

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5388401号
(P5388401)

(45) 発行日 平成26年1月15日 (2014. 1. 15)

(24) 登録日 平成25年10月18日 (2013. 10. 18)

(51) Int. Cl.

F I

C O 9 B 67/20 (2006. 01)

C O 9 B 67/20 K

C O 9 D 11/00 (2014. 01)

C O 9 B 67/20 E

G O 2 B 5/20 (2006. 01)

C O 9 D 11/00

G O 2 B 5/22 (2006. 01)

G O 2 B 5/20 1 O 1

G O 2 F 1/1335 (2006. 01)

G O 2 B 5/22

請求項の数 25 外国語出願 (全 28 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2005-122855 (P2005-122855)
 (22) 出願日 平成17年4月20日 (2005. 4. 20)
 (65) 公開番号 特開2005-325350 (P2005-325350A)
 (43) 公開日 平成17年11月24日 (2005. 11. 24)
 審査請求日 平成19年12月11日 (2007. 12. 11)
 (31) 優先権主張番号 102004019020.8
 (32) 優先日 平成16年4月20日 (2004. 4. 20)
 (33) 優先権主張国 ドイツ (DE)

(73) 特許権者 504419760
 ランクセス ドイチュラント ゲゼルシャ
 フト ミット ベシュレンクテル ハフツ
 ング
 Lanxess Deutschland
 GmbH
 ドイツ連邦共和国 レーファークーゼン (番地なし)
 D-51369 Leverkusen,
 Germany
 (74) 代理人 100061815
 弁理士 矢野 敏雄
 (74) 代理人 100099483
 弁理士 久野 琢也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料配合物その製法およびその使用

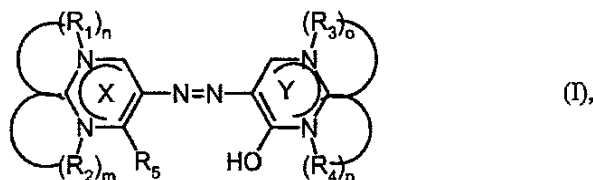
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

顔料配合物において、

a) 前記顔料配合物は、互変異性構造の形で、式 (I)

【化 1】



10

〔式中、

XおよびYで表した環は相互に独立して、それぞれ

【化 2】

=O, =S, =NR₇, -NR₆R₇, -OR₆, -SR₆, -COOR₆, -CN, -CONR₆R₇,-SO₂R₈, -N(CN)
|
R₆, アルキル、シクロアルキル、アリールおよびアラルキル

の群から選択された置換基 1 つまたは 2 つを有してよく、その際、それぞれの環 X お

20

よび Y に関して、環内および環外二重結合の合計は 3 であり、
 R_6 は水素、アルキル、シクロアルキル、アリールまたはアラルキルを表し、
 R_7 は水素、シアノ、アルキル、シクロアルキル、アリール、アラルキルまたはアシルを表し、
 R_8 はアルキル、シクロアルキル、アリールまたはアラルキルを表し、
 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 は相互に独立して、水素、アルキル、シクロアルキル、アリールまたはアラルキルを表し、および式 (I) 中で環外の曲線により示されているように結合して 5 または 6 員環を形成してよく、この環にその他の環が縮合してよく、
 R_5 は $-OH$ 、 $-NR_6R_7$ 、アルキル、シクロアルキル、アリールまたはアラルキルを表し、その際、 CH -結合を有する置換基 $R_1 \sim R_8$ は更に置換されていてよく、 m 、 n 、 o 、 p は 1 を表すか、または式 (I) 中で環内の曲線で示されているように環窒素原子から二重結合が出ている場合には、0 を表してもよい] に相当するアゾ化合物の、少なくとも 1 種の金属錯体、但し、この金属錯体は少なくとも 1 種の環式または非環式の有機化合物を結晶格子中に挿入し、かつ、該金属錯体の金属が Ni である、を含有し、
 b) その際、前記顔料配合物は、成分 a) に対して鉄を 30 ppm 未満含有する、成分 a) とは異なる鉄化合物を含有していてもよく、
 c) 更に、前記顔料配合物は、金属が成分 a) および b) の金属化合物の金属とは異なり、その金属含量は成分 a) に対して 10 から 10000 ppm であり、この金属が、アルカリ土類金属、ランタノイド、並びに同様に Al、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Co、Cu および Zn の群から選択されている、少なくとも 1 種の金属化合物を含有する、顔料配合物。

【請求項 2】

成分 c) の金属化合物の金属を、成分 a) に対して 50 ~ 5000 ppm 含有する、請求項 1 記載の顔料配合物。

【請求項 3】

成分 c) の金属化合物の金属を、成分 a) に対して 200 ~ 2500 ppm 含有する、請求項 2 記載の顔料配合物。

【請求項 4】

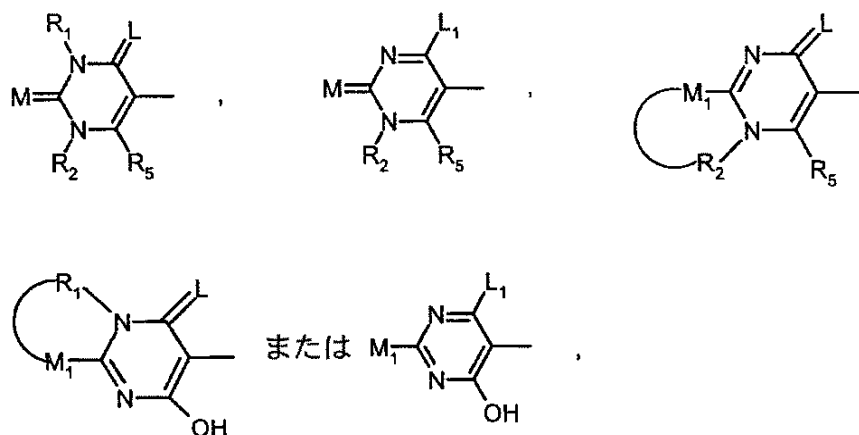
成分 c) の金属化合物の金属を、成分 a) に対して 200 ~ 1000 ppm 含有する、請求項 3 記載の顔料配合物。

【請求項 5】

成分 c) の金属が式 (I) のアゾ化合物の金属錯体として存在する、請求項 1 から 4 のいずれか 1 項記載の顔料配合物。

【請求項 6】

式 (I) の化合物中の X で表される環が式
 【化 3】

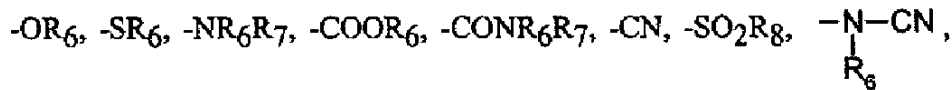


[式中、L および M は相互に独立して $=O$ 、 $=S$ または $=NR_6$ を表し、

L_1 は水素、 $-OR_6$ 、 $-SR_6$ 、 $-NR_6R_7$ 、 $-COOR_6$ 、 $-CONR_6R_7$ 、 $-CN$ 、アルキル、シクロアルキル、アリールまたはアラルキルを表し、

M_1 は

【化 4】



アルキル、シクロアルキル、アリールまたはアラルキル

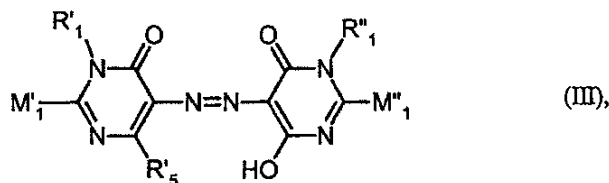
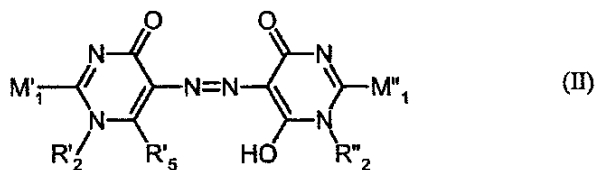
を表し、その際置換基 M_1 および R_1 または M_1 および R_2 は結合して 5 または 6 員環を形成してよく、かつ

R_1 、 R_2 、 R_5 および $R_6 \sim R_8$ は前記の意味を有する] の環を表す、請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物。

【請求項 7】

式 (I) のアゾ化合物がその遊離酸の形で、式 (II) または (III)

【化 5】



[式中、 R'_5 は $-OH$ または $-NH_2$ を表し、

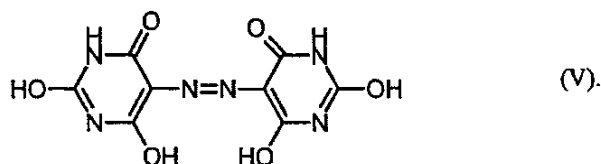
R'_1 、 R''_1 、 R'_2 および R''_2 はそれぞれ水素を表し、かつ、

M'_1 および M''_1 は相互に独立して水素、 $-OH$ 、 $-NH_2$ 、 $-NHCN$ 、アリールアミノまたはアシルアミノを表す] の式またはその互変異性式の 1 つに相当する、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物。

【請求項 8】

式 (I) のアゾ化合物が式 (V)

【化 6】



またはその互変異性形に相応する、請求項 1 から 7 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物。

【請求項 9】

成分 a) の金属錯体が、環式または非環式有機化合物を結晶格子中に挿入する、請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物。

【請求項 10】

成分 a) の金属錯体が、メラミンを結晶格子中に挿入する、請求項 1 から 9 のいずれか 1 項記載の顔料配合物。

【請求項 1 1】

成分 c) の金属化合物の金属が、C a、B a、A l、M n、C o、C u、Z n、L a 及び C e の群から選択される少なくとも 1 種の金属である、請求項 1 から 1 0 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物。

【請求項 1 2】

更に少なくとも 1 種の分散剤を含有する、請求項 1 から 1 1 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物。

【請求項 1 3】

C . I . 顔料グリーン 3 6 を含有する、請求項 1 から 1 2 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物。

10

【請求項 1 4】

更に成分 d) として、テルペン、テルペノイド、脂肪酸エステル of 群および水中に 2 0 ℃で 1 g / l 未満の溶解性を有する、ホモポリマーまたはコポリマーの群から選択された、少なくとも 1 種の有機化合物を含有する、請求項 1 から 1 3 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物。

【請求項 1 5】

請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物を製造する方法において、式 (I) のアゾ化合物を、金属塩 a) と、場合によりその F e - 含量が成分 a) に対して 3 0 p p m 未満である鉄塩 b) の存在下で、かつその金属含量が成分 a) に対して 1 0 ~ 1 0 0 0 0 p p m である a) および b) とは異なる金属塩 c) の存在下で、錯形成し、かつ挿入されるべき化合物を錯形成の前、間または後で添加することを特徴とする、請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物の製法。

20

【請求項 1 6】

請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物を製造する方法において、環式または非環式有機化合物が結晶格子中に挿入されている式 (I) のアゾ化合物の金属錯体 (成分 a)) を場合によりその F e - 含量が成分 a) に対して 3 0 p p m 未満である F e - 化合物 (成分 b)) と、およびその金属含量が成分 a) に対して 1 0 ~ 1 0 0 0 0 p p m であり、その金属が成分 a) および b) の金属錯体の金属とは異なる少なくとも 1 種の金属化合物と、および場合によりその他の添加物と、混合することを特徴とする、請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物の製法。

30

【請求項 1 7】

インキジェットインキ、液晶ディスプレイのためのカラーフィルター、合成、半合成または天然高分子物質の原液着色のための、天然、再生または合成繊維のスピン染色のための、インキジェット可能でない印刷インキ、ディステンパー着色剤またはバインダー着色剤を製造するための、若しくは織物および紙のプリントのための、請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物の使用。

【請求項 1 8】

請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載の少なくとも 1 種の顔料配合物を含有するカラーフィルター。

【請求項 1 9】

液晶ディスプレイのためのカラーフィルターを製造するための請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物の使用。

40

【請求項 2 0】

少なくとも 1 種の光硬化性モノマー、少なくとも 1 種の光開始剤、および請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載の少なくとも 1 種の顔料配合物を含有するフォトレジスト。

【請求項 2 1】

液晶ディスプレイのためのカラーフィルターを製造するための方法において、請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載の少なくとも 1 種の顔料配合物を、場合によりバインダー樹脂および / または分散剤の添加下に有機溶剤中で粉碎し、引き続き光硬化性モノマー、光反応開始剤、および場合によりその他のバインダーおよび / または溶剤の添加下に処

50

理してフォトレジストを形成し、続いてこのフォトレジストを好適なコーティング法により、好適な基材上に適用し、フォトマスクを用いて照射し、引き続き硬化し、現像して完成した有色カラーフィルターを形成することを特徴とする、液晶ディスプレイのためのカラーフィルターの製法。

【請求項 2 2】

好適な基材としてガラスプレートを使用する、請求項 2 1 に記載の製法。

【請求項 2 3】

請求項 1 8 記載の少なくとも 1 種のカラーフィルターを含有する、液晶ディスプレイ。

【請求項 2 4】

写真平板法、オフセット印刷または機械的、ピエゾ機械的または熱的インキジェット印刷によりカラーフィルターを製造するための印刷インキ中への、請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載の顔料配合物の使用。

【請求項 2 5】

印刷インキが付加的に水性有機賦形媒体を含有する、請求項 2 4 記載の使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は金属錯体を含有する顔料配合物、その製法、その使用、特にカラーフィルターを製造するための使用および同様にカラーフィルター自体に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

今日、カラーフィルターは主に液晶ディスプレイ、スクリーン、カラー分解装置およびセンサーに使用されている。パソコンのフラットスクリーンが良く知られている例である。カラーフィルターを製造するためには種々の方法があり、これらの方法は着色剤を適用する方法において異なっているだけでなく、三原色の赤、緑および青並びに黒からのカラーエレメントパターンの作製においても異なっている。カラーを例えばベース層（例えばゼラチン）を、可溶性染料または顔料を用いて着色することにより（“染料法”、“染料分散法”）、顔料ペースト、顔料配合物または顔料インキのスクリーン印刷、オフセット印刷またはインキジェット印刷により、染料または顔料をベースとするフォトレジストの電着により、並びに特にポリイミド樹脂中に（“非感光性ポリイミド法”）またはフォトレジスト中に（“感光性アクリル法”）分散されている顔料を使用する顔料分散法により実施することができる。前記方法との関連において、印刷によりカラーエレメントパターンを直接生成する方法においても、間接的な写真平板法も重要であり、前記顔料分散法との関連においては写真平板法が特に重要である。“非感光性ポリイミド法”の形の顔料分散法の技術に関しては、例えば特開平 1 1 - 2 1 7 5 1 4 号公報（1 9 9 8 年）中に開示されている。

【0 0 0 3】

フォトレジスト法による顔料分散法においては、着色顔料が UV 硬化性フォトレジスト中に分散されて存在する。フォトレジストは顔料の他に、一般に成分バインダー樹脂、重合性モノマー、光開始剤並びに場合により溶剤からなる。製造は例えば、最初にコンセントレート形の顔料、溶剤および場合によりバインダー樹脂と微細に分散し、適用の直前にモノマーおよび光開始剤並びに場合によりその他の成分と一緒に調整する。着色したフォトレジストを基材上、例えばガラス上に、例えばスピンコーティング法で均質に担持し、前乾燥し、フォトマスクを用いて UV 照射し、一般に無機アルカリ性溶剤により現像して所望のカラーエレメントパターンを形成し、コーティングを精製し、場合により後硬化する。この方法を全ての色に関して繰り返し、一般に三原色のためには、赤、緑および青の色において、すなわち 3 回繰り返す。

【0 0 0 4】

顔料分散法と関連させて顔料を使用する際の利点は、染料ベースの被覆法に比べてカラーフィルターの改善された光安定性、湿度安定性および温度安定性にある。他方、顔料を

10

20

30

40

50

ベースとしたコーティングの透明性および色純度は、コーティング法に関係なく、なお不十分である。特に、種々の顔料を所望の色位置の値に適合させるためにフォトレジスト中に混合した場合に不所望な透明度および透明性の損失が生じ、その結果としてLCDは上昇したエネルギーを必要とする。

【0005】

EP-A-947563は特にカラーフィルター中に特別なアゾピラズロンを使用することを記載している。公知技術においてカラーフィルターに使用されている個々の顔料は、例えば特開平11-217514号公報、特開平11-209631号公報：特にカラーインデックス顔料イエロー150および特開平11-209632号公報中に開示されている。しかしながら、これらはなお記載された要求に関して改善を必要としている。

10

【0006】

EP-A-1146087 (Le A34281, p1-2) は緑の黄色成分として金属化アゾ顔料を記載している。

【特許文献1】特開平11-217514号公報(1998年)

【特許文献2】EP-A-947563

【特許文献3】特開平11-209631号公報

【特許文献4】特開平11-209632号公報

【特許文献5】EP-A-1146087 (Le A34281, p1-2)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0007】

帯黄緑色の着色成分がCI顔料グリーン36および黄色金属アゾ顔料からなるのが有利である。他の色相との組合せ可能性を改善するために、できるだけ彩度の高い、透明な帯黄緑色の着色成分が有利である。このためには黄色顔料ができるだけ彩度が高く、透明でなければならない。例えば単独の成分として緑が強すぎる顔料グリーン36とより良好に混合可能であるためには、この黄色顔料は同時に自体緑色を帯びていてはならない。この黄色顔料の色相が“赤色”の方向に僅かにシフトしているか、もしくは彩度が上昇している場合に、この黄色顔料の、例えば顔料グリーン36のための色直し成分としての劇的な改善を意味する。更に、その都度の三元色カラーフィルター(赤、緑、青)を合わせる際に完全な光吸収が生じることが最適である。

30

【課題を解決するための手段】

【0008】

黄色成分として次の顔料配合物を使用する場合に、前記の緑の色相の特性を明らかに改善することができるが見いだされた。

【0009】

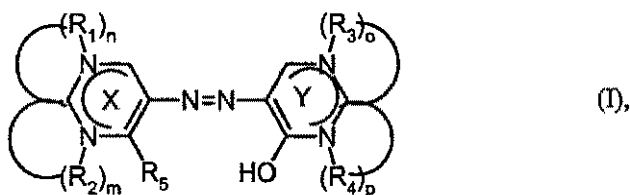
従って、本発明は、

a) 互変異性構造の形で、式(I)

【0010】

【化1】

40

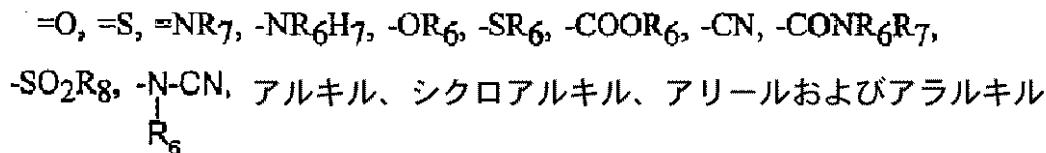


[式中、

XおよびYで表した環は相互に独立して、それぞれ

【0011】

【化 2】



の群からなる置換基 1 つまたは 2 つを有してよく、その際、それぞれの環 X および Y に関して、環内および環外二重結合の合計は 3 であり、

R_6 は水素、アルキル、シクロアルキル、アリーールまたはアラルキルを表し、

R_7 は水素、シアノ、アルキル、シクロアルキル、アリーール、アラルキルまたはアシルを表し、

10

R_8 はアルキル、シクロアルキル、アリーールまたはアラルキルを表し、

R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 は相互に独立して、水素、アルキル、シクロアルキル、アリーールまたはアラルキルを表し、および式 (I) 中で破線により示されているように結合して 5 または 6 員環を形成してよく、この環にその他の環が縮合してよく、

R_5 は $-OH$ 、 $-NR_6R_7$ 、アルキル、シクロアルキル、アリーールまたはアラルキルを表し、その際、 CH -結合を有する置換基 $R_1 \sim R_8$ は更に置換されていてよく、 m 、 n 、 o 、 p は 1 を表すか、または式 (I) 中で点線で示されているように環窒素原子から二重結合が出ている場合には、0 を表してもよい」に相当するアゾ化合物の、少なくとも 1 種の金属錯体、およびこの金属錯体は少なくとも 1 種の他の化合物を挿入する、

20

b) 場合により、その鉄含量が成分 a) に対して、30 ppm より少量、有利に 20 ppm より少量、特に 10 ppm より少量、特に有利には 1 ~ 5 ppm である、成分 a) とは異なる鉄化合物、

c) 金属が成分 a) および b) の金属化合物の金属とは異なり、その金属含量が成分 a) に対して少なくとも 10 ppm であり、この金属が有利に Li、Na および K のようなアルカリ金属、Mg、Ca および Ba のようなアルカリ土類金属、La、Ce、Pr および Nd のようなランタノイド、および同様に Al、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Co、Cu、Ni および Zn の群から選択されている、少なくとも 1 種の金属化合物、を含有する顔料配合物に関する。

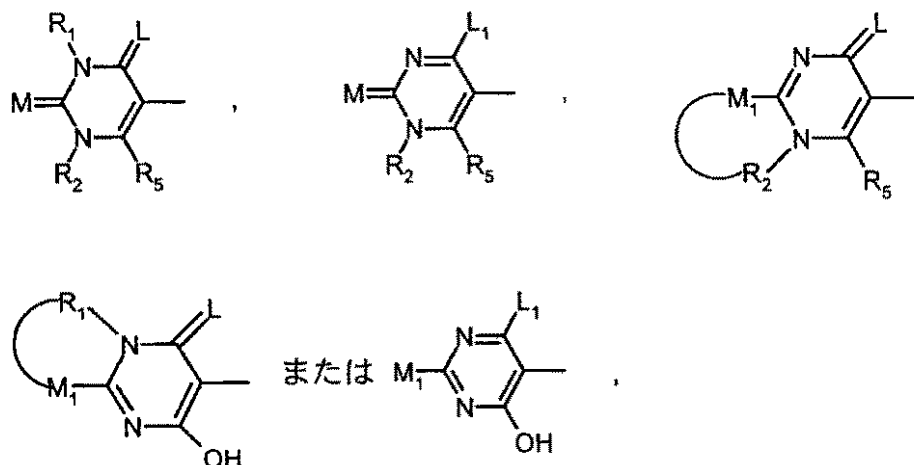
【0012】

30

有利な式 (I) の有機金属錯体は、遊離酸の形において、式 (I) の互変異性形の 1 つに相当するアゾ化合物の金属錯体であり、この式 (I) の化合物において X で表される環が式

【0013】

【化 3】



40

[式中、L および M は相互に独立して $=O$ 、 $=S$ または $=NR_6$ を表し、

50

L_1 は水素、 $-OR_6$ 、 $-SR_6$ 、 $-NR_6R_7$ 、 $-COOR_6$ 、 $-CONR_6R_7$ 、 $-CN$ 、アルキル、シクロアルキル、アリールまたはアラルキルを表し、

M_1 は

【0014】

【化4】



アルキル、シクロアルキル、アリールまたはアラルキル

10

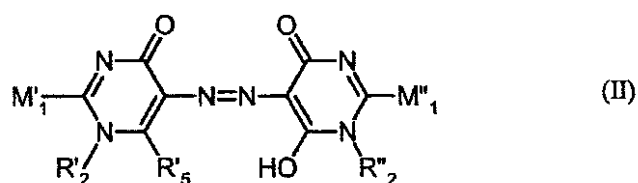
を表し、その際置換基 M_1 および R_1 または M_1 および R_2 は結合して5または6員環を形成してよい]の環を表す。

【0015】

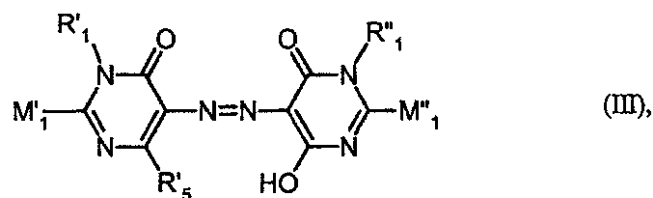
特に有利な有機金属錯体は、その遊離酸の形において、式(I I)または(I I I)

【0016】

【化5】



20



[式中、 R'_5 は $-OH$ または $-NH_2$ を表し、

R'_1 、 R''_1 、 R'_2 および R''_2 はそれぞれ水素を表し、

M'_1 および M''_1 は相互に独立して水素、 $-OH$ 、 $-NH_2$ 、 $-NHCN$ 、アリールアミノまたはアシルアミノを表す]の互変異性構造の1つに相当する、アゾ化合物の金属錯体である。

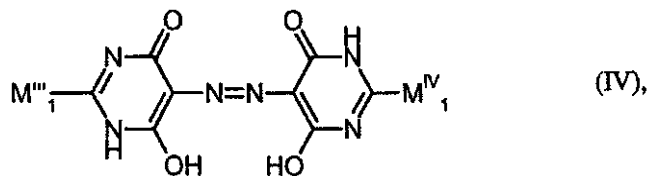
30

【0017】

殊に有利な金属錯体は、その遊離酸の形で、式(I V)

【0018】

【化6】



40

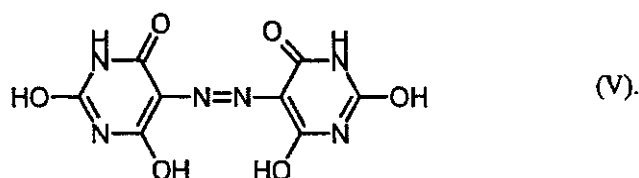
[式中、 M'''_1 および M''_1 が相互に独立して OH および $NHCN$ を表す]の互変異性構造の1つに相当する、式(I)のアゾ化合物の金属錯体である。

【0019】

遊離の酸の形で式(V)

【0020】

【化 7】



の互変異性構造の 1 つに相当する式 (I) のアゾ化合物の有機金属錯体が特に優れている。

【0021】

10

前記式において、置換基は有利に次の意味を有する：

アルキル置換基は有利に $C_1 \sim C_6$ -アルキル基であり、これは例えば塩素、臭素またはフッ素のようなハロゲン、 $-OH$ 、 $-CN$ 、 $-NH_2$ または $C_1 \sim C_6$ -アルコキシ基により置換されていてよい。

【0022】

シクロアルキル置換基は有利に $C_3 \sim C_7$ -シクロアルキル、特に $C_5 \sim C_6$ -シクロアルキル基であり、これは例えば $C_1 \sim C_6$ -アルキル、 $C_1 \sim C_6$ -アルコキシ、 Cl 、 Br または F のようなハロゲン、 $C_1 \sim C_6$ -アルコキシ、 $-OH$ 、 $-CN$ または $-NH_2$ により置換されていてよい。

【0023】

20

アリール置換基は有利にフェニルまたはナフチル基であり、これは例えば F 、 Cl または Br のようなハロゲン、 $-OH$ 、 $C_1 \sim C_6$ -アルキル、 $C_1 \sim C_6$ -アルコキシ、 $-NH_2$ 、 $-NO_2$ または $-CN$ により置換されていてよい。

【0024】

アラキル置換基は有利にフェニル-またはナフチル- $C_1 \sim C_4$ -アルキルであり、これは芳香族基において F 、 Cl または Br のようなハロゲン、 $-OH$ 、 $C_1 \sim C_6$ -アルキル、 $C_1 \sim C_6$ -アルコキシ、 $-NH_2$ 、 $-NO_2$ または $-CN$ により置換されていてよい。

【0025】

アシル置換基は有利に ($C_1 \sim C_6$ -アルキル) カルボニル、フェニルカルボニル、 $C_1 \sim C_6$ -アルキルスルホニル、フェニルスルホニル、任意に $C_1 \sim C_6$ -アルキル-、フェニル-またはナフチル-により置換されたカルバモイル、任意に $C_1 \sim C_6$ -アルキル-、フェニル-またはナフチル-により置換されたスルファモイル、または任意に $C_1 \sim C_6$ -アルキル-、フェニル-またはナフチル-により置換されたグアニルであり、その際、挙げられたアルキル基は例えば Cl 、 Br または F のようなハロゲン、 $-OH$ 、 $-CN$ 、 $-NH_2$ または $C_1 \sim C_6$ -アルコキシにより置換されていてよく、かつ前記フェニルまたはナフチル基は F 、 Cl または Br のようなハロゲン、 $-OH$ 、 $C_1 \sim C_6$ -アルキル基、 $C_1 \sim C_6$ -アルコキシ基、 $-NH_2$ 、 $-NO_2$ または $-CN$ により置換されていてよい。

【0026】

40

$M_1 R_1$ または $M_1 R_2$ または $M_1 R_2$ および R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 が式 (I) 中で破線により示されているように、結合して 5-または 6-員環を形成する場合、これらは有利にトリアゾール、イミダゾールまたはベンズイミダゾール、ピリジンまたはキナゾリン環系である。

【0027】

式 (I) ~ (V) の金属塩としても理解することのできる金属錯体は、有利に Li 、 Na 、 K 、 Mg 、 Ca 、 Ba 、 Al 、 Sc 、 Ti 、 V 、 Cr 、 Mn 、 Co 、 Ni 、 Cu 、 Zn 、 La 、 Ce 、 Pr 、 Nd 、より有利に Na 、 K 、 Ca 、 Ba 、 Al 、 Mn 、 Co 、 Ni 、 Cu 、 Zn 、 La 、 Ce 、更に有利に Ni の金属を有するモノ-、ジ-、トリ-およびテトラアニオンの塩および錯体を包含する。

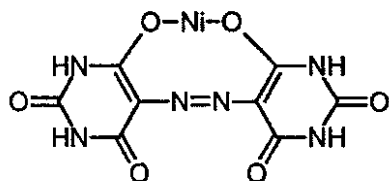
50

【0028】

一般式（I）の化合物は、有利に特に1：1のアゾー金属錯体である。非常に有利であるのは、式（VI）

【0029】

【化8】



(VI)

10

のアゾバルピツール酸－ニッケル1：1錯体またはその錯体の互変異性形の1つであり、これは少なくとも他の化合物1種を包含する。

【0030】

包含される化合物は有機化合物であっても、無機化合物であってもよい。

【0031】

包含されていてよい化合物は種々の化合物群から由来する。純粋に実際的な理由から、標準条件（25℃、1バール）下に液体であるかまたは固体であるような化合物が有利である。

【0032】

20

液状の物質の中でも、更に沸点が1バールにおいて100℃以上の、有利に150℃以上の物質が有利である。好適な化合物は環式または非環式有機化合物、例えば脂肪族および芳香族炭化水素であり、これは例えば、OH、COOH、NH₂、置換NH₂、CONH₂、置換CONH₂、SO₂NH₂、置換SO₂NH₂、SO₃H、ハロゲン、NO₂、CN、－SO₂－アルキル、－SO₂－アリール、－O－アルキル、－O－アリール、O－アシルにより置換されていてよい。

【0033】

カルボン酸アミドおよびスルホン酸アミドは包含される化合物の有利な群であり、特に尿素および置換尿素、例えばフェニル尿素、ドデシル尿素等、並びにそのアルデヒド、特にホルムアルデヒドとの重縮合物；複素環、例えばバルピツール酸、ベンズイミダゾロン、ベンズイミダゾロン－5－スルホン酸、2,3－ジヒドロキシキノキサリン、2,3－ジヒドロキシキノキサリン－6－スルホン酸、カルバゾール、カルバゾール－3,6－ジスルホン酸、2－ヒドロキシキノリン、2,4－ジヒドロキシキノリン、カプロラクタム、メラミン、6－フェニル－1,3,5－トリアジン－2,4－ジアミン、6－メチル－1,3,5－トリアジン－2,4－ジアミン、シアヌル酸が好適である。

30

【0034】

同様に挿入のために好適であるのはポリマー、有利に水溶性ポリマー、例えばエチレン－プロピレンオキシド－ブロックポリマー、有利にこれは1000以上の、特に1000～10000g／モルのM_nを有する、ポリビニルアルコール、ポリ（メタ）－アクリル酸、変性セルロース、例えばカルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、メチル－およびエチルヒドロキシエチルセルロースである。

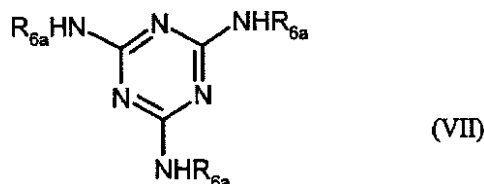
40

【0035】

挿入される化合物として特に有利に、メラミンまたはメラミン誘導体、特に式（VII）

【0036】

【化 9】



〔式中、 R_{6a} は水素または $C_1 \sim C_4$ -アルキルを表し、これは場合により OH -基で置換されている〕のような化合物を使用し、特に有利には前記式中の R_{6a} が水素である化合物を使用する。

10

【0037】

金属化合物の結晶格子中に挿入されることのできる物質の量は、ホスト化合物に対して、一般に $5 \sim 200$ 質量%、特に $5 \sim 120$ 質量%である。有利には $10 \sim 100$ 質量%挿入される。ここでは、物質の量は好適な溶剤により洗出不可能であり、元素分析から明らかになる量である。勿論、物質の前記量より多量かまたは少量を使用することもでき、その際場合により過剰を洗出することを回避することができる。 $10 \sim 150$ 質量%の量が有利である。

【0038】

本発明による配合物中に含有される成分 a) の顔料は有利に $70 \sim 150 m^2/g$ 、特に有利に $85 \sim 140 m^2/g$ 、殊に有利に $100 \sim 130 m^2/g$ の表面積 (m^2/g) を有する。この表面積は DIN 66131 により測定する：ブルナウアー・エメット・テラー (B.E.T) によるガス吸着による固体の比表面積の測定。

20

【0039】

成分 c) の金属化合物の有利な金属としては、 Li 、 Na 、 K 、 Ca 、 Ba 、 Al 、 Mn 、 Co 、 Ni 、 Cu 、 Zn 、 La 、 Ce 、特に Na 、 K 、 Co 、 Cu 、殊に Co および Cu を挙げることができる。

【0040】

成分 c) の金属化合物は、例えば無機または有機塩としてまたは有利に有機金属錯体として存在していてよい。有機金属錯体において、これは有利に式 (I) のアゾ化合物の錯体として存在する。この場合、特に有利であるのは成分 a) と同じアゾ化合物である。

30

【0041】

そのような金属錯体は少なくとも 1 種の他の化合物を挿入して含有し、挿入された化合物が特に成分 a) の化合物と同じであるのが特に有利である。

【0042】

配合物は成分 a) の金属錯体の金属とは異なる金属を、成分 a) に対して有利に $10 \sim 10000 ppm$ 、更に有利に $50 \sim 5000 ppm$ 特に有利に $200 \sim 2500 ppm$ 、殊に有利に $200 \sim 1000 ppm$ 含有する。

【0043】

成分 a) および成分 b) の金属化合物の金属とは異なる、有利に僅かな量の成分 c) の金属 (この量は成分 a) に対して $10 \sim 10000 ppm$ 、有利に $50 \sim 5000 ppm$ 、特に有利に $200 \sim 2500 ppm$ 、殊に有利に $200 \sim 1000 ppm$) を含有する本発明による顔料配合物が、明らかに改善された輝度および/または明らかに改善された色相を示すことは、特に驚くべきことである。当業者は、一般に種々の着色剤を混合は艶のない色相を生じるという事実から、輝度および色相は改善されず、例えば直線的に悪くなることを予想した、すなわち当業者は成分 c) の金属の量に依存して、例えばますます艶のない、および緑色を帯びた色相になることを予想するであろう。

40

【0044】

成分 c) の金属化合物の金属は、有利に原子吸収分析を用いて測定可能である。

【0045】

50

本発明の配合物は有利に室温で固体である。これは成分 a)、c) および場合により b) の他にその他の添加物を含有してよい。

【0046】

成分 b) の鉄化合物は、例えば有機または無機塩としてまたは金属錯体として存在してよい。金属錯体の場合には、これは例えば式 (I) のアゾ化合物の金属錯体として、例えば成分 a) のアゾ化合物と同じアゾ化合物の Fe-錯体として存在する。

【0047】

その他の添加物は、例えば分散剤、カルボン酸アミドおよびスルホン酸アミド並びに顔料配合物のために常用の添加物であってよい。

【0048】

本発明において分散剤とは、微細な粒子形の顔料粒子を水性媒体中で安定化する物質であると理解される。微細な粒子とは有利に 0.001~5 μm、特に 0.005~1 μm、殊に有利に 0.005~0.5 μm の微細な分割を意味する。本発明による配合物は有利に微細な粒子で存在する。

【0049】

好適な分散剤は例えばアニオン、カチオン、両性または非イオン性である。

【0050】

分散剤は、顔料配合物中の使用した成分 a) の顔料に対して、有利に 0.1~100 質量%、特に 0.5~60 質量%の量で使用される。

【0051】

勿論、この配合物はその他の添加物を含有していてもよい。こうして例えば、水性懸濁液の粘度を低下させ、固体含量を上昇させる添加物として、例えばカルボン酸アミドおよびスルホン酸アミドを配合物に対して 10 質量%まで添加することができる。

【0052】

本発明による配合物が、90 質量%より多くまで、特に 95 質量%より多くまで、更に有利には 97 質量%より多くまで、成分 a)~c) および分散剤からなるのが特に有利である。

【0053】

更に、本発明は本発明の配合物の製法に関し、この製法は、その他の化合物を挿入して含有する式 (I) のアゾ化合物の金属錯体 (成分 a)) を、場合によりその Fe-含量が成分 a) に対して 30 ppm 未満である Fe-化合物 (成分 b)) と、およびその金属含量が成分 a) に対して少なくとも 10 ppm であり、その金属が成分 a) および b) の金属錯体の金属とは異なる少なくとも 1 種の金属化合物と、および場合によりその他の添加物と混合することを特徴とする。

【0054】

更に、本発明は、式 (I) のアゾ化合物を、金属塩 a) (成分 a) のために) と、場合により Fe-化合物の存在で、かつそれぞれこれとは異なる金属塩 c) (成分 c) のために) の存在で、錯形成し、かつ生じた金属錯体を挿入されるべき化合物と反応させる本発明による顔料配合物を製造する方法に関し、この製法は金属塩 c) の金属の含量が、金属錯体および挿入した化合物の合計に対して少なくとも 10 ppm であり、かつ鉄含量が成分 a) に対して 30 ppm 未満であることを特徴とする。

【0055】

有利な方法は、式 (I) のアゾ化合物を、有利に Na-、Li-または K-塩のようなアルカリ塩として、Li、Na、K、Mg、Ca、Ba、Al、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、La、Ce、Pr、Nd の群から、特に有利に Na、K、Ca、Ba、Al、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、La、Ce の群から選択された金属、特に Ni の金属塩 a) と、これとは異なる同じ群からの金属塩 c) の存在で、有利には pH<7 で、反応させ、かつ生じた金属錯体を挿入されるべき化合物と、有利に 1~7 の pH で反応させることを特徴とする。本発明による方法の有利な実施形は、挿入自体を 4.5 より低い pH で実施する場合には、挿入に続いて pH を 4.5 以上、有利に 4.5~

10

20

30

40

50

7に上昇させることを特徴とする。

【0056】

鉄源は、他の金属塩の不純物として含有されている鉄塩であっても、特別に添加してもよいし、例えば系中の装置の摩耗によるものであってもよい。

【0057】

その他の有利な方法は、式(I)のアゾ化合物を、有利にNa-、Li-またはK-塩のようなアルカリ塩として予め装入し、挿入すべき化合物を添加し、その後、Li、Na、K、Mg、Ca、Ba、Al、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、La、Ce、Pr、Ndの群から、特に有利にNa、K、Ca、Ba、Al、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、La、Ceの群から選択された金属、特にNiの金属塩a)と、これとは異なる同じ群からの金属塩の存在で、有利にはpH<7で、反応させることを特徴とする。

10

【0058】

その他の有利な方法は、式(I)のアゾ化合物を、有利にNa-、Li-またはK-塩のようなアルカリ塩として予め装入し、挿入すべき化合物を添加し、その後、Li、Na、K、Mg、Ca、Ba、Al、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、La、Ce、Pr、Ndの群から、特に有利にNa、K、Ca、Ba、Al、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、La、Ceの群から選択された金属、特にNiの金属塩a)と、有利にはpH<7で、反応させることを特徴とする。その後これとは異なる同じ群からの金属塩c)を添加し、有利にpH<7で反応させる。この方法は、成分c)の金属が成分a)の金属より式(I)のアゾ化合物とより強力な錯体を形成する場合には、特に有利である。

20

【0059】

その他の有利な方法は、式(I)のアゾ化合物を、有利にNa-、Li-またはK-塩のようなアルカリ塩として予め装入し、挿入すべき化合物を添加し、その後、Li、Na、K、Mg、Ca、Ba、Al、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、La、Ce、Pr、Ndの群から、特に有利にNa、K、Ca、Ba、Al、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、La、Ceの群から選択された金属、特にNiの金属塩a)と、有利にはpH<7で、反応させ、その際金属塩a)を僅かに過少量(モル量の90~99%)で使用することを特徴とする。この方法は、例えば、使用した式(I)のアゾ化合物のアルカリ金属塩をドーパントとして作用させるべき場合には特に有利である。

30

【0060】

その他の有利な方法は、式(I)のアゾ化合物を、有利にNa-、Li-またはK-塩のようなアルカリ塩として予め装入し、挿入すべき化合物を添加し、その後、Li、Na、K、Mg、Ca、Ba、Al、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、La、Ce、Pr、Ndの群から、特に有利にNa、K、Ca、Ba、Al、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、La、Ceの群から選択された金属、特にNiの金属塩a)と、これとは異なり、かつ鉄とは異なる成分c)のための金属塩の存在下に、有利にはpH<7で反応させ、その際成分a)のための金属塩を有利に僅かに過少量(例えば、モル量の99%)で使用することを特徴とする。この方法は、成分c)の金属が成分a)の金属より式(I)のアゾ化合物とより弱い錯体を形成する場合に特に有利である。

40

【0061】

任意の鉄含量は、例えば計画的な金属添加により、または系に不純物が添加されることにより、またはFe-含有反応装置の使用により自然に生じる。

【0062】

金属塩としては、有利に前記金属の水溶性金属塩を有利に挙げることができ、特に塩化物、臭化物、酢酸塩、硝酸塩、硫酸塩などである。使用する金属塩が20℃で、20g/lより大きな水溶性、特に50g/lより大きな水溶性を有するのが有利である。

【0063】

成分a)および有利には同様に成分c)のアゾ化合物の塩および錯体を製造するために

50

好適な金属塩は例えば：塩化マグネシウム、硫酸マグネシウム、塩化カルシウム、酢酸カルシウム、ギ酸カルシウム、塩化バリウム、硝酸バリウム、酢酸バリウム、炭酸バリウム、硝酸ストロンチウム、塩化マンガン、硫酸マンガン、塩化コバルト、硝酸コバルト、硫酸コバルト、ギ酸ニッケル、硝酸ニッケル、硫酸ニッケル、塩化ニッケル、酢酸ニッケル、硫酸アルミニウム、硝酸アルミニウム、硫酸クロム（ⅠⅠⅠ）、硝酸クロム（ⅠⅠⅠ）、塩化亜鉛、硫酸亜鉛、酢酸亜鉛、塩化カドミウム、硫酸カドミウム、硝酸カドミウム、硫酸銅（ⅠⅠ）、塩化銅（ⅠⅠ）、酢酸銅（ⅠⅠ）、ギ酸銅（ⅠⅠ）、塩化ランタン、硝酸ランタン、塩化セリウムおよび硝酸セリウムである。

【0064】

このようにして得られた成分 a)、c) および場合により b) の金属化合物の混合物、以下に省略して“顔料”という、を次いでその水性懸濁液の濾過により水性プレスケーキとして単離することができる。このプレスケーキを、例えば熱水で洗浄し、通常の乾燥法により乾燥することができる。

10

【0065】

乾燥法としては、適当な水性スラリーの例えばパドル乾燥または噴霧乾燥を挙げることができる。

【0066】

引き続き、この顔料を後粉碎する。

【0067】

所望の適用のために顔料が硬質に構成されているかまたは硬質の分散である場合には、例えば DE-A 1 9 8 4 7 5 8 6 中に記載された方法で、軟質の顔料に変換させることができる。

20

【0068】

従って、本発明による顔料配合物が、成分 a)、c) および場合により b) の他に少なくとも 1 種の分散剤を含有するのが更に有利である。

【0069】

顔料配合物が固体の配合物であるのが有利であり、有利には粉末または顆粒として存在する。

【0070】

本発明による顔料は特に良好な分散性および高い色の濃さにより優れている。彩度および透明性を著しく良好に調整可能である。

30

【0071】

本発明による顔料配合物は全ての顔料適用目的に著しく好適である。

【0072】

例えば、印刷インキ、ディステンパー着色剤またはバインダー着色剤の製造のための、合成、半合成または天然高分子物質、例えばポリ塩化ビニル、ポリスチレン、ポリアミド、ポリエチレンまたはポリプロピレンの原液着色のための、全ての種類の塗料の顔料着色のために好適である。これは天然、再生または合成繊維、例えばセルロース、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリアクリロニトリルまたはポリアミド繊維のスピン染色のためにも、並びに織物および紙の印刷のためにも使用することができる。この顔料は、紙着色のために、織物の顔料印刷のために、ラミネート印刷のために、またはビスコースのスピン染色のために有用であるエマルジョンおよびペイントカラーの微細で、安定な水性顔料を、非イオン、アニオンまたはカチオン界面活性剤の存在で粉碎または混練することにより提供する。

40

【0073】

この顔料はインキジェット適用のためにも液晶ディスプレイのためのカラーフィルタールのためにも好適である。

【0074】

成分 a)、c) および場合により b) および d) テルペン、テルペノイド、脂肪酸、脂肪酸エステルの群および 20 °C および中性の p

50

Hで、水中に1 g / 1 未満、特に0.1 g / 1 未満の溶解性を有するホモポリマーまたはコポリマー、例えばランダムまたはブロックコポリマーの群から選択された、少なくとも1種の有機化合物

を含有する本発明による顔料配合物が特に好適である。

【0075】

この本発明による顔料配合物が固体の形で、有利には粉末または顆粒の形であるのが特に有利である。

【0076】

成分(d)の有機化合物は室温(20℃)で、標準圧下に固体または液体であるのが有利であり、これが液体である場合には、沸点が有利に>100℃、特に有利に>150℃を示す。

【0077】

有利なポリマーは親水性および疎水性の両方の、有利にポリマーの分子部分を有する。例えば、この種のポリマーの例は、脂肪酸または長鎖C₁₂~C₂₂炭化水素およびポリアルキレングリコール、特にポリエチレングリコールをベースとするランダムコポリマーである。更に、(ポリ)ヒドロキシ脂肪酸およびポリアルキレングリコール、特にポリエチレングリコールをベースとするブロックコポリマー、およびポリ(メタ)アクリレートおよびポリアルキレングリコール、特にポリエチレングリコールをベースとするグラフトコポリマーである。

【0078】

テルペン、テルペノイド、脂肪酸および脂肪酸エステルの群からの有利な化合物としては；オシメン、ミルセン、ゲラニオール、ネロール、リナロール、シトロネロール、ゲラニアル、シトロネラル、ネラル、リモネン、メントール、例えば(-)-メントール、メントンまたは二環式モノテルペン、炭素原子6~22個を有する飽和および不飽和脂肪酸、例えばオレイン酸、リノール酸およびリノレン酸またはこれらの混合物を挙げることができる。

【0079】

成分(d)の有機化合物としては、成分(d)の化合物のために所望な基準に従う場合には、前記挿入化合物との関連ですでに記載したものも含む。

【0080】

挿入されるべき化合物と成分(d)の化合物とが同一である場合には、その差異は好適な溶剤での化合物(d)の洗出性によりなされる。

【0081】

特に有利な顔料配合物は、

成分a)、c)および場合によりb) 50~99質量%

少なくとも1種の成分(d)の化合物 1~50質量%、有利に2~50質量%

を含有する。

【0082】

場合により、本発明による顔料配合物は付加的に界面活性剤(e)を含有する。

【0083】

好適な界面活性剤(e)は例えば、アニオン性、カチオン性、両性または非イオン性である。

【0084】

好適なアニオン界面活性剤は、特に芳香族スルホン酸とホルムアルデヒドとの縮合生成物であり、例えばホルムアルデヒドとアルキルナフタリンスルホン酸とからのまたはホルムアルデヒド、ナフタリンスルホン酸および/またはベンゼンスルホン酸からの縮合生成物または場合により置換されたフェノールとホルムアルデヒドおよび重亜硫酸ナトリウムとからの縮合生成物である。更に、スルホコハク酸エステル並びにアルキルベンゼンスルホネートの群からの界面活性剤も好適である。更に、イオン変性した、特に硫酸化またはカルボキシル化、アルコキシル化脂肪酸アルコール、またはそれらの塩である。アルコキ

10

20

30

40

50

シル化脂肪酸アルコールは、特にエチレンオキシド 5～120 個、有利に 5～60 個、特に 5～30 個を有する、飽和または不飽和である $C_6 \sim C_{22}$ -脂肪酸アルコールであると理解される。更に特にリグニンスルホネート、例えば亜硫酸法またはクラフト法により得られるものも好適である。部分的に加水分解、酸化、プロポキシ化、スルホン化またはスルホメチル化または脱スルホン化され、かつ公知法により、例えば分子量によりまたはスルホン化度により分別された生成物も有利である。スルフィットおよびクラフトリグニンスルホネートの混合物も非常に効果的である。平均分子量 1000～100000 g/mol を有し、活性リグニンスルホネートの含量が少なくとも 80 質量%であり、かつ有利に多価カチオンの含量が低いリグニンスルホネートが特に好適である。スルホン化度は広い範囲で変動してよい。

10

【0085】

有用な非イオン活性剤の例は：アルキレンオキシドとアルキル化可能な化合物、例えば脂肪アルコール、脂肪アミン、脂肪酸、フェノール、アルキルフェノール、アリールアルキルフェノール、例えばスチレン-フェノール縮合物、カルボキサミドおよび樹脂酸との反応生成物である。これは、例えばエチレンオキシドと、

- a 1) 炭素原子 6～22 個を有する飽和および／または不飽和脂肪アルコール、または
- b 1) アルキル基中に炭素原子 4～12 個有するアルキルフェノール、または
- c 1) 炭素原子 14～20 個を有する飽和および／または不飽和脂肪アミン、または
- d 1) 炭素原子 14～20 個を有する飽和および／または不飽和脂肪酸、または
- e 1) 水素化および／または非水素化樹脂酸

20

との反応生成物の群からのエチレンオキシド付加物である。

【0086】

エチレンオキシド付加物としては、エチレンオキシド 5～120、特に 5～100、特に 5～60、特に有利に 5～30 モルエチレンオキシドを有する a 1)～e 1) に挙げたアルキル化可能な化合物を挙げることができる。

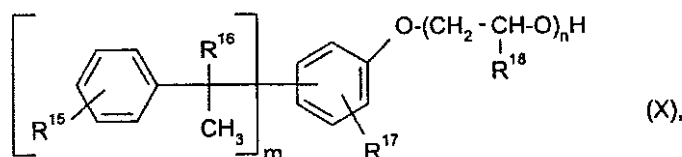
【0087】

好適な界面活性剤は同様に DE-A 19712486 または DE-A 19535246 から公知の式 (X) のアルコキシ化生成物のエステルを包含し、これは式 (XI) に相当し、かつ同様にこれはもとの式 (X) の化合物と混合されていてもよい。式 (X) のスチレン-フェノール縮合物のアルキル化生成物は次のように定義される：

30

【0088】

【化 10】



[式中、

40

R^{15} は水素または $C_1 \sim C_4$ -アルキルを表し、

R^{16} は水素または CH_3 を表し、

R^{17} は水素、 $C_1 \sim C_4$ -アルキル、 $C_1 \sim C_4$ -アルコキシ、 $C_1 \sim C_4$ -アルコキシカルボニルまたはフェニルを表し、

m は 1～4 の数値を表し、

n は 6～120 の数値を表し、

R^{18} は n により示されるそれぞれの単位に関して同一または異なっていてよく、水素、 CH_3 またはフェニルを表し、その際種々の $-(CH_2-CH(R^{18})-O)-$ 基中に CH_3 が存在する場合には、 n の全数の 0～60% において R^{18} は CH_3 を表し、かつ n の全数の 100～40% において R^{18} は水素を表し、種々の $-(CH_2-CH$

50

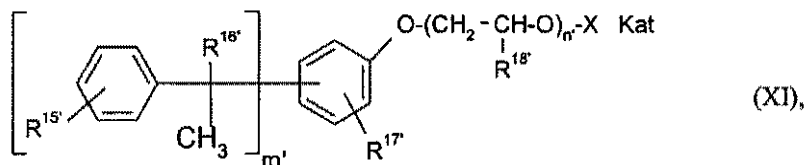
(R^{18})—O—) 基中にフェニルが存在する場合には、 n の全数の0～40%において R^{18} はフェニルを表し、かつ n の全数の100～60%において R^{18} は水素を表す]。

【0089】

アルコキシル化生成物(X)のエステルは式(XI)：

【0090】

【化11】



10

[式中、

R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} 、 R^{18} 、 m' および n' は R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} 、 R^{18} 、 m および n の意味の範囲を示すが、これとは独立している、
 X は基— SO_3 、— SO_2 、— PO_3 または— $CO-(R^{19})-COO$ を表し、
 Kat はH、Li、Na、K、 NH_4 および $HO-CH_2CH_2-NH_3$ の群から選択されたカチオンを表し、この際 $X=-PO_3$ の場合には2つの Kat が存在し、かつ
 R^{19} は二価の脂肪族または芳香族基を表し、有利に $C_1\sim C_4$ -アルキレン、特にエチレン、不飽和を1つ有する $C_2\sim C_4$ -不飽和基、特にアセチレンまたは場合により置換されたフェニレン、特に o -フェニレンを表し、その際有利な置換基は $C_1\sim C_4$ -アルキル、 $C_1\sim C_4$ -アルコキシ、 $C_1\sim C_4$ -アルコキシカルボニルまたはフェニルである]に相当する。

20

【0091】

有利な界面活性剤は式(XI)の化合物である。 X が式— $CO-(R^{19})-COO$ —を表し、 R^{19} が前記の意味を有する式(XI)の化合物は有利である。

【0092】

界面活性剤として、式(XI)の化合物を式(X)の化合物と一緒に使用することは同様に有利である。その場合、界面活性剤が化合物(XI)を5～99質量%および化合物(X)を1～95質量%含有するのが有利である。

30

【0093】

成分e)の界面活性剤を、使用した成分a)の顔料に対して0.1～100質量%、特に0.5～60質量%の量で使用するのが有利である。

【0094】

勿論、本発明による配合物はその他の添加物を含有してよい。こうして、例えば粘度を低下させるか、または固体含量を増加させる添加物を、水性懸濁液の製造の経過において、配合物に対して10質量%までの量で添加することができる。

【0095】

その他の添加物は例えば無機および有機塩基並びに顔料配合物に常用の添加物である。

40

塩基として挙げることのできるのは、アルカリ金属水酸化物、例えばNaOH、KOHまたは有機アミン、例えばアルキルアミン、特にアルカノールアミンまたはアルキルアルカノールアミンである。

【0096】

特に有利なものは、メチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、エタノールアミン、 n -プロパノールアミン、 n -ブタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、メチルエタノールアミンまたはジメチルエタノールアミンである。

【0097】

カルボン酸アミドおよびスルホン酸アミドとしては、例えば尿素および置換尿素、例えばフェニル尿素、ドデシル尿素など；複素環、例えばバルビツール酸、ベンズイミダゾロ

50

ン、ベンズイミダゾロンー５－スルホン酸、２，３－ジヒドロキシキノキサリン、２，３－ジヒドロキシキノキサリンー６－スルホン酸、カルバゾール、カルバゾールー３，６－ジスルホン酸、２－ヒドロキシキノリン、２，４－ジヒドロキシキノリン、カプロラクタム、メラミン、６－フェニルー１，３，５－トリアジンー２，４－ジアミン、６－メチルー１，３，５－トリアジンー２，４－ジアミン、シアヌル酸が好適である。

【００９８】

塩基は、場合により成分 a) の顔料に対して、２０質量％の量まで、有利に１０質量％まで含有される。

【００９９】

更に、顔料配合物はなお製造に由来する無機および／または有機塩を含有することがあ

10

【０１００】

本発明による顔料配合物が成分 a)、c) および場合により b)、成分 d) の有機化合物および場合により成分 e) の界面活性剤および場合により塩基を９０質量％より多く、特に９５質量％より多く、特に有利に９７質量％より多く含有するのが特に有利である。

【０１０１】

前記の顔料の本発明による使用もしくは本発明による顔料配合物の液晶ディスプレイのためのカラーフィルターの製造のための使用を、例として以下にフォトレジスト法による顔料分散法を用いて記載する。

【０１０２】

20

カラーフィルターを製造するための本発明による顔料配合物の本発明による使用は、例えば“顔料”または顔料配合物、特に固体顔料配合物を、場合によりバインダー樹脂および有機溶剤と、場合により分散剤の添加下に、均質にしかつ引き続き連続的にまたは非連続的に、

９９．５％＜１０００nm、有利に９５％＜５００nmおよび特に９０％＜２００nmの数（電子顕微鏡により測定）の粒度に湿式粉碎することを特徴とする。

【０１０３】

湿式粉碎法としては、例えば攪拌分散、ディソルバー分散、攪拌ボールミルまたはビーズミルによる粉碎、ニーダー、ロールミル、高圧均質化または超音波分散が挙げられる。

【０１０４】

30

分散処理の間にまたはそれに続けて、少なくとも１種の光硬化性モノマーおよび光開始剤の添加を行う。カラーフィルター製造のために所望の感光性コーティング配合物（フォトレジスト）調整を必要とする場合には、分散に続けて、更にその他のバインダー樹脂、溶剤またはフォトレジストに常用の添加物を添加することができる。本発明の範囲においては、フォトレジストとは少なくとも１種の光硬化性モノマーおよび光開始剤を含有する配合物であると理解される。

【０１０５】

可能な分散剤としては、一般に市販の、例えばポリカルボン酸またはポリスルホン酸をベースとする、イオン性または非イオン性のポリマー分散剤、並びにポリエチレンオキシドーポリプロピレンオキシドーブロックコポリマーを挙げることができる。更に、有機染料の誘導体も、分散剤または分散補助剤として使用することができる。

40

【０１０６】

カラーフィルターの製造の際に“調合物”が生じ、この調合物は

- － 前記意味における少なくとも１種の顔料、すなわち成分 a)、c) および場合により b) からなる混合物、
 - － 場合によりバインダー樹脂、
 - － 少なくとも１種の有機溶剤並びに
 - － 場合により分散剤
- を含有する。

【０１０７】

50

有利な実施形においてはこの調合物は（調合物に対して）：

前記意味の顔料	1～50質量%
バインダー樹脂	0～20質量%
分散剤	0～20質量%
有機溶剤	10～94質量%
を含有する。	

【0108】

所望の画素パターンを作製するためのフォトレジストのプレート上への被覆は、直接または間接的適用により実施することができる。有用な被覆法は例えば、ローラーコーティング、スピンコーティング、スプレーコーティング、浸漬コーティングおよびエアナイフコーティングである。

10

【0109】

有用なプレートは最終目的により例えば以下のものを含む：白色または青ガラスプレートのような透明なガラス、シリカコートッド青ガラスプレート、例えばポリエステル、ポリカーボネート、アクリルまたは塩化ビニル樹脂をベースとする合成樹脂プレートまたはフィルム、同様にアルミニウム、銅、ニッケルまたはスチールをベースとする金属プレート、および同様に適用された光電伝達要素を有するセラミックプレートまたは半導体プレート。

【0110】

一般に得られる感光性層の厚さが0.1～10μmであるように、被覆を実施する。被覆に次いで、層の熱乾燥を行う。

20

【0111】

照射は、有利に感光層を有利にフォトマスクを用いて画像パターンの形で活性光ビームに露光することにより実施する。これにより層の照射された範囲は硬化する。有用な光源は例えば高圧および超高压水銀ランプ、キセノンランプ、金属ハロゲン化物ランプ、蛍光ランプおよび同様に可視領域中でのレーザービームを包含する。

【0112】

露光に続く現像は、コーティングの未露光の部分除去し、カラーエレメントの所望の画像パターン形が得られる。通常の現像法は水性アルカリ現像液または無機アルカリ、例えば水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウム、ナトリウムメタシリケートまたは有機塩基例えばモノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、トリエチルアミンまたはそれらの塩を含有する有機溶剤で噴霧またはこの中に浸漬することを包含する。

30

【0113】

現像の後、一般に画像パターンの熱による後乾燥／後硬化を実施する。

【0114】

その他の顔料：

前記意味における“顔料”の使用は有利に、これを単独でまたは“他の顔料”との混合物で、カラーフィルターもしくはカラーフィルターのための顔料配合物または調合物に使用することを特徴とする。

40

【0115】

“他の顔料”とは式（I）のアゾ化合物の他の金属塩またはこれをベースとする顔料配合物であると理解することも、他の有機顔料であると理解することもできる。

【0116】

他の場合により一緒に使用する顔料の選択に関して、本発明により全く制限はない。無機顔料であっても有機顔料であってもよい。

【0117】

有利な有機顔料は、例えばモノアゾー、ジスアゾー、レーキ化アゾー、β-ナフトール-、ナフトールAS-、ベンズイミダゾロン-、ジスアゾ縮合物-、アゾ金属錯体-、イソインドリンおよびイソインドリノン-列のもの、同様に多環式顔料、例えばフタロシア

50

ニンー、キナクリドンー、ペリレンー、チオインジゴー、アントラキノンー、ジオキサジンー、キノフタロンーおよびジケトピロロピロールー列からの多環式顔料である。更にレーキ染料、例えばスルホン酸基含有またはカルボン酸基含有染料のC aー、M gーおよびA lーレーキである。

【0118】

場合により一緒に使用する他の有機顔料の例はカラーインデックスの黄色顔料：

カラーインデックス顔料イエロー12、13、14、17、20、24、74、83、86、93、94、109、110、117、125、137、138、139、147、148、150、153、154、166、173、185、または

カラーインデックス顔料オレンジ13、31、36、38、40、42、43、51、55、59、61、64、65、71、72、73、または

カラーインデックス顔料レッド9、97、122、123、144、149、166、168、177、180、192、215、216、224、254、272、または

カラーインデックス顔料グリーン7、10、36、37、45、または

カラーインデックス顔料ブルー15、15：1、15：2、15：3、15：4、15：6、16および

カラーインデックス顔料バイオレット19、23

である。

【0119】

“他の顔料”を付加的に使用する場合には、前記意味の“顔料”の割合は、使用した全ての顔料の総量に対して、有利に1～99質量%、特に20～80質量%である。

【0120】

本発明による顔料配合物並びに調合物は前記意味の“顔料”およびC.I.顔料グリーン36を“顔料”20～80%対C.I.顔料グリーン36 80～20%、有利には40～60%対60～40%の割合で含有する。

【0121】

“顔料”、またはこれをベースとするカラーフィルター中の顔料配合物と一緒に、またはカラーフィルターを例えば顔料分散法により製造するための調合物中に使用することのできるバインダー樹脂としては、本発明においては特別な制限はなく、特にカラーフィルター中に使用するために公知の塗膜形成性樹脂を挙げることができる。

【0122】

セルロース樹脂、例えばカルボキシメチルヒドロキシエチルセルロースおよびヒドロキシエチルセルロース、アクリル樹脂、アルキド樹脂、メラミン樹脂、エポキシド樹脂、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアミド、ポリアミドイミン、ポリイミド、ポリイミド前駆物質、例えば特開平11217514に記載された式(14)のものおよびそのエステル化生成物の群からなるバインダー樹脂を例として挙げることができる。

【0123】

その例としては、テトラカルボン酸二無水物とジアミンとの反応生成物を挙げることができる。

【0124】

有用なバインダー樹脂は、光重合可能な、不飽和結合を有するものである。バインダー樹脂は例えば、アクリル樹脂の群から構成されているバインダーであってよい。その際、特に重合可能なモノマー、例えば(メタ)アクリル酸メチルエステル、(メタ)アクリル酸エチルエステル、(メタ)アクリル酸プロピルエステル、(メタ)アクリル酸ブチルエステル、スチレンおよびスチレン誘導体のホモまたはコポリマー、更にカルボキシル基を有する重合性のモノマー、例えば(メタ)アクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、マレイン酸無水物、マレイン酸モノアルキルエステル、特に炭素原子1～12個を有するアルキル基とのマレイン酸モノアルキルエステルと重合性モノマー、例えば(メタ)アクリル酸、スチレンおよびスチレン誘導体、例えばα-メチルスチレン、m-またはp-メトキシ

スチレン、p-ヒドロキシスチレンとからなるコポリマーが有用である。例としては、カルボキシル基含有ポリマー化合物とそれぞれオキシラン環およびエチレン不飽和結合を含有する化合物、例えばグリシジル（メタ）アクリレート、アクリルグリシジルエーテルおよびイタコン酸モノアルキルグリシジルエーテルなどとの反応生成物、更にカルボキシル基含有ポリマー化合物と、それぞれヒドロキシ基およびエチレン不飽和結合を有する化合物（不飽和アルコール）、例えばアリルアルコール、2-ブテン-4-オール、オレイルアルコール、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、N-メチロールアクリルアミドなどとの反応生成物を挙げることができる；

更に、この種のバインダー樹脂は遊離イソシアネート基を有する不飽和化合物を含有することもできる。

10

【0125】

一般に、十分な光重合性およびフィルムの硬度を達成するために、前記バインダー樹脂の不飽和度の当量（不飽和結合当たりのバインダー樹脂の分子量）は200～3000、特に230～1000である。フィルムの照射の後に十分なアルカリ現像性を達成するために、一般に酸価は20～300、特に40～200である。

【0126】

使用すべきバインダー樹脂の平均分子量は1500～200000、特に10000～50000 g/molである。

【0127】

カラーフィルターのための顔料配合物の本発明による使用の際に使用する有機溶剤は、例えば、ケトン、アルキレングリコールエーテル、アルコールおよび芳香族化合物である。ケトンの群からの例は：アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノンなど；アルキレングリコールエーテルの群からの例は：メチルセロソルブ（エチレングリコールモノメチルエステル）、ブチルセロソルブ（エチレングリコールモノブチルエーテル）、メチルセロソルブアセテート、エチルセロソルブアセテート、ブチルセロソルブアセテート、エチレングリコールモノプロピルエーテル、エチレングリコールモノヘキシルエーテル、エチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノプロピルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールメチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールエチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールプロピルエーテルアセテート、ジエチレングリコールイソプロピルエーテルアセテート、ジエチレングリコールブチルエーテルアセテート、ジエチレングリコール-tert-ブチルエーテルアセテート、トリエチレングリコールメチルエーテルアセテート、トリエチレングリコールエチルエーテルアセテート、トリエチレングリコールプロピルエーテルアセテート、トリエチレングリコールイソプロピルエーテルアセテート、トリエチレングリコールブチルエーテルアセテート、トリエチレングリコール-tert-ブチルエーテルアセテートなど；アルコールの群からの例は：メチルアルコール、エチルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、3-メチル-3-メトキシブタノールなど；芳香族溶剤の群からの例：ベンゼン、トルエン、キシレン、N-メチル-2-ピロリドン、N-ヒドロキシメチル-2-酢酸エチルエステルなどである。

20

30

40

【0128】

その他の溶剤は1,2-プロパンジオールジアセテート、3-メチル-3-メトキシブチルアセテート、酢酸エチルエステル、テトラヒドロフランなどである。溶剤は単独でまたは相互の混合物の形で使用することができる。

【0129】

更に、本発明は前記の意味の少なくとも1種の顔料、または少なくとも1種の本発明による顔料配合物および少なくとも1種の光硬化性モノマーおよび少なくとも1種の光開始剤を含有するフォトレジストに関する。

50

【0130】

光硬化性モノマーは、分子中に少なくとも1つの反応性二重結合および場合により他の反応性基を有している。

【0131】

本発明において、光硬化性モノマーとしては特に反応性溶剤または反応性希釈剤、例えばモノー、ジー、トリー、多官能性アクリレートおよびメタクリレート、ビニルエーテル、およびグリシジルエーテルの群から選択される反応性溶剤または反応性希釈剤であると理解される。付加的に含有される反応性基としてはアリル、ヒドロキシ、ホスフェート、ウレタン、第2アミンおよびN-アルコキシメチル基を挙げることができる。

【0132】

この種のモノマーは当業者には公知であり、かつ例えば [Roempp Lexikon, Lacke und Druckfarben, Dr. Ulrich Zorll, Thieme Verlag Stuttgart-New York, 1998, p491/492] 中に記載されている。

【0133】

モノマーの選択は、特に使用した照射のタイプおよび強さ、光開始剤での所望の反応およびフィルムの特性により決まる。モノマーの組合せも使用することができる。

【0134】

有用な光開始剤は、可視または紫外線の吸収により反応性中間生成物を形成する化合物であり、これは重合反応、例えば前記モノマーおよび／またはバインダー樹脂の重合反応を惹起することができる。光開始剤は同様に一般に公知であり、かつ例えば [Roempp Lexikon, Lacke und Druckfarben, Dr. Ulrich Zorll, Thieme Verlag Stuttgart-New York, 1998, p445/446] 中に記載されている。

【0135】

本発明は添加すべき光硬化性モノマーまたは光開始剤に関して全く制限を有さない。

【0136】

本発明は、有利に

A) 前記の意味において少なくとも1種の“顔料”、特に他の顔料、有利にC.I.グリーン36との混合物で、またはこれをベースとする本発明による顔料配合物、

B1) 少なくとも1種の光硬化性モノマー、

B2) 少なくとも1種の光開始剤、

C1) 場合により有機溶剤、

D) 場合により分散剤、

E) 場合によりバインダー樹脂

並びに場合によりその他の添加物

を含有するフォトレジストにも関する。

【0137】

本発明においては、本発明により使用すべき顔料または固体顔料配合物をベースとする有色画素パターンを製造するための技術に関して全く制限はない。前記の写真平板法の他に、他の方法、例えばオフセット印刷、化学的ミリングまたはインキジェット印刷も好適である。好適なバインダー樹脂および溶剤および顔料担持媒体並びにその他の添加物の選択は、その都度の方法に適合させるべきである。インキジェット法、これは熱的、機械的およびピエゾ機械的インキジェット印刷であると理解される、においては顔料および場合によるバインダー樹脂のために純粋な有機担持媒体の他にも、水性有機担持媒体が有利であり、水性有機担持媒体が特に有利である。

【実施例】

【0138】

例1：ドーピングなし

ジアゾバルビツール酸1molを90℃の熱水5l中でバルビツール酸1molとKOH-滴定下にpH5で反応させる。メラミン2molを添加する。pHを塩酸で5に調節する。40%濃度の塩化ニッケル溶液1molを滴加する。90℃で1時間の経過後KO

10

20

30

40

50

HでpH5に調節する。その後塩酸でpH1.5にして、3時間、98℃で熱調節する。その後、KOHでpH5に調節する。引き続き、顔料を吸引濾過で単離し、洗浄し、80℃で真空乾燥箱中で乾燥し、常用の実験室ミルで約2分間粉碎する。

【0139】

次の本発明による例において、塩化ニッケル溶液を塩化ニッケルと塩化銅からなる混合物溶液に代える。

例1a: Ni 1molをNi 0.998mol + Cu 0.002molにより置換する

例1b: Ni 1molをNi 0.995mol + Cu 0.005molにより置換する

例1c: Ni 1molをNi 0.99mol + Cu 0.01molにより置換する

例1d: Ni 1molをNi 0.98mol + Cu 0.02molにより置換する

例1e: Ni 1molをNi 0.96mol + Cu 0.04molにより置換する

例1f: Ni 1molをNi 0.92mol + Cu 0.08molにより置換する

例1g: Ni 1molをNi 0.84mol + Cu 0.16molにより置換する。

【0140】

その都度、試験すべき顔料4gを市販の白色ペースト396g、例えばNordsjoe(Akzo Nobel)からのReady Nova 70、および直径2mmのガラスビーズ400mlとSuessmeierビーズミル中で冷却下に粉碎する。このペーストをドローダウン紙に線巻きブレード(25μm)で塗布し、Gardnerからの色度計Color Guide 450を用いて比色分析的に測定する。

【0141】

色特性の測定のためには、バインダー系が好適である。この結果は色相および輝度に関するLCD-適用のための色特性に非常に良好に転用することができる。

【0142】

色測定の原理は、例えばBayer Farben Revue, Sonderheft 3/2D, Farbmessung 1986中に記載されている。

【0143】

定義において、ゼロテストは色の濃さ100%を有する。ゼロテストのDCおよびDHは定義において0である。

【0144】

【表1】

例	BET*	バインダー 色の濃さ	バインダー DC	バインダー DH
1	110	100%	0	0
1a	107	101%	0.8	0
1b	106	100%	1.2	0
1c	106	101%	1.9	-0.1
1d	106	100%	2.3	-0.1
1e	107	100%	1.6	-0.2
1f	113	101%	0.5	-0.9
1g	114	101%	-0.7	-1.4

* m²/gで記載、ドイツ標準規格DIN66131により測定

【0145】

DCは輝度に関する尺度であり比色分析により測定される。プラスの値が所望され、比較値より高い輝度を表す。

【0146】

DHは色相のシフトの尺度であり、比色分析により測定されている。0より小さい値は黄色成分の所望の赤色方向へのシフトを示す。

【0147】

例1と同様に実施するが、塩化ニッケル溶液を塩化ニッケルと塩化セリウムとからなる混合溶液に代える。

例2a: Ni 1molをNi 0.998mol + Ce 0.002molにより置換する

例2b: Ni 1molをNi 0.995mol + Ce 0.005molにより置換する

例2c: Ni 1molをNi 0.99mol + Ce 0.01molにより置換する

例2d: Ni 1molをNi 0.98mol + Ce 0.02molにより置換する

例2e: Ni 1molをNi 0.96mol + Ce 0.04molにより置換する

例2f: Ni 1molをNi 0.92mol + Ce 0.08molにより置換する

例2g: Ni 1molをNi 0.84mol + Ce 0.16molにより置換する。

【0148】

【表2】

例	BET*	バインダー 色の濃さ	バインダー DC	バインダー DH
2	110	100%	0	0
2a	108	101%	0.0	-0.1
2b	110	101%	0.1	-0.2
2c	109	101%	0.2	-0.2
2d	110	101%	0.5	-0.3
2e	108	101%	0.9	-0.5
2f	105	102%	1.2	-0.5
2g	101	101%	-1.4	-1.5

* 表1 参照

【0149】

例1と同様に実施するが、塩化ニッケル溶液を塩化ニッケルと塩化コバルトとからなる混合溶液に代える。

例3a: Ni 1molをNi 0.998mol + Co 0.002molにより置換する

例3b: Ni 1molをNi 0.995mol + Co 0.005molにより置換する

例3c: Ni 1molをNi 0.99mol + Co 0.01molにより置換する

例3d: Ni 1molをNi 0.98mol + Co 0.02molにより置換する

例3e: Ni 1molをNi 0.96mol + Co 0.04molにより置換する

例3f: Ni 1molをNi 0.92mol + Co 0.08molにより置換する。

【0150】

【表 3】

例	BET	バインダー 色の濃さ	バインダー DC	バインダー DH
3	110	100%	0	0
3a	107	101%	0.3	0.1
3b	108	100%	0.5	0.0
3c	110	101%	0.7	0.1
3d	109	101%	0.9	0.1
3e	110	101%	0.2	-0.1
3f	111	103%	-0.1	-0.3

10

【0151】

例 4

ジアゾバルビツール酸 1 mol を 90℃ の熱水 5 l 中でバルビツール酸 1 mol と KOH 滴定下に pH 5 で反応させる。pH を塩酸で 5 に調節する。40% 濃度の塩化ニッケル溶液 1 mol を滴加する。メラミン 2 mol を 1 時間以内に添加する。90℃ で 1 時間の経過後 KOH で pH 5 に調節する。その後、塩酸で pH 1.5 にして、3 時間、98℃ で熱調節する。その後、KOH で pH 5 に調節する。引き続き、顔料を吸引濾過で単離し、洗浄し、80℃ で真空乾燥箱中で乾燥し、常用の実験室ミルで約 2 分間粉碎する。

20

【0152】

次の例において、当量の塩化ニッケル溶液 (1 mol) を過少量 (0.997 または 0.99 または 0.98 mol) の塩化ニッケル溶液に代える。塩基としては KOH または NaOH を使用する。

例 4 a : KOH、Ni 0.997 mol

30

例 4 b : KOH、Ni 0.99 mol

例 4 c : KOH、Ni 0.98 mol

例 4 d : NaOH、Ni 0.98 mol。

【0153】

こうして得られた顔料粉末を水性バインダー配合物中に混和する。

【0154】

【表 4】

例	BET	バインダー 色の濃さ	バインダー DC	バインダー DH
4	102	100%	0	0
4a	102	100%	0.1	-0.3
4b	101	101%	0.7	-0.4
4c	99	100%	0.2	-0.6
4d	102	100%	0.7	0.1

40

【0155】

例 5

50

ジアゾバルビツール酸 1 mol を 90℃ の熱水 5 l 中でバルビツール酸 1 mol と KOH-滴定下に pH 5 で反応させる。pH を塩酸で 5 に調節する。20% 濃度の塩化コバルト溶液 1 mol を滴加する。メラミン 2 mol を 1 時間以内に添加する。90℃ で 1 時間の経過後 KOH で pH 5 に調節する。その後、顔料を吸引濾過で単離し、洗浄し、80℃ で真空乾燥箱中で乾燥し、常用の実験室ミルで約 2 分間粉碎する。

【0156】

次の本発明による例において、当量の塩化コバルト溶液 (1 mol) を過少量 (0.99 または 0.98 mol) の塩化コバルト溶液に代える。塩基としては KOH または NaOH を使用する。

例 5a: KOH、Co 0.99 mol

例 5b: KOH、Co 0.98 mol

例 5c: NaOH、Co 0.98 mol。

【0157】

こうして得られた顔料粉末を水性バインダー配合物中に混和する。

【0158】

ゼロテストは定義において色の濃さ 100% を有する。DC および DH は定義において 0 である。

【0159】

【表 5】

例	BET	バインダー 色の濃さ	バインダー DC	バインダー DH
5	37	100%	0	0
5a	35	101%	0.6	-0.1
5b	42	101%	2.0	0.5
5c	44	99%	3.5	0.5

【0160】

前記例中で得られた顔料混合物を、EP-A 1146087 の適用例に記載されているように、フォトレジストの製造のためにおよび LCD-セクターに適用するために使用することができる。

【0161】

例 6

ジアゾバルビツール酸 1 mol を 90℃ の熱水 5 l 中でバルビツール酸 1 mol と KOH-滴定下に pH 5 で反応させる。メラミン 2 mol を添加する。pH を塩酸で 5 に調整する。40% 濃度の塩化ニッケル溶液 1 mol を滴加する。90℃ で 1 時間の経過後 KOH で pH 5 に調節する。その後塩酸で pH 1.5 にして、3 時間、98℃ で熱調節する。その後、KOH で pH 5 に調節する。引き続き、顔料を吸引濾過で単離し、洗浄し、80℃ で真空乾燥箱中で乾燥し、常用の実験室ミルで約 2 分間粉碎する。

【0162】

次の本発明による例において、塩化ニッケル溶液を塩化ニッケルと塩化銅とからなる混合物溶液に代える。

例 6a: Ni 1 mol を Ni 0.99 mol + Cu 0.01 mol により置換する

例 6b: Ni 1 mol を Ni 0.96 mol + Cu 0.04 mol により置換する

例 6c: Ni 1 mol を Ni 0.92 mol + Cu 0.08 mol により置換する。

【0163】

その都度、試験すべき顔料 2 g および P.G. 36 2 g を市販の白色ペースト 396 g、例えば Nordsjoe (Akzo Nobel) からの Ready Nova 70、および直径 2 mm のガラスビーズ 400 ml と Suessmeier ビーズミル中で冷却下に 30 分間粉砕する。このペーストをドローダウン紙に線巻きブレード (25 μ m) で塗布し、Gardner からの色度計 Color Guide 450 を用いて比色分析的に測定する。

【0164】

定義において、ゼロテストは色の濃さ 100% を有する。ゼロテストの DC および DH は定義において 0 である。

【0165】

10

【表 6】

例	バインダー 色の濃さ	バインダー DC	バインダー DH
6	100%	0	0
6a	100%	1.5	-0.2
6b	101%	1.5	-0.4
6c	100%	0.4	-0.6

20

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 9 B 45/14 (2006.01) G 0 2 F 1/1335 5 0 5
C 0 9 B 45/14

(74)代理人 100114890

弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト

(72)発明者 ウルリヒ フェルトヒューズ

ドイツ連邦共和国 ベルギッシュ＝グラートバッハ ザウアーブルフシュトラッセ 1 8

(72)発明者 フランク リンケ

ドイツ連邦共和国 ケルン グラッツァー シュトラッセ 3 8

(72)発明者 ロナルト ゲーベル

ドイツ連邦共和国 レーファークーゼン ヴァイクセルシュトラッセ 8

審査官 上村 直子

(56)参考文献 特開 2 0 0 1－3 5 4 8 6 9 (J P, A)
特開 2 0 0 0－1 9 8 9 4 2 (J P, A)
特開 2 0 0 0－1 2 9 1 5 2 (J P, A)
特公昭 5 2－0 2 5 4 0 8 (J P, B 1)
特開 2 0 0 0－1 1 9 5 4 4 (J P, A)
特開 2 0 0 2－0 8 0 7 4 4 (J P, A)
特開昭 4 7－1 3 6 3 4 (J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C A p l u s (S T N)

R E G I S T R Y (S T N)