

發明專利說明書**公告本**

(本申請書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：097102662

C09B 67/20 (2006.01)

※申請日期：97 年 01 月 24 日

※IPC 分類：

C01D 481/04 (2006.01)

C08J 3/20 (2006.01)

一、發明名稱：

(中) 以二酮基吡咯並吡咯為底質的顏料製劑及其製法

(英) Pigment preparations based on diketopyrrolopyrroles and process for preparing the same

二、申請人：(共 1 人)

1. 姓名：(中) 克萊瑞特金融 (B V I) 有限公司

(英) CLARIANT FINANCE (BVI) LIMITED

代表人：(中) 1. 華格納 赫瑪特 2. 加維杜尼 奧格絲汀

(英) 1. WAGNER, HELMUT 2. GIAVEDONI, AGUSTIN

地址：(中) 英屬維爾京群島托托拉街城郵政信箱 6 6 2 號威克漢島西科大樓

(英) Citco Building, Wickhams Cay, P.O. Box 662, Road Town,

Tortola, British Virgin Islands

國籍：(中英) 英屬維爾京群島 BRITISH VIRGIN ISLANDS

三、發明人：(共 4 人)

1. 姓名：(中) 馬修斯 甘史考

(英) GANSCHOW, MATTHIAS

國籍：(中) 德國

(英) GERMANY

2. 姓名：(中) 詹斯 瑞秋瓦根

(英) REICHWAGEN, JENS

國籍：(中) 德國

(英) GERMANY

3. 姓名：(中) 坦嘉 瑞潘

(英) REIPEN, TANJA

國籍：(中) 德國

(英) GERMANY

98年4月6日修正
對線頁(本)

854227

4.姓名：(中) 詹斯 佩索
(英) PAETZOLD, JENS
國籍：(中) 德國
(英) GERMANY

四、聲明事項：

◎本案申請前已向下列國家(地區)申請專利 主張國際優先權：

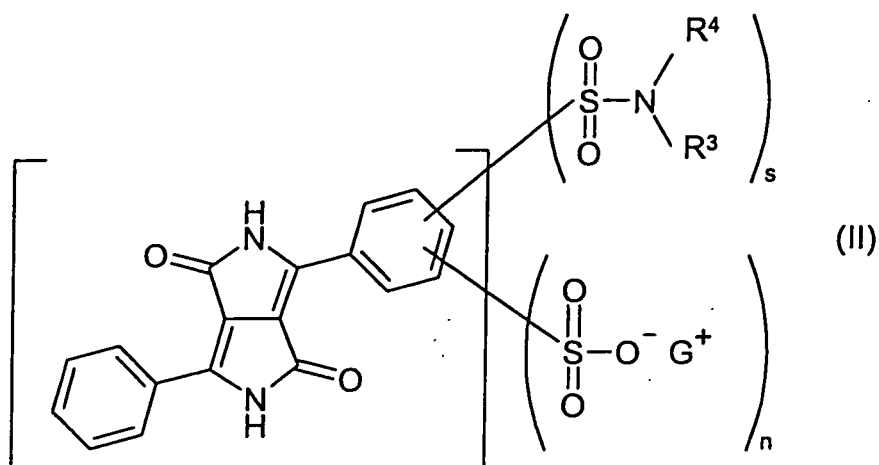
【格式請依：受理國家(地區)；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 德國 ; 2007/03/07 ; 102007011067.9 有主張優先權

五、中文發明摘要

發明之名稱：以二酮基吡咯並吡咯為底質的顏料製劑及其製法

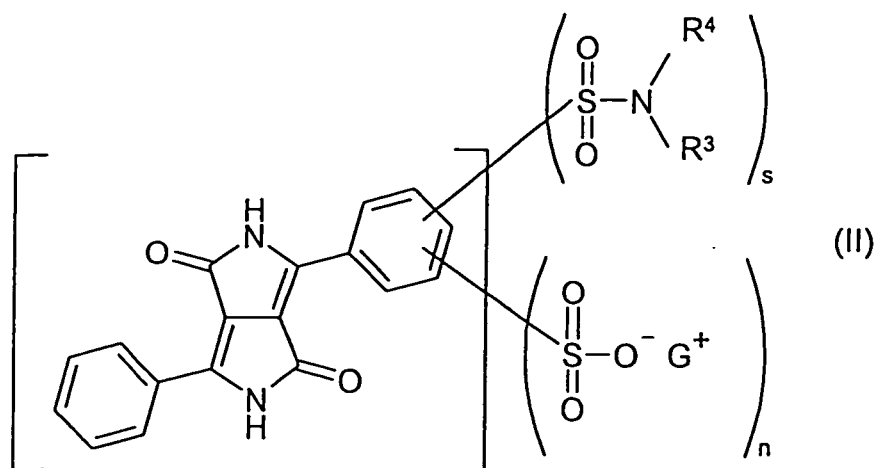
本發明係關於一種顏料製劑，其包含具有平均粒子尺寸為 20 至 100 nm 的 C.I. 顏料紅 254 和至少一種式 (II) 的顏料分散劑



六、英文發明摘要

發明之名稱：Pigment preparations based on diketopyrrolopyrroles and process for preparing the same

The invention relates to a pigment preparation comprising C.I. Pigment Red 254 having an average particle size of 20 to 100 nm and also at least one pigment dispersant of the formula (II),

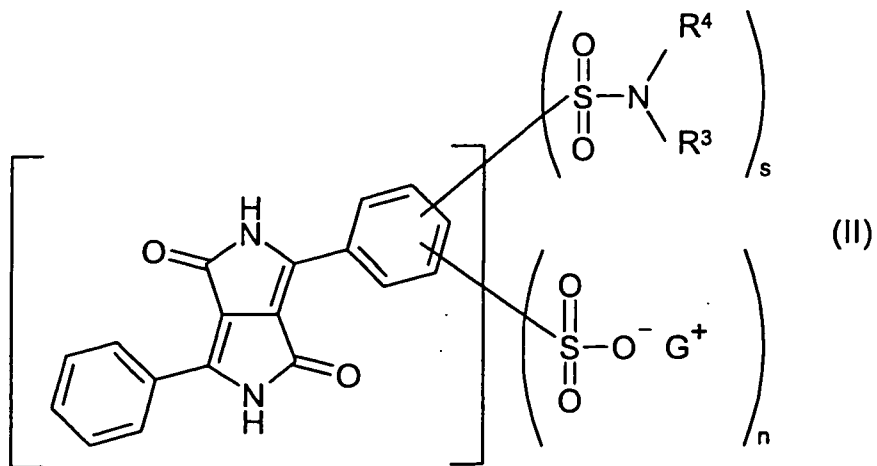


七、指定代表圖：

(一)、本案指定代表圖為：無

(二)、本代表圖之元件符號簡單說明：無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



九、發明說明

相關申請案之交互參照

本發明係揭示於 7/3/2007 提出申請的德國優先專利申請案第 102007011067.9 號中，其因此以整體併於本文中作為參考。

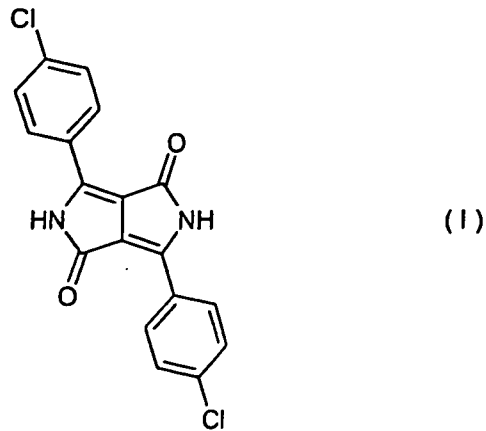
【發明所屬之技術領域】

本發明係關於嶄新的顏料製劑，其包含 C.I.顏料紅 254 作為底質顏料及一些陰離子性或含胺基的顏料分散劑，並且是以 C.I.顏料紅 255 為基礎。

【先前技術】

顏料製劑是底質顏料與所謂的顏料分散劑之組合物，其是經具有特定活性之基團取代的顏料。顏料分散劑係加至顏料以促進其分散於應用介質（特別是塗漆及油墨，包括印刷油墨）中，及提高顏料的流變及用色性質。意指在眾多應用中可以達成諸如顏色強度、透明度及光澤度的增加。濾色器係以極細的顏料製成以排除導致對比率降低的粒子散射。

WO 01/04215 揭示一種微細的二酮基吡咯並吡咯顏料，C.I.顏料紅 254 (I)，



其特徵為極狹窄的粒子尺寸分佈以及高結晶度與特定的吸收特性。此種 C.I. 顏料紅 254 可以藉由先將粗顏料與無機鹽在至少 80°C 的乾燥條件下攪拌，再將產物與無機鹽在有機溶劑的存在下捏合而製得。

以這些習知方法為基礎，商業產品可以製得並建議用於需要高透明度的應用，例如濾色器。但是，這些顏料無法完全滿足本技藝的所有要求。特別是針對透明度、可分散性及流變性方面的改善需求。

EP-A1-1 104 789、EP-B1-1 362 081 及 JP 03026767 揭示以顏料為底質的顏料分散劑，例如二酮基吡咯並吡咯或喹吡酮。

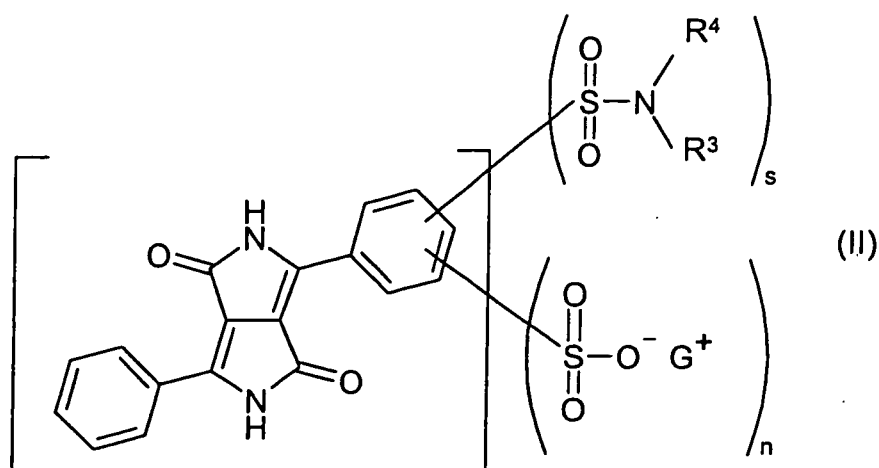
【發明內容】

本發明之目的係提供包含 C.I. 顏料紅 254 作為底質顏料的顏料製劑，該顏料製劑具有高顏色強度、低黏度、並和 C.I. 顏料紅 254 底質顏料有極低的色調偏差，且特別適合濾色器應用。

經發現以具有界定粒子尺寸之 C.I. 顏料紅 254 及以下

定義之顏料分散劑為底質的顏料製劑可達成此目的，然而以個別化合物之用色為基礎時，一般預估會有較大的色調偏差。

本發明提供顏料製劑，其包含平均粒子尺寸 d_{50} 為 20 至 100 奈米的 C.I. 顏料紅 254 及至少一種式 (II) 的顏料分散劑



其中

s 是 1 至 5 的數字，以 1 至 3 為較佳；

n 是 0 至 4 的數字，以 0 至 2 為較佳， s 和 n 的和為 1 至 5；

R^3 是具有 1 至 20 個碳原子的支鏈或直鏈之飽和或未飽和脂族烴基、或 C_5-C_7 環烷基、或具有 1、2 或 3 個芳環的芳脂基或芳基（其中該環可被稠合或藉由鍵予以鏈結）、或具有 1、2 或 3 個環並含有 1、2、3 或 4 個選自 O、N 和 S 之雜原子的雜環基團、或其組合；其中所述烴基、環烷基、芳基、芳脂基和雜芳基可經 1、2、3 或 4 個取代基取代，而該取代基係選自 OH

、CN、F、Cl、Br、NO₂、CF₃、C₁-C₆ 烷氧基、S-C₁-C₆ 烷基、NHCONH₂、NHC(NH)NH₂、NHCO-C₁-C₆ 烷基、C₁-C₆ 烷基、COOR⁵、COO⁻E⁺、CONR⁵R⁶、NR⁵R⁶、SO₃R⁵、SO₃⁻E⁺或 SO₂-NR⁵R⁶，R⁵ 和 R⁶ 為相同或不同且是氫、苯基或 C₁-C₆ 烷基；

R⁴ 是氫或 R³；

E⁺、G⁺各自獨立為 H⁺或元素週期表第 1 至 5 主族或第 1 或 2 或 4 至 8 過渡族之金屬陽離子 M^{p+}的等同物 M^{p+}/m，m 是數字 1、2 或 3 中之一者，p 是數字 1、2 或 3；或是經取代或未經取代的銨離子。

在較佳的式 (II) 之顏料分散劑中，

R³ 是 C₁-C₆ 烷基、苯甲基、苯基、苯基-NR⁵R⁶、苯基-COO⁻E⁺、苯基-SO₃⁻E⁺、C₁-C₆ 烷基-NR⁵R⁶、C₁-C₆ 烷基-SO₃⁻E⁺或 C₁-C₆ 烷基-COO⁻E⁺，R⁵ 和 R⁶ 為相同或不同且是氫、苯基或 C₁-C₆ 烷基；

R⁴ 是氫、C₁-C₆ 烷基、苯甲基或苯基；

E⁺、G⁺彼此獨立地為氫、鹼土金屬、鹼金屬或第三主族的金屬，特別是 Li、Na、K、Ca、Sr、Ba 或 Al。

當 E⁺及/或 G⁺是銨離子時，以下為適用者：

(i) NR⁷R⁸R⁹R¹⁰，取代基 R⁷、R⁸、R⁹ 和 R¹⁰ 彼此獨立地是氫原子、C₁-C₃₀ 烷基、C₂-C₃₀ 烯基、C₅-C₃₀ 環烷基、苯基、(C₁-C₈) 烷基-苯基、(C₁-C₄) 伸烷基-苯基，或式 -[CH(R¹¹)-CH(R¹¹)-O]_k-H 的 (聚) 伸烷氧基，其中 k 是 1 至 30 的數字，且兩個 R¹¹ 基彼此獨立地是氫

、C₁-C₄ 烷基，或者當 k>1 時，為其組合；

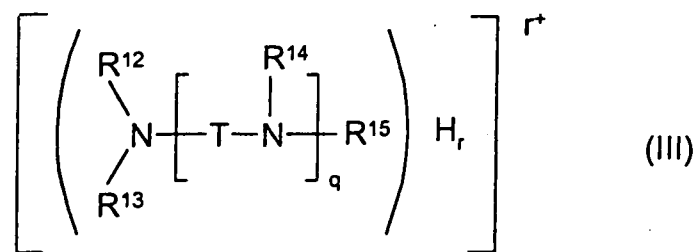
且其中 R⁷、R⁸、R⁹ 及 / 或 R¹⁰ 定義中的烷基、烯基、環烷基、苯基或烷基苯基可以被胺基、羥基及 / 或羧基取代；

或者取代基 R⁷ 和 R⁸ 與四級 N 原子可一起形成五員至七員飽和環系統，需要時，其亦可再含有選自 O、S 及 N 的雜原子；

或者取代基 R⁷、R⁸ 及 R⁹ 與四級 N 原子可一起形成五員至七員芳族環系統，需要時，其亦可再含有選自 O、S 及 N 的雜原子，需要時，可與額外的環相稠合；

或者

(ii) 式 (III) 之銨離子



其中

R¹²、R¹³、R¹⁴ 及 R¹⁵ 彼此獨立地是氫或式

- [CH (R¹¹) - CH (R¹¹) O]_k-H 的 (聚) 伸烷氧基，其中 k 及 R¹¹ 的定義如上；

q 是 1 至 10 的數字；

r 是 1 至 5 的數字，其中 r < q + 1；

T 是支鏈或直鏈的 C₂-C₆ 伸烷基；或者其中當 q > 1 時，

T 亦可以是支鏈或直鏈 C₂-C₆ 伸烷基之組合。

式 (II) 之顏料分散劑是目前習知的化合物，且可藉由習知的方法製得，例如依據 JP 03026767 或 EP-B1-1362 081。

在本發明之顏料製劑中，C.I.顏料紅 254 與式 (II) 之顏料分散劑的重量比最好介於 (99.9 : 0.1) 和 (80 : 20) 之間，以介於 (99 : 1) 和 (83 : 17) 之間為更佳，特別是介於 (98 : 2) 和 (85 : 15) 之間，並以介於 (96 : 4) 和 (88 : 12) 之間為特佳。

對本發明之組份 C.I.顏料紅 254 與顏料分散劑以宣稱比例形成的混合物而言，一般預期各情況中之 ΔH 和 ΔC 的偏差大於 3.0。色度 (C) 是描述一定亮度下顏色的著色性之參數； ΔC 描述兩個顏色的著色性間之差異。同樣地， ΔH 描述兩個顏色在比較下之色調的差異。

但是，令人訝異的是經發現依據 DIN EN ISO 787-26，使用本發明之顏料製劑在醇酸 / 蜜胺樹脂清漆系統中具有 1/3 標準色深的著色，與純 C.I.顏料紅 254 及相同的粒子尺寸之著色相相較，其 ΔH (依據 CIELAB) 最好不大於 2.0，特別是不大於 1.5，並以不大於 1.0 為更佳。最好 ΔC (依據 CIELAB) 不大於 2.0，特別是不大於 1.5，並以不大於 1.0 為更佳。本發明之顏料製劑以高晶度為佳，其特徵為在使用 Cu-K α 照射的 X-射線粉末繞射圖中，主峰的半高寬寬 2θ 為 0.2 至 0.7°， 2θ 特別是 0.3 至 0.5°。

本發明之顏料製劑包含平均粒子尺寸 d_{50} 為 20 至 100 奈米的底質顏料， d_{50} 以 30 至 80 奈米為較佳，以 30 至 60

奈米為更佳。C.I.顏料紅 254 的粒子尺寸分佈最好接近高斯分佈，其中標準偏差 σ 以低於 40 奈米為較佳，以低於 30 奈米為更佳。一般而言，此標準偏差介於 5 和 40 奈米之間，並以介於 10 和 30 奈米之間為較佳。

本發明之顏料製劑出乎意料地具有極低的黏度，其以錐板型黏度計（例如 Haake 的 RS75）於 20°C 測得的黏度最好為 3 至 50 mPa·s。

除了二酮基吡咯並吡咯顏料和顏料分散劑以外，本發明之顏料製劑還可以再包含慣用的助劑或添加劑，例如，界面活性劑、分散劑、填料、標準化劑、樹脂、蠟、消泡劑、防塵劑、增充劑、抗靜電劑、防腐劑、乾燥延遲劑、潤濕劑、抗氧化劑、UV 吸收劑和光安定劑，其基於顏料製劑之總重量的用量以 0.1 重量%至 10 重量%為較佳，特別是 0.5 重量%至 5 重量%。

適當的界面活性劑包括陰離子或陰離子活性、陽離子或陽離子活性、及非離子或兩性離子物質，或這些試劑的混合物。

適當的陰離子物質之實例包括脂肪酸牛磺酸苷、脂肪酸 N-甲基牛磺酸苷、脂肪酸 2-羥基乙磺酸酯、烷基苯基磺酸酯（其例子為十二碳烷基苯磺酸）、烷基萘磺酸酯、烷基酚聚二醇醚磺酸酯、脂肪醇聚二醇醚磺酸酯、脂肪酸醯胺聚二醇醚磺酸酯、烷磺酸基丁二酸酯、鏈烯基丁二酸單酯、脂肪醇聚二醇醚磺酸基丁二酸酯、烷磺酸酯、脂肪酸戊二酸酯、烷基磺酸丁二酸酯、脂肪酸肌胺酸苷；脂肪

酸，例如棕櫚酸、硬脂酸和油酸；這些陰離子物質的鹽和皂，例如脂肪酸、萘酸、樹脂酸和松香酸的鹼金屬鹽，如鹼溶性樹脂、經松香改性的順-丁烯二酸酯樹脂，及以氰尿酸氨、牛磺酸、N,N'-二乙基胺基丙基胺和對-苯二胺為基礎的縮合產物。較佳者是樹脂皂，即，樹脂酸的鹼金屬鹽。

適當的陽離子物質之實例包括四級銨鹽、脂肪胺氧烷化物、聚氧伸烷基胺、氧烷基化的多元胺、脂肪胺聚二醇醚、一級、二級或三級胺，其例子為烷基胺、環烷基胺或環化的烷基胺，特別是脂肪胺、二胺和衍生自脂肪胺或脂肪醇的多元胺，及該胺的氧烷化物、衍生自脂肪酸的咪唑啉、胺指數介於 100 和 800 毫克 KOH（以多胺基醯胺基或多胺基化合物克數為基準）之間的多胺基醯胺基或多胺基化合物或樹脂，及這些陽離子物質的鹽類，例如醋酸鹽或氯化物。

適當的非離子和兩性離子物質之實例包括脂肪胺羧基甘胺酸鹽、胺氧化物、脂肪醇聚二醇醚、脂肪酸聚二醇酯、甜菜鹼（例如脂肪酸醯胺 N-丙基甜菜鹼）、脂族和芳族醇的磷酸酯、脂肪醇或脂肪醇聚二醇醚、脂肪酸醯胺乙氧化物、脂肪醇-伸烷化氧加合物，和烷基苯基聚二醇醚。

非顏料型分散劑係指在結構上非衍生自有機顏料之物質。其係以分散劑的形式於顏料實際製備時加入，但是通常亦在顏料摻至欲著色的應用介質時加入：例如，在產製

濾色器的期間，藉由將顏料分散至對應的黏合劑中。它們可以是聚合性物質，實例為聚烯烴、聚酯、聚醚、聚醯胺、聚亞胺、聚丙烯酸酯、聚異氰酸酯、其嵌段共聚物、相對應的單體之共聚物、或經少數不同類型的單體改性之聚合物。這些聚合性物質帶有極性鉗合基團，例如，羥基、胺基、亞胺基和銨基、羧酸和羧酸鹽基、磺酸和磺酸酯鹽基或膦酸和膦酸鹽基，並且亦可經芳族非顏料型物質的改性。非顏料型分散劑亦可以是經官能基化學改性且非衍生自有機顏料的芳族物質。此種非顏料型分散劑為嫺熟工作者所習知並且在某些情況中可自市面上購得（例如，Solsperse®，Avecia；Disperbyk®，Byk-Chemie；Efka®，Efka）。雖然原則上可以使用前述的任何可用之其他物質，但下文中仍列明數種類型作為代表，其實例為異氰酸酯與醇、二醇或多元醇、胺基醇或二胺或多元胺的縮合產物、羥基羧酸的聚合物、烯烴單體或乙烯基單體與烯系不飽和羧酸和羧酸酯的共聚物、烯系不飽和單體之含有尿烷的聚合物、經尿烷改性的聚酯、以氰尿醯鹵為基礎之縮合產物、含有硝氧基化合物之聚合物、聚酯醯胺、經改性的聚醯胺、經改性的丙烯酸系聚合物、具有類梳狀結構之包含聚酯和丙烯酸系聚合物的分散劑、磷酸酯、三嗪衍生的聚合物、經改性的聚醚，或衍生自芳族非顏料型物質之分散劑。在許多情況中，這些母結構會藉由諸如與帶有官能基的其他物質行化學反應或藉由鹽形成作用而進一步改性。

本發明之顏料製劑可以較佳的含水濾餅或含水氣的顆

粒的形式使用，但其通常包含具粉狀本質之固體系統。

本發明亦提供製備本發明之顏料製劑的方法，其包含在諸如捏和、濕磨或乾磨的細分化操作之前或期間，或在即將精製處理之前或期間，摻合 C.I.顏料紅 254 與式 (II) 之顏料分散劑。

例如，顆粒或粉末形式的乾組份可在任何研磨之前或之後混合；其中一組份可以含水氣或無水形式加至另一組份，例如，混合含水氣的濾餅形式之組份。混合可以藉由諸如乾式研磨、濕式研磨，或藉由捏和，或在懸浮液中，或藉由這些方法的組合來完成。研磨可在加入水、溶劑、酸或研磨助劑（例如鹽）的情況下實施。可使顏料晶體微細分散的捏合操作特別是指在有機溶劑存在下之鹽捏合的操作。

混合亦可藉由在製備 C.I.顏料紅 254 的作業期間加入顏料分散劑來完成。此顏料分散劑係加至 C.I.顏料紅 254，但是，其最好在 C.I.顏料紅 254 業以化學方式形成之後，且在微細粒子形成之前或期間加入。特佳者為顏料分散劑係於乾磨或濕磨作業期間加至二酮基吡咯並吡咯顏料中。研磨期間形成的細粒晶狀顏料製劑可在諸如水及 / 或溶劑中於提高的溫度（例如，高至 200℃）及提高的壓力（需要時）下實施後處理（一般稱為精製）。此顏料分散劑亦可在乾磨或濕磨之後，但在精製之前或期間加入。此顏料分散劑當然亦可在不同的時間分次加入。

含水氣的顏料製劑可以利用習知的乾燥組裝件加以乾

燥，例如乾燥烘箱、斗輪式乾燥機、滾筒式乾燥機、接觸式乾燥機，特別是旋流閃蒸乾燥機及噴霧乾燥機。

本發明亦提供可藉由上述方法製得的顏料製劑。

本發明之顏料製劑係以其卓越的著色及流變性質著稱，特別是高絮凝安定性、立即分散性、良好的流變性、高顏色強度、透明度及飽和度（色度）。它們可以高精細度立即分散在眾多應用介質中。此種顏料分散液具有卓越的流變性，即使當塗漆或印刷油墨濃體經高度顏料化時亦然。其他性質亦極為良好，例如光澤度、蓋色的牢度、溶劑牢度、鹼和酸牢度、光和天候牢度及高色調純度。此外，本發明之顏料製劑可用以得到紅色範圍的色調，此為濾色器應用所需者。在該應用中，它們提供高對比且亦滿足使用濾色器之範圍內的其他需求，例如高的溫度安定性或陡峭且狹窄的吸收帶。它們可以高純度及低離子含量製得。

本發明之顏料製劑原則上可用於天然或合成的所有高分子量有機材料之著色，例如塑膠、樹脂、清漆（特別是金屬清漆）、塗漆、電子顯像調色劑（electrophotographic toners）和顯影劑、駐極體材料（electret materials）、濾色器和油墨，包括印刷油墨。

可以本發明之顏料製劑著色的高分子量有機材料有，例如，纖維素化合物（例如，纖維素醚和纖維素酯，如乙基纖維素、硝基纖維素、纖維素乙酸酯或纖維素丁酸酯）、天然黏合劑（例如，脂肪酸、脂肪油）、樹脂和其轉化產物或合成樹脂，例如，聚縮合物，聚加合物、加成聚合

物和共聚物，例如，胺基樹脂（特別是尿素和蜜胺甲醛樹脂）、醇酸樹脂、丙烯酸樹脂、酚塑料（phenoplasts）和酚系樹脂（例如酚醛清漆或可溶性酚醛清漆（resol））、尿素樹脂、聚乙烯基化合物（例如，聚乙烯醇、聚乙烯基乙縮醛、聚乙酸乙烯酯或聚乙烯基醚）、聚碳酸酯、聚烯烴（例如聚苯乙烯、聚氯乙烯、聚乙烯或聚丙烯）、聚（甲基）丙烯酸酯和其共聚物（例如聚丙烯酸酯或聚丙烯晴）、聚醯胺、聚酯、聚胺基甲酸酯、香豆酮-茛和烴樹脂、環氧樹脂、具有不同熟化機制的不飽和合成樹脂（聚酯、丙烯酸酯）、蠟、醛和酮樹脂、膠、橡膠和其衍生物及乳膠（latices）、酪蛋白、聚矽氧烷和聚矽氧烷樹脂；個別化合物或混合物型態。前述的高分子量有機化合物是否以塑性體或熔體形式或紡紗溶液、分散液、清漆、塗漆或印刷油墨形式存在並不重要。視所欲的用途而定，經證實使用摻合物形式或者製得的產物或分散液形式的本發明之顏料製劑是有利的做法。

僅在摻至高分子量有機介質時製備此顏料製劑亦為可行。因此，本發明還提供包含著色有效量之本發明顏料製劑的高分子量有機材料。以欲著色之高分子量有機材料為基礎，本發明之顏料製劑的用量通常是 0.01% 至 30 重量%，以 0.1% 至 20 重量% 為較佳。亦可使用較高的著色劑濃度於濾色器應用。本發明之顏料製劑亦適合作為電子顯像調色劑和顯影劑中的著色劑，例如，一或二組份式粉末調色劑（亦稱為一或二組份顯影劑）、磁性調色劑、液態調

色劑、聚合調色劑和專業調色劑。典型的調色劑黏合劑是加成聚合樹脂、聚加成樹脂和聚縮合樹脂，例如苯乙烯、苯乙烯-丙烯酸酯、苯乙烯-丁二烯、丙烯酸酯、聚酯、酚系-環氧樹脂、聚砜、聚胺基甲酸酯，以上的個別或合併樹脂，其亦可以是聚乙烯和聚丙烯，且亦可以再包括其他成份，例如電荷控制劑、蠟或流動助劑，或者接著可以這些加入的成份改性。

本發明之顏料製劑還適合作為粉末和粉末塗料的著色劑，特別是摩擦電或電動可噴霧粉末塗料，其係用以塗覆由諸如金屬、木材、塑膠、玻璃、陶瓷、混凝土、織品材料、紙或橡膠製得之物件的表面。

此外，本發明之顏料製劑適合作為水性和非水性底質之噴墨墨水中的著色劑，亦適合用於依據熱熔法操作的墨水中。噴墨墨水通常含有總計 0.5% 至 15 重量%（以乾質計）的本發明之顏料製劑，並以 1.5 至 8 重量%為較佳。微乳液墨水係以有機溶劑、水、及（適當時）額外的親水性物質（界面介質）為基礎。微乳液墨水通常含有 0.5% 至 15 重量%（較佳的 1.5% 至 8 重量%）的本發明之顏料製劑、5% 至 99 重量%的水和 0.5% 至 94.5 重量%的有機溶劑和 / 或親水性化合物。"以溶劑為基礎的"噴墨墨水最好含有 0.5% 至 15 重量%的本發明之顏料製劑、85% 至 99.5 重量%的有機溶劑和 / 或親水性化合物。熱熔墨水通常以蠟、脂肪酸、脂肪醇或磺醯胺為基礎，其在室溫為固體並於加熱時液化，較佳的熔化範圍介於約 60°C 和約 140°C 之間

。熱熔噴墨墨水基本上由諸如 20%至 90 重量%的蠟和 1%至 10 重量%的本發明之顏料製劑組成。它們可以還包括 0 至 20 重量%的額外聚合物（作為"染料溶解劑"）、0 至 5 重量%的分散助劑、0 至 20 重量%的黏度改性劑、0 至 20 重量%的塑化劑、0 至 10 重量%的黏著添加劑、0 至 10 重量%的透明性安定劑（其防止諸如蠟的結晶作用）、和 0 至 2 重量%的抗氧化劑。

特別的是本發明之顏料製劑亦適合作為用於上色及減色之濾色器的著色劑，該等濾色器係用於諸如光電系統，例如電視螢幕、LCD（液晶顯示器）、電荷耦合裝置、電漿顯示器或電螢光顯示器（可以是主動（扭曲向列）或被動（超扭曲向列）鐵電性顯示器或發光二極體），並且其亦可作為電子墨水（或 e-墨水）或電子紙（e-紙）的著色劑。

在製造濾色器（反射式和透射式濾色器）時，顏料係以膏狀型態或者混在適當黏合劑（丙烯酸鹽、丙烯酸酯、聚醯亞胺、聚乙烯醇、環氧化物、聚酯、蜜胺、明膠、酪蛋白）中的著色光阻物施用至各 LCD 組件（例如，TFT-LCD=薄膜電晶體液晶顯示器或（S）TN-LCD=（超）扭曲向列-LCD）。除了高的熱安定性以外，高顏料純度是得到安定的膏狀物及 / 或著色光阻物的先決條件。此外，著色的濾色器亦可藉由噴墨印刷法或其他適當的印刷法施用。

本發明之顏料製劑的紅色調特別適合用於紅－綠－藍（R, G, B）濾色器色彩集。這三個顏色係以分離色點的形

式彼此併排，當背光時可得到全彩影像。

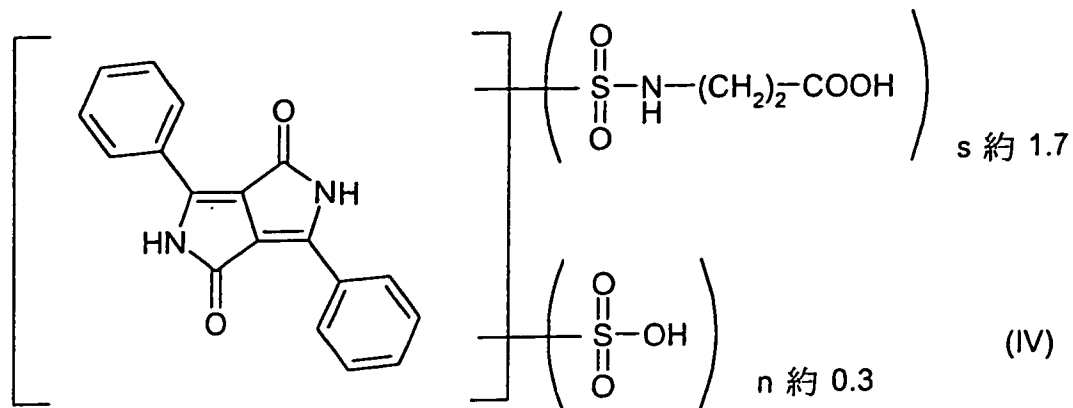
用於紅色點的典型著色劑是吡咯並吡咯、喹吖啶和偶氮顏料，例如 C.I.顏料紅 254、C.I.顏料紅 209、C.I.顏料紅 175 和 C.I.顏料橘 38，個別顏料或混合顏料。用於綠色點者通常是酞花青著色劑，例如 C.I.顏料綠 36 和 C.I.顏料綠 7。當需要時，個別色點亦可與其他顏色摻合以產生明暗度。對紅和綠色調而言，其最好和黃色摻合，例如 C.I.顏料黃 138、139、150、151、180 及 213。

【實施方式】

在以下實例中，份數和百分比係以重量計，除非特別聲明。

實例 1：C.I.顏料紅 254 在 10%顏料分散劑的存在下的珠磨

70 份 P.R.254、1.4 份以萘磺酸為基礎的市售流動改良劑、800 份氧化鋯珠（0.4-0.6 毫米）、600 份水及 7 份式（IV）之顏料分散劑（根據 EP 1362081 的方式製得）的混合物



在 Drais® Advantis V3 研磨機中研磨。研磨持續時間相當於 5 至 6 個理論研磨行程 (theoretical grinding passes)。將此顏料漿 (millbase) 與珠粒分離並過濾，濾餅以水與異丁醇的 1:1 混合物在 pH 為 2 的條件下加熱迴流 2 小時。蒸汽蒸餾之後，過濾混合物並以水清洗固體產物至無鹽狀態，減壓下乾燥，及最後粒化。最後得到平均粒子尺寸 d_{50} 為 35 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 2: C.I. 顏料紅 254 的珠磨及在溶劑處理前加入 10% 顏料分散劑

將 90 份 P.R.254、1.8 份以萘磺酸為基礎的市售流動改良劑及 800 份水的混合物形成均質的膏狀物，並在 800 份氧化鋯珠 (0.4-0.6 毫米) 的存在下以 Drais® Advantis V3 研磨機研磨。研磨持續時間相當於 5 至 6 個理論研磨行程。740 份約 10% 研磨懸浮液與 7.4 份顏料分散劑 (IV) 及異丁醇摻合，由是得到異丁醇與水的 1:1 混合物。此懸浮液在 pH 為 2 的條件下加熱迴流 2 小時；蒸汽蒸餾分離出異丁醇之後，以水清洗固體產物至無鹽狀態，減壓

下乾燥，及最後粒化。最後得到平均粒子尺寸 d_{50} 為 41 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 3：C.I.顏料紅 254 在 5%顏料分散劑存在下的珠磨

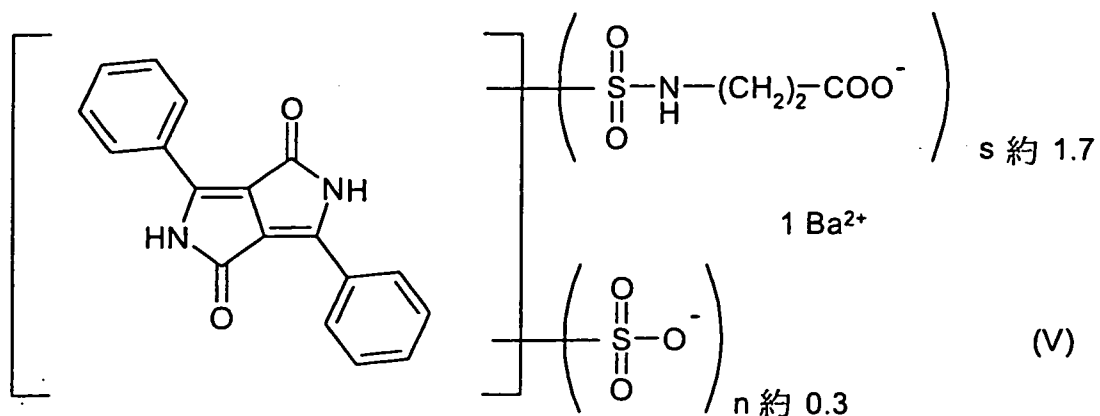
遵循如實例 1 中的相同流程，但只用 3.5 份而非 7 份的式 (IV) 之顏料分散劑。此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 37 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 4：C.I.顏料紅 254 的珠磨及在溶劑處理前加入 5%顏料分散劑

遵循如實例 2 中的相同流程，但只用 3.7 份而非 7.4 份的式 (IV) 之顏料分散劑。此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 39 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 5：C.I.顏料紅 254 在 10%顏料分散劑的存在下的珠磨

遵循如實例 1 中的相同流程，但使用根據 EP 1362081 的方式製得之式 (V) 的顏料分散劑



此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 62 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 6：C.I.顏料紅 254 的珠磨及在溶劑處理前加入 10% 顏料分散劑

遵循如實例 2 中的相同流程，但使用式 (V) 的顏料分散劑，此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 46 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 7：C.I.顏料紅 254 在 5%顏料分散劑存在下的珠磨

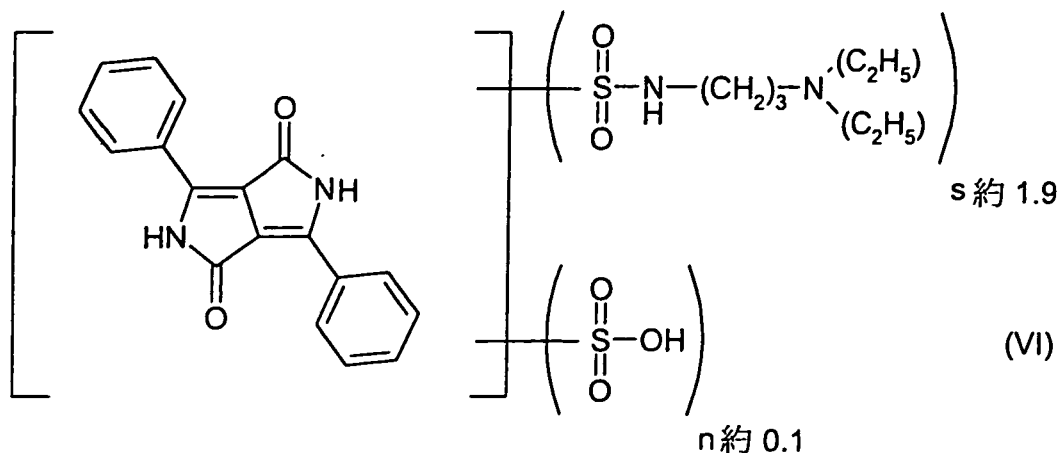
遵循如實例 5 中的相同流程，但只用 3.5 份而非 7 份的式 (V) 之顏料分散劑。此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 48 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 8：C.I.顏料紅 254 的珠磨及在溶劑處理前加入 5%顏料分散劑

遵循如實例 6 中的相同流程，但只用 3.7 份而非 7.4 份的式 (V) 之顏料分散劑。此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 59 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 9：C.I.顏料紅 254 在 10%顏料分散劑存在下的珠磨

遵循如實例 1 中的相同流程，但使用根據 JP 03026767 的方式製得之式 (VI) 的顏料分散劑



此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 49 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 10：C.I.顏料紅 254 的珠磨及在溶劑處理前加入 10% 顏料分散劑

遵循如實例 2 中的相同流程，但使用式 (VI) 的顏料分散劑，此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 60 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 11：C.I.顏料紅 254 在 5%顏料分散劑存在下的珠磨

遵循如實例 9 中的相同流程，但只用 3.5 份而非 7 份的式 (VI) 之顏料分散劑。此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 51 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 12：C.I.顏料紅 254 的珠磨及在溶劑處理前加入 5% 顏料分散劑

遵循如實例 10 中的相同流程，但只用 3.7 份而非 7.4 份的式 (VI) 之顏料分散劑。此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為

56 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 13：C.I.顏料紅 254 在 10%顏料分散劑存在下的鹽捏合

將 15 份 P.R. 254、1.5 份顏料分散劑 (VI)、90 份微晶形氯化鈉與 26 份二甘醇的混合物以雙重捏合機於 80°C 捏合 24 小時。該捏合化合物在 900 份鹽酸中於 90°C 攪拌兩小時，過濾分離出固體，水洗至中性並乾燥。此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 45 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

實例 14：C.I.顏料紅 254 在 5%顏料分散劑存在下的鹽捏合

遵循如實例 13 中的相同流程，但只用 0.75 份而非 1.5 份的式 (VI) 之顏料分散劑。此製得平均粒子尺寸 d_{50} 為 49 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

比較例 A：C.I.顏料紅 254 在無顏料分散劑存在下的珠磨

將 90 份 P.R.254、1.8 份以萘磺酸為基礎的市售流動改良劑及 800 份水的混合物形成均質的膏狀物並在 800 份氧化鋯珠 (0.4-0.6 毫米) 的存在下以 Drais® Advantis V3 研磨機研磨。研磨持續時間相當於 5 至 6 個理論研磨行程。該研磨懸浮液與異丁醇摻合，由是得到異丁醇與水的 1 : 1 混合物。此懸浮液在 pH 為 2 的條件下加熱迴流 2 小時；蒸汽蒸餾分離出異丁醇之後，以水清洗固體產物至無

鹽狀態，減壓下乾燥，及最後粒化。得到平均粒子尺寸 d_{50} 為 102 奈米 (TEM) 的紅色顏料製劑。

樣品的粒子尺寸分佈：

為得到粒子尺寸分佈，使用一系列的電子顯微圖。以肉眼辨視主要粒子。各主要粒子的面積係藉圖表決定。由該面積計算得到相等面積之圓的直徑。決定由是算得的對等直徑之頻率分佈，將該等頻率轉換成體積分率並以粒子尺寸分佈表示。標準偏差係分佈寬度之指標。標準偏差越小，粒子尺寸分佈越窄。

表 1：粒子尺寸分佈和標準偏差

樣品	d_{50} [奈米]	標準偏差 σ [奈米]
實例 1	35	11
實例 2	41	15
實例 3	37	13
實例 4	39	11
實例 5	62	21
實例 6	46	16
實例 7	48	25
實例 8	59	23
實例 9	49	14
實例 10	60	17
實例 11	51	26
實例 12	56	19
實例 13	45	12
實例 14	49	14
比較例 A	102	42

樣品的晶度：

X-射線粉末繞射圖中反射之半峰高的數值是樣品之晶度的指標。半峰高的值愈低，被分析之物質的晶度愈高。半峰高的值係指各情況（ 28° 處）中在反射的最大峰之半峰高（最大值的一半）處的寬度。樣品之半峰高的值係以STOE/ θ 繞射儀量測（Cu-K α ，U=40 千伏特，I=40 毫安培）（狹縫：主側 / 垂直 2x8 毫米，主側 / 水平 1.0 毫米，次側 0.5 毫米）。所用的樣品支架是標準鋼支架。測量時間適合所欲的統計信賴度，總觀察量測的角度範圍 2θ 是 $5-30^\circ$ ，步進寬度是 0.02° ，時間為 3 秒鐘。在特性範圍內，量測的角度範圍是 $23-30^\circ$ ，步進寬度是 0.02° ，時間為 6 秒鐘。X-射線係藉由石墨二級單光儀而單色化，並以閃爍計數器於持續之樣品旋轉時量測。基於評估之目的，數據調整係於第二次測量 $2\theta = 23-30^\circ$ 的整個角度範圍內實施（調整函數：Lorentz²（4 個反射））

表 2：晶度

樣品	半峰高的值[2θ] (主峰)
實例 1	0.36
實例 2	0.42
實例 3	0.41
實例 4	0.39
實例 5	0.44
實例 6	0.42
實例 7	0.48
實例 8	0.45
實例 9	0.43
實例 10	0.38
實例 11	0.41
實例 12	0.44
實例 13	0.53
實例 14	0.58

用於濾色器應用之顏料漿的黏度：

將 10 克得自上述實例的顏料或顏料製劑懸浮於 73 克 PGMEA (丙二醇單甲醚乙酸酯) 中，再和 17 克市面上慣用的高分子量嵌段共聚物及 250 克氧化鋯珠 (0.3 毫米) 摻合，並在 Paintshaker Disperse DAS 200 (得自 Lau GmbH) 中分散 3 小時。以 Haake RS75 錐板型黏度計於 20 °C 測定此顏料漿的黏度。

表 3：黏度

樣品	黏度[mPa·s]
實例 1	7
實例 2	6
實例 3	18
實例 4	16
實例 5	56
實例 6	65
實例 7	52
實例 8	61
實例 9	20
實例 10	42
實例 11	29
實例 12	38
實例 13	15
實例 14	12
比較例 A	96

前述的顏料製劑係以旋轉塗覆機（POLOS Wafer Spinner）施用於玻璃板（SCHOTT，雷射切割，10x10 公分）上。因為黏度低，所以得到明亮及高透光的紅色，並具有低膜厚（500 至 1300 奈米）與極佳的對比（TSUBOSAKA ELECTRIC CO., LTD, Model CT-1），其與無添加劑之樣品在色調上僅有些微差異。實例 1 至 14 的顏料製劑由於具有高對比，所以極適合用於濾色器應用。

透明烘烤清漆之應用例：

爲了測量顏料混合物的顏色強度、色品 ΔC 及色調 ΔH ，將製得的顏料製劑完全分散於透明的醇酸樹脂-密胺烘

烤清漆系統中，得到多色調清漆。接著，藉由混合 6 份醇酸樹脂-密胺多色調清漆及 20 份 30% 白色清漆，製得白色還原清漆。與比較用樣品並排地將生成的白色還原清漆塗抹至一張白色卡片上，風乾 30 分鐘之後，於 140°C 烘烤 30 分鐘。顏色強度及其測定係依據 DIN EN ISO 787-26 定義。以上實例中製得之顏料的顏色強度、色品（色純度）及色調示於下表中。用於顏色強度（100%）、色品 ΔC （色純度）（ $\Delta C=0$ ）及色調 ΔH （ $\Delta H=0$ ）的標準品是來自比較例 A 的顏料。

表 4：色彩學

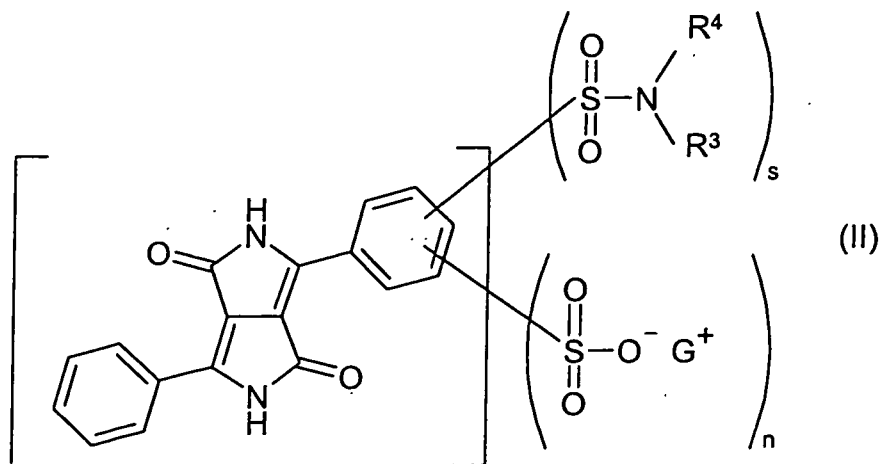
樣品	顏色強度	ΔC	ΔH
實例 1	116%	-0.82	0.11
實例 2	108%	-1.35	-0.98
實例 3	114%	-0.55	-0.02
實例 4	106%	-0.80	-0.20
實例 5	97%	-0.86	-1.89
實例 6	102%	-1.8	-3.31
實例 7	100%	-0.68	-1.68
實例 8	97%	-0.90	-1.50
實例 9	100%	-1.48	-1.39
實例 10	94%	-1.59	-2.32
實例 11	102%	-1.10	-1.20
實例 12	98%	-0.98	-1.43
實例 13	109%	-1.05	1.12
實例 14	105%	-0.56	0.67
比較例 A	100%	0.0	0.0

對 C.I. 顏料紅 254 及本發明之顏料分散劑以前述比例

- 作為組份所形成的混合物而言，一般預估各情況中的偏差
- ΔH 及 ΔC 將大於 2.0 至 3.0。

十、申請專利範圍

1. 一種顏料製劑，其包含具有平均粒子尺寸 d_{50} 為 20 至 100 nm 的 C.I.顏料紅 254 和至少一種式 (II) 所示的顏料分散劑



其中

s 是 1 至 5 的數字；

n 是 0 至 4 的數字； s 和 n 的和為 1 至 5；

R^3 是苯基 - NR^5R^6 、苯基 - COO^-E^+ 、苯基 - $SO_3^-E^+$ 、 C_1-C_6 烷基 - NR^5R^6 、 C_1-C_6 烷基 - $SO_3^-E^+$ 或 C_1-C_6 烷基 - COO^-E^+ ，其中 R^5 和 R^6 為相同或不同且是氫、苯基或 C_1-C_6 烷基；

R^4 是氫、 C_1-C_6 烷基、苄基或苯基；

E^+ 、 G^+ 彼此獨立地為氫、鹼土金屬、鹼金屬或第三主族的金屬。

2. 如申請專利範圍第 1 項之顏料製劑，其中式 (II) 化合物中， s 是 1 至 3 的數字，和 n 是 0 至 2 的數字。

3. 如申請專利範圍第 1 項之顏料製劑，其中 C.I.顏

料紅 254 和式 (II) 所示的顏料分散劑之重量比介於 (99.9 : 0.1) 和 (80 : 20) 之間。

4. 申請專利範圍第 3 項之顏料製劑，其中 C.I.顏料紅 254 和式 (II) 所示的顏料分散劑之重量比介於 (96 : 4) 和 (88 : 12) 之間。

5. 如申請專利範圍第 1 項之顏料製劑，其中在使用 $\text{CuK}\alpha$ 射線的 X-射線粉末繞射譜中之主峰的半高寬 2θ 為 0.2 至 0.7° 。

6. 一種製造如申請專利範圍第 1 至 5 項中任一項之顏料製劑的方法，其包含在細分或精製處理之前或期間內，令 C.I.顏料紅 254 與式 (II) 的顏料分散劑摻合。

7. 一種如申請專利範圍第 1 至 5 項中任一項之顏料製劑之用於使天然或合成來源的高分子量有機材料著色之用途。

8. 如申請專利範圍第 7 項之用途，其係用於使塑料、樹脂、清漆、塗漆、電子顯像調色劑 (electrophotographic toners) 和顯影劑、及墨水 (包括印刷墨水) 著色。

9. 如申請專利範圍第 7 或 8 項之用途，其係用於使金屬清漆、濾色器和噴墨墨水著色。