

(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2010-90180

(P2010-90180A)

(43) 公開日 平成22年4月22日(2010.4.22)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C O 8 G 59/04 (2006.01)	C O 8 G 59/04	4 J O 3 6
C O 8 G 59/40 (2006.01)	C O 8 G 59/40	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願2008-258190 (P2008-258190)	(71) 出願人	000199795
(22) 出願日	平成20年10月3日 (2008.10.3)		川崎化成工業株式会社
			神奈川県川崎市川崎区駅前本町12番1
		(74) 代理人	100152928
			弁理士 草部 光司
		(72) 発明者	安藤 正倫
			神奈川県川崎市川崎区塩浜3丁目10番1
			号 川崎化成工業株式会社内
		(72) 発明者	桜井 達也
			神奈川県川崎市川崎区塩浜3丁目10番1
			号 川崎化成工業株式会社内
		(72) 発明者	横山 修司
			神奈川県川崎市川崎区塩浜3丁目10番1
			号 川崎化成工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】新規な1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】光重合において光重合増感効果が高く、かつ耐昇華性の優れた光重合増感剤の提供。

【解決手段】1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-ヒドロキシアルキル)エーテル化合物とエピハロヒドリン化合物とを反応させることにより得られる1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物、該化合物を含有する光重合増感剤及び該光増感剤と光重合開始剤を含有する光重合開始剤組成物ならびに該光重合開始剤組成物とカチオン重合性化合物を含有する光重合性組成物及びその硬化物。

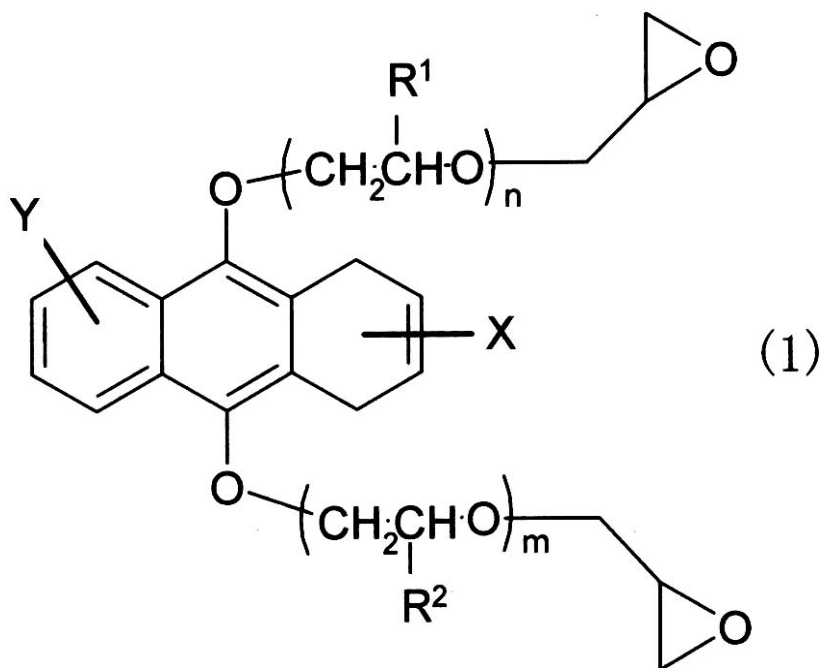
【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式（１）で示される１，４－ジヒドロアントラセン－９，１０－ジエーテル化合物。

【化１】



10

20

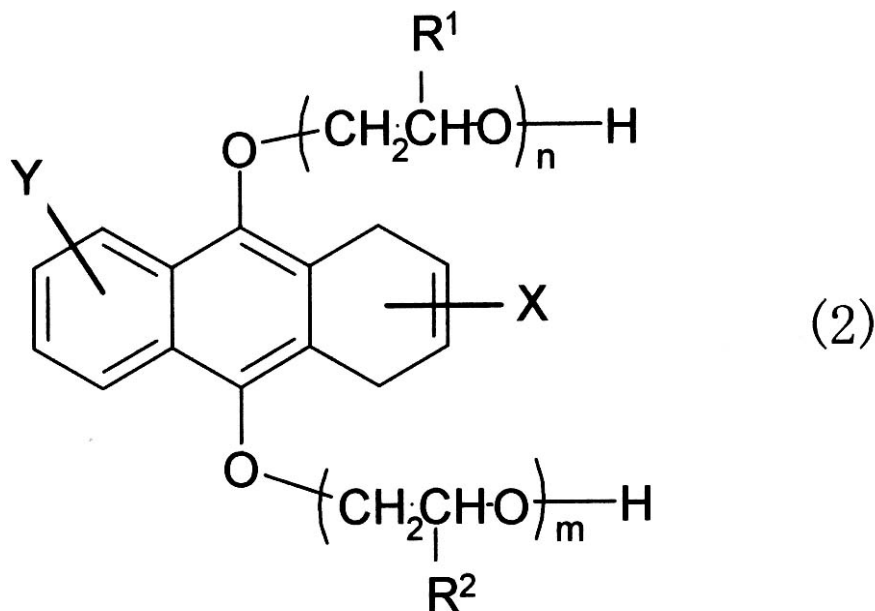
（一般式（１）において、 m 、 n は同一であっても異なってもよく、１以上１０以下の整数を表し、 R^1 、 R^2 は同一であっても異なってもよく、水素原子、メチル基又はエチル基のうちいずれか一つを表し、 X 及び Y は同一であっても異なってもよく、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、カルボキシ基のいずれかを示す。）

30

【請求項 2】

下記一般式（２）で示される、１，４－ジヒドロアントラセン－９，１０－ジ（２－ヒドロキシアルキル）エーテル化合物とエピハロヒドリン化合物とを反応させることを特徴とする請求項１に記載の１，４－ジヒドロアントラセン－９，１０－ジエーテル化合物の製造方法。

【化 2】



10

20

(一般式(2)において、 m 、 n は同一であっても異なってもよく、1以上10以下の整数を表し、 R^1 、 R^2 は同一であっても異なってもよく、水素原子、メチル基又はエチル基のうちいずれか一つを表し、 X 及び Y は同一であっても異なってもよく、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、カルボキシ基のいずれかを示す。)

【請求項3】

請求項1に記載の1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物を含有する光重合増感剤。

【請求項4】

請求項3に記載の光重合増感剤と光重合開始剤としてオニウム塩を含有する光重合開始剤組成物。

30

【請求項5】

請求項4に記載の光重合開始剤組成物とカチオン重合性化合物を含有する光重合性組成物。

【請求項6】

請求項5に記載の光重合性組成物を硬化してなる硬化物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、光重合増感剤として有用な、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物及びその製造方法並びに1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物を含有する重合性組成物及びその硬化物に関する。

40

【背景技術】

【0002】

紫外線や可視光線等の活性エネルギー線により重合する光硬化性樹脂は、硬化が速く、熱硬化性樹脂に比べ有機溶剤の使用量を大幅に減らすことができることから、作業環境の改善、環境負荷の低減という点で優れており、塗料、インキ、接着剤、コーティング剤等に広く利用されている。従来の光硬化性樹脂はそれ自体では重合開始機能が乏しく、硬化させる場合には通常、光重合開始剤を用いる必要がある。しかし、一般に光重合開始剤に用

50

いられるオニウム塩などは、それ自体の光吸収は225nm～350nm付近にあり、350nm以上には吸収を持たない。そのため、中圧や高圧の水銀灯などを光源とした場合、光硬化反応が進行しにくいなどの問題があり、必要に応じて光重合増感剤を添加するのが一般的である。光重合増感剤としては、アントラセン、フェノチアジン、ペリレン化合物が知られている。

【0003】

アントラセン系の光重合増感剤としては、9,10-ジアルコキシアントラセン化合物が用いられている。この9,10-ジアルコキシアントラセン化合物は、光ラジカル重合だけでなく、光カチオン重合においても増感作用を有することが知られている。例えば、光カチオン重合における光重合開始剤であるヨードニウム塩に対する光重合増感剤として9,10-ジブトキシアントラセンや9,10-ジエトキシアントラセンなどの9,10-ジアルコキシアントラセン化合物が使用されており（特許文献1参照）、また、脂環式エポキシ化合物（ダウ・ケミカル製、商品名：UVR6110）の光カチオン重合に対し、光重合増感剤として2-エチル-9,10-ジメトキシアントラセンを使用する例が記載されている（特許文献2参照）。

10

【0004】

また、アントラセン骨格の1,4位が水素化された9,10-ジアルコキシ-1,4-ジヒドロアントラセン化合物についても、光カチオン重合において、増感効果を示すことが知られている（特許文献3参照）。

20

【特許文献1】特開2002-302507号公報

【特許文献2】特開平11-279212号公報

【特許文献3】特開2001-81116号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、従来の9,10-ジアルコキシアントラセン化合物や9,10-ジアルコキシ-1,4-ジヒドロアントラセン化合物は塗膜形成後の加熱処理の際これらの化合物が昇華して装置等に付着するなどしたり、ブルーミングなどを起こしてフィルム表面にこれらの化合物が浮き上がってくる等の問題があった。

30

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者は、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物の構造と物性に関してさらに鋭意検討した結果、本発明の1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物が、光カチオン重合の光重合増感剤として優れた効果をしめすのみならず、当該1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物は、当該化合物を光重合増感剤として含有する光重合組成物を重合させた硬化物中においてすぐれた耐昇華性を有し、ブルーミングなどを起こしづらくなることを見出し本発明を完成させた。

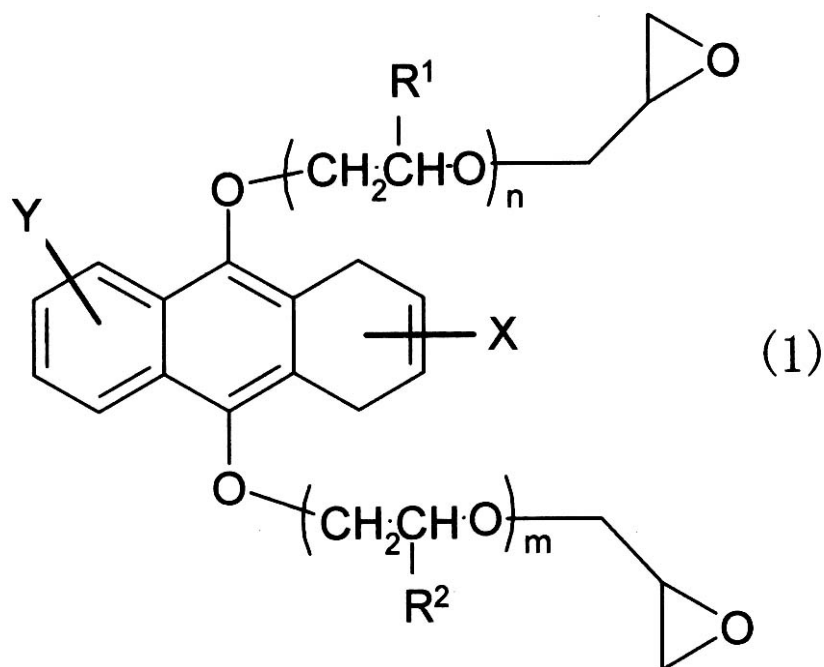
【0007】

すなわち、本発明の第1の要旨は、下記一般式(1)で示される1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物に存する。

40

【0008】

【化 1】



10

20

【 0 0 0 9 】

(一般式(1)において、 m 、 n は同一であっても異なってもよく、1以上10以下の整数を表し、 R^1 、 R^2 は同一であっても異なってもよく、水素原子、メチル基又はエチル基のうちいずれか一つを表し、 X 及び Y は同一であっても異なってもよく、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、カルボキシ基のいずれかを示す。)

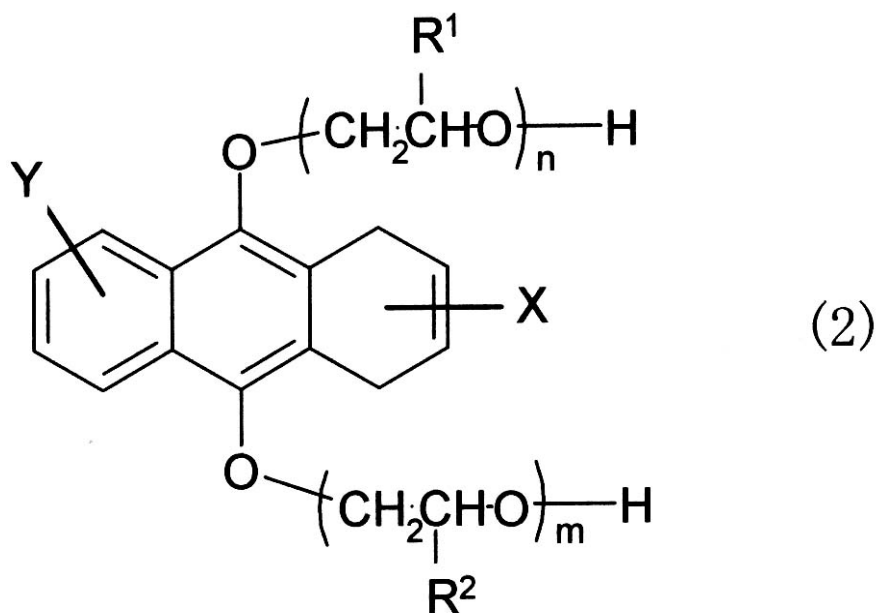
【 0 0 1 0 】

本発明の第2の要旨は、下記一般式(2)で示される、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-ヒドロキシアルキル)エーテル化合物とエピハロヒドリン化合物とを反応させることを特徴とする請求項1に記載の1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物の製造方法に存する。

30

【 0 0 1 1 】

【化 2】



10

20

【 0 0 1 2 】

本発明の第 3 の要旨は、一般式 (1) に示される 1 , 4 - ジヒドロアントラセン - 9 , 1 0 - ジエーテル化合物を含有する光重合増感剤に存する。

【 0 0 1 3 】

本発明の第 4 の要旨は、前記光重合増感剤と光重合開始剤としてオニウム塩を含有する光重合開始剤組成物に存する。

【 0 0 1 4 】

本発明の第 5 の要旨は、前記光重合開始剤組成物とカチオン重合性化合物を含有する光重合性組成物に存する。

【 0 0 1 5 】

本発明の第 5 の要旨は、前記光重合性組成物を硬化してなる硬化物に存する。

30

【発明の効果】

【 0 0 1 6 】

本発明の 1 , 4 - ジヒドロアントラセン - 9 , 1 0 - ジエーテル化合物は新規な化合物であり、光重合反応において光重合増感剤として効果を有するばかりでなく、当該化合物を光重合増感剤として含有する光重合組成物を重合させた硬化物中においてすぐれた耐昇華性を有する。

【発明を実施するための最良の形態】

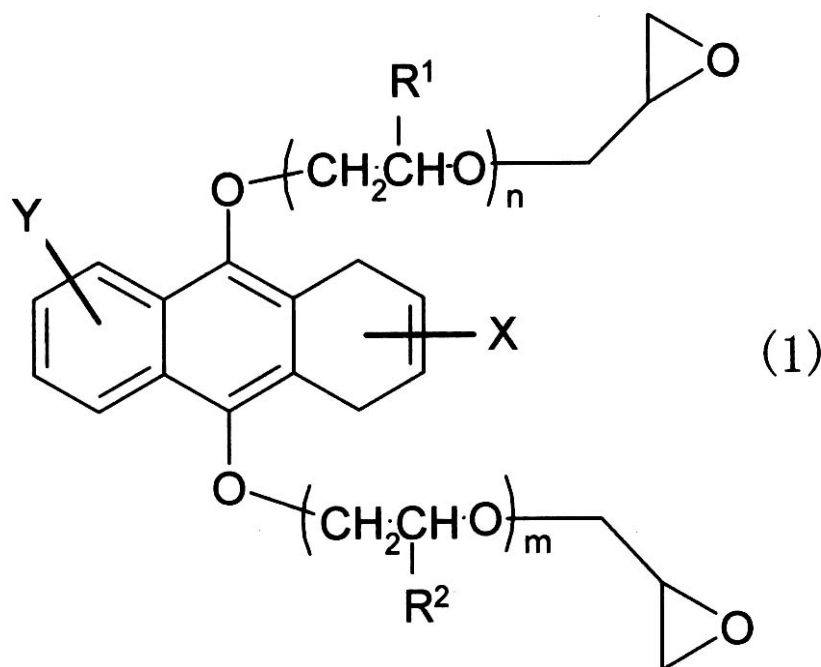
【 0 0 1 7 】

本発明の 1 , 4 - ジヒドロアントラセン - 9 , 1 0 - ジエーテル化合物は、一般式 (1) に記載の構造を有する化合物である。

40

【 0 0 1 8 】

【化 3】



10

20

【0019】

一般式(1)において、 R^1 、 R^2 は同一であっても異なってもよく、水素原子、メチル基又はエチル基のうちいずれか一つを表し、 m 、 n は同一であっても異なってもよく、1以上10以下の整数を表し、 X 及び Y は同一であっても異なってもよく、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、カルボキシ基のいずれかを示す。

【0020】

一般式(1)中、 X または Y で表されるアルキル基としては、メチル基、エチル基、 n -プロピル基、 i -プロピル基、 n -ブチル基、 i -ブチル基、アミル基、2-エチルヘキシル基等が挙げられ、ハロゲン原子としてはフッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子が挙げられる。アルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、 n -プロポキシ基、 n -ブトキシ基、ヘキシルオキシ基等が挙げられ、アリールオキシ基としては、フェノキシ基、 p -トリルオキシ基等が挙げられる。アルキルチオ基としては、メチルチオ基、エチルチオ基、プロピルチオ基、ブチルチオ基、ヘキシルチオ基等が挙げられ、アリールチオ基としては、フェニルチオ基、 o -トリルチオ基等が挙げられる。

30

【0021】

一般式(1)に示す1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物としては、次のものが挙げられる。すなわち、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテル、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エチル]エーテル、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ{2-[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エトキシ]エチル}エーテル、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシプロピル)エーテル、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)プロピル]エーテル、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ{2-[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エトキシ]プロピル}エーテル、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシブチル)エーテル、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)ブチル]エーテル、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ{2-[2-(2-グリシジルオキシエ

40

50

トキシ)エトキシ]ブチル}エーテル等である。

【0022】

なお、一般式(1)に示す1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物において、n及びmが共に0の化合物である1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジグリシジルエーテルは、光重合増感剤としての効果は有するものの、光硬化後の加熱処理、たとえば200前後の加熱処理によって硬化物が蛍光を発することが判明した。この現象は、n及びmが共に0の場合特異的に、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジグリシジルエーテルの1,4-位の水素が加熱処理により容易に脱水素しアントラセン環を生じ、このアントラセン環が蛍光を示すためと推測される。硬化物が蛍光を示すことは光学用途には好ましくない。n及びmが1以上の1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物場合、光硬化後の加熱による脱水素が起こることはなく安定に存在するため、耐昇華性が高いこととともに熱安定性にも優れているといえる。

10

【0023】

一般式(1)に示す1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物の具体例を各置換基毎の例として示す。まず、XまたはYがアルキル基である場合の例としては、2-メチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテル、2-メチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エチル]エーテル、2-メチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ{2-[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エトキシ]エチル}エーテル、7-メチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテル、7-メチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エチル]エーテル、7-メチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ{2-[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エトキシ]エチル}エーテル、2-エチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテル、2-エチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エチル]エーテル、2-エチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ{2-[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エトキシ]エチル}エーテル、7-エチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテル、7-エチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エチル]エーテル、7-エチル-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ{2-[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エトキシ]エチル}エーテル、2-(t-ブチル)-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテル、2-(t-ブチル)-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エチル]エーテル、2-(t-ブチル)-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ{2-[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エトキシ]エチル}エーテル、7-(t-ブチル)-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテル、7-(t-ブチル)-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エチル]エーテル、7-(t-ブチル)-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ{2-[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エトキシ]エチル}エーテル等が挙げられる。

20

30

40

【0024】

また、XまたはYがハロゲン原子である場合の例としては、2-フルオロ-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテル、2-フルオロ-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エチル]エーテル、2-フルオロ-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ{2-[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エトキシ]エチル}エーテル、7-フルオロ-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテル、7-フルオロ-1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ[2-(2-グリシジルオキシエトキシ)エチル]エーテル、7-フルオロ-1,4-ジヒドロアントラセン-

50

10

20

30

40

50

50

さらには、XまたはYがカルボキシル基である場合の例としては、9, 10 - ジ(2 - グリシジルオキシエトキシ) - 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 2 - カルボン酸、9, 10 - ジ[2 - (2 - グリシジルオキシエトキシ) エトキシ] - 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 2 - カルボン酸、9, 10 - ジ{2 - [2 - (2 - グリシジルオキシエトキシ) エトキ

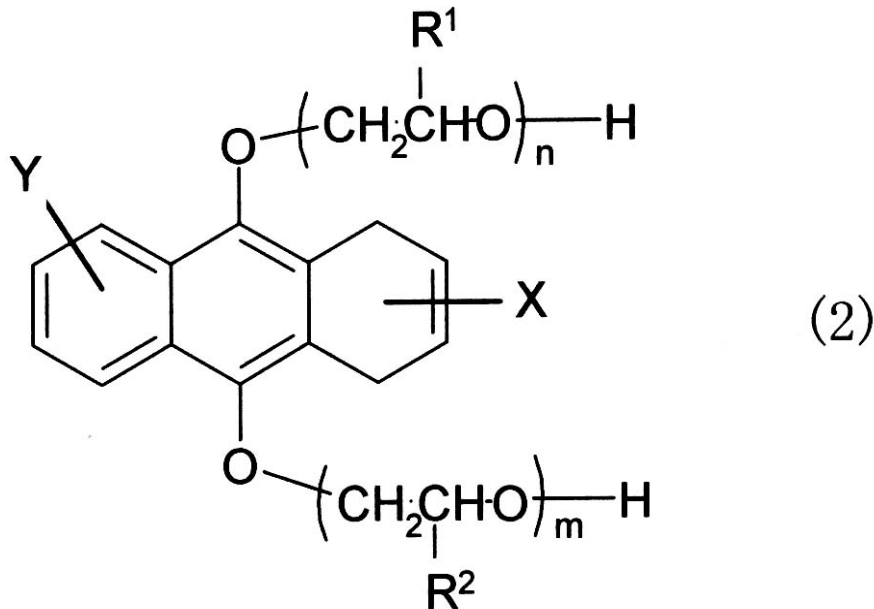
シ]エトキシ}-1,4-ジヒドロアントラセン-2-カルボン酸等が挙げられる。

【0030】

本発明の1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物は、一般式(2)で示される、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-ヒドロキシアルキル)エーテル化合物をエピハロヒドリンと反応させることにより得ることが出来る。

【0031】

【化4】



10

20

【0032】

一般式(2)において、 R^1 、 R^2 は同一であっても異なってもよく、水素原子、メチル基又はエチル基のうちいずれか一つを表し、 m 、 n は同一であっても異なってもよく、1以上10以下の整数を表し、 X 及び Y は同一であっても異なってもよく、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、カルボキシ基のいずれかを示す。

30

【0033】

一般式(2)中の X または Y で表されるハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、カルボキシ基については、一般式(1)において例示した化合物と同様である。

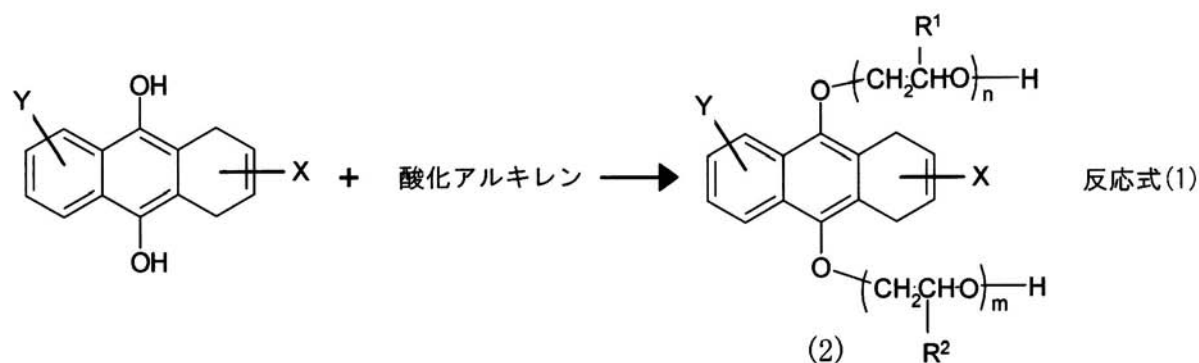
【0034】

下記反応式(1)に示したように、一般式(2)で示される、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-ヒドロキシアルキル)エーテル化合物は、9,10-ジヒドロキシ-1,4-ジヒドロアントラセン化合物を酸化アルキレンと反応させることによって得ることができる。

40

【0035】

【化 5】



10

【 0 0 3 6 】

当該反応において原料となる 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン化合物は、対応するナフトキノン化合物とブタジエン化合物のディールス・アルダー反応で合成することができる。具体的な例としては、9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - メチル - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - メチル - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - エチル - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - エチル - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - (t - ブチル) - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - (t - ブチル) - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - フルオロ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - フルオロ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - クロロ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - クロロ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - ブロモ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - ブロモ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - メトキシ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - メトキシ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - エトキシ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - エトキシ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - フェノキシ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - フェノキシ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - メチルチオ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - メチルチオ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、2 - フェニルチオ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、7 - フェニルチオ - 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン、9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 2 - カルボン酸等が挙げられる。

20

30

【 0 0 3 7 】

当該反応で使用される酸化アルキレンとしては、酸化エチレン、酸化プロピレン、酸化ブチレン等が挙げられる。酸化アルキレンの使用量は、9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン化合物に対して、2 モル倍から 30 モル倍添加する。2 モル倍未満では、未反応の 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン化合物が残留し好ましくない。また、酸化アルキレンの添加量が過剰な場合、反応条件にもよるが例えば、8 モル倍を越えて添加した場合は、当該反応で得られる、一般式 (2) で示される、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - ヒドロキシアルキル) エーテル化合物において、n 及び/又は m が 2 以上の化合物が主たる混合物として生成してくる。この混合物をカラムクロマトを用いて、n 及び/又は m の異なる化合物を分離することができる。

40

【 0 0 3 8 】

50

当該反応では、反応を促進させるため塩基性化合物を用いる。使用される塩基性化合物としては、トリメチルアミン、トリエチルアミン、ピリジン等の有機塩基、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム等の無機塩基が挙げられる。塩基性化合物の添加量は 9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセン化合物に対して 2 倍モルから 3 倍モルが望ましい。反応は通常溶媒の存在下行われる。使用する溶媒としては、メタノール、エタノール、n - プロピルアルコール、エチレングリコール、ジメトキシエタノール等のアルコール系溶媒、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶媒、ベンゼン、トルエン、キシレン、クロロベンゼン等の芳香族系溶媒、ジクロロメタン、ジクロロエタン、ジクロロエチレン等のハロゲン系溶媒、テトラヒドロフラン、1, 4 - ジオキサン等のエーテル系溶媒、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド等のアミド系溶媒が用いられる。

10

【0039】

当該反応の反応温度は、0 以上、80 以下が望ましい。0 未満では反応が遅く、80 を超える温度では副反応による副生物が増加するため好ましくない。反応時間は反応温度によるが、通常 0.5 時間から 2 時間である。反応の進行に伴い、一般式 (2) で示される、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - ヒドロキシアルキル) エーテル化合物のうち、n 及び m が 1 の 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - ヒドロキシアルキル) エーテル化合物は溶媒に不溶となり、沈澱してくる。一方、n 及び/又は m が 2 以上の生成物は、溶媒に溶けたままであり、沈殿物を吸引濾過することにより、n 及び m が 1 の反応生成物を単離することが出来る。

20

【0040】

また、n 及び/又は m が 2 以上の生成物については、上記反応混合物を濾過して得られる、n 及び m が 1 の生成物を除いた濾液を濃縮することにより得ることが出来る。必要ならば、可溶性溶媒である例えばトルエンに溶解し、貧溶媒である、例えば n - ヘキサンを加え再結晶して、あるいはこの混合物をカラムクロマトを用いて分離精製することが可能である。

【0041】

このようにして行われた当該反応で得られる 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - ヒドロキシアルキル) エーテル化合物としては、例えば、次の化合物が挙げられる。すなわち、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - ヒドロキシエチル) エーテル、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ [2 - (2 - ヒドロキシエトキシ) エチル] エーテル、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ {2 - [2 - (2 - ヒドロキシエトキシ) エトキシ] エチル} エーテル、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - ヒドロキシプロピル) エーテル、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ [2 - (2 - ヒドロキシプロポキシ) プロピル] エーテル、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ {2 - [2 - (2 - ヒドロキシプロポキシ) プロポキシ] プロピル} エーテル、4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - ヒドロキシブチル) エーテル、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ [2 - (2 - ヒドロキシブトキシ) ブチル] エーテル、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ {2 - [2 - (2 - ヒドロキシブトキシ) ブトキシ] ブチル} エーテル等が挙げられ、さらに、上記化合物の 1, 4 - ジヒドロアントラセン環に、アルキル基、アリール基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、カルボキシル基等が置換した 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジエーテル化合物が挙げられる。

30

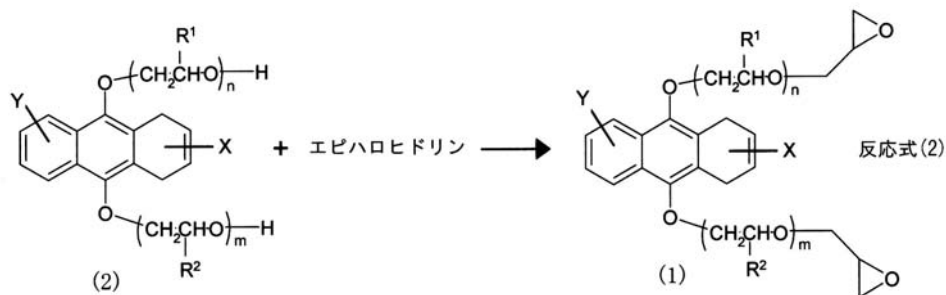
40

【0042】

ついで、下記反応式 (2) に示したように、一般式 (2) で示される、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - ヒドロキシアルキル) エーテル化合物をエピハロヒドリン化合物と塩基性化合物の存在下反応させることにより一般式 (1) にしめす 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジエーテル化合物を得る事が出来る。

【0043】

【化 6】



10

【 0 0 4 4 】

使用できるエピハロヒドリン化合物としては、エピクロロヒドリン又はエピブromoヒドリン等が挙げられる。これらのうち、入手が容易なことから、エピクロロヒドリンを使用することが好ましい。

【 0 0 4 5 】

当該反応においても反応を促進させるため塩基性化合物を用いる。用いられる塩基性化合物としては、反応により発生するハロゲン化水素と反応する塩基であればよく、トリメチルアミン、トリエチルアミン、ピペリジン、ピリジン等の有機アミン化合物が挙げられる。さらには、カリウム - t - ブトキシド、水素化ナトリウム等の塩基性化合物を使用することも可能である。

20

【 0 0 4 6 】

反応は通常溶媒の存在下で行われる。使用する溶媒としては、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶媒、ベンゼン、トルエン、キシレン、クロロベンゼン等の芳香族系溶媒、ジクロロメタン、ジクロロエタン、ジクロロエチレン等のハロゲン系溶媒、テトラヒドロフラン、1, 4 - ジオキサン等のエーテル系溶媒、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、N - メチルピロリドン等のアミド系溶媒が用いられる。

【 0 0 4 7 】

当該反応におけるエピハロヒドリン化合物の使用量は、一般式(2)で示される、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ(2 - ヒドロキシアルキル)エーテル化合物に対して、2モル倍から6モル倍添加する。塩基性化合物の添加量は、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ(2 - ヒドロキシアルキル)エーテル化合物に対して2モル倍から6モル倍が望ましい。2モル倍未満では、未反応の1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ(2 - ヒドロキシアルキル)エーテル化合物が残留し、6モル倍を超える場合では、生成物の単離収率が下がり好ましくない。

30

【 0 0 4 8 】

反応温度は、0 以上, 80 以下が望ましい。0 未満では反応が遅く、80 を超える条件では副反応による副生物が増えるため好ましくない。通常、室温で反応は進行する。反応の進行に伴い、通常は塩基性化合物の塩酸塩が析出する。

40

【 0 0 4 9 】

水溶性ケトンまたは水溶性エーテルを溶媒として用いる場合は、析出した塩基性化合物の塩酸塩を水を加えて溶解させ、ついでさらに水を加えることにより生成物を析出させる。析出物をろ過・乾燥し、相当する、一般式(1)で示される1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジエーテル化合物を得ることが出来る。また、反応溶媒として水不溶性の溶媒を用いる場合は、反応終了後水を加えて塩基性化合物の塩酸塩を溶かして2層となし、分液操作により水層を分離する。次いで有機層を濃縮し、n - ヘキサン、シクロヘキサン等の貧溶媒を加えて、生成物を析出させる。

【 0 0 5 0 】

得られた化合物の同定は、赤外スペクトル、マススペクトル、¹H - NMRスペクトルを

50

用いて行い、これらの化合物が一般式(1)で示される1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物であることを確認した。

【0051】

本発明において得られた、一般式(1)で示される1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物は、光重合増感剤としてカチオン重合硬化速度を促進することが判明した。当該1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物を光重合増感剤として、光重合開始剤と配合することにより、光重合開始剤組成物を調製することができる。そして当該光重合開始剤組成物と、カチオン重合性化合物を配合することにより光重合性組成物を調製することができる。

【0052】

(光重合開始剤組成物)

本発明の光重合開始剤組成物は、光重合増感剤として前記一般式(1)で示される1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物と光重合開始剤を含有する。光重合開始剤としては、オニウム塩を用いることができる。オニウム塩としては通常スルホニウム塩またはヨードニウム塩が使用される。スルホニウム塩としてはS,S',S'-テトラフェニル-S,S'-(4,4'-チオジフェニル)ジスルホニウムビスヘキサメトキシフوسفエート、ジフェニル-4-フェニルチオフェニルスルホニウムヘキサメトキシフوسفエート、トリフェニルスルホニウムヘキサメトキシフوسفエートが挙げられ、例えばダウ・ケミカル製UVI6992を用いることが出来る。一方、ヨードニウム塩としては4-イソブチルフェニル-4'-メチルフェニルヨードニウムヘキサメトキシフوسفエート、ビス(ドデシルフェニル)ヨードニウムヘキサメトキシアンチモネート、4-イソプロピルフェニル-4'-メチルフェニルヨードニウムテトラキスペンタメトキシフェニルボレートが挙げられ、例えばチバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製イルガキュア250(イルガキュアはチバ・スペシャリティ・ケミカルズ社の登録商標)、ローディア社製2074を用いることが出来る。

【0053】

本発明の一般式(1)で示される光重合増感剤の光重合開始剤組成物における使用量は、特に限定されないが光重合開始剤に対して通常5~100重量%の範囲であり、好ましくは10~50重量%の範囲である。光重合増感剤の使用量が5重量%未満では光重合性化合物を光重合させるのに時間がかかりすぎてしまい、一方、100重量%を超えて使用しても添加に見合う効果は得られない。

【0054】

(光重合性組成物)

本発明の光重合性組成物は、前述の1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物と光重合開始剤を含有する光重合開始剤組成物と、カチオン重合性化合物とを含有する。

【0055】

使用するカチオン重合性化合物としてはエポキシ化合物、ビニルエーテル等が挙げられる。エポキシ化合物として一般的なものは脂環式エポキシ化合物、エポキシ変性シリコーン、芳香族のグリシジルエーテル等である。脂環式エポキシ化合物としては3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシシクロヘキサカルボキシレート、ビス(3,4-エポキシシクロヘキシル)アジペートが挙げられ、例えばダウ・ケミカル製UVR6105、UVR6110を用いることが出来る。エポキシ変性シリコーンとしては東芝GEシリコーン製UV-9300等が挙げられる。芳香族グリシジル化合物としては2,2'-ビス(4-グリシジロキシフェニル)プロパン等が挙げられる。ビニルエーテルとしてはメチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、イソブチルビニルエーテル、2-エチルヘキシルビニルエーテル等が挙げられる。

【0056】

光重合性組成物に対する光重合開始剤組成物の使用量は、0.005~10重量%の範囲であり、好ましくは0.025~5重量%である。0.005重量%未満だと光重合性組

10

20

30

40

50

成物を光重合させるのに時間がかかってしまい、一方 10 重量% より多いと光重合させて得られる硬化物の硬度が低下したりする等、硬化物の物性を悪化させるため好ましくない。

【0057】

本発明の光重合組成物は、本発明の効果を損なわない範囲において、希釈剤、着色剤、有機又は無機の充填剤、レベリング剤、界面活性剤、消泡剤、増粘剤、難燃剤、酸化防止剤、安定剤、滑剤、可塑剤等の各種樹脂添加剤を配合してもよい。

【0058】

(光重合硬化物)

当該重合性組成物の硬化はフィルム状で行うことも出来るし、塊状に硬化させることも可能である。フィルム状に硬化させる場合は、たとえばポリエステルフィルムの基材に光硬化性組成物をバーコーター用いて塗布し、ついで光照射する。用いる光源としてはメタルハライドランプ、キセノンランプ、紫外線LED、青色LED、白色LED、フュージョン社製のDランプ、Vランプ等が挙げられる。太陽光の使用も可能である。

10

【0059】

光硬化の判定は、タックフリーテスト(指触テスト)に基づいて行った。すなわち、光照射によりフィルム表面の光硬化性組成物のタック(べたつき)が取れるまでの時間を硬化時間とした

【0060】

耐昇華性の判定は、光硬化したフィルムをオープン中で一定時間加熱し、加熱前後のフィルム中に含まれる光重合増感剤の量をそのUVスペクトルを測定することにより測定し、その減少量から昇華した光重合増感剤の量を求めることにより行った。

20

【0061】

下記の実施例により本発明を例示するが、これらの実施例は本発明の範囲を限定するものではない。特記しない限り、すべての部は重量部である。

【実施例】

【0062】

生成物の確認は下記の機器による測定により行った。

(1) 融点: ゲレンキャンプ社製の融点測定装置、型式MFB-595(JIS K0064に準拠)

30

(2) 赤外線(IR)分光光度計: 日本分光社製、型式IR-810

(3) 核磁気共鳴装置(NMR): 日本電子社製、型式GSX FT NMR Spectrometer

(4) Massスペクトル: 島津製作所社製、質量分析計、型式GCMS-QP5000

(5) 紫外(UV)分光光度計: 島津製作所社製、型式UV-2200

【0063】

(実施例1) 1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテルの合成

(第一反応) 反応式(1)

温度計、攪拌機つきの200mlのオートクレーブに、9,10-ジヒドロキシ-1,4-ジヒドロアントラセンのナトリウム塩水溶液(20重量%) 30g(26ミリモル)、メタノールを40ml加えた後、酸化エチレン9g(150ミリモル)を圧力が0.3Paを超えないように15分かけて圧入する。室温下、5時間攪拌した後、生成したスラリー状の反応物に水を20ml加え、よく攪拌し、吸引ろ過する。十分水洗いし、乾燥した後、白黄色の粉末1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-ヒドロキシエチル)エーテル5.5g(18ミリモル)を得た。収率は70モル%であった。

40

【0064】

生成物について、上記した特性測定を行った結果は次のとおりであり、生成物は、1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-ヒドロキシエチル)エーテルであることが確認された。

50

(1) 203 ~ 204 。

(2) IRスペクトル (KBr, cm^{-1}) : 755、885、1025、1055、1080、1330、1348、3400などの波長に吸収が認められた。

(3) ^1H -NMR (CDCl_3 , ppm) : δ = 3.52 (s, 4H)、3.84 (t, J = 5 Hz, 4H)、3.94 (t, J = 5 Hz, 4H)、5.06 (s, 2H)、6.04 (s, 2H)、7.44 - 7.50 (m, 2H)、8.12 - 8.17 (m, 2H)。

(4) マススペクトル : (EI-MS) m/z = 300 (M^+)。

【0065】

(第二反応) 反応式 (2)

10

300 ml の四口フラスコに、上記第一反応によって得られた 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - ヒドロキシエチル) エーテル 2.0 g (6.7 ミリモル)、N - メチルピロリドン 40 ml、水素化ナトリウム 0.64 g (26.6 ミリモル) を窒素雰囲気下で仕込み、60 で、フラスコの内容物を攪拌・混合した後、エピクロロヒドリン 3.7 g (40.0 ミリモル) を N - メチルピロリドン 10 ml に溶解した溶液を添加し、60 で 1.5 時間攪拌を継続した。このフラスコにメタノール 20 ml を加え、水素化ナトリウムを処理した後、純水 40 ml、トルエン 80 ml 加えた。得られた反応生成物に純水 20 ml を加えて洗浄し、この洗浄操作を 3 回繰り返した。純水によって洗浄した後の液から有機層を分離した。分離した有機層を濃縮して得られた油状物質を、ヘキサン、酢酸エチルを展開溶媒としたシリカゲルカラムクロマトグラフィー法によって精製

20

【0066】

生成物について、上記した特性測定を行った結果は次のとおりであり、生成物は、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - グリシジルオキシエチル) エーテルであることが確認された。

(1) 融点 : 74 ~ 77 。

(2) IRスペクトル (KBr, cm^{-1}) : 600、670、760、850、880、900、1060、1090、1260、1350、1380、1400、1440、1590、1620、1730などの波長に吸収が認められた。

30

(3) ^1H -NMR (CDCl_3 , ppm) : δ = 2.32 - 2.39 (m, 2H)、2.68 - 2.71 (m, 2H)、2.83 - 2.87 (m, 2H)、3.01 (t, J = 7 Hz, 2H)、3.23 - 3.29 (m, 2H)、3.53 - 3.61 (m, 2H)、3.86 - 4.02 (m, 4H)、4.11 - 4.15 (m, 6H)、6.16 - 6.23 (m, 1H)、6.99 - 7.04 (m, 1H)、7.42 - 7.45 (m, 2H)、8.09 - 8.14 (m, 2H)。

(4) Mass スペクトル : (EI-MS) m/z = 412 (M^+)。

【0067】

40

(実施例 2) 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - グリシジルオキシプロピル) エーテルの合成

(第一反応) 反応式 (1)

100 ml の三口フラスコに、9, 10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセンのナトリウム塩水溶液 (20 重量%) 30 g (26 ミリモル)、アセトニトリル 20 ml を仕込み、室温で、フラスコの内容物を攪拌・混合した後、酸化プロピレン 12 g (207 ミリモル) を添加し、40 に昇温しこの温度で 12 時間攪拌を継続した。冷却した反応液から析出した結晶を濾別し、得られた結晶を純水 30 ml とメタノール 10 ml とによって洗浄し、引き続き減圧乾燥し、白色結晶の 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ (2 - ヒドロキシプロピル) エーテル 6.2 g (18.9 ミリモル) を得た。生成

50

物の 9、10 - ジヒドロキシ - 1, 4 - ジヒドロアントラセンに対する収率は、73 モル %であった。

【0068】

生成物について、上記した特性測定を行った結果は次のとおりであり、生成物は、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ(2 - ヒドロキシプロピル)エーテルであることが確認された。

(1) 融点: 166 ~ 168 。

(2) IR スペクトル (KBr, cm^{-1}): 642、758、1060、1320、3320 などの波長に吸収が認められた。

(3) ^1H -NMR (CDCl_3 , ppm): $\delta = 1.23$ (d, $J = 6\text{ Hz}$, 6H), 3.50 (s, 4H), 3.75 (t, $J = 5\text{ Hz}$, 4H), 3.96 - 4.16 (m, 2H), 5.02 (d, $J = 5\text{ Hz}$, 2H), 5.99 (s, 2H), 7.39 - 7.50 (m, 2H), 8.02 - 8.18 (m, 4H)

10

(4) Mass スペクトル: (EI-MS) $m/z = 328$ (M^+)。

【0069】

(第二反応) 反応式 (2)

300 ml の四口フラスコに、上記第一反応によって得られた 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ(2 - ヒドロキシプロピル)エーテル 2.0 g (6.1 ミリモル) N - メチルピロリドン 40 ml、水素化ナトリウム 0.59 g (24.5 ミリモル) を窒素雰囲気下で仕込み、60 で、フラスコの内容物を攪拌・混合した後、エピクロロヒドリン 3.4 g (36.8 ミリモル) を N - メチルピロリドン 10 ml に溶解した溶液を添加し、室温で 2 時間攪拌を継続した。このフラスコにメタノール 20 ml を加え、水素化ナトリウムを処理した後、純水 40 ml、トルエン 80 ml 加えた。得られた反応生成物に純水 20 ml を加えて洗浄し、この洗浄操作を 3 回繰り返した。純水によって洗浄した後の液から有機層を分離した。分離した有機層を濃縮して得られた油状物質を、ヘキサン、酢酸エチルを展開溶媒としたシリカゲルカラムクロマトグラフィー法によって精製し、白色結晶の 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ(2 - グリシジルオキシプロピル)エーテル 0.81 g (1.8 ミリモル) を得た。生成物の 1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ(2 - ヒドロキシプロピル)エーテルに対する収率は、30 モル %であった。

20

30

【0070】

得られた生成物について、上記した特性測定を行った結果は次のとおりであり、1, 4 - ジヒドロアントラセン - 9, 10 - ジ(2 - グリシジルオキシプロピル)エーテルであることが確認された。

(1) 融点: 96 ~ 99 。

(2) IR スペクトル (KBr, cm^{-1}): 600、650、670、760、830、860、920、960、1080、1120、1250、1340、1440、1460、1580、1620 などの波長に吸収が認められた。

(3) ^1H -NMR (CDCl_3 , ppm): $\delta = 1.31 - 1.37$ (m, 6H)、2.33 - 2.39 (m, 2H)、2.69 - 3.73 (m, 2H)、2.83 - 2.86 (m, 2H)、3.00 (t, $J = 7\text{ Hz}$, 2H)、3.22 - 3.27 (m, 2H)、3.67 - 3.75 (m, 4H)、3.85 - 4.06 (m, 6H)、6.17 - 6.21 (m, 1H)、6.96 - 7.03 (m, 1H) 7.42 - 7.46 (m, 2H)、8.08 - 8.13 (m, 2H)。

40

(4) Mass スペクトル: (EI-MS) $m/z = 440$ (M^+)。

【0071】

(評価例 1)

カチオン重合性化合物として脂環式エポキシ化合物 (ダウ・ケミカル社製 UVR 6105) 100 部に対し、光重合開始剤としてヨードニウム塩 (チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製 イルガキュア 250) 2.5 部そして光重合増感剤として実施例 1 で合成した 1

50

、4 - ジヒドロアントラセン - 9 , 10 - ジ (2 - グリシジルオキシエチル) エーテル 1 . 0 部よりなる光重合開始剤組成物を混合し、光重合性組成物を調製した。該組成物をポリエステルフィルム (東レ製ルミラー、ルミラーは東レ株式会社の登録商標) の上にバーコーターを用いて膜厚が 12 ミクロンになるように塗布した。ついで、表面から高圧水銀ランプを用いて光照射した。照射光の中心波長は 366 nm で照射強度は 1 mW / cm² である。べたつき (タック) がなくなるまでの光照射時間「タック・フリー・タイム」は 1 . 5 分であった。

【 0072 】

(評価例 2)

カチオン重合性化合物として脂環式エポキシ化合物 (ダウ・ケミカル社製 UVR 6105) 100 部に対し、光重合開始剤としてヨードニウム塩 (チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製イルガキュア 250) 2 . 5 部そして光重合増感剤として実施例 2 で合成した 1 , 4 - ジヒドロアントラセン - 9 , 10 - ジ (2 - グリシジルオキシプロピル) エーテル 1 . 0 部よりなる光重合開始剤組成物を混合し、光重合性組成物を調製した。該組成物をポリエステルフィルム (東レ製ルミラー) の上にバーコーターを用いて膜厚が 12 ミクロンになるように塗布した。ついで、表面から高圧水銀ランプを用いて光照射した。照射光の中心波長は 366 nm で照射強度は 1 mW / cm² である。べたつき (タック) がなくなるまでの光照射時間「タック・フリー・タイム」は 2 . 0 分であった。

【 0073 】

(比較例 1)

1 , 4 - ジヒドロアントラセン - 9 , 10 - ジ (2 - グリシジルオキシエチル) エーテルを添加しない以外は評価例 1 と全く同様に光重合性組成物を調製し、高圧水銀ランプ (中心波長 366 nm、照射強度 1 mW / cm²) を照射して硬化時間を求めたが、組成物は 30 分照射後も硬化しなかった。

【 0074 】

(比較例 2)

1 , 4 - ジヒドロアントラセン - 9 , 10 - ジ (2 - グリシジルオキシエチル) エーテルの代わりに公知の光重合増感剤である 9 , 10 - ジブトキシ - 1 , 4 - ジヒドロアントラセン (特開 2003 - 2855 の実施例 2 の化合物) を添加した以外は評価例 1 と全く同様に光重合性組成物を調製し、高圧水銀ランプ (中心波長 366 nm、照射強度 1 mW / cm²) を照射して硬化時間を求めた。べたつき (タック) がなくなるまでの光照射時間「タック・フリー・タイム」は 2 . 2 分であった。

【 0075 】

上記評価例及び比較例より、本発明の 1 , 4 - ジヒドロアントラセン - 9 , 10 - ジエーテル化合物が光カチオン重合における光重合増感効果を有し、公知の光重合増感剤である 9 , 10 - ジブトキシ - 1 , 4 - ジヒドロアントラセンと比較しても同等あるいはそれ以上の優れた増感効果を有していることが分かる。

【 0076 】

(昇華試験 1)

評価例 1 において調製し、光硬化したフィルムをオープン中で 200 に加熱した。一定時間ごとにフィルムをオープンから出して、UV スペクトルを測定し、1 , 4 - ジヒドロアントラセン - 9 , 10 - ジ (2 - グリシジルオキシエチル) エーテルに起因する 318 nm の吸収強度を求めて、昇華の程度を調べた。その結果、10 分後に添加した 1 , 4 - ジヒドロアントラセン - 9 , 10 - ジ (2 - グリシジルオキシエチル) エーテルの 8 % 昇華していることが判明した。その結果を表 1 に示す。

(昇華試験 2)

比較例 2 において調製し、光硬化したフィルムをオープン中で 200 に加熱した。一定時間ごとにフィルムをオープンから出して、UV スペクトルを測定し、9 , 10 - ジブトキシ - 1 , 4 - ジヒドロアントラセンに起因する 318 nm の吸収強度を求めて、昇華の程度を調べた。その結果、10 分後に添加した 9 , 10 - ジブトキシ - 1 , 4 - ジヒド

10

20

30

40

50

ロアントラセンの30%昇華していることが判明した。その結果を表1に示す。

【0077】

【表1】

	光重合増感剤	昇華率 (200°C、10分) %
昇華試験1	1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジ(2-グリシジルオキシエチル)エーテル	8
昇華試験2	9,10-ジブトキシ-1,4-ジヒドロアントラセン *1	30

*1 特開2003-2855号公報の実施例2の化合物

10

【0078】

表1から次のことが明らかである。すなわち、本発明の1,4-ジヒドロアントラセン-9,10-ジエーテル化合物は光カチオン重合において光重合増感剤として効果を有するばかりでなく、硬化物中において、耐昇華性が優れていることが分かる。

20

フロントページの続き

(72)発明者 沼田 繁明

神奈川県川崎市川崎区塩浜 3 丁目 1 0 番 1 号 川崎化成工業株式会社内

F ターム(参考) 4J036 AB01 AB07 AB09 AJ01 GA24 HA02 JA01 JA06