

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6422598号  
(P6422598)

(45) 発行日 平成30年11月14日(2018.11.14)

(24) 登録日 平成30年10月26日(2018.10.26)

(51) Int. Cl.	F I	
<b>CO8G</b> 59/66 (2006.01)	CO8G	59/66
<b>GO2B</b> 5/20 (2006.01)	GO2B	5/20
<b>CO9K</b> 11/08 (2006.01)	CO9K	11/08 G
<b>CO9K</b> 11/88 (2006.01)	CO9K	11/88
<b>CO9K</b> 11/70 (2006.01)	CO9K	11/70

請求項の数 11 (全 26 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2017-553994 (P2017-553994)	(73) 特許権者	505005049
(86) (22) 出願日	平成28年3月23日 (2016. 3. 23)		スリーエム イノベイティブ プロパティ
(65) 公表番号	特表2018-513418 (P2018-513418A)		ズ カンパニー
(43) 公表日	平成30年5月24日 (2018. 5. 24)		アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133
(86) 国際出願番号	PCT/US2016/023657		-3427, セント ポール, ポスト オ
(87) 国際公開番号	W02016/167927		フィス ボックス 33427, スリーエ
(87) 国際公開日	平成28年10月20日 (2016. 10. 20)		ム センター
審査請求日	平成29年11月2日 (2017. 11. 2)	(74) 代理人	100110803
(31) 優先権主張番号	62/148, 209		弁理士 赤澤 太朗
(32) 優先日	平成27年4月16日 (2015. 4. 16)	(74) 代理人	100135909
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 野村 和歌子
早期審査対象出願		(74) 代理人	100133042
			弁理士 佃 誠玄
		(74) 代理人	100157185
			弁理士 吉野 亮平

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 チオール-エポキシマトリックスを有する量子ドット物品

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

チオール-エポキシ樹脂マトリックス中に分散した量子ドットを含み、  
前記チオール-エポキシ樹脂が少なくとも1つのポリチオール、及び少なくとも1つの  
ポリエポキシ樹脂から誘導され、それぞれが2以上の官能価を有し、  
前記ポリチオールのチオール基の、前記エポキシ樹脂のエポキシ基に対する化学量論モ  
ル比が、0.75 : 1 ~ 1 : 0.75である、組成物。

【請求項 2】

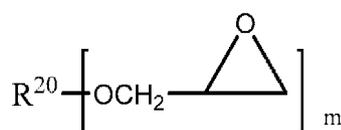
前記ポリチオールが、式： $R^2(SH)_y$  [式中、 $R^2$ はyの価数をもつ(ヘテロ)ヒ  
ドロカルビル基であり、yは2以上である。]で表される、請求項1に記載の組成物。

10

【請求項 3】

前記エポキシ樹脂が、式：

【化 1】



[式中、 $R^{20}$ は、(ヘテロ)ヒドロカルビル基であり、mは2 ~ 6である。]のグリ  
シジルエーテルである、請求項1に記載の組成物。

【請求項 4】

20

前記量子ドットが有機配位子で安定化されたコア - シェル型の量子ドットである、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 5】

前記量子ドットが CdSe / ZnS 及び InP / ZnS から選択される、請求項 4 に記載の組成物。

【請求項 6】

チオール - エポキシマトリックス中の量子ドットの重量比が 0.1% ~ 20% である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 7】

前記量子ドットが 1 つ以上の有機配位子によって安定化され、官能化されたシリコーン液体キャリア中に分散されている、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の組成物。

10

【請求項 8】

第 1 のバリア層と、

第 2 のバリア層と、

前記第 1 のバリア層と前記第 2 のバリア層との間の量子ドット層と、  
を含み、前記量子ドット層が、20 を超える  $T_g$  を有する硬化したチオール - エポキシ樹脂を含むマトリックス中に分散された量子ドットを含み、前記チオール - エポキシ樹脂が少なくとも 1 つのポリチオール、及び少なくとも 1 つのポリエポキシ樹脂から誘導され、それぞれが 2 以上の官能価を有し、前記ポリチオールのチオール基の、前記エポキシ樹脂のエポキシ基に対する化学量論モル比が、0.75 : 1 ~ 1 : 0.75 である、量子ドット物品。

20

【請求項 9】

チオール - エポキシマトリックス中の量子ドットの重量比が 0.1% ~ 20% である、請求項 8 に記載の物品。

【請求項 10】

前記バリア層と前記量子ドット層との間に配置されたプライマー層を更に含む、請求項 8 又は 9 に記載の物品。

【請求項 11】

請求項 8 に記載の物品を備える、表示デバイス。

【発明の詳細な説明】

30

【背景技術】

【0001】

量子ドット増強フィルム (QDEF) は LCD ディスプレイに使用される。赤と緑の量子ドットを QDEF に使用し、青色 LED を光源として用いると、色の全スペクトルが得られる。これは、通常の LCD ディスプレイよりも全色域に向上をもたらし、OLED 又は LED ディスプレイに比べてエネルギー消費も低くなる利点がある。

【0002】

量子ドットフィルム物品は、2 つのバリア層間に積層されるマトリックス中に分散された量子ドットを含む。蛍光素子として緑と赤の量子ドットの組み合わせを含む量子ドット物品を、例えば液晶ディスプレイ (LCD) などの表示デバイスに使用すると、全色域の性能向上が可能になる。

40

【0003】

量子ドットは非常に劣化しやすいため、量子ドット物品は、物品の性能の劣化を引き起こす水分や酸素の侵入を抑止する優れたバリア特性を有していなければならない。バリア層は、酸素又は水への曝露によって引き起こされる損傷から積層構造の内部領域内の量子ドットを保護するが、物品の切断エッジにより、マトリックス材料が空気に曝露される。これらのエッジ領域内では、マトリックス中に分散された量子ドットの保護は、主にマトリックス自体のバリア特性に依存する。

【0004】

水及び / 又は酸素が量子ドット物品のエッジ領域に入った場合、積層構造の曝露された

50

エッジ上の又はそれに隣接する量子ドットが劣化することがあり、最終的には、紫外線又は可視光の照射によって励起されたときに発光することができなくなる場合がある。このような量子ドットの劣化は、「エッジ侵入 (edge ingress)」と呼ばれ、フィルム物品の切断エッジの周囲に暗線を引き起こす場合があり、このことが、量子ドット物品の一部を形成するディスプレイの性能に不利益になる場合がある。それゆえ、QDEF中の量子ドットが長期間にわたって安定して劣化から守られるように、より優れたバリア特性を有するマトリックスの需要がある。

【発明の概要】

【0005】

概して、本開示は、量子ドット物品で使用するためのマトリックス処方物に関する。このマトリックス処方は、エージングをした時でも満足な色安定性を提供しつつ、水分及び/又は酸素の侵入を防ぐものである。1つの実施形態において、本開示は、第1のバリア層；第2のバリア層、及び第1のバリア層と第2のバリア層との間の量子ドット層、とを含むフィルム物品に関する。量子ドット層は、硬化したチオール-エポキシ樹脂を含むマトリックス中に分散された量子ドットを含む。

10

【0006】

より具体的には、このチオール-エポキシマトリックスは、それぞれの官能価が2以上である、ポリチオール、及びエポキシ樹脂の硬化した反応生成物である。

【0007】

チオール-エポキシマトリックスでは、転換した部分のエッジ侵入は、100+時間の促進エージング後、1mmを超えないことが観察される。様々な実施形態において、本開示に記載のマトリックス材料により、65及び相対湿度95%、又は85の条件でのエージング後のエッジ侵入は、0.5mm未満に限定され、変色が、CIE1931表色系での初期測定からx及びyの両方で、0.02以下、又は更には0.005以下となる。これらのマトリックス処方によって、ディスプレイ用途で使用される量子ドット物品の使用期間を伸ばすことが可能である。

20

【0008】

本明細書で使用する場合、

「チオール-エポキシ」はポリチオール及びエポキシ樹脂の反応混合物、又はその硬化した反応生成物を指す。

30

【0009】

「アルキル」は、直鎖又は分枝鎖、環式又は非環式、飽和1価炭化水素を意味する。

【0010】

「アルキレン」は、直鎖又は分枝鎖の不飽和2価炭化水素を意味する。

【0011】

「アルケニル」は、直鎖又は分枝鎖の不飽和炭化水素を意味する。

【0012】

「アリール」は、フェニル、及びナフチルなどの1価芳香族を意味する。

【0013】

「アリーレン」とは、多価の芳香族を意味し、例えば、フェニレン、及びナフタレン等がある。

40

【0014】

「アラルキレン」とは、例えばベンジル、及び1-ナフチルエチルなどの、アルキレンにアリール基が結合した上記に定義した基を意味する。

【0015】

本明細書で使用する時、「(ヘテロ)ヒドロカルビル」は、ヒドロカルビルアルキル基及びアリール基、並びにヘテロヒドロカルビルヘテロアルキル基及びヘテロアリール基を含み、後者は、エーテル基又はアミノ基等の1つ以上の懸垂型(鎖中)ヘテロ原子を含む。ヘテロヒドロカルビルは、場合によりエステル官能基、アミド官能基、ウレア官能基、ウレタン官能基、及びカーボネート官能基を含む1つ以上のカテナリー(鎖中)官能基

50

からなってもよい。特に指定のない限り、非ポリマー（ヘテロ）ヒドロカルビル基は、典型的には1～60個の炭素原子を含有する。本明細書で使用されるようなヘテロヒドロカルビルのいくつかの例としては、上記の「アルキル」、「ヘテロアルキル」、及び「アリール」について記載されたものに加えて、メトキシ、エトキシ、プロポキシ、4-ジフェニルアミノブチル、2-(2'-フェノキシエトキシ)エチル、3,6-ジオキサヘプチル、3,6-ジオキサヘキシル-6-フェニルが挙げられるが、これらに限定されない。

【0016】

本明細書で使用する場合、用語「複合粒子」は、典型的にはコア/シェルナノ粒子（好ましくはナノ結晶）の形態のナノ粒子を指し、これは通常の溶解によっては表面から除去されない、任意の関連した有機コーティング又は他の材料をナノ粒子の表面に有している。このような複合粒子は、半導体材料を使用することによって近紫外（UV）から遠赤外（IR）の範囲で調整可能な発光を有する「量子ドット」として有用である。

10

【0017】

用語「ナノ粒子」は、0.1～100ナノメートルの範囲、又は1～100ナノメートルの範囲など、0.1～1000ナノメートルの範囲の平均粒径を有する粒子を指す。用語「直径」は、略球状粒子の直径を指すだけでなく、構造物の最も小さい軸に沿った長さも指す。平均粒径を測定する適切な方法の例として、走査型トンネル顕微鏡、光散乱法、及び透過型電子顕微鏡が挙げられる。

【0018】

ナノ粒子の「コア」とは、シェルを適用されていないナノ粒子（好ましくはナノ結晶）、又はコア/シェルナノ粒子の内部を意味すると理解される。ナノ粒子のコアは、一様な組成を有することができる、又はその組成はコア内部の深さに依存して変化してもよい。多くの材料が知られ、コアナノ粒子で使用されており、コアナノ粒子に1つ以上のシェルを適用する多くの方法が当技術分野で知られている。コアはもう1つのシェルとは異なる組成である。一般的に、コアは、コア/シェルナノ粒子のシェルとは異なる化学組成を有する。

20

【0019】

本明細書で使用する場合、用語「化学線」は電磁スペクトルの任意の波長領域での放射線を指す。化学線は、一般的に紫外線波長領域、可視光波長領域、赤外線波長領域、又はこれらの組み合わせである。当技術分野で既知の任意の好適なエネルギー源を化学線の発生に使用してよい。

30

【図面の簡単な説明】

【0020】

【図1】量子ドットを含む例示的なフィルム物品のエッジ領域の概略側面図である。

【図2】量子ドットフィルムの例示的な製造方法のフロー図である。

【図3】量子ドット物品を備えるディスプレイの実施形態の概略図である。

【発明を実施するための形態】

【0021】

本開示は、チオール-エポキシポリマー中に分散された量子ドットを含む新規の組成物を提供する。

40

【0022】

本開示は、第1のバリア層と、第2のバリア層と、及び第1のバリア層と第2のバリア層との間の量子ドット層を含み、その量子ドット層が、20 $\mu\text{m}$ を超える $T_g$ を有する硬化したチオール-エポキシ樹脂を含むマトリックス中に分散された量子ドットを含む、量子ドットフィルム物品を提供する。

【0023】

硬化したチオール-エポキシマトリックス又はバインダーは、ポリチオール化合物、及びエポキシ化合物又は樹脂の反応生成物であり、それぞれが2以上の官能価を有する。限定された量のモノエポキシ化合物は、求電子性エポキシ基は開環により求核性水酸基を生成し、この水酸基が追加のエポキシ基と反応することがあるため、官能価は1と理解され

50

るが、エポキシ樹脂は少なくとも2つのエポキシ基を有することが好ましい。

【0024】

本開示は、第1のバリアフィルムと、第2のバリアフィルムと、及び第1のバリアフィルムと第2のバリアフィルムとの間の量子ドット層を含み、その量子ドット層が、20を超える $T_g$ を有する硬化したチオール-エポキシ樹脂を含むマトリックス中に分散された量子ドットを含む、量子ドットフィルム物品を提供する。

【0025】

チオール-エポキシ樹脂中のポリチオール反応体は、式：



[式中、 $R^2$ は $y$ の価数をもつ(ヘテロ)ヒドロカルビル基であり、 $y$ は2以上であり、好ましくは2より大きい。]で表される。ポリチオール中のチオール基は1級でも2級でもよい。式Iの化合物は平均官能価が2以上の化合物の混合物を含んでもよい。

10

【0026】

$R^2$ は、脂肪族及び芳香族ポリチオールを含む任意の(ヘテロ)ヒドロカルビル基を含む。 $R^2$ は、ペンダントヒドロキシル、酸基、エステル基、若しくはシアノ基、懸垂(鎖内)エーテル基、ウレア基、ウレタン基、及びエステル基を含む1つ以上の官能基を場合により更に含んでもよい。

【0027】

1つの実施形態では、 $R^2$ は、1~30個の炭素原子を有する非ポリマーの脂肪族、又は脂環式部分を含む。別の実施形態では、 $R^2$ はポリマーであり、ポリオキシアルキレン、ポリエステル、ポリオレフィン、ポリアクリレート、又はペンダント若しくは末端反応性-SH基を有するポリシロキサンポリマーを含む。利用できるポリマーの例として、チオール末端ポリエチレン又はポリプロピレン、及びチオール末端ポリ(アルキレンオキシド)が挙げられる。

20

【0028】

利用できるポリチオールの具体的な例として、2,3-ジメルカプト-1-プロパノール、2-メルカプトエチルエーテル、2-メルカプトエチルスルフィド、1,6-ヘキサンジチオール、1,8-オクタンジチオール、1,8-ジメルカプト-3,6-ジチアオクタン、プロパン-1,2,3-トリチオール、及びチオシアヌル酸が挙げられる。

【0029】

ポリチオールの別の有用な部類としては、チオグリコール酸、 $\alpha$ -メルカプトプロピオン酸、2-メルカプト酪酸又はそのエステルなどの $\alpha$ -又は $\beta$ -メルカプトカルボン酸を含むポリオールと末端チオール置換カルボン酸(又はエステル又はアシルハライドなどのこれらの誘導体)とのエステル化により得られるものが挙げられる。

30

【0030】

このようにして得られる市販の化合物の有用な例として、エチレングリコールビス(チオグリコレート)、ペンタエリスリトールテトラキス(3-メルカプトプロピオネート)、ジペンタエリスリトールヘキサキス(3-メルカプトプロピオネート)、エチレングリコールビス(3-メルカプトプロピオネート)、トリメチロールプロパントリス(チオグリコレート)、トリメチロールプロパントリス(3-メルカプトプロピオネート)、ペンタエリスリトールテトラキス(チオグリコレート)、ペンタエリスリトールテトラキス(3-メルカプトプロピオネート)、ペンタエリスリトールテトラキス(3-メルカプトブチレート)、1,4-ビス(3-メルカプトブチリルオキシ)ブタン、トリス[2-(3-メルカプトプロピオニルオキシ)エチル]イソシアヌレート、トリメチロールプロパントリス(メルカプトアセテート)、2,4-ビス(メルカプトメチル)-1,3,5-トリアジン-2,4-ジチオール、2,3-ジ(2-メルカプトエチル)チオ-1-プロパンチオール、ジメルカプトジエチルスルフィド、及びエトキシ化トリメチルプロパン-トリ(3-メルカプトプロピオネート)が挙げられる。

40

【0031】

ポリマーポリチオールの具体的な例として、ポリプロピレン-エーテルグリコール(例

50

えば、Pluracol (商標) P201 (BASF Wyandotte Chemical Corp.) ) 及び 3 -メルカプトプロピオン酸からエステル化により作製される、ポリプロピレンエーテルグリコールビス (3 -メルカプトプロピオネート) がある。

【0032】

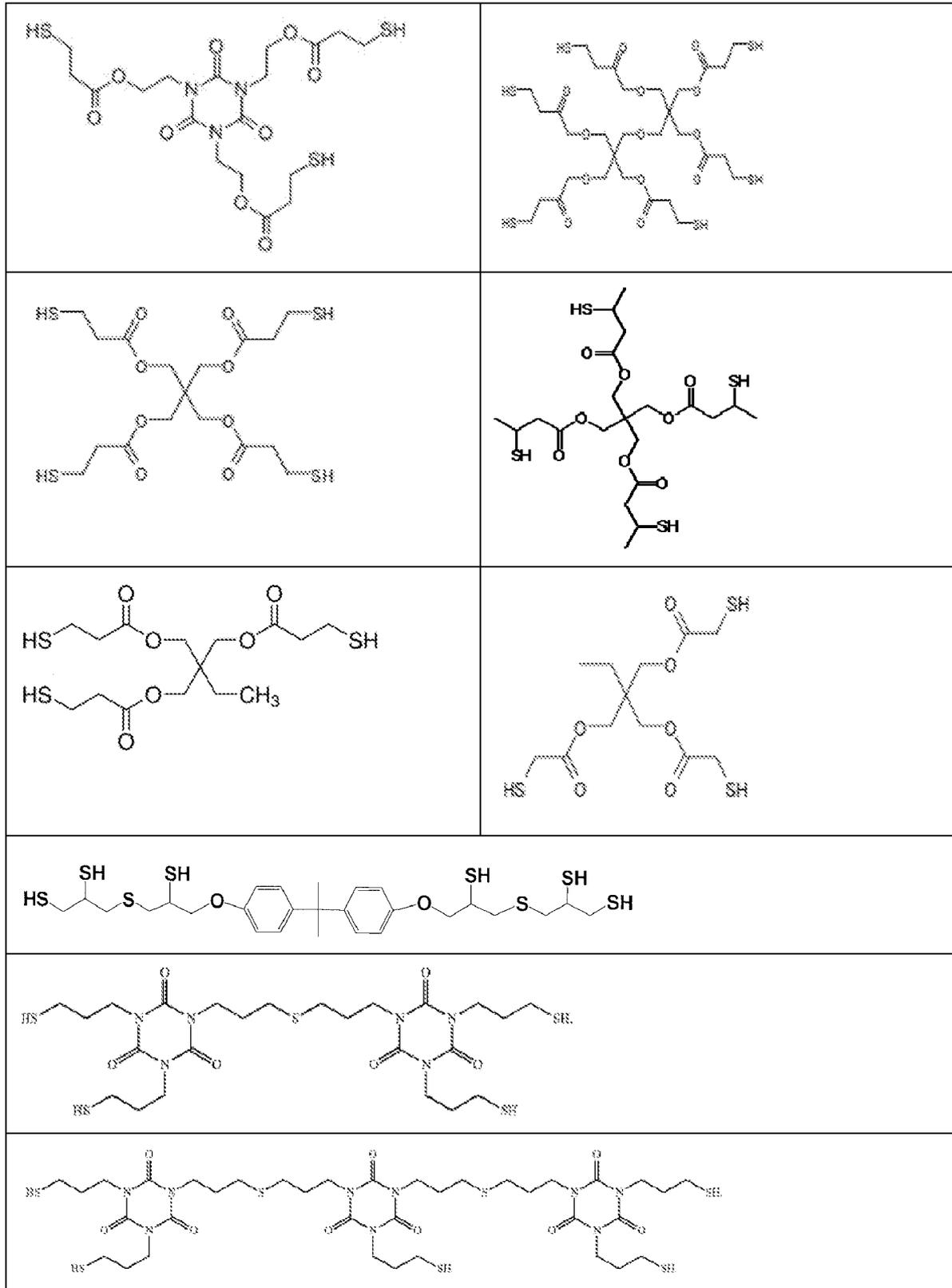
有用な可溶性高分子量チオールとしては、Morton Thiokol Inc. (Trenton, NJ) により供給される、ポリエチレングリコールジ (2 -メルカプトアセテート)、LP - 3 (商標) 樹脂、Products Research & Chemical Corp. (Glendale, CA) により供給される、Permapol P3 (商標) 樹脂及び 2 -メルカプトエチルアミン及びカプロラクタムの付加物などの化合物が挙げられる。

【0033】

好ましいポリチオールは以下を含む：

【0034】

## 【化1】



## 【0035】

組成物は、エポキシ樹脂を更に含む。好適なエポキシ樹脂は、脂肪族、脂環式、芳香族、又は複素環式であってよいモノマー又はオリゴマーのエポキシ化合物を含む。これらの物質は、一般に、1分子につき1つ以上の重合性エポキシ基を平均で有する。エポキシ樹脂は、1分子につき1.5以上又は2以上の重合性エポキシ基を有するものが好ましい。オリゴマーであるエポキシドは、末端エポキシ基を有する直鎖オリゴマー（例えば、ポリ

オキシアルキレングリコールのジグリシジルエーテル)、骨格エポキシ単位を有するオリゴマー(例えば、ポリブタジエンポリエポキシド)、又はペンダントエポキシ基を有するオリゴマー(例えば、グリシジルメタクリレートオリゴマー又はコオリゴマー)であってよい。エポキシドは、純粋化合物とすることができ、あるいは1分子につき1個、2個、又はそれ以上のエポキシ基を含有する化合物の混合物とすることができる。これらのエポキシ含有材料は、あらゆる種類の主鎖を有していてもよく、主鎖は硬化に実質的に干渉しないあらゆる好適な置換基を有していてもよい。許容し得る置換基の実例としては、ハロゲン、エステル基、エーテル、スルホネート基、シロキサン基、ニトロ基、及びホスフェート基などが挙げられる。エポキシ含有材料の平均分子量は、約58g/mole~約1000g/mole以上の範囲で変動し得る。

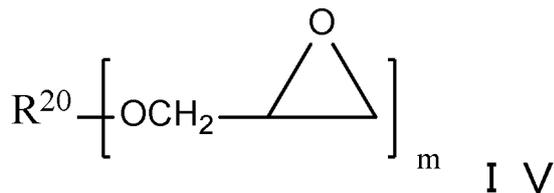
10

【0036】

有用なエポキシ樹脂には、式IVのグリシジルエーテル化合物が含まれる。

【0037】

【化2】



20

[式中、 $R^{20}$ はmの価数をもつ(ヘテロ)ヒドロカルビル基であり、mは2以上であり、好ましくは2より大きい。]式IVの化合物は平均官能価が2以上の化合物の混合物を含んでもよい。

【0038】

$R^{20}$ は、脂肪族及び芳香族ポリチオールを含む任意の(ヘテロ)ヒドロカルビル基を含む。 $R^{20}$ は、ペンダントヒドロキシル、アミド基、エステル基、若しくはシアノ基、懸垂(鎖内)エーテル基、ウレア基、ウレタン基、エステル基、アミド官能基、チオエーテル官能基を含む1つ以上の官能基を場合により更に含んでもよい。

【0039】

1つの実施形態では、 $R^{20}$ は、1~30個の炭素原子を有する非ポリマーの脂肪族、又は脂環式部分を含む。別の実施形態では、 $R^{20}$ はポリマーであり、ポリオキシアルキレン、ポリエステル、ポリオレフィン、ポリアクリレート、又はペンダント若しくは末端反応性エポキシ基を有するポリシロキサンポリマーを含む。利用できるポリマーの例として、エポキシ末端ポリエチレン又はポリプロピレン、及びエポキシ末端ポリ(アルキレンオキシド)が挙げられる。

30

【0040】

エポキシドの例は、多価フェノールをエピクロロヒドリンなどの過剰なクロロヒドリンと反応させて得る多価フェノールのグリシジルエーテル(例えば、2,2-ビス-(2,3-エポキシプロポキシフェニル)-プロパンのジグリシジルエーテル)である。この種のエポキシドの更なる例が、米国特許第3,018,262号、及びHandbook of Epoxy Resins, Lee and Neville, McGraw-Hill Book Co. (New York) (1967)に記載されている。

40

【0041】

多数の市販のエポキシ樹脂もまた使用することができる。特に、容易に入手可能なエポキシドとしては、オクタデシレンオキシド、エピクロロヒドリン、スチレンオキシド、ビニルシクロヘキセンオキシド、グリシドール、グリシジルメタクリレート、ビスフェノールAのジグリシジルエーテル(例えば、Momentive Specialty ChemicalsからのEPON828、EPON825、EPON1004、及びEPON1001、並びにDow Chemical Co. (Midland, MI)からのDER221、DER332、及びDER334)、ビニルシクロヘキサジオキシド(

50

例えば、Union CarbideからのERL4206)、3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート(例えば、Union CarbideからのERL4221、CYRACURE UVR6110、及びCYRACURE UVR6105)、3,4-エポキシ-6-メチルシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシ-6-メチル-シクロヘキサンカルボキシレート(例えば、Union CarbideからのERL4201)、ビス(3,4-エポキシ-6-メチルシクロヘキシルメチル)アジパート(例えば、ERL4289)、ビス(2,3-エポキシシクロペンチル)エーテル(例えば、ERL0400)、ポリプロピレングリコールから変性された脂肪族エポキシ(例えば、ERL4050及びERL4052)、ジベンテン二酸化物(例えば、ERL4269)、エポキシ化ポリブタジエン(例えば、FMC Corp.からのOXIRON2001)、シリコン樹脂含有エポキシ官能基、臭素化ビスフェノール型エポキシ樹脂などの難燃剤エポキシ樹脂(例えば、DER580)、フェノールホルムアルデヒドノボラックの1,4-ブタンジオールジグリシジルエーテル(例えば、Dow ChemicalからのDEN431及びDEN438)、レゾルシノールジグリシジルエーテル(例えば、Koppers Company, Inc.からのKOPOXITE)、ビス(3,4-エポキシシクロヘキシル)アジパート(例えば、ERL4299又はCYRACURE UVR6128)、2-(3,4-エポキシシクロヘキシル-5,5-スピロ-3,4-エポキシ)シクロヘキサン-メタ-ジオキサン(例えば、ERL-4234)、ビニルシクロヘキセンモノオキシド、1,2-エポキシヘキサデカン(例えば、CYRACURE UVR-6216)、アルキルCs~C10グリシジルエーテルなどのアルキルグリシジルエーテル(例えば、Resolution Performance ProductsからのHELOXY MODIFIER7)、アルキルC<sub>12</sub>~C<sub>14</sub>グリシジルエーテル(例えば、Momentive Specialty ChemicalsからのHELOXY MODIFIER8)、ブチルグリシジルエーテル(例えば、HELOXY MODIFIER61)、クレシルグリシジルエーテル(例えば、HELOXY MODIFIER62)、p-tert-ブチルフェニルグリシジルエーテル(例えば、HELOXY MODIFIER65)、1,4-ブタンジオールのジグリシジルエーテルなどの多官能性グリシジルエーテル(例えば、HELOXY MODIFIER67)、ネオペンチルグリコールのジグリシジルエーテル(例えば、HELOXY MODIFIER68)、シクロヘキサジメタノールのジグリシジルエーテル(例えば、HELOXY MODIFIER107)、トリメチロールエタントリグリシジルエーテル(例えば、HELOXY MODIFIER44)、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル(例えば、HELOXY48)、脂肪族ポリオールのポリグリシジルエーテル(例えば、HELOXY MODIFIER84)、ポリグリコールジエポキシド(例えば、HELOXY MODIFIER32)、ビスフェノールFエポキシド(例えば、Huntsman Advanced MaterialsからのEPON862及びAraldite GY-281)、及び9,9-ビス[4-(2,3-エポキシプロピル)-フェニルフルオレン] (例えば、Momentive Specialty ChemicalsからのEPON1079)が挙げられる。

#### 【0042】

有用なエポキシ含有材料には、その他に、3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート、3,4-エポキシ-2-メチルシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシ-2-メチルシクロヘキサンカルボキシレート、及びビス(3,4-エポキシ-6-メチルシクロヘキシルメチル)アジパートに代表されるエポキシシクロヘキサンカルボキシレートのようなシクロヘキセンオキシド基を含有するものが挙げられる。この性質の有用なエポキシドのより詳細な一覧が、米国特許第3,117,099号(Proops et al.)に詳述されている。

#### 【0043】

他の有用なエポキシ樹脂は、周知であり、エピクロロヒドリン、アルキレンオキシド(例えば、プロピレンオキシド)、スチレンオキシド、アルケニルオキシド(例えば、ブタ

10

20

30

40

50

ジエンオキシド)及びグリシジルエステル(例えば、エチルグリシデート)のようなエポキシドを含有する。更に他の有用なエポキシ樹脂には、General Electric Companyから市販される、米国特許第4,279,717号(Eckberg et al.)に記載されているものなどのエポキシ官能性シリコンが挙げられる。これらのエポキシ樹脂は、ケイ素原子の1~20mole%がエポキシアルキル基(好ましくは、米国特許第5,753,346号(Leiret al.)に記載されているように、エポキシシクロヘキシルエチル)で置換されたポリジメチルシロキサンである。

【0044】

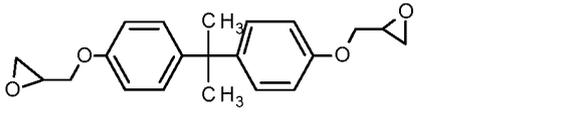
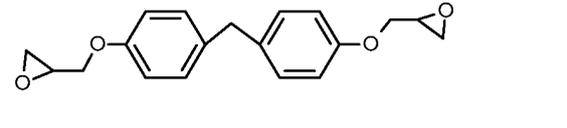
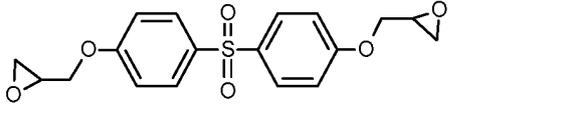
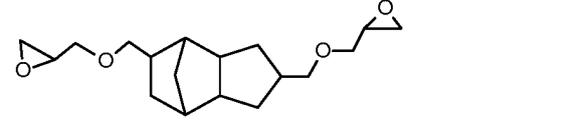
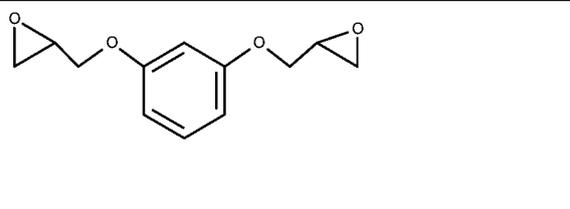
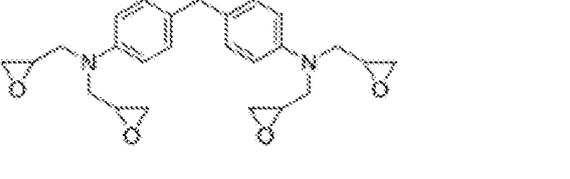
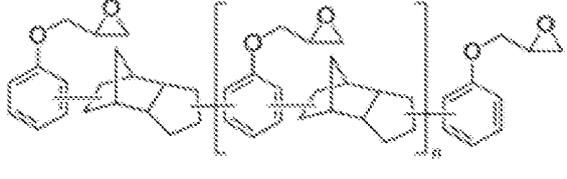
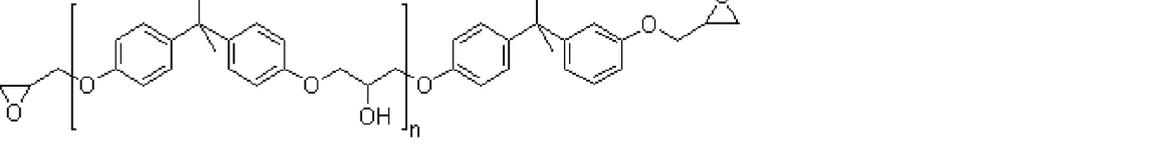
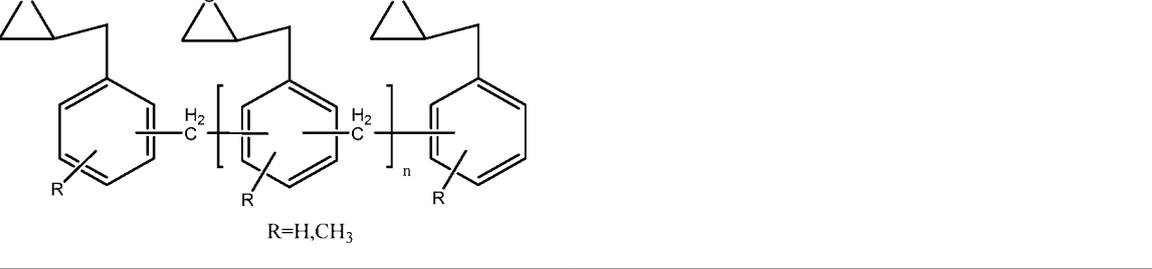
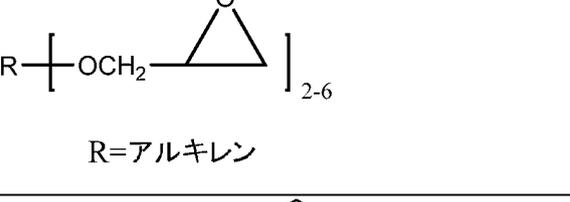
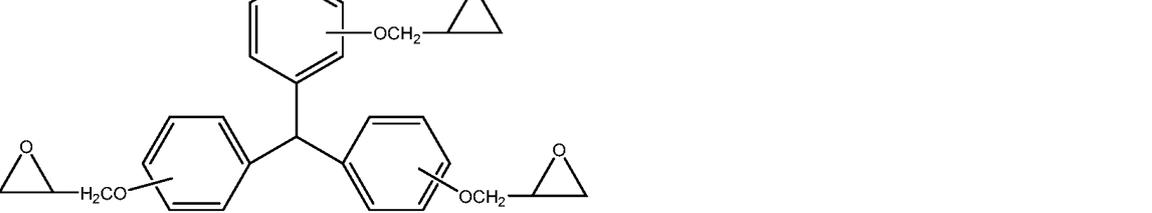
また、種々のエポキシ含有材料のブレンドを利用することもできる。好適なブレンドは、低分子量エポキシド(例えば、200g/mole未満の重量平均分子量を有するもの)、中間分子量エポキシド(例えば、約200~1000g/moleの重量平均分子量を有するもの)、及び高分子量エポキシド(例えば、約1000g/moleを超える重量平均分子量を有するもの)などのエポキシ含有化合物の2つ以上の重量平均分子量分布を含むことができる。その代わりに又はそれに加えて、エポキシ樹脂は、異なる化学的性質(脂肪族及び芳香族など)又は官能性(極性及び無極性など)を有するエポキシ含有材料のブレンドを含むことができる。

【0045】

好ましいエポキシ樹脂としては、以下が挙げられる。

【0046】

## 【化3】

		
		10
		20
		20
		
		30
		
		40

## 【0047】

いくつかの好ましい実施形態では、ポリエポキシ及び/又はポリチオール化合物は、オリゴマーであり、一方が過剰の状態でのこの2つを反応させることで調整される。あらかじめ反応させてある高分子量チオール-エポキシオリゴマー（エポキシ官能性又はチオール官能性）は、最終の硬化の際に発熱を低減するのに役立つ場合がある。

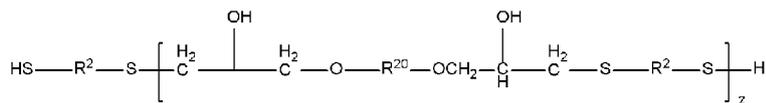
## 【 0 0 4 8 】

例えば、式 I のポリチオールを式 IV のポリエポキシドが過剰の状態、オリゴマーであるポリエポキシの官能価が少なくとも 2 になるように反応させてもよい。逆に、式 I のポリチオールが過剰の状態、式 II のポリアルケンと、オリゴマーであるポリアルケンの官能価が少なくとも 2 になるように反応させてもよい。オリゴマーであるポリエポキシド及びポリチオールは以下の式で表されてもよい〔式中、下付き文字 z は 2 以上である。〕。R<sup>2</sup> 及び R<sup>2 0</sup> は、上に定義したとおりである。単純化のために、直鎖状チオール-エポキシポリマーを示している；すなわち、下付き文字 y 及び m は 2 である。理解されるように、R<sup>2</sup> 基は更に追加のチオール基によって置換されてよく、R<sup>2 0</sup> 基は追加のエポキシ基によって置換されてもよい。下付き文字 z は少なくとも 2 である。エポキシドへのチオールのマルコニコフ付加が示してあるが、マルコニコフ又はアンチマルコニコフ付加も想到されると理解される。

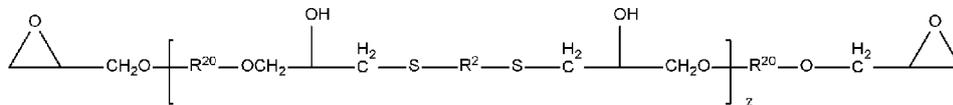
10

## 【 0 0 4 9 】

## 【 化 4 】



又は



20

## 【 0 0 5 0 】

これら成分は、通常、エポキシ基に対して約 1 : 1 のモル量のチオール基を + / - 2 0 % で使用する。ゆえに、ポリチオールのチオール基とエポキシ樹脂のエポキシ基のモル比は、0 . 7 5 : 1 ~ 1 : 0 . 7 5、好ましくは 0 . 9 : 1 ~ 1 : 0 . 9 であろう。

## 【 0 0 5 1 】

いくつかの実施形態では、限定された量の(メタ)アクリレートマトリックスバインダー組成物に使用してもよく、これはマイケル付加反応又はラジカル反応によってポリチオールと硬化される。

30

## 【 0 0 5 2 】

有用なメタクリレート化合物は、水及び/又は酸素の侵入を最小にするバリア特性を有する。いくつかの実施形態では、約 1 0 0 を超えるガラス転移温度(T<sub>g</sub>)と高架橋密度を形成できる置換基を有するメタクリレート化合物を用いると、ガス及び水蒸気バリア特性が向上したマトリックスを得ることができる。いくつかの実施形態において、メタクリレート化合物は、多官能性であり、好適な例としては、SR348(エトキシ化(2)ビスフェノールAジ(メタ)アクリレート)、SR540(エトキシ化(4)ビスフェノールAジ(メタ)アクリレート)、SR444(ペンタエリスリトールトリアクリレート)、SR351(トリメタクリルオルプロパントリアクリレート(trimethacrylolpropane triacrylate))、SR368(トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレートトリアクリレート)、SR833s(トリシクロデカンジメタノールジアクリレート)及びSR239(1,6-ヘキサンジオールジ(メタ)アクリレート)の商品名で Sartomer USA, LLC(Exxon, PA)から入手可能なものが挙げられるが、それらに限定されない。

40

## 【 0 0 5 3 】

(メタ)アクリレート化合物は、マトリックス組成物の約 0 重量% ~ 約 2 5 重量%、又は約 5 重量% ~ 約 2 5 重量%、又は約 1 0 重量% ~ 約 2 0 重量%を形成する。

## 【 0 0 5 4 】

チオール-エポキシポリマー組成物が(メタ)アクリレート成分を更に含む実施形態の場合、(メタ)アクリレートの官能基モル当量とエポキシ基のモル当量の和がチオールの

50

当量の + / - 20% と等しい。

【0055】

チオール - エポキシ樹脂は、ポリチオールとエポキシ樹脂を好適な比で組み合わせ、塩基、又は酸触媒を用いて硬化して調製してもよい。塩基又は酸触媒は光酸触媒又は光塩基触媒であってよい。

【0056】

エポキシ - チオール樹脂成分は塩基又は酸触媒を用いて熱硬化させる。この触媒は、光酸発生剤又は光塩基発生剤を含む、光触媒であってよい。一般的に、量子ドットがアミン配位子で安定化されている場合、エポキシ用アミン触媒が好ましい。同様に、もし量子ドットが酸で安定化されている場合、酸触媒が好ましい。いくつかの実施形態では、量子ドットを安定させるための酸若しくは塩基配位子、又は酸 / 塩基官能性液体キャリアは、ポリチオール及びエポキシ樹脂の硬化のための触媒として作用してもよい。3級アミンは、好ましい塩基性触媒の1つである。硬化は、硬化温度に加えて、触媒の異なる種類、触媒の量によって制御することができる。

【0057】

アミン触媒は、チオール (-SH) のチオレート (-S-) への脱プロトン化に使用され、このチオレートはエポキシ基と反応して求核性開環重合を起こす。アミン触媒は、環状アミン；3級アミン；2級アミン；置換環状アミジン、置換3級アミン、置換2級アミン；又はこれらの組み合わせからなる群から1つ以上を含むことができる。触媒は、イミダゾール、イミダゾリン、ピロリジン、置換イミダゾール化合物、置換イミダゾリン化合物、1, 4, 5, 6 - テトラヒドロピリミジン、置換1, 4, 5, 6 - テトラヒドロピリミジン化合物、置換ピロリジン化合物、置換ペリリジン化合物、及びこれらの組み合わせを1つ以上含むことができる。触媒は、置換されていないペリリジン、非環状アミジン、又は置換非環状アミジンを含むことができる。本発明の触媒として使用してもよい非環状アミジンの例として、N, N' - ジメチルアルキルアミジン、N, N' - ジエチルメチルアミジン等のN, N' - ジアルキルアルキルアミジンを含む。

【0058】

多官能性 (polyfunctional 又は multifunctional) のアミン (例えば、1級及び2級官能性を両方有するジアミン、又は複数の1級の官能性を有するジアミン) は、鎖延長と架橋 (すなわち、硬化剤として機能する) を引き起こす。多官能性 (polyfunctional) アミン又は他の硬化剤は架橋を引き起こすかもしれないが、量を限定して使用してもよい。

【0059】

エポキシ樹脂のアミン触媒は、光塩基発生剤から選択してもよい。紫外線に曝露されると、光塩基発生剤は、アミンを放出し、このアミンによって、チオールがエポキシに付加する反応が触媒される。

【0060】

本発明において有用な光塩基発生剤は、一般的に約320 ~ 420 nmの波長の光に曝露されると塩基を遊離する任意の化合物であるが、他の波長も好適でありうる。好適な光塩基発生剤としては、これらに限定されるものではないが、ベンジルカルバメート、ベンゾインカルバメート、o - カルバモイルヒドロキシアミン、O - カルバモイルオキシム、芳香族スルホンアミド、 $\beta$  - ラクタム、N - (2 - アリルエテニル) アミド、アリールアジド化合物、N - アリールホルムアミド、及び4 - (オルト - ニトロフェニル) ジヒドロピリジンが挙げられる。

【0061】

光塩基発生剤は、光照射によって直接的又は間接的にアミンを生成するものであれば特に限定されない。光塩基発生剤としては、例えば、ビス[[ (2 - ニトロベンジル) オキシ]カルボニルヘキサ - 1, 6 - ジアミン]、ニトロベンジルシクロヘキシルカルバメート、ジ(メトキシベンジル)ヘキサメチレンジカルバメート、及び下記一般式



[式中、R<sup>5</sup> はベンジルオキシ基及びホルマール基などの光活性基であり、R<sup>6</sup> は水素又

10

20

30

40

50

はアルキル基であり、 $R^7$ は多価アルキル又はアリール基であり、 $x$ は少なくとも1である。]の化合物が挙げられる。この式は、光分解によって遊離するポリアミンが、式 $(HNR^6)_x - R^7$ のものであるようなアミン光塩基発生剤を表していることは理解されるであろう。

【0062】

光塩基発生化合物の調製は当技術分野においては既知である。J. Cameron et al., J. Am. Chem. Soc., vol. 113, no. 11, 4303~4313 (1991); J. Cameron et al., J. Polym. Mater. Sci. Eng., 64, 55 (1991); 及び J. Cameron, et al., J. Org. Chem., 55, 5919~5922 (1990), 及び米国特許第 5,650,261号 (Winkel) を参照すること。これらの文献は、参照により本明細書に組み込まれる。

10

【0063】

光塩基発生剤は更に、M. Shirai et al., 光塩基発生剤としての4級アンモニウムジチオカルバメートの光化学反応及びポリ(グリシジルメタクリレート)の開環される熱架橋におけるその使用、Journal of Polymer Science, Part A: Polymer Chemistry, vol. 39, pp. 1329~1341 (2001年)、及び M. Shirai et al., 「光酸発生剤及び光塩基発生剤: ポリマー材料の化学的性質及び用途 (Photoacid and photobase generators: chemistry and applications to polymeric materials)」、Progress in Polymer Science, vol. 21, pp. 1~45, XP-002299394 (1996年) に記載されている。

20

【0064】

任意の好適なルイス酸触媒、又はブレンステッド酸触媒を用いてエポキシ架橋反応を触媒してよい。好適な酸触媒として、塩酸、硫酸、リン酸などの強無機酸、並びに酢酸、パラ-トルエンスルホン酸、及びシュウ酸などの有機酸が挙げられるが、これらに限定されない。有用な触媒の例として、 $BF_3$ アミン錯体、 $SbF_6$ スルホニウム化合物、ビスアレーン鉄錯体などのルイス酸化合物、及びペンタフルオロアンチモン酸錯体などのブレンステッド酸化合物などが挙げられる。

30

【0065】

酸触媒は、光酸発生剤(PAG)から選択されてよい。光エネルギーを照射すると、イオン光酸発生剤がフラグメント化反応を起こし、ルイス又はブレンステッド酸の1つ以上の分子を放出し、これがペンダントエポキシ基の開環付加を触媒し、架橋を形成する。有用な光酸発生剤は、熱的に安定しており、コポリマーと熱的に誘発された反応を起こすことはなく、架橋性組成物中で容易に溶解又は分散する。光酸発生剤は、既知のものであり、K. Dietliker, Chemistry and Technology of UV and EB Formulation for Coatings, Inks and Paints, vol. III, SITA Technology Ltd., London, 1991を参照することができる。更に、Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 4. sup. th Edition, Supplement Volume, John Wiley and Sons, New York, year, pp 253~255を参照することもできる。

40

【0066】

本発明のイオン光開始剤の陽イオン部分として有用な陽イオンには、例えば、米国特許第4,250,311号、同第3,708,296号、同第4,069,055号、同第4,216,288号、同第5,084,586号、同第5,124,417号、同第5,554,664号に記述されるもののような有機オニウム陽イオンが含まれるが、これらの記述は参照することにより本明細書に引用され、これには、脂肪族基又は芳香族基 I

50

V A V I I A ( C A Sバージョン)を中心とするオニウム塩、好ましくは、I -、S -、P -、Se -、N -及びC -を中心とするオニウム塩(スルホキソニウム、ヨードニウム、スルホニウム、セレノニウム、ピリジニウム、カルボニウム及びホスホニウムから選択されたもの等)、最も好ましくは、I -及びS -を中心とするオニウム塩(スルホキソニウム、ジアリールヨードニウム、トリアリールスルホニウム、ジアリールアルキルスルホニウム、ジアルキルアリールスルホニウム、及びトリアルキルスルホニウムから選択されたもの等)が含まれる。

【0067】

イオンPAGにおける対アニオンの性質は、エポキシ基の陽イオン付加重合の率と程度に影響し得る。例えば、一般に使用される求核性アニオンにおける反応性の序列は、 $\text{SbF}_6^- > \text{AsF}_6^- > \text{PF}_6^- > \text{BF}_4^-$ となること、J. V. Crivello, and R. Narayan, Chem. Mater., 4, 692, (1992)に報告されている。反応性に対するアニオンの影響は、3つの主要な因子に帰する:(1)生じるプロトン又はルイス酸の酸性度、(2)伸長するカチオン性鎖におけるイオン対の分離の度合い、及び(3)フッ化物の分離及びその結果の連鎖停止に対するアニオンの感受性。 $\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_4^-$ も使用することが可能である。

10

【0068】

有利なオニウム塩としては、アリールジアゾニウム塩等のジアゾニウム塩;ジアリールヨードニウム塩等のハロニウム塩;トリアリールスルホニウム塩等のスルホニウム塩;トリアリールセレノニウム塩等のセレノニウム塩;トリアリールスルホキソニウム塩等のスルホキソニウム塩;並びにトリアリールホスホニウム、アルソニウム塩、ピリリウム、及びチオピリリウム塩等の他の様々な種類のオニウム塩が含まれる。

20

【0069】

有用なイオン光酸発生剤としては、ビス(4-t-ブチルフェニル)ヨードニウムヘキサフルオロアンチモナート(Hampford Research Inc. (Stratford, CT)によるFP5034(商標))、トリアリールスルホニウム塩の混合物(ジフェニル(4-フェニルチオ)フェニルスホニウムヘキサフルオロアンチモナート、ビス(4-(ジフェニルスルホニオ)フェニル)スルフィドヘキサフルオロアンチモナート)(Synasia (Metuchen, NJ)からSyna PI-6976(商標)として利用可能)、(4-メトキシフェニル)フェニルヨードニウムトリフラート、ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムカンホルスルホナート、ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムヘキサフルオロアンチモナート、ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムヘキサフルオロホスフェート、ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムテトラフェニルボラート、ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムトシラート、ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムトリフラート、([4-(オクチルオキシ)フェニル]フェニルヨードニウムヘキサフルオロホスフェート)、([4-(オクチルオキシ)フェニル]フェニルヨードニウムヘキサフルオロアンチモナート)、(4-イソプロピルフェニル)(4-メチルフェニル)ヨードニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボラート(Blue Star Silicones (East Brunswick, NJ)からRhodorsil 2074(商標)として利用可能)、ビス(4-メチルフェニル)ヨードニウムヘキサフルオロホスフェート(IGM Resins (Bartlett, IL)からOmnicat 440(商標)として利用可能)、4-(2-ヒドロキシ-1-テトラデシクロキシ)フェニル]フェニルヨードニウムヘキサフルオロアンチモナート、トリフェニルスルホニウムヘキサフルオロアンチモナート(Chitec Technology Corp. (Taipei, Taiwan)からCT-548(商標)として利用可能)、ジフェニル(4-フェニルチオ)フェニルスホニウムヘキサフルオロホスフェート、ビス(4-(ジフェニルスルホニオ)フェニル)スルフィドビス(ヘキサフルオロホスフェート)、ジフェニル(4-フェニルチオ)フェニルスホニウムヘキサフルオロアンチモナート、ビス(4-(ジフェニルスルホニオ)フェニル)スルフィドヘキサフルオロアンチモナート、並

30

40

50

びにこれらのトリアリルスルホニウム塩のブレンド（PF<sub>6</sub>及びSbF<sub>6</sub>塩がそれぞれSyna PI-6992（商標）及びSyna PI-6976（商標）の商品名でSynasia（Metuchen, NJ）から利用可能）が挙げられる。

#### 【0070】

光塩基発生剤又は光酸発生剤を使用することで、塩基の光化学製品製造から残留物が生成され得る。光塩基発生剤は、化学線に曝露されると光分解してポリアミンと残留化合物を生じる。例えば、ジアミンのビス-ベンジルカルバメートは光分解して、ジアミンと、「光塩基発生剤の残留物」としてのフェニルケトンを生じる。オキシムエステルはケトンを生じる。このような残留物は少量で存在し、通常、得られる偏光体の所望の光学特性の妨げとはならない。この残留物は、赤外線、紫外線及びNMR分光法、ガス若しくは液体クロマトグラフィ、質量分析、又はこれら技術の組み合わせなどの従来の分析技術によって検出され得る。したがって、本発明は、硬化したチオール-エポキシマトリックスコポリマーと、光塩基/酸発生剤からの検出可能な量の残留物とを含んでいてもよい。

10

#### 【0071】

一般的に、エポキシ樹脂用の触媒は、エポキシ基と触媒の分子量の総量に基づいて、少なくとも約0.05重量%、より好ましくは少なくとも約0.1重量%、約0.1重量%～約5重量%の範囲で、又は、より好ましくは、約0.5重量%～約2重量%の範囲で使用される。

#### 【0072】

図1を参照すると、量子ドット物品10は、第1のバリア層32と、第2のバリア層34と、第1のバリア層32と第2のバリア層34との間の量子ドット層20と、を有する。量子ドット層20は、マトリックス24中に分散された複数の量子ドット22を含む。

20

#### 【0073】

バリア層32、34は、例えば酸素、水、及び水蒸気などの環境にある不純物への曝露から量子ドット22を保護することが可能な任意の有用な材料で形成することができる。好適なバリア層32、34としては、ポリマー、ガラス、及び誘電材料のフィルムが挙げられるが、それらに限定されない。いくつかの実施形態において、バリア層32、34の好適な材料としては、例えば、ガラス及びポリエチレンテレフタレート（PET）、PEN、ポリエーテル、又はPMMAなどのポリマー；酸化ケイ素、酸化チタン、又は酸化アルミニウム等の酸化物（例えば、SiO<sub>2</sub>、Si<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>又はAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）；及びこれらの好適な組み合わせが挙げられる。バリア層は、入射光及び発光の選択波長に対し、少なくとも90%、好ましくは少なくとも95%の透過率を有することが好ましい。

30

#### 【0074】

特に、バリアフィルムは種々の構成体から選択することができる。バリアフィルムは、用途により要求される特定のレベルで酸素及び水透過速度を有するように選択される。いくつかの実施形態では、バリアフィルムの水蒸気透過速度（WVTR）が、38及び相対湿度100%で約0.005g/m<sup>2</sup>/日未満；いくつかの実施形態では、38及び相対湿度100%で約0.0005g/m<sup>2</sup>/日未満；いくつかの実施形態では、38及び相対湿度100%で約0.00005g/m<sup>2</sup>/日未満である。いくつかの実施形態では、バリアフィルムは50及び相対湿度100%で約0.05、0.005、0.0005、又は0.00005g/m<sup>2</sup>/日未満、又は更には85及び相対湿度100%で約0.005、0.0005、0.00005g/m<sup>2</sup>/日未満のWVTRを有する。いくつかの実施形態では、バリアフィルムは、23及び相対湿度90%で約0.005g/m<sup>2</sup>/日未満の酸素透過速度を有し、いくつかの実施形態では、23及び相対湿度90%で約0.0005g/m<sup>2</sup>/日未満；いくつかの実施形態では、23及び相対湿度90%で約0.00005g/m<sup>2</sup>/日未満である。

40

#### 【0075】

代表的な有用なバリア層には原子層堆積、熱蒸発、スパッタリング、及び化学気相成長法により作製される無機フィルムが挙げられる。有用なバリアフィルムは、典型的には、可撓性及び透明である。一部の実施形態では、有用なバリアフィルムは、無機/有機物を

50

含む。無機/有機多層を含む可撓性超バリアフィルムは、例えば、米国特許第7,018,713号(Padiyath et al.)で記述されている。このような可撓性超バリアフィルムは、少なくとも1つの第2ポリマー層により隔てられた2つ以上の無機バリア層によりオーバーコートされたポリマーフィルム基材上に配設された第1ポリマー層を有してもよい。いくつかの実施形態では、バリアフィルムは、ポリマーフィルム基材上に配設された第1ポリマー層と第2ポリマー層224との間に配置された無機バリア層を1つ含む。

【0076】

場合により、バリアフィルムは、バリア層上の量子ドット層の接着性のみならずバリア性能を更に向上するために、1つ以上のプライマー層を含む。しかし、チオール-アルケンマトリックスがある場合には、プライマー層は必要ではない。

10

【0077】

いくつかの実施形態では、量子ドット物品10の各バリア層32、34は異なる材料や組成の副次層(sub-layers)を少なくとも2層含む。いくつかの実施形態では、そのような多層バリア構成によって、バリア層32、34内でピンホール欠陥が一行に並ぶことを、より効果的に低減、又はなくすることができ、マトリックス24への酸素及び水分の侵入に対してより効果的な防御をすることが可能である。量子ドット物品10は、任意の好適な材料又はバリア材料の組み合わせ、及び任意の好適な数のバリア層又は副次層を、量子ドット層20の片側又は両側に有することができる。バリア層及び副次層の材料、厚さ、及び数は、特定の用途に依存し、量子ドット22のバリア保護及び輝度を最大にする一方で、量子ドット物品10の厚さを最小にするように好適に選択される。いくつかの実施形態において、各バリア層32、34は、それ自体が二重積層フィルムなどの積層フィルムであり、各バリアフィルム層は、ロールツーロール又は積層体製造プロセスにおけるしわを排除するのに十分な厚さである。1つの実例的な実施形態では、バリア層32、34はその曝露面上に酸化層を有するポリエステルフィルム(例えば、PET)である。

20

【0078】

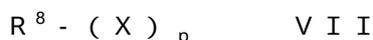
量子ドット層20は、量子ドット又は量子ドット材料22の1つ以上の集団を含むことができる。例示的な量子ドット又は量子ドット材料22は、青色LEDからの青原色光のダウンコンバージョンの際に、緑色光及び赤色光を発光し、量子ドットによって二次発光する。赤色光、緑色光、及び青色光のそれぞれの部分は、量子ドット物品10を組み込んだ表示デバイスによって発光される白色光のための所望の白色点を達成するように調節され得る。量子ドット物品10に使用される例示的な量子ドット22としてZnSシェルを有するCdSeがあるが、これに限定されない。本明細書に記載される量子ドット物品に使用するのに好適な量子ドットとしては、CdSe/ZnS、InP/ZnS、PbSe/PbS、CdSe/CdS、CdTe/CdS又はCdTe/ZnSを含むコア/シェル発光性ナノ結晶が含まれるが、これらに限定されない。例示的な実施形態において、発光ナノ結晶は、外部配位子のコーティングを有し、ポリマーマトリックス中に分散されている。量子ドット及び量子ドット材料22は、例えば、Nanosys Inc.(Millipitas, CA)から市販されている。量子ドット層20は、任意の有用な量の量子ドット22を有することができ、いくつかの実施形態において、量子ドット層20は、量子ドット層20の総重量に基づいて、0.1重量%~20重量%の量子ドットを含むことができる。

30

40

【0079】

いくつかの実施形態では、量子ドットは、追加的に、以下式で表される配位子化合物によって官能化されていてもよい。



[式中、

$R^8$ は $C_2 \sim C_{30}$ の炭素原子を有する(ヘテロ)ヒドロカルビル基であり;好ましくは10~30個の炭素原子を有する直鎖若しくは分枝鎖アルキル、又はポリシロキサンであり;

50

p は、少なくとも1であり；好ましくは少なくとも2であり、

X は、電子供与基である。] 好ましくは、X はアミノ基、又はチオールである。このような追加の配位子は式 I の配位子によって官能化されるときに添加される。一般的に、ナノ粒子1個あたりに多くの配位分子が存在していてもよい。配位分子は、量子ドットの被覆を確実にするために、ナノ結晶に対して過剰に存在している。

【0080】

いくつかの実施形態において、量子ドット材料は、配位子官能化されている、又はされていない、液体キャリア中に分散された量子ドットを含むことができる。例えば、液体キャリアは、アミノシリコン油などの油を含むことができる。好ましくは、液体キャリアはポリママトリックスの透過率と合致するように選択される。量子ドット層を通過する光路長を長くし、量子ドット吸収と効率を向上させるために、液体キャリアとポリママトリックスの屈折率の差は、0.05以上であり、好ましくは0.1以上である。

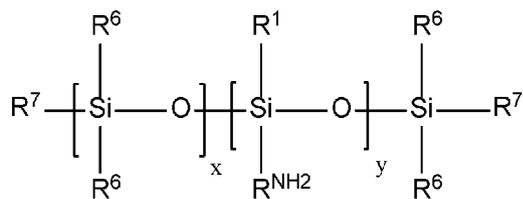
10

【0081】

アミノ置換シリコン液体キャリア（配位子官能性液体キャリア）は以下の式VIで表される。

【0082】

【化5】



VI I

20

[ 式中、

R<sup>6</sup> は、それぞれ独立して、アルキル又はアリアルであり、

R<sup>NH<sup>2</sup></sup> は、アミン置換（ヘテロ）ヒドロカルビル基であり、

x は1～2000、好ましくは3～100であり、

y は、0であってよく、

x + y は、少なくとも1であり、

R<sup>7</sup> はアルキル、アリアル又はR<sup>NH<sup>2</sup></sup>であり、

ここで、アミン官能性シリコンは少なくとも2つのR<sup>NH<sup>2</sup></sup>基を有する。]

30

【0083】

有用なアミノシリコン及びその製法は米国特許出願公開第2013-0345458号(Freeman et al.)に記載されており、参照することにより本明細書に組み込まれる。有用なアミン官能性シリコンは、Lubkowscha et al.による「Aminoalkyl Functionalized Siloxanes, Polimery」, 2014 59, pp 763~768に記載されている。これらは、Gelest Inc, (Morrisville, PA)から、又はDow CorningからXiameter OFX-0479、OFX-8040、OFX-8166、OFX-8220、OFX-8417、OFX-8630、OFX-8803、及びOFX-8822を含む、Xiameter（商標）名で入手可能である。有用なアミン官能性シリコンは、Siletech.comより商品名Silamine（商標）、及びMomentive.comより商品名ASF3830、SF4901、Magnasoft、Magnasoft PlusTSF4709、Baysilone OF-T P3309、RPS-116、XF40-C3029、及びTSF4707としても入手可能である。

40

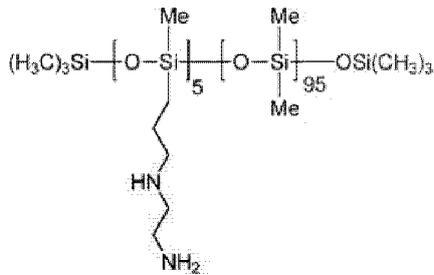
【0084】

特に好ましいアミノシリコンはGenesee Polymer Corp (Burton, MU)から入手可能なGP-988であり、これは以下式で表される。

【0085】

50

## 【化6】



## 【0086】

10

C d S e 系の量子ドットの配位子システムの例として、結合材料と同様の組成の追加材料を有する液状アミノシリコーン型オイルがある。I n P 系の量子ドットの配位子システムの例として、固形ポリマー（例えば、イソボルニルメタクリレート）を追加材料として有する、又は量子ドットに結合もしているポリマー中にカルボキシレート基を有する、結合した中程度の鎖状カルボン酸種が挙げられる。

## 【0087】

いくつかの実施形態では、配位子システムは、侵入（infiltration）の際には液状であるが、その後硬化、重合、又は溶媒除去の際に固形に変換することができる。いくつかの実施形態では、配位子システムは液状のまま、液体キャリア内に分散した量子ドットの液滴を提供し、さらにそれをポリマーマトリックス中に分散してもよい。

20

## 【0088】

いくつかの実施形態では、配位子と液体キャリア（配位子官能性又は非官能性）の量は、無機ナノ粒子を含んだ総量に対して、60重量%以上であり、好ましくは70重量%以上、より好ましくは80重量%以上である。換言すれば、配位子によって安定化した量子ドットは、式V I I の配位子化合物及び/又は式V I のシリコーンを、安定化した量子ドットの総重量に対して60重量%以上含んでいる。

## 【0089】

1つ以上の実施形態では、量子ドット層20は、場合により散乱ビーズ又は粒子を含み得る。これらの散乱ビーズ又は粒子は、マトリックス材料24の屈折率と少なくとも0.05又は少なくとも0.1の異なる屈折率を有する。これらの散乱ビーズ又は粒子は、例えば、シリコーン、アクリル酸系、及びナイロンなどのポリマー、又は $\text{TiO}_2$ 、 $\text{SiO}_x$ 、及び $\text{AlO}_x$ などの無機材料、並びにそれらの組み合わせを含むことができる。いくつかの実施形態では、量子ドット層20内の散乱粒子を含むことによって、量子ドット層20を通過する光路長が長くすることが可能になり、量子ドットの吸収及び効率が向上する。多くの実施形態では、散乱ビーズ又は粒子の平均粒径は、1~10マイクロメートル、又は2~6マイクロメートルの範囲である。多くの実施形態では、量子ドット材料20は、ヒュームドシリカなどの充填剤を場合により含み得る。

30

## 【0090】

いくつかの好ましい実施形態では、散乱ビーズ又は粒子はMomentive Specialty Chemicals Inc. (Columbus, Ohio) から入手可能なTospearl (商標) 120A、130A、145A及び2000B球状シリコーン樹脂（それぞれ2.0、3.0、4.5及び6.0 $\mu\text{m}$ の粒径がある）などの無機ビーズである。他の有用な散乱粒子はNagase America又はSekisui Chemicalsから入手可能な有機ビーズである。

40

## 【0091】

本明細書に記載されるチオール-アルケン樹脂から形成された量子ドット層20のマトリックス24は、バリア層32、34を形成する材料に接着して積層構造を形成し、また、量子ドット22のための保護マトリックスも形成する。一実施形態において、マトリックス24は、任意の放射線硬化性メタクリレート化合物を含むチオール-アルケン組成物を硬化して形成される。

50

## 【 0 0 9 2 】

図2を参照すると、その他の態様において、本開示は、量子ドットフィルム物品の製造方法100に関し、その方法は、第1のバリア層上に、量子ドットを含むチオール-アルケン組成物をコーティングすること102と、第2のバリア層を量子ドット材料上に設けること104と、を含む。いくつかの実施形態では、方法100は、放射線硬化性チオール-アルケンを重合（すなわち、放射線硬化）させて、部分的に硬化した量子ドット材料106を形成し、更にバインダー組成物を重合させて硬化したマトリックス108を形成することを含む。いくつかの実施形態では、チオール-アルケン樹脂は106において完全に硬化されてもよい。

## 【 0 0 9 3 】

いくつかの実施形態では、バインダー組成物は熱することによって硬化又は固化させてもよい。他の実施形態において、量子ドット組成物は、例えば紫外（UV）光などの放射線を適用することによっても硬化又は硬質化し得る。硬化又は固化のステップはUV硬化、加熱又はその両方を含んでもよい。いくつかの例示的で限定を意図しない実施形態では、UV硬化条件として約 $10\text{ mJ/cm}^2$ ～約 $4000\text{ mJ/cm}^2$ のUVA、より好ましくは約 $10\text{ mJ/cm}^2$ ～約 $200\text{ mJ/cm}^2$ のUVAを適用することを含み得る。加熱及びUV光はまた、バインダー組成物の粘度を増加させるために単独で適用しても、又は組み合わせで適用してもよく、コーティング及びプロセスライン上での取り扱いをより容易にすることが可能である。

## 【 0 0 9 4 】

量子ドット組成物は一般的に少なくとも $200\text{ cPs}$ ～最大 $15000\text{ cPs}$ 、好ましくは $500$ ～ $10000\text{ cPs}$ 、及び最も好ましくは $1000$ ～ $3000\text{ cPs}$ の間の粘度を有する。望ましいコーティング可能な粘度は、関連するポリチオール、及びポリアルケンの選択によって達成される。

## 【 0 0 9 5 】

いくつかの実施形態において、バインダー組成物は、覆いとなるバリアフィルム32と34との間への積層後に硬化することができる。したがって、バインダー組成物の粘度増加は、積層直後のコーティング品質を確定する。コーティング又は積層直後に硬化することにより、いくつかの実施形態において、硬化したバインダーは、硬化中に積層体を一緒に保持するために、粘度をバインダー組成物が接着剤として作用する点まで増加させ、硬化中の欠陥を大幅に低減する。いくつかの実施形態において、従来の熱硬化と比較して、バインダーの放射線硬化は、コーティング、硬化、及びウェブのハンドリングにおいてより大幅な制御を可能にする。

## 【 0 0 9 6 】

少なくとも部分的に硬化した時点で、バインダー組成物は、量子ドット22のための保護支持マトリックス24を提供する、ポリマーネットワークを形成する。

## 【 0 0 9 7 】

エッジ侵入を含む侵入は、水分及び/又は酸素のマトリックス24中への侵入による量子ドット性能の低下によって定義される。様々な実施形態において、硬化したマトリックス24中への水分及び酸素のエッジ侵入は、 $85$  で1週間後に約 $1.0\text{ mm}$ 未満、又は $85$  で1週間後に約 $0.75\text{ mm}$ 未満、又は $85$  で1週間後に約 $0.5\text{ mm}$ 未満、又は $85$  で1週間後に約 $0.25\text{ mm}$ 未満である。様々な実施形態において、マトリックス中への水分及び酸素侵入は、 $65$  及び $95\%$ 相対湿度で $500$ 時間後に約 $0.5\text{ mm}$ 未満である。

## 【 0 0 9 8 】

種々の実施形態において、硬化したマトリックスの中への酸素透過は、約 $80$  ( $\text{cc} \cdot \text{ミル}$ ) / ( $\text{m}^2 \cdot \text{日}$ ) 未満、又は約 $50$  ( $\text{cc} \cdot \text{ミル}$ ) / ( $\text{m}^2 \cdot \text{日}$ ) 未満である。種々の実施形態において、硬化したマトリックスの水蒸気透過速度は、約 $15$  ( $20\text{ g/m}^2 \cdot \text{ミル} \cdot \text{日}$ ) 未満、又は約 $10$  ( $20\text{ g/m}^2 \cdot \text{ミル} \cdot \text{日}$ ) 未満でなければならない。

## 【 0 0 9 9 】

10

20

30

40

50

様々な実施形態において、エージング時に観察される変色は、CIE 1931 (x, y) 色座標系で、85 で1週間のエージング期間の後、0.02未満の変化に限られる。特定の実施形態において、エージング時の変色は、85 で1週間のエージング期間の後、0.005未満である。特定の実施形態においては、マトリックスはCIE 1931 (x, y) の規定による色シフト  $d(x, y)$  が、65 及び95%相対湿度で100時間後で約0.02未満である。

【0100】

チオール-エポキシマトリックスは、入射光のスペクトル領域、典型的には450±50nmの領域において、少なくとも85%の透過率を有し、好ましくは少なくとも90%、より好ましくは少なくとも95%の透過率を有する。更に、チオール-エポキシマトリックスは、450~750nmの可視光の領域において、少なくとも85%の平均透過率を有し、好ましくは少なくとも90%、より好ましくは少なくとも95%の平均透過率を有する。

10

【0101】

様々な実施形態において、量子ドット層20の厚さは、約25~500ミクロン、又は一般的に40~約250ミクロンである。

【0102】

チオール-アルケン-エポキシマトリックスのドットの量子効率、従来のマトリックスシステムの量子効率よりもかなり高くなっており、希釈溶液内でのドットの量子収率に近づくことも可能である。Nanosys 供給の量子ドットを使用して、浜松(商標)Quantarusを用いて測定した場合、本量子ドット物品は85%を超える、好ましくは90%を超える外部量子効率(EQE)を達成することができる。<http://www.hamamatsu.com/us/en/product/alpha/P/5033/index.html>を参照のこと。

20

【0103】

図3は本明細書に記載される量子ドット物品を備える表示デバイス200の実施形態の概略図である。この例示は、単に一例として提供され、これに限定されない。表示デバイス200は、例えば発光ダイオード(LED)などの光源204を有するバックライト202を備える。光源204は発光軸235に沿って発光する。光源204(例えば、LED光源)は入力側のエッジ208を通して、その上に後方反射体212を有する中空の光リサイクリングキャビティ210内に発光する。後方反射体212は、主に正反射性、拡散性、又はそれらの組み合わせであってよく、好ましくは、高反射性である。バックライト202は、量子ドット物品220を更に備え、その中に量子ドット222を分散させた保護マトリックス224を有する。保護マトリックス224は、ポリマーバリアフィルム226、228によって両面上で境界され、単層又は多層を有することができる。

30

【0104】

表示デバイス200はさらに前方反射体230を含み、これは多方向リサイクリングフィルム又は層を含む。これらの多方向リサイクリングフィルム又は層は、軸から外れた光をディスプレイの軸に近い方向に変更する表面構造を有する光学フィルムで、これによって表示デバイス内を軸に沿って伝搬する光量を増加させ、観察者が見る像の明るさやコントラストを増大させることができる。前方反射体230はまた、偏光子などの他の種類の光学フィルムも有することができる。1つの非限定的な例において、前方反射体230は1つ以上のプリズムフィルム232及び/又はゲイン・ディフューザを含むことができる。プリズムフィルム232においては、プリズムが軸に沿って伸長されていてもよく、この軸は光源204の発光軸235に平行又は垂直に配向されてよい。いくつかの実施形態において、プリズムフィルムのプリズム軸は、交差してもよい。前方反射器230は、1つ以上の偏光フィルム234を更に有することができる。多層光学偏光フィルム、拡散反射偏光フィルムなどを有することができる。前方反射体230によって発光された光は液晶(LC)パネル280に入る。バックライティング構造体及びフィルムの数多くの例は、例えば、米国特許第8848132号(Epstein et al.)に見出すこ

40

50

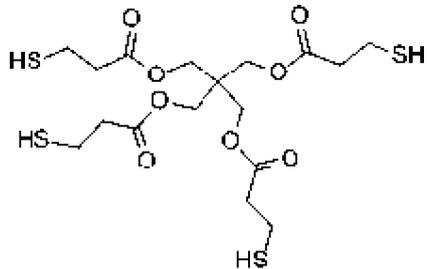
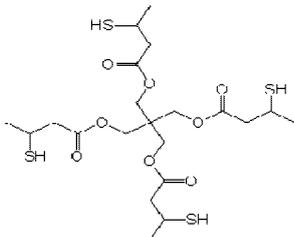
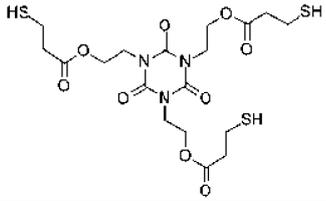
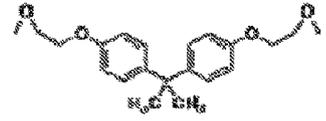
とができる。

【実施例】

【0105】

【表1】

材料

呼称	説明	供給元
S4-p	ペンタエリスリトールテトラ(3-メルカプトプロピオネート) $[C(CH_2OC(O)CH_2CH_2SH)_4]$ , CAS#7575-23-7, MW = 488.66 	TCI America, Portland, OR.
S4-b	ペンタエリスリトールテトラキス(3-メルカプトブチレート) (CAS#31775-89-0, MW = 544.8)、商品名「KARENZ MT PE1」 	Showa-Denko America, Inc., New York, NY.
S3	トリス[2-(3-メルカプトプロピオニルオキシ)エチル] イソシアヌレート[CAS#36196-44-8, MW=525.62(EW=175.206)] 	Bruno Bock Chemische Fabrik GmbH & Co. KG, Marschacht, Germany
BPADGE	ビスフェノールAジグリシジルエーテル (CAS#1675-54-3, MW=340.42; Lot#H26Z052) 	Alfa-Aesar, Ward Hill, MA.
触媒	2-(ジメチルアミノ)エタノール(CAS#108-01-0, MW=89.14; Lot#L08T008).	
SiO <sub>2</sub>	マイクロ微細シリコーン樹脂(2mm、最適な均一性のために粒径は細かくコントロールされている)	商品名「TOSPEARL 120」、Momentive Performance Materials Inc., Waterford, NY
QD-1	アミン官能化シリコーンで安定化された緑CdSe量子ドット(Lot# QCG 101713-24)	Nanosys, Inc., Milpitas, CA
QD-2	アミン官能化シリコーンで安定化された緑CdSe量子ドット(Part# QCEF53040R2-01)	
QD-3	アミン官能化シリコーンで安定化された赤CdSe量子ドット(Part# QCEF62290R2-01)	

【0106】

方法

熱分析方法

10

20

30

40

50

示差走査熱量測定装置 Q200 (TA Instruments (New Castle, Delaware)) を用いて熱分析を行った。示差走査熱量測定装置 (DSC) スキャンは -75 ~ 150、3 /min の加熱速度で行った。ガラス転移温度 (T<sub>g</sub>) を求めた。

【0107】

量子収率 (QY) 測定法

全ての量子収率 (EQE) は絶対 PL 量子収率測定装置 C11347 (Hamamatsu Corporation (Middlesex, New Jersey)) を用いて測定した。

【0108】

エージング評価法

エージング評価は、下記実施例で用意した切り出したフィルムを 85 のオープンに 7 日間置き、EQE 及びエッジ侵入を測定してエージング安定性を評価した。

【0109】

エッジ侵入測定法

2 枚のバリアフィルムの間の硬化したマトリックスのエッジ侵入は、上記のようにエージングした後に拡大鏡の下で定規を用いてマトリックスの切断エッジから測定した。エージング中に酸素及び / 又は水分によってエッジの量子ドットが劣化した場合、量子ドットは青色光の下では黒い線を呈し、緑色及び / 又は赤色の光を発光しなかった。エッジ侵入の値は、切断エッジからどのくらい深くまで量子ドットが劣化したかを示している。

【0110】

S4-p の調製 BPADGE ポリチオールオリゴマー (PSO)

125 mL の褐色ガラス瓶に、1.50 g の BPADGE (8.8 eq. エポキシ)、8.37 g の S4-p (68.5 eq. SH) 及び 0.10 g の触媒を投入した。混合物を室温で一晩回転させ、高粘度のポリチオールオリゴマーを得た。得られた高粘度のポリチオールに追加の BPADGE (10.13 g、59.5 eq エポキシ) を処方し、下記の EX4 の QDEF マトリックス処方について、-SH とエポキシの当量比が 1 対 1 になるようにした。

【0111】

S4-p の調製 BPADGE ポリエポキシオリゴマー (PEO)

125 mL の褐色ガラス瓶に、11.63 g の BPADGE (68.3 eq. エポキシ)、1.5 g の S4-p (12.27 eq. SH) 及び 0.10 g の触媒を投入した。混合物を室温で一晩回転させ、高粘度のポリエポキシオリゴマーを得た。得られた高粘度のポリエポキシオリゴマーに追加の S4 (6.87 g、56.2 eq SH) を処方し、下記の EX9 の QDEF マトリックス処方について、-SH とエポキシの当量比が 1 対 1 になるようにした。

【0112】

実施例 1 ~ 9 (EX1 ~ EX-9) 及び比較例 1 (CE1)

ポリチオールとポリエポキシドを当量比 (-SH のエポキシドに対する比) 1 : 1 で混合し、1.5 g の緑色 QD (QD-1 若しくは QD-2) 又は緑色 QD (1.2 g の QD-1 又は QD-2) 及び赤色 QD (0.3 g の QD-3) の混合物並びに触媒 (0.05%、約 0.1 g) を追加して、コウルズブレードミキサを用いて 1400 rpm のスピードで 2 分間窒素ボックス中で完全に混合し、約 20 g の EX1 ~ EX9 マトリックスコーティング処方を準備した。ここで、EX3 及び EX7 はそれぞれ EX2 及び EX6 の繰り返しである。EX5 のマトリックスコーティング処方は、混合物に約 5% の SiO<sub>2</sub> を添加したこと以外は、他の実施例と同じ方法で調製した。使用した量子ドットと、ポリチオール及びポリエポキシドの種類は表 1 にまとめたように変更した。

【0113】

CE1 はエポキシ - アミン / アクリレートマトリックス中に緑色と赤色の量子ドットを分散した「3M QUANTUM DOT ENHANCEMENT FILM」(5m

10

20

30

40

50

ilのPETフィルムを有する3MQDEF360d Q38.27×3(.27,.26))で、UV及び熱プロセスによって硬化されている。3M Company (Saint Paul, Minnesota)よりN10607-004として入手可能である。

【0114】

上記のように調製したEX1～EX9処方(2枚の離型フィルム(SILPHAN S36M, 1R10003 Clear 152 m, Siliconature S.P.A. (Chicago IL)より入手)の間に、約100µmの厚さになるようにナイフコーティングし、110のオープンで5分間、熱硬化した。コーティングされ、硬化されたフィルムは離型フィルムを剥がしたのち、上記の熱分析に使用した。

10

【0115】

次いで、上記の調製したEX1～EX9処方(2枚の2ミル(50µm)の厚みのプライマー化されたPETバリアフィルム(FTB3-M-50, 3M Company (St. Paul, Minnesota)より、商品名「3M FTB3 BARRIER FILM」で入手可能)の間に、約100µmの厚みでナイフコーティングし、110のオープンで5分間熱硬化して硬化した。硬化したフィルムは量子収率の測定、及びエージング評価に使用した。

【0116】

得られたマトリックスフィルムについて、コーティング品質、熱分析、量子収率測定、及びエッジ侵入を上記試験方法を用いて評価した。量子収率測定については、準備したサンプル(すなわち、エージング前)及び上記エージング安定性試験を実施した後(すなわち、エージング後)に実施した。

20

【0117】

以下の表2に、準備したサンプルのTg及びQYのデータ(EQE%、Abs%)、及びEX1～EX9及びCE1について、エージング後の同じサンプルのQYデータ(EQE%、Abs%、EQE)及びエッジ侵入の結果をまとめている。

【0118】

【表2】

表1

実施例	マトリックス処方(当量比)	量子ドット
EX1	S4-p/BPADGE	QD-2
EX2	S4-p/BPADGE	QD-1
EX3	S4-p/BPADGE(繰返し)	QD-1
EX4	PSO/BPADGE	QD-2
EX5	S4-p/BPADGE/SiO <sub>2</sub> (4%)	QD-2/3
EX6	S4-b/BPADGE	QD-1/3
EX7	S4-b/BPADGE(繰返し)	QD-1/3
EX8	S3/BPADGE	QD-2/3
EX9	S4-p/PEO	QD-2
CE1	エポキシ-アミン/アクリレートマトリックスを有する3M QDEF	QD-1/3

30

【0119】

40

【表 3】

表 2

実施例	エージング前			エージング後			
	Tg	EQE %	Abs %	EQE %	Abs %	ΔEQE	エッジ侵入 (mm)
EX1	47.8	92.5	60.2	87	62.7	-5.9%	<0.25mm
EX2	47.5	90.0	58.2	94.3	55.1	-3.3%	<0.25mm
EX3	N/A*	93.5	60.5	91.1	58.9	-2.6%	<0.25mm
EX4	46.7	90.7	59.6	87	61.2	-4.1%	<0.25mm
EX5	48.4	91.4	52.2	84.8	43.1	-7.2%	約0.25mm
EX6	N/A*	90.7	60.1	90.7	60.1	-0%	<0.25mm
EX7	N/A*	90.3	63.2	90.3	63.2	-0%	<0.25mm
EX8	41.8	93.1	57.2	91.7	53.6	-1.5%	<0.25mm
EX9	N/A*	90.5	58.4	89.8	56.8	-0.8%	<0.25mm
CE1	40	77.4	40.9	74.3	41.5	-4.0%	0.75mm

\* N / A は「測定せず」を意味する。

【図 1】

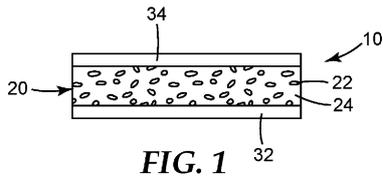


FIG. 1

【図 2】

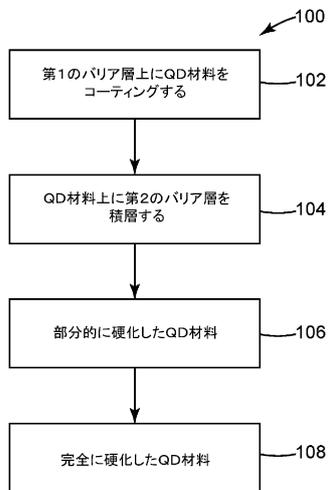


FIG. 2

【図 3】

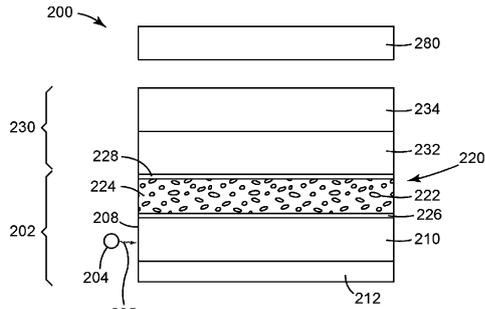


FIG. 3

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
C 0 8 L 63/00 (2006.01) C 0 8 L 63/00 C  
C 0 8 K 5/36 (2006.01) C 0 8 K 5/36  
C 0 8 G 75/02 (2016.01) C 0 8 G 75/02

(72)発明者 チウ, ツァイ - ミン  
アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボッ  
クス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 ピーパー, ジョーゼフ エム.  
アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボッ  
クス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

審査官 大久保 智之

(56)参考文献 特開2016 - 141743 (JP, A)  
特開2008 - 248169 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C 0 8 G 5 9  
C 0 8 G 7 5