

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4635007号
(P4635007)

(45) 発行日 平成23年2月16日 (2011. 2. 16)

(24) 登録日 平成22年11月26日 (2010. 11. 26)

(51) Int. Cl.

F I

G02B 5/22 (2006.01)
 G09F 9/00 (2006.01)
 C09B 23/00 (2006.01)
 C09K 3/00 (2006.01)

G02B 5/22
 G09F 9/00 313
 C09B 23/00 C S P L
 C09B 23/00 M
 C09K 3/00 105

請求項の数 8 (全 29 頁)

(21) 出願番号 特願2006-529044 (P2006-529044)
 (86) (22) 出願日 平成17年7月11日 (2005. 7. 11)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2005/012791
 (87) 国際公開番号 W02006/006573
 (87) 国際公開日 平成18年1月19日 (2006. 1. 19)
 審査請求日 平成20年2月22日 (2008. 2. 22)
 (31) 優先権主張番号 特願2004-204982 (P2004-204982)
 (32) 優先日 平成16年7月12日 (2004. 7. 12)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000004086
 日本化薬株式会社
 東京都千代田区富士見1丁目11番2号
 (74) 代理人 100102668
 弁理士 佐伯 憲生
 (72) 発明者 鳥庭 俊孝
 東京都北区志茂3-26-8
 日本化薬株式会社機能化学品
 開発研究所内
 (72) 発明者 近藤 輝優
 長野県北安曇郡池田町会染3240-53
 (72) 発明者 池田 征明
 東京都北区志茂3-26-8
 日本化薬株式会社機能化学品
 開発研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フィルタ、及びシアニン化合物

(57) 【特許請求の範囲】

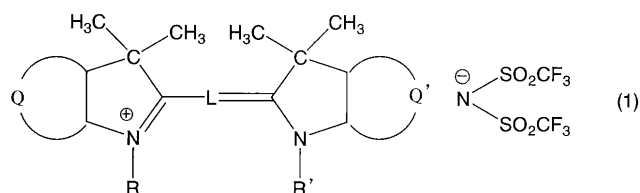
【請求項1】

シアニン色素のカチオンとジ（ハロゲノアルキルスルホニル）イミドアニオンとの塩を含有する光学フィルタ

【請求項2】

シアニン色素のカチオンとジ（ハロゲノアルキルスルホニル）イミドアニオンとの塩が下記式（1）

【化1】



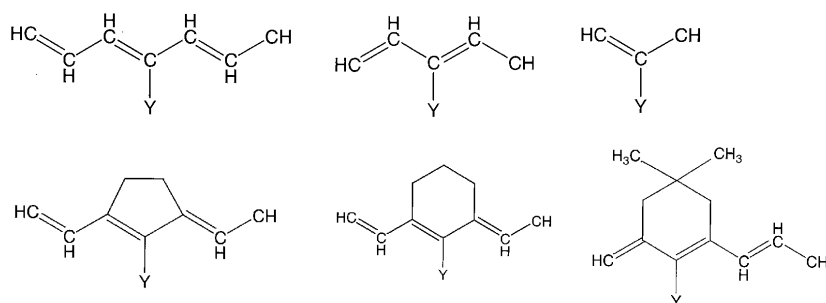
（上記式（1）に於てQ、Q'はそれぞれ独立に置換基を有してもよいベンゼン環又はナフタレン環を、R、R'はそれぞれ独立にアルキル基又はアルコキシアルキル基を、Lはカルボシアニンを形成するための連結基をそれぞれ表す。）で表されるシアニン化合物である請求項1に記載の光学フィルタ

【請求項3】

式（1）のLが下記式で表されるカルボシアニン架橋基からなる群から選ばれる1種であ

る請求項 2 に記載の光学フィルタ

【化 2】



(Yはハロゲン原子又はジフェニルアミノ基または低級アルキル基を示す。)

【請求項 4】

式 (1) の R 及び R' がメチル基又はメトキシエチル基である請求項 2 または 3 に記載の光学フィルタ

【請求項 5】

近赤外線カット用、画像特性改善用又はその両者用である請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の光学フィルタ

【請求項 6】

プラズマディスプレイパネル用である請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の光学フィルタ

【請求項 7】

近赤外線吸収剤として、更にジイモニウム化合物、フタロシアニン系化合物または、ニッケル錯体系化合物のいずれかの色素を含有する請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の光学フィルタ

【請求項 8】

ジイモニウム化合物のアニオンがシアニン色素と同一のアニオンである請求項 7 に記載の光学フィルタ

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、光学フィルタ及びシアニン化合物に関する。詳しくは、シアニン化合物を含有し、赤色～近赤外線を吸収する光学フィルタ、該化合物を含有し、赤色～近赤外線を吸収する該フィルタに使用しうる材料及び新規なシアニン化合物に関する。更に詳しくは、高い分子吸光係数（質量吸光係数）を有し、吸収波形の非常に鋭いシアニン化合物を含有し、特にプラズマディスプレイテレビの様なディスプレイ向けの近赤外線カット用又は／及び画像特性改善用に適する光学フィルタ、該シアニン化合物を含有する樹脂組成物及び新規シアニン化合物に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、盛んに検討されている大型薄型テレビ、ディスプレイとして注目されているプラズマディスプレイパネル（以下 PDP と略す）には、その機構上必然的に発生する電磁波、近赤外線、ネオン光等を遮断するために電磁波シールド、近赤外線カットフィルタ、ネオンカットフィルタ等を必要とする。そしてそれに関して数多くの検討がなされている。例えば特許文献 1 等には近赤外線カットフィルタが開示されている。またネオン等に由来する輝線を遮断し、又は／及び蛍光灯の映りこみを防止し、ディスプレイの画像特性を改善するための色素、及び該色素を用いたフィルムや光学フィルタ等の樹脂成形物等が検討されている。画像特性改善のための色素としては、必然的に発生する不必要な近赤外線及びネオン光などを遮断するために、特定波長においてシャープな吸収を有する色素が求められている。このような色素を含有する画像特性改善用光学フィルタを用いることにより

10

20

30

40

50

、画像表示装置の画像特性を著しく改善することができる。しかし、用いる色素の耐熱性、耐光性、不要な近赤外線及びネオン光などの吸収性及び可視光の透過性等の点で、満足するものが提供されていなかった。

従来、赤色～赤外線吸収材料としてのシアニン化合物は、いくつか知られている（例えば特許文献 2、3 参照）。これらの化合物の中で、対イオンが六フッ化アンチモン酸イオンであるものが耐熱性に優れ、主に使用されていた。しかしアンチモンを含む化合物は、劇物に該当する為、近年、重金属等の使用が規制を受ける産業分野、特に電気材料分野では重金属を含まない化合物が望まれていた。

【0003】

【特許文献 1】特開 2000-81511 号公報

10

【特許文献 2】特公平 5-37119 号公報

【特許文献 3】特許第 3045404 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明はこの様な状況に鑑みてなされたものであり、本発明の目的は、画像特性等の障害となる赤外線及び／又はネオン光等をカットし、かつ可視光の透過性に優れ、画像特性を改善すると共に、該性能が長期にわたり保持される光学フィルタ及びそれに適する、耐湿性、耐熱性、耐光性、特に耐湿熱性の優れた新規なシアニン化合物を提供することにある。

20

【課題を解決するための手段】

【0005】

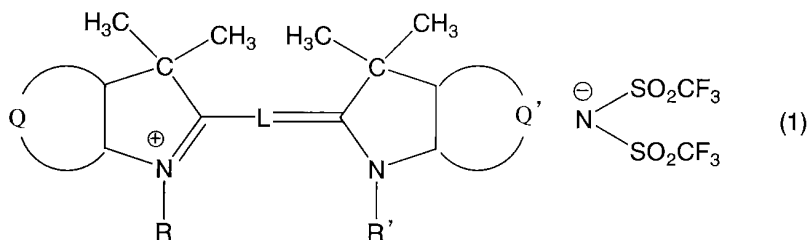
本発明者らは前記したような課題を解決すべく鋭意努力した結果、本発明を完成した。すなわち本発明は、

(1) シアニン色素のカチオンとジ（ハロゲノアルキルスルホニル）イミドアニオンとの塩を含有する光学フィルタ、

(2) シアニン色素のカチオンとジ（ハロゲノアルキルスルホニル）イミドアニオンとの塩が下記式 (1)

【化 1】

30

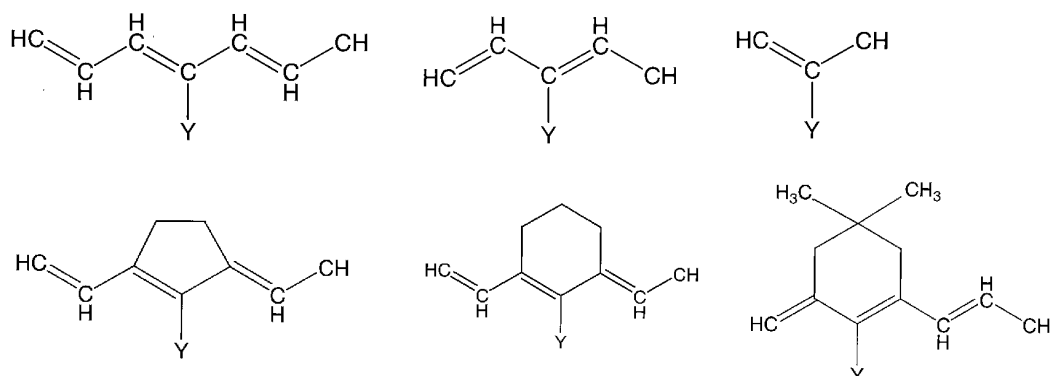


(上記式 (1) に於て Q、Q' はそれぞれ独立に置換基を有してもよいベンゼン環又はナフタレン環を、R、R' はそれぞれ独立にアルキル基又はアルコキシアルキル基を、L はカルボシアニンを形成するための連結基をそれぞれ表す。) で表されるシアニン化合物である上記 (1) に記載の光学フィルタ、

40

(3) 式 (1) の L が下記式

【化 2】



10

(Yはハロゲン原子又はジフェニルアミノ基または低級アルキル基を示す。)で表されるカルボシアニオン架橋基からなる群から選ばれる1種である上記(2)に記載の光学フィルタ、

(4) 式(1)のR及びR'がメチル基又はメトキシエチル基である上記(2)または(3)に記載の光学フィルタ、

(5) 近赤外線カット用、画像特性改善用又はその両者用である上記(1)から(4)のいずれか一項に記載の光学フィルタ、

20

(6) プラズマディスプレイパネル用である上記(1)から(5)のいずれか一項に記載の光学フィルタ、

(7) 近赤外線吸収剤として、更にジイモニウム化合物、フタロシアニン系化合物または、ニッケル錯体系化合物のいずれかの色素を含有する上記(1)から(6)のいずれか一項に記載の光学フィルタ、

(8) ジイモニウム化合物のアニオンがシアニン色素と同一のアニオンである上記(7)に記載の光学フィルタ、

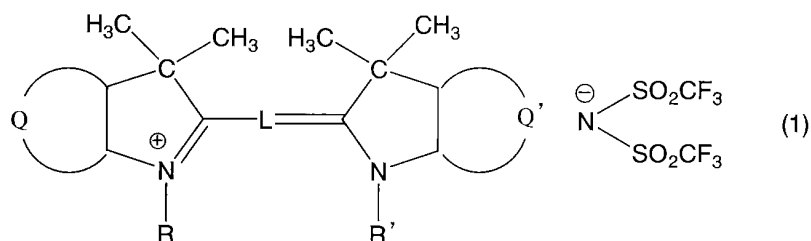
に関する。

なお、本明細書には下記の化合物に関する記載も含む。

30

(9) 下記式(1)

【化 3】

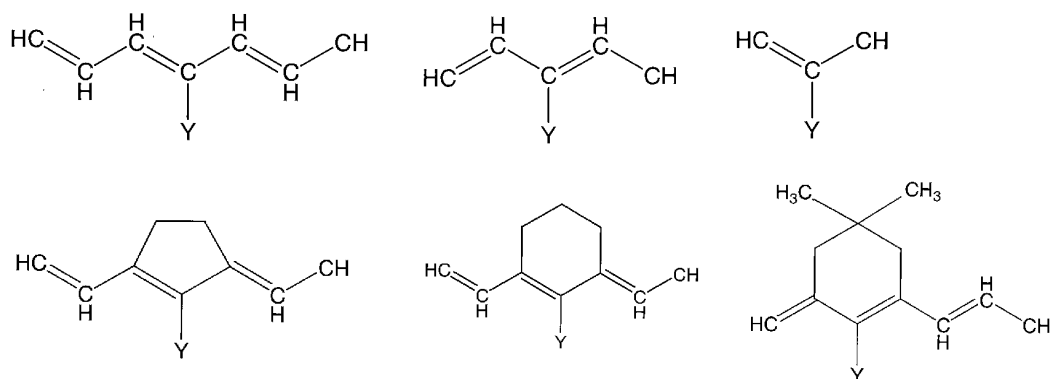


(1)

40

{上記式(1)に於てQ、Q'はそれぞれ独立にハロゲン原子またはメトキシで置換されてもよいベンゼン環又はハロゲン原子またはメトキシで置換されてもよいナフタレン環を、R、R'はそれぞれ独立にアルキル基またはアルコシアルキル基を、Lは下記式

【化 4】



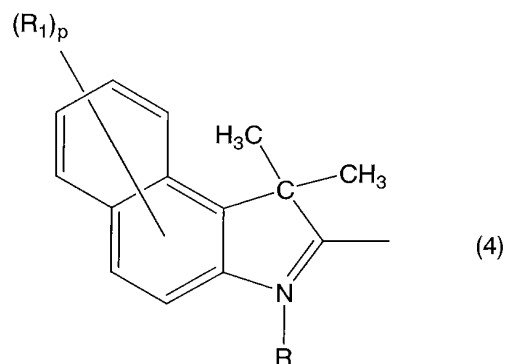
10

(Yはハロゲン原子又はジフェニルアミノ基または低級アルキル基を示す。) で表される
いずれかの連結基を表す) }

で表されるシアニン化合物。

(10) 式(1)において、Lに結合する、Q又はQ'を有するインドール基が下記式(4)

【化 4 A】



(4)

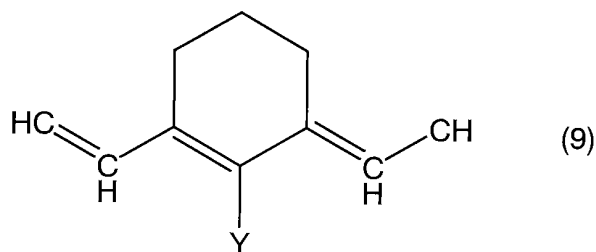
20

(式中 R_1 はハロゲン原子、アルキル基又はアルコキシアルキル基を、pは0または4以下の整数を表し、Rは前記式(1)におけるのと同じ意味を表す)

で表されるインドール基(Q'を有するインドール基の場合は、それに対応する構造式に読み替えるものとする)で表される基である上記(9)に記載のシアニン化合物。

(11) 式(1)において、Lで表される連結基が下記式(9)

【化 4 B】



(9)

40

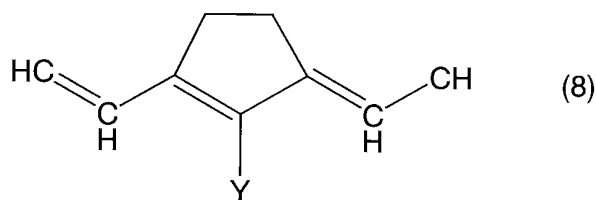
(Yはハロゲン原子又はジフェニルアミノ基または低級アルキル基を示す。) をそれぞれ表す。)

で表される連結基である上記(9)又は(10)に記載のシアニン化合物。

(12) 式(1)において、Lで表される連結基が下記式(8)

50

【化 4 C】



(Yはハロゲン原子又はジフェニルアミノ基または低級アルキル基を示す。)をそれぞれ表す。) 10

で表される連結基である上記(9)又は(10)に記載のシアニン化合物。

【発明の効果】

【0006】

本発明で用いるシアニン色素のジ(ハロゲノアルキルスルホニル)イミド塩は、アンチモン及び砒素などを含まず、劇物に該当せず、選択的に赤外線領域、ネオン等に由来する輝線又は／及び蛍光灯の映りこみ等における波長領域において、モル吸光係数が高く、耐熱性、耐光性及び溶解度等に優れた化合物である。また従来の六フッ化リン酸との塩に比べ、特に耐熱性に優れている。従って、該化合物を含むことを特徴とする本発明の光学フィルタは、アンチモン等を含有せず、耐熱性に極めて優れており、熱による分解などの反応を起こしにくい。この様な特徴を有していることから、本発明の光学フィルタは、例えばプラズマディスプレイ用の近赤外線吸収フィルタや画像特性改善用の光学フィルタに好適である。また、断熱フィルム及びサングラスのような用途にも用いることができる。 20

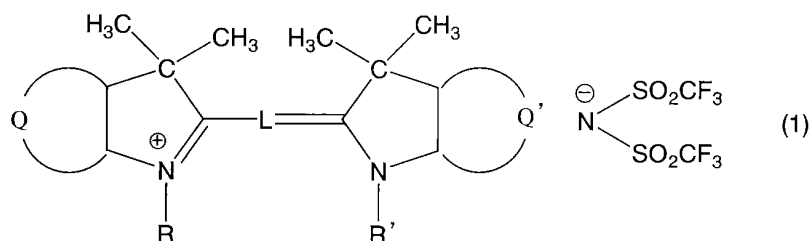
【発明を実施するための最良の形態】

【0007】

以下本発明を詳細に説明する。本発明の光学フィルタは、シアニン色素のジ(ハロゲノアルキルスルホニル)イミド塩(シアニン色素のカチオンとジ(ハロゲノアルキルスルホニル)イミドアニオンとからなる化合物)を含有する。該塩におけるジ(ハロゲノアルキルスルホニル)イミドアニオンとしては、ジ(トリフルオロメチルスルホニル)イミドアニオンが好ましい。ジ(トリフルオロメチルスルホニル)イミドアニオンを有する化合物としては下記式(1) 30

【0008】

【化 5】



【0009】

(式中Q、Q'はそれぞれ独立に置換基を有してもよいベンゼン環又はナフタレン環を、R、R'はそれぞれ独立にアルキル基またはアルコキシアルキル基を、Lはカルボシアニオンを形成するための連結基をそれぞれ表す)

で表される化合物が好ましい。なお、Q、Q'のベンゼン環又はナフタレン環上に置換してもよい基としては、ハロゲン原子、アルキル基又はアルコキシアルキル基が挙げられ、より好ましくはハロゲン原子またはメトキシ基が挙げられる。

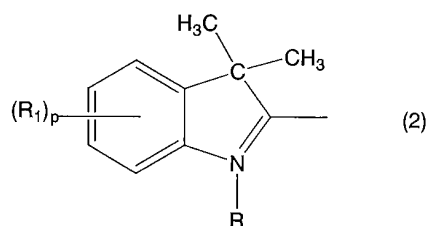
【0010】

上記式(1)において、Q、Q'を有するインドール基の具体例としては下記式(2) 50

乃至式（４）で表される基が挙げられる。但しＱ'の場合には、下記式において、インドール基は式（１）のＱ'を有するインドール基に対応する構造に読み替えるものとする。

【００１１】

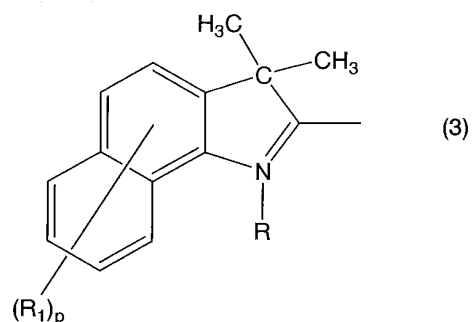
【化６】



10

【００１２】

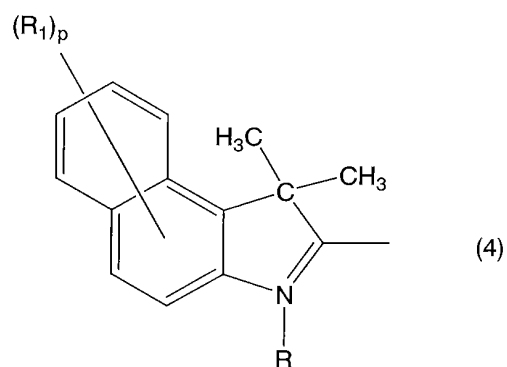
【化７】



20

【００１３】

【化８】



30

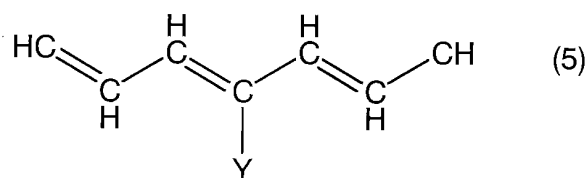
【００１４】

上記式（２）乃至式（４）において、 R_1 はハロゲン原子、アルキル基又はアルコキシアルキル基を、 p は 0 または 4 以下の整数を表す。又 R は前記式（１）におけるのと同じ意味を表す。前記式（１）において L はモノ、ジまたはトリカルボシアニンを形成する為の連結基を表し、下記式（５）乃至式（１０）のいずれかであることが好ましい。

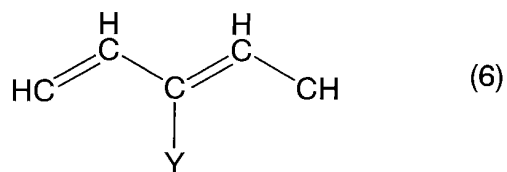
40

【００１５】

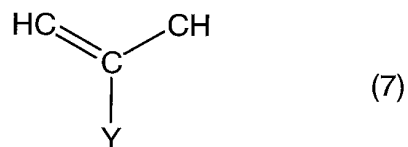
【化９】



【化 1 0】

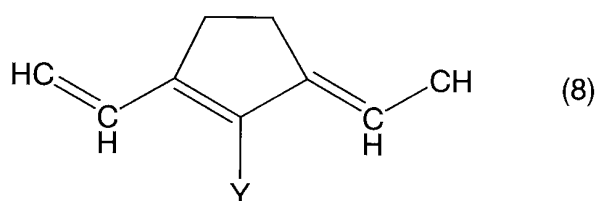


【化 1 1】



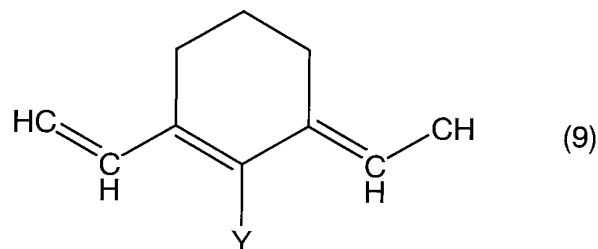
10

【化 1 2】



20

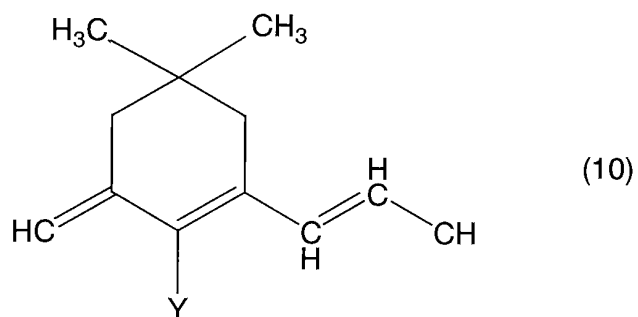
【化 1 3】



30

【0 0 1 6】

【化 1 4】



40

式 (5) 乃至式 (10) において Y は水素原子；フッ素原子、塩素原子、臭素原子などのハロゲン原子；ジフェニルアミノ基；またはメチル基、エチル基、i-プロピル基、n-ブチル基、i-ブチル基、t-ブチル基などの C 1 ～ C 4 の低級アルキル基；を表し、塩素原子が好ましい。

【0 0 1 7】

式 (1) における R、R' はそれぞれ独立にアルキル基またはアルコキシアルキル基を表す。アルキル基としては例えばメチル基、エチル基、n-プロピル基、i-プロピル基

50

、*n*-ブチル基、*i*-ブチル基、*t*-ブチル基、*n*-アミル基、*i*-アミル基、*t*-アミル基などのC1～C5のアルキル基が挙げられ、アルコシアルキル基としては例えばメトキシメチル基、メトキシエチル基、エトキシエチル基などの(C1～C4)アルコシ(C1～C4)アルキル基が挙げられる。好ましいR、R'はメチル基またはメトキシエチル基であり、合成の容易さという点からは両者が同じ基であるものが好ましい。

【0018】

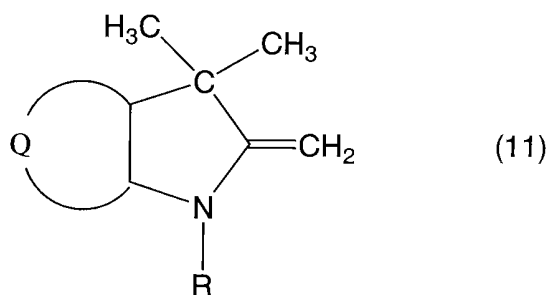
ジ(ハロゲノアルキルスルホニル)イミドアニオンにおけるアルキルとしては飽和及び不飽和の直鎖、分岐鎖及び環状のアルキル基が挙げられ、炭素数は通常1乃至36程度である。好ましくは置換基を有しても良い飽和の直鎖アルキル基で、炭素数は1乃至20、好ましくは1～10であるものが挙げられ、更に好ましくは炭素数1～4であり、炭素数1が最も好ましい。ジ(ハロゲノアルキルスルホニル)イミドアニオンにおけるハロゲン原子としてはフッ素、塩素、臭素、ヨウ素原子が好ましく、さらにはフッ素、塩素、臭素原子が好ましく、最もフッ素原子が好ましい。ジ(ハロゲノアルキルスルホニル)イミドアニオンにおけるハロゲノアルキルとしては、トリフルオロメチル基、ジフルオロメチル基、モノフルオロメチル基、ジクロロメチル基、モノクロロメチル基、ジブromoメチル基、ジフルオロクロロメチル基、ペンタフルオロエチル基、テトラフルオロエチル基、トリフルオロエチル基、トリフルオロクロロエチル基、ジフルオロエチル基、モノフルオロエチル基、トリフルオロヨードエチル基、ヘプタフルオロプロピル基、ヘキサフルオロプロピル基、ペンタフルオロプロピル基、テトラフルオロプロピル基、トリフルオロプロピル基、ジフルオロプロピル基、モノフルオロプロピル基、ペルフルオロブチル基、ペルフルオロヘキシル基、ペルフルオロオクチル基、ペルフルオロオクチルエチル基、ペンタフルオロイソプロピル基、ヘプタフルオロイソプロピル基、ペルフルオロー3-メチルブチル基、ペルフルオロー3-メチルヘキシル基などが挙げられ、トリフルオロメチル基が好ましい。

【0019】

式(1)で表されるシアニン化合物は種々の方法で製造されるが、例えば特許文献3に記載の次の方法で製造することができる。即ち、式(11)

【0020】

【化15】



(式(11)においてはQおよびRは前記式(1)におけるのと同じ意味を表す。)で表される化合物2モルと式(12)または式(13)

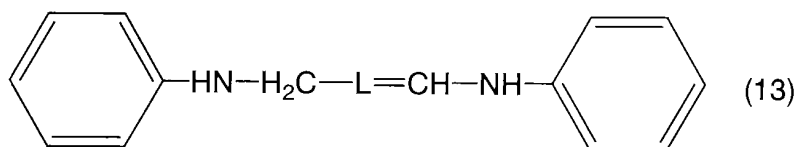
【0021】

【化16】



【0022】

【化 1 7】



【0 0 2 3】

(式 (1 2) 及び式 (1 3) において L は前記式 (1) におけるのと同じ意味を表す)

【0 0 2 4】

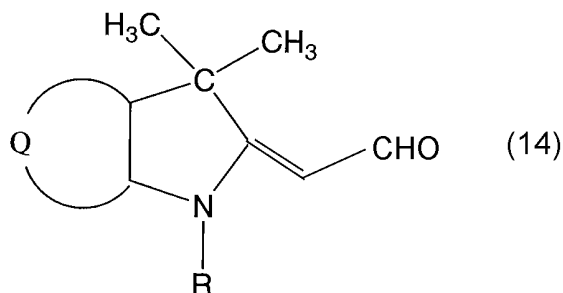
で表される化合物 1 モルおよびジ (ハロゲノアルキルスルホニル) イミドのアルカリ金属塩等の塩 1 モルを、必要に応じ酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、ピペラジン、ピペリリジン等の塩基触媒の存在下、無水酢酸、無水酢酸と氷酢酸の混合物のような脱水性の有機酸中、例えば 50 ~ 140 °C で通常 10 ~ 12 時間、好ましくは 10 ~ 60 分加熱するという条件で縮合させることによって対称シアニン化合物 (式 (1) における Q'、R' が、Q、R とそれぞれ同じである化合物) を合成することができる。非対称のシアニン化合物を合成するには、式 (1 1) の化合物 2 モルの代わりに、式 (1 1) の化合物 1 モルと、それと異なる Q、R (式 (1) における Q、R と異なる Q'、R') を有する式 (1 1) の化合物 1 モルを用いて前記と同様にして合成することができる。

【0 0 2 5】

あるいは、式 (1 4)

【0 0 2 6】

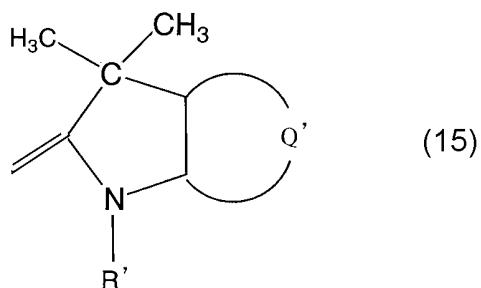
【化 1 8】



(式中、Q 及び R は式 (1) におけるのと同じ意味を表す)
の化合物 1 モルと式 (1 5)

【0 0 2 7】

【化 1 9】



(式中、Q' 及び R' は式 (1) におけるのと同じ意味を表す)
の化合物 1 モルとジ (ハロゲノアルキルスルホニル) イミドの塩 1 モルを、必要に応じ酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、ピペラジン、ピペリリジン等の塩基触媒の存在下、無水酢酸、無水酢酸と氷酢酸の混合物等の脱水性の有機酸中、例えば 50 ~ 140 °C で通常 10 ~ 12 時間、好ましくは 10 ~ 60 分加熱するという条件で縮合させることによって対称

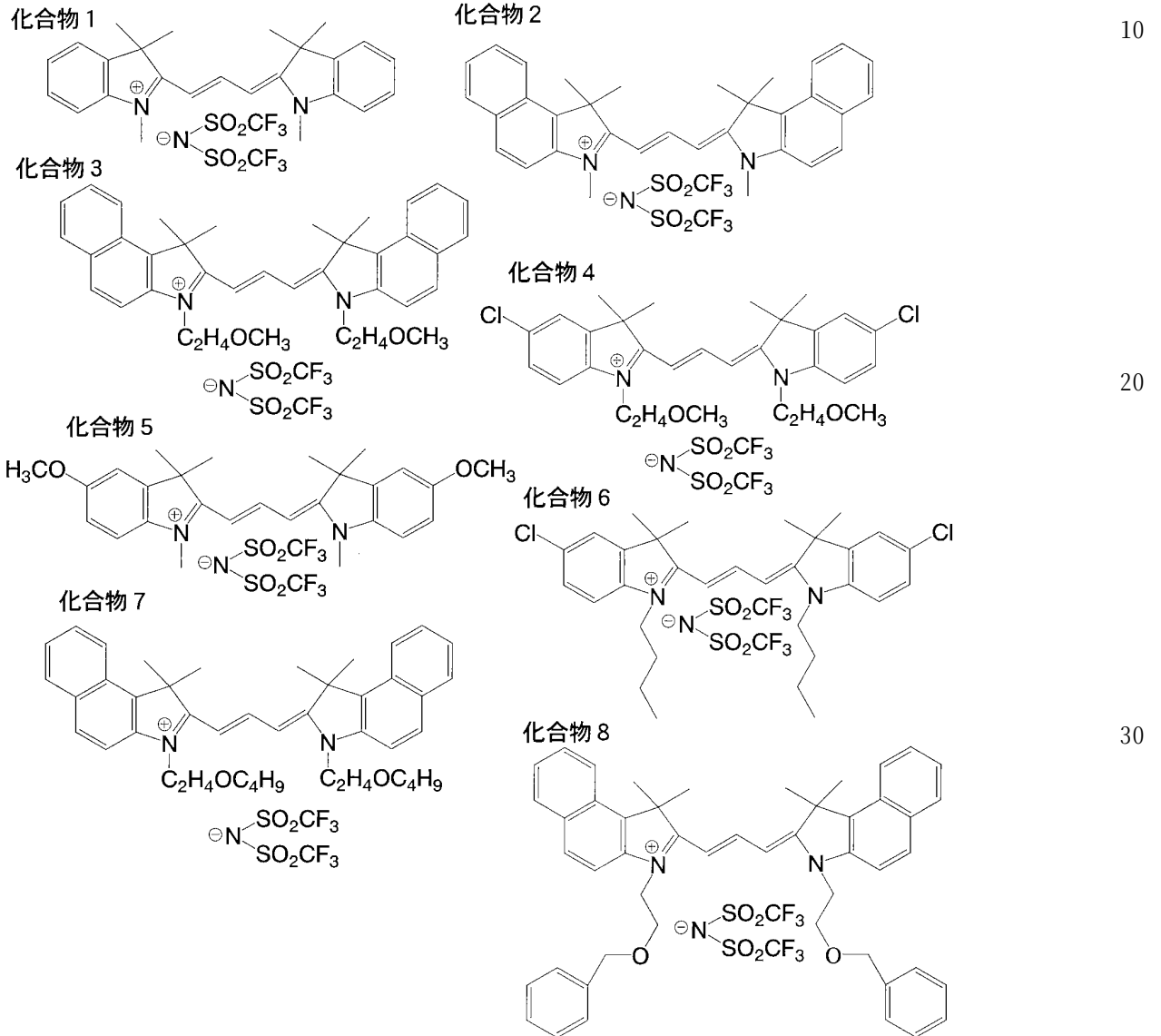
または非対称のシアニン化合物を合成することもできる。生成物は必要に応じてメタノール、エタノール或いはその他の有機溶媒から再結晶して精製してもよい。

【0028】

次に本発明で用いるシアニン色素のカチオンとジ（ハロゲノアルキルスルホニル）イミドアニオンとの塩の具体例を下記に示す。ただし、本発明で用いられる化合物例はこれらに限定されるものではない。

【0029】

【化20】



【0030】

10

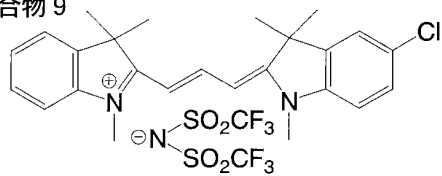
20

30

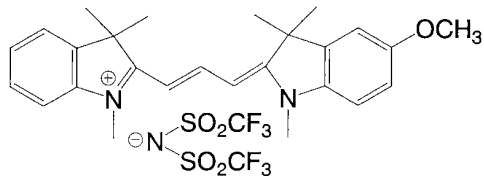
40

【化 2 1】

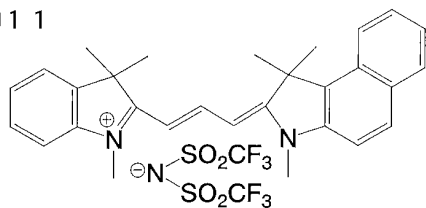
化合物 9



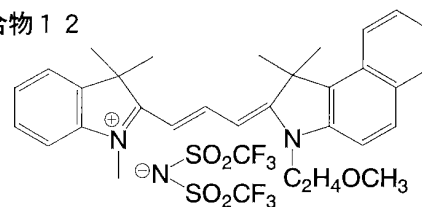
化合物 10



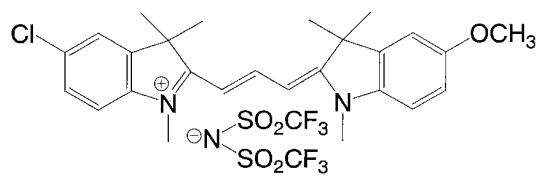
化合物 11



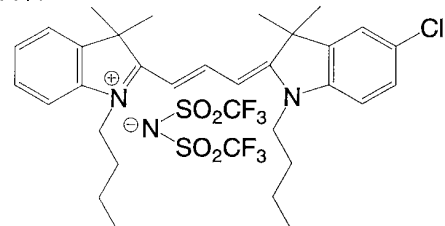
化合物 12



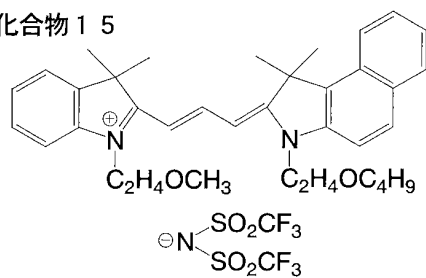
化合物 13



化合物 14



化合物 15



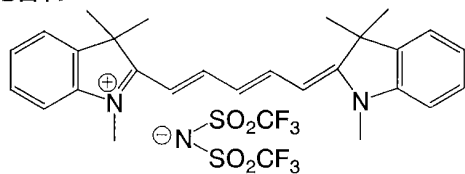
【 0 0 3 1】

10

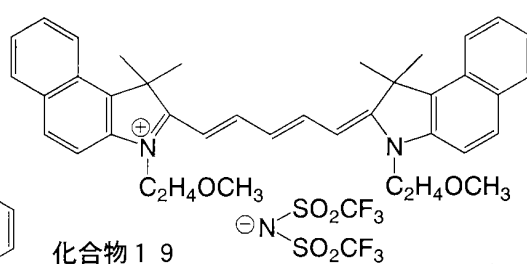
20

【化 2 2】

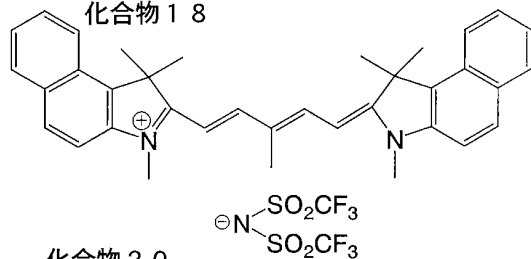
化合物 1 6



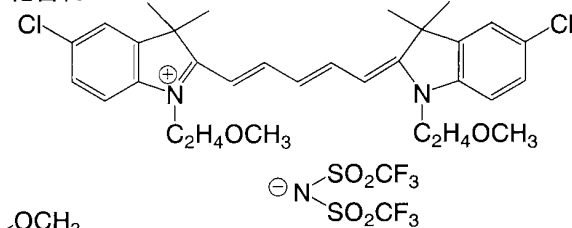
化合物 1 7



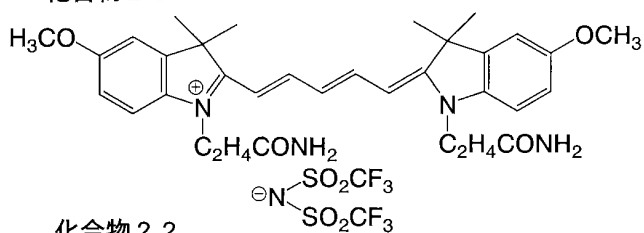
化合物 1 8



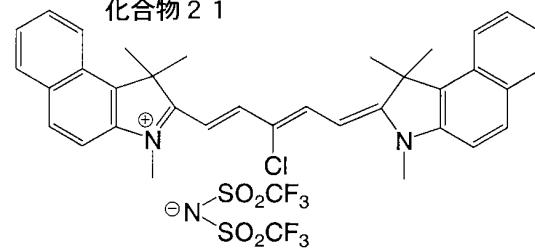
化合物 1 9



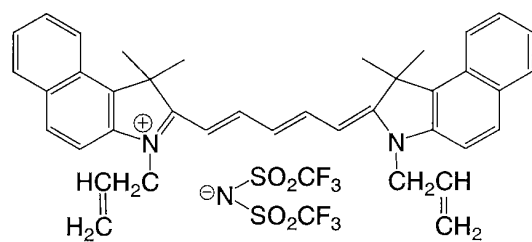
化合物 2 0



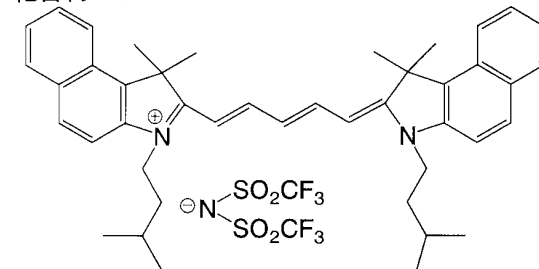
化合物 2 1



化合物 2 2



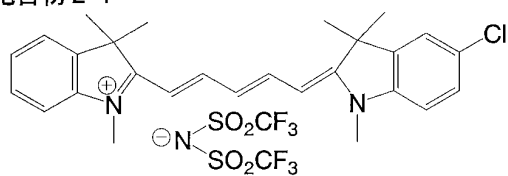
化合物 2 3



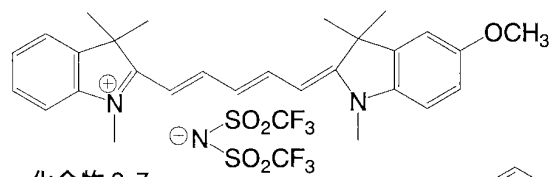
【 0 0 3 2】

【化 2 3】

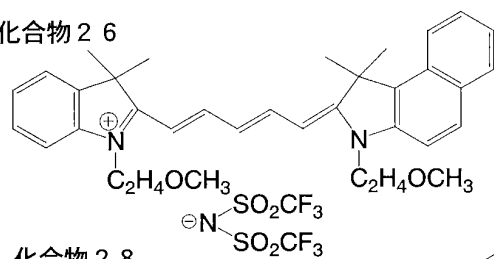
化合物 2 4



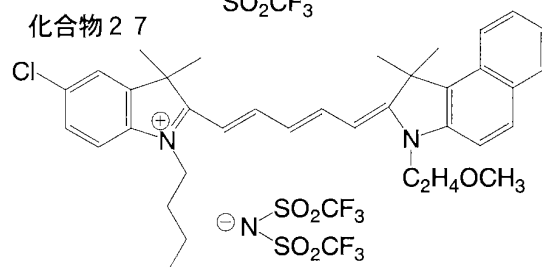
化合物 2 5



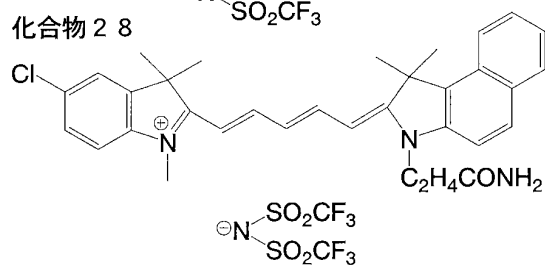
化合物 2 6



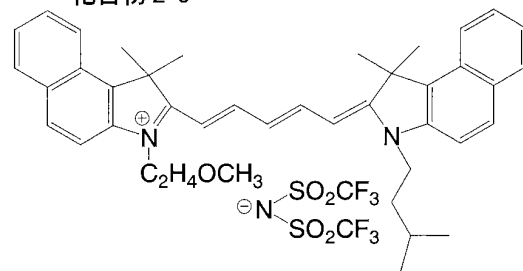
化合物 2 7



化合物 2 8



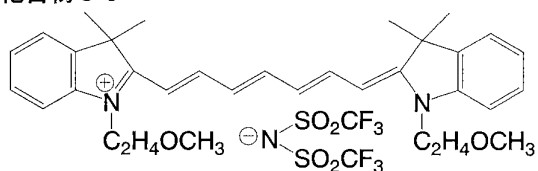
化合物 2 9



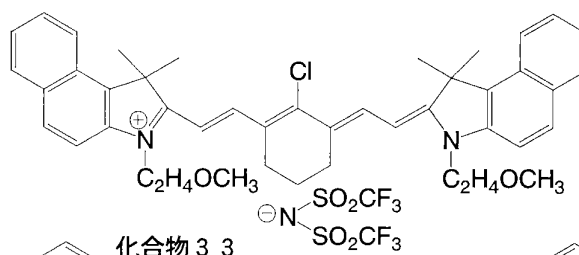
【0 0 3 3】

【化 2 4】

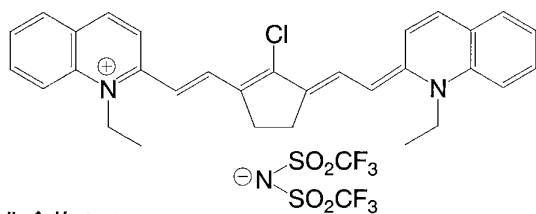
化合物 3 0



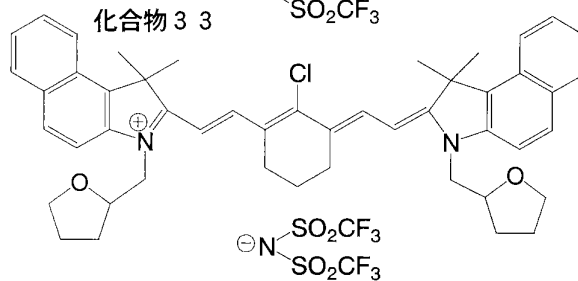
化合物 3 1



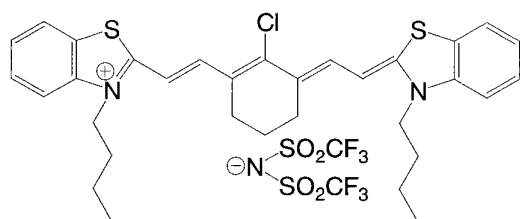
化合物 3 2



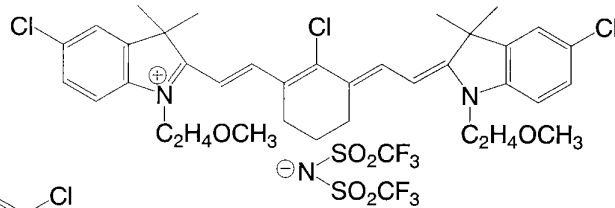
化合物 3 3



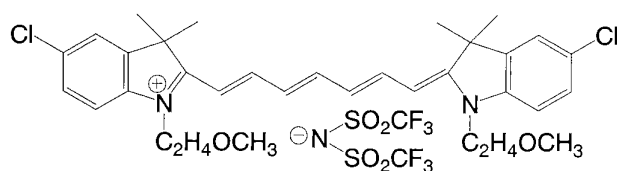
化合物 3 4



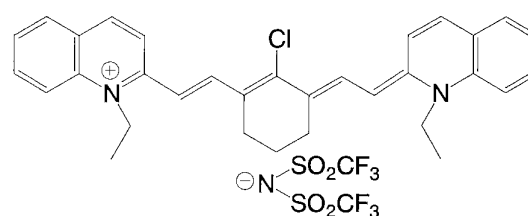
化合物 3 5



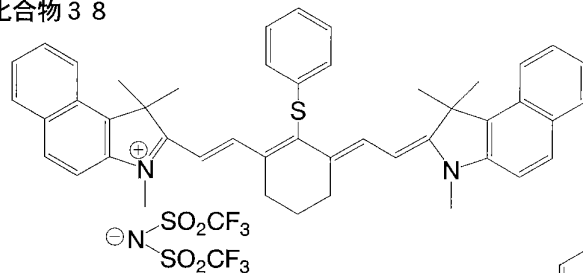
化合物 3 6



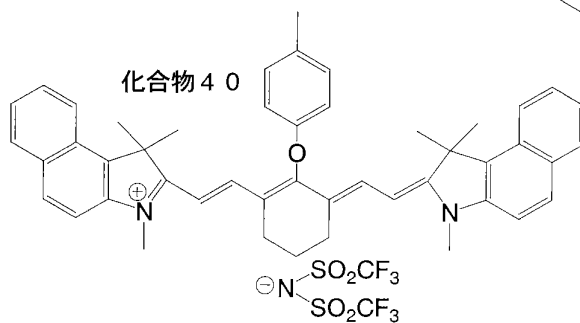
化合物 3 7



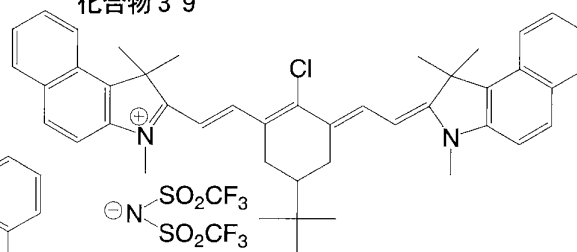
化合物 3 8



化合物 4 0



化合物 3 9



【0 0 3 4】

10

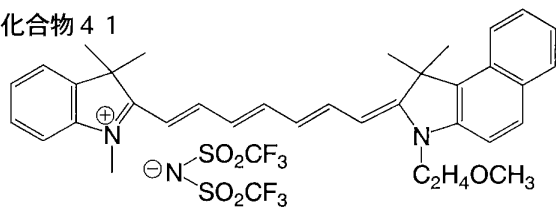
20

30

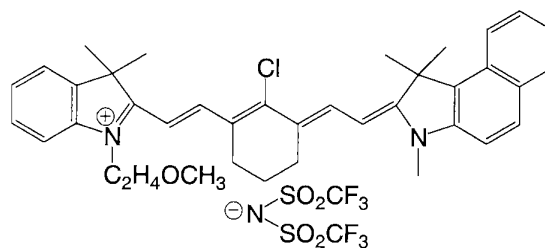
40

【化 2 5】

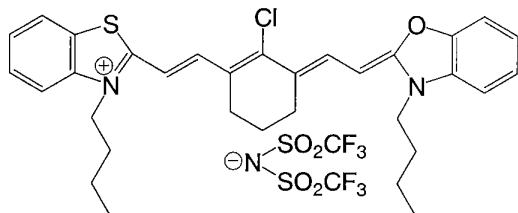
化合物 4 1



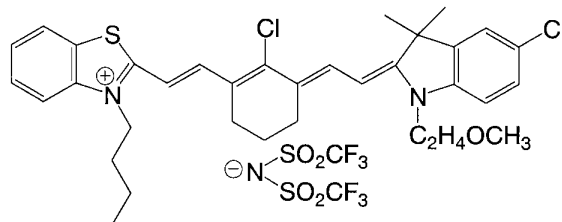
化合物 4 2



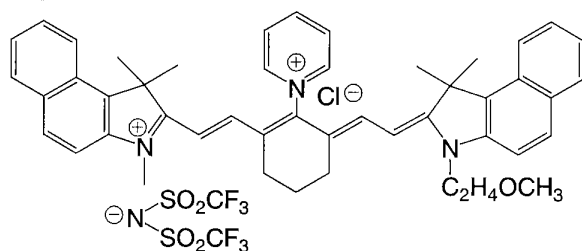
化合物 4 3



化合物 4 4



化合物 4 5



【0035】

本発明で用いるシアニン化合物、好ましくは本発明のシアニン化合物は、近赤外線吸収フィルタ用の近赤外線吸収色素、光学フィルタ用の近赤外線吸収色素、ニュートラルグレーにする為等に用いる画像特性改善用色素等として好適に用いられる。また、光情報記録媒体に用いることもできる。

【0036】

本発明の光学フィルタは通常前記本発明で用いるシアニン化合物を、溶剤等に溶解して、必要に応じて樹脂液等と混合して、塗布又は成形することにより得ることができる。本発明の光学フィルタは前記本発明で用いるシアニン化合物を不要な近赤外線をカットできるように含有していれば、含有の仕方等は特に制限されない。例えば、該シアニン化合物を含む溶液を基材上に塗布しても良いし、またバインダー樹脂と共に基材上に塗布して、フィルムを形成させてもよい。また、該シアニン化合物を含有する樹脂層を基材上に設けたものでもよい。また基材自体が本発明で用いるシアニン色素を含有する樹脂組成物（又その硬化物）からなる層であっても良い。基材としては、一般に光学フィルタ等に使用し得るものであれば特に制限されないが、通常、樹脂製の基材が使用される。層の厚みは、通常0.1 μm～10 mm程度であるが、近赤外線等のカット率等の目的に応じて適宜決定される。また、本発明で用いるシアニン化合物の含有量も目的とする近赤外線等のカット率に応じて、適宜決定される。通常0.5～10 μm程度の該シアニン化合物を含むフィルム層で、目的とする近赤外線等を50%以上、好ましくは60%以上カットするように該シアニン化合物の濃度及び層の厚さを調整するのが好ましい。樹脂に配合する該シアニン化合物の濃度は化合物の吸光度、フィルムの厚さ、目的とするカット率等により異なるので、一概には言えないが、通常該シアニン化合物を含むフィルム層において、樹脂分100部に対して0.01～40部、上記厚さのフィルム層の場合は0.1～30部程度である。用いる樹脂としては、フィルム層を形成しうるものであれば特に制限はなく、例えばポリエチレン、ポリスチレン、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸エステル、ポリ酢酸ビニル、ポリアクリロニトリル、ポリ塩化ビニル、ポリフッ化ビニル等のビニル化合物、及びそれらのビニル化合物の付加重合体、ポリメタクリル酸、ポリメタクリル酸エス

10

20

30

40

50

テル、ポリ塩化ビニリデン、ポリフッ化ビニリデン、ポリシアン化ビニリデン、フッ化ビニリデン／トリフルオロエチレン共重合体、フッ化ビニリデン／テトラフルオロエチレン共重合体、シアン化ビニリデン／酢酸ビニル共重合体、等のビニル化合物又はフッ素系化合物の共重合体、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリヘキサフルオロプロピレン等のフッ素を含む樹脂、ナイロン6、ナイロン66等のポリアミド、ポリイミド、ポリウレタン、ポリペプチド、ポリエチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリカーボネート、ポリオキシメチレン等のポリエーテル、エポキシ樹脂、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラール等が挙げられる。

【0037】

本発明の光学フィルタを作成する方法としては、特に限定されるものではないが、例えば次のような、それ自体公知の方法が利用できる。

(1) 樹脂に本発明で用いるシアニン化合物を混練し、加熱成形して樹脂板又はフィルムを作製する方法、

(2) 本発明で用いるシアニン化合物と樹脂モノマー又は樹脂モノマーの予備重合体を重合触媒の存在下にキャスト重合し、樹脂板又はフィルムを作製する方法、

(3) 本発明で用いるシアニン化合物を含有する塗料を作製し、透明樹脂板、透明フィルム、又は透明ガラス板にコーティングする方法、

(4) 本発明で用いるシアニン化合物及び樹脂（接着剤）を含有させた組成物を用いて、合わせ樹脂板、合わせ樹脂フィルム、又は合わせガラス板を作製する方法、
等である。

【0038】

(1) の作製方法としては、用いる樹脂によって加工温度、フィルム化（樹脂板化）条件等が多少異なるが、通常、本発明に用いるシアニン色素を基材樹脂の粉体又はペレットに添加し、150～350℃に加熱、溶解させた後、成形して樹脂板を作製する方法、あるいは押し出し機によりフィルム化（樹脂板化）する方法等が挙げられる。本発明に用いるシアニン色素添加量は、作製する樹脂板又はフィルムの厚み、吸収強度、可視光透過率等によって異なるが、通常、基材樹脂の質量に対して0.01～30質量%、好ましくは0.03～15質量%使用される。

【0039】

(2) の方法では、上記の化合物と樹脂モノマー又は樹脂モノマーの予備重合体を重合触媒の存在下に型内に注入し、反応させて硬化させるか、又は金型に流し込んで型内で硬い製品となるまで固化させて成形する。多くの樹脂がこの過程で成形可能であり、そのような方法を採用しうる樹脂の具体例としては、アクリル樹脂、ジエチレングリコールビス（アクリルカーボネート）樹脂、エポキシ樹脂、フェノールホルムアルデヒド樹脂、ポリスチレン樹脂、シリコン樹脂等が挙げられる。その中でも、硬度、耐熱性、耐薬品性に優れたアクリルシートが得られるメタクリル酸メチルの塊状重合によるキャスト法が好ましい。

【0040】

重合触媒としては公知のラジカル熱重合開始剤が利用でき、例えばベンゾイルパーオキシド、p-クロロベンゾイルパーオキシド、ジイソプロピルパーオキシカーボネート等の過氧化物、アゾビスイソブチロニトリル等のアゾ化合物が挙げられる。その使用量は混合物の総量に対して、一般的に0.01～5質量%である。熱重合における加熱温度は、通常40～200℃であり、重合時間は通常30分～8時間程度である。また熱重合以外に、光重合開始剤や増感剤を添加して光重合する方法も採用できる。

【0041】

(3) の方法としては、本発明に用いるシアニン色素をバインダー樹脂及び有機溶媒に溶解させて塗料化する方法、上記化合物を樹脂の存在下に微粒子化して分散させ、水系塗料とする方法等がある。このうち本発明に用いるシアニン色素をバインダー樹脂及び有機溶媒に溶解させて塗料化する方法では、例えば、脂肪族エステル樹脂、アクリル系樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、芳香族エステル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリビニル

系樹脂、脂肪族ポリオレフィン樹脂、芳香族ポリオレフィン樹脂、ポリビニルアルコール樹脂、ポリビニル変性樹脂等、又はそれらの共重合樹脂をバインダーとして用いる事ができる。

【0042】

溶媒としては、ハロゲン系、アルコール系、ケトン系、エステル系、脂肪族炭化水素系、芳香族炭化水素系、エーテル系の溶媒、又はそれらの混合物の溶媒を用いることができる。本発明に用いるシアニン色素の濃度は、作製するコーティングの厚み、吸収強度、可視光透過率によって異なるが、バインダー樹脂に対して、一般的に0.1～30質量%である。

【0043】

このように作製した塗料を用いて透明樹脂フィルム、透明樹脂板、透明ガラス等の上にスピンコーター、バーコーター、ロールコーター、スプレー等でコーティングして近赤外線吸収フィルターを得ることができる。

(4)の方法において、接着剤用の樹脂としては、シリコン系、ウレタン系、アクリル系等の樹脂用、又は合わせガラス用のポリビニルブチラル接着剤、エチレン-酢酸ビニル系接着剤等の合わせガラス用の公知の透明接着剤が使用できる。本発明に用いるシアニン色素を0.1～30質量%添加した接着剤を用いて透明な樹脂板同士、樹脂板と樹脂フィルム、樹脂板とガラス、樹脂フィルム同士、樹脂フィルムとガラス、ガラス同士を接着して、光学フィルタを作製する。

尚、それぞれの方法で混練、混合の際、紫外線吸収剤、可塑剤等、樹脂成形に用いる通常の添加剤を加えても良い。

【0044】

本発明の光学フィルタ、特に近赤外線吸収用のフィルタは近赤外線吸収化合物として本発明で用いるシアニン化合物のみを一種又は二種以上含有しても良く、さらに本発明で用いるシアニン化合物以外の近赤外線吸収化合物を併用して作製しても良い。併用し得る他の近赤外線吸収化合物としては、例えばジイモニウム系色素、フタロシアニン系色素、金属錯体色素、例えばニッケルジチオール錯体等があげられる。これらの併用し得る他の近赤外線吸収化合物の基本骨格がカチオン系の色素である場合のアニオンは本発明で用いるシアニン化合物と同一のアニオンであるものが好ましい。特にジイモニウム系色素が好ましく、更にこのジイモニウム系色素のアニオンが本発明に用いるシアニン色素と同一のアニオンであるものが好ましい。また、併用しうる無機金属の近赤外線吸収化合物の例としては、例えば金属銅又は硫化銅、酸化銅等の銅化合物、酸化亜鉛を主成分とする金属混合物、タングステン化合物、ITO、ATO等が挙げられる。

【0045】

また本発明の光学フィルタが画像特性改善用の光学フィルタである場合（近赤外線以外のネオン光のカット用及び／又は蛍光灯の映り込み防止用等を主体とする場合）も、該波長域に吸収性を有する本発明のシアニン色素のみを一種又は二種以上含有するものでも、また、さらに上記の近赤外線吸収化合物を併用したものでもよい。近赤外線吸収化合物を併用したものでは、近赤外線吸収および画像特性改善の両方の機能を兼ね備えた光学フィルタを得ることが出来る。

又、光学フィルタの色調を変えるために、可視領域に吸収を持つ色素（画像特性改善用色素）として本発明に用いるシアニン化合物またはその他の色素を、加えてもよい。又、画像特性改善用色素のみを含有する光学フィルタを作製し、後で本発明の近赤外線吸収用の光学フィルタと貼り合わせることもできる。

【0046】

この様な近赤外線吸収用等の光学フィルタは、プラズマディスプレイの前面板に用いられる場合には、可視光の透過率は高いほどよく、少なくとも40%以上、好ましくは50%以上の透過率が必要である。近赤外線のカット領域は、好ましくは750～1200nm、より好ましくは800～1000nmであり、その領域の近赤外線の平均透過率が50%以下、より好ましくは30%以下、更に好ましくは20%以下、特に好ましくは10

10

20

30

40

50

%以下になることが望ましい。

また画像特性改善用の色素としては、理想的な3原色の発光とは別のネオンの不要な光を吸収してしまうために、波長580～620nm付近の特定波長をシャープな吸収をもつ色素を使用することが好ましい。また例えば蛍光灯からの映りこみなどの対策としては490～550nm、キセノンの発光を吸収するためには560～580nmにシャープな吸収をもつ色素を用いることで良好な光学フィルタが得られる。従って、本発明の光学フィルタは、490～1200nmの波長範囲のいずれかにシャープな吸収をもつよう、目的に応じて、シアニン化合物の選定を行えばよい。

本発明で使用するシアニン化合物としては、該シアニン化合物の最大吸収波長がカットする波長範囲に属する化合物を使用するのが好ましい。

10

【0047】

近赤外線吸収用の本発明のフィルタは、ディスプレイの前面板の様な用途に限らず、近赤外線をカットする必要があるフィルターやフィルム、例えば断熱フィルム、光学製品、サングラス等にも使用することが出来る。

本発明のフィルターは、アンチモンや砒素を含有せず、環境に優しく、また従来のアンチモンを含有しない過塩素酸イオン、ヘキサフルオロリン酸イオン、ホウフッ化イオンを含有する近赤外線吸収フィルターに比べ安定性に優れている。さらに溶解度も十分であり加工性にも優れている。特に、本発明のフィルタは耐熱、耐湿熱、耐光性において非常に優れており、熱による分解などの反応を起こしにくいため、可視部の着色がほとんど起こらない光学フィルタを得る事ができる。更にこの様な特徴を有していることから、プラズマ

20

【0048】

以下、実施例により本発明を更に具体的に説明する。尚、実施例中、部は特に限定しない限り質量部を、%は質量%をそれぞれ意味する。

なお、吸光度(OD値)は島津製作所製UV-3150を用いて測定した。溶媒を用いて測定した場合にはブランクとして同一溶媒を、またフィルタの測定時にはシアニン化合物のみを含まない、他の成分は同一組成のフィルタを作成し、これをブランクとして用いた。

【実施例1】

30

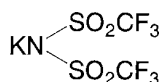
【0049】

化合物1の合成

1, 3, 3-トリメチル-2-メチレンインドリン9.6部と1, 3, 3-トリメチル-2-ホルミルメチレンインドリン10.6部、下記式

【0050】

【化26】



40

【0051】

で表されるカリウム(ビストリフルオロメタンスルホニル)イミド17.6部を無水酢酸75部中で、還流冷却下に1時間煮沸し、次いで室温まで冷却した後、この反応液を吸引濾過し、不溶な不純物を除去した。次いでこの反応液に水100部を滴下注入し、沈殿した結晶を吸引濾過し、メタノール40部で再結晶させ、メタノール5部で洗浄し、水洗、乾燥すると、前記化合物1が19.4部得られた。ここで得られた化合物1の分光特性は下記の通りであった。

最大吸収波長 544nm(メタノール中)

モル吸光係数 133,000(メタノール中)

50

【実施例 2】

【0052】

化合物 3 の合成

4, 5-ベンゾ-1-(2-メトキシエチル)-3, 3-ジメチル-2-メチレンインドリン 14. 9 部、オルトギ酸トリエチル 8. 9 部、カリウム (ビストリフルオロメタンスルホニル) イミド 8. 8 部、濃塩酸 2. 5 部を無水酢酸 50 部と酢酸 25 部の混合溶媒中に仕込み、還流冷却下 2 時間煮沸し、次いで室温まで冷却した後、水 25 部を加え、沈殿した結晶を吸引濾過し、イソプロピルアルコール 15 部で還流冷却下 1 時間煮沸し、室温まで冷却した後、結晶を吸引濾過しイソプロピルアルコール 5 部で洗浄し、水洗、乾燥すると、前記化合物 3 が 13. 4 部得られた。ここで得られた化合物 3 の分光特性は下記の通りであった。

10

最大吸収波長 588 nm (メタノール中)

モル吸光係数 119, 000 (メタノール中)

【実施例 3】

【0053】

化合物 12 の合成

1, 3, 3-トリメチル-2-メチレンインドリン 9. 6 部の代わりに 4, 5-ベンゾ-1-(2-メトキシエチル)-3, 3-ジメチル-2-メチレンインドリン 14. 9 部を用いる以外は実施例 1 と同様にして前記化合物 12 が 18. 3 部得られた。ここで得られた化合物 12 の分光特性は下記の通りであった。

20

最大吸収波長 555 nm (メタノール中)

モル吸光係数 119, 000 (メタノール中)

【実施例 4】

【0054】

化合物 17 の合成

4, 5-ベンゾ-1-(2-メトキシエチル)-3, 3-ジメチル-2-メチレンインドリン 14. 9 部、マロンアルデヒドジアニル塩酸塩 6. 5 部、酢酸ナトリウム 4. 1 部を酢酸 50 部中に仕込み、60℃迄加熱し 50℃～60℃にて無水酢酸 5. 1 部を 1 時間要して滴下、さらに 50℃～60℃にて 2 時間攪拌し縮合反応を完結させた。次いで室温まで冷却した後、この反応液を吸引濾過し、不溶な不純物を除去した。次いでこの反応液に、カリウム (ビストリフルオロメタンスルホニル) イミド 8. 8 部を溶解させた水 40 部を滴下注入し、沈殿した結晶を吸引濾過し、メタノール 40 部で再結晶させ、メタノール 5 部で洗浄し、水洗、乾燥すると、前記化合物 17 が 14. 9 部得られた。ここで得られた化合物 17 の分光特性は下記の通りであった。

30

最大吸収波長 680 nm (メタノール中)

モル吸光係数 220, 000 (メタノール中)

【実施例 5】

【0055】

化合物 31 の合成

4, 5-ベンゾ-1-(2-メトキシエチル)-3, 3-ジメチル-2-メチレンインドリン 14. 9 部、2-クロロ-1-ホルミル-3-ヒドロキシメチレンシクロヘキセン 4. 5 部を酢酸 25 部中に仕込み、60℃迄加熱し 50℃～60℃にて無水酢酸 5. 1 部を 1 時間要して滴下、さらに 50℃～60℃にて 2 時間攪拌し縮合反応を完結させる。次いで室温まで冷却した後、この反応液を吸引濾過し、不溶な不純物を除去した。次いでこの反応液に、カリウム (ビストリフルオロメタンスルホニル) イミド 8. 8 部を溶解させた水 40 部を滴下注入し、沈殿した結晶を吸引濾過し、N, N-ジメチルホルムアミド 70 部で再結晶させ、メタノール 5 部で洗浄し、水洗、乾燥すると、前記化合物 31 が 19. 1 部得られた。ここで得られた化合物 31 の分光特性及び分解温度は下記の通りであった。尚、分解温度は熱重量-示差熱分析 (TG-DTA) による減量開始温度の値を示した。

40

50

最大吸収波長 820 nm (メタノール中)
 モル吸光係数 270, 000 (メタノール中)
 分解温度 242.9 °C (TG-DTA)
 また、各種溶媒における室温での溶解性は下記の通りであった。

ジクロロメタン	19.2 %
N, N-ジメチルホルムアミド	24.6 %
メチルエチルケトン (MEK)	2.9 %
シクロペンタノン	14.5 %

【実施例6】

【0056】

10

化合物35の合成

5-クロロ-1-(2-メトキシエチル)-3, 3-ジメチル-2-メチレンインドリン13.2部、2-クロロ-1-ホルミル-3-ヒドロキシメチレンシクロヘキセン3.6部を酢酸25部中に仕込み、60 °C迄加熱し50 °C~60 °Cにて無水酢酸4.1部を2時間要して滴下、さらに50 °C~60 °Cにて1時間攪拌し縮合反応を完結させる。次いで室温まで冷却した後、この反応液を吸引濾過し、不溶な不純物を除去する。次いでこの反応液に、カリウム(ビストリフルオロメタンスルホニル)イミド7.0部を溶解させた水45部を滴下注入し、沈殿した結晶を吸引濾過し、N, N-ジメチルホルムアミド15部で再結晶させ、メタノール5部で洗浄し、水洗、乾燥すると、前記化合物35が10.2部得られた。ここで得られた化合物35の分光特性及び分解温度は下記の通りであった。

20

最大吸収波長 790 nm (メタノール中)
 モル吸光係数 285, 000 (メタノール中)
 分解温度 226.3 °C (TG-DTA)

【実施例7】

【0057】

化合物36の合成

2-クロロ-1-ホルミル-3-ヒドロキシメチレンシクロヘキセン3.6部の代わりにグルタコン酸アルデヒドジアニル塩酸塩5.7部を用いる以外は実施例6と同様にして前記化合物36が9.9部得られた。ここで得られた化合物36の分光特性及び分解温度は下記の通りであった。

30

最大吸収波長 751 nm (メタノール中)
 モル吸光係数 273, 000 (メタノール中)
 分解温度 226.6 °C (TG-DTA)

【実施例8】

【0058】

化合物Aの合成

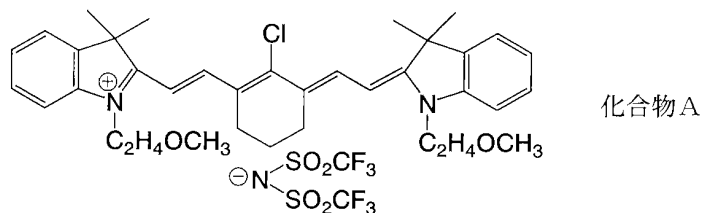
5-クロロ-1-(2-メトキシエチル)-3, 3-ジメチル-2-メチレンインドリン13.2部の代わりに1-(2-メトキシエチル)-3, 3-ジメチル-2-メチレンインドリン10.2部を用いる以外は実施例6と同様にして下記化合物Aが8.8部得られた。ここで得られた下記化合物Aの分光特性及び分解温度は下記の通りであった。

40

最大吸収波長 780 nm (メタノール中)
 モル吸光係数 278, 000 (メタノール中)
 分解温度 224.6 °C (TG-DTA)

【0059】

【化 2 7】



【実施例 9】

【0060】

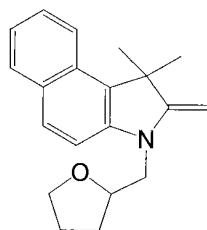
10

化合物 33 の合成

5-クロロ-1-(2-メトキシエチル)-3,3-ジメチル-2-メチレンインドリン 13. 2 部の代わりに下記式

【0061】

【化 2 8】



20

【0062】

で表される 3, 3-ジメチル-2-メチレン-1-(テトラヒドロフルフリル)メチルインドリン 15. 3 部を用いる以外は実施例 6 と同様にして前記化合物 33 が 16. 4 部得られた。ここで得られた前記化合物 33 の分光特性は下記の通りであった。

最大吸収波長 823 nm (メタノール中)

モル吸光係数 264,000 (メタノール中)

【実施例 10】

【0063】

30

化合物 34 の合成

1-n-ブチル-2-メチルベンゾチアゾリウムヨージド 17. 5 部、2-クロロ-1-ホルミル-3-ヒドロキシメチレンシクロヘキセン 3. 6 部をエタノール 50 部中に仕込み、60℃迄加熱し 50℃～60℃にてトリエチルアミン 10. 6 部を 1 時間要して滴下、さらに 50℃～60℃にて 1 時間攪拌し縮合反応を完結させる。次いで室温まで冷却した後、この反応液を吸引濾過し、不溶な不純物を除去する。次いでこの反応液に、カリウム (ピストリフルオロメタンスルホニル) イミド 7. 0 部を溶解させた水 45 部を滴下注入し、沈殿した結晶を吸引濾過し、N, N-ジメチルホルムアミド 25 部で再結晶させ、メタノール 15 部で洗浄し、水洗、乾燥すると、前記化合物 34 が 3. 3 部得られた。ここで得られた化合物 34 の分光特性は下記の通りであった。

40

最大吸収波長 797 nm (メタノール中)

モル吸光係数 331,000 (メタノール中)

【実施例 11】

【0064】

化合物 37 の合成

1-エチル-2-メチルキノリニウムヨージド 15. 7 部、2-クロロ-1-ホルミル-3-ヒドロキシメチレンシクロヘキセン 3. 6 部、カリウム (ピストリフルオロメタンスルホニル) イミド 7. 0 部をエタノール 50 部中に仕込み、60℃迄加熱し 50℃～60℃にてトリエチルアミン 10. 6 部を 1 時間要して滴下、さらに 50℃～60℃にて 1 時間攪拌し縮合反応を完結させる。次いで室温まで冷却、沈殿した結晶を吸引濾過し、メタ

50

ノール 50 部中還流冷却下 1 時間煮沸する。次いで室温まで冷却した後、沈殿した結晶を吸引濾過し、メタノール 15 部で洗浄し、水洗、乾燥すると、前記化合物 37 が 11.4 部得られた。ここで得られた化合物 37 の分光特性は下記の通りであった。

最大吸収波長 846 nm (メタノール中)

モル吸光係数 235,000 (メタノール中)

【実施例 12】

【0065】

化合物 31 を含むフィルタ及び耐熱安定性試験

MEK 18.8 部に、前記実施例 5 で得られた化合物 31 を 0.4 部を溶解させた。この溶解液に、MEK 75 部中にアクリル系樹脂 (ダイナール BR-80、三菱レイヨン社製) 25 部を加え溶解させた樹脂液 80 部を混合し、塗工用溶液を得た。これをポリエステルフィルムに厚さ 2~4 μm になるように塗工し、80℃で乾燥させて本発明の光学フィルタを得た。このフィルタは近赤外線吸収用のフィルタとして使用される。

得られた近赤外線吸収用のフィルタをオーブン中で 80℃で 7 日間放置した。その後、試験前後のフィルタを分光光度計にて吸光度 (OD 値) を測定し、最大吸収波長における吸光度 (OD 値) の変化から色素の残存率を求めた。得られた耐熱試験の結果を表 1 に示す。

$$\text{残存率} = \text{試験後の吸光度} / \text{試験前の吸光度} \times 100$$

【実施例 13】

【0066】

化合物 35 を含むフィルタ及び耐熱安定性試験

前記実施例 6 で得られた化合物 35 を用いて実施例 12 と同様にしてフィルタを作製し、同様に評価した。結果を表 1 に示す。

【実施例 14】

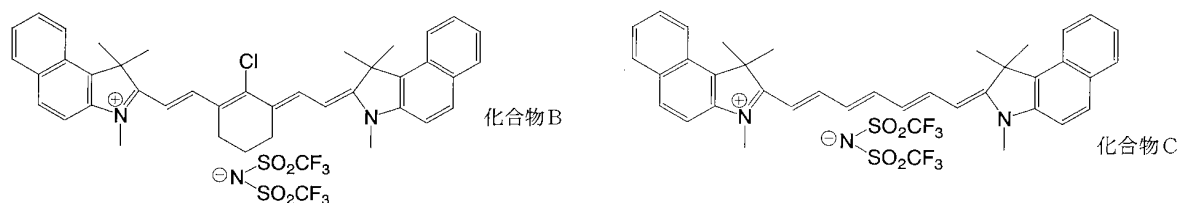
【0067】

化合物 30、A、B 及び C をそれぞれ含むフィルタ及び耐熱安定性試験

前述の化合物 30、前記実施例で得られた化合物 A、下記化合物 B 及び下記化合物 C をそれぞれ用いて実施例 12 と同様にして、それぞれの化合物を含むフィルタを作製し、実施例 12 と同様に評価した。結果を表 2 に示す。

【0068】

【化 29】



【0069】

比較例 1

カリウム (ビストリフルオロメタンスルホニル) イミドの代わりに六フッ化アンチモン酸ナトリウムを用いる以外は実施例 5 と同様にして、六フッ化アンチモン酸塩 (SbF₆ 塩) を合成し、この化合物を用いる以外は実施例 12 と同様にしてフィルタを作製し、同様に評価した。その結果を表 1 に示した。

比較例 2

比較例 1 と同様にして、実施例 6 で得られる化合物 35 における (ビストリフルオロメタンスルホニル) イミド塩を六フッ化アンチモン酸塩 (SbF₆ 塩) に代えたものを合成し、それを用いて実施例 13 と同様にしてフィルタを作製し、同様に評価した。結果を表 1 に示した。

【0070】

比較例 3~6

カリウム（ビストリフルオロメタンスルホニル）イミドの代わりに、それぞれテトラフルオロホウ酸ナトリウム及びp-トルエンスルホン酸ナトリウムを用いる以外は実施例5と同様にして、化合物31における（ビストリフルオロメタンスルホニル）イミド塩の代わりに、それぞれテトラフルオロホウ酸塩（BF₄塩）（比較例3）及びp-トルエンスルホン酸塩（PTS塩）（比較例4）を合成し、この化合物を用いる以外は実施例12と同様にしてフィルタを作製し、同様に評価した。その結果を表1に示した。

上記同様にして、実施例6で得られる化合物35における（ビストリフルオロメタンスルホニル）イミド塩の代わりにそれぞれテトラフルオロホウ酸塩（BF₄塩）（比較例5）及びp-トルエンスルホン酸塩（PTS塩）（比較例6）に代えたものをそれぞれ合成し、それを用いて実施例13と同様にしてフィルタを作製し、同様に評価した。結果を表1に示した。

10

【0071】

【表1】

表1（耐熱安定性試験）

化合物No.	吸光度（OD値）		
	初期	7日後	残存率
実施例12（化合物31）	0.65	0.52	80.9%
比較例1（SbF ₆ 塩）	0.66	0.50	75.0%
比較例3（BF ₄ 塩）	0.71	0.55	77.4%
比較例4（PTS塩）	0.51	0.36	69.5%
実施例13（化合物35）	0.76	0.67	89.1%
比較例2（SbF ₆ 塩）	0.73	0.58	79.2%
比較例5（BF ₄ 塩）	0.77	0.62	81.2%
比較例6（PTS塩）	0.55	0.35	62.8%

20

30

【0072】

【表2】

表2（耐熱安定性試験）

化合物No.	吸光度（OD値）		
	初期	7日後	残存率
実施例14（化合物30）	0.83	0.74	89.7%
実施例14（化合物A）	0.83	0.72	87.2%
実施例14（化合物B）	0.67	0.57	85.6%
実施例14（化合物C）	0.75	0.61	80.9%

40

【0073】

50

表 1 より、本発明の化合物（（ビストリフルオロメタンスルホニル）イミド塩）を用いて作成したフィルタは、アニオン違いの比較例化合物を用いて作成したフィルタにくらべて色素残存率が高いことから高温条件下での安定性に優れていることが判る。また表 2 より、その他の本発明の化合物においても、高温条件下での安定性に優れていることが判る。

【実施例 15】

【0074】

実施例 12 のフィルタの耐湿熱安定性試験

実施例 12 で得られたフィルタ（化合物 31 を用いたフィルタ）を高温定湿器中に 85℃ 85% RH 中にて 3 日間放置した。その後、試験前後のフィルタを分光光度計にて吸光度（OD 値）を測定し、最大吸収波長における吸光度（OD 値）の変化から色素の残存率を求めた。

10

【実施例 16】

【0075】

実施例 13 のフィルタ（化合物 35 を用いたフィルタ）の耐湿熱安定性試験

実施例 13 で得られたフィルタを用いる以外は、実施例 12 と同様に、耐湿熱安定性試験を行い、そして色素の残存率を求めた。結果を表 3 に示す。

【実施例 17】

【0076】

実施例 14 のフィルタの耐湿熱安定性試験

20

実施例 14 で得られたフィルタ（それぞれ化合物 30、A、B 又は C を用いたフィルタ）を用いる以外は、実施例 12 と同様に、耐湿熱安定性試験を行い、そして色素の残存率を求めた。結果を表 3 に示す。

【0077】

比較例 7～12

比較例 1～6 で得られたフィルタを高温定湿器中に 85℃ 85% RH 中にて 3 日間放置した。その後、試験前後のフィルタを分光光度計にて吸光度（OD 値）を測定し、最大吸収波長における吸光度（OD 値）の変化から色素の残存率を求めた。比較例 1 で得られたフィルタを用いた試験を比較例 7、比較例 2 で得られたフィルタを用いた試験を比較例 8、比較例 3 で得られたフィルタを用いた試験を比較例 9、比較例 4 で得られたフィルタを用いた試験を比較例 10、比較例 5 で得られたフィルタを用いた試験を比較例 11、比較例 6 で得られたフィルタを用いた試験を比較例 12 とする。結果を表 3 に示す。

30

【0078】

【表 3】

表 3 (耐湿熱安定性試験)

化合物No.	初期	3日後	残存率
実施例 15 (化合物 31)	0.65	0.59	90.9%
比較例 7 (SbF ₆ 塩)	0.66	0.54	81.0%
比較例 9 (BF ₄ 塩)	0.71	0.63	88.2%
比較例 10 (PTS塩)	0.51	0.43	84.2%
実施例 16 (化合物 35)	0.76	0.71	93.9%
比較例 8 (SbF ₆ 塩)	0.73	0.62	84.9%
比較例 11 (BF ₄ 塩)	0.77	0.61	79.0%
比較例 12 (PTS塩)	0.55	0.46	83.2%
実施例 17 (化合物 30)	0.83	0.80	97.3%
実施例 17 (化合物 A)	0.83	0.82	99.9%
実施例 17 (化合物 B)	0.67	0.63	93.6%
実施例 17 (化合物 C)	0.75	0.67	89.7%

【0079】

表 3 より、本発明の実施例化合物を用いて作成したフィルタは比較例化合物を用いて作成したフィルタにくらべて色素残存率が高いことから、高温高湿条件下での安定性にも優れていることが判る。

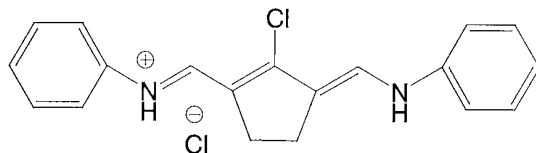
【実施例 18】

【0080】

実施例 5 において、2-クロロ-1-ホルミル-3-ヒドロキシメチレンシクロヘキセン 4, 5 部に変えて下記式

【0081】

【化 30】



【0082】

で表される (2-クロロ-3-フェニルアミノメチレンシクロペンター 1-エニルメチレン) -フェニルアンモニウム塩酸塩 9.1 部を用いる以外は実施例 5 と同様にして、下記式

【0083】

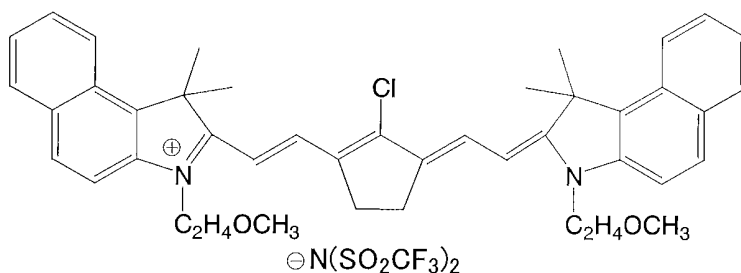
10

20

30

40

【化 3 1】



【0084】

10

で表される化合物 46 が 17 部得られた。ここで得られた化合物 46 の分光特性及び分解温度は下記の通りであった。尚、分解温度は熱重量－示差熱分析（TG－DTA）による減量開始温度の値を示した。

最大吸収波長 845 nm（メタノール中）

モル吸光係数 275,000（メタノール中）

分解温度 213.0℃（TG－DTA）

また、各種溶媒における室温での溶解性は下記の通りであった。

N，N－ジメチルホルムアミド 3.4%

メチルエチルケトン（MEK） 0.2%

シクロペンタノン 3.1%

シクロヘキサノン 0.8%

20

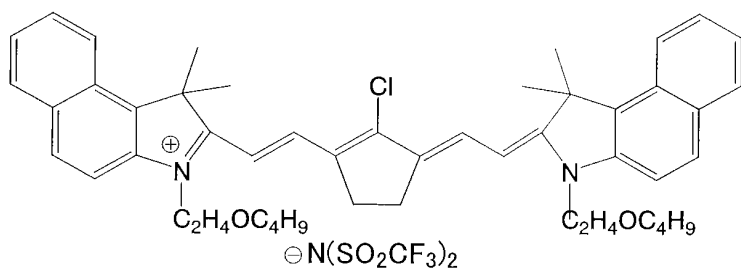
【実施例 19】

【0085】

実施例 5 において、4，5－ベンゾ－1－（2－メトキシエチル）－3，3－ジメチル－2－メチレンインドリン 14.9 部の代わりに、4，5－ベンゾ－1－（2－n－ブトキシエチル）－3，3－ジメチル－2－メチレンインドリン 17.3 部を用いる以外は実施例 5 と同様にして下記式

【0086】

【化 3 2】



30

で表される化合物 47 が 18.6 部得られた。ここで得られた化合物 47 の分光特性及び分解温度は下記の通りであった。尚、分解温度は熱重量－示差熱分析（TG－DTA）による減量開始温度の値を示した。

最大吸収波長 845 nm（メタノール中）

モル吸光係数 275,000（メタノール中）

分解温度 186.0℃（TG－DTA）

また、各種溶媒における室温での溶解性は下記の通りであった。

N，N－ジメチルホルムアミド 4.5%

メチルエチルケトン（MEK） 1.6%

シクロペンタノン 0.9%

シクロヘキサノン 2.6%

40

【産業上の利用可能性】

【0087】

50

本発明の光学フィルターは、例えば近赤外線、ネオン光等をカットすることができると共に、可視光の透過率がよく、更に該フィルタに含まれる色素の耐湿熱性等も良好であることから、プラズマディスプレイ等における光学フィルタ等として有用である。

フロントページの続き

審査官 古妻 泰一

(56)参考文献 国際公開第2004/048480 (WO, A1)

特開平08-253705 (JP, A)

特開2003-337410 (JP, A)

特開2005-049847 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G02B 5/22

C09B 23/00

C09K 3/00

G09F 9/00

CAplus(STN)

REGISTRY(STN)