



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106280574 A

(43)申请公布日 2017.01.04

(21)申请号 201610644573.7

G03G 17/02(2006.01)

(22)申请日 2011.04.05

G03G 17/04(2006.01)

(30)优先权数据

61/321,017 2010.04.05 US

(62)分案原申请数据

201180017596.0 2011.04.05

(71)申请人 希毕克斯影像有限公司

地址 美国加利福尼亚州

(72)发明人 杜惠 张小加 臧宏玖 古海燕

(74)专利代理机构 北京康信知识产权代理有限公司
责任公司 11240

代理人 张英 宫传芝

(51)Int.Cl.

C09C 1/36(2006.01)

C09C 3/12(2006.01)

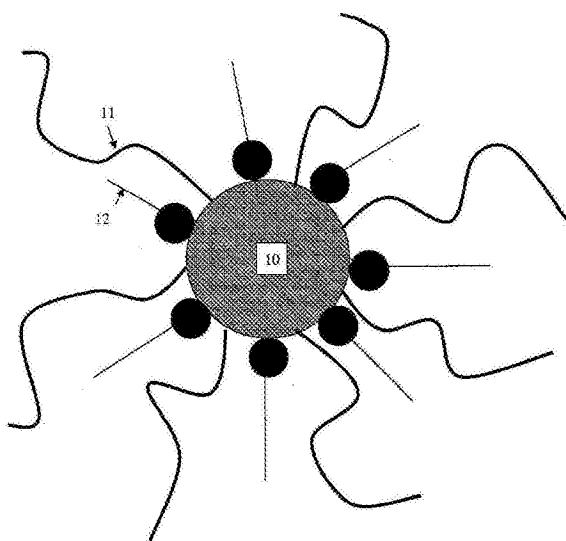
权利要求书1页 说明书8页 附图7页

(54)发明名称

用于电泳显示器的颜料颗粒

(57)摘要

本发明涉及用于电泳显示器的颜料颗粒。本发明涉及电泳显示液，尤其涉及，分散在溶剂或溶剂混合物中的颜料颗粒，和它们的制备方法。根据本发明生产的颜料颗粒，在电场溶液中稳定，在颗粒表面有所需电荷和电荷密度。



1. 一种适用于电泳显示器的颜料颗粒,包含:
 - a)附着在颜料颗粒的表面的长链聚合物稳定剂;和
 - b)电荷生成组分,其中所述电荷生成组分是位于所述长链聚合物稳定剂之间并且直接附着到所述颜料颗粒的表面的电荷控制剂。
2. 如权利要求1所述的颜料颗粒,其中所述长链聚合物稳定剂是单链或支链的低聚物或聚合物。
3. 如权利要求1所述的颜料颗粒,其中所述颜料颗粒的表面用连接到所述长链聚合物稳定剂的反应部分功能化。
4. 如权利要求1所述的颜料颗粒,其中所述颜料颗粒是TiO₂微粒。
5. 一种用于生产如权利要求1所述长链聚合物稳定剂的方法,所述方法包括表面聚合物接枝、表面聚合、自由基聚合、可逆加成断裂链转移聚合或原子转移自由基聚合。
6. 一种电泳液,包含分散在溶剂或溶剂混合物中的如权利要求1所述颜料颗粒。
7. 如权利要求6所述的电泳液,其中所述颜料颗粒具有相同颜色并带负电或正电电荷极性,所述颜料颗粒分散在对比色的溶剂或溶剂混合物中。
8. 如权利要求6所述的电泳液,其中所述颜料颗粒为两种对比色并带相反电荷。
9. 一种电泳显示器,包括填充有如权利要求6所述电泳液的显示单元。
10. 如权利要求9所述的电泳显示器,其中所述显示单元是微杯。
11. 如权利要求9所述的电泳显示器,其中所述显示单元是微胶囊。

用于电泳显示器的颜料颗粒

[0001] 本申请是申请日为2011年4月5日的题为“用于电泳显示器的颜料颗粒”的中国专利申请No.201180017596.0的分案申请。

技术领域

[0002] 本发明涉及颜料颗粒、电泳显示液和利用这种电泳液的电泳显示器，和它们的制备方法。

背景技术

[0003] 电泳显示器(EPD)是基于影响悬浮在绝缘溶剂中的带电颜料颗粒的电泳现象的非发光装置。EPD一般由一对间隔开的板状电极组成。至少一个电极板，一般在观看侧，是透明的。含分散在其中的颜料颗粒的绝缘溶剂的电泳液被包围在两个电极板间。

[0004] 电泳液可具有分散在对比色的溶剂或溶剂混合物中的一种带电颜料颗粒类型。在这种情况下，当电压差加到两电极板间，颜料颗粒被吸引移动到与颜料颗粒极性相反的板。这样，在透明板显示的颜色是溶剂的颜色或颜料颗粒的颜色。反转板极性将导致颗粒移动回相反的板，因而反转颜色。

[0005] 可替换地，电泳液可具有两种类型对比色的并带相反电荷的颜料颗粒类型且两种类型的颜料颗粒分散在透明溶剂或溶剂混合物中。在这种情况下，当将电压差加到两电极板间，两种类型的颜料颗粒将向显示单元的相反末端(顶部或底部)移动。这样在显示单元可视侧可见到两种类型颜料颗粒的颜色的一种。

[0006] 对于所有类型电泳显示器，显示器各显示单元中所含的电泳液无疑是装置最关键的部分之一。液体组合物在很大程度上决定装置的寿命、对比率、切换速率和双稳定性。

[0007] 在理想分散，在所有操作条件下，带电颜料颗粒保持分离并不彼此团聚或粘附到电极。另外，液体中的所有成分必须化学稳定并与存在于电泳显示器中的其他物质相容。

发明内容

[0008] 本发明的第一方面涉及适用于电泳显示器的颜料颗粒，其包含：

[0009] a)附着在颜料颗粒表面的长链聚合物稳定剂；和

[0010] b)电荷生成组分。

[0011] 在一种实施方式中，电荷生成组分是插入到长链聚合物稳定剂间并直接附着在颜料颗粒裸露表面的电荷控制剂。

[0012] 在一种实施方式中，颜料颗粒进一步包括结合到颜料颗粒表面的具有功能部分的短链分子；电荷生成组分是与短链分子相互作用的电荷控制剂。

[0013] 在一种实施方式中，长链聚合物稳定剂包含侧链，并且电荷生成组分是与长链聚合物稳定剂侧链相互作用的电荷控制剂。

[0014] 在一种实施方式中，电荷生成组分是直接连接到颜料颗粒表面的具有带电基团的分子。

[0015] 在一种实施方式中,长链聚合物稳定剂是长链聚合物并且电荷生成组分是具有插入长链聚合物的极性头或带电官能团的电荷控制剂。

[0016] 在一种实施方式中,颜料颗粒被包裹在由与长链聚合物稳定剂连接的交联剂形成的聚合物网络内。

[0017] 在一种实施方式中,长链聚合物稳定剂是在颜料颗粒表面形成交联聚合物网络的长链聚合物,并且电荷生成组分是散布在长链聚合物间,但不直接与颜料颗粒表面接触的电荷控制剂。

[0018] 在一种实施方式中,长链聚合物稳定剂是单链或分支链的低聚物或聚合物。

[0019] 在一种实施方式中,用连接到长链聚合物稳定剂的反应部分功能化颜料颗粒的表面。

[0020] 在一种实施方式中,本发明涉及生产长链聚合物稳定剂的方法,所述方法包括表面聚合物接枝、表面聚合、自由基聚合、可逆加成断裂链转移聚合(RAFT)或原子转移自由基聚合(ATRP)。

[0021] 本发明的第二个方面涉及电泳液,其包括分散在溶剂或溶剂混合物中的本发明的颜料颗粒。

[0022] 在一种实施方式中,电泳液包含分散在对比色的溶剂或溶剂混合物中的一种类型的带电颜料颗粒。

[0023] 在一种实施方式中,电泳液包含两种类型的对比色的颜料颗粒。

[0024] 本发明的第三方面涉及电泳显示器,其包括填充有本发明电泳液的显示单元。

[0025] 在一种实施方式中,显示单元是微杯。

[0026] 在一种实施方式中,显示单元是微胶囊。

附图说明

[0027] 图1-7描述了本发明的颜料颗粒。

具体实施方式

[0028] 电泳显示器依靠带电颜料颗粒在电场下移动以显示图像。用于分散带电颜料颗粒的溶液或溶液混合物通常为低介电常数的有机溶剂。

[0029] 根据本发明的颜料颗粒,在电场下有机溶剂中稳定,在颗粒表面有所需电荷和电荷密度,并且不团聚。

[0030] 本发明的一个方面涉及颜料颗粒的结构设计和它们的制备方法。

[0031] 在一种实施方式中,颜料颗粒的电荷通过由电荷相互作用、氢键、范德华力、疏水-疏水相互作用等吸附在颗粒表面的电荷生成组分,例如电荷控制剂(CCA)的使用而产生。

[0032] 在另一种实施方式中,颜料颗粒的电荷通过由化学键连接电荷生成组分,例如带电官能团到颗粒表面产生。

[0033] 图1示出了本发明颜料颗粒的一种类型。在此设计中,长链聚合物稳定剂(11)附着到颜料颗粒(10)表面。在颜料颗粒表面的长链聚合物稳定剂间有裸露空间。因此电荷生成组分,例如电荷控制剂(12)可插入到长链聚合物稳定剂间并直接附着到颜料颗粒的裸露表面。由于长链聚合物稳定剂的存在用此方法制备的颗粒可容易地在溶剂中悬浮。

[0034] 希望长链聚合物稳定剂在颜料颗粒表面产生约1nm至约50nm，优选约5nm至约30nm，和更优选约10nm至约20nm厚度的空间位阻。

[0035] 可基于在电泳液中所用溶剂的特性选择合适的长链聚合物稳定剂。稳定剂是单链或支链的低聚物和/或聚合物。

[0036] 取决于聚合物与分散颗粒的溶剂的相容性和/或聚合物链的密度和长度，长链聚合物稳定剂可在颗粒表面具有不同构型，例如线团、拉伸链(stretched chains)或不规则卷曲链(irregular tangled chains)。

[0037] 在本发明内容中，长链聚合物稳定剂也可具有刷状或纤维状结构。

[0038] 在颜料颗粒表面，可只有一种单一类型长链聚合物稳定剂或几种类型的不同结构的聚合物稳定剂。

[0039] 特定的聚合物稳定剂可包括，但不限于，聚乙烯、聚丙烯、聚丙烯酸酯、聚氨酯、聚酯或聚硅氧烷。

[0040] 对电泳显示器的双稳定性，更优选有更多侧链或更长长度的聚合物作为稳定剂。这种聚合物可通过单体包括，但不限于，丙烯酸月桂酯、甲基丙烯酸月桂酯、丙烯酸2-乙基己酯、甲基丙烯酸2-乙基己酯、丙烯酸己酯、甲基丙烯酸己酯、丙烯酸正辛酯、甲基丙烯酸正辛酯、丙烯酸正十八酯、甲基丙烯酸正十八酯形成。

[0041] 值得注意的是本发明所描述的稳定剂适合于本发明所有实施方式(例如，图1-7)。在交联剂存在的情况下聚合物稳定剂可以交联以在颜料颗粒表面形成聚合物网络。

[0042] 一般而言，在本发明所示颗粒表面上的稳定剂的存在对获得优良的电泳液很关键。聚合物稳定剂材料的选择将依赖于材料与在电泳液中所用溶剂的相容性。例如，如在烃溶剂中，聚酯不能稳定其中的颗粒，而丙烯酸酯可提供稳定的分散。

[0043] 为了在颗粒表面形成长链聚合物稳定剂，首先用待与长链聚合物稳定剂连接的反应部分功能化(即，预处理)颗粒表面。

[0044] 例如，羟基封端的长链稳定剂可附着到首先用异氰酸酯硅烷(例如，3-异氰酸酯基丙基三甲氧基硅烷)连接的颜料颗粒表面。然后，异氰酸酯硅烷的异氰酸酯基与长链聚合物稳定剂的羟基反应。

[0045] 可替换地，长链聚合物稳定剂可为异氰酸酯封端，例如聚(丙二醇)、苯亚甲基2,4-二异氰酸酯(Aldrich 433497)封端。在此情况下，带氨基的硅烷(例如，N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷、3-氨基丙基三甲氧基硅烷)首先与颜料颗粒结合和随后氨基将与长链聚合物稳定剂的异氰酸基结合。

[0046] 更可替换地，将引发剂和/或可聚合基团结合到颗粒表面，接着聚合单体到颗粒表面以形成足够长以在电泳液中稳定颜料颗粒的链。例如，带丙烯酸酯基的硅烷(例如，甲基丙烯酰氧丙基三甲氧基硅烷或N-[3-(三甲氧基硅烷基)丙基]-N'-(4-乙烯基苯基)乙二胺盐酸盐)可连接到颗粒表面，和然后不同类型的丙烯酸类单体将聚合到颗粒表面以形成长链聚合物稳定剂。

[0047] 另外也可以具有极性基团(例如丙烯酸)的丙烯酸类单体可直接附着到颗粒表面和然后其他单体可与颗粒表面的不饱和键聚合。

[0048] 另一可替换方案为直接将引发剂连接到颗粒表面以引发颗粒表面上的聚合。例如，4,4'-偶氮双(4-氰基戊酸)或2,2'-偶氮双(2-甲基丙脒)二盐酸盐可结合到颗粒表面并

引发聚合。表面聚合在适合引发剂产生自由基的溶剂，例如甲苯、四氢呋喃、苯等中完成。这样的反应在60℃至90℃之间进行至多24小时。

[0049] 其他可选方案为共聚物或嵌段共聚物。可共聚有不同结构的单体以在颗粒表面形成聚合物稳定剂。例如，苯乙烯和丙烯酸乙基己酯可一起使用以调节链的柔性。聚合物链的刚性可影响带不同电荷极性颜料颗粒间的相互作用。但对相反的带电颜料颗粒，适度刚性对更好的分离更优选。

[0050] 本发明所有实施方式(例如，图1-7)中所用的电荷控制剂(CCA)与电泳液中的溶剂相容并与颗粒表面相互作用以为颜料颗粒有效产生正电荷或负电荷。

[0051] CAA的实例可包括，但不限于，Solsperse 17000(活性聚合分散剂)、Solsperse 9000(活性聚合分散剂)、OLOA 11000(琥珀酰亚胺无灰分散剂)、Unitox 750(乙氧基化物)、Span 85(山梨醇三油酸酯)、Petronate L(磺酸钠)、Alcolec LV30(大豆卵磷脂)、Petrostep B100(石油磺酸盐)或B70(磺酸钡)。

[0052] 图2说明本发明颜料颗粒的另一种类型。在所示的颜料颗粒中，除了附着到颜料颗粒(20)表面的长链聚合物稳定剂(21)，还存在具有也结合到颜料颗粒表面的功能基团(22a)的短链分子(22)。在此情况下，短链分子与为颜料颗粒提供电荷的电荷控制剂(23)相互作用。短链分子的链具有1至50个碳，优选3至30个碳，和更优选3至15个碳的链长。这种短链分子的实例包括，但不限于，柠檬酸、甲基膦酸3-(三羟基硅烷基)丙酯、氨基丙基三甲氧基硅烷、缩水甘油基丙基三甲氧基硅烷、羟甲基三乙氧基硅烷、氨基丙烯酰氧丙基三甲氧基硅烷、N-[3-(三甲氧基硅烷基)丙基]-N'-(4-乙烯基苄基)乙二胺盐酸盐或含极性部分的氯硅烷。

[0053] 图3说明又一种本发明颜料颗粒类型。在所示的颜料颗粒中，附着到颜料颗粒(30)表面的长链聚合物稳定剂(31)具有与为颜料颗粒提供电荷的电荷控制剂(33)相互作用的侧链(32)。侧链(32)包含极性基团，例如羟基、羧基、胺、酰胺、硫醇基、异氰酸盐/酯或吡咯等。这些官能团是自然长链聚合物稳定剂的部分或通过嵌段聚合产生。例如，颗粒表面上丙烯酸与丙烯酸月桂酯共聚并形成带摇摆侧酸基的长链聚合物稳定剂。这样的带有官能团的丙烯酸类单体可以为乙烯基吡咯烷酮、N-异丙基丙烯酰胺、甲基丙烯酸2-(二甲基氨基)乙酯、丙烯酸2-羟丙酯、甲基丙烯酸等。通过聚合工艺设计和条件控制来控制官能团的量和官能团在长链聚合物稳定剂的位置。

[0054] 图4说明又一种本发明颜料颗粒类型。如所示，不但长链聚合物稳定剂(41)附着到颜料颗粒(40)表面，而且具有带电基团的分子(42)也直接连接到颜料颗粒表面。在此情况下，电泳液中不需要电荷控制剂。电荷(正或负)嵌在由长链聚合物稳定剂形成的有机空间阻挡层内。

[0055] 带电基团是硫酸甲酯季铵盐、琥珀酰亚胺、磺酸盐或石油磺酸钠、磷酸盐等。

[0056] 这种结构的优点是电荷性质稳定，因此其对电泳显示器的连续驱动、寿命和热寿命有益。

[0057] 图5说明本发明的颜料颗粒(50)，在其表面有长链聚合物稳定剂伸展。长链聚合物稳定剂的密度可影响电荷控制剂(52)和颗粒表面的相互作用。电荷控制剂的极性头或带电官能团插入聚合物链，使得实际电荷部分靠近颗粒表面而长链聚合物稳定剂将伸展以保护内部电荷。换句话说，不带电的长链聚合物稳定剂作为防护屏。当电泳液包括两种对比色的

带电颜料颗粒类型(例如,黑和白)时这尤为重要。由不带电长链聚合物稳定剂形成的保护屏可保持带相反电荷的两颜料颗粒分离。但是,如果长链聚合物稳定剂的密度过高,电荷控制剂很难插入到长链聚合物间的空间。另一方面,如果浓度过低,将没有足够的聚合物分子以稳定电泳液中的颗粒。

[0058] 图1-5的颜料颗粒都有接近颗粒表面产生或嵌在聚合物稳定剂内、但不直接在表面的电荷(正或负)以避免颗粒粘结到一起。

[0059] 图6说明被包裹在交联聚合物网络中(即,聚合物壳)(61)的另一种类型的颜料颗粒(60)。使用交联剂(例如,二乙烯基苯或二甲基丙烯酸乙二酯)将长链聚合物稳定剂(61a)连接到一起以在颜料颗粒表面形成网络。这种构造使表面更坚固和粘性更低。可通过不同成分调节形成的聚合物网络的交联密度(例如,约1至20%)。

[0060] 如图6所示的交联结构或包裹结构也有提高电泳显示器光寿命的另外的功能。当二氧化钛(TiO_2)用作白色颜料颗粒这个优点更突出。已知 TiO_2 有光催化作用。更具体地,由于在光照下 TiO_2 易于产生自由基,因而引起电荷转移到电泳液的其他成分,当 TiO_2 颗粒存在于电泳液颜料颗粒的电荷和电泳液中的电荷平衡将受到影响。图6的结构可防止 TiO_2 颗粒彼此或与其他电泳液中的成分,尤其电荷控制剂(62)直接或接近接触,因此最小化光催化作用。

[0061] 图7说明本发明颜料颗粒的又一种类型,其在颜料颗粒(70)表面既有长链(71)又有交联聚合物网(72)。在这种颜料颗粒类型中,交联的聚合物网接近颜料颗粒,而长链很长和因此似乎穿过聚合物网。在这种结构中,电荷控制剂(73)可分散在长链间,但不能与颜料颗粒表面直接接触。

[0062] 聚合物含量或颜料表面聚合层的自未交联长链聚合物稳定剂或自交联聚合网的厚度也对显示性能有重要影响。首先,更大尺寸和更高比重的颗粒需要更多聚合物含量以在密度匹配液态介质实现稳定化。第二,如果颜料颗粒表面上有更多电荷,那么为了分离带相反电荷的颗粒优选更厚的聚合物涂层。因此保持颗粒所带电荷和聚合涂层厚度间的平衡十分重要。

[0063] 可通过多种技术制备由稳定剂形成的聚合物涂层(交联或非交联的)。以上描述了部分技术。例如,长链聚合物稳定剂可通过化学键直接接枝到颗粒表面。在另一种实施方式中,使用以,例如丙烯酸类单体在颗粒表面的常规自由基聚合。在另一种实施方式中,为了更好控制聚合物稳定剂表面密度、聚合物稳定剂链长和嵌段共聚合链的构成和长度优选活性自由基聚合技术。活性自由基聚合包括例原子转移自由基聚合(ATRP)如或可逆加成断裂链转移聚合(RAFT)技术。

[0064] 本发明的另一方面涉及电泳液,其包含分散在溶剂或溶剂组合物中的以上所述的颜料颗粒。电泳液可只含一种类型的颜料颗粒或含两种类型的对比色并带相反电极性的颜料颗粒。

[0065] 本发明中所用颜料可为无机颜料,例如 TiO_2 、 ZrO_2 、 ZnO 、 Al_2O_3 、C1颜料黑26或28等(例如,铁锰黑尖晶石或铜铬黑尖晶石)。它们也可以是有机颜料例如酞菁蓝、酞菁绿、联苯胺黄、二芳基AAOT黄、和喹吖啶酮、偶氮、罗丹明(rhodamine)、来自Sun Chemical的二萘嵌苯颜料系列,来自Kanto Chemical的汉沙黄G颜料,和来自Fishe的碳灯黑。

[0066] 为了高颗粒移动性分散颜料颗粒的溶剂或溶剂混合物优选具有低黏度和介电常

数在约2至约30范围，优选约2至约15。适合的电介质溶剂的实例包括烃例如合成异构烷油、十氢化萘(DECALIN)、5-亚乙基-降冰片烯、脂肪油、石蜡油、硅液；芳香烃例如甲苯、二甲苯、苯基二甲苯基乙烷、十二烷基苯和烷基萘；卤代溶剂例如全氟萘烷、全氟甲苯、全氟二甲苯、二氯三氟甲苯、3,4,5-三氯三氟甲苯、氯五氟-苯、二氯壬烷、五氯苯；和全氟化溶剂例如来自3M公司，St.Paul MN的FC-43、FC-70和FC-5060，来自TCI美国，波兰、俄勒冈的低分子量含卤聚合物例如聚(全氟氧化丙烯)，来自Halocarbon Product Corp., River Edge, NJ的聚(三氟氯乙烯)例如卤化碳油，来自杜邦Delaware Ausimont的全氟聚烷基醚例如Krytox Oils and Greases K-Fluid系列中的Galden，来自Dow-corning(DC-200)的基于硅油的聚二甲基硅氧烷。

[0067] 在含两种带相反电荷极性和对比色的颜料颗粒类型的电泳液中，颗粒优选有以上描述的聚合物层在它们的表面以阻止它们彼此粘结。此外，在黑/白显示设备的情况下，白状态和黑状态的反射率将遭受彼此粘结。长链聚合物稳定剂将适用于此目的。

[0068] 此外，两种带电颜料颗粒类型的聚合物稳定剂最好不同且不相容。例如，对于白色颜料颗粒，丙烯酸月桂酯可用作表面长链聚合物稳定剂和对于黑色颜料颗粒，甲基丙烯酸乙基己酯可用作可交联长链聚合物稳定剂。

[0069] 本发明的另一方面涉及电泳显示器，其中显示单元充满以上描述的电泳液。术语“显示单元”旨在涉及各自填充显示液的微-容器。“显示单元”的实例包括，但不限于，微杯、微胶囊、微-通道、其他类型的分区显示单元及其等价物。

[0070] 实施例

[0071] 实施例1.白色颜料颗粒的制备

[0072] A. 颜料颗粒表面预处理

[0073] 向1L反应器，加入TiO₂(杜邦Ti-pure R-931,40g)、异丙醇(IPA,350g)、去离子水(10g)和γ-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷(Z-6030Dow Corning,12g)。将反应器加热到65°C在超声浴机械搅拌。在IPA中再分散固体、离心、并在50°C干燥真空下过夜以生产所需产物。

[0074] B. 长链聚合物稳定剂的形成

[0075] 向250ml烧瓶，加入步骤A制备的表面处理的颗粒(20g)和甲苯(80g)并超声处理30分钟，接着加入甲基丙烯酸乙基己酯(40g)和偶氮二异丁腈(AIBN,25mg)。烧瓶用氮净化20分钟并然后加热到70°C。12小时后，通过在6000rpm离心10分钟回收聚合物涂层的颗粒。真空中在50°C干燥固体以生产最终产物。

[0076] 实施例2.带负电荷颜料颗粒的制备

[0077] A. 颜料颗粒表面预处理

[0078] 向250ml烧瓶，加入黑444(Shepherd,10g)、IPA(100ml)和去离子水(3g)并超声处理30分钟，然后加入γ-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷(Z-6030Dow Corning,10g)。磁力搅拌下将反应器加热到70°C。24小时后，6000rpm离心混合物10分钟。在IPA(100ml)中再分散固体、离心、并在50°C干燥真空下过夜以生产所需产物。

[0079] B. 加入负电荷

[0080] 向250ml烧瓶，加入以上步骤A制备的颗粒(5g)、异丙醇(IPA,50ml)和丙烯酸(1g)并超声处理5分钟。磁力搅拌下将烧瓶加热到70°C。6小时后，6000rpm离心混合物10分钟。在

IPA(50ml)中再分散固体、离心并在50℃干燥真空下过夜以生产所需产物。

[0081] C. 长链聚合物稳定剂的形成

[0082] 向250ml烧瓶,加入以上步骤B制备的颗粒(2g)和甲苯25g并超声处理30分钟,然后加入丙烯酸月桂酯(10g)和偶氮二异丁腈(AIBN,25mg)。烧瓶用氮净化20分钟并然后加热到80℃。19小时后,通过在6000rpm离心10分钟回收聚合物涂层的颗粒。真空下在50℃干燥固体以生产最终产物。

[0083] 实施例3.具有交联聚合物涂层的白色颗粒

[0084] A. TiO₂颗粒表面预处理

[0085] 向1L反应器,加入TiO₂(杜邦R-931,40g)、IPA(320g)、去离子水(10g)和N-[3-(三甲基硅烷基)丙基]-N'-(4-乙烯基苯基)乙二胺盐酸盐(Z-6030,Dow Corning,12g)。将反应器加热到65℃在超声浴机械搅拌。5小时后,在6000rpm离心混合物10分钟。在IPA(300g)中再分散固体、离心并在50℃干燥真空下过夜以生产所需产物。

[0086] B. 在颜料颗粒上形成交联聚合物网络

[0087] 向250ml烧瓶,加入步骤A制备的颗粒(40g)和甲苯160g并超声处理30分钟,然后加入甲基丙烯酸月桂酯(40g)、二乙烯基苯(10g)和AIBN(0.5g)。烧瓶用氮净化20分钟并然后加热到70℃。12小时后,通过在6000rpm离心10分钟回收聚合物涂层的颗粒。生产的固体在甲苯中再分散并离心。真空下在室温干燥固体以生产最终产物。

[0088] 实施例4.带正电荷官能团的黑颗粒

[0089] A. 颜料颗粒上的硅烷反应

[0090] 将黑444(Shepherd)50g与400gIPA和12g水混合。然后将Z6030(Dow Corning)15g加入到混合物。将容器置于65℃温度的超声浴。混合物也用机械搅拌器搅拌2小时。然后将15g氨丙基三甲氧基硅烷加入到分散相并继续超声处理2小时。反应后,通过离心从液体中分离固体并在真空烘箱干燥。

[0091] B. 在颜料颗粒上制备聚合物层

[0092] 向反应烧瓶,加入步骤A制备的颗粒(50g)和甲苯200g并超声处理30分钟,然后加入丙烯酸月桂酯(60g)和AIBN(0.6g)。烧瓶用氮净化20分钟并然后加热到80℃。12小时后,通过在6000rpm离心10分钟回收聚合物涂层的颗粒。生产的固体在甲苯中再分散并离心。真空下在室温干燥固体以生产最终产物。

[0093] 实施例5.聚合物(长链聚合物稳定剂)接枝到白色颗粒表面

[0094] 将TiO₂粉(40g)与200gMEK(甲基乙基酮)和10ml 3-异氰酸酯基丙基三甲氧基硅烷混合。混合物在密封烧瓶并置于50℃温度超声浴3小时。反应后,通过离心从液体中分离固体并在真空烘箱干燥。

[0095] 将以上产物(10g)分散在50g甲苯。将聚(1,4-丁烯己二酸酯)(10g,Sigma Aldrich)加入到分散相,然后加入催化剂二月桂酸锡(0.1g)。反应器置于50℃温度的超声浴3小时。反应后,通过离心从液体中分离固体并在真空烘箱干燥。

[0096] 实施例6.电泳液和光学性能

[0097] 将含30%重量比实施例1中白颗粒、5%重量比实施例4中黑颗粒和1%重量比电荷控制剂Solisperse 17000的电泳液密封到微杯中并层压到底板。以15伏驱动膜并显示40%的白反射率和13的对比度。

[0098] 尽管参照其特定的实施例已经描述了本发明，本领域技术人员应当理解，在不脱离本发明真实精神和范围的情况下可以做出多种改变和替换多种等效形式。此外，可以做出多种改变以适应本发明目标、精神和范围的特定情况、物质、成分、过程、过程步骤。所有这些修改都旨在本发明所附的权利要求的范围内。

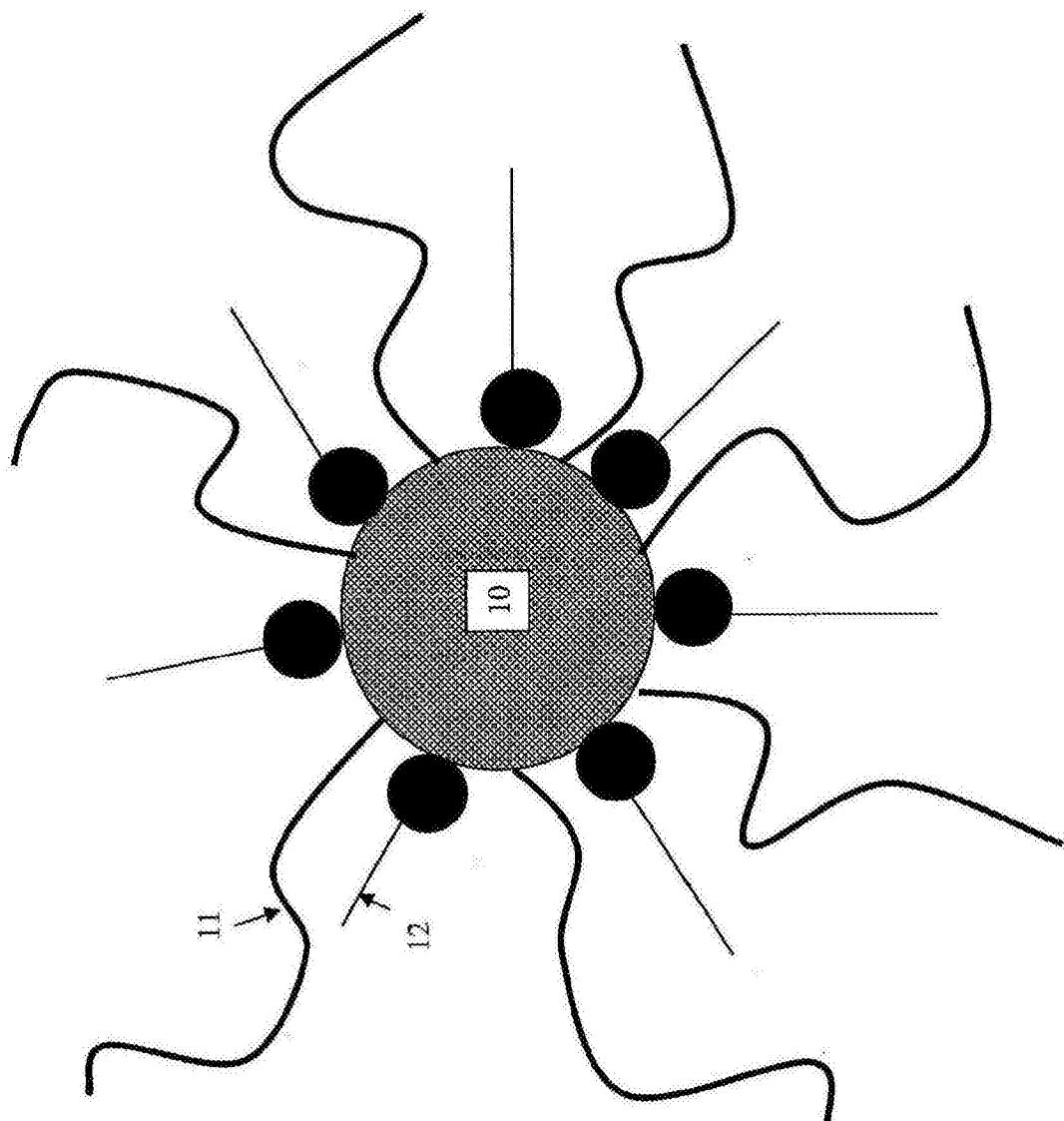


图1

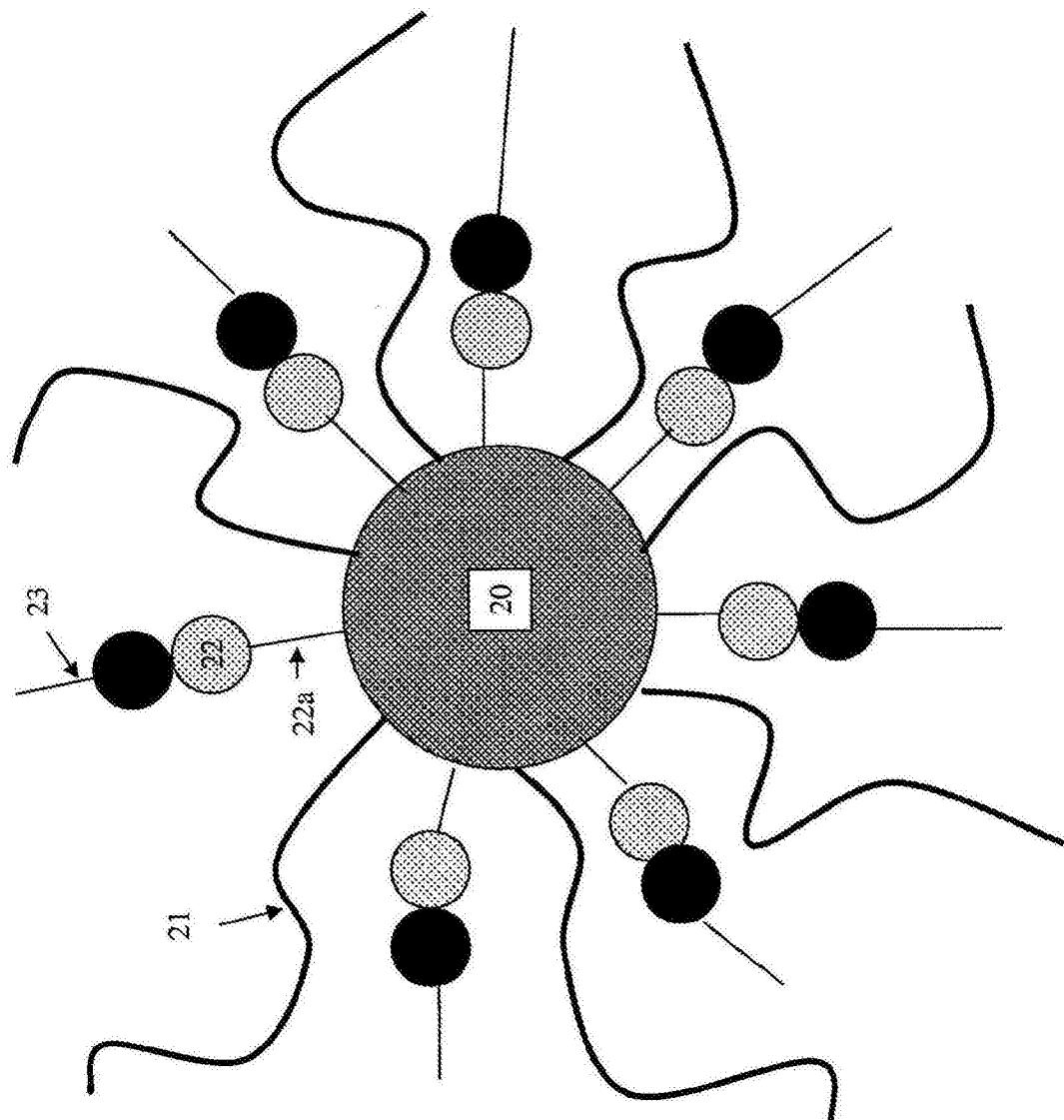


图2

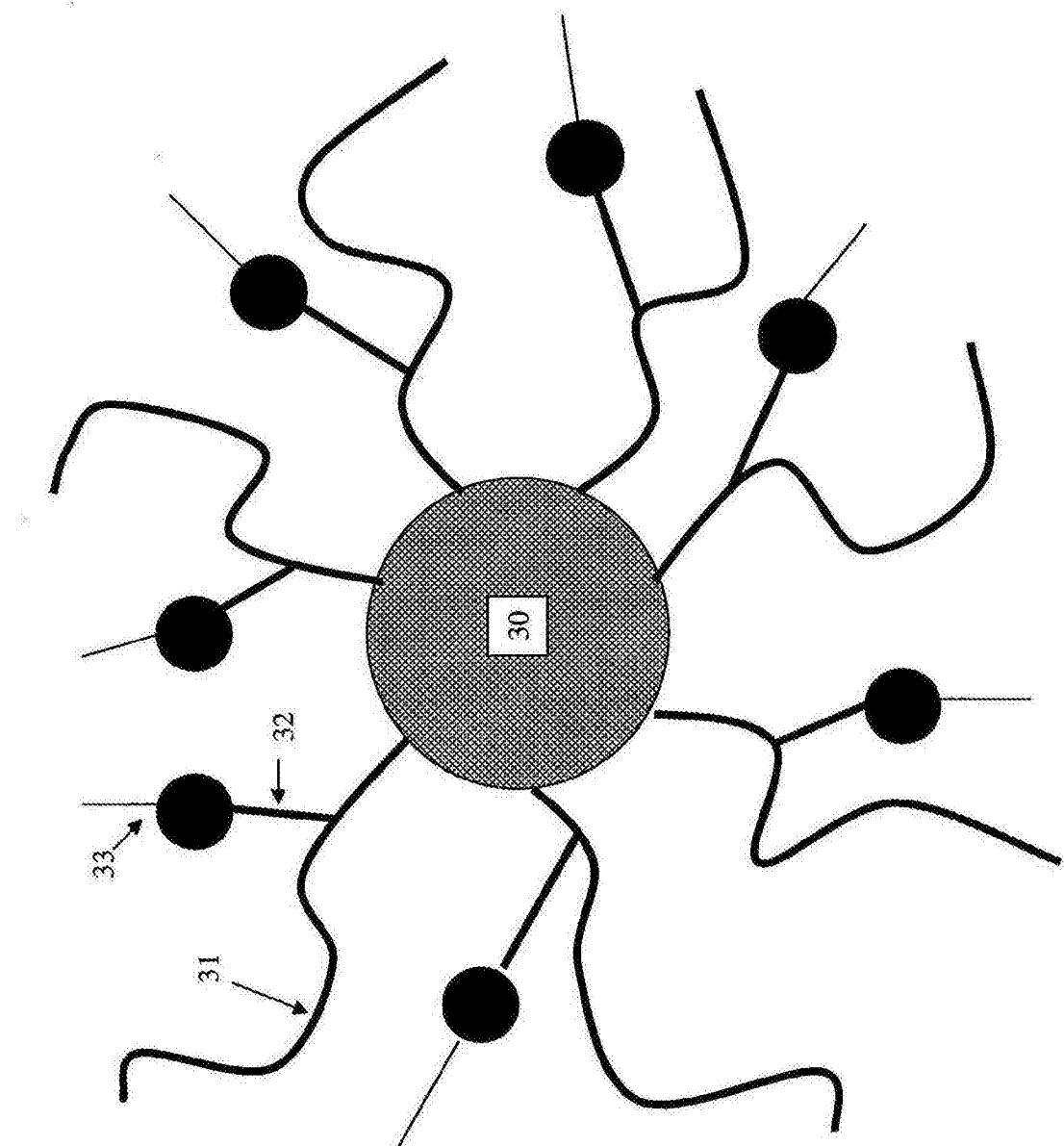


图3

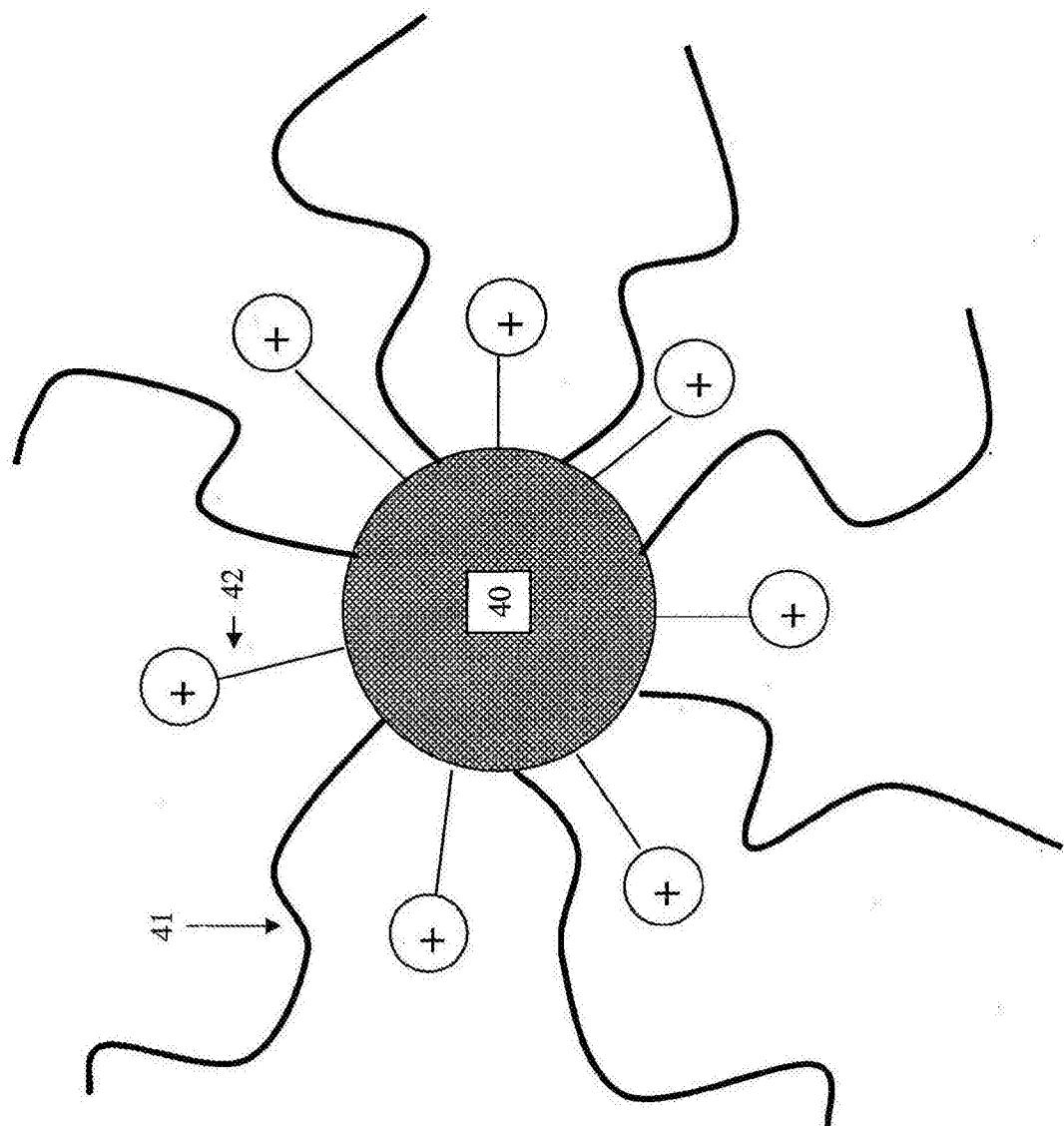


图4

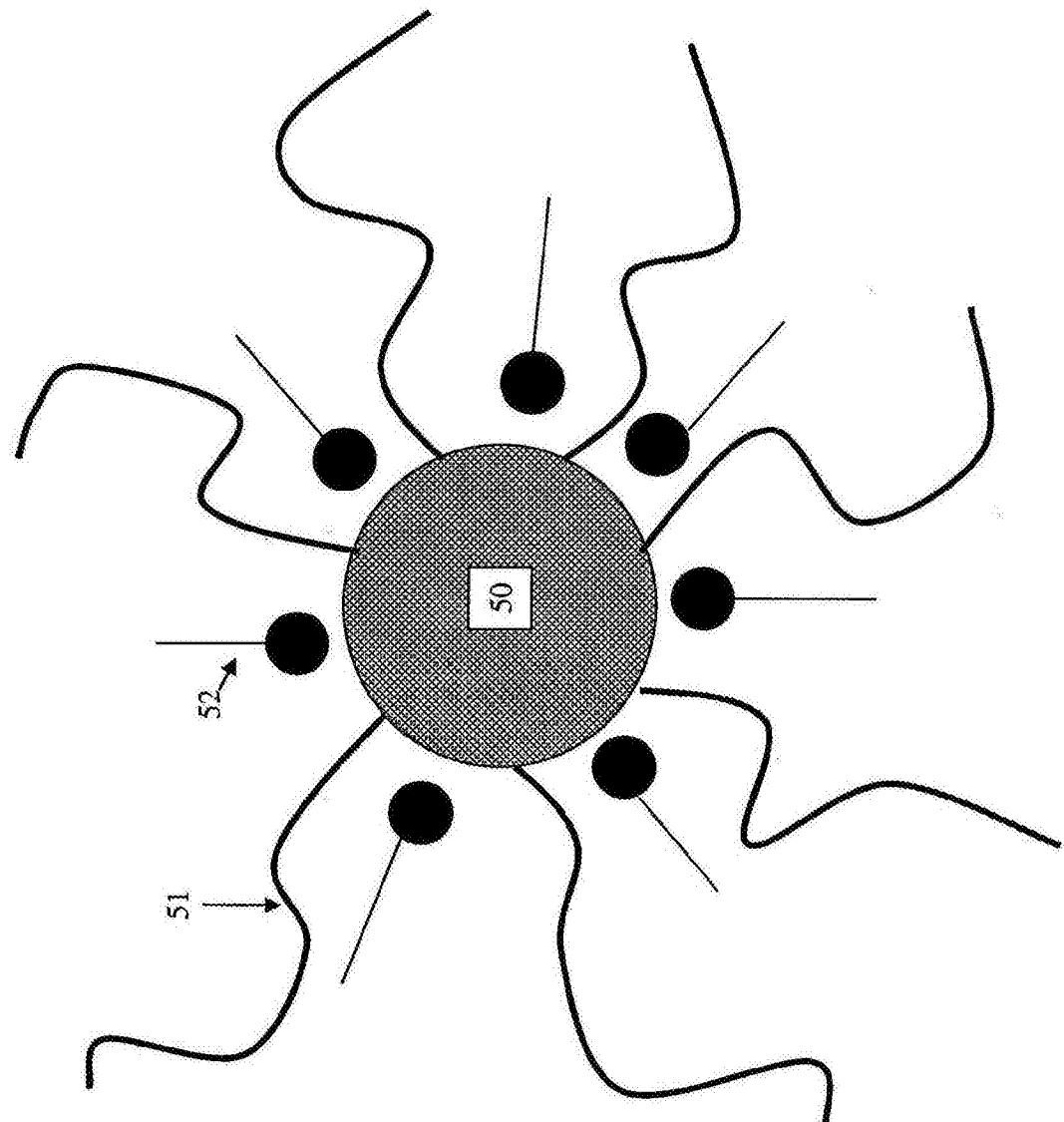


图5

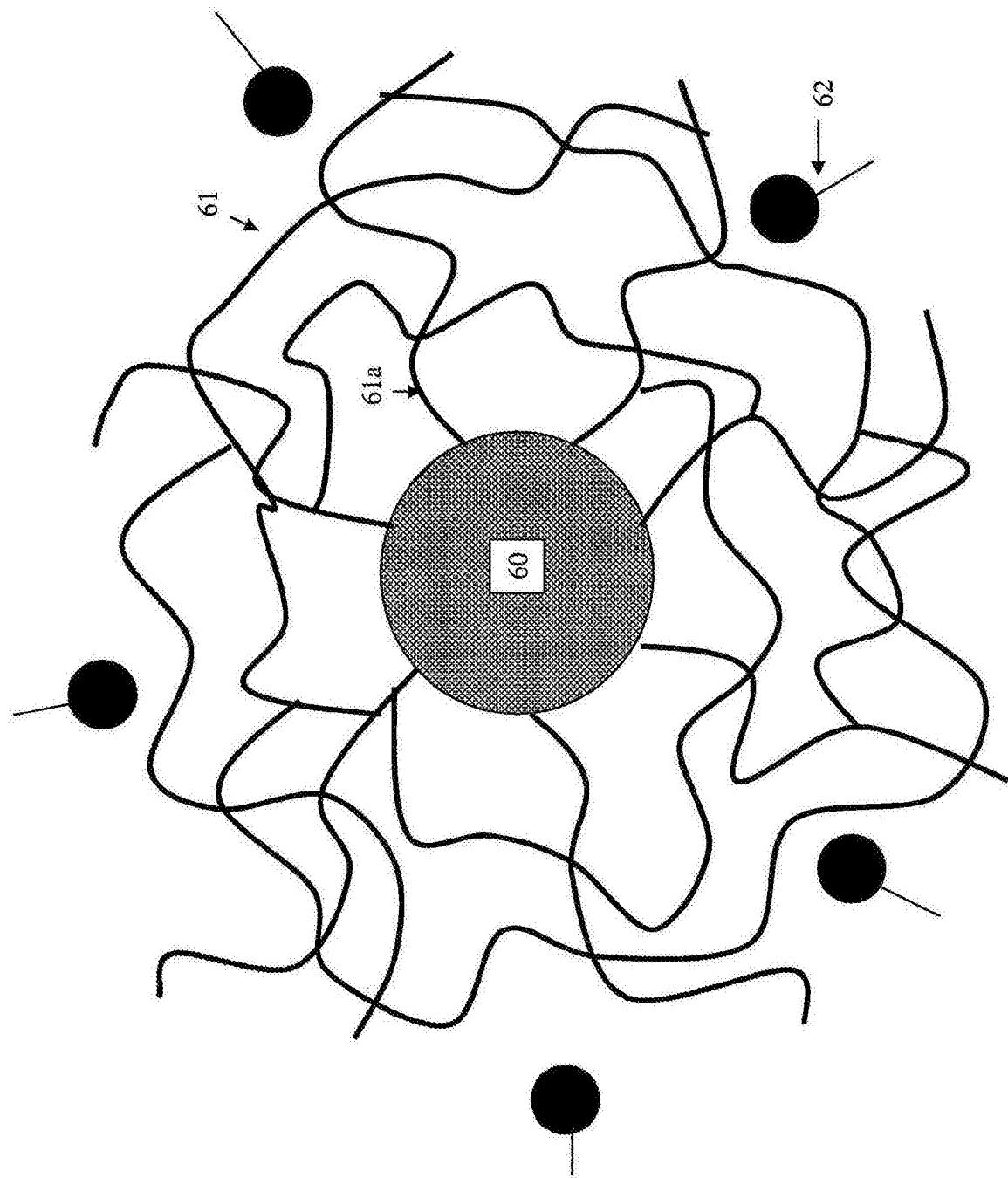


图6

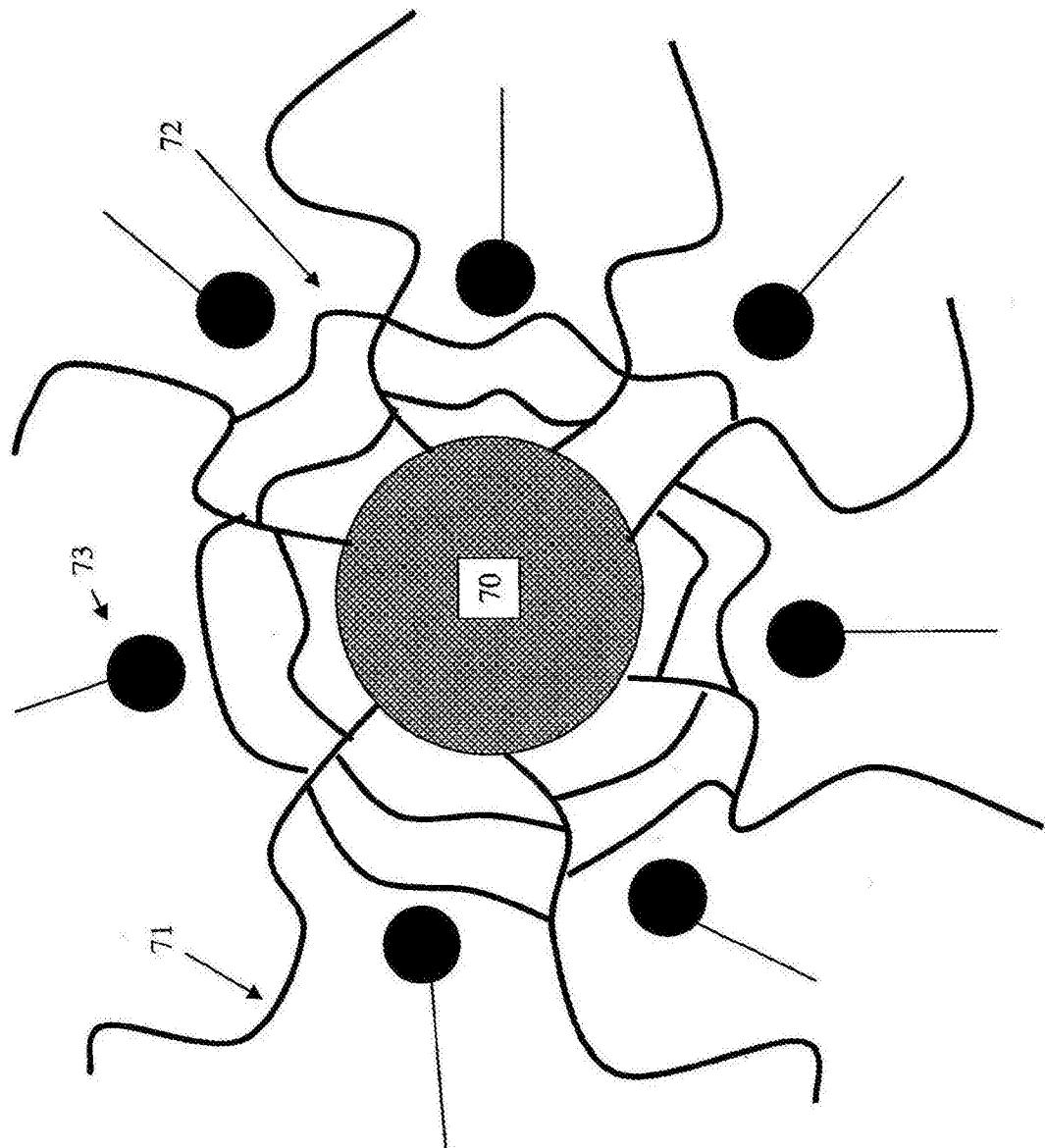


图7