

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号
特許第4196418号
(P4196418)

(45) 発行日 平成20年12月17日 (2008.12.17)

(24) 登録日 平成20年10月10日 (2008.10.10)

(51) Int.Cl. F I

C O 9 B 67/20 (2006.01)

C O 9 B 67/22 (2006.01)

C O 9 B 67/46 (2006.01)

G O 2 B 5/20 (2006.01)

G O 3 F 7/004 (2006.01)

C O 9 B 67/20 G

C O 9 B 67/20 L

C O 9 B 67/22 Z

C O 9 B 67/46 A

G O 2 B 5/20 1 O 1

請求項の数 7 (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平9-240992	(73) 特許権者	000002886
(22) 出願日	平成9年9月5日 (1997.9.5)		D I C株式会社
(65) 公開番号	特開平11-80578		東京都板橋区坂下3丁目35番58号
(43) 公開日	平成11年3月26日 (1999.3.26)	(74) 代理人	100124970
審査請求日	平成16年8月10日 (2004.8.10)		弁理士 河野 通洋
		(72) 発明者	岩崎 健二
			大阪府吹田市岸辺南3-34-2
		(72) 発明者	河瀬 一郎
			千葉県成田市吾妻1-23-210
		(72) 発明者	荒木 慎悟
			兵庫県神戸市中央区港島中町6-14-E
			707
		(72) 発明者	村田 春夫
			千葉県佐原市与倉699-35

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料組成物並びにこれを用いた分散液及びカラーフィルター用カラーレジスト

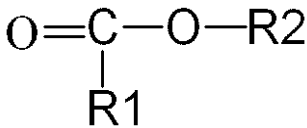
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

顔料と、前記顔料に対して0.5～30重量%の下記の化合物1を含有することを特徴とする固体状の顔料組成物。

化合物1

【化1】



(但し、R1はメチル基を表す。またR2は炭素原子数1-8の飽和アルキル基、不飽和アルキル基のいずれかを表す。)

【請求項2】

前記顔料が酸性顔料である請求項1記載の顔料組成物。

【請求項3】

副顔料、顔料誘導体、染料のうちいずれか1つ又は2つ以上のものを含む請求項1又は2記載の顔料組成物。

【請求項4】

副顔料が酸性顔料であり、顔料誘導体が酸性顔料の誘導体であり、染料が酸性染料である請求項3記載の顔料組成物。

【請求項 5】

副顔料、顔料誘導体及び染料がスルホン酸基を有するものである請求項 4 記載の顔料組成物。

【請求項 6】

請求項 1 ～ 5 のいずれか一つに記載の顔料組成物を含有することを特徴とするカラーフィルター用顔料分散液。

【請求項 7】

請求項 1 ～ 5 のいずれか一つに記載の顔料組成物を含有することを特徴とするカラーフィルター用カラーレジスト。

【発明の詳細な説明】

10

【0001】**【発明の属する技術分野】**

本発明は、塗料、印刷インキその他に用いられるもので、例えば自動車、塗装鋼板、建材、缶、平版、グラフィア、フレキソ、インクジェットプリンタ、カラーフィルター等に使用可能な顔料組成物に関するものであり、更にはこの顔料組成物を分散した顔料分散液に関する。

【0002】**【従来の技術】**

顔料には様々な性能、例えば分散用樹脂系及び溶剤系において高い分散性、分散液の良好な流動性、また顔料分散液を塗布したものでは、高光沢、高鮮鋭性、高耐候性、特にカラーフィルターでは高コントラスト、高透過性などが要求される。この要求を満たすため粗顔料からの顔料化の際に種々の処理がなされる。

20

【0003】

顔料は合成された粗顔料の顔料化工程、具体的には結晶形の調整、1次粒子の形状や大きさの調整などの処理がなされた後、粒子径の安定化と結晶成長、凝集防止、各種顔料分散用樹脂系や各種溶剤系への良分散性の付与、顔料分散時の分散液の流動性適性、塗膜光沢、塗膜鮮鋭性などを改善する目的で、顔料誘導体やロジン又は変性ロジン、体質顔料、カプセル化用樹脂等の処理剤を用いた処理が行われる。

【0004】

しかし実際は先に述べたような特徴の多くを有する顔料は少ない。この理由としては処理剤のコスト、処理回数を重ねることで作業工程数が多くなり、これがコスト高につながるためであるし、顔料分散の現場では優れた特徴を持つ高価な顔料ではなく、使用する樹脂系や溶剤系に適した安価な顔料を数種の銘柄の中から選択することが一般的なためである。ただし、安価な顔料では顔料に要求される幾つかの特性を犠牲にすることが多い。

30

【0005】

ここで顔料組成物に関する従来技術について以下に記述する。

顔料化工程において粗顔料の結晶形の調整、1次粒子の形状や大きさの調整はなされていても、表面処理がなされていない無処理顔料は、安価であるが適用可能な範囲が限られ、分散系において多少の相違はあるが結晶成長及び凝集、分散液の流動性不良などの問題が発生しやすい。

40

【0006】

一方、平版、活版のような印刷インキ用途などに対しては実績のあるロジンまたは変性ロジンは、顔料の結晶系及び顔料粒子径を均一に保持するために顔料化の際に処理されることが多いが、これらは分散液流動性を阻害するため、良好な流動適性が要求されるその他の用途では問題が指摘されている。

【0007】

有機顔料と体質顔料からなる顔料では、体質顔料は単に増量剤としての役割しか持たない場合もあるが、顔料分散性の向上や顔料分散液の流動性の向上などの役割を有し、その塗膜が高光沢、高鮮鋭性などの特徴を有する場合が多い。また体質顔料は安価である点が多く、顔料に使用される理由でもある。しかし、塗膜に硬度が要求される工業塗料用途等に

50

使用した場合の塗膜のもろさ、液晶ディスプレイのカラーフィルタに使用した場合の低コントラスト、等の問題が指摘されている。

【0008】

顔料誘導体や染料を含有する顔料組成物の場合、顔料分散液では顔料分散性向上や結晶成長・凝集の抑制、流動性改良に効果的であり、各種の溶剤にも影響されにくい。塗膜では光沢、鮮鋭性、透過性、コントラスト等の改良に寄与する場合が多い。また、低コストである点も1つの特徴である。具体的な例としては、特開昭63-172772に記述されている4,4'-ジアミノ-1,1'-ジアントラキノニル-3,3'-ジスルホン酸を含有するC.I. Pigment Red 177顔料、特開平4-146968に記述される銅フタロシアニンスルホン酸顔料誘導体を含有する銅フタロシアニン顔料、特公昭41-2466に記述されるようなハロゲン化銅フタロシアニンスルホン酸顔料誘導体を含有するハロゲン化銅フタロシアニン顔料などがある。しかし顔料誘導体や染料の含有量が増えるにつれ、塗膜の耐光性、耐候性、耐熱性などが低下したり、塗膜表面に顔料誘導体や染料がブリードすることが多い。

10

【0009】

近年多くの研究がなされ、顔料組成物を分散した分散液の顔料分散性や安定性、流動性が高く評価されているのがカプセル化顔料だが、安価な顔料が要求される産業分野には顔料処理にかかるコストが高くなる点が問題となる。

【0010】

本発明に関連するカルボン酸エステル系化合物を利用した従来技術としては、特開昭62-184063に記載されるエステル処理されたクロム酸の金属塩顔料組成物があり、熱安定性、化学安定性、耐光堅牢度等の改善が図られている。

20

【0011】

次に、顔料分散液の液性状及び塗膜性状改良に関する従来技術について以下に記述する。顔料分散液は顔料組成物や樹脂、分散助剤、溶剤などから構成されており、構成原料の一種以上のものに顔料分散液の性状改良機能をもたせたものを組み合わせて利用する。通常塗料では樹脂と溶剤は固定されており顔料を置き換えることで多くの色出しを行うため、顔料組成物や分散助剤にその機能を持たせるケースが一般的である。特に本発明に係る既存技術としては、いずれもその化学構造の面で本発明と一致するものではないが、特開昭47-6771、特開昭60-215651、特開昭63-214330、特開平2-129147、特開平3-227371、特開平4-506225、特開平7-25824、特表平7-506621等に記載されるようなカルボン酸エステル系化合物をビヒクルあるいは分散剤として使用している例があり、顔料分散性等の改善がなされてる。

30

【0012】

樹脂用着色剤の産業分野に視点を移せば、カルボン酸エステル系化合物を利用した例として、特開昭52-5856、特開昭54-105150、特開昭60-90232、特開昭62-68834、特開平04-298572等があるがいずれもその化学構造上、本発明との接点はない。特に本発明と類似構造を有するカルボン酸エステル系化合物を使用した例として特開昭50-50460があるが、これはその発明の属する技術分野と使用目的、効果の面において異質のものである。

40

【0013】

以上のように顔料分散液の液性状（顔料分散性、流動性）及び塗膜性状（光沢、鮮鋭性、コントラスト、透過性など）の改良を低コストで実現する手法として、顔料組成物については顔料誘導体または染料を含有する顔料組成物を用いる手法、顔料分散液についてはその分散系に適した顔料組成物や樹脂、分散助剤、溶剤などを組み合わせる手法や顔料分散液を構成する原料に性状改良機能を持たせたものを使用する手法が一般的である。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】

顔料分散液には分散液性状として高顔料分散性、良好な分散液流動性及び貯蔵安定性が求められるし、塗膜として高光沢、高鮮鋭性、高透過性、高コントラストなどが要求される

50

。そこで本発明は顔料分散液の分散液性状及び塗膜性状に支障をきたす前記処理剤（体質顔料、ロジン等）以外の効果的かつ安価な処理剤を用いることで、各種の顔料分散用樹脂系や溶剤系への顔料分散性及び分散液流動性に優れた顔料組成物及び顔料分散液を開発することを目的としている。特にカラーフィルターにおいては顔料分散性を高めることで、塗膜の光沢やコントラストに対する適性を向上させることを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】

顔料分散性の改良は顔料の微分散化とその安定化により達成される。顔料の微分散化は分散機の性能に依存するが、微分散化顔料の安定化は顔料粒子の結晶化や凝集を進行させないよう初期の微分散状態を維持させる必要があり、このためには顔料組成物又は顔料分散液等の組成物を構成する原料と組成物作製法に工夫が必要である。

10

【0016】

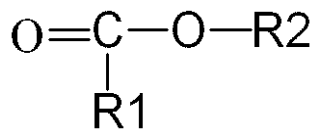
そこで我々は顔料と顔料分散液の流動性改良剤として以下に記載する化合物1からなる顔料組成物を作製することで顔料分散性を改良することに成功すると同時に、本発明の別の目的でもある分散液流動性も改良することを可能とした。これを「顔料組成物1」とする。この顔料組成物1に含まれる顔料（後述する副顔料に対して主顔料と呼ぶ場合がある）を特に酸性顔料とした場合、更に効果的である。但し、ここで記述する酸性顔料とは酸性官能基を含有する顔料、酸性処理された顔料、電子受容性を有する顔料のうちいずれか1つ又は2つ以上の顔料を指す。

化合物1

20

【0017】

【化4】



（但し、R1はメチル基を表す。またR2は炭素原子数1-8の飽和アルキル基、不飽和アルキル基のいずれかを表す。）

しかし顔料種によっては、顔料組成物1では顔料分散性は改良されるものの分散液流動性の改良があまり期待できない場合がある。この原因としては化合物1が顔料に効果的に作用しないこと等が考えられる。

30

【0018】

そこで我々はこの種の顔料の問題を解決するために、最初に主顔料に対し副顔料や顔料誘導体や染料を含有させた顔料組成物（これを「顔料組成物2」とする）を作製することで顔料粒子の結晶化や凝集の抑制を行うことで顔料分散性の改良を行った。しかし顔料分散性が改良（特に顔料の微分散化が進行）されれば分散液流動性が悪くなり、顔料分散性の改良と分散液流動性の改良の相反する関係が著しく現れるのが一般的である。顔料組成物2も例外ではなく分散液の流動性改良が必要となる。

【0019】

この点において、我々は顔料組成物2と化合物1からなる顔料組成物を作製することで、高い顔料分散性を保持した状態で顔料分散液の流動性も改良することに成功した。これを「顔料組成物3」とする。従って顔料組成物3の特徴は主顔料成分と色素成分（特に副顔料、顔料誘導体、染料）と化合物1から構成されることで、あらゆる顔料を主顔料として使用できるようにしたことにある。

40

【0020】

顔料組成物3を構成する副顔料、顔料誘導体、染料としては酸性顔料、酸性顔料の誘導体、酸性染料を用いることが好ましいが、更に好ましくはスルホン酸基を含有する副顔料、スルホン酸基を含有する顔料誘導体、スルホン酸基を含有する染料を用いることである。

【0021】

顔料組成物1及び顔料組成物3は顔料分散性と分散液流動性に優れた効果を発揮するため

50

、これらの顔料組成物を特にカラーフィルター用に使用した場合、高コントラストを有する均質な塗膜を得ることができる。

【 0 0 2 2 】

次に顔料もしくは顔料組成物を分散した顔料分散液について説明する。通常、顔料分散液を作製する場合は少なくとも顔料と樹脂と溶剤を組み合わせで作製する。顔料分散性と分散液流動性の改良のためには樹脂は欠かせないのが一般的である。しかし顔料組成物 1 もしくは顔料組成物 3 を溶剤のみで分散した顔料分散液は、これだけでも顔料分散性と分散液流動性に優れる。また顔料または顔料組成物 2 の場合、これを溶剤で分散する際に化合物 1 を加えれば顔料組成物 3 の場合と類似した結果が期待できる。従って本発明は前記の全ての本発明顔料組成物を溶剤中で分散させた顔料分散液である。

10

【 0 0 2 3 】

顔料組成物 1 もしくは顔料組成物 3 を溶剤で分散する際にモノマーや樹脂を使用すれば、溶剤のみで分散した場合と比べ顔料分散性と分散液流動性を向上させる。本発明は上記顔料分散液に、特にアクリル系モノマー、アクリル系樹脂を使用するのが好適である。

【 0 0 2 4 】

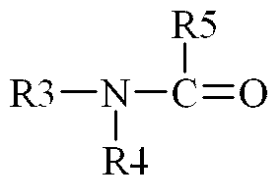
上記のすべての顔料分散液に関し、顔料分散性と分散液流動性を更に改良するために、次に示す鎖状化合物（化合物 2）及び／又は環状化合物（化合物 3）で与えられる化合物（特にアミド系化合物）を分散助剤として含有させることも可能である。化合物 2 あるいは化合物 3 を特にアミド系化合物とした場合、更なる効果が期待できる。

【 0 0 2 5 】

20

鎖状化合物（化合物 2）

【 0 0 2 6 】



【化 5】

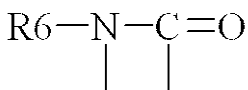
（但し、R 3、R 4 はそれぞれ独立に水素原子又は飽和アルキル基又は不飽和アルキル基を表す。また R 5 は水素原子、水酸基、飽和アルキル基、不飽和アルキル基、飽和アルコキシ基、不飽和アルコキシ基のいずれかを表す。）

30

下記の結合を 1 組以上有する環状化合物（化合物 3）

【 0 0 2 7 】

【化 6】



（但し、R 6 は水素原子又は飽和アルキル基又は不飽和アルキル基を表す。）

40

以上の顔料分散液は特にカラーフィルターに適用できる。顔料分散性と分散液流動性が良いことから、高コントラストを有する均質な塗膜を得ることができる。またこの全ての顔料組成物または顔料分散液に光重合性モノマーと光重合開始剤を含有させれば、これをコーティング、露光、現像することで任意のパターン形成を可能とするカラーフィルター用カラーレジストとしても利用可能となる。

【 0 0 2 8 】

【発明の実施の形態】

本発明の実施の形態の典型的なもの及び最良の状態は、後記の実施例に具体的に例示されるが、本発明を実施する上で選択可能な各種構成要件について以下に詳細に説明する。

【 0 0 2 9 】

50

先ず、顔料組成物 1 の作製法としては、化合物 1 が液体である場合、顔料スラリーに対して化合物 1 を添加した後、攪拌、ろ過、水洗、乾燥、粉碎する手法、顔料をこの中に加え、攪拌、ろ過、乾燥、粉碎する手法、又は顔料にこの液体を必要量加え、ニーダー、アトライター、ヘンシェルミキサー等で処理する方法等がある。

【 0 0 3 0 】

化合物 1 が固体である場合、顔料にこの固体をニーダーなどで練り込む手法、この固体が溶解するような媒体中にこの固体と顔料を入れ、攪拌、ろ過、乾燥、粉碎する手法、顔料スラリーに対して化合物 1 を添加し加熱溶解させた後、攪拌、ろ過、水洗、乾燥、粉碎する手法等がある。

【 0 0 3 1 】

顔料組成物 2 の作製法としては、主顔料スラリーに対して副顔料スラリーや顔料誘導体スラリーや染料スラリーを添加し、攪拌した後、ろ過、水洗、乾燥、粉碎工程を経る手法、粉体同士のドライブレンドによる手法などがある。従って、必ずしも主顔料粒子表面が副顔料や顔料誘導体や染料で処理されている必要性や主顔料と類似骨格を有する副顔料や顔料誘導体や染料を選択する必要性はない。

【 0 0 3 2 】

顔料組成物 3 の作製法としては、化合物 1 が液体である場合、主顔料スラリーに対して副顔料スラリーや顔料誘導体スラリーや染料スラリーを添加し、更に化合物 1 を添加した後、攪拌、ろ過、水洗、乾燥、粉碎工程を経る手法、顔料組成物 2 を化合物 1 中に加え、攪拌、ろ過、乾燥、粉碎する手法、又は顔料組成物に対しこの化合物 1 を必要量加え、ニーダー、アトライター、ヘンシェルミキサー等で処理する方法等がある。

【 0 0 3 3 】

化合物 1 が固体である場合、顔料組成物 2 にこの固体をニーダーなどで練り込む手法、この固体が溶解するような媒体中にこの固体と顔料組成物 2 を入れ、攪拌、ろ過、乾燥、粉碎する手法、主顔料スラリーに対して副顔料スラリーや顔料誘導体スラリーや染料スラリーを添加し、更に化合物 1 を添加し加熱溶解した後、攪拌、ろ過、水洗、乾燥、粉碎工程を経る手法等がある。

【 0 0 3 4 】

本発明における所期の効果を生み出させるための化合物 1 の使用量は、化合物によって相違があるが顔料に対しておおよそ 0 . 5 ~ 3 0 重量%、より高い効果を得るためには 2 ~ 1 5 重量%の範囲が効果的である。少なすぎると効果が期待できず、多すぎると弊害を生じる場合がある。

【 0 0 3 5 】

次に、顔料組成物 1 や顔料組成物 2、顔料組成物 3 を作製する際に使用できる原料について述べる。

まず使用可能な主顔料、副顔料、顔料誘導体そして染料として有機色素を用いたものでは特に限定されないが、例をあげるとすれば、フタロシアニン系、アントラキノン系、ジオキサジン系、キナクリドン系、キナクリドンキノ系、アントラピリミジン系、アンサンスロン系、インダンスロン系、フラバンスロン系、ペリレン系、ペリノン系、ジケトピロロピロール系、キノフタロン系、インジゴ系、チオインジゴ系、イソインドリノン系、イソインドリン系、ベンツイミダゾロン系、アゾ系等がある。

【 0 0 3 6 】

また使用可能な主顔料、副顔料、顔料誘導体そして染料として無機色素を用いたものでは特に限定されないが、例をあげるとすれば、カーボン系、チタン系、バリウム系、アルミニウム系、カルシウム系、鉄系、鉛系、コバルト系などがあげられる。

【 0 0 3 7 】

主顔料について更に言及すれば、特に顕著な効果が期待できるのは、ジアミノアントラキノン系レッド顔料、フタロシアニン系グリーン顔料、フタロシアニン系ブルー顔料があげられる。

【 0 0 3 8 】

副顔料、顔料誘導体そして染料について更に言及すれば、特に顕著な効果が期待できるものとしてはフタロシアニン系、ジアミノアントラキノン系、キナクリドン系、ジスアゾ系、イソインドリノン系、イソインドリン系の酸性顔料や酸性顔料誘導体、酸性染料がある。更に好ましくは顔料や顔料誘導体、染料にスルホン酸基が含まれるものが良い。

【0039】

顔料組成物3を構成する原料の最適な構成は主顔料と類似骨格を有する酸性副顔料や酸性顔料誘導体や酸性染料を主顔料と組み合わせることであり、良い結果が期待できる。

【0040】

顔料組成物1及び顔料組成物3を構成する化合物1として使用可能なものは特に限定されないが、例をあげれば、酢酸ステアリル、酢酸オレイル、蟻酸ステアリル、蟻酸オレイル、プロピオン酸ステアリル、プロピオン酸オレイル、酪酸ステアリル、酪酸オレイルのような脂肪酸エステル系化合物があげられる。特に効果的なものとしては酢酸エステル系化合物が適する。

【0041】

続いて、顔料又は顔料組成物の分散について説明する。

まず、顔料又は顔料組成物2を分散する際に前述のような化合物1を加える場合について説明する。この化合物の添加時機は分散前が好ましいが、分散途中でも分散後でも良い。但し、この化合物を分散後に添加する場合は容易に溶解し拡散するものが好まれる。使用可能な分散機としてはロールミル、ボールミル、ビーズミル、アトライター、分散攪拌機などがある。好ましくは顔料又は顔料組成物2に対しこの化合物を効果的に作用させるために、ロールミル等のような分散機を用いて不揮発分量の高い配合で分散（すなわち固練り）を行い、必要に応じてこれを不揮発分量を適度に下げた配合に調整しビーズミル等で分散すれば更に効果的である。この際、後述するような分散助剤の使用も可能である。特に後述するような化合物2及び/又は化合物3と、ウレタン系化合物、好ましくはポリウレタン系化合物を分散助剤として併用すれば顔料分散性と分散液流動性が更に改良される。

【0042】

次に、顔料組成物1又は顔料組成物3を分散する場合について説明する。分散機は顔料組成物2の分散の説明に記述したものが使用できる。この顔料組成物1又は顔料組成物3は単独でも良好な顔料分散性と分散液流動性を有するが、このケースにおいても、後述するような化合物2及び/又は化合物3で与えられる化合物と、ウレタン系化合物、好ましくはポリウレタン系化合物を分散助剤として併用すれば顔料分散性と分散液流動性が更に改良される。

【0043】

ここで、顔料又は顔料組成物の分散の際に使用可能な分散助剤を示す。

化合物2に分類されるものとして、特に限定されないが例をあげれば、ホルムアミド、N-メチルホルムアミド、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジエチルホルムアミド、アセトアミド、N-メチルアセトアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N-エチルアセトアミド、N-メチルプロピオンアミドのようなアミド系化合物、オレイン酸アミドのような不飽和脂肪酸アミド系化合物、ステアリン酸アミドのような飽和脂肪酸アミド系化合物、カルバミン酸、カルバミン酸メチルエステル、カルバミン酸エチルエステル、カルバミン酸イソプロピルエステル、カルバミン酸ブチルエステル、カルバミン酸ベンジルエステルのようなカルバミン酸系化合物、N-メチルウレタン、N-エチルウレタンのようなウレタン系化合物などがあげられる。特に効果的なものとしてはアミド系化合物やウレタン系化合物があげられる。

【0044】

また化合物3に分類されるものとして、特に限定されないが例をあげれば、-ブチロラクタム、N-メチル-2-ピロリドン、N-エチル-2-ピロリドン、N-プロピル-2-ピロリドン、N-イソプロピル-2-ピロリドン、N-ブチル-2-ピロリドン、-バレロラクタム、N-メチル--バレロラクタム、N-エチル--バレロラクタム、

- ピペリドン、N - メチル - - ピペリドン、カプロラクタム、N - メチルカプロラクタムのようなラクタム系化合物、バルピツル酸、1, 3 - ジメチルバルピツル酸のようなバルピツル酸系化合物、フタルイミド、N - メチルフタルイミドのようなイミド系化合物、イソシアヌル酸、イソシアヌル酸モノメチルエステル、イソシアヌル酸モノエチルエステルのようなイソシアヌル酸系化合物、ジケトピロロピロール系化合物も使用可能である。特に効果的なものとしてはラクタム系化合物やバルピツル酸系化合物があげられる。

【0045】

この他の分散助剤として、特に限定されないが例をあげれば、ポリアミド系化合物やポリウレタン系化合物のような樹脂型分散剤（市販品ではディスパービック130、ディスパービック161、ディスパービック162、ディスパービック163、ディスパービック170、エフカ46、エフカ47（全て商品名）など）を用いることも可能である。また、化合物1及び/又は化合物2以外のものとして、アクリル系、ポリエチレン系のような樹脂型分散剤、シリコン系または非シリコン系のようなレベリング剤、シラン系、アルミニウム系のようなカップリング剤、アニオン系、ノニオン系、カチオン系の界面活性剤なども併せて使用可能である。

【0046】

顔料又は顔料組成物の分散の際に使用可能な樹脂としては特に限定されないが例をあげるとすれば、アルキッド系樹脂、アクリル系樹脂、メラミン系樹脂、ウレタン系樹脂、エポキシ系樹脂、シリコン系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド酸系樹脂、ポリイミド系樹脂、スチレンマレイン酸系樹脂、スチレン無水マレイン酸系樹脂などがある。また各種のアクリル酸系モノマー、アクリレート系モノマーに対しても適用可能である。特に好ましい樹脂、モノマーとしてはウレタン系樹脂、アクリル系樹脂、アクリル系モノマーがあげられる。

【0047】

顔料又は顔料組成物の分散の際に使用可能な溶剤としては特に限定されないが例をあげるとすれば、トルエンやキシレン、メトキシベンゼン等の芳香族系溶剤、酢酸エチルや酢酸ブチル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート等の酢酸エステル系溶剤、エトキシエチルプロピオネート等のプロピオネート系溶剤、メタノール、エタノール等のアルコール系溶剤、ブチルセロソルブ、プロピレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールエチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル等のエーテル系溶剤、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン系溶剤、ヘキサン等の脂肪族炭化水素系溶剤、N, N - ジメチルホルムアミド、 - ブチロラクタム、N - メチル - 2 - ピロリドン、アニリン、ピリジン等の窒素化合物系溶剤、 - ブチロラクトン等のラクトン系溶剤、カルバミン酸メチルとカルバミン酸エチルの48:52の混合物のようなカルバミン酸エステル、水等がある。特に極性溶媒を用いた場合に画期的な効果が得られる。

【0048】

以上、顔料組成物1、顔料組成物2、顔料組成物3の構成と作製法、及びこれらの顔料組成物又は顔料を分散した顔料分散液の構成と作製法について述べてきたが、化合物1及び/又は化合物2の処理の時機として最も効果的な順に並べれば次のようになる。

【0049】

1. 顔料組成物作製段階での処理（顔料組成物1又は顔料組成物3に該当）
2. 顔料分散液作製段階での処理（固練りによる化合物の処理で効果大）
3. 顔料分散液作製後の処理

次に、カラーフィルター用カラーレジストの作製法について述べる。基本的には前記のようにして作製した顔料分散液を分散攪拌機で攪拌しながら、適量の光重合性モノマーと光重合開始剤、溶剤を加えることで作製可能である。

【0050】

カラーフィルター用カラーレジスト用途で使用する光重合性モノマーとしては特に限定されないが例をあげるとすれば、1, 6 - ヘキサンジオールジアクリレート、エチレン

10

20

30

40

50

リコールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、ビス(アクリロキシエトキシ)ビスフェノールA、3-メチルペンタジオールジアクリレート等のような2官能モノマー、トリメチルロールプロパントリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアネート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、ジペンタエリスリトールペンタアクリレート等のような多官能モノマーがある。特に多官能モノマーが適している。

【0051】

カラーフィルター用カラーレジスト用途で使用する光重合開始剤としては特に限定されないが例をあげるとすれば、アセトフェノン、ベンゾフェノン、ベンジルジメチルケタノール、ベンゾイルパーオキサイド、2-クロロチオキサントン、1,3-ビス(4'-アジドベンザル)-2-プロパン、1,3-ビス(4'-アジドベンザル)-2-プロパン-2'-スルホン酸、4,4'-ジアジドスチルベン-2,2'-ジスルホン酸等がある。特に流動性と溶解性の点から1,3-ビス(4'-アジドベンザル)-2-プロパン-2'-スルホン酸、4,4'-ジアジドスチルベン-2,2'-ジスルホン酸が好ましい。

10

【0052】

カラーフィルター用カラーレジスト用途で使用する溶剤としては特に限定されないが例をあげるとすれば、前述した溶剤の中でも特にプロピオネート系、アルコール系、エーテル系、ケトン系、窒素化合物系、ラクトン系、水等の極性溶媒で水可溶のものが適している。

20

【0053】

【実施例】

次に実施例及び比較例により本発明の具体化を図るが、本発明はこれらに限定されない。使用した原料は特に断りのない限り大日本インキ化学工業株式会社製であり、他社製品の商品名については括弧内に製造会社名を記載した。また以下に記述する部は全て重量基準である。

【0054】

また顔料分散液の分散法及び評価法は、分散配合液に0.5mmセブルビーズ(サンゴバン)を200部加え東洋精機のペイントコンディショナーで1時間分散した後、トキメック(株)のE型粘度計で顔料分散液の10rpm粘度を測定している。更にこの顔料分散液を1mm厚硝子板にアプリケーションで塗布し、これを140℃で10分間焼き付け乾燥することで乾燥膜厚1μmの塗膜を作製し、この塗膜の20°-20°光沢を村上カラーリサーチラボラトリーのGM-26Dで、また塗膜コントラストを遮光して次のような配置で測定している。

30

【0055】

バックライト/偏光フィルム1/塗板/偏光フィルム2/色彩輝度計

バックライト:LCD用ライト(明拓システム)

偏光フィルム1及び2:NPF-G1220DUN(日東電工)

色彩輝度計:BM-7(トプコン)

40

偏光フィルム2と色彩輝度計の間隔:50cm

【0056】

実施例1

C.I. Pigment Green 36 顔料スラリー(顔料固形分100部を含む)中に酢酸オレイルエステル5部を加え、70度で30分間加熱攪拌した。この後、ろ過、水洗、乾燥90℃、粉碎し、C.I. Pigment Green 36を主成分とする顔料組成物を得た。これをG1-1とする。

【0057】

参考例1

pHを8.5~9.0に調整したC.I. Pigment Green 36 顔料スラリー

50

(顔料固形分 95 部を含む)を攪拌しながら、この中にスルホン化銅フタロシアニン顔料スラリー(固形分 5 部を含む)を加え、70 度で 30 分間加熱した。加熱後、pH を 6.0 ~ 6.5 に調整し、ろ過、水洗、乾燥 90 、粉碎し、C. I. Pigment Green 36 を主成分とする顔料組成物を得た。これを G2 - 1 とする。

【0058】

実施例 3

pH を 8.5 ~ 9.0 に調整した C. I. Pigment Green 36 顔料スラリー(顔料固形分 95 部を含む)を攪拌しながら、この中にスルホン化銅フタロシアニン顔料スラリー(固形分 5 部を含む)及び酢酸オレイルエステル 5 部を加え、70 度で 30 分間加熱した。加熱後、pH を 6.0 ~ 6.5 に調整し、ろ過、水洗、乾燥 90 、粉碎し、C. I. Pigment Green 36 を主成分とする顔料組成物を得た。これを G3 - 1 とする。

【0059】

参考例 2

pH を 8.5 ~ 9.0 に調整した C. I. Pigment Blue 15 : 6 顔料スラリー(顔料固形分 95 部を含む)中にスルホン化銅フタロシアニン顔料スラリー(固形分 5 部を含む)及び酢酸ブチル(ダイセル化学工業)10 部を加え、60 分間攪拌した。この後、pH を 6.0 ~ 6.5 に調整し、ろ過、水洗、乾燥 90 、粉碎し、C. I. Pigment Blue 15 : 6 を主成分とする顔料組成物を得た。これを B3 - 1 とする。

【0060】

参考例 3

pH を 8.5 ~ 9.0 に調整した C. I. Pigment Blue 15 : 6 顔料スラリー(顔料固形分 95 部を含む)中にスルホン化銅フタロシアニン顔料スラリー(固形分 5 部を含む)及び蟻酸 n - ブチルエステル 10 部を加え、60 分間攪拌した。この後、pH を 6.0 ~ 6.5 に調整し、ろ過、水洗、乾燥 90 、粉碎し、C. I. Pigment Blue 15 : 6 を主成分とする顔料組成物を得た。これを B3 - 2 とする。

【0061】

参考例 4

pH を 8.5 ~ 9.0 に調整した C. I. Pigment Blue 15 : 6 顔料スラリー(顔料固形分 95 部を含む)中にスルホン化銅フタロシアニン顔料スラリー(固形分 5 部を含む)及びプロピオン酸 n - ブチルエステル 10 部を加え、60 分間攪拌した。この後、pH を 6.0 ~ 6.5 に調整し、ろ過、水洗、乾燥 90 、粉碎し、C. I. Pigment Blue 15 : 6 を主成分とする顔料組成物を得た。これを B3 - 3 とする。

【0062】

実施例 7

pH を 8.5 ~ 9.0 に調整した C. I. Pigment Blue 15 : 6 顔料スラリー(顔料固形分 95 部を含む)中にスルホン化銅フタロシアニン顔料スラリー(固形分 5 部を含む)及び酢酸 n - オクタデシルエステル 5 部を加え、70 度で 30 分間加熱攪拌した。この後、pH を 6.0 ~ 6.5 に調整し、ろ過、水洗、乾燥 90 、粉碎し、C. I. Pigment Blue 15 : 6 を主成分とする顔料組成物を得た。これを B3 - 4 とする。

【0063】

実施例 8

pH を 8.5 ~ 9.0 に調整した C. I. Pigment Blue 15 : 6 顔料スラリー(顔料固形分 95 部を含む)を攪拌しながら、この中にスルホン化銅フタロシアニン顔料スラリー(固形分 5 部を含む)を加え、70 度で 30 分間加熱した。加熱後、pH を 6.0 ~ 6.5 に調整し、ろ過、水洗、乾燥 90 、粉碎し、C. I. Pigment Blue 15 : 6 を主成分とする顔料組成物を得た。これを B2 - 1 とする。

【0064】

実施例 9

本例は G 1 - 1 の分散について述べる。

G 1 - 1	2 0 . 0 0 部	
エフカ - 4 6 (エフカ)	1 0 . 0 0	
(ウレタン系分散剤、以下同じ)		
ユーカーエステル E E P (ユニオン・カーバイド)	3 5 . 0 0	
(プロピオネート系溶剤、以下同じ)		
P M A (協和発酵工業)	3 5 . 0 0	
(酢酸エステル系溶剤、以下同じ)		
合計	1 0 0 . 0 0 部	

上記組成のものを分散後、分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表 1 に示す。分散液流動性は比較例 1 との対比からも明らかなように 1 0 r p m 粘度が低いことがわかる。また塗膜光沢も比較例 1 の値より大きい。

10

【 0 0 6 5 】

比較例 1

本例は C . I . P i g m e n t G r e e n 3 6 無処理顔料の分散について述べる。

【 0 0 6 6 】

C . I . P i g m e n t G r e e n 3 6 無処理顔料	2 0 . 0 0 部	
エフカ - 4 6 (エフカ)	1 0 . 0 0	
ユーカーエステル E E P (ユニオン・カーバイド)	3 5 . 0 0	
P M A (協和発酵工業)	3 5 . 0 0	
合計	1 0 0 . 0 0 部	

20

上記組成のものを分散後、分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表 1 に示す。

【 0 0 6 7 】

実施例 1 0

本例は G 3 - 1 の分散について述べる。

G 3 - 1	2 0 . 0 0 部	
エフカ - 4 6 (エフカ)	1 0 . 0 0	
ユーカーエステル E E P (ユニオン・カーバイド)	3 5 . 0 0	
P M A (協和発酵工業)	3 5 . 0 0	
合計	1 0 0 . 0 0 部	

30

上記組成のものを分散後、分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表 2 に示す。分散液流動性は比較例 2 との対比からも明らかなように 1 0 r p m 粘度が低いことがわかる。また塗膜光沢も比較例 2 の値より大きい。

【 0 0 6 8 】

比較例 2

本例は G 2 - 1 の分散について述べる。

G 2 - 1	2 0 . 0 0 部	
エフカ - 4 6 (エフカ)	1 0 . 0 0	
ユーカーエステル E E P (ユニオン・カーバイド)	3 5 . 0 0	
P M A (協和発酵工業)	3 5 . 0 0	
合計	1 0 0 . 0 0 部	

40

上記組成のものを分散後、分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表 2 に示す。

【 0 0 6 9 】

参考例 5

以下、顔料分散液の実施例について説明する。本例は B 3 - 1 の分散について述べる。

【 0 0 7 0 】

B 3 - 1	2 0 . 0 0 部	
エフカ - 4 6 (エフカ)	1 0 . 0 0	
P M A (協和発酵工業)	7 0 . 0 0	
合計	1 0 0 . 0 0 部	

50

上記組成のものを分散後、分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表3に示す。分散液流動性は粘度が低いほど均一な膜厚の塗膜を得ることができるが、比較例3との対比からも明らかなように10rpm粘度が低いことがわかる。また塗膜光沢は数値が大きいほど顔料が微分散されていることが評価できるが、これについても比較例3の値より大きい。

【0071】

参考例6

本例はB2-1の分散の際、化合物1で与えられる酢酸ブチルを添加している。

【0072】

B2-1	20.00部	
酢酸ブチル(ダイセル化学工業)	2.00	10
エフカ-46(エフカ)	10.00	
PMA(協和発酵工業)	68.00	
合計	100.00部	

上記組成のものを分散後、分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表3に示す。分散液流動性は比較例3との対比からも明らかなように10rpm粘度が低いことがわかる。また塗膜光沢も比較例3の値より大きい。

【0073】

参考例7

本例はB3-2の分散について述べる。

B3-2	20.00部	20
エフカ-46(エフカ)	10.00	
PMA(協和発酵工業)	70.00	
合計	100.00部	

上記組成のものを分散後、分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表3に示す。分散液流動性は比較例3との対比からも明らかなように10rpm粘度が低いことがわかる。また塗膜光沢も比較例3の値より大きい。

【0074】

参考例8

本例はB3-3の分散について述べる。

B3-3	20.00部	30
エフカ-46(エフカ)	10.00	
PMA(協和発酵工業)	70.00	
合計	100.00部	

上記組成のものを分散後、分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表3に示す。分散液流動性は比較例3との対比からも明らかなように10rpm粘度が低いことがわかる。また塗膜光沢も比較例3の値より大きい。

【0075】

実施例15

本例はB3-4の分散について述べる。

B3-4	20.00部	40
エフカ-46(エフカ)	10.00	
PMA(協和発酵工業)	70.00	
合計	100.00部	

上記組成のものを分散後、分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表3に示す。分散液流動性は比較例3との対比からも明らかなように10rpm粘度が低いことがわかる。また塗膜光沢も比較例3の値より大きい。

【0076】

比較例3

本例はB2-1の分散について述べる。

B2-1	20.00部	50
------	--------	----

エフカ - 46 (エフカ)	10 . 00
PMA (協和発酵工業)	70 . 00
合計	100 . 00 部

上記組成のものを分散後、分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表3に示す。

【0077】

実施例16

本例より以下、カラーフィルター用カラーレジストについて述べる。まず、次のレットダウungkリヤーを作製。

【0078】

アロニックスM7100 (東亜合成化学工業)	11 . 00 部	10
(ポリエステルアクリレート樹脂)		
KAYARAD DPHA (日本化薬)	10 . 00	
(ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、光重合性モノマー)		
KAYACURE BP-100 (日本化薬)	2 . 00	
(ベンゾフェノン、光重合開始剤)		
ユーカーエステルEEP (ユニオン・カーバイド)	27 . 00	
合計	50 . 00 部	

次に実施例10記述の顔料分散液50 . 00部を分散攪拌機500rpmで攪拌しながら上記レットダウungkリヤー50部を10分をかけて滴下し、更に10分攪拌しグリーン色カラーレジストを得た。このカラーレジストの分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表4に示す。分散液流動性は粘度が低いほど均一な膜厚の塗膜を得ることができるが、比較例4との対比からも明らかなように10rpm粘度が低いことがわかる。また塗膜光沢及び塗膜コントラストは数値が大きいほど顔料が微分散されていることが評価できるが、これについても比較例4の値より大きい。

【0079】

比較例4

比較例2記述の顔料分散液50 . 00部を分散攪拌機500rpmで攪拌しながら実施例16記述のレットダウungkリヤー50部を10分をかけて滴下し、更に10分攪拌しグリーン色カラーレジストを得た。このカラーレジストの分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表4に示す。

【0080】

実施例17

実施例15記述の顔料分散液50 . 00部を分散攪拌機500rpmで攪拌しながら実施例16記述のレットダウungkリヤー50部を10分をかけて滴下し、更に10分攪拌しブルー色カラーレジストを得た。このカラーレジストの分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表5に示す。比較例5と対比し分散液流動性及び塗膜性状ともに本例の方が優れている。

【0081】

実施例18

本例は実施例15の顔料分散液組成に化合物2で与えられるDMF (N, N - ジメチルホルムアミド / 三菱瓦斯化学、以下同じ) を分散助剤として追加した顔料分散液を作製し、これを用いて作製したカラーレジストについて述べる。

【0082】

まず顔料分散液は下記の組成のものを作製した。

B3 - 4	20 . 00 部	
DMF (三菱瓦斯化学)	2 . 00	
エフカ - 46 (エフカ)	10 . 00	
PMA (協和発酵工業)	68 . 00	
合計	100 . 00 部	

続いて、この顔料分散液50 . 00部を分散攪拌機500rpmで攪拌しながら実施例1

10

20

30

40

50

6記述のレットダウングリヤー50部を10分をかけて滴下し、更に10分攪拌しブルー色カラーレジストを得た。このカラーレジストの分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表5に示す。比較例5と対比し分散液流動性及び塗膜性状ともに本例の方が優れているのはもっともであるが、実施例17との比較でも更に良い結果を得ている。

【0083】

比較例5

比較例3記述の顔料分散液50.00部を分散攪拌機500rpmで攪拌しながら実施例16記述のレットダウングリヤー50部を10分をかけて滴下し、更に10分攪拌しブルー色カラーレジストを得た。このカラーレジストの分散液流動性と塗膜性状の評価結果を表5に示す。

【0084】

【発明の効果】

顔料分散液の分散液性状及び塗膜性状を改良する場合、従来技術では低コストかつ高性能の面で顔料誘導体を含む顔料組成物を用いるケースが一般的であった。

【0085】

しかし以上実施例の結果からも明確なように、今回我々が発明した顔料組成物及び顔料分散液を用いた場合、低コストを維持した状態で顔料分散性と分散液流動性をこれまで以上に改良することに成功した。特にカラーフィルター用途としては顔料分散性が高まった結果、塗膜光沢や塗膜コントラストに対する適性を大きく改良することを可能にした。

【0086】

【表1】

表1 化合物1で与えられるエステル系化合物を処理したグリーン顔料の分散ペースト

	10rpm粘度 単位：mPa・s	塗膜光沢
実施例9	144	81
比較例1	1630	38

【0087】

【表2】

10

20

30

表2 顔料誘導体と化合物1で与えられるエステル系化合物を処理したグリーン顔料の分散ペースト

	10rpm粘度 単位：mPa・s	塗膜光沢
実施例10	108	85
比較例2	582	44

10

【0088】

【表3】

表3 顔料誘導体と化合物1で与えられるエステル化合物を処理したブルー顔料の分散ペーストおよび参考例5～8と比較例3の分散ペースト

20

	10rpm粘度 単位：mPa・s	塗膜光沢
参考例5	23	114
参考例6	27	108
参考例7	28	102
参考例8	32	99
実施例15	21	120
比較例3	39	85

30

40

【0089】

【表4】

表4 グリーン色カラーレジスト

	10rpm粘度 単位：mPa・s	塗膜光沢	塗膜コントラスト
実施例16	7.2	133	915
比較例4	35.6	112	797

10

【0090】

【表5】

表5 ブルー色カラーレジスト

	10rpm粘度 単位：mPa・s	塗膜光沢	塗膜コントラスト
実施例17	4.6	102	512
実施例18	4.1	110	560
比較例5	7.4	88	369

20

30

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

G 0 3 F 7/004 5 0 5

審査官 松本 直子

(56)参考文献 特開平 0 4 - 3 1 0 9 0 1 (J P , A)
特開平 1 0 - 1 5 8 5 3 8 (J P , A)
特開平 1 0 - 2 6 8 1 2 4 (J P , A)
米国特許第 0 2 5 2 6 3 4 5 (U S , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C09B 67/04- 67/20

G02B 5/20

C09D 17/00