

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C08K 5/00 (2006.01)

C08K 5/08 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200580029561.3

[43] 公开日 2007年8月29日

[11] 公开号 CN 101027348A

[22] 申请日 2005.8.24

[21] 申请号 200580029561.3

[30] 优先权

[32] 2004.9.3 [33] EP [31] 04104253.2

[32] 2004.11.15 [33] EP [31] 04105777.9

[86] 国际申请 PCT/EP2005/054142 2005.8.24

[87] 国际公布 WO2006/024617 英 2006.3.9

[85] 进入国家阶段日期 2007.3.2

[71] 申请人 亨斯迈先进材料(瑞士)有限公司

地址 瑞士巴塞尔

[72] 发明人 V·霍尔-高尔 A·特兹卡斯

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 刘冬 段晓玲

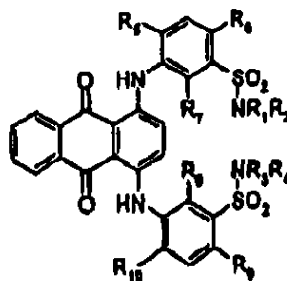
权利要求书2页 说明书23页

[54] 发明名称

含蒽醌染料的组合物

[57] 摘要

一种组合物，它包含：(A) 碱可溶性粘合剂和 (B) 式(I) 的蒽醌染料其中 R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 各自独立地是氢、 $C_1 - C_8$ 烷基(其可未被取代或被一个或多个卤原子、羟基、巯基、氨基、苯基或 $C_1 - C_8$ 烷氧基取代)或 $-X - [-O - Y]_n - ZH$ ，其中 X 和 Y 各自独立地是 $C_2 - C_6$ 亚烷基，Z 代表氧或硫且 n 为从 1 至 10 的数字，前提是至少一个 R_1 和 R_2 不是氢且至少一个 R_3 和 R_4 不是氢以及至少一个 R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 是羟基-或巯基-取代的 $C_1 - C_8$ 烷基，且 R_5 至 R_{10} 各自独立地是氢或 $C_1 - C_8$ 烷基。该组合物用于制备液晶显示器、平板显示器、彩色成像摄像管、彩色复印机等的滤色器。

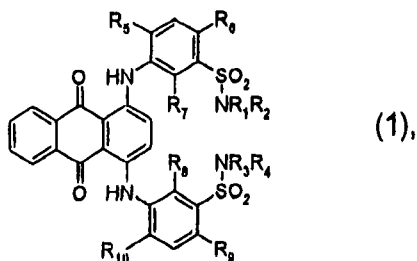


(1)

1. 一种组合物，它包含

(A)碱可溶性粘合剂和

(B)下式的蒽醌染料



其中

R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 各自独立地是氢，

C_1 - C_8 烷基，其可未被取代或被一个或多个卤原子、羟基、巯基、氨基、苯基或 C_1 - C_8 烷氧基取代，或

$-X-[O-Y]_n-ZH$ ，其中 X 和 Y 各自独立地是 C_2 - C_6 亚烷基， Z 代表氧或硫且 n 为从 1 至 10 的数字，

前提是 R_1 和 R_2 中至少一个不是氢且 R_3 和 R_4 中至少一个不是氢以及 R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 中至少一个是羟基-或巯基-取代的 C_1 - C_8 烷基，且

R_5 至 R_{10} 各自独立地是氢或 C_1 - C_8 烷基。

2. 根据权利要求 1 的组合物，其中所述碱可溶性粘合剂是丙烯酸共聚物或甲基丙烯酸共聚物。

3. 根据权利要求 1 的包含式(1)蒽醌染料的组合物，其中 R_1 和 R_3 代表氢且 R_2 和 R_4 是 C_1 - C_{12} 羟基烷基。

4. 根据权利要求 1 的包含式(1)蒽醌染料的组合物，其中 R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 是 C_1 - C_{12} 羟基烷基。

5. 根据权利要求 1 的组合物，它还包含

(C)不同于组分(A)的光聚合乙烯基化合物和

(D)光敏引发剂。

6. 根据权利要求 10 的组合物, 它还包含

(E) 颜料。

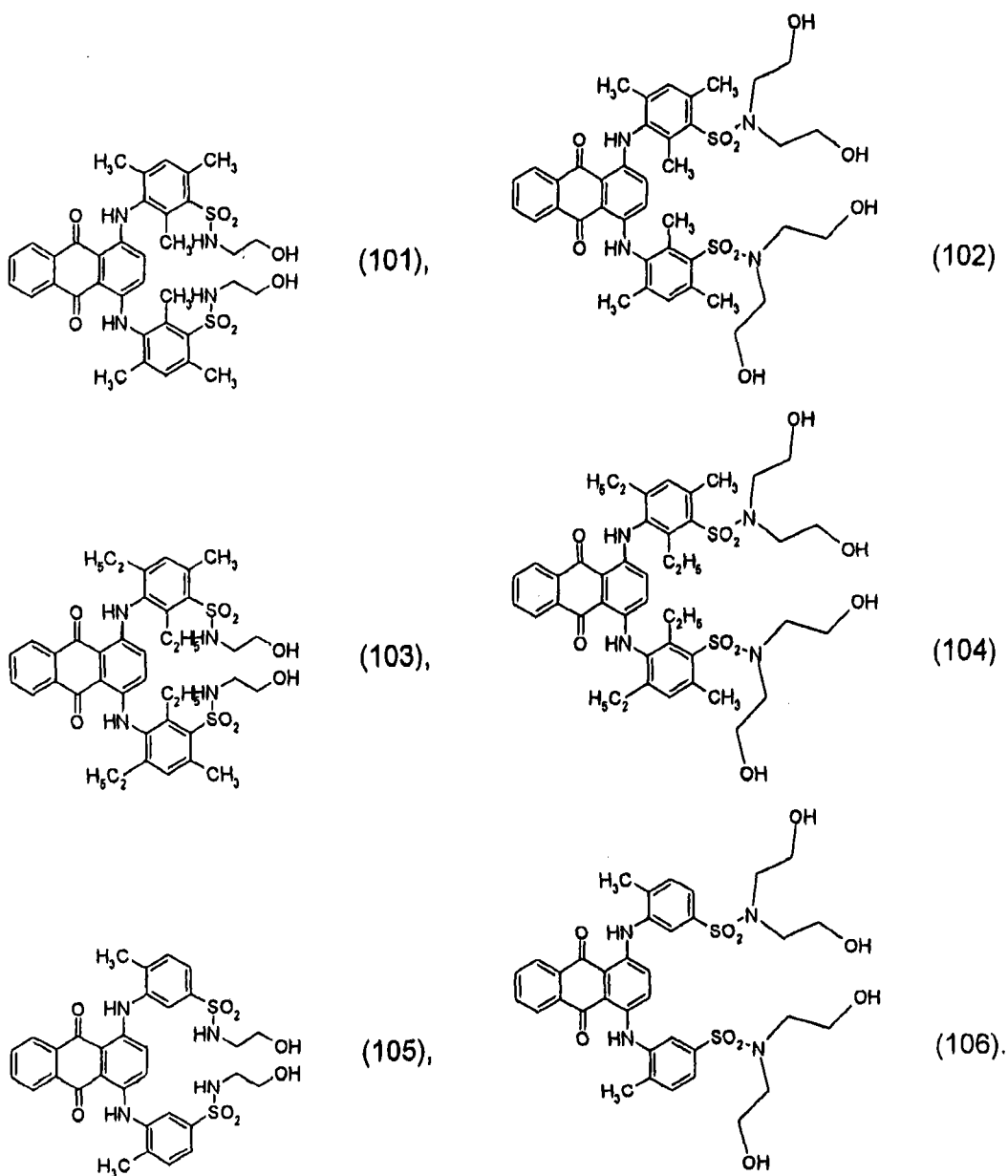
7. 一种制备滤色器的方法, 它包括以下步骤

(a) 用根据权利要求 1 的含染料组合物涂布支持层,

(b) 通过掩模照射涂布层和

(c) 使暴露的组合物显影形成图像。

8. 一种式(101)至(106)的化合物



含蒽醌染料的组合物

本发明涉及含蒽醌染料的组合物及它们在制备滤色器中的用途。

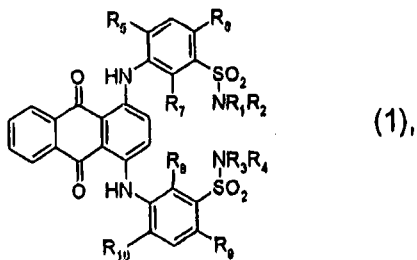
迄今为止，颜料通常作为滤色器的着色剂用于液晶显示器、平板显示器、彩色成像摄像管、彩色复印机等中。然而，因为光线被颜料颗粒散射，所以含颜料的滤色器通常存在较低透光度(transmission)和低对比度的问题。还有一个问题通常出现在制备含颜料的光敏性树脂时。在将颜料均匀分散于其中的树脂涂布之前，应当使其通过滤器过滤以除去灰尘和大颗粒，因此滤器的阻塞有时是颜料颗粒凝结所致。

虽然用可溶性染料代替颜料可克服这些缺点，但染料通常不具备充分的热稳定性和光稳定性。而且，在滤色器中使用染料通常需要特殊处理以预防各种颜色混和，例如使用聚氨基甲酸酯或环氧树脂保护薄膜，或用鞣酸对染料介质表面进行化学处理等。

现在已发现一种含碱可溶性粘合剂和特殊的蒽醌染料的抗性制剂(resist formulation)可解决上文描述的问题。

因此，本发明涉及一种组合物，它包含：

- (A)碱可溶性粘合剂和
- (B)下式的蒽醌染料



其中

R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 各自独立地是氢，

C_1-C_8 烷基，其可未被取代或被一个或多个卤原子、羟基、巯基、氨基、苯基或 C_1-C_8 烷氧基取代，或

$-X-[O-Y]_n-ZH$ ，其中 X 和 Y 各自独立地是 C_2-C_6 亚烷基，Z 代表氧或硫且 n 为从 1 至 10 的数字，

前提是 R_1 和 R_2 中至少一个不是氢且 R_3 和 R_4 中至少一个不是氢以及 R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 中至少一个是羟基-或巯基-取代的 C_1-C_8 烷基，且

R_5 至 R_{10} 各自独立地是氢或 C_1-C_8 烷基。

碱可溶性粘合剂(A)优选是直链有机聚合物，其可溶于有机溶剂且可用弱碱水溶液显色。

作为用于滤色器光刻胶组合物(resist composition)中的粘合剂(其可溶于碱性水溶液且不溶于水)，例如可用分子内具有一个或多个酸根和一个或多个可聚合不饱和键的可聚合化合物的均聚物，或其两种或以上种类的共聚物，以及具有一个或多个不饱和的可共聚化的键的一个或多个可聚合化合物与不含酸根的那些化合物的共聚物。通过使分子内具有一个或多个酸根和一个或多个可聚合不饱和键的一种或多种低分子化合物，与具有一个或多个可与这些化合物共聚合的不饱和键且不包含酸根的一种或多种可聚合化合物共聚化，可获得这样的化合物。酸根的实例是-COOH基、-SO₃H基、-SO₂NHCO-基、酚式羟基、-SO₂NH-基和-CO-NH-CO-基。其中，特别优选含-COOH基的高分子化合物。

优选在滤色器光刻胶组合物中的有机聚合物粘合剂包含碱可溶性共聚物，作为附加的可聚合单体单元，该碱可溶性共聚物包含至少一种不饱和有机酸化合物例如丙烯酸、甲基丙烯酸等。优选用不饱和有机酸酯化合物，例如丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸苄酯、苯乙烯等作为聚合物粘合剂的另外的共聚单体，用于平衡性质例如碱溶解度、粘附硬度、耐化学腐蚀性等。

有机聚合物粘合剂可以是随机共聚物或嵌段共聚物，例如如 US

5368976 中所述。

分子内具有一个或多个酸根和一个或多个可聚合不饱和键的可聚合化合物的实例包括以下化合物：

分子内具有一个或多个-COOH 基和一个或多个可聚合不饱和键的可聚合化合物的实例是(甲基)丙烯酸、2-羧乙基(甲基)丙烯酸、2-羧丙基(甲基)丙烯酸、巴豆酸、肉桂酸、琥珀酸[2-(甲基)丙烯酰氧基乙基]单酯、己二酸[2-(甲基)丙烯酰氧基乙基]单酯、邻苯二甲酸[2-(甲基)丙烯酰氧基乙基]单酯、六氢邻苯二甲酸[2-(甲基)丙烯酰氧基乙基]单酯、马来酸[2-(甲基)丙烯酰氧基乙基]单酯、琥珀酸[2-(甲基)丙烯酰氧基丙基]单酯、己二酸[2-(甲基)丙烯酰氧基丙基]单酯、[2-(甲基)邻苯二甲酸丙烯酰氧基丙基]单酯、六氢邻苯二甲酸[2-(甲基)丙烯酰氧基丙基]单酯、马来酸[2-(甲基)丙烯酰氧基丙基]单酯、琥珀酸[2-(甲基)丙烯酰氧基丁基]单酯、己二酸[2-(甲基)丙烯酰氧基丁基]单酯、邻苯二甲酸[2-(甲基)丙烯酰氧基丁基]单酯、六氢邻苯二甲酸[2-(甲基)丙烯酰氧基丁基]单酯、马来酸[2-(甲基)丙烯酰氧基丁基]单酯、3-(烷基氨基甲酰基)丙烯酸、 α -氯代丙烯酸、马来酸、单酯化的马来酸、富马酸、衣康酸、柠康酸、甲基富马酸、马来酸酐和 ω -羧基聚己内酯单(甲基)丙烯酸酯。

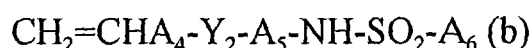
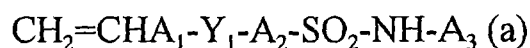
具有一个或多个-SO₃H 基和一个或多个可聚合不饱和键的可聚合化合物的实例是乙烯基苯磺酸和 2-(甲基)丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸。

具有一个或多个-SO₂NHCO-基和一个或多个可聚合不饱和键的可聚合化合物的实例是 N-甲基磺酰基(甲基)丙烯酰胺、N-乙基磺酰基(甲基)丙烯酰胺、N-苯基磺酰基(甲基)丙烯酰胺和 N-(对甲基苯基磺酰基)(甲基)丙烯酰胺。

分子内具有一个或多个酚式羟基和一个或多个可聚合不饱和键的可聚合化合物的实例包括羟苯基(甲基)丙烯酰胺、二羟苯基(甲基)丙烯酰胺、羟苯基-羰基氧基乙基(甲基)丙烯酸酯、羟苯基氧基乙基(甲基)丙烯酸酯、羟苯硫基乙基(甲基)丙烯酸酯、二羟苯基羰基氧基乙

基(甲基)丙烯酸酯、二羟苯基氧基乙基(甲基)丙烯酸酯和二羟苯硫基乙基(甲基)丙烯酸酯。

分子内具有一个或多个 $-\text{SO}_2\text{NH}-$ 基和一个或多个可聚合不饱和键的可聚合化合物的实例包括式(a)或(b)代表的化合物:



其中 Y_1 和 Y_2 各自代表 $-\text{COO}-$ 、 $-\text{CONA}_7-$ 或单键; A_1 和 A_4 各自代表 H 或 CH_3 ; A_2 和 A_5 各自代表任选含取代基的 C_1-C_{12} 亚烷基、亚环烷基、亚芳基或亚芳烷基, 或其中插入醚基和硫醚基的 C_2-C_{12} 亚烷基、亚环烷基、亚芳基或亚芳烷基; A_3 和 A_6 各自代表 H、任选含取代基的 C_1-C_{12} 烷基、环烷基、芳基或芳烷基; 且 A_7 代表 H、任选含取代基的 C_1-C_{12} 烷基、环烷基、芳基或芳烷基。

具有一个或多个 $-\text{CO}-\text{NH}-\text{CO}-$ 基和一个或多个可聚合不饱和键的可聚合化合物包括马来酰亚胺和 N-丙烯酰-丙烯酰胺。这些可聚合的化合物形成含 $-\text{CO}-\text{NH}-\text{CO}$ 基的高分子化合物, 其中通过聚合作用将主链形成环。而且, 也可用各自含 $-\text{CO}-\text{NH}-\text{CO}-$ 基的甲基丙烯酸衍生物和丙烯酸衍生物。这样的甲基丙烯酸衍生物和丙烯酸衍生物包括, 例如甲基丙烯酰胺衍生物例如 N-乙酰基甲基丙烯酰胺、N-丙酰基甲基丙烯酰胺、N-丁酰基甲基丙烯酰胺、N-戊酰基甲基丙烯酰胺、N-癸酰基甲基丙烯酰胺、N-十二烷酰基甲基丙烯酰胺、N-苯甲酰基甲基丙烯酰胺、N-(对甲基苯甲酰基)甲基丙烯酰胺、N-(对氯代苯甲酰基)甲基丙烯酰胺、N-(萘基-羧基)甲基丙烯酰胺、N-(苯基乙酰基)甲基丙烯酰胺和 4-甲基丙烯酰氨基邻苯二甲酰亚胺, 以及具有相同取代基的丙烯酰胺衍生物。这些可聚合的化合物聚合形成侧链含 $-\text{CO}-\text{NH}-\text{CO}-$ 基的化合物。

具有一个或多个可聚合不饱和键且不含酸根的可聚合化合物的实例包括含可聚合不饱和键的化合物, 其选自(甲基)丙烯酸的酯, 例如(甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸丙酯、(甲基)

丙烯酸丁酯、(甲基)丙烯酸四氢呋喃基酯、(甲基)丙烯酸苄酯、2-乙基己基(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸羟乙酯、(甲基)丙烯酸羟丙酯、(甲基)丙烯酸羟丁酯、(甲基)丙烯酸甘油一酯、(甲基)丙烯酸二羟丙基酯、(甲基)丙烯酸烯丙酯、(甲基)丙烯酸环己酯、(甲基)丙烯酸苯酯、(甲基)丙烯酸甲氧基苯基酯、(甲基)丙烯酸甲氧基乙基酯、(甲基)丙烯酸苯氧基乙基酯、(甲基)丙烯酸甲氧基二甘醇酯、(甲基)丙烯酸甲氧基三甘醇酯、(甲基)丙烯酸甲氧基丙基酯、甲氧基双丙二醇(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸降冰片基酯、(甲基)丙烯酸二环戊二烯酯、2-羟基-3-苯氧基丙基(甲基)丙烯酸酯、三环[5.2.1.0^{2,6}]癸-8-基(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸氨基乙酯、N,N-二甲氨基乙基(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸氨基丙酯、N,N-二甲氨基丙基(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸缩水甘油酯、2-甲基缩水甘油基(甲基)丙烯酸酯、3,4-环氧丁基(甲基)丙烯酸酯、6,7-环氧庚基(甲基)丙烯酸酯；乙烯基芳族化合物，例如苯乙烯、 α -甲基苯乙烯、乙烯基甲苯、对氯苯乙烯、多氯苯乙烯、氟苯乙烯、溴苯乙烯、乙氧基甲基苯乙烯、甲氧基苯乙烯、4-甲氧基-3-甲基苯乙烯、二甲氧基苯乙烯、乙烯基苄基甲醚、乙烯基苄基缩水甘油基醚、茛、1-甲基茛(methylindene)；乙烯基或烯丙基酯，例如乙酸乙烯酯、丙酸乙烯酯、丁酸乙烯酯、新戊酸乙烯酯、苯甲酸乙烯酯、三甲基乙酸乙烯酯、二乙基乙酸乙烯酯、vinyl barate、己酸乙烯酯、氯乙酸乙烯酯、二氯乙酸乙烯酯、甲氧基乙酸乙烯酯、丁氧基乙酸乙烯酯、苯基乙酸乙烯酯、乙酸乙烯酯、乙酰乙酸乙烯酯、乳酸乙烯酯、苯基丁酸乙烯酯、环己基羧酸乙烯酯、水杨酸乙烯酯、氯苯甲酸乙烯酯、四氯苯甲酸乙烯酯、萘甲酸乙烯酯、乙酸烯丙酯、丙酸烯丙酯、丁酸烯丙酯、新戊酸烯丙酯、苯甲酸烯丙酯、己酸烯丙酯、硬脂酸烯丙酯、乙酰乙酸烯丙酯、乳酸烯丙酯；乙烯基或烯丙基醚，例如乙烯基甲醚、乙烯基乙醚、乙烯基己醚、乙烯基辛醚、乙烯基乙基己醚、乙烯基甲氧基乙醚、乙烯基乙氧基乙醚、乙烯基氯乙醚、乙烯基羟乙醚、乙烯基乙基丁醚、乙烯基羟基乙氧基乙醚、

乙烯基二甲氨基乙醚、乙烯基二乙氨基乙醚、乙烯基丁氨基乙醚、乙烯基苄醚、乙烯基四氢呋喃基醚、乙烯基苯醚、乙烯基甲苯醚、乙烯基氯苯醚、乙烯基氯乙醚、乙烯基二氯苯醚、乙烯基萘醚、乙烯基蒽醚、烯丙基缩水甘油基醚；酰胺类不饱和化合物，例如(甲基)丙烯酰胺、N,N-二甲基(甲基)丙烯酰胺、N,N-二乙基(甲基)丙烯酰胺、N,N-二丁基(甲基)丙烯酰胺、N,N-二乙基己基(甲基)丙烯酰胺、N,N-二环己基(甲基)丙烯酰胺、N,N-二苯基(甲基)丙烯酰胺、N-甲基-N-苯基(甲基)丙烯酰胺、N-羟乙基-N-甲基(甲基)丙烯酰胺、N-甲基(甲基)丙烯酰胺、N-乙基(甲基)丙烯酰胺、N-丙基(甲基)丙烯酰胺、N-丁基(甲基)丙烯酰胺、N-羟乙基(甲基)丙烯酰胺、N-庚基(甲基)丙烯酰胺、N-辛基(甲基)丙烯酰胺、N-乙基己基(甲基)丙烯酰胺、N-羟乙基环己基(甲基)丙烯酰胺、N-苄基(甲基)丙烯酰胺、N-苯基(甲基)丙烯酰胺、N-甲苯基(甲基)丙烯酰胺、N-羟苯基(甲基)丙烯酰胺、N-萘基(甲基)丙烯酰胺、N-苯基磺酰基(甲基)丙烯酰胺、N-甲基苯基磺酰基(甲基)丙烯酰胺和N-(甲基)丙烯酰吗啉、二丙酮丙烯酰胺、N-羟甲基丙烯酰胺、N-丁氧基丙烯酰胺；聚烯烃类化合物，例如丁二烯、异戊二烯、氯丁二烯等；(甲基)丙烯腈、甲基异丙烯酮、马来酰亚胺、N-苯基马来酰亚胺、N-甲基苯基马来酰亚胺、N-甲氧基苯基马来酰亚胺、N-环己基-马来酰亚胺、N-烷基马来酰亚胺、马来酸酐、聚苯乙烯大分子单体、(甲基)丙烯酸聚甲酯大分子单体、(甲基)丙烯酸聚丁酯大分子单体；巴豆酸酯，例如巴豆酸丁酯、巴豆酸己酯、巴豆酸甘油一酯；和衣康酸酯，例如衣康酸二甲酯、衣康酸二乙酯、衣康酸二丁酯；和马来酸酯或富马酸酯，例如马来酸二甲酯、富马酸二丁酯。

优选的共聚物实例是(甲基)丙烯酸甲酯与(甲基)丙烯酸的共聚物；(甲基)丙烯酸苄酯与(甲基)丙烯酸的共聚物；(甲基)丙烯酸甲酯/(甲基)丙烯酸乙酯与(甲基)丙烯酸的共聚物；(甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸与苯乙烯的共聚物；(甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸与2-羟乙基(甲基)丙烯酸酯的共聚物；(甲基)丙烯酸甲酯/(甲基)丙烯酸丁酯、

(甲基)丙烯酸和苯乙烯的共聚物; (甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸和(甲基)丙烯酸羟苯酯的共聚物、(甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸和(甲基)丙烯酸聚甲酯大分子单体的共聚物; (甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸和(甲基)丙烯酸聚甲酯大分子单体的共聚物; (甲基)丙烯酸四氢糠酯、苯乙烯和(甲基)丙烯酸的共聚物; (甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸和聚苯乙烯大分子单体的共聚物; (甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸和聚苯乙烯大分子单体的共聚物; (甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸、2-羟乙基(甲基)丙烯酸酯和聚苯乙烯大分子单体的共聚物; (甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸、2-羟丙基(甲基)丙烯酸酯和聚苯乙烯大分子单体的共聚物; (甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸、2-羟基-3-苯氧基丙基(甲基)丙烯酸酯和(甲基)丙烯酸聚甲酯大分子单体的共聚物; (甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸、2-羟乙基(甲基)丙烯酸酯和聚苯乙烯大分子单体的共聚物; (甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸、2-羟乙基(甲基)丙烯酸酯和(甲基)丙烯酸聚甲酯大分子单体的共聚物; N-苯基马来酰亚胺、(甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸和苯乙烯的共聚物; (甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸、N-苯基马来酰亚胺、琥珀酸[2-(甲基)丙烯酰氧基乙基]单酯和苯乙烯的共聚物; (甲基)丙烯酸烯丙酯、(甲基)丙烯酸、N-苯基马来酰亚胺、琥珀酸[2-(甲基)丙烯酰氧基乙基]单酯和苯乙烯的共聚物; (甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸、N-苯基马来酰亚胺、(甲基)丙烯酸甘油一酯和苯乙烯的共聚物; (甲基)丙烯酸苄酯、 ω -羧基聚己酸内酯单(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸、N-苯基马来酰亚胺、单(甲基)丙烯酸甘油酯和苯乙烯的共聚物; (甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸、N-环己基马来酰亚胺和苯乙烯的共聚物。

也可用羟基苯乙烯均或共聚物或酚醛清漆型酚树脂(例如聚(羟基苯乙烯)和聚(羟基苯乙烯-共-乙烯环己醇))、酚醛清漆树脂、甲酚酚醛清漆树脂和卤代酚的酚醛清漆树脂。更具体地讲, 包括例如甲基丙烯酸共聚物、丙烯酸共聚物、衣康酸共聚物、巴豆酸共聚物、马

来酸酐(例如与苯乙烯的共聚单体)共聚物、马来酸共聚物以及偏酯化的马来酸共聚物,其各自描述于例如 JP 59-44615-B4 (术语“JP-B4”用于本文是指已审查的日本专利公告)、JP 54-34327-B4、JP 58-12577-B4 和 JP 54-25957-B4、JP 59-53836-A、JP 59-71048-A、JP 60-159743-A、JP 60-258539-A、JP 1-152449-A、JP 2-199403-A 和 JP 2-199404-A,且其中的共聚物可进一步与胺反应,例如在 US 5650263 中所公开的;而且,可用侧链上含羧基的纤维素衍生物,特别优选(甲基)丙烯酸苄酯与(甲基)丙烯酸的共聚物,以及(甲基)丙烯酸苄酯、(甲基)丙烯酸与其它单体的共聚物,例如在 US 4139391、JP 59-44615-B4、JP 60-159743-A 和 JP 60-258539-A 中所述。

就上述含羧酸基团的有机粘合剂聚合物而论,可使一些或全部羧酸基团与(甲基)丙烯酸缩水甘油基酯或环氧基(甲基)丙烯酸酯反应,获得光聚合的有机粘合剂聚合物,用于改善光敏性、涂膜强度、涂层溶剂和耐化学腐蚀性以及对衬底(substrate)的粘附。实例由 T. Kudo 等公开于 J. Appl. Phys.(1998) 37 卷 3594-3603 页、JP 50-34443-B4 和 JP 50-34444-B4、US 5153095、US 5677385 和 US 5650233 中。

在各类碱可溶性粘合剂中,特别优选丙烯酸均-和共聚物以及甲基丙烯酸均-和共聚物。

粘合剂的重均分子量优选为 500 至 1'000'000,例如 3'000 至 1'000'000,更优选 5'000 至 400'000。

基于组合物的总固体量计,碱可溶性粘合剂在含染料的可固化树脂中的量优选为 10 至 90%重量,更优选为 20 至 80%重量,特别优选为 30 至 70%重量。

已知大部分的式(1)染料且可根据已知的方法合成,例如描述于美国专利号 4,403,092 中的方法。

在式(1)中 R_1 至 R_4 的烷基可以是直链或支链烷基基团,其可被一个或多个羟基、巯基、氨基、苯基或 C_1 - C_8 烷氧基取代。

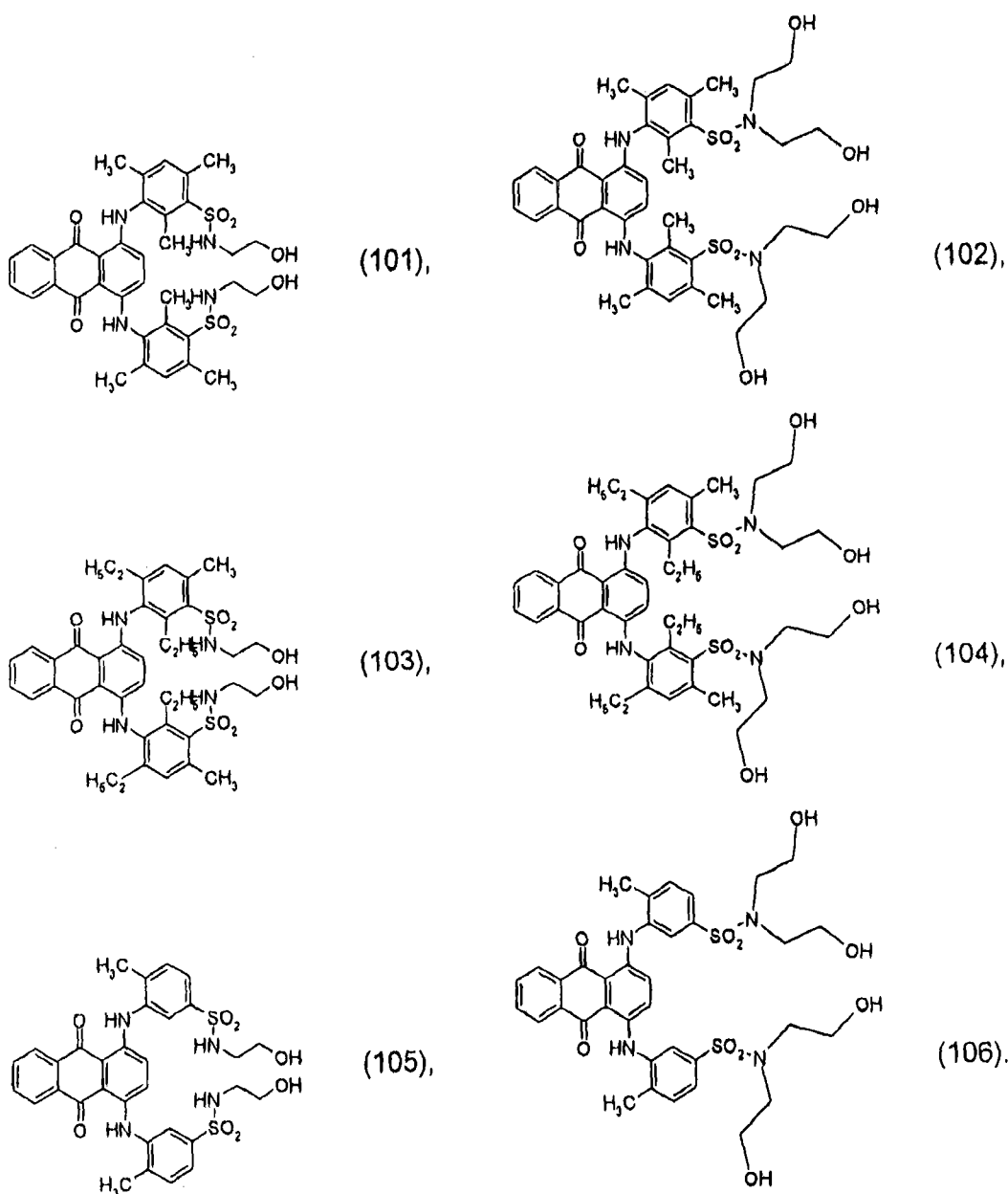
烷基的实例包括甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁

基、仲丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、新戊基、正己基、正庚基、正辛基和异辛基。

取代的烷基包括例如 2-羟乙基、2-羟丙基、4-羟丁基、2-巯基乙基、2-巯基丙基、4-巯基丁基、2-氨基乙基、2-氨基丙基、2-苯基乙基、苜基、4-氨基丁基、2-甲氧基乙基、2-甲氧基丙基和 4-甲氧基丁基。

优选根据本发明的组合物包含式(1)的染料，其中 R_1 和 R_3 代表氢且 R_2 和 R_4 是 C_1 - C_{12} 羟基烷基。

特别优选其中 R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 是 C_1 - C_{12} 羟基烷基的式(1)染料。还更优选式(101)至(106)的化合物



这些是新的化合物，是本发明的又一目标。

化合物(101)和(102)是最优选的式(1)染料。

基于组合物的总固体量，式(1)染料在含染料的可固化树脂中的量优选为1至50%重量，更优选为3至40%重量，特别优选为5至30%重量。

在用含染料的可固化组合物构成正型光刻胶(positive type resist)的情况下，该组合物可包含例如二叠氮萘醌的光敏性化合物。

在用含染料的可固化组合物构成负型光刻胶(negative resist type)

的情况下，该组合物可特别包含光聚合的乙烯化合物和光聚合引发剂。

因此，本发明还涉及一种组合物，包含

(A)碱可溶性粘合剂，

(B)如上所述的式(1)的蒽醌染料，

(C)不同于组分(A)的光聚合乙烯化合物和

(D)光敏引发剂。

本领域技术人员已熟知光聚合乙烯化合物。这些单体包含至少一个烯双键(ethylenic double bond)且通常沸点为 100°C 或以上。

合适的光聚合乙烯化合物的实例是丙烯酸聚乙二醇单酯、甲基丙烯酸聚乙二醇单酯、丙烯酸聚丙二醇单酯、甲基丙烯酸聚丙二醇单酯、丙烯酸苯氧基乙基酯、甲基丙烯酸苯氧基乙基酯、聚乙二醇二丙烯酸酯、聚乙二醇二甲基丙烯酸酯、三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、三羟甲基丙烷三甲基丙烯酸酯、新戊二醇二丙烯酸酯、新戊二醇二甲基丙烯酸酯、季戊四醇三丙烯酸酯、季戊四醇三甲基丙烯酸酯、季戊四醇四丙烯酸酯、季戊四醇四甲基丙烯酸酯、二季戊四醇五丙烯酸酯、二季戊四醇五甲基丙烯酸酯、二季戊四醇六丙烯酸酯、二季戊四醇六甲基丙烯酸酯、三(丙烯酰氧基乙基)异氰尿酸酯。

优选的光聚合乙烯化合物是二季戊四醇五丙烯酸酯和二季戊四醇五甲基丙烯酸酯。

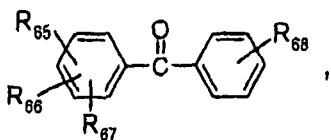
基于组合物的固体量计，光聚合乙烯化合物(C)在含染料的可固化组合物中的总量为 5 至 70%重量，优选为 5 至 50%重量，特别优选为 7 至 30%重量，根据其原料而改变。

本领域技术人员也已熟知合适的光敏引发剂(D)，且优选选自卤代甲基噁二唑、卤代甲基-s-三嗪、3-芳基取代的香豆素、二苯甲酮、苯乙酮、环戊二烯-苯-铁络合物、肟酯和肟。

合适的光敏引发剂(D)描述于例如 GB 2339571、US 6,485,885、GB 2358017、GB 2357293、WO 02/100903、J. Photopolym. Sci. Technol.

15, 51-57 (2002)、IP. com. Journal IPCOM 000012462D, 3(6), 101-109 (2003), US 2004/0102548 和 US 2004/0102673 中。

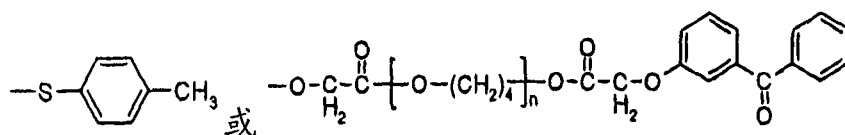
优选的光敏引发剂(D)是下式的二苯甲酮



其中

R_{65} 、 R_{66} 和 R_{67} 各自独立地是氢、 C_1 - C_4 烷基、 C_1 - C_4 卤代烷基、 C_1 - C_4 烷氧基、氯或 $N(C_1$ - C_4 烷基) $_2$;

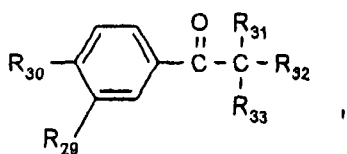
R_{68} 是氢、 C_1 - C_4 烷基、 C_1 - C_4 卤代烷基、苯基、 $N(C_1$ - C_4 烷基) $_2$ 、 $COOCH_3$ 、



且 n 为 2-10。

具体实例是可购自 Lamberti 的 ESACURE TZT[®](2,4,6-三甲基二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮的混合物)和 DAROCUR[®]BP (二苯甲酮)。

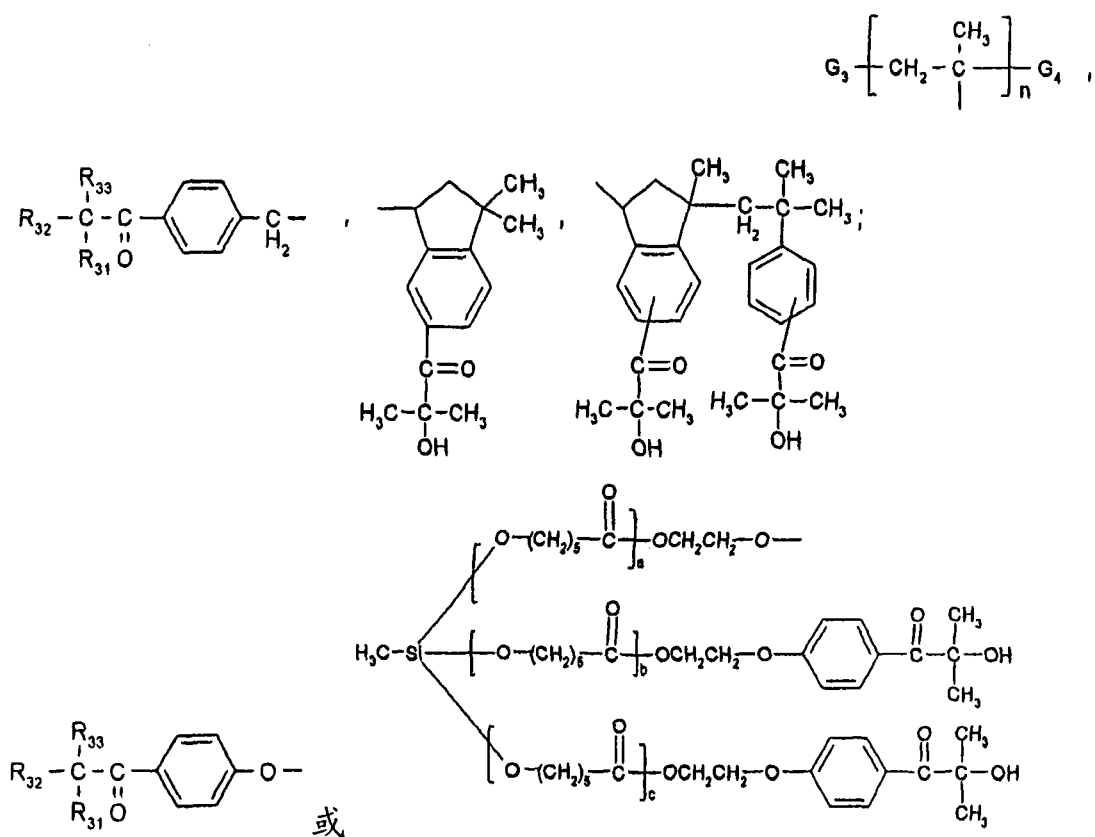
更优选的光敏引发剂(D)是下式的 α -羟基酮、 α -烷氧基酮或 α -氨基酮



其中

R_{29} 是氢或 C_1 - C_{18} 烷氧基;

R_{30} 是氢、 C_1 - C_{18} 烷基、 C_1 - C_{12} 羟基烷基、 C_1 - C_{18} 烷氧基、 $-OCH_2CH_2-OR_{47}$ 、吗啉代、 C_1 - C_{18} 烷基-S-、基团 $H_2C=CH-$ 、 $H_2C=C(CH_3)-$ 、

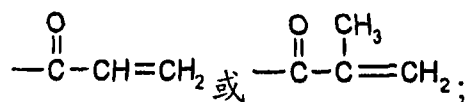


a、b 和 c 为 1-3;

n 为 2-10;

G_3 和 G_4 各自独立地是聚合结构的末端基团, 优选氢或甲基;

R_{47} 是氢、



R_{31} 是羟基、 C_1 - C_{16} 烷氧基、吗啉代、二甲氨基或 $-\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m-$ C_1 - C_{16} 烷基;

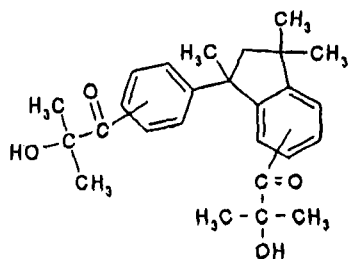
R_{32} 和 R_{33} 各自独立地是氢、 C_1 - C_6 烷基、 C_1 - C_{16} 烷氧基或 $-\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m-\text{C}_1$ - C_{16} 烷基; 或未取代的苯基或苄基; 或被 C_1 - C_{12} 烷基取代的苯基或苄基; 或 R_{32} 和 R_{33} 与它们连接的碳原子一起形成环己基环;

m 为 1-20;

前提是 R_{31} 、 R_{32} 和 R_{33} 不全是 C_1 - C_{16} 烷氧基或 $-\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m-\text{C}_1$ -

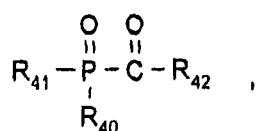
C₁₆ 烷基。

具体实例是 1-羟基-环己基-苯基-酮、1-羟基-环己基-苯基-酮与二苯甲酮的混合物、2-甲基-1[4-(甲硫基)苯基]-2-吗啉代丙-1-酮、2-苄基-2-二甲氨基-1-(4-吗啉代苯基)-丁酮-1, 2-二甲氨基-2-(4-甲基-苄基)-1-(4-吗啉-4-基-苯基)-丁-1-酮、1-[4-(2-羟基乙氧基)-苯基]-2-羟基-2-甲基-1-丙-1-酮、2,2-二甲氧基-1,2-二苯基乙-1-酮、2-羟基-2-甲基-1-苯基-丙-1-酮、2-羟基-1-{4-[4-(2-羟基-2-甲基-丙酰基)-苄基]-苯基}-2-甲基-丙-1-酮、2-苄基-1-(3,4-二甲氧基-苯基)-2-二甲氨基-丁-1-酮、2-羟基-1-{4-[4-(2-羟基-2-甲基-丙酰基)-苯氧基]-苯基}-2-甲基-丙-1-酮、



由 Fratelli Lamberti 提供的 ESACURE KIP 和 2-羟基-1-{1-[4-(2-羟基-2-甲基-丙酰基)-苯基]-1,3,3-三甲基-茚满-5-基}-2-甲基-丙-1-酮。

更优选的光敏引发剂(D)是下式的酰基磷氧化物(acylphosphine oxides)



其中

R₄₀ 和 R₄₁ 各自独立地是未被取代的 C₁-C₂₀ 烷基、环己基、环戊基、苯基、萘基或联苯基；或被卤素、C₁-C₁₂ 烷基、C₁-C₁₂ 烷氧基、C₁-C₁₂ 烷硫基或 NR₅₂R₅₃ 取代的 C₁-C₂₀ 烷基、环己基、环戊基、苯基、萘基或联苯基，或 R₄₀ 和 R₄₁ 各自独立地是-(CO)R₄₂；

R₅₂ 和 R₅₃ 各自独立地是氢、未被取代的 C₁-C₁₂ 烷基或被 OH 或 SH 取代的 C₁-C₁₂ 烷基，其中烷基链可被 1 至 4 个氧原子间隔；或 R₅₂ 和 R₅₃ 各自独立地是 C₂-C₁₂ 链烯基、环戊基、环己基、苄基或苯基；

R₄₂ 是未被取代的环己基、环戊基、苯基、萘基或联苯基，或被

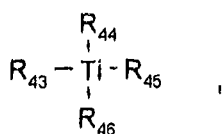
卤素、 C_1 - C_4 烷基和/或 C_1 - C_4 烷氧基取代的环己基、环戊基、苯基、萘基或联苯基；或 R_{42} 是含S原子或N原子的5-或6-元杂环；

具体实例是二(2,4,6-三甲基苯甲酰基)-苯膦氧化物，

2,4,6-三甲基苯甲酰基-二苯基-膦氧化物，

二(2,6-二甲氧基苯甲酰基)-2,4,4-三甲基戊基膦氧化物。

更优选的光敏引发剂(D)是下式的二茂钛(titanocenes)

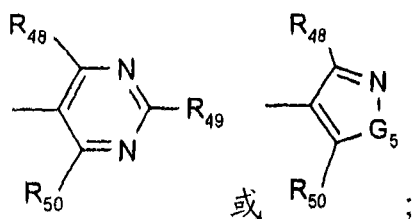


其中

R_{43} 和 R_{44} 各自独立地是被 C_1 - C_{18} 烷基、 C_1 - C_{18} 烷氧基、环戊基、环己基或卤素任选一、二-或三-取代的环戊二烯基；

R_{45} 和 R_{46} 是在Ti-C键的邻位上具有至少一个F或 CF_3 取代基的苯基，该苯基另外还有至少一个取代基，该取代基为未被取代的吡咯啉基或聚氧杂烷基(polyoxaalkyl)，或被一个或两个 C_1 - C_{12} 烷基、二(C_1 - C_{12} 烷基)氨基甲基、吗啉甲基、 C_2 - C_4 链烯基、甲氧基甲基、乙氧基甲基、三甲基硅烷基、甲酰基、甲氧基或苯基取代的吡咯啉基或聚氧杂烷基；或

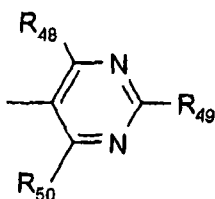
R_{45} 和 R_{46} 是



G_5 为O、S或 NR_{51} ；

R_{48} 、 R_{49} 和 R_{50} 各自独立地是氢、卤素、 C_2 - C_{12} 链烯基、 C_1 - C_{12} 烷氧基、被1至4个氧原子间隔的 C_2 - C_{12} 烷氧基、环己基氧基、环戊基氧基、苯氧基、苄氧基、未被取代的苯基或联苯基或被 C_1 - C_4 烷氧基、卤素、苯硫基或 C_1 - C_4 烷硫基取代的苯基或联苯基，

前提是 R_{48} 和 R_{50} 不同时为氢，就残基

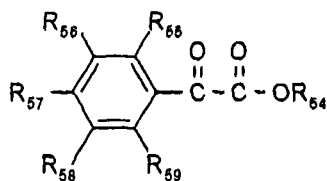


而言，至少一个取代基 R_{48} 或 R_{50} 是 C_1 - C_{12} 烷氧基或被 1 至 4 个氧原子间隔的 C_1 - C_{12} 烷氧基、环己基氧基、环戊基氧基、苯氧基或苄氧基；且

R_{51} 是 C_1 - C_8 烷基、苯基或环苯基。

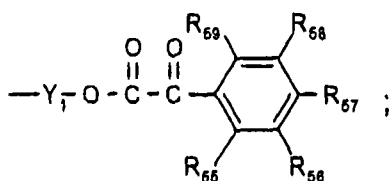
具体实例是二(η -5-2,4-环戊二烯-1-基)-二(2,6-二氟-3-(1H-吡咯-1-基)-苯基)-钛和二(2,6-二氟苯基)二[(1,2,3,4,5- η)-1-甲基-2,4-环戊二烯-1-基]-钛。

更优选的光敏引发剂(D)是下式的苯基乙醛酸酯



其中

R_{54} 是氢、 C_1 - C_{12} 烷基或

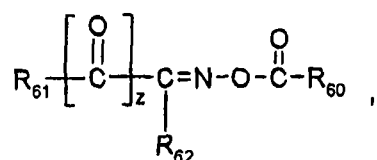


R_{55} 、 R_{56} 、 R_{57} 、 R_{58} 和 R_{59} 各自独立地是氢、未被取代的 C_1 - C_{12} 烷基或被 OH、 C_1 - C_4 烷氧基、苯基、萘基、卤素或 CN 取代的 C_1 - C_{12} 烷基；其中烷基链被一个或多个氧原子任选间隔；或 R_{55} 、 R_{56} 、 R_{57} 、 R_{58} 和 R_{59} 各自独立地是 C_1 - C_4 烷氧基、 C_1 - C_4 烷硫基或 $NR_{52}R_{53}$ ； R_{52} 和 R_{53} 各自独立地是氢、未被取代的 C_1 - C_{12} 烷基或被 OH 或 SH 取代的 C_1 - C_{12} 烷基，其中烷基链被 1 至 4 个氧原子任选间隔；或 R_{52} 和 R_{53} 各自独立地是 C_2 - C_{12} 链烯基、环戊基、环己基、苄基或苯基；且

Y_1 是被一个或多个氧原子任选间隔的 C_1 - C_{12} 亚烷基。

具体实例是氧代-苯基-乙酸 2-[2-(2-氧代-2-苯基-乙酰氧基)-乙氧基]-乙酯。

更优选的光敏引发剂(D)是下式的脲酯



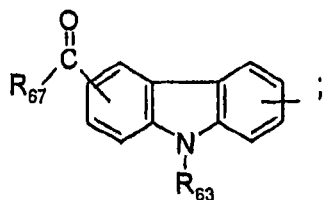
其中

z 是 0 或 1;

R_{60} 是氢、 C_3 - C_8 环烷基; 未被取代或被一个或多个卤素、苯基和/或 CN 取代的 C_1 - C_{12} 烷基; 或 R_{60} 是 C_2 - C_5 链烯基; 未被取代或被一个或多个 C_1 - C_6 烷基、卤素、CN、 OR_{63} 、 SR_{64} 和/或 $NR_{65}R_{66}$ 取代的苯基; 或 R_{60} 是 C_1 - C_8 烷氧基、苄氧基; 或未被取代或被一个或多个 C_1 - C_6 烷基和/或卤素取代的苯氧基;

R_{61} 是苯基、萘基、苯甲酰基或萘酰基, 其各自被卤素、 C_1 - C_{12} 烷基、 C_3 - C_8 环烷基、苄基、苯氧基羰基、 C_2 - C_{12} 烷氧基羰基、 OR_{63} 、 SR_{64} 、 SOR_{64} 、 SO_2R_{64} 和/或 $NR_{65}R_{66}$ 取代 1 至 7 次, 其中取代基 OR_{63} 、 SR_{64} 和 $NR_{65}R_{66}$ 通过基团 R_{63} 、 R_{64} 、 R_{65} 和/或 R_{66} 与苯基或萘基环上另外的取代基任选形成 5-或 6-元环; 或其各自被苯基或被一个或多个 OR_{63} 、 SR_{64} 和/或 $NR_{65}R_{66}$ 取代的苯基取代;

或 R_{61} 是噻吨基(thioxanthyl)或



R_{62} 是氢; 未被取代的 C_1 - C_{20} 烷基或被一个或多个卤素、 OR_{63} 、苯基取代的 C_1 - C_{20} 烷基; 或是 C_3 - C_8 环烷基; 未被取代或被一个或多个 C_1 - C_6 烷基、苯基、卤素、 OR_{63} 、 SR_{64} 和/或 $NR_{65}R_{66}$ 取代的苯基; 或是未被取代或被一个或多个 C_1 - C_6 烷基、苯基、 OR_{63} 、 SR_{64} 和/或

NR₆₅R₆₆ 取代的 C₂-C₂₀ 烷酰基或苯甲酰基；或是 C₂-C₁₂ 烷氧基羰基、苯氧基羰基、CN、-CONR₆₅R₆₆、NO₂、C₁-C₄ 卤代烷基、S(O)_y-C₁-C₆ 烷基；S(O)_y-苯基；

y 是 1 或 2；

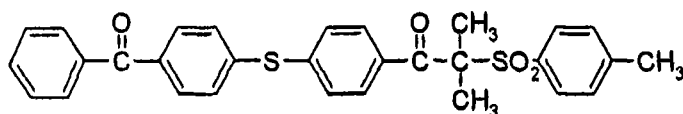
R₆₃ 和 R₆₄ 各自独立地是氢、C₁-C₂₀ 烷基、C₂-C₁₂ 链烯基、C₃-C₈ 环烷基、苯基-C₁-C₃ 烷基；或是被-OH、-SH、-CN、C₁-C₈ 烷酰基、苯甲酰基取代的 C₁-C₈ 烷基，所述苯甲酰基未被取代或被一个或多个 C₁-C₆ 烷基、卤素、-OH、C₁-C₄ 烷氧基或 C₁-C₄ 烷基硫基取代；或是苯基或萘基，其各自未被取代或被卤素、C₁-C₁₂ 烷基、C₁-C₁₂ 烷氧基、苯基-C₁-C₃ 烷氧基、苯氧基、C₁-C₁₂ 烷基硫基、苯基硫基、-N(C₁-C₁₂ 烷基)₂、二苯基氨基取代；

R₆₅ 和 R₆₆ 各自独立地是氢、C₁-C₂₀ 烷基、C₂-C₄ 羟基烷基、C₂-C₁₀ 烷氧基烷基、C₂-C₅ 链烯基、C₃-C₈ 环烷基、苯基-C₁-C₃ 烷基、C₁-C₈ 烷酰基、C₃-C₁₂ 烯酰基、苯甲酰基；或是苯基或萘基，其各自未被取代或被 C₁-C₁₂ 烷基、苯甲酰基或 C₁-C₁₂ 烷氧基取代；或 R₆₅ 和 R₆₆ 一起是被-O-或-NR₆₃-任选间隔和/或被羟基、C₁-C₄ 烷氧基、C₂-C₄ 烷酰基氧基或苯甲酰基氧基任选取代的 C₂-C₆ 亚烷基；

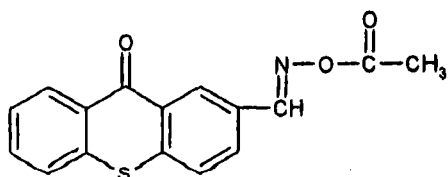
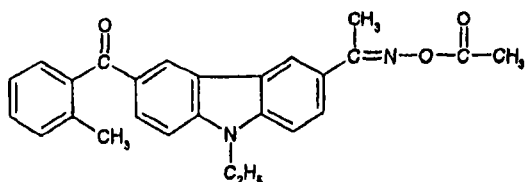
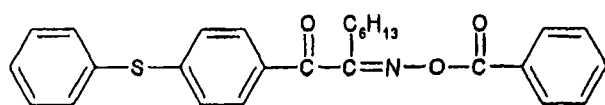
R₆₇ 是 C₁-C₁₂ 烷基、苯基或 C₁-C₁₂ 烷基苯基。具体实例是 1,2-辛二酮 1-[4-(苯硫基)苯基]-2-(O-苯甲酰肟)、乙酮 1-[9-乙基-6-(2-甲基苯甲酰基)-9H-吡啶-3-基]-1-(O-乙酰肟)和 9H-噻吨-2-甲醛 9-氧代-2-(O-乙酰肟)。

光敏引发剂的实例还有购自 Lamberti 的 Esacure 1001:

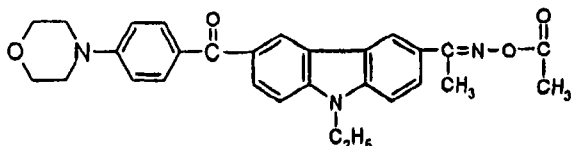
1-[4-(4-苯甲酰基苯基硫基)苯基]-2-甲基-2-(4-甲基苯基磺酰基)丙-1-酮



最优选的光敏引发剂是以下化合物:



和



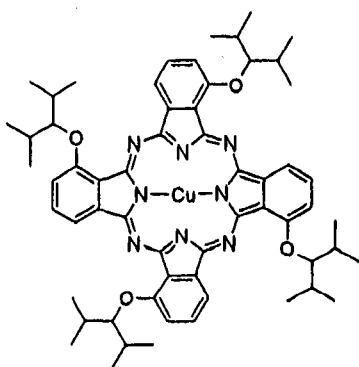
光敏引发剂可与光敏剂和光稳定剂联合使用。

基于组合物的固体量计，光敏引发剂的总量优选为 0.01 至 10% 重量，优选为 0.05 至 8% 重量，且特别优选为 1 至 5% 重量。

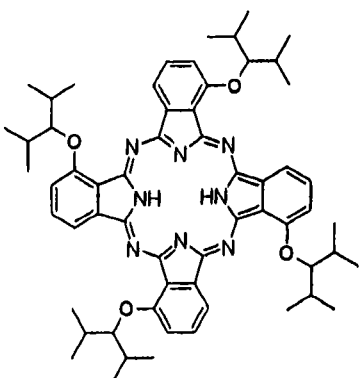
在制备含染料的可固化组合物时，通常使用溶剂。对溶剂无具体限制，只要它满足各成分的溶解度和含染料的可固化组合物的涂料性质，优选具体根据碱可溶性粘合剂的溶解度、涂料性质和安全性选择。

合适的溶剂包括酯(例如乙酸乙酯、乙酸丁酯、丁酸丁酯和甲氧基乙酸甲酯)、醚如二甘醇二甲醚、聚乙二醇甲醚丙烯酸酯(PEGMEA)、甲氧基乙醇乙酸酯、二甘醇一丁醚乙酸酯和四氢呋喃)、酮(例如 2-丁酮、环戊酮和环己酮)和芳族烃(例如甲苯和二甲苯)。

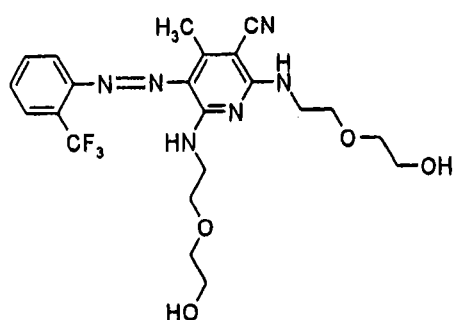
其它常规染料可与式(1)的染料联合使用，例如酞菁染料(例如式(201)或(202)化合物)或氰基吡啶染料(例如式(203)或(204)化合物)



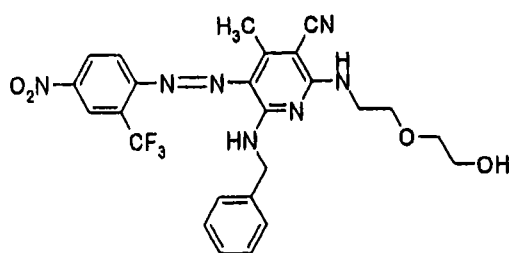
(201),



(202).



(203)



(204)

式(1)的染料也可与常规颜料联合使用, 例如 C.I. Pigment Green 36、C.I. Pigment Green 7、C.I. Pigment Red 254、C.I. Pigment Red 177、C.I. Pigment Blue 15:6、C.I. Pigment Yellow 138、C.I. Pigment Yellow 139、C.I. Pigment Yellow 150 和 C.I. Pigment Violet 23。

本发明的又一目标是一种组合物, 包含

- (A)碱可溶性粘合剂,
- (B)上述式(1)的染料, 和
- (C)颜料。

可将各类添加剂加入根据本发明的含染料的可固化组合物中, 例如填充剂、聚合物、表面活性剂、分散剂、促粘剂、抗氧化剂、UV吸收剂和防聚剂(aggregation preventing agents)。

本发明还涉及制备滤色器的方法, 包括以下步骤

- (a)用上述含染料的组合物涂布支持层,
- (b)通过掩模(mask)照射涂布层和
- (c)使暴露的组合物显影形成图像。

在制备根据本发明的滤色器的过程中, 用常规涂层方法(例如旋涂、流涂和滚涂)将含染料的可固化组合物涂布在支持物上, 形成辐射敏感的组合物层, 然后使其通过规定的掩蔽图像暴露, 接着显影形成着色图像。其后, 经加热使由此形成的着色图像固化。

在本文中, 辐射优选是紫外线例如 g-线、h-线和 i-线。

具有粘附的透明导电膜和光电转化元件衬底(element substrate)(例如硅衬底)的支持物实例包括用于液晶显示器装置等中的钠玻璃、Pyrex[®]玻璃和石英玻璃, 以及用于固态图像敏感性装置等中的互补金属氧化物半导体(CMOS)。

可根据需要提供支持物上的涂层下层, 用于改善对上层的粘附、防止物质的弥散和底物表面的平面化。

当式(1)的染料与颜料联合使用时, 可将染料和颜料用在相同像素序列中的不同层内, 或它们可用在不同像素中。

式(1)染料的特征是优良的热稳定性和光稳定性以及染料进入最终涂层后显著的固定化作用。

以下实施例用于说明本发明。在实施例中, 除非另外指明, 否则部分是重量部分和百分数是重量百分数。温度以摄氏度给出。重量部分和体积部分之间的关系与克和立方厘米之间的关系相同。

通用方法:

通过搅拌使含丙烯酸/丙烯酸酯聚合树脂粘合剂、有机溶剂、光敏引发剂、可聚合的单体、染料和任选的分散剂的液体制剂匀化，用 0.45 微米 Teflon 滤器过滤。在玻璃板上以各种旋转速度对该制剂进行旋涂，以获得各种层厚度。在 100℃ 软焙(Soft bake) 2 分钟得到所需的透明薄层。

通过掩模进行 UV 暴露 30 秒后进行碱水显影，在 240℃ 进行最终的后焙(post bake) 5 分钟，得到有结构的图像。

制剂 A:

- 6.3 份 Disperbyk® 161 (阳离子聚氨基甲酸酯, 分散剂)
- 13.8 份 丙烯酸/丙烯酸酯树脂粘合剂
- 41.3 份 环戊酮
- 7.5 份 SR 399 (二季戊四醇五丙烯酸酯)
- 0.5 份 2,4-二(三氯甲基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪

制剂 B:

- 5.9 份 丙烯酸/丙烯酸酯树脂粘合剂
- 17.3 份 环戊酮
- 3.3 份 SR 399 (二季戊四醇五丙烯酸酯)
- 0.3 份 2,4-二(三氯甲基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪

制剂 C:

- 4.3 份 Disperbyk® 161 (阳离子聚氨基甲酸酯, 分散剂)
- 11.6 份 丙烯酸/丙烯酸酯树脂粘合剂
- 32.5 份 聚乙二醇甲醚丙烯酸酯(PEGMEA)
- 6.5 份 SR 399 (二季戊四醇五丙烯酸酯)
- 0.5 份 2,4-二(三氯甲基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪

实施例 1

使 0.2 g 式(101)的染料溶于 2 g 制剂 A 中，根据上述方法应用。旋转速度为 1000 rpm，层厚为 2.15 微米，着色点(colour point)

值为 $x=0.1694$, $y=0.1254$, $Y=11.80$ 。

实施例 2

使 0.2 g 式(101)的染料溶于 2 g 制剂 B 中, 根据上述方法应用。
旋转速度为 1000 rpm, 着色点值为 $x=0.1865$, $y=0.1646$, $Y=17.04$ 。

实施例 3

使 0.5 g 式(102)的染料溶于 4.4 g 制剂 B 中, 根据上述方法应用。
旋转速度为 1000 rpm, 着色点值为 $x=0.2046$, $y=0.1957$, $Y=22.92$ 。

实施例 4

使 0.1 g 式(101)的染料溶于 1.5 g 制剂 C 中, 根据上述方法应用。
旋转速度为 1000 rpm, 着色点值为 $x=0.2128$, $y=0.2128$, $Y=26.89$ 。