



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101825806 A

(43) 申请公布日 2010.09.08

(21) 申请号 201010123872.9

(22) 申请日 2010.03.02

(30) 优先权数据

2009-048500 2009.03.02 JP

(71) 申请人 富士胶片株式会社

地址 日本东京

(72) 发明人 丰冈健太郎

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 杨海荣 穆德骏

(51) Int. Cl.

G02F 1/13363(2006.01)

G02F 1/1335(2006.01)

G02B 5/30(2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 28 页

(54) 发明名称

光学补偿片、偏振板、液晶显示装置和制造光学补偿片的方法

(57) 摘要

提供了一种光学补偿片、偏振板、液晶显示装置和制造光学补偿片的方法,所述光学补偿片包含:透明基材;和至少一个含有液晶化合物的光学各向异性层。该光学补偿片具有 4000 以上的膜对比度值,其中膜对比度值通过式 (1) 表示,式 (1):膜对比度值=(在以平行尼科尔结构布置的偏振板之间设置的光学补偿片的最大亮度)/(在以交叉尼科尔结构布置的偏振板之间设置的光学补偿片的最小亮度)。

1. 一种光学补偿片,包含:透明基材;和至少一个含有液晶化合物的光学各向异性层,其中该光学补偿片具有 4000 以上的膜对比度值,该膜对比度值由式 (1) 表示,

式 (1):膜对比度值=(在以平行尼科尔结构布置的偏振板之间设置的光学补偿片的最大亮度)/(在以交叉尼科尔结构布置的偏振板之间设置的光学补偿片的最小亮度)。

2. 根据权利要求 1 的光学补偿片,其中在微小区域内液晶化合物的取向轴分布的半宽值为 3.0° 以下。

3. 根据权利要求 1 的光学补偿片,其中液晶化合物是混合取向的。

4. 根据权利要求 1 的光学补偿片,其中液晶化合物是盘状液晶。

5. 根据权利要求 1 的光学补偿片,其中液晶化合物在光学各向异性层的透明基材侧的指向矢倾角为 $40^{\circ} \sim 75^{\circ}$ 。

6. 根据权利要求 1 的光学补偿片,其中液晶化合物在光学各向异性层的透明基材侧的指向矢倾角为 $0^{\circ} \sim 20^{\circ}$,且液晶化合物在光学各向异性层的空气边界侧的指向矢倾角为 $30^{\circ} \sim 90^{\circ}$ 。

7. 根据权利要求 1 的光学补偿片,其进一步包含在透明基材和光学各向异性层之间的光学取向层,其中液晶化合物通过由光学取向层提供的取向控制力取向。

8. 根据权利要求 1 的光学补偿片,其进一步包含在透明基材和光学各向异性层之间由倾斜气相淀积形成的无机取向层,其中液晶化合物通过由无机取向层提供的取向控制力取向。

9. 根据权利要求 1 的光学补偿片,其中光学各向异性层具有 $2.0\mu\text{m}$ 以上的厚度。

10. 一种制造根据权利要求 1 的光学补偿片的方法,包含:

将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,

将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下,使液晶化合物以取向态取向,从而形成光学各向异性层的预层;

通过在该预层的空气边界侧上的外力提供取向控制力;和

将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层。

11. 根据权利要求 10 的方法,其中所述提供取向控制力包括在一定的方向以 3.0m/s 的均一速率施加均一的吹风。

12. 一种制造根据权利要求 1 的光学补偿片的方法,包含:

将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,

将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下,使液晶化合物以取向态取向,从而形成光学各向异性层的预层;

对该预层施加磁场;和

将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层。

13. 一种制造根据权利要求 1 的光学补偿片的方法,包含:

将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,

将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下,使液晶化合物以取向态取向,从而形成光学各向异性层的预层;

相对于基材的输送方向产生 $10^{\circ}\text{C}/\text{m}$ 以上的温差;和

将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层。

14. 一种制造根据权利要求 1 的光学补偿片的方法, 包含:
将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,
将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下, 使液晶化合物以取向态取向, 从而形成光学各向异性层的预层; 和
将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层,
其中保持涂布的组合物以使液晶化合物以取向态取向时的温度为 40°C 以下。
15. 一种制造根据权利要求 1 的光学补偿片的方法, 包含:
将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,
将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下, 使液晶化合物以取向态取向, 从而形成光学各向异性层的预层; 和
将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层,
其中保持涂布的组合物以使液晶化合物以取向态取向依次包括: 将涂布的组合物在 T_1 下保持至少 20 秒, 所述 T_1 是等于或高于组合物的向列相 - 各向同性相转变温度 T_{iso} 的温度; 和在低于 T_{iso} 的 T_2 下对涂布的组合物施加热处理。
16. 一种制造根据权利要求 1 的光学补偿片的方法, 包含:
将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,
将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下, 使液晶化合物以取向态取向, 从而形成光学各向异性层的预层; 和
将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层,
其中保持涂布的组合物以使液晶化合物以取向态取向包括: 使液晶化合物的盘状表面基本水平取向; 和改变液晶化合物的取向方向以及液晶化合物与取向层之间的距离。
17. 一种包含根据权利要求 1 的光学补偿片的偏振板。
18. 一种包含根据权利要求 17 的偏振板的液晶显示装置。
19. 根据权利要求 18 的液晶显示装置, 其中在不含光学补偿片的液晶显示装置的电压 - 透光率曲线中, 将不含光学补偿片的液晶显示装置的透光率相对于白亮度在 $1\% \sim 10\%$ 范围内的电压设定为黑显示电压时, 控制光学补偿片的延迟和光学补偿片与偏振板的偏振器的结合角, 使得在黑显示电压下的黑亮度最小。

光学补偿片、偏振板、液晶显示装置和制造光学补偿片的方法

[0001] 本申请基于 2009 年 3 月 2 日提交的日本专利申请 No. 2009-48500 并且根据 35U.S.C. § 119 要求其优先权,在此将其全部内容作为参考引入。

技术领域

[0002] 本发明涉及应用于液晶显示装置的光学补偿片及其制造方法,以及使用该光学补偿片的偏振板和液晶显示装置。

背景技术

[0003] 液晶装置(LCD)具有液晶盒和将该盒夹在中间的一对偏振板。

[0004] 偏振板通常具有由乙酸纤维素形成的保护膜和偏振器。例如,偏振板通过用碘对聚乙烯醇膜的偏振器染色、将其拉伸并在其两个表面上堆叠保护膜而获得。

[0005] 为了补偿由通过液晶盒的偏振光的相位差所引起的从各个视角观看的图象变形,有时在保护膜附近放置一个或多个延迟膜。延迟膜也称为光学补偿片并且还可通过与偏振器直接结合而用作偏振板的保护膜。

[0006] 液晶盒由于液晶分子的取向态(定向态)的差异而执行开/关显示,并且已经提出过显示模式如 TN(扭转向列)、IPS(面内转换)、OCB(光学补偿弯曲)、VA(垂直取向)和 ECB(电学控制双折射)。

[0007] JP-A-8-50206 描述了一种液晶显示装置,应用光学补偿片作为改善从倾斜方向观看时对比度降低和灰度反转的技术,所述灰度反转即亮度在灰度显示中反转,其为 TN 模式液晶显示装置的特征。

[0008] 尽管该技术可将对比度改善到一定程度,但随着 TN 模式液晶盒的液晶分子的响应速度变得更高并且 TN 模式液晶盒也已经应用于电视的视频图像等,从而需要更高的对比度。

发明内容

[0009] 为了改善观看侧上的对比度值,必须增强液晶盒中液晶分子的取向,或抑制红色、绿色和蓝色每种滤光片的散射成分。

[0010] 然而,在将光学补偿片应用于液晶显示装置的情况下,通过改变光学补偿片的光学性能也可改善对比度性能。

[0011] 在使用乙酸纤维素膜作为基材的光学补偿片的情况下,向其上涂布盘状液晶并将取向的液晶分子固定,如 JP-A-S-50206 所描述,已发现如果待固定的液晶的取向方向不均一,这对于对比度产生影响。

[0012] 为了使液晶的取向方向均一,液晶的取向性能当然是一个重要因素,并且这可以两种方式实现,即通过来自液晶在其中取向的光学各向异性层的边界的外力作用和通过光学各向异性层的内部控制。在外力的情况下,这通过在基材侧的取向层的取向控制力作用

和通过在干燥步骤中控制空气边界侧的风速和风向而达到。此外,在内部控制的情况下,通过表面活性剂或另一种添加剂可以达到对液晶分子的作用。通过将它们组合而进一步加强均一取向。

[0013] 本发明的例示性的、非限制性实施方式的目的是提供一种光学补偿片,其包含透明基材和光学各向异性层,在所述光学各向异性层中液晶化合物在取向的同时被固定,所述光学补偿片能在不使灰度反转恶化的情况下,通过使液晶化合物的取向方向一致而增强对比度。本发明的另一目的是提供一种制造光学补偿片的方法,及使用该光学补偿片的偏振板和液晶显示装置。

[0014] 根据本发明的一个方面,提供下列手段。

[0015] (1) 一种光学补偿片,包含:透明基材;和至少一个含有液晶化合物的光学各向异性层,其中该光学补偿片具有 4000 以上的膜对比度值,该膜对比度值由式 (1) 表示,

[0016] 式 (1):膜对比度值 = (在以平行尼科尔 (nichol) 结构布置的偏振板之间设置的光学补偿片的最大亮度)/(在以交叉尼科尔结构布置的偏振板之间设置的光学补偿片的最小亮度)。

[0017] (2) 如 (1) 中所述的光学补偿片,其中在微小区域内液晶化合物的取向轴分布的半宽值为 3.0° 以下。

[0018] (3) 如 (1) 或 (2) 所述的光学补偿片,其中液晶化合物是混合取向的。

[0019] (4) 如 (1) ~ (3) 任一项所述的光学补偿片,其中液晶化合物是盘状液晶。

[0020] (5) 如 (1) ~ (4) 任一项所述的光学补偿片,其中液晶化合物在光学各向异性层的透明基材侧的指向矢倾角为 $40^{\circ} \sim 75^{\circ}$ 。

[0021] (6) 如 (1) ~ (4) 任一项所述的光学补偿片,其中液晶化合物在光学各向异性层的透明基材侧的指向矢倾角为 $0^{\circ} \sim 20^{\circ}$,且液晶化合物在光学各向异性层的空气边界侧的指向矢倾角为 $30^{\circ} \sim 90^{\circ}$ 。

[0022] (7) 如 (1) ~ (6) 任一项所述的光学补偿片,其进一步包含在透明基材和光学各向异性层之间的光学取向层,其中液晶化合物通过由光学取向层提供的取向控制力取向。

[0023] (8) 如 (1) ~ (6) 任一项所述的光学补偿片,其进一步包含在透明基材和光学各向异性层之间由倾斜气相淀积形成的无机取向层,其中液晶化合物通过取向控制力取向。

[0024] (9) 如 (1) ~ (8) 任一项所述的光学补偿片,其中光学各向异性层的厚度为 $2.0 \mu\text{m}$ 以上。

[0025] (10) 一种制造如 (1) ~ (9) 任一项所述的光学补偿片的方法,包含:

[0026] 将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,

[0027] 将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下,使液晶化合物以取向态取向,从而形成光学各向异性层的预层 (pre-layer);

[0028] 通过在该预层的空气边界侧上的外力提供取向控制力;和

[0029] 将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层。

[0030] (11) 如 (10) 所述的方法,其中所述提供取向控制力包括在一定的方向以 3.0m/s 的均一速率施加均一的吹风。

[0031] (12) 一种制造如 (1) ~ (9) 任一项所述的光学补偿片的方法,包含:

[0032] 将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,

[0033] 将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下,使液晶化合物以取向态取向,从而形成光学各向异性层的预层;

[0034] 对该预层施加磁场;和

[0035] 将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层。

[0036] (13) 一种制造如 (1) ~ (9) 任一项所述的光学补偿片的方法,包含:

[0037] 将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,

[0038] 将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下,使液晶化合物以取向态取向,从而形成光学各向异性层的预层;

[0039] 相对于基材的输送 (transportation) 方向产生 $10^{\circ}\text{C}/\text{m}$ 以上的温差;和

[0040] 将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层。

[0041] (14) 一种制造如 (1) ~ (9) 任一项所述的光学补偿片的方法,包含:

[0042] 将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,

[0043] 将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下,使液晶化合物以取向态取向,从而形成光学各向异性层的预层;和

[0044] 将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层,

[0045] 其中保持涂布的组合物以使液晶化合物以取向态取向时的温度为 40°C 以下。

[0046] (15) 一种制造如 (1) ~ (9) 任一项所述的光学补偿片的方法,包含:

[0047] 将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,

[0048] 将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下,使液晶化合物以取向态取向,从而形成光学各向异性层的预层;和

[0049] 将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层,

[0050] 其中保持涂布的组合物以使液晶化合物以取向态取向依次包括:将涂布的组合物在 T_1 下保持至少 20 秒,所述 T_1 是等于或高于液晶组合物的向列相 - 各向同性相转变温度 T_{iso} 的温度;和在低于 T_{iso} 的 T_2 下对涂布的组合物施加热处理。

[0051] (16) 一种制造如 (1) ~ (9) 任一项所述的光学补偿片的方法,包含:

[0052] 将含有液晶化合物的组合物涂布在具有取向层的基材上,

[0053] 将该涂布的组合物保持在液晶化合物形成液晶相的温度下,使液晶化合物以取向态取向,从而形成光学各向异性层的预层;和

[0054] 将液晶化合物固定在取向态以形成光学各向异性层,

[0055] 其中保持涂布的组合物以使液晶化合物以取向态取向包括:使液晶化合物的盘状表面基本水平取向;和改变液晶化合物的取向方向以及液晶化合物和取向层之间的距离。

[0056] (17) 一种包含如 (1) ~ (9) 任一项所述的光学补偿片的偏振板。

[0057] (18) 一种包含如 (17) 所述的偏振板的液晶显示装置。

[0058] (19) 如 (18) 所述的液晶显示装置,其中在不含光学补偿片的液晶显示装置的电压 - 透光率曲线中,将不含光学补偿片的液晶显示装置的透光率相对于白亮度在 $1\% \sim 10\%$ 范围内的电压设定为黑显示电压时,控制光学补偿片的延迟和光学补偿片与偏振板的偏振器的结合角,使得在黑显示电压下的黑亮度最小。

具体实施方式

[0059] 根据本发明的示例实施方式,在不改进液晶显示装置的液晶盒的情况下,例如通过采用用于液晶显示装置中的特定光学补偿片,或者通过改变光学补偿片的制造方法,可在不损害灰度反转的情况下增强对比度。

[0060] 本发明的示例实施方式将描述如下。

[0061] 在本说明书中,“取向控制力”是指直接或间接应用于液晶化合物从而使液晶化合物以特定的方向取向的力或作用(如热、光、电场、磁场、风力)。

[0062] (光学补偿片)

[0063] 本发明的光学补偿片可以通过将盘状液晶涂布在聚合物膜、例如作为基材的乙酸纤维素膜上,并在液晶取向时将其固定而形成。通过将取向层涂布在基材上并在涂布液晶之前对表面施加摩擦处理,可使液晶有效地取向。

[0064] (透明基材)

[0065] 用于本发明的基材优选是透明的,并且特别优选透光率为 80% 以上的透明聚合物膜。可用作透明基材的聚合物膜的实例包括纤维素酯(实例:乙酸纤维素、二乙酸纤维素、三乙酸纤维素)、环烯烃聚合物、环聚烯烃共聚物、降冰片聚合物和聚甲基丙烯酸甲酯。也可使用商业聚合物(Arton(注册商标)和 Zeonex(注册商标)、Ape1(注册商标等,为降冰片烯聚合物)。此外,优选纤维素酯膜,并且更优选纤维素的低级脂肪酸酯膜。低级脂肪酸是指具有 6 个以下碳原子的脂肪酸。特别地,优选碳原子的数目为 2(乙酸纤维素)、3(丙酸纤维素)或 4(丁酸纤维素)的那些。在如上所述的纤维素酯中,特别优选乙酸纤维素膜。还可以使用混合的脂肪酸酯如乙酸丙酸纤维素或乙酸丁酸纤维素。

[0066] 如 W000/26705 所描述,通过由改性分子控制双折射的产生,还可以将迄今已知的倾向于产生双折射的聚合物如聚碳酸酯或聚砜用作本发明中的透明基材。

[0067] 在使用光学补偿片作为偏振板的保护膜的情况下,优选使用乙酰化度为 55.0 ~ 62.5% 的乙酸纤维素作为聚合物膜。乙酰化度更优选为 57.0 ~ 62.0%。乙酰化度是指每单位质量纤维素结合的乙酸的量。

[0068] 乙酰化度通过根据 ASTM :D-817-91(乙酸纤维素的测试法等)测量和计算乙酰化度而确定。

[0069] 乙酸纤维素的粘度平均聚合度(DP)优选为 250 以上,并且更优选 290 以上。此外,优选乙酸纤维素具有根据凝胶渗透色谱法的窄 Mw/Mn 分子量分布(Mw:质量平均分子量, Mn:数均分子量)。

[0070] Mw/Mn 的比值优选为 1.0 ~ 40,更优选 1.0 ~ 1.65,和特别优选 1.0 ~ 1.6。

[0071] 在乙酸纤维中,在纤维素 2 位、3 位和 6 位上的羟基并非同等地被取代,而是在 6 位上的取代度倾向于降低。

[0072] 在用作透明基材的聚合物膜中,优选在纤维素 6 位上的取代度大约等同于或高于 2 位和 3 位的取代度。

[0073] 基于在 2 位、3 位和 6 位上的总取代度,在 6 位上的取代度的比例优选为 30 ~ 40%,更优选 31 ~ 40%,和特别优选 32 ~ 40%。此外,在 6 位上的取代度优选为 0.88 以上。在每个位置上的取代度可通过 NMR 测量。

[0074] 参考 JP-A-11-5851 中描述在 (0043) ~ (0044) 段的合成例 1、描述在 (0048) ~

(0049) 段的合成例 2 和描述在 (0051) ~ (0052) 段的合成例 3 的方法,可合成在 6 位上高取代度的乙酸纤维素。

[0075] 在本说明书中,Re、Rth 各自分别表示在面内的延迟(面内延迟)和在厚度方向的延迟。在透明基材中,Re 优选为 5 ~ 100nm, Rth 优选为 30 ~ 100nm。此外,在打算补偿不仅在液晶盒中也在偏振板中包含的相位差的情况下,Re 优选为 50 ~ 100nm 和 Rth 优选为 40 ~ 80nm。

[0076] (取向层)

[0077] 在本发明的光学补偿片中,取向层(定向层)可预先形成在用于形成光学各向异性层的透明基材上,所述光学各向异性层在透明基材上由含有液晶化合物的液晶组合物形成。

[0078] 对于取向层,通常使用聚乙烯醇或改性聚乙烯醇。在本发明中,为了改善对比度,优选采用提供高取向控制力、光学取向、经由水平取向的均一混合取向、磁场取向、倾斜气相淀积取向、借助 Iso 温度的均一混合取向和改变膜厚度的各种取向方法,其目的是更均一地产生取向控制力。

[0079] 下文将描述本发明的液晶化合物的取向(定向)方法。

[0080] (提供高取向控制力的取向层)

[0081] 提供高取向控制力的取向层是在微小区域降低取向轴分布的层。用于该层的材料的实例优选包括 JP-A-2002-98836 的 (0014) ~ (0016) 段中描述的共聚化合物,并更优选 JP-A-2002-98836 的 (0024) ~ (0029) 和 (0173) ~ (0180) 段中描述的共聚化合物。用于该层的材料的其它实例优选包括 JP-A-2002-99228 的 (0007) ~ (0012) 段中描述的共聚化合物,并更优选 JP-A-2002-99228 的 (0016) ~ (0020) 段中描述的共聚化合物。从改进取向层和光学各向异性层之间的粘合性质的角度看,更优选上述参考文献中描述的共聚化合物具有取代基,如乙烯基。

[0082] (光学取向)

[0083] 光学取向层是通过光照射产生取向功能的层。用于形成光学取向层的材料优选是具有产生光学取向功能的光学取向基团的化合物,并且例如具有引起光学异构化的光学取向基团如偶氮基的化合物,和具有引起光学二聚化的光学取向基团如肉桂酰基、香豆素基和查耳酮基的化合物是合适的。此外,优选的实例还可包括通过光交联产生取向功能的化合物如二苯甲酮基团和通过光分解产生取向功能的化合物如聚酰亚胺树脂。

[0084] 光学取向层可以通过将用于光学取向层的材料,例如包含具有光学取向基团的化合物的组合物施加在透明基材上而形成。优选将该组合物制成涂布液,并将其涂布和干燥在基材等的表面上以形成层。具体地,其优选通过将具有光学取向基团等的化合物溶解或分散在合适的溶剂中以制备涂布液,和将该涂布液涂布并干燥在基材上形成。可通过已知的方法(例如,旋涂、线棒涂布、挤出涂布、直接凹版涂布、反向凹版涂布和模涂)施加涂布。

[0085] 光学取向层的厚度优选为 0.01 ~ 2 μm ,更优选 0.01 ~ 0.1 μm 。

[0086] 用于光照射的光源可包括通常使用的那些光源,例如灯如钨灯、卤素灯、氙灯、氙闪光灯、汞灯、汞氙灯和碳弧灯,各种激光器(例如半导体激光器、氮氛激光器、氩离子激光器、氮镉激光器、YAG 激光器),发光二极管和阴极射线管。光可以作为非偏振光或偏振光照射,并且在使用偏振光的情况下,优选使用线性偏振光。此外,通过使用滤光片、波长转换装置等,可以仅仅选择性地照射所需波长的光。

[0087] (经由水平取向的均一混合取向)

[0088] 该方法包括描述于 JP-A-2004-177813 中的技术。为了使施加到光学各向异性层的液晶分子在短时间内均一取向,向用于形成光学各向异性层的组合物中添加促进水平取向的添加剂,并且一旦在盘状表面水平取向后,将其进一步加热以获得混合取向。作为水平取向剂,可以应用描述于 JP-A-2004-177813 中的那些。

[0089] 此外,通过从外部添加能量(热、光、电场、磁场)实现水平取向后的步骤。

[0090] 外部的能量优选为热。优选加热温度为高于使液晶化合物基本水平取向的步骤中的加热温度。加热温度优选为比使液晶化合物基本上水平取向的步骤中的加热温度高 5℃ 以上的温度,并且最优选高 10℃ 以上的温度。

[0091] (倾斜气相淀积)

[0092] 该方法为描述于 JP-A-7-134213 中的技术,在此将其引入作为参考。典型的无机倾斜气相淀积膜为 SiO₂ 倾斜气相淀积膜,并且通过使用如 JP-A-7-134213 的图 6 中的连续倾斜气相淀积装置,可制造轧制片。JP-A-7-134213 的图 6(b) 中的偏振角 γ 在常用的连续气相淀积装置中为 0°,但优选其在连续气相淀积装置中的范围为 $0^\circ < \gamma < 90^\circ$ 。此外,在 JP-A-7-134213 的图 6(a) 所示的最小气相淀积角 α 的范围为: $10^\circ < \alpha < 88^\circ$ 。通过使用这样的气相淀积装置,可以制备能形成盘状液晶层的轧制片,所述盘状液晶层中面内光轴方向相对于辊的纵向形成角度 γ ($0^\circ < \gamma < 90^\circ$)。通过倾斜气相淀积,棒状气相淀积颗粒从基材表面向气相淀积源方向生长和形成,并且在约 65 ~ 88° 的气相淀积角 θ (在片表面的一点上的法线与该点和气相淀积源相连的线之间形成的角)处,盘状液晶在其中气相淀积颗粒列(column)的方向与盘状液晶的光轴基本彼此垂直的方向取向,并且在约 20° ~ 65° 的气相淀积角 θ 下,它们在其中气相淀积列的方向与盘状液晶的光轴基本彼此相同的方向取向。

[0093] 典型的有机取向层为氟代聚酰亚胺膜。通过向基材表面涂布氟代聚酰胺酸(由 Hitachi Kasei Co. 制造的 LQ 1800),在 200℃ ~ 300℃ 烘烤,然后施加摩擦,可控制倾斜取向的角度。在本发明中,因为必须制备使得面内光轴方向相对于轧制片的纵向形成角度 γ ($0^\circ < \gamma < 90^\circ$) 的层,可采用如 JP-A-7-134213 中图 7 所示的其中摩擦方向相对于辊的输送方向形成角度 γ 的摩擦步骤。在该摩擦步骤中,规定摩擦辊的转速充分高于辊的输送速度。

[0094] (借助 Iso 温度的均一混合取向)

[0095] 这是一种制造方法,包括对透明基材进行热处理的热处理步骤,所述透明基材分别涂布有两种以上结构不同以及向列相到各向同性相转变温度的温度不同的液晶化合物,其中热处理步骤包括保持等于或高于向列相-各向同性相转变温度 T_{iso} 的温度 T_1 的第一热处理步骤,和在第一热处理步骤后在低于温度 T_{iso} 的温度 T_2 下进行热处理的第二热处理步骤。

[0096] 在该方法中注意到,当向列型液晶单体在液晶相温度下混合取向以及置于混合取向的向列型液晶单体通过聚合而被固定时,在除去溶剂之后,还可通过加热取得液晶相和各向同性相的状态。因为液晶处于四处无规移动的状态,特别是各向同性状态,通过流平可容易地降低粘度并改善不均匀性。

[0097] 该热处理步骤包括第一热处理步骤和第二热处理步骤,以及任选的第三热处理步

骤。

[0098] - 第一热处理步骤 -

[0099] 在第一热处理步骤中,在等于或高于液晶组合物的向列相到各向同性相转变温度 T_{iso} 的温度 T_1 下进行第一热处理。

[0100] 在其中温度 T_1 等于或高于液晶组合物的向列相到各向同性相转变温度 T_{iso} 的情况下,可以良好产率制备没有不均匀性和取向缺陷的光学补偿片。如上所述的 T_1 没有特定限制,只要它是等于或高于 T_{iso} 的温度并且可以根据目的适当地选择即可。 T_1 的上限优选等于或低于液晶组合物的热聚合温度。高于热聚合温度的温度是不优选的,因为液晶在热处理过程中被聚合反应固定。

[0101] 通过如上所述的温度 T_1 保持热处理的保持时间为至少 20 秒,优选 30 秒以上,并且更优选 60 秒以上。

[0102] 在其中保持时间为 20 秒以上的情况下,可抑制不均匀性和取向缺陷。

[0103] 保持时间的上限优选为最长 120 秒。

[0104] 在其中保持时间超过 120 秒的情况下,产率降低。

[0105] 在第一热处理步骤中的热处理方法没有特定限制,可根据目的适当地选择,并且包括例如恒温浴、加热辊等。

[0106] - 第二加热处理步骤 -

[0107] 在第二热处理步骤中,在低于 T_{iso} 的温度 T_2 下进行热处理。

[0108] T_2 为低于 T_{iso} 的温度、可根据目的适当地选择并可以为例如室温就足够了。优选该温度比 T_{iso} 低 1°C 以上。

[0109] 在其中 T_2 和 T_{iso} 之间的差别小于 1°C 的情况下,当温度变动时可能会妨碍液晶化合物的取向。

[0110] 在温度 T_2 下保持热处理状态的保持时间的下限优选为至少 20 秒。

[0111] 在其中保持时间为 20 秒以上的情况下,可特别地抑制取向缺陷。

[0112] 保持时间的上限优选为 120 秒以下。

[0113] 在其中保持时间超过 120 秒的情况下,产率降低。

[0114] 在第二热处理步骤中的热处理方法没有特定限制,只要它可在温度 T_2 下进行热处理,可根据目的适当地选择并且包括例如恒温浴、加热辊等即可。

[0115] - 第三热处理步骤 -

[0116] 此外,接着第二热处理步骤,也可在第三热处理步骤中进行热处理。

[0117] 作为第三热处理步骤,优选在低于如上所述 T_2 的温度 T_3 下进行热处理。

[0118] T_3 为低于 T_2 的温度、可根据目的适当地选择并且例如它可以为室温就足够了,并且优选是室温以形成向列相。不优选形成柱状相或结晶相的温度,因为可能会干扰取向。

[0119] 在如上所述的温度 T_3 下保持热处理状态的保持时间的下限优选为至少 10 秒。

[0120] 在其中保持时间为 10 秒以上的情况下,可将液晶控制至希望的取向态。

[0121] 保持时间的上限优选为 60 秒以下。

[0122] 在其中保持时间超过 60 秒的情况下,产率降低。

[0123] 在第三热处理步骤中的热处理方法没有特定限制,只要它可在温度 T_3 下进行热处理、可根据目的适当地选择并且包括例如恒温浴、加热辊等即可。

[0124] (磁场取向)

[0125] 该方法在涂布形成光学各向异性层的液晶后进行的取向步骤的同时或者取向步骤之后施加磁场,其描述在 JP-A-2005-316175 中。优选在磁场方向的倾角与在液晶化合物层的空气边界侧液晶化合物的平均倾角间的差别小于 10° , 优选小于 7° , 更优选小于 5° , 和最优选小于 3° 的方向施加磁场。

[0126] 因此,在施加磁场之前,测量在液晶化合物层的空气边界侧液晶化合物的平均倾角。然而,在制品的生产中,优选进行预实验以测量液晶化合物的平均倾角(由此可与取向步骤同时或刚在取向步骤之后施加磁场)。

[0127] 磁场强度优选为 0.1 特斯拉以上,并更优选 1.0 特斯拉以上。

[0128] 施加磁场中的温度与取向步骤中的加热温度(取向温度)相同,并且它优选为等于或高于液晶化合物的液晶转变温度的温度。

[0129] 可通过使用永久磁铁或电磁体施加磁场。

[0130] 可成束使用多个磁铁,并且也可以在整个宽膜表面上同时施加磁场。此外,也可通过在其中以一定方向生成磁场的区域中输送膜来施加磁场。

[0131] (通过在干燥步骤中的风向加速取向)

[0132] 通过在与膜的法线方向倾斜的方向上,向处于向列相状态的液晶化合物的空气边界吹入空气,可对空气边界侧处的液晶分子提供沿风向的取向控制力。这可强制地制造取向,该取向在取向层侧从空气边界侧均一地变动。风速优选为 3.0m/s 以上,更优选 5.0m/s 以上,并且进一步优选 10.0m/s 以上。

[0133] (通过低聚合温度加速取向)

[0134] 当温度较低时可增加液晶化合物的有序参数(取向秩序度),即,可实现较少变动的取向态。通过聚合并在低温下固定可实现变动较少的均一取向。聚合温度优选为 60°C 以下,并且更优选 40°C 以下。

[0135] (通过温差加速取向)

[0136] 当形成温差时,液晶在其中存在温度梯度的部分被取向。例如,在辊间(roll-to-roll)的连续生产中,在例如提供初始低温区域和朝向膜的运行方向提供较高温区域条件下,可获得取向。对于更均一的取向,温度梯度优选为 $5^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 以上,并且更优选 $10^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 以上。然而,因为当温度梯度过大时对膜造成皱褶,所以优选 $50^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 以下。

[0137] (光学各向异性层)

[0138] 本发明的光学补偿片的实例具有由含有液晶化合物的液晶组合物在透明基材上形成的光学各向异性层。光学各向异性层在预先形成于透明基材上的取向层上形成。

[0139] 此外,通过使用压敏粘合剂等,将形成于另外基材上的液晶化合物转移到透明基材上,还可制造具有本发明的光学补偿片的偏振板。在这种情况下,临时承载光学各向异性层的基材可能并不总是透明的,但待转移的基材是透明基材即可。

[0140] 用于形成光学各向异性层的液晶化合物包括棒状液晶化合物和盘状液晶化合物。棒状液晶化合物和盘状液晶化合物可以是高分子液晶或低分子液晶,并且此外还包括那些交联到不再显示液晶性的低分子液晶。

[0141] (棒状液晶化合物)

[0142] 在本发明中优选使用的棒状液晶化合物包括偶氮甲碱类、氧化偶氮类、腈基联苯

类、腈基苯酯类、苯甲酸酯类、苯基环己烷羧酸酯类、氰基苯环己烷类、氰基取代的苯基嘧啶类、烷氧基取代的苯基嘧啶类、苯基二氧杂环己烷类、二苯乙炔类以及烯基环己基苄腈类。

[0143] 棒状液晶化合物也包括金属络合物。此外,还可以使用在重复单元中含有棒状液晶化合物的液晶聚合物。即棒状液晶化合物可以与(液晶)聚合物结合。

[0144] 棒状液晶化合物描述在 Kikan Kagaku Sosetsu, 第 22 卷,“液晶化学 (Liquid Crystal Chemistry) (1994), 由日本化学协会 (Chemical Society of Japan) 编著”, 第 4 章、第 7 章和第 11 章中, 以及液晶装置手册 (Liquid Crystal Device Handbook), 由日本学术振兴会第 142 委员会 (Japan Society for the Promotion of Science, 142th committee) 编著, 第 3 章中。

[0145] 在本发明中使用的棒状液晶化合物的双折射率优选在 0.001 ~ 0.7 的范围。

[0146] 棒状液晶化合物优选具有用于固定取向态的可聚合基团。作为可聚合基团, 优选不饱和的可聚合基团或环氧基团, 并且更优选不饱和的可聚合基团, 特别优选烯键式不饱和可聚合基团。

[0147] (盘状液晶化合物)

[0148] 盘状液晶化合物包括描述在 C. Destradé 等人的研究报告 Mol. Cryst., 第 71 卷, 第 111 页 (1981) 中的苯衍生物; 描述在 C. Destradé 等人的研究报告 Mol. Cryst., 第 122 卷, 第 141 页 (1985), Physics, Lett., A, 第 78 卷, 第 82 页 (1990) 中的参茚并苯衍生物; 描述在 B. Kohne 等人的研究报告 Angew. Chem. 第 96 卷, 第 70 页 (1984) 中的环己烷衍生物和描述在 M. Lehn 的研究报告 J. Chem. Commun., 第 1794 页 (1985) 和 J. Zhang 的研究报告 J. Am. Chem. Soc., 第 116 卷, 第 2655 页 (1994) 中的氮杂冠型或苯基乙炔型大环。

[0149] 盘状液晶化合物也包括呈现下述结构的液晶性的化合物, 其中直链烷基、烷氧基或取代的苯甲酰氧基被放射线状地取代为分子中心处骨架的侧链。优选其中分子或分子聚集体具有旋转对称性并且可提供一定取向的化合物。

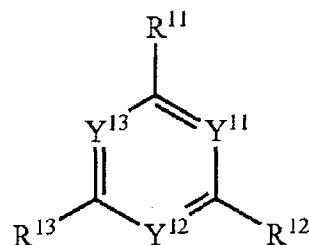
[0150] 在从盘状液晶化合物形成光学各向异性层的情况下, 最终包含在光学各向异性层中的化合物不必呈现结晶性。

[0151] 盘状液晶化合物的优选实例描述在 JP-A-8-50206 中。此外, 盘状液晶化合物的聚合描述在 JP-A-8-27284 中。

[0152] 此外, 在本发明中, 特别优选使用由如下通式 (I') 表示的盘状液晶化合物。

[0153] 式 (I') :

[0154]



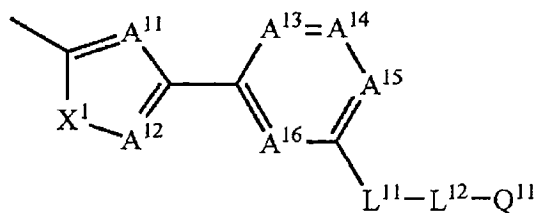
[0155] 在式 (I'), Y^{11} 、 Y^{12} 和 Y^{13} 各自独立地表示次甲基或氮原子。 Y^{11} 、 Y^{12} 和 Y^{13} 各自优选是甲烷基团, 更优选未取代的次甲基。

[0156] R^{11} 、 R^{12} 和 R^{13} 各自独立地表示下面式 (I'-A)、(I'-B) 或 (I'-C) 的基团。当需要内在双折射的波长分散性较低时, 优选式 (I'-A) 或 (I'-C) 的基团; 更优选 (I'-A) 的基

团。优选, R^{11} 、 R^{12} 和 R^{13} 是相同的基团。

[0157] 式 (I' -A) :

[0158]



[0159] 在式 (I' -A) 中, A^{11} 、 A^{12} 、 A^{13} 、 A^{14} 、 A^{15} 和 A^{16} 各自独立地表示次甲基或氮原子。

[0160] 优选, A^{11} 和 A^{12} 至少一个是氮原子;并更优选两个都是氮原子。

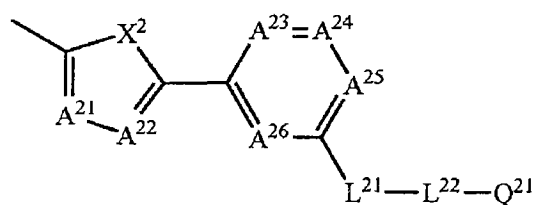
[0161] 优选, A^{13} 、 A^{14} 、 A^{15} 和 A^{16} 中至少三个是次甲基;并更优选它们都是次甲基。优选, 次甲基是未被取代的。

[0162] A^{11} 、 A^{12} 、 A^{13} 、 A^{14} 、 A^{15} 或 A^{16} 的次甲基的取代基的实例包括卤原子(氟原子, 氯原子, 溴原子, 碘原子), 氰基, 硝基, 具有 1 ~ 16 个碳原子的烷基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的烯基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的炔基, 具有 1 ~ 16 个碳原子的卤素取代的烷基, 具有 1 ~ 16 个碳原子的烷氧基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的酰基, 具有 1 ~ 16 个碳原子的烷硫基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的酰氧基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的烷氧羰基, 氨基甲酰基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的烷基取代的氨基甲酰基, 和具有 2 ~ 16 个碳原子的酰基氨基。其中, 优选卤原子, 氰基, 具有 1 ~ 6 个碳原子的烷基, 具有 1 ~ 6 个碳原子的卤素取代的烷基;更优选卤原子, 具有 1 ~ 4 个碳原子的烷基, 具有 1 ~ 4 个碳原子的卤素取代的烷基;并更加优选卤原子, 具有 1 ~ 3 个碳原子的烷基, 和三氟甲基。

[0163] X^1 表示氧原子, 硫原子, 亚甲基或亚氨基, 优选氧原子。

[0164] 式 (I' -B) :

[0165]



[0166] 在式 (I' -B) 中, A^{21} 、 A^{22} 、 A^{23} 、 A^{24} 、 A^{25} 和 A^{26} 各自独立地表示次甲基或氮原子。

[0167] 优选, A^{21} 和 A^{22} 至少一个是氮原子;并更优选两个都是氮原子。

[0168] 优选, A^{23} 、 A^{24} 、 A^{25} 和 A^{26} 中至少三个是次甲基;并更优选它们都是次甲基。

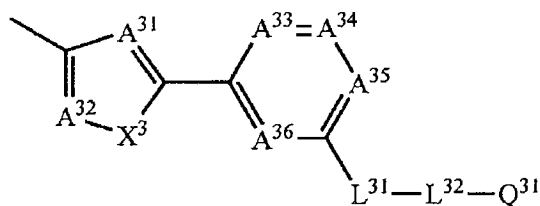
[0169] 当 A^{21} 、 A^{22} 、 A^{23} 、 A^{24} 、 A^{25} 或 A^{26} 是次甲基时, 次甲基的取代基的实例包括卤原子(氟原子, 氯原子, 溴原子, 碘原子), 氰基, 硝基, 具有 1 ~ 16 个碳原子的烷基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的烯基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的炔基, 具有 1 ~ 16 个碳原子的卤素取代的烷基, 具有 1 ~ 16 个碳原子的烷氧基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的酰基, 具有 1 ~ 16 个碳原子的烷硫基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的酰氧基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的烷氧羰基, 氨基甲酰基, 具有 2 ~ 16 个碳原子的烷基取代的氨基甲酰基, 和具有 2 ~ 16 个碳原子的酰基氨基。其中, 优选卤原子, 氰基, 具有 1 ~ 6 个碳原子的烷基, 具有 1 ~ 6 个碳原子的卤素取代的烷基;更优选卤原子, 具有 1 ~ 4 个碳原子的烷基, 具有 1 ~ 4 个碳原子的卤素取代的烷基;并更加优选卤

原子,具有 1 ~ 3 个碳原子的烷基,和三氟甲基。

[0170] X^2 表示氧原子,硫原子,亚甲基或亚氨基,优选氧原子。

[0171] 式 (I' -C) :

[0172]



[0173] 在式 (I' -C) 中, A^{31} 、 A^{32} 、 A^{33} 、 A^{34} 、 A^{35} 和 A^{36} 各自独立地表示次甲基或氮原子。

[0174] 优选, A^{31} 和 A^{32} 至少一个是氮原子;并更优选两个都是氮原子。

[0175] 优选, A^{33} 、 A^{34} 、 A^{35} 和 A^{36} 中至少三个是次甲基;并更优选它们都是次甲基。

[0176] 当 A^{31} 、 A^{32} 、 A^{33} 、 A^{34} 、 A^{35} 或 A^{36} 是次甲基时,则次甲基可具有取代基。取代基的实例包括卤原子(氟原子,氯原子,溴原子,碘原子),氰基,硝基,具有 1 ~ 16 个碳原子的烷基,具有 2 ~ 16 个碳原子的烯基,具有 2 ~ 16 个碳原子的炔基,具有 1 ~ 16 个碳原子的卤素取代的烷基,具有 1 ~ 16 个碳原子的烷氧基,具有 2 ~ 16 个碳原子的酰基,具有 1 ~ 16 个碳原子的烷硫基,具有 2 ~ 16 个碳原子的酰氧基,具有 2 ~ 16 个碳原子的烷氧羰基,氨基甲酰基,具有 2 ~ 16 个碳原子的烷基取代的氨基甲酰基,和具有 2 ~ 16 个碳原子的酰基氨基。其中,优选卤原子,氰基,具有 1 ~ 6 个碳原子的烷基,具有 1 ~ 6 个碳原子的卤素取代的烷基;更优选卤原子,具有 1 ~ 4 个碳原子的烷基,具有 1 ~ 4 个碳原子的卤素取代的烷基;并更加优选卤原子,具有 1 ~ 3 个碳原子的烷基,和三氟甲基。

[0177] X^3 表示氧原子,硫原子,亚甲基或亚氨基,优选氧原子。

[0178] 式 (I' -A) 中的 L^{11} 、式 (I' -B) 中的 L^{21} 和式 (I' -C) 中的 L^{31} 各自独立地表示 $-O-$, $-C(-O)-$, $-O-CO-$, $-CO-O-$, $-O-CO-O-$, $-S-$, $-NH-$, $-SO_2-$, $-CH_2-$, $-CH-CH-$, 或 $-C \equiv C-$;优选 $-O-$, $-C(-O)-$, $-O-CO-$, $-CO-O-$, $-O-CO-O-$, $-CH_2-$, $-CH-CH-$, 或 $-C \equiv C-$;更优选 $-O-$, $-O-CO-$, $-CO-O-$, $-O-CO-O-$, 或 $-C \equiv C-$ 。特别是,式 (I' -A) 中的 L^{11} 尤其优选 $-O-$, $-CO-O-$ 或 $-C \equiv C-$,因为可以预期内在双折射的波长分散性较低;并且最重要的是, L^{11} 更加优选 $-CO-O-$,因为化合物可以在较高温度下表现出盘状向列相。当上述基团含有氢原子时,该氢原子可以被取代基所取代。取代基的优选实例是卤原子,氰基,硝基,具有 1 ~ 6 个碳原子的烷基,具有 1 ~ 6 个碳原子的卤素取代的烷基,具有 1 ~ 6 个碳原子的烷氧基,具有 2 ~ 6 个碳原子的酰基,具有 1 ~ 6 个碳原子的烷硫基,具有 2 ~ 6 个碳原子的酰氧基,具有 2 ~ 6 个碳原子的烷氧羰基,氨基甲酰基,具有 2 ~ 6 个碳原子的烷基取代的氨基甲酰基,和具有 2 ~ 6 个碳原子的酰基氨基。更优选的是卤原子,和具有 1 ~ 6 个碳原子的烷基。

[0179] 式 (I' -A) 中的 L^{12} 、式 (I' -B) 中的 L^{22} 和式 (I' -C) 中的 L^{32} 各自独立地表示二价连接基团,选自 $-O-$, $-S-$, $-C(-O)-$, $-SO_2-$, $-NH-$, $-CH_2-$, $-CH-CH-$ 和 $-C \equiv C-$,及其组合。其中, $-NH-$, $-CH_2-$ 和 $-CH-CH-$ 的氢原子可以被取代基取代。优选的取代基实例是卤原子,氰基,硝基,羟基,羧基,具有 1 ~ 6 个碳原子的烷基,具有 1 ~ 6 个碳原子的卤素取代的烷基,具有 1 ~ 6 个碳原子的烷氧基,具有 2 ~ 6 个碳原子的酰基,具有 1 ~ 6 个碳原子的烷硫基,具有 2 ~ 6 个碳原子的酰氧基,具有 2 ~ 6 个碳原子的烷氧羰基,氨基甲酰基,具有 2 ~ 6

个碳原子的烷基取代的氨基甲酰基,和具有 2 ~ 6 个碳原子的酰基氨基。更优选的是卤原子,羟基,和具有 1 ~ 6 个碳原子的烷基;更加优选的是卤原子,甲基和乙基。

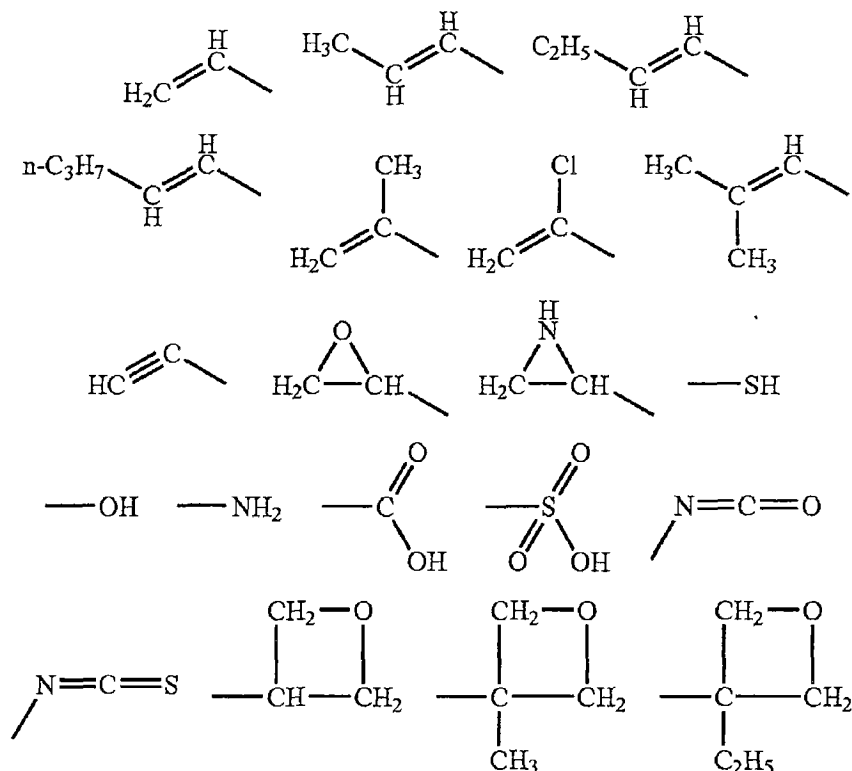
[0180] 优选, L^{12} 、 L^{22} 和 L^{32} 独立地选自 $-O-$, $-C(-O)-$, $-CH_2-$, $-CH-CH-$ 和 $-C \equiv C-$, 及其组合。

[0181] 更优选, L^{12} 、 L^{22} 和 L^{32} 独立地具有 1 ~ 20 个碳原子,更优选 2 ~ 14 个碳原子。优选,它们独立地具有 1 ~ 16 个 $(-CH_2-)$,更优选 2 ~ 12 个 $(-CH_2-)$ 。

[0182] 构成 L^{12} 、 L^{22} 和 L^{32} 的碳原子数对液晶的相变温度和化合物在溶剂中的溶解度有影响。一般来说,当碳原子数较大时,则从盘状向列相 (N_b 相) 到各向同性液体相的相变温度倾向于较低。另一方面,当碳原子数较大时,化合物在溶剂中的溶解度倾向于较高。

[0183] 式 (I' -A) 中的 Q^{11} 、式 (I' -B) 中的 Q^{21} 和式 (I' -C) 中的 Q^{31} 各自独立地表示可聚合基团或氢原子。当本发明的化合物用于光学膜例如光学补偿片时,希望其延迟不因热而改变,为此 Q^{11} 、 Q^{21} 和 Q^{31} 优选是可聚合基团。聚合反应优选是加成聚合(包括开环聚合)或缩合聚合。具体地,希望可聚合基团是能够进行加成聚合或缩合聚合的官能团。可聚合基团的实例如下所示。

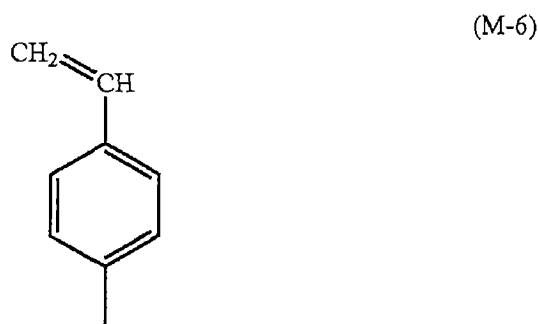
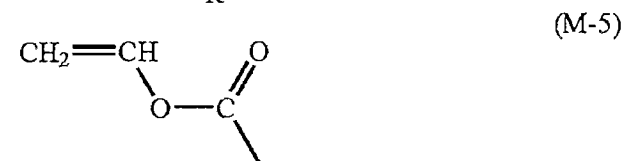
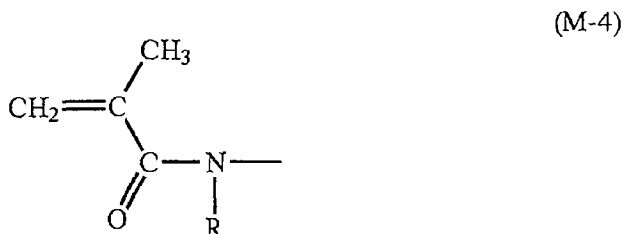
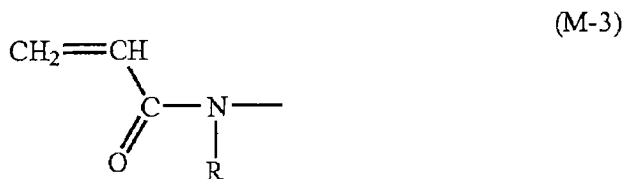
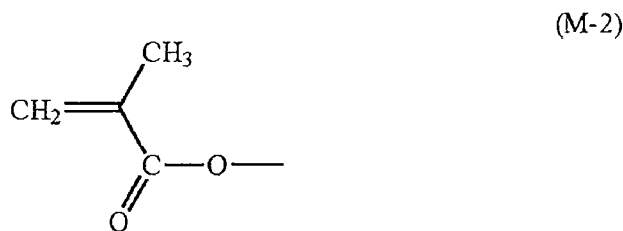
[0184]



[0185] 更优选,可聚合基团是能够进行加成聚合的官能团。该类型的可聚合基团优选是可聚合的烯键式不饱和基团或可开环聚合的基团。

[0186] 可聚合的烯键式不饱和基团的实例是下式 (M-1) 至 (M-6) :

[0187]



[0188] 在式 (M-3) 和 (M-4) 中, R 表示氢原子或烷基, 优选氢原子或甲基。

[0189] 在式 (M-1) 至 (M-6) 中, 优选 (M-1) 和 (M-2); 并更优选 (M-1)。

[0190] 可开环聚合的基团优选是环醚基团, 更优选环氧基团或氧杂环丁基。

[0191] 式 (I') 表示的化合物的实例包括在 JP-A-2006-76992 的 (0052) 段中描述的示例化合物和在 JP-A-2007-2220 的 (0040) ~ (0063) 段中描述的示例化合物, 但是本发明不限于这些化合物。

[0192] 上述化合物可以通过各种合成方法加以合成。例如, 化合物可以通过 JP-A-2007-2220 的 (0064) ~ (0070) 段中描述的方法进行合成。

[0193] 希望在本发明中使用的液晶化合物产生呈现出优选的单畴性能的液晶相。通过产生优选的单畴性能, 这可有效地防止得到的结构形成多畴, 所述多畴会在畴彼此之间的边界处引起取向缺陷以及使光散射。此外, 因为延迟板具有较高的透光率, 因此显示良好的单

[0206] 在本发明中,尽管可以使用单一种类的液晶化合物,但优选组合使用多种化合物。在本发明中,还优选盘状液晶化合物和棒状液晶化合物的组合。

[0207] (控制取向层侧的倾角)

[0208] 通常,在现行的盘状液晶化合物的取向控制中,在取向层侧的液晶指向矢的倾角(在取向层平面和液晶化合物指向矢的方向之间)高,而在空气边界侧的液晶指向矢的倾角(在空气边界和液晶化合物指向矢的方向之间)低。盘状液晶化合物的指向矢垂直于盘状平面。然而,在其中取向层侧的倾角接近于垂直的情况下,难以增强对靠近取向层的液晶分子的方位角取向的控制力。通过降低在取向层侧的倾角,可以增强方位角方向的取向控制力并且可以均一取向。在取向层侧的倾角优选为 $40 \sim 75^\circ$, 并且优选 $50 \sim 70^\circ$ 。为了控制在取向层侧的倾角,可以使用例如改变倾斜气相淀积取向层的气相淀积角的已知方法。

[0209] (根据从取向层侧到空气边界侧的距离增加指向矢角度的设计)

[0210] 优选降低取向层侧的倾角来改善对取向层和液晶的取向控制力。然而,在其中取向层侧的倾角和空气边界侧的倾角都低的情况下,因为这接近单轴倾斜取向,使(较低)灰度反转性能恶化。为了与(较低)灰度反转性能相容,优选降低取向层侧的倾角,和增加空气边界侧的倾角。在取向层侧的倾角优选为 $0 \sim 20^\circ$ 。在空气边界侧的倾角优选为 $30^\circ \sim 90^\circ$, 并且更优选 $60 \sim 90^\circ$ 。

[0211] 对于降低在取向层侧的液晶指向矢的倾角的方法,可以使用例如改变倾斜气相淀积取向层的气相淀积角的已知方法。此外,为了将在空气边界上的液晶指向矢的倾角控制到大约 90° , 可使用例如描述在 JP-A-2005-128050 中的方法。

[0212] 此外,可以通过取向层提供高取向控制力,来降低取向层侧的液晶指向矢的倾角。通过使用 JP-A-2006-11350 的 (0010) ~ (0016) 和 (0042) ~ (0063) 段中的示例化合物和 JP-A-2006-195140 的 (0209) ~ (0238) 段中的示例化合物,也可以降低取向层侧的液晶指向矢的倾角。

[0213] (偏振板)

[0214] 本发明还涉及至少具有本发明的光学补偿片和偏振器的偏振板。

[0215] 通过利用压敏粘合剂或胶粘剂,可以将偏振器和本发明的光学补偿片结合。作为压敏粘合剂或胶粘剂,优选具有优异透明性的材料。胶粘剂的实例包括聚合物胶粘剂如丙烯酸型、乙烯醇型、有机硅型、聚酯型、聚氨酯型和聚醚型、异氰酸酯型胶粘剂和橡胶型胶粘剂。压敏粘合剂的实例包括如丙烯酸型、乙烯醇型、有机硅型、聚酯型、聚氨酯型、聚醚型、异氰酸酯型和橡胶型的那些压敏粘合剂。

[0216] 优选设置在偏振器和本发明的光学补偿片之间的胶粘剂层较薄,并且例如厚度优选为约 $10 \mu\text{m}$ 以下,并且更优选约 $5 \mu\text{m}$ 以下。

[0217] 作为偏振器,使用例如通过用碘对聚乙烯醇膜染色并将其拉伸得到的偏振器。

[0218] 优选偏振器的另一个表面还结合有保护膜,并且作为此种保护膜,使用酰化纤维素膜、环聚烯烃聚合物膜等。

[0219] (液晶显示装置)

[0220] 本发明的光学补偿片和偏振板可用于各种显示模式的液晶显示装置中,如 TN(扭转向列型)、IPS(面内转换)、FLC(铁电液晶)、OCB(光学补偿弯曲)、STN(超扭转向列型)、

VA(垂直取向)和HAN(杂化取向向列型)。

[0221] (TN模式液晶装置)

[0222] TN模式液晶盒最经常用作彩色 TFT 液晶显示装置并描述在各种文献中。在 TN 模式黑显示处的液晶盒中的取向态中,棒状液晶分子在盒的中心部分直立并且该棒状液晶分子横卧在盒的基板附近。

[0223] (与液晶盒驱动电压的关系)

[0224] 在黑显示时,当降低液晶盒的驱动电压时,它转向其中较少发生灰度反转的方向。在这种情况下,有必要按照光学补偿片所需的规定增加光学各向异性层的 Re 值,所述光学补偿片是本发明中的涂布在透明基材上的液晶化合物的形式。

[0225] 在现有的光学补偿片中,当光学各向异性层的 Re 值增加时,对比度倾向于以反比降低。

[0226] 当使用本发明的膜时,因为包含在光学各向异性层中的液晶分子均一取向,可以保持对比度不降低,同时在一定程度上保持光学各向异性层的 Re 值。

[0227] (延迟和指向矢倾角的测量方法)

[0228] 如上所述,在本发明中 $Re(\lambda)$ 和 $Rth(\lambda)$ 分别表示在波长 λ 处的面内延迟和厚度方向的延迟。 $Re(\lambda)$ 和液晶化合物的指向矢倾角是在 KOBRA 21ADH 或 WR(由 Oji Scientific Instruments Co. 制造)中,通过波长(λ)的光以法线到膜方向的入射而测定。在选择测量波长 λ nm 时,可通过手动更换波长选择滤光片或由程序等变换测量值进行测量。

[0229] 在其中待测量的膜由单轴或双轴折射率椭圆表示的情况下,通过如下方法计算 $Rth(\lambda)$ 。

[0230] 根据测得的延迟值、平均折射率的假设值和输入的膜厚度值,在 KOBRA 21ADH 或 WR 中通过以面内延迟轴(由 KOBRA 21ADH 或 WR 判断)作为倾斜轴(旋转轴)(在其中不存在延迟轴的情况下,将膜的面内任选方向假定为旋转轴),在每个倾斜方向中以相对于膜法线方向 10° 每步直至 50° 在法线方向的一侧入射 λ nm 波长的光,测量总共 6 个点的 $Re(\lambda)$,计算 $Rth(\lambda)$ 。

[0231] 在如上所述测量中,如果膜具有下述方向,在所述方向中以面内的延迟轴作为旋转轴,从法线方向的一定倾斜角处延迟值变为零,在此情况下,比所述一定倾斜角大的倾斜角下的延迟值在将符号反转成负极性之后,通过 KOBRA 21ADH 或 WR 计算。

[0232] 还可以延迟轴作为倾斜轴(旋转轴)(在其中不存在延迟轴的情况下,将膜面内任选方向定义为旋转轴),从两个任选的倾斜方向测定延迟值,并基于该测量值、平均折射率的假定值和输入的膜厚度值,通过下面的方程式 (I) 和 (II) 计算 Rth 。

[0233] 方程式 (I)

[0234]

$$Re(\theta) = \left[nx - \frac{ny \times nz}{\sqrt{\{ny \sin(\sin^{-1}(\frac{\sin(-\theta)}{nx}))\}^2 + \{nz \cos(\sin^{-1}(\frac{\sin(-\theta)}{nx}))\}^2}} \right] \times \frac{d}{\cos(\sin^{-1}(\frac{\sin(-\theta)}{nx}))}$$

[0235] 方程式 (II)

[0236] $Rth = \{(nx+ny)/2-nz\} \times d$

[0237] 在上述式中, $\text{Re}(\theta)$ 表示从法线方向倾斜 θ 角度的方向中的延迟值。

[0238] 此外, n_x 表示面内延迟轴方向的折射率, n_y 表示在面内与 n_x 垂直方向的折射率, n_z 表示与 n_x 和 n_y 垂直方向的折射率, 和 d 表示膜厚度。

[0239] 在其中待测量的膜不能用单轴或双轴折射率椭圆表示时, 即所谓的膜没有光轴的情况下, 通过如下方法计算 $R_{th}(\lambda)$ 。

[0240] 在 KOBRA 21ADH 或 WR 中, 以测得的延迟值、平均折射率的假定值以及输入的膜厚度值为基础, 以面内延迟轴 (由 KOBRA 21ADH 或 WR 判断) 作为倾斜轴 (旋转轴), 在每个倾斜方向中以相对于膜法线方向每步 10° 从 $-50^\circ \sim +50^\circ$ 入射 λ nm 波长的光, 测量 11 个点处的 $\text{Re}(\lambda)$, 计算 $R_{th}(\lambda)$ 。

[0241] 在如上所述的测量中, 对于平均折射率的假定值, 可以使用在 Polymer Handbook (JOHN WILEY & SONS, INC) 中的值和光学补偿片的各种目录中的值。

[0242] 此外, 其中不知道平均折射率值的那些可以通过 Abbe 折射计来测量。主要光学补偿片的平均折射率值列举如下。

[0243] 酰化纤维素 (1.48), 环烯烃聚合物 (1.52), 聚碳酸酯 (1.59), 聚甲基丙烯酸甲酯 (1.49) 和聚苯乙烯 (1.59)。

[0244] 通过输入平均折射率的假定值和膜厚度, 通过 KOBRA 21ADH 或 WR 计算 n_x 、 n_y 、 n_z 。基于计算出的 n_x 、 n_y 、 n_z 进一步计算出 $N_z = (n_x - n_z) / (n_x - n_y)$ 。

[0245] (取向轴分布的测量方法)

[0246] 通过使用其中以交叉尼科尔结构布置偏振板的偏振显微镜, 同时在 ± 10 度范围内以每次 0.5 度旋转镜台, 以镜台最暗的角度为中心, 用数字照相机以 $400\times$ 放大倍数摄取具有液晶层的光学补偿片。然后, 通过对数字照相机摄取的图像进行旋转和平行移动处理, 图像的位置基于像素单元精确地对齐。然后, 记录每个像素上图像最暗的角度, 并且通过绘制横坐标上的角度和纵坐标上该角度下最暗像素的数目, 形成直方图, 从而测定其半宽值。

[0247] 作为偏振显微镜, 可使用已知的显微镜, 例如可使用由 Nikon Corp. 制造的 ECLIPSE E600POL。此外, 通过使用商业程序可进行如上所述的图像旋转和平行移动处理。

[0248] 在本说明书中定义的“微小区域”是 μm 级别包围的窄区域, 并且特别地为约 $0.1\mu\text{m} \sim 500\mu\text{m}$ 正方形区域。这是可通过如上所述的偏振显微镜以 $400\times$ 放大倍数测量、并且可通过使用高分辨率测量仪器 (例如, 由 MEIRYO TECHNICA CORP. 制造的 “LCA-LU4A”) 测量的区域。

[0249] (膜对比度值的测量方法)

[0250] 在桌上, 自下依次安置荧光管直射背光光源、偏振板、试样和另一个偏振板, 以使其每个表面是水平的。在这种情况下, 使试样和上部的偏振板可旋转。通过使用 BM-5A (由 TOPCON CORP. 制造), 测量从光源发出并接连透过偏振板、试样和偏振板的光在垂直方向上的亮度。在测量时, 首先在没有试样的状态下使上部偏振板旋转, 并与其中亮度最暗的位置 (交叉的尼科尔结构) 对齐。然后, 插入试样并将试样在交叉尼科尔结构下旋转从而测量最小亮度。然后, 以平行尼科尔结构布置偏振板, 并旋转试样以测量最大亮度。通过 (在平行尼科尔结构下的最大亮度) / (在交叉尼科尔结构下的最小亮度) 测定膜的对比度。

[0251] (膜平面形状的评价方法)

[0252] 在交叉尼科尔结构下将偏振板安置在 schaukasten 上, 并在其之间从前部观看最

暗的位置上安置试样。当从倾斜方向观察时,根据对不均匀性的观察作出如下判断。

[0253] A:完全没有观察到不均匀性

[0254] B:很弱地观察到不均匀性

[0255] C:强烈地观察到不均匀性

[0256] (显示装置性能的评价方法)

[0257] 然后,通过使用测量仪器(由 TOPCON CORP. 制造的 BM-5A),测量在控制至 25℃、60% RH 的房间放置一星期后的液晶显示装置在黑显示(L0)和白显示(L7)中的亮度,从而计算正面对比度(L7/L0)。此外,在每个对于 L7 的正面亮度为 1/7 的 L1 灰度和 2/7 的 L2 灰度中,测量亮度在较低方向反转的角度,为较低灰度反转角。

[0258] 此外,作为视角的色调评价,当视角从正面倾斜 60° 时,在 $u'v'$ 空间上的距离计算为 $\Delta Cu'v'$ 。($u'v'$:在 CIELAB 空间的彩色座标)

[0259] $\Delta Cu'v' = (u'(\text{正面}) - u'(60^\circ))^2 + (v'(\text{正面}) - v'(60^\circ))^2)^{0.5}$ 。

[0260] 对于所有方位角中 $\Delta Cu'v'$ 的最大量,评价为

[0261] A: $\Delta Cu'v'$ 小于 0.04

[0262] B: $\Delta Cu'v'$ 为 0.04 ~ 0.10

[0263] C: $\Delta Cu'v'$ 为 0.10 ~ 0.20

[0264] D: $\Delta Cu'v'$ 超过 0.20

[0265] 此外,作为视角的对比度评价,计算在 80° 视角时的上下左右的对比度总值并如下所述对其评价。

[0266] A:上/下/左/右视角的对比度总值为 100 以上

[0267] B:上/下/左/右视角的对比度总值为 50 ~ 100。

[0268] C:上/下/左/右视角的对比度总值为 30 ~ 50。

[0269] 实施例

[0270] (实施例 1)

[0271] (光学补偿片的制造)

[0272] (基材(S-1)的制造)

[0273] 将如下组合物装入混合罐中,并边搅拌边在 30℃下加热,从而使各成分溶解以制备乙酸纤维素溶液。

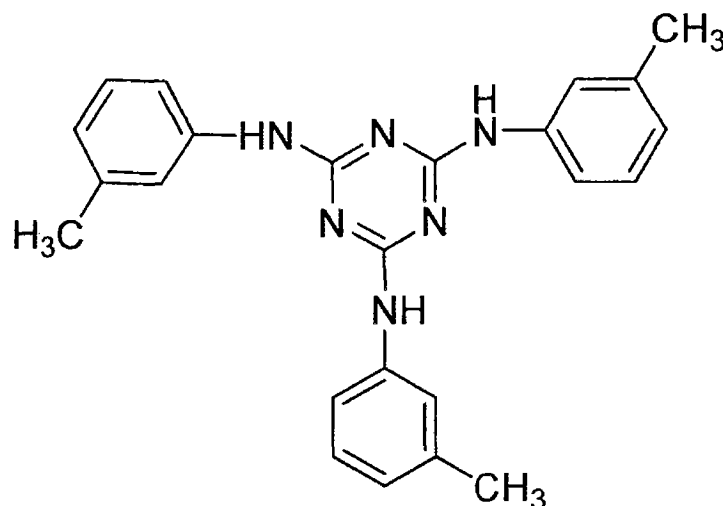
[0274] 表 1

[0275]

乙酸纤维素溶液组成(质量份)	内层	外层
乙酰化度为 60.9%的乙酸纤维素	100	100
磷酸三苯酯(增塑剂)	7.8	7.8
磷酸联苯二苯酯(增塑剂)	3.9	3.9
二氯甲烷(第一溶剂)	293	314
甲醇(第二溶剂)	71	76
1-丁醇(第三溶剂)	1.5	1.5
二氧化硅细粒子(AEROSIL R972, 由 Nippon Aerosil Co.制造)	0	0.8
如下所述的延迟改进剂	1.7	0

[0276] 延迟改进剂

[0277]



[0278] 将得到的内层涂料和外层涂料使用三层共流延模具在冷却到 0℃的筒上进行流延。将残余溶剂量为 70 质量%的膜从筒上剥离,并在输送过程中在 80℃下干燥,同时通过针式拉幅机以 110%的拉伸比在输送方向上固定住两端,并在残余溶剂量减少到 10%时在 110℃下干燥。然后,将膜在 140℃的温度下干燥 30 分钟以产生具有 0.3 质量%残余溶剂的乙酸纤维素膜(外层:3 μm,内层:74 μm,外层:3 μm)。测量由此制造的乙酸纤维素膜 S-1 的光学性能。

[0279] 得到的乙酸纤维素膜具有 1340mm 的宽度和 80 μm 的厚度。Re 为 6nm 和 Rth 为 90nm。

[0280] (取向层的制造)

[0281] 在制备的基材 S-1 上形成倾斜角为 20° 并且膜厚度为约 400 埃的倾斜 SiO₂ 淀积膜。

[0282] (光学各向异性层的涂布)

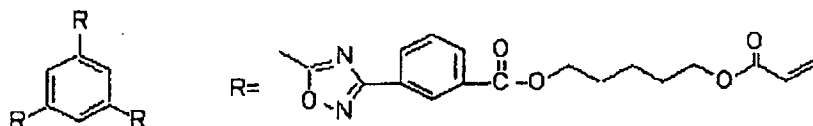
[0283] 将如下组合物溶于 270kg 甲乙酮中以制备涂布液。

[0284] (形成光学各向异性层用组合物)

- [0285] 如下所示的液晶化合物 (1) 90.0 质量份
 [0286] 如下所示的液晶化合物 (2) 10.0 质量份
 [0287] 如下所示含有氟代脂族基的聚合物 -1 0.8 质量份
 [0288] 光聚合引发剂 (IRGACURE 907, 由 Ciba Guigy 制造) 3.0 质量份
 [0289] 增感剂 (KAYACURE DETX, 由 NIPPON KAYAKU CO. LTD. 制造) 1.0 质量份
 [0290] 1.0 质量份

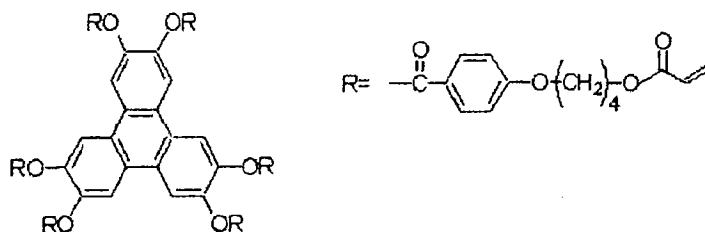
[0291] (液晶化合物 1)

[0292]



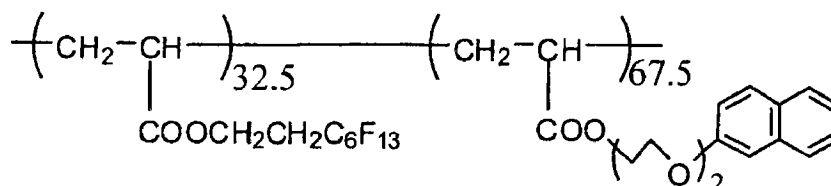
[0293] (液晶化合物 2)

[0294]



[0295] 含有氟代脂族基的聚合物 -1

[0296]



[0297] 通过使用 #2.8 线棒, 将制备的涂布液涂布在取向层表面上。涂布量为 4.8 mL/m^2 。然后, 将其在恒温浴中 120°C 加热 300 秒, 使盘状液晶化合物取向。然后, 通过使用 160 W/cm^2 高压汞灯在 80°C 下用紫外光照射 1 分钟进行交联反应, 使盘状液晶化合物聚合, 并形成光学各向异性层, 由此制造光学补偿片 C-1。光学各向异性层具有 $0.8 \mu\text{m}$ 的膜厚度和 45 nm 的延迟 (550 nm)。此外, 在取向层侧的液晶指向矢角度为 20° , 在空气边界侧的液晶指向矢角度为 75° 。

[0298] (偏振板的制造)

[0299] 通过将碘吸附到拉伸过的聚乙烯醇膜上, 制造线性偏振膜。然后, 通过使用乙烯醇型粘合剂, 使三乙酰基纤维素膜 (TAC-TD8QU, 由 FujiFilm Corp. 制造) 皂化并结合到线性偏振器的一侧。此外, 通过使用聚乙烯醇型粘合剂将制造的光学补偿片 C-1 结合到线性偏振器的另一个表面上, 使得基材 S-1 的背面 (没有形成光学各向异性层侧的表面) 在线性偏振器的表面侧上, 从而制造偏振板 (P-1)。在这种情况下, 使基材 S-1 的输送方向平行于偏振器的吸收轴。

[0300] (TN 模式液晶显示装置的制造)

[0301] 将安装在采用 TN 型液晶盒 (AL2216W, 由 Acer Inc. 制造) 的液晶显示装置中的一

对偏振板（上偏振板和下偏振板）剥去，并代之以将制造出的偏振板 P-1 通过压敏粘合剂与液晶盒的两面结合，使得制造出的光学补偿片 C-1 在盒侧上，以使偏振器的吸附轴与原始液晶显示装置的相同。

[0302] （对比例 1）

[0303] （取向层的制造）

[0304] 在实施例 1 中制备的基材 S-1 上施加皂化处理，并通过 #16 线棒涂布机以 $28\text{mL}/\text{m}^2$ 涂布如下组合物的取向层涂布液。通过 60°C 的暖风干燥 60 秒并通过 90°C 的暖风另外干燥 150 秒从而制造取向层。干燥后的取向层的厚度为 $1.1\ \mu\text{m}$ 。

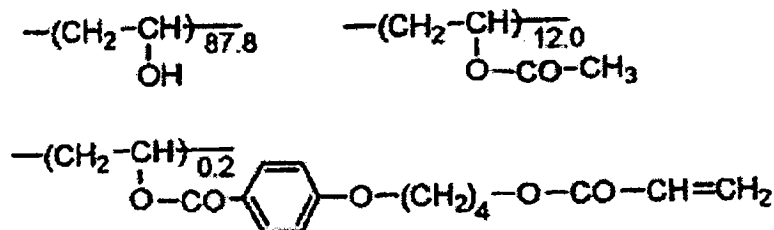
[0305] [表 2]

[0306] （取向层涂布液的组成）

成分	
通过如下结构式(*)表示的改性聚乙烯醇	10 质量份
水	371 质量份
甲醇	119 质量份
戊二醛(交联剂)	0.5 质量份
柠檬酸酯(AS-3, 由 Sankyo Chemical Co.制造)	0.35 质量份

[0308] （改性聚乙烯醇*）

[0309]



[0310] （取向处理）

[0311] 对基材 S-1 上的取向层表面上施加摩擦处理，使得取向层平行于输送方向取向。摩擦辊以 450rpm 旋转。

[0312] （光学各向异性层的涂布）

[0313] 用和实施例 1 相同的方法制备光学各向异性层，制造使用由此制备的偏振板的 TN 模式液晶显示装置。

[0314] 该光学各向异性层具有 $0.8\ \mu\text{m}$ 的膜厚度和 43nm 的延迟 (550nm)。此外，在取向层侧的液晶指向矢角度为 85° ，在空气边界侧的液晶指向矢角度为 15° 。

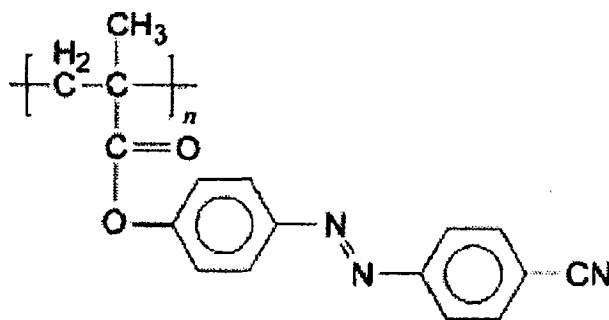
[0315] （实施例 2）

[0316] 将如下光学取向化合物以在环己酮中的 1wt% 溶液涂布在实施例 1 制备的基材 S-1 上，从而形成 100nm 的光学取向层。在与法线方向倾斜 45° 的方向上，通过使用 $160\text{W}/\text{cm}^2$ 高压汞灯对由此形成的光学取向层进行非偏振紫外光照射 5 分钟。然后，用和实施例 1 相同的方法涂布光学各向异性层以制备光学补偿片，由此制造偏振板。

[0317] [ka7]

[0318] 光学取向化合物

[0319]



[0320] (实施例 3)

[0321] 用和对比例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板,不同的是如下所示制造实施例 1 的光学各向异性层。

[0322] (光学各向异性层的制造)

[0323] (光学各向异性层的涂布液组成)

[0324] 将如下组合物溶于 97 质量份的甲基乙基酮中以制备涂布液。

[0325] 如下所述的盘状液晶化合物 41.01 质量份

[0326] 环氧乙烷改性的三羟甲基丙烷三丙烯酸酯

[0327] (v#360, Osaka Organic Chemical Industry Ltd.) 4.06 质量份

[0328] 如下所述含有氟代脂族基的聚合物 -1 0.56 质量份

[0329] 光聚合引发剂 (IRGACURE 907, 由 Ciba Geigy Co. 制造)

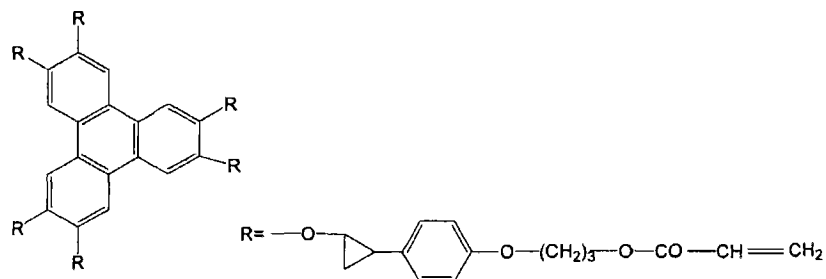
[0330] 1.35 质量份

[0331] 增感剂 (KAYACURJE-DETX, 由 Nippon Kayaku Co., Ltd. 制造)

[0332] 0.45 质量份

[0333] 盘状液晶化合物

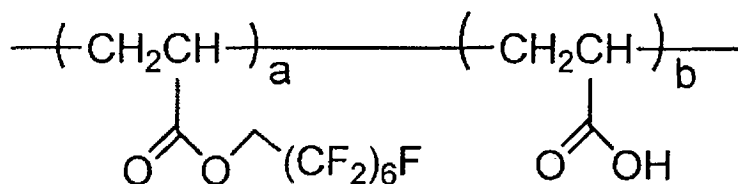
[0334]



[0335] [ka9]

[0336] 含氟代脂族基的聚合物 -1 (a/b = 90/10wt%)

[0337]



[0338] 通过使用 #5.0 线棒,将制备的涂布液涂布在取向层表面上。涂布量为 8.6 mL/m^2 。然后将其在 130°C 的恒温浴中加热 300 秒以使盘状液晶化合物取向。然后,使用 160 W/cm 高

压汞灯在 80℃进行紫外光照射一分钟,进行交联反应并使盘状液晶化合物聚合,从而形成光学各向异性层,由此制造光学补偿片 C-1。光学各向异性层具有 2.5 μm 的膜厚度和 45nm 的延迟 (550nm)。

[0339] (实施例 4)

[0340] 用和对比例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板,不同的是在对比例 1 的 120℃下加热过程中,在沿摩擦方向的方向中以 12.0m/s 对涂膜的表面进行均匀吹风。

[0341] (实施例 5)

[0342] 在对比例 1 中,在 120℃干燥和在 80℃下紫外光照射过程中,在与液晶化合物的盘状表面倾斜方向相同的方向上倾斜 40° 的方向上,施加磁场。将磁场强度控制到 0.7 特斯拉。除了上述步骤之外,用和对比例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板。

[0343] (实施例 6)

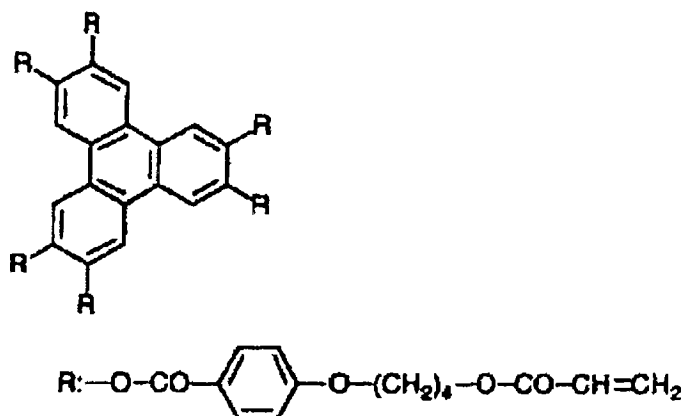
[0344] 在对比例 1 中,在涂布光学各向异性层后,将其在 140℃的恒温浴中加热 200 秒,然后在 120℃的恒温浴中加热 100 秒,使盘状液晶化合物取向。在这种情况下,盘状液晶在 140℃的恒温浴中呈现各向同性相,在 120℃的恒温浴中呈现向列相。除了上述步骤,用和对比例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板。

[0345] (实施例 7)

[0346] 通过将 41.01g 如下盘状液晶化合物、4.06g 环氧乙烷改性的三羟甲基丙烷丙烯酸酯 (v#360,由 Osaka Organic Chemical Industry Ltd. 制造)、1.85g 如下 1,3,5-三嗪化合物、1.35g 光聚合引发剂 (IRGACURE 907,由 Ciba Geigy Co. 制造) 和 0.45g 增感剂 (KAYACURE-DETX,由 NipponKayaku Co., Ltd. 制造) 溶解在 95g 甲基乙基酮中,制备涂布液。

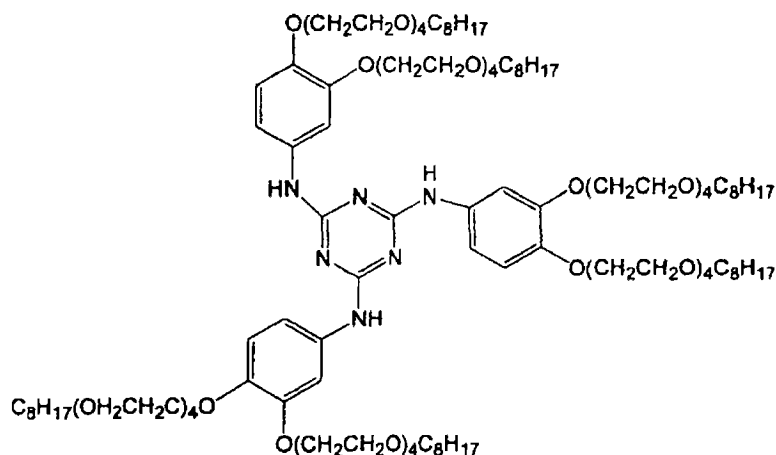
[0347] 盘状液晶化合物

[0348]



[0349] 1,3,5-三嗪化合物

[0350]



[0351] 在对比例 1 中,在对取向层进行取向处理后,通过 #4 线棒将涂布液涂布在取向层上。将其结合到金属框架上,并在 120℃ 恒温浴中加热 30 秒,使盘状液晶化合物取向。当通过使用在 120℃ 状态的高压汞灯照射 2J 紫外光使盘状液晶化合物聚合并证实了取向状态时,液晶化合物为水平取向。

[0352] 然后,在如上所述的 120℃ 恒温浴加热 30 秒后,将温度改变为 80℃,通过使用高压汞灯照射 2J 的紫外光使盘状液晶化合物聚合。然后,使其冷却到室温。如上所述,形成光学各向异性层以制造光学补偿片。液晶化合物为混合 - 取向并且光学各向异性层的 R_e 为 43nm。

[0353] (实施例 8)

[0354] 在对比例 1 中,在涂布光学各向异性层并在 120℃ 下的恒温浴中加热 300 秒后,使膜通过设置距离为 2cm 的 120℃ 的辊和 80℃ 的辊。之后马上通过使用 160W/cm 高压汞灯在 80℃ 下照射紫外光一分钟,进行交联反应并使盘状液晶化合物聚合,由此形成光学各向异性层。除了上述步骤之外,用和对比例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板。

[0355] (实施例 9)

[0356] 用和对比例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板,不同的是在涂布和热处理光学各向异性层后通过使用 160W/cm 高压汞灯在 30℃ 下照射紫外光一分钟以进行交联反应和使对比例 1 中的盘状液晶化合物聚合的步骤。

[0357] (实施例 10)

[0358] 在涂布实施例 2 中的光学各向异性层后,在 120℃ 的干燥和 80℃ 的紫外光照射期间,在与液晶化合物盘状表面倾斜方向相同的方向上倾斜 40° 的方向上施加磁场。将磁场的强度控制为 0.7 特斯拉。除了上述步骤之外,用和实施例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板。

[0359] (实施例 11)

[0360] 用和实施例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板,不同的是在涂布实施例 2 的光学各向异性层后施加与实施例 5 相同的磁场。

[0361] (实施例 12)

[0362] 用和实施例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板,不同的是在涂布实施例 2 的光学各向异性层后施加与实施例 6 相同的热处理。

[0363] (实施例 13)

[0364] 用和实施例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板,不同的是在涂布实施例 2 的光学各向异性层后施加与实施例 7 相同的水平取向处理

[0365] (实施例 14)

[0366] 在涂布实施例 2 的光学各向异性层后,用和实施例 8 相同的方法形成光学各向异性层。除了上述步骤之外,用和实施例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板。

[0367] (实施例 15)

[0368] 在涂布实施例 2 的光学各向异性层后,用和实施例 9 相同的方法形成光学各向异性层。除了上述步骤之外,用和实施例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板。

[0369] (实施例 16)

[0370] 用和实施例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板,不同的是将实施例 1 中的无机取向层的倾斜气相淀积角变为 45° 。

[0371] 在光学各向异性层中,在取向层侧的液晶指向矢角度为 45° 和在空气边界侧的液晶指向矢角度为 75° 。

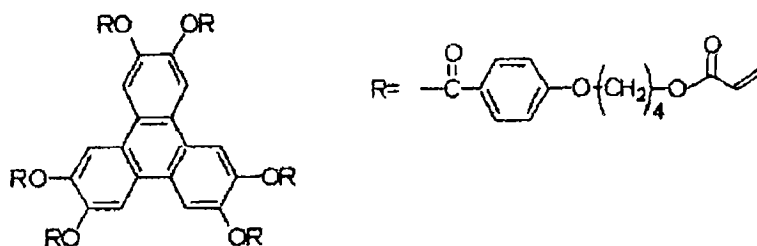
[0372] (实施例 17)

[0373] 将实施例 1 中的无机取向层的倾斜气相淀积角度变为 85° ,并制造取向层。

[0374] 作为光学各向异性涂布液,通过将 41.01g 如下盘状液晶化合物、4.06g 环氧乙烷改性的三羟甲基丙烷丙烯酸酯(v#360,由 Osaka Organic Chemical Industry Ltd. 制造)、1.00g 如下取向控制剂、1.35g 光聚合引发剂(IRGACURE 907,由 Ciba Geigy Co. 制造)和 0.45g 增感剂(KAYACURE-DETX,由 Nippon Kayaku Co., Ltd. 制造)溶解在 95g 甲基乙基酮中,制备涂布液。

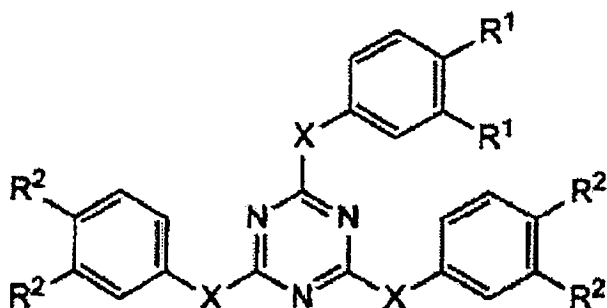
[0375] 盘状液晶化合物

[0376]



[0377] 取向控制剂

[0378]



[0379] $R1 = R2 = O(CH_2)_2O(CH_2)_2(CF_2)_6F$, $X = NH$

[0380] 通过使用 #3.2 线棒,将制备的涂布液涂布在取向层表面上。然后将其在 $130^\circ C$ 的恒温浴中加热 300 秒,使盘状液晶化合物取向。然后,通过使用 160W/cm 高压汞灯在 $80^\circ C$ 下

照射紫外光一分钟,进行交联反应并使盘状液晶化合物聚合,从而形成光学各向异性层,由此制造光学补偿片。光学各向异性层的膜厚度为 1.4 μm。延迟 (550nm) 为 45nm,在取向层侧的液晶指向矢角度为 85° 和在空气边界侧的液晶指向矢角度为 0° 。

[0381] (实施例 18)

[0382] (通过与黑电压控制面板组合,利用增加正面 CR 以改善灰度级反转的设计)

[0383] 用和实施例 1 相同的方法制造光学补偿片和偏振板,不同的是在将摩擦方向从基材 S-1 的输送方向位移 4° 时施加摩擦处理和通过在实施例 1 中的 #2.8 线棒涂布光学各向异性层。用和实施例 1 相同的方法将偏振板结合于液晶显示装置中,使得将黑显示 (L0) 设定为其中亮度最低的灰度。

[0384] (实施例 19)

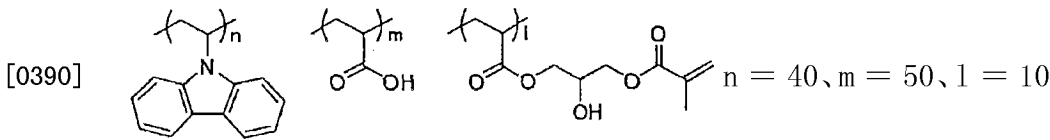
[0385] (制造取向层)

[0386] 在实施例 1 制备的基材 S-1 上施加皂化处理,并将如下组成的取向层涂布液用 #14 线棒涂布机以 24mL/m² 进行涂布。通过 100℃ 的暖风干燥 120 秒,制造取向层。干燥后取向层的厚度为 1.2 μm。接着,对取向层表面施加摩擦处理,使其平行于运送方向取向。摩擦辊以 400rpm 旋转。

[0387] (取向层涂布液的组成)

[0388]	如下所述的取向层聚合物	40 质量份
	水	700 质量份
	甲醇	300 质量份
	三乙胺	20 质量份

[0389] (取向层聚合物)



[0391] (涂布光学各向异性层)

[0392] 如下组成的涂布液用 #2.8 线棒涂布在取向层的摩擦处理过的表面上。然后,将其在 130℃ 的恒温浴中加热 120 秒,使盘状液晶化合物取向。接着,使用 160W/cm 高压汞灯在 80℃ 下照射紫外光一分钟,进行交联反应并使盘状液晶化合物聚合,从而形成光学各向异性层。之后,对其不加以控制地冷却到室温,从而制造光学补偿层。

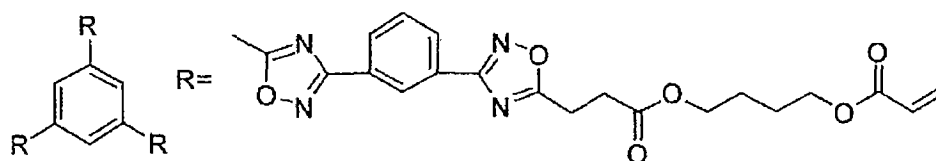
[0393] (形成光学各向异性层的组合物)

[0394]

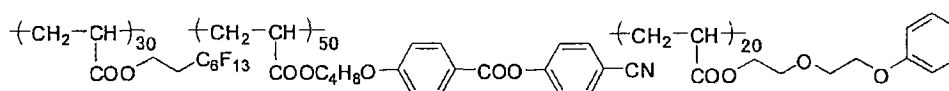
甲基乙基酮	270 质量份
如下的盘状液晶化合物	100 质量份
如下的空气侧取向控制剂	1.0 质量份
光聚合引发剂(IRGACURE 907, 由 Ciba Geigy Co.制造)	3.0 质量份
增感剂(KAYACURE-DETX, 由 Nippon Kayaku Co.,Ltd.制造)	1.0 质量份

[0395]

(A 1)



(B 1)



[0396] 这样得到的光学各向异性层的膜厚度为 $0.8\ \mu\text{m}$ 和延迟 (550nm) 为 44nm。在取向层侧的液晶指向矢角度为 15° 和在空气边界侧的液晶指向矢角度为 70° 。

[0397] 实施例 1 ~ 18 和对比例 1 中的偏振板和液晶显示装置性能的评价结果显示在下表中。根据如下标准评价生产成本 (产率 (估计))。

[0398] A : 90% 以上的产率

[0399] B : 80 ~ 90% 的产率

[0400] C : 60 ~ 80% 的产率

[0401]

表 3

	取向手段	取向层制造方法	取向轴分布 的半宽值	膜对比 度值	正面 对比度	生产成 本(产率)	膜表面 状态	视角 色调	视角 CR	灰度级反 转角度
对比例 1	现行手段	现行方法	3.2°	3000	900	C	A	B	B	35°
实施例 1	无机取向层	现行方法	2.0°	5000	1200	B	A	B	B	35°
实施例 2	光学取向	现行方法	1.5°	8000	1400	B	A	B	B	35°
实施例 3	增加膜厚度	现行方法	2.0°	5000	1200	C	A	C	A	35°
实施例 4	现行手段	风取向	2.0°	5000	1200	C	A	B	B	35°
实施例 5	现行手段	磁场取向	2.5°	4200	1050	C	A	B	B	35°
实施例 6	现行手段	通过 iso 相	2.5°	4200	1050	C	A	B	B	35°
实施例 7	现行手段	圆盘表面水平取向	2.0°	5000	1200	B	B	B	B	35°
实施例 8	现行手段	温差取向	2.5°	4200	1050	C	A	B	B	35°
实施例 9	现行手段	聚合温度降低 ↓	2.5°	4200	1050	C	A	B	B	35°
实施例 10	光学取向	风取向	1.0°	10000	1500	B	A	B	B	35°
实施例 11	光学取向	磁场取向	1.5°	8000	1400	B	A	B	B	35°
实施例 12	光学取向	通过 iso 相	1.5°	8000	1400	B	A	B	B	35°
实施例 13	光学取向	圆盘表面水平取向	1.0°	10000	1500	A	B	B	B	35°
实施例 14	光学取向	温差取向	1.5°	8000	1400	B	A	B	B	35°
实施例 15	光学取向	聚合温度: 30℃	1.5°	8000	1400	B	A	B	B	35°
实施例 16	改变倾角	现行方法	1.0°	10000	1500	B	A	C	A	30°
实施例 17	改变倾角	风取向	1.0°	10000	1500	B	B	A	C	35°
实施例 18	光学取向	风取向	1.0°	10000	1400	B	A	B	B	45°
实施例 19	提供高取向控制力的 取向层	现行方法	1.0°	10000	1500	B	A	A	B	35°

专利名称(译)	光学补偿片、偏振板、液晶显示装置和制造光学补偿片的方法		
公开(公告)号	CN101825806A	公开(公告)日	2010-09-08
申请号	CN201010123872.9	申请日	2010-03-02
[标]申请(专利权)人(译)	富士胶片株式会社		
申请(专利权)人(译)	富士胶片株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	富士胶片株式会社		
[标]发明人	丰冈健太郎		
发明人	丰冈健太郎		
IPC分类号	G02F1/13363 G02F1/1335 G02B5/30		
CPC分类号	G02F1/133632 G02B5/3025		
代理人(译)	杨海荣		
优先权	2009048500 2009-03-02 JP		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

提供了一种光学补偿片、偏振板、液晶显示装置和制造光学补偿片的方法，所述光学补偿片包含：透明基材；和至少一个含有液晶化合物的光学各向异性层。该光学补偿片具有4000以上的膜对比度值，其中膜对比度值通过式(1)表示，式(1)：膜对比度值 = (在以平行尼科尔结构布置的偏振板之间设置的光学补偿片的最大亮度)/(在以交叉尼科尔结构布置的偏振板之间设置的光学补偿片的最小亮度)。

