

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2012-532940

(P2012-532940A)

(43) 公表日 平成24年12月20日 (2012. 12. 20)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09B 45/22 (2006.01)	C09B 45/22	2H048
C09B 67/46 (2006.01)	C09B 67/46 A	2H125
C09D 7/12 (2006.01)	C09D 7/12	4J038
C09D 11/00 (2006.01)	C09D 11/00	4J039
G03F 7/004 (2006.01)	G03F 7/004 505	
審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 20 頁) 最終頁に続く		

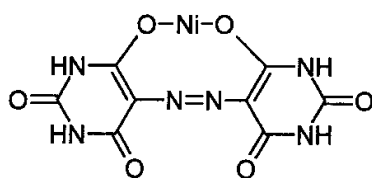
(21) 出願番号 特願2012-518939 (P2012-518939)
 (86) (22) 出願日 平成22年7月5日 (2010. 7. 5)
 (85) 翻訳文提出日 平成24年3月9日 (2012. 3. 9)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2010/059543
 (87) 国際公開番号 W02011/003851
 (87) 国際公開日 平成23年1月13日 (2011. 1. 13)
 (31) 優先権主張番号 09164931.9
 (32) 優先日 平成21年7月8日 (2009. 7. 8)
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)

(71) 出願人 505422707
 ランクセス・ドイツランド・ゲーエムベ
 ーハー
 ドイツ・51369・レーフェルクーゼン
 (番地なし)
 (74) 代理人 100108453
 弁理士 村山 靖彦
 (74) 代理人 100064908
 弁理士 志賀 正武
 (74) 代理人 100089037
 弁理士 渡邊 隆
 (74) 代理人 100110364
 弁理士 実広 信哉

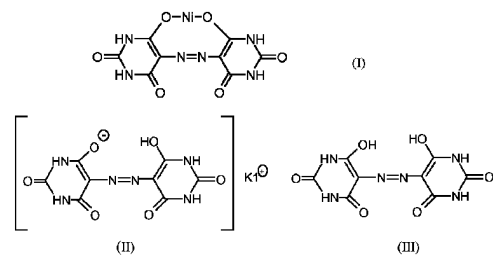
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料の製造方法

(57) 【要約】



(I)



(II)

(III)

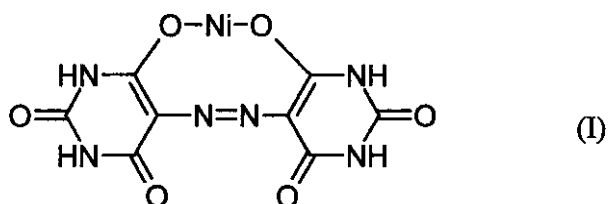
本発明は、組み込まれたメラミンもしくはメラミン誘導体を含む、式 (I) またはその互変異性構造体および水和物の顔料の製造方法であって、式 (I I) (式中、カチオン K^+ は、任意の一価イオンまたは、 H^+ を除き、1 の正電荷を有する任意の多価カチオンの部分である) のアゾバルピツール酸モノ塩が、式 (I I I)

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

メラミンもしくはメラミン誘導体をゲストとして含有する、式 (I)

【化 1】

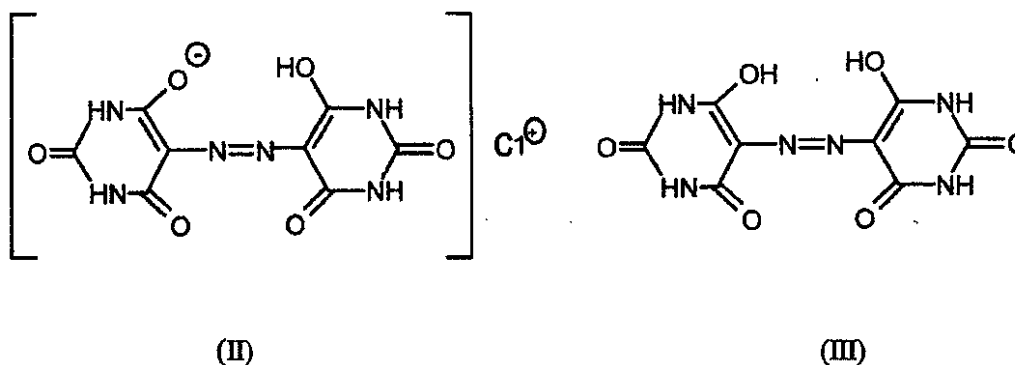


10

またはその互変異性構造体およびそれらの水和物の顔料の製造方法であって、式 (I I)

(式中、カチオン $C1^+$ は、任意の望ましい一価カチオンまたは、 H^+ を除き、1 の正電荷に相当する任意の望ましい多価カチオンの画分である) のアゾバルビツール酸モノ塩が、式 (I I I)

【化 2】



20

の遊離アゾバルビツール酸の存在下にニッケル化合物およびメラミンもしくはメラミン誘導体と反応させられることを特徴とする方法。

30

【請求項 2】

式 (I I) 中の前記カチオン $C1^+$ がアルカリ金属カチオン、とりわけ Li 、 Na 、 K カチオン、 $1/2$ アルカリ土類金属カチオン、とりわけ $1/2 Mg$ 、 $1/2 Ca$ カチオンであり、 $1/3 Al$ カチオンであるかまたは非置換もしくは置換アンモニウムカチオン、とりわけ非置換アンモニウムカチオンであることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記カチオン $C1^+$ が K^+ であることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

式 (I I) および (I I I) の両化合物の合計を基準として、式 (I I I) の遊離アゾバルビツール酸の分率が 5 ~ 80 重量%、特に 10 ~ 50 重量%、非常に好ましくは 10 ~ 30 重量%であることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

40

【請求項 5】

式 (I I I) の前記画分が、酸性化合物を添加することによって、特に有機もしくは無機酸を添加することによってモノ塩 I I から出発して製造されることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

先ずメラミンもしくはメラミン誘導体、次に前記ニッケル化合物が式 (I I) および (I I I) の化合物に加えられることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

製造される前記顔料が、 $100 m^2 / g$ 超、特に $130 \sim 210 m^2 / g$ の、 DIN

50

66131に従って測定される、BET表面積を有することを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項8】

式(I I)および(I I I)の前記化合物がメラミンおよびニッケル塩と $pH < 7$ で反応させられることを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項9】

請求項1に記載の方法によって得られる顔料。

【請求項10】

印刷カラー、水性塗料カラーもしくはバインダーカラーを生成するための、合成、半合成もしくは天然高分子化合物、とりわけポリ塩化ビニル、ポリスチレン、ポリアミド、ポリエチレンもしくはポリプロピレンの原液着色のための、およびセルロース、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリアクリロニトリルもしくはポリアミド繊維などの、天然、再生もしくは人造繊維の紡糸染色のための、ならびにまた織物および紙の印刷のための請求項9に記載の顔料の使用。

【請求項11】

ラミネートの製造のための顔料としての、フォトレジストの製造のための顔料としての、液晶ディスプレイにおけるカラーフィルターの製造のための顔料としてのまたはインクジェット用途向け顔料としての請求項9に記載の顔料の使用。

【請求項12】

請求項9に記載の少なくとも1つの顔料および少なくとも1つの分散剤を含む顔料調製物。

【請求項13】

請求項9に記載の少なくとも1つの顔料、少なくとも1つの光開始剤および光硬化性モノマーを含むフォトレジスト。

【請求項14】

請求項9に記載の少なくとも1つの顔料を含むカラーフィルター。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、メラミンをホストとする顔料、それらの水和物の製造方法、およびこれらのプロセス生成物の使用に関する。

【背景技術】

【0002】

メラミンをゲストとして含有するアゾバルビツール酸Ni錯体、およびそれらの水和物の製造において、生成物特性に甚だしい変動がある可能性があることが知られている。とりわけ工業的規模での製造条件下で、特にバッチ式プロセスにおいて、BET比表面積などの、生じた物質のある種のパラメータが多かれ少なかれ甚だしい変動の対象となる。これはもちろん欠点であり—これらの製品の消費者が望むところのものは一貫した製品品質である。

【0003】

製品品質での一定の標準化（再現性）は、たとえば（特許文献1）または（特許文献2）に記載されているように、熱処理工程によって可能である。もちろん、特に工業的規模では、これは、追加の時間のかかる工程、それ故に製造コストの増加を暗示する。

【0004】

（特許文献3）は、先行技術に従ったアゾバルビツール酸Ni錯体のバッチ式製造における大きな品質変動を同様に記載しており、合成段階での特異的追加によってこの欠点を回避することを提案している。これは、確かに、追加のロジスティック取組みおよび費用を必要とし、そして、これらの追加が最終製品を汚染し得るので、製品の組成に影響を及ぼす。

【0005】

10

20

30

40

50

(特許文献 4) は、(特許文献 5) から公知のアゾバルビツール酸のモノーおよびジカチオン錯体の混合物がニッケル化合物およびメラミンと反応させられる方法を記載している。この方法の再現性は既に改善されている。しかし、この方法によって得られた生成物は、品質の点で、特に粒度、粒度分布および透明性に関して弱点を依然として示す。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献 1】 欧州特許出願公開第 A 1 - 0 9 9 4 1 6 2 号明細書

【特許文献 2】 独国特許出願公開第 1 0 3 2 8 9 9 9 A 1 号明細書

【特許文献 3】 欧州特許出願公開第 A 1 6 1 2 2 4 6 号明細書

10

【特許文献 4】 欧州特許出願公開第 A - 1 9 8 7 0 4 5 号明細書

【特許文献 5】 欧州特許出願公開第 A - 1 0 6 8 9 9 2 号明細書

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0007】

意外にも、メラミンをゲストとして含有するアゾバルビツール酸 Ni 錯体の品質は、モノーカチオン錯体と遊離アゾバルビツール酸との混合物、特にアゾバルビツール酸のモノーカリウム錯体と遊離アゾバルビツール酸との混合物をメラミンとおよびニッケル化合物と反応させることによって著しく改善され得ることが今や分かっている。メラミンをゲストとして含有する式 (I) の化合物は、管理できる表面積、非常に高い色の濃さ、非常に狭い粒度分布および非常に高い透明性を伴って、再現性よく、本発明の方法によって、工業的にさえも、製造することができる。これは、液晶ディスプレイ向けカラー充填材用のこのような方法で製造された顔料の使用にとって特に有利である。

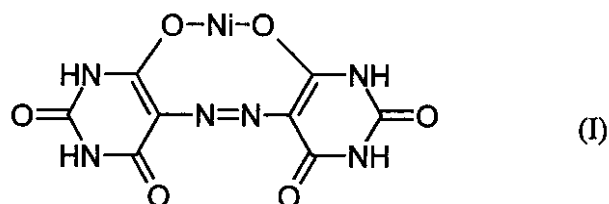
20

【0008】

本発明はしたがって、

メラミンもしくはメラミン誘導体をゲストとして含有する、式 (I)

【化 1】

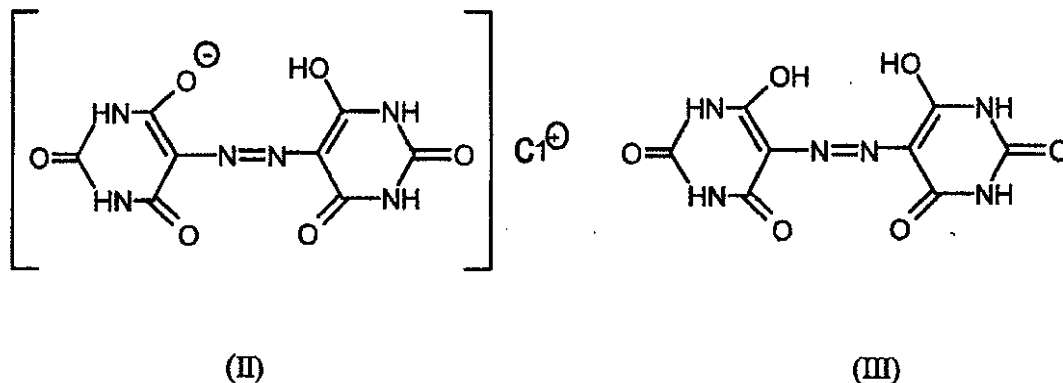


30

またはその互変異性構造体およびそれらの水和物の顔料の製造方法であって、式 (I I)

(式中、カチオン $C 1^{+}$ は、任意の望ましい一価カチオンまたは、 H^{+} を除き、1 の正電荷に相当する任意の望ましい多価カチオンの画分である) のアゾバルビツール酸モノ塩が、式 (I I I)

【化 2】



10

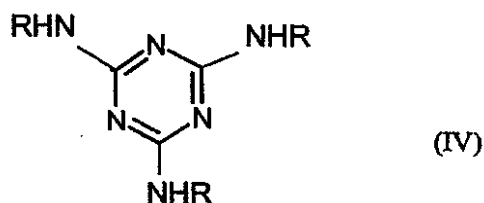
の遊離アゾバルビツール酸の存在下にニッケル化合物およびメラミンもしくはメラミン誘導体と反応させられることを特徴とする方法を提供する。

【発明を実施するための形態】

【0009】

好ましいメラミンもしくはメラミン誘導体は特に式 (I V)

【化 3】



20

(式中、

Rは、水素または、OH基で任意選択的に置換されているC₁～C₄アルキルであり、非常に好ましくは式中

30

Rは水素である)

のものである。

【0010】

化合物 (I) は、メラミンのみならず、適切な場合には、たとえば欧州特許第0994162号明細書 (その中の5ページ40行目～7ページ58行目) に記載されている種類の、さらなるゲスト化合物もまた含有してもよい。化合物 (I) は、好ましくは1.5～2.2単位、特に1.9～2.1単位のメラミンもしくはメラミン誘導体をゲストとして含有する。

【0011】

特に好ましくは式 (I I) におけるカチオンC₁⁺は、アルカリ金属カチオン、とりわけLi、NaもしくはKカチオン、1/2アルカリ土類金属カチオン、とりわけ1/2Mg、1/2Caカチオン、1/3Alカチオン、または非置換もしくは任意の望ましいラジカルで置換されたアンモニウムカチオン、とりわけ非置換アンモニウムカチオンである。特に好ましくは、C₁⁺はK⁺である。

40

【0012】

式 (I I) の好ましいモノ塩は一水和物である。

【0013】

式 (I I I) の画分は好ましくは、アゾバルビツール酸のモノカチオン錯体から直接、たとえば溶液の形態で、酸性化合物を加えることによって、特に有機もしくは無機酸または酸性塩を加えることによって、モノ塩 (I I) から出発して製造される。特に好ましく

50

は、それは、特に溶液の形態での、塩酸、硫酸もしくはリン酸の添加によって行われる。非常に好ましくは混合物は、モノ塩（I I）の希薄水性塩酸溶液の添加によって製造される。

【0014】

式（I I）および（I I I）の合計に対して、式 I I I の遊離アゾバルビツール酸の分率が5～80重量%、より特に10～50重量%、非常に好ましくは10～30重量%である本発明の方法が好ましい。

【0015】

考えられるニッケル化合物としては、より具体的にはギ酸ニッケル、硝酸ニッケル、硫酸ニッケル、塩化ニッケルおよび／または酢酸ニッケルが挙げられ；塩化ニッケルが特に好ましい。

10

【0016】

ニッケル化合物は好ましくは、式（I I）および（I I I）の2つの化合物の合計に対して95%～120%、より特に100%～110%のモル比で使用される。

【0017】

本発明の方法は、好ましくは60～100℃、より特に70～90℃の温度で行われる。

【0018】

本発明による反応は好ましくは溶媒中で行われ、水含有溶媒系がより具体的には使用される。考えられるさらなる溶媒構成要素としては、有機溶媒が挙げられる。この場合にはC₁～C₄アルコールが好ましい。

20

【0019】

より具体的には50重量%超、好ましくは80～100重量%の水分率を有する、水性溶媒が特に好ましい。非常に特に好ましくは本発明の方法は、有機溶媒の添加なしの水性溶媒系で行われる。

【0020】

本発明の方法の好ましい一実施形態においては、第1メラミンもしくはメラミン誘導体は、式（I I）および（I I I）の化合物、その後ニッケル化合物に加えられる。

【0021】

ニッケル化合物とのおよびメラミンとの反応中のpHは、好ましくはpH7未満、より好ましくはpH3未満であり、より具体的にはpH1～2においてである。

30

【0022】

化合物（I）への反応は好ましくは、ニッケル化合物の添加後に、特に60～100℃の温度で、1～5時間のその後の攪拌によって完了する。

【0023】

本発明の方法によって得られた顔料はもちろん、たとえば欧州特許出願公開第A1-0994162号明細書または独国特許出願公開第10328999 A1号明細書に記載されている種類の、熱処理工程によって後処理することができる。しかし、有利には、この後処理はまた完全に省略されてもよい。

【0024】

製造において好ましくは得られる懸濁液は好ましくは濾過され、得られたプレスケーキは、適切な場合には水での洗浄後に、乾燥させることができる。

40

【0025】

これに関連して一方ではパドル乾燥などの典型的な乾燥方法が好適である。この種の乾燥方法で、および顔料のその後の従来型すり潰しで、粉状顔料が得られる。

【0026】

プレスケーキは好ましくは水性スラリーとして噴霧乾燥される。噴霧のためのスラリーは、好ましくは10重量%～40重量%、特に15重量%～30重量%の固形分率を有する。

【0027】

50

乾燥された顔料は好ましくは、乾燥条件に依存して、水和物の形態で存在する。

【0028】

本発明の方法によって製造された好ましい顔料は、D I N 6 6 1 3 1に従って測定されて、B E T 表面積 $> 100 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、好ましくは $130 \sim 210 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、特に $150 \sim 190 \text{ m}^2 / \text{g}$ を有する。

【0029】

本発明は、少なくとも1つの本発明により製造された顔料と少なくとも1つの分散剤とが混合される顔料調製物の製造方法をさらに提供する。このような顔料調製物もまた発明である。これらの顔料調製物は好ましくは、水性系への組み入れに役立つ。

【0030】

好適な分散剤については、先行技術、特に、その開示内容が本出願の一部である、欧州特許出願公開第 A 1 - 0 9 9 4 1 6 4 号明細書、8 ページ 5 6 行目 ~ 1 1 ページ 2 3 行目について言及されてもよい。

【0031】

本発明は、少なくとも1つの光硬化性モノマーおよび少なくとも1つの光開始剤および本発明の方法によって製造された少なくとも1つの顔料を含むフォトレジストをさらに提供する。本発明は、本発明の方法によって製造された少なくとも1つの顔料を含む、カラーフィルターおよびそれから製造された液晶ディスプレイをさらに提供する。

【0032】

液晶ディスプレイ向けカラーフィルターの製造の場合、適切な場合にはバインダー樹脂および／または分散剤を添加して、好ましくは有機溶媒中、本発明により製造された顔料はすり潰され、次に、光硬化性モノマー、光反応開始剤および、適切な場合には、さらなるバインダーおよび／または溶媒を添加したフォトレジストへと加工され、このフォトレジストは次に、たとえば、ローラー、吹き付け、スピン、浸漬もしくはエアナイフコーティングなどの好適なコーティング技法によって、好適な基材、一般にガラスプレートに塗布され、コートされたプレートは、フォトマスクを使用して露光され、次に硬化され、現像されて完成着色フィルターを与える。

【0033】

本発明は、好ましくは、液晶ディスプレイにおけるカラーフィルター用の顔料としての本発明により製造された顔料の使用をさらに提供する。

【0034】

メラミンをゲストとして含有する本発明により製造された化合物 (I)、またはその顔料調製物は、さらに、すべての顔料用途向けに際立って好適である。

【0035】

それらは、たとえば、すべての種類のワニス着色するために、印刷カラー、水性塗料カラーもしくはバインダーカラーの生成のために、たとえば、ポリ塩化ビニル、ポリスチレン、ポリアミド、ポリエチレンもしくはポリプロピレンなどの、合成、半合成もしくは天然高分子化合物の原液着色のために好適である。それらはまた、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もしくはポリアミド繊維などの、天然、再生もしくは人造繊維の紡糸染色のために、そしてまた織物および紙の印刷のためにも使用することができる。これらの顔料は、非イオン、アニオンまたはカチオン界面活性剤の存在下にすり潰すかまたは混練することによって、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紡糸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細分された、安定な、水性顔料着色を提供する。本発明の方法によって製造された顔料は、インクジェット用途向けにおよび液晶ディスプレイ向けカラーフィルター用に際立って好適である。

【実施例】

【0036】

a) 合成

モノカリウム塩

10

20

30

40

50

本発明の方法のための出発原料は、欧州特許出願公開第 A 1 0 8 6 9 9 2 号明細書の実施例 1、すわなち、下に記載される、アゾバルビツール酸モノカリウム塩×1 H₂O の α 型であった。

【0037】

136 g のアミノグアニジン重炭酸塩を 810 g の蒸留水中へ導入し、280 g の塩酸（30%濃度）でその中に溶解させた。この溶液をその後 780 g の水で約 -10℃ に冷却し、その後 232 g の水中 37%濃度の亜硝酸カリウム溶液と混ぜ合わせて約 15℃ にした。これに、約 15℃ で 15 分間の攪拌が続き、その後 2.0 g のアミド硫酸を加えた。次に 269 g のバルビツール酸を導入し、混合物をその後 55℃ に加熱し、2 時間攪拌した。混合物を次に、水性水酸化カリウム溶液を使用して 2.5 の pH に調整し、30 分間攪拌した。その後 pH を、水性水酸化カリウム溶液を使用して 4.8 に調整し、攪拌を 30 分間続行した。その後この回分を 80℃ に加熱し、その後 4.8 の pH で 3 時間攪拌した。その後生成物を吸引フィルター上で単離し、電解質を含まなくなるまで洗浄した。

【0038】

非発明の合成比較例 N

170 g の乾燥品（0.5 モル）に相当する、40%の固形分の、上記の、アゾバルビツール酸モノカリウム塩×1 H₂O の α 型の 425 g の水湿潤ペーストを、実験室攪拌機で 5000 ml の蒸留水中で攪拌し、95℃ に加熱した。1060 g の水性 6.5%濃度の塩化ニッケル溶液を 30 分間にわたって加えた。その後、126 g のメラミン（1 モル）を加え、攪拌を 95℃ で 1.5 時間続行した。pH を次に、水酸化カリウム溶液を使用して 5.5 に調整した。生成物を、その後吸引フィルター上で単離し、電解質を含まなくなるまで洗浄し、80℃での真空乾燥キャビネット中で乾燥させ、すり潰した。

【0039】

比表面積は、DIN 66131: Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption by the method of Brunauer, Emmett and Teller (B. E. T.) (Brunauer, Emmett および Teller (B. E. T.) の方法でのガス吸着による固形分の比表面積の測定)に従って測定した。

【0040】

生成物は 83 m²/g の BET 表面積を有した。生成物は、電子顕微鏡下に非常にばらばらの、部分的に血小板状の、部分的に明らかに針状の粒子を示した。

【0041】

繰り返し合成は、相当な変動（57 m²/g ~ 92 m²/g）を示した。

【0042】

本発明の合成実施例 1

170 g の乾燥品（0.5 モル）に相当する、40%の固形分の上で製造した α-型のアゾバルビツール酸モノカリウム塩×1 H₂O の 425 g の水湿潤ペーストを、実験室攪拌機で 5000 ml の蒸留水中で攪拌し、80℃に加熱した。

【0043】

12 g の 30%濃度塩酸（0.1 モル；用いられたアゾバルビツール酸モノカリウム塩を基準として 20%）を滴加し、30 分間攪拌した。これにより、80 部のモノカリウム塩および 20 部の遊離アゾバルビツール酸のモル割合での混合物を得た。126 g のメラミン（1 モル）を加えた。1060 g の水性 6.5%濃度塩化ニッケル溶液を 30 分間にわたって加え、その後攪拌を 80℃で 3 時間続行した。pH を次に、水酸化カリウム溶液を使用して 5.5 に調整した。生成物を、その後吸引フィルター上で単離し、電解質を含まなくなるまで洗浄し、80℃での真空乾燥キャビネット中で乾燥させ、すり潰した。

【0044】

比表面積は、DIN 66131: Determination of the specific surface area of solids by gas ads

10

20

30

40

50

orption by the method of Brunauer, Emmett and Teller (B. E. T.) (Brunauer, EmmettおよびTeller (B. E. T.) の方法でのガス吸着による固形分の比表面積の測定) に従って測定した。

【0045】

生成物は $170 \text{ m}^2 / \text{g}$ の BET 表面積を有した。生成物は、電子顕微鏡下に非常に様な、小さい、ほぼ血小板状の粒子を示した。

【0046】

繰り返し合成は、小さい変動 ($161 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 178 \text{ m}^2 / \text{g}$) を示した。

【0047】

本発明の合成実施例 2

実施例 1 におけるような反応だが、6 g の 30% 濃度塩酸 (0.05 モル; 用いられたアゾバルビツール酸モノカリウム塩を基準として 10%) を滴加した。これにより、90 部のモノカリウム塩および 10 部の遊離アゾバルビツール酸のモル割合での混合物を得た。

【0048】

生成物は $166 \text{ m}^2 / \text{g}$ の BET 表面積を有した。生成物は、電子顕微鏡下に非常に様な、小さい、ほとんど血小板状の粒子を示した。

【0049】

繰り返し合成は、小さい変動 ($158 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 171 \text{ m}^2 / \text{g}$) を示した。

【0050】

本発明の合成実施例 3

実施例 1 におけるような反応だが、18 g の 30% 濃度塩酸 (0.15 モル; 用いられたアゾバルビツール酸モノカリウム塩を基準として 30%) を滴加した。これにより、70 部のモノカリウム塩および 30 部の遊離アゾバルビツール酸のモル割合での混合物を得た。

【0051】

生成物は $178 \text{ m}^2 / \text{g}$ の BET 表面積を有した。生成物は、電子顕微鏡下に非常に様な、小さい、短い針のような粒子を示した。

【0052】

繰り返し合成は、小さい変動 ($165 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 186 \text{ m}^2 / \text{g}$) を示した。

【0053】

使用実施例

黄色調製物の製造および黄色カラーフィルターを製造するための使用

使用実施例 1 (本発明)

使用された顔料: 発明合成実施例 1 からの顔料

攪拌容器中で、774 重量部のメトキシブチルアセテートと、286 重量部の、ベンジルメタクリレート (70 部) / 2-ヒドロキシエチルメタクリレート (15 部) / メタクリル酸 (15 部) をベースとするアルカリ可溶性コポリマー (バインダー樹脂)、モル重量約 25,000 g / モルのメトキシプロピルアセテート中 21% 濃度溶液とを均一に混合した。これにより「調製物」を得た。

【0054】

その後、1 重量%未満の残存水分まで 80°C であらかじめ乾燥させた、100 重量部の実施例 1 からの顔料を調製物中へ均一に導入した。

【0055】

この顔料懸濁液を、イットリウム安定化酸化ジルコニウムビーズ (直径 0.6 ~ 1.0 mm) を使用する、水平の、閉じたビーズミルですり潰した。

【0056】

フォトレジストの製造

1000 重量部の得られた調製物中へ、34.5 重量部のトリメチロールプロパントリ

10

20

30

40

50

アクリレート（モノマーの反応性希釈剤）および 3 / 1 重量部の比でのベンゾフェノンと N, N' - テトラエチル - 4, 4' - ジアミノベンゾフェノンとをベースとする 13.8 重量部の光反応開始剤を均一に、攪拌しながら導入した。

【0057】

これにより UV 放射線硬化性フォトレジストが得られ、それを透明な基材に塗布し、現像してカラーフィルターを形成した。

【0058】

この目的のために、フォトレジストを、300×350mmの大きさのきれいにしたホウケイ酸ガラス（Corning（登録商標）7059、Owens Corning Corp.）の一片上へスピンコートし、清浄条件下にオープン中 110℃で5分間乾燥させて約 1.5～2 μmの厚さのフィルムを形成した。

10

【0059】

フィルムをその後、冷却後に、ネガティブマスクを用いて、および 200 mJ / cm² の UV 照射量で、超高圧水銀灯を用いて露光して望ましいストリップ画像パターンを生成し、次に 0.06 % 濃度の水性水酸化カリウム溶液を使用して室温で現像し、完全に脱塩した水できれいにし、乾燥させた。これに、清浄条件下にオープン中 235℃で30分間の後硬化が続いた。

【0060】

こうして得られた黄色の本発明のカラーフィルター 1 は、使用実施例 N に従って製造された非発明カラーフィルター N と比べて非常に明らかに向上したスペクトル透明性（spectral transparency）を有した。カラーフィルター 1 の色純度および輝度は優れている。

20

【0061】

使用実施例 N（本発明ではない）

使用された顔料：非発明の比較合成例 N からの顔料

使用実施例 1 についてと同じ方法で、1 重量 % 未満の残存水分まで 80℃であらかじめ乾燥させた、非発明比較例 N からの 100 重量部の顔料を、使用実施例 1 からの調製物中へ均一に導入した。

【0062】

得られた顔料懸濁液を、使用実施例 1 と同じ方法で、イットリウム安定化酸化ジルコニウムビーズを使用する、水平の、閉じたビーズミルですり潰した。

30

【0063】

フォトレジストの製造は、使用実施例 1 についてと同様に行った。

【0064】

使用実施例 2（本発明）

使用された顔料：発明合成実施例 2 からの顔料

使用実施例 1 についてと同じ方法で、1 重量 % 未満の残存水分まで 80℃であらかじめ乾燥させた、合成実施例 2 からの 100 重量部の顔料を、使用実施例 1 からの調製物中へ均一に導入した。

【0065】

得られた顔料懸濁液を、使用実施例 1 と同じ方法で、イットリウム安定化酸化ジルコニウムビーズを使用する、水平の、閉じたビーズミルですり潰した。

40

【0066】

フォトレジストの製造は、使用実施例 1 についてと同様に行った。

【0067】

こうして得られた黄色の発明カラーフィルター 2 は、使用実施例 N に従って製造された非発明カラーフィルター N と比べて非常に明らかに向上したスペクトル透明性を有した。カラーフィルター 2 の色純度および輝度は優れている。

【0068】

使用実施例 3（本発明）

50

使用された顔料：発明合成実施例 3 からの顔料

使用実施例 1 についてと同じ方法で、1 重量%未満の残存水分まで 80℃であらかじめ乾燥させた、合成実施例 3 からの 100 重量部の顔料を、使用実施例 1 からの調製物中へ均一に導入した。

【0069】

得られた顔料懸濁液を、使用実施例 1 でと同じ方法で、イットリウム安定化酸化ジルコニウムビーズを使用する、水平の、閉じたビーズミルですり潰した。

【0070】

フォトレジストの製造は、使用実施例 1 についてと同様に行った。

【0071】

こうして得られた黄色の発明カラーフィルター 3 は、使用実施例 N に従って製造された非発明カラーフィルター N と比べて非常に明らかに向上したスペクトル透明性を有した。カラーフィルター 3 の色純度および輝度は優れている。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2010/059543

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C09B45/14 C09D11/00 G03F7/00 G02B5/22 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C09B C09D G03F G02B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 1 777 267 A (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 25 April 2007 (2007-04-25) examples	9-14
X	EP 1 777 266 A (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 25 April 2007 (2007-04-25) examples	9-14
X	DE 103 28 999 A1 (BAYER CHEMICALS AG [DE]) LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE] 27 January 2005 (2005-01-27) cited in the application examples 1,2,5,9	9,10,12
X	EP 1 777 268 A (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 25 April 2007 (2007-04-25) examples	9-14
-/--		
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 29 November 2010		Date of mailing of the international search report 07/12/2010
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5618 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Ketterer, Michael

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2010/059543

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 1 591 489 A (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 2 November 2005 (2005-11-02) examples page 16, paragraph 135; tables	9-14
X	EP 1 887 045 A (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 13 February 2008 (2008-02-13) examples	9-14
X	EP 0 994 162 A (BAYER AG [DE] BAYER CHEMICALS AG [DE]) 19 April 2000 (2000-04-19) cited in the application examples 7-10b,11a,11b,12a,12b,13; table 1 claims 10,11	9,10,12
A	EP 1 086 992 A (BAYER AG [DE] BAYER CHEMICALS AG [DE]) 28 March 2001 (2001-03-28) cited in the application examples	1-14
A	EP 0 994 164 A (BAYER AG [DE]) 19 April 2000 (2000-04-19) cited in the application examples	9-14

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2010/059543

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 1777267	A	25-04-2007	CN 1900095 A DE 102005033582 A1 JP 2007023284 A KR 20070011124 A US 2007017414 A1	24-01-2007 25-01-2007 01-02-2007 24-01-2007 25-01-2007
EP 1777266	A	25-04-2007	CN 1900096 A DE 102005033580 A1 JP 2007023287 A KR 20070011125 A US 2007020409 A1	24-01-2007 25-01-2007 01-02-2007 24-01-2007 25-01-2007
DE 10328999	A1	27-01-2005	NONE	
EP 1777268	A	25-04-2007	AT 455820 T CN 1900172 A DE 102005033581 A1 DE 102005063360 A1 JP 2007025687 A KR 20070011128 A US 2007017416 A1	15-02-2010 24-01-2007 25-01-2007 05-04-2007 01-02-2007 24-01-2007 25-01-2007
EP 1591489	A	02-11-2005	AT 470692 T DE 102004019020 A1 ES 2345154 T3 JP 2005325350 A US 2005241532 A1	15-06-2010 10-11-2005 16-09-2010 24-11-2005 03-11-2005
EP 1887045	A	13-02-2008	CN 101104744 A DE 102006032591 A1 JP 2008024927 A KR 20080007128 A US 2008057417 A1	16-01-2008 17-01-2008 07-02-2008 17-01-2008 06-03-2008
EP 0994162	A	19-04-2000	CA 2285827 A1 CN 1251377 A CZ 9903647 A3 CZ 17444 U1 ES 2214785 T3 JP 2000129152 A KR 20000029055 A US 6211346 B1	15-04-2000 26-04-2000 17-05-2000 18-04-2007 16-09-2004 09-05-2000 25-05-2000 03-04-2001
EP 1086992	A	28-03-2001	CA 2320507 A1 CN 1288887 A CZ 20003466 A3	21-03-2001 28-03-2001 13-03-2002
EP 1086992	A		DE 19945245 A1 ES 2219240 T3 JP 4516679 B2 JP 2001152039 A KR 20010050534 A MX PA00008880 A US 6281338 B1	22-03-2001 01-12-2004 04-08-2010 05-06-2001 15-06-2001 06-08-2002 28-08-2001
EP 0994164	A	19-04-2000	CA 2285800 A1 CN 1251375 A CZ 9903646 A3	15-04-2000 26-04-2000 17-05-2000

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (April 2006)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2010/059543

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
		DE 19847586 A1	20-04-2000
		ES 2180246 T3	01-02-2003
		JP 2000119544 A	25-04-2000
		KR 20000029056 A	25-05-2000
		TW 482813 B	11-04-2002
		US 6261358 B1	17-07-2001

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2010/059543

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES		
INV. C09B45/14	C09D11/00	G03F7/00 G02B5/22
ADD.		
Nach der internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)		
C09B C09D G03F G02B		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)		
EPO-Internal, WPI Data		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 1 777 267 A (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 25. April 2007 (2007-04-25) Beispiele	9-14
X	EP 1 777 266 A (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 25. April 2007 (2007-04-25) Beispiele	9-14
X	DE 103 28 999 A1 (BAYER CHEMICALS AG [DE]) LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE] 27. Januar 2005 (2005-01-27) in der Anmeldung erwähnt Beispiele 1,2,5,9	9,10,12
X	EP 1 777 268 A (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 25. April 2007 (2007-04-25) Beispiele	9-14
-/-		
☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen ☒ Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist *&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts
29. November 2010		07/12/2010
Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentleaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040. Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Ketterer, Michael

Formblatt PCT/ISA/210 (Blatt 2) (April 2005)

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

internationales Aktenzeichen
PCT/EP2010/059543

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 1 591 489 A (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 2. November 2005 (2005-11-02) Beispiele Seite 16, Absatz 135; Tabellen	9-14
X	EP 1 887 045 A (LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE]) 13. Februar 2008 (2008-02-13) Beispiele	9-14
X	EP 0 994 162 A (BAYER AG [DE] BAYER CHEMICALS AG [DE]) 19. April 2000 (2000-04-19) in der Anmeldung erwähnt Beispiele: 7-10b, 11a, 11b, 12a, 12b, 13; Tabelle 1 Ansprüche 10, 11	9, 10, 12
A	EP 1 086 992 A (BAYER AG [DE] BAYER CHEMICALS AG [DE]) 28. März 2001 (2001-03-28) in der Anmeldung erwähnt Beispiele	1-14
A	EP 0 994 164 A (BAYER AG [DE]) 19. April 2000 (2000-04-19) in der Anmeldung erwähnt Beispiele	9-14

Formblatt PCT/ISA/210 (Fortsetzung von Blatt 2) (April 2005)

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2010/059543

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 1777267	A	25-04-2007	CN 1900095 A 24-01-2007 DE 102005033582 A1 25-01-2007 JP 2007023284 A 01-02-2007 KR 20070011124 A 24-01-2007 US 2007017414 A1 25-01-2007
EP 1777266	A	25-04-2007	CN 1900096 A 24-01-2007 DE 102005033580 A1 25-01-2007 JP 2007023287 A 01-02-2007 KR 20070011125 A 24-01-2007 US 2007020409 A1 25-01-2007
DE 10328999	A1	27-01-2005	KEINE
EP 1777268	A	25-04-2007	AT 455820 T 15-02-2010 CN 1900172 A 24-01-2007 DE 102005033581 A1 25-01-2007 DE 102005063360 A1 05-04-2007 JP 2007025687 A 01-02-2007 KR 20070011128 A 24-01-2007 US 2007017416 A1 25-01-2007
EP 1591489	A	02-11-2005	AT 470692 T 15-06-2010 DE 102004019020 A1 10-11-2005 ES 2345154 T3 16-09-2010 JP 2005325350 A 24-11-2005 US 2005241532 A1 03-11-2005
EP 1887045	A	13-02-2008	CN 101104744 A 16-01-2008 DE 102006032591 A1 17-01-2008 JP 2008024927 A 07-02-2008 KR 20080007128 A 17-01-2008 US 2008057417 A1 06-03-2008
EP 0994162	A	19-04-2000	CA 2285827 A1 15-04-2000 CN 1251377 A 26-04-2000 CZ 9903647 A3 17-05-2000 CZ 17444 U1 18-04-2007 ES 2214785 T3 16-09-2004 JP 2000129152 A 09-05-2000 KR 20000029055 A 25-05-2000 US 6211346 B1 03-04-2001
EP 1086992	A	28-03-2001	CA 2320507 A1 21-03-2001 CN 1288887 A 28-03-2001 CZ 20003466 A3 13-03-2002
EP 1086992	A		DE 19945245 A1 22-03-2001 ES 2219240 T3 01-12-2004 JP 4516679 B2 04-08-2010 JP 2001152039 A 05-06-2001 KR 20010050534 A 15-06-2001 MX PA00008880 A 06-08-2002 US 6281338 B1 28-08-2001
EP 0994164	A	19-04-2000	CA 2285800 A1 15-04-2000 CN 1251375 A 26-04-2000 CZ 9903646 A3 17-05-2000

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2010/059543

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
		DE 19847586 A1	20-04-2000
		ES 2180246 T3	01-02-2003
		JP 2000119544 A	25-04-2000
		KR 20000029056 A	25-05-2000
		TW 482813 B	11-04-2002
		US 6261358 B1	17-07-2001

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

テーマコード (参考)

G 0 2 B 5/20 (2006.01)

G 0 2 B 5/20 1 0 1

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 ウルリヒ・フェルトヒュース

ドイツ・5 1 4 6 5・ベルギッシュェグラートーバッハ・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・5 1 0 6 9・ケルン・グラーツァー・シュトラッセ・3 8

Fターム(参考) 2H048 BA02 BA11 BA47 BA48 BA55 BA56 BA57 BA64 BB02 BB42

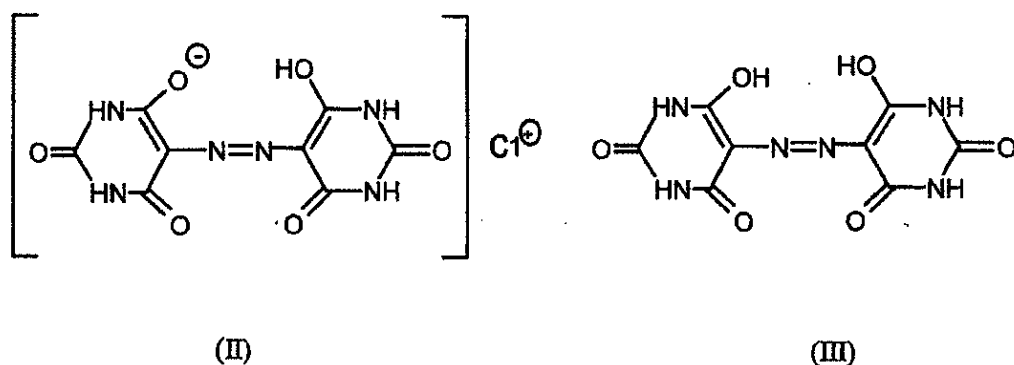
2H125 AC33 AD12 AD14 AM22P AM25P AM32P AN39P BA16P CA16 CB05

CC01 CC13 CD11P CD40

4J038 JB16 KA08

4J039 AD21 BC40 BE01 BE02 EA17 FA04 GA17 GA24

【要約の続き】



の遊離アゾバルビツール酸の存在下にニッケル化合物およびメラミンもしくはメラミン誘導体で変換されることを特徴とする方法に関する。