



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0100681  
(43) 공개일자 2025년07월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C08G 59/24 (2006.01) C07D 303/44 (2006.01)  
C08G 59/22 (2006.01) C08L 63/00 (2006.01)  
C09D 163/00 (2006.01) C09D 7/63 (2018.01)  
C09J 163/00 (2006.01) G02B 1/04 (2006.01)

(52) CPC특허분류  
C08G 59/24 (2013.01)  
C07D 303/44 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2025-7017467  
(22) 출원일자(국제) 2023년10월27일  
심사청구일자 없음  
(85) 번역문제출일자 2025년05월27일  
(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/038956  
(87) 국제공개번호 WO 2024/095928  
국제공개일자 2024년05월10일  
(30) 우선권주장  
JP-P-2022-177527 2022년11월04일 일본(JP)

(71) 출원인  
주식회사 다이셀  
일본 오사카후 (우편번호: 530-0011) 오사카시 기  
타쿠 오후카쵸 3방 1고

(72) 발명자  
오카, 마리코  
일본 1088230 도쿄도 미나토쿠 고난 2-18-1 주식  
회사 다이셀 내  
다케나카, 히로토  
일본 1088230 도쿄도 미나토쿠 고난 2-18-1 주식  
회사 다이셀 내  
스즈키, 히로세  
일본 1088230 도쿄도 미나토쿠 고난 2-18-1 주식  
회사 다이셀 내

(74) 대리인  
한상욱, 신수범, 이석재

전체 청구항 수 : 총 9 항

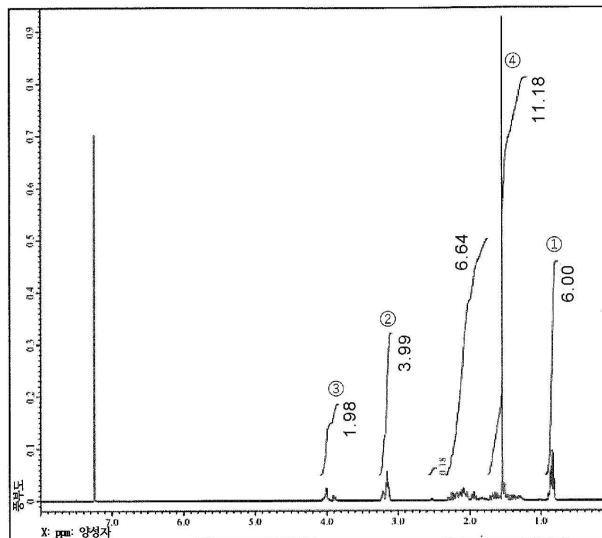
(54) 발명의 명칭 에폭시 화합물 제품

(57) 요약

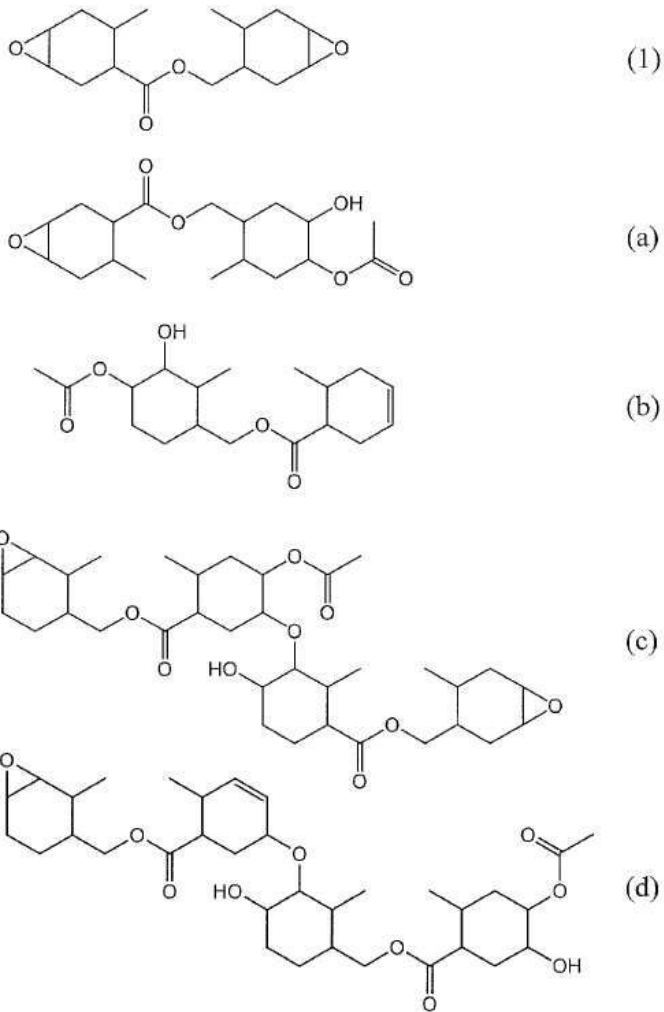
경화 수축이 일어나기 어렵고, 내열성 및 투명성이 우수한 경화물을 형성 가능하며, 저점도인 에폭시 화합물 제품을 제공한다. 본 개시의 에폭시 화합물 제품은 하기 식 (1)로 표시되는 화합물의 순도가 90% 이상이고, 하기 식 (a)로 표시되는 화합물, 하기 식 (b)로 표시되는 화합물, 하기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 하기 식 (d)로

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



표시되는 화합물의 총합유 비율이 10질량% 이하이다.



(52) CPC특허분류

- C08G 59/223 (2013.01)
- C08G 59/226 (2013.01)
- C08L 63/00 (2013.01)
- C09D 163/00 (2013.01)
- C09D 7/63 (2018.01)
- C09J 163/00 (2013.01)
- G02B 1/04 (2013.01)

**명세서**

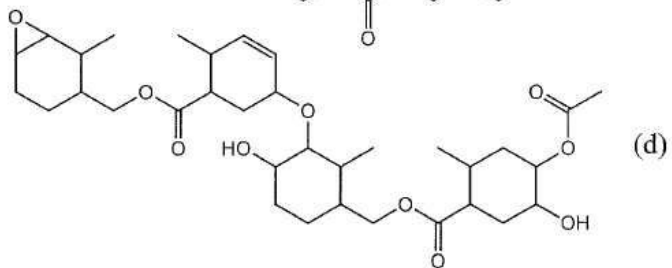
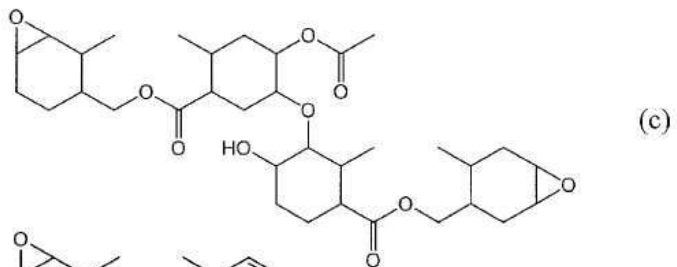
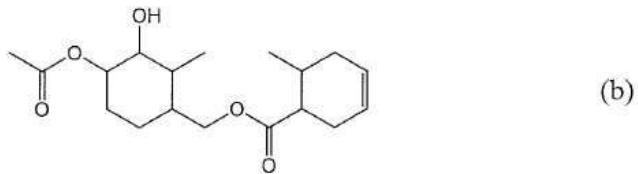
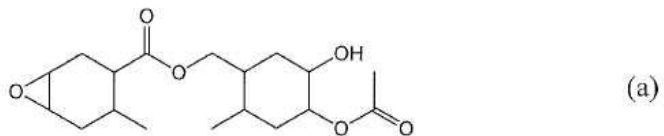
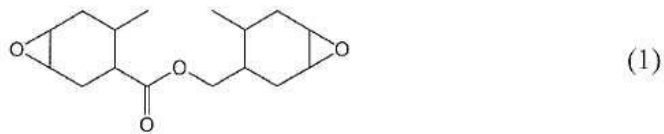
**청구범위**

**청구항 1**

하기 식 (1)로 표시되는 화합물의 순도가 90% 이상이고,

하기 식 (a)로 표시되는 화합물, 하기 식 (b)로 표시되는 화합물, 하기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 하기 식 (d)로 표시되는 화합물의 총함유 비율이 10질량% 이하인, 에폭시 화합물 제품.

[화 1]



**청구항 2**

제1항에 있어서, 하젠 색수가 105 이하인, 에폭시 화합물 제품.

**청구항 3**

제1항에 있어서, 하기 식 (a)로 표시되는 화합물, 하기 식 (b)로 표시되는 화합물, 하기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 하기 식 (d)로 표시되는 화합물의 총함유 비율은 0.1질량% 이상인, 에폭시 화합물 제품.

**청구항 4**

제1항에 기재한 에폭시 화합물 제품과, 경화제 및/또는 경화 촉매를 포함하는, 경화성 조성물.

**청구항 5**

제1항에 기재한 에폭시 화합물 제품과, 그 외 에폭시 화합물 및/또는 옥세탄 화합물을 포함하는, 경화성 조성물.

**청구항 6**

제4항 또는 제5항에 있어서, 접착제, 봉지제 또는 코팅제인, 경화성 조성물.

**청구항 7**

제4항 또는 제5항에 기재한 경화성 조성물의 경화물.

**청구항 8**

제7항에 기재한 경화물을 구비하는 광학 부재.

**청구항 9**

하기 에폭시화 공정, 하기 탈저비 공정 및 하기 탈고비 공정을 거쳐 상기 에폭시 화합물 제품을 제조하는, 제1항 또는 제2항에 기재한 에폭시 화합물 제품의 제조 방법.

에폭시화 공정: 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐)카복실레이트와 유기 과산을 반응시켜 반응 생성물을 얻는 공정

탈저비 공정: 상기 반응 생성물에 탈저비 처리를 수행하는 공정

탈고비 공정: 박막 증발에 의해 반응 생성물에 탈고비 처리를 수행하는 공정

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 개시는 고순도의 에폭시 화합물 제품에 관한 것이다. 본원은 2022년 11월 4일에 일본에 출원한 특허출원 제 2022-177527호의 우선권을 주장하며, 그 내용을 여기에 인용한다.

**배경 기술**

[0002] 에폭시 화합물은 다양한 경화제나 경화 촉매와 반응시킴으로써, 높은 강도를 가지며, 내열성, 투명성 등이 우수한 경화물을 형성할 수 있다. 예를 들어, 봉지(封止)제, 코팅제, 접착제, 잉크, 실란트 등의 원료로서, 에폭시기를 2 이상 갖는 지환식 에폭시 화합물이 사용되고 있다.

[0003] 상기 지환식 에폭시 화합물로서는, 예를 들어 3, 4-에폭시사이클로헥실메틸(3', 4'-에폭시)사이클로헥산 카복실레이트나 3, 4-에폭시-6-메틸-사이클로헥실메틸(3', 4'-에폭시-6'-메틸)사이클로헥산 카복실레이트가 알려져 있다(특허문헌 1, 2 참조).

**선행기술문헌**

**특허문헌**

[0004] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 국제 공개 제2019/138988호  
(특허문헌 0002) 특허문헌 2: 미국 특허 명세서 제2890194호

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0005] 최근, 경화 수축이 보다 일어나기 어려운 경화성 화합물이 요구되고 있다. 또한, 3, 4-에폭시-6-메틸-사이클로헥실메틸(3', 4'-에폭시-6'-메틸)사이클로헥산 카복실레이트는 비교적 경화 수축이 일어나기 어렵지만, 순도가

낮은 제품 밖에 존재하지 않으며, 당해 제품을 이용한 경우, 경화물의 내열성이나 투명성이 떨어지는, 점도가 높아 취급성이 떨어진다는 문제가 있었다.

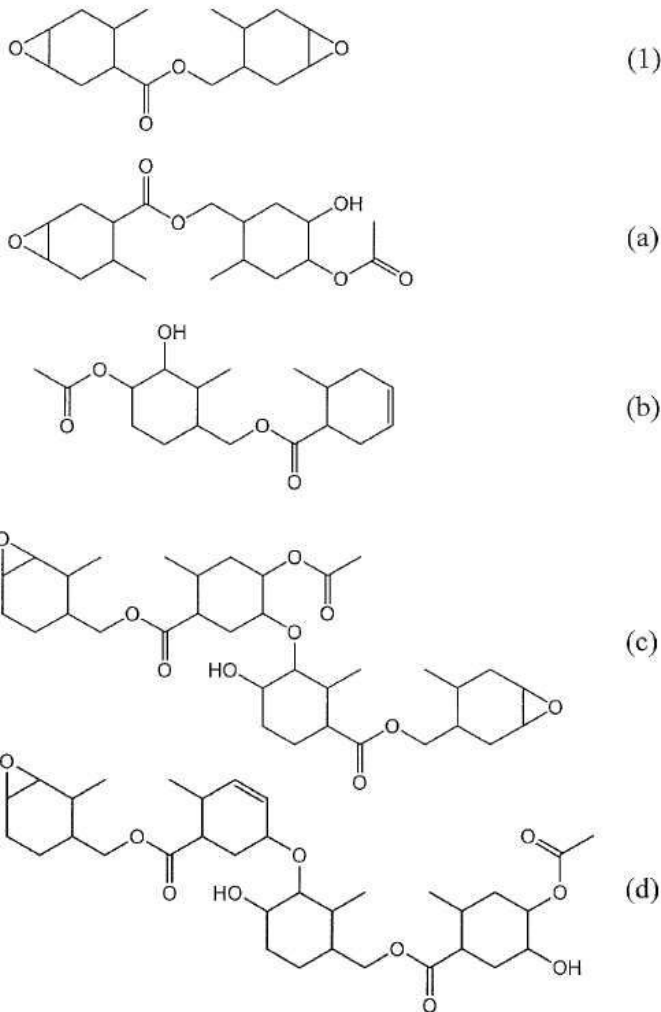
[0006] 따라서, 본 개시의 목적은 경화 수축이 일어나기 어렵고, 내열성 및 투명성이 우수한 경화물을 형성 가능하며, 저점도인 에폭시 화합물 제품을 제공하는 것에 있다.

**과제의 해결 수단**

[0007] 즉, 본 개시는 하기 식 (1)로 표시되는 화합물의 순도가 90% 이상이고,

[0008] 하기 식 (a)로 표시되는 화합물, 하기 식 (b)로 표시되는 화합물, 하기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 하기 식 (d)로 표시되는 화합물의 총함유 비율이 10질량% 이하인, 에폭시 화합물 제품을 제공한다.

[0009] [화 1]



[0010] .

[0011] 상기 에폭시 화합물 제품은 하젠 색수가 105 이하인 것이 바람직하다.

[0012] 상기 에폭시 화합물 제품은 하기 식 (a)로 표시되는 화합물, 하기 식 (b)로 표시되는 화합물, 하기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 하기 식 (d)로 표시되는 화합물의 총함유 비율이 0.1질량% 이상일 수도 있다.

[0013] 또한, 본 개시는 상기 에폭시 화합물 제품과, 경화제 및/또는 경화 촉매를 포함하는 경화성 조성물을 제공한다.

[0014] 또한, 본 개시는 상기 에폭시 화합물 제품과, 그 외 에폭시 화합물 및/또는 옥세탄 화합물을 포함하는 경화성 조성물을 제공한다.

[0015] 상기 경화성 조성물은 접착제, 봉지제 또는 코팅제인 것이 바람직하다.

[0016] 또한, 본 개시는 상기 경화성 조성물의 경화물을 제공한다.

- [0017] 또한, 본 개시는 상기 경화물을 구비하는 광학 부재.
- [0018] 또한, 본 개시는 하기 에폭시화 공정, 하기 탈저비 공정 및 하기 탈고비 공정을 거쳐 상기 에폭시 화합물 제품을 제조하는, 상기 에폭시 화합물 제품의 제조 방법을 제공한다.
- [0019] 에폭시화 공정: 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐)카복실레이트와 유기 과산을 반응시켜 반응 생성물을 얻는 공정
- [0020] 탈저비 공정: 상기 반응 생성물에 탈저비 처리를 수행하는 공정
- [0021] 탈고비 공정: 박막 증발에 의해 반응 생성물에 탈고비 처리를 수행하는 공정

**발명의 효과**

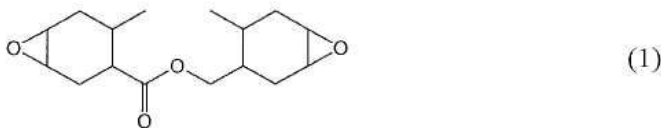
- [0022] 본 개시의 에폭시 화합물 제품은 경화 수축이 일어나기 어렵고, 내열성 및 투명성이 우수하며, 저점도이다.

**도면의 간단한 설명**

- [0023] 도 1은 실시예 1에서 제작한 지환식 에폭시 화합물 제품 1의 <sup>1</sup>H-NMR 스펙트럼을 나타낸다.

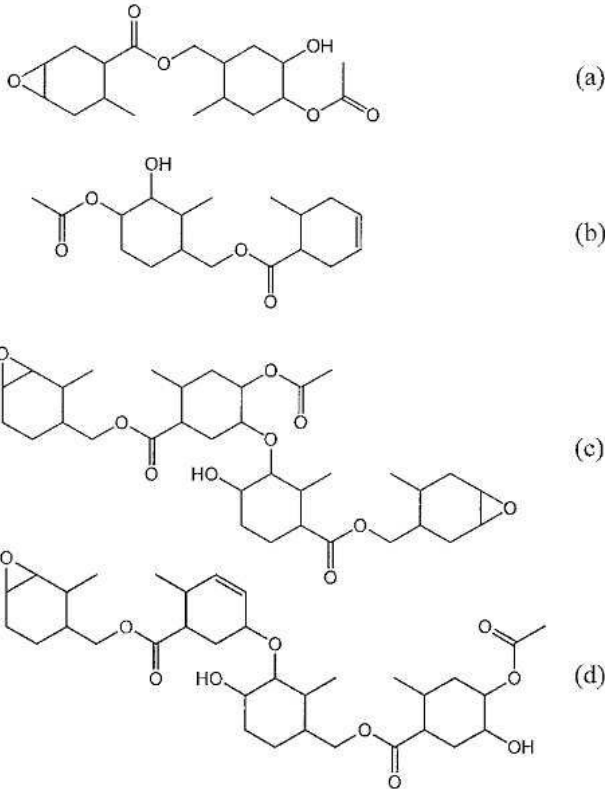
**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0024] [에폭시 화합물 제품]
- [0025] 본 개시의 에폭시 화합물 제품은 3, 4-에폭시-6-메틸-사이클로헥실메틸(3', 4'-에폭시-6'-메틸)사이클로헥산 카복실레이트(=하기 식 (1))
- [0026] [화 2]



- [0027]
- [0028] 로 표시되는 화합물)를 함유하고, 그 순도(혹은 함유 비율)가 90% 이상이다. 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 순도는 보다 저점도이며, 투명성이 우수하고, 내열성 및 투명성이 특히 우수한 경화물을 얻을 수 있는 점에서, 바람직하게는 91% 이상, 보다 바람직하게는 94% 이상, 더욱 바람직하게는 96% 이상이다.
- [0029] 또한, 상기 에폭시 화합물 제품은 하기 식 (a)로 표시되는 화합물, 하기 식 (b)로 표시되는 화합물, 하기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 하기 식 (d)로 표시되는 화합물의 총함유 비율이 상기 에폭시 화합물 제품의 총량(100질량%)에 대해 10질량% 이하이며, 바람직하게는 9질량% 이하, 보다 바람직하게는 6질량% 이하, 더욱 바람직하게는 4질량% 이하이다. 상기 총함유 비율은 예를 들어 0.1질량% 이상이며, 0.2질량% 이상, 1질량% 이상일 수도 있다.

[0030] [화 3]



[0031]

[0032]

상기 에폭시 화합물 제품은 보다 저점도이며, 투명성이 우수하고, 내열성 및 투명성이 특히 우수한 경화물을 얻을 수 있는 점에서, 불순물 중에서도 특히 분자량이 100 이하인 화합물 및 분자량이 290 이상인 화합물(상기 식 (a)~(d)로 표시되는 화합물을 포함하는 불순물)의 함유 비율(합계 함유 비율)은 상기 에폭시 화합물 제품의 총량(100질량%)에 대해 10질량% 이하인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 5질량% 이하, 더욱 바람직하게는 3질량% 이하, 특히 바람직하게는 2질량% 이하이다. 상기 함유 비율은 0.1질량% 이상일 수도 있다.

[0033]

상기 식 (a)로 표시되는 화합물의 함유 비율은 5질량% 이하가 바람직하고, 보다 바람직하게는 3질량% 이하, 더욱 바람직하게는 1질량% 이하이다. 상기 식 (a)로 표시되는 화합물의 함유 비율은 0.1질량% 이상일 수도 있다. 상기 식 (b)로 표시되는 화합물의 함유 비율은 1질량% 이하가 바람직하고, 보다 바람직하게는 0.4질량% 이하, 더욱 바람직하게는 0.2질량% 이하이다. 상기 식 (b)로 표시되는 화합물의 함유 비율은 0.0001질량% 이상일 수도 있다. 상기 식 (c)로 표시되는 화합물의 함유 비율은 5질량% 이하가 바람직하고, 보다 바람직하게는 3질량% 이하, 더욱 바람직하게는 1질량% 이하이다. 상기 식 (c)로 표시되는 화합물의 함유 비율은 0.1질량% 이상일 수도 있다. 상기 식 (d)로 표시되는 화합물의 함유 비율은 5질량% 이하가 바람직하고, 보다 바람직하게는 2질량% 이하, 더욱 바람직하게는 1질량% 이하이다. 상기 식 (d)로 표시되는 화합물의 함유 비율은 0.1질량% 이상일 수도 있다.

[0034]

상기 에폭시 화합물 제품 중의 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 순도는 겔 침투 크로마토그래피(GPC)에 의한 피크 면적의 비율로서 산출할 수 있다. 피크의 솔더가 겹치는 경우에는, 상기 피크 면적은 피크의 골짜기를 지나는 베이스라인에 대한 수선으로 구획된다.

[0035]

상기 식 (a)로 표시되는 화합물, 상기 식 (b)로 표시되는 화합물, 상기 식 (c)로 표시되는 화합물, 상기 식 (d)로 표시되는 화합물, 분자량이 100 이하인 화합물 및 분자량이 290 이상인 화합물의 함유 비율은 각각 가스 크로마토그래피 및 매스 스펙트럼(GC-MS)에 의한 피크 면적의 비율로서 산출할 수 있다.

[0036]

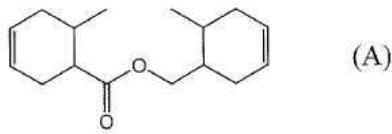
상기 에폭시 화합물 제품의 하젠 색수(APHA)는 105 이하가 바람직하고, 보다 바람직하게는 103 이하, 더욱 바람직하게는 100 이하, 더욱 바람직하게는 50 이하, 특히 바람직하게는 15 이하이다.

[0037]

상기 에폭시 화합물 제품의 25℃에서의 점도는 취급성이 우수한 관점에서, 1300 mPa·s 이하가 바람직하고, 보다 바람직하게는 1200 mPa·s 이하, 더욱 바람직하게는 1000 mPa·s 이하, 특히 바람직하게는 900 mPa·s 이하이다. 상기 점도는 예를 들어 50 mPa·s 이상이며, 100 mPa·s 이상, 300 mPa·s 이상일 수도 있다. 아울러,

상기 점도는 디지털 점도계(모델 번호 「DVU-E II형」, 가부시키가이샤 도키멕(TOKIMEC INC.) 제품)를 이용하여, 로터: 표준 1° 34'×R24, 온도: 25℃, 회전수: 0.5~10 rpm의 조건으로 측정된다.

- [0038] (에폭시 화합물 제품의 제조 방법)
- [0039] 상기 에폭시 화합물 제품은 하기 에폭시화 공정, 하기 탈저비 공정 및 하기 탈고비 공정을 거쳐 제조할 수 있다. 아울러, 탈저비 공정 및 탈고비 공정은 어느 것을 먼저 수행할 수도 있다.
- [0040] 에폭시화 공정: 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐)카복실레이트와 유기 과산을 반응시켜 반응 생성물을 얻는 공정
- [0041] 탈저비 공정: 반응 생성물에 탈저비 처리를 수행하는 공정
- [0042] 탈고비 공정: 박막 증발에 의해 반응 생성물에 탈고비 처리를 수행하는 공정
- [0043] 또한, 에폭시화 공정 종료 후, 탈저비 공정(탈고비 공정-탈저비 공정의 순으로 수행하는 경우에는, 탈고비 공정) 전에는, 얻어진 반응 생성물을 수세하여 반응에 사용한 유기 과산이나 그 분해물을 제거하는 공정(수세 공정)을 구비하고 있을 수도 있다. 또한, 에폭시화 공정 전에는, 크로톤알데히드 및 아크롤레인을 딜스-알더(Diels-Alder) 반응시켜 6-메틸-1, 3-사이클로헥센-1-카복시알데히드를 얻는 공정(딜스-알더 반응 공정), 및/또는 6-메틸-1, 3-사이클로헥센-1-카복시알데히드를 티첸코(Tishchenko) 반응시켜 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐)카복실레이트를 얻는 공정(티첸코 반응 공정)을 구비하고 있을 수도 있다.
- [0044] (1) 에폭시화 공정
- [0045] 에폭시화 공정은 하기 식 (A)로 표시되는 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐)카복실레이트에 유기 과산을 반응시켜, 반응 생성물을 얻는 공정이다. 본 공정에서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물을 포함하는 반응 생성물이 얻어진다.
- [0046] [화 4]



- [0047]
- [0048] 상기 유기 과산으로서는, 예를 들어 과포름산, 과아세트산, 과프로피온산, m-클로로과안식향산, 트리플루오로과아세트산, 과안식향산 등을 들 수 있다. 상기 유기 과산은 1종만을 사용할 수도 있고, 2종 이상을 사용할 수도 있다.
- [0049] 유기 과산의 사용량은 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐)카복실레이트 1몰에 대해, 예를 들어 0.5~3몰이다.
- [0050] 에폭시화 반응은 용매의 존재하에서 수행할 수 있다. 상기 용매로서는, 예를 들어 벤젠, 톨루엔, 크실렌, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠, 디에틸벤젠, p-시멘 등의 방향족 탄화수소; 사이클로헥산, 데칼린 등의 지환족 탄화수소; n-헥산, 헵탄, 옥탄, 노난, 데칸 등의 지방족 탄화수소; 사이클로헥산올, 헥산올, 헵탄올, 옥탄올, 노난올, 푸르푸릴 알코올 등의 알코올; 아세톤, 메틸 에틸 케톤, 사이클로헥사논 등의 케톤; 아세트산 에틸, 아세트산 n-아밀, 아세트산 사이클로헥실, 프로피온산 이소아밀, 안식향산 메틸 등의 에스테르; 에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜, 에틸렌 글리콜 모노메틸 에테르, 에틸렌 글리콜 모노메틸 에테르 아세테이트, 에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르, 에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 아세테이트, 디에틸렌 글리콜 모노메틸 에테르, 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 등의 다가 알코올, 및 그 유도체; 클로로포름, 디메틸 클로라이드, 사염화탄소, 클로로벤젠 등의 할로젠 화합물; 1, 2-디메톡시에탄 등의 에테르 등을 들 수 있다. 상기 용매는 1종만을 사용할 수도 있고, 2종 이상을 사용할 수도 있다.
- [0051] 용매의 사용량은 예를 들어 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐)카복실레이트의 0.2~10질량배 정도이다.
- [0052] 에폭시화 반응에는, 필요에 따라 유기 과산의 안정제(예를 들어, 인산 수소 암모늄, 피로인산 칼륨, 트리폴리인산-2-에틸헥실 등)나, 중합 금지제(예를 들어, 하이드로퀴논, 피페리딘, 에탄올아민, 페노티아진 등) 등을 사용

할 수도 있다.

- [0053] 에폭시화 반응의 반응 온도는 예를 들어 0~70℃이다. 반응 분위기로서는 반응을 저해하지 않는 한 특별히 한정되지 않으며, 예를 들어 공기 분위기, 질소 분위기, 아르곤 분위기 등의 어느 것일 수도 있다.
- [0054] (2) 수세 공정
- [0055] 상기 수세 공정은 에폭시화 공정을 거쳐 얻어진 반응 생성물 중에 포함되는 유기 과산이나 그 분해물인 유기산을 수세에 의해 제거하는 공정이다.
- [0056] 물의 사용량으로서는, 예를 들어 반응 생성물의 0.1~3배(v/v) 정도이다. 수세에는, 믹서 세틀러 타입 등의 평형형 추출기나, 추출탑, 원심 추출기 등을 이용할 수 있다.
- [0057] (3) 탈저비 공정
- [0058] 상기 탈저비 공정은 반응 생성물 중에 포함되는, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물보다 저비점의 성분(예를 들어, 용매, 수분 등)을 증류 제거하는 공정이다. 본 공정에 부여함으로써, 에폭시 화합물 제품 중에 혼입되는, 분자량이 100 이하인 화합물의 함유량을 지극히 낮게 저감할 수 있다.
- [0059] 탈저비 공정에서, 증류에는 박막 증발기나 증류탑을 사용할 수 있다. 증류는 가열 온도 50~200℃의 범위, 압력 1~760 torr의 범위의 조건하에서 수행하는 것이 바람직하다. 증류는 압력이나 온도를 바꾸어 2단계로 수행할 수도 있다.
- [0060] 반응 생성물을 탈저비 공정에 부여할 때에는, 중합 금지제를 첨가하는 것이 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 개환 중합 반응을 억제하는데 있어서 바람직하다. 중합 금지제의 첨가량은 그 종류 및 증류 온도에 따라 약간 상이하지만, 반응 생성물에 대해 예를 들어 1~10000질량 ppm(특히, 10~2000질량 ppm)의 범위인 것이 바람직하다.
- [0061] 탈저비 공정에서, 반응 생성물로부터 상기 식 (1)로 표시되는 화합물보다 저비점의 성분이 증발하여 제거됨으로써, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물과 그보다 고비점의 성분의 혼합물이 관출액으로서 얻어진다.
- [0062] (4) 탈고비 공정
- [0063] 상기 탈고비 공정은 반응 생성물 중에 포함되는, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물보다 고비점의 성분(예를 들어, 용매, 수분 등)을 박막 증발에 의해 증류 제거하는 공정이다. 상기 탈고비 공정을 상기 탈저비 공정 후에 수행하는 경우, 상기 탈고비 공정은 상기 탈저비 공정을 거쳐 얻어진 관출액인, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물과 그보다 고비점의 성분의 혼합물로부터 상기 식 (1)로 표시되는 화합물을 증발시켜 유출(溜出)시키는 공정이다. 본 공정에 부여함으로써, 에폭시 화합물 제품 중에 혼입되는, 상기 식 (a)~(d)로 표시되는 화합물을 포함하는 분자량이 290 이상인 화합물의 함유량을 지극히 낮게 저감할 수 있다.
- [0064] 상기 관출액을 증류탑에 도입하고, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물을 탑정 유출물로서 회수하며, 고비점 성분이 포함되는 탑저액은 계 외로 배출하는 것이 바람직하다.
- [0065] 탈고비 공정에서의 처리는 상기 조건하에서 수행하는 것이 하기 [1]~[4]의 효과가 함께 얻어지고, 이로써, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물을 고순도로 함유하는 상기 에폭시 화합물 제품이 얻어지는 점에서 바람직하다.
- [0066] [1] 상기 식 (1)로 표시되는 화합물에 유기 과산의 분해물인 유기산이 반응하여 식 (a)로 표시되는 화합물이 부생하는 것을 억제한다
- [0067] [2] 식 (a)로 표시되는 화합물의 부생을 억제함으로써, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 수율 저하를 억제한다
- [0068] [3] 부생한 식 (a)로 표시되는 화합물에 유기 과산의 분해물인 유기산이 반응하여, 식 (c)로 표시되는 화합물이나 식 (d)로 표시되는 화합물이 부생하는 것을 억제한다
- [0069] [4] 미반응인 채로 잔존한 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐)카복실레이트에 유기 과산의 분해물인 유기산이 반응하여 식 (b)로 표시되는 화합물이 부생하는 것을 억제한다
- [0070] 증류탑으로서, 예를 들어 충전탑, 선반단탑 등을 사용할 수 있다. 증류탑의 실단수는 예를 들어 14단 이상이며, 식 (a)~(d)로 표시되는 화합물의 혼입을 억제하여, 제품의 순도를 한층 더 향상시킬 수 있는 점에서, 바람직하게는 14~100단, 특히 바람직하게는 14~50단이다.
- [0071] 탈고비 공정에서, 증류에는 박막 증발기를 사용할 수 있다. 증류는 가열 온도 250℃ 이하(바람직하게는 230℃

이하), 압력 3 torr 이상(바람직하게는 0.7 torr 이하)의 조건하에서 수행하는 것이 상기 식 (1)로 표시되는 화합물이 분해하여 착색도가 상승하거나, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 에폭시기가 개환 중합하여 겔화되는 것을 억제할 수 있는 점에서 바람직하다. 증류 온도는 바람직하게는 170℃ 이상, 보다 바람직하게는 180℃ 이상이다. 상기 압력은 상기 에폭시 화합물 제품의 순도를 보다 높일 수 있는 관점에서, 0.01 torr 이상이 바람직하고, 0.02 torr 이상일 수도 있다. 또한, 상기 압력은 상기 식 (a)~(d)로 표시되는 화합물의 부생을 보다 억제할 수 있는 관점에서, 0.5 Torr 이하가 바람직하고, 보다 바람직하게는 0.2 Torr 이하, 더욱 바람직하게는 0.16 Torr 이하, 더욱 바람직하게는 0.1 Torr 이하, 특히 바람직하게는 0.04 Torr 이하이다.

[0072] 와이퍼 회전수는 100~800 rpm이 바람직하고, 보다 바람직하게는 200~600 rpm이다. 와이퍼 회전수를 너무 높게 하면, 에너지 비용이 높아지는 경향이 있으며, 반대로 너무 낮게 하면, 식 (a)~(d)로 표시되는 화합물이 제품에 혼입되기 쉬워지는 경향이 있다.

[0073] 상기 에폭시 화합물 제품은 단순한 증류를 반복함으로써 제조하는 것은 종래 곤란했다. 이는, 특히 고비 성분과 분리하기 위한 증류에서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물이나, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 전구체인 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐)카복실레이트가 가열에 의해 유기 과산의 분해물인 유기산과 반응하여 상기 식 (a)~(d)로 표시되는 화합물이 복제하기 때문이다. 또한, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물은 3, 4-에폭시사이클로헥실메틸(3', 4'-에폭시)사이클로헥산 카복실레이트보다 비점이 높아, 비교적 고온에서 증류를 수행할 필요가 있다. 때문에, 탈고비 공정에서, 식 (a)~(d)로 표시되는 화합물을 생성하는 반응이 보다 진행하기 쉽고, 그 결과, 얻어지는 에폭시 화합물 제품의 순도가 저하되기 쉽다. 그러나, 탈고비 공정에서 박막 증류를 수행함으로써, 가열 온도를 너무 높게 하지 않고 효율적으로 상기 식 (1)로 표시되는 화합물을 휘발시킬 수 있기 때문에, 탈고비 공정에서 식 (a)~(d)로 표시되는 화합물이 생성되는 반응을 억제할 수 있어, 고순도의 에폭시 화합물 제품을 얻을 수 있다. 또한, 탈고비 공정에서의 압력을 제어함으로써, 보다 고순도의 에폭시 화합물 제품을 얻을 수 있다.

[0074] [경화성 조성물]

[0075] 상기 식 (1)로 표시되는 화합물은 경화성 화합물이며, 상기 에폭시 화합물 제품을 이용하여 경화성 조성물을 얻을 수 있다. 상기 경화성 조성물은 위에서 설명한 에폭시 화합물 제품을 포함한다.

[0076] (경화성 화합물)

[0077] 상기 경화성 조성물은 경화성 화합물로서, 위에서 설명한 에폭시 화합물 제품에 포함되는 상기 식 (1)로 표시되는 화합물을 적어도 포함한다. 상기 경화성 조성물은 상기 식 (1)로 표시되는 화합물 이외의 그 외 경화성 화합물을 포함하고 있을 수도 있다. 상기 그 외 경화성 화합물은 1종만일 수도 있고, 2종 이상일 수도 있다.

[0078] 상기 그 외 경화성 화합물로서는, 예를 들어 상기 식 (1)로 표시되는 화합물 이외의 그 외 에폭시 화합물, 분자 내에 옥세탄기를 1개 이상 갖는 화합물(「옥세탄 화합물」이라고 칭하는 경우가 있다), 분자 내에 비닐 에테르기를 1개 이상 갖는 화합물(「비닐 에테르 화합물」이라고 칭하는 경우가 있다) 등을 들 수 있다. 상기 경화성 조성물은 상기 그 외 화합물로서, 상기 그 외 에폭시 화합물 및/또는 옥세탄 화합물을 포함하고 있을 수도 있다.

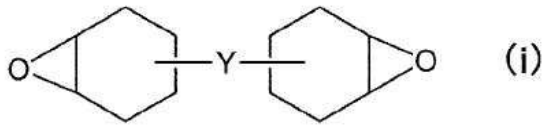
[0079] 상기 그 외 에폭시 화합물은 분자 내에 에폭시기(옥시라닐기)를 1개 이상 갖는 화합물이다. 그 중에서도, 상기 그 외 에폭시 화합물로서는, 분자 내에 에폭시기를 2개 이상(바람직하게는 2~6개, 보다 바람직하게는 2~4개) 갖는 화합물이 바람직하다.

[0080] 상기 그 외 에폭시 화합물로서는 지환식 에폭시 화합물, 방향족 에폭시 화합물 및 지방족 에폭시 화합물 등을 들 수 있다.

[0081] 상기 지환식 에폭시 화합물로서는, 분자 내에 1개 이상의 지환과 1개 이상의 에폭시기를 갖는 공지 내지 관용의 화합물을 들 수 있으며, 특별히 한정되지 않으나, 예를 들어 (I) 분자 내에 지환을 구성하는 인접하는 2개의 탄소 원자와 산소 원자로 구성되는 에폭시기(「지환 에폭시기」라고 칭한다)를 갖는 화합물; (II) 지환에 에폭시기가 직접 단결합으로 결합해 있는 화합물; (III) 분자 내에 지환 및 글리시딜 에테르기를 갖는 화합물(글리시딜 에테르형 에폭시 화합물) 등을 들 수 있다.

[0082] 상기 (I) 분자 내에 지환 에폭시기를 갖는 화합물로서는, 하기 식 (i)으로 표시되는 화합물을 들 수 있다.

[0083] [화 5]



[0084]

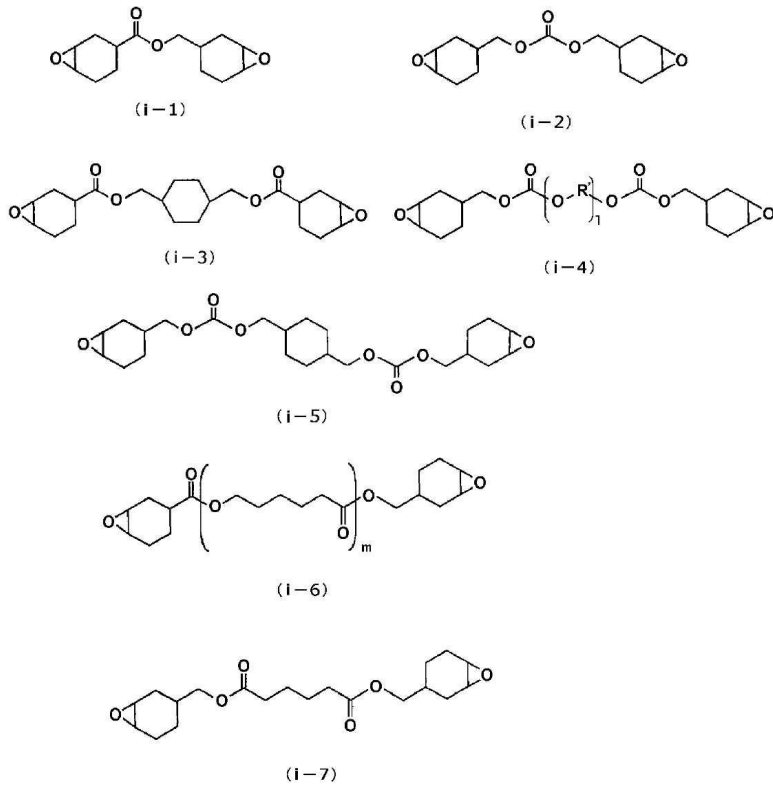
[0085] 상기 식 (i) 중, Y는 단결합 또는 연결기(1 이상의 원자를 갖는 2가의 기)를 나타낸다. 상기 연결기로서는, 예를 들어 2가의 탄화수소기, 탄소-탄소 이중 결합의 일부 또는 전부가 에폭시화된 알케닐렌기, 카보닐기, 에테르 결합, 에스테르 결합, 카보네이트기, 아마이드기, 이들이 복수개 연결한 기 등을 들 수 있다. 아울러, 식 (i)에서의 사이클로헥산환(사이클로헥센 옥사이드기)을 구성하는 탄소 원자의 1 이상에는, 알킬기 등의 치환기가 결합해 있을 수도 있다.

[0086] 상기 2가의 탄화수소기로서는, 탄소수가 1~18인 직쇄상 또는 분지쇄상의 알킬렌기, 2가의 치환식 탄화수소기 등을 들 수 있다. 탄소수가 1~18인 직쇄상 또는 분지쇄상의 알킬렌기로서는, 예를 들어 메틸렌기, 메틸메틸렌기, 디메틸 메틸렌기, 에틸렌기, 프로필렌기, 트리메틸렌기 등을 들 수 있다. 상기 2가의 치환식 탄화수소기로서는, 예를 들어 1, 2-사이클로펜틸렌기, 1, 3-사이클로펜틸렌기, 사이클로펜틸리렌기, 1, 2-사이클로헥실렌기, 1, 3-사이클로헥실렌기, 1, 4-사이클로헥실렌기, 사이클로헥실리렌기 등의 2가의 사이클로알킬렌기(사이클로알킬리렌기를 포함한다) 등을 들 수 있다.

[0087] 상기 탄소-탄소 이중 결합의 일부 또는 전부가 에폭시화된 알케닐렌기(「에폭시화 알케닐렌기」라고 칭하는 경우가 있다)에서의 알케닐렌기로서는, 예를 들어 비닐렌기, 프로페닐렌기, 1-부테닐렌기, 2-부테닐렌기, 부타디에닐렌기, 펜테닐렌기, 헥세닐렌기, 헵테닐렌기, 옥테닐렌기 등의 탄소수 2~8의 직쇄상 또는 분지쇄상의 알케닐렌기 등을 들 수 있다. 특히, 상기 에폭시화 알케닐렌기로서는, 탄소-탄소 이중 결합의 전부가 에폭시화된 알케닐렌기가 바람직하며, 보다 바람직하게는 탄소-탄소 이중 결합의 전부가 에폭시화된 탄소수 2~4의 알케닐렌기이다.

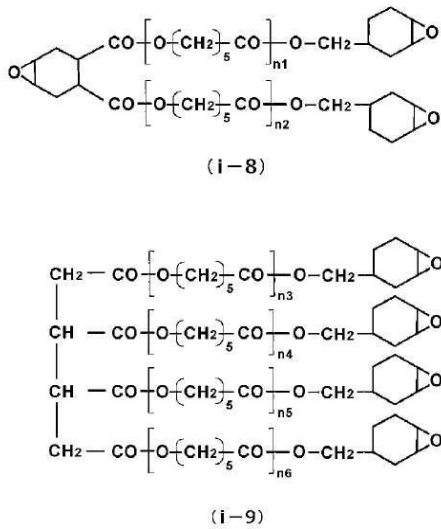
[0088] 상기 식 (i)으로 표시되는 치환식 에폭시 화합물의 대표적인 예로서는, (3, 4, 3', 4'-디에폭시)비사이클로헥실, 하기 식 (i-1)~(i-9)로 표시되는 화합물 등을 들 수 있다. 아울러, 하기 식 (i-4), (i-6) 중의 1, m은 각각 1~30의 정수를 나타낸다. 하기 식 (i-4) 중의 R'는 탄소수 1~8의 알킬렌기이며, 그 중에서도, 메틸렌기, 에틸렌기, 프로필렌기, 이소프로필렌기 등의 탄소수 1~3의 직쇄상 또는 분지쇄상의 알킬렌기가 바람직하다. 하기 식 (i-8), (i-9) 중의 n1~n6은 각각 1~30의 정수를 나타낸다. 또한, 상기 식 (i)으로 표시되는 치환식 에폭시 화합물로서는, 그 외, 예를 들어 2, 2-비스(3, 4-에폭시사이클로헥실)프로판, 1, 2-비스(3, 4-에폭시사이클로헥산-1-일)에탄, 1, 2-에폭시-1, 2-비스(3, 4-에폭시사이클로헥산-1-일)에탄, 비스(3, 4-에폭시사이클로헥실메틸) 에테르 등을 들 수 있다.

[0089] [화 6]



[0090]

[0091] [화 7]

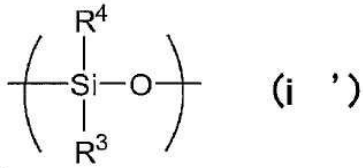


[0092]

[0093]

또한, 상기 (I) 분자 내에 지환 에폭시기를 갖는 화합물로서는, 에폭시 변성 실록산을 들 수 있다. 상기 에폭시 변성 실록산으로서, 예를 들어 하기 식 (i')로 표시되는 구성 단위를 갖는, 쇠상 또는 환상의 폴리오가노 실록산을 들 수 있다.

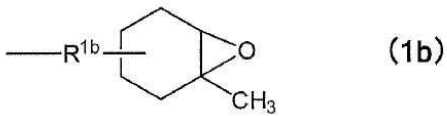
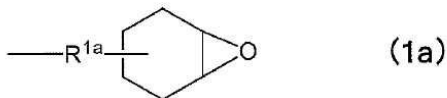
[0094] [화 8]



[0095]

[0096] 상기 식 (i') 중, R<sup>3</sup>은 하기 식 (1a)로 표시되는 기를 포함하는 치환기 또는 하기 식 (1b)로 표시되는 기를 포함하는 치환기를 나타내고, R<sup>4</sup>는 알킬기 또는 알콕시기를 나타낸다.

[0097] [화 9]



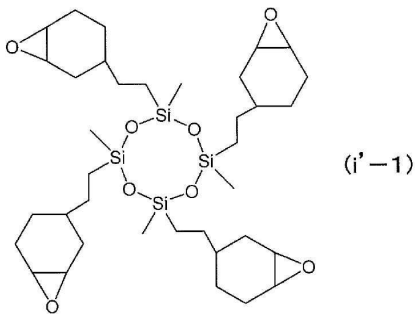
[0098]

[0099] 식 (1a) 및 식 (1b) 중, R<sup>1a</sup>, R<sup>1b</sup>는 동일 또는 상이하며, 직쇄 또는 분지쇄상의 알킬렌기를 나타내고, 예를 들어 메틸렌기, 메틸 메틸렌기, 디메틸 메틸렌기, 에틸렌기, 프로필렌기, 트리메틸렌기, 테트라메틸렌기, 펜타메틸렌기, 헥사메틸렌기, 데카메틸렌기 등의 탄소수 1~10의 직쇄 또는 분지쇄상의 알킬렌기를 들 수 있다.

[0100] 상기 에폭시 변성 실록산의 에폭시 당량(JIS K7236에 준거)은 예를 들어 100~400, 바람직하게는 150~300이다.

[0101] 상기 에폭시 변성 실록산으로서는, 예를 들어 하기 식 (i'-1)로 표시되는 화합물(상품명 「KR-470」, 신에츠키가쿠코교 가부시키키가이샤(Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) 제품) 등의 시판품을 이용할 수 있다.

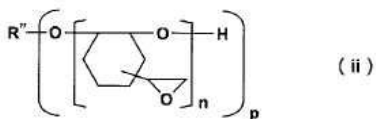
[0102] [화 10]



[0103]

[0104] 상기 (II) 지환에 에폭시기가 직접 단결합으로 결합해 있는 화합물로서는, 예를 들어 하기 식 (ii)로 표시되는 화합물을 들 수 있다.

[0105] [화 11]



[0106]

[0107] 식 (ii) 중, R''는 p개의 알코올의 구조식으로부터 p개의 수산기(-OH)를 제거한 기(p개의 유기기)이고, p, n은 각각 자연수를 나타낸다. p개의 알코올[R''(OH)p]로서는, 2, 2-비스(하이드록시메틸)-1-부탄올 등의 다가 알코올(탄소수 1~15의 알코올 등) 등을 들 수 있다. p는 1~6이 바람직하고, n은 1~30이 바람직하다. p가 2 이상인 경우, 각각의 ( ) 내(외측 괄호 내)의 기에서의 n은 동일할 수도 있고 상이할 수도 있다. 상기 식 (ii)로 표시

되는 화합물로서는, 구체적으로는 2, 2-비스(하이드록시메틸)-1-부탄올의 1, 2-에폭시-4-(2-옥시라닐)사이클로헥산 부가물[예를 들어, 상품명 「EHPE3150」(가부시키가이샤 다이셀(Daicel Corporation) 제품) 등] 등을 들 수 있다.

[0108] 상기 (III) 분자 내에 지환 및 글리시딜 에테르기를 갖는 화합물로서는, 예를 들어 지환식 알코올(특히, 지환식 다가 알코올)의 글리시딜 에테르를 들 수 있다. 보다 상세하게는, 예를 들어 2, 2-비스[4-(2, 3-에폭시프로폭시)사이클로헥실]프로판, 2, 2-비스[3, 5-디메틸-4-(2, 3-에폭시프로폭시)사이클로헥실]프로판 등의 비스페놀 A형 에폭시 화합물을 수소화한 화합물(수소화 비스페놀 A형 에폭시 화합물); 비스[o, o-(2, 3-에폭시프로폭시)사이클로헥실]메탄, 비스[o, p-(2, 3-에폭시프로폭시)사이클로헥실]메탄, 비스[p, p-(2, 3-에폭시프로폭시)사이클로헥실]메탄, 비스[3, 5-디메틸-4-(2, 3-에폭시프로폭시)사이클로헥실]메탄 등의 비스페놀 F형 에폭시 화합물을 수소화한 화합물(수소화 비스페놀 F형 에폭시 화합물); 수소화 비페놀형 에폭시 화합물; 수소화 페놀 노볼락형 에폭시 화합물; 수소화 크레졸 노볼락형 에폭시 화합물; 비스페놀 A의 수소화 크레졸 노볼락형 에폭시 화합물; 수소화 나프탈렌형 에폭시 화합물; 트리스페놀메탄으로부터 얻어지는 에폭시 화합물의 수소화 에폭시 화합물; 그 외 방향환을 갖는 에폭시 화합물의 수소화 에폭시 화합물 등을 들 수 있다.

[0109] 상기 방향족 에폭시 화합물은 분자 내에 1개 이상의 방향환(방향족 탄화수소환 또는 방향족 복소환)과 1개 이상의 에폭시기를 갖는 화합물이다. 방향족 에폭시 화합물로서는, 그 중에서도, 탄소 원자를 갖는 방향환(특히, 방향족 탄화수소환)을 구성하는 1 이상의 탄소 원자에 글리시딕시기가 결합한 화합물(방향족 글리시딜 에테르계 에폭시 화합물)이 바람직하다.

[0110] 상기 방향족 에폭시 화합물로서는, 예를 들어 비스페놀류[예를 들어, 비스페놀 A, 비스페놀 F, 비스페놀 S, 플루오렌 비스페놀 등]와 에피할로하이드린의 축합 반응에 의해 얻어지는 에피비스 타입 글리시딜 에테르형 에폭시계 수지; 이들 에피비스 타입 글리시딜 에테르형 에폭시계 수지를 상기 비스페놀류와 추가로 부가 반응시킴으로써 얻어지는 고분자량 에피비스 타입 글리시딜 에테르형 에폭시계 수지; 페놀류[예를 들어, 페놀, 크레졸, 크실레놀, 레조르신, 카테콜, 비스페놀 A, 비스페놀 F, 비스페놀 S 등]와 알데히드[예를 들어, 포름알데히드, 아세트알데히드, 벤즈알데히드, 하이드록시벤즈알데히드, 살리실알데히드 등]를 축합 반응시켜 얻어지는 다가 알코올류를 추가로 에피할로하이드린과 축합 반응시킴으로써 얻어지는 노볼락·알킬 타입 글리시딜 에테르형 에폭시계 수지; 플루오렌환의 9위에 2개의 페놀 골격이 결합하는 동시에, 이들 페놀 골격의 하이드록시기로부터 수소 원자를 제거한 산소 원자에 각각 직접 또는 알킬렌옥시기를 통해 글리시딜기가 결합해 있는 에폭시 화합물 등을 들 수 있다.

[0111] 상기 지방족 에폭시 화합물로서는, 예를 들어 q개의 환상 구조를 가지지 않는 알코올(q는 자연수이다)의 글리시딜 에테르; 1가 또는 다가 카복실산[예를 들어, 아세트산, 프로피온산, 부티르산, 스테아르산, 아디프산, 세바스산, 말레산, 이타콘산 등]의 글리시딜 에스테르; 에폭시화 아마인유, 에폭시화 대두유, 에폭시화 피마자유 등의 이중 결합을 갖는 유지(油脂)의 에폭시화물; 에폭시화 폴리부타디엔 등의 폴리올레핀(폴리알카디엔을 포함한다)의 에폭시화물 등을 들 수 있다. 아울러, 상기 q개의 환상 구조를 가지지 않는 알코올로서는, 예를 들어 메탄올, 에탄올, 1-프로필 알코올, 이소프로필 알코올, 1-부탄올 등의 1가의 알코올; 에틸렌 글리콜, 1, 2-프로판디올, 1, 3-프로판디올, 1, 4-부탄디올, 네오헵틸 글리콜, 1, 6-헥산디올, 디에틸렌 글리콜, 트리에틸렌 글리콜, 테트라에틸렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜, 폴리에틸렌 글리콜, 폴리프로필렌 글리콜 등의 2가의 알코올; 글리세린, 디글리세린, 에리트리톨, 트리메틸올에탄, 트리메틸올프로판, 펜타에리트리톨, 디펜타에리트리톨, 소르비톨 등의 3가 이상의 다가 알코올 등을 들 수 있다. 또한, q개의 알코올은 폴리에테르 폴리올, 폴리에스테르 폴리올, 폴리카보네이트 폴리올, 폴리올레핀 폴리올 등일 수도 있다.

[0112] 상기 옥세탄 화합물로서는, 분자 내에 1 이상의 옥세탄환을 갖는 공지 내지 관용의 화합물을 들 수 있으며 특별히 한정되지 않으나, 예를 들어 3, 3-비스(비닐옥시메틸)옥세탄, 3-에틸-3-(하이드록시메틸)옥세탄, 3-에틸-3-(2-에틸헥실옥시메틸)옥세탄, 3-에틸-3-(페녹시)메틸)옥세탄, 3-에틸-3-(헥실옥시메틸)옥세탄, 3-에틸-3-(클로로메틸)옥세탄, 3, 3-비스(클로로메틸)옥세탄, 1, 4-비스[(3-에틸-3-옥세타닐메톡시)메틸]벤젠, 비스{[1-에틸(3-옥세타닐)메틸]에테르}, 4, 4'-비스[(3-에틸-3-옥세타닐)메톡시메틸]비사이클로헥실, 1, 4-비스[(3-에틸-3-옥세타닐)메톡시메틸]사이클로헥산, 1, 4-비스{[(3-에틸-3-옥세타닐)메톡시]메틸}벤젠, 3-에틸-3-[[3-에틸옥세탄-3-일)메톡시]메틸}옥세탄, 크실릴렌비스옥세탄, 3-에틸-3-[[3-(트리에톡실릴)프로폭시]메틸]옥세탄, 옥세타닐실세스퀴옥산, 페놀노볼락옥세탄 등을 들 수 있다.

[0113] 상기 비닐 에테르 화합물로서는, 분자 내에 1 이상의 비닐 에테르기를 갖는 공지 내지 관용의 화합물을 사용할 수 있으며, 특별히 한정되지 않으나, 예를 들어 2-하이드록시에틸 비닐 에테르(에틸렌 글리콜 모노비닐 에테

르), 3-하이드록시프로필 비닐 에테르, 2-하이드록시프로필 비닐 에테르, 2-하이드록시이소프로필 비닐 에테르, 4-하이드록시부틸 비닐 에테르, 3-하이드록시부틸 비닐 에테르, 2-하이드록시부틸 비닐 에테르, 3-하이드록시이소부틸 비닐 에테르, 2-하이드록시이소부틸 비닐 에테르, 1-메틸-3-하이드록시프로필 비닐 에테르, 1-메틸-2-하이드록시프로필 비닐 에테르, 1-하이드록시메틸 프로필 비닐 에테르, 4-하이드록시사이클로헥실 비닐 에테르, 1, 6-헥산디올 모노비닐 에테르, 1, 6-헥산디올 디비닐 에테르, 1, 8-옥탄디올 디비닐 에테르, 1, 4-사이클로헥산디메탄올 모노비닐 에테르, 1, 4-사이클로헥산디메탄올 디비닐 에테르, 1, 3-사이클로헥산디메탄올 모노비닐 에테르, 1, 3-사이클로헥산디메탄올 디비닐 에테르, 1, 2-사이클로헥산디메탄올 모노비닐 에테르, 1, 2-사이클로헥산디메탄올 디비닐 에테르, p-크실렌 글리콜 모노비닐 에테르, p-크실렌 글리콜 디비닐 에테르, m-크실렌 글리콜 모노비닐 에테르, m-크실렌 글리콜 디비닐 에테르, o-크실렌 글리콜 모노비닐 에테르, o-크실렌 글리콜 디비닐 에테르, 에틸렌 글리콜 디비닐 에테르, 디에틸렌 글리콜 모노비닐 에테르, 디에틸렌 글리콜 디비닐 에테르, 트리에틸렌 글리콜 모노비닐 에테르, 트리에틸렌 글리콜 디비닐 에테르, 테트라에틸렌 글리콜 모노비닐 에테르, 테트라에틸렌 글리콜 디비닐 에테르, 펜타에틸렌 글리콜 모노비닐 에테르, 펜타에틸렌 글리콜 디비닐 에테르, 올리고에틸렌 글리콜 모노비닐 에테르, 올리고에틸렌 글리콜 디비닐 에테르, 폴리에틸렌 글리콜 모노비닐 에테르, 폴리에틸렌 글리콜 디비닐 에테르, 디프로필렌 글리콜 모노비닐 에테르, 디프로필렌 글리콜 디비닐 에테르, 트리프로필렌 글리콜 모노비닐 에테르, 트리프로필렌 글리콜 디비닐 에테르, 테트라프로필렌 글리콜 모노비닐 에테르, 테트라프로필렌 글리콜 디비닐 에테르, 펜타프로필렌 글리콜 모노비닐 에테르, 펜타프로필렌 글리콜 디비닐 에테르, 올리고프로필렌 글리콜 모노비닐 에테르, 올리고프로필렌 글리콜 디비닐 에테르, 폴리프로필렌 글리콜 모노비닐 에테르, 폴리프로필렌 글리콜 디비닐 에테르, 이소소르비드 디비닐 에테르, 옥사노보넨 디비닐 에테르, 페닐 비닐 에테르, n-부틸 비닐 에테르, 이소부틸 비닐 에테르, 옥틸 비닐 에테르, 사이클로헥실 비닐 에테르, 하이드로퀴논 디비닐 에테르, 1, 4-부탄디올 디비닐 에테르, 사이클로헥산디메탄올 디비닐 에테르, 트리메틸올프로판 디비닐 에테르, 트리메틸올프로판 트리비닐 에테르, 비스페놀 A 디비닐 에테르, 비스페놀 F 디비닐 에테르, 하이드록시옥사노보넨메탄올 디비닐 에테르, 1, 4-사이클로헥산디올 디비닐 에테르, 펜타에리트리톨 트리비닐 에테르, 펜타에리트리톨 테트라비닐 에테르, 디펜타에리트리톨 펜타비닐 에테르, 디펜타에리트리톨 헥사비닐 에테르 등을 들 수 있다.

- [0114] 상기 경화성 조성물에 포함되는 경화성 화합물의 총량(100질량%)에서 차지하는 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 비율은 예를 들어 50질량% 이상(예를 들어 50~100질량%), 바람직하게는 60질량% 이상, 보다 바람직하게는 70질량% 이상, 더욱 바람직하게는 80질량% 이상이다.
- [0115] 상기 경화성 조성물은 경화성 화합물 이외에, 예를 들어 경화제, 경화 촉진제 및 경화 촉매로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상을 함유하는 것이 바람직하다. 상기 경화성 조성물은 경화제 및/또는 경화 촉매를 포함하는 것이 바람직하다.
- [0116] 상기 경화성 조성물의 총량(100질량%)에서의 경화성 화합물, 경화제 및/또는 경화 촉진제의 합계 함유 비율은 예를 들어 60질량% 이상이며, 바람직하게는 70질량% 이상, 보다 바람직하게는 80질량% 이상, 더욱 바람직하게는 90질량% 이상, 특히 바람직하게는 95질량% 이상이다.
- [0117] 상기 경화성 조성물의 총량(100질량%)에서의 경화성 화합물 및 경화 촉매의 합계의 함유 비율은 예를 들어 60질량% 이상이며, 바람직하게는 70질량% 이상, 보다 바람직하게는 80질량% 이상, 더욱 바람직하게는 90질량% 이상, 특히 바람직하게는 95질량% 이상이다.
- [0118] 상기 경화성 조성물의 총량(100질량%)에 대한, 경화성 화합물, 경화제, 경화 촉진제 및 경화 촉매 이외의 화합물의 함유 비율은 예를 들어 50질량% 이하이며, 바람직하게는 40질량% 이하이다.
- [0119] (경화제)
- [0120] 상기 경화제로서는, 예를 들어 산무수물류(산무수물계 경화제), 아민류(아민계 경화제), 폴리아미드 수지, 이미다졸류(이미다졸계 경화제), 폴리메르캡탄류(폴리메르캡탄계 경화제), 페놀류(페놀계 경화제), 폴리카복실산류, 디시안디아미드류, 유기산 하이드라이드 등의 에폭시 수지용 경화제로서 공지 내지 관용의 경화제를 사용할 수 있다. 상기 경화제는 1종만을 사용할 수도 있고, 2종 이상을 사용할 수도 있다.
- [0121] 상기 산무수물류로서는, 예를 들어 메틸테트라하이드로 무수 프탈산(4-메틸테트라하이드로 무수 프탈산, 3-메틸테트라하이드로 무수 프탈산 등), 메틸헥사하이드로 무수 프탈산(4-메틸헥사하이드로 무수 프탈산, 3-메틸헥사하이드로 무수 프탈산 등), 도데세닐 무수 석신산, 메틸 엔도 메틸렌 테트라하이드로 무수 프탈산, 무수 프탈산, 무수 말레산, 테트라하이드로 무수 프탈산, 헥사하이드로 무수 프탈산, 메틸사이클로헥센 디카복실산

무수물, 무수 피로멜리트산, 무수 트리멜리트산, 벤조페논테트라카복실산 무수물, 무수 나딕산, 무수 메틸나딕산, 수산화 메틸나딕산 무수물, 4-(4-메틸-3-펜테닐)테트라하이드로 무수 프탈산, 무수 석신산, 무수 아디프산, 무수 세바스산, 무수 도데칸이산, 메틸사이클로헥센 테트라카복실산 무수물, 비닐 에테르 무수 말레산 공중합체, 알킬스티렌-무수 말레산 공중합체 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 취급성의 관점에서, 25℃에서 액상인 산무수물[예를 들어, 메틸테트라하이드로 무수 프탈산, 메틸헥사하이드로 무수 프탈산, 도데세닐 무수 석신산, 메틸 엔도 메틸렌 테트라하이드로 무수 프탈산 등]이 바람직하다.

[0122] 상기 아민류로서는, 예를 들어 에틸렌디아민, 디에틸렌트리아민, 트리에틸렌테트라민, 테트라에틸렌펜타민, 디프로필렌디아민, 디에틸아미노프로필아민, 폴리프로필렌트리아민 등의 지방족 폴리아민; 멘센디아민, 이소포론디아민, 비스(4-아미노-3-메틸디사이클로헥실)메탄, 디아미노디사이클로헥실메탄, 비스(아미노메틸)사이클로헥산, N-아미노에틸피페라진, 3, 9-비스(3-아미노프로필)-3, 4, 8, 10-테트라옥사스피로[5, 5]운데칸 등의 지환식 폴리아민; m-페닐렌디아민, p-페닐렌디아민, 톨릴렌-2, 4-디아민, 톨릴렌-2, 6-디아민, 메틸렌-2, 4-디아민, 3, 5-디에틸톨릴렌-2, 4-디아민, 3, 5-디에틸톨릴렌-2, 6-디아민 등의 단핵 폴리아민; 비페닐렌디아민, 4, 4-디아미노디페닐메탄, 2, 5-나프틸렌디아민, 2, 6-나프틸렌디아민 등의 방향족 폴리아민 등을 들 수 있다.

[0123] 상기 폴리아미드 수지로서는, 예를 들어 분자 내에 제1급 아미노기 및 제2급 아미노기 중 어느 하나 또는 둘 다를 갖는 폴리아미드 수지 등을 들 수 있다.

[0124] 상기 이미다졸류로서는, 예를 들어 2-메틸이미다졸, 2-에틸-4-메틸이미다졸, 2-운데실이미다졸, 2-헵타데실이미다졸, 2-페닐이미다졸, 1-벤질-2-메틸이미다졸, 1-시아노에틸-2-메틸이미다졸, 1-시아노에틸-2-에틸-4-메틸이미다졸, 1-시아노에틸-2-운데실이미다졸, 1-시아노에틸-2-운데실이미다졸류 트리멜리테이트, 1-시아노에틸-2-페닐이미다졸류 트리멜리테이트, 2-메틸이미다졸류 이소시아누레이드, 2-페닐이미다졸류 이소시아누레이드, 2, 4-디아미노-6-[2-메틸이미다졸릴-(1)]-에틸-s-트리아진, 2, 4-디아미노-6-[2-에틸-4-메틸이미다졸릴-(1)]-에틸-s-트리아진 등을 들 수 있다.

[0125] 상기 폴리메르캡탄류로서는, 예를 들어 액상의 폴리메르캡탄, 폴리설파이드 수지 등을 들 수 있다.

[0126] 상기 페놀류로서는, 예를 들어 노볼락형 페놀 수지, 노볼락형 크레졸 수지, p-크실렌 변성 페놀 수지, p-크실렌·m-크실렌 변성 페놀 수지 등의 아르알킬 수지, 테르펜 변성 페놀 수지, 디사이클로펜타디엔 변성 페놀 수지, 트리페놀프로판 등을 들 수 있다.

[0127] 상기 폴리카복실산류로서는, 예를 들어 아디프산, 세바스산, 테레프탈산, 트리멜리트산, 카복시기 함유 폴리에스테르 등을 들 수 있다.

[0128] 경화제로서는 그 중에서도, 얻어지는 경화물의 내열성, 투명성의 관점에서, 산무수물류(산무수물계 경화제)가 바람직하며, 예를 들어 상품명 「리카시드(RIKACID) MH-700」, 「리카시드 MH-700F」(이상, 신니혼리카 가부시카가이샤(New Japan Chemical Co.,Ltd.) 제품), 상품명 「HN-5500」(히타치카세이코교 가부시카가이샤(Hitachi Chemical Co., Ltd.) 제품) 등의 시판품을 사용할 수 있다.

[0129] 경화제의 함유량(배합량)은 경화성 조성물에 포함되는 에폭시 화합물의 총량 100질량부에 대해, 50~200질량부가 바람직하고, 보다 바람직하게는 80~150질량부이다. 보다 구체적으로는, 경화제로서 산무수물류를 사용하는 경우, 상기 경화성 조성물에 포함되는 모든 에폭시 화합물에서의 에폭시기 1당량당, 0.5~1.5당량이 되는 비율로 사용하는 것이 바람직하다. 경화제의 함유량이 50질량부 이상이면, 경화를 충분히 진행시킬 수 있어, 얻어지는 경화물의 강인성이 향상되는 경향이 있다. 한편, 경화제의 함유량이 200질량부 이하이면, 착색이 보다 억제되어, 색상이 우수한 경화물이 얻어지는 경향이 있다.

[0130] (경화 촉진제)

[0131] 상기 경화성 조성물이 경화제를 포함하는 경우에는, 추가로 경화 촉진제를 포함하는 것이 바람직하다. 경화 촉진제는 에폭시기(옥시라닐기)를 갖는 화합물이 경화제와 반응할 때, 그 반응 속도를 촉진하는 효과를 갖는다.

[0132] 상기 경화 촉진제로서는, 예를 들어 1, 8-디아자비사이클로[5.4.0]운데센-7(DBU) 또는 그 염(예를 들어, 페놀염, 옥틸산염, p-톨루엔설포산염, 포름산염, 테트라페닐보레이트염 등), 1, 5-디아자비사이클로[4.3.0]노넨-5(DBN) 또는 그 염(예를 들어, 페놀염, 옥틸산염, p-톨루엔설포산염, 포름산염, 테트라페닐보레이트염 등); 벤질디메틸아민, 2, 4, 6-트리스(디메틸아미노메틸)페놀, N, N-디메틸사이클로헥실아민 등의 3급 아민; 2-에틸-4-메틸이미다졸, 1-시아노에틸-2-에틸-4-메틸이미다졸 등의 이미다졸; 인산 에스테르; 트리페닐포스핀, 트리스(디메톡시)포스핀 등의 포스핀류; 테트라페닐포스포늄 테트라(p-톨릴)보레이트 등의 포스포늄 화합물; 옥틸산

아연, 옥틸산 주석, 스테아르산 아연 등의 유기 금속염; 알루미늄 아세틸아세톤 착체 등의 금속 킬레이트 등을 들 수 있다. 상기 경화 촉진제는 1종만을 사용할 수도 있고 2종 이상을 사용할 수도 있다.

[0133] 상기 경화 촉진제로서는, 예를 들어 상품명 「U-CAT SA 506」, 「U-CAT SA 102」, 「U-CAT 5003」, 「U-CAT 18X」, 「U-CAT 12XD」(개발품)(이상, 산아프로 가부시킴가이샤(San-Apro Ltd.) 제품); 상품명 「TPP-K」, 「TPP-MK」(이상, 호쿠코카가쿠코교 가부시킴가이샤(Hokko Chemical Industry) 제품); 상품명 「PX-4ET」(니혼카가쿠코교 가부시킴가이샤(NIPPON CHEMICAL INDUSTRIAL CO.,LTD.) 제품) 등의 시판품을 사용할 수 있다.

[0134] 상기 경화 촉진제의 함유량(배합량)은 경화제 100질량부에 대해 0.01~5질량부가 바람직하고, 보다 바람직하게는 0.02~3질량부, 더욱 바람직하게는 0.03~3질량부이다. 경화 촉진제의 함유량이 0.01질량부 이상이면, 한층 효율적인 경화 촉진 효과가 얻어지는 경향이 있다. 한편, 경화 촉진제의 함유량이 5질량부 이하이면, 착색이 보다 억제되어, 색상이 우수한 경화물이 얻어지는 경향이 있다.

[0135] (경화 촉매)

[0136] 상기 경화성 조성물은 경화제 대신 경화 촉매를 포함하고 있을 수도 있다. 경화 촉매는 상기 식 (1)로 표시되는 화합물 등의 양이온 경화성 화합물의 경화 반응(중합 반응)을 개시 및/또는 촉진시킴으로써, 경화성 조성물을 경화시키는 기능을 갖는다. 경화 촉매로서는, 예를 들어 광 조사나 가열 처리 등을 실시함으로써 양이온종을 발생하여 중합을 개시시키는 양이온 중합 개시제(광양이온 중합 개시제, 열양이온 중합 개시제 등)나, 루이스산·아민 착체, 브뢴스테드산(bronsted acid)염류, 이미다졸류 등을 들 수 있다. 상기 경화 촉매는 1종만을 사용할 수도 있고, 2종 이상을 사용할 수도 있다.

[0137] 상기 광양이온 중합 개시제로서는, 예를 들어 헥사플루오로안티모네이트염, 펜타플루오로하이드록시안티모네이트염, 헥사플루오로포스페이트염, 헥사플루오로아르세네이트염 등을 들 수 있으며, 보다 구체적으로는, 예를 들어 트리아릴설포늄 헥사플루오로포스페이트(예를 들어, p-페닐티오펜디페닐설포늄 헥사플루오로포스페이트 등), 트리아릴설포늄 헥사플루오로안티모네이트 등의 설포늄염(특히, 트리아릴설포늄염); 디아릴요오도늄 헥사플루오로포스페이트, 디아릴요오도늄 헥사플루오로안티모네이트, 비스(도데실페닐)요오도늄 테트라키스(펜타플루오로페닐)보레이트, 요오도늄[4-(4-메틸페닐-2-메틸프로필)페닐] 헥사플루오로포스페이트 등의 요오도늄염; 테트라플루오로포스포늄 헥사플루오로포스페이트 등의 포스포늄염; N-헥실피리디늄 테트라플루오로보레이트 등의 피리디늄염 등을 들 수 있다. 또한, 광양이온 중합 개시제로서는, 예를 들어 상품명 「UVACURE1590」(다이셀렉스 가부시킴가이샤(DAICEL-ALLNEX LTD.) 제품); 상품명 「CD-1010」, 「CD-1011」, 「CD-1012」(이상, 미국 사토머(Sartomer)사 제품); 상품명 「이르가큐어(Irgacure) 264」(BASF사 제품); 상품명 「CIT-1682」(니혼소다 가부시킴가이샤(Nippon Soda Co., Ltd.) 제품) 등의 시판품을 바람직하게 사용할 수 있다.

[0138] 상기 양이온 중합 개시제로서는, 예를 들어 아릴디아조늄염, 아릴요오도늄염, 아릴설포늄염, 알렌-이온 착체 등을 들 수 있으며, 상품명 「PP-33」, 「CP-66」, 「CP-77」(이상 가부시킴가이샤 ADEKA 제품); 상품명 「FC-509」(쓰리엠 제품); 상품명 「UVE1014」(G.E.사 제품); 상품명 「산에이드(SAN-AID) SI-60L」, 「산에이드 SI-80L」, 「산에이드 SI-100L」, 「산에이드 SI-110L」, 「산에이드 SI-150L」(이상, 산신카가쿠코교 가부시킴가이샤(SANSHIN CHEMICAL INDUSTRY CO.,LTD.) 제품); 상품명 「CG-24-61」(BASF사 제품) 등의 시판품을 바람직하게 사용할 수 있다.

[0139] 상기 루이스산·아민 착체로서는, 예를 들어  $BF_3 \cdot n$ -헥실아민,  $BF_3 \cdot$  모노에틸아민,  $BF_3 \cdot$  벤질아민,  $BF_3 \cdot$  디에틸아민,  $BF_3 \cdot$  피페리딘,  $BF_3 \cdot$  트리에틸아민,  $BF_3 \cdot$  아닐린,  $BF_4 \cdot n$ -헥실아민,  $BF_4 \cdot$  모노에틸아민,  $BF_4 \cdot$  벤질아민,  $BF_4 \cdot$  디에틸아민,  $BF_4 \cdot$  피페리딘,  $BF_4 \cdot$  트리에틸아민,  $BF_4 \cdot$  아닐린,  $PF_5 \cdot$  에틸아민,  $PF_5 \cdot$  이소프로필아민,  $PF_5 \cdot$  부틸아민,  $PF_5 \cdot$  라우릴아민,  $PF_5 \cdot$  벤질아민,  $AsF_5 \cdot$  라우릴아민 등을 들 수 있다.

[0140] 상기 브뢴스테드산염류로서는, 예를 들어 지방족 설포늄염, 방향족 설포늄염, 요오도늄염, 포스포늄염 등을 들 수 있다.

[0141] 상기 이미다졸류로서는, 예를 들어 2-메틸이미다졸, 2-에틸-4-메틸이미다졸, 2-운데실이미다졸, 2-헵타데실이미다졸, 2-페닐이미다졸, 1-벤질-2-메틸이미다졸, 1-시아노에틸-2-메틸이미다졸, 1-시아노에틸-2-에틸-4-메틸이미다졸, 1-시아노에틸-2-운데실이미다졸, 1-시아노에틸-2-운데실이미다졸류 트리멜리테이트, 1-시아노에틸-2-페닐이미다졸류 트리멜리테이트, 2-메틸이미다졸류 이소시아누레이트, 2-페닐이미다졸류 이소시아누레이트, 2, 4-디아미노-6-[2-메틸이미다졸릴-(1)]-에틸-s-트리아진, 2, 4-디아미노-6-[2-에틸-4-메틸이미다졸릴-(1)]-에틸-s-트리아진 등을 들 수 있다.

- [0142] 상기 경화 촉매의 함유량(배합량)은 경화성 조성물에 포함되는 양이온 경화성 화합물 100질량부에 대해 0.01~5 질량부가 바람직하고, 보다 바람직하게는 0.02~4질량부, 더욱 바람직하게는 0.03~3질량부이다. 경화 촉매의 함유량이 상기 범위 내이면, 경화성 조성물의 경화 속도가 높아지고, 경화물의 내열성 및 투명성이 균형있게 향상되는 경향이 있다.
- [0143] 상기 경화성 조성물은 위에서 설명한 각 성분 이외에, 필요에 따라 첨가제를 포함하고 있을 수도 있다. 상기 첨가제로서는, 예를 들어 에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜, 글리세린 등의 다가 알코올; 소포제, 레벨링제, 실란 커플링제, 계면 활성제, 무기 충전제, 난연제, 착색제, 이온 흡착제, 안료, 형광제, 이형제 등을 들 수 있다. 상기 첨가제는 1종만을 사용할 수도 있고, 2종 이상을 사용할 수도 있다.
- [0144] 상기 경화성 조성물은 위에서 설명한 각 성분을 필요에 따라 가열한 상태에서 교반·혼합함으로써 조제할 수 있다. 상기 교반·혼합에는 예를 들어 디졸버, 호모지나이저 등의 각종 믹서, 니더, 롤 밀, 비즈 밀, 자공전식 교반 장치 등의 공지 내지 관용의 교반·혼합 수단을 사용할 수 있다. 또한, 교반·혼합 후, 진공하에서 탈포할 수도 있다.
- [0145] 상기 경화성 조성물 중의, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물, 상기 식 (a)로 표시되는 화합물, 상기 식 (b)로 표시되는 화합물, 상기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 상기 식 (d)로 표시되는 화합물의 총량(100질량%)에 대한 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 비율은 90질량% 이상이며, 바람직하게는 91질량% 이상, 보다 바람직하게는 94질량% 이상, 더욱 바람직하게는 96질량% 이상이다. 상기 비율은 GC-MS에 의해 얻어지는 피크 면적의 비율로부터 산출할 수 있다.
- [0146] 상기 경화성 조성물 중의, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물, 상기 식 (a)로 표시되는 화합물, 상기 식 (b)로 표시되는 화합물, 상기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 상기 식 (d)로 표시되는 화합물의 총량(100질량%)에 대한, 상기 식 (a)로 표시되는 화합물, 상기 식 (b)로 표시되는 화합물, 상기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 상기 식 (d)로 표시되는 화합물의 합계 비율은 10질량% 이하이며, 바람직하게는 9질량% 이하, 보다 바람직하게는 6질량% 이하, 더욱 바람직하게는 4질량% 이하이다. 상기 비율은 GC-MS에 의해 얻어지는 피크 면적의 비율로부터 산출할 수 있다.
- [0147] 상기 경화성 조성물은 속(fast)경화성을 가지며, 120℃에서의 경화 시간(혹은 겔 타임)은 예를 들어 1100초 이하, 바람직하게는 1050초 이하이다. 또한, 상기 경화성 조성물의 80℃에서의 경화 시간(혹은 겔 타임)은 예를 들어 5000초 이하, 바람직하게는 4000초 이하, 보다 바람직하게는 3000초 이하이다.
- [0148] 경화 시의 가열 온도(경화 온도)는 45~200℃가 바람직하고, 보다 바람직하게는 100~190℃, 더욱 바람직하게는 100~180℃이다. 또한, 가열 시간(혹은 경화 시간)은 30~600분이 바람직하고, 보다 바람직하게는 45~540분이다. 가열 온도나 가열 시간이 상기 범위를 하회하면 경화가 불충분해지며, 반대로 상기 범위를 상회하면 수지 성분 분해가 일어나는 경우가 있기 때문에, 모두 바람직하지 않다. 경화 조건은 다양한 조건에 의존하지만, 예를 들어 가열 온도를 높게 한 경우에는 가열 시간을 짧게, 가열 온도를 낮게 한 경우에는 가열 시간을 길게 하는 등에 의해, 적절히 조정할 수 있다.
- [0149] [경화물]
- [0150] 위에서 설명한 경화성 조성물을 경화시킴으로써 경화물이 얻어진다. 상기 경화물은 투명성 및 내열성이 우수하다.
- [0151] 상기 경화물은 투명성이 우수하며, 그 파장 450 nm의 광의 광선 투과율(두께 3 mm)은 80% 이상이 바람직하고, 보다 바람직하게는 85% 이상, 더욱 바람직하게는 88% 이상, 특히 바람직하게는 90% 이상이다. 상기 경화성 조성물은 투명성이 우수한 경화물을 형성하기 때문에, 광반도체 장치에서의 광반도체 소자의 봉지제나 다이 어태치 페이스트제 등으로서 사용한 경우에, 광반도체 장치로부터 발생하는 광도가 보다 높아지는 경향이 있다.
- [0152] 상기 경화물은 내열성이 우수하며, 그 유리 전이 온도(Tg)는 170℃ 이상이 바람직하고, 보다 바람직하게는 175℃ 이상, 더욱 바람직하게는 180℃ 이상, 더욱 바람직하게는 190℃ 이상, 특히 바람직하게는 200℃ 이상이다.
- [0153] 상기 경화물은 내열성이 우수하며, 그 5% 중량 감소 온도(Td5)는 325℃ 이상이 바람직하고, 보다 바람직하게는 330℃ 이상, 더욱 바람직하게는 335℃ 이상이다. 또한, 상기 경화물의 10% 중량 감소 온도(Td10)는 355℃ 이상이 바람직하고, 보다 바람직하게는 360℃ 이상이다.
- [0154] 상기 경화물의 경화 수축률은 1.5% 이하가 바람직하고, 보다 바람직하게는 1.2% 이하, 더욱 바람직하게는 1.1% 이하이다. 상기 경화 수축률은 경화 전의 경화성 조성물 및 경화 후의 경화물의 밀도를 측정하고, 하기 식을

기초로 밀도 변화로부터 구해진다.

- [0155] 부피 수축률  $r = \frac{(d_s - d_l)}{d_l} \times 100$
- [0156]  $d_l$ : 경화 전의 액체의 비중. 밀도 비중계 「DA-640」(교토덴시코교 가부시키키가이샤(Kyoto Electronics Manufacturing Co., Ltd.) 제품으로 측정.
- [0157]  $d_s$ : 경화 후의 고체의 비중. 고체 비중 측정법으로 측정.
- [0158] 상기 경화성 조성물은 예를 들어 봉지제, 접착제, 코팅제, 전기 절연제, 적층판, 잉크, 실란트, 레지스트, 복합 재료, 투명 기재, 투명 시트, 투명 필름, 광학 소자, 광학 렌즈, 광조형, 전자 페이퍼, 터치 패널, 태양 전지 기관, 광도파로, 도광판, 홀로그래픽 메모리 등의 각종 용도로 사용할 수 있다.
- [0159] [봉지제]
- [0160] 상기 봉지제는 상기 경화성 조성물을 포함한다. 상기 봉지제는 광반도체 장치에서의 광반도체(광반도체 소자)를 봉지하는 용도로 바람직하게 사용할 수 있다. 상기 봉지제를 사용하면, 투명성 및 내열성이 우수하고, 경화 수축이 일어나기 어려운 경화물(=봉지제)에 의해 광반도체 소자를 봉지할 수 있다.
- [0161] 상기 봉지제의 총량(100질량%)에 대한 상기 경화성 조성물의 함유 비율은 50질량% 이상이 바람직하고, 보다 바람직하게는 60질량% 이상, 더욱 바람직하게는 70질량% 이상이다. 상기 봉지제는 상기 경화성 조성물만으로 이루어지는 것일 수도 있다.
- [0162] [접착제]
- [0163] 상기 접착제는 상기 경화성 조성물을 포함한다. 상기 접착제는 부재 등을 피착체에 접착·고정하는 용도, 상세하게는 광반도체 장치에서 광반도체 소자를 금속제의 전극에 접착 및 고정하기 위한 다이 어태치 페이스트제; 카메라 등의 렌즈를 피착체에 고정하거나 렌즈끼리를 맞붙이기 위한 렌즈용 접착제; 광학 필름(예를 들어, 편광자, 편광자 보호 필름, 위상차 필름 등)을 피착체에 고정하거나, 광학 필름끼리 또는 광학 필름과 그 외 필름을 맞붙이기 위한 광학 필름용 접착제 등의, 우수한 투명성, 내열성, 및 경화 수축이 일어나기 어려운 것이 요구되는 각종 용도로 사용할 수 있다.
- [0164] 상기 접착제는 특히 다이 어태치 페이스트제(혹은 다이 본드제)로서 바람직하게 사용할 수 있다. 상기 접착제를 다이 어태치 페이스트제로서 이용함으로써, 투명성 및 내열성이 우수한 경화물에 의해 광반도체 소자가 전극에 접착된 광반도체 장치가 얻어진다.
- [0165] 상기 접착제의 총량(100질량%)에 대한 상기 경화성 조성물의 함유 비율은 50질량% 이상이 바람직하고, 보다 바람직하게는 60질량% 이상, 더욱 바람직하게는 70질량% 이상이다. 상기 접착제는 상기 경화성 조성물만으로 이루어지는 것일 수도 있다.
- [0166] [코팅제]
- [0167] 상기 코팅제는 상기 경화성 조성물을 포함한다. 상기 코팅제는 특히 우수한 취급성, 투명성 및 내열성이 요구되는 각종 용도로 사용할 수 있다.
- [0168] 상기 코팅제 총량(100질량%)에 대한 상기 경화성 조성물의 함유 비율은 50질량% 이상이 바람직하고, 보다 바람직하게는 60질량% 이상, 더욱 바람직하게는 70질량% 이상이다. 상기 코팅제는 상기 경화성 조성물만으로 이루어지는 것일 수도 있다.
- [0169] [광학 부재]
- [0170] 상기 경화물을 이용하여 광학 부재를 얻을 수 있다. 상기 광학 부재는 상기 경화성 조성물의 경화물을 구비한다. 상기 광학 부재로서는, 예를 들어 광반도체 소자가 상기 경화물에 의해 봉지된 광반도체 장치, 상기 경화물에 의해 광반도체 소자가 전극에 접착된 광반도체 장치, 및 상기 경화물에 의해 광반도체 소자가 전극에 접착되고, 또 당해 광반도체 소자가 상기 경화물에 의해 봉지된 광반도체 장치 등을 들 수 있다. 상기 광학 부재는 상기 경화물에 의해 봉지되어 접착된 구성을 갖기 때문에, 내열성이 우수하고, 광 추출 효율이 높다.
- [0171] 본 명세서에 개시된 각각의 태양은 본 명세서에 개시된 다른 어떠한 특징과도 조합할 수 있다. 각 실시형태에서의 각 구성 및 이들의 조합 등은 일 예이며, 본 개시의 취지로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 적절히 구성의 부가, 생략, 치환 및 그 외 변경이 가능하다. 또한, 본 개시에 관한 각 발명은 실시형태나 이하의 실시예에 의

해 한정되지 않으며, 특히 청구의 범위에 의해서만 한정된다.

[0172] 실시예

[0173] 이하, 실시예를 기초로 본 개시의 일 실시형태를 보다 상세하게 설명하지만, 본 개시가 이들 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0174] 실시예 1

[0175] 교반기를 구비한 재킷 장착 SUS316제 20 L 반응기에 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐) 카복실레이트 5000 g을 채운 후, 승온하여 내부 온도를 25℃로 했다. 과아세트산의 30% 아세트산 에틸 용액 13790 g을 6시간에 걸쳐 적하한 후, 3시간 숙성을 수행했다. 적하 및 숙성 중에는 내부 온도를 30℃로 유지했다. 이렇게 하여 3, 4-에폭시-6-메틸-사이클로헥실메틸(3', 4'-에폭시-6'-메틸)사이클로헥산 카복실레이트를 포함하는 반응 조액(crude liquid) 18790 g을 얻었다.

[0176] (수세 공정)

[0177] 상기에서 얻어진 반응 조액을 아세트산 에틸로 1.7배로 희석한 액을 원심 추출기에 경액(輕液) 입구로부터 공급하고, 수세액/반응 조액=2로 처리함으로써, 경액 출구로부터 경액을 968 g/분의 속도로, 중액(重液) 출구로부터 중액을 2191 g/분의 속도로 얻었다.

[0178] (탈저비 공정)

[0179] 얻어진 경액을 전열 면적 0.034 m<sup>2</sup>의 강제 교반식 박막 증발기에 100질량부 투입하고, 조작 압력 1 mmHg, 가열 온도 170℃가 되도록 유지하여, 탈저로부터 관출액을 35질량부 얻었다.

[0180] (탈고비 공정)

[0181] 실단수 20단의 다공판탑으로 이루어지는 탑경 40 mm의 탈고비물 증류탑의 아래에서 15단계에, 상기 탈저로부터 배출된 관출액을 투입 유량 15~20 mL/5 min으로 투입하고, 가열 온도 200℃, 압력 0.17~0.19 Torr, 와이퍼 회전수 400 rpm이 되도록 유지했다. 이로써, 탈고비물 증류탑의 탑정으로부터, 유출액을 유출 유량 10~15 mL/min으로 유출시켰다. 상기 탑정으로부터의 유출액을 회수하여 실시예 1의 지환식 에폭시 화합물 제품 1로 했다.

[0182] 실시예 2

[0183] 탈고비 공정에서, 압력을 0.075~0.15 Torr로 변경한 것 이외는 실시예 1과 동일하게 하여 실시예 2의 지환식 에폭시 화합물 제품 2를 얻었다.

[0184] 실시예 3

[0185] 탈고비 공정에서, 압력을 0.030~0.038 Torr로 변경한 것 이외는 실시예 1과 동일하게 하여 실시예 3의 지환식 에폭시 화합물 제품 3을 얻었다.

[0186] 비교예 1

[0187] 탈고비 공정을 수행하지 않은 것 이외는 실시예 1과 동일하게 하여 비교예 1의 지환식 에폭시 화합물 제품 4를 얻었다.

[0188] 비교예 2

[0189] 3, 4-에폭시사이클로헥실메틸(3', 4'-에폭시)사이클로헥산 카복실레이트 제품을 비교예 2의 지환식 에폭시 화합물 제품 5로 했다.

[0190] <평가>

[0191] 실시예 및 비교예의 지환식 에폭시 화합물 제품에 대해, 이하의 평가를 수행했다. 결과를 표 1에 나타냈다.

[0192] (1) <sup>1</sup>H-NMR

[0193] 실시예 1의 지환식 에폭시 화합물 제품 1에 대해, 장치명 「JNM-ECZ400S」(니혼덴시 가부시키키가이샤(JEOL Ltd.) 제품), 용매: 중수소화 클로로포름, 측정 조건: 20℃에 의해, <sup>1</sup>H-NMR 스펙트럼의 측정을 수행했다. 실시예 1에서 얻어진 지환식 에폭시 화합물 제품 1의 <sup>1</sup>H-NMR 스펙트럼을 도 1에 나타냈다.

- [0194] (2) GPC
- [0195] 전처리로서, 지환식 에폭시 화합물 제품 0.04 g을 테트라하이드로푸란(THF) 2 g에 용해하고, 구멍 지름 0.50  $\mu$ m의 필터(상품명 「DISMIC13JP050AN」, 도요로시 가부시키키가이샤(TOYO ROSHI KAISHA, LTD.) 제품)로 여과했다. 얻어진 지환식 에폭시 화합물 제품의 THF 용액을 GPC로 분석하고, 가장 피크 면적의 비율이 높은 성분(목적으로 하는 지환식 에폭시 화합물)의 피크 면적의 비율을 지환식 에폭시 화합물 제품의 순도[면적%]로 했다. 목적으로 하는 지환식 에폭시 화합물보다 빠르게 용출되는 각 성분의 농도를 합산한 것을 고분자량 성분 농도로서 산출했다. 아울러, 이웃하는 피크의 솔더가 겹치는 경우에는, 피크의 골짜기로부터 베이스라인에의 수선에 의해 피크 면적을 분할하여 피크 면적을 산출했다. 사용한 GPC 장치 및 각종 조건은 하기와 같다.
- [0196] 장치: HLC-8220GPC(도소 가부시키키가이샤(TOSOH CORPORATION) 제품)
- [0197] 검출기: 시차 굴절계(RI 검출기)
- [0198] 프리컬럼: TSKGUARDCOLUMN SUPER HZ-L 4.6 mm $\times$ 20 mm
- [0199] 컬럼: 샘플 측 TSK-GEL SUPER HZM-N 4.6 mm $\times$ 150 mm $\times$ 4개
- [0200] 레퍼런스 측 TSK-GEL SUPER HZM-N 6.0 mm $\times$ 150 mm $\times$ 1개+TSK-GEL SUPER H-RC 6.0 mm $\times$ 150 mm
- [0201] 항온조 온도: 40 $^{\circ}$ C
- [0202] 이동층: THF
- [0203] 이동층 유량: 0.35 ml/분
- [0204] 시료 주입량: 10  $\mu$ l
- [0205] 데이터 채취 시간: 시료 주입 후 10분~26분
- [0206] (3) GC-MS
- [0207] 각 예의 지환식 에폭시 화합물 제품에 대해, 하기 측정 조건에 의해 가스 크로마토그래피에 의한 분석을 수행했다. 그리고, 분자량을 기초로 지환식 에폭시 화합물 제품 중에 포함되는 성분의 동정을 수행했다. 아울러, 검출된 피크의 분자량은 매스 스펙트럼으로 해석했다. 화합물 (a)~(d) 및 분자량이 100 이하인 화합물의 합계 함유 비율을 하기 조건으로 가스 크로마토그래피를 이용하여 측정하고, 면적%로 산출했다. 아울러, 실시예 및 비교예 1에 대해서는, 화합물 (a)는 상기 식 (a)로 표시되는 화합물, 화합물 (b)는 상기 식 (b)로 표시되는 화합물, 화합물 (c)는 상기 식 (c)로 표시되는 화합물, 화합물 (d)는 상기 식 (d)로 표시되는 화합물을 각각 나타낸다. 또한, 비교예 2에 대해서는, 화합물 (a)는 상기 식 (a)로 표시되는 화합물로부터 2개의 에폭시사이클로헥실기에서의 메틸기를 제거한 구조의 화합물, 화합물 (b)는 상기 식 (b)로 표시되는 화합물 2개의 에폭시사이클로헥실기에서의 메틸기를 제거한 구조의 화합물, 화합물 (c)는 상기 식 (c)로 표시되는 화합물 2개의 에폭시사이클로헥실기에서의 메틸기를 제거한 구조의 화합물, 화합물 (d)는 상기 식 (d)로 표시되는 화합물 2개의 에폭시사이클로헥실기에서의 메틸기를 제거한 구조의 화합물을 각각 나타낸다.
- [0208] <측정 조건>
- [0209] 측정 장치: 상품명 「Agilent7890GC5977B MSD」, 애질런트 테크놀로지스 주식회사(Agilent Technologies, Inc.) 제품
- [0210] 컬럼 충전제: (5% 페닐)메틸실록산
- [0211] 컬럼 사이즈: 길이 15 m $\times$ 내경 0.53 mm $\phi$  $\times$ 막 두께 1.5  $\mu$ m
- [0212] 컬럼 온도: 100 $^{\circ}$ C $\rightarrow$ (10 $^{\circ}$ C/분으로 승온) $\rightarrow$ 250 $^{\circ}$ C(15분)
- [0213] 검출기: FID
- [0214] (4) 색상(APHA)
- [0215] 분광 색채·탁도 동시 측정기(상품명 「TZ6000」, 닛폰덴쇼쿠코교 가부시키키가이샤(NIPPON DENSHOKU INDUSTRIES CO., LTD.) 제품), 유리 셀(광로 길이 33 $\times$ 셀 폭 20 $\times$ 높이 55)을 이용하여 하젠 색수 APHA를 구함으로써 색상을 평가했다. 105 이하이면 양호, 15 이하이면 불량으로 판단된다.

- [0216] (5) 점도
- [0217] 지환식 에폭시 화합물 제품의 25℃에서의 점도를 디지털 점도계(모델 번호 「DVU-E II형」, 가부시키가이샤 도키맥 제품을) 이용하여, 로터: 표준 1° 34'×R24, 온도: 25℃, 회전수: 0.5-10 rpm의 조건으로 측정했다. 1300 mPa·s 이하이면 양호, 1000 mPa·s 이하이면 우량으로 판단된다.
- [0218] 실시예 4
- [0219] 각 예의 지환식 에폭시 화합물 제품 100질량부에 대해, 열양이온 촉매로서 상품명 「산에이드 SI-100L」(산신카가쿠코교 가부시키가이샤 제품) 0.6질량부를 배합하고, 자공전식 교반 장치(상품명 「아와토리 렌타로(AWATORI RENTARO) AR-250」, 가부시키가이샤 신키(THINKY CORPORATION) 제품)를 사용하여 교반하고, 추가로 탈포하여 각 경화성 조성물을 얻었다.
- [0220] 실시예 5
- [0221] 각 예의 지환식 에폭시 화합물 제품과, 산무수물 경화제로서 상품명 「리카시드 MH-700」(신니혼리카 가부시키가이샤 제품) 및 경화 촉진제로서 상품명 「PX-4MP」(니혼카가쿠코교 가부시키가이샤 제품)를 상기 지환식 에폭시 화합물 제품 중의 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 에폭시 당량 및 산무수물 당량의 비가 100:90이 되도록 배합하고, 자공전식 교반 장치(상품명 「아와토리 렌타로 AR-250」, 가부시키가이샤 신키 제품)를 사용하여 교반하고, 추가로 탈포하여 각 경화성 조성물을 얻었다.
- [0222] (6) 경화성
- [0223] 실시예 4 및 5에서 얻어진 경화성 조성물의 경화성을 겔 타임 측정 장치(상품명 「Rheometer MCR302」, 가부시키가이샤 안톤파 재팬(Anton Paar Japan K.K.) 제품)을 이용하여 측정했다. 구체적으로는, 실시예 4의 경화성 조성물(열양이온 촉매)은 80℃, 실시예 5의 경화성 조성(산무수물 경화제)물은 120℃로 승온 후, 레오미터법(동적 점탄성 평가)에 의해 경화 프로파일을 측정하고, 주파수를 일정하게 했을 때의 손실 탄성률의 온도 커브를 측정하고, G'(저장 탄성률)와 G''(손실 탄성률)를 측정한 2개의 탄성률 곡선이 교차하는 점을 겔화점으로 정의하여 구했다. 그리고, 설정 승온(80℃ 또는 120℃)이 되었을 때를 개시점으로 하여, 겔화점 도달까지의 시간을 열 겔 타임으로서 평가했다. 실시예 4에서는 1100초 이하이면 양호, 1050초 이하이면 우량으로 판단된다. 실시예 5에서는 5000초 이하이면 양호, 3000초 이하이면 우량으로 판단된다.
- [0224] 실시예 6
- [0225] 실시예 4 및 5에서 얻어진 각 경화성 조성물을 몰드에 충전하고, 120℃의 수지 경화 오븐으로 5시간 가열함으로써 각 경화물을 얻었다.
- [0226] (7) 경화 수축
- [0227] 실시예 4의 각 경화성 조성물로부터 얻어진 경화물에 대해, 밀도 측정법(JIS K5600 2-4)으로 경화 전후의 밀도를 측정하고, 하기 식을 기초로 밀도 변화로부터 경화 수축률(부피 수축률)을 구했다. 1.5% 이하이면 양호로 판단된다.
- [0228] 부피 수축률  $r = \{(ds - d1) / d1\} \times 100$
- [0229] d1: 경화 전의 액체의 비중. 밀도 비중계 「DA-640」(교토텐시코교 가부시키가이샤 제품)으로 측정.
- [0230] ds: 경화 후의 고체의 비중. 고체 비중 측정법으로 측정.
- [0231] (8) 광선 투과율
- [0232] 실시예 6에서 얻어진 각 경화물(두께 3 mm)에 대해, 파장 450 nm의 광의 광선 투과율(두께 방향)을 분광 광도계(상품명 「UV-2450」, 10 mm 각형 석영 셀, 두께 10 mm, 가부시키가이샤 시마즈세이사쿠쇼(SHIMADZU CORPORATION) 제품)를 이용하여 측정했다. 실시예 4에서는 80% 이상이면 양호, 85% 이상이면 우량으로 판단된다. 실시예 5에서는 88% 이상이면 양호, 90% 이상이면 우량으로 판단된다.
- [0233] (9) 유리 전이 온도(Tg)
- [0234] 실시예 6에서 얻어진 각 경화물에 대해, 유리 전이 온도를 하기 조건으로 구했다. 실시예 4에서는 175℃ 이상이면 양호, 200℃ 이상이면 우량으로 판단된다. 실시예 5에서는 180℃ 이상이면 양호, 190℃ 이상이면 우량으로 판단된다.

- [0235] 샘플: 길이 4 mm×폭 5 mm×두께 10 mm
- [0236] 측정 장치: 열기계 측정 장치(TMA), 상품명 「TMA/SS6000」, 세이코인스트루먼트 가부시키가이샤(Seiko Instruments Inc.) 제품
- [0237] 측정 모드: 압축(침입), 정하중 측정
- [0238] 측정 온도: 25℃에서 300℃까지
- [0239] 승온 속도: 5℃/분
- [0240] (10) 중량 감소 온도(TG/DTA)
- [0241] 실시예 4의 각 경화성 조성물로부터 얻어진 경화물에 대해, 5% 중량 감소 온도(Td5) 및 10% 중량 감소 온도(Td10)를 하기 조건으로 구했다. Td5는 325℃ 이상이면 양호, 335℃ 이상이면 우량으로 판단된다. Td10은 355℃ 이상이면 양호, 360℃ 이상이면 우량으로 판단된다.
- [0242] 샘플: 5~10 μg
- [0243] 측정 장치: 상품명 「STA/7200」, 가부시키가이샤 히타치하이테크(Hitachi High-Tech Corporation) 제품
- [0244] (11) 광선 투과율 유지율
- [0245] 실시예 6에서 얻어진 각 경화물(두께 3 mm)에 대해, (i) 120℃에서 가열하면서 강도 10 mW/cm<sup>2</sup>의 자외선을 500 시간 조사, 또는 (ii) 120℃에서 가열 처리를 한 후, 분광 광도계(상품명 「UV-2450」, 가부시키가이샤 시마즈 세이사쿠쇼 제품)를 사용하여 자외선(파장 450 nm)의 광선 투과율(%)을 측정했다. 그리고, 처리 전의 광선 투과율(상기 (8) 광선 투과율)에 대한 처리 후의 광선 투과율의 값(경화물의 광선 투과율의 유지율)을 투과성 유지율(내광성)(%)로서 평가했다. 투과성 유지율의 값이 클수록, 경화물의 자외선에 대한 내광성이 우수한 것을 나타낸다.

표 1

(표 1)

		비교예	실시에	실시에	실시에	비교예	
		1	1	2	3	2	
에폭시 화합물 제품	순도[%]	83.2	90.0	92.1	98.3	96.7	
	화합물 (a)의 비율[wt%]	5.07	2.84	1.93	0.43	1.03	
	화합물 (b)의 비율[wt%]	0.10	0.02	0.02	0.02	0.02	
	화합물 (c)의 비율[wt%]	6.05	3.39	2.31	0.51	1.23	
	화합물 (d)의 비율[wt%]	3.94	2.21	1.52	0.32	0.80	
	분자량 100 이하의 화합물의 비율[wt%]	1.64	1.03	0.74	0.42	0.41	
	점도	1722	1283	1146	707	245	
	색상	164	104	103	11	10	
경화물	광선 투과율 (열양이온)[%]	79.6	82.7	83.4	86.7	85.4	
	광선 투과율 (산무수물)[%]	87.0	88.3	88.6	90.7	90.6	
	Tg(열양이온)[°C]	161	179	186	203	210	
	Tg(산무수물)[°C]	176	183	184	191	189	
	Td5[°C]	321	328	330	335	357	
	Td10[°C]	350	356	358	364	374	
	경화 수축[%]	1.0	1.1	1.1	1.1	2.7	
	열 겔 타임 (산무수물)[초]	1112	1083	1082	1040	1564	
	열 겔 타임 (열양이온)[초]	6070	4500	3868	2820	3172	
	450 nm 광선 투과율 유지율(산무수물)[%]	120°C UV	79	79	79	83	83
		120°C	92	92	92	96	93
	450 nm 광선 투과율 유지율(열양이온)[%]	120°C UV	18	20	20	20	40
		120°C	59	61	61	63	80

[0246]

[0247]

표 1에 나타내는 바와 같이, 실시예의 지환식 에폭시 화합물 제품은 순도가 낮은 제품에 대비해 저점도이며, 색상도 좋고 투명성이 우수한 것으로 평가되었다. 또한, 경화물에 대해, 광선 투과율이 높고 투명성이 우수하며, 그 유지율도 높고, 또한 Tg가 높아 내열성이 우수한 것으로 평가되었다. 또한, 실시예의 지환식 에폭시 화합물 제품은 다른 지환식 에폭시 화합물의 제품에 대비해 경화 수축이 작은 것으로 평가되었다.

[0248]

실시예 7

[0249]

실시예 1에서 얻어진 지환식 에폭시 화합물 제품 1을 100질량부에 대해 경화 촉매로서 열양이온 촉매(상품명 「CPI-210S」, 산아프로 가부시키가이샤 제품) 2질량부를 배합하고, 자공전식 교반 장치(상품명 「아와토리 렌타로 AR-250」, 가부시키가이샤 신키 제품)를 사용하여 교반하고, 추가로 탈포하여 경화성 조성물을 얻었다. 그리고, 상기 경화성 조성물을 몰드에 충전하고, 강도 100 mW/cm<sup>2</sup>의 자외선을 30초간 조사하고, 그 후 150°C의 수지 경화 오븐으로 30분간 가열함으로써 경화물을 얻었다.

[0250]

실시예 8~16

[0251]

표 2에 나타내는 성분 및 함유량으로 한 것 이외는 실시예 7과 동일하게 하여, 경화성 조성물 및 경화물을 제작했다.

[0252]

<평가>

[0253]

실시예의 경화성 조성물에 대해, 경화성, 경화물의 Tg 및 중량 감소 온도의 평가를 수행했다. 결과를 표 2에 나타냈다. Tg 및 중량 감소 온도의 평가 방법은 실시예 1과 동일하다. 경화성의 평가 방법은 이하와 같다.

[0254] (12) 경화성

[0255] 실시예 8~16에서 얻어진 경화성 조성물의 경화성을 사용 장치: SII사 제품 「DSC6220」을 이용하여 측정했다. 구체적으로는, 30℃하에서 365 nm의 광원 파장을 100 mW×30초 조사하고, 발열 피크 강도를 산출했다. 피크 강도가 높을수록 경화성이 우수한 것으로 판단된다.

표 2

(표 2)

	실시예 7	실시예 8	실시예 9	실시예 10	실시예 11	실시예 12	실시예 13	실시예 14	실시예 15	실시예 16
에폭시 화합물 제품	지환식 에폭시 화합물 제품 1	지환식 에폭시 화합물 제품 2	지환식 에폭시 화합물 제품 3	지환식 에폭시 화합물 제품 1	지환식 에폭시 화합물 제품 2	지환식 에폭시 화합물 제품 3	지환식 에폭시 화합물 제품 1	지환식 에폭시 화합물 제품 2	지환식 에폭시 화합물 제품 3	지환식 에폭시 화합물 제품 1
그 외 에폭시 화합물	100	95	90	95	90	100	95	90	95	90
녹세탄 화합물		5	10	5	10		5	10	5	10
경화 촉매	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
반응성	CPI-210S	13	20	20	27	16	19	22	24	31
경화물	피크 강도 [mW]	150	156	165	153	158	162	169	160	166
	Tg [°C]	228	230	231	233	231	232	232	234	237
	Td10 [°C]	248	249	249	251	254	250	249	253	256

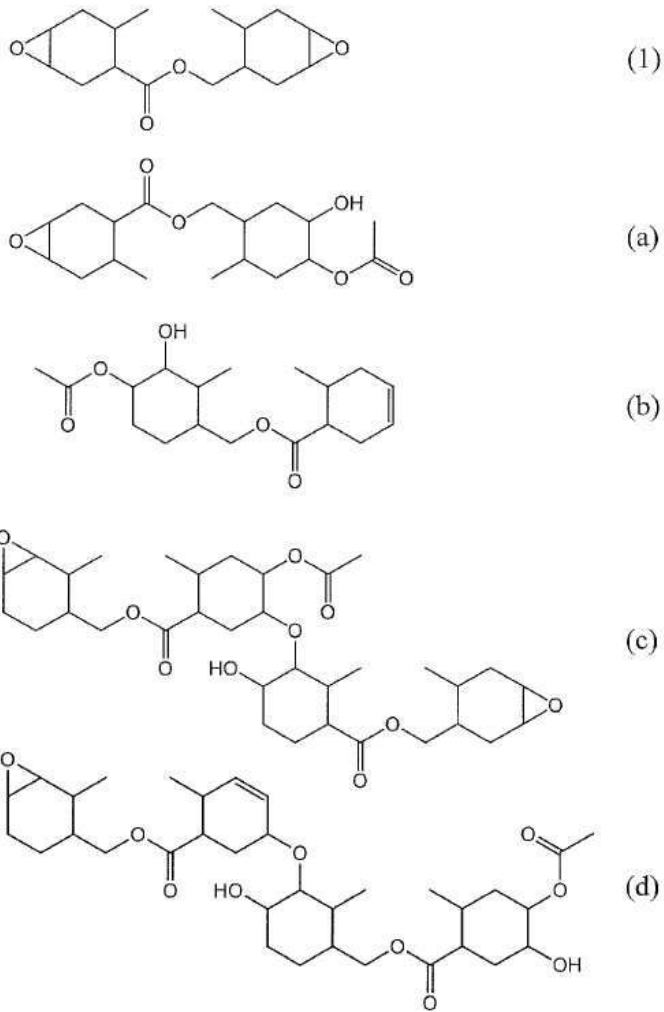
[0256]

[0257] 이하, 본 개시에 관한 발명의 변형을 기재한다.

[0258] [부기 1] 하기 식 (1)로 표시되는 화합물의 순도가 90% 이상이고,

[0259] 하기 식 (a)로 표시되는 화합물, 하기 식 (b)로 표시되는 화합물, 하기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 하기 식 (d)로 표시되는 화합물의 총함유 비율이 10질량% 이하인, 에폭시 화합물 제품.

[0260] [화 1]



- [0261] .
- [0262] [부기 2] 하젠 색수가 105 이하인, 부기 1에 기재한 에폭시 화합물 제품.
- [0263] [부기 3] 하기 식 (a)로 표시되는 화합물, 하기 식 (b)로 표시되는 화합물, 하기 식 (c)로 표시되는 화합물 및 하기 식 (d)로 표시되는 화합물의 총함유 비율은 0.1질량% 이상인, 부기 1 또는 2에 기재한 에폭시 화합물 제품.
- [0264] [부기 4] 부기 1~3 중 어느 하나에 기재한 에폭시 화합물 제품과, 경화제 및/또는 경화 촉매를 포함하는, 경화성 조성물.
- [0265] [부기 5] 부기 1~3 중 어느 하나에 기재한 에폭시 화합물 제품과, 그 외 에폭시 화합물 및/또는 옥세탄 화합물을 포함하는, 경화성 조성물.
- [0266] [부기 6] 접착제, 봉지제 또는 코팅제인 부기 4 또는 5에 기재한 경화성 조성물.
- [0267] [부기 7] 부기 4~6 중 어느 하나에 기재한 경화성 조성물의 경화물.
- [0268] [부기 8] 부기 7에 기재한 경화물을 구비하는 광학 부재.
- [0269] [부기 9] 하기 에폭시화 공정, 하기 탈저비 공정 및 하기 탈고비 공정을 거쳐 상기 에폭시 화합물 제품을 제조하는, 부기 1 또는 2에 기재한 에폭시 화합물 제품의 제조 방법.
- [0270] 에폭시화 공정: 6-메틸-3-사이클로헥세닐메틸(6'-메틸-3'-사이클로헥세닐)카복실레이트와 유기 과산을 반응시켜 반응 생성물을 얻는 공정
- [0271] 탈저비 공정: 상기 반응 생성물에 탈저비 처리를 수행하는 공정

[0272] 탈고비 공정: 박막 증발에 의해 반응 생성물에 탈고비 처리를 수행하는 공정

도면

도면1

