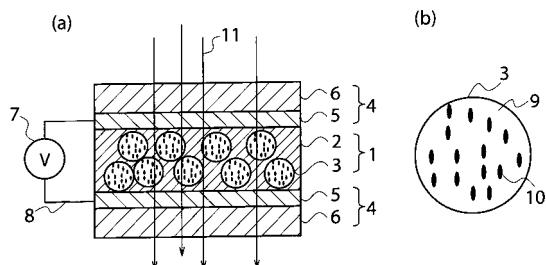
本発明の調光フィルムの製造方法によれば、全体に均一な外観と、調光層と透明樹脂基材との密着性に優れた調光フィルムを得ることが可能である。

【図1】

【図3】



【図2】



---

フロントページの続き

審査官 藤田 都志行

(56)参考文献 特開2002-189123(JP,A)  
特開平04-152324(JP,A)  
特開平10-328612(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G02F 1/167