

公告本

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：96118923

※ 申請日期：96.5.28

※IPC 分類：C08L 33/08, (2006.01)

C08K 3/22, (2006.01)

B32B 7/18, (2006.01)

7/30 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

金屬氧化物組成物、硬化膜及積層體

METAL OXIDE COMPOSITION, HARDENED FILM, AND LAMINATED ARTICLE

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

東洋油墨製造股份有限公司

TOYO INK MFG. CO., LTD.

代表人：(中文/英文) 佐久間國雄(佐久間国雄) / SAKUMA, KUNIO

住居所或營業所地址：(中文/英文)

日本國東京都中央區京橋二丁目 3 番 13 號

3-13, Kyobashi 2-chome, Chuo-ku, Tokyo, JAPAN

國籍：(中文/英文) 日本國 / JAPAN

三、發明人：(共 4 人)

姓名：(中文/英文)

1. 金田潤 / KANEDA, JUN

2. 高橋隼人 / TAKAHASHI, HAYATO

3. 重森一範 / SHIGEMORI, KAZUNORI

4. 濱田直宏 / HAMADA, NAOHIRO

國籍：(中文/英文)

1. 至 4. 日本國 / JAPAN

四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項 第一款或 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 日本國；2006年05月29日；特願2006-148854（主張優先權）
2. 日本國；2006年05月29日；特願2006-148855（主張優先權）

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

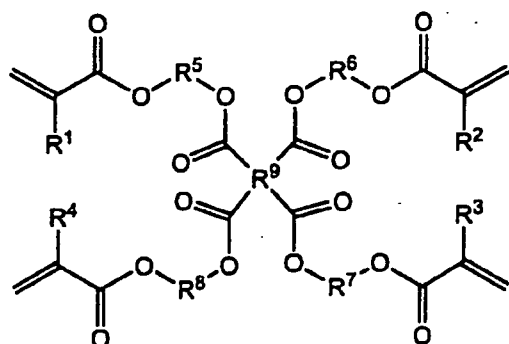
不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

五、中文發明摘要：

本發明係揭示一種金屬氧化物組成物，其係含有以下述通式(1)所示之分散劑(A)、及平均一次粒徑為 5 至 100nm 的金屬氧化物。

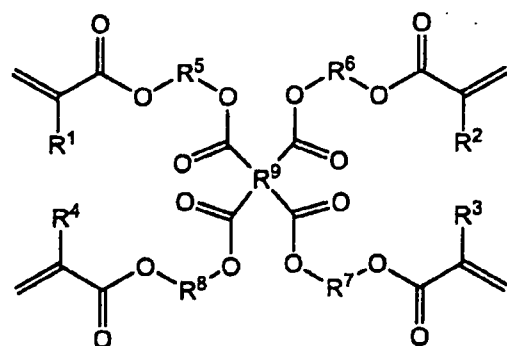
通式(1)



(式中，R¹至 R⁴係分別獨立地表示氫原子或甲基，R⁵至 R⁸係分別獨立地表示非取代或取代之直鏈或分枝鏈之伸烷基或伸烷基氧伸烷基，R⁹係表示 4 價之芳香族基或脂肪族基) 及使此金屬氧化物組成物硬化而構成之硬化膜與其積層體。

六、英文發明摘要：

This invention provides a metal oxide composition which contains a dispersion agent (A) represented by the following formula (1), and a metal oxide having an average primary particle diameter of 5~100 nm



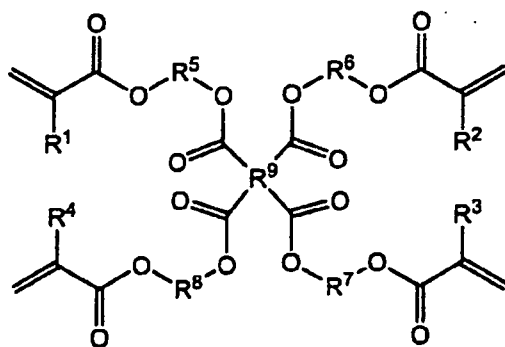
wherein R^1 - R^4 independently respectively represents a hydrogen atom or a methyl group, R^5 - R^8 independently respectively represents an unsubstituted or substituted alkylene group or alkyleneoxy alkylene group of straight chain or branched chain, and R^9 represents a tetravalent aromatic group or aliphatic group. This invention also discloses a hardened film which is formed by hardening the above said metal oxide composition, and a laminated article containing the hardened films.

七、指定代表圖：無

(一)本案指定代表圖為：第 () 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種具有硬塗性之金屬氧化物組成物、及使用其之硬化膜與其積層體。

【先前技術】

以往，從確保資訊通訊機器之性能與安全對策之方面而言，於機器之表面，係使用光金屬氧化物組成物而形成一具有耐刮傷性、密著性、高折射率性等之硬塗性塗膜、或防止帶電性塗膜。

近年，於資訊通訊機器之發達與汎用化係有驚人之處，且尋求硬塗性塗膜、防止帶電性塗膜等的更進一步性能提昇及生產性的提高，已有使用光硬化性材料之各種提案。

例如，可舉例如以下之技術提案(參照專利文獻 1 至 3)。在專利文獻 1 中，揭示一種有機溶劑中，使用球磨機等而混合氧化錫等之導電性粉末與複數之單體成分，以製作導電性塗料之方法。在專利文獻 2 中係揭示一種製作方法，係在有機溶劑中使用球磨機而混合摻雜銻之氧化錫與具有紫外線硬化性之矽烷偶合劑，以製作導電性塗料用之分散體。進而在專利文獻 3 中，係使導電性氧化物粉末分散在易分散性低沸點溶劑與難分散性高沸點溶劑之混合溶劑中，製作導電性塗料之方法。

(專利文獻 1)日本特開平 04-172634 號公報

(專利文獻 2)日本特開平 06-264009 號公報

(專利文獻 3)日本特開 2001-131485 號公報

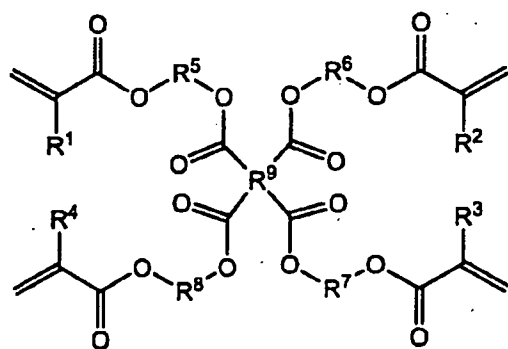
【發明內容】

然而藉上述方法，即使可製作於高折射率性、硬塗性、防止帶電性、耐光性等同時具有良好物性之金屬氧化物組成物，對於有機溶劑等疏水性高之媒體，無法使平均一次粒徑為 100nm 以下之金屬氧化物安定地以一次粒子程度分散及安定化，就塗膜之透明性或光硬化性塗料之隨時間安定性等之觀點而言易產生問題。

因此，本發明之目的在於提供一種平均一次粒徑含有 100nm 以下之金屬氧化物，同時可形成高折射率性、防止帶電性、硬塗性、透明性及耐光性之全部中同時具有優異之物性的塗膜，且具有隨時間安定性之金屬氧化物組成物、及使用其之硬化膜與其積層體。

本發明係關於一種含有以下述通式(1)所示之分散劑(A)、及平均一次粒徑為 5 至 100nm 的金屬氧化物之金屬氧化物組成物。

通式(1)



(式中， R^1 至 R^4 係分別獨立地表示氫原子或甲基， R^5 至 R^8 係分別獨立地表示非取代或取代之直鏈或分枝鏈之伸烷基

或伸烷基氧伸烷基， R^9 係表示 4 價之芳香族基或脂肪族基)

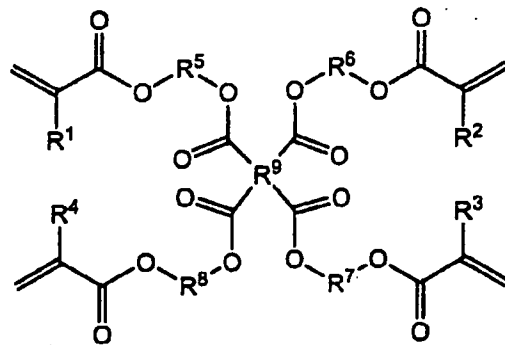
另一本發明係關於使上述金屬氧化物組成物硬化而構成之硬化膜。

另外本發明係關於含有基材與上述硬化膜之積層體。

另外本發明係關於含有上述金屬氧化物組成物之光半導體元件密封材。

另外本發明係關於一種金屬氧化物分散體之製造方法，其係包含：使用以下述通式(I)所示之分散劑(A)，使平均一次粒徑為 5 至 100nm 的金屬氧化物在有機溶劑存在下分散。

通式(1)



(式中， R^1 至 R^4 係分別獨立地表示氫原子或甲基， R^5 至 R^8 係分別獨立地表示非取代或取代之直鏈或分枝鏈之伸烷基或伸烷基氧伸烷基， R^9 係表示 4 價之芳香族基或脂肪族基)

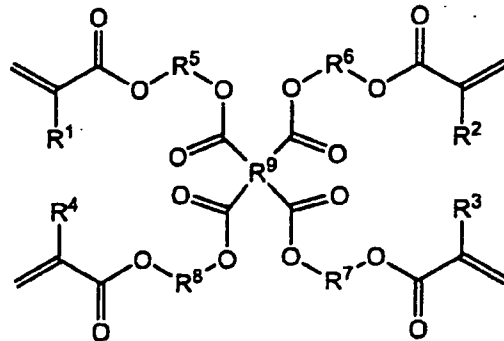
再者，另外本發明係關於一種硬化膜之製造方法，其係包含：使上述金屬氧化物組成物塗佈於基材上；及照射活性能量線而使金屬氧化物組成物硬化。

【實施方式】

(用以實施發明之最佳形態)

本發明之金屬氧化物組成物係含有以下述通式(1)所示之分散劑(A)、及平均一次粒徑為5至100nm的金屬氧化物者，且亦可分別含有二種類以上之金屬氧化物及二種類以上之分散劑(A)。

通式(1)



(式中，R¹至R⁴係分別獨立地表示氫原子或甲基，R⁵至R⁸係分別獨立地表示非取代或取代之直鏈或分枝鏈之伸烷基或伸烷基氧伸烷基，R⁹係表示4價之芳香族基或脂肪族基)

此分散劑(A)係對於金屬氧化物具有高的分散性與光硬化性。藉由提升此分散劑(A)為平均一次粒徑5至100nm的金屬氧化物之分散性，且提高光硬化性，本發明之金屬氧化物組成物係可形成硬化性優，硬塗性、透明性、耐光性、高折射率性、防止帶電性優之硬化膜及其積層體。因此，尤其可適宜使用於塑膠光學零件、光碟、防止反射膜、觸摸面板、薄膜型液晶元件外，尚亦可適宜作為各種塑膠積層體的硬塗劑使用。

此金屬氧化物組成物係可形成折射率高之硬化膜，將此塗布於折射率同程度之基材時，所得到之積層體係不產生反射干涉條紋，而適宜使用於光學用途。進一步，因可

充分地控制含有金屬氧化物之硬化物的折射率，故亦適宜作為光半導體元件密封材。

在上述式(1)中， R^9 之4價芳香族基，具體上可舉例如：苯基骨架、二苯甲酮骨架、聯苯基骨架、苯基醚骨架、二苯基砜骨架、二苯基硫醚骨架、茛骨架、芴骨架、四氫萘骨架及萘骨架等。其中， R^9 宜至少一種選自聯苯基骨架、萘骨架、芴骨架及四氫萘骨架所成組群。

R^9 之4價的脂肪族骨架係碳數4至10之烷基骨架的4價脂肪族基為適宜例，具體上可舉例如丁烷骨架、環丁烷骨架、己烷骨架、環己烷骨架、萘烷骨架等。

在上述式(1)中， R^5 至 R^8 之非取代或取代之直鏈或分枝鏈的伸烷基係可舉例如：亞甲基、伸乙基、C3至C10之聚亞甲基等的伸烷基。又，非取代或取代之直鏈或是分枝鏈的伸烷基氧伸烷基，係可例示如C3伸烷基-氧-C3伸烷基。此等之伸烷基或伸烷基氧伸烷基係源自於成為原料之下述第1及第2之含羥基的(甲基)丙烯酸酯化合物。

伸烷基或伸烷基氧伸烷基可取得之取代基可例示：甲基、乙基等之烷基、羥基、丙烯醯氧甲基、丙烯醯氧乙基、苯氧基等。

以通式(1)所示之分散劑(A)例如係藉由使具有芳香族骨架或脂肪族骨架及2個以上之羧酸酐基的化合物(x1)與具有可與羧酸酐基反應之官能基的化合物(x2)反應而構成之具有羧基的化合物(X)、與具有可與羧基反應之官能基的化合物(Y)反應所得到。此處，從光硬化性與硬塗性之觀

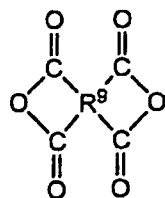
點，上述化合物(x2)及化合物(Y)之至少一部分以具有聚合性不飽和雙鍵基者為宜。

在化合物(x2)中之「可與羧酸酐基反應之官能基」雖可舉例如羥基、胺基、縮水甘油基等，但從反應控制的容易性，尤宜為羥基。因此，化合物(x2)以具有1個或2個羥基之丙烯酸酯化合物或甲基丙烯酸酯化合物為宜。

在化合物(Y)中之「可與羧基反應之官能基」，係可舉例如環氧基、噁唑啉基、羥基、胺基、碳二醯亞胺、異氰酸酯基、異硫氰酸酯、乙烯基醚基等。

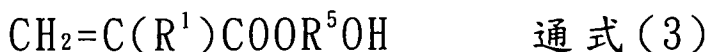
進一步，舉出一例而說明。具芳香族骨架或脂肪族骨架、與2個以上之羧酸酐基的化合物(x1)之下述通式(2)：

通式(2)



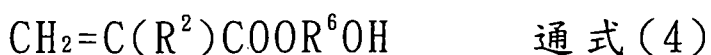
(此處， R^9 係如通式(1)所定義)

所示之芳香族或脂肪族四羧酸二酐、與可與羧酸酐基反應之官能基之化合物(x2)即下述通式(3)：



(此處， R^1 及 R^5 係如通式(1)所定義)

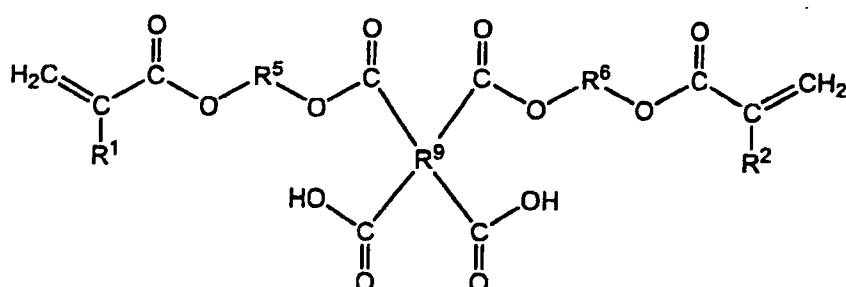
所示之含有第1羥基之丙烯酸酯化合物或甲基丙烯酸酯化合物、及下述通式(4)：



(此處， R^2 及 R^6 係如通式(1)所定義)

所示之含有第 2 羥基之丙烯酸酯化合物或甲基丙烯酸酯化合物反應，而可得到以下述通式(5)

通式(5)



(此處，R¹、R²、R⁵、R⁶及 R⁹係如通式(1)所定義)之化合物(X)。

此處，「丙烯酸酯基或甲基丙烯酸酯基」係包含含有或使用丙烯酸酯基及甲基丙烯酸酯基之兩者時之概念。以下，有時歸納丙烯酸酯與甲基丙烯酸酯而記載為「(甲基)丙烯酸酯」。

以上述通式(2)所示之芳香族四羧酸二酐，可舉例如：
均苯四甲酸二酐、二苯甲酮四羧酸二酐、具有聯苯骨架之聯苯基四羧酸二酐、氧二酐酸二酐、二苯基砒四羧酸二酐、二苯基硫醚四羧酸二酐、茈四羧酸二酐、具有萘骨架之萘四羧酸二酐、具有芴骨架之 9,9-雙(3,4-二羧苯基)芴二酐、或、9,9-雙[4-(3,4-二羧苯氧基)苯基]芴二酐、具有四氫萘骨架之四氫萘羧酸二酐、乙二醇雙(偏苯三甲酸酐)、甘油雙(偏苯三甲酸酐)單乙酸酯等。

市售品可舉例如新日本理化(股)製「Rikasil TMTA-C」、
「Rikasil MTA-10」、「Rikasil MTA-15」、「Rikasil TMEG

系列」、「Rikasil TDA」、「Rikasil DSDA」等。

此等芳香族四羧酸二酐之中，聯苯基四羧酸二酐係具有聯苯基骨架者，可使聯苯基骨架有效率地導入於以式(1)所示之化合物之分子內，進一步，可一併具有硬化膜之硬塗性與金屬氧化物之良好分散性，故特佳。

以通式(2)所示之脂肪族四羧酸二酐，可舉例如丁烷四羧酸二酐。

第1及第2之含羥基的(甲基)丙烯酸酯化合物係互為相同，亦可為相異。如此之含羥基的(甲基)丙烯酸酯化合物的例可舉例如：2-羥乙基(甲基)丙烯酸酯、3-羥丙基(甲基)丙烯酸酯、4-羥丁基(甲基)丙烯酸酯、2-羥丁基(甲基)丙烯酸酯、2-羥-3-苯氧基丙基(甲基)丙烯酸酯、2-丙烯醯氧乙基-2-羥乙基酞酸、甘油單(甲基)丙烯酸酯、2-羥-3-丙烯醯氧丙基(甲基)丙烯酸酯、二羥基丙烯酸酯、甘油單(甲基)丙烯酸酯、三聚異氰酸酯 EO 改質二丙烯酸酯、季戊四醇單(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇單(甲基)丙烯酸酯、季戊四醇二(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇二(甲基)丙烯酸酯、季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇四(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇五(甲基)丙烯酸酯等。提昇硬度之用途時，宜為季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇四(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇五(甲基)丙烯酸酯等。

具體之市售品可舉例如：Biscoat #300(大阪有機化學工業(股)製)、KAYARAD PET30(日本化藥(股)製)、PETIA

(Daicel UCB(股)製)、Aronix M305(東亞合成(股)製)、NK 酯-A-TMM-3LMN(新中村化學工業(股)製)、Light Acrylate PE-3A(共榮社化學(股)製)、SR-444(Sartomer(股)製)、Light Acrylate DPE-6A(共榮社化學(股)製)、KAYARAD·DPHA(日本化藥(股)製)、Aronix M402(東亞合成(股)製)等。

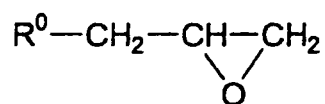
尤其以季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯作為主成分之 KAYARAD PET30(日本化藥(股)製)係金屬氧化物之分散性良好，故更佳。

多官能(甲基)丙烯酸酯化合物之情形，由於含有持有 2 個羥基之多官能(甲基)丙烯酸酯 5 至 15 重量%左右作為副成分，所得到之分散劑(A)之硬化後的重量平均分子量有高分子量化之傾向，所以金屬氧化物之分散性亦變成更良好，故佳。

上述芳香族或脂肪族四羧酸二酐、與第 1 及第 2 之含羥基的(甲基)丙烯酸酯化合物之反應係芳香族或脂肪族四羧酸二酐具有之 2 個羧酸酐基、與第 1 及第 2 之含羥基的(甲基)丙烯酸酯化合物分別具有之羥基的反應，此為本身在該領域中者所周知之技術。例如，使芳香族四羧酸二酐與第 1 及第 2 之含羥基的(甲基)丙烯酸酯化合物，在如環己酮之有機溶劑中，如 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯之觸媒存在下，可在 50 至 120°C 之溫度反應。此時，於反應系中可添加如甲氧基醌(methoquinone)之聚合抑制劑。

上述反應後，於含有反應生成物之式(5)化合物(X)之反應混合物中，不精製此，例如，添加化合物(Y)之下述通式(6)：

通式(6)



(此處， R^0 係 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{R}^3)-\text{C}(\text{O})-\text{O}-$ 基及 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{R}^4)-\text{C}(\text{O})-\text{O}-$ 基； R^3 及 R^4 如上述定義)

之含環氧基的化合物，進行反應而可得到以通式(1)所示之化合物(此時， R^7 及 R^8 為 $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2-$ 基)。

於以式(6)所示之化合物的例中，係含有如縮水甘油基(甲基)丙烯酸酯、縮水甘油基丙烯酸酯之含有環氧基的(甲基)丙烯酸酯；鄰苯基酚縮水甘油基醚、對苯基酚縮水甘油基醚、單苯乙烯化酚縮水甘油基醚、4-氫-4-羥基聯苯基縮水甘油基醚、4,4'-聯酚單縮水甘油基醚、4,4'-聯酚二縮水甘油基醚之芳香族縮水甘油基醚化合物等。

以式(5)所示之化合物與以式(6)所示之化合物之反應，係以式(5)所示之化合物具有之羧基與以式(6)所示之化合物具有之環氧基的反應，其本身在該領域中者已為所知。例如，此反應係如在二甲基苯甲基胺等之胺觸媒存在下、在 50 至 120°C 之溫度下實施。

此等之反應可在無溶劑下實施，或亦可在對於反應為惰性的溶劑中進行。如此之溶劑可舉例如：正己烷、苯或甲苯等之烴系溶劑；丙酮、甲乙酮或甲基異丁基酮等之酮

系溶劑；醋酸乙酯或醋酸丁酯等之酯系溶劑；二乙基醚、四氫呋喃或二噁烷等之醚系溶劑；二氯甲烷、氯仿、四氯化碳、1,2-二氯乙烷或四氯乙烯(perclene)等之鹵系溶劑；乙腈、N,N-二甲基甲醯胺、N,N-二甲基乙醯胺、N,N-二甲基咪唑啉二酮等之極性溶劑等。此等之溶劑即使併用2種以上亦無妨。

其次，金屬氧化物組成物中所含有之金屬氧化物，係平均一次粒徑為5至100nm之金屬氧化物。金屬氧化物之平均一次粒徑例如係使用透過型電子顯微鏡(TEM)或掃描型電子顯微鏡(SEM)等，而藉由直接觀察粒子本身來測定。

平均一次粒徑不足5nm之金屬氧化物時，因微粒子間之凝集力非常大，故要使透明性高之一次粒子程度分散乃非常困難。另外，平均一次粒徑超過100nm之金屬氧化物時，要使一次粒子程度分散係很容易，但因粒子徑大，故對於可見光等之光易產生散射，而會產生硬化膜之透明性惡化之問題。

金屬氧化物係宜含有至少一種選自由鈦、鋅、鋳、銻、銻、錫、鋁、矽、磷、及氟所成群組中的元素。尤其，含有銻、銻、錫之任一種的元素之金屬氧化物因導電性亦良好，故更佳。

具體上，可舉例如五氧化銻、摻雜銻之氧化錫(ATO)、摻雜錫之氧化銻(ITO)、摻雜氟之氧化錫(FTO)、摻雜磷之氧化錫(PTO)、銻酸鋅(AZO)、摻雜銻之氧化鋅(IZO)、氧化錫、被覆ATO之氧化鈦、摻雜鋁之氧化鋅、氧化鈦、氧化

鋅、氧化鋯、氧化矽、氧化鋁等。此等之金屬氧化物即使併用 2 種類以上亦無妨。

金屬氧化物之販售品可舉例如：

日產化學工業(股)製：Sunepoch EFR-6N、Sunepoch EFR-6NP(五氧化錒)、

石原產業(股)製：SN-100P(ATO)、FS-10P(ATO)、SN-102P(ATO)、FS-12P(ATO)、ET-300W(被覆 ATO 之氧化鈦)、TTO-55(A)(氧化鈦)、TTO-55(B)(氧化鈦)、TTO-55(C)(氧化鈦)、TTO-55(D)(氧化鈦)、TTO-55(S)(氧化鈦)、TTO-55(N)(氧化鈦)、TTO-51(A)(氧化鈦)、TTO-51(C)(氧化鈦)、TTO-S-1(氧化鈦)、TTO-S-2(氧化鈦)、TTO-S-3(氧化鈦)、TTO-S-4(氧化鈦)、TTO-F-1(含有鐵之氧化鈦)、TTO-F-2(含有鐵之氧化鈦)、TTO-F-3(含有鐵之氧化鈦)、TTO-F-11(含有鐵之氧化鈦)、ST-01(氧化鈦)、ST-21(氧化鈦)、ST-30L(氧化鈦)、ST-31(氧化鈦)、

三菱 Material(股)製：T-1(ITO)、S-1200(氧化錫)、EP SP-2(摻雜磷之氧化錫)、

三井金屬工業(股)製：Pastran(ITO、ATO)、

CI 化成(股)製：Nanotech ITO、Nanotech SnO₂、Nanotech TiO₂、Nanotech SiO₂、Nanotech Al₂O₃、Nanotech ZnO、

觸媒化成工業(股)製：TL-20(ATO)、TL-30(ATO)、TL-30S(PTO)、TL-120(ITO)、TL-130(ITO)、

Hakusui Tech(股)製：Pazet CK(摻雜鋁之氧化鋅)、

堺化學工業(股)製：FINEX-25(氧化鋅)、FINEX-25LP
(氧化鋅)、FINEX-50(氧化鋅)、FINEX-50LP(氧化鋅)、
FINEX-75(氧化鋅)、NANOFINE-50A(氧化鋅)、
NANOFINE-50SD(氧化鋅)、EZ-1(氧化鋅)、STR-60C(氧化
鈦)、STR-60C-LP(氧化鈦)、STR-100C(氧化鈦)、
STR-100C-LP(氧化鈦)、STR-100A-LP(氧化鈦)、STR-100W
(氧化鈦)、

住友大阪水泥(股)製：OZC-3YC(氧化鋳)、OZC-3YD(氧
化鋳)、OZC-3YFA(氧化鋳)、OZC-8YC(氧化鋳)、OZC-OS100
(氧化鋳)、

日本電工(股)製：PCS(氧化鋳)、PCS-60(氧化鋳)、
PCS-90(氧化鋳)、T-01(氧化鋳)、

Tayca(股)製：MT-100S(氧化鈦)、MT-100HD(氧化鈦)、
MT-100SA(氧化鈦)、MT-500HD(氧化鈦)、MT-500SA(氧化
鈦)、MT-600SA(氧化鈦)、MT-700HD(氧化鈦)、MZ-303S(氧
化鋅)、MZY-303S(氧化鋅)、MZ-303M(氧化鋅)、MZ-505S(氧
化鋅)、MZY-505S(氧化鋅)、MZ-505M(氧化鋅)、

日本 AEROSIL(股)製：氧化鋁 C(氧化鋁)、AEROSIL
130(氧化矽)、AEROSIL 200(氧化矽)、AEROSIL 200V(氧化
矽)、AEROSIL 200CF(氧化矽)、AEROSIL 200FA(氧化矽)、
AEROSIL 300(氧化矽)、AEROSIL 300CF(氧化矽)、AEROSIL
380(氧化矽)、AEROSIL R972(氧化矽)、AEROSIL R974(氧
化矽)、AEROSIL R976(氧化矽)、AEROSIL R202(氧化矽)、
AEROSIL R805(氧化矽)、AEROSIL R812(氧化矽)、AEROSIL

812S(氧化矽)、AEROSIL MOX50(氧化矽)、AEROSIL TT600(氧化矽)、AEROSIL MOX80(氧化矽/氧化鋁)、AEROSIL MOX170(氧化矽/氧化鋁)、AEROSIL COX84(氧化矽/氧化鋁)等。

金屬氧化物組成物中之金屬氧化物的添加量並無特別限制，但分散劑(A)及金屬氧化物之固形分合計量 100 重量份中，宜為 1 至 80 重量份、更宜為 10 至 70 重量份。金屬氧化物之添加量不足 1 重量份時，有時源自金屬氧化物之防止帶電性差，超過 80 重量份時因有機成分量少，而有成膜性差之情形。

本發明之金屬氧化物組成物即使僅混合分散劑(A)與金屬氧化物粉末而調製，亦可得到充分作為目的之效果。但，或藉由捏合機、輥、Atrairter、超磨機、乾式粉碎處理機等機械性進行混合、或添加一於金屬氧化物粉末與有機溶劑等所產生的懸濁液系中含有分散劑(A)的溶液，於金屬氧化物表面進行使分散劑(A)沉澱等之緊密的混合系，可得到更良好的結果。

此金屬氧化物組成物係以金屬氧化物粉末均一地分散之金屬氧化物分散體為佳。金屬氧化物分散體係使用分散劑(A)，使平均一次粒徑為 5 至 100nm 之金屬氧化物在有機溶劑存在下分散，可較佳地製造。

分散之程度係以利用動態光散射法之日機裝(股)製「Nanotrack UPA」測定之情形，分散粒徑 D99 宜不足 300nm，更宜為不足 200nm。

於有機溶劑等之非水系載體(vehicle)中的分散劑(A)、

金屬氧化物、或金屬氧化物組成物之分散或溶解、及此等之混合等，係可使用 Paint Conditioner (Red Devil 公司製)、球磨機、砂磨機 (Shinmaru Enterprises 公司製「Dayno mill」等)、Atraiter、珠粒研磨機 (EIRICH 公司製「DCP mill」等)、CoBall 研磨機、均混機、均質機 (M. Technical 公司製「Clearmix」等)、濕式噴磨機 (Genus 公司製

「GenusPY」、Nanomizer 公司製「Nanomizer」)、微小珠粒研磨機 (壽工業(股)製「Super Apec mill」、「Ultra Apec mill」) 等之分散機。於分散機使用媒介質時，係宜使用玻璃珠粒、氧化鋯珠粒、氧化鋁珠粒、磁性珠粒、苯乙烯珠粒等。有關分散係分別使用 2 種類以上之分散機、或大小相異之 2 種類以上之媒介質，階段性使用亦無妨。

本發明之金屬氧化物組成物係至少含有分散劑(A)及金屬氧化物者，進而，在無損本發明之目的或效果的範圍內可含有溶劑或各種之添加劑。具體上可舉例如溶劑、光聚合起始劑、光硬化性化合物、聚合抑制劑、光增感劑、流平劑、界面活性劑、抗菌劑、防黏連劑、可塑劑、紫外線吸收劑、紅外線吸收劑、抗氧化劑、矽烷偶合劑、導電性聚合物、導電性界面活性劑、無機填充劑、顏料、染料等。

含有分散劑(A)及金屬氧化物以外之成分的金屬氧化物組成物之製造方法，並無特別限制，可列舉一些方法。具體上係可列舉如：最先於有機溶劑中使分散劑(A)及金屬氧化物進行混合分散，得到安定之金屬氧化物分散體後，

添加及調整其他之各種添加劑，進行製造之方法；從最初，以分散劑(A)、金屬氧化物、有機溶劑及其他之添加劑的全部混合之狀態，進行分散，製造之方法等。

加入溶劑時，宜使溶劑揮發後再進行硬化處理。作為溶劑者並無特別限制，可使用各種習知之有機溶劑。具體上可舉例如：環己酮、甲基異丁基酮、甲乙酮、丙酮、乙醯基丙酮、甲苯、二甲苯、正丁醇、異丁醇、第三丁醇、正丙醇、異丙醇、乙醇、甲醇、3-甲氧基-1-丁醇、3-甲氧基-2-丁醇、乙二醇單甲基醚、乙二醇單正丁基醚、2-乙氧基乙醇、1-甲氧基-2-丙醇、二丙酮醇、乳酸乙酯、乳酸丁酯、丙二醇單甲基醚、乙二醇單正丁基醚乙酸酯、丙二醇單甲基醚乙酸酯、2-乙氧基乙基乙酸酯、丁基乙酸酯、異戊基乙酸酯、己二酸二甲酯、琥珀酸二甲酯、戊二酸二甲酯、四氫呋喃、甲基吡咯烷酮等。此等之有機溶劑即使併用2種類以上亦無妨。

其中，含羥基之溶劑相對於具有親水性高的粒子表面物性之金屬氧化物因係潤濕性良好，故以在溶劑組成中含有，在金屬氧化物之分散性及其塗料(金屬氧化物組成物)的隨時間安定性之提昇上非常有效果，且塗佈步驟之流平性亦提高，故佳。全溶劑組成中之含有羥基的溶劑含量宜為10至100重量%。具體上，含有羥基的溶劑可舉例如：正丁醇、異丁醇、第三丁醇、正丙醇、異丙醇、乙醇、甲醇、3-甲氧基-1-丁醇、3-甲氧基-2-丁醇、乙二醇單甲基醚、乙二醇單正丁基醚、2-乙氧基乙醇、1-甲氧基-2-丙醇、

二丙酮醇、乳酸乙酯、乳酸丁酯、丙二醇單甲基醚等。尤其 3-甲氧基-1-丁醇、丙二醇單甲基醚、乙二醇單甲基醚、乙二醇單正丁基醚，因金屬氧化物之分散性與分散安定性變成更良好，故佳。

光聚合起始劑係只要具有可藉由光激發而開始乙烯基聚合之功能即可，並無特別限定，例如，可使用單羰基化合物、二羰基化合物、乙醯苯化合物、苯偶因醚化合物、醯基氧化磷化合物、胺基羰基化合物等。

具體上單羰基化合物係可舉例如：二苯甲酮、4-甲基-二苯甲酮、2,4,6-三甲基二苯甲酮、甲基-鄰-苯甲醯基苯甲酸酯、4-苯基二苯甲酮、4-(4-甲基苯基硫)苯基-乙酮、3,3'-二甲基-4-甲氧基二苯甲酮、4-(1,3-丙烯醯基-1,3,3'-二甲基-4-甲氧基二苯甲酮、4-(1,3-丙烯醯基-1,4,7,10,13-五氧三癸基)二苯甲酮、3,3',4,4'-四(第三丁過氧化羰基)二苯甲酮、4-苯甲醯基-N,N,N-三甲基-1-丙烷胺鹽酸鹽、4-苯甲醯基-N,N-二甲基-N-2-(1-氧-2-丙烯基氧乙基)偏銨草酸鹽、2-/4-異丙基硫雜蒽酮、2,4-二乙基硫雜蒽酮、2,4-二氯硫雜蒽酮、1-氯-4-丙氧基硫雜蒽酮、2-羥基-3-(3,4-二甲基-9-氧-9H 硫雜蒽酮-2-基氧-N,N,N-三甲基-1-丙烷胺鹽酸鹽、苯甲醯基亞甲基-3-甲基萘(1,2-d)噻唑啉等。

二羰基化合物可舉例如：1,2,2-三甲基-雙環[2.1.1]庚烷-2,3-二酮、苯偶醯(Benzil)、2-乙基蒽酮、9,10-菲醌、甲基- α -氧苯乙酸酯、4-苯基苯偶醯等。

苯乙酮(Acetophenone)化合物係可舉例如：2-羥基-2-甲基-1-苯基丙烷-1-酮、1-(4-異丙基苯基)-2-羥基-2-甲基-1-苯基丙烷-1-酮、1-(4-異丙基苯基)-2-羥基-2-2-甲基-1-苯基丙烷-1-酮、1-羥基-環己基苯基酮、2-羥基-2-甲基-1-苯乙基丙烷-1-酮聚合物、二乙氧基苯乙酮、二丁氧基苯乙酮、2,2-二甲氧基-1,2-二苯基乙烷-1-酮、2,2-二乙氧基-1,2-二苯基乙烷-1-酮、2-甲基-1-[4-(甲基硫)苯基]-2-嗎啉基丙烷-1-酮、2-苯甲基-2-二甲基胺基-1-(4-嗎啉基苯基)丁烷-1-酮、1-苯基-1,2-丙烷二酮-2-(鄰乙氧基羰基)肟、3,6-雙(2-甲基-2-嗎啉基-丙醯基)-9-丁基吡啶等。

苯偶因醚化合物可舉例如：苯偶因、苯偶因甲基醚、苯偶因乙基醚、苯偶因異丙基醚、苯偶因異丁基醚、苯偶因正丁基醚等。

醯基氧化磷化合物可舉例如：2,4,6-三甲基苯甲醯基二苯基氧化磷、4-正丙基苯基-二(2,6-二氯苯甲醯基)氧化磷等。

胺基羰基化合物可舉例如：甲基-4-(二甲氧基胺基)苯甲酸酯、乙基-4-(二甲基胺基)苯甲酸酯、2-正丁氧乙基-4-(二甲基胺基)苯甲酸酯、異戊基-4-(二甲基胺基)苯甲酸酯、2-(二甲基胺基)乙基苯甲酸酯、4,4'-雙-4-二甲基胺基苯甲酸酯、4,4'-雙-4-二乙基胺基苯甲酸酯、2,5'-雙(4-二乙基胺基苯亞甲基)環戊酮等。

光聚合起始劑之市售品可舉例如 Ciba Specialty

Chemicals(股)製 Irgacure 184、651、500、907、127、369、784、2959、BASF 公司製 Lucirin TPO、日本西貝黑格納(Nihon Siber Hegner)(股)製 Esacure One 等。

光聚合起始劑係不限定於上述化合物，而只要具有藉由紫外線開始聚合之能力即可，任一者均無妨。此等之光聚合起始劑除了可以使用一種類之外，亦可混合 2 種類以上而使用。

有關光聚合起始劑之使用量係無特別限制，但相對於含有分散劑(A)之光硬化性化合物的全量(以含有任意下述之光硬化性化合物時，係分散劑(A)與光硬化性化合物之合計量)100 重量份以使用 1 至 20 重量份之範圍內為宜。

增感劑亦可加入習知之有機胺等。

進一步，除上述自由基聚合起始劑外，亦可併用陽離子聚合起始劑。

金屬氧化物組成物係除分散劑(A)之外，亦可含有其他之黏結劑樹脂、或光硬化性化合物。

黏結劑樹脂可舉例如：聚胺酯樹脂、聚脲樹脂、聚胺酯脲樹脂、聚酯樹脂、聚醚樹脂、聚碳酸酯樹脂、環氧基樹脂、胺基樹脂、苯乙烯樹脂、丙烯酸樹脂、三聚氰胺樹脂、聚醯胺樹脂、酚樹脂、乙烯基樹脂等。此等之樹脂可使用一種類，亦可混合 2 種類以上而使用。黏結劑樹脂係以金屬氧化物組成物之固形分(溶劑以外之成分。以下，相同)之全量作為基準(100 重量份)，使用 20 重量份以下之範圍內。

光硬化性化合物係可使用例如：(甲基)丙烯酸系化合物、脂肪酸乙烯基酯化合物、烷基乙烯基醚化合物、 α -烯烴化合物、乙烯基化合物、乙炔基化合物等具有聚合性不飽和雙鍵基之化合物。此等具有聚合性不飽和雙鍵基之化合物係進一步亦可具有羥基、烷氧基、羧基、醯胺基、矽烷醇基等之官能基。此光硬化性化合物係以金屬氧化物組成物之固形分之全量作為基準(100重量份)，使用不足50重量份之範圍內尤其以使用4至40重量份之範圍內為佳。

作為(甲基)丙烯酸系化合物係具有：苯甲基(甲基)丙烯酸酯、烷基系(甲基)丙烯酸酯、伸烷基甘醇系(甲基)丙烯酸酯、具有羧基與聚合性不飽和雙鍵之化合物、具有羥基之(甲基)丙烯酸系化合物、含氮之(甲基)丙烯酸系化合物等。又，可適宜使用單官能、多官能之化合物。從光硬化性、塗膜之硬塗性而言，宜為多官能者。

單官能之(甲基)丙烯酸系化合物具體上，烷基系(甲基)丙烯酸酯可舉例如：甲基(甲基)丙烯酸酯、乙基(甲基)丙烯酸酯、丙基(甲基)丙烯酸酯、丁基(甲基)丙烯酸酯、戊基(甲基)丙烯酸酯、2-乙基己基(甲基)丙烯酸酯、庚基(甲基)丙烯酸酯、己基(甲基)丙烯酸酯、辛基(甲基)丙烯酸酯、壬基(甲基)丙烯酸酯、癸基(甲基)丙烯酸酯、十一碳烷基(甲基)丙烯酸酯、十二碳烷基(甲基)丙烯酸酯、十三碳烷基(甲基)丙烯酸酯、十四碳烷基(甲基)丙烯酸酯、十五碳烷基(甲基)丙烯酸酯、十六碳烷基(甲基)丙烯酸酯、

十七碳烷基(甲基)丙烯酸酯、十八碳烷基(甲基)丙烯酸酯、十九碳烷基(甲基)丙烯酸酯、二十碳烷基(甲基)丙烯酸酯、二十一碳烷基(甲基)丙烯酸酯、二十二碳烷基(甲基)丙烯酸酯等碳數 1 至 22 的伸烷基(甲基)丙烯酸酯。以極性之調整為目的時，係宜使用碳數 2 至 10、更佳係具有碳數 2 至 8 之烷基的含烷基之(甲基)丙烯酸酯。又，以流平性之調節等為目的時係以使用具有碳數 6 以上之烷基的烷基(甲基)丙烯酸酯為佳。

伸烷基甘醇系(甲基)丙烯酸酯可舉例如二乙二醇單(甲基)丙烯酸酯、三乙二醇單(甲基)丙烯酸酯、四乙二醇單(甲基)丙烯酸酯、六乙二醇單(甲基)丙烯酸酯、聚乙二醇單(甲基)丙烯酸酯、二丙二醇單(甲基)丙烯酸酯、三丙二醇單(甲基)丙烯酸酯、四丙二醇單(甲基)丙烯酸酯、聚四亞甲基甘醇(甲基)丙烯酸酯等之，於末端具有羥基且具有聚氧伸烷基鏈之單(甲基)丙烯酸酯；甲氧基乙二醇(甲基)丙烯酸酯、甲氧基二乙二醇(甲基)丙烯酸酯、甲氧基三乙二醇(甲基)丙烯酸酯、甲氧基四乙二醇(甲基)丙烯酸酯、乙氧基四乙二醇(甲基)丙烯酸酯、丙氧基四乙二醇(甲基)丙烯酸酯、正丁氧基四乙二醇(甲基)丙烯酸酯、正戊氧基四乙二醇(甲基)丙烯酸酯、三丙二醇(甲基)丙烯酸酯、四丙二醇(甲基)丙烯酸酯、甲氧基三丙二醇(甲基)丙烯酸酯、甲氧基四丙二醇(甲基)丙烯酸酯、乙氧基四丙二醇(甲基)丙烯酸酯、丙氧基四丙二醇(甲基)丙烯酸酯、正丁氧基四丙二醇(甲基)丙烯酸酯、正戊氧基四丙二醇(甲基)丙烯酸酯

酸酯、聚四亞甲基甘醇(甲基)丙烯酸酯、甲氧基聚四亞甲基甘醇(甲基)丙烯酸酯、甲氧基聚乙二醇(甲基)丙烯酸酯、乙氧基聚乙二醇(甲基)丙烯酸酯之，於末端具有烷氧基且具有聚氧伸烷基鏈之單(甲基)丙烯酸酯；苯氧基乙二醇(甲基)丙烯酸酯、苯氧基乙二醇(甲基)丙烯酸酯、苯氧基三乙二醇(甲基)丙烯酸酯、苯氧基四乙二醇(甲基)丙烯酸酯、苯氧基六乙二醇(甲基)丙烯酸酯、苯氧基聚乙二醇(甲基)丙烯酸酯、苯氧基四丙乙二醇(甲基)丙烯酸酯等之，於末端具有苯氧基或芳氧基之聚氧伸烷基系(甲基)丙烯酸酯。

具有羧基及聚合性不飽和雙鍵基之化合物係可舉例如馬來酸、富馬酸、衣康酸、中康酸、或此等之烷基或烯烴基單酯、酞酸 β -(甲基)丙烯氧乙基單酯、異酞酸 β -(甲基)丙烯氧乙基單酯、琥珀酸 β -(甲基)丙烯氧乙基單酯、丙烯酸、甲基丙烯酸、巴豆酸、肉桂酸等。

含羥基之(甲基)丙烯酸系化合物可舉例如：2-羥基乙基(甲基)丙烯酸酯、2-羥基丙基(甲基)丙烯酸酯、4-羥基丁基(甲基)丙烯酸酯、甘油單(甲基)丙烯酸酯、4-羥基乙基苯、2-羥基-3-苯氧基丙基(甲基)丙烯酸酯等。

含氮之(甲基)丙烯酸系化合物有：(甲基)丙烯醯胺、N-羥甲基(甲基)丙烯醯胺、N-甲氧基甲基-(甲基)丙烯醯胺、N-乙氧基甲基-(甲基)丙烯醯胺、N-丙氧基甲基-(甲基)丙烯醯胺、N-丁氧基甲基-(甲基)丙烯醯胺、N-戊氧基甲基-(甲基)丙烯醯胺等之單羥烷基(甲基)丙烯醯胺、N,N-二

(羥甲基)丙烯醯胺、N-羥甲基-N-甲氧基甲基(甲基)丙烯醯胺、N,N-二(羥甲基)丙烯醯胺、N-乙氧基甲基-N-甲氧基甲基(甲基)丙烯醯胺、N,N-二(乙氧基甲基)丙烯醯胺、N-乙氧基甲基-N-丙氧基甲基(甲基)丙烯醯胺、N,N-二(丙氧基甲基)丙烯醯胺、N-丁氧基甲基-N-(丙氧基甲基)甲基(甲基)丙烯醯胺、N,N-二(丁氧基甲基)丙烯醯胺、N-丁氧基甲基-N-(甲氧基甲基)甲基(甲基)丙烯醯胺、N,N-二(戊氧基甲基)丙烯醯胺、N-甲氧基甲基-N-(戊氧基甲基)甲基(甲基)丙烯醯胺等之二羥烷基(甲基)丙烯醯胺等的丙烯醯胺系不飽和化合物；二甲基胺基乙基(甲基)丙烯酸酯、二乙基胺基乙基(甲基)丙烯酸酯、甲基乙基胺基乙基(甲基)丙烯酸酯、二甲基胺基苯乙烯、二乙基胺基苯乙烯等之具有二烷基胺基的不飽和化合物；及，具有 Cl^- 、 Br^- 、 I^- 等之鹵素離子或 QSQ3^- (Q：碳數 1 至 12 之烷基) 作為離子對之含二烷基胺基的不飽和化合物之 4 級銨鹽等。

其他之不飽和化合物可舉例如：全氟甲基(甲基)丙烯酸酯、全氟乙基(甲基)丙烯酸酯、2-全氟丁基乙基(甲基)丙烯酸酯、2-全氟己基乙基(甲基)丙烯酸酯、2-全氟辛基乙基(甲基)丙烯酸酯、2-全氟異壬基乙基(甲基)丙烯酸酯、2-全氟壬基乙基(甲基)丙烯酸酯、2-全氟癸基乙基(甲基)丙烯酸酯、全氟丙基丙基(甲基)丙烯酸酯、全氟辛基丙基(甲基)丙烯酸酯、全氟辛基戊基(甲基)丙烯酸酯、全氟辛基十一碳烷基(甲基)丙烯酸酯等之具有碳數 1 至 20 之全氟烷基的全氟烷基(甲基)丙烯酸酯類。

進一步，可舉例如：全氟丁基乙烯、全氟己基乙烯、全氟辛基乙烯、全氟癸基乙烯等之全氟烷基、伸烷基類等之含全氟烷基的乙烯基單體；乙烯基三氯矽烷、乙烯基三(β-甲氧基乙氧基)矽烷、乙烯基三乙氧基矽烷、γ-(甲基)丙烯氧丙基三甲氧基矽烷等之烷氧基矽烷基的乙烯基化合物及其衍生物；縮水甘油基丙烯酸酯、3,4-環氧基環己基丙烯酸酯等之含有縮水甘油基的丙烯酸酯。

脂肪酸乙烯酯化合物可舉例如：醋酸乙烯酯、酪酸乙烯酯、巴豆酸乙烯酯、辛酸乙烯酯、月桂酸乙烯酯、氯醋酸乙烯酯、油酸乙烯酯、硬酯酸乙烯酯等。

烷基乙烯基醚化合物可舉例如丁基乙烯基醚、乙基乙烯基醚等。

α-烯烴化合物可舉例如：1-己烯、1-辛烯、1-癸烯、1-十二碳烯、1-十四碳烯、1-十六碳烯等。

乙烯基化合物可舉例如：烯丙基醋酸、烯丙基醇、烯丙基苯、氰化烯丙基等之烯丙基化合物、氰化乙烯、乙烯基環己烷、乙烯基甲基酮、苯乙烯、α-甲基苯乙烯、2-甲基苯乙烯、氯苯乙烯等。

乙炔基化合物可舉例如：乙炔、乙炔基苯、乙炔基甲苯、1-乙炔基-1-環己醇等。

此等係可以一種使用，亦可混合2種類而使用。此等之中，分散劑(A)以外之光硬化性化合物，從塗膜強度、耐擦傷性而言，可適當使用至少具有3個官能基之聚胺酯聚(甲基)丙烯酸酯、聚環氧基聚(甲基)丙烯酸酯等之聚(甲基)

丙烯酸酯類、於分子內具有 3 個以上之丙烯醯基的多官能丙烯酸酯類。

聚環氧基聚(甲基)丙烯酸酯係使環氧基樹脂之環氧基以(甲基)丙烯酸進行酯化，而使官能基形成為(甲基)丙烯醯基者，有對雙酚 A 型環氧基樹脂之(甲基)丙烯酸加成物、對酚醛清漆型環氧基樹脂之(甲基)丙烯酸加成物等。

聚胺酯聚(甲基)丙烯酸酯例如有：使二異氰酸酯與具有羥基之(甲基)丙烯酸酯類反應所得到者；使多元醇與聚異氰酸酯在異氰酸酯基過剩的條件下反應而構成之含異氰酸酯基的胺酯聚合物、與具有羥基之(甲基)丙烯酸酯類反應所得到者。或，使多元醇與聚異氰酸酯在羥基過剩的條件下反應而構成之含羥基的胺酯聚合物、與具有異氰酸酯之(甲基)丙烯酸酯類反應所得到者。

多元醇係可舉例如：乙二醇、丙二醇、二乙二醇、二丙二醇、丁二醇、1,6-己二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、新戊二醇、己三醇、三羥甲基丙烷、聚四亞甲基甘醇、己二酸與乙二醇之縮聚合物等。

聚異氰酸酯可舉例如：甲苯伸二聚異氰酸酯、異佛爾酮二異氰酸酯、六亞甲基二異氰酸酯等。

具有羥基之(甲基)丙烯酸酯類係可舉例如：2-羥乙基(甲基)丙烯酸酯、2-羥丙基(甲基)丙烯酸酯、4-羥丁基(甲基)丙烯酸酯、季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇五(甲基)丙烯酸酯、雙三羥甲基丙烷四(甲基)丙烯酸酯等。

具有異氰酸酯基之(甲基)丙烯酸酯類係可舉例如：2-

(甲基)丙烯醯基氧乙基異氰酸酯、(甲基)丙烯醯基異氰酸酯等。

光硬化性化合物之市售品可例示以下者。

東亞合成(股)製：Aronix M-400、Aronix M-402、Aronix M-408、Aronix M-450、Aronix M-7100、Aronix M-8030、Aronix M-8060；

大阪有機化學工業(股)製：Biscoat #400；

化藥 Sartomer(股)製：SR-295；

Daicel UCB(股)製：DPHA、Ebecryl 220、Ebecryl 1290K、Ebecryl 5129、Ebecryl 2220、Ebecryl 6602、

新中村化學工業(股)製：NK 酯 A-TMMT、NK 寡聚 EA-1020、NK 寡聚 EMA-1020、NK 寡聚 EA-6310、NK 寡聚 EA-6320、NK 寡聚 EA-6340、NK 寡聚 MA-6、NK 寡聚 U-4HA、NK 寡聚 U-6HA、NK 寡聚 U-324A；

BASF 公司製：Laromer EA81；

Sannopco(股)製：Photomer 3016；

荒川化學工業(股)製：Beamset 371、Beamset 575、Beamset 577、Beamset 700、Beamset 710

根上工業(股)製：Artresin UN-3320HA、Artresin UN-3320HB、Artresin UN-3320HC、Artresin UN-3320HS、Artresin UN-9000H、Artresin UN-901T、Artresin HDP、Artresin HDP-3、Artresin H61；

日本合成化學工業(股)製：紫外線 UV-7600B、紫外線 UV-7610B、紫外線 UV-7620EA、紫外線 UV-7630B、紫外線

UV-1400B、紫外線 UV-1700B、紫外線 UV-6300B；

共榮社化學(股)製：Light Acrylate PE-4A、Light Acrylate DPE-6A、UA-306H、UA-306T、UA-306I；

日本化藥(股)製：KAYARAD DPHA、KAYARAD DPHA 2C、KAYARAD DPHA-40H、KAYARAD DPHA D-310、KAYARAD DPHA D-330。

其次，說明有關本發明之硬化膜與其積層體。

本發明之硬化膜係使本發明之金屬氧化物組成物硬化而構成之膜。其製造方法例如包含：使金屬氧化物組成物塗佈於任意之基材上；及照射活性能量線而使基材上之金屬氧化物組成物硬化。

更具體地，於任意之基材上以乾燥後之膜厚較佳係成為 0.1 至 30 μm ，更宜成為 0.1 至 20 μm 塗佈金屬氧化物組成物後，進行硬化處理可形成。

於形成時，硬化膜係可直接塗佈於基材上，亦可於硬化膜與基材之間存有 1 層以上之下層。

此基材可舉例如：金屬、陶瓷、玻璃、塑膠、木材、石板等，無特別限制。具體之塑膠的種類可舉例如：聚酯、聚烯烴、聚碳酸酯、聚苯乙烯、聚甲基丙烯酸甲酯、三乙醯基纖維素樹脂、ABS 樹脂、AS 樹脂、聚醯胺、環氧基樹脂、三聚氰胺樹脂等。又，基材之形狀可舉例如：薄膜片、板狀面板、透鏡形狀、光碟形狀、纖維狀之物，但並無特別限制。

塗佈方法係可使用公知之方法，可使用例如：桿或鋼

絲等之方法，或微凹板、凹板、模頭、簾式、唇式、狹縫或旋塗等之各種塗佈方法。

硬化處理係使用公知之技術，例如：藉由照射紫外線、電子束、波長 400 至 500nm 之可見光線等的活性能量線來實施。於紫外線及波長 400 至 500nm 之可見光線的線源(光源)，係可使用高壓水銀燈、超高壓水銀燈、金屬鹵化物燈、鉀燈、氙燈、碳弧燈等。電子束源係可使用熱電子放射槍、電解放射槍等。

照設之活性能量線量宜 5 至 2000mJ/cm² 的範圍內，進一步從步驟上易管理而言，宜為 50 至 1000 mJ/cm² 之範圍內。

於此等之活性能量線照射，可併用以紅外線、遠紅外線、熱風、高周波加熱等之熱處理。

硬化膜係於基材上塗佈金屬氧化物組成物，自然或強制乾燥後，進行硬化處理而形成，塗佈，進行硬化處理後，亦可自然或強制乾燥，但宜自然或強制乾燥後，進行硬化處理者。

尤其，以電子束硬化時，係為防止以水所造成之硬化阻礙或有機溶劑的殘留所產生之塗膜的強度降低，更宜自然或強制乾燥後，進行硬化處理者。

硬化處理之時機係可為與塗佈同時，亦可為塗佈後。所得到之硬化膜係硬塗性、透明性、耐光性、高折射率性、防止帶電性優，故可適宜作為光學材料利用。因此，本發明之硬化膜係可作為積層體，亦可作為陰極射線管、平面

顯示器面板(液晶顯示器、電漿顯示器、電子發光顯示器、發光二極體顯示器等)等之各種顯示裝置之前面板或此等之輸入裝置利用。

其他，此硬化膜係可廣泛地利用於光學用透鏡、眼鏡用鏡片、光記錄磁碟(CD、DVD光碟、藍光光碟等)、燈殼等。

硬化膜之表面電阻宜為 $1 \times 10^{12} \Omega / \square$ 以下。

硬化膜之厚度宜為 0.1 至 30 μm 。

進一步，硬化膜之折射率宜為 1.4 至 2.0 的範圍，更宜為 1.5 至 1.8 的範圍。

本發明之積層體係含有本發明之硬化膜與基材者。基材係可任意地使用上述例示者，尤其宜為塑膠基材。基材之形狀宜為薄膜形狀、透鏡形狀、或光碟形狀。

此積層體係除此等以外，尚宜含有折射率相異之膜、黏着層或資訊記錄層等 1 層以上。

含有折射率相異之膜(M)、黏着層(M)或資訊記錄層(M)之積層體，例如可形成下述(I)至(IX)等之層結構。

(I) 基材/(M)/硬化膜

(II) 基材/硬化膜/(M)

(III) 基材/(M)/硬化膜/(M)

(IV) (M)/基材/硬化膜

(V) (M)/基材/(M)/硬化膜

(VI) (M)/基材/硬化膜/(M)

(VII) (M)/基材/(M)/硬化膜/(M)

(VIII)(M)/硬化膜/基材/硬化膜

(IX)硬化膜/(M)/基材/硬化膜

折射率相異之膜或資訊記錄層係具有本發明之硬化物功能以外之功能者。其形成方法並無特別限定，可以習知之方法形成。例如蒸鍍、濺鍍等之乾塗法、使用桿、鋼絲條之方法、或可使用微凹板、凹板、模頭、簾式、唇式、狹縫或旋塗等之各種濕式塗佈方法。所使用之材料亦無限定，依需要，可使用賦予資訊記錄功能、防眩功能、防止牛頓環功能、黏着功能、特定波長之遮蔽、密着提昇、色調修正等之功能的一種類以上於積層體之任意材料。

資訊記錄層係受雷射光等而產生任何的化學變化，只要藉其變化記錄資訊者即可，材料無特別限定。例如，有機系之材料可舉例如：聚甲炔色素、萘酞菁系、酞菁系、方酸(Squarylium)系、蔥醌系、氧雜蔥酮系、三苯基甲烷系金屬錯合物化合物，可使用上述的染料一種或2種以上之組合。無機系之記錄層係可使用Te、Ge、Se、In、Sb、Sn、Zn、Au、Al、Cu、Pt等之金屬、半金屬1種或組合2種以上。資訊記錄層係可為積層體等，光化學變化之態樣係可為相變化、閾型、開孔型之任一者。再者亦可為以Fe、Tb、Co為主體之光磁記錄層，亦可為螺吡喃、四煙基順己二烯二酸酐(Fulgide)系之光色材料。

高折射率之硬化膜，從防止反射之觀點而言，於表層設有低折射率之被覆硬化膜，亦可作為賦予防止反射功能之積層體來利用。亦即，於薄膜等之基材上形成硬化膜，

更宜將形成被覆硬化膜所得到之積層體作為防止反射膜使用。

在反射干涉條紋成為問題之積層體中，調整本發明之金屬氧化物組成物中的金屬氧化物之調配量，此硬化膜與基材之折射率差，或，於硬化膜與基材之間存在任意的層時，硬化膜與硬化膜相接之下層的折射率差，以形成 ± 0.02 以內之方式為宜。

本發明之金屬氧化物組成物係藉由控制金屬氧化物之種類或添加量，而可製造高折射率之硬化物。因此，為了提升光半導體元件之光輸出效率，較宜利用被要求作為使樹脂層之折射率從光半導體元件側朝向最外層依序減少之光半導體元件密封材。

光半導體元件可舉例如：氮化鎵(GaN：折射率 2.5)、磷化鎵(GaP：折射率 2.9)、砷化鎵(GaAs：折射率 3.5)等，為折射率非常高的材料。因此，成為光半導體元件密封材之硬化物的折射率，從提高光輸出效率之觀點而言，宜為 1.5 以上，較佳是 1.5 至 2.1，更佳為 1.7 至 2.1。

達成硬化物之最適的折射率之方法，就所使用之金屬氧化物而言，以氧化鈦(折射率 2.5 至 2.7)、氧化鋯(折射率 2.4)、氧化鋅(折射率 1.95)等為宜，於分散劑中亦要求折射率高，故以具有芳香族骨架之分散劑(A)為佳。

< 實施例 >

以下，依據製造例、實施例更詳細說明本發明，製造例、實施例中、份及%係分別表示重量份及重量%。

所使用之藥品係如下。

聯苯基四羧酸二酐(三菱化學(股)製)

9,9-雙(3,4-二羧基苯基)芴二酸酐(JFE Chemical(股)製、商品名：BPAF)

四氫萘羧酸二酐(新日本理化(股)製、商品名：Rikacid TDA-100)

萘四羧酸二酐(JFE Chemical(股)製、商品名：NTCDA)

丁烷四羧酸二酐(新日本理化(股)製、商品名：Rikacid BT-100)

季戊四醇三丙烯酸酯(1)(大阪有機化學工業(股)製、商品名：Biscoat #300)

季戊四醇三丙烯酸酯(2)(日本化藥(股)製、商品名：KAYARD PET-30)

二季戊四醇五丙烯酸酯(日本化藥(股)製、商品名：KAYARD DPHA)

丙烯酸-2-羥乙酯(日本觸媒(股)製)

氫醌(和光純藥工業(股)製)

1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯(東京化成工業(股)製)

縮水甘油基甲基丙烯酸酯(Dow Chemical 日本(股)製)

二甲基苯甲基胺(和光純藥工業(股)製)

(製造例 1：分散劑(1))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之 4 口燒瓶中放入聯苯基四羧酸二酐 80.0 份、季戊四醇

三丙烯酸酯(1)250.0份、氫醌0.16份、環己酮141.2份，昇溫至85°C。然後，加入1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯1.65份作為觸媒，在85°C下攪拌8小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯77.3份、環己酮33.9份，然後，加入二甲基苯甲基胺2.65份作為觸媒，在85°C下攪拌6小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分70%、數目平均分子量(MN)870、重量平均分子量(MW)2830。

(製造例2：分散劑(2))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之4口燒瓶中加入聯苯基四羧酸二酐80.0份、季戊四醇三丙烯酸酯(2)250.0份、氫醌0.16份、環己酮141.2份，昇溫至85°C。然後，加入1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯1.65份作為觸媒，在85°C下攪拌8小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯77.3份、環己酮33.9份，然後，加入二甲基苯甲基胺2.65份作為觸媒，在85°C下攪拌6小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分70%、數目平均分子量920、重量平均分子量3,130。

(製造例3：分散劑(3))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之4口燒瓶中加入聯苯基四羧酸二酐80.0份、季戊四醇三丙烯酸酯(1)124.8份、二季戊四醇五丙烯酸酯222.8份、氫醌0.21份、環己酮430.0份，昇溫至85°C。然後，

加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 2.14 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 8 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 77.3 份、環己酮 80.7 份，然後，加入二甲基苯甲基胺 3.42 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分 50%、數目平均分子量 1050、重量平均分子量 3,830。

(製造例 4：分散劑(4))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之 4 口燒瓶中加入 9,9-雙(3,4-二羧基苯基)芴二酸酐 100.0 份、季戊四醇三丙烯酸酯(1)200.2 份、氫醌 0.15 份、環己酮 200.1 份，昇溫至 85°C。然後，加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 1.50 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 8 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 62.0 份、環己酮 42.4 份，然後，加入二甲基苯甲基胺 2.41 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分 60%、數目平均分子量 830、重量平均分子量 2,310。

(製造例 5：分散劑(5))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之 4 口燒瓶中加入四氫萘羧酸二酐 100.0 份、季戊四醇三丙烯酸酯(2)305.7 份、氫醌 0.20 份、環己酮 405.7 份，昇溫至 85°C。然後，加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 2.03 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 8 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 94.6 份、環己酮 96.9 份，然

後，加入二甲基苯甲基胺 3.26 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分 50%、數目平均分子量 870、重量平均分子量 3,150。

(製造例 6：分散劑(6))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之 4 口燒瓶中加入萘四羧酸二酐 100.0 份、季戊四醇三丙烯酸酯(2)342.2 份、氫醌 0.22 份、環己酮 442.2 份，昇溫至 85°C。然後，加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 2.21 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 8 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 105.9 份、環己酮 108.4 份，然後，加入二甲基苯甲基胺 3.56 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分 50%、數目平均分子量 820、重量平均分子量 2,440。

(製造例 7：分散劑(7))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之 4 口燒瓶中加入聯苯基四羧酸二酐 100.0 份、二季戊四醇五丙烯酸酯 556.8 份、氫醌 0.33 份、環己酮 437.8 份，昇溫至 85°C。然後，加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 3.28 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 8 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 96.6 份、環己酮 66.8 份，然後，加入二甲基苯甲基胺 5.28 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液

為淡黃色透明，固形分 60%、數目平均分子量 820、重量平均分子量 2,660。

(製造例 8：分散劑(8))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之 4 口燒瓶中加入 9,9-雙(3,4-二羧基苯基)芴二酸酐 100.0 份、丙烯酸 2-羥乙基酯 50.7 份、氫醌 0.08 份、環己酮 100.4 份，昇溫至 85°C。然後，加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 1.51 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 5 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 62.0 份、環己酮 39.7 份，然後，加入二甲基苯甲基胺 1.21 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分 60%、數目平均分子量 890、重量平均分子量 1,200。

(製造例 9：分散劑(9))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之 4 口燒瓶中加入丁烷四羧酸二酐 100.0 份、季戊四醇三丙烯酸酯(1)463.2 份、氫醌 0.28 份、環己酮 563.2 份，昇溫至 85°C。然後，加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 2.82 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 8 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 143.4 份、環己酮 146.5 份，然後，加入二甲基苯甲基胺 4.53 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分 50%、數目平均分子量 820、重量平均分子量 2,000。

(製造例 10：分散劑(10))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之 4 口燒瓶中加入丁烷四羧酸二酐 100.0 份、季戊四醇三丙烯酸酯(2)463.2 份、氫醌 0.28 份、環己酮 563.2 份，昇溫至 85°C。然後，加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 2.82 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 8 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 143.4 份、環己酮 146.5 份，然後，加入二甲基苯甲基胺 4.53 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分 50%、數目平均分子量 920、重量平均分子量 2,200。

(製造例 11：分散劑(11))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之 4 口燒瓶中加入丁烷四羧酸二酐 80.0 份、季戊四醇三丙烯酸酯(2)185.3 份、二季戊四醇三丙烯酸酯 330.9 份、氫醌 0.30 份、環己酮 599.5 份，昇溫至 85°C。然後，加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 2.98 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 8 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 114.8 份、環己酮 119.6 份，然後，加入二甲基苯甲基胺 4.77 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分 50%、數目平均分子量 950、重量平均分子量 2,600。

(製造例 12：分散劑(12))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度

計之 4 口燒瓶中加入丁烷四羧酸二酐 50.0 份、二季戊四醇五丙烯酸酯 413.4 份、氫醌 0.23 份、環己酮 463.4 份，昇溫至 85°C。然後，加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 2.32 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 8 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 71.7 份、環己酮 74.3 份，然後，加入二甲基苯甲基胺 3.73 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分 50%、數目平均分子量 900、重量平均分子量 2,070。

(製造例 13：分散劑(13))

於具備攪拌機、回流冷卻管、乾燥空氣導入管、溫度計之 4 口燒瓶中加入丁烷四羧酸二酐 100.0 份、丙烯酸酯 2-羥基己酯 117.2 份、氫醌 0.11 份、環己酮 144.8 份，昇溫至 85°C。然後，加入 1,8-二雜氮雙環[5.4.0]-7-十一碳烯 2.17 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 5 小時。其後，加入縮水甘油基甲基丙烯酸酯 143.4 份、環己酮 93.3 份，然後，加入二甲基苯甲基胺 1.74 份作為觸媒，在 85°C 下攪拌 6 小時，冷卻至室溫而終止反應。所得到之反應溶液為淡黃色透明，固形分 60%、數目平均分子量 780、重量平均分子量 1,100。

(金屬氧化物分散糊劑之製作：實施例 1 至 22、比較例 1 至 3)

使用以上述製造例所製作之各分散劑(A)，依表 1 所示之調配進行金屬氧化物分散，製作金屬氧化物分散糊劑(調

配量表示固形分量)。分散方法係使用前分散(氧化鋁粒(1.25mm)作為媒介質，以油漆搖混器分散1小時)、使用本分散(氧化鋁粒子(0.1mm)作為媒介質，以壽工業(股)製分散機 UAM-015 分散)之實施2階段分散。

表 1：金屬氧化物分散糊劑之調配

(重量份)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	比例1	比例2	比例3
ZrO2	75.0	75.0										75.0	75.0										75.0	75.0	
TiO2			75.0											75.0											
ZnO				75.0											75.0										
SiO2					75.0											75.0									
Al2O3						75.0											75.0								
Sr2O5							75.0											75.0							
ATO								75.0											75.0						
ITO									75.0											75.0					
PTO										75.0											75.0				
ATO+SiO2											84.3+											84.3+			
											10.7												10.7		
分散劑(1)	32.1																								
分散劑(2)		32.1									32.1														
分散劑(3)			45.0							45.0															
分散劑(4)				37.5																					
分散劑(5)					45.0																				
分散劑(6)						45.0																			
分散劑(7)							37.5																		
分散劑(8)								37.5																	
分散劑(9)									37.5																
分散劑(10)												45.0													
分散劑(11)													45.0												
分散劑(12)														45.0											
分散劑(13)															45.0										
市售分散劑																				37.5					
市售多官能單體(1)																								22.5	
市售多官能單體(2)																									22.5
MILK/teboba=	142.9	142.9	130.0	137.5	130.0	130.0	137.5	142.9	137.5	130.0	142.9	130.0	130.0	130.0	130.0	130.0	130.0	130.0	130.0	137.5	130.0	130.0	130.0	152.5	152.5
溶劑 1:1																									

於表 1 中，

Sb₂O₅：日產化學工業(股)製「Sunepoch EF R-6N」(平均一次粒徑：20nm)、

ATO：石原產業(股)製「SN-100P」(平均一次粒徑：20nm)

ITO：CI化成(股)製「Nanotech ITO」(平均一次粒徑：30nm)

PTO：三菱Material(股)製「EP SP-2」(平均一次粒徑：15nm)

ZrO₂：日本電工(股)製「PCS-60」(平均一次粒徑：20nm)

TiO₂：石原產業(股)製「TTO-51(A)」(平均一次粒徑：20nm)

ZnO：堺化學工業(股)製「FINEX-50」(平均一次粒徑：20nm)

SiO₂：日本Aerosil(股)製「AEROSIL50」(平均一次粒徑：50nm)

Al₂O₃：日本Aerosil(股)製「Aluminium Oxide C」(平均一次粒徑：13nm)

市售分散劑：BYK Japan(股)製「DisperbyK-111」(固形分100%)

市售多官能單體(1)：大阪有機化學(股)製「Biscoat #400」(固形分100%)

市售多官能單體(2)：日本化藥(股)製「KAYARAD DPHA」(固形分100%)

MIBK：甲基異丁基酮

Methobuta(MB)：3-甲氧基-1-丁醇

<塗料化及硬化膜評估：實施例 1 至 22、比較例 1-3>

使用上述所調整之金屬氧化物分散糊劑，調整表 2 所示之組成的金屬氧化物組成物(調配量是表示固形分量)。
對 100 μm 厚之易接着處理 PET 膜(東洋紡(股)製

「Cosmoshine A-4100」)以桿塗器，以乾燥後之膜厚成為 5 μm 之方式塗佈所得到之金屬氧化物組成物後，以金屬鹵素燈照射 400 mJ/cm^2 之紫外線，形成硬化膜(硬塗層)。關於所得到之硬化膜，以下述之方法評估折射率、耐擦傷性、鉛筆硬度、透明性(霧度)耐光性、及表面電阻。其結果表示於表 2 中。

在表 2 中，

光硬化性化合物(1)：共榮社化學(股)製「UA-306T」

光硬化性化合物(2)：日本化藥(股)製「KAYARAD DPHA」

光聚合起始劑：Ciba Specialty Chemicals(股)製
「Irgacure 184」

溶劑：PGME(丙二醇單甲基醚)

*1：金屬氧化物糊劑為分散不良，故未測定

<積層體之製作及評估：實施例 23 至 27>

(低折射率塗液之製作)

混合 1, 2, 9, 10-四丙烯醯氧-4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-八氟
癸烷 50 重量份、氧化矽溶膠 30%分散液(日產化學工業(股)
製 MEK-ST)120 重量份、2', 2'-雙((甲基)丙烯醯氧甲基)
丙酸(2-羥基)-4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9, 10, 10, 11, 11,
11-十九氟十一碳烷酯 10 重量份、丁基醇 900 重量份、光
聚合起始劑(日本化藥(股)製 KAYACURE BMS)5 重量份，調
整低折射率塗液。

使用實施例 2 之金屬氧化物分散糊劑，調整以表 3 所
示之調配所得到的組成之各金屬氧化物組成物(調配量係
表示固形分量)。將此金屬氧化物組成物於 100 μm 厚之易
接着處理 PET 膜(易接着處理層之折射率=1.60)的易接着
處理面上，使用桿塗器而以乾燥膜厚成為 6 μm 之方式進行
塗佈。使所得到之塗佈層在 100°C 下乾燥 1 分鐘後，以金
屬鹵素燈照射 400mJ/cm² 之紫外線。於所得到之硬化膜上
進一步，使上述低折射塗料液以旋塗器，於乾燥膜厚顯示

$\lambda/4$ 之光的波長成為 550nm 左右之方式調整層之厚度而塗布。使所得到之塗佈層在 100°C 下乾燥 1 分鐘後，以金屬鹵素燈照射 400mJ/cm² 之紫外線，得到積層體。

有關所得到之積層體，以下述之方法測定硬化膜的折射率，同時並評估硬化膜之耐擦傷性、鉛筆硬度、透明性(霧度，Haze)、折射率、反射干涉條紋。其結果表示於表 3 中。

表 3：金屬氧化物組成物之調配與硬化膜之評估

(重量份)	實施例 23	實施例 24	實施例 25	實施例 26	實施例 27
金屬氧化物分散 糊劑	37.28	44.25	51.52	56.1	62.96
光硬化性化合物 (2)	41.36	31.91	25.37	20.2	15.63
光聚合起始劑	2.38	1.91	1.56	1.35	1.14
溶劑(PGME)	68.98	71.93	71.55	72.35	70.27
硬化膜之折射率	1.56	1.58	1.6	1.62	1.64
耐刮傷性	5	5	5	5	5
鉛筆硬度	A	A	A	A	A
透明性(霧度)	0.58	0.62	0.65	0.68	0.75
硬化膜與基材之 折射率差	0.04	0.02	0	0.02	0.04
反射干涉條紋	D	A	A	A	D

在表 3 中，

光硬化性化合物(2)：日本化藥(股)製「KAYARAD DPHA」

光聚合起始劑：Ciba Specialty Chemicals(股)製

「Irgacure 184」

基材：100 μ m 厚之易接着處理 PET 膜(東洋紡(股)製「CosmoshineA-4100」)、易接着處理面(折射率 1.60)上塗佈)

溶劑：PGME(丙二醇單甲基醚)

(評估方法)

(1) 折射率

使用(股)ATAGO 製 Abbe 折射率計而測定所得到之硬化皮膜的折射率。

(2) 耐擦傷性

將塗佈物安置於學振試驗機，使用 Steelwool 之 No. 0000，而以荷重 250g 學振 10 次。有關所取出之塗佈物，依以下之 5 階段的目視評估判斷受刮傷之情形。顯示數值愈大，硬化膜之耐擦傷性愈良好。

5：完全無刮傷

4：稍刮傷

3：有刮傷，但在基材看不到

2：有刮傷，一部分硬化膜被剝離

1：硬化膜被剝離，基材為剝離之狀態

(3) 鉛筆硬度

依據 JIS-K5600，使用鉛筆硬度試驗機(HEIDON 公司製 Scratching Tester HEIDON-14)，改變各種鉛筆芯之硬度，以荷重 500g 試驗 5 次。在 5 次中，1 次也無刮傷，或只一次刮傷時之芯的硬度作為其硬化膜之鉛筆硬度。考慮實用上之要求物性，而判定硬化膜之鉛筆硬度為

2H 以上：A

1H 以上：B

較 1H 低：D

(4) 透明性(霧度)

使用 Haze 計而測定所得到之塗佈物之霧度(Haze 值)。

(5) 耐光性

光連續照射時之隨時間的黃變，係用途展開上，非常不佳。因此，確認光連續照射時之黃變性。

首先，以耐光性試驗機(光源：氙燈、照度： $100\text{W}/\text{cm}^2$ 、黑色面板溫度： 60°C 、 $60\%\text{RH}$)曝露塗佈物 24 小時。其後，將塗佈物放置於白色紙上，使用測色機(Minilta CR-300)而測定著色。測定值係以 $L^*a^*b^*$ 表示，以 b^* 值判斷硬化膜之黃變性的標準。顯示 b^* 值之值愈小，黃變之程度愈小，耐光性良好。考慮實用上之要求物性，硬化膜之 b^* 值判定為

不足 3.5 者：A

3.5 以上者：D

(6) 表面電阻

依據以下之基準而評估硬化膜之表面電阻(Ω/\square)。

表面電阻為 1×10^{12} 以下時：A

表面電阻高於 1×10^{12} 且 1×10^{14} 以下時：B

表面電阻超過 1×10^{14} 時：D

(7) 反射干涉條紋

所得到之硬化膜的反射干涉條紋依以下之基準，以目

視評估。

無法觀察反射干涉條紋：A

可觀察反射干涉條紋：D

本案之揭示係與 2006 年 5 月 29 日所申請之日本特願 2006-148854 號、及 2006 年 5 月 29 日所申請之日本特願 2006-148855 號記載之主題相關，其等之全部的揭示內容係藉由引用而在此被援用。

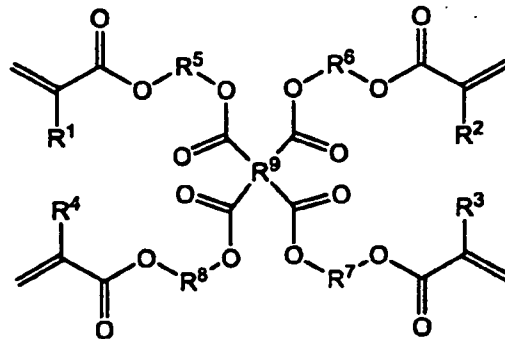
於已敘述者以外，不脫離本發明之新穎且有利之特徵，應注意亦可以於上述實施型態中加上各種修正或變更。因此，如此之全部修正或變更係暗示包含於添附之申請專利範圍中。

十、申請專利範圍：

公告本

1. 一種通式(1)所示之化合物之用途，係使用作為用以將平均一次粒徑為5至100nm的未經表面改質的金屬氧化物粉體分散於有機溶劑中之分散劑(A)

通式(1)



(式中， R^1 至 R^4 係分別獨立地表示氫原子或甲基， R^5 至 R^8 係分別獨立地表示非取代或取代之直鏈或分枝鏈之伸烷基或伸烷基氧伸烷基， R^9 係表示 4 價之芳香族基或脂肪族基)。

2. 如申請專利範圍第 1 項之通式(1)所示之化合物之用途，其中，在通式(1)中， R^9 為選自由聯苯基骨架、萘骨架、芴骨架及四氫萘骨架所構成之群組中至少一種的 4 價芳香族基，或為碳數 4 至 10 之烷基骨架的 4 價脂肪族基。
3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之通式(1)所示之化合物之用途，其中，金屬氧化物粉體含有選自由鈦、鋅、鋳、銻、銻、錫、鋁、矽、磷、及氟所構成之群組中至少一種的元素者。
4. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之通式(1)所示之化合物之

用途，其中，金屬氧化物粉體之添加量係，分散劑(A)及金屬氧化物之固形分合計量 100 重量份中，1 至 80 重量份。