

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-298800

(P2005-298800A)

(43) 公開日 平成17年10月27日(2005.10.27)

(51) Int. Cl. ⁷	F I		テーマコード (参考)
C08G 77/58	C08G 77/58		2H047
C07F 7/18	C07F 7/18	X	4H049
C08G 77/04	C08G 77/04		4J030
C08G 77/42	C08G 77/42		4J246
C08G 79/00	C08G 79/00		
審査請求 有 請求項の数 16 O L (全 19 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願2004-315920 (P2004-315920)	(71) 出願人	592127149 韓国科学技術院
(22) 出願日	平成16年10月29日 (2004.10.29)		韓国科学技術院
(31) 優先権主張番号	2004-025063		大韓民国大田広域市儒城区九城洞 373-1 番地
(32) 優先日	平成16年4月12日 (2004.4.12)	(74) 代理人	100095407 弁理士 木村 満
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)	(72) 発明者	バエ、バイエオング ソー 大韓民国、ダエジェオン 305-390 、ユセオング、ジェオンミンドン エキ スポ アパート 504-802
		(72) 発明者	エオ、ヨング ジョー 大韓民国、ダエジェオン 305-701 、ユセオングク、グセオングドン 373 -1 韓国科学技術院 内
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 無機/有機混成オリゴマー、ナノ混成高分子及びこれらの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 光素子またはプラズマディスプレイに使用され得る無機/有機ナノ混成高分子を製造する時の原料として使用される無機/有機混成オリゴマー及びこれの製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明の無機/有機混成オリゴマーは、(a) 化合物 1 : $R^1 R^2 Si(OH)_2$ と化合物 2 : $R^3_a R^4_b M(OR^5)_{(c-a-b)}$ 、または、(b) 化合物 1 と化合物 3 : $R^6 OH$ または $R^6 COOH$ 、または、(c) 化合物 2 及び化合物 3 を化合物 1 と共に反応させることにより得られる。この無機/有機混成オリゴマーは、内部にシリカまたはシリカと金属酸化物との複合体が存在し、外部に官能性有機基が存在する。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) 下記の化合物 1 と化合物 2、または、(b) 下記の化合物 1 と化合物 3、または、(c) 下記の化合物 2 及び下記の化合物 3 を下記の化合物 1 と共に反応させて、内部にシリカまたはシリカと金属酸化物との複合体が存在し、外部に官能性有機基が存在する無機/有機混成オリゴマー。

化合物 1 : $R^1 R^2 Si(OH)_2$ 、化合物 2 : $R^3{}_a R^4{}_b M(OR^5)_{(c-a-b)}$ 、化合物 3 : $R^6 OH$ または $R^6 COOH$

前記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 は、それぞれアルキル基、ケトン基、アクリル基、メタクリル基、アリル基、芳香族基、ハロゲン基、アミノ基、メルカプト基、エーテル基、エステル基、アルコキシ基、スルホン基、ニトロ基、ヒドロキシ基、シクロブテン基、カルボニル基、カルボキシル基、アルキド基、ウレタン基、ビニル基、ニトリル基、水素、またはエポキシ作用基を単独または 2 種以上有する直鎖、側鎖または環状の C_{1-12} の炭化水素基、または炭化フッ素基であり、 a 、 b は 0 ~ 3 である整数、 c は 3 ~ 6 である整数、 M はシリコンまたは金属であり、

R^5 は、アルキル基、アルコキシ基、ケトン基、芳香族基を単独または 2 種以上有する直鎖、側鎖または環状の C_{1-12} の炭化水素基であり、

$R^6 OH$ 、 $R^6 COOH$ は、構造式内に少なくとも一つ以上のヒドロキシ基またはカルボキシ基を必ず包含し、 R^6 は、アルキル基、ケトン基、アクリル基、アリル基、芳香族基、ハロゲン基、アミン基、シアン基、アミノ基、メルカプト基、エーテル基、エステル基、エポキシ基、イミド基、アミド作用基を少なくとも 1 以上有する直鎖、側鎖または環状の C_{1-12} の炭化水素基または炭化フッ素基である。

ただし、前記 (a) の場合、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 のうち、少なくとも一つは付加重合または縮合重合が可能な作用基を有し、前記 (b) の場合、 R^1 、 R^2 、 R^6 のうち、少なくとも一つは付加重合または縮合重合が可能な作用基を有し、前記 (c) の場合、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^6 のうち、少なくとも一つは付加重合または縮合重合が可能な作用基を有する。

【請求項 2】

前記化合物 1 は、ジフェニルシランジオール、ジイソブチルシランジオールであることを特徴とする請求項 1 に記載のオリゴマー。

【請求項 3】

前記化合物 2 は、3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルトリス(メトキシエトキシ)シラン、2 - (3、4 - エポキシサイクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、2 - (3、4 - エポキシサイクロヘキシル)エチルトリエトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルフェニルジエトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルトリプロポキシシラン、プロピルエチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリプロポキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、ビニルメチルジメトキシシラン、ビニルメチルジエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルエトキシビニルシラン、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシラン、テトラフェノキシシラン、テトラアセトキシシラン、N - (3 - アクリルオキシ - 2 - ヒドロキシプロピル) - 3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、N - (3 - アクリルオキシ - 2 - ヒドロキシプロピル) - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - (3 - アクリルオキシ - 2 - ヒドロキシプロピル) - 3 - アミノプロピルトリプロポキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルジメチルメトキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルジメチルエトキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルジメチルプロポキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルメチルビス(トリメチルシロキシ)シラン、3 - アクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、3 - ア

10

20

30

40

50

クリルオキシプロピルトリエトキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルトリプロポキシシラン、3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、3 - メタクリルオキシプロピルトリエトキシシラン、3 - メタクリルオキシプロピルトリプロポキシシラン、N - (2 - アミノエチル - 3 - アミノプロピル)トリメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル - 3 - アミノプロピル)トリエトキシシラン、3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、クロロプロピルトリメトキシシラン、クロロプロピルトリエトキシシラン、トリメトキシシリルプロピルジエチレントリアミン、ヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシランなどのアルコキシシラン、アルミニウムトリエトキシド、アルミニウムトリプロポキシド、アルミニウムトリブトキシド、チタンテトラエトキシド、チタンテトラプロポキシド、チタンテトラブトキシド、ジルコニウムテトラエトキシド、ジルコニウムテトラプロポキシド、ジルコニウムテトラブトキシド、ティンテトラエトキシド、ティンテトラプロポキシド、ティンテトラブトキシドのような金属アルコキシド、または金属アルコキシドと - ジケトン、- ケトンエステルとの錯化合物の群から選ばれる単独または2種以上の混合物であることを特徴とする請求項1に記載のオリゴマー。

10

【請求項4】

前記化合物3は、2 - ハイドロキシエチルアクリレート、2 - ハイドロキシプロピルアクリレート、2 - ハイドロキシエチルメタクリレート、2 - ハイドロキシプロピルメタクリレート、3 - ハイドロキシプロピルアクリレート、3 - ハイドロキシプロピルメタクリレート、ハイドロキシアリルメタクリレートなどのようなハイドロキシアクリレートモノマーまたはこれらのオリゴマーまたはコオリゴマー形態の物質、ポリエステルポリオール、ポリエーテルポリオール、ポリカーボネートポリオール、ポリカプロラクトンポリオール、開環テトラヒドロフランプロピレンオキシドコポリマー、ポリブタジエンジオール、エチレングリコール、プロピレングリコール、1、4 - ブタンジオール、1、5 - ペンタンジオール、1、6 - ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、1、4 - シクロヘキサジメタノール、ビスフェノール - A、水素化ビスフェノール - Aなどの種類のジオールまたは、これらのオリゴマーまたはコオリゴマー形態の物質、アクリル酸、メタクリル酸、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、ポリアミック酸のようなカルボキシ酸のモノマーまたはこれらのオリゴマーまたはコオリゴマーの群から選ばれる単独または2種以上の混合物である請求項1に記載のオリゴマー。

20

30

【請求項5】

前記請求項1のオリゴマーを熱硬化または光硬化させて得られる無機/有機ナノ混成高分子。

【請求項6】

前記請求項1のオリゴマーと、前記オリゴマーの官能性有機基と重合反応を行うことができる官能基を有する第3の有機単量体、またはオリゴマーを熱硬化または光硬化反応させて得られる無機/有機ナノ混成高分子。

【請求項7】

(a) 下記の化合物1と化合物2、または、(b) 下記の化合物1と化合物3、または、(c) 下記の化合物2及び下記の化合物3を下記の化合物1と共に反応させる、内部にシリカまたはシリカと金属酸化物との複合体が存在し、外部に官能性有機基が存在する無機/有機混成オリゴマーの製造方法。

40

化合物1: $R^1 R^2 Si(OH)_2$ 、化合物2: $R^3_a R^4_b M(OR^5)_{(c-a-b)}$ 、化合物3: $R^6 OH$ または $R^6 COOH$ 、ただし、化合物1、化合物2及び化合物3に対する定義は請求項1と同一である。

【請求項8】

(a) 下記の化合物1と化合物2、または、(b) 下記の化合物1と化合物3、または、(c) 下記の化合物2及び下記の化合物3を下記の化合物1と共に反応させて内部にシリカまたはシリカと金属酸化物との複合体が存在し、外部に官能性有機基が存在するオリゴマーを製造する段階と、前記オリゴマーと、前記オリゴマーの官能性有機基を使用して

50

複数のオリゴマーを熱硬化または光硬化反応させる段階とを含む無機/有機ナノ混成高分子の製造方法。

化合物 1 : $R^1 R^2 Si(OH)_2$ 、化合物 2 : $R^3_a R^4_b M(OR^5)_{(c-a-b)}$ 、化合物 3 : $R^6 OH$ または $R^6 COOH$ 、ただし、化合物 1、化合物 2 及び化合物 3 に対する定義は請求項 1 と同一である。

【請求項 9】

(a) 下記の化合物 1 と化合物 2、または、(b) 下記の化合物 1 と化合物 3、または、(c) 下記の化合物 2 及び下記の化合物 3 を下記の化合物 1 と共に反応させて内部にシリカまたはシリカと金属酸化物との複合体が存在し、外部に官能性有機基が存在するオリゴマーを製造する段階と、前記オリゴマーと、前記オリゴマーの官能性有機基と重合反応を行うことができる官能基を有する第 3 の有機単量体、またはオリゴマーを熱硬化または光硬化反応させる段階とを含む無機/有機ナノ混成高分子の製造方法。

10

化合物 1 : $R^1 R^2 Si(OH)_2$ 、化合物 2 : $R^3_a R^4_b M(OR^5)_{(c-a-b)}$ 、化合物 3 : $R^6 OH$ または $R^6 COOH$ 、ただし、化合物 1、化合物 2 及び化合物 3 に対する定義は請求項 1 と同一である。

【請求項 10】

前記熱硬化または光硬化反応の前に反応物に金属酸化物ゾルを追加に投入する段階がさらに含まれることを特徴とする請求項 8 又は請求項 9 に記載の製造方法。

【請求項 11】

前記無機/有機ナノ混成高分子の製造後、透光性及び塗布特性を調節するために適量の染料、顔料及び界面活性剤を添加する段階が追加に含まれることを特徴とする請求項 8 又は請求項 9 に記載の製造方法。

20

【請求項 12】

前記化合物 1 は、ジフェニルシランジオール、ジイソブチルシランジオールであることを特徴とする請求項 8 又は請求項 9 に記載の製造方法。

【請求項 13】

前記化合物 2 は、3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルトリース(メトキシエトキシ)シラン、2 - (3、4 - エポキシサイクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、2 - (3、4 - エポキシサイクロヘキシル)エチルトリエトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルフェニルジエトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルトリプロポキシシラン、プロピルエチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリプロポキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、ビニルメチルジメトキシシラン、ビニルメチルジエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルエトキシビニルシラン、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシラン、テトラフェノキシシラン、テトラアセトキシシラン、N - (3 - アクリルオキシ - 2 - ハイドロキシプロピル) - 3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、N - (3 - アクリルオキシ - 2 - ハイドロキシプロピル) - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - (3 - アクリルオキシ - 2 - ハイドロキシプロピル) - 3 - アミノプロピルトリプロポキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルジメチルメトキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルジメチルエトキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルジメチルプロポキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルメチルビス(トリメチルシロキシ)シラン、3 - アクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルトリエトキシシラン、3 - アクリルオキシプロピルトリプロポキシシラン、3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、3 - メタクリルオキシプロピルトリエトキシシラン、3 - メタクリルオキシプロピルトリプロポキシシラン、N - (2 - アミノエチル - 3 - アミノプロピル)トリメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル - 3 - アミノプロピル)トリエトキシシラン、3 - アミノプロピルトリメトキシシラン

30

40

50

、 3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、クロロプロピルトリメトキシシラン、クロロプロピルトリエトキシシラン、トリメトキシシリルプロピルジエチレントリアミン、ヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシランなどのアルコキシシラン、アルミニウムトリエトキシド、アルミニウムトリプロポキシド、アルミニウムトリブトキシド、チタンテトラエトキシド、チタンテトラプロポキシド、チタンテトラブトキシド、ジルコニウムテトラエトキシド、ジルコニウムテトラプロポキシド、ジルコニウムテトラブトキシド、ティンテトラエトキシド、ティンテトラプロポキシド、ティンテトラブトキシドのような金属アルコキシド、または金属アルコキシドと - ジケトン、 - ケトンエステルとの錯化合物の群から選ばれる単独または 2 種以上の混合物であることを特徴とする請求項 8 又は請求項 9 に記載の製造方法。

10

【請求項 14】

前記化合物 3 は、2 - ハイドロキシエチルアクリレート、2 - ハイドロキシプロピルアクリレート、2 - ハイドロキシエチルメタクリレート、2 - ハイドロキシプロピルメタクリレート、3 - ハイドロキシプロピルアクリレート、3 - ハイドロキシプロピルメタクリレート、ハイドロキシアリルメタクリレートなどのようなハイドロキシアクリレートモノマーまたは、これらのオリゴマーまたはコオリゴマー形態の物質、ポリエステルポリオール、ポリエーテルポリオール、ポリカーボネートポリオール、ポリカプロラクトンポリオール、開環テトラヒドロフランプロピレンオキサイドコポリマー、ポリブタジエンジオール、エチレングリコール、プロピレングリコール、1、4 - ブタンジオール、1、5 - ペンタンジオール、1、6 - ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、1、4 - シクロヘキサジメタノール、ビスフェノール - A、水素化ビスフェノール - A などの種類のジオールまたはこれらのオリゴマーまたはコオリゴマー形態の物質、アクリル酸、メタクリル酸、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、ポリアミック酸のようなカルボキシ酸のモノマーまたは、これらのオリゴマーまたはコオリゴマーの群から選ばれる単独または 2 種以上の混合物であることを特徴とする請求項 8 又は請求項 9 に記載の製造方法。

20

【請求項 15】

請求項 1 乃至請求項 4 の中いずれか 1 項に記載の無機 / 有機混成オリゴマー、或いは、請求項 5 又は請求項 6 に記載の無機 / 有機ナノ混成高分子を用いて製造された光素子。

【請求項 16】

請求項 1 乃至請求項 4 の中いずれか 1 項に記載の無機 / 有機混成オリゴマー、或いは、請求項 5 又は請求項 6 に記載の無機 / 有機ナノ混成高分子を含む、誘電体、絶縁体、隔壁又は保護膜を備えてなるディスプレイ装置。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は光素子またはプラズマディスプレイ用誘電体、隔壁、保護膜の製作に非常に有用に使用されることが出来る無機 / 有機ナノ混成高分子の原料となる無機 / 有機混成オリゴマー、無機 / 有機混成ナノ高分子、及びこれらの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

無機 / 有機ナノ混成高分子は、無機物が有する透光性、耐磨耗性、耐熱性及び絶縁性と、有機物が有する柔軟性、優秀なコーティング性などの機能性を同時に利用することができ、低温における可塑性と加工性が優れているので、現在、光素子及びディスプレイに適用するための研究が活発に進行されている。

40

【0003】

従来は無機 / 有機ナノ混成高分子は、有機金属アルコキシドを水と触媒によって加水分解、縮合反応を経て溶液を製造した後、硬化させる方法のゾル - ゲル法によって製造されている。なお、特許文献 1、特許文献 2、特許文献 3 には、このようなゾル - ゲル法によって製造された無機 / 有機ナノ混成高分子を光素子に適用する方法を開示している。

【特許文献 1】米国特許第 6,054,253 号明細書

50

【特許文献2】米国特許第5,774,603号明細書

【特許文献3】米国特許第6,309,803号明細書

【0004】

しかし、前記の方法によって製造された無機/有機ナノ混成高分子は低温で十分に硬化されないで材料の内部にシラノル基が残存するようになる。このような残留シラノル基は、現在、光通信分野で使用している近赤外線領域である1310nm、1550nmの波長を吸収するので転送損失が大きいという問題がある。また、長期間使用の際、材料内部のシラノル基が大気中の水分を吸収して素子の性能を低下させる虞れがある。

【0005】

又、特許文献4には、テトラエトキシシランを用いてゾル-ゲル法により溶液を製造した後、コーティングして800℃まで熱処理することによる十分な硬化を通じてシラノル基を除去したシリカ光導波路を製造する方法を提示している。しかし、純粋の無機材料ではない無機/有機ナノ混成高分子は高温で硬化させる場合、材料内部の有機基が熱分解されるため前記方法の適用が不可能である。

【特許文献4】米国特許第6,391,515号明細書

【0006】

また、韓国特許出願第2001-23552号や、同第2002-23553号には、ゾル-ゲル法によって製造した無機/有機ナノ混成高分子を、TFT-LCD用ゲート絶縁体、カラーフィルタの保護膜、または回路保護膜への応用を開示している。しかし、前記文献では無機酸化物ゾルと高分子形態の有機金属アルコキシドを別途に製造して互いに混合する方法によって無機/有機ナノ混成高分子を製造しているため相分離の可能性が大きいので、大面積コーティングの時に材料の均一な特性の具現が難しい。また、溶媒を多量使用することから乾燥の時に溶媒の蒸発による欠陥が発生して透光性が低下され易く、寸法の安定性が保証できず、緻密な構造を有し難いので、耐電圧性や耐摩耗性が低下する可能性がある。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、前記のような従来技術が有する問題を解決するべく案出された発明で、その目的は、光特性、耐熱性、透明性、絶縁性及び耐摩耗性が非常に優秀なことから光素子、またはプラズマディスプレイ用誘電体、隔壁、保護膜の製作に極めて有用に使用され得る無機/有機ナノ混成高分子を製造する時の原料として使用される無機/有機混成オリゴマー及びこれの製造方法を提供することにある。

また、本発明の他の目的は前記無機/有機混成オリゴマーを原料にして製造される無機/有機ナノ混成高分子及びその製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

前記の目的を達成するために、本発明は、(a)下記の化合物1と化合物2または、(b)下記の化合物1と化合物3、または、(c)下記の化合物2及び下記の化合物3を下記の化合物1と共に反応させて、内部にシリカまたはシリカと金属酸化物との複合体が存在し、外部に官能性有機基が存在する分子量100~10,000の間の無機/有機混成オリゴマーを提供する。

化合物1： $R^1 R^2 Si(OH)_2$ 、化合物2： $R^3_a R^4_b M(OR^5)_{(c-a-b)}$ 、化合物3： $R^6 OH$ または $R^6 COOH$

前記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 は、それぞれアルキル基、ケトン基、アクリル基、メタクリル基、アリル基、芳香族基、ハロゲン基、アミノ基、メルカプト基、エーテル基、エステル基、アルコキシ基、スルホン基、ニトロ基、ヒドロキシ基、シクロブテン基、カルボニル基、カルボキシル基、アルキド基、ウレタン基、ビニル基、ニトリル基、水素、またはエポキシ作用基を単独または2種以上有する直鎖、側鎖または環状の C_{1-12} の炭化水素基、または炭化フッ素基であり、 a 、 b は0~3である整数、 c は3~6で

10

20

30

40

50

ある整数、Mはシリコンまたは金属であり、

R^5 は、アルキル基、アルコキシ基、ケトン基、芳香族基を単独または2種以上有する直鎖、側鎖または環状の C_{1-12} の炭化水素基であり、

R^6 OH、 R^6 COOHは、構造式内に少なくとも一つ以上のヒドロキシ基またはカルボキシ基を必ず包含し、 R^6 は、アルキル基、ケトン基、アクリル基、アリル基、芳香族基、ハロゲン基、アミン基、シアン基、アミノ基、メルカプト基、エーテル基、エステル基、エポキシ基、イミド基、アミド作用基を少なくとも1以上有する直鎖、側鎖または環状の C_{1-12} の炭化水素基または炭化フッ素基である。

ただし、前記(a)の場合、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 のうち、少なくとも一つは付加重合または縮合重合が可能な作用基を有し、前記(b)の場合、 R^1 、 R^2 、 R^6 のうち、少なくとも一つは付加重合または縮合重合が可能な作用基を有し、前記(c)の場合、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^6 のうち、少なくとも一つは付加重合または縮合重合が可能な作用基を有する。

10

【0009】

また、本発明は、前記オリゴマーを熱硬化または光硬化させて得られる第1側面による無機/有機ナノ混成高分子を提供する。

【0010】

また、本発明は、請求項1のオリゴマーと、前記オリゴマーの官能性有機基と重合反応を行うことができる官能基を有する第3の有機単量体、またはオリゴマーを熱硬化または光硬化させて得られる第2側面による無機/有機ナノ混成高分子を提供する。

20

【0011】

本発明は、(a)下記の化合物1と化合物2または、(b)下記の化合物1と化合物3、または、(c)下記の化合物2及び下記の化合物3を下記の化合物1と共に反応させる、内部にシリカまたはシリカと金属酸化物との複合体が存在し、外部に官能性有機基が存在する無機/有機混成オリゴマーの製造方法を提供する。

化合物1： $R^1 R^2 Si(OH)_2$ 、化合物2： $R^3 a R^4 b M(OR^5)_{(c-a-b)}$ 、化合物3： $R^6 OH$ または $R^6 COOH$ 、ただし、化合物1、化合物2及び化合物3に対する定義は上記と同一である。

【0012】

また、本発明は、(a)前記化合物1と前記化合物2、または、(b)前記化合物1と前記化合物3、または、(c)前記化合物2及び前記化合物3を前記化合物1と共に反応させて内部にシリカまたはシリカと金属酸化物との複合体が存在し、外部に官能性有機基が存在するオリゴマーを製造する段階と、前記オリゴマーと、前記オリゴマーの官能性有機基を使用して複数のオリゴマーを熱硬化または光硬化反応させる段階とを含む無機/有機ナノ混成高分子の製造方法を提供する。

30

【0013】

また、本発明は、a)前記化合物1と前記化合物2、または、(b)前記化合物1と前記化合物3、または、(c)前記化合物2及び前記化合物3を前記化合物1と共に反応させて内部にシリカまたはシリカと金属酸化物との複合体が存在し、外部に官能性有機基が存在するオリゴマーを製造する段階と、前記オリゴマーを、前記オリゴマーの官能性有機基と重合反応を行うことができる官能基を有する第3の有機単量体、またはオリゴマーと熱硬化または光硬化反応させる段階とを含む無機/有機ナノ混成高分子の製造方法を提供する。

40

【0014】

前記無機/有機ナノ混成高分子の製造方法において、望ましくは熱硬化または光硬化反応の前に反応物に金属酸化物ゾルを追加に投入する段階がさらに含まれる。

【発明の効果】

【0015】

本発明によって製造される無機/有機ナノ混成高分子は、既存のゾル-ゲル法を通じて製造された無機/有機ナノ混成高分子材料が有する問題点を改善させて光特性、耐熱性、

50

透明性、絶縁性及び耐摩耗性が非常に優れている。従って、本発明によって製造される無機/有機ナノ混成高分子は、光素子またはディスプレイ用誘電体、隔壁、保護膜の製作に非常に有用に使用されることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

以下、本発明の内容をより詳細に説明する。

【0017】

先ず、前記において使用した用語の中、「シリカと金属酸化物との複合体」とは、下記の化学式1により表される化合物1の有機官能基を有するシリカと、下記の化学式2により表される化合物2の有機官能基を有する金属酸化物を反応させた結果、外部に突出する前記化合物1及び前記化合物2の有機官能基(R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4)を除く内部結合部位を意味する。

10

「無機/有機混成オリゴマー」とは、無機成分と有機成分が結果物に共に存在する化合物で、本発明では、化合物1と化合物2、または化合物1と下記の化学式3または化学式4により表される化合物3、または化合物2及び化合物3を化合物1と共に反応させ内部にシリカまたはシリカと金属酸化物との複合体が存在し(コア層)、外部に官能性有機基が存在(シェル層)するコア-シェル構造の化合物を意味する。

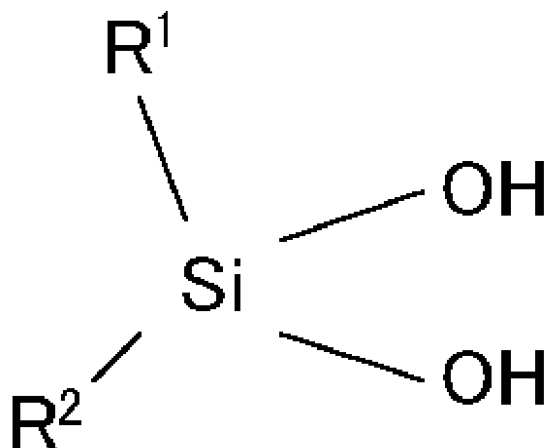
本発明で「重合反応」とは、ラジカル重合、アニオン重合またはカチオン重合などを含む付加重合と、縮合重合を包含する意味である。

本発明で「無機/有機ナノ混成高分子」とは、前記「無機/有機混成オリゴマー」を基本単位にして重合するか、これに前記化合物1~3とは構造が異なる第3の有機単量体またはオリゴマーを重合反応させて得られる高分子を意味する。

20

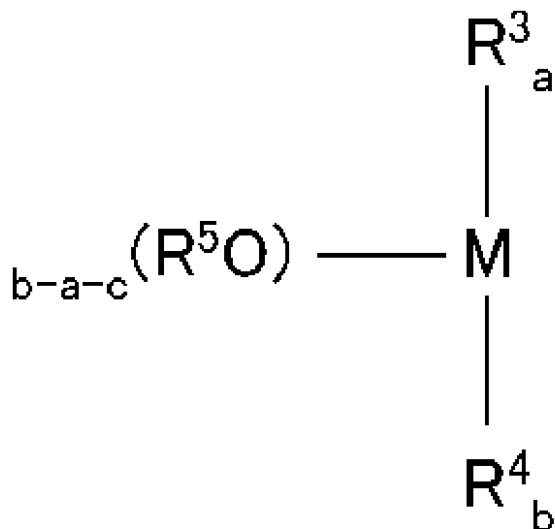
【0018】

【化1】



30

【化 2】



10

【化 3】



20

【化 4】



【0019】

ここで、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 は、それぞれアルキル基、ケトン基、アクリル基、メタクリル基、アリル基、芳香族基、ハロゲン基、アミノ基、メルカプト基、エーテル基、エステル基、アルコキシ基、スルホン基、ニトロ基、ヒドロキシ基、シクロブテン基、カルボニル基、カルボキシ基、アルキド基、ウレタン基、ビニル基、ニトリル基、水素、またはエポキシ作用基を単独または2種以上有する直鎖、側鎖または環状の C_{1-12} の炭化水素基、または炭化フッ素基であり、 a 、 b は0~3である整数、 c は3~6である整数、 M はシリコンまたは金属である。

30

R^5 は、アルキル基、アルコキシ基、ケトン基、芳香族基を単独または2種以上有する直鎖、側鎖または環状の C_{1-12} の炭化水素基である。

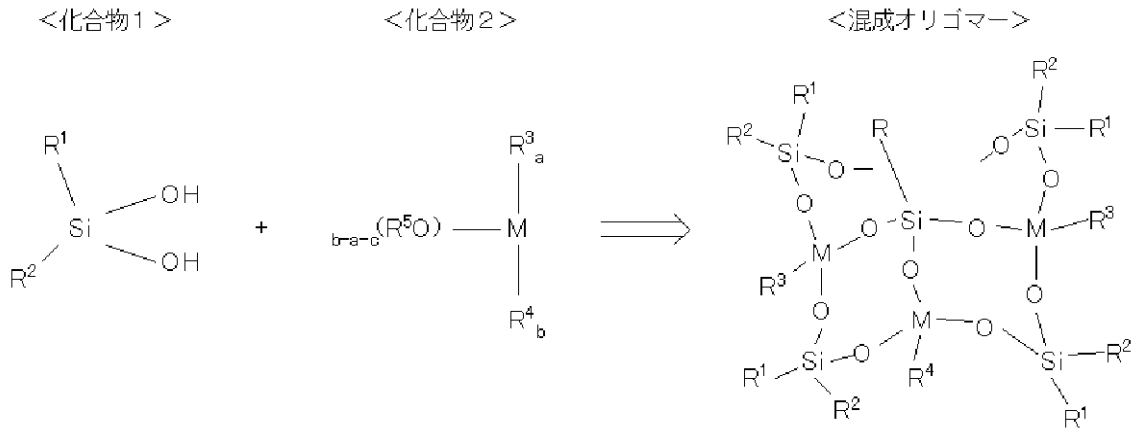
R^6OH 、 R^6COOH は、構造式内に少なくとも一つ以上のヒドロキシ基またはカルボキシ基を必ず包含し、 R^6 は、アルキル基、ケトン基、アクリル基、アリル基、芳香族基、ハロゲン基、アミン基、シアン基、アミノ基、メルカプト基、エーテル基、エステル基、エポキシ基、イミド基、アミド作用基を少なくとも1以上有する直鎖、側鎖または環状の C_{1-12} の炭化水素基または炭化フッ素基である。

40

【0020】

先ず、化合物1及び化合物2を反応させて無機/有機混成オリゴマーを製造する工程を次の化学式5によって示す。

【化5】



10

【0021】

前記工程で得られるオリゴマーは有機官能基の R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 がシェル層を構成し、シリカ及び金属酸化物の複合体 (SiMOx) が内部コアを形成する構造を有する。

【0022】

化合物1に包含される具体的な物質の例としては、ジフェニルシランジオール、ジイソブチルシランジオールなどがあり、化合物1に包含されるすべての物質は単独または2種以上が混合されて使用されることもできる。

20

【0023】

化合物2に包含される具体的な物質の例としては、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、3-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリス(メトキシエトキシ)シラン、2-(3,4-エポキシサイクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、2-(3,4-エポキシサイクロヘキシル)エチルトリエトキシシラン、3-グリシドキシプロピルフェニルジエトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルトリプロポキシシラン、プロピルエチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリプロポキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、ビニルメチルジメトキシシラン、ビニルメチルジエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルエトキシビニルシラン、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシラン、テトラフェノキシシラン、テトラアセトキシシラン、N-(3-アクリルオキシ-2-ヒドロキシプロピル)-3-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-(3-アクリルオキシ-2-ヒドロキシプロピル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(3-アクリルオキシ-2-ヒドロキシプロピル)-3-アミノプロピルトリプロポキシシラン、3-アクリルオキシプロピルジメチルメトキシシラン、3-アクリルオキシプロピルジメチルエトキシシラン、3-アクリルオキシプロピルジメチルプロポキシシラン、3-アクリルオキシプロピルメチルビス(トリメチルシロキシ)シラン、3-アクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、3-アクリルオキシプロピルトリエトキシシラン、3-アクリルオキシプロピルトリプロポキシシラン、3-メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、3-メタクリルオキシプロピルトリエトキシシラン、3-メタクリルオキシプロピルトリプロポキシシラン、N-(2-アミノエチル-3-アミノプロピル)トリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル-3-アミノプロピル)トリエトキシシラン、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、クロロプロピルトリメトキシシラン、クロロプロピルトリエトキシシラン、トリメトキシシリルプロピルジエチレントリアミン、ヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシランなどのアルコキシシラン、アルミニウムトリエトキシド、アルミニウムトリプロポキシド、アルミニウ

30

40

50

ムトリプトキシド、チタンテトラエトキシド、チタンテトラプロポキシド、チタンテトラブトキシド、ジルコニウムテトラエトキシド、ジルコニウムテトラプロポキシド、ジルコニウムテトラブトキシド、ティンテトラエトキシド、ティンテトラプロポキシド、ティンテトラブトキシドのような金属アルコキシド、または金属アルコキシドと - ジケトン、 - ケトンエステルとの錯化合物などがある。

【0024】

前記化合物2に含まれるアルコキシシランは、1または2以上を混合して使用することができ、金属アルコキシドまたはその錯物も1または2以上混合して使用することができ、アルコキシシランや金属アルコキシドまたはその錯物は1または2種以上混合して使用されることができる。

10

【0025】

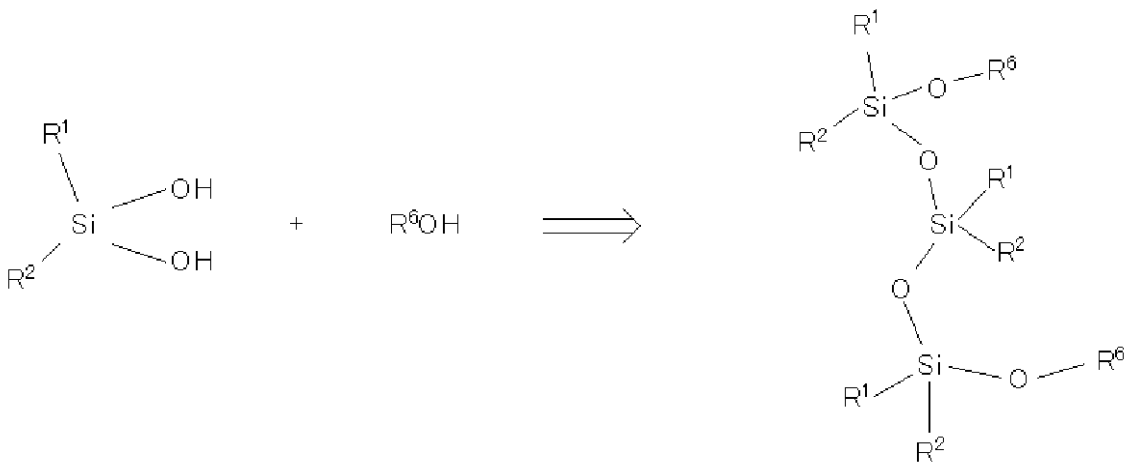
化合物1及び化合物3を反応させて無機/有機混成オリゴマーを製造する工程は次の化学式6のように示される。

【化6】

<化合物1>

<化合物3>

<混成オリゴマー>



20

【0026】

前記工程で得られるオリゴマーは、有機官能基である R¹、R²、R⁶ がシェル層を構成し、シリカ (SiO_x) が内部コアを形成する構造を有する。

30

【0027】

前記化合物3に表示される具体的な物質の例としては、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシプロピルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、2-ヒドロキシプロピルメタクリレート、3-ヒドロキシプロピルアクリレート、3-ヒドロキシプロピルメタクリレート、ヒドロキシアリルメタクリレートなどのようなヒドロキシアクリレートモノマーまたはこれらのオリゴマーまたはコオリゴマー形態の物質や、ポリエステルポリオール、ポリエーテルポリオール、ポリカーボネートポリオール、ポリプロラクタートポリオール、開環テトラヒドロフランプロピレンオキシドコポリマー、ポリブタジエンジオール、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-シクロヘキサジメタノール、ビスフェノール-A、水素化ビスフェノール-Aなどの種類のジオールまたは、これらのオリゴマーまたはコオリゴマー形態の物質や、アクリル酸、メタクリル酸、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、ポリアミック酸のようなカルボキシ酸のモノマーまたはこれらのオリゴマーまたはコオリゴマー形態の物質などがある。前記化合物3に含まれる各物質は単独または2種類以上混合して使用することもできる。

40

【0028】

本発明による無機/有機混成オリゴマーは化合物2及び化合物3を化合物1と共に反応

50

させてもよい。

【0029】

化学式5及び化学式6に表わされた各反応を促進するために、望ましくは触媒が投入されることができる。使用可能な触媒としては、酢酸、磷酸、硫酸、塩酸、硝酸、クロロスルホン酸、パラ-トルエン酸、トリクロロ酢酸、ポリ磷酸、ピロー磷酸、ヨード酸、酒石酸、過塩素酸のような酸性触媒、またはアンモニア、水酸化ナトリウム、n-ブチルアミン、ジ-n-ブチルアミン、トリ-n-ブチルアミン、イミダゾル、過塩素酸アンモニウム、水酸化カリウム、水酸化バリウムなどのような塩基触媒が使用されることができる。触媒の投入量は特別に限定されないが、反応物の総量対比0.0001~1重量部を添加することによって十分である。

10

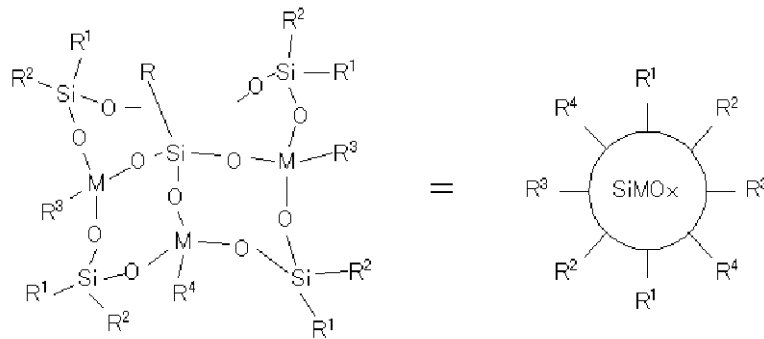
【0030】

化学式5及び化学式6に示した反応は、70~90 で約4~約8時間の攪拌によって十分進行する。

【0031】

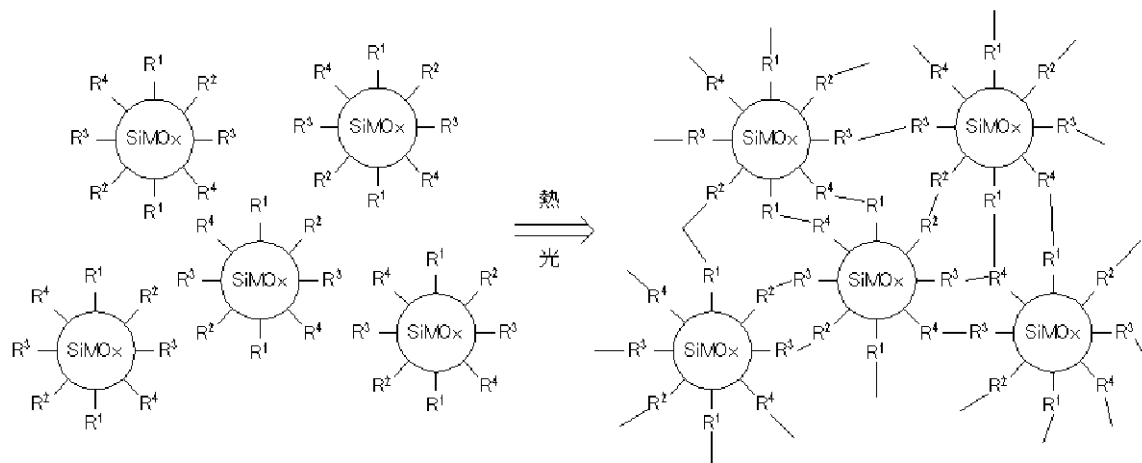
無機/有機ナノ混成高分子は、化学式5及び化学式6を通じて得られる無機/有機混成オリゴマーを基本単位にして重合するか、これに化合物1~3とは構造が異なる第3の有機単量体またはオリゴマーを重合反応させて得られる。これを反応式で示すと次の化学式7及び化学式8のようになる。

【化7】



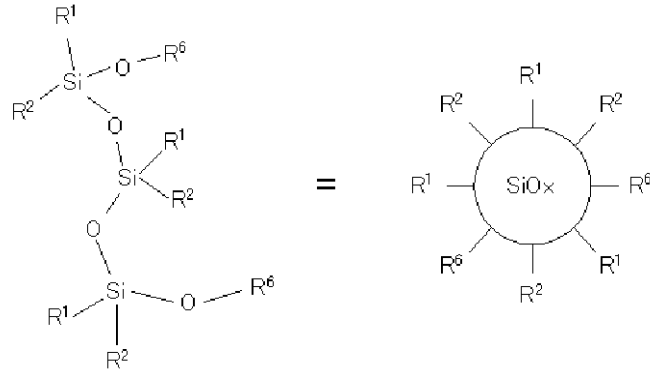
20

30

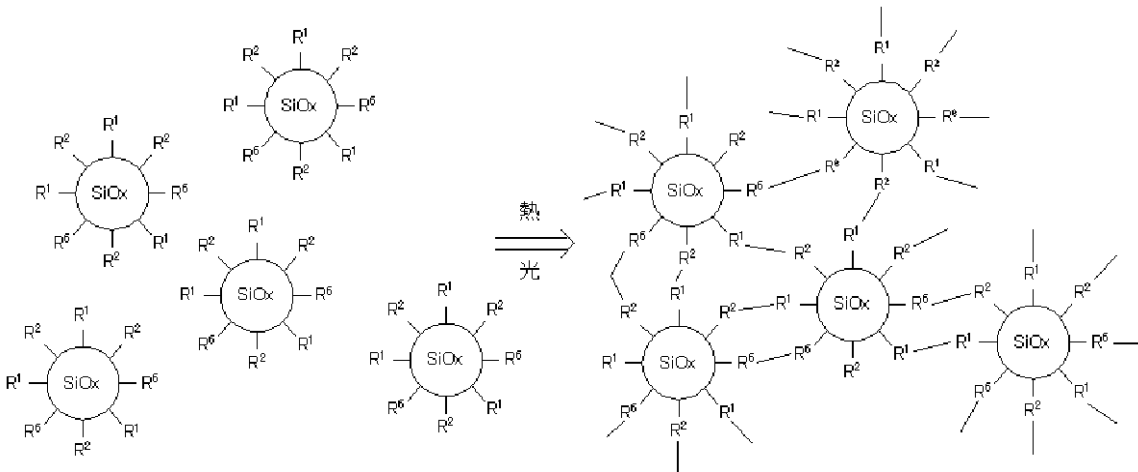


40

【化 8】



10



20

【0032】

化学式 7 及び化学式 8 における重合反応は、各オリゴマーのシェル層を構成する有機官能基間の熱硬化または光硬化反応を通じて行われる。

【0033】

化合物 1 ~ 3 とはその構造が異なる第 3 の有機単量体は、化合物 1 ~ 3 のいずれか一つ以上の化合物が有する官能基と付加重合あるいは縮合重合が可能な官能基を有するいかなる有機化合物も包含することができる。このような化合物の例としては、構造内にアルキル基、ケトン基、アクリル基、メタクリル基、アリル基、芳香族基、ハロゲン基、アミノ基、メルカプト基、エーテル基、エステル基、アルコキシ基、スルホン基、ニトロ基、ヒドロキシ基、シクロブテン基、カルボニル基、カルボキシ基、アルキド基、ウレタン基、ビニル基、ニトリル基、水素、またはエポキシ作用基を単独または 2 種以上有する直鎖、側鎖または環状の C_{1-30} の炭化水素系または炭化フッ素系化合物を挙げることができる。

30

【0034】

また、前記オリゴマーは、望ましくは分子量 10,000 以下のものであって、例えば、メタクリル酸、メタクリレート、ビスフェノール - A、ピロメリティックジオンヒドライド、ポリカーボネートポリオール、ポリエステルポリオール、ウレタンメタクリレート、エポキシメタクリレート、ポリオレフィン系エポキシ樹脂、ビスフェノール - A 型エポキシ樹脂、ジオンヒドライド系樹脂、ポリアミック酸などを挙げることができる。

40

【0035】

硬化反応は、光硬化の時には、1 - ヒドロキシ - 2 - メチル - 1 - フェニルプロパン - 1 オン (ダロキュア (Darocure) 1173)、2 - メチル - 1 - [4 - (メチルチオフェニル) - 2 - モポリノ - プロパンオン] (ダロキュア 907)、1 - ヒドロキシシクロロヘキシルフェニルケトン (イガキュア (Irgacure) 184)、ベ

50

ンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル、ベンゾインブチルエーテル、ベンジル、ベンゾフェノン、2 - ハイドロキシ - 2 - メチルプロピオフェノン、2、2 - ジエトキシアセトフェノン、2 - クロロチオキサントン、アントラセンまたは3、3、4、4 - テトラ - (t - ブチルパーオキシカルボニル) ベンゾフェノン、2、2 - ジメトキシ - 2 - フェニル - アセトフェノン、2 - ベンジル - 2 - ジメチルアミノ - 4 - モルポリノブチロフェノン (イガキュア 3 6 9) のような開始剤が使用されることができる。熱硬化時には、2、5 - ビス - (3 級 - ブチル - パーオキシ) - 2、5 - ジメチルヘキサノール、3 級 - ブチルパーオキシ - 2 - エチル - ヘキサノエート、ベンゾイルパーオキシド、メチルエチルケトンパーオキシド、2、2 - アゾ - ビス - イソブチルロニトリルまたは、2、2 - アゾ - ビス - (2、4 - ジメチルバレロニトリル)、t - ブチルペロキシベンゾネイト、1 - メチルイミダゾルのような開始剤を使用して熱硬化させることができる。使用可能な開始剤は前記物質に限定されるものではない。前記開始剤の投入量は特別に限定されなく、前記反応物の総量対比 0 . 0 1 ~ 1 0 重量部を添加するのが好ましい。0 . 0 1 重量部以下を使用すると重合が効果的に起こることができないので、性能の具現が難しく、1 0 重量部以上を使用すると特性の低下はないが、経済的な側面で不利である。

【 0 0 3 6 】

また、本発明では、付随的な性能の付加のために、中間段階である無機 / 有機ナノ混成高分子の製造後、透光性及び塗布特性を調節するために適量の染料、顔料及び界面活性剤を添加する段階が包含されることができる。

【 0 0 3 7 】

前記のように製造される本発明による無機 / 有機混成オリゴマー、または無機 / 有機ナノ混成高分子は、光素子の製作に有用に使用されることができる。また、本発明は、前記無機 / 有機混成オリゴマー、または無機 / 有機ナノ混成高分子を包含する誘電体、絶縁体、隔壁または保護膜を備えるディスプレイ装置にも有用に使用することができる。

【 0 0 3 8 】

以下、本発明の内容を実施例によって詳細に説明する。ただし、これらの実施例は本発明の内容を理解するために提示されるだけで、本発明の権利範囲がこれらの実施例に限定されるものではない。

【 0 0 3 9 】

(実施例 1) メタクリル - フェニル - シリカナノ混成高分子の製造

3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich 社) 1 3 . 7 8 g とジフェニルシランジオール (Fluka 社) 1 2 . 0 0 g を混合した後、シロキサン反応を促進させるための触媒として水酸化ナトリウムを 0 . 1 g 添加した後、8 0 で 6 時間攪拌してメタクリル - フェニル - シリカオリゴマーを収得した。

前記反応によって得られたメタクリル - フェニル - シリカオリゴマーにアクリル硬化のための光開始剤として、2、2 - ジメトキシ - 2 - フェニル - アセトフェノン (Aldrich 社) を 0 . 2 5 g 添加した後、下記の実験例で説明するコーティングをした後、3 6 5 n m UV ランプを利用して 3 J / c m ² の量の紫外線を照射した後、1 5 0 で 4 時間硬化させてメタクリル - フェニル - シリカナノ混成高分子を製造した。

【 0 0 4 0 】

(実施例 2) エポキシ - フェニル - シリカナノ混成高分子の製造

3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich 社) 1 3 . 7 8 g とジフェニルシランジオール (Fluka 社) 1 2 . 0 0 g を混合した後、シロキサン反応を促進させるための触媒として水酸化ナトリウムを 0 . 1 g 添加した後、8 0 で 6 時間攪拌してエポキシ - フェニル - シリカオリゴマーを収得した。

前記反応によって得られたエポキシ - フェニル - シリカオリゴマーにエポキシ硬化のための熱開始剤として、1 - メチルイミダゾル (Aldrich 社) 0 . 2 5 g を添加した後、下記の実験例で説明するコーティングをした後、1 3 0 で 2 時間硬化させてエポキシ - フェニル - シリカナノ混成高分子を製造した。

10

20

30

40

50

【0041】

(実施例3)メタクリル-イソブチル-シリカナノ混成高分子の製造

3-メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン(Aldrich社)13.11gとJ. Am. Chem. Soc. Vol 124, P 7363 (2002年)の方法によって製造したジイソブチルシランジオール10.05gを混合した後、シロキサン反応を促進させるための触媒として水酸化ナトリウムを0.1g添加した後、80で6時間攪拌してメタクリル-イソブチル-シリカオリゴマーを収得した。

前記反応によって得られたメタクリル-イソブチル-シリカオリゴマーにアクリル硬化のための光開始剤として、2,2-ジメトキシ-2-フェニル-アセトフェノン(Aldrich社)を0.25g添加した後、下記の実験例で説明するコーティングをした後、365nm UVランプを利用して3J/cm²の量の紫外線を照射した後、150で4時間硬化させてメタクリル-イソブチル-シリカナノ混成高分子を製造した。

10

【0042】

(実施例4)エポキシ-イソブチル-シリカナノ混成高分子の製造

3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン(Aldrich社)13.11gとJ. Am. Chem. Soc. Vol. 124, P 7363 (2002年)の方法によって製造したジイソブチルシランジオール10.05gを混合した後、シロキサン反応を促進させるための触媒として水酸化ナトリウムを0.1g添加した後、80で6時間攪拌してエポキシ-イソブチル-シリカオリゴマーを収得した。

前記反応によって得られたエポキシ-イソブチル-シリカオリゴマーにエポキシ硬化のための熱開始剤として、1-メチルイミダゾル(Aldrich社)0.25gを添加した後、下記の実験例で説明するコーティングをした後、130で2時間硬化させてエポキシ-イソブチル-シリカナノ混成高分子を製造した。

20

【0043】

(実施例5)エポキシ-メタクリル-フェニル-シリカナノ混成高分子の製造

3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン(Aldrich社)5.78gと3-メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン(Aldrich社)7.87gとジフェニルシランジオール(Fluka社)12.00gを混合した後、シロキサン反応を促進させるための触媒として水酸化ナトリウムを0.1g添加した後、80で6時間攪拌してエポキシ-メタクリル-フェニル-シリカオリゴマーを収得した。

30

前記反応によって得られたエポキシ-メタクリル-フェニル-シリカオリゴマーにトルエン20gに溶けているビスフェノール-A(Aldrich社)を1.36g添加した後、エポキシ硬化のための熱開始剤として、1-メチルイミダゾル(Aldrich社)1.36gを添加した後、下記の実験例で説明するコーティングをした後、130で2時間硬化させてエポキシ-メタクリル-フェニル-シリカナノ混成高分子を製造した。

【0044】

(実施例6)メタクリル-フェニル-シリカ-ジルコニアナノ混成高分子の製造

3-メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン(Aldrich社)13.78gの代わりに3-メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン(Aldrich社)10.33gとジルコニウムテトライソプロポキシド3.45gを使用したことを除いては実施例1と同様の方法でメタクリル-フェニル-シリカ-ジルコニアナノ混成高分子を製造した。

40

【0045】

(実施例7)エポキシ-フェニル-シリカ-ジルコニアナノ混成高分子の製造

3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン(Aldrich社)13.78gの代わりに3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン(Aldrich社)10.33gとジルコニウムテトライソプロポキシド3.45gを使用したことを除いては実施例2と同様の方法でエポキシ-フェニル-シリカ-ジルコニアナノ混成高分子を製造した。

【0046】

(実施例8)メタクリル-イソブチル-シリカ-チタニアナノ混成高分子の製造

50

3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 13.11 g の代わりに3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 9.83 g とチタンテトラエトキシド 3.28 g を使用したことを除いては実施例 3 と同様の方法でメタクリル - イソブチル - シリカ - チタニアナノ混成高分子を製造した。

【0047】

(実施例 9) エポキシ - イソブチル - シリカ - チタニアナノ混成高分子の製造

3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 13.11 g の代わりに3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 9.83 g とチタンテトラエトキシド 3.28 g を使用したことを除いては実施例 4 と同様の方法でエポキシ - イソブチル - シリカ - チタニアナノ混成高分子を製造した。

10

【0048】

(実施例 10) エポキシ - メタクリル - フェニル - シリカ - チタニア - ジルコニアナノ混成高分子の製造

3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 5.78 g と3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 7.87 g の代わりに、3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 4.28 g、ジルコニウムテトライソプロポキシド 1.5 g、3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 5.9 g、チタンテトラエトキシド 1.97 g を使用したこと以外には実施例 5 と同様の方法でエポキシ - メタクリル - フェニル - シリカ - チタニア - ジルコニアナノ混成高分子を製造した。

20

【0049】

(実施例 11) エポキシ - メタクリル - フェニル - シリカナノ混成高分子の製造

3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 5.78 g と3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 7.87 g の代わりに、メタクリル酸 (Aldrich社) 1.95 g、3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 2.3 g、3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 7.87 g を使用したこと以外には実施例 5 と同様の方法でエポキシ - メタクリル - フェニル - シリカナノ混成高分子を製造した。

【0050】

(実施例 12) エポキシ - メタクリル - フェニル - シリカ - チタニア - ジルコニアナノ混成高分子の製造

3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 5.78 g と3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 7.87 g の代わりに、3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 4.28 g、ジルコニウムテトライソプロポキシド 1.5 g、メタクリル酸 (Aldrich社) 0.95 g、3 - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン (Aldrich社) 3.3 g、チタンテトラエトキシド 1.97 g を使用したこと以外には実施例 5 と同様の方法でエポキシ - メタクリル - フェニル - シリカ - チタニア - ジルコニアナノ混成高分子を製造した。

30

【0051】

(比較例 1) メタクリル - フェニル - シリカナノ混成高分子の製造

ジフェニルシランジオールの代わりにジフェニルジメトキシシラン (Fluka社) 13.56 g と加水分解及び縮合反応のために水 2 g を使用したことを除いては実施例 1 と同様の方法でメタクリル - フェニル - シリカナノ混成高分子を製造した。

【0052】

(比較例 2) エポキシ - フェニル - シリカナノ混成高分子の製造

ジフェニルシランジオールの代わりにジフェニルジメトキシシラン (Fluka社) 13.56 g と加水分解及び縮合反応のために水 2 g を使用したことを除いては実施例 2 と同様の方法でエポキシ - フェニル - シリカナノ混成高分子を製造した。

40

【0053】

50

(比較例3) エポキシ-メタクリル-フェニル-シリカナノ混成高分子の製造

ジフェニルシランジオールの代わりにジフェニルジメトキシシラン (Fluka社) 13.56g と加水分解及び縮合反応のために水 2g を使用したことを除いては実施例5と同様の方法でエポキシ-メタクリル-フェニル-シリカナノ混成高分子を製造した。

【0054】

(比較例4) メタクリル-フェニル-シリカ-ジルコニアナノ混成高分子の製造

ジフェニルシランジオールの代わりにジフェニルジメトキシシラン (Fluka社) 13.56g と加水分解及び縮合反応のために水 2g を使用したことを除いては実施例6と同様の方法でメタクリル-フェニル-シリカ-ジルコニアナノ混成高分子を製造した。

【0055】

(比較例5) エポキシ-フェニル-シリカ-ジルコニアナノ混成高分子の製造

ジフェニルシランジオールの代わりにジフェニルジメトキシシラン (Fluka社) 13.56g と加水分解及び縮合反応のために水 2g を使用したことを除いては実施例7と同様の方法でエポキシ-フェニル-シリカ-ジルコニアナノ混成高分子を製造した。

【0056】

(比較例6) エポキシ-メタクリル-フェニル-シリカ-チタニア-ジルコニアナノ混成高分子の製造

ジフェニルシランジオールの代わりにジフェニルジメトキシシラン (Fluka社) 13.56g と加水分解及び縮合反応のために水 2g を使用したことを除いては実施例10と同様の方法でエポキシ-メタクリル-フェニル-シリカ-チタニア-ジルコニアナノ混成高分子を製造した。

【0057】

(比較例7) エポキシ-メタクリル-フェニル-シリカ-チタニア-ジルコニアナノ混成高分子の製造

ジフェニルシランジオールの代わりにジフェニルジメトキシシラン (Fluka社) 13.56g と加水分解及び縮合反応のために水 2g を使用したことを除いては実施例11と同様の方法でエポキシ-メタクリル-フェニル-シリカ-チタニア-ジルコニアナノ混成高分子を製造した。

【0058】

(比較例8) エポキシ-メタクリル-フェニル-シリカ-チタニア-ジルコニアナノ混成高分子の製造

ジフェニルシランジオールの代わりにジフェニルジメトキシシラン (Fluka社) 13.56g と加水分解及び縮合反応のために水 2g を使用したことを除いては実施例12と同様の方法でエポキシ-メタクリル-フェニル-シリカ-チタニア-ジルコニアナノ混成高分子を製造した。

【0059】

(実験例1) 近赤外線領域での吸光特性分析

前記実施例及び比較例で製造された材料を石英基板上に厚さ 30 μm でコーティングした後、コーティングを硬化させて 1310nm と 1550nm における吸光度を測定し、その結果を表1に dB/cm で表わした。

【0060】

(実験例2) 耐熱性

前記実施例及び比較例で製造された材料を硬化させた後、窒素雰囲気下で 5 /min の昇温速度にして 5% の重量変化時の温度を測定してその結果を表1に表わした。

【0061】

(実験例3) 透光性

前記実施例及び比較例で製造された材料を石英基板上に厚さ 10 μm で塗布した後、400nm における透過率を測定してその結果を表1に表わした。

【0062】

(実験例4) 絶縁特性

10

20

30

40

50

前記実施例及び比較例で製造された材料をITOが蒸着された石英基板上に厚さ30 μ mで塗布した後、DC電圧を加えて絶縁破壊が起き始める電圧を測定し、その結果を表1に表わした。

【0063】

(実験例5) 耐摩耗性

前記実施例及び比較例で製造された材料をガラス基板上に厚さ20 μ mでコーティングして硬化させた後、鉛筆硬度を測定し、その結果を表1に表わした。

【0064】

【表1】

	吸光特性		耐熱性	透光性	絶縁特性	耐摩耗性
	1310nm	1550nm				
実施例1	0.4dB/cm	0.7dB/cm	310℃	96%	8.0kV	6H
実施例2	0.3dB/cm	0.6dB/cm	360℃	96%	8.4kV	6H
実施例3	0.5dB/cm	0.8dB/cm	390℃	95%	7.8kV	6H
実施例4	0.4dB/cm	0.7dB/cm	410℃	95%	7.6kV	6H
実施例5	0.4dB/cm	0.8dB/cm	330℃	95%	8.1kV	7H
実施例6	0.2dB/cm	0.5dB/cm	340℃	93%	8.4kV	7H
実施例7	0.2dB/cm	0.4dB/cm	380℃	94%	8.8kV	8H
実施例8	0.3dB/cm	0.6dB/cm	400℃	93%	8.3kV	7H
実施例9	0.2dB/cm	0.5dB/cm	410℃	94%	8.2kV	8H
実施例10	0.6dB/cm	0.9dB/cm	420℃	94%	8.2kV	7H
実施例11	0.4dB/cm	0.7dB/cm	370℃	94%	8.5kV	8H
実施例12	0.4dB/cm	0.8dB/cm	380℃	94%	8.6kV	7H
比較例1	2.5dB/cm	3.3dB/cm	300℃	88%	4.3kV	4H
比較例2	2.4dB/cm	3.1dB/cm	330℃	87%	4.6kV	5H
比較例3	2.5dB/cm	3.6dB/cm	310℃	85%	4.4kV	4H
比較例4	2.1dB/cm	2.9dB/cm	310℃	83%	4.2kV	5H
比較例5	1.9dB/cm	2.7dB/cm	340℃	88%	4.2kV	5H
比較例6	1.8dB/cm	2.8dB/cm	380℃	88%	4.3kV	5H
比較例7	2.8dB/cm	3.4dB/cm	340℃	85%	4.4kV	5H
比較例8	1.9dB/cm	2.6dB/cm	350℃	84%	4.7kV	5H

【0065】

表1から分かるように本発明による無機/有機ナノ混成高分子はゾル-ゲル法によって得られた既存の無機/有機ナノ混成高分子に比べて光特性、耐熱性、絶縁特性、透光性、耐摩耗性が優れているので光素子及びディスプレイに適用されてより優れた性能を具現することができる。

10

20

30

40

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷ F I テーマコード(参考)
 G 0 2 B 6/12 G 0 2 B 6/12 N

(72)発明者 リー、タエ ホ
 大韓民国、ダエジェオン 3 0 5 - 7 0 1、ユセオングク、グセオングドン 3 7 3 - 1 韓国科
 学技術院 内

(72)発明者 キム、ジュング フワン
 大韓民国、ダエジェオン 3 0 5 - 7 0 1、ユセオングク、グセオングドン 3 7 3 - 1 韓国科
 学技術院 内

F ターム(参考) 2H047 PA28 QA05

4H049 VN01 VP10 VQ02 VQ07 VQ25 VQ79 VR22 VR42 VS02 VS07
 VS16 VS25 VU20 VW02

4J030 CC10 CC15 CC16 CC17 CC21 CD11 CG06

4J246 AA03 AB15 BA130 BA14X BB02X BB020 BB05X BB050 CA13X CA130
 CA190 CA240 CA25X CA26X CA260 CA340 CA40X CA400 CA450 CA460
 CA65X CA650 CA68X CA680 CA760 CA770 EA05 EA06 EA15 EA18
 EA19 FA072 FA082 FA621 FA641 GB22 HA16