



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101371194 B

(45) 授权公告日 2012. 01. 04

(21) 申请号 200580042733. 0

(22) 申请日 2005. 10. 14

(30) 优先权数据

60/619, 317 2004. 10. 15 US

60/645, 972 2005. 01. 11 US

60/698, 204 2005. 07. 07 US

60/708, 000 2005. 08. 12 US

60/715, 877 2005. 09. 09 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2007. 06. 13

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2005/037041 2005. 10. 14

(87) PCT申请的公布数据

W02006/044676 EN 2006. 04. 27

(73) 专利权人 卡伯特公司

地址 美国马萨诸塞州

(72) 发明人 尤金·N·斯特普

阿加莎格洛斯·克利迪斯

(74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

11105

代理人 宋莉 贾静环

(51) Int. Cl.

G03F 7/00 (2006. 01)

C09D 7/00 (2006. 01)

C09D 5/02 (2006. 01)

C09D 7/12 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 5885335 A, 1999. 03. 23, 2 栏第 53 至第 8 栏 41 行.

US 2003129529 A, 2003. 07. 10, 全文.

US 5952429 A, 1999. 09. 14, 全文.

审查员 王碧琛

权利要求书 2 页 说明书 15 页 附图 4 页

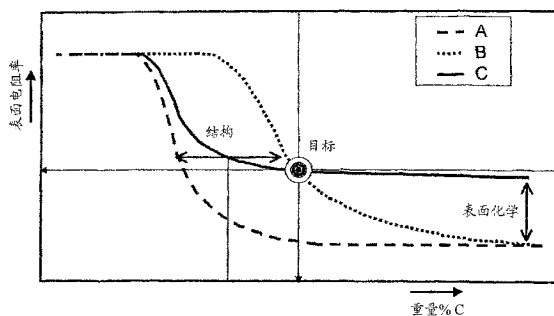
(54) 发明名称

高电阻率组合物

(57) 摘要

本发明涉及通过将可固化涂层组合物涂覆到基材上以形成可固化涂层, 成像地固化可固化涂层以形成涂层, 并显影和干燥该涂层而形成的黑底。可固化涂层组合物包括载体, 可固化树脂, 和至少一种改性颜料, 该改性颜料包括连接有至少一种具有通式 -X-I 或 -X-NI 的有机基团的颜料, 其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、亚烷基、亚芳烷基、或亚烷芳基, I 表示包括至少一种离子基团或至少一种可离子化基团的非聚合基团, 和 NI 表示包括至少一种非离子基团的非聚合基团。还描述了可固化涂层组合物, 可固化涂层, 和固化的涂层。还公开了控制涂层的电阻率的方法。

CN 101371194 B



1. 黑底,其通过将可固化涂层组合物涂覆到基材上以形成可固化涂层,成像地固化该可固化涂层以形成固化涂层,并显影和干燥该固化涂层而形成,其中该可固化涂层组合物包括载体和至少一种改性颜料,该改性颜料包括连接有至少一种具有通式 $-X-I$ 的有机基团的颜料,其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、或 C_1-C_{12} 亚烷基,且 I 表示非聚合离子或可离子化基团,其包括至少一种羧酸基团或其盐、至少一种磺酸基团或其盐、至少一种烷基硫酸酯基团、至少一种烷基胺基团或其盐、或至少一种烷基铵基团,并且其中该固化涂层包括大于或等于基于该固化涂层总重量的 30 重量%的改性颜料。

2. 权利要求 1 的黑底,其中 X 表示亚芳基或杂亚芳基。

3. 权利要求 1 的黑底,其中 X 是亚芳基。

4. 权利要求 1 的黑底,其中该盐是 Na^+ 盐、 K^+ 盐、 Li^+ 盐、或 NH_4^+ 盐。

5. 权利要求 1 的黑底,其中该有机基团是芳基羧酸盐基团或芳基磺酸盐基团。

6. 权利要求 1 的黑底,其中该可固化涂层是光敏涂层,并且所述固化涂层通过辐射该可固化涂层而形成。

7. 权利要求 6 的黑底,其中该可固化涂层组合物包括可光固化树脂和任选地进一步包括至少一种光敏引发剂。

8. 权利要求 1 的黑底,其中该可固化涂层是热敏涂层,并且所述固化涂层由该可固化涂层的热处理形成。

9. 权利要求 1 的黑底,其中该固化涂层包括大于或等于基于该固化涂层总重量的 50 重量%的改性颜料。

10. 权利要求 1 的黑底,其中该固化涂层包括基于该固化涂层总重量的 50 重量% -80 重量%的改性颜料。

11. 权利要求 1 的黑底,其中该固化涂层的体积电阻率大于或等于 10^{12} 欧姆 $-cm$ 。

12. 权利要求 11 的黑底,其中该固化涂层此外在 1 微米厚度下的光学密度大于或等于 3。

13. 权利要求 1 的黑底,其中该固化涂层的体积电阻率为 10^6-10^8 欧姆 $-cm$ 。

14. 权利要求 13 的黑底,其中该固化涂层此外在 1 微米厚度下的光学密度大于或等于 4。

15. 权利要求 1 的黑底,其中该载体是非水载体。

16. 权利要求 1 的黑底,其中该载体包括丙二醇单甲基醚乙酸酯。

17. 权利要求 1 的黑底,其中该载体是含水载体。

18. 权利要求 1 的黑底,其中该可固化涂层组合物包括至少两种改性颜料,其中这些改性颜料不相同。

19. 权利要求 18 的黑底,其中这些改性颜料的至少一种包括至少一种羧酸基团或其盐,和其中这些改性颜料的至少一种包括至少一种磺酸基团或其盐。

20. 权利要求 1 的黑底,其中该改性颜料进一步连接有至少一种具有通式 $-X-NI$ 的有机基团,其中 NI 表示非聚合非离子基团,其为具有 1-20 个碳原子的烷基、具有 1-20 个碳原子的羧酸酯、具有 1-20 个碳原子的烷基酰胺、具有 1-20 个碳原子的醚、具有 1-20 个碳原子的酮、或卤素。

21. 权利要求 20 的黑底,其中该非离子基团是芳基羧酸酯、芳基羧酸酰胺、或芳烷基。

22. 黑底,其通过将可固化涂层组合物涂覆到基材上以形成可固化涂层,成像地固化该可固化涂层以形成固化涂层,并显影和干燥该固化涂层而形成,其中该可固化涂层组合物包括载体和至少一种改性颜料,该改性颜料包括连接有至少一种具有通式 $-X-NI$ 的有机基团的颜料,其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、或 C_1-C_{12} 亚烷基,且 NI 表示非聚合非离子基团,其为具有 1-20 个碳原子的烷基、具有 1-20 个碳原子的羧酸酯、具有 1-20 个碳原子的烷基酰胺、具有 1-20 个碳原子的醚、具有 1-20 个碳原子的酮、或卤素,并且其中该固化涂层包括大于或等于基于该固化涂层总重量的 30 重量%的改性颜料。

23. 包括树脂和至少一种改性颜料的涂层,其中该改性颜料包括连接有至少一种具有通式 $-X-I$ 的有机基团的颜料,其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、或 C_1-C_{12} 亚烷基,和 I 表示非聚合离子或可离子化基团,其包括至少一种羧酸基团或其盐、至少一种磺酸基团或其盐、至少一种烷基硫酸酯基团、至少一种烷基胺基团或其盐、或至少一种烷基铵基团,和其中该涂层固化时包括大于或等于基于该涂层总重量的 30 重量%的改性颜料。

24. 权利要求 23 的涂层,其中该涂层包括大于或等于基于该涂层总重量的 50 重量%的改性颜料。

25. 权利要求 23 的涂层,其中该涂层包括基于该涂层总重量的 50 重量% -80 重量%的改性颜料。

26. 权利要求 23 的涂层,其中该改性颜料进一步连接有至少一种具有通式 $-X-NI$ 的有机基团,其中 NI 表示非聚合非离子基团,其为具有 1-20 个碳原子的烷基、具有 1-20 个碳原子的羧酸酯、具有 1-20 个碳原子的烷基酰胺、具有 1-20 个碳原子的醚、具有 1-20 个碳原子的酮、或卤素。

27. 包括树脂和至少一种改性颜料的涂层,其中该改性颜料包括连接有至少一种具有通式 $-X-NI$ 的有机基团的颜料,其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、或 C_1-C_{12} 亚烷基,和 NI 表示非聚合非离子基团,其为具有 1-20 个碳原子的烷基、具有 1-20 个碳原子的羧酸酯、具有 1-20 个碳原子的烷基酰胺、具有 1-20 个碳原子的醚、具有 1-20 个碳原子的酮、或卤素,和其中该涂层固化时包括大于或等于基于该涂层总重量的 30 重量%的改性颜料。

高电阻率组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及由可固化涂层组合物制备的黑底。本发明还涉及可固化涂层组合物、由可固化涂层组合物制备的可固化涂层、和通过固化可固化涂层制备的涂层。本发明进一步涉及具有预选的电性能的可固化涂层的制备方法。

背景技术

[0002] 黑底是用于彩色显示器以通过分隔单独颜色像素改进图像的对比度的材料的类属名。在液晶显示器 (LCD) 中, 黑底是具有高的光屏蔽能力的薄膜和在滤色器的三色组件之间形成。在使用薄膜晶体管 (TFT) 的 LCD 中, 黑底还防止由于 TFT 中的反射光造成的光诱导电流的形成。

[0003] 液晶显示器中的黑底层由 Cr/CrO 的气相沉积制造。尽管基于铬的膜具有优异的光屏蔽能力, 但金属气相沉积工艺昂贵。此外, 铬的使用和处理服从愈加限制性的环境规章。铬膜还具有低电阻率, 这将 LCD 的电设计限制到可能设计配置的子集。

[0004] 黑色颜料如炭黑用于聚合物组合物以制备电阻性的黑底。然而, 典型的体系不能够提供期望的总体性能的平衡。例如, 尽管包含炭黑颜料的黑底可提供期望的光屏蔽能力 (即, 在 1 微米厚度下的光学密度 (OD) 大于 3), 但典型地该膜仅具有中等电阻率。或者, 如果生产高电阻膜, OD 典型地低。

[0005] 还已公开了连接有有机基团的改性颜料用于滤色器的黑底。例如, 美国专利公开 No. 2003-0129529 A1 部分地公开了使用改性颜料制备的黑底, 该改性颜料包括连接有至少一种聚合基团的颜料, 其中聚合基团包括至少一种可光聚合基团和至少一种离子或可离子化基团。美国专利公开 No. 2002-0020318 A1 也部分地公开了使用改性颜料制备的黑底, 该改性颜料包括连接有至少一种有机离子基团和至少一种两亲反荷离子的颜料。此外, 美国专利公开 No. 2002-0011185 A1 部分地公开了改性颜料的用途, 该改性颜料包括连接有至少一种具有 50-200 个碳的亚烷基或烷基的颜料。尽管这些材料提供具有良好总体性能的黑底和分散体, 但仍需要具有改进性能 (特别是电阻率和光学密度) 的黑底。

发明内容

[0006] 本发明涉及包括至少一种改性颜料的黑底, 其中该改性颜料包括连接有至少一种具有通式 $-X-I$ 或 $-X-NI$ 的有机基团的颜料, 其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、亚烷基、亚芳烷基、或亚烷芳基, I 表示包括至少一种离子基团或至少一种可离子化基团的非聚合基团, 和 NI 表示包括至少一种非离子基团的非聚合基团。优选, 通过将可固化涂层组合物涂覆到基材上以形成可固化涂层, 成像地固化可固化涂层以形成涂层, 并显影和干燥该涂层而形成黑底。可固化涂层组合物包括载体和改性颜料。

[0007] 本发明进一步涉及包括载体、可固化树脂和至少一种改性颜料的固化涂层组合物, 其中该改性颜料包括连接有至少一种具有通式 $-X-I$ 或 $-X-NI$ 的有机基团的颜料, 其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、亚烷基、亚芳烷基、或亚烷芳基, I 表示包括至

少一种离子基团或至少一种可离子化基团的非聚合基团,和 NI 表示包括至少一种非离子基团的非聚合基团。改性颜料的存在量使得当将可固化涂层组合物涂覆到基材以形成可固化涂层和固化以形成涂层时,涂层包括大于或等于约 30 重量%的改性颜料,基于涂层的总重量。

[0008] 本发明进一步涉及包括可固化树脂和至少一种改性颜料的固化涂层,其中改性颜料包括连接至少一种具有通式 $-X-I$ 或 $-X-NI$ 的有机基团的颜料,其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、亚烷基、亚芳烷基、或亚烷芳基, I 表示包括至少一种离子基团或至少一种可离子化基团的非聚合基团,和 NI 表示包括至少一种非离子基团的非聚合基团。改性颜料的存在量使得当将可固化涂层固化以形成涂层时,涂层包括大于或等于约 30 重量%的改性颜料,基于涂层的总重量。

[0009] 本发明进一步涉及通过将可固化涂层组合物涂覆到基材上以形成可固化涂层,成膜地固化该可固化涂层以形成涂层,并显影和干燥该涂层而形成的黑底。可固化涂层组合物包括载体和至少一种改性颜料,其中改性颜料包括颜料如炭黑和过硫酸盐试剂(reagent)的反应产物。本发明进一步涉及包括可固化树脂和该改性颜料的固化涂层组合物,其中改性颜料的存在量使得当将可固化涂层组合物涂覆到基材以形成可固化涂层和固化以形成涂层时,涂层包括大于或等于约 30 重量%的改性颜料,基于涂层的重量。本发明进一步涉及包括可固化树脂和该改性颜料的固化涂层,其中改性颜料的存在量使得当将可固化涂层固化以形成涂层时,涂层包括大于或等于约 30 重量%的改性颜料,基于涂层的总重量。

[0010] 本发明进一步涉及包括树脂和至少一种改性颜料的涂层。在一个实施方案中,涂层的改性颜料包括连接至少一种具有通式 $-X-I$ 或 $-X-NI$ 的有机基团的颜料,其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、亚烷基、亚芳烷基、或亚烷芳基, I 表示包括至少一种离子基团或至少一种可离子化基团的非聚合基团,和 NI 表示包括至少一种非离子基团的非聚合基团。在另一个实施方案中,涂层包括树脂和至少一种改性颜料且体积电阻率大于或等于 10^{12} 欧姆-cm 和在 1 微米厚度下的光学密度大于或等于 3。在第三实施方案中,涂层包括树脂和至少一种改性颜料且体积电阻率为 10^6-10^8 欧姆-cm 和在 1 微米厚度下的光学密度大于或等于 4。在第四实施方案中,涂层包括树脂和至少一种改性颜料,其中改性颜料是颜料如炭黑和过硫酸盐试剂的反应产物。对于这些实施方案的每一个,涂层包括大于或等于约 30 重量%的改性颜料,基于涂层的总重量。

[0011] 本发明进一步涉及控制包括树脂和颜料的涂层的电阻率的方法。该方法包括制备可固化涂层组合物的步骤,该组合物包括载体、可固化树脂和至少一种改性颜料。该改性颜料包括连接至少一种具有通式 $-X-I$ 或 $-X-NI$ 的有机基团的颜料,其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、亚烷基、亚芳烷基、或亚烷芳基, I 表示包括至少一种离子基团或至少一种可离子化基团的非聚合基团,和 NI 表示包括至少一种非离子基团的非聚合基团。然后可以将可固化涂层组合物涂覆到基材以形成可固化涂层和固化以形成涂层。

[0012] 本发明进一步涉及在预选的颜料加载水平 (loading level) 下具有预选电阻率的包括树脂和改性颜料的涂层。改性颜料包括连接至少一种具有通式 $-X-I$ 或 $-X-NI$ 的有机基团的颜料,其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、亚烷基、亚芳烷基、或亚烷芳基, I 表示包括至少一种离子基团或至少一种可离子化基团的非聚合基团,和 NI 表示

包括至少一种非离子基团的非聚合基团。包括树脂和所述颜料的涂层在预选的颜料加载水平下的电阻率低于包括树脂和改性颜料的涂层在所述预选颜料加载水平下的电阻率。

[0013] 应当理解以上概述和以下详细描述两者仅是示例性和解释性的和用于对要求保护的本发明提供进一步的说明。

附图说明

[0014] 图 1 是显示涂层的表面电阻率和表面化学如何可用于电阻率控制的图。

[0015] 图 2、图 3 和图 4 是显示涂层的表面电阻率对改性颜料的各特征特征的图。不同的有机基团见图 3。图 2 和图 3 显示处理水平的效果和图 4 显示连接水平的效果

具体实施方式

[0016] 本发明涉及包括改性颜料的可固化涂层组合物、可固化涂层、和涂层、以及可由其形成的黑底。

[0017] 本发明涉及可固化涂层组合物，该组合物在一个实施方案中可用于制备本发明的黑底，在下面将更详细地描述。可固化涂层组合物包括载体、可固化树脂和至少一种改性颜料。载体可以是含水载体或非水载体。尽管可以使用含水和非水载体两者，优选液体载体是非水载体。例子包括非水载体，该非水载体包括乙酸丁酯、乙基溶纤剂、乙基溶纤剂乙酸酯、丁基溶纤剂、丁基溶纤剂乙酸酯、乙基卡必醇、乙基卡必醇乙酸酯、二甘醇、环己酮、丙二醇单甲基醚、丙二醇单甲基醚乙酸酯、乳酸酯、二甲基甲酰胺、甲乙酮、二甲基乙酰胺、和其混合物。也可以加入含水溶剂，该含水溶剂包括例如水和水溶性醇。

[0018] 可固化树脂可以是本领域已知的任何树脂。例如，树脂可以是环氧双酚-A 树脂或环氧酚醛清漆树脂。树脂也可以是丙烯酸类树脂、聚酰亚胺树脂、聚氨酯树脂、聚酯树脂、或明胶。树脂可以为通过各种已知方法固化的树脂，该方法包括例如热方式或通过任何辐射源例如红外或紫外辐射。这样，可固化涂层组合物可以是光敏的（即可以通过辐射固化）或热敏（即可以通过改变温度如加热而固化）。当树脂可由辐射固化时，可固化涂层组合物可进一步包括光引发剂，其在用各个颜料吸收光时产生自由基。

[0019] 用于本发明的可固化涂层组合物的改性颜料包括连接至少一种有机基团的颜料。颜料可以是本领域技术人员常规使用的任何类型颜料，如黑色颜料和其他着色颜料，包括蓝色、黑色、棕色、青色、绿色、白色、紫色、品红色、红色、橙色、或黄色颜料。也可以使用不同颜料的混合物。黑色颜料的代表性例子包括各种炭黑（颜料黑 7）如槽法炭黑、炉黑和灯黑，和包括例如可得自 Cabot Corporation 以 Regal[®], Black Pearls[®], Elftex[®], Monarch[®], Mogul[®]和 Vulcan[®]商标出售的炭黑（如 Black Pearls[®] 2000, Black Pearls[®] 1400, Black Pearls[®] 1300, Black Pearls[®] 1100, Black Pearls[®] 1000, Black Pearls[®] 900, Black Pearls[®] 880, Black Pearls[®] 800, Black Pearls[®] 700, Black Pearls[®] L, Elftex[®] 8, Monarch[®] 1400, Monarch[®] 1300, Monarch[®] 1100, Monarch[®] 1000, Monarch[®] 900, Monarch[®] 880, Monarch[®] 800, Monarch[®] 700, Mogul[®] L, Mogul[®] E, Regal[®] 250, Regal[®] 250R, Regal[®] 350, Regal[®] 350R, Regal[®] 330, Regal[®] 400, Vulcan[®] P, Vulcan[®] XC-72, Vulcan[®] XC-72R）。合适类型的着色颜料包括，例如葱醌、酞菁蓝、酞菁绿、重氮、单偶氮、皮葱酮、茈、杂环黄、喹吡啶酮、和（硫）靛蓝。这样的颜料可以粉末或压滤饼的形式从包括 BASF Corporation,

Engelhard Corporation 和 Sun Chemical Corporation 的许多来源购得。其它合适的着色颜料的例子描述于 Colour Index, 第3版 (The Society of Dyers and Colourists, 1982)。优选颜料是碳产品, 如炭黑。这些颜料也可以与多种不同类型的分散剂结合使用以形成稳定的分散体。

[0020] 颜料也可以是包括碳相和含硅物质相的多相聚集体或包括碳相和含金属物质相的多相聚集体。包括碳相和含硅物质相的多相聚集体也可以认为是硅处理的炭黑聚集体, 和包括碳相和含金属物质相的多相聚集体也可以认为是金属处理的炭黑聚集体, 只要实现在任一情况下, 含硅物质和 / 或含金属物质是正如碳相一样的聚集体的相。多相聚集体不表示离散的炭黑聚集体和离散的二氧化硅或金属聚集体的混合物, 且不是二氧化硅涂覆的炭黑。相反, 可以用作本发明中颜料的多相聚集体包括在或靠近聚集体的表面 (但在聚集体以外) 和 / 或在聚集体中集中的至少一个含硅或含金属的区域。聚集体因此包含至少两个相, 其中一个相是碳和另一个相是含硅物质、含金属的物质、或两者。可以是聚集体一部分的含硅物质不像二氧化硅偶联剂一样连接到炭黑聚集体, 而实际上是与碳相相同的聚集体的一部分。

[0021] 金属处理的炭黑是至少包含碳相和含金属物质相的聚集体。含金属的物质包括含铝、锌、镁、钙、钛、钒、钴、镍、锆、锡、锑、铬、钨、铅、碲、钡、铯、铁、银、铜、和钼的化合物。含金属物质相可以分布在聚集体的至少一部分中, 且是聚集体的固有部分。金属处理的炭黑也可包含多于一种类型的含金属物质相, 或金属处理的炭黑也可包含含硅物质相和 / 或含硼物质相。

[0022] 制备这些多相聚集体的详细情况解释于美国专利申请系列 No. :08/446, 141, 提交日 1995 年 5 月 22 日 ;08/446, 142, 提交日 1995 年 5 月 22 日 ;08/528, 895, 提交日 1995 年 9 月 15 日 ;08/750, 017, 提交日 1996 年 11 月 22 日, 它是 1996 年 5 月 21 日提交的 PCT No. WO 96/37547 的国家阶段申请 ;08/828, 785, 提交日 1997 年 3 月 27 日 ;08/837, 493, 提交日 1997 年 4 月 18 日和 09/061, 871, 提交日 1998 年 4 月 17 日。所有这些专利申请在此全文引入作为参考。

[0023] 二氧化硅涂覆的碳产品也可作为粒子使用, 如在 1996 年 11 月 28 日公开的 PCT 申请 No. WO 96/37547 中描述的, 该文献在此全文引入作为参考。

[0024] 取决于颜料的所需性能, 颜料具有宽范围的 BET 表面积, 通过氮吸附测量。例如, 颜料可以是表面积约 $10\text{--}600\text{m}^2/\text{g}$, 如约 $20\text{--}250\text{m}^2/\text{g}$ 和约 $20\text{--}100\text{m}^2/\text{g}$ 的炭黑。如本领域技术人员已知的那样, 较高的表面积对应于较小的初级粒径。颜料也可以具有本领域已知的很多种初级粒径。例如, 颜料的初级粒径可以为约 5nm —约 100nm , 包括约 10nm —约 80nm 和 15nm —约 50nm 。如果例如着色颜料的较高表面积对于所需的应用不容易得到, 本领域技术人员也将认识到如需要, 可以使颜料经历常规尺寸降低或粉碎技术, 如球磨或喷射研磨, 以降低颜料到较小的粒径。

[0025] 颜料也可具有宽范围的邻苯二甲酸二丁酯吸附 (DBP) 值, 它是颜料的结构或支化的量度。例如, 颜料可以是 DBP 值为约 $25\text{--}70\text{mL}/100\text{g}$ 的炭黑, 包括约 $30\text{--}50\text{mL}/100\text{g}$ 和约 $30\text{--}40\text{mL}/100\text{g}$ 。此外, 颜料可具有宽范围的初级粒径, 如约 $10\text{--}100\text{nm}$, 包括约 $15\text{--}60\text{nm}$ 。优选的颜料接近基本上总体球形几何形状。也可以使用具有其它形状如针和板的颜料。

[0026] 改性颜料连接有至少一种有机基团。在一个实施方案中, 有机基团具有通式 -X-I 。

在另一个实施方案中,有机基团具有通式 $-X-NI$ 。改性颜料还可包括至少一种具有通式 $-X-I$ 的有机基团和至少一种具有通式 $-X-NI$ 的有机基团。这些基团的每个以下更详细描述。改性颜料可以使用本领域技术人员已知的方法制备使得有机化学基团连接到颜料。与吸附的基团如聚合物、表面活性剂等相比,这提供基团到颜料上的更稳定连接。例如,改性颜料可以使用在美国专利 No. 5, 554, 739、5, 707, 432、5, 837, 045、5, 851, 280、5, 885, 335、5, 895, 522、5, 900, 029、5, 922, 118 和 6, 042, 643 以及 PCT 公开 W099/23174 中描述的方法制备,该文献的描述在此完全引入作为参考。与使用例如聚合物和 / 或表面活性剂的分散剂类型方法相比,这样的方法提供基团到颜料上的更稳定连接。

[0027] 基团 X 表示亚芳基或杂亚芳基、亚烷基、亚芳烷基、或亚烷芳基。X 直接连接到颜料和进一步由 I 基团或 NI 基团取代。优选, X 表示亚芳基或杂亚芳基,如亚苯基、亚萘基、或亚联苯基。当 X 表示亚烷基时,例子包括,但不限于,取代或未取代亚烷基,其可为支化或未支化的。例如,亚烷基可以是 C_1-C_{12} 基团如亚甲基、亚乙基、亚丙基、或亚丁基。最优选, X 是亚芳基。

[0028] 基团 X 可以被其它基团如一个或多个烷基或芳基进一步取代。而且,基团 X 可以由一个或多个官能团取代。官能团的例子包括,但不限于, R、OR、COR、COOR、OCOR、羧酸酯(盐)、卤素、CN、 NR_2 、 SO_3H 、磺酸酯(盐)、硫酸酯(盐)、 $NR(COR)$ 、 $CONR_2$ 、 NO_2 、 PO_3H_2 、磷酸酯(盐)、磷酸酯(盐)、 $N = NR$ 、SOR、 NSO_2R , 其中 R, 可以相同或不同,独立地是氢、支化或未支化 C_1-C_{20} 取代或未取代、饱和或不饱和的烃,如烷基、烯基、炔基、取代或未取代芳基、取代或未取代杂芳基、取代或未取代烷芳基、或取代或未取代芳烷基。

[0029] 基团 I 表示包括至少一种离子基团或至少一种可离子化基团的基团。基团 I 还可包括离子基团和可离子化基团的混合物。离子基团是阴离子或阳离子的和与相反电荷的反荷离子缔合,包括反荷离子如 Na^+ 、 K^+ 、 Li^+ 、 NH_4^+ 、 NR'_4^+ 、乙酸根、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 $R' SO_3^-$ 、 $R' OSO_3^-$ 、 OH^- 和 Cl^- , 其中 R' 表示氢或有机基团如取代或未取代芳基和 / 或烷基。可离子化基团是能够在介质中形成离子基团的基团。可阴离子化基团形成阴离子和可阳离子化基团形成阳离子。离子基团包括在美国专利 No. 5, 698, 016 中描述的那些,该文献的描述在此完全引入作为参考。

[0030] 阴离子基团是可以从含有可形成阴离子的可离子化取代基(可阴离子化基团)如酸性取代基的基团产生的带负电的离子基团。它们也可以是可离子化取代基的盐中的阴离子。阴离子基团的代表性例子包括 $-COO^-$ 、 $-SO_3^-$ 、 $-OSO_3^-$ 、 $-HPO_3^-$ 、 $-OPO_3^{2-}$ 、和 $-PO_3^{2-}$ 。优选,阴离子基团包括反荷离子,它是单价金属盐如 Na^+ 盐、 K^+ 盐、 Li^+ 盐。反荷离子也可以是铵盐如 NH_4^+ 盐。可阴离子化基团的代表性例子包括 $-COOH$ 、 $-SO_3H$ 、 $-PO_3H_2$ 、 $-R' SH$ 、 $-R' OH$ 、和 $-SO_2NHCOR'$, 其 R' 表示氢或有机基团如取代或未取代芳基和 / 或烷基。

[0031] 阳离子基团是可以从可形成阳离子的可离子化取代基(可阳离子化基团)如质子化胺产生的带正电的离子基团。例如,烷基或芳基胺可以在酸性介质中质子化以形成铵基团 $-NR'_2H^+$, 其中 R' 表示有机基团如取代或未取代芳基和 / 或烷基。阳离子基团也可以是带正电的有机离子基团。例子包括季铵基团 $(-NR'_3^+)$ 和季磷基团 $(-PR'_3^+)$ 。在此, R' 表示氢或有机基团如取代或未取代芳基和 / 或烷基。优选,阳离子基团包括烷基胺基团或其盐或烷基铵基团。

[0032] 优选,基团 I 包括至少一种羧酸基团或其盐、至少一种磺酸基团或其盐、至少一种

硫酸盐（酯）基团、至少一种烷基胺基团或其盐、或至少一种烷基铵基团。由于优选基团 X 是亚芳基，具有通式 -X-I 的优选的连接有机基团包括，但不限于，芳基羧酸基团、芳基磺酸基团、或其盐。例如，连接的有机基团可以是苯羧酸基团、苯二羧酸基团、苯三羧酸基团、苯磺酸基团、或其盐。连接的有机基团也可以是这些的任意一种的取代衍生物。

[0033] 基团 NI 表示包括至少一种非离子基团的基团，该非离子基团是不具表观电荷的基团。非离子基团的例子包括，但不限于，烷基（如 -R''）、羧酸酯（如 -COOR'' 或 -OCOR''）、酰胺（如 -CONHR''、-CONR''₂、-NHCOR'' 或 -NR''COR''）、烯化氧、二醇、醇、醚（如 -OR''）、酮（如 -COR''）、卤素和腈。在以上通式中，R'' 是具有 1-20 个碳原子的支化或未支化的烷基或亚烷基。因此，例如，连接到 X 的基团 NI 可以是羧酸的甲酯或乙酯或可以是包括该酯的非聚合基团。由于优选 X 是亚芳基，具有通式 -X-NI 的优选的连接有机基团包括，但不限于，芳基羧酸酯、芳基羧酸酰胺、或芳烷基，其中酯基团、酰胺基团、和烷基含有 1-20 个碳原子。例如，连接的有机基团可以是苯羧酸基团、苯二羧酸酯基团、或苯三羧酸酯基团的甲酯或乙酯，或可以是甲基或乙基苯基团。

[0034] 令人惊奇地发现连接有不包括聚合基团的有机基团的改性颜料可用于本发明的可固化涂层组合物、可固化涂层和涂层。因此，为了本发明的目的，基团 I 和基团 NI 是非聚合基团，它意味着尽管基团 I 包括至少一种离子或可离子化基团和基团 NI 包括至少一种非离子基团，但这些基团不包括由单独单体单元的聚合而制备的基团。例如，基团 I 不是包括至少一种离子或可离子化基团的聚合基团和基团 NI 不是包括至少一种非离子基团的聚合基团。另外，基团 I 不是包括聚合的反荷离子的离子基团。发现这些改性颜料相对于包括聚合基团的改性颜料提供几个优点，这在以下更详细描述。

[0035] 具有通式 -X-I 或 -X-NI 的连接有机基团的量可以变化以达到所需的性能属性。这在优化性能中允许更大的灵活性。优选，连接的有机基团的总量为约 0.001-约 10.0 微摩尔有机基团 /m² 颜料表面积，该表面积通过氮吸附（BET 方法）测量。更优选，连接的有机基团的量为约 0.01-约 5.0 微摩尔 /m² 和最优选为约 0.05-3.0 微摩尔 /m²。此外，改性颜料可进一步包括另外的连接的有机基团。这可导致进一步改进的性能。然而，当另外的连接基团存在时，这些也是非聚合基团。

[0036] 此外，可以使用改性颜料的混合物。因此，可固化涂层组合物可包括两种或多种改性颜料，其中每种改性颜料连接有具有通式 -X-I 或 -X-NI 的有机基团。两种改性颜料应当在连接基团的类型、连接基团的量、颜料的类型、或其组合方面不同。因此，例如，可一起使用两种改性颜料，每种连接有包括不同基团 I 的有机基团（如连接有包括至少一种羧酸基团或其盐的有机基团的改性颜料和连接有包括至少一个磺酸基团或其盐的有机基团的改性颜料）。还可一起使用两种改性颜料，每种包括不同的颜料（如各自具有不同表面积和 / 或结构的两种炭黑）和连接有相同的有机基团（如包括至少一种羧酸基团的有机基团）。此外，连接有具有通式 -X-I 的有机基团的改性颜料可以与连接有具有通式 -X-NI 的有机基团的改性颜料组合使用。可以使用连接有 -X-I 和 -X-NI 基团的改性颜料的其它组合。组合使用的改性颜料都不包括聚合基团。

[0037] 用于本发明的可固化涂层组合物的改性颜料也可包括颜料和过硫酸盐试剂的反应产物。颜料可以是任何上述的那些，和过硫酸盐试剂优选是过硫酸盐如过硫酸铵、过硫酸钠、或过硫酸钾。反应产物可以由本领域已知的任何方法制备，但优选由包括如下步骤的方

法制备 :i) 将颜料、过硫酸盐试剂和含水介质 (如水或包含大于 50% 水的水和至少一种水溶性溶剂的混合物) 以及任选地与另外的强酸和 / 或表面活性剂或分散剂 (如阴离子或非离子稳定剂) 组合以形成混合物 ;ii) 加热混合物 ; 和 iii) 中和混合物到大于 7.0 的 pH。加热步骤优选在 100℃ 以下, 如约 40℃ - 约 90℃ 进行和优选进行小于 24 小时如约 2 小时 -24 小时的持续时间。该方法可进一步包括在中和混合物之后加热的步骤, 它优选在高于第一加热步骤如高 20℃ -40℃ 的温度下进行, 和优选进行约 2-12 小时的持续时间。优选改性颜料通过在美国专利公开 No. 2004-0103822 中描述的方法制备, 该文献在此全文引入作为参考。

[0038] 可固化涂层组合物可以使用本领域技术人员已知的任何方法形成, 包括, 例如使用高剪切混合。另外, 组合物可以使用改性颜料的分散体如研磨料 (millbase) 制备。基于分散体的总重量, 改性颜料的量可以为约 1% -60%, 和优选为约 5 重量% -30 重量%。更优选, 改性颜料的量使得当将涂层组合物用于形成可固化涂层和随后固化时, 获得的涂层包括大于或等于约 30 重量% 的改性颜料, 基于涂层的总重量。优选, 获得的涂层包括大于或等于约 50 重量% 的改性颜料, 基于涂层的总重量和更优选包括约 50 重量% -80 重量% 的改性颜料, 基于涂层的总重量。

[0039] 可固化涂层组合物可以采用最少的另外组分 (添加剂和 / 或助溶剂) 和加工步骤形成。然而, 也可以包括添加剂如表面活性剂和助溶剂。例如, 当使用光敏树脂如环氧双酚 -A 或环氧酚醛清漆时, 还可以加入光敏引发剂。还可以加入单体和 / 或低聚物。

[0040] 本发明进一步涉及可固化涂层。优选, 可固化涂层由本发明的可固化涂层组合物制备, 该组合物在以上更详细描述。可固化涂层包括可固化树脂和至少一种改性颜料, 优选其中改性颜料包括连接有至少一种具有通式 -X-I 或 X-NI 的有机基团的颜料。可固化树脂和改性颜料可以是以上更详细描述的那些的任一种。可固化涂层可以是光敏涂层, 导致通过辐射可固化涂层而形成涂层, 或热敏涂层, 其中涂层由可固化涂层的热处理形成。对于本发明的此方面, 可固化涂层包括足够量的改性颜料使得当固化以形成涂层时, 获得的涂层包括大于或等于约 30 重量%, 优选大于或等于 50 重量%, 和更优选约 50 重量% - 约 80 重量% 的改性颜料, 基于涂层的总重量。

[0041] 本发明进一步涉及涂层。优选, 涂层由本发明的可固化涂层制备, 该可固化涂层在以上更详细描述。在一个实施方案中, 涂层包括树脂和至少一种改性颜料, 其中改性颜料是以上更详细描述的那些的任一种。改性颜料存在量大于或等于约 30 重量%, 优选大于或等于 50 重量%, 和更优选约 50 重量% - 约 80 重量% 的改性颜料, 基于涂层的总重量。

[0042] 令人惊奇地发现本发明的可固化涂层组合物和可固化涂层可用于制备固化的涂层, 其与常规涂层中发现的水平相比, 包括相对高水平的颜料, 如以上所述的那些。而且, 由于连接的有机基团是非聚合的, 与采用连接有聚合基团或涂覆有聚合物的颜料制备的涂层相比, 用于涂层的颜料的碳含量百分比 (按重量) 也可以高得多 (通常约 97% 碳)。这能够制备具有改善的总体性能的涂层和黑底, 下面更详细描述, 该改善的总体性能包括电性能如体积电阻率和光学密度的改善的平衡。体积电阻率是材料防止电传导的能力的量度和可以使用本领域已知的各种技术测量, 包括例如在 ASTM 规程 D257-93 中定义的方法。光学密度 (OD) 是材料不透明性的量度和典型地使用光密度计测量。OD 取决于几个因素, 包括膜的厚度。本发明的涂层的体积电阻率可大于或等于 10^{12} 欧姆 -cm, 优选 10^{13} 欧姆 -cm, 和此

外在 1 微米厚度下的光学密度可以大于或等于 3, 优选大于或等于 4, 和更优选大于或等于 5。并且, 本发明的涂层的体积电阻率可以为 10^6 - 10^8 欧姆-cm 和此外在 1 微米厚度下的光学密度大于或等于 4, 更优选 4-5。取决于涂层的应用, 本发明的涂层在更大膜厚度下也可具有相似的电性能 (如电阻率), 该膜厚度包括, 例如 10-100 微米厚度。

[0043] 性能取决于可以根据本发明的某些实施方案控制的各种因素, 包括处理水平和颜料类型。例如, 令人惊奇地发现与包括相同树脂和相同颜料、没有连接的有机基团的涂层相比, 包括树脂和至少一种改性颜料的涂层具有改进的电性能, 该改性颜料包括连接有至少一种有机基团的颜料。这概括地示于图 1 中和更具体地示于图 2-4 中。以下更详细讨论这些的每一个。

[0044] 通常, 特定炭黑的加载水平影响包含该炭黑的涂层的表面电阻率。初始, 在低加载下, 表面电阻率随炭黑量的增加保持基本恒定。在较高的水平下, 出现过渡, 其中足够的颜料呈现出电阻率显著降低。这通常称为渗滤阈值 (percolation threshold)。超过此阈值的颜料水平对涂层的电阻率具有非常小的影响。通常, 大多数炭黑显示相似的渗滤性能。因此, 炭黑的渗滤曲线非常相似, 而不管炭黑的类型, 除了渗滤点 (即其中表面电阻率降低的炭黑加载) 不同以外。这由渗滤曲线的移动显示。

[0045] 图 1 显示三种类型涂层的代表性渗滤曲线。为了代表的目的, 每种涂层包括相同的树脂但不同的炭黑。由渗滤曲线 C 表示的炭黑, 它代表本发明, 是连接有至少一种有机基团的改性炭黑颜料。由渗滤曲线 A 和 B 代表的炭黑是未改性以含有连接的有机基团的炭黑颜料。还显示对于涂层所期望的预选目标表面电阻率和预选目标加载水平 (重量% C)。

[0046] 由曲线 A 表示的炭黑在任何炭黑加载水平下都不产生具有目标电阻率的涂层。为生产具有该目标电阻率的涂层, 需要不同的炭黑。典型地在本领域中, 这使用形态与曲线 A 的炭黑不同的炭黑而实现。因此, 例如, 为了制造具有目标性能的涂层, 必须发现结构 (DBP) 不同于由曲线 A 表示的炭黑。这由曲线 B 显示。如图 1 所示, 曲线 B 相似于曲线 A, 但曲线 B 移动使得需要曲线 B 的炭黑的较高水平 (重量% C) 以生产具有目标表面电阻率的涂层。如所显示的, 尽管曲线 B 的炭黑产生具有目标性能的涂层, 但选择具有不同形态的替代炭黑可具有几个缺点, 包括例如成本、加工效果等。

[0047] 另外, 如图 1 所示, 目标表面电阻率可落在渗滤曲线的最陡点 (steepest point) 上。从实际的观点来看, 制造此涂层要求对炭黑加载的严格控制, 这是由于加载的小变化对观察到的电阻率具有大的影响。这对于含炭黑的涂层通常是正确的, 该涂层的表面电阻率典型地为约 10^5 - 10^{12} 欧姆/平方。

[0048] 为了生产具有图 1 所示的预选性能的涂层而不改变形态, 需要替代方案。在本发明中, 令人惊奇地发现如果涂层包括至少一种改性颜料可以改进涂层的电阻率, 该改性颜料包括连接有至少一种有机基团的颜料。还发现具有预选表面电阻率的涂层可以使用炭黑生产, 该炭黑以别的方式将不产生所需性能。这由曲线 C 显示, 它表示改性炭黑颜料, 其中已改性的炭黑颜料是由曲线 A 表示的炭黑。曲线 A 的未改性炭黑, 如以上所讨论, 不满足预选电阻率性能。然而, 改性以连接有至少一种有机基团的曲线 A 的炭黑 (由曲线 C 所示) 将产生具有所需性能的涂层。

[0049] 因此, 发现包括改性炭黑颜料的涂层的电阻率高于包含相同但未改性颜料的涂层的电阻率。如由图 1 中的代表性渗滤曲线所示, 根据本发明, 可以通过改变炭黑的表面化学

增加包含该给定炭黑的膜的电阻率。根据本发明也可以通过表面化学改变对于给定炭黑的渗滤曲线。令人惊奇地发现电阻率通常随处理水平增加,特别是在较高加载水平下。结果,通过使用本发明,可以移动渗滤曲线使得预选电阻率可以离开曲线的最陡部分出现。因此,加载的小变化对电阻率不具有大影响。

[0050] 因此,发现预选或所需的目标电阻率(特别是在目标加载下)可以使用改性颜料达到。改性颜料包括连接有至少一种有机基团的颜料,和此颜料可以是先前不能用于生产具有预选电阻率(特别是在规定加载下)的涂层的颜料。另外,改变形态可提供优化的涂层性能。

[0051] 另外,发现可以改变连接的有机基团的量以达到所需性能。这在图 2-4 中显示。图 2 显示处理水平(即加入以制备改性颜料的试剂量)对在改性颜料的各水平下包括树脂(Joncryl 611)的涂层的表面电阻率的影响,该改性颜料包括连接有至少一种有机基团($-\text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_3\text{Na}$)的颜料(Regal®250 炭黑)。可以在图 2 中看出,通常当处理水平增加时,表面电阻率增加。在较高加载水平下,特别是在渗滤阈值以上,特别是包括 83.3 重量%碳的涂层(其对应于研磨料),更清楚地看到该效果。另外,使用改性炭黑在较高加载水平下制备的涂层的电阻率与使用未改性炭黑在明显较低加载下制备的涂层的电阻率相似。图 3 显示由包括改性颜料的研磨料制备的涂层的电阻率,该改性颜料是连接有至少一种有机基团($-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CO}_2\text{Na}$ 基团或 $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 基团)的颜料(Regal®250 炭黑)。在图 3 中,炭黑的加载水平是 83.3 重量%,和可以看到,增加处理水平会增加涂层的电阻率。图 4 显示如图 3 中相同的涂层(具有改性颜料,该改性颜料包括连接至少一个 $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CO}_2\text{Na}$ 基团的颜料),其中连接基团的量由 TGA 测量。如图 4 所示,当连接基团的量(连接水平)增加时,如由测量的挥发物含量表示,表面电阻率增加。令人惊奇地发现通过改变连接基团的量,表面电阻率可改变 8 个数量级,和可以使用挥发物含量小于 3%的颜料达到高达至少 10^{12} 欧姆/平方的表面电阻率。

[0052] 因此,图 1-4 例示本发明的实施方案,它是控制包括树脂和颜料的涂层的电阻率的方法。该方法包括如下步骤:制备包括载体、可固化树脂和至少一种改性颜料的固化涂层组合物。改性颜料包括连接有至少一种具有通式 $-\text{X}-\text{I}$ 或 $-\text{X}-\text{NI}$ 的有机基团的颜料,其中直接连接到颜料的 X 表示亚芳基或杂亚芳基、亚烷基、亚芳烷基、或亚烷芳基, I 表示包括至少一种离子基团或至少一种可离子化基团的非聚合基团,和 NI 表示包括至少一种非离子基团的非聚合基团。然后可以将可固化涂层组合物涂覆到基材以形成可固化涂层和固化以形成涂层。这些图也显示本发明的包括树脂和上述改性颜料的涂层的实施方案,该涂层在预选颜料加载水平下具有预选择电阻率。包括树脂和用于制备改性颜料的所述颜料的涂层在预选颜料加载水平下的电阻率低于包括树脂和改性颜料的涂层在预选颜料加载水平下的电阻率。

[0053] 图 4 进一步例示本发明的涂层的实施方案,该涂层包括树脂和上述的改性颜料。改性颜料的挥发物含量小于 3%,优选约 0.5% - 约 3%,和涂层的电阻率为 10^6-10^{13} 欧姆/平方。优选改性颜料的挥发物含量为约 1.0% - 约 3.0%,和涂层的电阻率为 10^8-10^{13} 欧姆/平方。因此,令人惊奇地发现具有高电阻率(如大于 10^8 欧姆/平方,优选大于 10^{10} 欧姆/平方)的涂层组合物可以使用具有低挥发物含量如小于 3%的颜料生产。

[0054] 本发明进一步涉及可用于例如液晶显示器件中滤色器的黑底。黑底可以使用本

域已知的任何方法形成。例如，黑底可以如下形成：将包括改性碳产品的可固化涂层组合物涂覆到基材上，成像地固化所得可固化涂层，并显影和干燥该固化的涂层。优选，黑底由本发明的可固化涂层组合物、可固化涂层和 / 或涂层制备，它们每个在以上更详细描述。

[0055] 体积电阻率和光学密度是黑底材料的重要性能并在以上更详细描述。由于本发明的黑底优选由本发明的可固化涂层组合物形成，该可固化涂层组合物用于形成本发明的固化的涂层，黑底可具有与涂层有关的如上所述的性能（体积电阻率和光学密度）。此外，可以改变本发明的黑底中改性碳产品的连接的有机基团的量以达到不同的所需总体性能属性。另外，改性碳产品的量可以变化且取决于碳产品的类型和连接基团的量。本发明的黑底中改性碳产品的量大于或等于 30 重量%，优选大于或等于 50 重量%，和更优选约 50 重量% -80 重量%。

[0056] 本发明进一步涉及可以与黑底和特别是本发明的黑底组合使用的滤色器。滤色器可以使用本领域已知的任何方法，和特别地使用与用于上述黑底的类似方法形成。对于这种应用，使用颜色对应于显示器件的像素要求的颜色的改性颜料。

[0057] 本发明将通过如下实施例进一步阐明，该实施例在本质上仅是例示的。

[0058] 实施例

[0059] 实施例 1- 制备改性颜料

[0060] 将 550g 的 Regal®250R 炭黑（购自 Cabot Corporation）、31.5g 磺胺酸和 1000 克 DI 水加入夹套加热到 60°C 的犁 (plow) 混合器。制备 12.6g 亚硝酸钠在 100g DI 水中的溶液，并将其加入在犁混合器中的混合物中。将反应混合物在大约 50rpm 下在 60°C 下混合 2 小时和然后冷却到室温。将获得的炭黑分散体稀释到 15% 固体并用 7 倍体积的 DI 水补给通过渗滤而处理。将最终分散体在 75°C 烘箱中干燥过夜和然后使用实验室混合器研磨以制造连接有苯磺酸基团的改性颜料的粉末。

[0061] 实施例 2A 和 2B- 制备研磨料

[0062] 研磨料使用实施例 1 的改性炭黑（实施例 2A）和 Regal®250R 炭黑（实施例 2B）制备。使用的材料和量见表 1。Solsperse 32500 是购自 Noveon 的聚合物分散剂。使用 Skandex 实验室振动器研磨组分 2 小时。测量研磨料中颜料的平均体积粒径并发现其可以与基础炭黑的聚集体尺寸相比。

[0063] 表 1. 研磨料

[0064]

	实施例 2A	实施例 2B
颜料	实施例 1	Regal® 250R
颜料的量	15g	15g
分散剂	Solsperse 32500	Solsperse 32500
分散剂的量	7.5g	7.5g
PGMEA	52.5g	52.5g

[0065] 实施例 3- 制备调稀料 (letdown)

[0066] 将实施例 2 的每种研磨料采用 Joncryl 611 (购自 Johnson Polymers) 在 PGMEA

中的 20 重量%溶液调稀以制备包含在无溶剂基础上的重量 30%、40%、50%、60%、70% 炭黑的涂层组合物。与常规涂层组合物相比,这些是非常高的水平。组合物见下表 2。

[0067] 表 2- 涂层组合物

[0068]

实施例 #	研磨料	颜料的量
实施例 3A-1	实施例 2A	30%
实施例 3B-1	实施例 2B	30%
实施例 3A-2	实施例 2A	40%
实施例 3B-2	实施例 2B	40%
实施例 3A-3	实施例 2A	50%
实施例 3B-3	实施例 2B	50%
实施例 3A-4	实施例 2A	60%
实施例 3B-4	实施例 2B	60%
实施例 3A-5	实施例 2A	70%
实施例 3B-5	实施例 2B	70%

[0069] 实施例 4- 制备涂层

[0070] 将实施例 3 的涂层组合物旋涂到玻璃晶片上以形成涂层,和测量这些涂层的性能。光学密度使用 X-Rite 361T 透射光密度计 (Transmission Densitometer) 测量,和厚度使用 KLA Tencor Alpha Step 500 表面轮廓测定器 (Surface Profilometer) 测量。涂层的表面电阻率使用 Keithley Model 6517 电位计 / 高阻计 (Electrometer/High Resistance Meter) 测量。

[0071] 每种涂层的性能见下表 3 和 4。

[0072] 表 3. 电性能

[0073]

实施例 #	表面电阻率 (Ω / 平方)
实施例 3A-1	1.04×10^{12}
实施例 3B-1	2.45×10^{11}
实施例 3A-2	7.17×10^{11}
实施例 3B-2	6.97×10^{11}

实施例 3A-3	2.59×10^{11}
实施例 3B-3	5.58×10^{10}
实施例 3A-4	9.80×10^{10}
实施例 3B-4	3.6×10^7
实施例 3A-5	1.47×10^8
实施例 3B-5	1.72×10^5

[0074] 表 4. 光学性能

[0075]

实施例 #	OD(1 μ 厚度)
实施例 3A-1	1.75
实施例 3B-1	1.84
实施例 3A-2	2.43
实施例 3B-2	2.57
实施例 3A-3	3.17
实施例 3B-3	3.29
实施例 3A-4	3.52
实施例 3B-4	4.21
实施例 3A-5	4.48
实施例 3B-5	4.90

[0076] 这些结果显示与使用常规颜料的涂层相比,包括在此所述的改性颜料的涂层的表面电阻率较高。这些涂层还保持高光学密度。预期在相同的涂层厚度下,与包括常规颜料的涂层相比,这些涂层还具有较高的体积电阻率。

[0077] 尽管这些实施例使用不可固化的树脂,但预期如果使用可固化树脂,如光敏或热敏树脂,将得到相似的性能。因此,这些涂层可以用作黑底。

[0078] 实施例 5- 制备涂层

[0079] 使用相似于实施例 4 中所述的过程制备涂层,但使用如下制备的组合物:在油漆振动器 (paint shaker) 中研磨实施例 1 的改性颜料 (6g)、30.8g 的 Joncryl 611 在 PGMEA 中的 20% 溶液和 23.2g PGMEA 的组合 8 小时。发现含有 50 重量%颜料的所得涂层在 1 μ

厚度下的光学密度为 3.0。发现体积电阻率为 1.8×10^{14} 欧姆-cm。

[0080] 可以将此涂层的性能与相似涂层 (50% CB) 的那些比较, 该相似涂层使用包括相同的基础颜料但连接有聚合基团的改性颜料获得, 和与在 PGMEA 中的 Joncryl 611 混合 (描述于 E. Step 的 Proceedings of IDW' 02, #FMC4-2, p. 425)。发现这些涂层在 1μ 厚度下的光学密度为 3.0 和体积电阻率为 7.0×10^{13} 欧姆 cm。因此, 与包括连接的聚合基团的改性颜料相比, 包括在此所述的改性颜料的涂层具有较好的电阻率性能, 同时保持光学密度。

[0081] 实施例 6-8- 制备涂层

[0082] 使用实施例 1 中描述的过程制备改性颜料, 采用不同量的磺胺酸和亚硝酸钠对磺胺酸的相同比例。然后使用这些改性颜料, 遵循对于实施例 2A 和 2B 所述的过程制备研磨料, 且然后使用对于实施例 3 所述的过程调稀以制备包含炭黑的各种加载的涂层组合物。用于每个实施例的从磺胺酸的量和炭黑 (Regal® 250R 炭黑) 的表面积计算的处理水平示于下表 5, 它还包括用于实施例 3A 和 3B 的颜料的处理水平。组合物以及实施例 3A 和 3B 的那些示于下表 6。

[0083] 表 5- 处理水平

[0084]

实施例 #	颜料处理水平
实施例 3A	$6 \mu \text{ moles/m}^2$
实施例 6	$3 \mu \text{ moles/m}^2$
实施例 7	$2 \mu \text{ moles/m}^2$
实施例 8	$1 \mu \text{ moles/m}^2$
实施例 3B	$0 \mu \text{ moles/m}^2$

[0085] 然后使用实施例 4 中描述的过程制备涂层, 和测量每个涂层的表面电阻率。包括 83.3 重量% 碳的涂层对应于研磨料。结果见下表 6。这也在图 2 中用图显示。

[0086] 表 6- 表面电阻率 (Ω / 平方)

[0087]

% 颜料	实施例 3A	实施例 6	实施例 7	实施例 8	实施例 3B
10	8.35×10^{11}				
20	1.67×10^{12}				
30	1.04×10^{12}	3.58×10^{11}	8.84×10^{12}	5.05×10^{11}	2.45×10^{11}
40	7.17×10^{11}	1.49×10^{11}	4.24×10^{12}	6.42×10^{11}	6.97×10^{11}
50	2.59×10^{11}	2.23×10^{11}	2.17×10^{12}	2.16×10^{11}	5.58×10^{10}

60	9.8×10^{10}	5.08×10^{11}	6.92×10^{10}	4.69×10^{10}	3.61×10^7
70	1.47×10^8	3.40×10^8	1.67×10^6	1.89×10^5	1.72×10^4
83.3	5.53×10^7	1.23×10^7	9.47×10^5	5.70×10^4	4.59×10^3

[0088] 这些结果显示对于由包括改性颜料的本发明的涂层组合物制备的涂层,处理水平影响电阻率。通常,当处理水平增加时,表面电阻率增加。在较高加载水平下更清楚地看到该效果。另外,使用改性炭黑制备的涂层在较高加载水平下的电阻率可与使用未改性炭黑制备的涂层在明显较低加载下的电阻率类似。预期在同等的涂层厚度下比较体积电阻率,将看到相似的趋势。

[0089] 尽管这些实施例使用不可固化的树脂,预期如果使用可固化树脂如光敏或热敏树脂,将得到相似的性能。因此,这些涂层可以用作黑底。

[0090] 实施例 9

[0091] 由研磨料制备涂层,该研磨料使用相似于实施例 6-8 中所述的过程制备。这些涂层包括 83.3 重量%炭黑。实施例 9A 是包括常规炭黑的比较涂层。实施例 9B-9F 是包括改性炭黑的本发明的涂层。对于实施例 9A-9F,改性炭黑使用相似于实施例 1 中所述的过程制备,除了使用 4-氨基苯甲酸 (PABA) 代替磺胺酸,和使用较小规模的混合器则不是犁混合器以外。用于这些实施例每个的 PABA 量对应于下表 7 中所示的处理水平 (PABA 的加入水平)。而且,对于每个实施例,显示对于使用的炭黑通过 TGA 测量的挥发物百分比 (挥发物的总量)。

[0092] 表 7

[0093]

实施例 #	处理水平 ($\mu\text{moles}/\text{m}^2$)	%挥发物	表面电阻率 ($\Omega/\text{平方}$)	膜厚度 (μm)
9A	0	0.10%	4.00×10^3	1.065
9B	1	0.17%	3.30×10^4	0.984
9C	2	0.49%	3.70×10^5	0.965
9D	6	1.40%	2.00×10^8	0.936
9E	10	2.03%	2.00×10^9	0.892
9F	40	2.78%	2.92×10^{11}	0.898

[0094] 每个涂层的表面电阻率和膜厚度如在实施例 4 中所述测量,和这些结果在表 7 中显示以及在图 3 (处理水平和表面电阻率) 和图 4 (%挥发物和表面电阻率) 中图示显示。

[0095] 图 4 中还显示使用改性炭黑制备的涂层的表面电阻率值,该改性炭黑连接有苯乙醇基团,它使用相似于实施例 1 中所述的过程制备,除了使用 4-氨基苯乙醇代替磺胺酸。

对于包含 4-氨基苯乙醇的 6、10 和 20 $\mu\text{moles}/\text{m}^2$ 处理水平的涂层,发现表面电阻率值为 1.29×10^7 、 1.05×10^8 和 $1.03 \times 10^9 \Omega/\text{平方}$ (分别地)。

[0096] 这些结果显示对于从包括改性颜料的本发明的涂层组合物制备的涂层,当处理水平增加时,表面电阻率增加。对于两种处理类型都可以看到此效果。比较%挥发物值看到相似的趋势,它可以考虑为连接水平的指示。令人惊奇地发现具有低挥发物含量的改性颜料,如以上所示的那些,可用于生产具有高电阻率的涂层。预期在相同的涂层厚度下,这些涂层也随增加的处理水平和%挥发物而具有愈加更高的体积电阻率。

[0097] 尽管这些实施例使用不可固化的树脂,预期如果使用可固化树脂如光敏或热敏树脂,将得到相似的性能。因此,这些涂层可以用作黑底。

[0098] 本发明的优选实施方案的以上描述给出用于说明和描述的目的。它不是穷举或用于限制本发明到公开的明确形式。改进和变化考虑到以上教导是可能的,或可以从本发明的实施获得。选择和描述实施方案以解释本发明的原理和它的实际应用,以使本领域技术人员能够在各种实施方案中和采用各种改进利用本发明,如适于预期的特定用途。本发明的范围由所附权利要求和它们的等价物限定。

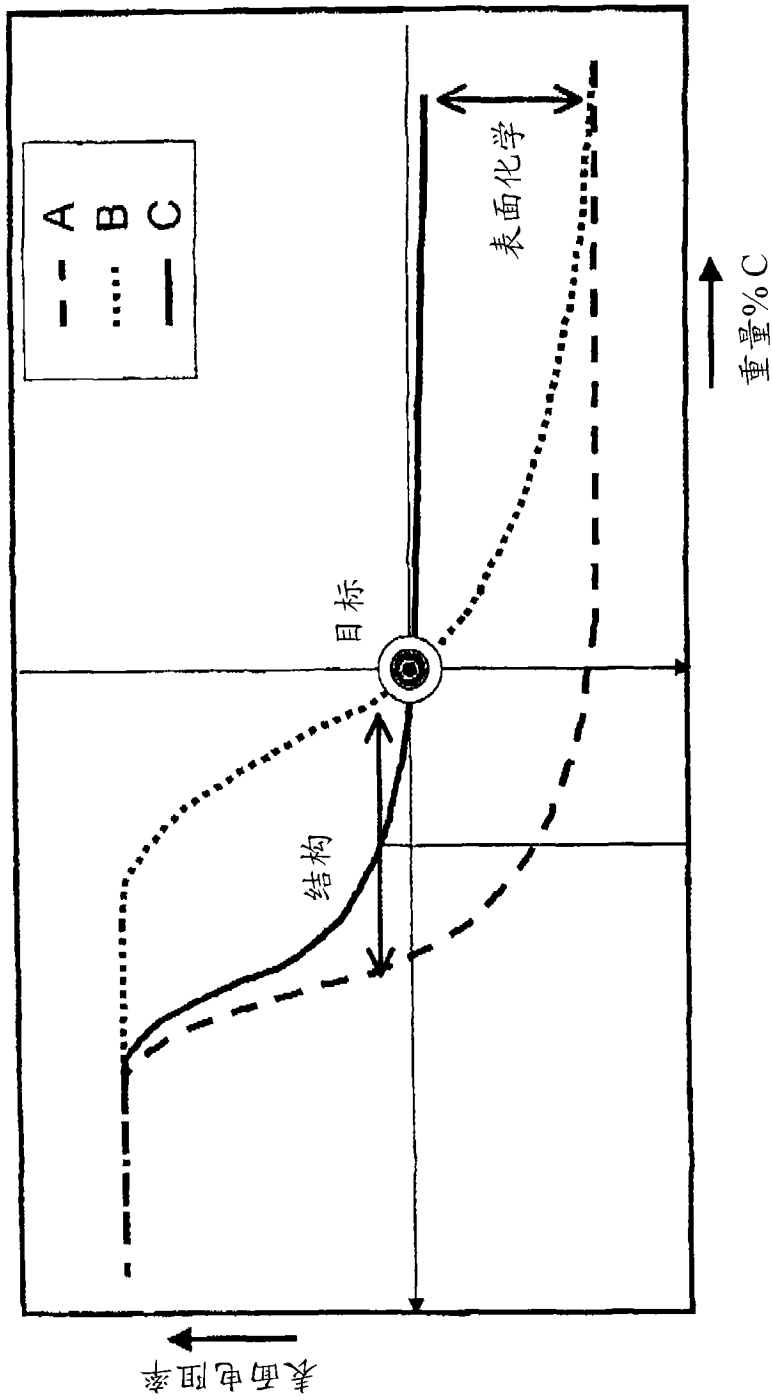


图 1

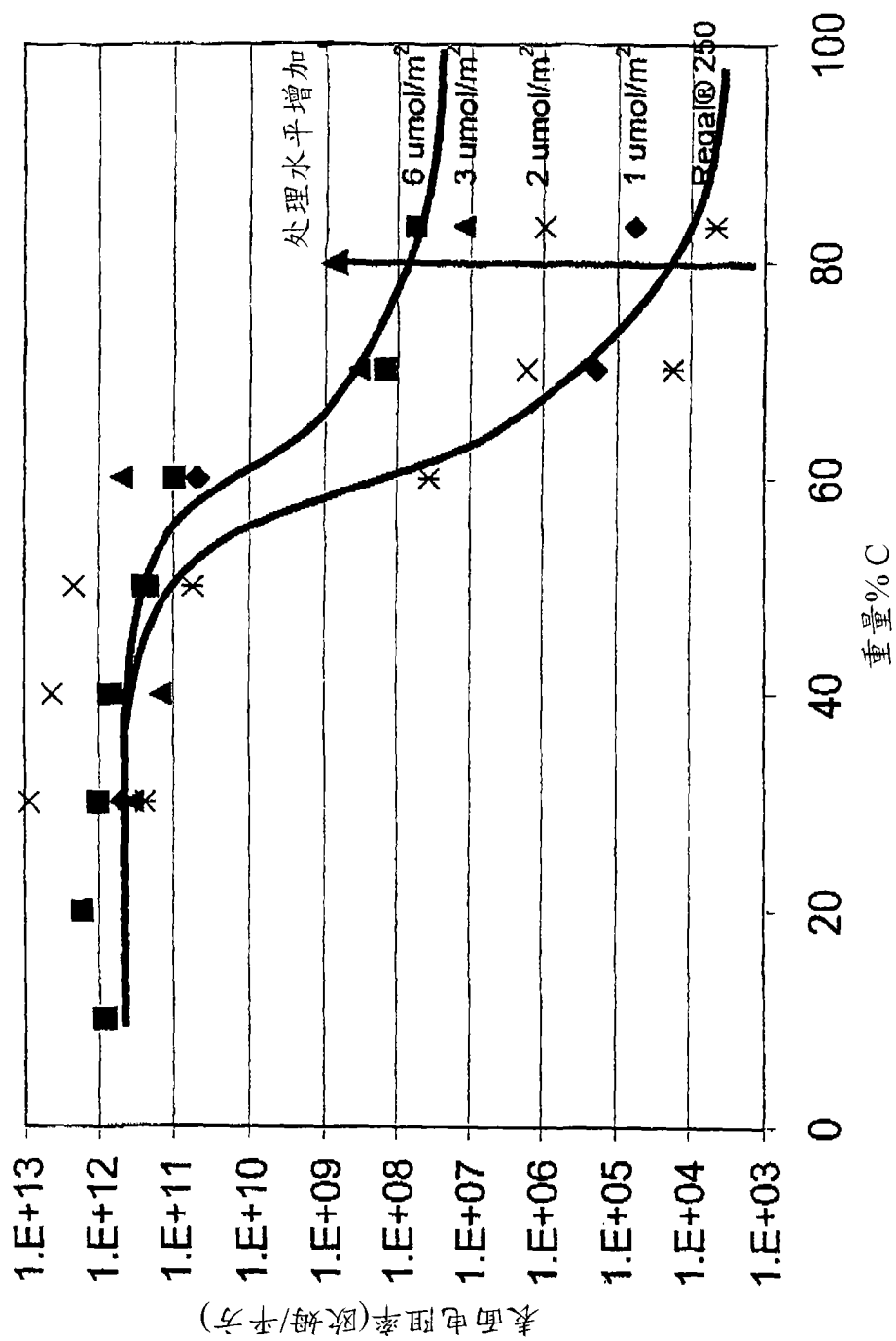


图 2

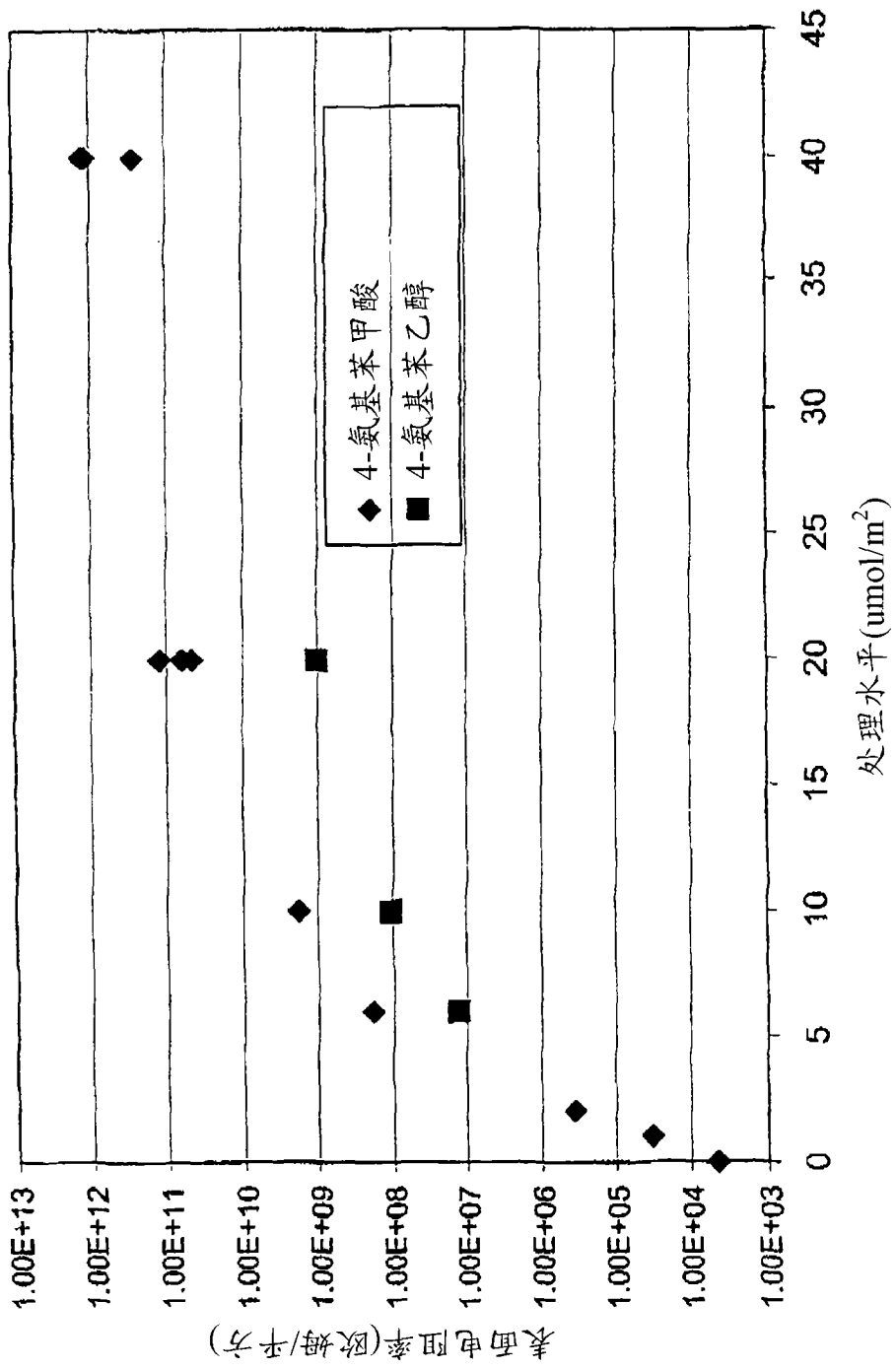


图 3

表面电阻率随挥发物含量的变化

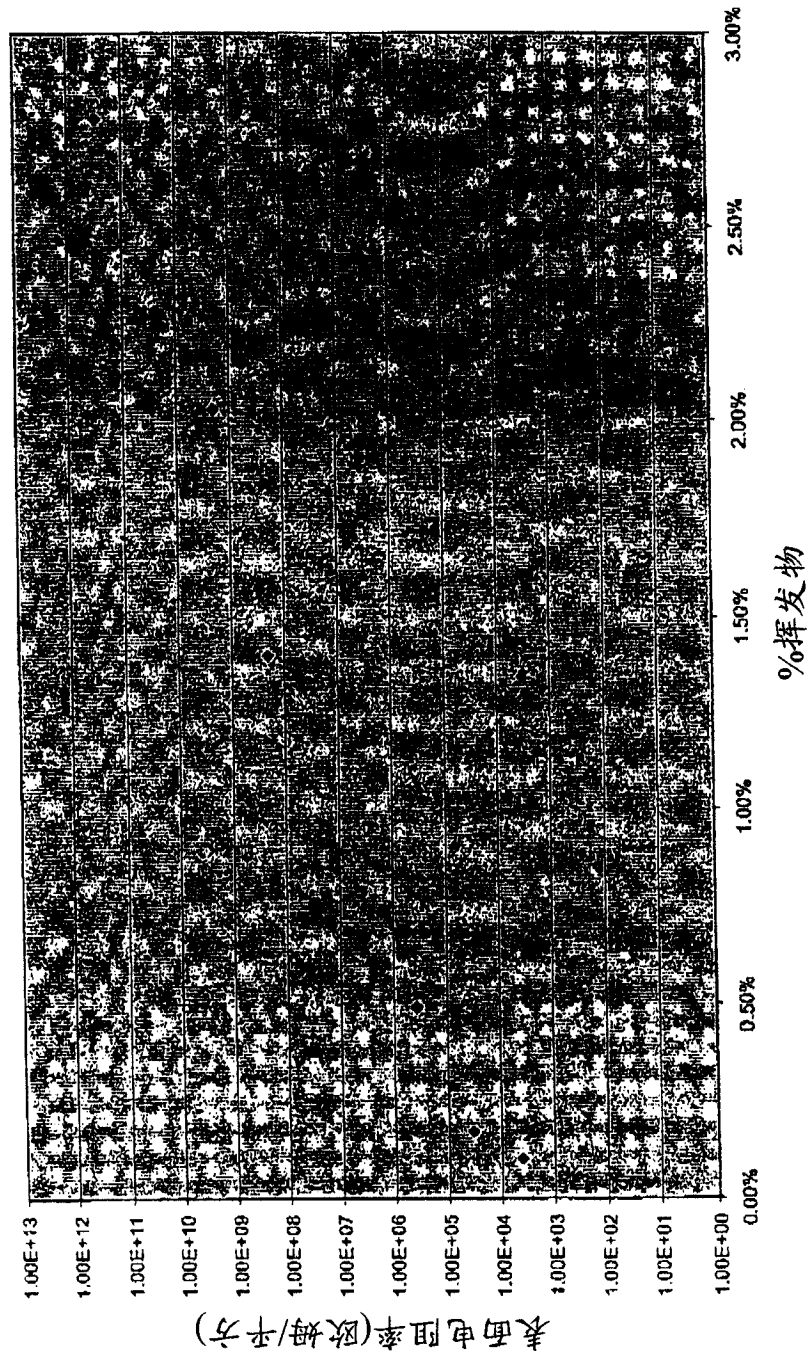


图 4