

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5114020号
(P5114020)

(45) 発行日 平成25年1月9日(2013.1.9)

(24) 登録日 平成24年10月19日(2012.10.19)

(51) Int.Cl.	F 1
C09B 67/04 (2006.01)	C09B 67/04
C09B 67/20 (2006.01)	C09B 67/20 A
C09B 67/46 (2006.01)	C09B 67/20 F
G02B 5/20 (2006.01)	C09B 67/46 B
G02B 5/22 (2006.01)	G02B 5/20 101
	請求項の数 4 (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2006-146634 (P2006-146634)	(73) 特許権者	000222118 東洋インキSCホールディングス株式会社 東京都中央区京橋2丁目3番13号
(22) 出願日	平成18年5月26日(2006.5.26)	(73) 特許権者	591183153 トーヨーカラー株式会社 東京都中央区京橋2丁目3番13号
(65) 公開番号	特開2007-314681 (P2007-314681A)	(72) 発明者	遠藤 篤 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋 インキ製造株式会社内
(43) 公開日	平成19年12月6日(2007.12.6)	(72) 発明者	佐藤 威 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋 インキ製造株式会社内
審査請求日	平成21年4月1日(2009.4.1)	(72) 発明者	井上 彰 千葉県茂原市東郷1430 オリエンタル 化成株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料組成物の製造方法

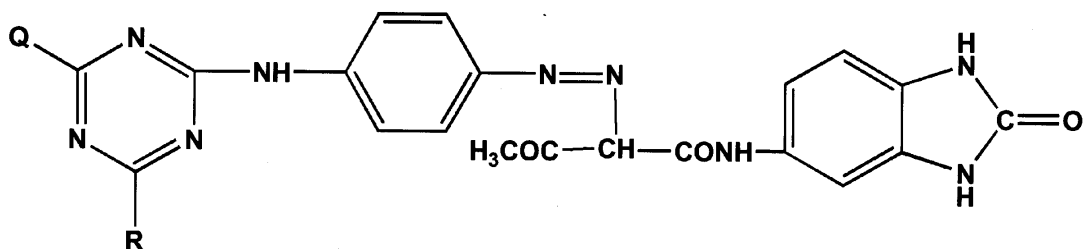
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ジアントラキノン系顔料又はジケトピロロピロール系顔料を下記式1で示される化合物の存在下に湿式粉碎することを特徴とする顔料組成物の製造方法。

式1

【化1】



10

(但し、式中、QはNH(CH₂)_nNR¹R²又は水酸基を表し、RはNH(CH₂)_nNR¹R²を表し、R¹、R²は炭素数1~4のアルキル基又はR¹とR²が一体となって新たな窒素原子又は酸素原子を含んでもよい5員環構造又は6員環構造を表し、nは1~4の整数を表す。)

【請求項2】

20

顔料組成物が、カラーフィルタ用途である請求項 1 記載の製造方法。

【請求項 3】

請求項 1 又は 2 記載の製造方法により得られた顔料組成物。

【請求項 4】

請求項 3 記載の顔料組成物と顔料担体とからなる顔料分散体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、顔料組成物の製造方法に関し、更に詳細には、カラー液晶表示装置、固体撮像素子等に用いられるカラーフィルタ用顔料として有用なジケトピロロピロール系顔料又はジアントラキノン系顔料の組成物に関する。

10

【背景技術】

【0002】

従来、カラー液晶表示装置、固体撮像素子等に用いられるカラーフィルタ用赤色顔料は、明度が高く、耐光性、耐熱性にも優れているジアントラキノン系顔料、ジケトピロロピロール系顔料等が用いられていた。しかし、さらに明度の高い顔料が強く要望されており、そのためには顔料の一次粒子径をさらに微細化して、透明性を向上させる必要があった。

【0003】

20

顔料の一次粒子径を微細化する方法として、特許文献 1 には、顔料を、室温で固体かつ水不溶性の合成樹脂の存在下に湿式粉碎する方法が開示されている。特許文献 2 には、ジアントラキノン系顔料を、アントラキノンの誘導体の存在下に湿式粉碎する方法が開示されている。又、特許文献 3 には、ジケトピロロピロール系顔料を色素誘導体の存在下に湿式粉碎する方法が開示されている。

しかしながら、これらの方法により得られたジアントラキノン系顔料又はジケトピロロピロール系顔料は、明度等の性能において不十分であった。

【特許文献 1】特開平 7 - 13016 号公報

【特許文献 2】特開平 10 - 245501 号公報

【特許文献 3】特開 2001 - 220520 号公報

30

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明は、明度が良好な赤色フィルタを与える顔料組成物を与えることを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0005】

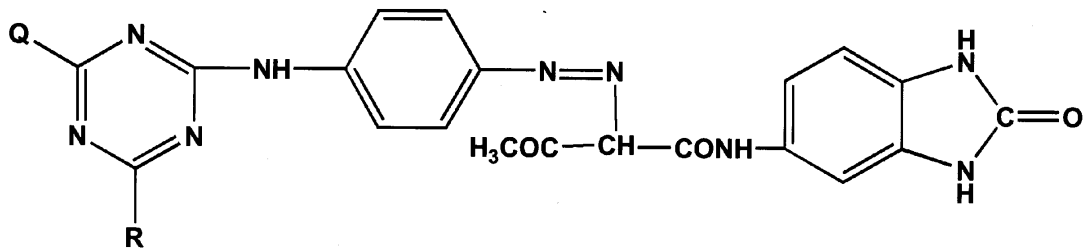
すなわち、本発明は、ジアントラキノン系顔料又はジケトピロロピロール系顔料を下記式 1 で示される化合物の存在下に湿式粉碎することを特徴とする顔料組成物の製造方法に関する。

式 1

40

【0006】

【化1】



(但し、式中、QはNH(CH₂)_nNR¹R²又は水酸基を表し、RはNH(CH₂)_nNR¹R²を表し、R¹、R²は炭素数1～4のアルキル基又はR¹とR²が一体となって新たな窒素原子又は酸素原子を含んでもよい5員環構造又は6員環構造を表し、nは1～4の整数を表す。)

【0007】

更に本発明は、顔料組成物が、カラーフィルタ用途である請求項1記載の製造方法に関する。

【0008】

更に本発明は、上記製造方法により得られた顔料組成物に関する。

【0009】

更に本発明は、上記顔料組成物と顔料担体とからなる顔料分散体に関する。

【発明の効果】

【0010】

湿式粉碎時に式1で表される化合物を配合することによりジアントラキノン系顔料又はジケトピロロピロール系顔料の結晶成長を抑制して微細な上記が得られるようになった。また、本発明のジアントラキノン系顔料又はジケトピロロピロール系顔料を用いることにより、高い明度特性を備えた赤色画素を具備するカラーフィルタが得られるようになった。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明における式1で示される化合物は、湿式粉碎時のジアントラキノン系顔料又はジケトピロロピロール系顔料の結晶成長を抑制する働きをするものである。式1で示される化合物は、ジアントラキノン系顔料又はジケトピロロピロール系顔料に対して0.5～20重量%、特に2～15重量%を使用することが好ましい。式1で示される化合物の使用量が上記数値より多いと顔料の耐性を損なうため好ましくない。式1で示される化合物の顔料への添加時期は、湿式粉碎の前であっても湿式粉碎の途中であってもよい。

【0012】

本発明におけるジアントラキノン系顔料は下記式2で示される化合物である。

式2

【0013】

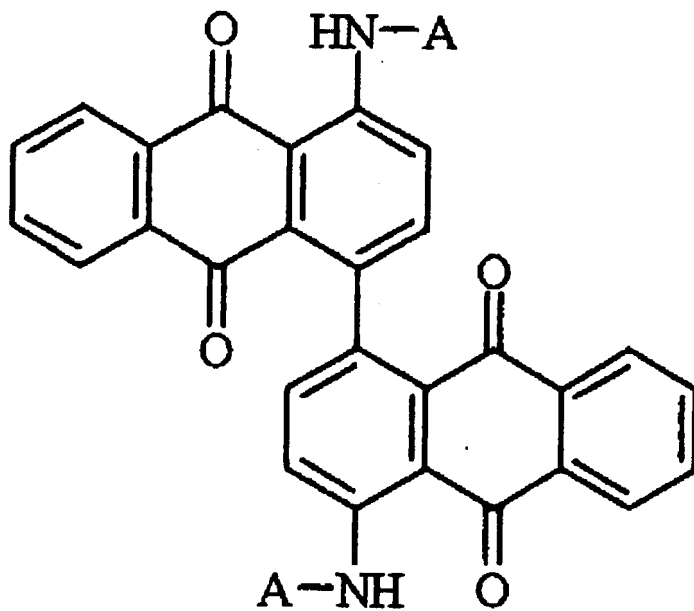
10

20

30

40

【化2】



10

【0014】

(但し、式中、Aは、それぞれ独立に、水素原子または置換基を有してもよいアルキル基又は置換基を有してもよいアリール基を表す。)

20

【0015】

式2の置換基Aとしてのアルキル基は、炭素数が1～4のアルキル基が好ましく、このアルキル基の置換基としては、塩素等のハロゲン原子、フェニル基等がある。

式2の置換基Aとしてのアリール基は、フェニル基が好ましく、このアリール基の置換基としては、塩素等のハロゲン原子、炭素数1～4のアルキル基、フェニル基等がある。

【0016】

商業的に入手可能なジアントラキノン系顔料としては、C.I.ピグメントレッド89、177等があるが、カラーフィルタ用途としては、その分光特性の点からC.I.ピグメントレッド177が好ましい。

30

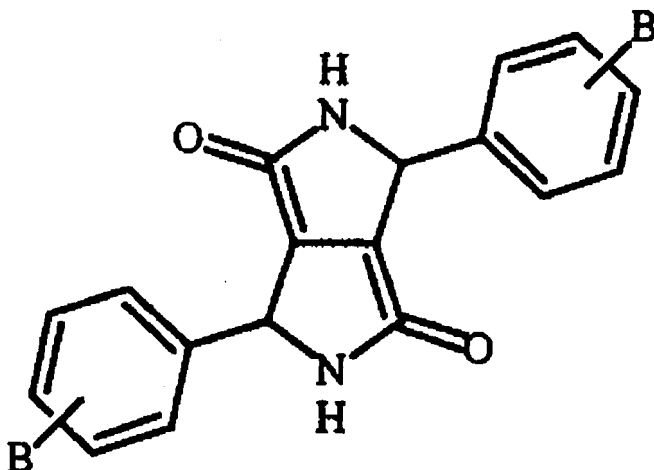
【0017】

本発明におけるジケトピロロピロール系顔料と下記式3で示される化合物である。

式3

【0018】

【化3】



40

50

【0019】

(但し、式中、Bは、それぞれ独立に、水素原子、置換されてもよいアルキル基、置換されてもよいアリール基、シアノ基又はハロゲン原子を表す。)

【0020】

式3の置換基Bとしてのアルキル基は、炭素数が1～4のアルキル基が好ましく、このアルキル基の置換基としては、塩素等のハロゲン原子、フェニル基等がある。

式3の置換基Bとしてのアリール基はフェニル基が好ましく、このアリール基の置換基としては、塩素等のハロゲン原子、メチル基、エチル基、t-ブチル基等の炭素数1～4のアルキル基、フェニル基等がある。

式3の置換基Bとしてのハロゲン原子は塩素が好ましい。

10

【0021】

商業的に入手可能なジケトピロロピロール系顔料としては、C.I.ピグメントレッド254、255、264、C.I.ピグメントオレンジ71等があるが、カラーフィルタ用途としては、その分光特性の点からC.I.ピグメントレッド254が好ましい。

【0022】

本発明において湿式粉碎に供されるジアントラキノン系顔料又はジケトピロロピロール系顔料は、粒径が1 μ m以上の粗大な粒子を含む粗製の顔料であっても、平均粒径0.02～0.2 μ m程度の一般的に顔料として使用される粒径のものであってもよい。又、ジアントラキノン系顔料とジケトピロロピロール系顔料は混合して湿式粉碎に供してもよい。

20

【0023】

本発明において湿式粉碎とは、ジアントラキノン系顔料又はジケトピロロピロール系顔料と式1で示される化合物と共に、水溶性無機塩と水溶性無機塩を実質的に溶解しない水溶性有機溶剤を含む混合物をニーダー等の混練機で機械的に混練した後、水中に投入しハイスピードミキサー等で攪拌してスラリー状とし、次いでこのスラリーを濾過、水洗することにより水溶性無機塩と水溶性有機溶剤を除去する操作である。

【0024】

水溶性無機塩は、破碎助剤として働くものであり、ソルトミリング時に無機塩の硬度の高さを利用して顔料が破碎され、顔料の一次粒子が微細化される。水溶性無機塩は、水に溶解するものであれば特に限定されず、塩化ナトリウム、塩化バリウム、塩化カリウム、硫酸ナトリウム等を用いることができるが、価格の点から塩化ナトリウム(食塩)を用いるのが好ましい。湿式粉碎する際に用いる無機塩の量は、処理効率と生産効率の両面から、顔料の1～20重量倍、特に3～10重量倍であることが好ましい。顔料に対する無機塩の量比が大きいほど微細化効率が高いが、1回の顔料の処理量が少なくなるためである。

30

【0025】

水溶性有機溶剤は、顔料、式1で表される化合物および水溶性無機塩を湿潤する働きをするものであり、水に溶解(混和)し、かつ用いる水溶性無機塩を実質的に溶解しないものであれば特に限定されない。但し、湿式粉碎時に温度が上昇し、溶剤が蒸発し易い状態になるため、安全性の点から、沸点120以上の高沸点溶剤が好ましい。水溶性有機溶剤としては、例えば、2-メトキシエタノール、2-ブトキシエタノール、2-(イソペンチルオキシ)エタノール、2-(ヘキシルオキシ)エタノール、ジエチレングリコール、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モノブチルエーテル、トリエチレングリコール、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、液状のポリエチレングリコール、1-メトキシ-2-プロパノール、1-エトキシ-2-プロパノール、ジプロピレングリコール、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、液状のポリプロピレングリコール等が用いられる。

40

【0026】

湿式粉碎時には、微細化された顔料を乾燥する際の強い凝集を防止し、容易に透明樹脂に分散できるようにするため、樹脂を併用することができる。湿式粉碎時に樹脂を併用す

50

ることにより、柔らかい粉体顔料を得ることができる。湿式粉碎時に併用できる樹脂としては、室温において固体で、水不溶性で、かつ上記有機溶剤に少なくとも一部可溶であるものが好ましく、天然樹脂、変性天然樹脂、合成樹脂、天然樹脂で変性された合成樹脂等が用いられる。天然樹脂としてはロジンが代表的で、変性天然樹脂としてはロジン誘導体、繊維素誘導体、ゴム誘導体、タンパク誘導体およびそれらのオリゴマーが用いられる。合成樹脂としては、エポキシ樹脂、アクリル樹脂、マレイン酸樹脂、ブチラール樹脂、ポリエステル樹脂、メラミン樹脂、フェノール樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアמיד樹脂等が挙げられる。天然樹脂で変性された合成樹脂としてはロジン変性マレイン酸樹脂、ロジン変性フェノール樹脂等が挙げられる。樹脂の使用量は、顔料に対して5～100重量%の範囲であることが好ましい。

10

【0027】

湿式粉碎時には、上記樹脂の他に、顔料分散助剤、可塑剤等の添加剤あるいは一般に体質顔料として用いられている炭酸カルシウム、硫酸バリウム、シリカ等の無機顔料を併用してもよい。また、色相を調整するために他の顔料と混合して処理を行ってもよい。

【0028】

本発明の顔料組成物は各種ビヒクルからなる顔料担体に分散することにより顔料分散体となる。顔料の顔料担体への分散には、三本ロールミル、二本ロールミル、サンドミル、ニーダー等の各種分散手段を使用できる。また、これらの分散を良好とするために、適宜、各種界面活性剤、色素誘導体等の分散助剤を添加できる。

20

【0029】

本発明において、顔料分散体を構成する顔料担体の例としてはインキ用、塗料用又は着色プラスチック用ビヒクルがある。

オフセットインキ用ビヒクルの例としては、ロジン変性フェノール樹脂、石油樹脂、アルキド樹脂、またはこれらの乾性油変性樹脂等20～50重量%と、アマニ油、桐油、大豆油等の乾性油0～30重量%、n-パラフィン、イソパラフィン、アロマテック、ナフテン、 α -オレフィン等の溶剤10～60重量%からなるものが挙げられる。

【0030】

グラビアインキ用ビヒクルの例としては、ガムロジン、ウッドロジン、トール油ロジン、ライムロジン、ロジンエステル、マレイン酸樹脂、ポリアミド樹脂、ビニル樹脂、ニトロセルロース、酢酸セルロース、エチルセルロース、塩化ゴム、環化ゴム、エチレン-酢酸ビニル共重合樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、アクリル樹脂、ギルソナイト、ダンマル、セラック等またはこれらの混合物、あるいは上記樹脂またはこれらの混合物を水溶化した水溶性樹脂、またはエマルジョン樹脂10～50重量%と炭化水素、アルコール、ケトン、エーテルアルコール、エーテル、エステル、水等の溶剤30～80重量%からなるものが挙げられる。

30

【0031】

塗料用ビヒクルの例としては、アクリル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、塩化ゴム、塩化ビニル、合成樹脂エマルジョン、シリコン樹脂、フッ素樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、メラミン樹脂、ユリア樹脂等またはこれらの混合物、あるいは上記樹脂またはこれらの混合物を水溶化した水溶性樹脂、またはエマルジョン樹脂20～80重量%と炭化水素、アルコール、ケトン、エーテルアルコール、エーテル、エステル、水等の溶剤10～60重量%からなるものが挙げられる。

40

【0032】

プラスチック用ビヒクルの例としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブタジエン、エチレン系アイオノマー、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ABS樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ポリビニルアルコール、セルロース系プラスチック、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリウレタン樹脂、シリコン樹脂、ポリアミド樹脂、ポリスチレン、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、ポリフェニレンサルファイト、ポリスルホン、ポリエーテルイミド、ポリエーテルケトン、さらにはこれらの複合物等が挙げられる。

50

【0033】

水系カラー用ビヒクルの例としては、ノニオン系、アニオン系、カチオン系の界面活性剤、あるいはスルホン酸アミド系、ヒドロキシステアリン酸系、 ϵ -カプロラクタム系の高分子分散剤から選ばれる少なくとも1種と、グリセリン、エチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ペンタエリストール等の多価アルコール、水、必要によりアミン、防腐剤、消泡剤等の助剤からなるものが挙げられる。

【0034】

カラーフィルタ用インキは透明樹脂もしくはその前駆体をビヒクルとする。透明樹脂は、可視光領域の400~700nmの全波長領域において透過率が80%以上、好ましくは95%以上の樹脂である。透明樹脂としては、熱硬化性樹脂、熱可塑性樹脂、感光性樹脂があり、透明樹脂の前駆体としては、放射線照射により硬化して樹脂と同様の塗膜を形成するモノマー、オリゴマー等があり、これらを単独または2種以上混合して用いることができる。紫外線照射によりレジストインキとした顔料分散体の硬化を行うときには、光開始剤等が用いられる。しかしながら、カラーフィルタの製造における後の工程において、高温加熱の処理が行われるため、加熱処理においても耐性のよい樹脂を用いることが必要とされる。また、後の工程において種々の溶剤や薬品による処理も行われるため、形成された画像の耐溶剤性や耐薬品性も必要とされる。顔料組成物と透明樹脂とは、固形分量比において、1:4~10:1の割合で配合される。

【0035】

カラーフィルタ用レジストに用いられる熱硬化性樹脂や熱可塑性樹脂としては、例えば、ブチラル樹脂、スチレン-マレイン酸共重合体、塩素化ポリエチレン、塩素化ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、ポリウレタン系樹脂、フェノール樹脂、ポリエステル樹脂、アクリル系樹脂、アルキッド樹脂、スチレン樹脂、ポリアミド樹脂、ゴム系樹脂、環化ゴム、エポキシ樹脂、セルロース類、ポリブタジエン、ポリイミド樹脂、ベンゾグアナミン樹脂、メラミン樹脂、尿素樹脂等が挙げられる。

【0036】

カラーフィルタ用レジストインキに配合される感光性樹脂としては、水酸基、カルボキシル基、アミノ基等の反応性の置換基を有する線状高分子にイソシアネート基、アルデヒド基、エポキシ基等を介して、(メタ)アクリル化合物、ケイヒ酸等の光架橋性基を導入した樹脂が用いられる。また、スチレン-無水マレイン酸共重合体や α -オレフィン-無水マレイン酸共重合体等の酸無水物を含む線状高分子をヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート等の水酸基を有する(メタ)アクリル化合物によりハーフエステル化した重合体も用いられる。

【0037】

カラーフィルタ用レジストインキとして使用される放射線照射により硬化して樹脂と同様の塗膜を形成するモノマー、オリゴマーとしては、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、トリシクロデカニル(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレートのカプロラクトン付加物のヘキサ(メタ)アクリレート等の各種アクリル酸エステルおよびメタクリル酸エステル、アクリル酸、メタクリル酸、(メタ)アクリルアミド、N-ヒドロキシメチル(メタ)アクリルアミド、スチレン、酢酸ビニル、アクリロニトリル、メラミン(メタ)アクリレート、エポキシ(メタ)アクリレートプレポリマー等が挙げられる。

【0038】

カラーフィルタ用レジストインキに配合される光開始剤としては、4-フェノキシジクロロアセトフェノン、4-t-ブチル-ジクロロアセトフェノン、ジエトキシアセトフェノン、1-(4-イソプロピルフェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチルプロパン-1

10

20

30

40

50

オン、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルフォリノフェニル)-ブタン-1-オン等のアセトフェノン系光開始剤、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル、ベンジルジメチルケタール等のベンゾイン系、ベンゾフェノン系光開始剤、ベンゾフェノン、ベンゾイル安息香酸、ベンゾイル安息香酸メチル、4-フェニルベンゾフェノン、ヒドロキシベンゾフェノン、アクリル化ベンゾフェノン、4-ベンゾイル-4'-メチルジフェニルサルファイド等のベンゾフェノン系光開始剤、チオキサソソ、2-クロルチオキサソソ、2-メチルチオキサソソ、イソプロピルチオキサソソ、2,4-ジイソプロピルチオキサソソ等のチオキサソソ系光開始剤、2,4,6-トリクロロ-s-トリアジン、2-フェニル-4,6-ビス(トリクロロメチル)-s-トリアジン、2-(p-メトキシフェニル)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-s-トリアジン、2-(p-トリル)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-s-トリアジン、2-ピペニル-4,6-ビス(トリクロロメチル)-s-トリアジン、2,4,6-ビス(トリクロロメチル)-6-スチリルs-トリアジン、2-(ナフト-1-イル)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-s-トリアジン、2-(4-メトキシ-ナフト-1-イル)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-s-トリアジン、2,4-トリクロロメチル-(ピペロニル)-6-トリアジン、2,4-トリクロロメチル(4'-メトキシスチリル)-6-トリアジン等のトリアジン系光開始剤およびカルバゾール系光開始剤、イミダゾール系光開始剤等の化合物が用いられる。

【0039】

上記光開始剤は、単独あるいは2種以上混合して用いるが、増感剤として、-アシロキシムエステル、アシルフォスフィンオキサイド、メチルフェニルグリオキシレート、ベンジル、9,10-フェナンスレンキノン、カンファーキノン、エチルアンストラキノン、4,4'-ジエチルイソフタロフェノン、3,3',4,4'-テトラ(t-ブチルパーオキシカルボニル)ベンゾフェノン、4,4'-ジエチルアミノベンゾフェノン等の化合物を併用することもできる。

【0040】

カラーフィルタ用レジストインキに使用される溶剤としては、例えばシクロヘキサノン、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、1-メトキシ-2-プロピルアセテート、ジエチレングリコールジメチルエーテル、エチルベンゼン、エチレングリコールジエチルエーテル、キシレン、エチルセロソルブ、メチル-nアミルケトン、プロピレングリコールモノメチルエーテルトルエン、メチルエチルケトン、酢酸エチル、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ブタノール、イソブチルケトン、石油系溶剤等が挙げられ、これらを単独もしくは混合して用いる。

【0041】

以下、本発明を実施例に基づいて説明する。なお、例中、部とは重量部を、%とは重量%をそれぞれ示す。顔料の一次粒子径は、透過型電子顕微鏡で観察して測定し、比表面積はBET法で測定した。実施例に先立ち、実施例で用いた式1で示される化合物を表1に示す。また比較として用いた特開2001-220520号公報の実施例に記載されている色素誘導体を表2に示す。

【0042】

【表1】

化合物の記号	式1におけるQの化学構造	式1におけるRの化学構造
a	$\text{NHCH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$	$\text{NHCH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$
b	OH	$\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$
c	$\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)_2$	$\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)_2$
d	OH	$\text{NH}(\text{CH}_2)_4\text{N}(\text{C}_3\text{H}_7)_2$

10

20

30

40

50

【 0 0 4 3 】

【表 2】

色素誘導体の	有機色素の構造	置換基の化学構造
e	C.I.Pigment RED 255	$\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{CH}_3)_2$
f	C.I.Pigment Violet 19	$\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$

10

【 0 0 4 4 】

(アクリル樹脂の合成) 反応容器にシクロヘキサノン 800部を入れ、容器に窒素ガスを注入しながら100に加熱して、同温度で下記モノマーおよび熱重合開始剤の混合物を1時間かけて滴下して重合反応を行った。

スチレン 60.0部メタクリル酸 60.0部メタクリル酸メチル 65.0部メタクリル酸ブチル 65.0部アゾビスイソブチロニトリル 10.0部滴下後さらに100で3時間反応させた後、アゾビスイソブチロニトリル2.0部をシクロヘキサノン50部で溶解させたものを添加し、さらに100で1時間反応を続けて樹脂溶液を合成した。室温まで冷却した後、樹脂溶液約2gをサンプリングして180、20分加熱乾燥して不揮発分を測定し、先に合成した樹脂溶液に不揮発分が20%となるようにシクロヘキサノンを添加してアクリル樹脂溶液を調製した。

20

【実施例 1】

【 0 0 4 5 】

DPP顔料(チバスペシャルティケミカルズ社製「イルガジンDPP REDBO」、C.I.Pigment RED254)144部、化合物(a)16部、塩化ナトリウム1600部、およびジエチレングリコール190部をステンレス製1ガロンニーダー(井上製作所社製)に仕込み、60で10時間混練した。つぎにこの混合物を3リットルの温水に投入し、約80に加熱しながらハイスピードミキサーで約1時間攪拌してスラリー状とし、濾過、水洗をくりかえして塩化ナトリウムおよび溶剤を除いた後、80で1昼夜乾燥し、156.0部のカラーフィルタ用顔料(一次粒子径30~40nm、比表面積88m²/g)を得た。

30

【実施例 2】

【 0 0 4 6 】

DPP顔料をジアミノジアントラキノン顔料チバスペシャルティケミカルズ社製「クロモフタルレッドA2B」(C.I.Pigment RED177)に、化合物(a)を化合物(b)に代えた以外は、実施例1と同様の操作を行い158.1部のカラーフィルタ用顔料(一次粒子径30~40nm、比表面積92m²/g)を得た。

【実施例 3】

【 0 0 4 7 】

化合物(a)を化合物(c)に代えた以外は、実施例1と同様の操作を行い156.5部のカラーフィルタ用顔料(一次粒子径30~40nm、比表面積89m²/g)を得た。

40

【実施例 4】

【 0 0 4 8 】

DPP顔料の量を144部から136部に代え、化合物(a)16部を化合物(d)24部に代えた以外は、実施例1と同様の操作を行い156.0部のカラーフィルタ用顔料(一次粒子径20~30nm、比表面積95m²/g)を得た。

【 0 0 4 9 】

[比較例 1] 化合物(a)を除いた以外は、実施例1と同様の操作を行い149.0部の処理顔料(一次粒子径40~50nm、比表面積81m²/g)を得た。

【 0 0 5 0 】

50

【比較例2】化合物(b)を除いた以外は、実施例2と同様の操作を行い149.0部の処理顔料(一次粒子径60~80nm、比表面積65m²/g)を得た。

【0051】

【比較例3】化合物(a)を化合物(e)に代えた以外は、実施例1と同様の操作を行い151.2部の処理顔料(一次粒子径30~40nm、比表面積85m²/g)を得た。

【0052】

【比較例4】化合物(a)を化合物(f)に代えた以外は、実施例1と同様の操作を行い152.0部の処理顔料(一次粒子径30~40nm、比表面積87m²/g)を得た。

【0053】

実施例および比較例で得られた顔料を含む下記組成の混合物を均一に攪拌混合した後、10
1μmのフィルタで濾過してアルカリ現像型感光性着色組成物を作製した。

顔料 4.5部 上記アクリル樹脂溶液 24.0部 トリメチロールプロパントリアクリレ
ート 5.4部 (新中村化学社製「NKエステルATMPT」)

光開始剤(チバガイギー社製「イルガキュア-907」) 0.3部

増感剤(保土ヶ谷化学社製「EAB-F」) 0.2部

シクロヘキサノン 65.1部

【0054】

得られた感光性着色組成物を用いて、下記の方法で透明基板上に色材層を形成し、色材
層の色度を評価した。結果を表3に示す。100mm×100mm、1.1mm厚のガラ
ス基板上に、得られた感光性着色組成物をスピンコーターを用いて塗布し、塗布基板を得
た。次に、70℃で20分乾燥後、超高压水銀ランプを用いて、積算光量150mJで紫
外線露光を行った。露光後230℃で1時間加熱して放冷後、顕微分光光度計(オリンパ
ス光学社製「OSP-SP100」)を用いてC光源での色度(Y, x, y)を測定した
。スピンコーターの回転数を変えてこの操作を繰り返し色度のxが0.6となるように膜
厚を調整した基板のYの値で明度を比較した。 20

【0055】

実施例1~4の顔料を用いた感光性着色組成物塗布基板は比較例1~4のそれに比べて
高いY値を示し、明度に優れていた。

【0056】

【表3】

【表3】

実施例 /比較例	原料に用いた顔料	化合物の記号	色度		
			Y	x	y
実施例1	イルガジンDPP RED BO	a	25.5	0.600	0.331
実施例2	クロモフタルレッドA2B	b	18.3	0.600	0.292
実施例3	イルガジンDPP RED BO	c	25.8	0.600	0.334
実施例4	イルガジンDPP RED BO	d	24.6	0.600	0.330
比較例1	イルガジンDPP RED BO	なし	20.2	0.600	0.325
比較例2	クロモフタルレッドA2B	なし	16.4	0.600	0.286
比較例3	イルガジンDPP RED BO	e	22.3	0.600	0.318
比較例4	イルガジンDPP RED BO	f	22.1	0.600	0.316

10

20

30

40

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 9 B 1/16 (2006.01) G 0 2 B 5/22
C 0 9 B 57/00 (2006.01) C 0 9 B 1/16
C 0 9 B 57/00 Z

審査官 上村 直子

(56)参考文献 特開平03 - 153780 (JP, A)
特開平07 - 013016 (JP, A)
特開平10 - 245501 (JP, A)
特開2001 - 220520 (JP, A)
特開2005 - 266429 (JP, A)
特開昭60 - 088185 (JP, A)
特開2002 - 194242 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C 0 9 B 6 7 / 0 4
C A p l u s (S T N)
R E G I S T R Y (S T N)