

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6268622号  
(P6268622)

(45) 発行日 平成30年1月31日(2018.1.31)

(24) 登録日 平成30年1月12日(2018.1.12)

(51) Int. Cl. F I  
**CO9K 19/54 (2006.01)** CO9K 19/54 Z  
**GO2F 1/1334 (2006.01)** GO2F 1/1334

請求項の数 22 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2016-524106 (P2016-524106)	(73) 特許権者	500239823 エルジー・ケム・リミテッド
(86) (22) 出願日	平成27年2月26日 (2015. 2. 26)		大韓民国 07336 ソウル, ヨンドウ ンポグ, ヨイデロ 128
(65) 公表番号	特表2016-535803 (P2016-535803A)	(74) 代理人	110000877 龍華国際特許業務法人
(43) 公表日	平成28年11月17日 (2016. 11. 17)	(72) 発明者	オウ、ドン ヒュン 大韓民国・ソウル・ヨンドウ ンポグ・ヨイデロ・128 エル ジー・ケム・リミテッド内
(86) 国際出願番号	PCT/KR2015/001877	(72) 発明者	ミン、スン ジョーン 大韓民国・ソウル・ヨンドウ ンポグ・ヨイデロ・128 エル ジー・ケム・リミテッド内
(87) 国際公開番号	W02015/130104		
(87) 国際公開日	平成27年9月3日 (2015. 9. 3)		
審査請求日	平成28年4月22日 (2016. 4. 22)		
(31) 優先権主張番号	10-2014-0022463		
(32) 優先日	平成26年2月26日 (2014. 2. 26)		
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)		
(31) 優先権主張番号	10-2015-0027199		
(32) 優先日	平成27年2月26日 (2015. 2. 26)		
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液晶カプセルの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

液晶化合物と親油性反応性化合物を含む液晶溶液及び非イオン性界面活性剤を含む第1水溶液を混合し、液晶滴の平均粒径が400nm以下になるように前記混合した溶液にせん断力を印加して、前記水溶液内に分散された液晶滴を形成する段階と、

前記液晶滴が形成された混合物に、非イオン性界面活性剤及び前記親油性反応性化合物と重合されるかまたは前記親油性反応性化合物の重合を誘導する親水性化合物を含む第2水溶液を混合し、前記液晶滴と水溶液の界面で前記親油性反応性化合物の反応を誘導する段階と、を含む液晶カプセルの製造方法。

【請求項 2】

液晶溶液は、液晶化合物100重量部に対して、5重量部～60重量部の親油性反応性化合物を含む請求項1に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項 3】

液晶化合物は、ネマチック液晶化合物である請求項1または2に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項 4】

液晶化合物は、異常屈折率と正常屈折率の差が、0.01～0.4の範囲内にある請求項1から3のいずれか一項に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項 5】

親油性反応性化合物は、1モル濃度の塩化ナトリウム水溶液に対する溶解度が、0.2

重量%以下である請求項1から4のいずれか一項に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項6】

親油性反応性化合物は、親電子体またはラジカル反応性化合物である請求項1から5のいずれか一項に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項7】

親電子体は、多価イソシアネート化合物、多価エポキシ化合物または多価イソチオシアネート化合物である請求項6に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項8】

ラジカル反応性化合物は、チオール化合物、ビニルエーテル化合物またはアクリレート化合物である請求項6に記載の液晶カプセルの製造方法。

10

【請求項9】

液晶溶液は、異方性染料をさらに含む請求項1から8のいずれか一項に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項10】

異方性染料は、液晶化合物100重量部に対して、0.1~5重量部で含まれる請求項9に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項11】

液晶溶液は、分散安定剤をさらに含む請求項1から10のいずれか一項に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項12】

分散安定剤は、アルカン、アルコールまたはペルフルオロアルカンである請求項11に記載の液晶カプセルの製造方法。

20

【請求項13】

非イオン性界面活性剤は、両親性ブロック共重合体、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビトル脂肪酸エステルまたはグリセリン脂肪酸エステルである請求項1から12のいずれか一項に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項14】

両親性ブロック共重合体は、ポリ(エチレンオキシド-b-プロピレンオキシド)である請求項13に記載の液晶カプセルの製造方法。

30

【請求項15】

親水性化合物は、1モル濃度の塩化ナトリウム水溶液に対する溶解度が、5重量%以上である請求項1から14のいずれか一項に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項16】

親水性化合物は、親核体またはラジカル開始剤である請求項1から15のいずれか一項に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項17】

親核体は、多価アルコール化合物、多価アミン化合物、多価アミノアルコール化合物、多価チオール化合物、多価ヒドロキシチオール化合物、多価アミノチオール化合物、多価アミノ酸化合物及び多価メルカプトカルボン酸化合物からなる群より選択される1種以上である請求項16に記載の液晶カプセルの製造方法。

40

【請求項18】

ラジカル開始剤は、非イオン性ラジカル開始剤である請求項16に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項19】

液晶化合物及び最大吸光波長が、400~1500nmの範囲内にあり、異色性比が、2~15の範囲内にある異方性染料を含むコア部と、前記液晶化合物を取り囲んでいる高分子セルとを含む請求項9又は10に記載の液晶カプセルの製造方法。

【請求項20】

光変調装置の製造方法であって、

50

請求項 1 に記載の液晶カプセルの製造方法により液晶カプセルを製造する段階を含み、前記光変調装置は請求項 1 に記載の製造方法により製造された前記液晶カプセルを含む液晶セルを有する、

光変調装置の製造方法。

【請求項 2 1】

さらに、前記液晶カプセルを含むコーティング液を、電極配線がパターンされた等方性フィルム上にコーティングする段階と、

全面蒸着された電極を含むフィルムと接着して、前記液晶セルを製造する段階とを含む請求項 2 0 に記載の光変調装置の製造方法。

【請求項 2 2】

さらに、前記液晶セルの上下板に吸収軸が直行方向である偏光板をそれぞれ接着する段階を含む請求項 2 1 に記載の光変調装置の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、液晶カプセルの製造方法、液晶カプセル及びその用途に関する。

【背景技術】

【0002】

液晶カプセルは、一般的に、攪拌機を利用して液晶とカプセル膜物質を攪拌して製造する。しかし、この場合、液晶カプセルの大きさを均一に具現しにくい。不均一な大きさの液晶カプセルを利用した液晶表示装置は、液晶カプセルの大きさによって電気光学的特性が変わり、液晶カプセルの大きさが不均一なので、液晶カプセルを構成する液晶とカプセル膜との間の屈折率の差によって散乱が発生して、光特性が低下される問題点がある。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

本発明は、液晶カプセルの製造方法、液晶カプセル及びその用途を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0004】

本発明は、液晶化合物と親油性反応性化合物を含む液晶溶液及び非イオン性界面活性剤を含む第 1 水溶液を混合し、前記水溶液内に分散された液晶滴を形成する段階と、前記液晶滴が形成された混合物に、前記親油性反応性化合物と重合されるかまたは前記親油性反応性化合物の重合を誘導する親水性化合物を含む第 2 水溶液を混合し、前記液晶滴と水溶液の界面で前記親油性反応性化合物の反応を誘導する段階と、を含む液晶カプセルの製造方法に関する。

【0005】

高分子水溶液に液晶を加えた後、せん断力を印加して液晶カプセルを製造する既存の方法と異なり、本発明は、液晶化合物を溶媒で使用することを一つの特徴とする。

【0006】

本明細書で「液晶化合物が溶媒で使用される」とは、液晶溶液において液晶化合物が親油性反応性化合物対比過量で適用されて溶媒として作用することを意味する。

【0007】

したがって、一具体例で、液晶溶液は、液晶化合物 100 重量部に対して 5 重量部～60 重量部の親油性反応性化合物を含むことができる。例えば、親油性反応性化合物は、液晶化合物 100 重量部に対して 5 重量部～50 重量部または 10 重量部～40 重量部で含まれることができる。

【0008】

液晶化合物を溶媒で使用して液晶カプセルを製造する場合、均一な大きさの液晶カプセルを製造することができ、液晶カプセルの大きさを容易に調節することができ、前記液晶カプセルが適用された液晶セルの光学特性が優秀な利点がある。

10

20

30

40

50

## 【0009】

また、本発明は、液晶カプセルを製造する過程全般において、水溶液上でイオンを形成しない物質を使用することを一つの特徴とする。液晶カプセルの製造過程でイオンが形成される場合、形成されたイオンにより反応が不均一に起きる恐れがある。これとは逆に、水溶液上でイオンを形成しない非イオン性物質を使用する場合、反応過程でイオンが形成されないので、反応が均一に起きることができる。これによって、均一な大きさの液晶カプセルを製造することができ、製造された液晶カプセルが適用された液晶セルの光学特性を向上させることができる。非イオン性物質は、例えば、後述のように、非イオン性界面活性剤及び非イオン性ラジカル開始剤を含む。

## 【0010】

本発明の液晶カプセルの製造方法は、液晶滴を形成する段階及び高分子セルを形成する段階を含む。液晶滴を形成する段階は、液晶化合物と親油性反応性化合物を含む液晶溶液及び非イオン性界面活性剤を含む第1水溶液を混合し、前記水溶液内に分散された液晶滴を形成する段階を含む。

## 【0011】

一つの実例で、液晶化合物は、これに限定されるものではないが、ネマチック液晶化合物であることができる。前記液晶化合物は、例えば、異常屈折率と正常屈折率の差が、 $0.01 \sim 0.4$  または  $0.01 \sim 0.3$  の範囲内にある液晶化合物であることができる。本明細書で特別に言及しない限り、屈折率は、 $550 \text{ nm}$  を基準で測定したことを意味する。また、前記液晶化合物は、異常誘電率と正常誘電率の差が、 $2 \sim 40$  の範囲内にある

## 【0012】

一つの実例で、親油性反応性化合物は、 $1 \text{ M}$  の塩化ナトリウム水溶液に対する溶解度が、 $1 \text{ 重量}\%$  以下の化合物であることができる。一つの実例で、親油性反応性化合物は、 $1 \text{ M}$  の塩化ナトリウム水溶液に対する溶解度が、 $0.5 \text{ 重量}\%$  以下、 $0.3 \text{ 重量}\%$  以下、 $0.2 \text{ 重量}\%$  以下または  $0.1 \text{ 重量}\%$  以下であることができる。

## 【0013】

一つの実例で、親油性反応性化合物は、親電子体またはラジカル反応性化合物であることができる。

## 【0014】

親電子体は、これに限定されるものではないが、多価イソシアネート化合物、多価エポキシ化合物または多価イソチオシアネート化合物であることができる。本明細書で多価化合物とは、 $2$  以上の官能基を含む化合物を意味し、多価化合物は、例えば、 $2 \sim 10$  個、 $2 \sim 8$  個、 $2 \sim 6$  個または  $2 \sim 4$  個の官能基を含む化合物であることができる。例えば、親電子体は、イソホロンジイソシアネート、トルエンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、トリメチレンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、 $1, 2$ -プロピレンジイソシアネート、 $1, 2$ -ブチレンジイソシアネート、ブチリレンジイソシアネート、チオヘキシルメタンジイソシアネート、 $1, 3$ -シクロペンタンジイソシアネート、 $1, 4$ -シクロヘキサンジイソシアネート、 $1, 3, 5$ -ベンゼントリイソシアネート、 $1, 2, 4$ -ベンゼントリイソシアネート及びこれらの混合物からなる群より選択される  $1$  種以上であることができる。

## 【0015】

一つの実例で、ラジカル反応性化合物は、チオール化合物、ビニルエーテル化合物またはアクリレート化合物であることができる。例えば、ラジカル反応性化合物は、トリメチロールプロパントリアクリレート、トリメチロールプロパンエトキシトリアクリレート、グリセリンプロポキシ化トリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ペンタエリスリトールペンタアクリレート、ジペンタエリスリトールトリアクリレート、ジペンタエリスリトールテトラアクリレ

10

20

30

40

50

ト、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、ウレタンアクリレート、エステルアクリレート、エポキシアクリレート、エーテルアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、ラウリルアクリレート、アクリルペンダント (acryl pendant) 及びベンジルメタクリレートからなる群より選択される 1 種以上であることができる。

【0016】

一つの例示で、液晶溶液は、異方性染料をさらに含むことができる。

【0017】

一つの具体例で、異方性染料は、最大吸光波長が、400 ~ 1500 nm の範囲内にあり、異色性比が、2 ~ 15 の範囲内にあることができる。

10

【0018】

一つの具体例で、異方性染料は、液晶化合物 100 重量部に対して、0.1 ~ 5 重量部、0.1 ~ 3 重量部、0.2 ~ 2 重量部または 0.5 ~ 1.5 重量部で含まれることができる。

【0019】

一つの例示で、液晶溶液は、分散安定剤をさらに含むことができる。液晶溶液に分散安定剤を含むことで、液晶滴が沈澱されることを防止し、優秀な分散性を維持することができる。

【0020】

一つの具体例で、分散安定剤は、アルカン、アルコールまたはペルフルオロアルカンであることができる。例えば、分散安定剤は、これに限定されるものではないが、ヘキサデカン、セチルアルコールまたはペルフルオロデカンを含む。

20

【0021】

一つの具体例で、分散安定剤は、液晶化合物 100 重量部に対して、1 ~ 10 重量部、3 ~ 8 重量部または 4 ~ 7 重量部で含まれることができる。

【0022】

液晶滴の形成に使用される非イオン性界面活性剤は、水溶液でイオン化されない界面活性剤であれば、制限なしに利用が可能である。非イオン性界面活性剤の種類は、当業界によく知られており、公知された非イオン性界面活性剤を制限なしに利用することができる。一つの具体例で、非イオン性界面活性剤は、これに限定されるものではないが、両親性ブロック共重合体、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビトル脂肪酸エステルまたはグリセリン脂肪酸エステルであることができる。例えば、非イオン性界面活性剤は、セトマクロゴール 1000、セトステアリルアルコール、セチルアルコール、ココミド DEA (cocamide diethanolamine; cocamide DEA)、ココミド MEA (cocamide monoethanolamine; cocamide MEA)、デシルグルコシド、Igepal CA-630、イソセテス-20 (isoceteth-20)、ラウリルグルコシド、モノラウリン、オクチルフェノキシポリエトキシエタノール、ノンオキシノール-9 (nonoxynol-9)、NP-40、オクタエチレングリコールモノドデシルエーテル、N-オクチル-D-チオグルコピラノシド、オクチルグルコシド、オレイルアルコール、ペンタエチレングリコールモノドデシルエーテル、ポロキサマー、ポリグリセロールポリリシノレート、ポリソルベート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタントリステアレート、ステアリルアルコール、トリトン X-100、ツイン 80、ポリ(エチレンオキシド-b-プロピレンオキシド)、ポリオキシエチレン-b-ポリジメチルシロキサンなどを含む。例えば、非イオン性界面活性剤は、ポリ(エチレンオキシド-b-プロピレンオキシド)であることができる。非イオン性界面活性剤としてポリ(エチレンオキシド-b-プロピレンオキシド)が使用される場合、エチレンオキシド単位体とプロピレンオキシド単位体は、4:6 ~ 2:8 の重量比で含まれることができる。

30

40

【0023】

一つの例示で、第 1 水溶液は、水 100 重量部に対して、0.01 重量部 ~ 5.0 重量

50

部、0.01重量部～3重量部、0.01重量部～1重量部、0.05重量部～1重量部または0.1重量部～0.5重量部の非イオン性界面活性剤を含むことができる。

【0024】

一つの例示で、液晶滴は、液晶溶液と第1水溶液の混合物にせん断力(shear force)を印加して形成することができる。せん断力の印加は、超音波または磁気攪拌(magnetic stirring)処理するか、高圧均質機(high pressure homogenizer)、微細流体チャンネル(microfluidic channel)またはSPG(Shirasu porous glass)などを利用して実行することができる。

【0025】

一つの具体例で、せん断力は、液晶滴の平均粒径が、400nm以下、350nm以下または300nm以下になるように印加することができる。液晶溶液と第1水溶液の混合物に加わるせん断力の強度によって形成される液晶滴の大きさが変わる。したがって、せん断力の強度を調節することで、液晶滴の大きさを調節することができる。

【0026】

一つの例示で、液晶溶液は、低極性揮発性化合物をさらに含むことができる。低極性揮発性化合物は、誘電定数が、1～5である化合物、及び/または沸点が、50～80である化合物であることができる。

【0027】

前記低極性揮発性化合物は、液晶化合物100重量部に対して、180重量部～350重量部で含まれることができる。

【0028】

一方、高分子セルを形成する段階は、液晶滴が形成された前記混合物に前記親油性反応性化合物と重合されるか、または前記親油性反応性化合物の重合を誘導する親水性化合物を含む第2水溶液を混合し、前記液晶滴と水溶液の界面で前記親油性反応性化合物の反応を誘導する段階を含む。

【0029】

液晶カプセルの高分子セルは、液晶溶液に含まれる親油性反応性化合物と第2水溶液に含まれる親水性化合物の重合または親水性化合物により誘導される親油性反応性化合物の重合により形成される。例えば、親油性反応性化合物が親電子体であり、親水性化合物が親核体である場合、親電子体と親核体の重合反応により高分子セルが形成される。また、親油性反応性化合物がラジカル反応性化合物であり、親水性化合物がラジカル開始剤である場合、ラジカル開始剤によりラジカル反応性化合物の重合が起きて高分子セルが形成される。

【0030】

一つの例示で、親水性化合物は、1モル濃度の塩化ナトリウム水溶液に対する溶解度が、5重量%以上の化合物であることができる。一つの具体例で、親水性化合物は、1モル濃度の塩化ナトリウム水溶液に対する溶解度が、7重量%以上、8重量%以上、9重量%以上または10重量%以上であることができる。

【0031】

一つの具体例で、親水性化合物は、親核体またはラジカル開始剤であることができる。

【0032】

一つの具体例で、親核体は、多価アルコール化合物、多価アミン化合物、多価アミノアルコール化合物、多価チオール化合物、多価ヒドロキシチオール化合物、多価アミノチオール化合物、多価アミノ酸化合物及び多価メルカプトカルボン酸化合物からなる群より選択される1種以上であることができる。多価アルコールは、例えば、2価～10価のアルコールであることができ、炭素数2～20のアルキレングリコール、例えば、ブチレングリコール、プロピレングリコール、エチレングリコールなどの2価アルコールまたは炭素数3～20のアルカントリオール、例えば、グリセリン、ブタン-1,2,3-トリオールなどの3価アルコールを含む。

10

20

30

40

50

## 【0033】

一つの具体例で、親核体は、水100重量部に対して、0.1～10重量部、1～7重量部または1.5～5重量部で含まれることができる。

## 【0034】

ラジカル開始剤は、ラジカル反応性化合物の重合を起こすことができる物質を意味することで、本発明でラジカル開始剤は、非イオン性ラジカル開始剤であることができる。ラジカル開始剤は、水溶液内でイオンを形成しない非イオン性であれば、公知されたラジカル開始剤を制限なしに利用することができる。例えば、非イオン性ラジカル開始剤は、アゾ化合物であることができる。アゾ化合物は、2, 2'-アゾビス[2-(2-イミダゾリン-2-イル)プロパン]、2, 2'-アゾビス[2-(2-イミダゾリン-2-イル)プロパン]ジヒドロクロライド、2, 2'-アゾビス[2-(2-イミダゾリン-2-イル)プロパン]ジスルフェートジハイドレート、2, 2'-アゾビス(2-メチルプロピオンアミド)ジヒドロクロライド、2, 2'-アゾビス[N-(2-カルボキシエチル)-2-メチルプロピオンアミド]ハイドレート、2, 2'-アゾビス{2-[1-(2-ヒドロキシエチル)-2-イミダゾリン-2-イル]プロパン}ジヒドロクロライド、2, 2'-アゾビス(1-アミノ-1-ピロリジノ-2-エチルプロパン)ジヒドロクロライド、2, 2'-アゾビス{2-メチル-N-[1, 1-ビス(ヒドロキシメチル)-2-ヒドロキシエチル]プロピオンアミド}、2, 2'-アゾビス[2-メチル-N-(2-ヒドロキシエチル)プロピオンアミド]、VPE-0601、VPE-0201またはVPE-040などを含む。

10

20

## 【0035】

一つの具体例で、第2水溶液は、非イオン性界面活性剤をさらに含むことができる。非イオン性界面活性剤の種類は、上述のようである。

## 【0036】

一つの例示で、第2水溶液は、水100重量部に対して、0.01重量部～3.0重量部、0.01重量部～1重量部、0.05重量部～1重量部または0.05重量部～0.5重量部の非イオン性界面活性剤を含むことができる。

## 【0037】

また、本発明は、液晶化合物を含むコア部及び前記液晶化合物を取り囲んでいる高分子セルを含む液晶カプセルを提供する。

30

## 【0038】

一つの例示で、前記液晶カプセルは、上述した液晶カプセルの製造方法によって製造されたものであることができる。

## 【0039】

一つの具体例で、液晶化合物は、これに限定されるものではないが、ネマチック液晶化合物であることができる。前記液晶化合物は、例えば、異常屈折率と正常屈折率の差が、0.01～0.4または0.01～0.3の範囲内にある液晶化合物であることができる。本明細書で特別しない限り、屈折率は、550nmを基準で測定したことを意味する。また、前記液晶化合物は、異常誘電率と正常誘電率の差が、2～40の範囲内にあるポジティブ液晶化合物または-1～-20の範囲内にあるネガティブ液晶化合物であることができる。

40

## 【0040】

一つの具体例で、コア部は、異方性染料をさらに含むことができる。

## 【0041】

一つの具体例で、異方性染料は、最大吸光波長が、400～1500nmの範囲内にあり、異色性比が、2～15の範囲内にあるものであることができる。

## 【0042】

一つの具体例で、コア部は、液晶化合物100重量部に対して、0.1～5重量部、0.1～3重量部、0.2～2重量部または0.5～1.5重量部の異方性染料を含むことができる。

50

## 【0043】

また、本発明は、前記液晶カプセルの用途を提供する。本発明の液晶カプセルは、液晶の適用可能な多様な光変調装置に利用されることができる。したがって、本発明は、基板；及び前記基板の一面に形成されており、前記液晶カプセルを含む液晶層を有する光変調装置を提供する。光変調装置の製造方法及び種類は、当業界によく知られており、公知された製造方法を制限なしに利用して製造することができる。光変調装置は、これに限定されるものではないが、スマートウィンドウ (smart window)、等方性フィルム、偏光制御フィルムまたはフレキシブルLCDなどを含む。

## 【0044】

本発明による液晶カプセルを利用した光変調装置は、光学特性が優秀な利点がある。

10

## 【発明の効果】

## 【0045】

本発明によって製造された液晶カプセルは、透過度及び安全性が向上されて均一な散乱度を有する利点がある。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0046】

【図1】本発明の液晶カプセルの構造を示した図である。

【図2】本発明の一例による液晶カプセルのTEM (Transmission electron microscopy) 及びSEM (Scanning electron microscope) イメージを示した図である。

20

【図3】本発明の一例による液晶カプセルのTEMイメージを示した図である。

【図4】本発明の一例によって製造された液晶カプセルを適用した液晶セルと従来の液晶セルの透過度を比較した結果を示した図である。

【図5】本発明の一例によって製造された液晶カプセルを適用した液晶セルと従来の液晶セルのコントラスト (CR) を比較した結果を示した図である。図5において、横軸は、駆動電圧 (V) を示し、縦軸は、透過率 (%) を示す。

【図6】本発明の一例によって製造された液晶カプセルを適用した液晶セルと従来の液晶セルの透過度を比較した結果を示した図である。図6において、横軸は、駆動電圧 (V) を示し、縦軸は、コントラスト (CR) を示す。

## 【発明を実施するための形態】

30

## 【0047】

以下、本発明による実施例を通じて本発明をより詳しく説明するが、本発明の範囲は、下記提示された実施例により限定されるものではない。

## 【0048】

## 実施例1

液晶化合物 (ML 0223、Merk社製、異常屈折率及び正常屈折率の差：0.0799、異常誘電率と正常誘電率の差：3.9) 0.3g、ヘキサン0.7g及びIPDI (Isophorone diisocyanate、1MNaCl水溶液に対する溶解度：0.015重量%) 100mgを混合し、ヘキサデカン20mgを追加して液晶溶液を製造した。水3.5g及びPEO-b-PPO (poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=2:8) 7mgを混合して製造した第1水溶液を、前記液晶溶液と混合して混合物を製造した。混合物を氷水があるフラスコに入れて、温度を約10~20程度に維持した状態で、超音波処理によりせん断力を印加して液晶滴を形成した。超音波処理は、Branson sonifier W450 digital (tip size 6.5mm) 機器を使用して、70%の振幅で、オン/オフ(15秒間オン、5秒間オフ)方式で300秒間実行し、約350nm平均粒径の液晶滴を形成させた。グリセリン(1MNaCl水溶液に対する溶解度：50重量%) 38mg、水1g及びPEO-b-PPO (poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(et

40

50



ylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=4:6)1.7mgを含む混合物を液晶滴が形成された前記混合物と混合し、室温で約2時間攪拌した後、更に約65で約24時間の間攪拌して液晶カプセルを形成させた。遠心分離機で合成された液晶カプセルを分離し、約4gの水で3回洗浄した後、40のオーブンで20時間の間乾燥させて、粒径が約200nm程度である液晶カプセルを含む粉末約280mgを得た。前記粉末に約5mgのPEO-b-PPO(poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=3:7)、約180mgのポリビニルアルコール及び約3gの水を混合して、液晶カプセル混合物(LMC-1)を製造した。前記液晶カプセルの平均粒径は、DLS(dynamic light scattering)方式で測定し、これは以下でも同様である。

10

## 【0049】

## 実施例2

液晶化合物(HPC 2160、HCCH社製、異常屈折率及び正常屈折率の差:0.241、異常誘電率と正常誘電率の差:18.2)0.3g及びTDI(toluenediisocyanate、1MNaCl水溶液に対する溶解度:<0.1重量%)100mgを混合し、ヘキサデカン20mgを追加して液晶溶液を製造した。水3.5g及びPEO-b-PPO(poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=2:8)7mgを混合して製造した第1水溶液を前記液晶溶液と混合し、攪拌して混合物を製造した。混合物を氷水があるフラスコに入れて、温度を約10~20程度に維持した状態で、超音波処理によりせん断力を印加して液晶滴を形成した。超音波処理は、Branson sonifier W450 digital(tip size 6.5mm)機器を使用して、70%の振幅で、オン/オフ(15秒間オン、5秒間オフ)方式で300秒間実行し、約400nm平均粒径の液晶滴を形成させた。エチレンジアミン(1MNaCl水溶液に対する溶解度:10重量%)18mg、プロパン1,2,3-トリアミン(1MNaCl水溶液に対する溶解度:15重量%)10mg、水1g及びPEO-b-PPO(poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=4:6)1.7mgを混合して製造した第2水溶液を、液晶滴が形成された前記混合物と混合し、室温で約2時間の間攪拌し、更に約65で約24時間の間攪拌して液晶カプセルを形成した。液晶カプセルの形成後に遠心分離機で分離し、約4gの水で3回洗浄した後、40のオーブンで20時間乾燥し、平均粒径が約300nmである液晶カプセルの粉末約250mgを得た。前記粉末に、約4.5mgのPEO-b-PPO(poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=3:7)、170mgのポリビニルアルコール及び3gの水を加えて、液晶カプセル混合物(LMC-2)を製造した。

20

30

40

## 【0050】

## 実施例3

液晶化合物(HPC 2160、HCCH社製、異常屈折率及び正常屈折率の差:0.241、異常誘電率と正常誘電率の差:18.2)0.3g、トリプロピレングリコールジアクリレート(1MNaCl水溶液に対する溶解度:0.031重量%)50mg、PETA(pentaerythritol triacrylate、1MNaCl水溶液に対する溶解度:0.022重量%)10mg及びベンジルメタクリレート(1MNaCl水溶液に対する溶解度:0.014重量%)40mgを混合し、ヘキサデカン20mgを追加して液晶溶液を製造した。水3.5g及びPEO-b-PPO(poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylen

50

e oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=2:8)7mgを混合して製造した第1水溶液を、前記液晶溶液に加えて攪拌して混合物を製造した。混合物を氷水があるフラスコに入れて、温度を約10~20程度に維持した状態で、超音波処理によりせん断力を印加して液晶滴を形成した。超音波処理は、Branson sonifier W450 digital (tip size 6.5mm)機器を使用して、70%の振幅で、オン/オフ(15秒間オン、5秒間オフ)方式で300秒間実行し、約350nm平均粒径の液晶滴を形成させた。その後、水溶性ラジカル開始剤(VA057、Wako社製、1MNaCl水溶液に対する溶解度:34.7重量%)5mg、水1g及びPEO-b-PPO(poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=4:6)1.7mgを混合して製造した第2水溶液を、液晶滴が形成された前記混合物に加えて、室温で約2時間の間攪拌し、80で12時間の間更に攪拌して液晶カプセルを形成した。遠心分離機で液晶カプセルを分離し、約4gの水で3回洗浄した後に40のオーブンで約20時間乾燥し、平均粒径250nmの液晶カプセルの粉末300mgを得た。前記粉末300mgに4.5mgのPEO-b-PPO(poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=3:7)と、170mgのポリビニルアルコールと、3gの水を加えて、液晶カプセル混合物(LMC-3)を製造した。

10

20

## 【0051】

TEM(Transmission electron microscopy)及びSEM(Scanning electron microscope)イメージを撮影して、製造された前記混合物(LMC-3)の形状を確認した(図2)。

## 【0052】

## 実施例4

液晶化合物(ZGS8017、JNC社製、異常屈折率及び正常屈折率の差:0.11、異常誘電率と正常誘電率の差:3.4)0.3g及びTDI(toluenedicyanate、1MNaCl水溶液に対する溶解度:<0.1重量%)100mgを混合し、ヘキサデカン20mgを追加して液晶溶液を製造した。水3.5g及びPEO-b-PPO(poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=2:8)15mgを混合して製造した第1水溶液を前記液晶溶液と混合し、攪拌して混合物を製造した。混合物を氷水があるフラスコに入れて、温度を約10~20程度に維持した状態で、超音波処理によりせん断力を印加して液晶滴を形成した。超音波処理は、Branson sonifier W450 digital (tip size 6.5mm)機器を使用して、70%の振幅で、オン/オフ(15秒間オン、5秒間オフ)方式で300秒間実行し、約250nm平均粒径の液晶滴を形成させた。エチレンジアミン(1MNaCl水溶液に対する溶解度:10重量%)18mg、プロパン1,2,3-トリアミン(1MNaCl水溶液に対する溶解度:15重量%)10mg、水1g及びPEO-b-PPO(poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=4:6)1.7mgを混合して製造した第2水溶液を、前記に加えて室温で2時間攪拌した後、65で約24時間の間攪拌して液晶カプセルを形成した。遠心分離機を使用した分離した後、4gの水で3回洗浄し、40のオーブンで20時間の間乾燥して、平均粒径が約200nmの液晶カプセルの粉末260mgを得た。前記粉末に4.5mgのPEO-b-PPO(poly(ethylene oxide-b-propylene oxide)、EO(ethylene oxide unit)及びPO(propylene oxide unit)重量部(EO:PO)=3:7)、1

30

40

50

70 mgのポリビニルアルコール及び3 gの水を加えて、液晶カプセル混合物(LMC-4)を製造した。

【0053】

TEM(Transmission electron microscopy)イメージを撮影して、製造された前記混合物(LMC-3)の形状を確認した(図3)。

【0054】

実施例5

液晶化合物(HPC 2160、HCC社製、異常屈折率及び正常屈折率の差:0.241、異常誘電率と正常誘電率の差:18.2)0.3g、異方性ブラック染料(IRGAPHOR Black X12DC)3mg及びTDI(toluenediisocyanate、1MNaCl水溶液に対する溶解度:<0.1重量%)100mgを混合して液晶溶液を製造した。水3.5gに、PEO-b-PPO(poly(ethyleneoxide-b-propyleneoxide)、EO(ethyleneoxide unit)及びPO(propyleneoxide unit)重量部(EO:PO)=2:8)7mgを混合して製造した第1水溶液を前記液晶溶液に加えて、攪拌して混合物を製造した。混合物を氷水があるフラスコに入れて、温度を約10~20程度に維持した状態で、超音波処理によりせん断力を印加して液晶滴を形成した。超音波処理は、Branson sonifier W450 digital(tip size 6.5mm)機器を使用して、70%の振幅で、オン/オフ(15秒間オン、5秒間オフ)方式で300秒間実行し、約2100nmの平均粒径の液晶滴を形成させた。エチレンジアミン(1MNaCl水溶液に対する溶解度:10重量%)18mg、プロパン1,2,3-トリアミン(1MNaCl水溶液に対する溶解度:15重量%)10mg、水1g及びPEO-b-PPO(poly(ethyleneoxide-b-propyleneoxide)、EO(ethyleneoxide unit)及びPO(propyleneoxide unit)重量部(EO:PO)=4:6)1.7mgを混合して製造した第2水溶液を加えて、室温で2時間攪拌した後、65で約24時間の間攪拌して液晶カプセルを形成した。遠心分離機で分離した後、4gの水で3回洗浄した後、40のオーブンで20時間の間乾燥して、平均粒径が約2100nmの液晶カプセルの粉末250mgを得た。前記粉末に250mgに、4.5mgのPEO-b-PPO(poly(ethyleneoxide-b-propyleneoxide)、EO(ethyleneoxide unit)及びPO(propyleneoxide unit)重量部(EO:PO)=3:7)と、155mgのポリビニルアルコール及び3gの水を加えて、液晶カプセル混合物(LMC-5)を製造した。

【0055】

製造例1

実施例5の混合物(LMC-5)に、平均直径が約10µm程度であるシリカボールスパーサ(SP-210、Sekisui Chem社製)を、約1.5重量%の濃度で添加し、混合して均一に分散させてコーティング液を製造した。スリットコーターを利用して前記コーティング液を、一面にITO(Indium Tin Oxide)が形成されたPET(poly(ethylene terephthalate))フィルムのITO上にコーティングし、100のオーブンで約50分間乾燥した。その後、乾燥されたコーティング層の外郭に、公知の紫外線硬化性シーラント(sealant)を約1mm幅に塗布し、前記と同様に、一面にITOが形成されたPETフィルムのITO面を前記コーティング層と対向するように合着し、Fusion UV露光機(H-bulb)で前記シーラントを硬化させて光変調装置(液晶セル)を製造した。

【0056】

製造例2

実施例1の混合物(LCM-1)に、平均直径が約10µm程度であるシリカボールスパーサ(SP-210、Sekisui Chem社製)を、約1.5重量%の濃度で添加し、混合して均一に分散させてコーティング液を製造した。スリットコーターを利用し

10

20

30

40

50

て前記コーティング液を電極配線がパターンされた等方性フィルム上にコーティングした。電極配線がパターンされた等方性フィルムは、PC (polycarbonate) の一面にハードコーティング層が形成されており、前記ハードコーティング層上に1 $\mu$ m幅のstripe A1配線がパターンされている等方性のPC-PMMA (polycarbonate-poly(methyl methacrylate)) 2重層のフィルムを使用した。コーティングした後、100 $^{\circ}$ Cのオーブンで約50分間乾燥した。その後、乾燥されたコーティング層の外郭に公知の紫外線硬化性シーラント (sealant) を約1mm幅に塗布し、全面蒸着されたITO-PC/PMMAフィルムを合着し、Fusion UV露光機 (H-bulb) 70%、3m/minの速度で、前記シーラントを硬化した。前記硬化物の上下板に吸収軸が直交方向である偏光板を各々接着し、光変調装置 (フィルム型液晶セル) を製造した。

10

## 【0057】

## 製造例3～製造例5

前記製造例2において、実施例1の混合物 (LCM-1) の代わりに、実施例2の混合物 (LCM-2)～実施例4の混合物 (LCM-4) を各々適用したこと以外は、製造例2と同一な方法で製造例3～製造例5の光変調装置 (フィルム型液晶セル) を製造した。

## 【0058】

## 比較例1

液晶化合物 (HPC 2160、HCH社製、異常屈折率及び正常屈折率の差: 0.241、異常誘電率と正常誘電率の差: 18.2) 65g、異方性ブラック染料 (IRGAPHOR Black X12DC) 0.65g、HDDA (1,6-hexanediol diacrylate) 5g、EHA (2-ethylhexyl acrylate) 20g、5gのEbecryl 810、PETA (pentaerythritol triacrylate) 2g、光開始剤TPO (diphenyl (2,4,6-trimethylbenzoyl) phosphine oxide) 3gを混合した溶液に、平均直径が約10 $\mu$ m程度であるシリカボールスパーサ (SP-210、Sekisui Chem社製) を、約1.5重量%の濃度で添加し、混合して均一に分散させてコーティング液を製造した。スリットコーターを利用して前記コーティング液を、一面にITO (Indium Tin Oxide) が形成されたPET (poly(ethylene terephthalate)) フィルムのITO上にコーティングし、100 $^{\circ}$ Cのオーブンで約10分間乾燥した。その後、前記と同様に、一面にITOが形成されたPETフィルムのITO面を、前記乾燥されたコーティング層と対向するように合着し、Fusion UV露光機 (H-bulb) 70%、3m/minの速度で硬化させて光変調装置 (液晶セル) を製造した。

20

30

## 【0059】

## 比較例2

前記比較例1で異方性ブラック染料を適用しないこと以外は、前記比較例1と同一なコーティング液を利用し、ITO (Indium Tin Oxide) が形成されたPET (poly(ethylene terephthalate)) フィルムの代わりに、PC (polycarbonate) 層の一面に、ITOが形成されたPC-PMMA (polycarbonate-poly(methyl methacrylate)) 2重フィルムを適用したこと以外は、前記比較例1と同一な方法でフィルム型PDLC (polymer-dispersed liquid crystals) セルを製造した。製造されたフィルム型PDLCセルの上下面に、吸収軸が互いに直交する二枚の偏光板を接着して光変調装置 (フィルム型液晶セル) を製造した。

40

## 【0060】

## 実験例1. 透過度の可変水準の比較

前記製造例1と比較例1で製造した液晶セルの電圧印加による透過度を比較した。透過度は、ヘーズメーター (haze meter) を利用して直進光と散乱光を合算した総透過量で示した。

50

## 【0061】

その結果、図4に示したように、製造例1の液晶セルの透過度が優れたことを確認することができた。

## 【0062】

これは、本発明の一例による液晶カプセルを適用した光変調装置の光学的特性が優秀であることを意味する。

## 【0063】

実験例2．コントラスト（CR；contrast）と透過度の可変水準の比較

製造例2のフィルム型液晶セルと比較例2の偏光板を適用したフィルム型液晶セルのコントラスト（CR）と透過度の可変水準を比較し、その結果を、図5及び図6に各々示した。

10

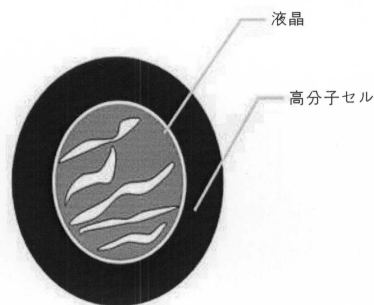
## 【0064】

その結果、比較例2に比べて、製造例2の液晶セルの透過度（図5）及びコントラスト（図6）が優れたことを確認することができた。

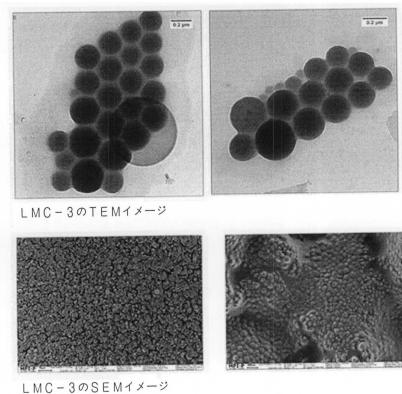
## 【0065】

これは、本発明の一例による液晶カプセルを適用した光変調装置の光学的特性が優秀であることを意味する。

【図1】

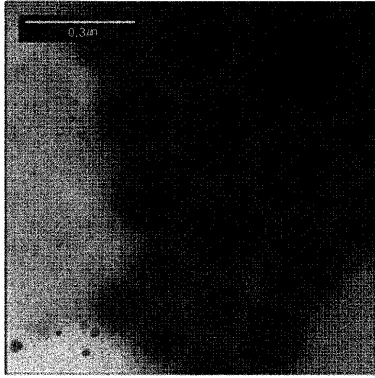


【図2】

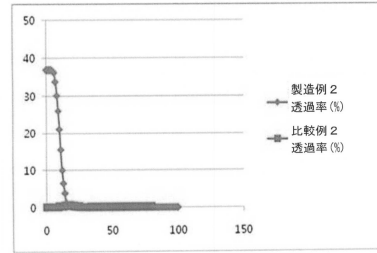


【 図 3 】

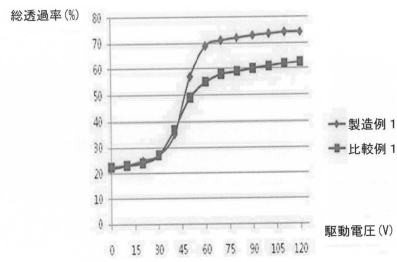
[Fig. 3]



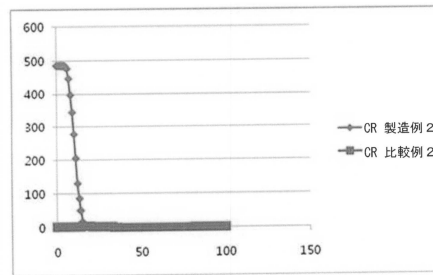
【 図 5 】



【 図 4 】



【 図 6 】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 ヨウ、ジュン スン  
大韓民国・ソウル・ヨンドゥンポ - グ・ヨイ - デロ・128 エルジー・ケム・リミテッド内
- (72)発明者 キム、キュン ジュン  
大韓民国・ソウル・ヨンドゥンポ - グ・ヨイ - デロ・128 エルジー・ケム・リミテッド内

審査官 上條 のぶよ

- (56)参考文献 特開2009-148707(JP,A)  
特開平08-067878(JP,A)  
特開平01-285920(JP,A)  
特開平05-210094(JP,A)  
特開2006-169463(JP,A)  
特開2009-172539(JP,A)  
特開2010-155887(JP,A)  
特開2005-002348(JP,A)  
特開平10-081882(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- |      |       |
|------|-------|
| C09K | 19/00 |
| G02F | 1/13  |