



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0140875
(43) 공개일자 2013년12월24일

- | | |
|--|--|
| (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
<i>B41M 1/06</i> (2006.01) | (71) 출원인
다우 코닝 코포레이션
미국 미시간주 48686 미드랜드 웨스트 살츠버그
로드 2200 |
| (21) 출원번호 10-2013-7029801(분할) | (72) 발명자
안 동찬
미국 미시간주 48640 미들랜드 로즈우드 블르바드
789 |
| (22) 출원일자(국제) 2006년08월03일
심사청구일자 2013년11월11일 | (74) 대리인
장훈 |
| (62) 원출원 특허 10-2008-7007008
원출원일자(국제) 2006년08월03일
심사청구일자 2011년07월25일 | |
| (85) 번역문제출일자 2013년11월11일 | |
| (86) 국제출원번호 PCT/US2006/030192 | |
| (87) 국제공개번호 WO 2007/040794
국제공개일자 2007년04월12일 | |
| (30) 우선권주장
60/719,296 2005년09월21일 미국(US) | |

전체 청구항 수 : 총 21 항

(54) 발명의 명칭 **오가노보란 아민 착물을 사용하는 주변 조건하의 리소그래피 방법**

(57) 요약

(i) 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체, (ii) 오가노보란 아민 착물, (iii) 아민 반응성 화합물 및 (iv) 산소를 포함하는 잉크 시스템을 사용하여 표면 위에 패턴을 형성시킨 다음 현상시켰다. 성분(i) 내지 성분(iv)를 잉크와 현상 매체에 분배하였다. 표면 위에 패턴으로 형성된 잉크는 현상 매체에 노출시킴으로써 현상되었다. 성분(iv)는 공기 중에 천연 상태로 존재할 수 있다. 상기 방법은 가열 또는 방사선 조사 없이 중합체 패턴 또는 중합체 복합체 패턴을 주변 공기 중에서 신속하게 현상시키는 이점을 갖는다. 상기 잉크 시스템은 무기 표면 및 유기 표면에 적용될 수 있으며, 저에너지 플라스틱과 같은 중합체 표면에 특히 유용하다. 상기 조성물은 무기 표면 및 유기 표면에 적용될 수 있으며, 저에너지 플라스틱과 같은 중합체 표면에 특히 유용하다.

대표도



특허청구의 범위

청구항 1

표면에 잉크로 패턴을 형성하는 단계 및 상기 패턴을 현상 매체에 노출시켜 상기 패턴을 현상하는 단계를 포함하는 패턴 형성방법으로서,

상기 잉크 및 현상 매체가, (i) 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체, (ii) 오가노보란 아민 착물, (iii) 아민 반응성 화합물 및 (iv) 산소로부터 선택된 하나 이상의 성분을 포함하고, 성분(ii)와 성분(iii)이 성분(iv)의 존재하에 배합되지 않도록 성분 (i) 내지 (iv)가 상기 잉크와 현상 매체에 분배되어 있는, 패턴 형성방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 패턴이 실온과 실온 미만을 포함하는 100℃ 미만의 온도에서 형성 및 현상되는, 패턴 형성방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 패턴이 주변 공기에서 현상되는, 패턴 형성방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 패턴이 피켓팅, 육필(manual writing), 고무 스탬핑, 탄성중합체 스탬핑, 패드 인쇄, 스크린 인쇄, 스텐실 인쇄 또는 잉크 젯 인쇄에 의해 상기 표면에 형성되는, 패턴 형성방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 표면이 유리 표면, 금속 표면, 석영 표면, 세라믹 표면, 규소 표면, 유기 표면, 경질 중합체 표면, 가요성 탄성중합체 표면, 액체, 얼음, 드라이 아이스 또는 이들의 복합체인, 패턴 형성방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 오가노보란 아민 착물(ii), 아민 반응성 화합물(iii) 또는 이들 둘 다가 제분 실리카, 침강 실리카, 탄산칼슘, 카본 블랙, 탄소 나노입자, 규소 나노입자, 황산바륨, 이산화티탄, 산화알루미늄, 질화붕소, 은, 금, 백금, 팔라듐, 니켈, 알루미늄, 구리 또는 스틸의 고체 입자에 부착되어 있는, 패턴 형성방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 현상 매체가 액체인, 패턴 형성방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 현상 매체가 기체인, 패턴 형성방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 현상 매체가 고체인, 패턴 형성방법.

청구항 10

제1항에 있어서, 오가노보란 아민 착물(ii)이 오가노보란과 아민 화합물로부터 형성된 착물이고, 상기 오가노보란이 화학식 BR₃의 유기 그룹을 함유하는 붕소 화합물(여기서, R"는 탄소수 1 내지 20의 선형, 분지형, 지방족 또는 방향족 탄화수소 그룹이거나 유기 규소 관능성 붕소 화합물이다)이고, 상기 아민 화합물이 유기 아민 화합물이거나 아미노실란, 아민-관능성 오가노실록산, 아민-관능성 오가노폴리실록산 및 아민-관능성 오가노폴리실세스퀴옥산으로 이루어진 그룹으로부터 선택된 아민 관능성 유기 규소 화합물인, 패턴 형성방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 아민 반응성 화합물(iii)이 무기산, 루이스산, 카복실산, 카복실산 유도체, 카복실산 금속염, 이소시아네이트, 알데히드, 에폭사이드, 산 클로라이드 및 설폰일 클로라이드로 이루어진 그룹으로부터 선택되는, 패턴 형성방법.

청구항 12

제1항에 있어서, 아민 반응성 화합물(iii)이 아민 반응성 그룹을 함유하는 유기 규소, 오가노실록산 및 오가노폴리실록산 화합물로 이루어진 그룹으로부터 선택되고, 상기 성분(iii)이 순수한 액체, 용매화된 액체, 고체 또는 증기로서 존재하는, 패턴 형성방법.

청구항 13

제1항에 있어서, 상기 잉크가 염료; 안료; 계면활성제; 물; 습윤제; 유기 용매; 수성 용매; 이온성 액체; 초임계 유체; 희석제; 가소제; 중합제; 올리고머; 레올로지 개질제; 접착력 촉진제; 가교결합제; 중합제, 가교결합제 및 촉매의 배합물; 증량, 연화, 강화, 인성 부여, 점도 개질 및 휘발성 감소를 위한 중합제; 증량용 충전제; 강화용 충전제; 전도성 충전제; 스페이서; 도펀트; 양자점(quantum dot); UV 안정제; 아지리딘 안정제; 공극 감소제; 하이드로퀴논; 장애된 아민; 자유 라디칼 개시제; 산 수용체; 산화방지제; 열 안정제; 난연제; 실릴화제; 발포 안정제; 용제; 및 건조제로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 임의 성분을 함유하는, 패턴 형성방법.

청구항 14

제1항에 따르는 방법에 의해 형성된 패턴을 함유하는 표면.

청구항 15

제1항에 있어서, 상기 잉크가 (ii) 오가노보란 아민 착물 또는 (iii) 아민 반응성 화합물을 포함하고, 상기 현상 매체가 (iii) 아민 반응성 화합물 또는 (ii) 오가노보란 아민 착물을 포함하고, (i) 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체 및 (iv) 산소가 상기 잉크 또는 현상 매체에 존재하거나, 상기 잉크와 현상 매체 둘 다에 존재하고, 상기 패턴이 상기 잉크와 상기 현상 매체를 배합함으로써 상기 표면 상에 현상되는, 패턴 형성방법.

청구항 16

제1항에 있어서, 상기 잉크가, 산소 부재하에, (i) 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체, (ii) 오가노보란 아민 착물 및 (iii) 아민 반응성 화합물을 포함하고, 상기 현상 매체가 (iv) 산소를 포함하는, 패턴 형성방법.

청구항 17

제16항에 있어서, 상기 잉크가 산소의 부재하에 표면 상에 패턴으로 형성되고, 현상 매체가 주변 공기인, 패턴 형성방법.

청구항 18

제1항에 있어서, 상기 잉크가 (i) 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체와, (ii) 오가노보란 아민 착물 및 (iii) 아민 반응성 화합물을 함유하는 별개의 상들을 포함하고, 상기 현상 매체가 (iv) 산소를 포함하며, 성분(ii) 및 성분(iii)이 현상 매체(iv) 속에 배합됨으로써 상기 패턴이 현상되는, 패턴 형성방법.

청구항 19

제18항에 있어서, 오가노보란 아민 착물(ii), 아민 반응성 화합물(iii) 또는 이들 둘 다가 캡슐화되거나 고체 상에 의해 운반되며, 상기 현상 매체가 성분(ii)와 성분(iii)이 배합되도록 캡슐 또는 고체 상을 파단, 연화, 용융, 팽윤 또는 용해시킬 수 있는 성분을 추가로 포함하거나, 상기 패턴이 전단, 방사선 조사, 가열, 냉각, 가압 또는 감압 처리되어 성분(ii)와 성분(iii)이 현상 매체 속에서 배합되는, 패턴 형성방법.

청구항 20

제18항에 있어서, 상기 잉크가 유액을 포함하고, 이 유액 속에서 오가노보란 아민 착물(ii) 및 아민 반응성 화

합물(iii)이 별개의 상으로 존재하고, 상기 현상 매체가, 성분(ii)와 성분(iii)이 배합되도록 상기 유액을 파괴시킬 수 있는 성분을 추가로 포함하거나, 상기 패턴이 전단, 방사선 조사, 가열, 냉각, 가압 또는 감압 처리되어 상기 유액이 파괴되고 성분(ii)와 성분(iii)이 상기 현상 매체 속에서 배합되는, 패턴 형성방법.

청구항 21

제1항에 있어서, 상기 패턴이, 잉크젯 인쇄공정에서 상기 잉크와 상기 현상 매체를 혼합시킴으로써 형성되고 현상되는, 패턴 형성방법.

명세서

배경기술

- [0001] 오가노보란 아민 착물은 공지되어 있다. 예를 들면, 아크릴계 단량체의 벌크 중합에 사용되는 오가노보란 아민 착물이 미국 특허 제3,275,611호(1966.09.27)에 기재되어 있다. 그러나, 트리알킬보란과 같은 특정한 유기 붕소 화합물 자체는 산소의 존재하에 발화성이므로, 유기 붕소 화합물과 아민 화합물로부터 예비 형성된 착물은 트리알킬보란과 같은 유기 붕소 화합물에 개선된 안정성을 부여하는 이점을 가져야 한다.
- [0002] 오가노보란 아민 착물의 구조에 대한 최근 개질이 또한 미국 특허 제6,706,831호(2004.03.16)에 기재되어 있으며, 이들은 아크릴레이트계 접착제에서 사용된다. 실온에서 아크릴계 접착제의 중합을 개시하기 위한 알킬 보란 아민 착물과 아민 반응성 탈착물화제와의 배합이 또한 미국 특허 제6,706,831호에 기재되어 있다. 이러한 조성물은 저에너지 표면에 대한 신속한 경화 및 접착 이점을 제공한다.
- [0003] 본 발명은 실온 및 실온 미만을 포함하는 저온에서 표면에 중합체 또는 중합체 복합체의 정밀한 패턴을 생성시키기 위한 잉크 시스템에 사용되는 오가노보란 아민계 착물의 새로운 용도에 관한 것이다. 이 경우, 잉크 시스템은 중합체성 패턴을 생성하는 데 사용되는 매체로서 정의되며, 볼펜에서 발견되는 것과 같은 비반응성 안료화 잉크와 관련된 통상적인 용도에 국한되지 않는다. 본원에서 상기 잉크 시스템은 통상 잉크 및 현상 매체를 함유한다. 본원에서 사용되는 잉크는 패턴의 이미지로 표면에 전사되는 잉크 시스템의 하나 이상의 성분으로서 정의되며, 이는 상기 잉크 시스템과 구분된다. 상기 현상 매체는, 잉크가 노출되면 패턴을 현상시키는 매체이다. 패턴 현상공정은, 표면에 배치된 패턴의 수 평균 분자량이 중합 및/또는 가교결합에 의해 순수하게 증가하는 공정으로서 정의된다. 상기 잉크 시스템은 반응성이라는 점에서 통상의 잉크와는 구분되고, 주변 조건에서 신속하게 현상될 수 있다. 본원에 기술된 방법은, 플라스틱, 세라믹, 유리, 금속, 종이 또는 목재와 같은 고체 표면 위에 필기, 스탬핑 또는 라벨링에 대한 대안으로서 문자 또는 패턴을 표시하는 데 사용될 수 있지만, 마이크로전자 분야에서 리소그래피 공정에 의해 현재 창안되는 보다 정밀한 규모의 특징을 갖는 패턴을 창안하는 데에도 유용하다.
- [0004] 예를 들면, 가장 현재의 마이크로리소그래피 방법은 패턴을 현상하기 위해 자외선(UV), 전자-빔(e-빔), 이온빔, 또는 x-선 조사를 사용한다. 이들 방법은 깊은 부위 또는 음영진 부위를 현상하는 데 있어서 한계를 가지며, 매우 고가일 수 있는 적절한 방사선 공급원 및 관련 공정 기본 설비의 존재를 필요로 한다. 기타 비광화학적 방법은 통상 패턴을 현상하기 위해 열을 필요로 한다. 상기 방법은 온화하고 신속하며 견고한 주변 공정이라는 점 이외에도 다양한 표면에서 작용한다는 중요한 이점을 특징으로 한다. 추가로, 본원에서 상기 방법은 저장 안정성이면서도 패턴을 주변 조건하에 신속하게 현상시키는 잉크 시스템을 사용한다.
- [0005] 본 발명은 UV 또는 전자-빔과 같은 방사선 공급원을 필요로 하지 않으면서 주변 조건에서 저에너지 플라스틱을 포함하는 표면 상에 패턴을 현상시키는 독특하고 용이하며 저렴한 방법을 제공하는 알킬보란 화학을 이용한다. 상기 방법은 표면 텍스처, 외관, 접착성, 박리, 인쇄 적성, 셀 접착, 마찰, 단백질 흡착, pH 반응, 반응성, 및 전자, 이온, 양성자 또는 포논 수송을 위한 전도성과 같은 특성을 조절하기 위해 광범위한 중합체 또는 중합체 복합체가 다양한 표면 위에 이미지 또는 위상기하학적 패턴(topological pattern)을 형성하도록 한다. 상기 방법은 거시 인쇄 또는 라벨링, 전자 회로 및 기타 전도성 회로의 인쇄, 및 반도체, 유기 전자 장치 및 표시 장치(예: 트랜지스터, 발광 다이오드)의 제조와 같은 전자 장치의 마이크로리소그래피 또는 나노리소그래피, 생물공학(예: 조직 지지체, 생물학적 시험, 마이크로 유체, 촉매작용 및 생촉매작용), 고주파수 확인 태그와 같은 안전 및 손실 방지를 위한 다양한 표면 상의 패턴 또는 텍스트의 각인찍기를 포함하는 용도에서 유용하다. 상기 방법은 이러한 용도에서 후속적으로 사용하기 위한 형판을 생성시키는 데 대안으로 사용될 수 있다.

[0006] [발명의 요지]

[0007] 본 발명은 표면에 패턴을 현상하는 방법에 관한 것이다. 상기 방법은, (i) 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체, (ii) 오가노보란 아민 착물, (iii) 아민 반응성 화합물 및 (iv) 산소를 함유하는 잉크 시스템을 사용하여 표면 위에 패턴을 배치하고 현상시킴으로써 수행된다. 상기 방법에 따라, 잉크 시스템의 성분들은 임의 비율로 잉크와 같은 단일 팩키지(이 경우, 현상 매체는 공기이거나 산소(iv)를 함유하는 기타 대기이다)로 분배되거나, 잉크 시스템의 추가 성분들을 함유하는 별도로 내장된 현상 매체, 및 잉크와 같은 다중 팩키지 시스템으로 분배될 수 있다. 안정성을 위해, 성분(ii) 및 성분(iii)을 패턴 현상 전에 성분(iv), 즉 공기 또는 기타 산소 함유 대기와 긴밀하게 혼합하지 않는 것이 바람직하다.

[0008] 일반적으로, 상기 방법은 잉크를 표면 위에 목적하는 패턴으로 배치하는 단계에 이어서, 잉크를 현상 매체에 노출시켜 패턴을 실은 및 실은 미만을 포함하는 100°C 미만과 같은 저온에서 현상시키는 단계를 포함한다. 성분(iv)는 잉크 시스템에 분명하게 존재하거나, 성분(iv)는 공기 중에 자연적으로 존재하는 것과 같이 환경에 내재할 수 있다. 상기 잉크 시스템은 임의의 표면 또는 표면 조합에 도포될 수 있다. 본 발명의 이러한 특징 및 기타 특징은 상세한 설명의 속고로부터 명백해질 것이다.

도면의 간단한 설명

[0009] 도 1은 실시예 20에 따르는 폴리프로필렌 표면 상으로 중합된 인쇄 패턴의 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 상기한 바와 같이, 본 발명에 따르는 방법은 오가노보란 화학의 다양성을 이용하며, 보다 특히 공기 안정적이지만 아민 반응성 화합물에 노출되는 경우 매우 강력한 자유 라디칼 중합 개시제가 되는 오가노보란 아민 착물에 의해 제공되는 오가노보란 화학의 다양성을 이용한다. 이는 다양한 불포화 단량체들을 실질적으로 즉각적으로 현상시킬 수 있다. 이러한 방법에 의해, 잉크는 피젯팅, 욱필, 고무 또는 탄성중합체 스탬핑, 패드 인쇄, 스크린 인쇄, 스텐실 인쇄 또는 잉크 젯 인쇄를 포함하는 임의의 개수의 잘 정립된 방법에 의해 표면 상에 배치되어, 잉크가 적합한 현상 매체에 노출되는 경우, 주변 조건에서 표면 상에 패턴을 신속하게 현상시킬 수 있다. 상기 현상 매체는 액체, 기체, 고체 또는 이들의 혼합물일 수 있다.

[0011] 현상은 잉크 성분들을 현상 매체와 혼합시키면 발생한다. 잉크 패턴을 표면에 침착시키는 것은 물리적(즉, 흡착)일 수 있거나, 표면과의 공유결합의 형성, 즉 그래프팅을 수반할 수 있다. 염료, 안료 또는 완전 중합된 중합체가, 예를 들면, 휘발되어 잉크를 건조시키는 용매로부터 침착되는 완전 물리적 패턴화 방법과는 반대로, 본 발명은 현상 공정 동안 잉크 시스템이 자유 라디칼 중합을 통해 단량체성 또는 거대단량체성 유체로부터 중합체 필름으로 평균 분자량이 증가하는 반응성 공정이다. 이와 관련하여, 본 발명은 광중합을 기본으로 하는 리소그래피 기술과 유사하지만, 광개시제 또는 광원을 필요로 하지 않으며, 전술한 무수한 기타 이점을 제공한다.

[0012] 상기 잉크 시스템의 필수 성분들은 (i) 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체, (ii) 오가노보란 아민 착물, (iii) 아민 반응성 화합물 및 (iv) 산소이다. 일부 경우, 동일한 화합물이 아크릴산 또는 메타크릴산으로 예시되는 필수적인 관능기를 둘 다 갖는다면 성분(ii)와 성분(iii) 둘 다로 사용될 수 있다. 성분(i) 내지 (iv)의 배합은 잉크와 현상 매체에 임의의 방식으로 분포될 수 있다. 바람직하게는, 성분(ii) 및 (iii)은 현상 전에 산소(iv)의 존재하에 함께 친밀하게 혼합되지 않는다. 통상, 성분(iv) 산소는 공기 형태로 자연적으로 존재하거나, 잉크, 현상 매체 또는 가공 환경으로부터 고의로 배제될 수 있다.

[0013] 예를 들면, 한 양태에서, 상기 방법은 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체(i) 및 오가노보란 아민 착물(ii)을 포함하는 잉크로 표면에 패턴을 형성한 다음, 상기 잉크를 산소(iv)의 존재하에 아민 반응성 화합물(iii)을 포함하는 현상 매체에 노출시켜 표면 상에 패턴을 현상시킴으로써 수행된다.

[0014] 제2 양태에서, 상기 방법은 오가노보란 아민 착물(ii)을 포함하는 잉크로 표면에 패턴을 형성한 다음, 상기 잉크를 산소(iv)의 존재하에 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체(i) 및 아민 반응성 화합물(iii)을 함유하는 현상 매체에 노출시켜 표면 상에 패턴을 현상시킴으로써 수행된다.

[0015] 본 발명의 제3 양태에서, 상기 방법은 성분(iii)을 포함하는 잉크로 표면에 패턴을 형성한 다음, 상기 패턴을 성분(i) 및 성분(ii)를 함유하는 현상 매체에 노출시켜 산소(iv)의 존재하에 표면 상에 패턴을 현상시킴으로써 수행된다. 이러한 양태에서, 패턴은 잉크 배치된 사후분석으로서 표면에 배치되거나, 표면상에 아민 반응성 위

치를 생성시키기 위한 선택적 하도처리, 자외선 또는 코로나 처리와 같은 표면 관능화 단계를 통해 배치되거나, 성분(iii)이 본래부터 또는 첨가제로서 기판에 존재하는 기판의 가공 동안 자가 조립 공정을 통해 동일계에 배치될 수 있다.

[0016] 본 발명의 제4 양태에서, 잉크 시스템은 단일 액키지로 존재하며, 상기 방법은 산소(iv)의 부재하에 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체(i), 오가노보란 아민 착물(ii) 및 아민 반응성 화합물(iii)을 함유하는 잉크로 표면에 패턴을 형성한 다음, 상기 조성물을 산소(iv)를 포함하는 현상 매체에 노출시켜 표면 상에 패턴을 현상시킴으로써 수행된다.

[0017] 본 발명의 제5 양태에서, 잉크 시스템은 단일 액키지로 존재하며, 성분(ii) 및 성분(iii)은 서로, 유액과 같은 다중상 시스템의 별개의 상으로 존재하거나, 성분(ii)와 성분(iii) 중의 하나 이상을 캡슐화함으로써 서로 분리시킨다. 이 경우, 성분(ii)와 성분(iii)은 별개의 상으로 존재하기 때문에, 산소(iv)의 부재하에 잉크를 저장 및 가공할 필요가 없다. 잉크는 바람직한 패턴으로 표면 위에 배치된 다음, 산소(iv)의 현상 매체 속에서 탈유 화제 또는 용매와 같은 화학적 제제를 포함하는 현상 매체에 노출시키거나 전단, 방사선 조사, 가열, 냉각, 가압 또는 감압과 같은 물리적 공정에 노출시킴으로써 현상되어, 성분(ii)와 성분(iii)이 산소(iv)의 존재하에 서로 긴밀하게 접촉한다.

[0018] 본 발명의 임의의 양태에서, 달리 언급하지 않는 한, 성분(i) 및 성분(iv)은 잉크, 현상 매체 또는 이들 둘 다 속에 기타 임의의 성분(v)을 포함할 수 있다. 또한, 임의의 양태에서 성분(i)과 성분(iii)은 요구되는 자유 라디칼 중합성 그룹 및 아민 반응성 그룹 둘 다를 갖는 단일 성분으로 이루어질 수 있다.

[0019] 잉크 시스템이 사용되어 패턴이 현상되는 표면은 제한되지 않는다. 이의 예는 유리 표면, 금속 표면, 석영 표면, 세라믹 표면, 규소 표면, 유기 표면, 경질 중합체 표면, 가요성 탄성중합체 표면 또는 이들의 복합체 표면을 포함한다. 상기 표면은 패턴이 형성된 후 표면을 용융시킴으로써 또 다른 표면으로 전사될 수 있는 자유롭게 수립되는 형판 또는 데칼(decals)을 형성시키기 위해 얼음 또는 드라이 아이스와 같이 동결된 액체일 수 있다. 상기 표면은 물, 헥산, 실리콘 오일 또는 수은과 같은 액체 표면일 수도 있으며, 이때 잉크는 현상이 완료될 때까지 패턴의 바람직한 특징을 유지해야 한다. 바람직하게는, 상기 잉크는 액체 표면에 도포되는 경우 액체 표면에서 퍼지거나 용해되지 않는다. 현상된 중합체성 또는 복합체 패턴의 최종 특성은 특별히 제한되지 않는다. 예를 들면, 잉크 시스템은 경질, 가요성, 투명, 반투명, 불투명, 탄성중합체성, 무정형, 반결정질, 액정, 열가소성, 열경화성, 단열성, 전기절연성, 열적 반전도성, 전기적 반전도성, 열전도성 또는 전기전도성이라도 제형화될 수 있다.

[0020] 상기 잉크는 피켓팅, 욱필, 타이핑, 그라비아 인쇄, 조각, 서모그래피(thermography), 고무 스탬핑, 스크린 인쇄, 패드 인쇄, 스텐실 인쇄 또는 잉크 젯 인쇄를 포함하는 임의의 개수의 잘 정립된 방법에 의해 표면 상에 배치 또는 형성될 수 있다. 마이크로리소그래피 방법을 사용하는 경우와 같이, 패턴은 후속 가공을 위한 포지티브 또는 네가티브 톤 이미지를 제공하도록 현상될 수 있다. 본 발명에 따르는 잉크 시스템을 형성하는 데 사용되는 성분들은 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체(i), 오가노보란 아민 착물(ii), 아민 반응성 화합물(iii) 및 산소(iv)를 포함한다. 이들 성분들은 보다 상세하게 후술된다.

[0021] 자유 라디칼 중합성 단량체, 올리고머 또는 중합체(i)

[0022] 성분(i)은 유기 화합물 또는 유기 금속 화합물(예: 유기 규소 화합물)일 수 있다. 어느 경우에서나, 불포화도를 함유하고 자유 라디칼 중합될 수 있는 단일 단량체, 올리고머 또는 중합체일 수 있다. 단량체, 올리고머 및 중합체의 혼합물도 사용될 수 있다. 많은 경우, 점도, 휘발성, 미경화 상태에서 가공 적성과 해상도를 위한 기판 습윤성, 유리 전이 온도, 경도 또는 용해도와 같은 물리적 특성과 경화 상태에서의 친수성 또는 소수성과 같은 표면 특성을 바람직하게 조합시키기 위해 단량체, 올리고머 및 중합체의 혼합물을 사용하는 것이 바람직하다. 성분(i)이 유기 화합물인 경우, 상기 선택된 화합물은 경화 생성물의 용도에 따라 좌우될 것이다. 일부 적합한 유기 화합물들이 미국 특허 제6,762,260호(2004.07.13)에 기재되어 있으며, 이는 2-에틸헥실아크릴레이트, 2-에틸헥실메타크릴레이트, 메틸아크릴레이트, 메틸메타크릴레이트, 네오펜틸 글리콜 디아크릴레이트, 네오펜틸 글리콜 디메타크릴레이트, 글리시딜 아크릴레이트, 글리시딜 메타크릴레이트, 알릴 아크릴레이트, 알릴 메타크릴레이트, 스테아릴 아크릴레이트, 스테아릴 메타크릴레이트, 테트라하이드로푸르푸릴 메타크릴레이트, 카프로락톤 아크릴레이트, 퍼플루오로부틸 아크릴레이트, 퍼플루오로부틸 메타크릴레이트, 1H, 1H, 2H, 2H-헥타데카플루오로데실 아크릴레이트, 1H, 1H, 2H, 2H-헥타데카플루오로데실 메타크릴레이트, 테트라

하이드로퍼플루오로 아크릴레이트, 페녹시에틸 아크릴레이트, 페녹시에틸 메타크릴레이트, 비스페놀 A 아크릴레이트, 비스페놀 A 디메타크릴레이트, 에톡실화 비스페놀 A 아크릴레이트, 에톡실화 비스페놀 A 메타크릴레이트, 헥사플루오로 비스페놀 A 디아크릴레이트, 헥사플루오로 비스페놀 A 디메타크릴레이트, 디에틸렌 글리콜 디아크릴레이트, 디에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 디프로필렌 글리콜 디아크릴레이트, 디프로필렌 글리콜 디메타크릴레이트, 폴리에틸렌 글리콜 디아크릴레이트, 폴리에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트, 폴리프로필렌 글리콜 디아크릴레이트, 폴리프로필렌 글리콜 디메타크릴레이트, 트리메틸올프로판 트리아크릴레이트, 트리메틸올프로판 트리메타크릴레이트, 에톡실화 트리메틸올프로판 트리아크릴레이트, 에톡실화 트리메틸올프로판 트리메타크릴레이트, 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트, 펜타에리트리톨 트리메타크릴레이트, 펜타에리트리톨 테트라아크릴레이트, 펜타에리트리톨 테트라메타크릴레이트, 메틸-3-부테노에이트, 알릴 메틸 카보네이트, 디알릴 피로카보네이트, 알릴 아세토아세테이트, 디알릴 카보네이트, 디알릴 프탈레이트, 디메틸 이타코네이트, 디알릴 카보네이트 또는 이들의 배합물과 같은 유기 화합물을 포함한다. 기타 유용한 유기 화합물은, 이소시아네이트 반응성 아크릴레이트 단량체, 올리고머 또는 중합체(예: 하이드록시 아크릴레이트)를 이소시아네이트 관능성 예비중합체와 반응시켜 제조한, 아크릴레이트 말단화 폴리우레탄 예비중합체를 포함한다.

[0023] 분자당 평균 하나 이상의 자유 라디칼 중합성 그룹을 가지며 전자, 이온, 정공(hole) 및/또는 포논을 수송할 수 있는 능력을 갖는 전도성 단량체, 도펀트, 올리고머, 중합체 및 거대단량체 부류도 유용하다. 예를 들면, 4,4'4"-트리스[N-(3(2-아크릴로일옥시에틸옥시)페닐)-N-페닐아미노]트리페닐아민 및 4,4'4"-트리스[N-(3(벤조일옥시페닐)-N-페닐아미노)트리페닐아민과 같은 다양한 자유 라디칼 중합성 정공 수송 화합물의 제조방법과 이로부터 제조된 전기발광장치의 제조방법을 기술하고 있는 미국 특허 제5,929,194호(1999.07.27)를 참조한다. 아크릴 관능기 접두어 아크릴로일- 및 아크릴-은 본원에서 상호교환적으로 사용되며, 메타크릴 관능기 접두어 메타크릴로일- 및 메타크릴-도 마찬가지이다.

[0024] 유기 규소 화합물이 성분(i)로서 사용되는 경우에도, 상기 선택된 화합물은 경화 생성물의 용도에 따라 좌우될 것이다. 일반적으로, 이는 평균 하나 이상의 자유 라디칼 중합성 잔기를 갖는 오가노실란 또는 오가노폴리실록산을 포함한다. 상기 유기 규소 화합물은 단량체성, 올리고머성 또는 중합체성일 수 있으며, 또는 단량체 및/또는 올리고머 및/또는 중합체의 혼합물일 수 있다. 이러한 자유 라디칼 중합성 화합물의 고분자량 종은 종종 본 분야에서 거대단량체라고 한다. 유기 규소 화합물은 자유 라디칼 중합성 그룹 중에 일관능성 또는 다관능성 단위를 함유할 수 있다. 이는 선형 중합체, 다양한 구조의 분지형 중합체, 다양한 구조의 공중합체 또는 가교 결합된 중합체성 망상구조로 중합시킬 수 있다. 상기 단량체 및 올리고머는 부가 또는 축합 경화성 중합체를 제조하는 데 통상적으로 사용되는 임의의 단량체 또는 올리고머이거나, 하나 이상의 자유 라디칼 중합성 그룹을 함유한다는 단서하에 다른 유형의 경화반응에 사용되는 단량체 또는 올리고머일 수 있다.

[0025] 적합한 유기 규소 단량체는 통상 화학식 $R''_nSi(OR''')_{4-n}$ 의 구조(여기서, n은 0 내지 4이고, R'' 또는 R''' 그룹 중의 하나 이상이 자유 라디칼 중합성 그룹을 함유한다)를 갖는 화합물을 포함한다. 상기 R'' 및 R''' 그룹은 각각 독립적으로 수소; 할로겐 원자; 또는 알킬 그룹, 할로알킬 그룹, 아릴 그룹, 할로아릴 그룹, 알케닐 그룹, 알키닐 그룹, 아크릴레이트 관능기 및 메타크릴레이트 관능기를 포함하는 유기 그룹일 수 있다. 상기 R'' 및 R''' 그룹은 또한 글리시딜 그룹, 아민 그룹, 에테르 그룹, 시아네이트 에스테르 그룹, 이소시아노 그룹, 에스테르 그룹, 카복실산 그룹, 카복실레이트 염 그룹, 석시네이트 그룹, 무수물 그룹, 머캅토 그룹, 실파이드 그룹, 아지드 그룹, 포스포네이트 그룹, 포스핀 그룹, 마스크된 이소시아노 그룹 및 하이드록실 그룹을 포함하는 기타 유기 관능기를 함유할 수도 있다.

[0026] 자유 라디칼 중합성 유기 규소 단량체의 대표적인 예는 3-메타크릴옥시프로필트리메톡시실란, 3-메타크릴옥시메틸트리메톡시실란, 3-메타크릴옥시프로필트리에톡시실란, 3-아크릴옥시프로필트리메톡시실란, 3-아크릴옥시메틸트리메톡시 실란, 3-메타크릴옥시프로필트리메틸실란, 3-아크릴옥시프로필트리에톡시실란, 3-아크릴옥실프로필트리메틸실란, 비닐트리메톡시실란, 알릴트리메톡시실란, 1-헥세닐트리메톡시실란, 테트라-(알릴옥시실란), 테트라-(3-부테닐-1-옥시)실란, 트리-(3-부테닐-1-옥시)메틸실란, 디-(3-부테닐-1-옥시)디메틸실란, 및 3-부테닐-1-옥시 트리메틸실란과 같은 화합물을 포함한다. 기타 예는 상기 예시된 트리알콕시실란의 디-알콕시 관능성 동족체(예: 3-메타크릴옥시프로필디메틸메톡시실란), 및 상기 예시된 트리알콕시실란의 모노-알콕시관능성 동족체(예: 3-메타크릴옥시프로필디메틸메톡시실란)을 포함한다. 이러한 부류 내에 상기 단량체들의 할로실란 전구체(예: 3-메타크릴옥시프로필트리클로로실란, 3-메타크릴옥시프로필메틸디클로로실란 및 3-메타크릴옥시프로필디메틸클로로실란)도 포함된다. 이러한 유기 규소 화합물용으로 바람직한 자유 라디칼 중합성 잔기는, 이중결합이 관능기에 비해 말단 위치, 내부 위치 또는 이들 위치 둘 다에 배치되는 지방족 불포화 그룹이다. 유기 규소 화합물용으로 가장 바람직한 자유 라디칼 중합성 잔기는 아크릴레이트 그룹 또는 메타크릴레이트 그룹이다.

- [0027] 자유 라디칼 중합성 유기 규소 성분이 단량체, 올리고머 또는 중합체인 경우, 상기 화합물은 선형, 분지형, 과 분지형 또는 수지상 구조를 갖는 오가노폴리실록산일 수 있다. 상기 화합물은 단독중합체성 또는 공중합체성일 수 있다. 오가노폴리실록산용 자유 라디칼 중합성 잔기는 탄소수 2 내지 12의 알케닐 그룹(예: 비닐 그룹, 알릴 그룹, 부테닐 그룹 또는 헥세닐 그룹)과 같은 불포화 유기 그룹일 수 있다. 상기 불포화 유기 그룹은 또한 탄소수 2 내지 12의 알킬닐 그룹(예: 에틸닐 그룹, 프로피닐 그룹 또는 부틸닐 그룹)을 포함할 수 있다. 상기 불포화 유기 그룹은, 알릴옥시폴리(옥시알킬렌) 그룹 또는 이의 할로겐 치환된 동족체와 같은 올리고머성 또는 중합체성 폴리에테르 잔기 상에 자유 라디칼 관능기를 함유할 수 있다. 상기 자유 라디칼 중합성 유기 그룹은 아크릴레이트 관능기 또는 메타크릴레이트 관능기를 함유할 수 있으며, 예를 들면, 아크릴옥시알킬 그룹(예: 아크릴옥시메틸 및 아크릴옥시프로필 그룹) 및 메타크릴옥시알킬 그룹(예: 메타크릴옥시메틸 및 메타크릴옥시프로필 그룹)이다. 상기 불포화 유기 그룹은 중합체 주쇄에 대해 말단 위치, 펜던트 위치 또는 이들 위치 모두에 배치될 수 있다. 단량체성, 올리고머성 및 중합체성 유기 규소 화합물에 바람직한 자유 라디칼 중합성 잔기는 아크릴레이트 그룹 및 메타크릴레이트 그룹이다.
- [0028] 임의의 잔여 규소 결합된 유기 그룹은 지방족 불포화가 없는 1가 유기 그룹일 수 있다. 상기 1가 유기 그룹은 탄소수가 1 내지 20, 바람직하게는 1 내지 10일 수 있으며, 메틸, 에틸, 프로필, 펜틸, 옥틸, 운데실 및 옥타데 실과 같은 알킬 그룹; 사이클로헥실과 같은 사이클로알킬 그룹; 페닐, 톨릴, 크실릴, 벤질 및 2-페닐에틸과 같은 아릴 그룹; 프로필옥시폴리(옥시에틸렌), 프로필옥시폴리(옥시프로필렌), 프로필옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 그룹, 이의 할로겐 치환된 동족체와 같은 알킬옥시폴리(옥시알킬렌) 그룹; 시아노알킬 그룹(예: 시아노에틸 및 시아노프로필)을 포함하는 시아노 관능기; 3-(N-카바졸릴)프로필과 같은 카바졸 그룹; 4-(N, N-디페닐아미노)페닐-3-프로필과 같은 아릴아미노 관능기; 및 3,3,3-트리플루오로프로필, 3-클로로프로필, 디클로로페닐 및 6,6,6,5,5,4,4,3,3-노나플루오로헥실과 같은 할로겐화 탄화수소 그룹이 예시된다.
- [0029] 상기 자유 라디칼 중합성 유기 규소 화합물은 25°C에서의 점도가 0.001Pa·s인 유체로부터 검(gum)으로 조도가 변할 수 있다. 상기 자유 라디칼 중합성 유기 규소 화합물은 승온에서 또는 전단 적용에 의해 유동성이 되는 고체일 수도 있다.
- [0030] 성분(i)은 (a) 화학식 $R^1_3SiO(R^2SiO)_a(R^3R^4SiO)_bSiR^1_3$, (b) 화학식 $R^3R^4SiO(R^2SiO)_c(R^3R^4SiO)_dSiR^3R^4$ 또는 (c) 이들 오가노폴리실록산 유체의 조합을 포함한다.
- [0031] 상기 화학식(a)에서, a는 평균 0 내지 20,000이고, b는 평균 1 내지 20,000이며, c는 평균 0 내지 20,000이고, d는 평균 0 내지 20,000이다. 각각의 R^1 그룹은 독립적으로 1가 유기 그룹이다. R^2 그룹은 각각 독립적으로 불포화 1가 유기 그룹이다. R^3 그룹은 R^1 그룹과 동일할 수 있다. 각각의 R^4 는 독립적으로 불포화 유기 그룹이다.
- [0032] 적합한 R^1 그룹은 아크릴옥시메틸, 아크릴옥시프로필, 메타크릴옥시메틸, 메타크릴옥시프로필 그룹과 같은 아크릴 관능기; 메틸, 에틸, 프로필 및 부틸 그룹과 같은 알킬 그룹; 비닐, 알릴 및 부테닐 그룹과 같은 알케닐 그룹; 에틸닐 및 프로피닐 그룹과 같은 알킬닐 그룹; 페닐, 톨릴 및 크실릴 그룹과 같은 방향족 그룹; 시아노메틸, 시아노에틸 및 시아노프로필 그룹과 같은 시아노알킬 그룹; 3,3,3-트리플루오로프로필, 3-클로로프로필, 디클로로페닐 및 6,6,6,5,5,4,4,3,3-노나플루오로헥실 그룹과 같은 할로겐화 탄화수소 그룹; 알릴옥시(폴리옥시에틸렌), 알릴옥시폴리(옥시프로필렌) 및 알릴옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 그룹과 같은 알케닐옥시폴리(옥시알킬렌) 그룹; 프로필옥시(폴리옥시에틸렌), 프로필옥시폴리(옥시프로필렌) 및 프로필옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 그룹과 같은 알킬옥시폴리(옥시알킬렌) 그룹; 퍼플루오로프로필옥시(폴리옥시에틸렌), 퍼플루오로프로필옥시폴리(옥시프로필렌) 및 퍼플루오로프로필옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 그룹과 같은 할로겐 치환된 알킬옥시폴리(옥시알킬렌) 그룹; 메톡시, 에톡시, n-프로폭시, 이소프로폭시, n-부톡시 및 에틸헥실옥시 그룹과 같은 알콕시 그룹; 3-아미노프로필, 6-아미노헥실, 11-아미노운데실, 3-(N-알릴아미노)프로필, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필, N-(2-아미노에틸)-3-아미노이소부틸, p-아미노페닐, 2-에틸피리딘 및 3-프로필피롤 그룹과 같은 아미노알킬 그룹; 3-글리시독시프로필, 2-(3,4-에폭시사이클로헥실)에틸, 및 5,6-에폭시헥실 그룹과 같은 에폭시알킬 그룹; 아세톡시메틸 및 벤조일옥시프로필 그룹과 같은 에스테르 관능기; 하이드록시 및 2-하이드록시에틸 그룹과 같은 하이드록시 관능기; 3- 이소시아네이트프로필, 트리스-3-프로필이소시아누레이트, 프로필-t-부틸카바메이트, 및 프로필에틸카바메이트 그룹과 같은 이소시아네이트 및 마스킹된 이소시아네이트 관능기; 운데칸알 및 부티르알데히드 그룹과 같은 알데히드 관능기; 3-프로필 석신산 무수물 및 3-프로필 말레산 무수물 그룹과 같은 무수물 관능기; 3-카복시프로필 및 2-

카복시에틸 그룹과 같은 카복실산 관능기; 3-(N-카바졸릴)프로필과 같은 카바졸 그룹; 4-(N,N-디페닐아미노)페닐-3-프로필과 같은 아릴아미노 관능기; 및 3-카복시프로필 및 2-카복시에틸의 아연염, 나트륨염 또는 칼륨염과 같은 카복실산의 금속염을 포함하는 1가 유기 그룹이다.

[0033] R^2 그룹은 비닐, 알릴 및 부테닐 그룹과 같은 알케닐 그룹; 에틸닐 및 프로피닐 그룹과 같은 알킬닐 그룹; 및 아크릴옥시프로필 및 메타크릴옥시프로필 그룹과 같은 아크릴 관능기가 예시된다. 상술한 바와 같이, R^3 그룹은 R^1 그룹과 동일할 수 있다. R^4 그룹은 비닐, 알릴 및 부테닐 그룹과 같은 알케닐 그룹; 에틸닐 및 프로피닐 그룹과 같은 알킬닐 그룹; 알릴옥시(폴리옥시에틸렌), 알릴옥시폴리(옥시프로필렌), 및 알릴옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 그룹과 같은 알케닐옥시폴리(옥시알킬렌) 그룹; 및 아크릴옥시메틸, 아크릴옥시프로필, 메타크릴옥시메틸, 및 메타크릴옥시프로필 그룹과 같은 아크릴 관능기가 예시된다.

[0034] 성분(i)로서 사용하기에 적합한 몇몇 대표적인 오가노폴리실록산 유체는 α, ω -메타크릴옥시프로필-디메틸실릴 말단화 폴리디메틸실록산; α, ω -메타크릴옥시메틸-디메틸실릴 말단화 폴리디메틸실록산; α, ω -아크릴옥시프로필-디메틸실릴 말단화 폴리디메틸실록산; α, ω -아크릴옥시메틸-디메틸실릴 말단화 폴리디메틸실록산; 폴리(아크릴옥시프로필-메틸실록시)-폴리디메틸실록산 공중합체 및 폴리(메타크릴옥시프로필-메틸실록시)-폴리디메틸실록산 공중합체와 같은 펜던트 아크릴레이트 관능성 중합체 및 메타크릴레이트 관능성 중합체; 및 아민 말단화 폴리디메틸실록산에 대한 멀티-아크릴레이트 단량체 또는 멀티-메타크릴레이트 단량체의 마이클 부가반응을 통해 형성된 조성물과 같은 다수의 아크릴레이트 관능기 또는 메타크릴레이트 관능기를 갖는 텔레켈릭 폴리디메틸실록산을 포함한다. 이러한 관능화 반응은 선택적으로 또는 동일계에서 수행될 수 있다.

[0035] 관능화도 및/또는 자유 라디칼 중합성 그룹의 성질이 상이한 오가노폴리실록산 유체들의 혼합물을 사용하는 것이 바람직할 수 있다. 예를 들면, 상기 조성물의 성분(i)로서 N-(메틸)이소부틸-디메틸실릴 말단화 폴리디메틸실록산을 2몰당량의 트리메틸올프로판 트리-아크릴레이트와 마이클 부가반응시켜 제조한 사관능성 텔레켈릭 폴리디메틸실록산을 사용하여, 유사한 중합도(DP)를 갖는 이관능성 메타크릴옥시프로필-디메틸실릴 말단화 폴리디메틸실록산에 비해, 훨씬 신속한 가교결합 효율과 감소된 졸 함량을 획득할 수 있다. 그러나, 후자의 조성물도 저모듈러스 탄성중합체성 페턴을 생성시킨다. 따라서, 상이한 구조들을 갖는 성분(i)의 배합도 상당히 유용할 수 있다. 이러한 오가노폴리실록산 유체의 제조방법이 공지되어 있으며, 상응하는 오가노할로실란의 가수분해 및 축합 또는 사이클릭 폴리디오가노실록산의 평형화를 포함한다.

[0036] 성분(i)은 $R^5SiO_{1/2}$ 단위 및 $SiO_{4/2}$ 단위를 함유하는 MQ 수치; $R^5SiO_{3/2}$ 단위 및 $R^5SiO_{2/2}$ 단위를 함유하는 TD 수치; $R^5SiO_{1/2}$ 단위, $R^5SiO_{3/2}$ 단위 및 $R^5SiO_{2/2}$ 단위를 함유하는 MT 수치; $R^5SiO_{1/2}$ 단위, $R^5SiO_{3/2}$ 단위 및 $R^5SiO_{2/2}$ 단위를 함유하는 MTD 수치; 또는 이들의 혼합물을 포함하는 오가노실록산 수치일 수 있다. 이들 오가노실록산 수치에서 각각의 R^5 그룹은 1가 유기 그룹을 나타낸다. 상기 1가 유기 그룹 R^5 는 탄소수가 1 내지 20, 바람직하게는 1 내지 10일 수 있다.

[0037] R^5 그룹의 적합한 1가 유기 그룹의 몇몇 예는 아크릴레이트 관능기(예: 아크릴옥시알킬 그룹), 메타크릴레이트 관능기(예: 메타크릴옥시알킬 그룹), 시아노 관능기 및 1가 탄화수소 그룹을 포함한다. 1가 탄화수소 그룹은 알킬 그룹(예: 메틸, 에틸, 프로필, 펜틸, 옥틸,운데실 및 옥타데실 그룹), 사이클로알킬 그룹(예: 사이클로헥실 그룹), 알케닐 그룹(예: 비닐, 알릴, 부테닐 및 헥세닐 그룹), 알킬닐 그룹(예: 에틸닐, 프로피닐 및 부티닐 그룹), 아릴 그룹(예: 페닐, 톨릴, 크실릴, 벤질 및 2-페닐에틸 그룹), 할로겐화 탄화수소 그룹(예: 3,3,3-트리플루오로프로필, 3-클로로프로필, 디클로로페닐, 및 6,6,6,5,5,4,4,3,3-노나플루오로헥실 그룹), 및 시아노알킬 그룹(예: 시아노에틸 및 시아노프로필 그룹)을 포함하는 시아노 관능기를 포함한다.

[0038] R^5 그룹은 또한 프로필옥시(폴리옥시에틸렌), 프로필옥시폴리(옥시프로필렌) 및 프로필옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 그룹과 같은 알킬옥시폴리(옥시알킬렌) 그룹; 퍼플루오로프로필옥시(폴리옥시에틸렌), 퍼플루오로프로필옥시폴리(옥시프로필렌) 및 퍼플루오로프로필옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 그룹과 같은 할로겐 치환된 알킬옥시폴리(옥시알킬렌) 그룹; 알릴옥시폴리(옥시에틸렌), 알릴옥시폴리(옥시프로필렌) 및 알릴옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 그룹과 같은 알케닐옥시폴리(옥시알킬렌) 그룹; 메톡시, 에톡시, n-프로폭시, 이소프로폭시, n-부톡시 및 에틸헥실옥시 그룹과 같은 알콕시 그룹; 3-아미노프로필, 6-아미노헥실, 11-아미노운데실, 3-(N-알릴아미노)프로필, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프

로필, N-(2-아미노에틸)-3-아미노이소부틸, p-아미노페닐, 2-에틸피리딘 및 3-프로필피롤 그룹과 같은 아미노알킬 그룹; 테트라메틸피페리디닐 옥시프로필 그룹과 같은 장애된 아미노알킬 그룹; 3-글리시독시프로필, 2-(3,4,-에폭시사이클로헥실)에틸 및 5,6-에폭시헥실 그룹과 같은 에폭시알킬 그룹; 아세톡시메틸 및 벤조일옥시프로필 그룹과 같은 에스테르 관능기; 하이드록시 및 2-하이드록시에틸 그룹과 같은 하이드록시 관능기; 3-이소시아네이트프로필, 트리스-3-프로필이소시아누레이트, 프로필-t-부틸카바메이트 및 프로필에틸카바메이트 그룹과 같은 이소시아네이트 및 마스킹된 이소시아네이트 관능기; 운데칸알 및 부티랄데히드 그룹과 같은 알데히드 관능기; 3-프로필 석신산 무수물 및 3-프로필 말레산 무수물 그룹과 같은 무수물 관능기; 3-카복시프로필, 2-카복시에틸 및 10-카복시데실 그룹과 같은 카복실산 관능기; 3-(N-카바졸릴)프로필과 같은 카바졸 그룹; 4-(N,N-디페닐아미노)페닐-3-프로필과 같은 아릴아미노 관능기; 및 3-카복시프로필 및 2-카복시에틸의 아연염, 나트륨염 및 칼륨염과 같은 카복실산의 금속염을 포함할 수 있다.

[0039] 상기 오가노실록산 수지는 불포화 유기 그룹과 같은 자유 라디칼 중합성 그룹을 평균 1 내지 40몰% 함유할 수 있다. 상기 불포화 유기 그룹은 알케닐 그룹, 알키닐 그룹, 아크릴레이트- 관능기, 메타크릴레이트- 관능기, 또는 이러한 그룹들의 조합일 수 있다. 본원에서, 오가노실록산 수치에서 불포화 유기 그룹의 몰%, 상기 수치 중의 불포화 그룹 함유 실록산 단위의 몰 수(i)/ 상기 수치 중의 실록산 단위의 총 몰 수(ii)의 비에 인자 100을 곱한 값으로 간주된다. 성분(i)로서 유용한 적합한 오가노실록산 수지의 몇몇 특정 예는 M^{메타크릴옥시메틸}Q^{메타크릴옥시프로필} 수치, M^{메타크릴옥시프로필}Q^{메타크릴옥시메틸} 수치, MT^{메타크릴옥시메틸}T^{메타크릴옥시프로필} 수치, MT^{메타크릴옥시프로필}T^{메타크릴옥시메틸} 수치, MDT^{메타크릴옥시메틸}T^{페닐}T^{메타크릴옥시프로필} 수치, MDT^{메타크릴옥시프로필}T^{페닐}T^{메타크릴옥시메틸} 수치, M^{비닐, 페닐}T^{메타크릴옥시메틸} 수치, TT^{메타크릴옥시메틸} 수치, TT^{메타크릴옥시프로필} 수치, T^{페닐, 메타크릴옥시메틸}T^{메타크릴옥시프로필} 수치, T^{페닐, 메타크릴옥시메틸}T^{메타크릴옥시프로필} 수치, TT^{페닐, 메타크릴옥시메틸}T^{메타크릴옥시프로필} 수치 및 TT^{페닐, 메타크릴옥시프로필}T^{메타크릴옥시메틸} 수치(여기서, M, D, T 및 Q는 위에서 정의한 바와 동일한 의미를 갖는다)이다.

[0040] 이러한 오가노실록산 수지의 제조방법은 공지되어 있으며, 미국 특허 제2,676,182호(1954.4.20)에 기술된 바와 같이, 실리카 하이드로졸 캠퍼링 공정에 의해 제조된 수치 공중합체를 알케닐 함유 말단차단 시약으로 처리함으로써 수지를 제조하는 방법을 포함한다. 상기 방법은 실리카 하이드로졸을 산성 조건하에 가수분해성 트리오가노실란(예: 트리메틸클로로실란), 실록산(예: 헥사메틸디실록산) 또는 이들의 혼합물과 반응시킨 다음, M 단위 및 Q 단위를 갖는 공중합체를 회수하는 단계를 수반한다. 상기 공중합체는 전형적으로 하이드록실 그룹 약 2 내지 5중량%를 함유한다. 이어서, 규소 결합된 하이드록실 그룹을 2중량% 미만 함유하는 오가노실록산 수지는, 상기 공중합체를 생성물에 불포화 유기 그룹 3 내지 30몰%를 제공하기에 충분한 양으로 불포화 유기 그룹을 함유하는 말단차단제 및 지방족 불포화도가 없는 말단차단제와 반응시킴으로써 제조할 수 있다. 일부 적합한 말단차단제는 실라잔, 실록산 및 실란이고, 바람직한 말단차단제는 미국 특허 제4,584,355호(1986.04.22), 제4,585,836호(1986.4.29) 및 제4,591,622호(1986.05.22)에 기술되어 있다. 단일 말단차단제 또는 말단 차단제 혼합물을 사용하여 상기 오가노실록산 수지를 제조할 수 있다.

[0041] 성분(i)로서 사용될 수 있는 또 다른 유형의 유기 규소 화합물은, 중합체성 주쇄를 갖는 유기 화합물을, 분자 1 개당 평균 하나 이상의 자유 라디칼 중합성 그룹이 혼입되어 있는 오가노폴리실록산과 함께 공중합시켜 형성한 조성물이다. 일부 적합한 유기 화합물은 폴리이소부틸렌, 폴리부타디엔 및 폴리이소프렌과 같은 탄화수소계 중합체; 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 및 폴리에틸렌 폴리프로필렌 공중합체와 같은 폴리올레핀; 폴리스티렌; 스티렌 부타디엔; 및 아크릴로니트릴 부타디엔 스티렌; 폴리아크릴레이트; 폴리에틸렌 옥사이드 또는 폴리프로필렌 옥사이드와 같은 폴리에테르; 폴리에틸렌 테레프탈레이트 또는 폴리부틸렌 테레프탈레이트와 같은 폴리에스테르; 폴리아미드; 폴리카보네이트; 폴리이미드; 폴리우레아; 폴리메타크릴레이트; 폴리티오펜; 폴리피롤; 폴리아닐린; 폴리아세틸렌; 폴리페닐렌 비닐렌; 폴리비닐피리렌; 폴리테트라플루오로에틸렌과 같은 부분 불소화 또는 과불소화 중합체; 불소화 고무; 말단 불포화 탄화수소; 올레핀; 및 폴리올레핀을 포함한다. 상기 유기 화합물은 다수의 유기 관능성, 다수의 오가노폴리실록산 관능성 또는 오가노폴리실록산과 유기 화합물의 배합을 함유하는 중합체를 포함하는 상기 중합체 중의 임의의 공중합체일 수 있다. 상기 공중합체성 구조는 반복 단위의 배열을 랜덤, 그래프트로부터 본질적으로 블록킹 상태에 이르기까지 다양할 수 있다.

[0042] 성분(i)는, 평균 하나 이상의 자유 라디칼 중합성 그룹을 함유할 뿐 아니라, 물리적 전이 온도를 갖거나, 물리적 전이 온도를 갖는 유기 관능기를 갖거나, 중합 또는 가교결합시, 물리적 전이 온도, 즉 유리 전이 또는 용융 전이를 갖는 입자를 형성할 수 있으며, 이로써 상기 조성물이 사용 조건하에 특정 온도에 도달하면 연화에 의해 표시되는 변화 또는 점도의 비선형 감소를 겪는다. 이러한 물질은 열 도입에 의해 방출되는 활성물의 캡슐화에 특히 유용하다. 예를 들면, 성분(i)의 오가노폴리실록산계 물질은 유기 관능성 실리콘 왁스일 수 있다. 상기 왁스는 가교결합되지 않은 유기 관능성 실리콘 왁스, 가교결합된 유기 관능성 실리콘 왁스 또는 이들 왁스의 배

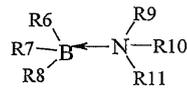
합물일 수 있다. 이들과 같은 실리콘 왁스는 시판 중이며, 미국 특허 제6,620,515호(2003.09.16)에 기술되어 있다. 유기 관능성 실리콘 왁스가 아크릴레이트 또는 메타크릴레이트 그룹과 같은 하나 이상의 자유 라디칼 중합성 그룹을 함유하는 경우, 상기 왁스는 성분(i)로서 사용되는 경우 상 변화를 부여하는 데 유용하다. 성분(i)는 또한 상술한 바와 같은 유기 화합물, 유기 규소 화합물 및/또는 오가노폴리실록산 화합물 중의 임의의 화합물의 혼합물을 포함할 수 있다.

[0043] 성분(i)의 일부 대표적이고 바람직한 예는 아크릴성 및 메타크릴성 유기 단량체, 다관능성 단량체 및 거대단량체를 포함한다. 또한, (메트)아크릴 관능성 실록산 선형 중합체, 수지 및 공중합체가 또한 성분(i)로서 포함될 수 있고, 표면 에너지, 모듈러스, 열 안정성, 내습성 및 소수성 균형과 같은 특성을 변화시키는 데 특히 유용하다.

[0044] 오가노보란아민 착물(ii)

[0045] 오가노보란 아민 착물(ii)은 오가노보란과, 주변 조건하에서 상기 착물을 안정화시키는 데에 적합한 아민 화합물로부터 형성되는 착물이다. 착물(ii)는 아민 반응성 화합물의 도입 및/또는 가열에 의해 성분(i)의 중합 또는 가교결합을 개시할 수 있어야 한다. 예를 들면, 트리알킬보란과 각종 아민 화합물로부터 형성된 알킬보란 아민 착물이다. 성분(ii)를 형성하기에 유용한 트리알킬보란의 예는 화학식 BR₃의 트리알킬보란(여기서, R는 탄소수 1 내지 20의 선형 및 분지형 지방족 또는 방향족 탄화수소 그룹을 나타낸다)을 포함한다. 몇몇 예는 트리에틸보란, 트리-n-부틸보란, 트리-n-옥틸보란, 트리-2급-부틸보란, 트리도데실보란 및 페닐디에틸보란을 포함한다.

[0046] 발명의 명칭이 "유기 규소 관능성 붕소 아민 촉매 착물 및 이로부터 제조된 경화성 조성물(Organosilicon Functional Boron Amine Catalyst Complexes and Curable Compositions Made Therefrom)"이고 본 발명과 출원인이 동일하며 2005년 1월 4일자로 출원되어 공계류 중인 미국 특허원 제60/641,353호에 기재된 유기 규소 관능성 붕소 화합물의 부류가 또한 오가노보란-아민 착물의 오가노보란 성분으로서 유용하다. 일반적으로, 이들 화합물은 하나 이상의 규소 원자를 함유하는 유기 규소 관능성 오가노보란 분획을 갖는 착물로 이루어지며, 상기 규소 원자는 규소 원자 함유 그룹, 실록산 올리고머 함유 그룹 또는 실록산 중합체 함유 그룹으로서 착물의 유기 규소 관능성 오가노보란 분획에 존재한다. 공계류 중인 상기 특허원에 나타낸 바와 같이, 유기 규소 관능성



보란 아민 촉매 착물은 화학식 $\begin{array}{c} R^6 \\ | \\ R^7 - B \leftarrow N - R^{10} \\ | \quad | \\ R^8 \quad R^{11} \end{array}$ 의 화합물(여기서, B는 붕소이고, R⁶, R⁷ 및 R⁸은 수소, 사이클로알킬 그룹, 주쇄 상의 탄소수가 1 내지 12인 선형 또는 분지형 알킬 그룹, 알킬아릴 그룹, 오가노실란 그룹, 오가노실록산 그룹, 붕소 원자에 대한 공유 브릿지로서 작용할 수 있는 알킬렌 그룹, 붕소 원자에 대한 공유 브릿지로서 작용할 수 있는 2가 오가노실록산 그룹, 및 이의 할로겐 치환된 동족체이며, 단 R⁶, R⁷ 및 R⁸ 그룹 중의 하나 이상이 하나 이상의 규소 원자를 함유하고, 상기 규소 함유 그룹이 붕소에 공유결합되며, R⁹, R¹⁰ 및 R¹¹은 붕소를 착화시킬 수 있는 아민 화합물 또는 폴리아민 화합물을 제공하는 그룹이고, R⁶, R⁷ 및 R⁸ 그룹 중의 둘 이상과 R⁹, R¹⁰ 및 R¹¹ 그룹 중의 둘 이상은 각각 이들 2개의 배합된 그룹으로부터 원자수의 총 합이 11을 초과하지 않는다는 조건하에 헤테로사이클릭 구조를 형성하도록 배합될 수 있다)이다. 필요하다면, 추가의 세부 사항을 위해 상기 공계류 중인 특허원을 참조해야 할 수 있다.

[0047] 오가노보란 화합물과 함께 오가노보란 아민 착물(ii)을 형성하는 데 유용한 아민 화합물의 몇몇 예는 1,3-프로판 디아민, 1,6-헥산디아민, 메톡시프로필아민, 피리딘 및 이소포론 디아민과 같은 유기 아민 화합물을 포함한다. 오가노보란 아민 착물을 형성하는 데 유용한 아민 화합물의 기타 예는 미국 특허 제6,777,512호(2004.08.17) 뿐만 아니라 미국 특허 제6,806,330호(2004.10.19)에 기술되어 있다.

[0048] 3-아미노메틸트리메톡시실란, 3-아미노프로필트리메톡시실란, 3-아미노메틸트리에톡시실란, 3-아미노프로필트리에톡시실란, 2-(트리메톡시실릴에틸)피리딘, 아미노프로필실란트리올, 3-(m-아미노페녹시)프로필트리메톡시실란, 3-아미노프로필디이소프로필메톡시실란, 아미노페닐트리메톡시실란, 3-아미노프로필트리스(메톡시에톡스에톡시)실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노메틸트리메톡시실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필트리메톡시실란, N-(6-아미노헥실)아미노메틸트리메톡시실란, N-(2-아미노에틸)-11-아미노운데실트리메톡시실란, (아미노에틸아미노메틸)페네틸트리메톡시실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필메틸디메

특시실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노이소부틸메틸디메톡시실란, 및 (3-트리메톡시실틸프로필)디에틸렌-트리아민과 같은 아미노실란을 포함하는 규소 함유 아민 화합물이 또한 오가노보란 아민 착물을 형성하는 데 사용될 수 있다.

[0049] 아민 관능성 오가노폴리실록산은 화학식 (a) 및 (b)에서 상술한 유기 규소 화합물 및 오가노폴리실록산 수지로서 전술한 화합물들을 포함하는 오가노보란 아민 착물(ii)을 형성하는 데에도 유용하다. 이는 분자가 3-아미노프로필, 아미노메틸, 2-아미노에틸, 6-아미노헥실, 11-아미노운데실, 3-(N-알틸아미노)프로필, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필, N-(2-아미노에틸)-3-아미노이소부틸, p-아미노페닐, 2-에틸피리딘 및 3-프로필피롤과 같은 하나 이상의 아민 관능기를 함유한다는 조건에 따른다.

[0050] 특정 예는, 말단 및/또는 펜던트 아민-관능성 폴리디메틸실록산 올리고머 및 중합체; 폴리디메틸실록산 및 폴리(6,6,6,5,5,4,4,3,3-노플루오로헥실-메틸실록산)의 말단 및/또는 펜던트 아민-관능성 랜덤, 그래프트 및 블록 공중합체; 및 폴리디메틸실록산 및 폴리페닐메틸실록산의 말단 및/또는 펜던트 아민-관능성 랜덤, 그래프트 및 블록 공중합체 및 공-올리고머를 포함한다. 유용한 화합물의 기타 예는 오가노폴리실록산 수지로서 전술한 아민 관능성 화합물과 같은 수지상 아민 관능성 실록산 뿐만 아니라 아민 관능성 폴리실세스퀴옥산도 포함한다.

[0051] N-(3-트리에틸옥시실틸프로필)-4,5-디하이드로이미다졸, 우레이도프로필트리에톡시실란, 상기한 화학식(a) 및 (b)와 유사한 실록산, 및 하나 이상의 그룹이 이미다졸, 아미딘 또는 우레이도 관능기인 오가노폴리실록산으로서 전술한 화합물을 포함하는 기타 질소 함유 화합물들이 또한 오가노보란 아민 착물(ii)을 형성하기에 유용하다. 아민 화합물이 중합체성인 경우, 이의 분자량은 제한되지 않으나, 조성물의 중합이 가능하도록 충분히 고농도의 봉소를 유지하는 정도여야 한다. 예를 들면, 2-파트 잉크 시스템에서, 오가노보란 개시제를 함유하는 파트는 단량체와 캡슐화될 임의의 활성 성분으로 희석되거나 개시제 착물만으로 이루어질 수 있다.

[0052] 필요한 경우, 상기 잉크 시스템은 고형 입자에 오가노보란 아민 착물을 물리적으로 또는 화학적으로 부착시킴으로써 안정화될 수 있다. 이는 반응 시간을 조절할 뿐만 아니라 저장하는 동안 조성물의 다른 성분들과 심하게 분리되지 않도록 액상 오가노보란 아민 착물을 안정화시키는 방법을 제공한다. 예를 들면, 화학적 부착은 제분 실리카, 침강 실리카, 탄산칼슘 또는 황산 바륨과 같은 고체 입자를 아민 그룹을 함유하는 촉합 반응성 화합물(예: 아미노프로필트리에톡시실란)으로 전처리함으로써 수행될 수 있다. 바람직한 특성을 부여하기 위해 입자 크기와 입자 크기 분포를 조절하는 것이 통상 바람직하지만, 입자 크기는 원래 제한되지 않으며, 분리된 나노입자, 즉 나노미터 직경으로부터 응집되거나 용합된 구조물의 밀리미터 크기에 이르기까지의 범위일 수 있다. 상기 전처리에 이어서, 오가노보란 화합물로 착화시키거나, 미리 형성된 촉합 반응성 오가노보란 아민 착물을 사용하여 상기 고체 입자를 직접 처리한다. 상기 고체 입자가 표면 관능기를 함유하는 경우, 본래 아민 반응성인 표면 처리제 또는 불순물과 같은 첨가제는 부착되는 오가노보란 아민 착물의 불완전 탈착물화를 피하기 위해 적절한 예방책을 필요로 한다. 아민 반응성 물질을 함유하는 고체 입자는 오가노보란 아민 착물화제의 부착 전에 정제되거나 중화될 수 있다. 또는, 오가노보란 아민 착물의 부착은 산소 비함유 환경에서 수행될 수 있다.

[0053] 성분(ii)의, 미립자라기 보다는 일체식, 즉 연속적 표면에 대한 예비 부착이 본 발명의 양태에서 수행될 수 있으며, 이때 성분(ii)가 표면에 미리 도포된 다음, 성분(iii)에 노출된다. 예를 들면, 등몰량의 트리에틸보란으로 착화된, 알콕시실릴 그룹(예: 3-아미노프로필트리에톡시실란)을 갖는 오가노보란-아민 착물을, 표면과 착물 사이의 강한 상호작용 또는 반응성에 따라, 금 또는 유리와 같은 표면에 예비 부착할 수 있다. 상기 예비 부착은, 잉크 시스템의 나머지 성분들 중의 하나 이상이 목적하는 패턴으로 배치되는 한, 목적하는 패턴의 이미지로 선택적으로 수행될 수 있거나 일반적인 처리 또는 하도 처리로서 수행될 수 있다. 전술한 바와 같이, 성분(i)이 상기 양태에서 성분(ii), 성분(iii) 또는 이들 둘 다와 함께 도포될 수 있다. 기판 상의 패턴 형성 및 접착력을 조절하기 위해, 상기 조성물에서 표면 에너지가 낮은 알킬보란-아민 착물과 표면 에너지가 높은 알킬보란-아민 착물의 배합물을 사용하는 것이 바람직할 수 있다.

[0054] 아민 반응성 그룹을 갖는 아민 반응성 화합물(iii)

[0055] 상기 중합성 조성물은 오가노보란 아민 착물(ii)과 혼합하여 산소화 환경에 노출되는 경우 패턴 현상을 개시할 수 있는 아민 반응성 화합물(iii)을 함유할 수 있다. 아민 반응성 화합물은 액체, 기체 또는 고체로서 전달될 수 있다. 상기 아민 반응성 화합물은 소형 분자, 단량체, 올리고머, 중합체 또는 이들의 혼합물일 수 있으며, 수성 또는 비수성 용매와 같은 캐리어에 의해 또는 충전제 입자에 의해 희석되거나 운반될 수도 있다. 성분(iii)의 존재는 실온 및 실온 미만을 포함하는 오가노보란 아민 착물(ii)의 해리 온도 미만의 온도에서 패턴 현

상이 신속하게 이루어지도록 한다. 산소 존재하의 불완전 현상을 방지하기 위해, 성분(ii)와 성분(iii)은 패턴을 형성하는 것이 바람직한 시점 직전까지 물리적으로 또는 화학적으로 분리되는 것이 바람직하다. 예를 들면, 상기 조성물은 초기에는 2개의 별개 용액으로 제조된 다음, 현상 개시 직전에 하나로 합쳐질 수 있다. 성분(ii)와 성분(iii)이 산소 중에서 서로 긴밀하게 접촉하지 않는 한, 조성물의 나머지 성분들은 임의 방식으로 2개의 용액에 분배될 수 있다.

[0056] 예를 들면, 제1 용액, 즉 본원에서는 성분(i) 및 성분(ii)를 포함하는 잉크와 성분(iii)을 포함하는 제2 용액은 둘 다 공기 안정성이지만, 잉크가 표면 상에 패턴으로 침착된 후, 상기 패턴이 주변 조건에서 제2 용액에 노출되는 경우 패턴이 신속하게 현상되어 패턴을 고화시킨다. 또는, 성분(ii), 성분(iii) 또는 이들 둘 다는 캡슐화되어 별도의 상으로 전달될 수 있다. 이는 성분(ii) 및 성분(iii) 중의 하나 또는 둘 다를 고체 형태로 도입시켜 성분(ii)와 성분(iii)의 긴밀한 접촉을 방지함으로써 달성될 수 있다. 패턴의 현상은 (a) 고체 상 성분 또는 캡슐화물의 연화 온도 이상으로 상기 패턴을 가열함으로써 또는 (b) 성분(ii)와 성분(iii)이 혼합되도록 고체 상용 가용화제를 도입시킴으로써 활성화될 수 있다.

[0057] 또 다른 방법은 유액과 같은 헤테로상 액체 용액을 사용하는 단계를 포함하며, 여기서 성분(ii)와 성분(iii)은 잉크를 포함하는 별개의 액상으로 존재한다. 이후, 상기 패턴은 유액을 파괴하기 위한 전단 또는 가열에 의해 물리적으로 현상되거나, 성분(ii) 및 성분(iii)를 서로 접촉시키고 반응시키는 화합물에 상기 패턴을 노출시킴으로써 화학적으로 현상될 수 있다. 성분(ii) 및 성분(iii)은 또한 무산소 조건하에 혼합되는 컨테이너 내에 상기 두 성분을 패키징함으로써 현저한 현상 없이 단일 컨테이너에서 합쳐질 수 있다. 이 경우, 패턴 현상은 잉크에 산소를 도입시킴으로써 개시될 수 있다.

[0058] 산소의 존재하에 잉크 현상을 신속하게 개시시킬 수 있는 아민 반응성 그룹을 갖는 아민 반응성 화합물(iii)의 몇몇 예는 무기산, 루이스산, 카복실산, 카복실산 유도체(예: 무수물 및 석시네이트), 카복실산 금속염, 이소시아네이트, 알데히드, 에폭사이드, 산 클로라이드 및 설폰일 클로라이드를 포함한다. 몇몇 적합한 아민 반응성 화합물은 아크릴산, 메타크릴산, 폴리아크릴산, 폴리메타크릴산, 메타크릴산 무수물, 운데실렌산, 올레산, 라우르산, 라우르산 무수물, 시트라콘산 무수물, 아스코르브산(비타민 C), 이소포론 디이소시아네이트 단량체 또는 올리고머, 메타크릴로일 이소시아네이트, 2-(메타크릴로일옥시)에틸 아세토아세테이트, 운데실렌산 알데히드, 및 도데실 석신산 무수물을 포함한다.

[0059] 상기 아민 반응성 화합물은 유기 규소 또는 오가노폴리실록산 함유 아민 반응성 그룹일 수 있다. 이의 몇몇 예는 3-이소시아네이트프로필트리메톡시실란, 3-이소시아네이트메틸트리메톡시실란, 및 3-글리시독시프로필트리메톡시실란과 같은 오가노실란을 포함한다. 사용될 수 있는 아민 반응성 그룹을 함유하는 기타 유기 규소 화합물은 트리에톡시실릴프로필 석신산 무수물; 프로필석신산 무수물 관능화 선형, 분지형, 수지상 및 과분지형 오가노폴리실록산; 메틸석신산 무수물 관능화 선형, 분지형, 수지상 및 과분지형 오가노폴리실록산; 사이클로헥세닐 무수물 관능화 선형, 수지상 및 과분지형 오가노폴리실록산; 카복실산 관능화 선형, 분지형, 수지상 및 과분지형 오가노폴리실록산(예: 카복시데실 말단화 올리고머성 또는 중합체성 폴리디메틸실록산); 및 알데히드 관능화 선형, 분지형, 수지상 및 과분지형 오가노폴리실록산(예: 운데실렌산 알데히드-말단화 올리고머성 또는 중합체성 폴리디메틸실록산)을 포함한다.

[0060] 미국 특허 제6,777,512호는 수분 노출시 산을 방출하는 특정 화합물을 포함하는 성분(iii)으로서 사용될 수 있는 규소 함유 화합물을 기술한다. 상기 미국 특허 제6,777,512호는 또한 성분(iii)으로서 사용될 수 있는 탈착물화제로서 지칭되는 기타 아민 반응성 화합물을 기술한다.

[0061] 본 발명의 기술의 탁월한 이점이 방사선 공급원을 필요로 하지 않는 주변 조건하에서의 신속한 현상임에도 불구하고, 상기 조성물은 음영진 영역 또는 깊은 부위에서 경화가 이루어질 수 있도록 반응을 촉진시키기 위해 또는 기관에 개선된 접착력을 부여하기 위해 자외선 또는 전자-빔 공급원하에서와 같은 기존의 조사 공정을 사용하여 패턴을 생성시키는 데 사용될 수 있다. 이 경우, 광산 발생체와 같은 자외선 방사선에 노출시 아민 반응성 그룹을 발생시킬 수 있는 화합물을 포함하는 것이 유용할 수 있다. 이러한 화합물의 몇몇 예는 $[SbF_6]^-$ 대이온 함유 요오도늄염을 포함한다. 이러한 양태에서, 이소프로필티옥산톤과 같은 광감작 화합물을 임의로 포함하는 것이 유용할 수 있다.

[0062] 일부 경우에서, 고체 입자에 아민 반응성 화합물을 부착시키는 것이 바람직할 수 있다. 고체 입자는 전기 전도성 또는 열 전도성과 같은 특성 또는 강전자 특성을 가짐으로써, 생성된 패턴이 후속 용도에서 보다 유용해지도록 할 수 있다. 아민 반응성 그룹의 부착은 동일계 내에서 또는 선행적으로 다수의 공지된 표면 처리에 의해

달성될 수 있다. 몇몇 표면 처리방법은, 예를 들면, 제분 실리카, 침강 실리카, 탄산칼슘, 카본 블랙, 탄소 나노입자, 규소 나노입자, 황산바륨, 이산화티탄, 산화알루미늄, 질화붕소, 은, 금, 백금, 팔라듐 및 이들의 합금; 또는 기본 금속(예: 니켈, 알루미늄, 구리 및 스틸)과 같은 고체 입자를 촉합 반응성 화합물로 전처리하는 공정을 포함한다. 이후, 전처리된 고체 입자를 아민 반응성 그룹을 갖는 화합물과 반응시키거나, 전처리된 고체 입자를 가수분해성 잔기를 갖는 아민 반응성 화합물을 사용하여 직접 처리시킨다. 이 경우, 아민 반응성 화합물이 부착되는 입자들은 잉크 시스템에서 입자들의 분산을 촉진시키기 위해 중합 매체와 유사한 밀도를 갖는 것이 바람직하다.

[0063] 부착용으로 사용될 수 있는 촉합 반응성 화합물의 몇몇 예는 이소시아네이트메틸트리에톡시실란, 이소시아네이트프로필트리에톡시실란, 이소시아네이트메틸트리에톡시실란, 이소시아네이트프로필트리에톡시실란, 트리에톡시실릴운데칸알, 글리시독시메틸트리에톡시실란, 글리시독시프로필트리에톡시실란, 3-(트리에톡시실릴)메틸석신산 무수물, 3-(트리에톡시실릴)프로필석신산 무수물, 및 2-(4-클로로로실포닐페닐) 에틸트리에톡시실란을 포함한다. 고체 입자들에 대한 아민 반응성 화합물의 부착은 산 염기 착물, 수소 결합된 착물 또는 산 염의 형성에 전도성인 조건하에 적합한 표면 관능성을 갖는 충전제와 산 관능성 화합물을 혼합시킴으로써 달성될 수도 있다.

[0064] 몇몇 입자형 충전제는 시판 중이며, 유행제로도 지칭되는 표면 처리제로 전처리되거나, 카복실산과 같은 아민 반응성 그룹을 함유하는 불순물과 함께 수득될 수 있다. 이러한 방식으로 성분(iii)과 임의의 성분이 처리된 충전제 형태로 함께 전달될 수 있다. 이 경우 수득되는 이점은, 오가노보란 아민 착물과 충전제 상의 아민 반응성 그룹 사이의 반응이 충전제 입자 표면으로부터 유행제를 제거하는 것을 도울 수 있다. 상기 유행제는 농축된 형태의 입자의 안정성을 위해 필요하지만, 충전제의 의도된 기능을 방해할 수 있다. 성분(ii)와 아민 반응성 유행제의 반응은 입자 표면으로부터 유행제를 효과적으로 제거할 수 있으며, 이로써 입자를 활성화시킨다. 전형적인 예는 지방산 처리된 은 충전제 입자이며, 여기서 지방산 유행제는 최종 형태의 전기 전도성을 설정하는 데 필요한 입자 대 입자 접촉을 방해한다.

[0065] 아민 반응성 그룹을 함유하는 충전제와 아민 화합물에 대해 불활성인 충전제의 배합을 사용하는 것이 안정성을 위해 유리할 수도 있다. 예를 들면, 성분(ii)와 성분(iii)이 별개의 용액에 유지되는 경우, 아민 화합물에 불활성인 충전제는 알킬보란 아민 착물(ii)과 배합되는 반면, 충전제 함유 아민 반응성 그룹은 성분(ii)로부터 별개의 컨테이너로 패키징될 수 있다. 이 경우, 성분(i)은 조성물의 임의의 파트 또는 1개 이상의 파트와 함께 배합될 수 있다. 또는, 아민 반응성 화합물(iii)은 조성물의 나머지 성분들을 함유하는 반응 용기에 기상으로 전달되도록 하는 조건하에 도입될 수 있다.

[0066] 성분(iii)의, 미립자라기 보다는 일체식, 즉 연속적 표면에 대한 예비 부착이 본 발명의 양태에서 수행될 수 있으며, 이때 성분(iii)이 표면에 미리 도포된 다음, 성분(iii)에 노출된다. 예를 들면, 3-이소시아노프로필트리에톡시실란과 같은 알콕시실란 그룹을 갖는 아민 반응성 화합물을, 표면과 착물 사이의 강한 상호작용 또는 반응성에 따라, 금 또는 유리와 같은 표면에 예비 부착할 수 있다. 상기 예비 부착은, 잉크 시스템의 나머지 성분들 중의 하나 이상이 목적하는 패턴으로 배치되는 한, 목적하는 패턴의 이미지로 선택적으로 수행될 수 있거나 일반적인 처리 또는 하도 처리로서 수행될 수 있다. 전술한 바와 같이, 성분(i)이 상기 양태에서 성분(ii), 성분(iii) 또는 이들 둘 다와 함께 도포될 수 있다. 기관 상의 패턴 형성 및 접촉력을 조절하기 위해, 상기 잉크 시스템에서 표면 에너지가 낮은 아민 반응성 화합물과 표면 에너지가 높은 아민 반응성 화합물의 배합물을 사용하는 것이 바람직할 수 있다.

[0067] 성분(iii)으로서 유용한 아민 반응성 그룹의 몇몇 대표적이고 바람직한 예는 카복실산, 무수물, 이소시아네이트, 알데히드 및 에폭시를 포함한다. 이 경우, 차단된 이소시아네이트는, 주변 조건하의 중합 대신, 중합을 신속하게 개시하기 위해 열을 사용하는 것이 바람직하다.

[0068] 산소(iv)

[0069] 산소는 희석되거나 용해되거나 순수한 형태의 어떠한 형태로도 존재할 수 있으며, 대기압 공기의 형태로 내재적으로 존재하거나 잉크 시스템 또는 가공 환경에 명백하게 도입될 수 있다. 통상 필요하지는 않지만, 잉크 속에, 현상 매체 속에, 또는 이의 성분(i), 성분(ii) 또는 성분(iii) 속에 자연 발생하는 산소 함량은 성분들이 저장되고 본 발명의 방법이 수행되는 대기의 압력 및/또는 함량을 조절함으로써 증가, 감소 또는 제거하는 것이 바람직할 수 있다. 산소 함량의 명백한 조절은 산소, 압축 공기, 산소 풍부 공기, 아르곤, 질소, 헬륨을 포함하는 다양한 형태의 기체의 압력 조절 및/또는 산소 소거, 산소 저장, 산소 발생 및/또는 산소 방출 물질의 내

포를 포함하는 임의 개수의 공지된 방법에 의해 수행될 수 있다. 본원의 목적에 맞는 산소는 산소의 모든 동위원소들을 포함한다. 산소는 기체, 액체 또는 고체로서 도입될 수 있지만, 기체로 도입되는 것이 바람직하다. 가장 바람직하게는, 산소 공급원은 공기이다.

[0070] 임의 성분(v)

[0071] 염료; 안료; 계면활성제; 물; 습윤제; 통상적인 유기 수성 용매, 이온성 액체 및 초임계 유체를 포함하는 용매; 희석제; 가소제; 중합체; 올리고머; 레올로지 개질제; 접착 촉진제; 가교결합제; 중합체, 가교결합제, 및 패턴의 2차 경화를 제공하기에 유용한 촉매의 배합물; 조성물 속으로 혼합되는 경우, 증량, 연화, 강화, 인성 부여, 점도 개질 또는 휘발성 감소를 가능하게 하는 중합체; 증량용 충전제 및 강화용 충전제; 스페이서; 도펀트; 카드뎀 셀레나이드의 나노입자와 같은 양자점(quantum dot); 유기 아크릴레이트 및 유기 메타크릴레이트와 같은 공단량체; UV 안정제; 아지리딘 안정제; 공극 감소제; 하이드로퀴논 및 장애된 아민과 같은 경화 개질제; 유기 퍼옥사이드 및 오존아이드와 같은 자유 라디칼 개시제; 산 수용체; 산화방지제; 산소 스캐빈저; 산소 스폰지; 산소 방출제; 산소 발생제; 열 안정제; 난연제; 실릴화제; 발포 안정제; 용제; 및 건조제와 같은 하나 이상의 임의 성분이 본 발명의 잉크 시스템에 포함될 수 있다.

[0072] 표면

[0073] 패턴이 현상되는 기관 표면은 한정되지 않는다. 기관이 사용 조건하에 고체또는 액체일 수 있지만, 다수의 경우, 고체 기관 표면에 직접 패턴을 현상하는 것이 바람직하다. 본 발명에 따르는 복합체 제품은 전형적으로, 단일 기관 또는 다수의 기관에 배치 또는 도포될 수 있는 경화성 조성물이다. 기관(들)은 유기 물질, 열가소성 물질, 열경화성 물질, 금속 물질, 세라믹 물질 또는 기타 적합한 무기 물질일 수 있다. 상기 기관은 경화성 패턴과 복합체 제품의 기관(들) 사이의 접착성 개선이 바람직한 인쇄 회로 기관에 사용되는 기관과 같은 다중층 기관일 수 있다. 기관의 몇몇 특정 예는 규소, 실리카, 알루미늄, 산화세륨, 유리, 금, 백금, 팔라듐, 로듐, 은, 스틸, 스테인레스 스틸, 아노드화 스틸, 알루미늄, 아노드화 알루미늄, 캐스트 알루미늄, 티탄, 니켈, 구리, 붓쇠 및 이들의 옥사이드; 회로 기관; 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리스티렌, 신디오택틱-폴리스티렌, 폴리부틸렌 테레프탈레이트, 폴리카보네이트, 폴리프탈아미드; 폴리페닐렌 설파이드; 에폭시 수지; 비스-말레이미드 트리아진 수지; 폴리테트라플루오로에틸렌과 같은 플루오로중합체; 천연 고무, 라텍스 고무, 실리콘, 플루오로실리콘, 압력 민감성 테이프 또는 접착제; 및 목재, 종이 및 기타 천연 중합체와 같은 셀룰로스 중합체를 포함한다.

[0074] 데칼로서 전사하는 경우와 같은 자립 패턴을 형성하는 것이 바람직한 경우, 표면이 목적하는 패턴을 용해시키지 않거나 목적하는 패턴의 현상을 불량하게 하지 않는 한, 얼음 또는 드라이 아이스와 같은 용융성 또는 승화성 고체인 기관 표면 상에 또는 물, 오일 또는 액체 오가노폴리실록산과 같은 액체 기관 표면 상에 잉크를 적용할 수 있다. 이러한 경우, 물 또는 얼음 속으로의 아크릴산 또는 폴리아크릴산의 용해에 의해 예시되는 바와 같이, 성분(iii)을 기관 속으로 흡수시킴으로써 잉크 시스템의 성분(iii)을 도입시키는 것이 편리할 수 있다.

[0075] 방법

[0076] 앞에서 논의한 바와 같이, 상술한 조성물은 몇 가지 배합으로 합체될 수 있으며, 표면 위에 중합체성 패턴을 생성시키기 위해 여러 가지 방법으로 도포된다. 일반적으로, 성분(i), 성분(ii) 및 성분(iv)를 함유하는 잉크 시스템은 표면 상에 패턴을 현상시키는 데 사용된다. 잉크 시스템이 2개의 팩키지 시스템으로 존재하는 양태에서, 성분(ii) 및 성분(iii)은 패턴이 표면에 침착된 후까지 서로 분리된다. 이어서, 상기 패턴은, 가열 또는 방사선 조사를 필요로 하지 않으면서, 산소(iv)의 존재하에 성분(ii)과 성분(iii)이 서로 노출되면 제 위치에서 현상된다. 잉크 시스템이 단일 팩키지 시스템으로 존재하는 경우, 성분(i), (ii) 및 (iii)은 함께 배합하여, 산소(iv)가 부재하는 모든 환경에서 표면 상에 패턴으로 침착하는 잉크를 형성한다. 이어서, 상기 패턴은 공기와 같은 산소(iv)를 함유하는 환경에 패턴을 노출시킴으로써 현상되었다. 잉크 시스템이 단일 팩키지 시스템으로서 존재하는 또 다른 양태에서, 성분(ii)와 성분(iii)은 유액과 같은 다중상 시스템의 별개의 상으로 존재함으로써 또는 성분(ii)와 성분(iii) 중의 하나 이상을 캡슐화함으로써 서로 분리된다. 상기 잉크는 선택된 표면 위에 배치된 다음, 성분(ii)와 성분(iii)이 산소(iv)의 존재하에 접촉하도록 탈유화제 또는 용매와 같은 화학적 제제에 노출시키거나 전단, 방사선 조사, 가열, 냉각, 가압 또는 감압과 같은 물리적 공정에 노출시킴으로써 현

상된다.

[0077] 예를 들면, 제1 양태에서, 성분(i) 및 성분(ii)를 포함하는 잉크가 목적하는 표면 위에 패턴으로 침착된다. 침착방법은 부러쉬 또는 끝이 가는 어플리케이션을 사용한 수동 레터링과 같이 간단할 수도 있지만, 보다 미세한 해상도를 위해 잉크로 습윤된 고무 스탬프를 통해 전사되거나 스텐실 또는 스크린 인쇄되거나 잉크 충전된 카트리지를 갖는 잉크젯 인쇄기로부터 인쇄될 수 있다. 이후, 생성된 패턴은, 성분(iv)의 존재하 또는 후속적으로 성분(iv)에 노출시키면서, 성분(iii)의 욕에 침지시키거나 증기 공간이 성분(iii)을 함유하는 챔버를 통과시키거나 성분(iii)을 함유하는 고체 입자의 유동화 상을 통과시키거나 성분(iii)을 함유하는 용액으로 충전된 카트리지를 갖는 잉크젯 인쇄기로 패턴을 과인쇄시키는 등에 의해 성분(iii)이 풍부한 환경에 노출시킴으로써 현상시킨다. 이러한 다중 팩키지 시스템에서, 패턴을 제2 용액에 노출시키는 방법은 전체 기판을 함침시키거나 욕속에 침지시키거나 증기 챔버에 노출시키거나 선택적으로 제2 성분을 함유하는 제2 잉크젯 카트리지로부터 패턴을 오버스프레이하는 등의 몇 가지 방법으로 수행할 수 있다. 다색상 잉크젯 카트리지로 예시되는 바와 같이 별도의 저장소를 갖는 잉크젯 인쇄 카트리지를 사용하거나, 잉크와 현상 매체를 별도로 저장하고 잉크젯 인쇄 공정에서 성분들을 단순히 혼합시킴으로써 패턴을 도포 및 현상시키기 위해 단일 인쇄 카트리지 상에 2개의 별개의 카트리지를 갖는 잉크젯 인쇄 카트리지를 사용하는 것이 편리할 수 있다.

[0078] 주변 공기에서 안정한 오가노보란-아민 착물은 성분(iii)을 필요로 하지 않으면서 승온에서 해리될 수 있다. 성분(iv)에 노출시, 이들 열적으로 해리된 오가노보란-아민 착물은 자유 라디칼 중합 및 가교결합을 개시할 수 있다. 성분(iii)은 실온 및 실온 미만을 포함하는 저온에서 패턴의 신속한 현상이라는 본 발명의 주요한 이점을 위해 필요하기는 하지만, 성분(i)과 성분(ii)는 함유하지만 성분(iii)은 함유하지 않는 공기 안정성 단일 팩키지 잉크 시스템이, 성분(iii)을 필요로 하지 않으면서, 공기 중 고온에서 또는 성분(iv)를 함유하는 다른 환경에서 중합체 패턴 및 중합체 복합체 패턴을 현상하는 데 사용될 수 있다는 것도 추정할 수 있다.

[0079] 마이크로미터 크기의 패턴 및 마이크로미터 미만 크기의 패턴을 생성시키기 위한 또 다른 광리소그래피 방법이 연성 리소그래피(soft lithography)로 공지된 기술의 일반적인 분류하에 최근 출현하였으며, 상기 방법에서는, 탄성중합체성 스탬프 또는 금형이 상당한 관능성을 갖는 패턴을 전사시키는 데 사용되며, 상기 관능성은 후속적으로 유도체화되어 패턴을 현상시킨다. 예를 들면, 문헌[the Annual Review of Materials Science, Volume 28, Pages 153-184, (1998)]을 참조할 수 있다. 마이크로접촉 인쇄, 복제 성형, 마이크로전사 성형, 상 변화 광리소그래피 및 데칼 전사 리소그래피와 같은 연성 리소그래피의 양태가 또한 다수 있다. 예를 들면, 문헌[the Journal of the American Chemical Society, Volume 124, Number 45, Pages 1385-13596, (October 19, 2002)]을 참조할 수 있다. 그러나, 어떠한 문헌도 패턴 현상시 알킬보란-아민 착물을 사용하고 있지 않으며, 따라서 주변 조건하에 간단하고 신속하게 현상할 수 있도록 하는 알킬보란계 자유 라디칼 화학의 이점과 저에너지 기판에 대한 접착성을 갖지 않는다. 본원에 기술된 방법은 표면에 직접 중합체 및 중합체 복합체의 마이크로미터 및 마이크로미터 미만 크기의 패턴을 생성시키는 공지된 연성 리소그래피 기술로 적용할 수 있다. 상기 방법은 또한 마스터 형판을 생성시키는 데 사용될 수 있으며, 예를 들면, 발명의 명칭이 "오가노보란 아민 착물에 의해 경화된 실록산 및 실란(Siloxanes and Silanes Cured by Organoborane Amine Complexes)"이고 본 발명과 출원인이 동일하며 2005년 1월 4일자로 출원되어 공계류 중인 미국 특허원 제60/641,360호에 기술된 알킬보란계 화학이 주변 온도에서 탄성중합체성 오가노실록산 물질이나 탄성중합체 스탬프 자체를 경화시키는 데 사용될 수 있다.

[0080] 가공

[0081] 잉크 시스템의 성분들이 몇 가지 양태에서 다양한 방식으로 분배될 수 있기 때문에, 성분들의 상대량이 광범위하게 다양할 수 있다. 예를 들면, 다중 팩키지 잉크 시스템에서, 현상 매질은 매우 과량의 성분들을 함유하여, 잉크 시스템의 나머지 성분들을 포함하는 패턴의 여러 샘플들과 표면이 연속식 또는 반연속식 공정으로 현상 매질을 통과함으로써 현상되도록 할 수 있다. 그러나, 단 하나의 패턴을 현상시키는 데 필요한 현상 매체의 양은 수백배 더 적을 수 있다. 단일 팩키지 잉크 시스템에서, 다음과 같은 농도 범위가 패턴을 현상하는 데 사용될 수 있다.

[0082] 조성물의 총 중량을 기준으로 하여,

[0083] A. 0.1 내지 50중량부의 자유 라디칼 중합성 유기 규소 단량체, 올리고머 또는 중합체(i);

[0084] B. 0.1 내지 50중량부의 오가노보란 아민 착물(ii)[이는 조성물을 경화시키기에 충분한 양이며, 성분(ii)의 양

은 착물의 분자량과 분자당 붕소 원자의 수에 따라 결정된다];

[0085]

C. 0.1 내지 50중량부의 아민 반응성 화합물(iii);

[0086]

D. 0.0001 내지 무한 중량부의 산소(iv); 및

[0087]

E. 0 내지 50중량부의 임의 성분(들)(v).

[0088]

어느 경우에도, 상기 시스템은 임의의 편리한 질량 또는 용적을 갖추도록 조정될 수 있다. 산소(iv)가 공기와 같이 어떠한 환경에서도 존재하기 때문에, 성분(iv)의 범위는 필수적으로 제한되지 않는다.

[0089]

잉크 시스템의 현상 속도는 잉크 중의 붕소 원자에 대한 아민 그룹의 몰 비를 증가시키기 위해 추가의 아민 화합물을 도입함으로써 조절할 수 있다. 효과적인 첨가량은 성분(ii)에 사용되는 아민:붕소 비에 따라 결정된다. 그러나, 전체적인 아민:붕소 비가 현상이 이루어지도록 하기에 충분히 낮은 상태로 유지되는 것이 바람직하다. 적합한 아민:붕소 비는 10:1 미만, 바람직하게는 4:1 미만일 것이다. 아민 반응성 성분이 잉크 시스템에 이미 존재하는 경우, 즉 잔여 카복실산이 충전제 입자 상에 존재하는 경우, 아민 반응성 그룹을 중화시키거나 부분적으로 중화시키고 현상 속도를 감소시키기 위해 보다 고농도의 아민 화합물이 첨가되어야 한다. 상기 아민 화합물은 일관능성 또는 다관능성 아민 그룹을 함유할 수 있으며, 이는 1급 아민, 2급 아민 및/또는 3급 아민일 수 있다. 필요하다면, 상기 아민 화합물은 자유 라디칼 중합성 그룹을 함유하거나 가수분해성 그룹과 같은 또 다른 관능기를 함유할 수 있다. 상기 아민 화합물은 본질적으로 단량체성, 올리고머성 또는 중합체성일 수 있다. 상기 화합물 상의 아민 그룹은 유기 화합물, 유기 규소 화합물 또는 오가노폴리실록산 화합물을 함유할 수 있다.

[0090]

용도 및 적용

[0091]

본 발명은 매크로리소그래피, 마이크로리소그래피, 나노리소그래피, 영구 잉크, 팽윤성 잉크 및 전도성 잉크의 대부분의 용도에 사용될 수 있다. 후속적인 패턴 형성을 위해 마스터 형판 또는 마스터 스탬프를 생성하거나 고출력 검정, 마이크로 유체공학, 조직 지지체, 생물학적 검정 및 진단을 위한 구배 패턴을 생성하기 위한 표면의 텍스처링 범주의 용도가 광범위하고 다양하다. 고주파수 확인 태그 및 라벨과 같은 법정, 보안 및 분실 방지 용도와 효소 고정화와 같은 바이오기술도 포함된다. 결과적으로 현상된 패턴은 직접 사용하거나 형판과 같은 후가공 또는 반응 단계에서 처리할 수 있다. 특히 현상된 패턴을 사용하여 표면 패턴이 후속적인 화학적 그래프팅, 결합 염색 또는 안료처리에 선택적으로 수용성하도록 할 수 있다. 예를 들면, 상기 방법은 데칼에 대한 대안으로서 용기된 레터링의 페인팅에서와 같이 패턴 위에 후속 반응을 위해 폴리올레핀을 선택적으로 준비시키는 데 사용될 수 있으며, 이 경우 이는 본 발명의 방법으로 미리 처리한 기관을 페인트 속에 단순히 침지시키거나 전체 표면을 스프레이 페인팅시킨 다음 페인트를 단순히 와이핑하거나 세정 제거하여 패턴이 형성되지 않은 영역으로부터 이를 제거함으로써 수행될 수 있다. 상기 패턴은 분산되어 있거나 연속적이거나 반연속적일 수 있다. 상기 패턴은 원래의 표면으로부터 돌출될 수 있다. 일부 경우, 본 발명의 방법을 통한 목재 버닝시 셀룰로즈 기관으로의 이미지 버닝에서와 같이, 현상으로부터 인가된 압력 또는 열을 사용하여 원래의 표면 높이 밑으로 패턴을 에칭시킬 수 있다. 역 패턴이 또한 회로판과 같은 고체 패턴 상에 잉크를 부은 다음 이를 현상 매체에 노출시킴으로써 형성될 수 있다. 기관으로부터 제거되면, 고체 패턴의 이미지는 현상된 잉크의 연속층 내부에 오목부로서 나타날 것이다. 이어서, 이러한 재료를, 예를 들면, 리소그래피용 스탬프로서 사용할 수 있다.

[0092]

[실시예]

[0093]

다음 실시예는 본 발명을 보다 상세하게 설명하기 위해 제공되었다. 달리 특정하지 않는 한, 오가노폴리실록산 중합체와 수지의 수 평균 분자량(M_n)은 폴리스티렌 보정 표준을 사용하는 겔 투과 크로마토그래피에 의해 측정된 값이다. 겔 투과 크로마토그래피(GPC)에 의해 분석된 샘플에 대한 다분산도 지수는 달리 특정하게 언급되지 않는 한 1.2 내지 2.2의 범위이다. 다음 모든 실시예에서, 아르곤 글로브 박스가 사용된다고 언급되는 경우를 제외하고, 성분(iv)인 산소의 농도는 조절되지 않으며, 실시예가 수행되는 환경의 주변 공기에 풍부하게 존재할 뿐 아니라 저장 및 취급되는 동안 성분들 속에서 자연적으로 용해하는 양보다 훨씬 소량으로 존재하는 것으로 암시되었다.

[0094] 실시예 1

[0095] 등물량의 1,3-프로판디아민으로 착화된 트리에틸보란의 촉매를 사용하여 잉크를 제조하였다. 상기 조성물은, 잉크에 적신 영어 블록 문자 및 숫자의 패턴을 갖는 고무 스탬프를 사용하여, 미국 텍사스 샐러너 소재의 보에 데커 플라스틱 인코포레이티드(Boedeker Plastics, Inc.)에 의해 시판되는, 미치리 1" × 3" × 0.25" 미가 공 폴리-Hi 응력 완화된 폴리프로필렌 기관 상에 텍스트 패턴으로 전사시킨 다음, 기관 표면에 손으로 압력을 가하여 도포하였다. 문자 M은, 예를 들면, 약 2mm 너비에 2.22mm 높이이다. 이어서, 텍스트 패턴은 기관을 약 1 내지 2초 동안 아크릴산의 250ml 파이렉스(Pyrex™) 비이커 속으로 상기 물질을 침지시킨 다음 이를 회수하여 공기에 노출시킨 직후 현상된다. 본 실시예에서, 아크릴산은 성분(i)뿐만 아니라 성분(iii)으로서 작용한다. 이는 불포화도를 갖는 자유 라디칼 중합성 화합물로서 뿐만 아니라 아민 반응성 화합물로도 작용한다. 기관을 용액으로부터 주변 공기로 회수하는 경우, 고무 스탬프 상의 레터링은 폴리프로필렌 표면 상에 중합된다. 현상된 패턴은 용기된 레터링으로서 손가락에 의해 검출될 수 있는 고체이었다. 현상된 패턴은 헤파탄 속에서 세척하여도 변화 없이 유지되며, 이는 패턴이 표면 상에서 실제로 중합되었음을 입증한다.

[0096] 실시예 2

[0097] 실시예 1을 반복하되, 전기도금된 금 피복 구리 기관을 폴리프로필렌 표면 대신 사용하였다. 기관을 용액으로부터 주변 공기로 회수하는 경우, 고무 스탬프 상의 레터링은 금 피복된 고무 표면 상으로 중합되었다. 상기 과정은 구리 기관으로 반복하고, 이의 배면은 각각 구리 클래드 FR-4 패널(제조원: Laird Plastics, West Palm Beach, Florida), 304 스테인레스 스틸 기관 Type SS-34(제조원: Q-Panel Lab Products, Cleveland, Ohio), 1/32" 두께의 버진 폴리테트라플루오로에틸렌 필름(제조원: Exotic Rubber & Plastics Corporation, Freeland, Michigan) 및 탄화수소 오일 오염된 폴리프로필렌 기관(제조원: Boedeker Plastics, Inc., Shiner, Texas)이었다. 각각의 경우, 고무 스탬프 상의 레터링이 구리 기관, 스테인레스 스틸 기관 및 오일성 폴리프로필렌 기관 상으로 중합되었다. 현상된 패턴은 용기된 레터링으로서 손가락에 의해 검출될 수 있는 고체이었다. 현상된 패턴은 헤파탄 속에서 세척하여도 변화 없이 유지되며, 이는 패턴이 표면 상에서 실제로 중합되었음을 입증한다. 알킬보란 개시된 물질이 다양한 기관에 고착될 수 있기 때문에, 실시예 1 및 2는, 본 발명의 방법이 심지어 폴리올레핀, 금속 및 오일 오염된 표면과 같은 저에너지 플라스틱을 포함하는 어려운 기관 상으로도 패턴을 형성할 수 있음을 보여준다.

[0098] 실시예 3

[0099] 미세한 말단을 갖는 플라스틱 일회용 피펫을 사용하여 피셔 12-550-11 유리 슬라이드 위로 문자 AB를 손으로 썼으며, 이때 성분(i)로서 Mn이 1,030g/mol이고 Mw가 1,200g/mol인 동일한 중량의 화학식 $M_{0.3}T_{0.2}$ 메타크릴속시프로필렌 페닐 0.5의 오가노폴리실록산 수지 및 성분(ii)로서 3-아미노프로필트리에톡시실란 1.5몰당량으로 착화된 트리에틸보란으로부터 제조된 잉크를 사용하였다. 과량의 아크릴산을 함유하는 250ml 비이커 속으로 유리 슬라이드를 침지시키고 기관을 상기 용액으로부터 주변 공기로 회수하면, 문자 AB가 유리 슬라이드의 표면 위로 분명하게 중합되었다. M 및 T는 상기한 바와 같다.

[0100] 실시예 4

[0101] 실시예 3에서의 조성물과 유사하지만, 잉크는 촉매 성분(ii)만을 함유하고, 아크릴산 함유 비이커는 실시예 3에서 성분(i)로서 사용된 동일한 실록산 수지를 아크릴산의 질량과 동일한 질량으로 함유하는 점만 상이한 조성물을 사용하였다. 미세한 말단을 갖는 플라스틱 일회용 피펫을 사용하여 유리 슬라이드 위로 문자 AB를 손으로 썼으며, 이때 촉매 성분(ii)만을 함유하는 잉크를 사용하였다. 아크릴산과 성분(i)의 혼합물을 함유하는 비이커 속으로 유리 슬라이드를 침지시키고 기관을 상기 용액으로부터 주변 공기로 회수하면, 문자 AB가 유리 슬라이드의 표면 위로 분명하게 중합되었다.

- [0102] 실시예 5
- [0103] 미세한 말단을 갖는 플라스틱 일회용 피펫을 사용하여 유리 슬라이드 위로 문자 AB를 손으로 썼으며, 이때 실시예 3 및 4에서 사용된 것과 동일한 촉매 성분(ii)로 이루어진 잉크를 사용하였다. 성분(i)로서 Mn이 1,340g/mol인 화학식 $M_{0.2}D_{0.2}T_{0.3}^{메타크릴옥시프로필}$ 의 오가노폴리실록산 수지 3.7부 및 성분(iii)으로서 Mn이 1,412g/mol인 카복시테실디메틸실릴 말단화 폴리디메틸실록산 3.1부의 혼합물을 함유하는 20ml 파이렉스 비이커 속으로 유리 슬라이드를 침지시키고 기판을 상기 용액으로부터 주변 공기로 회수하면, 문자 AB가 유리 슬라이드의 표면 위로 분명하게 중합되었다.
- [0104] 실시예 6
- [0105] 미세한 말단을 갖는 플라스틱 일회용 피펫을 사용하여 유리 슬라이드 위로 문자 AB를 손으로 썼으며, 이때 촉매 성분(ii)로서 이소포론 디아민 0.6몰당량으로 착화된 트리-n-부틸 보란으로 이루어진 잉크를 사용하였다. 성분(i)로서 메틸 아크릴레이트 10.2부와 성분(iii)로서 이소포론 디이소시아네이트 4.6부의 혼합물을 함유하는 비이커 속으로 유리 슬라이드를 침지시키고 기판을 상기 용액으로부터 주변 공기로 회수하면, 문자 AB가 유리 슬라이드의 표면 위로 분명하게 중합되었다. 중합된 패턴은 이전 실시예에서 생성된 패턴에 비해 연질이고 탄성 중합체성이었다.
- [0106] 실시예 7
- [0107] 미세한 말단을 갖는 플라스틱 일회용 피펫을 사용하여 유리 슬라이드 위로 문자 AB를 손으로 썼으며, 이때 촉매 성분(ii)로서 해당 수 평균 5개의 디메틸실록시 단위 및 수 평균 5개의 6,6,6,5,5,4,4,3,3 비플루오로헥실-메틸실록산 단위를 갖는 폴리(6,6,6,5,5,4,4,3,3 비플루오로헥실-메틸실록산)과 폴리디메틸실록산의 아미노프로필디에톡시실릴-말단화 공중합체 0.7몰당량으로 착화된 트리-에틸 보란으로 이루어진 잉크를 사용하였다. 실시예 3 및 4에서 사용된 성분(i)과 동일한 실록산 수지 6.4부와 성분(iii)으로서 아크릴산 6.3부를 함유하는 비이커 속으로 유리 슬라이드를 침지시키고 기판을 상기 용액으로부터 주변 공기로 회수하면, 문자 AB가 유리 슬라이드의 표면 위로 분명하게 중합되었다. 유리 충전된 폴리프로필렌 기판이 본 실시예에서 사용된 유리 슬라이드 대신 사용되는 경우에도 동일한 결과가 수득되었다.
- [0108] 실시예 8
- [0109] 폴리프로필렌 및 폴리테트라플루오로에틸렌 필름 기판을 사용하여 실시예 2에서의 조성물로부터 제조된 복합체 제품의 표면 위에 각각 미세한 펠트 말단을 갖는 샤프피(Sharpie[®]) 영구 마커에 의해 도포되는 블랙 마킹 염료로 쓴다. 잉크 패턴이 선택적으로 현상되는 용기된 영역은 마킹 염료를 선택적으로 수용하여, 레터링이 블랙으로 나타나도록 하는 한편, 나머지 영역 위의 블랙 염료는 표면으로부터 제거되어 실험용 와이프를 사용하여 표면으로부터 용이하게 와이핑될 수 있도록 한다.
- [0110] 실시예 9
- [0111] 실시예 1의 방법을 반복하되, 사용된 잉크는 1.2몰당량의 3-아미노프로필트리에톡시실란으로 착화된 트리스-(트리메틸실릴프로필)보란 착물로 이루어진 촉매(i)로 구성된다. 실시예 1에서와 같이, 고무 스탬프로부터의 텍스트 패턴은 패턴화된 폴리프로필렌 기판을 아크릴산의 현상 욕으로부터 주변 공기로 회수시키면 분명하게 한정되었다. 상기 문자는 헵탄 세척에 의해 영향을 받지 않으며, 폴리프로필렌 표면에 대해 우수한 접착력을 보여주었다.
- [0112] 실시예 10
- [0113] 미세한 말단을 갖는 플라스틱 일회용 피펫을 사용하여 목재 코르크 링의 측벽과 골판지 위로 문자 AB를 손으로 썼으며, 이때 성분(i) 및 (iii)으로서 아크릴산으로 이루어진 잉크를 사용하였다. 코르크 링의 측벽과 골판지

는 각각 폴리스티렌 페트리 디쉬 속으로 레터링된 면이 아래를 향하도록 각각 배치되며, 상기 디쉬의 바닥은, 이 경우, 실시예 2 및 3에서 사용된 촉매(ii)로 구성된 현상 매체층으로 피복된다. 상기 기판을 용액으로부터 주변 공기로 회수하면, 문자 AB가 표면 위에 분명하게 한정되었다. 상기 패턴은 헵탄으로 세척 및 건조시켜도 영향을 받지 않는다. 현상의 추가 증가는 아크릴산의 중합열로 인해 현상 매체로부터의 표면 회수시 패턴으로부터의 연기 발생으로부터 나타난다.

[0114] 실시예 11

[0115] 1.4몰당량의 이소포론디아민으로 착화된 트리-n-부틸보란의 촉매를 사용하여 잉크를 제조하였다. 상기 조성물을 실시예 1의 고무 스탬프를 사용하여 깨끗한 75mm × 50mm × 1mm 유리 슬라이드 위로 텍스트 패턴으로 전사한 다음, 상기 기판 표면에 손으로 압력을 가하였다. 테플론 피복된 자기 교반기가 내장된 4온스 환저 유리 용기(jar)의 테두리 2mm 이내로 아크릴산을 장전하고, 21°C에서 자기 교반기 상에서 250rpm에서 부드럽게 교반시켰다. 상기 기판을 아크릴산의 헤드 스페이스 위에 패턴 형성 면이 아래를 향하도록 현탁시키되, 상기 용기의 테두리 위에 기판을 정지시켜 액체가 직접 접촉하지 않도록 하였다. 본 실시예에서, 증기 상 중의 아크릴산은 성분(i) 및 성분(iii) 둘 다를 작용하였다. 기판이 상기 유리 용기의 상부로부터 60초 동안 정지한 후 상승되는 경우, 고무 스탬프 상의 레터링이 유리 기판 위로 중합되었다. 현상된 패턴은 헵탄으로 세척하여도 변화 없이 유지되며, 이는 패턴이 상기 표면 위로 실제로 중합되었음을 입증한다. 본 실시예는 현상 매체를 액체로서보다는 증기상으로 도입시킨다는 원칙을 나타낸다.

[0116] 실시예 12

[0117] 실시예 1에서 사용된 과정을 동일한 성분으로 반복하되, 상기 과정을 산소를 5ppm 미만으로 함유하는 아르곤 기체 대기로 무수 불활성 글로브 박스에서 수행하였다. 상기 글로브 박스는 모델 HE-43-2-Dri-Lab(제조원: Vacuum Atmosphere Company, 미국 캘리포니아주 호오돈 소재)이었다. 미세한 말단의 피켓을 사용하여 기판 위에 문자 AB를 손으로 썼다. 기판에 문자를 적용하는 단계와 아크릴 욕으로 상기 기판을 침지시키는 단계 사이의 약 30초 이내에, 상기 잉크가 폴리프로필렌 표면과 불명확한 레터링 부분 위에서 탈수되는 것을 관찰하였다. 아크릴산 욕으로부터 기판을 회수한 후, 문자 B는 글러브를 낀 손가락으로 용이하게 문질러질 수 있다. 이는, 아르곤 대기에서 아직 현저한 현상이 이루어지지 않았음을 나타낸다. 문자 A 역시 신속한 중합의 결여로 인해 아크릴산에 대한 노출에 의해 약간 넓어지지만, 약 30분 후 아르곤 대기로부터 주변 공기로 회수하는 경우, 패턴이 수초 내에 현상되었다. 본 실시예는 산소 함유 대기 노출에 의한 패턴 현상이 후속되는 불활성 가공의 기본 과정임을 나타낸다. 상기 과정을 깨끗한 유리 슬라이드로 반복하여도 유사한 결과가 수득되지만, 탈수는 전혀 관찰되지 않는다.

[0118] 실시예 13

[0119] 실시예 5에 기술된 화학식 $M_{0.2}D_{0.2}T_{0.3}^{메타크릴옥시프로필}$ 의 오가노폴리실록산 0.7중량부, 수 평균 분자량이 8,220g/mol인 메타크릴옥시프로필디메틸실릴 말단화 폴리디메틸실록산 0.7중량부, 및 N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필트리메톡시실란 1.5몰당량으로 착화된 트리-에틸보란의 촉매 0.27중량부를 함유하는 잉크를 사용하여 실시예 12의 불활성 대기 공정을 반복하였다. 이들 성분을 하우스실트(Hauschild) 회전식 혼합기를 사용하여 0.25온스 폴리프로필렌 혼합 컵 내에서 함께 혼합하였다. 미세한 말단의 피켓을 사용하여 폴리프로필렌 기판 위에 문자 AB를 손으로 썼다. 폴리프로필렌 기판에 패턴을 손으로 쓰는 단계와 아크릴 욕으로 상기 기판을 침지시키는 단계 사이의 약 30초의 기간 동안 패턴의 탈수가 전혀 관찰되지 않았다. 아크릴산 욕으로부터 기판을 회수한 후, 문자 B는 글러브를 낀 손가락으로 용이하게 문질러질 수 있다. 이는, 아르곤 대기에서 아직 현저한 현상이 이루어지지 않았음을 나타낸다. 문자 A 역시 신속한 중합 없이 아크릴산 노출에 의해 약간 넓어지지만, 약 30분 후 아르곤 대기로부터 주변 공기로 회수하는 경우, 패턴이 수초 내에 현상되었다. 이는 산소 함유 대기 노출에 의한 패턴 현상이 후속되는 불활성 가공의 또 다른 예이다. 상기 과정을 깨끗한 유리 슬라이드로 반복하여도 유사한 결과가 수득되었다.

[0120] 실시예 14

[0121] 실시예 13에서 사용된 아르곤 충전된 글러브 박스에서, 실시예 3에서 사용된 화학식 $M_{0.3}T_{0.2}^{메타크릴옥시프로필}$ $T_{0.5}^{페닐}$ 의 오가노폴리실록산 수지 2.06중량부, 3-메톡시프로필아민 1.3몰당량으로 착화된 트리-n-부틸 보란 0.12중량부, 및 3-이소시아네이트프로필트리에톡시실란 0.14중량부를 혼합하여 잉크를 제조하였다. 명백하게, 상기 성분들에 존재하는 용해된 산소로 인해, 잉크는 혼합시 점도가 증가하여 결국 겔이 된다. 그러나, 이는 손으로 혼합시킨 후 충분히 유동성을 유지하고, 미세한 말단을 갖는 피켓으로 폴리프로필렌 기관 상에 직선을 그릴 수 있다. 탈수는 전혀 관찰되지 않는다. 기관을 아르곤 글러브 박스로부터 주변 공기로 회수하면, 상기 패턴이 추가로 충분하게 경화된다. 본 실시예는 후속적으로 산소 함유 대기 노출시 현상될 수 있는 불활성 조건하의 일액형 잉크를 용이하게 형성시킬 수 있음을 나타낸다.

[0122] 실시예 15

[0123] 실시예 13에서의 잉크를 본 실시예의 잉크 속에 침지된 실시예 1의 고무 스탬프를 사용하여 FR-4 유리 섬유 강화된 에폭시 수지 회로판(제조원: Laird Plastics, 미국 플로리다주 웨스트 팜 비치 소재) 위에 텍스트 패턴으로 전사하였다. 상기 스탬프를 손으로 압력을 가하여 기관 표면에 인가하였다. 상기 텍스트 패턴은 지방산 윤활된 은 플레이크 충전제(제조원: the American Chemet Corporation, 미국 일리노이주 시카고 소재) 약 5g을 함유하는 지프록(Ziploc[®]) 백 속에 상기 패턴화 기관을 부드럽게 둬으로써 현상시켰다. 이후, 상기 백의 내용물은 약 10초 동안 백을 전후로 부드럽게 흔들어서 혼합시켰다. 상기 기관을 백으로부터 회수하고, 종이 타월로 덮힌 벤치 탑 위에 탭핑시켰다. 과량의 은 플레이크 충전제 분말을 패턴이 형성되지 않은 영역으로부터 쓸어내어도 문자가 은 충전제로 피복된 채 유지된다. 상기 패턴을 아세톤으로 세척하여 레터링 파괴 없이 과량의 충전제를 제거하였다. 이는, 상기 패턴이 잉크와 현상 매체(본 실시예에서는, 성분(iii)을 함유하는 고체 입자 형태이다)와의 접촉에 의해 신속하게 현상됨을 나타낸다. 상기 과정을 폴리스티렌 피셔 사이언티픽(Fisher Scientific) 08-757-12 페트리 디쉬, 유리 슬라이드, 및 폴리프로필렌 기관을 사용하여 반복하여도 유사한 결과가 수득되었다.

[0124] 실시예 16

[0125] 본 실시예에서 잉크는 0.74중량부의 테트라하이드로푸르푸릴 메타크릴레이트, 0.72중량부의 이소옥틸 아크릴레이트(반응성 희석제로서 작용하는 저점도 일관능성 단량체, 제조원: the Sartomer Company Incorporated, 미국 펜실베이니아주 엑스턴 소재), 및 0.17중량부의 실시예 1의 촉매를 함유한다. 상기 잉크 성분들을 하우슬트 회전식 혼합기를 사용하여 0.25온스 폴리프로필렌 혼합 컵에서 함께 혼합하였다. 상기 잉크는 본 실시예의 잉크 속에 침지된 실시예 1의 고무 스탬프를 사용하여 폴리프로필렌 기관 위에 텍스트 패턴으로 전사하였다. 상기 스탬프를 손으로 압력을 가하여 기관 표면에 인가하였다. 패턴이 현상된 기관은 지방산 윤활된 은 플레이크 충전제를 함유하는 백 속에서 이를 전후로 부드럽게 흔들어서 혼합시켜 현상시켰다. 상기 기관을 백으로부터 회수하고, 종이 타월로 덮힌 벤치 탑 위에 탭핑시켰다. 역시, 과량의 은 플레이크 충전제 분말을 패턴이 형성되지 않은 영역으로부터 용이하게 제거하였다. 패턴이 형성된 영역은 은 충전제 피복물로 분명하게 한정되었다. 상기 피복물은 헵탄 세척에 대해 내성이 있다.

[0126] 실시예 15 및 16은 입자 형태의 성분(iii)의 아민 반응성 관능기 전달을 사용하여 주변 조건하에서 신속하게 패턴을 현상시킬 수 있음을 나타낸다. 패턴을 형성하기 위한 은 입자의 사용 역시, 전도성 패턴이 본 발명의 방법에 의해 다양한 표면에 침착될 수 있음을 제한한다. 상기 과정 자체는 유동상 공정에서 자동화된다.

[0127] 실시예 17

[0128] 실시예 15에서의 패턴화 기관을 실시예 15에서 사용된 잉크의 0.020in 두께 층으로 피복하고, 필름을 닥터 블레이드로 연신시킴으로써 기관에 침착시켰다. 문자 위의 재료는 수분 내에 투명한 탄성중합체성 겔로 되도록 선택적으로 경화되어 패턴을 캡슐화시켰다. 과량의 잉크는 아세톤으로 세척하여 제거하였다. 본 실시예는, 성분(iii)이 전도성 고체로서 패턴에 존재하고 지방산 그룹의 제거에 의해 활성화 및/또는 플렉싱되는 경우, 잉크를 함유하는 피복물이 동시에 현상하여 패턴을 캡슐화할 수 있음을 보여준다. 본 실시예는 또한, 다중층 패턴이

본 발명의 방법을 사용하여 용이하게 형성될 수 있음을 보여준다.

[0129] 실시예 18

[0130] 실시예 13에서 제조된 잉크는 실시예 1에서 사용된 고무 스탬프에 도포된 다음, 손으로 압력을 가하여 폴리프로필렌 기관에 스탬핑함으로써 전사된다. 상기 텍스트 패턴은 Mw가 약 450,000g/mol인 폴리아크릴산(제조원: Polysciences Inc., 미국 펜실베이니아주 워링턴 소재) 1.3중량부를 탈이온수 49.1중량부와 혼합시켜 제조한 현상 매체를 함유하는 페트리 디쉬 속으로 상기 패턴화 기관을 침지시킴으로써 현상하였다. 폴리프로필렌 기관이 용액으로부터 주변 공기로 회수되면, 고무 스탬프 상의 레터링은 폴리프로필렌 표면 상으로 중합된다. 상기 공정을 유리 충전된 신디오택틱 퀘스트라(Questra[®]) WA-552 폴리스티렌 기관(제조원: The Dow Chemical Company, 미국 미시간주 미들랜드 소재)을 사용하여, 그리고 충전되지 않은 비스페놀 A 하이조드(Hyzod) M 폴리카보네이트 기관(제조원: the Exotic Rubber & Plastics Corporation, 미국 미시간주 프리랜드 소재)을 사용하여 반복하였다.

[0131] 실시예 19

[0132] 잉크는, (a) 윌리엄스(Williams) 1011 카본 블랙 0.03중량부, (b) 수 평균 중합도가 12,400g/mol인 메타크릴옥시프로필디메틸실릴 말단화 폴리디메틸실록산 0.70중량부, (c) 실시예 5의 화학식 $M_{0.2}D_{0.2}^{메타크릴옥시프로필}T_{0.3}$ 의 오가노폴리실록산 수지 0.71중량부 및 (d) 오가노보란-아민 촉매 착물 0.28중량부를 0.25온스 폴리프로필렌 컵 속의 하우스לט 회전식 혼합기를 사용하여 혼합하여 제조하였다. 상기 잉크는 폴리프로필렌 기관 상으로 실시예 1의 고무 스탬프를 사용하여 텍스트 패턴으로 전사하였다. 상기 잉크는 실시예 19의 수성 현상 매체 속에 기관을 둠으로써 현상되었다. 이는 폴리프로필렌 기관의 표면 위로 얇은 색조의 블랙 캐릭터를 갖는 판독 가능한 패턴을 남겼다. 상기 공정을 신디오택틱 폴리스티렌 기관, 테크트론(Techtron[™]) 브랜드 천연 착색 폴리페닐렌 셀파이드 기관(제조원: Boedeker Plastics Inc., 미국 텍사스주 샤이너 소재), 그리고 다우 마그넘(Dow Magnum[®]) 555 재분쇄 백색 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌(ABS) 고무 기관(제조원: The Dow Chemical Company, 미국 미시간주 미들랜드 소재)을 사용하여 반복하여도 유사한 결과가 획득되었다.

[0133] 실시예 20

[0134] 블랙 잉크젯 카트리지의 저장소, 즉 42ml 용량의 모델 HP 51645 A(제조원: the Hewlett Packard Company(HP), 미국 캘리포니아주 팔로 알토 소재)에서 블랙 잉크를 배출시키고, 탈이온수로 20회 세정한 다음, 변성 에탄올로 2회 세정하였다. 밤새 건조시킨 후, 저장소는 실시예 1에서 사용된 촉매 약 15ml로 다시 충전되었다. 5ml 1회 용 주사기로부터 3회 주입으로 저장소를 다시 충전하고, 조심스럽게 공기 기포를 배출시켰다. 상기 저장소는 개인용 컴퓨터, 즉 마이크로소프트의 윈도우 98 소프트웨어(제조원: Microsoft Corporation, 미국 워싱턴주 레드몬드 소재)를 갖는 HP 백트라 VL에 의해 제어되는 잉크젯 프린터, 즉 HP 데스크젯 890C 속으로 잉크젯 카트리지를 재로딩하기 전에 단단하게 재밀봉하였다. 텍스트 패턴 리딩 "DOW CORNING"이 간단한 워드 프로세싱 프로그램, 즉 마이크로소프트의 노트패드 상에 타임즈 뉴 로만 서체의 12폰트 크기로 생성된 후, 플라스틱 투명 필름의 8.5" × 11" 시트, 즉 HP의 프리미엄 제3824 A호 잉크젯 투명 필름 위로 인쇄되었다. 상기 시트는 상기 텍스트 패턴을 둘러싼 약 2" × 4" 스트립으로 절단한 다음, 헵탄 중의 아크릴산 약 50중량부의 용액을 함유하는 100ml 비이커 속으로 침지시켰다. 상기 필름을 상기 용액으로부터 주변 공기로 회수하면, 잉크젯 인쇄된 패턴이 폴리프로필렌 표면 상으로 중합되었다. 상기 현상된 패턴은 손가락을 사용하여 용기된 레터링으로서 검출 가능한 고체이었다. 현상된 패턴은 헵탄으로 세척하여도 변화 없이 유지되었으며, 이는 상기 패턴이 표면 상에 실제로 중합되었음을 입증한다. 현상된 패턴은 도면의 도 1에 도시하였다.

[0135] 본원에서 기술한 화합물, 조성물 및 방법은 본 발명의 필수 양태로부터 벗어나지 않으면서 다르게 변형될 수 있다. 본원에서 특정하게 예시된 본 발명의 양태들은 단지 예시용이며, 본 발명의 범주가 이로 제한되지는 않으며, 본 발명의 범주는 첨부된 특허청구의 범위에서 정의한 바로만 한정된다.

도면

도면1

