



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公開本

(11) 公開編號：TW 201600500 A

(43) 公開日：中華民國 105 (2016) 年 01 月 01 日

(21) 申請案號：104118541 (22) 申請日：中華民國 104 (2015) 年 06 月 08 日

(51) Int. Cl. : C07C321/30 (2006.01) C08K5/375 (2006.01)  
 C08F2/50 (2006.01) G03F7/031 (2006.01)

(30) 優先權：2014/06/19 南韓 10-2014-0074750

(71) 申請人：東友精細化工有限公司 (南韓) DONGWOO FINE-CHEM CO., LTD. (KR)  
 南韓

(72) 發明人：崔漢永 CHOI, HAN-YOUNG (KR)；李憲熙 LEE, HUN-HEE (KR)；鄭景文 JUNG,  
 KYOUNG-MOON (KR)；金炫佑 KIM, HYOUN-WOO (KR)；李宗洙 LEE, JONG-  
 SOO (KR)

(74) 代理人：賴正健；陳家輝

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：10 項 圖式數：2 共 30 頁

(54) 名稱

肱酯化合物以及包括該肱酯化合物的光聚合性組合物

OXIME ESTER COMPOUND AND A PHOTOPOLYMERIZABLE COMPOSITION COMPRISING THE SAME

(57) 摘要

本發明公開了一種肱酯化合物以及一種包括該肱酯化合物的光聚合性組合物，更具體而言，本發明公開了一種包括光聚合性化合物和光起始劑的光聚合性組合物，其中該光起始劑包括肱酯化合物，並且該光聚合性組合物具有優異的線性圖案的效果。

Disclosed herein is an oxime ester compound and a photopolymerizable composition comprising the same, more specifically, a photopolymerizable composition comprising photopolymerizable compound and photoinitiator, wherein the photoinitiator comprises oxime ester compound, and the photopolymerizable composition has an effect of excellent linearity pattern.

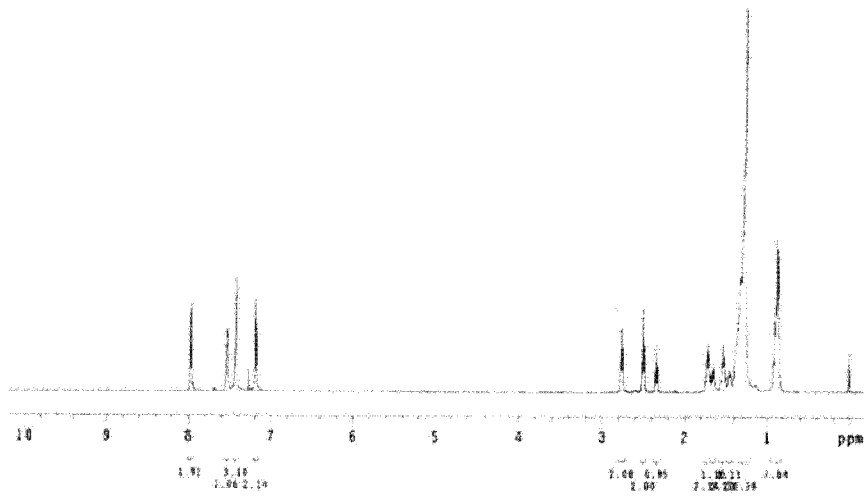


圖 1

## 發明摘要

※ 申請案號：104 118 541

※ 申請日：104. 6. 8.

※IPC 分類：

C07C321/30(2006.01)C08K5/375(2006.01)C08F2/50(2006.01)G03F7/031(2006.01)

## 【發明名稱】

脲酯化合物以及包括該脲酯化合物的光聚合性組合物

OXIME ESTER COMPOUND AND A  
PHOTOPOLYMERIZABLE COMPOSITION COMPRISING  
THE SAME

## 【中文】

本發明公開了一種脲酯化合物以及一種包括該脲酯化合物的光聚合性組合物，更具體而言，本發明公開了一種包括光聚合性化合物和光起始劑的光聚合性組合物，其中該光起始劑包括脲酯化合物，並且該光聚合性組合物具有優異的線性圖案的效果。

## 【英文】

Disclosed herein is an oxime ester compound and a photopolymerizable composition comprising the same, more specifically, a photopolymerizable composition comprising photopolymerizable compound and photoinitiator, wherein the photoinitiator comprises oxime ester compound, and the photopolymerizable composition has an effect of excellent linearity pattern.

**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】**：圖 1。

**【本代表圖之符號簡單說明】**：

無。

**【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】**：

無。

# 發明專利說明書

## 【發明名稱】

肟酯化合物以及包括該肟酯化合物的光聚合性組合物

OXIME ESTER COMPOUND AND A  
PHOTOPOLYMERIZABLE COMPOSITION COMPRISING  
THE SAME

## 【技術領域】

本發明關於一種肟酯化合物以及一種包括該肟酯化合物的光聚合性組合物，並且更具體而言，本發明關於一種包括光聚合性化合物和光起始劑的光聚合性組合物，其中該光起始劑包括肟酯化合物。

## 【先前技術】

光活性化合物為藉由吸收光而分解產生化學活性原子或分子的材料，被廣泛地用作例如光固化性油墨、光敏性印刷板、光阻劑等各種組合物的光起始劑。

已知的光起始劑的經典實例可分為多種類型，例如苯乙酮化合物、二苯甲酮化合物、三嗪類化合物、非咪唑化合物、醯基磷氧化物化合物以及肟酯化合物，其中肟酯化合物具有如下優點：例如吸收紫外線也幾乎不呈現顏色、高的自由基產生率、與光蝕劑組合物材料的優異相容性以及穩定性。

在具有肟酯化合物的光起始劑的情況下，藉由在化合物中導入合適的取代基，能夠容易地合成光起始劑的吸收

區域可調節的各種光起始劑。

由於脲酯化合物藉由將 365nm 至 435nm 的光輻射至光聚合性組合物，能夠使具有不飽和鍵的聚合性化合物聚合和固化，所以被用於黑色矩陣、彩色濾光片、柱狀隔離物、柔性絕緣膜、用於外塗層的光蝕劑組合物。

因此，不斷需要新的光起始劑來滿足各種目的的工業需求，例如對例如 365 nm 至 435nm 的長波長光的高敏感性、具有良好的固化反應性、易於製造、由於較高的熱穩定性而容易處理和儲存穩定性，以及在例如丙二醇單甲醚乙酸酯的溶劑中具有令人滿意的溶解度。

常規已知的脲酯化合物為 US 專利 4,255,513 中的帶有對二烷基胺基苯的脲酯化合物、US 專利 4,202,697 中的丙烯醯胺基取代的脲酯化合物以及 US 專利 4,590,145 中的苯甲酮脲酯化合物等。

然而，當使用已知的脲酯化合物作為光起始劑時，在曝光以附接至遮罩時由於光所引起的降解而導致印刷過程的圖案形狀缺陷，並且導致產率降低。

此外，分解溫度低於 240°C，並且存在由於在顯影過程之後，在熱固化步驟中使光起始劑分解而導致光聚合性組合物的附著性和耐鹼性降低的問題。

因此，非常需要解決這些問題的具有新型結構的脲酯化合物以及包括該具有新型結構的脲酯化合物的光聚合性組合物。

( 先前技術文獻 )

( 專利文獻 )

專利文獻 1 : US 專利 4,255,513 。

專利文獻 2 : US 專利 4,202,697 。

專利文獻 3 : US 專利 4,590,145 。

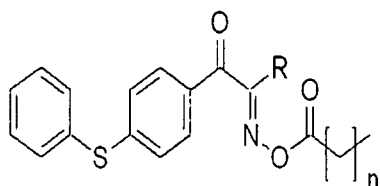
### 【發明內容】

因此，已經設計了本發明來解決前述問題，並且本發明的目的是提供一種新型結構的脞酯化合物。

進一步地，本發明的另一目的是提供一種包括光聚合性化合物和光起始劑的光聚合性組合物，其中該光聚合性組合物藉由含有新型結構的脞酯化合物而具有優異的線性圖案的效果，並且藉由良好的溶解度而能夠改進與其它成分的相容性。

為了實現前述目的，本發明的一個方面提供了一種由下列化學式 1 所表示的脞酯化合物：

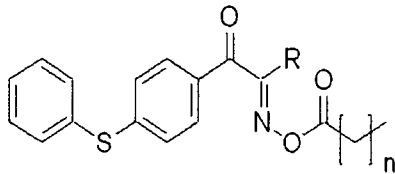
[化學式 1]



其中，R 為 C1 至 C20 烷基，以及 n 為 12 至 20 的整數。

此外，該發明提供一種包括光聚合性化合物和光起始劑的光聚合性組合物，其中該光起始劑包括下列化學式 1 的脞酯化合物：





其中，R 為 C1 至 C20 烷基，以及 n 為 12 至 20 的整數。

當光輻射至本發明的具有新型結構的脞酯化合物時，產生長鏈烷基自由基，並且由於該自由基長度長，因此該自由基的移動性較小，所以使得僅在光輻照的區域上發生固化，並且最終本發明的具有新型結構的脞酯化合物具有優異的圖案線性的特性。

此外，本發明的具有新型結構的脞酯化合物由於高溶解度，而與其它材料具有優異的相容性，並且吸收紫外線也幾乎不呈現顏色，因此將該組合物用於光學目的是有利的。

因此，本發明提供了一種包括光聚合性化合物和光起始劑的光聚合性組合物，其中，該光聚合性組合物藉由含有新型結構的脞酯化合物作為光起始劑而具有優異的線性圖案的效果，並且幾乎不呈現顏色。

### 【圖式簡單說明】

圖 1 為在製備例 1 中製備的化學式 2 的脞酯化合物的  $^1\text{H-NMR}$  譜圖。

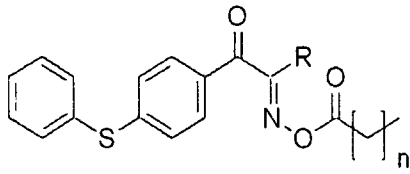
圖 2 為在製備例 3 中製備的化學式 4 的脞酯化合物的  $^1\text{H-NMR}$  譜圖。

### 【實施方式】

以下詳細描述本發明。

本發明關於由下列化學式 1 表示的脲酯化合物：

[化學式 1]

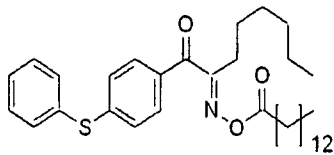


其中，R 為 C1 至 C20 烷基，以及 n 為 12 至 20 的整數。

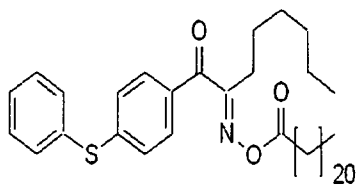
在化學式 1 的脲酯化合物中，較佳為化學式 1 中的 R 較佳為 C1 或 C6 烷基，n 較佳為 12 至 20 的整數。

此外，化學式 1 的脲酯化合物可選自下列化學式 2 至化學式 5 所組成的組中的一個或複數個，但不限於此：

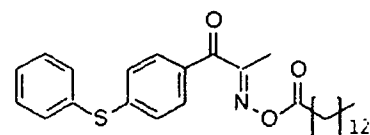
[化學式 2]



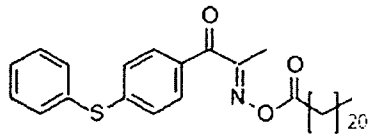
[化學式 3]



[化學式 4]



[化學式 5]



可根據以下步驟來製備本發明的新型化合物化學式 1 的脲酯化合物：

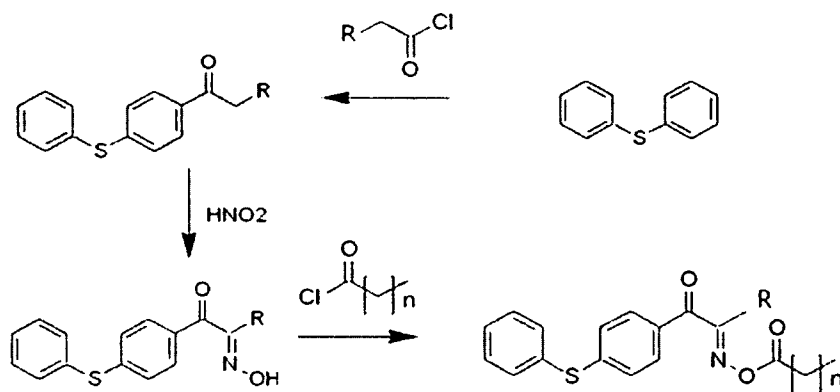
(1) 使二苯基硫醚與烷基碳醯氯反應來製備具有醯基的化合物的步驟；

(2) 使具有醯基的化合物與亞硝酸反應來製備具有脲基的化合物的步驟；以及

(3) 使具有脲基的化合物與烷基碳醯氯反應來製備化學式 1 的脲酯化合物的步驟，並且在下列反應式 1 中示出了其反應機制。

此外，根據步驟 (1) 和步驟 (3) 的烷基碳醯氯的烷基來確定化學式 1 的脲酯化合物的 R 和 n。

[反應式 1]



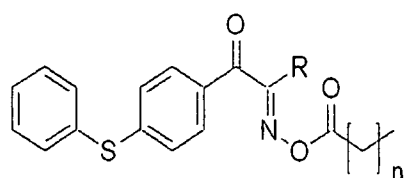
本發明的新型化合物化學式 1 的脲酯化合物包括二苯基硫醚基。因此，當光輻照至化學式 1 的脲酯化合物時，化學式 1 的脲酯化合物的光反應性由於能量轉移而提高，並且能夠最大限度地提高光學效率。此外，由於其吸

收紫外線也幾乎不呈現顏色，因此將該組合物用於光學目的是有利的。

因此，為了利用化學式 1 的肟酯化合物，本發明提供了將化學式 1 的肟酯化合物用作光起始劑的光聚合性組合物。

更具體而言，本發明提供了一種包括光聚合性化合物和光起始劑的光聚合性組合物，其中該光起始劑包括下列化學式 1 的肟酯化合物：

[式 1]



其中，R 為 C1 至 C20 烷基，以及 n 為 12 至 20 的整數。

作為補充光效率和顏色變化的成分，光聚合性化合物的類型沒有特別限制，但是較佳為具有烯屬不飽和鍵的丙烯酸類寡聚物。

具有烯屬不飽和鍵的丙烯酸類寡聚物為配置為藉由用於導入前驅物和烯屬不飽和鍵的單體的化學反應就能夠發生 UV 固化反應的光固化性丙烯酸類寡聚物。

丙烯酸類寡聚物前驅物可與具有 C1 至 C14 烷基的(甲基)丙烯酸類單體以及聚合性單體發生共聚反應。製備丙烯酸類寡聚物的方法沒有特別限制，但是可利用本領域常規使用的方法，例如整體聚合、溶液聚合、乳液聚合或懸浮聚合來製備丙烯酸類寡聚物前驅物，並且較佳為使用

整體聚合。

此外，本發明可在使用在聚合期間通常使用的任何溶劑，並且可使用例如偶氮類、過氧化物類、縮醛類、氧化還原類和半縮醛類的聚合起始劑。

具有 C1 至 C14 烷基的(甲基)丙烯酸類單體的烷基包括脂肪族基團和芳香族基團，並且該單體包括(甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸正丙酯、(甲基)丙烯酸異丙酯、(甲基)丙烯酸正丁酯、(甲基)丙烯酸-2-丁酯、(甲基)丙烯酸第三丁酯、(甲基)丙烯酸異丁酯、(甲基)丙烯酸戊酯、(甲基)丙烯酸乙基己酯、(甲基)丙烯酸乙基丁酯、(甲基)丙烯酸正辛酯、(甲基)丙烯酸異辛酯、(甲基)丙烯酸壬酯、(甲基)丙烯酸異壬酯、(甲基)丙烯酸異苸酯、(甲基)丙烯酸癸酯、(甲基)丙烯酸異癸酯以及(甲基)丙烯酸十二烷基酯等。前述單體可單獨或以兩種或更多種組合來使用。

聚合性單體的具體實例可例如為具有羥基的單體，例如(甲基)丙烯酸-2-羥乙酯、(甲基)丙烯酸-2-羥丙酯、(甲基)丙烯酸-2-羥丁酯、(甲基)丙烯酸-4-羥丁酯、(甲基)丙烯酸-6-羥己酯、2-羥基乙二醇(甲基)丙烯酸酯、2-羥基丙二醇(甲基)丙烯酸酯以及 4-羥丁基乙烯醚等；以及具有羧基的單體，例如(甲基)丙烯酸、巴豆酸、馬來酸、衣康酸和富馬酸等；以及類似物。聚合性單體可單獨或以兩種或更多種組合來使用。

用於導入烯屬不飽和單鍵的單體類型沒有特別限

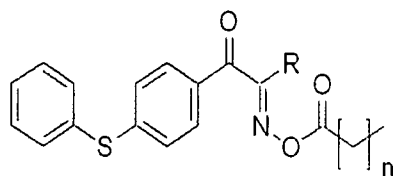
制，但是較佳為使用在一個分子中具有異氰酸酯基和雙鍵的異氰酸酯類單體，其實例可為(甲基)丙烯酸 2-異氰酸基乙酯。

光固化性丙烯酸類寡聚物的製造方法沒有特別限制，該光固化丙烯酸類寡聚物較佳為被用作光聚合性化合物。具體而言，例如該光固化丙烯酸類寡聚物可藉由以下步驟來製備：製造前驅物；相對於 100 重量分的前述製備的丙烯酸類寡聚物前驅物，加入 0.5 重量分至 20 重量分的異氰酸酯類單體和 0.001 重量分至 0.5 重量分的催化劑，並使其進行反應。催化劑的種類沒有特別限制，只要該催化劑能夠促進異氰酸酯基與丙烯酸類寡聚物前驅物中含有的羥基或羧基的反應即可，並且例如可使用有機錫化合物、有機銀化合物或該等的混合物。

藉由凝膠滲透色譜法 ( Gel permeation chromatography, GPC ) 測量的光聚合性化合物的重量平均分子量 ( 聚苯乙烯換算， $M_w$  ) 可為 200,000 至 1,000,000 。

此外，光起始劑的特徵在於含有下列化學式 1 表示的脲酯化合物：

[化學式 1]



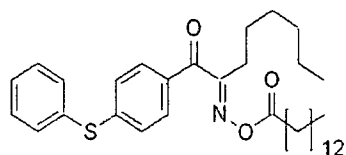
其中，R 為 C1 至 C20 烷基，以及 n 為 12 至 20 的整數。

在化學式 1 的脲酯化合物中，化學式 1 中的 R 較佳

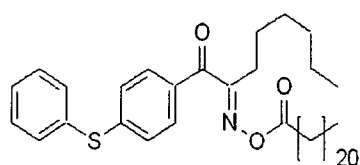
為 C1 或 C6 烷基，並且 n 較佳為 12 至 20 的整數。

此外，化學式 1 的脲酯化合物可選自下列化學式 2 至化學式 5 所組成的組中的一個或複數個，但並不限於此：

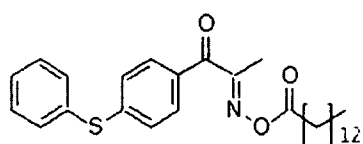
[化學式 2]



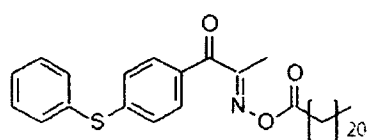
[化學式 3]



[化學式 4]



[化學式 5]



由於 n 為 12 至 20 的整數，所以在本發明的光聚合性組合物中用作光起始劑的化學式 1 的脲酯化合物具有長的烷基鏈。因此，當光輻照至化學式 1 的脲酯化合物時，產生長鏈烷基自由基，並且由於此自由基長度長，因此該自由基的移動性小，所以使得僅在光輻照的區域上發生固化。因此，如果使用含有化學式 1 的脲酯化合物作為光起

始劑的光聚合物組合物來形成圖案，則能夠確保優異的圖案線性。

相對於 100 重量分的光聚合性化合物的固體，光起始劑的含量為 0.01 重量分至 10 重量分。如果該含量小於 0.01 重量分，則光聚合性組合物的整體固化程度降低；如果該含量大於 10 重量分，則紫外光的透射率降低，因此存在深處固化程度降低的問題。

此外，本發明的光聚合性組合物可進一步包括溶劑，並且本發明可使用在光聚合性組合物中常規所使用的溶劑，而沒有任何特別限制，只要該溶劑有效地溶解光聚合性組合物中含有的其它成分，並且具體而言，較佳為使用醚類、芳香烴類、酮類、醇類、酯類或醯胺類以及類似物。

醚類包括，例如乙二醇單烷基醚，例如乙二醇單甲醚、乙二醇單乙醚、乙二醇單丙醚和乙二醇單丁醚等；二乙二醇二烷基醚，例如二乙二醇二甲醚、二乙二醇二乙醚、二乙二醇二丙醚、二乙二醇二丁醚等；乙二醇烷基醚乙酸酯，例如甲基賽路蘇乙酸酯、乙基賽路蘇乙酸酯等；以及伸烷二醇烷基醚乙酸酯，例如丙二醇單甲醚乙酸酯、丙二醇單乙醚乙酸酯、丙二醇單丙醚乙酸酯、甲氧基丁基乙酸酯、甲氧基戊基乙酸酯等。

芳香烴類包括，例如苯、甲苯、二甲苯、均三甲苯以及類似物。

酮類包括，例如甲基乙基酮、丙酮、甲基戊基酮、甲基異丁基酮、環己酮以及類似物。



醇類包括乙醇、丙醇、丁醇、己醇、環己醇、乙二醇、丙三醇以及類似物。

酯類包括如例如乳酸乙酯、乳酸丁酯、3-乙氧基丙酸乙酯、3-甲氧基丙酸甲酯等酯類；以及例如  $\gamma$ -丁內酯等環狀酯類。

就溶劑的乾燥和塗布性質方面而言，更佳為使用沸點為 100°C 至 200°C 的有機溶劑，這種溶劑的實例包括丙二醇單甲醚乙酸酯、丙二醇單乙醚乙酸酯、環己酮、乳酸乙酯、乳酸丁酯、3-乙氧基丙酸乙酯和 3-甲氧基丙酸甲酯以及類似物。

前述溶劑可單獨使用或以兩種或更多種組合使用。

此外，本發明的光聚合性組合物可進一步包括已知的添加劑，例如著色劑、鹼溶性樹脂和界面活性劑等。

本發明的光聚合性組合物適用於廣泛的用途。例如，本發明的光聚合性組合物可應用至印刷油墨、裝飾材料、塗層材料、增黏劑/黏合劑或類似物，並且由於其藉由吸收紫外光而使得顏色難以被察覺，而能夠被用作需要透明性的用於光學圖像顯示裝置的組合物。

以下提供較佳的實施方式以更好理解本發明。儘管已經公開了用於說明目的的本發明的較佳實施方式，但是本技術領域中具有通常知識者了解在不超出申請專利範圍中所揭示的本發明的範圍和精神的情況下，能夠進行各種修改、添加和替換。

(實施例)

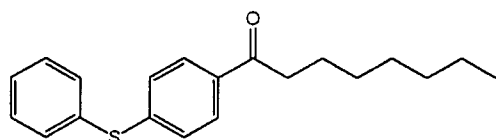
製備例 1. 化學式 2 的脲酯化合物的製備1-1. 具有醯基的化合物的製備

將 20g (107.5mmol) 二苯基硫醚加入至 100g 二氯乙烷和 21.7g (163mmol) 氯化鋁的混合溶液中，並且隨後在低於 6°C 的溫度下，將 17.4g (107.5mmol) 辛醯氯加入至前述溶液中。隨後，攪拌反應液 1h，隨後將其放入至冰水中，藉由加入乙酸乙酯來進行油-水分離。

此後，用水洗滌分離有機層，將無水硫酸鎂加入該有機層並對其進行乾燥，隨後從有機層移除溶劑，得到 26.3g 具有醯基的化合物。

藉由 <sup>1</sup>H-NMR 來分析所得到的具有醯基的化合物，並且確定其具有下列化學式 6 的結構，其譜圖如下。

[化學式 6]



<sup>1</sup>H-NMR(CDCl<sub>3</sub>, ppm) : 2.01(t, 3H), 2.55(m,10H), 3.65(s, 2H), 7.00(t, 1H), 7.07(t, 2H), 7.20(d, 2H), 7.32(d, 2H), 7.66(d, 2H)。

1-2. 具有脲基的化合物的製備

在將 5.4g (52mmol) 亞硝基異丁酯加入至 13g (47.4mmol) 在以上製備例 1-1 中製備的化學式 6 的具有醯基的化合物、3.6g (35mmol) 的濃鹽酸以及 50g 二甲基甲醯胺的混合溶液之後，將混合物在室溫下攪拌 3.5 小時。

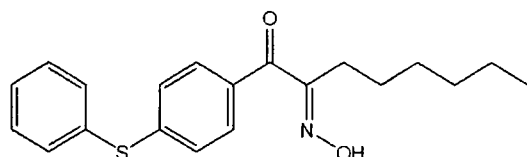
隨後，藉由將乙酸乙酯和水加入至反應混合物中來進

行油-水分離，隨後用水洗滌分離的有機層。

此後，將己烷加入至分離的有機層中以沉澱出固體，過濾有機層，在減壓下乾燥所得到的固體，隨後得到 10.6g 具有肟基的化合物。

藉由  $^1\text{H-NMR}$  分析所得到的具有肟基的化合物以確定結構，並且確定其具有下列化學式 7 的結構，其譜圖如下。

[化學式 7]



$^1\text{H-NMR}$ ( $\text{CDCl}_3$ , ppm) : 2.01(t, 3H), 2.65(m, 8H), 3.25(t, 2H), 7.02(t, 1H), 7.09(t, 2H), 7.18(d, 2H), 7.31(d, 2H), 7.62(d, 2H) 12.8(s, 1H)。

### 1-3. 化學式 2 的肟酯化合物的製備

將 4g (13.2mmol) 在製備例 1-2 中製備的化學式 7 的具有肟基的化合物、2.1g (27mmol) 吡啶以及 12g 二甲基甲醯胺的混合溶液維持在  $-10^\circ\text{C}$  或以下的狀態中，並且將 3.7g (15mmol) 十四醯氯滴加至該混合溶液。

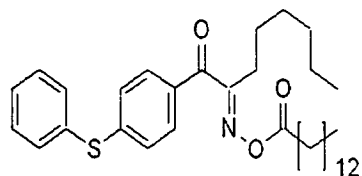
隨後，在  $5^\circ\text{C}$  下攪拌該混合溶液 2 小時之後，將乙酸乙酯和水加入至該溶液以進行油-水分離，並用水洗滌分離的有機層。

此後，將無水硫酸鎂加入至有機層並對其進行乾燥，隨後從有機層移除溶劑，得到 3.5g 肟酯化合物。

藉由  $^1\text{H-NMR}$  來分析所得到的肟酯化合物以確定結

構，並且確定其具有下列化學式 2 的結構，在圖 1 中示出了其譜圖，以及其元素分析結果如下。

[化學式 2]



元素分析：C, 74.21; H, 9.02; N, 2.38; S, 5.45。

### 製備例 2. 化學式 3 的脲酯化合物的製備

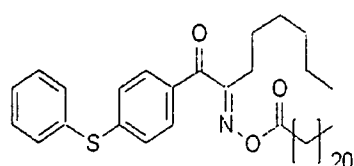
將 4g (13.2mmol) 在製備例 1-2 中製備的具有脲基的化合物、2.1g (27mmol) 吡啶以及 12g 二甲基甲醯胺的混合溶液維持在  $-10^{\circ}\text{C}$  或以下的狀態中，並且將 5.4g (15mmol) 二十二醯氯滴加至該混合溶液。

隨後，在  $5^{\circ}\text{C}$  下攪拌該混合溶液 2 小時之後，將乙酸乙酯和水加入至該溶液中以進行油-水分離，並用水洗滌分離的有機層。

此後，將無水硫酸鎂加入至有機層並對其進行乾燥，隨後從有機層移除溶劑，得到 3.5g 脲酯化合物。

藉由元素分析儀來分析所得到的脲酯化合物以確定結構，並且確定其具有下列化學式 3 的結構，元素分析結果如下。

[化學式 3]



元素分析：C, 76.27; H, 9.97; N, 2.04; S, 4.71。

### 製備例 3. 化學式 4 的肟酯化合物的製備

#### 3-1. 具有醯基的化合物的製備

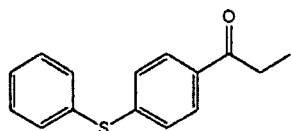
將 20g (107.5mmol) 二苯基硫醚加入至 100g (1mol) 二氯乙烷和 21.7g (163mmol) 氯化鋁的混合溶液中，並且隨後在低於 6°C 的溫度下，將 9.94g (107.5mmol) 的丙醯氯加入至前述溶液中。

隨後，攪拌反應液 1h，隨後將其放入至冰水中，藉由加入乙酸乙酯來進行油-水分離。

此後，用水洗滌分離的有機層，將無水硫酸鎂加入該有機層並對其進行乾燥，隨後從有機層移除溶劑，得到 248g 具有醯基的化合物。

所得到的具有醯基的化合物的結構為下列化學式 8：

[化學式 8]



#### 3-2. 具有肟基的化合物的製備

在將 5.4g (52mmol) 亞硝酸異丁酯加入至 13g (47.4mmol) 在製備例 3-1 中製備的化學式 8 的具有醯基的化合物、3.6g (35mmol) 的濃鹽酸以及 50g 二甲基甲醯胺的混合溶液中之後，將混合物在室溫下攪拌 3.5 小時。

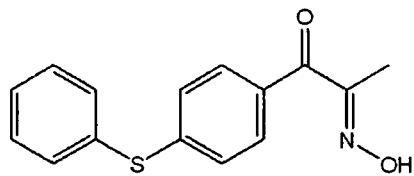
隨後，藉由將乙酸乙酯和水加入至反應混合物中來進行油-水分離，隨後用水洗滌分離的有機層。

此後，將己烷加入至分離的有機層中以沉澱出固體，過濾有機層，在減壓下乾燥所得到的固體，隨後得到 251g

具有肟基的化合物。

所得到的具有肟基的化合物的結構為下列化學式 9：

[化學式 9]



### 3-3. 化學式 4 的肟酯化合物的製備

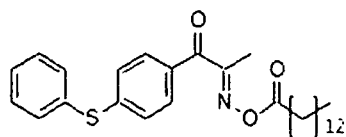
將 3.6g (13.2mmol) 在製備例 3-2 中製備的化學式 9 的具有肟基的化合物、2.1g (27mmol) 吡啶以及 12g 二甲基甲醯胺的混合溶液維持在 -10°C 或以下的狀態中，並且將 3.7g (15mmol) 的十四醯氯滴加至該混合溶液。

隨後，在 5°C 下攪拌該混合溶液 2 小時之後，將乙酸乙酯和水加入至溶液中來進行油-水分離，並且用水洗滌分離的有機層。

此後，將無水硫酸鎂加入至有機層並對其進行乾燥，隨後從有機層移除溶劑，得到 3.5g 肟酯化合物。

藉由 <sup>1</sup>H-NMR 和元素分析儀來分析所得到的肟酯化合物，並且確定其具有下列化學式 4 的結構，並且在圖 2 中示出了其譜圖，以及其元素分析結果如下。

[化學式 4]



元素分析：C, 72.32; H, 8.15; N, 2.93; S, 6.69。

### 製備例 4. 化學式 5 的肟酯化合物的製備

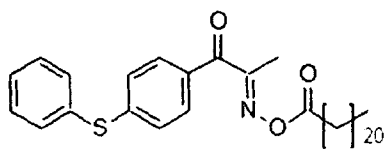
將 3.6g (13.2mmol) 在製備例 3-2 中製備的具有脲基的化合物、2.1g (27mmol) 吡啶以及 12g 二甲基甲醯胺的混合溶液維持在  $-10^{\circ}\text{C}$  或以下的狀態中，並且將 5.4g (15mmol) 二十二醯氯滴加至該混合溶液。

隨後，在  $5^{\circ}\text{C}$  下攪拌該混合溶液 2 小時之後，藉由添加乙酸乙酯和水進行油-水分離，並用水洗滌該分離的有機層。

此後，將無水硫酸鎂加入至有機層並對其進行乾燥，隨後從有機層移除溶劑，得到 3.5g 脲酯化合物。

藉由元素分析儀來分析獲得的脲酯化合物以確定結構，並且確定其具有下列化學式 5 的結構，元素分析結果如下。

[化學式 5]



元素分析：C, 74.84; H, 9.31; N, 2.38; S, 5.41。

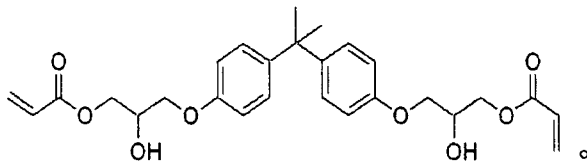
### <光聚合性組合物的製備>

#### 實施例 1.

藉由將 50g 下列化學式 10 的雙酚 A 甘油 (1 甘油/苯酚) 雙丙烯酸酯和 10g 二新戊四醇六丙烯酸酯作為光聚合性化合物、40g 炭黑 (著色劑) 作為添加劑、3g 在製備例 1 中製備的化學式 2 的脲酯化合物作為光起始劑加入至 100g 丙二醇單甲醚乙酸酯溶劑中，隨後攪拌 30 分鐘來製

備光聚合性組合物。

[化學式 10]



### 實施例 2.

除了將製備例 2 中製備的化學式 3 的脲酯化合物用作光起始劑之外，以與前述實施例 1 中相同的方式來製備光聚合性組合物。

### 實施例 3.

除了將製備例 3 中製備的化學式 4 的脲酯化合物用作光起始劑之外，以與前述實施例 1 中相同的方式來製備光聚合性組合物。

### 實施例 4.

除了將製備例 4 中製備的化學式 5 的脲酯化合物用作光起始劑之外，以與前述實施例 1 中相同的方式來製備光聚合性組合物。

### 比較例 1.

除了將 2,4,6-三甲基苯甲醯基二苯基氧化膦（TPO，BASF Co.）用作光起始劑之外，以與前述實施例 1 中相同的方式來製備光聚合性組合物。

### 比較例 2.

除了將 OXE-01（1,2-辛烷-二酮 1-[4-（苯硫基）苯基]-2-O-苯甲醯基脲，Ciba Inc.）用作光起始劑之外，以



與前述實施例 1 中相同的方式來製備光聚合性組合物。

### 比較例 3.

除了將 OXE-02(1-[9-乙基-6-(2-甲基苯甲醯基)-9H-吡啶-3-基]-1-O-乙醯基-乙酮肟，Ciba Inc.) 用作光起始劑之外，以與前述實施例 1 中相同的方式來製備光聚合性組合物。

### 測試例 1. 光聚合性組合物的圖案準確度和線性的評價

利用旋轉塗布機，將實施例 1 至實施例 4 以及比較例 1 至比較例 3 的各種光聚合性組合物塗布在厚度為 1mm 的具有純表面的玻璃基板上來形成光聚合性組合物膜，使乾燥後膜厚度為 1.0 $\mu\text{m}$ ，並且該乾燥為在 100 $^{\circ}\text{C}$  下乾燥 5 分鐘。

如下方式形成黑色矩陣：利用紫外線透過具有 20 $\mu\text{m}$  線寬的負遮罩來照射光聚合性組合物膜，隨後在 25 $^{\circ}\text{C}$  下在 0.5 wt% 碳酸鈉水溶液中噴射顯影 60 秒。

用顯微鏡觀察所形成黑色矩陣，測量圖案的準確度以及評價線條的線性，並且評價標準如下。

#### <精確性的評估標準>

藉由從利用具有 20 $\mu\text{m}$  線寬的負遮罩固化後的圖案膜的線寬減去 20 $\mu\text{m}$  來得到各個值。

當該值小時（5 $\mu\text{m}$  或更小），精確性評價為高。

#### <線性的評價標準>

顯微觀察時：

在圖案直線側並未觀察到任何的微小彎曲或脫落：○  
 觀察到微小彎曲或脫落，但僅在一部分中觀察到：△  
 在所有的圖案中觀察到微小彎曲或脫落：×。

在下表 1 中示出了圖案的精確性和線性的結果：

[表 1]

分類	精確性	線性
實施例 1	3 $\mu$ m	○
實施例 2	2 $\mu$ m	○
實施例 3	3 $\mu$ m	○
實施例 4	2 $\mu$ m	○
比較例 1	7 $\mu$ m	△
比較例 2	7 $\mu$ m	△
比較例 3	9 $\mu$ m	×

從前述表 1 的結果可以看出，對於利用本發明的肟酯化合物作為光起始劑的實施例 1 至實施例 4 的光聚合性組合物所製備的黑色矩陣的圖案，線寬微小地增加，並且其在準確度和線性中顯示優異的結果，在直線圖案側並未觀察到彎曲或剝離。

然而，對於將不是本發明的化合物的肟酯用作光起始劑的比較例 1 至比較例 3 的光聚合性組合物所製備的黑色矩陣的圖案，線寬顯著增大，並且在直線圖案側觀察到彎曲或剝離。

因此能夠證實的是：利用本發明的肟酯化合物作為光起始劑的光聚合性組合物由於優異的圖案線性而具有產

生更精確圖案的效果。

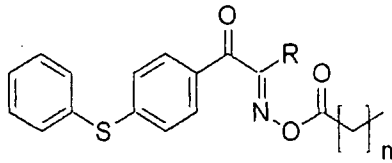
**【符號說明】**

無。

## 申請專利範圍

1. 一種由下列化學式 1 所表示的脲酯化合物：

[化學式 1]

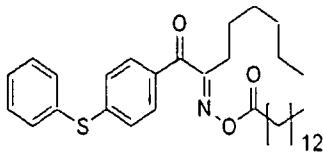


其中，R 為 C1 至 C20 烷基，以及 n 為 12 至 20 的整數。

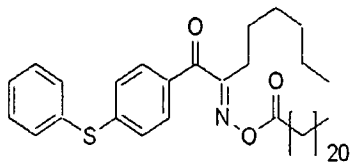
2. 如請求項 1 所記載的脲酯化合物，其中化學式 1 中的 R 為 C1 烷基或 C6 烷基。

3. 如請求項 1 所記載的脲酯化合物，其中前述化學式 1 為選自下列化學式 2 至化學式 5 所組成的組中的一個或複數個：

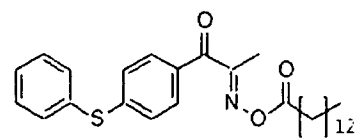
[化學式 2]



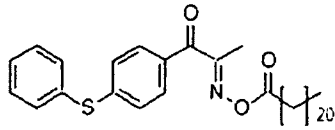
[化學式 3]



[化學式 4]

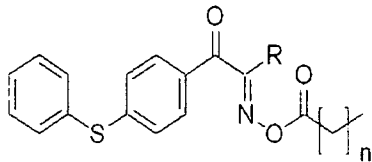


[化學式 5]



4. 一種光聚合性組合物，係包括光聚合性化合物和光起始劑，其中前述光起始劑包括下列化學式 1 的肟酯化合物：

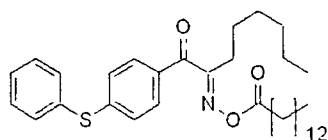
[化學式 1]



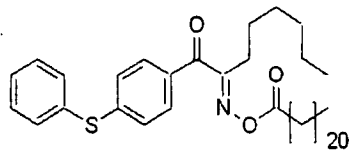
其中，R 為 C1 至 C20 烷基，以及 n 為 12 至 20 的整數。

5. 如請求項 4 所記載的光聚合性組合物，其中前述光聚合性組合物包括具有烯屬不飽和鍵的丙烯酸類寡聚物。
6. 如請求項 5 所記載的光聚合性組合物，其中前述具有烯屬不飽和鍵的丙烯酸類寡聚物具有 200,000 至 1,000,000 的 GPC 重量平均分子量。
7. 如請求項 4 所記載的光聚合性組合物，其中前述化學式 1 中的 R 為 C1 烷基或 C6 烷基。
8. 如請求項 4 所記載的光聚合性組合物，其中前述化學式 1 為選自下列化學式 2 至化學式 5 所組成的組中的一個或複數個：

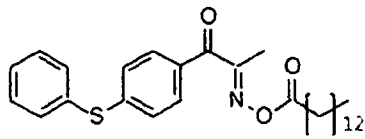
[化學式 2]



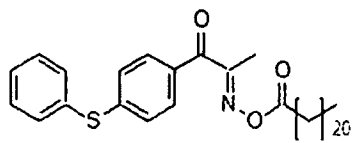
[化學式 3]



[化學式 4]



[化學式 5]



- 9.如請求項 4 所記載的光聚合性組合物，其中相對於 100 重量分的前述光聚合性化合物，前述光起始劑的含量為 0.01 重量分至 10 重量分。
- 10.如請求項 4 所記載的光聚合性組合物，其中前述光聚合性組合物進一步包括溶劑。

# 圖式

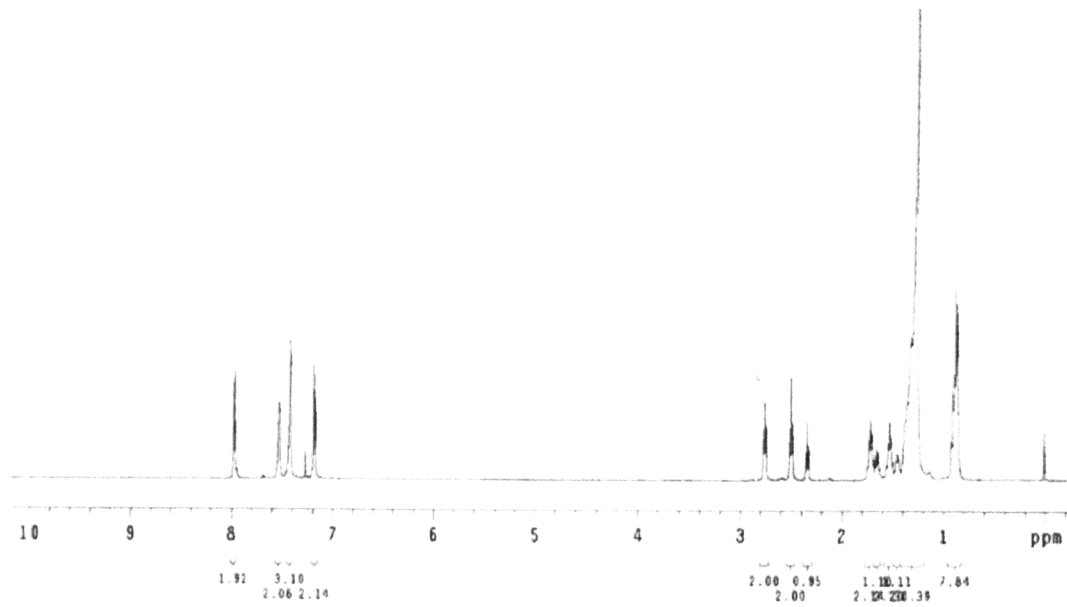


圖 1

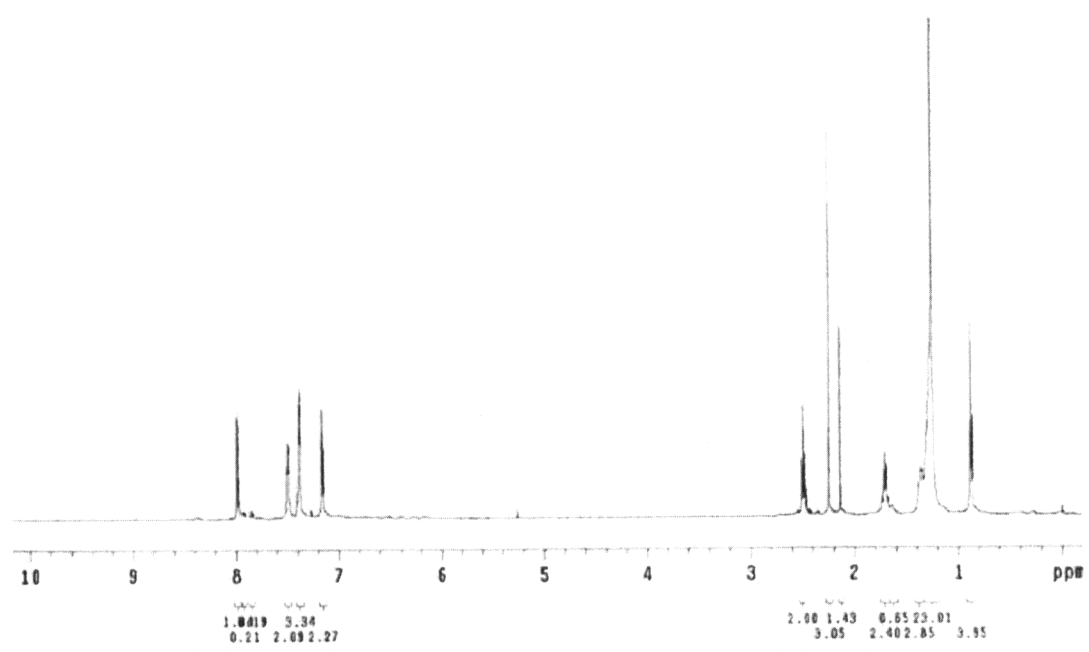


圖 2