



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0121794  
(43) 공개일자 2022년09월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C08K 5/3492 (2006.01) C08J 3/22 (2006.01)  
C08J 5/18 (2006.01) C08L 101/00 (2006.01)  
C08L 67/00 (2006.01) C08L 67/02 (2006.01)  
C08L 71/02 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
C08K 5/3492 (2013.01)  
C08J 3/226 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2022-7019241  
(22) 출원일자(국제) 2020년12월22일  
심사청구일자 없음  
(85) 번역문제출일자 2022년06월08일  
(86) 국제출원번호 PCT/JP2020/047977  
(87) 국제공개번호 WO 2021/132247  
국제공개일자 2021년07월01일  
(30) 우선권주장  
JP-P-2019-232191 2019년12월24일 일본(JP)  
(뒷면에 계속)

(71) 출원인  
토요잉크SC홀딩스주식회사  
일본국 도쿄도 츄오쿠 교바시 2초메 2반 1고  
도요컬러주식회사  
일본국 도쿄도 츄오쿠 교바시 2초메 2반 1고  
(72) 발명자  
히미즈 아키오  
일본 1040031 도쿄도 츄오쿠 교바시 2초메 2반 1  
고 도요컬러주식회사 내  
타츠미 료이치  
일본 1040031 도쿄도 츄오쿠 교바시 2초메 2반 1  
고 도요컬러주식회사 내  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
특허법인 무한

전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 발명의 명칭 수지 조성물, 및 성형체

(57) 요약

본 발명은, 파장 400nm 미만의 자외선뿐만 아니라, 파장 400 ~ 420nm 정도의 가시광 단파장 영역의 광도 흡수하며, 또한 양호한 투명성을 갖는 성형체를 성형할 수 있는 수지 조성물의 제공을 목적으로 한다. 파장 400nm 미만의 자외선 영역 및 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역의 광을 흡수하며, 또한 1, 2 또는 3개의 나프탈렌 환과 결합하는 트리아진 화합물인 자외선 흡수 색소(A)와 수지를 함유하는 수지 조성물.

(52) CPC특허분류

*C08J 5/18* (2021.05)  
*C08L 101/00* (2013.01)  
*C08L 67/00* (2013.01)  
*C08L 67/025* (2013.01)  
*C08L 71/02* (2013.01)  
*C08L 2310/00* (2013.01)

(72) 발명자

**치바 유미카**

일본 1040031 도쿄도 츄오쿠 교바시 2쵸메 2만 1고  
도요컬러주식회사 내

**후 하오**

일본 1040031 도쿄도 츄오쿠 교바시 2쵸메 2만 1고  
도요컬러주식회사 내

(30) 우선권주장

|                  |             |        |
|------------------|-------------|--------|
| JP-P-2020-145817 | 2020년08월31일 | 일본(JP) |
| JP-P-2020-180124 | 2020년10월28일 | 일본(JP) |
| JP-P-2020-189607 | 2020년11월13일 | 일본(JP) |

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

파장 400nm 미만의 자외선 영역 및 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역의 광을 흡수하며, 또한 1, 2 또는 3개의 나프탈렌환과 결합하는 트리아진 화합물인 자외선 흡수 색소(A)와 수지를 함유하는, 수지 조성물.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 수지는 열가소성 수지(B)를 포함하는, 수지 조성물.

#### 청구항 3

제2항에 있어서,

상기 열가소성 수지(B)는, 융점 200℃ 이상의 결정성 수지, 또는 유리 전이 온도 120℃ 이상의 비정성 수지이며,

상기 자외선 흡수 색소(A)와 상기 열가소성 수지(B)와의 용융 혼련물인, 수지 조성물.

#### 청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 자외선 흡수 색소(A)는, 적어도 하나의 나프탈렌환이, 트리아진환에 직접 결합하고, 상기 트리아진환에 직접 결합하는 나프탈렌환 중 적어도 하나가 2위치에 수산기를 갖는, 수지 조성물.

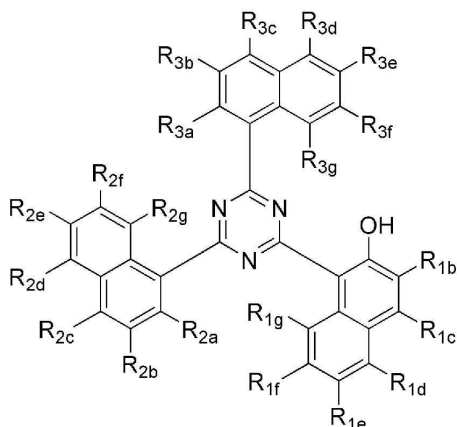
#### 청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

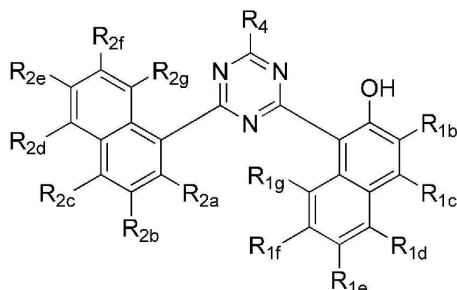
상기 자외선 흡수 색소(A)는, 하기 일반식 (1), 일반식 (2) 및 일반식 (3)으로 이루어지는 군에서 선택되는 화합물인, 수지 조성물.

[화 1]

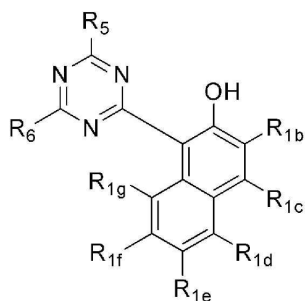
일반식 (1)



일반식 (2)



일반식 (3)



(일반식 (1) ~ (3) 중,  $R_{1b} \sim R_{1g}$ ,  $R_{2a} \sim R_{2g}$ ,  $R_{3a} \sim R_{3g}$ 은, 각각 독립적으로, 수소 원자, 수산기, 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자, 니트릴기, 니트로기, 설포기,  $R_7$ ,  $Ar_1$ , 또는 하기 일반식 (4-1) ~ (4-3)으로 나타내는 기이다.

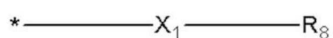
$R_7$ 은 탄소수 1 ~ 20의 알킬기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐기, 탄소수 1 ~ 20의 알콕시기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐옥시기이며, 치환기로서 수산기, 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자, 니트릴기, 니트로기, 카르복시기, 또는 설포기를 가져도 좋고, 탄소수 1 ~ 20의 알킬기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐기, 탄소수 1 ~ 20의 알콕시기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐옥시기의 탄소 원자와 탄소 원자 사이가 하나 또는 복수의  $-O-$ ,  $-CO-$ ,  $-COO-$ ,  $-OCO-$ ,  $-CONH-$ , 또는  $-NHCO-$ 로 연결되어 있어도 좋다.

$Ar_1$ 은 탄소수 6 ~ 20의 아릴기, 탄소수 6 ~ 20의 아릴옥시기, 비페닐기이며, 치환기로서, 수산기, 탄소수 1 ~ 20의 알킬기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐기, 탄소수 6 ~ 20의 아릴기, 탄소수 1 ~ 20의 알콕시기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐옥시기, 탄소수 6 ~ 20의 아릴옥시기, 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자, 니트릴기, 니트로기, 카르복시기, 또는 설포기를 가져도 좋다.

또한, 일반식 (2) ~ (3) 중,  $R_4$ ,  $R_5$ ,  $R_6$ 은, 각각 독립적으로, 수산기,  $R_7$  또는  $Ar_1$ 이다.

[화 2]

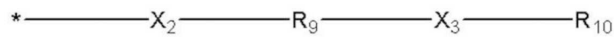
일반식 (4-1)



일반식 (4-1) 중,  $X_1$ 는  $-CO-$ ,  $-COO-$ ,  $-OCO-$ ,  $-CONH-$ , 또는  $-NHCO-$ 이다.  $R_8$ 은, 수소 원자, 수산기,  $R_7$  또는  $Ar_1$ 이다. 단, 일반식 (4-1) 중의 \*는, 일반식 (1) ~ (3)의 나프탈렌환과의 결합 부위를 나타낸다.

[화 3]

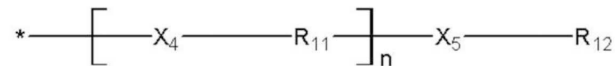
**일반식 (4-2)**



일반식 (4-2) 중,  $X_2$ ,  $X_3$ 는 각각 독립적으로  $-CO-$ ,  $-COO-$ ,  $-OCO-$ ,  $-CONH-$ , 또는  $-NHCO-$ 이다.  $R_9$ 은 탄소수 6 ~ 20의 아릴렌기이다.  $R_{10}$ 은  $R_7$  또는  $Ar_1$ 이다. 단, 일반식 (4-2) 중의 \*는, 일반식 (1) ~ (3)의 나프탈렌환과의 결합 부위를 나타낸다.

[화 4]

**일반식 (4-3)**



일반식 (4-3) 중,  $X_4$ ,  $X_5$ 는 각각 독립적으로  $-CO-$ ,  $-COO-$ ,  $-OCO-$ ,  $-CONH-$ , 또는  $-NHCO-$ 이다.  $R_{11}$ 은 직쇄 또는 분기쇄상의 탄소수 1 ~ 20의 알킬렌기, 또는 탄소수 6 ~ 20의 아릴렌기이다.  $R_{12}$ 은  $R_7$  또는  $Ar_1$ 이다.  $n$ 은 1 ~ 20이다. 단, 일반식 (4-3) 중의 \*는, 일반식 (1) ~ (3)의 나프탈렌환과의 결합 부위를 나타낸다.)

#### 청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서,

수지 조성물 중에 상기 자외선 흡수 색소(A)를 0.001 ~ 5질량% 함유하는, 수지 조성물.

#### 청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 자외선 흡수 색소(A)와, 25℃에서의 점도가 10,000mPa·s 이하인 액체 수지(E)를 함유하는 액상 마스터 배치(master batch)(F)를 포함하는, 수지 조성물.

#### 청구항 8

제7항에 있어서,

상기 액상 마스터 배치(F)는, 수지형 분산제(G)를 더 함유하는, 수지 조성물.

#### 청구항 9

제7항 또는 제8항에 있어서,

상기 액상 마스터 배치(F) 100질량% 중, 상기 액체 수지(E)를 50질량% 이상 함유하는, 수지 조성물.

#### 청구항 10

제7항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 액체 수지(E)의 수평균 분자량은 200 ~ 2000인, 수지 조성물.

#### 청구항 11

제7항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 액체 수지(E)는, 지방산 폴리에스테르 수지, 폴리알킬렌글리콜 수지, 및 폴리에테르에스테르 수지로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상인, 수지 조성물.

#### 청구항 12

제7항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서,

수지 조성물 100질량부 중에 상기 액상 마스터 배치(F)를 0.1 ~ 5질량%를 함유하는, 수지 조성물.

### 청구항 13

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 기재된 수지 조성물을 성형해서 이루어지는, 성형체.

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 발명은 색소를 함유하는 수지 조성물 및 성형체에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0002] 종래부터 수지 성형체(이하, 성형체라고 함)는, 의약품 약제나 화장품 등의 포장 재료로서 사용되어 왔다. 이들 포장 재료의 내용물의 유기물은, 일반적으로 태양광 등에 포함되는 자외선의 작용에 의해 열화(劣化)되는 것이 알려져 있다.

[0003] 태양광 중, 파장 400nm 미만의 자외선뿐만 아니라, 파장 400 ~ 420nm 정도의 가시광 단파장 영역의 광도 유기물이나 인체에 해미지를 주는 것이 지적되고 있다. 그 때문에, 성형체가 자외선 및 파장 400 ~ 420nm 정도의 가시광 단파장 영역의 광도 흡수하는 자외선 흡수제를 함유하는 것은, 내용물의 열화의 억제에 효과적이다. 또한, 자외선 흡수제는 장기 경시(經時)에 의한 자외선의 폭로에 의해 그 성질이 열화되는 일 없이, 내광성이 우수한 것이 요구되고 있다.

[0004] 다른 성형체의 용도로서, 광학 용도, 예를 들면, 액정 표시 장치에 사용되는 편광판 보호 필름, 반사 방지 필름, 유기 EL 표시 장치의 발광 소자의 열화를 방지하는 표면 필름 등을 들 수 있다.

[0005] 상기 광학 용도로는, 조성물에 대하여 고온의 가공 프로세스가 있는 한편, 성형체는 고온의 치수 안정성이 요구된다. 특히 엔지니어링 플라스틱을 포함하는 조성물은, 성형 가공 온도가 예를 들면 260 ~ 340℃로 높기 때문에, 자외선 흡수제에는, 고온에 견딜 수 있는 내열성이 필요하다.

[0006] 특허문헌 1 ~ 2에는, 파장 400 ~ 420nm 정도의 가시광 단파장 영역을 흡수하는 벤조트리아졸계의 자외선 흡수제가 개시되어 있다.

## 선행기술문헌

### 특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 일본 특허공개 2018-177696호 공보

(특허문헌 0002) 일본 특허공표 2016-514756호 공보

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0008] 종래의 자외선 흡수제는, 내열성이 낮아, 고용점 또는 고연화점의 열가소성 수지(예를 들면, 엔지니어링 플라스틱)의 성형체에 사용할 수 없는 문제가 있었다. 또한 종래의 자외선 흡수제는 단위 중량당 흡광 계수가 낮아, 상기 가시광 단파장 영역을 흡수하려면, 성형체를 두껍게 할 필요가 있었다. 한편, 자외선 흡수제를 증량하면 성형체의 투명성이 저하되는 문제도 있었다.

[0009] 본 발명은, 파장 400nm 미만의 자외선뿐만 아니라, 파장 400 ~ 420nm 정도의 가시광 단파장 영역의 광도 흡수하며, 또한 양호한 투명성을 갖는 성형체를 성형할 수 있는 수지 조성물의 제공을 목적으로 한다.

### 과제의 해결 수단

[0010] 본 발명의 수지 조성물은, 파장 400nm 미만의 자외선 영역 및 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역의 광을

흡수하며, 또한 1, 2 또는 3개의 나프탈렌환과 결합하는 트리아진 화합물인 자외선 흡수 색소(A)와 열가소성 수지(B)를 함유하는, 수지 조성물이다.

### 발명의 효과

[0011] 상기의 본 발명에 의하면, 파장 400nm 미만의 자외선뿐만 아니라, 파장 400 ~ 420nm 정도의 가시광 단파장 영역의 광도 흡수하며, 또한 양호한 투명성을 갖는 성형체를 성형할 수 있는 수지 조성물, 및 성형체를 제공할 수 있다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0012] 이하, 본 실시형태의 수지 조성물, 및 성형체에 대해서 설명한다.

[0013] 또, 수치 범위를 나타내는 「~」는 특별히 언급하지 않는 한, 그 하한치 및 상한치를 포함하는 것으로 한다.

[0014] [수지 조성물]

[0015] 본 실시형태의 수지 조성물은, 파장 400nm 미만의 자외선 영역 및 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역의 광을 흡수하며, 또한 1, 2 또는 3개의 나프탈렌환과 결합하는 트리아진 화합물인 자외선 흡수 색소(A)와, 열가소성 수지(B)를 함유한다.

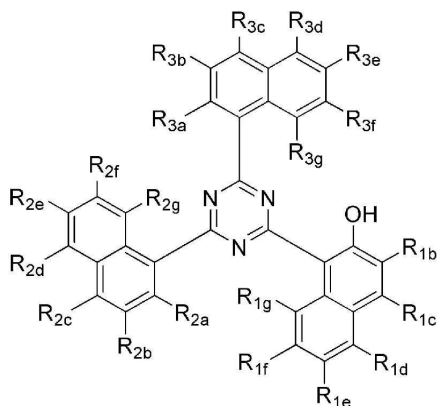
[0016] <자외선 흡수 색소(A)>

[0017] 본 실시형태에 있어서 자외선 흡수 색소(A)는, 트리아진환에 결합하는 나프탈렌환의 작용에 의해, 파장 400nm 미만의 자외선 영역에 더해 파장 400 ~ 420nm 정도의 가시광 단파장 영역의 광을 흡수할 수 있다. 또한, 본 자외선 흡수 색소(A)는, 종래보다 소량의 첨가로 원하는 파장 흡수가 가능해진다. 그 때문에, 성형체의 투명성의 저하를 억제할 수 있다. 또한, 본 자외선 흡수 색소(A)는 내열성이 우수하고, 예를 들면, 270℃ 이상의 용융 혼련에 견딜 수 있는 내열성을 구비하고 있다. 본 자외선 흡수 색소(A)에 있어서, 나프탈렌환은, 연결기를 개재하지 않고 트리아진환과 직접 결합하는 것이 바람직하다. 또한, 트리아진환에 직접 결합하는 1 ~ 3개의 나프탈렌환 중, 적어도 하나의 나프탈렌환의 2위치에 수산기를 갖는 것이 보다 바람직하다.

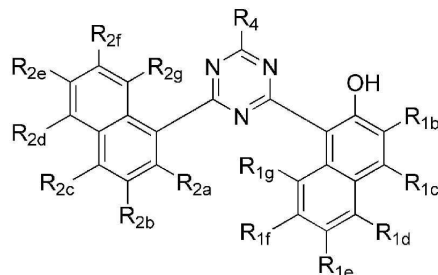
[0018] 본 자외선 흡수 색소(A)는, 하기 일반식 (1), 일반식 (2) 및 일반식 (3)으로 이루어지는 군에서 선택되는 화합물이 바람직하다.

[0019] [화 1]

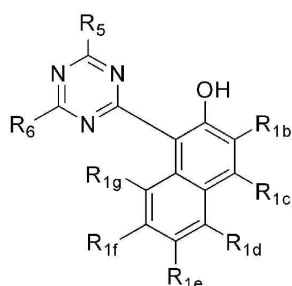
일반식 (1)



일반식 (2)



일반식 (3)



[0020]

[0021] (일반식 (1) ~ (3) 중, R<sub>1b</sub> ~ R<sub>1g</sub>, R<sub>2a</sub> ~ R<sub>2g</sub>, R<sub>3a</sub> ~ R<sub>3g</sub>은, 각각 독립적으로, 수소 원자, 수산기, 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자, 니트릴기, 니트로기, 설포기, R<sub>7</sub>, Ar<sub>1</sub>, 또는 하기 일반식 (4-1) ~ (4-3)으로 나타내는 기이다.

[0022]

R<sub>7</sub>은 탄소수 1 ~ 20의 알킬기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐기, 탄소수 1 ~ 20의 알콕시기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐옥시기이며, 치환기로서 수산기, 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자, 니트릴기, 니트로기, 카르복시기, 또는 설포기를 가져도 좋고, 탄소수 1 ~ 20의 알킬기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐기, 탄소수 1 ~ 20의 알콕시기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐옥시기의 탄소 원자와 탄소 원자 사이가 하나 또는 복수의 -O-, -CO-, -COO-, -OCO-, -CONH-, 또는 -NHCO-로 연결되어 있어도 좋다.

[0023]

Ar<sub>1</sub>은 탄소수 6 ~ 20의 아릴기, 탄소수 6 ~ 20의 아릴옥시기, 비페닐기이며, 치환기로서, 수산기, 탄소수 1 ~ 20의 알킬기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐기, 탄소수 6 ~ 20의 아릴기, 탄소수 1 ~ 20의 알콕시기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐옥시기, 탄소수 6 ~ 20의 아릴옥시기, 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자, 니트릴기, 니트로기, 카르복시기, 또는 설포기를 가져도 좋다.

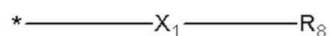
[0024]

또한, 일반식 (2) ~ (3) 중, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>은, 각각 독립적으로, 수산기, R<sub>7</sub> 또는 Ar<sub>1</sub>이다.

[0025]

[화 2]

일반식 (4-1)

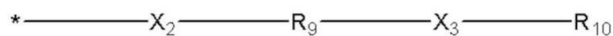


[0026]

[0027] 일반식 (4-1) 중, X<sub>1</sub>는 -CO-, -COO-, -OCO-, -CONH-, 또는 -NHCO-이다. R<sub>8</sub>은, 수소 원자, 수산기, R<sub>7</sub> 또는 Ar<sub>1</sub>이다. 단, 일반식 (4-1) 중의 \*는, 일반식 (1) ~ (3)의 나프탈렌환과의 결합 부위를 나타낸다.

[0028] [화 3]

**일반식 ( 4 - 2 )**

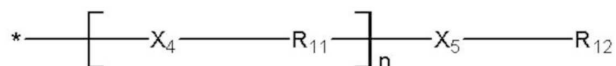


[0029]

[0030] 일반식 (4-2) 중,  $X_2$ ,  $X_3$ 는 각각 독립적으로  $-CO-$ ,  $-COO-$ ,  $-OCO-$ ,  $-CONH-$ , 또는  $-NHCO-$ 이다.  $R_9$ 은 탄소수 6 ~ 20의 아릴렌기이다.  $R_{10}$ 은  $R_7$  또는  $Ar_1$ 이다. 단, 일반식 (4-2) 중의 \*는, 일반식 (1) ~ (3)의 나프탈렌환과의 결합 부위를 나타낸다.

[0031] [화 4]

**일반식 ( 4 - 3 )**



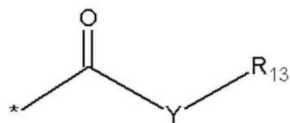
[0032]

[0033] 일반식 (4-3) 중,  $X_4$ ,  $X_5$ 는 각각 독립적으로  $-CO-$ ,  $-COO-$ ,  $-OCO-$ ,  $-CONH-$ , 또는  $-NHCO-$ 이다.  $R_{11}$ 은 직쇄 또는 분기쇄상의 탄소수 1 ~ 20의 알킬렌기, 또는 탄소수 6 ~ 20의 아릴렌기이다.  $R_{12}$ 은  $R_7$  또는  $Ar_1$ 이다.  $n$ 은 1 ~ 20이다. 단, 일반식 (4-3) 중의 \*는, 일반식 (1) ~ (3)의 나프탈렌환과의 결합 부위를 나타낸다.)

[0034] 또, 일반식 (4-1)로 나타내는 기는, 일반식 (4)로 나타내는 기가 바람직하다.

[0035] [화 5]

**일반식 ( 4 )**



[0036]

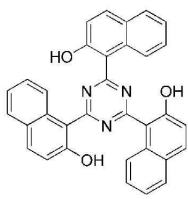
[0037] 일반식 (4) 중,  $Y$ 는  $-NH-$ , 또는  $-O-$ 이다.  $R_{13}$ 은, 수소 원자, 수산기, 탄소수 1 ~ 20의 알킬기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐기, 탄소수 6 ~ 20의 아릴기, 탄소수 1 ~ 20의 알콕시기, 탄소수 2 ~ 20의 알케닐옥시기, 탄소수 6 ~ 20의 아릴옥시기, 치환기로서 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자, 니트릴기, 니트로기, 카르복시기, 또는 설포기를 갖는 탄소수 1 ~ 20의 알킬기 또는 탄소수 6 ~ 20의 아릴기이다. 단, 일반식 (4)의 \* 표시는, 일반식 (1) ~ (3)의 나프탈렌환과의 결합 부위를 나타낸다.

[0038] 일반식 (1)로 나타내는 화합물은, 예를 들면, 이하의 화합물을 들 수 있다.

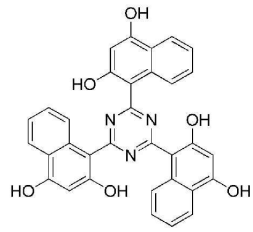
[0039]

[화 6]

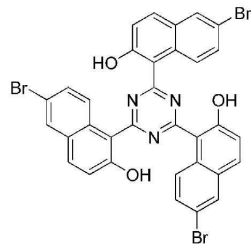
(A-1)



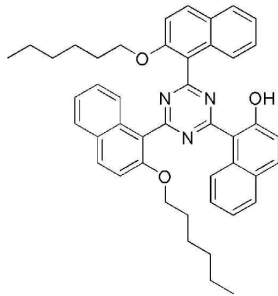
(A-2)



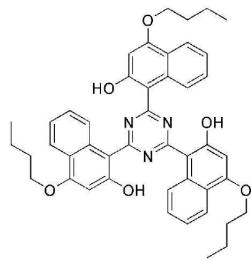
(A-3)



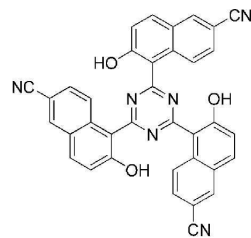
(A-4)



(A-5)

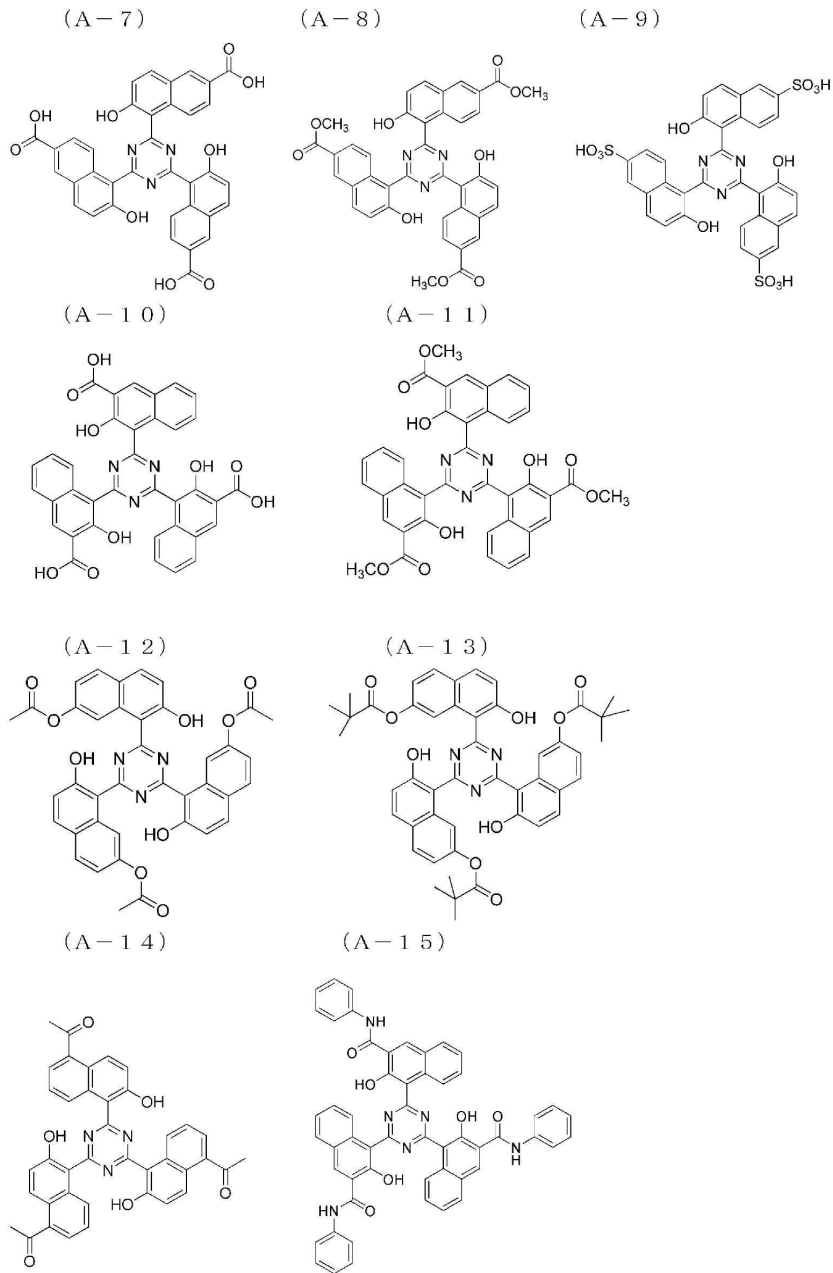


(A-6)



[0040]

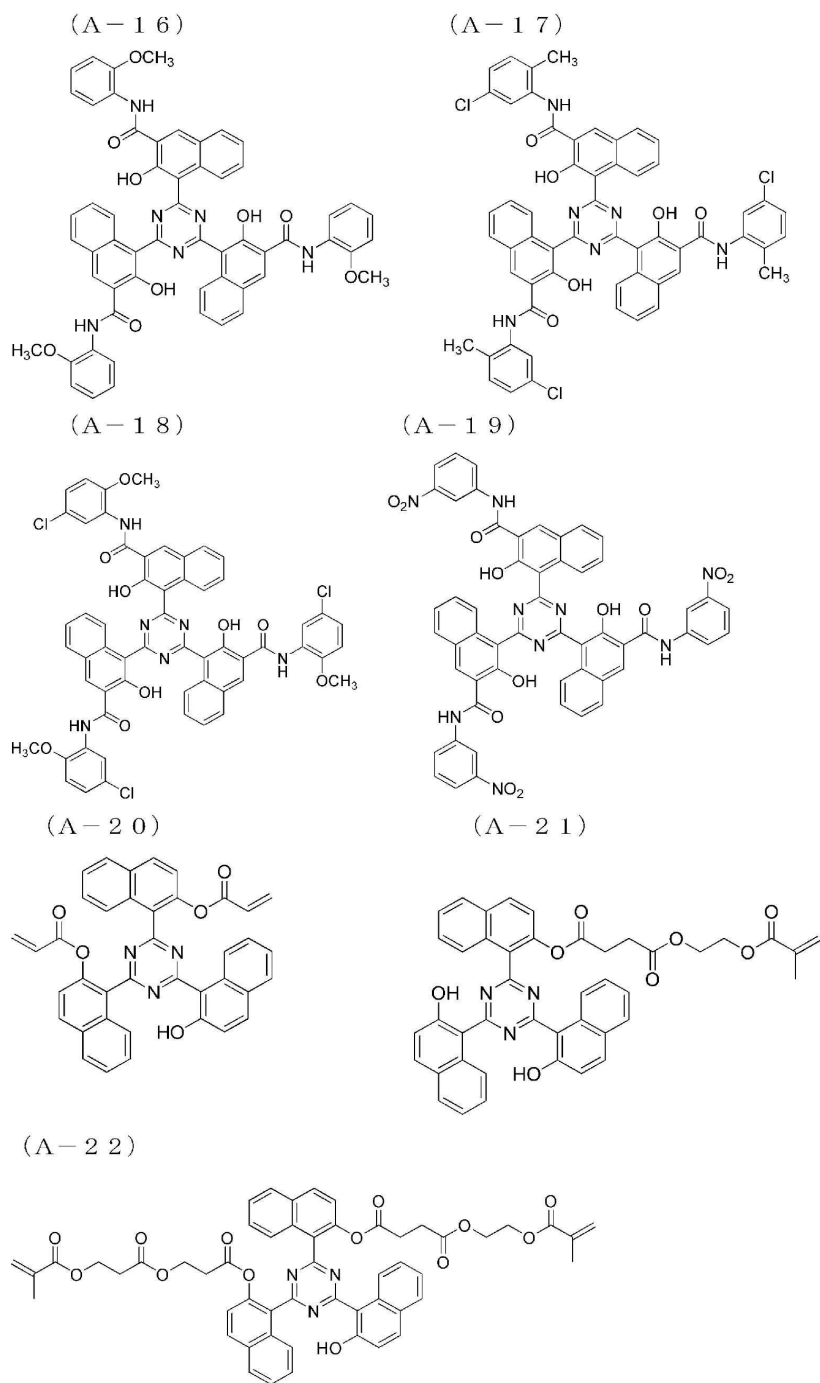
[0041] [화 7]



[0042]

[0043]

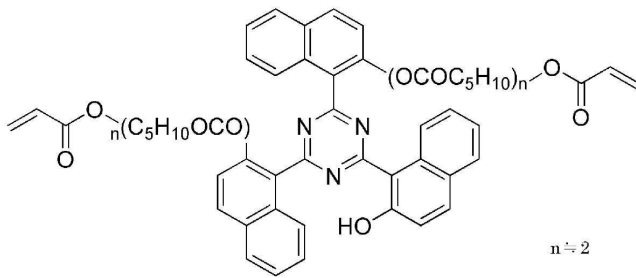
[화 8]



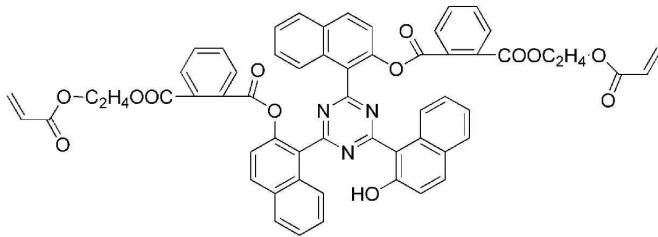
[0044]

[0045] [화 9]

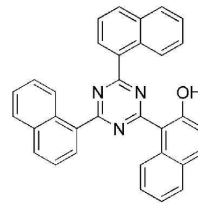
(A-23)



(A-24)



(A-25)

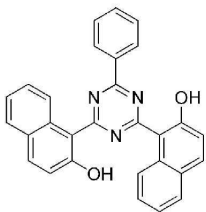


[0046]

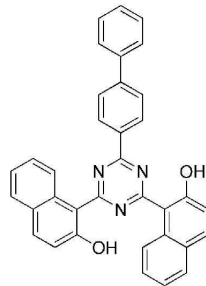
[0047] 일반식 (2)로 나타내는 화합물은, 예를 들면, 이하의 화합물을 들 수 있다.

[0048] [화 10]

(A-26)



(A-27)

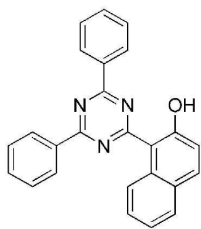


[0049]

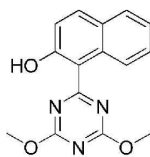
[0050] 일반식 (3)으로 나타내는 화합물은, 예를 들면, 이하의 화합물을 들 수 있다.

[0051] [화 11]

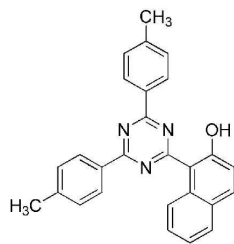
(A-28)



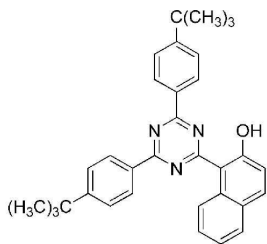
(A-31)



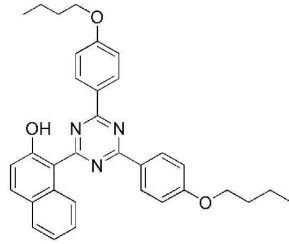
(A-29)



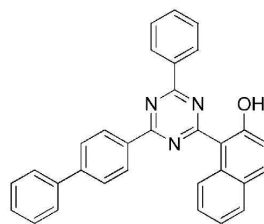
(A-32)



(A-30)



(A-33)



[0052]

[0053] 상기 트리아진 화합물의 합성 방법은, 트리아진 구조를 갖는 화합물의 공지된 합성법을 사용하여 합성할 수 있다. 예를 들면, 염화시아누르에 나프톨 또는 나프톨 유도체를, 삼염화알루미늄을 이용하여 부가 반응시키는 방법을 들 수 있다. 그 밖에도, 예를 들면, 2-히드록시-1-나프토산메틸과 벤즈아미딘 염산염을, 나트륨메톡시드를 이용하여 축합 환화 반응시키는 방법도 들 수 있다. 트리아진환에 단결합으로 연결한 나프탈렌환이나 R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>이 구비하는 치환기는, 트리아진 구조를 형성한 후에 도입해도 좋고, 트리아진 구조를 형성하기 전에 도입해도 좋다.

[0054] 자외선 흡수 색소(A)의 함유량은, 수지 조성물 100질량% 중에 0.001 ~ 5질량%가 바람직하고, 0.005 ~ 1질량%가 보다 바람직하다.

[0055] <수지>

[0056] 본 수지 조성물은 수지를 함유한다. 수지는 성형체를 형성하기 쉬운 점에서, 열가소성 수지, 열경화성 수지, 또는 광경화성 수지를 포함하는 것이 바람직하다. 본 수지 조성물은, 내열성이 우수한 자외선 흡수 색소(A)를 함유하기 때문에, 예를 들면 열가소성 수지(B)여도 바람직하게 이용할 수 있다.

[0057] 열가소성 수지(B)로서는, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리아크릴, 폴리에스테르 수지, 폴리아미드 수지, 폴리아세탈 수지, 폴리페닐렌설파이드 수지, 폴리에테르에테르케톤 수지, 시클로올레핀 수지, 폴리에테르이미드 수지, 폴리아미드이미드 수지, 폴리에테르설폰 수지, 폴리설폰 수지, 폴리아릴레이트 수지, 폴리페닐렌에테르 수지, 폴리카보네이트 수지 등을 들 수 있다. 열가소성 수지(B)는 1종 단독으로 또는 2종 이상을 조합해서 이용할 수 있다.

[0058] 본 수지 조성물에 있어서 열가소성 수지(B)는, 내열성이 우수한 자외선 흡수 색소(A)를 함유하기 때문에, 융점 200℃ 이상의 결정성 수지, 또는 유리 전이 온도 120℃ 이상의 비정성 수지를 포함하는 것이 바람직하다. 결정성 수지의 융점은, 그 중에서도 220℃ 이상이 보다 바람직하다. 한편 상기 융점은, 500℃ 이하가 바람직하다. 또한 비정성 수지의 유리 전이 온도는, 130℃ 이상이 보다 바람직하다. 한편, 상기 유리 전이 온도는, 300℃ 이하가 바람직하다. 융점, 유리 전이 온도 모두, 시차 주사 열량계나 열중량 시차 열분석 장치 등으로 측정할 수 있다.

[0059] 융점 200℃ 이상의 결정성 수지는, 예를 들면, 폴리에스테르 수지, 폴리아미드 수지, 폴리아세탈 수지, 폴리페닐렌설파이드 수지, 폴리에테르에테르케톤 수지 등을 들 수 있다.

[0060] 유리 전이 온도 120℃ 이상의 비정성 수지는, 예를 들면, 시클로올레핀 수지, 폴리에테르이미드 수지, 폴리아미드이미드 수지, 폴리에테르설폰 수지, 폴리설폰 수지, 폴리아릴레이트 수지, 폴리페닐렌에테르 수지, 폴리카보네이트 수지 등을 들 수 있다.

[0061] (폴리에스테르 수지)

- [0062] 폴리에스테르 수지는, 분자의 주쇄(主鎖)에 에스테르 결합을 갖는 결정성 수지이며, 디카르복시산(그 유도체를 포함함)과, 디올(2가 알코올 또는 2가 페놀)로 합성한 중축합물; 디카르복시산(그 유도체를 포함함)과, 환상(環狀) 에테르 화합물로 합성한 중축합물; 환상 에테르 화합물의 개환 중합물 등을 들 수 있다. 폴리에스테르 수지는, 디카르복시산과 디올과의 중합체에 의한 호모폴리머, 복수의 원료를 사용하는 코폴리머, 이들을 혼합하는 폴리머 블렌드체 중 어느 것이어도 좋다. 또, 디카르복시산의 유도체로서는, 산무수물, 에스테르화물 등을 들 수 있다. 디카르복시산은, 지방족 디카르복시산, 방향족 디카르복시산 중 어느 것이어도 좋지만, 내열성이 향상되는 점에서 방향족 디카르복시산을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0063] 방향족 디카르복시산은, 예를 들면, 테레프탈산, 이소프탈산, 프탈산, 크롤프탈산, 니트로프탈산, p-카르복시페닐아세트산, m-페닐렌디글리콜산, p-페닐렌디글리콜산, 디페닐디아세트산, 디페닐-p,p'-디카르복시산, 디페닐-4,4'-디아세트산, 디페닐메탄-p,p'-디카르복시산, 디페닐에탄-m,m'-디카르복시산, 스틸벤디카르복시산, 디페닐부탄-p,p'-디카르복시산, 벤조페논-4,4'-디카르복시산, 나프탈린-1,4-디카르복시산, 나프탈린-1,5-디카르복시산, 나프탈린-2,6-디카르복시산, 나프탈린-2,7-디카르복시산, p-카르복시페녹시아세트산, p-카르복시페녹시부틸산, 1,2-디페녹시프로판-p,p'-디카르복시산, 1,5-디페녹시펜탄-p,p'-디카르복시산, 1,6-디페녹시헥산-p,p'-디카르복시산, p-(p-카르복시페녹시)벤조산, 1,2-비스(2-메톡시페녹시)-에탄-p,p'-디카르복시산, 1,3-비스(2-메톡시페녹시)프로판-p,p'-디카르복시산, 1,4-비스(2-메톡시페녹시)부탄-p,p'-디카르복시산, 1,5-비스(2-메톡시페녹시)-3-옥시펜탄-p,p'-디카르복시산 등을 들 수 있다.
- [0064] 지방족 디카르복시산은, 예를 들면, 옥살산, 숙신산, 아디프산, 코르크산, 아젤라인산, 세바스산, 도데칸디카르복시산, 운데칸디카르복시산, 말레산, 푸말산 등을 들 수 있다.
- [0065] 2가 알코올은, 예를 들면, 에틸렌글리콜, 트리메틸렌글리콜, 부탄-1,3-디올, 부탄-1,4-디올, 2,2-디메틸프로판-1,4-디올, cis-2-부텐-1,4-디올, 테트라메틸렌글리콜, 펜타메틸렌글리콜, 헥사메틸렌글리콜, 옥타메틸렌글리콜, 데카메틸렌글리콜, 시클로헥산디메탄올 등을 들 수 있다. 이들 중에서도 에틸렌글리콜, 부탄-1,4-디올, 시클로헥산디메탄올이 바람직하다.
- [0066] 2가 페놀은, 예를 들면, 히드로퀴논, 레조르시놀, 비스페놀 A 등을 들 수 있다.
- [0067] 환상 에테르 화합물은, 예를 들면 에틸렌옥사이드, 프로필렌옥사이드 등을 들 수 있다.
- [0068] 디카르복시산이나 2가 알코올은, 각각 단독 또는 2종류 이상을 병용하여 사용할 수 있다.
- [0069] (폴리아미드 수지)
- [0070] 폴리아미드 수지는, 결정성 수지이며, 예를 들면, 카르복시산 성분과, 아미노기를 2개 이상 갖는 화합물(Am)을 탈수 축합 반응시켜 합성할 수 있다.
- [0071] 카르복시산 성분은, 예를 들면, 아디프산, 세바스산, 이소프탈산, 테레프탈산 등을 들 수 있다. 또, 카르복시산 성분은, 2 이상의 카르복시기를 갖는 화합물을 사용할 수 있다.
- [0072] 아미노기를 2개 이상 갖는 화합물(Am)은, 예를 들면, 공지된 것을 사용할 수 있고, 예를 들면, 에틸렌디아민, 프로필렌디아민, 트리메틸렌디아민, 테트라메틸렌디아민, 펜타메틸렌디아민, 헥사메틸렌디아민, 트리에틸렌테트라민 등의 지방족 폴리아민; 이소포론디아민, 디시클로헥실메탄-4,4'-디아민 등의 지환식 폴리아민을 포함하는 지방족 폴리아민; 페닐렌디아민, 자일릴렌디아민 등의 방향족 폴리아민; 1,3-디아미노-2-프로판올, 1,4-디아미노-2-부탄올, 1-아미노-3-(아미노메틸)-3,5,5-트리메틸시클로헥산-1-올, 4-(2-아미노에틸)-4,7,10-트리아자데칸-2-올, 3-(2-히드록시프로필)-o-자일렌-α, α'-디아민 등의 디아미노알코올을 들 수 있다.
- [0073] 폴리아미드 수지의 시판품은, 예를 들면, 6 나일론(Toray Industries, Inc. 제조), 66 나일론(Toray Industries, Inc. 제조), 610 나일론 등을 들 수 있다.
- [0074] (시클로올레핀 수지)
- [0075] 시클로올레핀 수지는, 주쇄 및 또는 측쇄에 지환 구조를 갖는 비정성 수지이다. 지환 구조의 종류는, 예를 들면, 노르보르넨 중합체, 단환(單環)의 환상 올레핀 중합체, 환상 공역디엔 중합체, 및 비닐 지환식 탄화수소 중합체, 그리고 이들 수소화물 등을 들 수 있다. 이들 중에서도 성형성과 투명성이 우수하므로, 노르보르넨 중합체가 바람직하다. 노르보르넨 단량체는, 예를 들면, 비시클로[2.2.1]헵토-2-엔(관용명: 노르보르넨), 트리시클로[4.3.0.12,5]데카-3,7-디엔(관용명: 디시클로펜타디엔), 7,8-벤조트리시클로[4.3.0.12,5]데카-3-엔(관용명: 메타노테트라히드로플루오렌), 테트라시클로[4.4.0.12,5.17,10]도데카-3-엔(관용명: 테트라시클로도데센) 등을

들 수 있다.

[0076] 시클로올레핀 수지의 시판품은, 예를 들면, 토파스(POLYPLASTICS CO., LTD. 제조), 아펠(Mitsui Chemicals, Inc. 제조)을 들 수 있다.

[0077] (폴리에테르이미드 수지)

[0078] 폴리에테르이미드 수지는, 유리 전이 온도가 180℃ 초과인 비정성 수지이며, 투명성 양호하고 고강도, 고내열성, 고탄성률 및 광범위한 내약품성을 갖고 있다. 그 때문에 자동차, 원격 통신, 항공 우주, 전기 / 전자, 수송 및 헬스케어 등의 다양한 용도로 광범위하게 사용되고 있다.

[0079] 폴리에테르이미드 수지의 제조 프로세스의 하나는, 비스페놀 A 이나트륨염(BPA · Na<sub>2</sub>) 등의 디히드록시 방향족 화합물의 알칼리 금속염과 비스(할로프탈이미드)와의 중합에 의한 것이다. 얻어진 폴리에테르이미드 수지의 분자량은 두 가지 방법으로 제어할 수 있다. 제1 방법은, 디히드록시 방향족 화합물의 알칼리 금속염에 대하여, 몰 과잉의 비스(할로프탈이미드)를 사용하는 것이다. 제2 방법은, 말단 캡핑제를 형성하는 무수 프탈산 등의 단관능성 화합물의 존재 하에서 비스(무수 할로프탈산)를 조제하는 것이다. 무수 프탈산은, 유기 디아민의 일부와 반응하여 모노할로 비스(프탈이미드)를 형성한다. 모노할로 비스(프탈이미드)는, 성장 중의 폴리머쇄에 있어서의 페녹시드 말단기와의 반응에 의한 중합 스텝에 있어서, 말단 캡핑제로서 작용한다.

[0080] 폴리에테르이미드 수지의 시판품은, ULTEM(Saudi Basic Industries Corporation 제조)을 들 수 있다.

[0081] (폴리카보네이트 수지)

[0082] 폴리카보네이트 수지는, 비정성 수지이며, 방향족 디히드록시 화합물에, 포스겐 혹은 탄산디에스테르 등의 카보네이트 전구체를 반응시켜 합성한다. 포스겐을 이용하는 합성 반응의 경우는, 예를 들면, 계면법이 바람직하다. 또한, 탄산디에스테르를 이용하는 합성 반응의 경우, 용융상으로 반응시키는 에스테르 교환법이 바람직하다.

[0083] 방향족 디히드록시 화합물은, 예를 들면, 2,2-비스(4-히드록시페닐)프로판(비스페놀 A), 비스(4-히드록시페닐)메탄, 1,1-비스(4-히드록시페닐)에탄, 2,2-비스(4-히드록시페닐)부탄, 2,2-비스(4-히드록시페닐)옥탄, 비스(4-히드록시페닐)페닐메탄, 2,2-비스(4-히드록시-3-메틸페닐)프로판, 1,1-비스(4-히드록시-3-t-부틸페닐)프로판, 2,2-비스(4-히드록시-3-브로모페닐)프로판, 2,2-비스(4-히드록시-3,5-디브로모페닐)프로판, 2,2-비스(4-히드록시-3,5-디클로로페닐)프로판 등의 비스(히드록시아릴)알칸류, 1,1-비스(4-히드록시페닐)시클로펜탄, 1,1-비스(4-히드록시페닐)시클로헥산 등의 비스(히드록시아릴)시클로알칸류, 4,4'-디히드록시디페닐에테르, 4,4'-디히드록시-3,3'-디메틸디페닐에테르 등의 디히드록시디아릴에테르류, 4,4'-디히드록시디페닐설파이드, 4,4'-디히드록시-3,3'-디메틸디페닐설파이드와 같은 디히드록시디아릴설파이드류, 4,4'-디히드록시디페닐설폭시드, 4,4'-디히드록시-3,3'-디메틸디페닐설폭시드 등의 디히드록시디아릴설폭시드류, 4,4'-디히드록시디페닐설폰, 4,4'-디히드록시-3,3'-디메틸디페닐설폰 등의 디히드록시디아릴설폰류 등을 들 수 있다. 또한, 피페라진, 디피페리딘하이드로퀴논, 레조르신, 4,4'-디히드록시디페닐류를 혼합하여 사용해도 좋다.

[0084] 상기 카보네이트 전구체는, 예를 들면, 포스겐, 디페닐카보네이트, 디트릴카보네이트 등의 디아릴카보네이트류, 디메틸카보네이트, 디에틸카보네이트 등의 디알킬카보네이트류 등을 들 수 있다.

[0085] 폴리카보네이트 수지의 점도 평균 분자량은, 15,000 ~ 30,000이 바람직하고, 16,000 ~ 27,000이 보다 바람직하다. 또, 본 명세서에서의 점도 평균 분자량은, 용매로서 메틸렌 클로라이드를 이용하여, 온도 25℃에서 측정된 용액 점도로부터 환산되는 값이다.

[0086] 폴리카보네이트 수지의 시판품은, 예를 들면, 유피론 H-4000(Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation. 제조, 점도 평균 분자량 16,000) 유피론 S-3000(Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation. 제조, 점도 평균 분자량 23,000), 유피론 E-2000(Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation. 제조, 점도 평균 분자량 27,000) 등을 들 수 있다.

[0087] 열가소성 수지(B)는, 적당한 멜트 플로 레이트(MFR)를 가지면 유동성과 성형성을 고도로 양립할 수 있다. 각 수지의 MFR은, 일본 공업 규격 JIS. K 7210에 준하여 측정할 수 있고, 이하의 범위인 것이 바람직하다.

[0088] 열가소성 수지(B)의 MFR은, 수지종에 따라 다르지만 용점 또는 유리 전이 온도를 초과하는 온도(200 ~ 320℃ 정도)에서 1 ~ 200g / 10min이 바람직하고, 2 ~ 150g / 10min이 보다 바람직하고, 5 ~ 100g / 10min이 더 바람직하다. 이하, 수지별로 바람직한 MFR을 설명한다.

- [0089] 폴리에스테르 수지의 MFR은, 280℃ / 2.16kg에 있어서, 1 ~ 200g / 10min이 바람직하고, 5 ~ 150g / 10min이 보다 바람직하고, 10 ~ 150g / 10min이 더 바람직하다.
- [0090] 폴리카보네이트 수지의 MFR은, 300℃ / 1.2kg에 있어서, 1 ~ 100g / 10min이 바람직하고, 2 ~ 80g / 10min이 보다 바람직하고, 2 ~ 50g / 10min이 더 바람직하다.
- [0091] 시클로올레핀 수지의 MFR은, 260℃ / 2.16kg에 있어서, 1 ~ 100g / 10min이 바람직하고, 2 ~ 80g / 10min이 보다 바람직하고, 5 ~ 60g / 10min이 더 바람직하다.
- [0092] 폴리아미드 수지의 MFR은, 235℃ / 2.16kg에 있어서, 1 ~ 100g / 10min이 바람직하고, 2 ~ 80g / 10min이 보다 바람직하고, 5 ~ 80g / 10min이 더 바람직하다.
- [0093] 폴리에테르이미드 수지의 MFR은, 337℃ / 6.6kg에 있어서, 1 ~ 100g / 10min이 바람직하고, 2 ~ 80g / 10min이 보다 바람직하고, 3 ~ 50g / 10min이 더 바람직하다.
- [0094] 본 수지 조성물은, 자외선 흡수 색소(A), 및 열가소성 수지(B) 이외에 첨가제를 함유해도 된다. 첨가제는, 예를 들면 근적외선 흡수제, 광안정제, 산화 방지제, 착색제, 왁스 등을 들 수 있다. 이들 첨가제는, 성형체 용도에 있어서 공지된 화합물을 이용할 수 있다.
- [0095] 근적외선 흡수제는, 성형품에 근적외선 흡수능을 부여하기 위해 사용한다. 근적외선 흡수제는, 예를 들면 시아닌계, 디이모늄계, 스쿠아릴륨계, 서브프탈로시아닌계 등의 화합물을 들 수 있다. 근적외선 흡수제의 함유량은, 수지 조성물 100질량% 중에 0.01 ~ 5질량%가 바람직하다.
- [0096] 광안정제는, 성형품에 자외선 내성(耐性)을 부여하기 위해 사용한다. 광안정제는, 예를 들면, 힌다드아민 광안정제가 바람직하다. 광안정제의 함유량은, 수지 조성물 100질량% 중에 0.01 ~ 5질량%가 바람직하다.
- [0097] 산화 방지제는, 성형품이 자연광 또는 인공 광원을 받아 고온이 될 때에, 성형품의 열화를 저감하기 위해 사용한다. 산화 방지제는, 예를 들면 모노페놀계, 비스페놀계, 고분자형 페놀계, 황계, 인산계 등이 바람직하다. 산화 방지제의 함유량은, 수지 조성물 100질량% 중에 0.01 ~ 5질량%가 바람직하다.
- [0098] 왁스는, 성형품에 자외선 흡수 색소를 보다 균일하게 분산시키기 위해 사용한다. 분산제는, 예를 들면, 폴리올레핀 왁스, 지방산 왁스, 지방산 에스테르 왁스, 부분 비누화 지방산 에스테르 왁스, 비누화 지방산 왁스 등이 바람직하다. 왁스의 함유량은, 자외선 흡수 색소(A) 100질량부에 대하여, 50 ~ 250질량부가 바람직하다.
- [0099] <수지 조성물의 제조>
- [0100] 본 수지 조성물의 제조 방법으로서, 예를 들면, 상기 자외선 흡수 색소(A), 및 열가소성 수지(B)를 용융 혼련하는 방법을 들 수 있다. 용융 혼련 후의 수지 조성물은, 냉각하는 것이 바람직하다.
- [0101] 용융 혼련 온도는, 사용하는 열가소성 수지(B)의 종류에 따라 적절히 조정하면 된다. 열가소성 수지(B)로서, 용점 200℃ 이상의 결정성 수지, 또는 유리 전이 온도 120℃ 이상의 비정성 수지를 이용할 경우, 용융 혼련 온도는 270℃ 이상이 바람직하고, 300℃ 이상이 보다 바람직하다. 특히, 내열성이 높은 엔지니어링 플라스틱 등의 수지는, 유동성이 낮기 때문에, 고온에서의 가공 프로세스가 바람직하다. 용융 혼련 온도의 상한은, 각 성분이 분해 내지 증발하지 않는 온도이면 좋고, 500℃ 이하가 바람직하고, 450℃ 이하가 보다 바람직하다.
- [0102] 용융 혼련 장치는, 예를 들면, 단축 혼련 압출기, 이축 혼련 압출기, 텐덤식 이축 혼련 압출기 등을 들 수 있다.
- [0103] 수지 조성물은, 소위 마스터 배치(master batch)로서 제작하는 것이 바람직하다. 마스터 배치를 제작하고, 그 다음에, 희석 수지(열가소성 수지(B))와 함께 용융 혼련하여 성형체를 제작하면, 마스터 배치를 거치지 않고 제작한 성형체와 비교하여, 자외선 흡수 색소(A)를 성형체 중에 균일하게 분산하기 쉬워, 자외선 흡수 색소(A)의 응집을 억제할 수 있다. 이에 따라 성형체의 투명성이 향상된다. 마스터 배치는, 상기 용융 혼련 후에 펠레타이저를 사용하여 펠렛상으로 성형하는 것이 바람직하다.
- [0104] 마스터 배치로서 제작할 경우, 자외선 흡수 색소(A)의 함유량은, 수지 조성물 100질량% 중에 0.01 ~ 20질량%가 바람직하고, 0.05 ~ 2질량%가 보다 바람직하다.
- [0105] <액상 마스터 배치(F)>
- [0106] 수지 조성물은, 자외선 흡수 색소(A), 및 액상 수지(E)를 포함하는 액상 마스터 배치(F)를 제작하고, 그

다음에, 희석 수지(열가소성 수지(B))와 함께 용융 혼련하여 제작하는 것이 보다 바람직하다.

- [0107] (액체 수지(E))
- [0108] 액체 수지(E)는, 자외선 흡수 색소(A)를 분산하는 분산매로서 기능한다.
- [0109] 액체 수지(E)는, 25℃에서의 점도가 10,000mPa·s 이하인 수지이다. 또, 상기 점도는, 10 ~ 5,000mPa·s가 보다 바람직하고, 100 ~ 3,000mPa·s가 보다 바람직하다. 상기 범위 내이면, 자외선 흡수 색소(A)를 액체 마스터 배치 중에 용이하게 분산할 수 있다. 본 명세서에서의 점도는 JIS K 7117-1:1999에 따라서 B형 점도계를 이용하여 25℃에서 측정한 값이다.
- [0110] 액체 수지(E)의 함유량은, 액상 마스터 배치(F) 100질량% 중, 50질량% 이상이 바람직하고, 60 ~ 95질량%가 보다 바람직하고, 70 ~ 90질량%가 더 바람직하다. 이 범위 내임으로써, 예를 들면, 용융 혼련 시, 용융 점도를 억제할 수 있기 때문에, 자외선 흡수 색소(A)를 분산하기 쉬워진다.
- [0111] 액체 수지(E)의 수평균 분자량(Mn)은, 200 ~ 2000이 바람직하고, 500 ~ 1500이 더 바람직하고, 1000 ~ 1500이 특히 바람직하다. Mn 200 이상에 의해 성형성과 투명성을 양립하기 쉽다. 또한, Mn이 2000 이하에 의해, 분산성과 대전 방지성이 향상된다.
- [0112] 액체 수지(E)는, 예를 들면, 에폭시화 대두유, 에폭시화 아마인유 등의 에폭시계 수지, 지방산 폴리에스테르 수지, 폴리알킬렌글리콜 수지, 폴리에테르 수지 또는 폴리에테르에스테르 수지 등을 들 수 있지만, 열가소성 수지(B)가 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET)나 폴리카보네이트 등의 높은 성형 온도가 필요한 경우에도, 내열성이 높고, 대전 방지성도 우수한 점에서, 지방산 폴리에스테르 수지, 폴리알킬렌글리콜 수지, 또는 폴리에테르에스테르 수지가 바람직하다.
- [0113] 지방산 폴리에스테르 수지는, 지방족 다가 카르복시산과 다가 알코올과의 반응에 의해 얻어지는 수지이다.
- [0114] 상기 지방족 다가 카르복시산은, 카르복시기를 2개 이상 갖는 지방족 카르복시산이다. 지방족 다가 카르복시산은, 예를 들면, 숙신산, 말레산, 푸말산, 글루타르산, 아디프산, 아젤라산, 세바스산, 도데칸디카르복시산, 트리카르발릴산, 1,3,6-헥산트리카르복시산, 1,3,5-헥산트리카르복시산 등의 지방족 다가 카르복시산 등을 들 수 있다.
- [0115] 상기 다가 알코올은, 수산기를 2개 이상 갖는 알코올이다. 다가 알코올은, 예를 들면, 에틸렌글리콜, 1,2-프로필렌글리콜, 1,3-프로필렌글리콜, 1,2-부탄디올, 1,3-부탄디올, 2-메틸-1,3-프로판디올, 1,4-부탄디올, 1,5-펜탄디올, 2,2-디메틸-1,3-프로판디올, 2,2-디에틸-1,3-프로판디올, 2-n-부틸-2-에틸-1,3-프로판디올, 3-메틸-1,5-펜탄디올, 1,6-헥산디올, 2,2,4-트리메틸-1,3-펜탄디올, 2-에틸-1,3-헥산디올, 2-메틸-1,8-옥탄디올, 1,9-노난디올, 1,10-데칸디올, 1,12-옥타데칸디올 등의 지방족 글리콜 및 디에틸렌글리콜, 디프로필렌글리콜 등의 폴리알킬렌글리콜 등을 들 수 있다.
- [0116] 지방족 다가 카르복시산 및 다가 알코올은, 각각 단독 또는 2종류 이상 병용하여 사용할 수 있다.
- [0117] 지방산 폴리에스테르 수지의 응고점은, -5℃ 이하가 바람직하고, -50℃ ~ -10℃가 보다 바람직하다.
- [0118] 지방산 폴리에스테르 수지의 시판품은, 예를 들면, 아데카사이저 PN-170(ADEKA사 제조, 25℃에서의 점도 800mPa·s, 응고점 -15℃, 아디프산폴리에스테르 수지), 아데카사이저 P-200(ADEKA사 제조, 25℃에서의 점도 2,600mPa·s, 응고점 -20℃, 아디프산폴리에스테르 수지), 아데카사이저 PN-250(ADEKA사 제조, 25℃에서의 점도 4,500mPa·s, 응고점 -20℃, 아디프산폴리에스테르 수지) 등을 들 수 있다.
- [0119] 폴리에테르 수지는, 알킬렌옥시기의 반복 단위를 갖는 수지이다. 알킬렌옥시기의 탄소수는 1 ~ 6이 바람직하다. 폴리에테르 수지는, 25℃에서의 점도가 10,000mPa·s 이하가 바람직하다. 이 점도이면, 액상 마스터 배치 용도의 사용에 적합하다. 또, 알킬렌옥시기의 탄소수는, 2 ~ 4가 바람직하다. 이에 따라 상용성(相溶性)이 향상되는 한편, 흡수성을 억제할 수 있다.
- [0120] 폴리에테르 수지는, 예를 들면, 모두 반복 단위 중의 탄소수가 2인 폴리에틸렌글리콜이나, 모두 반복 단위 중의 탄소수가 3인 폴리트리메틸렌글리콜 및 폴리프로필렌글리콜이나, 모두 반복 단위 중의 탄소수가 4인 폴리테트라메틸렌글리콜 및 폴리부틸렌글리콜 등을 들 수 있다.
- [0121] 폴리에테르에스테르 수지는, 지방족 다가 카르복시산 수지와 알킬렌글리콜 수지와 에스테르 화합물이다.
- [0122] 폴리에테르에스테르 수지의 시판품은, 예를 들면, 아데카사이저 RS-107(ADEKA사 제조, 25℃에서의 점도 20mPa·

s, 응고점  $-47^{\circ}\text{C}$ , 아디프산에테르에스테르계 수지), 아데카사이저 RS-700(ADEKA사 제조,  $25^{\circ}\text{C}$ 에서의 점도  $30\text{mPa}\cdot\text{s}$ , 응고점  $-53^{\circ}\text{C}$ , 폴리에테르에스테르계 수지) 등을 들 수 있다.

[0123] 액체 수지(E)의 응고점은,  $-5^{\circ}\text{C}$  이하가 바람직하고,  $-50^{\circ}\text{C} \sim -10^{\circ}\text{C}$ 가 보다 바람직하다.

[0124] 본 수지 조성물은, 액상 마스터 배치(F)를 제작하고, 그 다음에, 희석 수지(열가소성 수지(B))와 함께 용융 혼련하여 제작함으로써, 이것을 이용하여 제작하는 성형체는, 종래의 고휘도 마스터 배치로 제작하는 성형체보다, 양호한 투명성이 얻어진다.

[0125] 액상 마스터 배치(F)는, 액상 수지(E)를 포함하고 액상이기 때문에, 열가소성 수지(B)와의 용융 혼련에 있어서 높은 유동성을 가지며, 자외선 흡수 색소(A)를 매우 균일하게 분산할 수 있다. 특히, 내열성이 높은 엔지니어링 플라스틱의 수지는, 용융 혼련 온도에서도 유동성에 한계가 있다. 그 때문에, 색소의 응집에 의해 균일한 분산이 어려워, 투명성의 향상이 어렵다. 그래서 용점  $200^{\circ}\text{C}$  이상의 결정성 수지, 또는 유리 전이 온도  $120^{\circ}\text{C}$  이상의 비결정성 수지인 열가소성 수지(B)의 경우, 액상 마스터 배치(F)는 투명성 향상에 유효해진다. 특히, 광학 필터 등 높은 투명성이 필요한 용도에서 특히 유효하다.

[0126] 액상 마스터 배치(F) 중의 자외선 흡수 색소(A)의 함유량은, 액상 마스터 배치 100질량% 중에 1 ~ 30질량%가 바람직하고, 2 ~ 20질량%가 보다 바람직하다.

[0127] (수지형 분산제(G))

[0128] 액상 마스터 배치(F)는, 수지형 분산제(G)를 포함하는 것이 바람직하다. 이에 따라, 액상 마스터 배치 중에서, 자외선 흡수 색소(A)가 보다 균일하게 분산되어, 얻어지는 성형체는 더 높은 투명성이 얻어진다. 또한, 수지형 분산제(G)를 포함함으로써, 액상 마스터 배치의 보존 안정성이 향상된다.

[0129] 수지형 분산제(G)는, 자외선 흡수 색소에 흡착하는 성질을 갖는 흡착 부위와, 자외선 흡수 색소 이외의 성분과 상용성이 있는 완화 부위를 갖는 화합물이다.

[0130] 수지형 분산제(G)는, 예를 들면, 폴리우레탄, 폴리아크릴레이트 등의 폴리카르복시산에스테르, 불포화 폴리아미드, 폴리카르복시산, 폴리카르복시산(부분)아민염, 폴리카르복시산암모늄염, 폴리카르복시산알킬아민염, 폴리실록산, 장쇄 폴리아미노아마이드인산염, 수산기 함유 폴리카르복시산에스테르나, 이들 변성물, 폴리(저급 알킬렌 이민)와 유리(遊離)의 카르복시기를 갖는 폴리에스테르와의 반응에 의해 형성된 아미드나 그 염 등의 유성 분산제, (메타)아크릴산-스티렌 공중합체, (메타)아크릴산-(메타)아크릴산에스테르 공중합체, 스티렌-말레산 공중합체, 폴리비닐알코올, 폴리비닐피롤리돈 등의 수용성 수지나 수용성 고분자 화합물, 폴리에스테르계, 변성 폴리아크릴레이트계, 에틸렌옥사이드 / 프로필렌옥사이드 부가 화합물, 인산에스테르계 등을 들 수 있다.

[0131] 수지형 분산제(G)는, 단독 또는 2종류 이상을 병용하여 사용할 수 있다.

[0132] 상기 수지형 분산제 중, 소량의 첨가량으로 분산제의 점도가 낮아지기 때문에 염기성 관능기를 갖는 고분자 분산제가 바람직하다. 또한, 질소 원자 함유 그래프트 공중합체나, 측쇄에 3급 아미노기, 4급 암모늄염기, 함(습)질소 복소환 등을 포함하는 관능기를 갖는, 질소 원자 함유 아크릴계 블록 공중합체 및 우레탄계 고분자 분산제 등이 바람직하다.

[0133] 수지형 분산제(G)의 사용량은, 자외선 흡수 색소(A)에 대하여, 5 ~ 200질량% 정도가 바람직하고, 성막성의 관점에서 10 ~ 100질량% 정도가 보다 바람직하다.

[0134] 시판하는 수지형 분산제는, 예를 들면, BYK JAPAN KK. 제조의 Disperbyk-101, 103, 107, 108, 110, 111, 116, 130, 140, 154, 161, 162, 163, 164, 165, 166, 170, 171, 174, 180, 181, 182, 183, 184, 185, 190, 2000, 2001, 2020, 2025, 2050, 2070, 2095, 2150, 2155 또는 Anti-Terra-U, 203, 204, 또는 BYK-P104, P104S, 220S, 6919, 또는 Lactimon, Lactimon-WS 또는 BYkumen 등, The Lubrizol Corporation 제조의 SOLSPERSE-3000, 9000, 13000, 13240, 13650, 13940, 16000, 17000, 18000, 20000, 21000, 24000, 26000, 27000, 28000, 31845, 32000, 32500, 32550, 33500, 32600, 34750, 35100, 36600, 38500, 41000, 41090, 53095, 55000, 76500 등, Ciba Japan K.K. 제조의 EFKA-46, 47, 48, 452, 4008, 4009, 4010, 4015, 4020, 4047, 4050, 4055, 4060, 4080, 4400, 4401, 4402, 4403, 4406, 4408, 4300, 4310, 4320, 4330, 4340, 450, 451, 453, 4540, 4550, 4560, 4800, 5010, 5065, 5066, 5070, 7500, 7554, 1101, 120, 150, 1501, 1502, 1503 등, Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc. 제조의 AJISPER PA111, PB711, PB821, PB822, PB824 등을 들 수 있다.

[0135] 또, 수지형 분산제(G)가 유기 용제에 용해한 상태인 경우는, 액체 수지(E)를 첨가하고, 감압하여 가열하고, 용

매를 유거(留去)하여 사용하는 것이 바람직하다.

[0136] <액상 마스터 배치(F)의 제조 방법>

[0137] 액상 마스터 배치(F)는, 자외선 흡수 색소(A)와 액체 수지(E)를 혼합하고 분산하여 제작할 수 있다. 또, 상기 분산에는 수지형 분산제(G)를 병용할 수 있다. 상기 분산은, 예를 들면, 니더, 2개 롤 밀, 3개 롤 밀, 볼 밀, 가로형 샌드 밀, 세로형 샌드 밀, 앰플러형(annular type) 비드 밀, 또는 어트리터(atrittor) 등의 분산 장치를 사용할 수 있다.

[0138] [성형체]

[0139] 본 실시형태의 성형체는, 수지 조성물을 성형해서 이루어지는 것을 특징으로 한다. 본 성형체는 상기 수지 조성물을, 그대로 성형해서 제조할 수 있다. 또한, 상기 수지 조성물을 마스터 배치로서 조제할 경우, 희석 수지(열가소성 수지(B))와 함께 용융 혼련하고, 그 다음에 성형함으로써 성형체를 제조할 수 있다. 마스터 배치(X)와 희석 수지(Y)와의 질량비는,  $X/Y = 1/5 \sim 1/500$ 이 바람직하다. 이 범위로 하면 성형품은, 양호한 광특성을 얻기 쉽다.

[0140] 마스터 배치로서 액상 마스터 배치(F)를 이용할 경우, 수지 조성물 100질량% 중에 액상 마스터 배치(F)를 0.1 ~ 5질량% 함유하는 것이 보다 바람직하다.

[0141] <성형체의 용도>

[0142] 본 성형체는, 예를 들면, 식품 포장재, 의약품 포장재, 디스플레이, 유리 중간막, 렌즈 용도에 사용할 수 있다.

[0143] 식품 포장재나 의약품 포장재는, 열가소성 수지에, 예를 들면, 폴리에스테르계 수지, 시클로올레핀계 수지 등을 사용하는 것이 바람직하다. 이들 성형체는, 유연성 및 시인성이 향상되어, 내용물의 열화를 억제할 수 있다.

[0144] 디스플레이, 유리 중간막, 렌즈 용도로 사용되는 성형체는, 원하는 파장에 대하여 투명한 성질을 갖는 수지로 이루어지는 필름인 것이 바람직하다. 이러한 성형체를 구성하는 수지로서는, 폴리에테르이미드 수지, 폴리에테르설폰계 수지, 폴리에틸렌테레프탈레이트계 수지, 폴리이미드계 수지, 폴리설폰계 수지, 폴리아릴레이트계 수지, 폴리아미드 수지, 폴리카보네이트계 수지, 지환 구조를 갖는 올레핀폴리머계 수지(지환식 올레핀폴리머계 수지), 셀룰로오스에스테르계 수지 등을 들 수 있다.

[0145] 디스플레이 용도로는, 본 성형체는, 예를 들면, 텔레비전, PC, 스마트폰 등에 사용되는 광학 필름 등에서 사용된다. 상기 본 수지 조성물을 포함하는 성형체를 사용한 적층체는, 디스플레이의 백라이트에 포함되는 자외선이나 가시광의 단파장 영역의 광을 흡수함으로써, 눈의 악영향을 억제할 수 있다. 또한, 상기 적층체는 태양광에 포함되는 자외선이나 가시광의 단파장 영역의 광을 흡수함으로써, 디스플레이의 표시 소자의 열화를 억제할 수 있다.

[0146] 유리 중간막 용도로는, 본 성형체는, 예를 들면 자동차나 건축물 등에 사용되는 합판 유리 등에서 사용된다. 상기 본 수지 조성물을 포함하는 성형체를 사용한 합판 유리는, 태양광에 포함되는 자외선이나 가시광의 단파장 영역의 광을 흡수함으로써, 눈이나 인체에의 악영향을 억제할 수 있다.

[0147] 렌즈 용도로는, 본 성형체는, 예를 들면 안경이나 광학 센서 등에 사용되는 렌즈 등에서 사용된다. 상기 본 수지 조성물을 포함하는 성형체를 사용한 렌즈는, 예를 들면 안경 용도로는 태양광에 포함되는 자외선이나 가시광의 단파장 영역의 광을 흡수함으로써, 눈이나 인체에의 악영향을 억제할 수 있고, 광학 센서 용도로는 노이즈가 될 수 있는 불필요한 파장의 광을 커트함으로써, 센서의 감도를 높일 수 있다.

[0148] 본 성형품은, 또한, 예를 들면, 의료용 약제, 화장품, 식품용 용기 및 포장재, 잡화, 섬유 제품, 의약품용 용기, 각종 산업용 피복재, 자동차용 부품, 가전 제품, 주택 등의 건축(建材), 토일리트리 용품 등의 용도로 폭 넓게 사용할 수 있다. 또한, 디스플레이용 재료, 센서용 재료, 광학 제어 재료 등의 용도로도 폭 넓게 사용할 수 있다.

[0149] 실시예

[0150] 이하, 본 발명을 더 상세히 설명한다. 또, 본 발명은 실시예로 한정되지 않는다. 또한, 「질량부」는 「부」, 「질량%」는 「%」라고 기재한다.

[0151] <자외선 흡수 색소(A)의 제조 방법>

- [0152] [자외선 흡수 색소(A-1)]
- [0153] 300mL 삼각 플라스크에, 클로로벤젠을 170부, 염화시아누르를 43.4mmol, 염화알루미늄을 65.1mmol 투입하고, 교반하여 현탁시켰다. 다음으로, 빙수로 냉각하면서, 2-나프톨을 151.8mmol 조금씩 첨가했다. 그 후, 서서히 실온으로 되돌리면서 밤새 교반했다. 한편, 500mL 비커에 물을 38.1부, 35% 염산을 10.0부, 메탄올을 45.0부 투입하고, 이전의 반응액을 조금씩 적하(滴下)했다. 또한, 메탄올 45.0부를 복수 회로 나누어 삼각 플라스크에 첨가하여 세정하면서 500mL 비커에 첨가했다. 침전물을 여별하고, 물 / 메탄올 = 75부 / 75부의 혼합 용매로 뿌려 세정했다. 얻어진 웨트 케이크를 물 150부 중으로 되돌려 실온에서 30분 리슬러리를 행하여, 여별했다. 그 후, 물 150부로 뿌려 세정을 행했다. 얻어진 웨트 케이크를 80℃에서 밤새 건조하여, 자외선 흡수 색소(A-1)를 얻었다.
- [0154] 자외선 흡수 색소(A-1)의 NMR 측정을 행한 결과, 상기 구조를 지지하는 결과가 얻어졌다. 측정 조건은 다음과 같다.
- [0155] <측정 조건>
- [0156] 장치: BRUKER AVANCE400
- [0157] 공진 주파수: 400MHz(1H-NMR)
- [0158] 용매: 디메틸설폭시드-d<sub>6</sub>
- [0159] 1H-NMR의 내부 표준 물질로서, 테트라메틸실란을 이용하고, 케미컬 시프트치는 δ치(ppm), 커플링 정수(定數)는 Hertz로 나타냈다. 또한 s는 singlet, d는 doublet, m은 multiplet의 약자로 한다. 얻어진 NMR 스펙트럼의 내용은 이하와 같다.
- [0160] δ = 12.05(s, 3H), 8.70(d, J = 8.4Hz, 3H), 8.07(d, J = 8.8Hz, 3H), 7.93(d, J = 8.0Hz, 3H), 7.46 - 7.50(m, 3H), 7.38 - 7.42(m, 3H), 7.34(d, J = 9.2Hz, 3H)
- [0161] 상기한 바와 같이, 자외선 흡수 색소(A-1)를 예로 하여 NMR로 구조 동정(同定)을 행했다. 다른 자외선 흡수 색소도 상기와 마찬가지로 NMR로 구조 동정을 행했지만 데이터는 생략한다.
- [0162] [자외선 흡수 색소(A-2)]
- [0163] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 1,3-디히드록시나프탈렌을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로의 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-2)를 얻었다.
- [0164] [자외선 흡수 색소(A-3)]
- [0165] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 6-브로모-2-나프톨을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로의 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-3)를 얻었다.
- [0166] [자외선 흡수 색소(A-4)]
- [0167] 200mL 삼각 플라스크에, N-메틸-2-피롤리돈을 100부, 자외선 흡수 색소(A-1)를 20.0mmol, 탄산칼륨을 40.0mmol 투입하고, 교반하면서 90℃까지 가온했다. 다음으로, 1-요오드헥산을 40.0mmol 투입하고, 90℃에서 4시간 교반했다. 한편, 1L 비커에 물을 500부 투입하고, 이전의 반응액을 조금씩 적하했다. 침전물을 여별하고, 물 500부로 뿌려 세정했다. 얻어진 웨트 케이크를 물 500부 중으로 되돌려 실온에서 30분 리슬러리를 행하여, 여별했다. 그 후, 물 500부로 뿌려 세정을 행했다. 얻어진 웨트 케이크를 80℃에서 밤새 건조하여, 자외선 흡수 색소(A-4)를 얻었다.
- [0168] [자외선 흡수 색소(A-5)]
- [0169] 200mL 삼각 플라스크에, N-메틸-2-피롤리돈을 100부, 자외선 흡수 색소(A-2)를 20.0mmol, 탄산칼륨을 60.0mmol 투입하고, 교반하면서 90℃까지 가온했다. 다음으로, 1-요오드부탄을 60.0mmol 투입하고, 90℃에서 4시간 교반했다. 한편, 1L 비커에 물을 500부 투입하고, 이전의 반응액을 조금씩 적하했다. 침전물을 여별하고, 물 500부로 뿌려 세정했다. 얻어진 웨트 케이크를 물 500부 중으로 되돌려 실온에서 30분 리슬러리를 행하여, 여별했다. 그 후, 물 500부로 뿌려 세정을 행했다. 얻어진 웨트 케이크를 80℃에서 밤새 건조하여, 자외선 흡수 색소(A-5)를 얻었다.
- [0170] [자외선 흡수 색소(A-6)]

- [0171] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 6-히드록시-2-나프토니트릴을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-6)를 얻었다.
- [0172] [자외선 흡수 색소(A-7)]
- [0173] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 6-히드록시-2-나프토산을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-7)를 얻었다.
- [0174] [자외선 흡수 색소(A-8)]
- [0175] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 6-히드록시-2-나프토산메틸을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-8)를 얻었다.
- [0176] [자외선 흡수 색소(A-9)]
- [0177] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 2-나프톨-6-설폰산나트륨 수화물을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-9)를 얻었다.
- [0178] [자외선 흡수 색소(A-10)]
- [0179] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 3-히드록시-2-나프토산을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-10)를 얻었다.
- [0180] [자외선 흡수 색소(A-11)]
- [0181] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 3-히드록시-2-나프토산메틸을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-11)를 얻었다.
- [0182] [2,4,6-트리스(2,7-디히드록시나프틸)-1,3,5-트리아진]
- [0183] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 2,7-디히드록시나프탈렌을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 2,4,6-트리스(2,7-디히드록시나프틸)-1,3,5-트리아진을 얻었다.
- [0184] [자외선 흡수 색소(A-12)]
- [0185] 200mL 삼각 플라스크에, N-메틸-2-피롤리돈을 100부, 2,4,6-트리스(2,7-디히드록시나프틸)-1,3,5-트리아진을 20.0mmol, 트리에틸아민을 60.0mmol 투입하고, 교반하면서 아세틸 클로라이드를 60.0mmol 투입하고, 실온에서 4 시간 교반했다. 한편, 1L 비커에 물을 500부 투입하고, 이전의 반응액을 조금씩 적하했다. 침전물을 여별하고, 물 500부로 뿌려 세정했다. 얻어진 웨트 케이크를 물 500부 중으로 되돌려 실온에서 30분 리슬러리를 행하여, 여별했다. 그 후, 물 500부로 뿌려 세정을 행했다. 얻어진 웨트 케이크를 80℃에서 밤새 건조하여, 자외선 흡수 색소(A-12)를 얻었다.
- [0186] [자외선 흡수 색소(A-13)]
- [0187] 자외선 흡수 색소(A-12)의 제조에 있어서, 아세틸 클로라이드 대신에 피발로일 클로라이드를 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-13)를 얻었다.
- [0188] [자외선 흡수 색소(A-14)]
- [0189] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 5-아세틸-2-나프톨을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-14)를 얻었다.
- [0190] [자외선 흡수 색소(A-15)]
- [0191] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 3-히드록시-2-나프토아닐리드를 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-15)를 얻었다.
- [0192] [자외선 흡수 색소(A-16)]
- [0193] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 3-히드록시-2'-메톡시-2-나프토아닐리드를 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-16)를 얻었다.
- [0194] [자외선 흡수 색소(A-17)]
- [0195] 자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 5'-클로로-3-히드록시-2'-메틸-2-나프토아닐리드를

첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-17)를 얻었다.

[자외선 흡수 색소(A-18)]

자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 5'-클로로-3-히드록시-2'-메톡시-2-나프토아닐리드를 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-18)를 얻었다.

[자외선 흡수 색소(A-19)]

자외선 흡수 색소(A-1)의 제조에 있어서, 2-나프톨 대신에 3-히드록시-3'-니트로-2-나프토아닐리드를 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-19)를 얻었다.

[자외선 흡수 색소(A-20)]

200mL 삼각 플라스크에, N-메틸-2-피롤리돈을 100부, 자외선 흡수 색소(A-1)를 20.0mmol, 트리에틸아민을 60.0mmol 투입하고, 교반하면서 염화아크릴로일을 40.0mmol 투입하고, 실온에서 4시간 교반했다. 한편, 1L 비커에 물을 500부 투입하고, 이전의 반응액을 조금씩 적하했다. 침전물을 여별하고, 물 500부로 뿌려 세정했다. 얻어진 웨트 케이크를 물 500부 중으로 되돌려 실온에서 30분 리슬러리를 행하여, 여별했다. 그 후, 물 500부로 뿌려 세정을 행했다. 얻어진 웨트 케이크를 80℃에서 밤새 건조하여, 자외선 흡수 색소(A-20)를 얻었다.

[자외선 흡수 색소(A-21)]

200mL 삼각 플라스크에, N-메틸-2-피롤리돈을 100부, 2-메타크릴로일옥시에틸숙신산(라이트 에스테르 HO-MS(N), kyoeisha chemical co., ltd. 제조)을 20.0mmol 투입하고, 빙랭(氷冷)하면서 교반했다. 염화티오닐을 20mmol 적하하고, 빙랭하면서 2시간 교반했다. 그 후, 자외선 흡수 색소(A-1)를 20.0mmol 투입하고, 실온에서 4시간 교반했다. 한편, 1L 비커에 물을 500부 투입하고, 이전의 반응액을 조금씩 적하했다. 침전물을 여별하고, 물 500부로 뿌려 세정했다. 얻어진 웨트 케이크를 물 500부 중으로 되돌려 실온에서 30분 리슬러리를 행하여, 여별했다. 그 후, 물 500부로 뿌려 세정을 행했다. 얻어진 웨트 케이크를 80℃에서 밤새 건조하여, 자외선 흡수 색소(A-21)를 얻었다.

[자외선 흡수 색소(A-22)]

200mL 삼각 플라스크에, N-메틸-2-피롤리돈을 100부, 2-메타크릴로일옥시에틸숙신산(라이트 에스테르 HO-MS(N), kyoeisha chemical co., ltd. 제조)을 40.0mmol 투입하고, 빙랭하면서 교반했다. 염화티오닐을 40mmol 적하하고, 빙랭하면서 2시간 교반했다. 그 후, 자외선 흡수 색소(A-1)를 20.0mmol 투입하고, 실온에서 4시간 교반했다. 한편, 1L 비커에 물을 500부 투입하고, 이전의 반응액을 조금씩 적하했다. 침전물을 여별하고, 물 500부로 뿌려 세정했다. 얻어진 웨트 케이크를 물 500부 중으로 되돌려 실온에서 30분 리슬러리를 행하여, 여별했다. 그 후, 물 500부로 뿌려 세정을 행했다. 얻어진 웨트 케이크를 80℃에서 밤새 건조하여, 자외선 흡수 색소(A-22)를 얻었다.

[자외선 흡수 색소(A-23)]

자외선 흡수 색소(A-22)의 제조에 있어서, 2-메타크릴로일옥시에틸숙신산(라이트 에스테르 HO-MS(N), kyoeisha chemical co., ltd. 제조) 대신에  $\omega$ -카르복시폴리카프로락톤( $n=2$ )모노아크릴레이트(아로닉스 M-5300, TOAGOSEI CO., LTD. 제조)를 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-23)를 얻었다.

[자외선 흡수 색소(A-24)]

자외선 흡수 색소(A-22)의 제조에 있어서, 2-메타크릴로일옥시에틸숙신산(라이트 에스테르 HO-MS(N), kyoeisha chemical co., ltd. 제조) 대신에 프탈산모노히드록시에틸아크릴레이트(아로닉스 M-5400, TOAGOSEI CO., LTD. 제조)를 첨가한 것 이외에는 마찬가지로 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-24)를 얻었다.

[자외선 흡수 색소(A-25)]

300mL 삼각 플라스크에, 클로로벤젠을 170부, 2-클로로-4,6-디(나프탈렌-1-일)-1,3,5-트리아진을 43.4mmol, 염화알루미늄을 65.1mmol 투입하고, 교반하여 현탁시켰다. 다음으로, 빙수로 냉각하면서, 2-나프톨을 65.1mmol, 조금씩 첨가했다. 그 후, 서서히 실온으로 되돌리면서 밤새 교반했다. 한편, 500mL 비커에 물을 38.1부, 35% 염산을 10.0부, 메탄올을 45.0부 투입하고, 이전의 반응액을 조금씩 적하했다. 또한, 메탄올 45.0부를 복수 회로 나누어 삼각 플라스크에 첨가하여 세정하면서 500mL 비커에 첨가했다. 침전물을 여별하고, 물 / 메탄올 =

75부 / 75부의 혼합 용매로 뿌려 세정했다. 얻어진 웨트 케이크를 물 150부 중으로 되돌려 실온에서 30분 리슬러리를 행하여, 여별했다. 그 후, 물 150부로 뿌려 세정을 행했다. 얻어진 웨트 케이크를 80℃에서 밤새 건조하여, 자외선 흡수 색소(A-25)를 얻었다.

[0212] [자외선 흡수 색소(A-26)]

[0213] 300mL 삼각 플라스크에, 클로로벤젠을 170부, 2,4-디클로로-6-페닐-1,3,5-트리아진을 43.4mmol, 염화알루미늄을 65.1mmol 투입하고, 교반하여 현탁시켰다. 다음으로, 빙수로 냉각하면서, 2-나프톨을 108.5mmol, 조금씩 첨가했다. 그 후, 서서히 실온으로 되돌리면서 밤새 교반했다. 한편, 500mL 비커에 물을 38.1부, 35% 염산을 10.0부, 메탄올을 45.0부 투입하고, 이전의 반응액을 조금씩 적하했다. 또한, 메탄올 45.0부를 복수 회로 나누어 삼각 플라스크에 첨가하여 세정하면서 500mL 비커에 첨가했다. 침전물을 여별하고, 물 / 메탄올 = 75부 / 75부의 혼합 용매로 뿌려 세정했다. 얻어진 웨트 케이크를 물 150부 중으로 되돌려 실온에서 30분 리슬러리를 행하여, 여별했다. 그 후, 물 150부로 뿌려 세정을 행했다. 얻어진 웨트 케이크를 80℃에서 밤새 건조하여, 자외선 흡수 색소(A-26)를 얻었다.

[0214] [자외선 흡수 색소(A-27)]

[0215] 자외선 흡수 색소(A-26)의 제조에 있어서, 2,4-디클로로-6-페닐-1,3,5-트리아진 대신에 2-(4-비페닐)-4,6-디클로로-1,3,5-트리아진을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로의 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-27)를 얻었다.

[0216] [자외선 흡수 색소(A-28)의 제조 1(A-28-1)]

[0217] 자외선 흡수 색소(A-25)의 제조에 있어서, 2-클로로-4,6-디(나프탈렌-1-일)-1,3,5-트리아진 대신에 2-클로로-4,6-디페닐-1,3,5-트리아진을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로의 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-28)를 얻었다.

[0218] [자외선 흡수 색소(A-28)의 제조 2(A-28-2)]

[0219] 500mL 삼각 플라스크에, 2-히드록시-1-나프토산메틸을 420mmol 투입하고, 교반하면서 90℃까지 가온했다. 다음으로, 벤즈아미딘 염산염을 128mmol, 나트륨메틸레이트의 30% 용액을 26부 투입하고, 90℃에서 22시간 교반했다. 이후, 메탄올을 200부 투입하고, 실온까지 냉각하여, 여과했다. 얻어진 웨트 케이크를 메탄올 150부 중으로 되돌려 실온에서 30분 리슬러리를 행하여, 여별했다. 그 후, 메탄올 150부로 뿌려 세정을 행했다. 얻어진 웨트 케이크를 80℃에서 밤새 건조하여, 자외선 흡수 색소(A-28)를 얻었다. 이와 같이 제조 2의 자외선 흡수 색소(A-28)는, 상기 제조 1과는 다른 합성 경로로 같은 화합물(A-28)을 합성했다.

[0220] [자외선 흡수 색소(A-29)]

[0221] 자외선 흡수 색소(A-28-2)의 제조에 있어서, 벤즈아미딘 염산염 대신에 p-메틸벤즈아미딘 염산염을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로의 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-29)를 얻었다.

[0222] [자외선 흡수 색소(A-30)]

[0223] 자외선 흡수 색소(A-28-2)의 제조에 있어서, 벤즈아미딘 염산염 대신에 p-부톡시벤즈아미딘 염산염을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로의 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-30)를 얻었다.

[0224] [자외선 흡수 색소(A-31)]

[0225] 자외선 흡수 색소(A-25)의 제조에 있어서, 2-클로로-4,6-디(나프탈렌-1-일)-1,3,5-트리아진 대신에 2-클로로-4,6-디메톡시-1,3,5-트리아진을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로의 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-31)를 얻었다.

[0226] [자외선 흡수 색소(A-32)]

[0227] 자외선 흡수 색소(A-25)의 제조에 있어서, 2-클로로-4,6-디(나프탈렌-1-일)-1,3,5-트리아진 대신에 2,4-비스[4-(tert-부틸)페닐]-6-클로로-1,3,5-트리아진을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로의 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-32)를 얻었다.

[0228] [자외선 흡수 색소(A-33)]

[0229] 자외선 흡수 색소(A-25)의 제조에 있어서, 2-클로로-4,6-디(나프탈렌-1-일)-1,3,5-트리아진 대신에 2-([1,1'-비

페닐]-4-일)-4-클로로-6-페닐-1,3,5-트리아진을 첨가한 것 이외에는 마찬가지로의 방법으로 제조하여, 자외선 흡수 색소(A-33)를 얻었다.

- [0230] [흡광도 측정]
- [0231] (시험예 1 ~ 35, 비교 시험예 1 ~ 6)
- [0232] 자외선 흡수 색소 (A-1) ~ (A-33), 및 하기 비교 색소 (AA-1) ~ (AA-3)의 자외선 흡수제에 대해서, 자외 ~ 가시 흡수 스펙트럼을 측정한 결과를 표 1에 나타낸다. 또, 비교 색소는 하기의 자외선 흡수제를 이용했다. 이들 자외선 흡수제는, 모두 파장 320nm 이상 400nm 미만의 파장역에서 투과율 10% 미만을 확인한 다음 가시광 흡수성 등을 평가했다.
- [0233] (AA-1) Tinuvin970(BASF Japan Ltd. 제조, 벤조트리아졸계 자외선 흡수제)
- [0234] (AA-2) Tinuvin460(BASF Japan Ltd. 제조, 트리아진계 자외선 흡수제)
- [0235] (AA-3) LA-F70(ADEKA사 제조, 트리아진계 자외선 흡수제)
- [0236] (AA-1)은 벤조트리아졸계의 자외선 흡수제이며, 본 발명의 구조와 다르다. (AA-2), (AA-3)은 트리아진계의 자외선 흡수제이며, 각각 나프탈렌환을 갖지 않는다.
- [0237] 또한, 흡광도 측정용의 용액 조제 방법, 및 측정 조건은 이하와 같다.
- [0238] <용액 조제 방법>
- [0239] 자외선 흡수 색소(A-1) 1부, 테트라히드로퓨란 1000부를 혼합하여, 완전히 용해시켰다. 이어서 이전의 용해액 1부, 테트라히드로퓨란 99부를 균일하게 혼합하여, 농도 10ppm의 용액을 조제했다.
- [0240] 자외선 흡수 색소 (A-2) ~ (A-33), 비교 색소 (AA-1) ~ (AA-3)의 자외선 흡수제에 대해서도, 표 1에 기재된 농도가 되도록 조제했다.
- [0241] <측정 조건>
- [0242] 장치: 자외 가시근적외 분광 광도계 U-3500(Hitachi, Ltd. 제조)
- [0243] 측정 파장: 260 ~ 700nm
- [0244] 용매: 테트라히드로퓨란
- [0245] 농도: 표 1에 기재
- [0246] 자외 ~ 가시 흡수 스펙트럼의 평가 기준은 이하와 같다.
- [0247] ◎: 파장 400 ~ 420nm의 흡광도가 전체 영역에 걸쳐서 0.3 이상: 양호
- [0248] ○: 파장 400 ~ 420nm의 흡광도가 일부 0.3 이상, 그 외가 0.3 미만: 실용역
- [0249] △: 파장 400 ~ 420nm의 흡광도가 일부 0.1 이상 0.3 미만, 그 외 0.1 미만: 실용 불가
- [0250] ×: 파장 400 ~ 420nm의 흡광도가 전체 영역에 걸쳐서 0.1 미만: 실용 불가

[0251] [표 1]

|          | 자외선 흡수<br>색소 ( A ) | 농도    | 400nm ~ 420nm의<br>흡광도 |
|----------|--------------------|-------|-----------------------|
| 시험예 1    | A - 1              | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 2    | A - 1              | 5ppm  | ○                     |
| 시험예 3    | A - 2              | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 4    | A - 3              | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 5    | A - 4              | 10ppm | ○                     |
| 시험예 6    | A - 5              | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 7    | A - 6              | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 8    | A - 7              | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 9    | A - 8              | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 10   | A - 9              | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 11   | A - 10             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 12   | A - 11             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 13   | A - 12             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 14   | A - 13             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 15   | A - 14             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 16   | A - 15             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 17   | A - 16             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 18   | A - 17             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 19   | A - 18             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 20   | A - 19             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 21   | A - 20             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 22   | A - 21             | 10ppm | ◎                     |
| 시험예 23   | A - 22             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 24   | A - 23             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 25   | A - 24             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 26   | A - 25             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 27   | A - 26             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 28   | A - 27             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 29   | A - 28 - 1         | 10ppm | ○                     |
| 시험예 30   | A - 28 - 2         | 10ppm | ○                     |
| 시험예 31   | A - 29             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 32   | A - 30             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 33   | A - 31             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 34   | A - 32             | 10ppm | ○                     |
| 시험예 35   | A - 33             | 10ppm | ○                     |
| 비교 시험예 1 | AA - 1             | 10ppm | △                     |
| 비교 시험예 2 | AA - 1             | 20ppm | ○                     |
| 비교 시험예 3 | AA - 2             | 10ppm | X                     |
| 비교 시험예 4 | AA - 2             | 20ppm | X                     |
| 비교 시험예 5 | AA - 3             | 10ppm | X                     |
| 비교 시험예 6 | AA - 3             | 20ppm | X                     |

[0252]

[0253] 표 1에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 수지 조성물에 이용한 자외선 흡수 색소(A)는, 종래의 수지 조성물에 사용되고 있는 자외선 흡수제(AA)와 비교하여 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역에서, 단위 중량당 흡광도가 높은 것을 알 수 있다.

[0254] <열가소성 수지(B)>

[0255] (B-1) 폴리에스테르 MA-2101M(폴리에스테르 수지, UNITIKA LTD. 제조, 결정성 수지, 용점 264℃, MFR 45g / 10min(280℃ / 2.16kg))

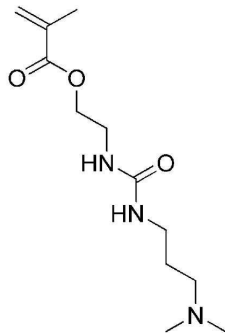
[0256] (B-2) 유피론 S-3000(폴리카보네이트 수지, Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation. 제조, 비정성 수지, 유리 전이 온도 145℃, MFR 15g / 10min(300℃ / 1.2kg))

[0257] (B-3) 토파스 6013M-07(시클로올레핀 수지, POLYPLASTICS CO., LTD. 제조, 비정성 수지, 유리 전이 온도 142℃, MFR 13g / 10min(260℃ / 2.16kg))

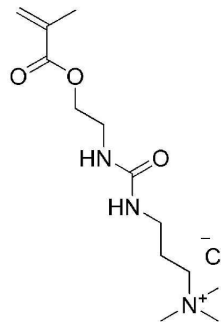
- [0258] (B-4) 아펠(시클로올레핀 수지, Mitsui Chemicals, Inc. 제조, 비정성 수지, 유리 전이 온도 135℃, MFR 11g / 10min 이상(260℃ / 2.16kg))
- [0259] (B-5) 아미란 CM3001-N(폴리아미드 수지, Toray Industries, Inc. 제조, 결정성 수지, 용점 265℃, MFR 7g / 10min 이상(235℃ / 2.16kg))
- [0260] (B-6) ULTEM(폴리에테르이미드 수지, Saudi Basic Industries Corporation 제조, 비정성 수지, 유리 전이 온도 217℃, MFR 8g / 10min 이상(337℃ / 6.6kg))
- [0261] <액체 수지(E)>
- [0262] (E-1): 유니올 D-1200(NOF CORPORATION, 폴리알킬렌글리콜 수지, 폴리프로필렌글리콜 수지, 수평균 분자량 1200, 점도 200mPa · s)
- [0263] (E-2): PEG-400(Sanyo Chemical Industries, Ltd. 제조, 폴리알킬렌글리콜 수지, 폴리프로필렌글리콜 수지, 수평균 분자량 400, 점도 90mPa · s)
- [0264] (E-3): 유니올 D-400(NOF CORPORATION, 폴리알킬렌글리콜 수지, 폴리프로필렌글리콜 수지, 수평균 분자량 400, 점도 100mPa · s)
- [0265] (E-4): 아테카사이저 RS-107(ADEKA사 제조, 에테르에스테르 수지, 아디프산에테르에스테르 수지, 수평균 분자량 430, 점도 20mPa · s)
- [0266] (E-5): 아테카사이저 RS-700(ADEKA사 제조, 에테르에스테르 수지, 수평균 분자량 550, 점도 30mPa · s)
- [0267] (E-6): 아테카사이저 PN-250(ADEKA사 제조, 지방산 폴리에스테르 수지, 아디프산폴리에스테르 수지, 수평균 분자량 2100, 점도 4,500mPa · s)
- [0268] (E-7): 아테카사이저 PN-350(ADEKA사 제조, 지방산 폴리에스테르 수지, 아디프산폴리에스테르 수지, 수평균 분자량 4500, 점도 10,000mPa · s)
- [0269] <수지형 분산제(G)>
- [0270] (수지형 분산제 용액(G-1)의 제조)
- [0271] 불휘발분 60%인 BYK JAPAN KK. 제조의 BYK-LPN6919에, BYK-LPN6919와 동량의 액체 수지(E-4)를 더해, 100℃로 가열하고 감압하여 용제를 유거함으로써, BYK-LPN6919의 불휘발분 / 액체 수지(E-4) = 1 / 1의 수지형 분산제 용액(G-1)을 얻었다.
- [0272] [에틸렌성 불포화 단량체(b-5)의 합성]
- [0273] 교반기, 온도계를 구비한 반응 용기에, 메타크릴산2-이소시아나토에틸 60부, 3-(디메틸아미노)프로필아민 29부, 테트라히드로퓨란(THF) 120부를 투입하고, 실온에서 5시간 교반했다. FT-IR로 반응이 완결되어 있는 것을 확인한 후, 로터리 에바포레이터로 용매를 유거하고, 담황색 투명한 액체로서, 하기의 에틸렌성 불포화 단량체(b-5)를 73부 얻었다(수율 82%). 얻어진 화합물의 동정은, 1H-NMR로 실시했다.
- [0274] [에틸렌성 불포화 단량체(b-9)의 합성]
- [0275] 교반기, 온도계를 구비한 반응 용기에, 에틸렌성 불포화 단량체(b-5)의 합성에 의해 얻어진, 에틸렌성 불포화 단량체(b-5) 6.6부, 이온 교환수 5부를 투입하고, 실온에서 교반한 후, 35% 염산 수용액 8부를 적하했다. 아민가 측정으로 반응이 완결되어 있는 것을 확인하고, 담황색 투명 액체로서, 에틸렌성 불포화 단량체(b-9) 수용액을 20부 얻었다. 얻어진 화합물의 동정은, 1H-NMR로 실시했다.

[0276] [화 12]

에틸렌성 불포화 단량체 (b-5)



에틸렌성 불포화 단량체 (b-9)



[0277]

[0278] (수지형 분산제 용액(G-2)의 제조)

[0279] 가스 도입관, 콘덴서, 교반 날개, 및 온도계를 장착한 반응조에, 메틸메타크릴레이트 17.7부, n-부틸메타크릴레이트 53.2부, 테트라메틸에틸렌디아민 13.2부를 투입하고, 질소를 흘리면서 50℃에서 1시간 교반하고, 계 내를 질소 치환했다. 다음으로, 브로모이소부티르산에틸 2.6부, 염화제1구리 5.6부, PGMAc 100부를 투입하고, 질소 기류 하에서, 110℃까지 승온하여 제1 블록의 중합을 개시했다. 4시간 중합 후, 중합 용액을 샘플링하여 불휘발분 측정치를 행하고, 불휘발분으로부터 환산하여 중합 전화율이 98% 이상인 것을 확인했다.

[0280] 다음으로, 이 반응조에, PGMAc 20부, 제2 블록 모노머로서 에틸렌성 불포화 단량체(b-5) 21.2부, 에틸렌성 불포화 단량체(b-9) 수용액 27부(불휘발분 38%)를 투입하고, 110℃·질소 분위기 하를 유지한 채 교반하여, 반응을 계속했다. 2시간 후, 중합 용액을 샘플링하여 불휘발분 측정치를 행하고, 불휘발분으로부터 환산하여 제2 블록의 중합 전화율이 98% 이상인 것을 확인하고, 반응 용액을 실온까지 냉각하여 중합을 정지했다.

[0281] 이전에 합성한 블록 공중합체 용액에 불휘발분이 40질량%가 되도록 PGMAc를 첨가했다. 이와 같이 하여, 불휘발분당 아민가가 50mgKOH / g, 4급 암모늄염가가 20mgKOH / g, 중량 평균 분자량(Mw) 9,800, 불휘발분이 40질량%인 수지형 분산제 용액을 얻었다.

[0282] 또한, 이 수지형 분산제 용액의 불휘발분과 동량의 액체 수지(E-4)를 더해, 100℃로 가열하고 감압하여 PGMAc와 물을 유거함으로써, 이 수지형 분산제 용액의 불휘발분 / 액체 수지(E-4) = 1 / 1의 수지형 분산제 용액(G-2)을 얻었다.

[0283] (실시예 1-1)

[0284] <마스터 배치의 제조>

[0285] 자외선 흡수 색소(A-1) 2부와 열가소성 수지(B-1) 98부를 같은 공급구로부터 스크류 직경 30mm의 2축 압출기(The Japan Steel Works, Ltd. 제조)에 투입하고, 300℃에서 용융 혼련한 다음, 펠레타이저를 이용하여 펠렛상으로 커팅하여 마스터 배치(D-1)를 제작했다.

[0286] <필름 성형>

[0287] 희석 수지의 열가소성 수지(B-1) 90부에 대하여, 얻어진 마스터 배치(D-1) 10부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 300℃에서 용융 혼합하고, 두께 250μm의 필름(X-1)을 성형했다.

[0288] (실시예 1-2 ~ 1-40, 비교예 1-1 ~ 1-6)

[0289] 실시예 1-1과 마찬가지로, 표 2-1 ~ 2-2에 기재된 재료를 이용하여, 두께 250μm의 필름(X-2) ~ (X-40), (Y-1) ~ (Y-6)을 성형했다.

[0290] (실시예 1-41)

[0291] <액상 마스터 배치(F)의 제조>

[0292] 자외선 흡수 색소(A-1) 10부와 액체 수지(E-1) 90부를 물로 혼련함으로써, 액상 마스터 배치(F-1)를 제작했다.

[0293] <필름 성형>

- [0294] 회석 수지의 열가소성 수지(B-3) 99.5부에 대하여, 얻어진 액상 마스터 배치(F-1) 0.5부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 300℃에서 용융 혼합하고, 두께 250 $\mu$ m의 필름(X-41)을 성형했다.
- [0295] (실시예 1-42 ~ 1-58)
- [0296] 실시예 1-41과 마찬가지로, 표 2-1 ~ 2-2에 기재된 재료를 이용하여, 두께 250 $\mu$ m의 필름(X-42) ~ (X-58)을 성형했다.
- [0297] (실시예 1-59)
- [0298] <액상 마스터 배치(F)의 제조>
- [0299] 자외선 흡수 색소(A-1) 10부, 수지형 분산제(G-1) 20부와 액체 수지(E-1) 70부를 비드 밀로 분산함으로써, 액상 마스터 배치(F-19)를 제작했다.
- [0300] <필름 성형>
- [0301] 회석 수지의 열가소성 수지(B-3) 99.5부에 대하여, 얻어진 액상 마스터 배치(F-19) 0.5부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki사 제조)를 이용하여, 온도 300℃에서 용융 혼합하고, 두께 250 $\mu$ m의 필름(X-59)을 성형했다.
- [0302] (실시예 1-60 ~ 1-77)
- [0303] 실시예 1-59와 마찬가지로, 표 2-1 ~ 2-2에 기재된 재료를 이용하여, 두께 250 $\mu$ m의 필름(X-60) ~ (X-77)을 성형했다.
- [0304] [성형물의 외관 평가]
- [0305] (X-1) ~ (X-77), (Y-1) ~ (Y-6)에 관해서는, 균일한 필름이 성형되고 있는 것이 확인되었다.
- [0306] [자외선 흡수성]
- [0307] 얻어진 필름의 투과율을, 자외 가시근적외 분광 광도계(Shimadzu Corporation 제조)를 이용하여 측정하고, 이하의 조건을 충족시키는지의 여부를 평가했다.
- [0308] ◎: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 1% 미만: 양호
- [0309] ○: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 미만, 그 외가 1% 이상: 실용역
- [0310] △: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 이상 10% 미만, 그 외가 20% 이상: 실용 불가
- [0311] ×: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 10% 이상: 실용 불가
- [0312] [투명성] 얻어진 필름의 투명성을 육안 평가했다. 평가 기준은 이하와 같다.
- [0313] ○: 탁함이 전혀 인정되지 않는다. 양호
- [0314] △: 탁함이 약간 인정된다. 실용역
- [0315] ×: 분명하게 탁함이 인정된다. 실용 불가
- [0316] [내광성]
- [0317] 얻어진 필름을 크세논 웨더 미터로, 파장 300 ~ 400nm의 광을 60W / m<sup>2</sup>의 조도로 100시간 폭로했다.
- [0318] ○: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 미만
- [0319] △: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 이상 20% 미만
- [0320] ×: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 20% 이상
- [0321] <헤이즈치>
- [0322] 얻어진 필름에 대해, 헤이즈미터로 헤이즈치를 측정하고, 하기 기준으로 평가했다.
- [0323] ◎+: 0.2 미만 극히 양호
- [0324] ◎: 0.2 이상 0.5 미만 매우 양호

[0325] ○: 0.5 이상 2 미만 양호

[0326] △: 2 이상 5 미만 양호

[0327] ×: 5 이상 실용 불가

[0328] [표 2-1]

|            | 성형용 수<br>지 조성물 | 마스터<br>배치 | 자외선 흡수 색소<br>( A ) |       | 열가소성 수지<br>( B ) ( C )<br>/액체 수지 ( E ) |       | 수지형 분산제<br>( G ) |       | 마스터 배치<br>( D ) ( F ) |       | 열가소성 수지<br>( B ) |    | 자외선<br>흡수성 | 투명성 | 헤이즈치 | 내광성 |
|------------|----------------|-----------|--------------------|-------|----------------------------------------|-------|------------------|-------|-----------------------|-------|------------------|----|------------|-----|------|-----|
|            |                |           | 종류                 | 양 / 부 | 종류                                     | 양 / 부 | 종류               | 양 / 부 | 양 / 부                 | 종류    | 양 / 부            | 종류 |            |     |      |     |
| 실시예 1 - 1  | X - 1          | D - 1     | A - 1              | 2     | B - 1                                  | 98    |                  |       | 10                    | B - 1 | 90               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 2  | X - 2          | D - 2     | A - 1              | 2     | B - 2                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 2 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 3  | X - 3          | D - 3     | A - 1              | 2     | B - 3                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 3 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 4  | X - 4          | D - 4     | A - 1              | 2     | B - 4                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 4 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 5  | X - 5          | D - 5     | A - 1              | 2     | B - 5                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 5 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 6  | X - 6          | D - 6     | A - 1              | 2     | B - 6                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 6 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 7  | X - 7          | D - 7     | A - 1              | 1     | B - 1                                  | 99    |                  |       | 5                     | B - 1 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 8  | X - 8          | D - 8     | A - 2              | 2     | B - 2                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 2 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 9  | X - 9          | D - 9     | A - 3              | 2     | B - 3                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 3 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 10 | X - 10         | D - 10    | A - 4              | 2     | B - 4                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 4 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 11 | X - 11         | D - 11    | A - 5              | 2     | B - 5                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 5 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 12 | X - 12         | D - 12    | A - 6              | 2     | B - 6                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 6 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 13 | X - 13         | D - 13    | A - 7              | 2     | B - 1                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 1 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 14 | X - 14         | D - 14    | A - 8              | 2     | B - 2                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 2 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 15 | X - 15         | D - 15    | A - 9              | 2     | B - 3                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 3 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 16 | X - 16         | D - 16    | A - 10             | 2     | B - 4                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 4 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 17 | X - 17         | D - 17    | A - 11             | 2     | B - 5                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 5 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 18 | X - 18         | D - 18    | A - 12             | 2     | B - 6                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 6 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 19 | X - 19         | D - 19    | A - 13             | 2     | B - 1                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 1 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 20 | X - 20         | D - 20    | A - 14             | 2     | B - 2                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 2 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 21 | X - 21         | D - 21    | A - 15             | 2     | B - 3                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 3 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 22 | X - 22         | D - 22    | A - 16             | 2     | B - 4                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 4 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 23 | X - 23         | D - 23    | A - 17             | 2     | B - 5                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 5 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 24 | X - 24         | D - 24    | A - 18             | 2     | B - 6                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 6 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 25 | X - 25         | D - 25    | A - 19             | 2     | B - 1                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 1 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 26 | X - 26         | D - 26    | A - 20             | 2     | B - 2                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 2 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 27 | X - 27         | D - 27    | A - 21             | 2     | B - 3                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 3 | 95               | ◎  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 28 | X - 28         | D - 28    | A - 22             | 2     | B - 4                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 4 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 29 | X - 29         | D - 29    | A - 23             | 2     | B - 5                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 5 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 30 | X - 30         | D - 30    | A - 24             | 2     | B - 6                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 6 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 31 | X - 31         | D - 31    | A - 25             | 2     | B - 1                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 1 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 32 | X - 32         | D - 32    | A - 26             | 2     | B - 2                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 2 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 33 | X - 33         | D - 33    | A - 27             | 2     | B - 3                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 3 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 34 | X - 34         | D - 34    | A - 28             | 2     | B - 4                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 4 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 35 | X - 35         | D - 35    | A - 28 - 1         | 2     | B - 5                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 5 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 36 | X - 36         | D - 36    | A - 29             | 2     | B - 6                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 6 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 37 | X - 37         | D - 37    | A - 30             | 2     | B - 1                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 1 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 38 | X - 38         | D - 38    | A - 31             | 2     | B - 2                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 2 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 39 | X - 39         | D - 39    | A - 32             | 2     | B - 3                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 3 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |
| 실시예 1 - 40 | X - 40         | D - 40    | A - 33             | 2     | B - 4                                  | 98    |                  |       | 5                     | B - 4 | 95               | ○  | ○          | ○   | ○    | ○   |

[0329]

[00330] [표 2-2]

|           | 성형용 수지 조성물 | 마스터 배치 |       | 자외선 흡수 색소 (A) |       | 열가소성 수지 (B) (C) /액체 수지 (E) |       | 수지형 분산제 (G) |    | 마스터 배치 (D) (F) |     | 열가소성 수지 (B) |   | 자외선 흡수성 | 투명성 | 헤이즈치 | 내광성 |
|-----------|------------|--------|-------|---------------|-------|----------------------------|-------|-------------|----|----------------|-----|-------------|---|---------|-----|------|-----|
|           |            | 종류     | 양 / 부 | 종류            | 양 / 부 | 종류                         | 양 / 부 | 양 / 부       | 종류 | 양 / 부          |     |             |   |         |     |      |     |
|           |            |        |       |               |       |                            |       |             |    |                |     |             |   |         |     |      |     |
| 실시예 1-4-1 | X-4-1      | F-1    | A-1   | 10            | E-1   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-4-2 | X-4-2      | F-2    | A-1   | 10            | E-2   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-4-3 | X-4-3      | F-3    | A-1   | 10            | E-3   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-4-4 | X-4-4      | F-4    | A-1   | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-4-5 | X-4-5      | F-5    | A-1   | 10            | E-5   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-4-6 | X-4-6      | F-6    | A-1   | 10            | E-6   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-4-7 | X-4-7      | F-7    | A-1   | 10            | E-7   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-4-8 | X-4-8      | F-8    | A-1   | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-1 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-4-9 | X-4-9      | F-9    | A-1   | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-2 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-5-0 | X-5-0      | F-10   | A-1   | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-4 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-5-1 | X-5-1      | F-11   | A-1   | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-5 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-5-2 | X-5-2      | F-12   | A-1   | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-6 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-5-3 | X-5-3      | F-13   | A-4   | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ○ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-5-4 | X-5-4      | F-14   | A-9   | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-5-5 | X-5-5      | F-15   | A-20  | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ○ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-5-6 | X-5-6      | F-16   | A-25  | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ○ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-5-7 | X-5-7      | F-17   | A-26  | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ○ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-5-8 | X-5-8      | F-18   | A-28  | 10            | E-4   | 90                         |       |             |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ○ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-5-9 | X-5-9      | F-19   | A-1   | 10            | E-1   | 70                         | G-1   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-6-0 | X-6-0      | F-20   | A-1   | 10            | E-1   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-6-1 | X-6-1      | F-21   | A-1   | 10            | E-2   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-6-2 | X-6-2      | F-22   | A-1   | 10            | E-3   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-6-3 | X-6-3      | F-23   | A-1   | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-6-4 | X-6-4      | F-24   | A-1   | 10            | E-5   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-6-5 | X-6-5      | F-25   | A-1   | 10            | E-6   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-6-6 | X-6-6      | F-26   | A-1   | 10            | E-7   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎   | ○    |     |
| 실시예 1-6-7 | X-6-7      | F-27   | A-1   | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-1 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-6-8 | X-6-8      | F-28   | A-1   | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-2 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-6-9 | X-6-9      | F-29   | A-1   | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-4 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-7-0 | X-7-0      | F-30   | A-1   | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-5 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-7-1 | X-7-1      | F-31   | A-1   | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-6 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-7-2 | X-7-2      | F-32   | A-4   | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ○ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-7-3 | X-7-3      | F-33   | A-9   | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ◎ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-7-4 | X-7-4      | F-34   | A-20  | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ○ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-7-5 | X-7-5      | F-35   | A-25  | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ○ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-7-6 | X-7-6      | F-36   | A-26  | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ○ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 실시예 1-7-7 | X-7-7      | F-37   | A-28  | 10            | E-4   | 70                         | G-2   | 20          |    | 0.5            | B-3 | 99.5        | ○ | ○       | ◎+  | ○    |     |
| 비교예 1-1   | Y-1        | DD-1   | AA-1  | 2             | B-1   | 100                        |       |             |    | 5              | B-1 | 95          | △ | ○       | ○   | ○    |     |
| 비교예 1-2   | Y-2        | DD-2   | AA-2  | 4             | B-1   | 100                        |       |             |    | 5              | B-1 | 95          | ○ | X       | ○   | ○    |     |
| 비교예 1-3   | Y-3        | DD-3   | AA-3  | 2             | B-2   | 100                        |       |             |    | 5              | B-2 | 95          | X | ○       | ○   | ○    |     |
| 비교예 1-4   | Y-4        | DD-4   | AA-4  | 4             | B-2   | 100                        |       |             |    | 5              | B-2 | 95          | X | X       | ○   | ○    |     |
| 비교예 1-5   | Y-5        | DD-5   | AA-5  | 2             | B-3   | 100                        |       |             |    | 5              | B-3 | 95          | X | ○       | ○   | ○    |     |
| 비교예 1-6   | Y-6        | DD-6   | AA-6  | 4             | B-3   | 100                        |       |             |    | 5              | B-3 | 95          | X | X       | ○   | ○    |     |

[00331]

[00332]

표 2-1 ~ 2-2에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 수지 성형물은 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역에서, 단위 중량당 투과율이 낮다. 수지 성형물 중의 자외선 흡수 색소가 소량 첨가로 실용역에 이르기 때문에, 필름의 투명성이 양호하다. 특히 비교예의 Tinuvin970을 이용한 수지 성형물과 비교하여 소량의 첨가로 실용역에 이르기 때문에, 투명성이 우수하다.

[00333]

(실시예 2-1)

[00334]

<마스터 배치의 제조>

[00335]

자외선 흡수 색소(A-1) 2부와 열가소성 수지(B-1) 98부를 같은 공급구로부터 스크류 직경 30mm의 2축 압출기(The Japan Steel Works, Ltd. 제조)에 투입하고, 300℃에서 용융 혼련한 다음, 펠레타이저를 이용하여 펠렛상으로 커팅하여 마스터 배치(D-1)를 제작했다.

[00336]

<필름 성형>

[00337]

회석 수지의 열가소성 수지(B-1) 90부에 대하여, 얻어진 마스터 배치(D-1) 10부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 300℃에서 용융 혼합하고 수지 조성물을 제작했다. 그 다음에, 20분간 300℃에서 체류시키고 나서 두께 250μm의 필름(XX-1)을 성형했다.

[00338]

(실시예 2-2 ~ 2-40, 비교예 2-1 ~ 2-6)

[00339]

실시예 2-1과 마찬가지로, 표 2에 기재된 재료를 이용하여, 두께 250μm의 필름(XX-2) ~ (XX-40), (YY-1) ~ (YY-6)을 성형했다.

[00340]

(실시예 2-41)

[00341]

<액상 마스터 배치(F)의 제조>

- [0342] 자외선 흡수 색소(A-1) 10부와 액체 수지(E-1) 90부를 물로 혼련함으로써, 액상 마스터 배치(F-1)를 제작했다.
- [0343] <필름 성형>
- [0344] 희석 수지의 열가소성 수지(B-3) 99.5부에 대하여, 얻어진 액상 마스터 배치(F-1) 0.5부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 300℃에서 용융 혼합하고 수지 조성물을 제작했다. 그 다음에, 20분간 300℃에서 체류시키고 나서 두께 250 $\mu$ m의 필름(XX-41)을 성형했다.
- [0345] (실시예 2-42 ~ 2-58)
- [0346] 실시예 2-41과 마찬가지로, 표 2에 기재된 재료를 이용하여, 두께 250 $\mu$ m의 필름(XX-42) ~ (XX-58)을 성형했다.
- [0347] (실시예 2-59)
- [0348] <액상 마스터 배치(F)의 제조>
- [0349] 자외선 흡수 색소(A-1) 10부, 수지형 분산제(G-1) 20부와 액체 수지(E-1) 70부를 비드 밀로 분산함으로써, 액상 마스터 배치(F-19)를 제작했다.
- [0350] <필름 성형>
- [0351] 희석 수지의 열가소성 수지(B-3) 99.5부에 대하여, 얻어진 액상 마스터 배치(F-19) 0.5부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 300℃에서 용융 혼합하고 수지 조성물을 제작했다. 그 다음에, 20분간 300℃에서 체류시키고 나서 두께 250 $\mu$ m의 필름(XX-59)을 성형했다.
- [0352] (실시예 2-60 ~ 2-77)
- [0353] 실시예 2-59와 마찬가지로, 표 2에 기재된 재료를 이용하여, 두께 250 $\mu$ m의 필름(XX-60) ~ (XX-77)을 성형했다.
- [0354] [성형물의 외관 평가]
- [0355] (XX-1) ~ (XX-77), (YY-1) ~ (YY-6)에 관해서는, 균일한 필름이 형성되어 있는 것이 확인되었다.
- [0356] [자외선 흡수성]
- [0357] 얻어진 필름의 투과율을, 자외 가시근적외 분광 광도계(Shimadzu Corporation 제조)를 이용하여 측정하고, 이하의 조건을 충족시키는지의 여부를 평가했다.
- [0358] ◎: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 1% 미만: 양호
- [0359] ○: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 미만, 그 외가 1% 이상: 실용역
- [0360] △: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 이상 10% 미만, 그 외가 20% 이상: 실용 불가
- [0361] ×: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 10% 이상: 실용 불가
- [0362] [내열성]
- [0363] 얻어진 필름(XX-1) ~ (XX-77), (YY-1) ~ (YY-8)에 대해서, 실시예(1-1) ~ (1-77), 비교예(1-1) ~ (1-8)에서 얻어진 필름(X-1) ~ (X-40), (Y-1) ~ (Y-8)과의 자외선 흡수성의 차를 비교하여 평가했다. 평가 기준은 이하와 같다.
- [0364] ◎: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율의 차가 1% 미만: 양호
- [0365] ○: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율의 차가 5% 미만: 실용역
- [0366] △: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율의 차가 10% 미만: 실용 불가
- [0367] ×: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율의 차가 10% 이상: 실용 불가
- [0368] 또, 실시예 2-1 ~ 2-77 및 비교예 2-1 ~ 2-8의 원료 및 배합비는, 각각 실시예 1-1 ~ 1-77 및 비교예 1-1 ~ 1-8과 동일하기 때문에 표 3에는 결과만을 기재한다.

[0369] [ 표 3 ]

|             | 성형용 수지 조<br>성물 | 체류 후의<br>자외선 흡수성 | 내열성 |             | 성형용 수지 조<br>성물 | 체류 후의<br>자외선 흡수성 | 내열성 |
|-------------|----------------|------------------|-----|-------------|----------------|------------------|-----|
| 실시예 2 - 1   | XX - 1         | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 4 1 | XX - 4 1       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2   | XX - 2         | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 4 2 | XX - 4 2       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 3   | XX - 3         | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 4 3 | XX - 4 3       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 4   | XX - 4         | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 4 4 | XX - 4 4       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 5   | XX - 5         | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 4 5 | XX - 4 5       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 6   | XX - 6         | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 4 6 | XX - 4 6       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 7   | XX - 7         | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 4 7 | XX - 4 7       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 8   | XX - 8         | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 4 8 | XX - 4 8       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 9   | XX - 9         | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 4 9 | XX - 4 9       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 1 0 | XX - 1 0       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 5 0 | XX - 5 0       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 1 1 | XX - 1 1       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 5 1 | XX - 5 1       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 1 2 | XX - 1 2       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 5 2 | XX - 5 2       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 1 3 | XX - 1 3       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 5 3 | XX - 5 3       | ○                | ◎   |
| 실시예 2 - 1 4 | XX - 1 4       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 5 4 | XX - 5 4       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 1 5 | XX - 1 5       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 5 5 | XX - 5 5       | ○                | ◎   |
| 실시예 2 - 1 6 | XX - 1 6       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 5 6 | XX - 5 6       | ○                | ◎   |
| 실시예 2 - 1 7 | XX - 1 7       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 5 7 | XX - 5 7       | ○                | ◎   |
| 실시예 2 - 1 8 | XX - 1 8       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 5 8 | XX - 5 8       | ○                | ◎   |
| 실시예 2 - 1 9 | XX - 1 9       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 5 9 | XX - 5 9       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2 0 | XX - 2 0       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 6 0 | XX - 6 0       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2 1 | XX - 2 1       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 6 1 | XX - 6 1       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2 2 | XX - 2 2       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 6 2 | XX - 6 2       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2 3 | XX - 2 3       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 6 3 | XX - 6 3       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2 4 | XX - 2 4       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 6 4 | XX - 6 4       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2 5 | XX - 2 5       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 6 5 | XX - 6 5       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2 6 | XX - 2 6       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 6 6 | XX - 6 6       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2 7 | XX - 2 7       | ◎                | ◎   | 실시예 2 - 6 7 | XX - 6 7       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2 8 | XX - 2 8       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 6 8 | XX - 6 8       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 2 9 | XX - 2 9       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 6 9 | XX - 6 9       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 3 0 | XX - 3 0       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 7 0 | XX - 7 0       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 3 1 | XX - 3 1       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 7 1 | XX - 7 1       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 3 2 | XX - 3 2       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 7 2 | XX - 7 2       | ○                | ◎   |
| 실시예 2 - 3 3 | XX - 3 3       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 7 3 | XX - 7 3       | ◎                | ◎   |
| 실시예 2 - 3 4 | XX - 3 4       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 7 4 | XX - 7 4       | ○                | ◎   |
| 실시예 2 - 3 5 | XX - 3 5       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 7 5 | XX - 7 5       | ○                | ◎   |
| 실시예 2 - 3 6 | XX - 3 6       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 7 6 | XX - 7 6       | ○                | ◎   |
| 실시예 2 - 3 7 | XX - 3 7       | ○                | ◎   | 실시예 2 - 7 7 | XX - 7 7       | ○                | ◎   |
| 실시예 2 - 3 8 | XX - 3 8       | ○                | ◎   | 비교예 2 - 1   | YY - 1         | X                | X   |
| 실시예 2 - 3 9 | XX - 3 9       | ○                | ◎   | 비교예 2 - 2   | YY - 2         | X                | X   |
| 실시예 2 - 4 0 | XX - 4 0       | ○                | ◎   | 비교예 2 - 3   | YY - 3         | X                | X   |
|             |                |                  |     | 비교예 2 - 4   | YY - 4         | X                | X   |
|             |                |                  |     | 비교예 2 - 5   | YY - 5         | X                | X   |
|             |                |                  |     | 비교예 2 - 6   | YY - 6         | X                | X   |

[0370]

[0371] 표 3에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 수지 성형물은, 필름 성형 시의 용융 혼합 시의 체류 시간에 따른 자외선 흡수성의 변화율이 작다. 그러므로 양호한 내열성을 보유하고 있는 것이 확인되었다.

[0372] 하기 실시예 3 ~ 7에서 사용한 열가소성 수지(모두 수평균 분자량이 30,000 이상)를 이하에 나타낸다.

[0373] (C-1) 폴리에틸렌(산택 LD M2270, MFR = 7g / 10min, Asahi Kasei Chemicals Corporation 제조)

[0374] (C-2) 폴리에틸렌(노바텍 UJ790, MFR = 50g / 10min, Japan polyethylene Corporation. 제조)

[0375] (C-3) 폴리프로필렌(노바텍 PP FA3EB, MFR = 10.5g / 10min, Japan Polypropylene Corporation 제조)

[0376] (C-4) 폴리프로필렌(프라임 폴리프로 J226T, MFR = 20g / 10min, Prime Polymer Co., Ltd. 제조)

[0377] (H-1) 폴리카보네이트(유피론 S3000, MFR = 15g / 10min, Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation. 제조)

[0378] (H-2) 폴리메타크릴 수지(아크리켓 MF, MFR = 14g / 10min, MITSUBISHI RAYON CO., LTD. 제조)

- [0379] (H-3) 폴리에스테르(미즈이켄 SA135, Mitsui Chemicals, Inc. 제조)
- [0380] (H-4) 시클로올레핀 수지(TOPAS5013L-10, Mitsui Chemicals, Inc. 제조)
- [0381] (H-5) 폴리비닐부티랄 수지(Mowital B20H, KURARAY CO., LTD. 제조)
- [0382] 실시예에서 사용한 액체 수지를 이하에 나타낸다.
- [0383] (I-1) 유니올 D-400(NOF CORPORATION, 폴리알킬렌글리콜 수지, 폴리프로필렌글리콜 수지, 수평균 분자량 400, 점도 100mPa·s)
- [0384] (I-2) 아테카사이저 RS-107(ADEKA사 제조, 에테르에스테르 수지, 아디프산에테르에스테르 수지, 수평균 분자량 430, 점도 20mPa·s)
- [0385] (I-3) 아테카사이저 PN-6810(ADEKA사 제조, 아세틸시트르산트리부틸, 수평균 분자량 190, 점도 43mPa·s)
- [0386] (I-4) 아테카사이저 PN-250(ADEKA사 제조, 지방족 폴리에스테르 수지, 아디프산폴리에스테르 수지, 수평균 분자량 2100, 점도 4,500mPa·s)
- [0387] 실시예에서 사용한 가소제를 이하에 나타낸다.
- [0388] (J-1) 트리에틸렌글리콜다-2-에틸헥사노에이트
- [0389] (J-2) 트리에틸렌글리콜다-n-헵타노에이트
- [0390] <수지형 분산제(K)>
- [0391] (수지형 분산제 용액(K-1)의 제조)
- [0392] 불휘발분 60%인 BYK JAPAN KK. 제조의 BYK-LPN6919에, BYK-LPN6919의 불휘발분과 동량의 액체 수지(I-2)를 더해, 100℃로 가열하고 감압하여 용제를 유거함으로써, BYK-LPN6919의 불휘발분 / 액체 수지(I-2) = 1 / 1의 수지형 분산제 용액(K-1)을 얻었다.
- [0393] (수지형 분산제 용액(K-2)의 제조)
- [0394] 불휘발분 40%인 BYK JAPAN KK. 제조의 Disperbyk-2000에, Disperbyk-2000의 불휘발분과 동량의 액체 수지(I-2)를 더해, 100℃로 가열하고 감압하여 용제를 유거함으로써, Disperbyk-2000의 불휘발분 / 액체 수지(I-2) = 1 / 1의 수지형 분산제 용액(K-2)을 얻었다.
- [0395] (실시예 3-1)
- [0396] [마스터 배치의 제조]
- [0397] 자외선 흡수 색소(A-1) 2부와 폴리올레핀(C-1) 100질량부를 같은 공급구로부터 스크류 직경 30mm의 2축 압출기(The Japan Steel Works, Ltd. 제조)에 투입하고, 240℃에서 용융 혼련한 다음, 펠레타이저를 이용하여 펠렛상으로 커팅하여 마스터 배치를 제작했다.
- [0398] [필름 성형]
- [0399] 얻어진 마스터 배치 10질량부와, 회석 수지로서 폴리올레핀(C-1) 100질량부를 혼합했다. 그 다음에, T-다이 성형기(Toyo Seiki사 제조)를 이용하여, 온도 180℃에서 용융 혼합하고 성형을 행하여 두께 250 $\mu$ m의 필름을 얻었다.
- [0400] (실시예 3-2 ~ 3-38, 비교예 3-1 ~ 3-6)
- [0401] 실시예 3-1의 재료를 표 4에 나타내는 재료 및 배합량으로 변경한 것 이외에는, 실시예 3-1과 마찬가지로 하여 마스터 배치를 제조하고, 그 다음에 실시예 3-2 ~ 3-38, 비교예 3-1 ~ 3-6의 필름을 각각 제조했다.
- [0402] [가시광 흡수성]
- [0403] 얻어진 필름의 투과율을, 자외 가시근적외 분광 광도계(Shimadzu Corporation 제조)를 이용하여 측정하고, 이하의 조건을 충족시키는지의 여부를 평가했다.
- [0404] ◎: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 1% 미만: 양호

- [0405] ○: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 미만, 그 외가 1% 이상: 실용역
- [0406] △: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 이상 10% 미만, 그 외가 20% 이상: 실용 불가
- [0407] ×: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 10% 이상: 실용 불가
- [0408] [투명성]
- [0409] 얻어진 필름의 투명성을 육안 평가했다. 평가 기준은 이하와 같다.
- [0410] ○: 탁함이 전혀 인정되지 않는다. 양호
- [0411] △: 탁함이 약간 인정된다. 실용역
- [0412] ×: 분명하게 탁함이 인정된다. 실용 불가
- [0413] [내광성]
- [0414] 얻어진 필름을 크세논 웨더 미터로, 파장 300 ~ 400nm의 광을 60W / m<sup>2</sup>의 조도로 100시간 폭로했다.
- [0415] ○: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 미만
- [0416] △: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 이상 20% 미만
- [0417] ×: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 20% 이상

[0418] [표 4]

|            | 마스터 배치의 제조 |   |       |     | T - 다이 필름의 제조 |       |     | 자외선 흡수성 | 투명성 | 내광성 |
|------------|------------|---|-------|-----|---------------|-------|-----|---------|-----|-----|
|            | 자외선 흡수제    |   | 폴리올레핀 |     | 마스터 배치        | 희석 수지 |     |         |     |     |
| 실시예 3 - 1  | A - 1      | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 2  | A - 1      | 2 | C - 2 | 100 | 10            | C - 2 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 3  | A - 1      | 2 | C - 3 | 100 | 10            | C - 3 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 4  | A - 1      | 2 | C - 4 | 100 | 10            | C - 4 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 5  | A - 1      | 1 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 6  | A - 2      | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 7  | A - 3      | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 8  | A - 4      | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 9  | A - 5      | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 10 | A - 6      | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 11 | A - 7      | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 12 | A - 8      | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 13 | A - 9      | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 14 | A - 10     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 15 | A - 11     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 16 | A - 12     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 17 | A - 13     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 18 | A - 14     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 19 | A - 15     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 20 | A - 16     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 21 | A - 17     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 22 | A - 18     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 23 | A - 19     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 24 | A - 20     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 25 | A - 21     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 26 | A - 22     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 27 | A - 23     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 28 | A - 24     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 29 | A - 25     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 30 | A - 26     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 31 | A - 27     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 32 | A - 28 - 1 | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 33 | A - 28 - 2 | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 34 | A - 29     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 35 | A - 30     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 36 | A - 31     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 37 | A - 32     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 3 - 38 | A - 33     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | ○   | ○   |
| 비교예 3 - 1  | Tinuvin970 | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | △       | ○   | ○   |
| 비교예 3 - 2  | Tinuvin970 | 4 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | ○       | X   | ○   |
| 비교예 3 - 3  | Tinuvin460 | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | X       | ○   | ○   |
| 비교예 3 - 4  | Tinuvin460 | 4 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | X       | X   | ○   |
| 비교예 3 - 5  | LA-F70     | 2 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | X       | ○   | ○   |
| 비교예 3 - 6  | LA-F70     | 4 | C - 1 | 100 | 10            | C - 1 | 100 | X       | X   | ○   |

[0419]

[0420]

표 4에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 자외선 흡수 색소는 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역에서, 단위 중량당 투과율이 낮다. 소량 첨가로 실용역에 이르기 때문에 필름의 투명성을 손상시키지 않는 것을 알 수 있었다. 특히 비교예의 Tinuvin970과 비교하여 소량의 첨가로 실용역에 이르는 것을 알 수 있었다.

[0421]

(실시예 4-1)

[0422]

(마스터 배치의 제조)

[0423]

폴리카보네이트(H-1) 100부와 자외선 흡수 색소(A-1) 2부를 같은 공급구로부터 스크류 직경 30mm의 2축 압출기(The Japan Steel Works, Ltd. 제조)에 투입하고, 280℃에서 용융 혼련한 다음, 펠레타이저를 이용하여 펠렛상으로 커팅하여 조성물(마스터 배치)을 제작했다.

[0424]

(필름 성형)

[0425]

희석 수지의 폴리카보네이트(H-1) 100부에 대하여, 얻어진 조성물 10부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki

제조)를 이용하여, 온도 280℃에서 용융 혼합하고, 두께 250 $\mu$ m의 필름을 성형했다.

- [0426] (실시예 4-2 ~ 4-8, 비교예 4-1 ~ 4-6)
- [0427] 실시예 4-1의 재료를 표 5-1에 나타내는 재료 및 배합량으로 변경한 것 이외에는, 실시예 4-1과 마찬가지로 하여, 마스터 배치를 제조하고, 그 다음에 실시예 4-2 ~ 4-8, 비교예 4-1 ~ 4-6의 필름을 각각 제조했다.
- [0428] (실시예 4-9)
- [0429] (마스터 배치의 제조)
- [0430] 폴리메타크릴 수지(H-2) 100부와 자외선 흡수 색소(A-1) 2부를 같은 공급구로부터 스크류 직경 30mm의 2축 압출기(The Japan Steel Works, Ltd. 제조)에 투입하고, 240℃에서 용융 혼련한 다음, 펠레타이저를 이용하여 펠렛상으로 커팅하여 조성물(마스터 배치)을 제작했다.
- [0431] (필름 성형)
- [0432] 회석 수지의 메타크릴 수지(H-2) 100부에 대하여, 얻어진 조성물 10부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 280℃에서 용융 혼합하고, 두께 250 $\mu$ m의 T-다이 필름을 성형했다.
- [0433] (실시예 4-10 ~ 4-16)
- [0434] 실시예 4-9의 재료를 표 5-1에 나타내는 재료 및 배합량으로 변경한 것 이외에는, 실시예 4-9와 마찬가지로 하여, 마스터 배치를 제조하고, 그 다음에 실시예 4-10 ~ 4-16의 필름을 각각 제조했다.
- [0435] (실시예 4-17)
- [0436] (마스터 배치의 제조)
- [0437] 폴리에스테르(H-3) 100부와 자외선 흡수 색소(A-1) 2부를 같은 공급구로부터 스크류 직경 30mm의 2축 압출기(The Japan Steel Works, Ltd. 제조)에 투입하고, 280℃에서 용융 혼련한 다음, 펠레타이저를 이용하여 펠렛상으로 커팅하여 조성물(마스터 배치)을 제작했다.
- [0438] (필름 성형)
- [0439] 회석 수지의 폴리에스테르(H-3) 100부에 대하여, 얻어진 조성물 10부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 280℃에서 용융 혼합하고, 두께 250 $\mu$ m의 필름을 성형했다.
- [0440] (실시예 4-18 ~ 4-24)
- [0441] 실시예 4-17의 재료를 표 5-1에 나타내는 재료 및 배합량으로 변경한 것 이외에는, 실시예 4-17과 마찬가지로 하여, 마스터 배치를 제조하고, 그 다음에 실시예 4-18 ~ 4-24의 필름을 각각 제조했다.
- [0442] (실시예 4-25)
- [0443] (마스터 배치의 제조)
- [0444] 시클로올레핀 수지(H-4) 100부와 자외선 흡수 색소(A-1) 2부를 같은 공급구로부터 스크류 직경 30mm의 2축 압출기(The Japan Steel Works, Ltd. 제조)에 투입하고, 240℃에서 용융 혼련한 다음, 펠레타이저를 이용하여 펠렛상으로 커팅하여 조성물(마스터 배치)을 제작했다.
- [0445] (필름 성형)
- [0446] 회석 수지의 시클로올레핀 수지(H-4) 100부에 대하여, 얻어진 조성물 10부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 280℃에서 용융 혼합하고, 두께 250 $\mu$ m의 T-다이 필름을 성형했다.
- [0447] (실시예 4-26 ~ 4-32)
- [0448] 실시예 4-25의 재료를 표 5-1에 나타내는 재료 및 배합량으로 변경한 것 이외에는, 실시예 4-25와 마찬가지로 하여, 마스터 배치를 제조하고, 그 다음에 실시예 4-26 ~ 4-32의 필름을 각각 제조했다.
- [0449] (실시예 4-33)
- [0450] (마스터 배치의 제조)
- [0451] 폴리비닐부티랄 수지(H-5) 100부와 자외선 흡수 색소(A-1) 2부를 같은 공급구로부터 스크류 직경 30mm의 2축 압

출기(The Japan Steel Works, Ltd. 제조)에 투입하고, 240℃에서 용융 혼련한 다음, 펠레타이저를 이용하여 펠렛상으로 커팅하여 조성물(마스터 배치)을 제작했다.

- [0452] (필름 성형)
- [0453] 회석 수지의 폴리비닐부티랄 수지(H-5) 100부에 대하여, 얻어진 조성물 10부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 280℃에서 용융 혼합하고, 두께 250 $\mu$ m의 T-다이 필름을 성형했다.
- [0454] (실시에 4-34 ~ 4-40)
- [0455] 실시예 4-33의 재료를 표 5-1에 나타내는 재료 및 배합량으로 변경한 것 이외에는, 실시예 4-25와 마찬가지로 하여, 마스터 배치를 제조하고, 그 다음에 실시예 4-34 ~ 4-40의 필름을 각각 제조했다.
- [0456] (실시에 4-41)
- [0457] (액상 마스터 배치의 제조)
- [0458] 자외선 흡수 색소(A-1) 10부와 액체 수지(I-1) 90부를 물로 혼련함으로써, 액상 마스터 배치를 제작했다.
- [0459] (필름 성형)
- [0460] 회석 수지의 폴리카보네이트(H-1) 98부에 대하여, 얻어진 액상 마스터 배치 2부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 280℃에서 용융 혼합하고, 두께 250 $\mu$ m의 T-다이 필름을 성형했다.
- [0461] (실시에 4-42 ~ 82)
- [0462] 실시예 4-41과 마찬가지로, 표 5-2에 기재된 재료를 이용하여, 액상 마스터 배치를 제조하고, 그 다음에 실시예 4-42 ~ 4-82의 필름을 각각 제조했다.
- [0463] (실시에 4-83)
- [0464] (가소제 분산액의 제조)
- [0465] 자외선 흡수 색소(A-1) 10부와 가소제(J-1) 90부를 비드 분산함으로써, 가소제 분산액을 제작했다.
- [0466] (필름 성형)
- [0467] 회석 수지의 폴리카보네이트(H-1) 98부에 대하여, 얻어진 가소제 분산액 2부를 혼합하고, T-다이 성형기(Toyo Seiki 제조)를 이용하여, 온도 280℃에서 용융 혼합하고, 두께 250 $\mu$ m의 T-다이 필름을 성형했다.
- [0468] (실시에 4-84 ~ 4-122)
- [0469] 실시예 4-83과 마찬가지로, 표 5-3에 기재된 재료를 이용하여, 가소제 분산액을 제조하고, 그 다음에 실시예 4-84 ~ 4-122의 필름을 각각 제조했다.
- [0470] [가시광 흡수성]
- [0471] 얻어진 필름의 투과율을, 자외 가시근적외 분광 광도계(Shimadzu Corporation 제조)를 이용하여 측정하고, 이하의 조건을 충족시키는지의 여부를 평가했다.
- [0472] ◎: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 1% 미만: 양호
- [0473] ○: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 미만, 그 외가 1% 이상: 실용역
- [0474] △: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 이상 10% 미만, 그 외가 20% 이상: 실용 불가
- [0475] ×: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 10% 이상: 실용 불가
- [0476] [투명성]
- [0477] 얻어진 필름의 투명성을 육안 평가했다. 또 평가 기준은 이하와 같다.
- [0478] ○: 탁함이 전혀 인정되지 않는다. 양호
- [0479] △: 탁함이 약간 인정된다. 실용역
- [0480] ×: 분명하게 탁함이 인정된다. 실용 불가

- [0481] [내광성]
- [0482] 얻어진 필름을 크세논 웨더 미터로, 파장 300 ~ 400nm의 광을 60W / m<sup>2</sup>의 조도로 100시간 폭로했다.
- [0483] ○: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 미만
- [0484] △: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 이상 20% 미만
- [0485] ×: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 20% 이상
- [0486] <헤이즈치>
- [0487] 얻어진 필름에 대해, 헤이즈미터로 헤이즈치를 측정하고, 하기 기준으로 평가했다.
- [0488] ◎+: 0.2 미만 극히 양호
- [0489] ◎: 0.2 이상 0.5 미만 매우 양호
- [0490] ○: 0.5 이상 2 미만 양호
- [0491] △: 2 이상 5 미만 양호
- [0492] ×: 5 이상 실용 불가

[0493] [표 5-1]

|             | 마스터 배치의 제조  |   |         |     | T - 다이 필름의 제조 |       |     | 자외선<br>흡수성 | 투명성 | 내광성 | 헤이즈치 |
|-------------|-------------|---|---------|-----|---------------|-------|-----|------------|-----|-----|------|
|             | 자외선 흡수제     |   | 열가소성 수지 |     | 마스터 배치        | 희석 수지 |     |            |     |     |      |
| 실시예 4 - 1   | A - 1       | 2 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2   | A - 1       | 1 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3   | A - 4       | 2 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 4   | A - 5       | 2 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 5   | A - 1 8     | 2 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 6   | A - 2 6     | 2 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 7   | A - 2 8 - 1 | 2 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 8   | A - 2 8 - 2 | 2 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 9   | A - 1       | 2 | H - 2   | 100 | 10            | H - 2 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 1 0 | A - 1       | 1 | H - 2   | 100 | 10            | H - 2 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 1 1 | A - 4       | 2 | H - 2   | 100 | 10            | H - 2 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 1 2 | A - 5       | 2 | H - 2   | 100 | 10            | H - 2 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 1 3 | A - 1 8     | 2 | H - 2   | 100 | 10            | H - 2 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 1 4 | A - 2 6     | 2 | H - 2   | 100 | 10            | H - 2 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 1 5 | A - 2 8 - 1 | 2 | H - 2   | 100 | 10            | H - 2 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 1 6 | A - 2 8 - 2 | 2 | H - 2   | 100 | 10            | H - 2 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 1 7 | A - 1       | 2 | H - 3   | 100 | 10            | H - 3 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 1 8 | A - 1       | 1 | H - 3   | 100 | 10            | H - 3 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 1 9 | A - 4       | 2 | H - 3   | 100 | 10            | H - 3 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2 0 | A - 5       | 2 | H - 3   | 100 | 10            | H - 3 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2 1 | A - 1 8     | 2 | H - 3   | 100 | 10            | H - 3 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2 2 | A - 2 6     | 2 | H - 3   | 100 | 10            | H - 3 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2 3 | A - 2 8 - 1 | 2 | H - 3   | 100 | 10            | H - 3 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2 4 | A - 2 8 - 2 | 2 | H - 3   | 100 | 10            | H - 3 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2 5 | A - 1       | 2 | H - 4   | 100 | 10            | H - 4 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2 6 | A - 1       | 1 | H - 4   | 100 | 10            | H - 4 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2 7 | A - 4       | 2 | H - 4   | 100 | 10            | H - 4 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2 8 | A - 5       | 2 | H - 4   | 100 | 10            | H - 4 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 2 9 | A - 1 8     | 2 | H - 4   | 100 | 10            | H - 4 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3 0 | A - 2 6     | 2 | H - 4   | 100 | 10            | H - 4 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3 1 | A - 2 8 - 1 | 2 | H - 4   | 100 | 10            | H - 4 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3 2 | A - 2 8 - 2 | 2 | H - 4   | 100 | 10            | H - 4 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3 3 | A - 1       | 2 | H - 5   | 100 | 10            | H - 5 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3 4 | A - 1       | 1 | H - 5   | 100 | 10            | H - 5 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3 5 | A - 4       | 2 | H - 5   | 100 | 10            | H - 5 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3 6 | A - 5       | 2 | H - 5   | 100 | 10            | H - 5 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3 7 | A - 1 8     | 2 | H - 5   | 100 | 10            | H - 5 | 100 | ◎          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3 8 | A - 2 6     | 2 | H - 5   | 100 | 10            | H - 5 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 3 9 | A - 2 8 - 1 | 2 | H - 5   | 100 | 10            | H - 5 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 실시예 4 - 4 0 | A - 2 8 - 2 | 2 | H - 5   | 100 | 10            | H - 5 | 100 | ○          | ○   | ○   | ○    |
| 비교예 4 - 1   | Tinuvin970  | 2 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | △          | ○   | ○   | ○    |
| 비교예 4 - 2   | Tinuvin970  | 4 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | ○          | X   | ○   | ○    |
| 비교예 4 - 3   | Tinuvin460  | 2 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | X          | ○   | ○   | ○    |
| 비교예 4 - 4   | Tinuvin460  | 4 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | X          | X   | ○   | ○    |
| 비교예 4 - 5   | LA-F70      | 2 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | X          | ○   | ○   | ○    |
| 비교예 4 - 6   | LA-F70      | 4 | H - 1   | 100 | 10            | H - 1 | 100 | X          | X   | ○   | ○    |

[0494]

[0495] [표 5-2]

|             | 액상 마스터 배치의 제조 |    |       |    |         |    | T - 다이 필름의 제조 |       |    | 자외선 흡수성 | 투명성 | 내광성 | 헤이즈치 |
|-------------|---------------|----|-------|----|---------|----|---------------|-------|----|---------|-----|-----|------|
|             | 자외선 흡수제       |    | 액체 수지 |    | 수지형 분산제 |    | 액상 마스터 배치     | 희석 수지 |    |         |     |     |      |
| 실시예 4 - 4 1 | A - 1         | 10 | I - 1 | 90 |         |    | 2             | H - 1 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 4 2 | A - 1         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 1 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 4 3 | A - 1         | 10 | I - 3 | 90 |         |    | 2             | H - 1 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 4 4 | A - 1         | 10 | I - 4 | 90 |         |    | 2             | H - 1 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 4 5 | A - 1         | 10 | I - 2 | 80 | K - 1   | 10 | 2             | H - 1 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎ +  |
| 실시예 4 - 4 6 | A - 1         | 10 | I - 2 | 80 | K - 2   | 10 | 2             | H - 1 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎ +  |
| 실시예 4 - 4 7 | A - 4         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 1 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 4 8 | A - 5         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 1 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 4 9 | A - 1 8       | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 1 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 5 0 | A - 2 6       | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 1 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 5 1 | A - 2 8 - 1   | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 1 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 5 2 | A - 2 8 - 2   | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 1 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 5 3 | A - 1         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 2 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 5 4 | A - 4         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 2 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 5 5 | A - 5         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 2 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 5 6 | A - 1 8       | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 2 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 5 7 | A - 2 6       | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 2 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 5 8 | A - 2 8 - 1   | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 2 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 5 9 | A - 2 8 - 2   | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 2 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 6 0 | A - 4         | 10 | I - 2 | 80 | K - 1   | 10 | 2             | H - 2 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎ +  |
| 실시예 4 - 6 1 | A - 4         | 10 | I - 2 | 80 | K - 2   | 10 | 2             | H - 2 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎ +  |
| 실시예 4 - 6 2 | A - 1         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 3 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 6 3 | A - 4         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 3 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 6 4 | A - 5         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 3 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 6 5 | A - 1 8       | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 3 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 6 6 | A - 2 6       | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 3 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 6 7 | A - 2 8 - 1   | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 3 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 6 8 | A - 2 8 - 2   | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 3 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 6 9 | A - 1         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 4 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 7 0 | A - 4         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 4 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 7 1 | A - 5         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 4 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 7 2 | A - 1 8       | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 4 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 7 3 | A - 2 6       | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 4 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 7 4 | A - 2 8 - 1   | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 4 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 7 5 | A - 2 8 - 2   | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 4 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 7 6 | A - 1         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 5 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 7 7 | A - 4         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 5 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 7 8 | A - 5         | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 5 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 7 9 | A - 1 8       | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 5 | 98 | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 8 0 | A - 2 6       | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 5 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 8 1 | A - 2 8 - 1   | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 5 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4 - 8 2 | A - 2 8 - 2   | 10 | I - 2 | 90 |         |    | 2             | H - 5 | 98 | ○       | ○   | ○   | ◎    |

[0496]

[0497] [표 5-3]

|           | 가소제 분산액의 제조 |    |     |    |         |    | T - 다이 필름의 제조 |     |       | 자외선 흡수성 | 투명성 | 내광성 | 헤이즈치 |
|-----------|-------------|----|-----|----|---------|----|---------------|-----|-------|---------|-----|-----|------|
|           | 자외선 흡수제     |    | 가소제 |    | 수지형 분산제 |    | 가소제 분산액       |     | 희석 수지 |         |     |     |      |
| 실시예 4-83  | A-1         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-1 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-84  | A-1         | 10 | J-2 | 90 |         |    | 2             | H-1 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-85  | A-1         | 10 | J-1 | 80 | K-1     | 10 | 2             | H-1 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎+   |
| 실시예 4-86  | A-1         | 10 | J-1 | 80 | K-2     | 10 | 2             | H-1 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎+   |
| 실시예 4-87  | A-4         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-1 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-88  | A-5         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-1 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-89  | A-18        | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-1 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-90  | A-26        | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-1 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-91  | A-28-1      | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-1 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-92  | A-28-2      | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-1 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-93  | A-1         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-2 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-94  | A-4         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-2 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-95  | A-5         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-2 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-96  | A-18        | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-2 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-97  | A-26        | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-2 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-98  | A-28-1      | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-2 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-99  | A-28-2      | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-2 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-100 | A-4         | 10 | J-1 | 80 | K-1     | 10 | 2             | H-2 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎+   |
| 실시예 4-101 | A-4         | 10 | J-1 | 80 | K-2     | 10 | 2             | H-2 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎+   |
| 실시예 4-102 | A-1         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-3 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-103 | A-4         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-3 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-104 | A-5         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-3 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-105 | A-18        | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-3 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-106 | A-26        | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-3 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-107 | A-28-1      | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-3 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-108 | A-28-2      | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-3 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-109 | A-1         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-4 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-110 | A-4         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-4 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-111 | A-5         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-4 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-112 | A-18        | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-4 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-113 | A-26        | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-4 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-114 | A-28-1      | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-4 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-115 | A-28-2      | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-4 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-116 | A-1         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-5 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-117 | A-4         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-5 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-118 | A-5         | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-5 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-119 | A-18        | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-5 | 98    | ◎       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-120 | A-26        | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-5 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-121 | A-28-1      | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-5 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |
| 실시예 4-122 | A-28-2      | 10 | J-1 | 90 |         |    | 2             | H-5 | 98    | ○       | ○   | ○   | ◎    |

[0498]

[0499]

표 5-1 ~ 표 5-3에 나타내는 바와 같이, 자외선 흡수 색소(A)는 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역에서, 단위 중량당 투과율이 낮다. 소량 첨가로 실용역에 이르기 때문에 필름의 투명성을 손상시키지 않는 것을 알 수 있었다. 특히 비교예의 Tinuvin970과 비교하여 소량의 첨가로 실용역에 이르는 것을 알 수 있었다.

[0500]

(점착성 수지의 제조예 K-1)

[0501]

교반기, 환류 냉각기, 질소 도입관, 온도계, 적하관을 구비한 반응 장치를 사용하여, 질소 분위기 하에서 n-부틸아크릴레이트 96.0부와, 2-히드록시에틸아크릴레이트 4.0부의 합계량 중 50%, 및 중합개시제로서 2,2'-아조비스이소부틸니트릴을 0.2부, 용제로서 아세트산에틸을 150부 반응조에 투입하고, 상기 합계량의 나머지 50%와 적량의 아세트산에틸을 적하조에 투입했다. 그 다음에, 가열을 개시하여 반응조 내에서의 반응 개시를 확인하고 나서, 환류 하, 적하관의 내용물, 및 0.01부의 2,2'-아조비스이소부틸니트릴의 아세트산에틸 희석액을 적하했다. 적하 종료 후, 환류 상태를 유지한 채 5시간 반응을 행했다. 반응 종료 후, 냉각하고, 적량의 아세트산에틸을 첨가함으로써, 아크릴계 수지인 점착성 수지의 제조예 K-1을 얻었다. 얻어진 제조예 K-1의 점착제 수지의 중량 평균 분자량은 50만, 불휘발분은 40%, 점도는 3,200mPa·s였다.

[0502]

(점착성 수지의 제조예 K-2)

[0503]

교반기, 환류 냉각기, 질소 도입관, 온도계, 적하관을 구비한 반응 장치를 사용하여, 질소 분위기 하에서 n-부틸아크릴레이트 96.0부와, 아크릴산 4.0부의 합계량 중 50%, 및 중합개시제로서 2,2'-아조비스이소부틸니트릴을 0.2부, 용제로서 아세트산에틸을 150부 반응조에 투입하고, 상기 합계량의 나머지 50%와 적량의 아세트산에

틸을 적하조에 투입했다. 그 다음에, 가열을 개시하여 반응조 내에서의 반응 개시를 확인하고 나서, 환류 하, 적하관의 내용물, 및 0.01부의 2,2'-아조비스이소부틸니트릴의 아세트산에틸 희석액을 적하했다. 적하 종료 후, 환류 상태를 유지한 채 5시간 반응을 행했다. 반응 종료 후, 냉각하고, 적량의 아세트산에틸을 첨가함으로써, 아크릴계 수지인 점착성 수지의 제조에 K-2를 얻었다. 얻어진 제조에 K-2의 점착제 수지의 중량 평균 분자량은 60만, 불휘발분은 40%, 점도는 4,000mPa·s였다.

[0504] (실시에 5-1)

[0505] 점착성 수지로서, 제조에 K-1의 점착성 수지의 불휘발분 100부에 대하여, 자외선 흡수 색소(A-1) 0.2부를 혼합하고, 실란커플링제로서 KBM-403(Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. 제조)을 0.1부, 경화제로서 톨릴렌디이소시아네이트의 트리메틸올프로판 어덕트체(약호: TDI-TMP, NCO가(價) = 13.2, 불휘발분 = 75%)를 0.4부 더해, 잘 교반하여 점착제를 얻었다. 그 후, 이 점착제를 두께 38 $\mu$ m의 폴리에틸렌테레프탈레이트 기재의 박리 필름상에, 건조 후의 두께가 50 $\mu$ m가 되도록 도포하고, 100℃의 열풍 오븐에서 2분간 건조시켰다. 그리고, 점착제층 측에 25 $\mu$ m의 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름을 접합하고, 이 상태로 실온에서 7일간 에이징시켜, 점착 시트를 얻었다.

[0506] (실시에 5-2 ~ 5-7, 비교예 5-1 ~ 5-2)

[0507] 표 6에 나타내는 바와 같이, 실시에 5-1과 마찬가지로 조제하여, 각각 실시에 5-2 ~ 5-7, 비교예 5-1 ~ 5-2의 점착 시트를 얻었다.

[0508] (점착 시트의 평가)

[0509] (1) 점착력

[0510] 얻어진 점착 시트를 폭 25mm·세로 150mm의 크기로 준비했다. 23℃, 상대습도 50% 분위기 하, 상기 점착 시트로부터 박리성 필름을 벗겨 노출된 점착제층을 유리판에 접부하고, 2kg 물로 1왕복 압착했다. 24시간 방치한 후에 인장 시험기를 이용하여 180도 방향으로 300mm/분의 속도로 벗겨내는 180° 필시험(peel test)에 있어서 점착력을 측정하고, 하기의 평가 기준에 의거하여 평가를 행했다.(JISZ0237:2000에 준거)

[0511] ○: 「점착력이 10N 이상이며, 양호.」

[0512] ×: 「점착력이 10N 미만이며, 실용 불가.」

[0513] (2) 유지력

[0514] 얻어진 점착 시트를 폭 25mm·세로 150mm의 크기로 준비했다. JISZ0237:2000에 준거하여 상기 점착 시트로부터 박리성 시트를 벗겨, 연마한 폭 30mm·세로 150mm의 스테인리스판의 하단부 폭 25mm·가로 25mm의 부분에 점착제층을 점착(貼着)하고, 2kg 물로 1왕복 압착한 후, 40℃ 분위기에서 1kg의 하중을 걸어, 7만초 방치함으로써 유지력을 측정했다. 평가는, 점착 시트 접부면 상단부가 아래로 어긋난 길이를 측정했다.

[0515] 평가 기준

[0516] ○: 「점착 시트의 어긋난 길이가 0.5mm 미만이다. 양호.」

[0517] ×: 「점착 시트의 어긋난 길이가 0.5mm 이상이다. 실용 불가.」

[0518] (3) 가시광 흡수성

[0519] 얻어진 점착 시트의 투과율을, 자외 가시근적외 분광 광도계(Shimadzu Corporation 제조)를 이용하여 측정하고, 이하의 조건을 충족시키는지의 여부를 평가했다.

[0520] ◎: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 1% 미만: 양호

[0521] ○: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 미만, 그 외가 1% 이상: 실용역

[0522] △: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 이상 10% 미만, 그 외가 20% 이상: 실용 불가

[0523] ×: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 10% 이상: 실용 불가

[0524] (4) 투명성

[0525] 얻어진 점착 시트의 투명성을 육안 평가했다. 또 평가 기준은 이하와 같다.

[0526] ○: 탁함의 전혀 인정되지 않는다. 양호

[0527] △: 탁함의 약간 인정된다. 실용적

[0528] ×: 분명하게 탁함의 인정된다. 실용 불가

[0529] (5) 내광성

[0530] 얻어진 점착 시트를 크세논 웨더 미터로, 파장 300 ~ 400nm의 광을 60W / m<sup>2</sup>의 조도로 100시간 폭로했다.

[0531] ○: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 미만

[0532] △: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 이상 20% 미만

[0533] ×: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 20% 이상

[0534] [표 6]

|           | 자외선 흡수제     |     | 점착성 수지 |     | 경화제<br>T D I - T M P | 점착력 | 유지력 | 자외선<br>흡수성 | 투명성 | 내광성 |
|-----------|-------------|-----|--------|-----|----------------------|-----|-----|------------|-----|-----|
|           | 종류          | 부   | 종류     | 부   |                      |     |     |            |     |     |
| 실시예 5 - 1 | A - 1       | 0.2 | F - 1  | 100 | 0.4                  | ○   | ○   | ◎          | ○   | ○   |
| 실시예 5 - 2 | A - 1       | 0.2 | F - 2  | 100 | 0.4                  | ○   | ○   | ◎          | ○   | ○   |
| 실시예 5 - 3 | A - 1       | 0.1 | F - 2  | 100 | 0.4                  | ○   | ○   | ○          | ○   | ○   |
| 실시예 5 - 4 | A - 4       | 0.2 | F - 2  | 100 | 0.4                  | ○   | ○   | ○          | ○   | ○   |
| 실시예 5 - 5 | A - 2 6     | 0.2 | F - 2  | 100 | 0.4                  | ○   | ○   | ○          | ○   | ○   |
| 실시예 5 - 6 | A - 2 8 - 1 | 0.2 | F - 2  | 100 | 0.4                  | ○   | ○   | ○          | ○   | ○   |
| 실시예 5 - 7 | A - 2 8 - 2 | 0.2 | F - 2  | 100 | 0.4                  | ○   | ○   | ○          | ○   | ○   |
| 비교예 5 - 1 | Tinuvin970  | 0.2 | F - 2  | 100 | 0.4                  | ○   | ○   | △          | ○   | ○   |
| 비교예 5 - 2 | Tinuvin970  | 0.4 | F - 2  | 100 | 0.4                  | ○   | ○   | ○          | X   | ○   |

[0535]

[0536] 표 6에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 자외선 흡수 색소는 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역에서, 단위 중량당 투과율이 낮다. 소량 첨가로 실용적에 이르기 때문에 점착 시트의 투명성을 손상시키지 않는 것을 알 수 있었다. 특히 비교예의 Tinuvin970과 비교하여 소량의 첨가로 실용적에 이르는 것을 알 수 있었다.

[0537] <도료>

[0538] (실시예 6-1)

[0539] 이하의 조성으로, 교반 혼합을 행하여 도료를 조제했다.

[0540] 자외선 흡수 색소(A-1) 0.2부

[0541] 폴리에스테르(바이론 GK250, TOYOB0 CO., LTD. 제조) 9.0부

[0542] 메틸에틸케톤 90.0부

[0543] (실시예 6-2 ~ 6-7, 비교예 6-1 ~ 6-2)

[0544] 표 7에 나타내는 바와 같이, 실시예 6-1과 마찬가지로 조정하여, 각각 실시예 6-2 ~ 6-7, 비교예 6-1 ~ 6-2의 도료를 얻었다.

[0545] (도공물의 제작)

[0546] 얻어진 도료를 두께 1000μm의 유리 기판에 바 코터를 이용하여 건조 막두께로 6μm가 되도록 도포하고, 100℃ 2분 건조시켜 도막을 형성했다.

[0547] (도공물의 평가)

[0548] 얻어진 도공물을, 이하의 방법으로 평가했다.

[0549] [가시광 흡수성]

[0550] 얻어진 도공물의 투과율을, 자외 가시근적외 분광 광도계(Shimadzu Corporation 제조)를 이용하여 측정하고, 이하의 조건을 충족시키는지의 여부를 평가했다.

[0551] ◎: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 1% 미만: 양호

- [0552] ○: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 미만, 그 외가 1% 이상: 실용역
- [0553] △: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 이상 10% 미만, 그 외가 20% 이상: 실용 불가
- [0554] ×: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 10% 이상: 실용 불가

[0555] [투명성]

[0556] 얻어진 도공물의 투명성을 육안 평가했다. 또 평가 기준은 이하와 같다.

[0557] ○: 탁함이 전혀 인정되지 않는다. 양호

[0558] △: 탁함이 약간 인정된다. 실용역

[0559] ×: 분명하게 탁함이 인정된다. 실용 불가

[0560] [내광성]

[0561] 얻어진 도공물을 크세논 웨더 미터로, 파장 300 ~ 400nm의 광을 60W / m<sup>2</sup>의 조도로 100시간 폭로했다.

[0562] ○: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 미만

[0563] △: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 이상 20% 미만

[0564] ×: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 20% 이상

[0565] [표 7]

|           | 자외선 흡수제     |     | 수지         |   | 자외선 흡수성 | 투명성 | 내광성 |
|-----------|-------------|-----|------------|---|---------|-----|-----|
|           | 종류          | 부   | 종류         | 부 |         |     |     |
| 실시예 6 - 1 | A - 1       | 0.2 | 폴리에스테르     | 9 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 6 - 2 | A - 1       | 0.2 | 트리아세틸셀룰로오스 | 9 | ◎       | ○   | ○   |
| 실시예 6 - 3 | A - 1       | 0.1 | 트리아세틸셀룰로오스 | 9 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 6 - 4 | A - 4       | 0.2 | 트리아세틸셀룰로오스 | 9 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 6 - 5 | A - 2 6     | 0.2 | 트리아세틸셀룰로오스 | 9 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 6 - 6 | A - 2 8 - 1 | 0.2 | 트리아세틸셀룰로오스 | 9 | ○       | ○   | ○   |
| 실시예 6 - 7 | A - 2 8 - 2 | 0.2 | 트리아세틸셀룰로오스 | 9 | ○       | ○   | ○   |
| 비교예 6 - 1 | Tinuvin970  | 0.2 | 트리아세틸셀룰로오스 | 9 | △       | ○   | ○   |
| 비교예 6 - 2 | Tinuvin970  | 0.4 | 트리아세틸셀룰로오스 | 9 | ○       | ×   | ○   |

[0566]

[0567] 표 7에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 자외선 흡수 색소는 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역에서, 단위 중량당 투과율이 낮다. 소량 첨가로 실용역에 이르기 때문에 도공물의 투명성을 손상시키지 않는 것을 알 수 있었다. 특히 비교예의 Tinuvin970과 비교하여 소량의 첨가로 실용역에 이르는 것을 알 수 있었다.

[0568] <광경화성 조성물>

[0569] (실시예 7-1)

[0570] 이하의 조성으로, 각 원료를 교반 혼합하여, 광경화성 조성물을 조제했다.

[0571] 자외선 흡수 색소(A-1) 1.0부

[0572] 광중합성 화합물(다관능 아크릴레이트 「KAYARADDPHA」 Nippon Kayaku Co., Ltd. 제조) 18.0부

[0573] 광중합개시제(IGM ResinBV 제조 「Omnirad184」) 1.0부

[0574] 프로필렌글리콜모노메틸에테르 80.0부

[0575] (실시예 7-2 ~ 7-11, 비교예 7-1 ~ 7-2)

[0576] 표 8에 나타내는 바와 같이, 실시예 7-1과 마찬가지로 조제하여, 각각 실시예 7-2 ~ 7-11, 비교예 7-1 ~ 7-2의 광경화성 조성물을 얻었다.

[0577] (도공물의 제작)

- [0578] 상기의 광경화성 조성물을 바 코터를 이용하여 두께 1mm의 유리 기판에 건조 막두께로 6 $\mu$ m가 되도록 도포했다. 얻어진 도포층을, 100℃ 1분 건조한 후, 고압 수은 램프로 400mJ / cm<sup>2</sup>의 자외선을 조사해서 경화하여 도공물을 제작했다.
- [0579] (도공물의 평가)
- [0580] 얻어진 도공물을, 이하의 방법으로 평가했다.
- [0581] [가시광 흡수성]
- [0582] 얻어진 도공물의 투과율을, 자외 가시근적외 분광 광도계(Shimadzu Corporation 제조)를 이용하여 측정하고, 이하의 조건을 충족시키는지의 여부를 평가했다.
- [0583] ◎: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 1% 미만: 양호
- [0584] ○: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 미만, 그 외가 1% 이상: 실용역
- [0585] △: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 일부 1% 이상 10% 미만, 그 외가 20% 이상: 실용 불가
- [0586] ×: 파장 400 ~ 420nm의 광투과율이 전체 영역에 걸쳐서 10% 이상: 실용 불가
- [0587] [투명성]
- [0588] 얻어진 도공물의 투명성을 육안 평가했다. 또 평가 기준은 이하와 같다.
- [0589] ○: 탁함이 전혀 인정되지 않는다. 양호
- [0590] △: 탁함이 약간 인정된다. 실용역
- [0591] ×: 분명하게 탁함이 인정된다. 실용 불가
- [0592] [내찰상성]
- [0593] 도공물을 학진 시험기에 세트하고, 스틸울(Steel wool)을 이용하여, 하중 250g으로 10회 학진시켰다. 취출한 도공물에 대해서, 흠집이 나는 상태를 이하의 5단계의 육안 평가에 따라서 판단했다. 수치가 클수록, 경화막의 내찰상성이 양호한 것을 나타낸다.
- [0594] 5: 흠집이 전혀 없다.
- [0595] 4: 근소하게 흠집이 나 있다.
- [0596] 3: 흠집은 나 있지만, 기재는 보이지 않는다.
- [0597] 2: 흠집이 나, 일부 경화막이 벗겨져 있다.
- [0598] 1: 경화막이 벗겨져 버려, 기재가 벗겨져 나온 상태.
- [0599] [연필 정도]
- [0600] JIS-K5600에 준거하여, 연필 정도 시험기(HEIDON사 제조 Scratching Tester HEIDON-14)를 이용하여, 연필심의 경도를 여러 가지로 바꾸어, 도공물의 경화막에 대하여 하중 500g으로 5회 시험을 했다. 5회 중, 한 번도 흠집이 나지 않거나, 혹은 1회만 흠집이 날 때의 심의 경도를, 그 경화막의 연필 정도로 했다. 평가 기준은 이하와 같다.
- [0601] A: 2H 이상.
- [0602] B: H.
- [0603] C: H보다 낮다.
- [0604] [내광성]
- [0605] 얻어진 도공물을 크세논 웨더 미터로, 파장 300 ~ 400nm의 광을 60W / m<sup>2</sup>의 조도로 100시간 폭로했다.
- [0606] ○: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 미만
- [0607] △: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 5% 이상 20% 미만

[0608] ×: 극대 흡수 파장의 흡광도의 감소율이 20% 이상

[0609] [표 8]

|          | 자외선 흡수제    |     | KAYARAD<br>DPHA | 이르가큐어<br>184 | 자외선<br>흡수성 | 투명성 | 내찰상성 | 연필 정도 | 내광성 |
|----------|------------|-----|-----------------|--------------|------------|-----|------|-------|-----|
|          | 종류         | 부   | 부               | 부            |            |     |      |       |     |
| 실시에 7-1  | A-1        | 1   | 18              | 1            | ◎          | ○   | 5    | B     | ○   |
| 실시에 7-2  | A-1        | 0.5 | 18              | 1            | ○          | ○   | 5    | B     | ○   |
| 실시에 7-3  | A-4        | 1   | 18              | 1            | ○          | ○   | 5    | B     | ○   |
| 실시에 7-4  | A-20       | 1   | 18              | 1            | ○          | ○   | 5    | A     | ○   |
| 실시에 7-5  | A-21       | 1   | 18              | 1            | ◎          | ○   | 5    | A     | ○   |
| 실시에 7-6  | A-22       | 1   | 18              | 1            | ○          | ○   | 5    | A     | ○   |
| 실시에 7-7  | A-23       | 1   | 18              | 1            | ○          | ○   | 5    | A     | ○   |
| 실시에 7-8  | A-24       | 1   | 18              | 1            | ○          | ○   | 5    | A     | ○   |
| 실시에 7-9  | A-26       | 1   | 18              | 1            | ○          | ○   | 5    | B     | ○   |
| 실시에 7-10 | A-28-1     | 1   | 18              | 1            | ○          | ○   | 5    | B     | ○   |
| 실시에 7-11 | A-28-2     | 1   | 18              | 1            | ○          | ○   | 5    | B     | ○   |
| 비교예 7-1  | Tinuvin970 | 1   | 18              | 1            | △          | ○   | 5    | B     | ○   |
| 비교예 7-2  | Tinuvin970 | 2   | 18              | 1            | ○          | X   | 5    | B     | ○   |

[0610]

[0611] 표 8에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 자외선 흡수 색소는 파장 400 ~ 420nm의 가시광 단파장 영역에서, 단위 중량당 투과율이 낮다. 소량 첨가로 실용역에 이르기 때문에 도공물의 투명성을 손상시키지 않는 것을 알 수 있었다. 특히 비교예의 Tinuvin970과 비교하여 소량의 첨가로 실용역에 이르는 것을 알 수 있었다. 또한, 광 경화성 부위를 갖는 구조가 연필 정도에 있어서 우위인 결과가 얻어지는 것을 알 수 있었다.

[0612] 이 출원은, 2019년 12월 24일에 출원된 일본 출원특원 2019-232191호, 2020년 8월 31일에 출원된 일본 출원특원 2020-145817호, 2020년 10월 28일에 출원된 일본 출원특원 2020-180124호, 및 2020년 11월 13일에 출원된 일본 출원특원 2020-189607호를 기초로 하는 우선권을 주장하고, 그 명시된 모든 것을 여기에 도입한다.