



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1993429 B

(45) 授权公告日 2010.07.28

(21) 申请号 200580025150.7

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公
司 31100

(22) 申请日 2005.07.26

代理人 沙永生

(30) 优先权数据

222317/2004 2004.07.29 JP

222318/2004 2004.07.29 JP

(51) Int. Cl.

C09B 67/50(2006.01)

C09B 67/12(2006.01)

C09B 67/46(2006.01)

C09D 11/00(2006.01)

G02B 5/20(2006.01)

G02B 5/22(2006.01)

C09B 47/00(2006.01)

(85) PCT申请进入国家阶段日

2007.01.25

(86) PCT申请的申请数据

PCT/JP2005/013625 2005.07.26

(87) PCT申请的公布数据

W02006/011467 JA 2006.02.02

(56) 对比文件

WO 0071621 A1, 2000.11.30, 实施例 7.

JP 特开平 10-330633 A, 1998.12.15, 说明书 [0013] 到 [0018] 段、表 1.

CN 1742058 A, 2006.03.01, 说明书第 3 页第 5 段、实施例 1-2、合成例 1-2.

(73) 专利权人 大日精化工株式会社

地址 日本东京

专利权人 新日铁化学株式会社

审查员 吴宏霞

(72) 发明人 平田直毅 岡本久男 座間義之

中村道衛 柳本徹也 山田裕章

土屋匡広

权利要求书 1 页 说明书 14 页 附图 2 页

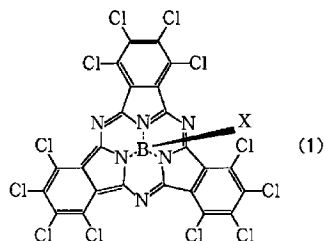
(54) 发明名称

颜料

(57) 摘要

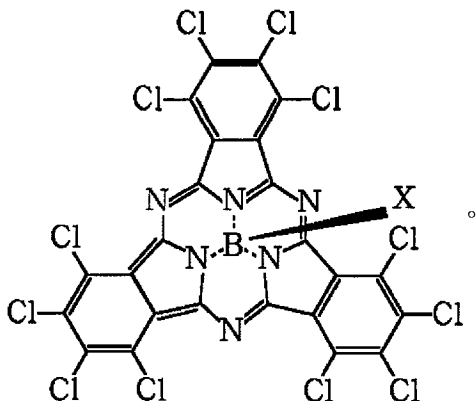
本发明可以提供用于彩色图像显示装置等的、赋予高水准的明度和色度特性的蓝色像素形成用的新的颜料,特别是具有清晰的色相而且耐光性、耐溶剂性和耐热性等颜料物性良好的精细化颜料及其制造方法,使用该颜料的颜料分散体和滤色器用油墨。本发明为亚酞菁颜料,其特征在于,将以下述通式(1)表示的X为卤素原子的亚酞菁颜料化而形成,至少在X射线衍射中的衍射角(2θ)7.0°、12.3°、20.4°和23.4°处显示出衍射峰,平均粒径为120~20nm。

CN 1993429 B



1. 亚酞菁颜料,其特征在於,以通式(1)表示,X为卤素原子(A)和具有羟基的水溶性有机溶剂的羟基除去氢原子后的残基(B),其对比值(A : B)为98 : 2 ~ 0 : 100、且A : B不等于0,在X射线衍射中的衍射角(2θ) $20^{\circ} \sim 30^{\circ}$ 范围内显示出宽的衍射峰,而且平均粒径为120 ~ 20nm

通式(1)



2. 如权利要求1所述的亚酞菁颜料的制造方法,其特征在於,将以前述通式(1)表示的X为卤素原子的亚酞菁与具有羟基的水溶性有机溶剂和无机盐类一起混匀。

3. 如权利要求2所述的亚酞菁颜料的制造方法,其中,前述具有羟基的水溶性有机溶剂为一元或多元醇。

4. 颜料分散体,其特征在於,将权利要求1所述的亚酞菁颜料分散于介质中而形成。

5. 如权利要求4所述的颜料分散体,其中,还含有其它的蓝色~紫色的颜料和/或蓝色~紫色的染料。

6. 滤色器的像素形成用油墨,其特征在於,含有权利要求4所述的颜料分散体作为着色成分。

7. 如权利要求6所述的滤色器的像素形成用油墨,其中,还含有作为被膜形成材料的感光性树脂和/或单体以及光聚合引发剂。

颜料

技术领域

[0001] 本发明涉及颜料、其制造方法、颜料分散体、滤色器的像素形成用油墨（以下称为“滤色器用油墨”）。本发明中，“亚酞菁（subphthalocyanine）”是指颜料化处理前的亚酞菁，“亚酞菁颜料”是指精细地颜料化了的亚酞菁。此外，“对比值”是指以高速液相色谱法测定与硼原子配位的卤素原子转变为具有羟基的水溶性有机溶剂（以下称为“醇”）的羟基除去氢原子后的残基（以下称为“醇残基”）的比例而得到的面积比。

背景技术

[0002] 一直以来，滤色器在彩色液晶显示装置等中被广泛使用，上述滤色器中，一般红、绿和蓝的像素呈马赛克状配置。作为制作该滤色器的方法，已知有染色法、印刷法、电沉积法、颜料分散法等。特别是通过采用使颜料与感光性树脂和 / 或单体一起分散得到的彩色抗蚀油墨的光刻法形成像素的颜料分散法，由于使用颜料作为色材，因而所形成的像素的耐光性、耐热性和耐溶剂性良好，所以成为滤色器的制造方法的主流。

[0003] 大多数公知的颜料一般都可以用于颜料分散法，例如专利文献 1 中揭示了作为彩色抗蚀油墨的红色、绿色、蓝色、黄色和紫色的颜料遍及数十种。此外，用于形成各像素的颜料一般以该像素的可见光透射特性符合背光的发光特性的条件进行选择，例如通过在红色像素中除红色颜料外加入黄色颜料或橙色颜料，在绿色像素中除绿色颜料外加入黄色颜料，在蓝色像素中除蓝色颜料外加入紫色颜料，从而赋予所需的透射特性。

[0004] 但是，近年来对液晶显示装置的高精细化、高亮度化和高色彩再现性的要求提高，希望滤色器进一步高明度化、高色度化，目前在这些颜料中，用于液晶显示装置时表现出高水准的明度和色度特性的颜料极其有限。例如，用于形成蓝色像素的彩色抗蚀油墨大多在使用作为铜酞菁类的蓝色颜料的颜料蓝 15:6 的同时使用紫色颜料，作为该紫色颜料，如专利文献 2 中所揭示地，作为吡啶二噁嗪颜料的颜料紫 23 几乎是唯一可以良好地使用的颜料。

[0005] 由于该颜料紫 23 的蓝色透射区域位于比铜酞菁类蓝色颜料更短波长的一侧，所以有时为了提高稍稍透射绿色光的铜酞菁类蓝色颜料的蓝色纯度而混合使用。但是，混合透射区域不同的 2 种颜料的方法中，高明度化和高色度化存在二律背反的关系，使用透射区域与铜酞菁类蓝色颜料差异大、其透射率也低的颜料紫 23 的方法中，存在无法同时满足高水准的明度和色度特性的问题。另外，颜料紫 23 在溶剂中难以精细分散，偏光性大，因此在与铜酞菁类蓝色颜料混合的情况下，使用它形成的滤色器的蓝色像素的对比度值大幅下降，存在使液晶显示装置的色彩显示性能劣化的问题。

[0006] 因此，用于液晶显示装置等的滤色器的制作中，所使用的彩色抗蚀油墨必须选择具有适合于用途和目的的透射特性的色材，希望开发出使用替代颜料紫 23 的颜料的高明度化、高色度化和高对比度化的滤色器形成用彩色抗蚀油墨。

[0007] 专利文献 1：日本专利特开平 5-281414 号公报

[0008] 专利文献 2：日本专利特许第 2543052 号公报

[0009] 发明的揭示

[0010] 本发明是鉴于所述以往技术的缺点而完成的,其目的在于提供用于彩色图像显示装置等的赋予高水准的明度和色度特性的用于蓝色像素形成的新型颜料,特别是具有清晰的色相而且耐光性、耐溶剂性和耐热性等颜料物性良好的精细化颜料,以及其制造方法。此外,本发明的目的还在于提供颜料分散体和滤色器用油墨。

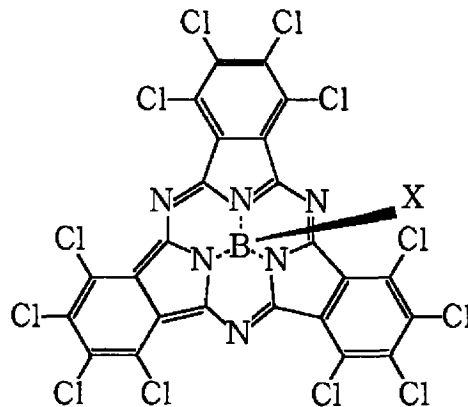
[0011] 本发明人为了解决上述问题而认真研究后发现,亚酞菁颜料适合作为蓝色像素形成用彩色油墨的色材,特别是通过将亚酞菁用特定的水溶性有机溶剂和无机盐类混匀,可获得粒径一致的精细化亚酞菁颜料,通过使用该颜料作为色材,可形成耐光性、耐热性和耐溶剂性良好的着色像素,能够获得更高对比度的滤色器,从而完成了本发明。

[0012] 本发明的主要内容如下。

[0013] 1. 亚酞菁颜料及其制造方法,其特征在于,将以下述通式(1)表示的X为卤素原子的亚酞菁颜料化而形成,至少在X射线衍射中的衍射角(2θ) 7.0° 、 12.3° 、 20.4° 和 23.4° 处显示出衍射峰,平均粒径为 $120 \sim 20\text{nm}$ 。

[0014] 通式(1)

[0015]



[0016] 2. 亚酞菁颜料及其制造方法,其特征在于,以前述通式(1)表示,X为卤素原子(A)和具有羟基的水溶性有机溶剂的羟基除去氢原子后的残基(B),其对比值(A:B)为 $98:2 \sim 0:100$,在X射线衍射中的衍射角(2θ) $20^\circ \sim 30^\circ$ 范围内显示出宽的衍射峰,而且平均粒径为 $120 \sim 20\text{nm}$ 。

[0017] 3. 颜料分散体,其特征在于,将前述本发明的任一种亚酞菁颜料分散于介质中而形成;滤色器用油墨,其特征在于,含有上述颜料分散体作为着色成分。

[0018] 若采用以上的本发明,通过将亚酞菁用无机盐类和水溶性有机溶剂混匀、精细化,可获得亚酞菁颜料,该颜料的明度、色度、耐热性等良好,使用将含有该颜料的分散体作为色材的油墨得到的滤色器具有高水准的明度、色度和对比度,因此在实现高品质的液晶显示装置的制造方面非常有用。此外,除了滤色器用油墨之外,本发明中的颜料分散体还可以作为要求高光泽性的涂料和要求高透明性的书写用油墨、喷墨用打印机油墨、印刷油墨等的色材使用。

[0019] 实施发明的最佳方式

[0020] 以下,例举用于实施发明的最佳方式,进一步对本发明进行详细说明。

[0021] (亚酞菁)

[0022] 亚酞菁的合成方法是公知的,较早在 A. Meller 和 A. Ossko, Monat sheftefur

Chemie, 103, 150-155 (1972) 等中有记载。按照化学计量学, 通过使 1 摩尔卤化硼等硼化合物与 3 摩尔根据需要苯骨架的氢原子被卤素原子取代了的邻苯二甲腈反应, 可以合成亚酞菁。

[0023] 以前述通式 (1) 表示的亚酞菁例如可以通过使 1 摩尔三卤化硼与 3 摩尔四氯邻苯二甲腈反应来合成。这样得到的亚酞菁大多含有副反应等所产生的杂质, 可以通过例如进行过滤清洗或索格利特抽提来除去杂质。对于过滤清洗和索格利特抽提中所用的溶剂没有特别限定。例如, 可以使用甲醇、乙醇等醇类溶剂, 丙酮、甲基乙基酮等酮类溶剂, 甲苯、二甲苯等芳族类溶剂等。此外, 也可以根据需要在将邻苯二甲腈或除氯之外的取代邻苯二甲腈作为初始原料合成无取代或取代亚酞菁后, 再通过公知的方法进行氯代, 合成方法和纯化方法并不局限于上述的方法。

[0024] (第一种颜料)

[0025] 本发明的第一种亚酞菁颜料的特征在于, 将以前述通式 (1) 表示的 X 为卤素原子的亚酞菁颜料化而形成, 至少在 X 射线衍射中的衍射角 (2θ) 7.0° 、 12.3° 、 20.4° 和 23.4° 处显示出衍射峰, 也可在 25.8° 、 29.9° 和 31.2° 处显示出衍射峰, 平均粒径为 $120 \sim 20\text{nm}$ 。

[0026] (第一种颜料的制造方法)

[0027] 前述第一种颜料可以通过将以前述通式 (1) 表示的 X 为卤素原子的亚酞菁与惰性 (与亚酞菁不具有反应性) 水溶性有机溶剂和无机盐类在混炼机内进行混匀而获得。特别是该制造方法中, 特征在于以前述通式 (1) 表示的 X 不被其它基团取代, 保留为卤素原子。

[0028] 合成后的状态 (颜料化前的状态) 的亚酞菁较好是至少在 X 射线衍射中的衍射角 (2θ) 6.9° 、 7.4° 、 20.2° 和 20.6° 附近显示出强的衍射峰, 也可还在 26.6° 和 30.0° 处显示出衍射峰。如果是显示出这样的衍射峰的亚酞菁, 通过颜料化中的混匀, 可以容易地制成随着精细化衍射角 (2θ) $7^\circ \sim 30^\circ$ 的强峰稍稍变宽, 在 7.0° 、 12.3° 、 20.4° 和 23.4° 附近显示出稍强的峰的亚酞菁颜料。

[0029] 亚酞菁通过与无机盐类及例如惰性水溶性有机溶剂等水溶性有机溶剂一起混匀, 精细化的同时, 形成接近球状的粒子, 成为具有透明性、鲜明性、清晰的色相以及耐热性、耐光性等牢固性的颜料, 特别是如果用作滤色器用油墨的色材, 可以形成明度和色度良好而且高对比度的蓝色像素。在这里, 颜料的平均粒径通过透射型电子显微镜观察测定。

[0030] 前述第一种亚酞菁颜料可以通过以适当的方法将以前述通式 (1) 表示的 X 为卤素原子的亚酞菁精细化来得到。以下, 示例若干种方法, 但并不局限于这些方法。

[0031] (1) 如下的方法: 将亚酞菁与氯化钠或硫酸钠等水溶性无机盐及惰性水溶性有机溶剂一起以适当的比例加入到捏和机中, 控制温度的同时, 将内容物混匀一定时间后, 投入到水中进行搅拌, 然后过滤、水洗, 除去无机盐和水溶性有机溶剂, 接着以热风等干燥。

[0032] 在这里, 作为上述惰性水溶性有机溶剂, 可以全部使用以往公知的化合物。较好是不具有羟基的水溶性有机溶剂, 可以例举作为一元或多元醇的衍生物的羟基全部被醚化或酯化的溶剂。特别好为醚化合物。例如, 可以例举亚烷基二醇二烷基醚类、聚亚烷基二醇二烷基醚类等多元醇类的多烷基醚类等。

[0033] 另外, 具体可以例举乙二醇二甲醚、二乙二醇二甲醚、二乙二醇二乙醚、二乙二醇二丙醚、二丙二醇二甲醚、三乙二醇二甲醚、四乙二醇二甲醚、聚乙二醇二甲醚、聚乙二醇二

丁醚等水溶性有机溶剂等。不具有羟基的水溶性有机溶剂并不局限于上述的化合物。

[0034] 此外,一般不具有仲羟基的一元或多元醇类与亚酞菁的中心硼原子不具反应性或反应性较低,这些醇类也可以用作惰性水溶性有机溶剂。可以例举例如 2-丁醇、叔丁醇、2,3-丁二醇、2,4-戊二醇、2-甲基-2,3-丁二醇、2-甲基-2,4-戊二醇、2,3-二甲基-2,3-戊二醇、2,4-二甲基-2,4-戊二醇、环戊二醇、1-甲氧基-2-丙醇、2-甲基-3-甲氧基-2-丙醇等,但并不局限于上述的化合物。

[0035] (2) 其它的方法

[0036] 作为第一种颜料的制造方法,上述(1)的方法为优选的方法,但也可以采用其它方法。例如,将亚酞菁用惰性水溶性有机溶剂通过球磨机或振动磨碎机进行磨碎的方法也是有用的。这些方法中,使用钢球、钢棍等粉碎介质,根据需要使用无机盐作为磨碎助剂。作为磨碎助剂,除了上述氯化钠和硫酸钠之外,还可以例举硝酸铝等,但并不局限于这些无机盐。

[0037] 以上述方法得到第一种颜料的平均粒径必须在 120 ~ 20nm 的范围内,较好是在 80 ~ 40nm 的范围内。如果颜料的平均粒径超过 120nm,则使用该颜料形成滤色器的蓝色像素时,该像素的光透射率低下,而且容易产生偏光,因此滤色器的明度劣化,对比度低。另一方面,如果平均粒径不到 20nm,则分散介质中的颜料的分散稳定性和各种牢固性不充分。

[0038] 另外,为了使第一种颜料达到上述的平均粒径,重要的是根据水溶性无机盐和亚酞菁的配比、混匀时间、处理温度以及惰性水溶性有机溶剂的种类和量找到最适条件,在该条件下进行颜料化。此外,如果将由上述成分构成的混合物在混炼机内进行混匀,则由巨大的剪断力产生的摩擦发热大,生成的颜料粒子会发生结晶生长,因此可以通过利用冷却方法防止温度上升,或者加入颜料衍生物等结晶生长抑制剂,来获得第一种颜料。

[0039] 作为上述颜料衍生物,可以例举例如亚酞菁的磺酸衍生物、铜酞菁的磺酸衍生物、喹吡酮的磺酸衍生物、咪唑二噁嗪的磺酸衍生物等。此外,亚酞菁、铜酞菁、喹吡酮、咪唑二噁嗪等的邻苯二甲酰亚胺甲基衍生物对结晶生长的抑制也是有效的。

[0040] 如果要更详细地说明,则使用相对于亚酞菁 2 ~ 12 倍质量、较好是 4 ~ 8 倍质量的水溶性无机盐和相对于亚酞菁 0.3 ~ 2.0 倍质量、较好是 0.6 ~ 1.5 倍质量的惰性水溶性有机溶剂,将混匀装置内混匀物控制在 5 ~ 110℃、较好是 40 ~ 80℃,从而实施颜料化即可。颜料衍生物的使用量没有特别限定,通常相对于亚酞菁为 0.5 ~ 50 质量%,较好是 1 ~ 25 质量%。混匀时间根据无机盐的使用量、有机溶剂的使用量、内容物温度的组合而不同,无机盐的使用量越大,或温度越低,则能够以越短的时间获得前述平均粒径的第一种颜料。

[0041] (第二种颜料)

[0042] 本发明的第二种颜料的特征在于,由以前述通式(1)表示的亚酞菁构成,X 为卤素原子(A)和醇残基(B),其对比值(A : B)为 98 : 2 ~ 0 : 100,在 X 射线衍射中的衍射角(2θ)20° ~ 30° 范围内显示出宽的衍射峰,而且平均粒径为 120 ~ 20nm。在这里,A : B 较好为 70 : 30 ~ 0 : 100,更好为 50 : 50 ~ 0 : 100。此外,B 的比例不到 2 的情况下,向醇残基的取代不充分,因此无法获得足够的效果。

[0043] 仅通过将前述通式(1)中的 X 为卤素原子的亚酞菁与醇一起加热,不会发生卤素原子向醇残基的转换。但是,发现通过将以通式(1)表示的亚酞菁用醇和无机盐类混匀,容易与醇发生反应,X 转变为醇残基。通式(1)中的 X 从卤素原子转变为醇残基的对比值越

大,则醇残基所产生的颜料对分散介质的亲介质性越大,通过使用了该颜料的滤色器用油墨形成的滤色器像素的光学特性提高。

[0044] 通式(1)中的X为卤素原子的亚酞菁较好是至少在X射线衍射中的衍射角(2θ) 6.9° 、 7.4° 、 20.2° 和 20.6° 附近显示出强的衍射峰,也可还在 26.6° 和 30.0° 处显示出衍射峰。如果是显示出这样的衍射峰的亚酞菁,通过将该亚酞菁与醇和无机盐类一起混匀,衍射角(2θ) $20^\circ \sim 30^\circ$ 的强峰容易变得极宽。亚酞菁通过用无机盐类和醇、至少用醇进行混匀,精细化的同时形成接近球状的粒子,使用该颜料形成的滤色器的像素中,可以同时实现透明性及鲜明性、清晰的色相和耐热性、耐光性等牢固性及高对比度。X从卤素原子向醇残基的转变通过红外吸收光谱(IR光谱)进行确认,该转变的比例用高速液相色谱法进行测定,粒径通过透射型电子显微镜照片进行观察和测定。

[0045] (第二种颜料的制造方法)

[0046] 本发明的第二种颜料的制造方法的特征在于,将以通式(1)表示的X为卤素原子的亚酞菁与醇和无机盐类一起混匀,但是本发明的第二种亚酞菁颜料并不局限于通过该制造方法制造的颜料。

[0047] 本发明的第二种颜料的制造方法中,将亚酞菁与氯化钠或硫酸钠等水溶性无机盐及醇(单独或2种以上)一起以适当的比例加入到捏和机中,控制温度的同时,将内容物混匀一定时间后,投入到水中进行搅拌,然后过滤、水洗,除去无机盐和醇,接着以热风等干燥,通过上述的方法可以获得作为目标的颜料。

[0048] 作为上述醇,使用可与亚酞菁的中心硼原子反应的具有羟基的一元或多元醇类,由于与中心硼的高反应性,特别好为具有伯羟基的醇类。作为具有伯羟基的醇类,所有以往公知的醇都可以使用,较好为一元醇、多元醇和多元醇的衍生物。

[0049] 例如,可以例举乙醇、1-丙醇等醇类溶剂,乙二醇、二乙二醇、三乙二醇、聚乙二醇、丙二醇等亚烷基二醇类溶剂以及作为它们的衍生物的乙二醇单甲醚、二乙二醇单甲醚、聚乙二醇单甲醚等二醇单醚类溶剂,甘油、双甘油、聚甘油等甘油类溶剂以及作为其衍生物的甘油醚等水溶性有机溶剂等。醇并不局限于上述的化合物。

[0050] 以上述方法得到第二种颜料的平均粒径必须在 $120 \sim 20\text{nm}$ 的范围内,较好是在 $80 \sim 40\text{nm}$ 的范围内。如果颜料的平均粒径超过 120nm ,则使用该颜料形成滤色器的蓝色像素时,该像素的光透射率低下,而且容易产生偏光,因此滤色器的明度劣化,对比度低。另一方面,如果平均粒径不到 20nm ,则分散介质中的颜料的分散稳定性和各种牢固性不充分。

[0051] 另外,为了使第二种颜料达到上述的平均粒径,重要的是要根据水溶性无机盐和亚酞菁的配比、混匀时间、处理温度以及醇的种类和量找到最适条件,在该条件下进行颜料化。此外,如果将由上述成分构成的混合物在混炼机内进行混匀,则由巨大的剪断力产生的摩擦发热大,生成的颜料粒子会发生结晶生长,因此可以通过利用冷却方法防止温度上升,或者以同样的比例加入与前述第一种颜料的说明中相同的颜料衍生物等结晶生长抑制剂,来获得第二种颜料。

[0052] 以上的第一种和第二种颜料可用作例如合成或天然的树脂、涂料、印刷油墨、书写用油墨、喷墨用打印机油墨等各种用途的色材,特别是如后所述可用作滤色器的蓝色像素形成用油墨的色材。

[0053] (颜料分散体)

[0054] 本发明的颜料分散体为将本发明的任一种或两种颜料分散到例如涂料、印刷油墨、滤色器用油墨等的载色剂等适当的液体介质中而得到的颜料分散体。作为颜料分散体所用的溶剂,可以优选地使用酯类、酮类、二醇醚类、含氮类溶剂等。例如,酯类可以例举乙酸乙酯、乙酸丁酯、乳酸乙酯、 γ -丁内酯等,酮类可以例举甲基异丁基酮、环己酮等,二醇醚类可以例举乙基溶纤剂、乙基溶纤剂乙酸酯、丙二醇单甲醚乙酸酯、二乙二醇二甲醚等,含氮类溶剂可以例举二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺等。这些溶剂根据颜料的分散性、掺入的树脂类及其它添加物的构成、涂布性进行适当选择即可,可以单独使用,也可以2种以上同时使用。

[0055] 制作颜料分散体的方法没有特别限定,可以使用公知的方法。例如,可以例举采用油漆搅拌机、砂磨机、玻璃珠研磨机等颜料的分散处理等。制作颜料分散体时,有将上述亚酞菁颜料单独分散或将上述亚酞菁颜料和其它颜料等以规定的比例配合得到的混合物进行共同分散的方法,或者在这样制成的颜料分散体中以规定的比例混合另外制备的其它颜料分散体的方法等。此外,除了分散剂之外,在颜料分散体中还可以根据需要掺入被膜形成性树脂等各种树脂类、表面活性剂、表面调整剂、消泡剂等各种添加剂。

[0056] 本发明的颜料分散体中,作为色材,除了上述亚酞菁颜料之外,还可以同时使用其它颜料或染料。作为适合于制备蓝色的颜料分散体的其它色材,从色相的角度来看,较好是蓝色或紫色的颜料,可以例举例如颜料蓝 15、15:1、15:2、15:3、15:4、15:6、16、60、80 和颜料紫 19、23、37 等,但可同时使用的颜料并不局限于这些颜料。同时使用其它颜料或染料时,其使用量没有特别限定,在全部色材中的亚酞菁颜料的比例较好为5质量%以上,更好为20质量%以上。

[0057] 颜料分散体的总固体成分较好为1~90质量%,更好为5~80质量%。颜料分散体中的颜料的较好为颜料分散体的总固体成分的1~60质量%,更好为5~50质量%。总固体成分是指将颜料分散体干燥后残留的成分。通常,除溶剂等挥发成分以外的成分为总固体成分。

[0058] 本发明的颜料分散体可用作要求高光泽性的涂料和要求高透明性的书写用油墨、喷墨用印刷机油墨、印刷油墨、塑料等的色材,这时被掺入适合于各用途的材料。

[0059] (滤色器用油墨)

[0060] 本发明的颜料分散体特别是可用作滤色器用油墨的色材。滤色器用油墨较好是为了提高颜料的分散稳定性而同时使用分散剂并制成规定的颜料粒度的油墨。此外,可以按照颜料分散法、印刷法、电沉积法等公知的滤色器的形成方法,掺入聚合性树脂和/或含有单体的被膜形成性树脂及其它必需的成分。

[0061] 本发明的滤色器用油墨中,作为色材使用亚酞菁颜料的理由是该颜料所具有的特异的分光特性。即,液晶显示装置的背光广泛采用在红、绿和蓝这三原色的波长(一般为610nm、545nm和435nm)处具有尖锐的发光的高现色性三波长型荧光灯,为了显示出高水准的红、绿和蓝的明度和色度特性,必须分别有效地透射该三波长的发光并遮蔽另两种波长的发光,使用含有本发明的亚酞菁颜料作为主要色材的油墨制作的滤色器显示出在370~510nm附近和大于630nm的波长区域透射、在520~620nm附近具有吸收的良好的分光特性,可以有效地透射三波长型荧光灯的蓝的发光,有效地遮蔽红和绿的发光。因此,使用本发明的滤色器用油墨得到的滤色器具有高水准的明度和色度特性,可以赋予使用它的液晶

显示装置高水准的明度和色度特性。

[0062] 本发明的滤色器用油墨包括作为被膜形成成分使用非感光性的树脂和使用感光性的树脂这两种情况。含有感光性树脂的油墨为所谓彩色抗蚀油墨。该彩色抗蚀油墨含有前述颜料、感光性树脂和 / 或单体以及光聚合引发剂作为必要成分,通常作为感光性树脂含有具有乙烯性不饱和键的光聚合性树脂、光聚合性低聚物和光聚合性单体中的至少 1 种。此外,彩色抗蚀油墨有以固化的状态含有作为树脂的成分的情况,也包括仅以未固化的状态含有未树脂化的成分的情况。

[0063] 作为光聚合性树脂、光聚合性低聚物和光聚合性单体,可以例举例如(甲基)丙烯酸-2-羟乙基酯、(甲基)丙烯酸-2-羟丁基酯、(甲基)丙烯酸-2-乙基己基酯、二(甲基)丙烯酸乙二醇酯、二(甲基)丙烯酸二乙二醇酯、二(甲基)丙烯酸三乙二醇酯、二(甲基)丙烯酸季戊四醇酯、四(甲基)丙烯酸二季戊四醇酯、六(甲基)丙烯酸二季戊四醇酯、双酚 A 型环氧二(甲基)丙烯酸酯、双酚 F 型环氧二(甲基)丙烯酸酯、双酚芴型环氧二(甲基)丙烯酸酯等(甲基)丙烯酸酯类。此外,还可以例举丙烯酸(共)聚合物、(甲基)丙烯酸(共)聚合物、马来酸(共)聚合物等乙烯基树脂和聚环氧乙烷、聚乙烯吡咯烷酮、聚酰胺、聚氨酯、聚醚、聚酯等的在侧链具有乙烯性双键的树脂类。它们可以单独使用,也可以 2 种以上同时使用。此外,为了提高布图曝光后的显影性,这些树脂较好是在侧链具有羧基、酚性羟基等碱溶解性取代基。

[0064] 此外,作为光聚合引发剂,可以例举例如乙酰苯、对叔丁基乙酰苯等乙酰苯类,二苯酮、p,p'-二(N,N-二甲氨基)二苯酮等二苯酮类,苯偶姻乙基醚、苯偶姻叔丁基醚等苯偶姻醚类,2-甲基-1-[4-(甲硫基)苯基]-2-吗啉代丙烷-1-酮、2-苄基-2-(N,N-二甲氨基)-1-(4-吗啉代苯基)丁烷-1,3,5-三嗪、2-(4-甲氧基苯基)-4,6-二(三氯甲基)-1,3,5-三嗪等三嗪类,过氧化苯甲酰、3,3,4,4-四(叔丁基过氧羰基)二苯酮等有机过氧化物类,噻吨酮、2,4-二乙基噻吨酮等硫化合物类等。它们可以单独使用,也可以 2 种以上同时使用。

[0065] 本发明的彩色抗蚀油墨中,除了上述成分以外,为了提高显影性和被膜形成能力,作为粘合剂树脂成分,可以加入具有碱溶解性的树脂。可以例举例如聚环氧乙烷、聚乙烯吡咯烷酮、聚酰胺、聚氨酯、聚酯、聚醚等,较好是在主链或侧链中含有羧基且碱显影性良好的树脂。这样的树脂可以例举例如丙烯酸(共)聚合物、(甲基)丙烯酸(共)聚合物、马来酸(共)聚合物等乙烯基树脂等。除此之外,也可以使用使酸酐与具有羟基的树脂加成得到的树脂。它们可以单独使用,也可以 2 种以上同时使用。

[0066] 作为制作彩色抗蚀油墨的方法,可以例举以下的方法:预先制作使前述亚酞菁颜料单独或与其它颜料一起用分散剂分散到溶剂中而得到的颜料分散体,在该颜料分散体中掺入感光性树脂成分、光聚合引发剂等方法;使亚酞菁颜料直接分散到含有感光性树脂的液体介质中的方法等。考虑到彩色抗蚀油墨的稳定性,较好是前一种方法。

[0067] 彩色抗蚀油墨中的颜料的根据着色浓度等适当确定,在彩色抗蚀油墨的总固体成分中,颜料的含量较好为 5~60 质量%,更好为 10~50 质量%。如果颜料的比例不到 5 质量%,则着色性能无法充分发挥,无法形成良好的滤色器的像素。如果超过 60 质量%,则光刻工序中无法发挥有效的像素形成能力。以该配比制成的彩色抗蚀油墨非常适合于滤色器用途,通过将该彩色抗蚀油墨在滤色器用基板上涂布并布图形成蓝色像素,可获得滤

色器。此外,彩色抗蚀油墨的总固体成分较好为 1 ~ 40 质量%,更好为 5 ~ 30 质量%。

[0068] (滤色器及其制造方法)

[0069] 使用本发明的彩色抗蚀油墨,可制成本发明的滤色器。例如,将本发明的彩色抗蚀油墨涂布到滤色器基板上,隔着适当的光刻掩模进行布图曝光和显影,从而形成蓝色像素,同样地使用适当的红色彩色抗蚀油墨和绿色彩色抗蚀油墨,分别形成红色像素和绿色像素,从而形成滤色器。

[0070] 作为将彩色抗蚀油墨涂布到滤色器基板上的方法,可以使用公知的方法,可以例如采用旋涂机、棒涂机等涂布装置的涂布。涂布后,可以使用加热板、IR 炉等进行干燥。此外,作为将由彩色抗蚀油墨形成的涂膜进行布图曝光的方法,可以使用公知的方法,可以例如采用将氙灯、卤灯、钨灯、超高压汞灯、高压汞灯、中压汞灯或低压汞灯作为灯光源的曝光机的布图曝光等。但是,涂布和布图曝光的方法并不局限于上述的方法。

[0071] 对于曝光条件没有特别限定,为了防止着色涂膜的变色和褪色,较好是采用 $1000\text{mJ}/\text{cm}^2$ 以下的曝光量。使用彩色抗蚀油墨的情况下,通过所述光源进行布图曝光后,根据需要显影即可在基板上形成图像。作为显影液,只要是溶解未曝光部分而不溶解曝光部分的显影液即可,可以使用任意的显影液。具体来说,使用含有各种添加物的碱溶液,作为添加物,可以含有有机溶剂、缓冲剂、表面活性剂等。对于显影处理方法没有特别限定,可以使用浸渍显影、喷涂显影、刷涂显影、超声波显影等方法。此外,作为提高涂膜的强度的方法,还可以再进行采用热风炉的后烘焙。作为使用上述的彩色抗蚀油墨制作滤色器的方法,也可以使用其它公知的任一种方法。

[0072] 以上对采用使用感光性树脂的滤色器用油墨的滤色器的制造方法进行了说明,但本发明的滤色器用油墨可以是含有非感光性树脂(热固化性树脂)的油墨,这种情况下也可以直接使用公知的方法。此外,以上主要对滤色器的像素形成进行了说明,但本发明的颜料和颜料分散体可以用于其它各种用途,例如作为合成或天然的树脂、涂料、印刷油墨、书写用油墨、喷墨用打印机油墨等的色材,都可得到良好的着色产品。

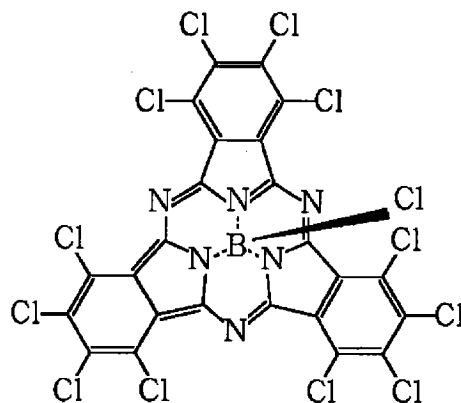
[0073] 实施例

[0074] 以下,例举合成例、实施例和比较例,对本发明进行具体说明,但本发明并不局限于这些实施例。除有特别说明,下文中的“份”和“%”均以质量为基准。颜料粒子的粒度为通过透射型电子显微镜观察到的粒子测定得到的平均值。

[0075] 合成例

[0076] 在 150 份四氯邻苯二甲腈中加入 500 份 1-氯萘,在氮气气氛下于室温搅拌 30 分钟后,加入 48 份三氯化硼。然后,从室温以 $1.6^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速度加热至开始引发亚酞菁的生成的温度(这时,反应混合物变色为紫色,开始引发亚酞菁的生成的温度为 $120 \sim 130^\circ\text{C}$),再以该升温速度升温至 150°C ,在 150°C 下加热搅拌 180 分钟。放置冷却后,将反应混合物投入甲醇中,滤取析出物,依次用水、丙酮、甲苯进行清洗,进行真空加热干燥($< 1\text{mmHg}$, 180°C , 12hr),得到 143 份以下式表示的 Cl-十二氯亚酞菁硼络合物(收率 90%)。得到的化合物的 X 射线衍射的结果为在衍射角 (2θ) 6.9° 、 7.4° 、 20.2° 、 20.6° 、 26.6° 和 30.0° 附近显示出强的衍射峰(图 1)。此外,其 IR 吸收光谱在 880cm^{-1} 处显示出来自于 B-Cl 键的强吸收,通过高速液相色谱(日本分光工业公司制:860-CO 型,ワイエムシー公司制的柱 YMC-Pack Pro C18,流动相为 THF : 水 = 80 : 20) 进行测定,100% 为 X 是氯原子的化合物。

[0077]



[0078] 实施例 1

[0079] 将 200 份合成例中得到的亚酞菁、1600 份氯化钠微粉和 200 份聚乙二醇二甲醚（平均分子量：500）加入到捏和机中，开始预备混匀，直至捏和机内形成均一湿润的块。管理冷却温度和冷却水量，使内容物温度为 40 ~ 60℃，同时进行 15 小时的混匀磨碎处理。

[0080] 将得到的磨碎物投入到 6000 份水中，进行 1 小时的搅拌处理后，进行过滤和水洗，除去氯化钠和聚乙二醇二甲醚，将滤饼在 80℃ 的热风干燥机中干燥 24 小时，得到亚酞菁颜料。

[0081] 得到的亚酞菁颜料的 X 射线衍射的结果为，衍射角 (2θ) 7° ~ 30° 的强峰稍稍变宽，在 7.0°、12.3°、20.4°、23.4°、25.8°、29.9° 和 31.2° 附近显示出稍强的衍射峰（图 2）。透射型电子显微镜（TEM）观察的结果为，平均粒径为 55nm。

[0082] 实施例 2

[0083] 将 400 份合成例中得到的亚酞菁、2400 份氯化钠微粉和 400 份聚乙二醇二甲醚（平均分子量：500）加入到安装有加压盖的捏和机中，开始预备混匀，直至捏和机内形成均一湿润的块。接着，关上加压盖，以 6kg/cm² 的压力挤压内容物的同时，开始混匀磨碎。管理冷却温度和冷却水量，使内容物温度为 60 ~ 80℃，同时进行 10 小时的混匀磨碎处理。

[0084] 将得到的磨碎物投入到 10000 份水中，进行 1 小时的搅拌处理后，进行过滤和水洗，除去氯化钠和聚乙二醇二甲醚，将滤饼在 80℃ 的热风干燥机中干燥 24 小时，得到亚酞菁颜料。

[0085] 得到的亚酞菁颜料的 X 射线衍射的结果与实施例 1 同样地，衍射角 (2θ) 7° ~ 30° 的强峰稍稍变宽，在 7.0°、12.3°、20.4°、23.4°、25.8°、29.9° 和 31.2° 附近显示出稍强的衍射峰。透射型电子显微镜（TEM）观察的结果为，平均粒径为 60nm。

[0086] 实施例 3

[0087] 将 400 份合成例中得到的亚酞菁、2400 份氯化钠微粉和 400 份 2,4-戊二醇加入到安装有加压盖的捏和机中，开始预备混匀，直至捏和机内形成均一湿润的块。接着，关上加压盖，以 6kg/cm² 的压力挤压内容物的同时，开始混匀磨碎。管理冷却温度和冷却水量，使内容物温度为 60 ~ 80℃，同时进行 10 小时的混匀磨碎处理。

[0088] 将得到的磨碎物投入到 10000 份水中，进行 1 小时的搅拌处理后，进行过滤和水洗，除去氯化钠和 2,4-戊二醇，将滤饼在 80℃ 的热风干燥机中干燥 24 小时，得到亚酞菁颜料。

[0089] 得到的亚酞菁颜料的 X 射线衍射的结果与实施例 1 同样地，衍射角 (2θ) 7° ~

30° 的强峰稍稍变宽,在 7.0°、12.3°、20.4°、23.4°、25.8°、29.9° 和 31.2° 附近显示出稍强的衍射峰。透射型电子显微镜 (TEM) 观察的结果为,平均粒径为 60nm。

[0090] 实施例 4

[0091] (颜料分散体的制作)

[0092] 将 100 份实施例 1 中得到的颜料、40 份阳离子性高分子类分散剂和 860 份丙二醇单甲醚乙酸酯加入到充满着媒介物的容器中,使用油漆搅拌机进行 6 小时的分散处理,过滤除去媒介物,制成 1000 份颜料分散体。在这里,油漆搅拌机的媒介物以 40% 的填充率使用 0.4mm Φ 的玻璃珠,或者以 15% 的填充率使用 0.4mm Φ 氧化锆珠。这样得到的颜料分散体显示出低粘度以及低触变性。

[0093] (彩色抗蚀油墨的制作)

[0094] 配合 130 份具有双酚 A 骨架的环氧丙烯酸树脂的 54.2 质量%丙二醇单甲醚乙酸酯溶液 (新日铁化学公司制,商品名 :V259ME)、47 份六丙烯酸二季戊四醇酯、17 份具有联苯骨架的环氧树脂 (ジヤパンエポキシレジン公司制,商品名 :エピコート YX4000HK)、7 份 2- 甲基 -1-[4-(甲硫基) 苯基]-2- 吗啉代丙烷 -1- 酮、1 份 p, p- 二 (N, N- 二甲氨基) 二苯酮、196 份二乙二醇二甲醚、75 份丙二醇单甲醚乙酸酯、1 份表面活性剂和 1 份硅烷偶联剂,充分搅拌,制成 475 份可溶于弱碱溶液的感光性树脂溶液。

[0095] 接着,在其中掺入 525 份前述的颜料分散体,充分搅拌至形成均一的溶液,制成 1000 份彩色抗蚀油墨。这样得到的彩色抗蚀油墨显示出低粘度以及低触变性。

[0096] (滤色器样品的制作)

[0097] 将上述的彩色抗蚀油墨用旋涂机涂布到边长 5 英寸、厚 1mm 的蓝色平板玻璃基板上。这时,改变旋涂机的转速,制成显示出目标色度的试验片。将该试验片在 80°C 下预烘焙 3 分钟后,覆盖光刻掩模,进行 200mJ/cm² 的紫外线曝光,使曝光部的彩色抗蚀油墨固化。接着,对试验片用 0.4% 碳酸钠水溶液进行 60 秒的碱显影,除去未曝光部的彩色抗蚀油墨。最后,将试验片在 230°C 下进行后烘焙 20 分钟,制成滤色器样品。

[0098] (滤色器样品的特性评价)

[0099] 制成的滤色器样品的色度 (x 值、y 值) 和明度 (Y 值) 使用色度计 (东京电色公司制,商品名 :色彩分析仪 TC-1800MK2) 进行测定,这时的测色用的光采用辅助标准光源 C。此外,将滤色器样品夹于 2 块偏光片间,由平行尼科尔棱镜状态和正交尼科尔棱镜状态的透射光量的比求得对比度值。另外,作为滤色器样品的耐热性,测定后烘焙前后的颜色变化 (ΔE_{ab}^*),如下进行判定。

[0100] ΔE_{ab}^* 不到 3 :○

[0101] ΔE_{ab}^* 在 3 以上 :×

[0102] 本实施例中得到的滤色器样品的色度、明度、耐热性和对比度值示于表 1。滤色器样品的分光特性为,可以有效地透射三波长型荧光灯的蓝的发光,有效地遮蔽红和绿的发光,具有高水准的明度和色度特性。此外,彩色抗蚀油墨的固化膜的膜厚均一,没有凝集析出物等,涂布性良好。

[0103] 实施例 5

[0104] 除了将亚酞菁颜料变更为实施例 2 中得到的颜料之外,以与实施例 4 同样的方法制作彩色抗蚀油墨,再以与实施例 4 同样的方法制作滤色器样品,测定色度、明度、耐热性

和对比度值。其结果示于表 1。滤色器样品的分光特性为,可以有效地透射三波长型荧光灯的蓝的发光,有效地遮蔽红和绿的发光,具有高水准的明度和色度特性。此外,彩色抗蚀油墨的固化膜的膜厚均一,没有凝集析出物等,涂布性良好。

[0105] 实施例 6

[0106] 除了将亚酞菁颜料变更为实施例 3 中得到的颜料之外,以与实施例 4 同样的方法制作彩色抗蚀油墨,再以与实施例 4 同样的方法制作滤色器样品,测定色度、明度、耐热性和对比度值。其结果示于表 1。滤色器样品的分光特性为,可以有效地透射三波长型荧光灯的蓝的发光,有效地遮蔽红和绿的发光,具有高水准的明度和色度特性。此外,彩色抗蚀油墨的固化膜的膜厚均一,没有凝集析出物等,涂布性良好。

[0107] 参考例 1

[0108] 除了将亚酞菁颜料变更为颜料蓝 15:6 之外,以与实施例 4 同样的方法制成颜料分散体。

[0109] 实施例 7

[0110] 除了将颜料分散体变更为 262.5 份实施例 3 中得到的颜料分散体和 262.5 份参考例 1 中得到的颜料分散体的混合物之外,以与实施例 4 同样的方法制作彩色抗蚀油墨,再以与实施例 4 同样的方法制作滤色器样品,测定色度、明度、耐热性和对比度值。其结果示于表 1。滤色器样品的分光特性为,可以有效地透射三波长型荧光灯的蓝的发光,有效地遮蔽红和绿的发光,具有高水准的明度和色度特性。此外,彩色抗蚀油墨的固化膜的膜厚均一,没有凝集析出物等,涂布性良好。

[0111] 比较例 1

[0112] 将 200 份合成例中得到的亚酞菁、1200 份氯化钠微粉和 200 份聚乙二醇二甲醚(平均分子量:500)加入到捏和机中,开始预备混匀,直至捏和机内形成均一湿润的块。管理冷却温度和冷却水量,使内容物温度为 40 ~ 60℃,同时进行 8 小时的混匀磨碎处理。

[0113] 将得到的磨碎物投入到 6000 份水中,进行 1 小时的搅拌处理后,进行过滤和水洗,除去氯化钠和聚乙二醇二甲醚,将滤饼在 80℃的热风干燥机中干燥 24 小时,得到亚酞菁颜料。

[0114] 得到的亚酞菁颜料的 X 射线衍射的结果为,衍射角 (2θ) $7^\circ \sim 30^\circ$ 的强峰稍稍变宽,在 7.0° 、 12.3° 、 20.4° 、 23.4° 、 25.8° 、 29.9° 和 31.2° 附近显示出稍强的衍射峰。透射型电子显微镜 (TEM) 观察的结果为,平均粒径为 150nm。

[0115] 比较例 2

[0116] 除了将亚酞菁颜料变更为比较例 1 中得到的颜料之外,以与实施例 4 同样的方法制作彩色抗蚀油墨,再以与实施例 4 同样的方法制作滤色器样品,测定色度、明度、耐热性和对比度值。其结果示于表 1。

[0117] 比较例 3

[0118] 将合成例中得到的亚酞菁通过干滚法精细化为平均粒径大部分为 80nm 的粒子,所得的亚酞菁颜料在 X 射线衍射中的衍射角 (2θ) 6.9° 、 7.4° 、 20.2° 、 20.6° 、 26.6° 和 30.0° 处显示出衍射峰。除了将亚酞菁颜料变更为上述的亚酞菁颜料之外,以与实施例 4 同样的方法制作彩色抗蚀油墨,再以与实施例 4 同样的方法制作滤色器样品,测定色度、明度、耐热性和对比度值。其结果示于表 1。

[0119] 参考例 2

[0120] 除了将亚酞菁颜料变更为颜料紫 23 之外, 以与实施例 4 同样的方法制成颜料分散体。

[0121] 比较例 4

[0122] 除了将颜料分散体变更为 367.5 份参考例 1 中得到的颜料分散体和 157.5 份参考例 2 中得到的颜料分散体的混合物之外, 以与实施例 4 同样的方法制作彩色抗蚀油墨, 再以与实施例 4 同样的方法制作滤色器样品, 测定色度、明度、耐热性和对比度值。其结果示于表 1。

[0123] 表 1

[0124]

	x	y	Y(%)	耐热性	对比度值
实施例 4	0.179	0.100	11.60	○	900
实施例 5	0.180	0.100	11.64	○	600
实施例 6	0.175	0.100	11.60	○	800
实施例 7	0.145	0.100	11.45	○	1700
比较例 2	0.178	0.100	11.60	○	200
比较例 3	0.177	0.100	9.41	×	110
比较例 4	0.153	0.100	10.72	○	500

[0125] 实施例 8

[0126] 将 200 份合成例中得到的亚酞菁、1600 份氯化钠微粉和 200 份乙二醇加入到捏和机中, 开始预备混匀, 直至捏和机内形成均一湿润的块。进行冷却或加热来调节温度, 使内容物温度为 70 ~ 100°C, 同时混匀 6 小时。将得到的磨碎物投入到 6000 份水中, 进行 1 小时的搅拌处理后, 进行过滤和水洗, 除去氯化钠和乙二醇, 将滤饼在 80°C 的热风干燥机中干燥 24 小时, 得到亚酞菁颜料。

[0127] 得到的亚酞菁颜料的 X 射线衍射的结果为, 衍射角 (2θ) 20° ~ 30° 处显示出宽的衍射峰 (图 3)。此外, 其 IR 吸收光谱除了在 880 cm^{-1} 处显示出来自于 B-Cl 键的弱吸收, 在 1064 cm^{-1} 处显示出来自于 B-O 键的弱吸收, 通过高速液相色谱 (日本分光工业公司制: 860-C0 型, ワイエムシー公司制的柱 YMC-Pack Pro C18, 流动相为 THF : 水 = 80 : 20) 进行测定, X 为氯原子的化合物占 18%, X 为乙二醇反应残基的化合物占 82%, 透射型电子显微镜 (TEM) 观察的结果为, 平均粒径为 55nm。

[0128] 实施例 9

[0129] 将 400 份合成例中得到的亚酞菁、2400 份氯化钠微粉和 400 份乙二醇加入到安装有加压盖的捏和机中, 开始预备混匀, 直至捏和机内形成均一湿润的块。接着, 关闭加压盖, 以 6 kg/cm^2 的压力挤压内容物, 同时开始混匀磨碎。进行冷却或加热来调节温度, 使内

容器温度为 70 ~ 100℃,同时混匀 4 小时。将得到的磨碎物投入到 10000 份水中,进行 1 小时的搅拌处理后,进行过滤和水洗,除去氯化钠和二乙二醇,将滤饼在 80℃的热风干燥机中干燥 24 小时,得到亚酞菁颜料。

[0130] 得到的亚酞菁颜料的 X 射线衍射的结果与实施例 8 同样地,衍射角 (2θ) $20^\circ \sim 30^\circ$ 处显示出宽的衍射峰。此外,其 IR 吸收光谱除了在 880cm^{-1} 处显示出来自于 B-C1 键的弱吸收,在 1064cm^{-1} 处显示出来自于 B-O 键的弱吸收,通过高速液相色谱(日本分光工业公司制:860-CO 型,ワイエムシー公司制的柱 YMC-PackPro C18,流动相为 THF : 水 = 80 : 20) 进行测定,X 为氯原子的化合物占 27%,X 为二乙二醇反应残基的化合物占 73%,透射型电子显微镜(TEM) 观察的结果为,平均粒径为 60nm。

[0131] 实施例 10

[0132] 除了使用 100 份实施例 8 中得到的颜料之外,与实施例 4 同样地操作,得到颜料分散体。该颜料分散体显示出低粘度及低触变性。此外,使用上述颜料分散体,与实施例 4 同样地进行操作,制成彩色抗蚀油墨。该油墨显示出低粘度及低触变性。另外,使用该油墨,与实施例 4 同样地进行操作,进行滤色器样品的制作,与实施例 4 同样地进行评价。本实施例中得到的滤色器样品的色度、明度、耐热性和对比度值示于表 2。滤色器样品的分光特性为,可以有效地透射三波长型荧光灯的蓝的发光,有效地遮蔽红和绿的发光,具有高水准的明度和色度特性。此外,彩色抗蚀油墨的固化膜的膜厚均一,没有凝集析出物等,涂布性良好。

[0133] 实施例 11

[0134] 除了将亚酞菁颜料变更为实施例 9 中得到的颜料之外,以与实施例 4 同样的方法制作彩色抗蚀油墨,再以与实施例 4 同样的方法制作滤色器样品,测定色度、明度、耐热性和对比度值。其结果示于表 2。滤色器样品的分光特性为,可以有效地透射三波长型荧光灯的蓝的发光,有效地遮蔽红和绿的发光,具有高水准的明度和色度特性。此外,彩色抗蚀油墨的固化膜的膜厚均一,没有凝集析出物等,涂布性良好。

[0135] 比较例 5

[0136] 将 200 份合成例中得到的亚酞菁、1600 份氯化钠微粉和 200 份二乙二醇加入到捏和机中,开始预备混匀,直至捏和机内形成均一湿润的块。进行冷却或加热来调节温度,使内容物温度为 80 ~ 100℃,同时混匀 3 小时,进行磨碎处理。

[0137] 将得到的磨碎物投入到 6000 份水中,进行 1 小时的搅拌处理后,进行过滤和水洗,除去氯化钠和二乙二醇,将滤饼在 80℃的热风干燥机中干燥 24 小时,得到亚酞菁颜料。

[0138] 得到的亚酞菁颜料的 IR 吸收光谱除了在 880cm^{-1} 处显示出来自于 B-C1 键的弱吸收,在 1064cm^{-1} 处显示出来自于 B-O 键的弱吸收,通过高速液相色谱(日本分光工业公司制:860-CO 型,ワイエムシー公司制的柱 YMC-Pack Pro C18,流动相为 THF : 水 = 80 : 20) 进行测定,X 为氯原子的化合物占 75%,X 为二乙二醇反应残基的化合物占 25%,透射型电子显微镜(TEM) 观察的结果为,平均粒径为 150nm。

[0139] 比较例 6

[0140] 除了将亚酞菁颜料变更为比较例 5 中得到的颜料之外,以与实施例 4 同样的方法制作彩色抗蚀油墨,再以与实施例 4 同样的方法制作滤色器样品,测定色度、明度、耐热性和对比度值。其结果示于表 2。

[0141] 表 2

[0142]

	x	y	Y(%)	耐热性	对比度值
实施例 10	0.204	0.100	11.13	○	1070
实施例 11	0.203	0.100	11.30	○	1085
比较例 6	0.195	0.100	11.30	○	256

[0143] 产业上利用的可能性

[0144] 若采用以上的本发明,通过将亚酞菁用无机盐类和水溶性有机溶剂混匀、精细化,可获得亚酞菁颜料,该颜料的明度、色度、耐热性等良好,使用将含有该颜料的分散体作为色材的油墨得到的滤色器具有高水准的明度、色度和对比度,因此在实现高品质的液晶显示装置的制造方面非常有用。此外,除了滤色器用油墨之外,本发明中的颜料分散体还可以作为要求高光泽性的涂料和要求高透明性的书写用油墨、喷墨用打印机油墨、印刷油墨等的色材使用。

[0145] 附图的简单说明

[0146] 图 1 为合成例的亚酞菁的 X 射线衍射图。

[0147] 图 2 为实施例 1 的亚酞菁的 X 射线衍射图。

[0148] 图 3 为实施例 8 的亚酞菁的 X 射线衍射图。

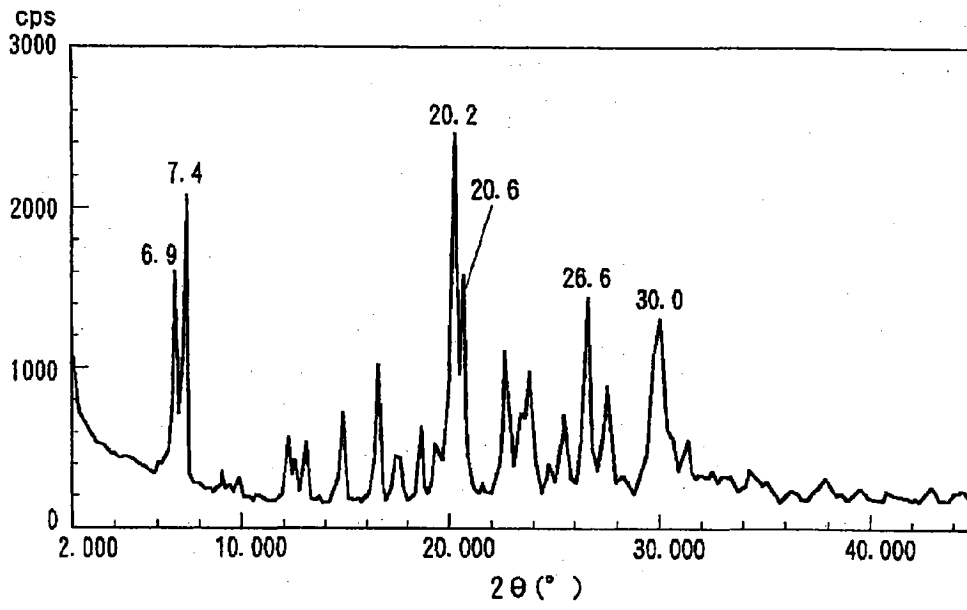


图 1

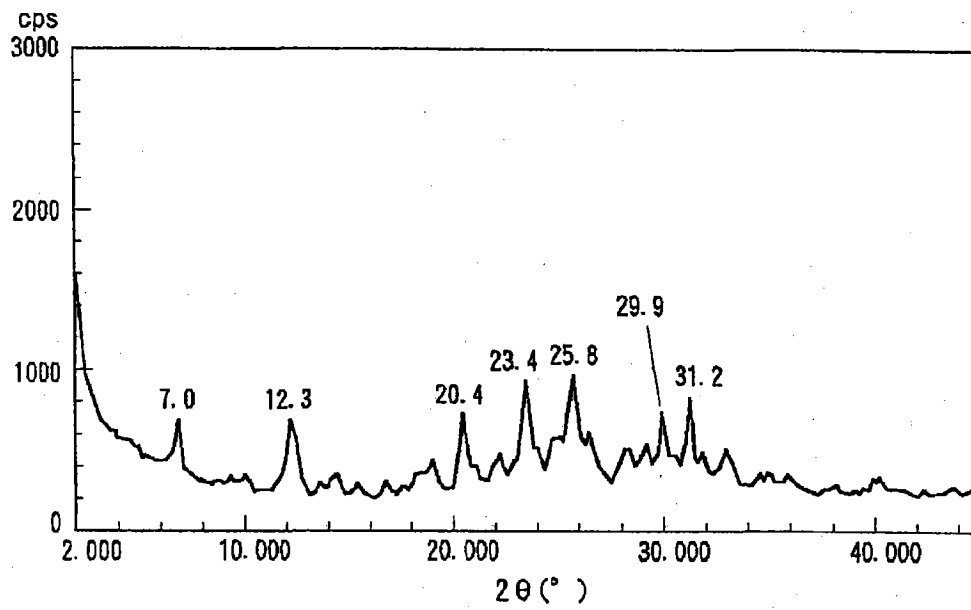


图 2

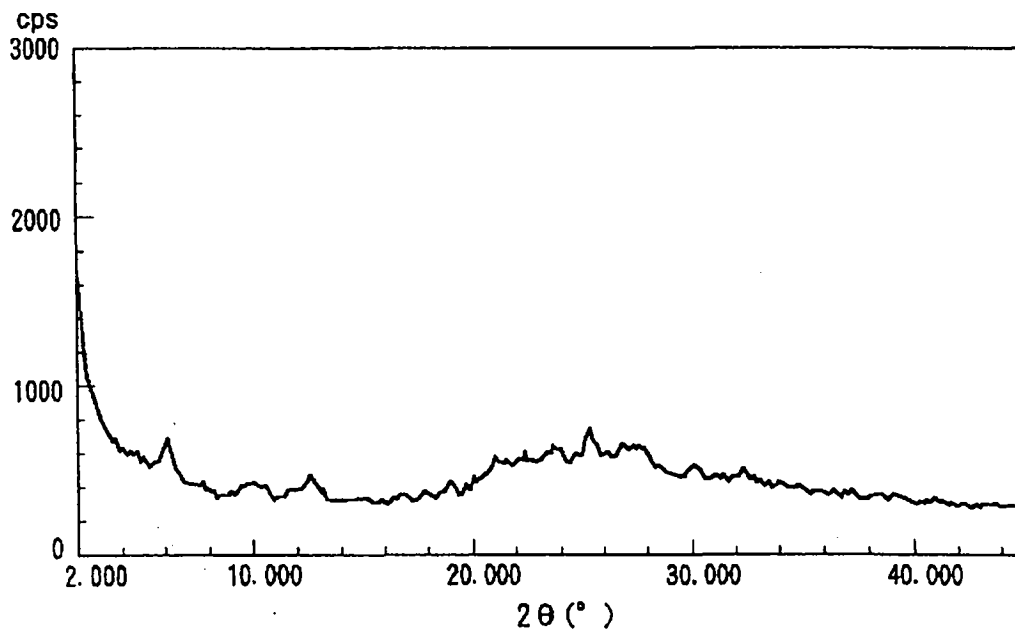


图 3