



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公開本

(11) 公開編號：TW 201736333 A

(43) 公開日：中華民國 106 (2017) 年 10 月 16 日

(21) 申請案號：106105667 (22) 申請日：中華民國 106 (2017) 年 02 月 21 日

(51) Int. Cl. : C07C67/293 (2006.01) C12P7/62 (2006.01)
 C07C69/54 (2006.01) C09J4/02 (2006.01)
 C12R1/72 (2006.01)

(30) 優先權：2016/02/26 南韓 10-2016-0023188

(71) 申請人：L G 化學股份有限公司 (南韓) LG CHEM, LTD. (KR)
 南韓

(72) 發明人：金章淳 KIM, JANG SOON (KR)；徐光洙 SEO, KWANG SU (KR)；催源九 CHOI, WON GU (KR)

(74) 代理人：葉璟宗；鄭婷文；詹富閔

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：12 項 圖式數：0 共 20 頁

(54) 名稱

使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法以及光學黏合劑組成物
 PREPARING METHOD OF (METH)ACRYLATE GROUP-CONTAINING BENZOPHENONE FOR
 OPTICAL ADHESIVE USE AND OPTICAL ADHESIVE COMPOSITION

(57) 摘要

本發明是有關於一種使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，所述方法包括：藉由將含羥基的二苯甲酮系化合物與(甲基)丙烯酸酯系化合物混合來製備原材料組成物；以及藉由將酶觸媒引入所述原材料組成物中來進行所述含羥基的二苯甲酮系化合物與所述(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應。此外，本發明提供一種包含藉由所述製備方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物的光學黏合劑組成物。

The present invention relates to a method for preparing a (meth)acrylate group-containing benzophenone for an optical adhesive use, the method including: preparing a raw material composition by mixing a hydroxy group-containing benzophenone-based compound and a (meth)acrylate-based compound; and carrying out a reaction of the hydroxy group-containing benzophenone-based compound and the (meth)acrylate-based compound by introducing an enzyme catalyst into the raw material composition. Further, the present invention provides an optical adhesive composition including a (meth)acrylate group-containing benzophenone prepared by the preparation method and a derivative thereof.



201736333

【發明摘要】

申請日: 106/02/21

IPC分類:

G07C 67/293 (2006.01)

G12P 7/62 (2006.01)

G07C 69/54 (2006.01)

G09J 4/02 (2006.01)

C12R 1/72 (2006.01)

【中文發明名稱】 使用在光學黏合劑以及光學黏合劑組成物之含二苯甲酮的(甲基)丙烯酸酯基的製備方法

【英文發明名稱】 PREPARING METHOD OF (METH)ACRYLATE GROUP-CONTAINING BENZOPHENONE FOR OPTICAL ADHESIVE USE AND OPTICAL ADHESIVE COMPOSITION

【中文】本發明是有關於一種使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，所述方法包括：藉由將含羥基的二苯甲酮系化合物與(甲基)丙烯酸酯系化合物混合來製備原材料組成物；以及藉由將酶觸媒引入所述原材料組成物中來進行所述含羥基的二苯甲酮系化合物與所述(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應。此外，本發明提供一種包含藉由所述製備方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物的光學黏合劑組成物。

【英文】 The present invention relates to a method for preparing a (meth)acrylate group-containing benzophenone for an optical adhesive use, the method including: preparing a raw material composition by mixing a hydroxy group-containing benzophenone-based compound and a (meth)acrylate-based compound; and carrying out a reaction of the hydroxy group-containing benzophenone-based compound and the (meth)acrylate-based compound by introducing an

enzyme catalyst into the raw material composition. Further, the present invention provides an optical adhesive composition including a (meth)acrylate group-containing benzophenone prepared by the preparation method and a derivative thereof.

【指定代表圖】無。

【代表圖之符號簡單說明】

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】 使用在光學黏合劑以及光學黏合劑組成物之含二苯甲酮的(甲基)丙烯酸酯基的製備方法

【英文發明名稱】 PREPARING METHOD OF (METH)ACRYLATE GROUP-CONTAINING BENZOPHENONE FOR OPTICAL ADHESIVE USE AND OPTICAL ADHESIVE COMPOSITION

【技術領域】

【0001】 本說明書主張於 2016 年 2 月 26 日在韓國智慧財產局提出申請的韓國專利申請案第 10-2016-0023188 號的優先權及權利，所述專利申請案的全部內容併入本案供參考。

【0002】 本發明是有關於一種用於光學黏合劑用途的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法以及包含藉由所述方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物的光學黏合劑組成物。

【先前技術】

【0003】 應用於例如顯示裝置等光學裝置的黏合劑具體而言可用於多層式結構的層間黏合；或可用於需要防潮性的氣密密封部分。可使用可光固化黏合劑作為所述黏合劑，且可藉由製作混合有可光固化寡聚物、可光交聯單體、光起始劑及其他添加劑的組成物，

並藉由例如紫外線等光能對所述組成物進行固化來製備可光固化黏合劑。可使用二苯甲酮系化合物作為用於黏合劑的組成物中所包含的組分，且具體而言，可使用具有能夠藉由光輻照而發生反應的官能基的二苯甲酮系化合物。具體而言，能夠藉由光輻照而發生反應的官能基可為(甲基)丙烯酸酯基，且可藉由將(甲基)丙烯酸酯基引入二苯甲酮的化學結構中來製備具有(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮。

【0004】 關於用於製備具有(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的方法，韓國專利申請公開第 10-2011-0094309 號闡述了在存在觸媒量的酸的條件下使羥基二苯甲酮與(甲基)丙烯酸酐反應的方法，且 EP 0346788 闡述了使用鹼性觸媒來使(甲基)丙烯酸異氰酸基烷基酯與羥基二苯甲酮反應的方法。

【0005】 該些現有製備方法包括在酸觸媒或鹼觸媒存在下使上述組分反應的製程，且可導致酸觸媒或鹼觸媒以及在對酸觸媒或鹼觸媒進行中和期間產生的副產物會造成腐蝕的問題。因此，當對光學裝置等應用所述方法時，耐久性可劣化，且因此，需要一種防止此種顧慮的方法。

【發明內容】

【0006】 [技術問題]

【0007】 本發明提供一種適合用作光學裝置的黏合劑的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，所述方法能夠在溫和條件下

高效率地製備含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮。

【0008】 此外，本發明提供一種包含含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物的光學黏合劑組成物，所述光學黏合劑組成物藉由所述方法製備成不包含會造成腐蝕的組分以作為應用於光學裝置的黏合劑組成物。

[技術解決方案]

【0009】 本發明的示例性實施例提供一種使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，所述方法包括：藉由將含羥基的二苯甲酮系化合物與(甲基)丙烯酸酯系化合物混合來製備原材料組成物；以及藉由將酶觸媒引入所述原材料組成物中來進行所述含羥基的二苯甲酮系化合物與所述(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應。

【0010】 本發明的另一示例性實施例提供一種光學黏合劑組成物，所述光學黏合劑組成物包含：含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮，藉由所述製備方法製備而成；以及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物。

[有利效果]

【0011】 藉由所述含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，可高效率地製備適合用於光學黏合劑用途的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮。

【0012】 此外，藉由包含藉由所述製備方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物，所述

光學黏合劑組成物被應用於光學裝置等，且不會造成腐蝕，並且所述光學黏合劑組成物可獲得具有優異的耐久性及可靠性的優點。

【圖式簡單說明】

【0013】 無

【實施方式】

【0014】 [最佳方式]

【0015】 參考下文將闡述的實例，本發明的有益效果及特徵以及達成所述有益效果及特徵的方法將變得顯而易見。然而，本發明並非僅限於下文將揭露的實例，而是可以各種其他形式來實作，且本發明實例僅供用於完整呈現本發明的揭露內容並用於向本發明所屬技術領域中具有通常知識者充分表示本發明的範圍，並且本發明將僅由申請專利範圍的範圍來界定。通篇說明書中，相同參考編號指示相同構成元件。

【0016】 本發明的示例性實施例提供一種使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，所述方法包括：藉由將含羥基的二苯甲酮系化合物與(甲基)丙烯酸酯系化合物混合來製備原材料組成物；以及藉由將酶觸媒引入所述原材料組成物中來進行所述含羥基的二苯甲酮系化合物與所述(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應。

【0017】 在本說明書中，用語‘(甲基)丙烯酸酯’指代甲基丙烯酸

酯或丙烯酸酯。

【0018】 在先前技術中，含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法一般包括在酸觸媒或鹼觸媒存在下進行反應的製程，且在對酸觸媒或鹼觸媒進行中和期間產生例如(甲基)丙烯酸等副產物。當將含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮應用於光學黏合劑時，存在該些殘留副產物對光學裝置等造成腐蝕的問題。

【0019】 根據本發明的製備方法不使用酸觸媒或鹼觸媒來解決該些問題。具體而言，由於所述製備方法使用酶觸媒，因此可在溫和條件下製備各種產物，且可不會產生例如(甲基)丙烯酸等副產物。因此，當將藉由所述製備方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮作為光學黏合劑的一種組分應用於光學裝置等時，含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮不會造成腐蝕且可獲得耐久性得以提高的優點。

【0020】 具體而言，所述製備方法包括：藉由將含羥基的二苯甲酮系化合物與(甲基)丙烯酸酯系化合物混合來製備原材料組成物。

【0021】 含羥基的二苯甲酮系化合物為對產物提供二苯甲酮結構的反應物，且可包括選自由以下組成的群組中的一者：2-羥基二苯甲酮、3-羥基二苯甲酮、4-羥基二苯甲酮、2-羥甲基二苯甲酮、3-羥甲基二苯甲酮、4-羥甲基二苯甲酮、2-羥乙基二苯甲酮、3-羥乙基二苯甲酮、4-羥乙基二苯甲酮、3-(1-羥乙基)二苯甲酮、4-(1-羥乙基)二苯甲酮及其組合。

【0022】 舉例而言，含羥基的二苯甲酮系化合物可包括 4-羥甲基二苯甲酮，且在此種情形中，考慮到立體阻礙，酶觸媒及二苯甲酮

系化合物可表現出有利的反應性，且此外，即使當進行與(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應或將二苯甲酮系化合物用作光學黏合劑的一種組分時，二苯甲酮系化合物在空間上仍為有利的，且可有助於在光學黏合劑固化時形成適當的交聯結構。

【0023】 (甲基)丙烯酸酯系化合物為酯化合物，且為對產物提供(甲基)丙烯酸酯基的反應物。具體來說，(甲基)丙烯酸酯系化合物可包括選自由以下組成的群組中的一者：(甲基)丙烯酸乙基酯、(甲基)丙烯酸烯丙基酯、(甲基)丙烯酸烷基酯、(甲基)丙烯酸環烷基酯及其組合。

【0024】 具體而言，(甲基)丙烯酸烷基酯可為包含具有 1 至 20 個碳原子的烷基的(甲基)丙烯酸酯，且可包括選自由以下組成的群組中的一者：例如(甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸丙酯、(甲基)丙烯酸丁酯、(甲基)丙烯酸戊基酯、(甲基)丙烯酸己基酯、(甲基)丙烯酸乙基己基酯、(甲基)丙烯酸庚基酯、(甲基)丙烯酸辛基酯、(甲基)丙烯酸壬基酯、(甲基)丙烯酸癸基酯、(甲基)丙烯酸月桂基酯、(甲基)丙烯酸十二烷基酯、(甲基)丙烯酸十四烷基酯、(甲基)丙烯酸十六烷基酯及其組合。

【0025】 具體而言，(甲基)丙烯酸環烷基酯為包含具有 3 至 20 個碳原子的單環烷基或多環烷基的丙烯酸酯，且可包括選自由以下組成的群組中的一者：例如(甲基)丙烯酸環戊基酯、(甲基)丙烯酸環己基酯、(甲基)丙烯酸異冰片基酯、(甲基)丙烯酸金剛烷基酯及其組合。

【0026】 舉例而言，(甲基)丙烯酸酯系化合物可包含(甲基)丙烯酸乙酯，且在此種情形中，可具有含羥基的二苯甲酮系化合物與(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應速率快且高效率地製備產物的優點。

【0027】 基於 1 莫耳的含羥基的二苯甲酮系化合物，原材料組成物可包含約 1 莫耳至約 1.5 莫耳的量的(甲基)丙烯酸酯系化合物。以處於所述範圍內的莫耳比使用所述反應物，從而藉由後續反應獲得高產率的產物。

【0028】 原材料組成物可更包含選自由抗氧化劑、聚合抑制劑及其組合組成的群組中的一者。

【0029】 具體而言，抗氧化劑用於藉由捕獲因熱量或氧氣、光等產生的自由基以防止原材料被氧化來獲得產物的結構穩定性效果，使用苯酚系抗氧化劑、胺系氧化劑等，且抗氧化劑可包括例如丁基羥基甲苯（butylated hydroxytoluene）系抗氧化劑。

【0030】 基於 100 重量份的原材料組成物，可使用大於 0 重量份、1 重量份或小於 1 重量份以及例如約 0.05 重量份至約 0.5 重量份的量的抗氧化劑。

【0031】 此外，聚合抑制劑藉由吸收因熱量或光產生的自由基而適當地控制丙烯酸酯的聚合，且可在將原材料儲存達很長時間段時獲得穩定效果。舉例而言，聚合抑制劑可包括選自由對苯二酚單甲醚、對苯二酚、啡噻嗪及其組合組成的群組中的一者。

【0032】 基於 100 重量份的原材料組成物，可使用大於 0 重量份、

1 重量份或小於 1 重量份以及例如約 0.05 重量份至約 0.5 重量份的量的聚合抑制劑。

【0033】 所述製備方法包括藉由將酶觸媒引入所述原材料組成物中來進行所述含羥基的二苯甲酮系化合物與所述(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應。

【0034】 與酸觸媒或鹼觸媒不同，酶觸媒不會產生乙醛或醇的反應副產物，且可使使用藉由所述製備方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮而製備的光學黏合劑能夠達成優異的耐久性。

【0035】 具體而言，酶觸媒可包括脂肪酶。脂肪酶為甘油三酸酯水解酶，且可自動物的消化器官提取；或可自植物、微生物或黴菌提取等。

【0036】 具體而言，欲被引入用於反應的酶觸媒可包括選自由以下組成的群組中的一者：南極念珠菌 B (CALB)、南極念珠菌 A (CALA)、褶皺念珠菌脂肪酶 (CRL)、豬胰脂肪酶 (PPL)、洋蔥假單胞菌脂肪酶 (PCL)、米氏假根毛黴脂肪酶 (RML) 及其組合。

【0037】 舉例而言，酶觸媒可包括南極念珠菌 B (CALB)，且在此種情形中，產生酯或進行酯交換的反應效率相較於其他脂肪酶為優異的，且酶觸媒在反應之後被固定化於具有微米大小的丙烯酸樹脂顆粒或環氧系樹脂顆粒上，且因此易於移除，並且因酶觸媒可根據反應性而重複使用，故而較其他觸媒更佳。

【0038】 基於 100 重量份的原材料組成物，可引入約 0.1 重量份至約 10 重量份的量的酶觸媒。以所述範圍內的含量引入酶觸媒來增

大各反應物之間的反應速率，且所述酶觸媒亦可重複使用，並且因此相較於成本可達成高產率的產物。

【0039】 可藉由酶觸媒而高效率地進行含羥基的二苯甲酮系化合物與(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應。

【0040】 所述反應可在約 30°C 至約 90°C 以及例如約 40°C 至約 60°C 下進行。當反應溫度低於所述範圍時，存在酶觸媒的反應促進作用很小的顧慮，而當反應溫度超過所述範圍時，存在酶觸媒自身被破壞且因此反應無法進行的顧慮。

【0041】 此外，所述反應可在處於所述範圍內的溫度下進行約 1 小時至約 24 小時以及例如約 2 小時至約 6 小時。當反應時間小於所述範圍時，存在反應無法充分進行且因此產物的產率降低的顧慮，而當反應時間超過所述範圍時，存在酶觸媒及產物被破壞或分解且因此產率降低的顧慮。

【0042】 含羥基的二苯甲酮系化合物與(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應可在不存在溶劑時進行。所述反應可在存在溶劑或不存在溶劑時進行。然而，當藉由所述反應產生的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮用於光學黏合劑用途時，需要在溶劑完全移除之後使用含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮。因此，在不存在溶劑時進行反應的情形可獲得快速地進行用於光學黏合劑用途的後續處理製程的優點，且可在藉由使光學黏合劑的不需要的副產物最小化而在增強黏合劑的功能方面為有利的。

【0043】 (甲基)丙烯酸酯系化合物可為液體形式。當(甲基)丙烯酸

酯系化合物為液體時，可使原材料組成物能夠具有適當的黏度，且因此可獲得反應易於在不存在溶劑時進行的優點。

【0044】 所述製備方法可更包括：移除酶過濾器的過濾步驟；以及純化步驟，然後是上述步驟。

【0045】 移除酶觸媒的過濾步驟可利用具有約 100 個網目至約 300 個網目的過濾器來進行，且因此可獲得能夠以高的比率來回收利用酶觸媒的優點。

【0046】 此外，純化步驟是用於移除反應副產物的步驟，且可使用蒸餾水來進行。

【0047】 本發明的另一示例性實施例提供一種光學黏合劑組成物，所述光學黏合劑組成物包含：含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮，其藉由所述製備方法製備而成；以及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物。

【0048】 光學黏合劑組成物可為可光固化黏合劑組成物，且可藉由包含藉由所述製備方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物而表現出優異的光固化效率。

【0049】 含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮為單體形式，且含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物可包括選自由以下組成的群組中的一者：寡聚物、預聚物、聚合物及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的共聚物及其組合。

【0050】 亦即，光學黏合劑組成物可包括選自由以下組成的群組

中的一者：單體、寡聚物、預聚物、聚合物及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的共聚物或其組合。寡聚物及預聚物為具有較聚合物及共聚物的聚合程度低的聚合程度的聚合物，且預聚物為具有較寡聚物的聚合程度高的聚合程度的聚合物。

【0051】 所述光學黏合劑組成物包含藉由所述方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮以及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物，且因此，當所述光學黏合劑組成物用於光學裝置等時，光穩定性可為優異的，且可賦予優異的耐久性。

【0052】 以下，將提出本發明的具體實例。然而，下文所述的實例僅供用於具體例示或闡釋本發明，且本發明並非僅限於此。

<實例及比較例>

【0053】 [表 1]

	反應物		觸媒
實例 1	4-羥甲基二苯甲酮	丙烯酸乙酯	CALB
實例 2	4-羥甲基二苯甲酮	甲基丙烯酸乙酯	CALB
實例 3	4-羥甲基二苯甲酮	丙烯酸乙基己基酯	CALB
實例 4	4-羥甲基二苯甲酮	丙烯酸乙酯	PCL
比較例 1	4-羥甲基二苯甲酮	丙烯醯氯	三乙胺
比較例 2	4-羥甲基二苯甲酮	甲基丙烯酸酐	濃縮硫酸

實例 1

【0054】 藉由以 1:1.2 的莫耳比將 4-羥甲基二苯甲酮與丙烯酸乙酯混合而製備了原材料組成物，且基於 100 重量份的原材料組成物，將作為抗氧化劑的 0.05 重量份的丁基羥基甲苯 (BHT，安可樂斯有機物公司 (Acros Organics)) 與作為聚合抑制劑的 0.05 重量份的對苯二酚單甲醚 (HQMME，奧爾德裡奇化學有限公司

(Aldrich Chemicals Co., Ltd.) 進行了混合。基於 100 重量份的原材料組成物，向其中引入了 1 重量份的南極念珠菌 B (CALB)，且在不存在溶劑以及溫度為 60°C 的條件下使所得混合物反應了 8 小時。在反應完成之後，藉由 200 網目過濾器移除了酶觸媒，且然後使用蒸餾水使所得產物經受了三次純化製程，並且然後在 50°C 的烘箱中乾燥了 3 天。藉由上述製程製備了白色固體二苯甲酮丙烯酸酯。

實例 2

【0055】 藉由以 1:1.2 的莫耳比將 4-羥甲基二苯甲酮與甲基丙烯酸乙酯混合而製備了原材料組成物，且基於 100 重量份的原材料組成物，將作為抗氧化劑的 0.05 重量份的丁基羥基甲苯 (BHT，安可樂斯有機物公司) 與作為聚合抑制劑的 0.05 重量份的對苯二酚單甲醚 (HQMME，奧爾德裡奇化學有限公司) 進行了混合。基於 100 重量份的原材料組成物，向其中引入了 1 重量份的南極念珠菌 B (CALB)，且在不存在溶劑以及溫度為 60°C 的條件下使所得混合物反應了 8 小時。在反應完成之後，藉由 200 網目過濾器移除了酶觸媒，且然後使用蒸餾水使所得產物經受了三次純化製程，並且然後在 50°C 的烘箱中乾燥了 3 天。藉由上述製程製備了白色固體二苯甲酮甲基丙烯酸酯。

實例 3

【0056】 藉由以 1:1.5 的莫耳比將 4-羥甲基二苯甲酮與丙烯酸乙基己基酯混合而製備了原材料組成物，且基於 100 重量份的原材料

料組成物，將作為抗氧化劑的 0.05 重量份的丁基羥基甲苯（BHT，安可樂斯有機物公司）與作為聚合抑制劑的 0.05 重量份的對苯二酚單甲醚（HQMME，奧爾德裡奇化學有限公司）進行了混合。基於 100 重量份的原材料組成物，向其中引入了 1 重量份的南極念珠菌 B（CALB），且在不存在溶劑、溫度為 90°C 以及真空（ 9×10^{-1} 帕）的條件下使所得混合物反應了 8 小時。在反應完成之後，藉由 200 網目過濾器移除了酶觸媒，且然後使用蒸餾水使所得產物經受了三次純化製程，並且然後在 50°C 的烘箱中乾燥了 3 天。藉由上述製程製備了白色固體二苯甲酮丙烯酸酯。

實例 4

【0057】 藉由以 1:1.2 的莫耳比將 4-羥甲基二苯甲酮與丙烯酸乙酯混合而製備了原材料組成物。基於 100 重量份的原材料組成物，將作為抗氧化劑的 0.05 重量份的丁基羥基甲苯（BHT，安可樂斯有機物公司）與作為聚合抑制劑的 0.05 重量份的對苯二酚單甲醚（HQMME，奧爾德裡奇化學有限公司）進行了混合。基於 100 重量份的原材料組成物，向其中引入了 1 重量份的洋蔥假單胞菌脂肪酶，且在不存在溶劑以及溫度為 60°C 的條件下使所得混合物反應了 8 小時。在反應完成之後，藉由 200 網目過濾器移除了酶觸媒，且然後使用蒸餾水使所得產物經受了三次純化製程，並且然後在 50°C 的烘箱中乾燥了 3 天。藉由上述製程製備了白色固體二苯甲酮丙烯酸酯。

比較例 1

【0058】 藉由將三乙胺作為鹼觸媒引入包含 4-羥甲基二苯甲酮及丙烯醯氯的原材料組成物中以使原材料組成物反應而製備了白色固體二苯甲酮丙烯酸酯。

比較例 2

【0059】 藉由將濃縮硫酸作為酸觸媒引入包含 4-羥甲基二苯甲酮及甲基丙烯酸酐的原材料組成物中以使原材料組成物反應而製備了白色固體二苯甲酮甲基丙烯酸酯。

<評估>

實驗例 1：純度的量測

【0060】 對於實例 1 至實例 4 以及比較例 1 及比較例 2，量測了將反應物中的每一者轉換成具有(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮產物的產率，且所述產率示於下表 2 中。藉由將各氣相層析質譜（Gas Chromatography Mass Spectrometry，GCMS）層析圖面積進行比較而對純度進行了分析。以 1:200 的質量比將樣本溶解在了甲醇中，並藉由氣相層析質譜法進行了分析。

【0061】 - 注入器：300°C，1.0 毫升/分鐘的氮氣，10:1 s/s 比

【0062】 - 偵測器：300°C

【0063】 - 層析柱：安捷倫（Agilent）19091S-433（30 米×0.25 毫米×0.25 微米）

【0064】 [表 2]

	產率 (%)
實例 1	99
實例 2	99

實例 3	97
實例 4	98
比較例 1	76
比較例 2	95

【0065】 參考表 2 中的結果，可以看到在實例 1 至實例 4 中藉由所述製備方法製備的二苯甲酮(甲基)丙烯酸酯具有大於 95%且例如約 97%或大於 97%的產率，且獲得了較在比較例 1 及比較例 2 中製備方法的產率高的產率。

【符號說明】

【0066】 無

【發明申請專利範圍】

【第1項】一種使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，所述方法包括：

藉由將含羥基的二苯甲酮系化合物與(甲基)丙烯酸酯系化合物混合來製備原材料組成物；以及

藉由將酶觸媒引入至所述原材料組成物中來進行所述含羥基的二苯甲酮系化合物與所述(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應。

【第2項】如申請專利範圍第 1 項所述的使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，其中所述含羥基的二苯甲酮系化合物包括選自由以下組成的群組中的一者：2-羥基二苯甲酮、3-羥基二苯甲酮、4-羥基二苯甲酮、2-羥甲基二苯甲酮、3-羥甲基二苯甲酮、4-羥甲基二苯甲酮、2-羥乙基二苯甲酮、3-羥乙基二苯甲酮、4-羥乙基二苯甲酮、3-(1-羥乙基)二苯甲酮、4-(1-羥乙基)二苯甲酮及其組合。

【第3項】如申請專利範圍第 1 項所述的使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，其中所述(甲基)丙烯酸酯系化合物包括選自由以下組成的群組中的一者：(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸烯丙酯、(甲基)丙烯酸烷基酯、(甲基)丙烯酸環烷基酯及其組合。

【第4項】如申請專利範圍第 1 項所述的使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，其中所述酶觸媒包括脂肪酶。

【第5項】如申請專利範圍第 4 項所述的使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，其中所述酶觸媒包括選自由以下組成的群組中的一者：南極念珠菌 B、南極念珠菌 A、褶皺念珠菌脂肪酶、豬胰脂肪酶、洋蔥假單胞菌脂肪酶、米氏假根毛黴脂肪酶及其組合。

【第6項】如申請專利範圍第 1 項所述的使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，其中基於 1 莫耳的所述含羥基的二苯甲酮系化合物，所述原材料組成物包含 1 莫耳至 1.5 莫耳的量的所述(甲基)丙烯酸酯系化合物。

【第7項】如申請專利範圍第 1 項所述的使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，其中基於 100 重量份的所述原材料組成物，引入了 0.1 重量份至 10 重量份的量的所述酶觸媒。

【第8項】如申請專利範圍第 1 項所述的使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，其中所述反應在 30°C 至 90°C 下進行。

【第9項】如申請專利範圍第 8 項所述的使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，其中所述反應進行 1 小時至 24 小時。

【第10項】如申請專利範圍第 1 項所述的使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，其中所述反應在不存在溶劑時進行。

【第11項】 一種光學黏合劑組成物，包含：

含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮，藉由如申請專利範圍第 1 項至第 10 項中任一項所述的使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法製備而成；以及

含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物。

【第12項】 如申請專利範圍第 11 項所述的光學黏合劑組成物，其中所述含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物包括選自由以下組成的群組中的一者：寡聚物、預聚物、聚合物、所述含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的共聚物以及其組合。



申請日: 106-6-16

IPC分類:

【發明摘要】

【中文發明名稱】 使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法以及光學黏合劑組成物

【英文發明名稱】 PREPARING METHOD OF (METH)ACRYLATE GROUP-CONTAINING BENZOPHENONE FOR OPTICAL ADHESIVE USE AND OPTICAL ADHESIVE COMPOSITION

【中文】本發明是有關於一種使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法，所述方法包括：藉由將含羥基的二苯甲酮系化合物與(甲基)丙烯酸酯系化合物混合來製備原材料組成物；以及藉由將酶觸媒引入所述原材料組成物中來進行所述含羥基的二苯甲酮系化合物與所述(甲基)丙烯酸酯系化合物的反應。此外，本發明提供一種包含藉由所述製備方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物的光學黏合劑組成物。

【英文】 The present invention relates to a method for preparing a (meth)acrylate group-containing benzophenone for an optical adhesive use, the method including: preparing a raw material composition by mixing a hydroxy group-containing benzophenone-based compound and a (meth)acrylate-based compound; and carrying out a reaction of the hydroxy group-containing benzophenone-based compound and the (meth)acrylate-based compound by introducing an

【發明說明書】

【中文發明名稱】 使用在光學黏合劑之含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法以及光學黏合劑組成物

【英文發明名稱】 PREPARING METHOD OF (METH)ACRYLATE GROUP-CONTAINING BENZOPHENONE FOR OPTICAL ADHESIVE USE AND OPTICAL ADHESIVE COMPOSITION

【技術領域】

【0001】 本說明書主張於 2016 年 2 月 26 日在韓國智慧財產局提出申請的韓國專利申請案第 10-2016-0023188 號的優先權及權利，所述專利申請案的全部內容併入本案供參考。

【0002】 本發明是有關於一種用於光學黏合劑用途的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的製備方法以及包含藉由所述方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物的光學黏合劑組成物。

【先前技術】

【0003】 應用於例如顯示裝置等光學裝置的黏合劑具體而言可用於多層式結構的層間黏合；或可用於需要防潮性的氣密密封部分。可使用可光固化黏合劑作為所述黏合劑，且可藉由製作混合有可光固化寡聚物、可光交聯單體、光起始劑及其他添加劑的組成物，

酯系化合物為液體時，可使原材料組成物能夠具有適當的黏度，且因此可獲得反應易於在不存在溶劑時進行的優點。

【0044】 所述製備方法可更包括：移除酶觸媒的過濾步驟；以及純化步驟，然後是上述步驟。

【0045】 移除酶觸媒的過濾步驟可利用具有約 100 個網目至約 300 個網目的過濾器來進行，且因此可獲得能夠以高的比率來回收利用酶觸媒的優點。

【0046】 此外，純化步驟是用於移除反應副產物的步驟，且可使用蒸餾水來進行。

【0047】 本發明的另一示例性實施例提供一種光學黏合劑組成物，所述光學黏合劑組成物包含：含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮，其藉由所述製備方法製備而成；以及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物。

【0048】 光學黏合劑組成物可為可光固化黏合劑組成物，且可藉由包含藉由所述製備方法製備的含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物而表現出優異的光固化效率。

【0049】 含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮為單體形式，且含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的衍生物可包括選自由以下組成的群組中的一者：寡聚物、預聚物、聚合物及含(甲基)丙烯酸酯基的二苯甲酮的共聚物及其組合。

【0050】 亦即，光學黏合劑組成物可包括選自由以下組成的群組