(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。Int. Cl.
C09K 19/06 (2006.01)

(45) 공고일자 2007년08월01일
(11) 등록번호 10-0744831
(24) 등록일자 2007년07월25일

(21) 출원번호 10-2006-0039218
(22) 출원일자 2006년05월01일
심사청구일자 2006년05월01일

(65) 공개번호
(43) 공개일자

(73) 특허권자 인하대학교 산학협력단
인천 남구 용현동 253 인하대학교

(72) 발명자 박수진
대전 유성구 도룡동 431-6 현대아파트 103-403

김범용
중국 길림성 길림시 길림화공학원아파트 2동

(74) 대리인 백남훈
이학수

(56) 선행기술조사문헌
KR 1996-71209 A

심사관 : 손창호

전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 아크릴아미드-스티렌 공중합체와 이를 이용한 고분자 분산액정 디스플레이용 매트릭스 수지

(57) 요약

본 발명은 아크릴아미드-스티렌 공중합체와 이를 이용한 고분자 분산 액정 디스플레이용 매트릭스 수지에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 친수성 아크릴아미드와, 소수성 관능기를 가지는 스티렌을 구성 단량체로 하는 아크릴아미드-스티렌 공중합체로서, 구성 단량체의 함량 조절로 접촉각을 유효한 정도로 조절할 수 있으며, 상기 소수성 관능기를 가지는 스티렌의 사슬들이 액정 표면에 쉽게 흡착됨에 따라 액정과의 혼용성을 향상시킬 수 있으므로, 고분자 분산 액정 디스플레이 매트릭스에 적용될 경우 기존의 고분자 분산 액정 디스플레이에 적용되던 매트릭스 수지와는 달리 별도의 분산제를 사용하지 않아도 광특성과 액정의 분산성이 우수하게 나타나는 아크릴아미드-스티렌 공중합체와 이를 이용한 고분자 분산 액정 디스플레이용 매트릭스 수지에 관한 것이다.

대표도

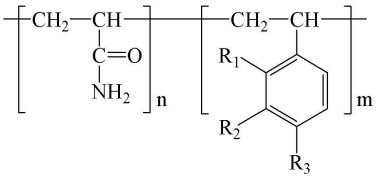
도 1

특허청구의 범위

청구항 1.

다음 화학식 1로 표시되는 것을 특징으로 하는 아크릴아미드-스티렌 공중합체;

[화학식 1]



상기 화학식 1에서, R_1, R_2, R_3은 각각 동일하거나 다른 것으로 수소원자, 할로겐원자 또는 탄소수 1 ~ 6의 알킬기 중에서 선택되고, 단, R_1, R_2 및 R_3가 동시에 수소원자인 경우는 제외하며, m은 200 내지 1500의 정수이며, n은 5000 내지 8000의 정수이다.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 상기 R_1, R_2, R_3은 각각 동일하거나 다른 것으로 수소원자, 불소원자 또는 메틸기인 것을 특징으로 하는 아크릴아미드-스티렌 공중합체.

청구항 3.

제 1 항에 있어서, 중량평균분자량이 480,000 내지 730,000 범위인 것을 특징으로 하는 아크릴아미드-스티렌 공중합체.

청구항 4.

제 1 항에 있어서, 질소 함량이 11.4 내지 19.4 중량%임을 특징으로 하는 아크릴아미드-스티렌 공중합체.

청구항 5.

청구항 1 내지 4 중 어느 한 항의 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 포함하는 것을 특징으로 하는 고분자 분산 액정 디스플레이(PDLC) 매트릭스용 수지.

청구항 6.

청구항 1 내지 4 중 어느 한 항의 아크릴아미드-스티렌 공중합체에 액정이 분산된 것을 특징으로 하는 고분자 분산 액정 디스플레이(PDLC)용 복합 박막.

청구항 7.

제 6 항에 있어서, 접촉각이 15 내지 28 °임을 특징으로 하는 고분자 분산 액정 디스플레이(PDLC)용 복합 박막.

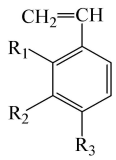
청구항 8.

청구항 7의 복합 박막을 포함하는 것을 특징으로 하는 고분자 분산 액정 디스플레이(PDLC) 소자.

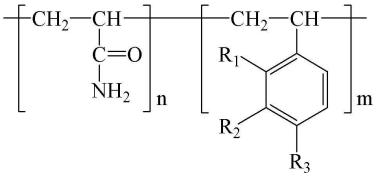
청구항 9.

아크릴아미드 70 내지 99 중량%와, 다음 화학식 2로 표시되는 스티렌 1 내지 30 중량%를 공중합 반응시켜 다음 화학식 1로 표시되는 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 제조하는 것을 특징으로 하는 제조방법;

[화학식 2]



[화학식 1]



상기 화학식 1에서, R_1, R_2, R_3은 각각 동일하거나 다른 것으로 수소원자, 할로겐원자 또는 탄소수 1 ~ 6의 알킬기 중에서 선택되고, 단, R_1, R_2 및 R_3가 동시에 수소원자인 경우는 제외하며, m은 200 내지 1500의 정수이며, n은 5000 내지 8000의 정수이다.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 아크릴아미드-스티렌 공중합체와 이를 이용한 고분자 분산 액정 디스플레이용 매트릭스 수지에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 친수성 아크릴아미드와, 소수성 관능기를 가지는 스티렌을 구성 단량체로 하는 아크릴아미드-스티렌 공중합체로서, 구성 단량체의 함량 조절로 접촉각을 유효한 정도로 조절할 수 있으며, 상기 소수성 관능기를 가지는 스티렌의 사슬들이 액정 표면에 쉽게 흡착됨에 따라 액정과의 혼용성을 향상시킬 수 있으므로, 고분자 분산 액정 디스플레이 매트릭스에 적용될 경우 기존의 고분자 분산 액정 디스플레이에 적용되던 매트릭스 수지와는 달리 별도의 분산제를 사용하지 않아도 광특성과 액정의 분산성이 우수하게 나타나는 아크릴아미드-스티렌 공중합체와 이를 이용한 고분자 분산 액정 디스플레이용 매트릭스 수지에 관한 것이다.

고분자 분산 액정(polymer dispersed liquid crystal, PDLC) 복합필름은 저분자의 네마틱(nematic) 액정을 고분자 매트릭스에 직경 1 내지 10 ㎛의 구형상으로 분산시켜서, 고분자 매트릭스와 액정상의 분리된 계면에서의 투과광의 산란 정도를 액정의 전기적 에너지에 따른 반응으로 조절하는 고분자/액정 복합필름을 일컫는다.

이러한 고분자 분산 액정 필름의 개발은 전기 광학적 특성을 나타내는 고분자 신소재 분야 중 액정을 이용한 액정 표시소자 분야에서 필요성이 요구되어 연구가 시작되었다. 고분자 분산 액정 복합필름의 장점으로는 다른 액정 표시소자와 비교할 때 편광판의 사용이 없기 때문에 투과 광량이 다른 액정 표시소자보다 커서 훨씬 화면이 밝으며, 액정의 배향을 유도해

야 하는 과정이 없기 때문에 제조 과정이 비교적 간단하다는 것으로 이러한 장점으로 인해 대형판으로도 제조가 가능하다. 또한, 생산 가격이 다른 소재에 비해 저렴하며 그밖에 고분자 매트릭스에 액정이 분산된 상태로 유연성이 있기 때문에 재료 그 자체의 안정성이 우수하다.

이러한 고분자 분산 액정을 제조하는 방법으로는 크게 유화법 (encapsulation 또는 emulsification)과 상분리법(phase separation)이 대표적이다.

상기 유화법은 물에 용해되어 있는 고분자와 액정을 혼합한 후, 물이 증발되면 액정이 고분자에 의해 둘러싸여 액정 방울을 형성하는 방법이고, 상분리법은 고분자와 액정의 균질한 혼합물을 만든 후, 중합유도법, 열유도법 또는 용매 유도법을 사용하여 액정과 고분자의 층을 분리하여 액정 방울을 형성하는 방법이다.

이러한 액정의 유화법에 기본을 두고 있는 고분자 분산 액정 필름의 제조방법 중 하나인 앤캡(NCAP: nematic curvilinear aligned phase) 방법은 수용성 고분자 용액에 네마틱 액정을 분산시켜 전도성 투명판 위에 캐스팅(casting)한 후 물을 증발시키고, 다시 한 층의 전도성 투명판을 적층하는 방법으로, 일반적으로 이러한 방법으로 제조된 필름은 높은 콘트라스트비를 갖는 장점들이 있는 반면, 다른 액정 표시장치(liquid crystal display, LCD)의 경우보다 구동전압이 높은 문제점이 있다.

상기한 문제점을 해결하기 위해서 앤캡 필름에 사용되는 고분자 수지는 매트릭스로의 역할 뿐 아니라 동시에 수분산된 액정의 분산 안정성을 향상시켜야 하는 특성이 절실히 요구되어졌다.

종래에는 고분자 분산 액정 필름의 제조에 있어서, 다량의 액정과 친수성 고분자 매트릭스 내에서 액정의 분산성을 향상시키기 위하여 필수적으로 분산제를 사용하였다. 그러나, 이러한 방법으로 제조된 고분자 분산 액정 필름은 전기적 구동에 대한 응답 속도가 느리고, 전기장을 제거한 후 액정이 원위치로 복원되는 시간이 오래 걸리며, 액정의 사용량이 약 80 내지 85 중량% 정도이기 때문에 제조 비용이 비싸다는 단점이 지적되고 있다.

한편, 소수성 단량체인 스티렌과 메타크릴레이트를 출발물질로 하여 스티렌-메타크릴레이트 공중합체를 제조하고, 이를 액정과 함께 유기용매에 용해시켜 도포한 후 유기용매를 증발시켜 고분자 분산 액정 필름을 제조하는 방법이 제시되어 있으며[대한민국공개특허 제1996-71209호], 불포화 폴리에스테르 수지를 사용하여 이를 70 ℃의 온도에서 액정과 혼합한 후 1 중량%의 자외선(UV) 경화제를 첨가하여 자외선 조사로 고분자 분산 액정 필름을 제조하는 방법도 보고되어 있다[P. Mormile et al., Appl. Phys. B, 2000, 70(2); 249-252].

그러나, 상기의 종래 기술들은 인체에 유해한 유기용매인 디클로로메탄, 클로로포름, 테트라클로로메탄, 아세톤 및 테트라하이드로푸란 등을 사용하거나, 혼합비조절이 어렵고, 가공성이 그다지 좋지 않다는 단점이 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

이에, 본 발명의 발명자들은 상기와 같은 문제점을 해결하여, 우수한 광특성을 가지고 액정 분산성이 향상된 고분자 분산 액정 디스플레이용 매트릭스 수지를 개발하기 위하여 연구노력하였다.

그 결과, 친수성 아크릴아미드와, 소수성 관능기를 가지는 스티렌을 공중합시켜 얻은 공중합체가 구성 단량체의 함량 조절로서 전체 공중합체에 포함된 질소 함량 조절이 용이하여 최적의 접촉각 발현이 용이하고, 상기 소수성 관능기를 가지는 스티렌 사슬들이 액정 표면에 흡착됨으로써 액정과의 혼용성이 향상됨을 알게 되어 본 발명을 완성하였다.

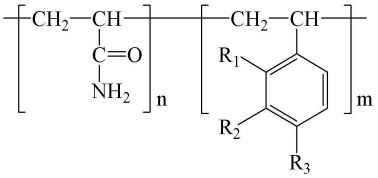
또한, 본 발명에서 제시하는 아크릴아미드-스티렌 공중합체는 액정과의 혼용성이 우수하므로 액정과 혼합하여 복합필름을 제조할 때 별도의 분산제를 필요로 하지 않으므로 인체에 유해한 유기용매 사용에 따른 문제점을 해결할 수 있고, 공중합체를 구성하는 단량체의 혼합비 조정이 용이한 제조상의 잇점을 가지고 있다.

따라서, 본 발명은 기존의 고분자 분산 액정 디스플레이에 사용되는 수용성 고분자 매트릭스 수지보다 우수한 광특성, 액정 분산성 및 안정성과 낮은 제조원가를 나타내는 아크릴아미드-스티렌 공중합체와 이를 이용한 고분자 분산 액정 디스플레이용 매트릭스 수지를 제공하는데 그 목적이 있다.

발명의 구성

본 발명은 다음 화학식 1로 표시되는 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 그 특징으로 한다.

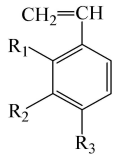
[화학식 1]



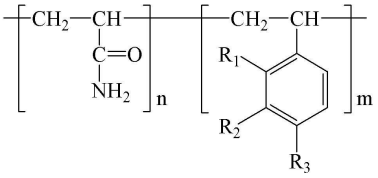
또한, 본 발명은 상기 화학식 1로 표시되는 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 포함하는 고분자 분산 액정 디스플레이 매트릭스용 수지와, 상기 매트릭스 수지에 액정이 분산된 고분자 분산 액정 디스플레이용 복합 박막을 포함한다.

또한, 본 발명은 아크릴아미드 70 내지 99 중량%와, 다음 화학식 2로 표시되는 스티렌 1 내지 30 중량%를 공중합 반응시켜 다음 화학식 1로 표시되는 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 제조하는 방법을 포함한다.

[화학식 2]



[화학식 1]



상기 화학식 1 및 2 에서, R_1, R_2, R_3은 각각 동일하거나 다른 것으로 수소원자, 할로겐원자 또는 탄소수 1 ~ 6의 알킬기 중에서 선택되고, 단, R_1, R_2 및 R_3가 동시에 수소원자인 경우는 제외하며, m은 200 내지 1500의 정수이며, n은 5000 내지 8000의 정수이다.

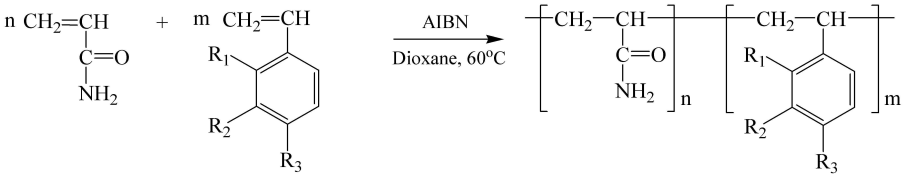
이하 본 발명을 상세하게 설명하면 다음과 같다.

본 발명은 친수성 아크릴아미드와, 소수성 관능기를 가지는 스티렌을 구성 단량체로 하는 아크릴아미드-스티렌 공중합체로서, 구성 단량체의 함량 조절로 접촉각을 유효한 정도로 조절할 수 있으며, 상기 소수성 관능기를 가지는 스티렌의 사슬들이 액정 표면에 쉽게 흡착됨에 따라 액정과의 혼용성을 향상시킬 수 있으므로, 고분자 분산 액정 디스플레이 매트릭스에 적용될 경우 기존의 고분자 분산 액정 디스플레이에 적용되던 매트릭스 수지와는 달리 별도의 분산제를 사용하지 않아도 광특성과 액정의 분산성이 우수하게 나타나는 아크릴아미드-스티렌 공중합체와 이를 이용한 고분자 분산 액정 디스플레이용 매트릭스 수지에 관한 것이다.

이하 본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 보다 구체적으로 설명한다.

본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체는 친수성 단량체인 아크릴아미드와, 소수성 단량체인 상기 화학식 2로 표시되는 스티렌을 공중합시켜 얻은 것으로서, 이러한 본 발명의 공중합체를 제조하는 일례를 나타내면 다음 반응식 1과 같다.

[반응식 1]



본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체는 친수성 단량체인 아크릴아미드를 70 내지 99 중량%의 양으로 포함하며, 소수기를 도입하기 위하여 화학식 2로 표시되는 소수성 단량체인 관능기를 함유하는 스티렌을 전체 공중합체 수지의 중량을 기준으로 1 내지 30 중량%의 양으로 포함한다. 상기 관능기로는 수소원자, 할로겐 원자, 탄소수 1 ~ 6의 알킬기를 포함할 수 있으며, 바람직하기로는 수소원자, 불소원자, 메틸기를 사용하는 것이 좋다.

이때, 상기 소수성 단량체의 함량이 1 중량% 미만이면 순수 아크릴아미드에 비해 액정의 분산성이 향상되지 않고, 30 중량%를 초과하면 소수성의 증가로 물에서의 용해도가 제한을 받는 경향이 있으므로 상기 범위로 포함되는 것이 좋다. 이러한 소수성 단량체는 바람직하게는 10 내지 25 중량%, 더욱 바람직하게는 12 내지 18 중량%의 양으로 사용하는 것이 좋다.

본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 공중합 반응시킬 때 공중합 개시제(initiator)를 사용할 수 있으며, 이러한 공중합 개시제로는 아조비스이소부티로니트릴(AIBN)을 비롯하여, 디큐밀 퍼옥사이드(dicumyl peroxide, DCP) 또는 벤조일 퍼옥사이드(benzoyl peroxide, BPO) 등의 과산화물 개시제를 사용할 수 있다. 이러한 공중합 개시제는 출발물질인 아크릴아미드와 스티렌의 혼합물 100 중량부에 대하여 0.5 내지 5 중량부 범위로 사용하는 것이 아크릴아미드-스티렌 공중합체의 수용액화, 부산물 생성 최소화 및 반응속도의 측면에서 적합하며, 보다 바람직하게는 1 내지 4 중량부, 가장 바람직하게는 2 내지 3 중량부를 사용하는 것이 좋다.

본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체의 공중합 반응시 유기용매를 사용할 수 있는데, 이때 에테르계 용매를 사용하는 것이 좋고, 가장 바람직하기로는 1,4-디옥산 등을 사용하는 것이 좋다. 이러한 유기용매의 사용량은 공중합체를 구성하는 아크릴아미드 사용량 100 중량부에 대하여 300 내지 800 중량부 사용하는 것이 부산물 생성 최소화 및 분자량 조절에 적합하며, 보다 바람직하게는 400 내지 700 중량부, 가장 바람직하게는 500 내지 600 중량부가 좋다.

본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 제조하기 위한 공중합 반응시 반응 온도의 경우 80 ℃를 초과하는 경우 공중합 반응이 짧은 시간에 진행되어 반응을 제어하기가 어려우므로, 반응 온도를 80 ℃ 이하로 조절하는 것이 좋으며, 바람직하게는 45 내지 75 ℃에서 수행되는 것이 바람직하다.

또한, 공중합 반응은 반응 시간이 10 분 미만으로 짧게 수행되는 경우에는 공중합체의 수율이 낮고, 반응 시간이 60 분을 초과하여 길게 수행되는 경우에는 얻어진 공중합체의 분자량이 너무 커서 고분자 분산 액정용 디스플레이에 부적합하므로 반응 시간은 10 내지 60 분 범위로 조절하는 것이 바람직하다.

이렇게 제조된 본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체는 고분자 분산 액정 디스플레이용 매트릭스 수지로 사용하게 되면, 공중합체를 구성하는 소수성 사슬들이 액정 표면에 흡착되므로 별도의 분산제를 사용하지 않아도 기존의 고분자 분산 액정 디스플레이용 고분자 매트릭스 수지 보다 분산 안정성 및 광특성이 우수하다.

특히, 본 발명의 고분자 분산 액정 디스플레이용 아크릴아미드-스티렌 공중합체는 구성 단량체인 소수성 스티렌의 함량을 조절하는 것으로 질소 함량을 조절할 수 있다. 즉, 접촉각은 질소의 함량이 증가함에 따라 증가하므로, 상기 소수성 스티렌의 함량이 증가할수록 접촉각은 감소하게 되고, 이에따라 중합체와 액정과의 혼용성이 향상되게 된다.

이때, 상기 아크릴아미드-스티렌 공중합체의 질소함량이 11.4 내지 19.4 중량%가 되도록 조절하는 것이 목적하는 접촉각을 얻을 수 있는데 더욱 바람직한데, 상기와 같이 질소 함량을 조절하여 얻어지는 본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체의 접촉각이 15 내지 28° 범위가 되도록 조절하는 것이 바람직하다.

이러한 본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체는 중량평균 분자량이 480,000 내지 730,000 범위가 되도록 조절하여 제조할 경우 보다 바람직하며, 공중합체의 중량평균 분자량이 730,000 보다 클 경우에는 공중합체의 용해도가 저하하는 특성을 보이는 경향이 있고, 중량평균 분자량이 480,000 보다 작을 경우에는 공중합체 필름을 제조하기 어려운 특성을 보이는 경향이 있다.

상기한 본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 통상의 방법으로 액정에 대한 매트릭스 수지로 적용할 수 있는데, 예를 들면 공중합체를 적절한 농도의 수용액으로 제조한 후 여기에 네마틱 액정을 공중합체에 대해 60 중량%의 양으로 첨가하여 유화기에서 균일하게 분산시킨 다음 기포 탈기 후 인디움-틴-옥시드 (indium-tin- oxide, ITO) 글라스 위에 어플리테이터 (applicator)를 이용하여 도포, 건조시킴으로써, PDLC용 앤캡 (NCAP) 필름을 제조할 수 있다.

이하, 본 발명을 실시예에 의거하여 구체적으로 설명하겠는바, 다음 실시예에 의하여 본 발명이 한정되는 것이 아니다.

본 발명의 실시예에서는 알드리치 (Aldrich) 화학의 순도 99% 이상의 시약, 아크릴아미드, 스티렌, 4-불소스티렌, 4-메틸스티렌, 1,4-디옥산을 사용하였으며, 공중합 개시제로 사용되는 AIBN은 준세이(Junsei) 화학의 시약을 사용하였다.

실시예 1

아크릴아미드 10 g (83.3 중량%), 4-불소스티렌 2 g (16.7 중량%), AIBN 0.24 g (단량체 혼합물 100 중량부를 기준으로 2 중량부) 및 1,4-디옥산 54 g (아크릴아미드 100 중량부를 기준으로 540 중량부)를 교반기, 온도계 및 콘덴서가 부착된 반응기에 넣고 온도를 60 ℃로 유지한 후 질소 하에서 30분 동안 반응시켜 아크릴아미드-4-불소스티렌 공중합체를 제조하였다. 반응 후 제조된 공중합체를 아세톤으로 여러번 세척한 후 진공상태에서 2 내지 3일 동안 건조시켰다.

합성된 공중합체의 구조를 FT-IR, ^{1}H NMR 및 ^{13}C NMR을 이용하여 확인하였다. 공중합체의 조성은 원소 분석기를 이용하여 분석하였으며, 그 결과 공중합체중 질소 함량을 측정하였다. 또한, 공중합체의 접촉각을 측정하였다.

^{1}H NMR (D_2O, ppm): 1.4-1.6 (CH_2), 2.1 (CH), 4.6 (NH_2), 6.9-7.1 (Aromatic ring).

^{13}C NMR (D_2O, ppm): 127.8-129.7 (Aromatic ring), 179.7 (C=O), 42.0 (CH_2).

^{19}F NMR (D_2O, ppm): -114.6 (C-F).

실시예 2

반응 온도를 50 ℃로 유지하면서 30분 동안 반응시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 아크릴아미드-4-불소스티렌 공중합체를 제조하였다.

실시예 3

반응 온도를 70 ℃로 유지하면서 30분 동안 반응시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 아크릴아미드-4-불소스티렌 공중합체를 제조하였다.

실시예 4

반응 온도를 60 ℃로 유지하면서 20분 동안 반응시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 아크릴아미드-4-불소스티렌 공중합체를 제조하였다.

실시예 5

반응 온도를 60 ℃로 유지하면서 40분 동안 반응시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 아크릴아미드-4-불소스티렌 공중합체를 제조하였다.

실시예 6

4-불소스티렌 1.75 g (14.9 중량%)를 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건 및 방법으로 아크릴아미드-4-불소스티렌 공중합체를 제조하였다.

실시예 7

4-불소스티렌 1.5 g (13.04 중량%)를 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건과 방법으로 아크릴아미드-4-불소스티렌 공중합체를 제조하였다.

실시예 1 및 실시예 6 내지 7에서 공중합된 아크릴아미드-스티렌 공중합체 조성물에서의 스티렌 함량에 따른 질소 함량 및 접촉각을 각각 도 4 및 도 5에 나타내었다.

상기 도 1 ~ 4에 의하면 제조된 공중합체의 화학구조식을 확인할 수 있으며, 도 5와 6에 의하면 스티렌 함량의 증가에 따라 질소함량과 접촉각이 감소함을 확인할 수 있다.

실시예 8

AIBN 0.36 g (단량체 혼합물 100 중량부를 기준으로 3.0 중량부)를 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건과 방법으로 아크릴아미드-4-불소스티렌 공중합체를 제조하였다.

실시예 9

AIBN 0.12 g (단량체 혼합물 100 중량부를 기준으로 1.0 중량부)를 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건과 방법으로 아크릴아미드-4-불소스티렌 공중합체를 제조하였다.

실시예 10

4-메틸(methyl)스티렌 2 g (16.7 중량%)를 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건과 방법으로 아크릴아미드-4-메틸스티렌 공중합체를 제조하였다.

비교예

아크릴아미드 12 g, AIBN 0.24 g (단량체 혼합물 100 중량부를 기준으로 2.0 중량부)를 사용하고, 상기 실시예 1과 동일한 조건과 방법으로 공중합체를 제조하였다.

실험예

상기 실시예 1 ~ 10 및 비교예에 의하여 제조된 각각의 공중합체의 특성은 다음과 같은 방법에 의하여 측정하였다.

(1) 구조 분석

합성된 공중합체는 FT-IR(Bio-Rad Co., digilab FTS-165 spectrometer), ^{1}H NMR(BRUKER Co., DRX300 spectrometer) 및 ^{13}C NMR(BRUKER Co., DRX300 spectrometer)를 이용하여 확인하였다. 공중합체의 중량평균 분자량은 겔투과크로마토그래피(gel permeation chromatography, GPC (Waters 2690 gel permeation chromatograph)를 사용하여 측정하였다.

(2) 공중합체 조성

합성된 공중합체의 조성은 원소 분석기(Elemental Analyzer, CE Instruments, EA-1110)를 사용하여 질소(N) 함량을 조사하였으며, 그 결과는 다음 표 1에 나타내었다.

(3) 접촉각 측정

접촉각의 측정은 상기 실시예 1 ~ 10 및 비교예에 의하여 제조된 각각의 공중합체를 1.5 중량% 농도의 수용액으로 만든 다음 슬라이드 글라스 위에 도포시켜 건조시킨 후 사용하였다. 이렇게 만들어진 공중합체 필름 위에 액정을 떨어뜨려 Goniometer (Model 10000115, Rame-Hart, Inc.)를 사용하여 측정하였으며, 그 결과는 다음 표 1에 나타내었다.

[표 1]

비고	반응온도 (℃)	반응시간 (분)	중량평균분자량 (Mn)	질소함량 (중량%)	접촉각 (°)
실시예 1	60	30	590,000	14.7	20.8
실시예 2	50	30	510,000	14.6	19.9
실시예 3	70	30	670,000	14.8	20.5
실시예 4	60	20	560,000	14.6	20.1
실시예 5	60	40	640,000	14.8	20.6
실시예 6	60	30	610,000	15.2	23.9
실시예 7	60	30	640,000	15.7	26.0
실시예 8	60	30	620,000	14.6	20.7
실시예 9	60	30	540,000	14.7	20.9
실시예 10	60	30	570,000	14.8	18.5
비교예	60	30	600,000	19.7	26.1

상기 표 1에 의하면, 반응시간이 동일할 경우 반응온도가 증가함에 따라 공중합체의 중량평균 분자량이 증가되는 일반적인 경향을 보임을 알 수 있으며[실시예 1 ~ 3], 반응온도가 동일할 경우 반응시간이 증가함에 따라 중량평균 분자량이 증가되는 경향을 나타낸다[실시예 1, 4 및 5].

또한 아크릴아미드-스티렌 공중합체 중 스티렌 함량의 변화에 따른 결과를 살펴보면, 스티렌 함량이 증가할수록, 즉 질소함량이 감소할수록 접촉각이 감소되는 것을 확인할 수 있다[실시예 1, 6 및 7].

한편, 공중합 개시제 사용량이 증가함에 따라 중량평균 분자량은 증가하나 질소 함량과 접촉각의 측면에서는 큰 변동사항이 발생되지 않았다[실시예 1, 8 및 9].

한편, 동일한 조건으로 제조할 경우에도 소수성 단량체인 스티렌에 포함된 관능기에 따라 접촉각은 다소 차이를 보였다[실시예 1, 10].

그러나, 본 발명의 아크릴아미드-스티렌 공중합체와는 달리 아크릴아미드만으로 이루어진 비교예의 공중합체의 경우 동일한 조건으로 제조되어도 질소 함량이 높게 나타나므로 접촉각이 높게 나타남을 알 수 있다.

상기한 결과로부터, 본 발명에 의하여 제조된 아크릴아미드-스티렌 공중합체는 기존의 유사 범위의 중량평균 분자량을 가지는 공중합체보다 접촉각이 낮게 나타나므로 이를 액정과 함께 혼합하여 고분자 액정 디스플레이 복합박막에 적용할 경우 우수한 광특성을 발현시킬 것으로 판단된다.

발명의 효과

상술한 바와 같이, 본 발명에 의하여 제시되는 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 고분자 액정 디스플레이용 매트릭스로서 사용할 경우 별도의 분산제를 사용하지 않고도 우수한 광특성을 가진 복합 박막을 구현할 수 있으며, 낮은 제조원가로 유리하게 사용될 수 있다.

또한, 본 발명에 의하면 불소 등 소수성 관능기의 도입으로 고분자 액정 디스플레이용 필름의 전기 및 광학특성이 향상된 새로운 고분자 액정 디스플레이용 아크릴아미드-스티렌 공중합체를 제공할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

도 1은 실시예 1에서 얻어진 아크릴아미드-불소스티렌 공중합체의 FT-IR 스펙트럼이다.

도 2는 실시예 1에서 얻어진 아크릴아미드-불소스티렌 공중합체의 ^{1}H-NMR 스펙트럼이다.

도 3은 실시예 1에서 얻어진 아크릴아미드-불소스티렌 공중합체의 ^{13}C-NMR 스펙트럼이다.

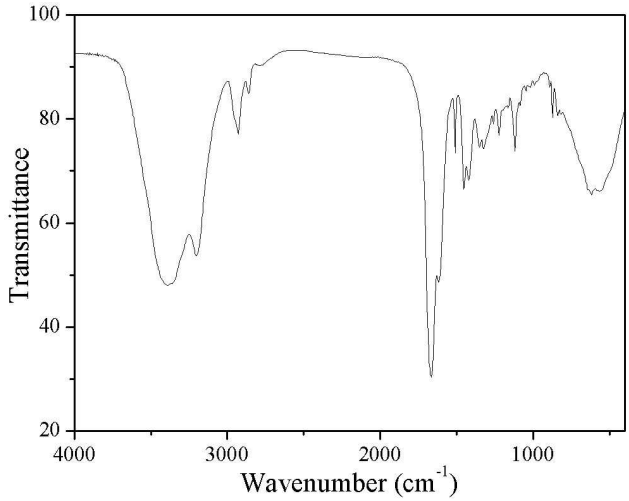
도 4는 실시예 1에서 얻어진 아크릴아미드-불소스티렌 공중합체의 ^{19}F-NMR 스펙트럼이다.

도 5는 실시예 1, 실시예 6 및 실시예 7에서 얻어진 아크릴아미드-불소스티렌 공중합체에서의 불소스티렌 함량에 따른 질소 함량 변화를 나타내는 그래프이다.

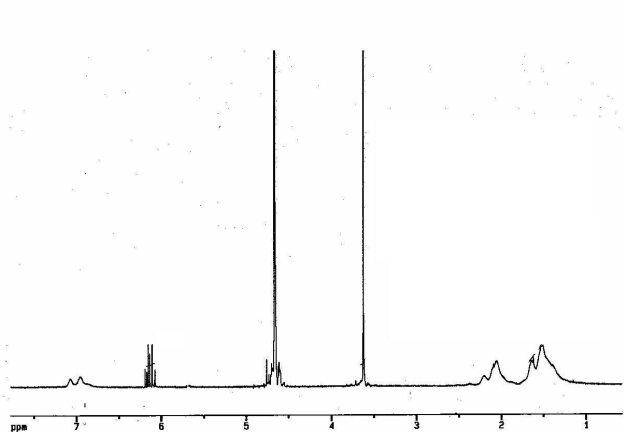
도 6은 실시예 1, 실시예 6 및 실시예 7에서 공중합된 아크릴아미드-불소스티렌 공중합체에서의 불소스티렌 함량에 따른 접촉각 변화를 나타내는 그래프이다.

도면

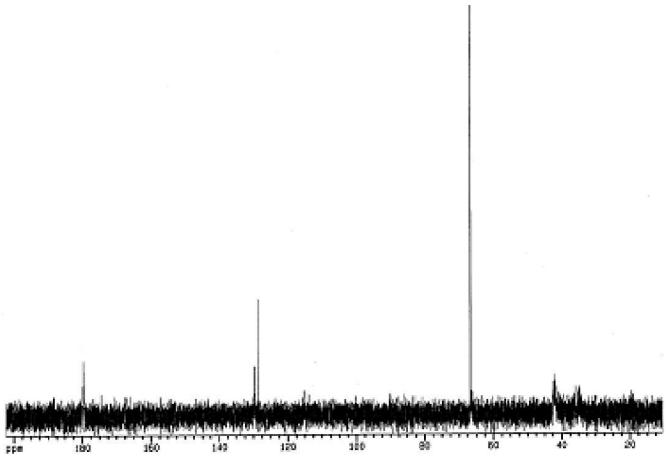
도면1



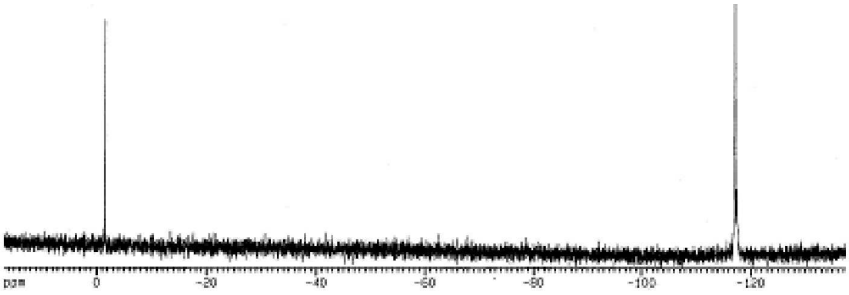
도면2



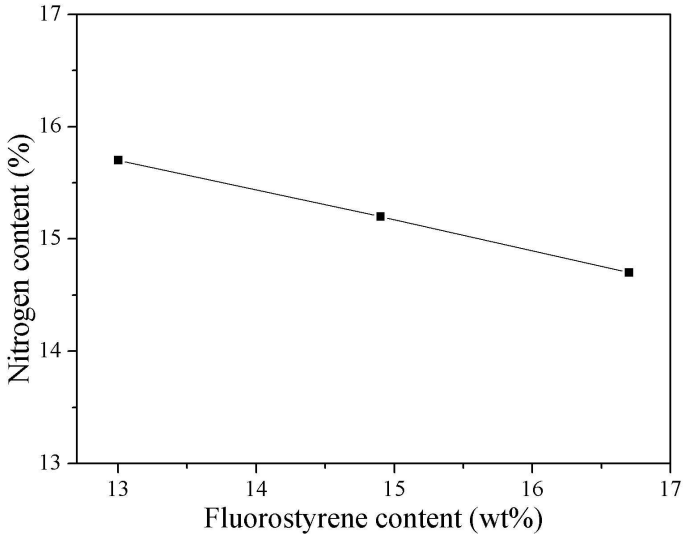
도면3



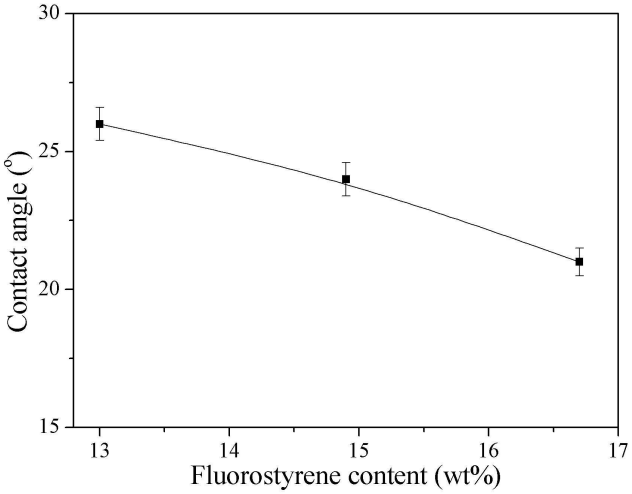
도면4


ppm
0
-20
-40
-60
-80
-100
-120

도면5


Nitrogen content (%)
17
16
15
14
13
13
14
15
16
17
Fluorostyrene content (wt%)

도면6


30
25
20
15
Contact angle (°)
13
14
15
16
17
Fluorostyrene content (wt%)