

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-83997

(P2010-83997A)

(43) 公開日 平成22年4月15日(2010.4.15)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 0 9 B 67/20 (2006.01)	C 0 9 B 67/20 A	2 H 0 2 5
G 0 2 B 5/20 (2006.01)	G 0 2 B 5/20 1 0 1	2 H 0 4 8
G 0 2 B 5/22 (2006.01)	G 0 2 B 5/22	2 H 0 9 6
G 0 3 F 7/004 (2006.01)	G 0 3 F 7/004 5 0 5	4 J 0 3 7
G 0 3 F 7/38 (2006.01)	G 0 3 F 7/38 5 0 1	
審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 40 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2008-254127 (P2008-254127)
 (22) 出願日 平成20年9月30日 (2008. 9. 30)

(71) 出願人 306037311
 富士フイルム株式会社
 東京都港区西麻布2丁目26番30号
 (74) 代理人 100101719
 弁理士 野口 恭弘
 (74) 代理人 100142295
 弁理士 深海 明子
 (72) 発明者 大塚 和久
 静岡県榛原郡吉田町川尻4000番地 富士フイルムエレクトロニクスマテリアルズ株式会社内
 Fターム(参考) 2H025 AB13 AC01 AD01 BC43 CA07
 CB13 CB14 CC01 CC12 CC20
 FA17

最終頁に続く

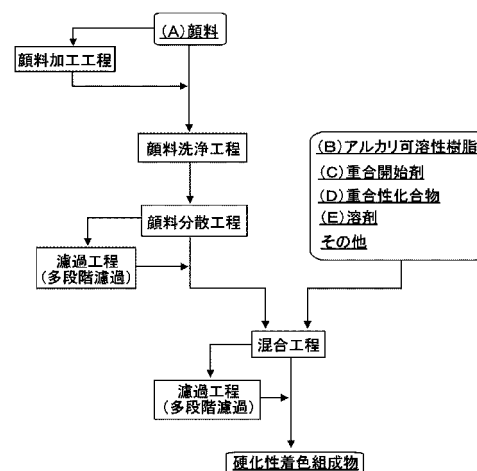
(54) 【発明の名称】 硬化性着色組成物及びその製造方法、カラーフィルタ、並びに、固体撮像素子

(57) 【要約】

【課題】 異物の混入が少ない硬化性着色組成物の製造方法を提供すること、さらに、該硬化性着色組成物を用いた歩留まりが高いカラーフィルタ及び固体撮像素子を提供すること。

【解決手段】 A) 顔料を洗浄する顔料洗浄工程と、(A) 顔料を分散する顔料分散工程と、(A) 顔料、(B) アルカリ可溶性樹脂、(C) 重合開始剤、(D) 重合性化合物、及び(E) 溶剤を混合する混合工程とを含み、前記顔料洗浄工程が、(A) 顔料をイオン交換水で洗浄する工程であることを特徴とする硬化性着色組成物の製造方法。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(A) 顔料を洗浄する顔料洗浄工程と、
(A) 顔料を分散する顔料分散工程と、
(A) 顔料、(B) アルカリ可溶性樹脂、(C) 重合開始剤、(D) 重合性化合物、及び (E) 溶剤を混合する混合工程とを含み、
前記顔料洗浄工程が、(A) 顔料をイオン交換水で洗浄する工程であることを特徴とする
硬化性着色組成物の製造方法。

【請求項 2】

前記顔料洗浄工程の前に、顔料を高分子化合物で被覆する顔料加工工程を有する、請求項 1 に記載の硬化性着色組成物の製造方法。

【請求項 3】

前記顔料分散工程の後、顔料分散物を多段階濾過する工程を含む、請求項 1 又は 2 に記載の硬化性着色組成物の製造方法。

【請求項 4】

前記混合工程が、接液部がテフロン（登録商標）加工された製造設備で行われる、請求項 1 ～ 3 いずれか 1 つに記載の硬化性着色組成物の製造方法。

【請求項 5】

前記混合工程の後、混合物を多段階濾過する工程をさらに含む、請求項 1 ～ 4 いずれか 1 つに記載の硬化性着色組成物の製造方法。

【請求項 6】

請求項 1 ～ 5 いずれか 1 つに記載の製造方法により得られたことを特徴とする硬化性着色組成物。

【請求項 7】

請求項 6 に記載の硬化性着色組成物を硬化して作製されたことを特徴とするカラーフィルタ。

【請求項 8】

請求項 7 に記載のカラーフィルタを備えることを特徴とする固体撮像素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、硬化性着色組成物及び製造方法、カラーフィルタ、並びに、固体撮像素子に関する。

【背景技術】

【0002】

カラーフィルタは、有機顔料や無機顔料を分散させた顔料分散液と、重合性化合物、重合開始剤、アルカリ可溶性樹脂及びその他の成分とを含有して着色硬化性組成物とし、これを用いてフォトリソ法、インクジェット法等により着色パターンを形成することで製造されている。

【0003】

近年、カラーフィルタは、液晶表示素子（LCD）用途においてモニターのみならずテレビ（TV）へと用途が拡大する傾向にある。この用途拡大の傾向に伴い、カラーフィルタには、色度、コントラスト等において高度の色特性が要求されるに至っている。また、イメージセンサ（固体撮像素子）用途のカラーフィルタにおいても、同様に色ムラの低減、色分解能の向上等、色特性の高いものが求められるようになっている。

また、高解像度のカラーフィルタが求められる結果、より薄膜化が求められ、その結果、高精細化、高濃度化への要求が高まっており、パターン剥がれや異物混入が無く、歩留まりよく製造できるカラーフィルタが求められている。

【0004】

上記のような要求に対して、特許文献1には、顔料からの蟻酸エチルによる抽出物が、該顔料の重量に対して1, 600 ppm以下であることを特徴とするカラーフィルタ用顔料が開示されている。また、特許文献2には、(A)着色剤、(B)バインダーポリマー、(C)重合性不飽和結合を2個以上有するカリックスアレーン誘導体を必須成分とする多官能性モノマー及び(D)光重合開始剤を含有することを特徴とするカラーフィルタ用感放射線性組成物が開示されている。

【0005】

【特許文献1】特開2000-19321号公報

【特許文献2】特開2000-47018号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明の目的は、異物の混入が少ない硬化性着色組成物の製造方法を提供することであり、さらに、該硬化性着色組成物を用いた歩留まりが高いカラーフィルタ及び固体撮像素子を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記課題は以下の<1>、<8>～<10>に記載の方法により達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。好ましい実施態様である<2>～<7>と共に以下に記載する。

<1> (A)顔料を洗浄する顔料洗浄工程と、(A)顔料を分散する顔料分散工程と、(A)顔料、(B)アルカリ可溶性樹脂、(C)重合開始剤、(D)重合性化合物、及び(E)溶剤を混合する混合工程とを含み、前記顔料洗浄工程が、(A)顔料をイオン交換水で洗浄する工程であることを特徴とする硬化性着色組成物の製造方法、

<2> 前記顔料洗浄工程の前に、顔料を高分子化合物で被覆する顔料加工工程を有する、<1>に記載の硬化性着色組成物の製造方法、

<3> 前記顔料加工工程が、ステンレス鋼からなる顔料加工装置で行われる、<1>又は<2>に記載の硬化性着色組成物の製造方法、

<4> 前記顔料分散工程が、ステンレス鋼からなる顔料分散装置で行われる、<1>～<3>いずれか1つに記載の硬化性着色組成物の製造方法、

<5> 前記顔料分散工程の後、顔料分散物を多段階濾過する工程を含む、<1>～<4>いずれか1つに記載の硬化性着色組成物の製造方法、

<6> 前記混合工程が、接液部がテフロン(登録商標)加工された製造設備で行われる、<1>～<5>いずれか1つに記載の硬化性着色組成物の製造方法、

<7> 前記混合工程の後、混合物を多段階濾過する工程をさらに含む、<1>～<6>いずれか1つに記載の硬化性着色組成物の製造方法、

<8> <1>～<7>いずれか1つに記載の製造方法により得られたことを特徴とする硬化性着色組成物、

<9> <8>に記載の硬化性着色組成物を硬化して作製されたことを特徴とするカラーフィルタ、

<10> <9>に記載のカラーフィルタを備えることを特徴とする固体撮像素子。

【発明の効果】

【0008】

本発明によれば、異物の混入が少ない硬化性着色組成物の製造方法を提供することができた。さらに、本発明によれば、該硬化性着色組成物を用いた歩留まりが高いカラーフィルタ及び固体撮像素子を提供することができた。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明の硬化性着色組成物の製造方法は、(A)顔料を洗浄する顔料洗浄工程と、(A)顔料を分散する顔料分散工程と、(A)顔料、(B)アルカリ可溶性樹脂、(C)重合

10

20

30

40

50

開始剤、(D)重合性化合物、及び(E)溶剤を混合する混合工程とを含み、前記顔料洗浄工程が、(A)顔料をイオン交換水で洗浄する工程であることを特徴とする。

本発明の製造方法により得られた硬化性着色組成物は、金属含有量が低いことが好ましく、ナトリウム(Na)、カリウム(K)、カルシウム(Ca)、鉄(Fe)、クロム(Cr)の各金属含有量がそれぞれ50ppm以下であることが好ましく、30ppm以下であることがより好ましく、10ppm以下であることがさらに好ましい。

【0010】

本発明者は、鋭意検討の結果、イメージセンサ(固体撮像素子)用途のカラーフィルタは、液晶表示素子(LCD)用途のカラーフィルタに比べ、画素サイズが小さいことから、硬化性着色組成物に含まれる金属含有量が多いとパターンの剥がれ、異物の残りが発生し、歩留まりの低下といった問題が生じやすくなることを見出した。

イメージセンサ(固体撮像素子)用途カラーフィルタの画素サイズが年々微細化する(ピクセルサイズ2 μ m以下)に伴い、単に濾過を行うことや、フィルタの孔径を小さくすることによる金属含有量の低減や、異物の低減を行うことは困難になりつつあった。特に、硬化性着色組成物には未溶解物である顔料が粒子として存在することもあり、これら金属含有量の低下、及び、異物を除去する工程が望まれてきた。

本発明によれば、顔料をイオン交換水で洗浄する工程を含むことにより、硬化性着色組成物の金属含有量が低下し、これを用いて作製したカラーフィルタの剥がれや異物の発生を抑制することができる。

【0011】

図1は、本発明の硬化性着色組成物の製造方法の工程図である。

本発明の硬化性着色組成物の製造方法において、(A)顔料は顔料洗浄工程の前に、顔料加工工程において、その表面を高分子化合物で被覆することが好ましい。次に、表面を高分子化合物で被覆した顔料を、顔料洗浄工程において、洗浄することが好ましい。本発明は、該顔料洗浄工程において、イオン交換水で顔料を洗浄するものである。また、顔料加工工程は、ステンレス鋼からなる顔料加工装置で行われることが好ましい。

次いで、洗浄した顔料を、必要に応じて乾燥した後、顔料分散工程により顔料分散液とする。本発明において、該顔料分散工程は、ステンレス鋼からなる顔料分散装置で行うことが好ましい。

顔料分散液は、必要に応じて濾過工程により濾過することが好ましく、多段階濾過することがより好ましい。

前記顔料分散液と、(B)アルカリ可溶性樹脂、(C)重合開始剤、(D)重合性化合物、及び、(E)溶剤、並びに、必要に応じて、その他の成分とを、混合工程において、混合し、硬化性着色組成物を製造する。前記混合工程は、接液部がテフロン(登録商標)加工された製造設備で行うことが好ましい。

なお、混合工程の後に、必要に応じて混合液を濾過することが好ましく、多段階濾過することがより好ましい。

以下、各工程及び各成分について詳述する。

なお、本発明において、数値範囲を表す「A～B」の記載は、「A以上B以下」を表す。すなわち、端点であるA及びBをも含むものである。

【0012】

(顔料加工工程)

本発明において、顔料は、顔料加工工程において高分子化合物で表面被覆することが好ましい。顔料加工工程は、高分子化合物で顔料を被覆することにより、分散性及び分散安定性を向上させるものであり、これによりコントラストが高く、色濃度ムラの少ない硬化性着色組成物及びカラーフィルタを得ることができる。

すなわち、高分子化合物を顔料処理に使用すると、顔料の1次粒子の凝集体である2次凝集体の生成を効果的に抑制、あるいは、2次凝集体の凝集力を効果的に弱めることができ、1次粒子に近い状態の分散体を得ることができ、コントラストの高いカラーフィルタ及び色濃度ムラの小さいカラーフィルタを得ることができる。

【0013】

このような顔料加工工程は、i) 顔料と、ii) 水溶性の無機塩と、iii) 実質的にii) を溶解しない少量の水溶性の有機溶剤、及びiv) 高分子化合物を加え、ニーダー等で機械的に混練する工程（この工程をソルトミリングと称する）、及び、この混合物を水中に投入し、ハイスピードミキサー等で攪拌しスラリー状とする工程を経て実施される。このような製造方法により、微細でかつ乾燥時の顔料の凝集が少ない加工顔料が得られる。

【0014】

上記したソルトミリングについて、さらに具体的に説明する。まず、i) 有機顔料とii) 水溶性の無機塩の混合物に、湿潤剤として少量のiii) 水溶性の有機溶剤を加え、ニーダー等で強く練り込んだ後、この混合物を水中に投入し、ハイスピードミキサー等で攪拌しスラリー状とする。次に、このスラリーをその後の洗浄工程において、濾過、水洗して必要により乾燥することにより、微細化された顔料が得られる。混合物を投入する水として、後述するイオン交換水を使用することも好ましい。これにより、顔料分散液中の金属含有量を低下させることができるので好ましい。

また、前記ニーダー及び／又はスラリー状とする水中への投入の際に、該顔料加工装置として、ステンレス鋼からなる装置を使用することが好ましい。ステンレス鋼からなる装置を使用することにより、最終的に得られる硬化性着色組成物への金属の混入を減少させ、得られるカラーフィルタへの異物の混入、剥がれ等を抑制することができるので好ましい。

なお、油性のワニスに分散して用いる場合には、乾燥前の処理顔料（濾過ケーキと呼ぶ）を一般にフラッシングと呼ばれる方法で、水を除去しながら油性のワニスに分散することも可能である。また水系のワニスに分散する場合は、処理顔料は乾燥する必要がなく、濾過ケーキをそのままワニスに分散することができる。

本発明においては、ソルトミリング時に上記iii) 有機溶剤にiv) 少なくとも一部可溶な樹脂を使用することにより、さらに微細で、表面がiv) 少なくとも一部可溶な樹脂による被覆された、乾燥時の顔料の凝集が少ない加工顔料が得られる。

乾燥凝集を防ぐ方法として、上記スラリー中にアルカリ水溶液に溶解したアルカリ可溶性樹脂を添加し、充分攪拌混合した後に塩酸又は硫酸等の酸性水溶液で中和して樹脂を顔料に沈着させるか、塩化カルシウム又は塩化バリウム等の水溶性の多価金属塩の水溶液を添加して樹脂を析出させて顔料に沈着させることにより、乾燥凝集を防ぐことも可能である。

なお、iv) 高分子化合物を加えるタイミングは、ソルトミリング工程の初期にすべてを添加してもよく、分割して添加してもよい。

【0015】

< i) (A) 顔料 >

本発明で用いる顔料としては、従来公知の種々の無機顔料又は有機顔料を適宜選択して用いることができる。顔料の粒子サイズとしては、硬化性着色組成物が好適に用いられるカラーフィルタが、高透過率であることが好ましいこと等を考慮すると、有機顔料が好ましく、また、なるべく粒子サイズの小さいものを使用することが好ましい。顔料分散液及びこれを含有する硬化性着色組成物のハンドリング性を考慮すると、顔料の平均1次粒子径としては、100nm以下が好ましく、30nm以下がより好ましく、5～25nmが最も好ましい。該粒径が前記範囲内であると、透過率が高く、色特性が良好であるとともに、高いコントラストのカラーフィルタを形成するのに有効である。平均1次粒子径は、SEMあるいはTEMで観察し、粒子が凝集していない部分で粒子サイズを100個計測し、平均値を算出することによって求める。

前記無機顔料としては、金属酸化物、金属錯塩等で示される金属化合物を挙げることができ、具体的には、鉄、コバルト、アルミニウム、カドミウム、鉛、銅、チタン、マグネシウム、クロム、亜鉛、アンチモン等の金属酸化物、及び前記金属の複合酸化物を挙げることができる。

【0016】

前記有機顔料としては、例えば、

C. I. Pigment Red 1、2、3、4、5、6、7、9、10、14、17、22、23、31、38、41、48：1、48：2、48：3、48：4、49、49：1、49：2、52：1、52：2、53：1、57：1、60：1、63：1、66、67、81：1、81：2、81：3、83、88、90、105、112、119、122、123、144、146、149、150、155、166、168、169、170、171、172、175、176、177、178、179、184、185、187、188、190、200、202、206、207、208、209、210、216、220、224、226、242、246、254、255、264、270、272、279；

10

C. I. Pigment Yellow 1、2、3、4、5、6、10、11、12、13、14、15、16、17、18、20、24、31、32、34、35、35：1、36、36：1、37、37：1、40、42、43、53、55、60、61、62、63、65、73、74、77、81、83、86、93、94、95、97、98、100、101、104、106、108、109、110、113、114、115、116、117、118、119、120、123、125、126、127、128、129、137、138、139、147、148、150、151、152、153、154、155、156、161、162、164、166、167、168、169、170、171、172、173、174、175、176、177、179、180、181、182、185、187、188、193、194、199、213、214；

20

C. I. Pigment Orange 2、5、13、16、17：1、31、34、36、38、43、46、48、49、51、52、55、59、60、61、62、64、71、73；

C. I. Pigment Green 7、10、36、37；

C. I. Pigment Blue 1、2、15、15：1、15：2、15：3、15：4、15：6、16、22、60、64、66、79、79のCl置換基をOHに変更したもの、80；

C. I. Pigment Violet 1、19、23、27、32、37、42；

C. I. Pigment Brown 25、28；

30

C. I. Pigment Black 1、7 等を挙げることができる。

【0017】

これらの中で好ましく用いることができる顔料として、以下のものを挙げることができる。但し、本発明においてはこれらに限定されるものではない。

C. I. Pigment Yellow 11、24、108、109、110、138、139、150、151、154、167、180、185；

C. I. Pigment Orange 36、71；

C. I. Pigment Red 122、150、171、175、177、209、224、242、254、255、264；

C. I. Pigment Violet 19、23、32；

40

C. I. Pigment Blue 15：1、15：3、15：6、16、22、60、66；

C. I. Pigment Green 7、36、37；

C. I. Pigment Black 1、7。

【0018】

これら有機顔料は、単独若しくは色純度を上げるため種々組合わせて用いることができる。上記の組合わせの具体例を以下に示す。例えば、赤の顔料として、アントラキノ系顔料、ペリレン系顔料、ジケトピロロピロール系顔料単独又はそれらの少なくとも1種と、ジスアゾ系黄色顔料、イソインドリン系黄色顔料、キノフタロン系黄色顔料又はペリレン系赤色顔料、アントラキノ系赤色顔料、ジケトピロロピロール系赤色顔料と、の混合

50

等を用いることができる。例えば、アントラキノン系顔料としては、C. I. Pigment Red 177が挙げられ、ペリレン系顔料としては、C. I. Pigment Red 155、C. I. Pigment Red 224が挙げられ、ジケトピロロピロール系顔料としては、C. I. Pigment Red 254が挙げられ、色再現性の点でC. I. Pigment Yellow 83、C. I. Pigment Yellow 139又はC. I. Pigment Red 177との混合が好ましい。

また、赤色顔料と他顔料との重量比は、100：5～100：80が好ましい。赤色顔料と他顔料との重量比が100：5以上であると、400nm～500nmの光透過を抑制することができ、高い色純度を得ることができるので好ましい。また、100：80以下であると、発色力に優れるので好ましい。特に、上記重量比としては、100：10～100：65の範囲が最適である。なお、赤色顔料同士の組み合わせの場合は、色度に合わせて調整することができる。

10

【0019】

また、緑の顔料としては、ハロゲン化フタロシアニン系顔料を1種単独で、又は、これとジスアゾ系黄色顔料、キノフタロン系黄色顔料、アゾメチン系黄色顔料若しくはイソインドリン系黄色顔料との混合を用いることができる。例えば、このような例としては、C. I. Pigment Green 7、36、37とC. I. Pigment Yellow 83、C. I. Pigment Yellow 138、C. I. Pigment Yellow 139、C. I. Pigment Yellow 150、C. I. Pigment Yellow 180又はC. I. Pigment Yellow 185との混合が好ましい。緑顔料と黄色顔料との重量比は、100：5～100：200が好ましい。上記重量比が100：5以上であると、400～450nmの光透過率を抑制することができ、高い色純度を得ることができるので好ましい。また、100：200以下であると、主波長が長波長よりとならず、NTSC目標色相からのずれが小さいので好ましい。上記重量比としては100：20～100：150の範囲が特に好ましい。

20

【0020】

青の顔料としては、フタロシアニン系顔料を1種単独で、又は、これとジオキサジン系紫色顔料との混合を用いることができる。特に好適な例として、C. I. Pigment Blue 15：6とC. I. Pigment Violet 23との混合を挙げることができる。

30

青色顔料と紫色顔料との重量比は、100：0～100：100が好ましく、より好ましくは100：70以下である。

【0021】

また、ブラックマトリックス用途に好適な顔料としては、カーボンブラック、グラファイト、チタンブラック、酸化鉄、酸化チタンを単独又は混合して用いることができ、カーボンブラックとチタンブラックとの組み合わせが好ましい。

また、カーボンブラックとチタンブラックとの重量比は、100：0～100：60の範囲が好ましい。100：60以下であると、分散安定性が良好である。

【0022】

<ii) 水溶性の無機塩>

40

本発明に用いられる水溶性の無機塩は、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又は硫酸ナトリウムを用いるのが好ましい。

ソルトミリング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（好ましくは有機顔料）の1～30重量倍、特に5～25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。

【0023】

<iii) 実質的にii)を溶解しない少量の水溶性の有機溶剤（水溶性有機溶剤）>

水溶性有機溶剤は、顔料（好ましくは有機顔料）、無機塩を湿潤する働きをするもので

50

あり、水に溶解（混和）し、かつ、用いる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、ソルトミリング時に温度が上昇し、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、エチレングリコール、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エチルエーテルアセテート、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。

10

【0024】

水溶性有機溶剤の添加量としては、無機塩に対して5重量%～50重量%が好ましい。より好ましくは無機塩に対して10重量%～40重量%であり、最適には無機塩に対して15重量%～35重量%である。添加量が5重量%以上であると、均一に混練できるので好ましく、また、粒子サイズの分布が狭くなるので好ましい。添加量が50重量%以下であると、混練組成物が適度な粘度となり、混練組成物にシアをかけることができ、十分な微細化効果を得ることができるので好ましい。

iii) 水溶性有機溶剤はソルトミリング初期に全てを添加してもよいし、分割して添加してもよい。また、水溶性有機溶剤は単独で使用してもよいし、2種以上を併用することもできる。

20

【0025】

<iv> 高分子化合物>

本発明において、高分子化合物は、酸基を有する単量体に由来する単量体単位を含むことが好ましい。高分子化合物が酸基を有する単量体に由来する単量体単位を含むことで、硬化性着色組成物に適用した場合において、未露光部の現像除去性に優れるので好ましい。

酸基を有する単量体としては、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、 α -クロルアクリル酸、ケイ皮酸等の不飽和モノカルボン酸類；マレイン酸、無水マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、無水イタコン酸、シトラコン酸、無水シトラコン酸、メサコン酸等の不飽和ジカルボン酸又はその無水物類；3価以上の不飽和多価カルボン酸又はその無水物類；コハク酸モノ（2-アクリロイロキシエチル）、コハク酸モノ（2-メタクリロイロキシエチル）、フタル酸モノ（2-アクリロイロキシエチル）、フタル酸モノ（2-メタクリロイロキシエチル）等の2価以上の多価カルボン酸のモノ〔（メタ）アクリロイロキシアルキル〕エステル類； ω -カルボキシ-ポリカプロラクトンモノアクリレート、 ω -カルボキシ-ポリカプロラクトンモノメタクリレート等の両末端カルボキシポリマーのモノ（メタ）アクリレート類等を挙げることができる。本発明において、高分子化合物は、酸基を有する単量体に由来する共重合単位を、1種のみ含むものであってもよいし、2種以上を含んでもよい。

30

【0026】

本発明において、高分子化合物の酸基を有する単量体に由来する単量体単位の含有量は、好ましくは酸価が50～200mg KOH/gとなる範囲であり、より好ましくは80～200mg KOH/gであり、さらに好ましくは90～180mg KOH/gである。すなわち、現像液中での析出物の生成抑制という点では、酸基を有する単量体に由来する単量体単位の含有量は酸価が50mg KOH/g以上の範囲となるものであることが好ましい。また、酸価が200mg KOH/g以下であると、酸基間の凝集が弱く、顔料間の凝集を生じることなく、分散性が良好であるので好ましい。顔料の1次粒子の凝集体である2次凝集体の生成を効果的に抑制、あるいは、2次凝集体の凝集力を効果的に弱めるためには、酸基を有する単量体に由来する単量体単位の含有量は上記範囲が好ましい。

40

【0027】

50

本発明において、さらに、共重合可能なビニルモノマーに由来する共重合単位を含んでもよい。

ここで使用可能なビニルモノマーとしては、特に制限されないが、例えば、(メタ)アクリル酸エステル類、クロトン酸エステル類、ビニルエステル類、マレイン酸ジエステル類、フマル酸ジエステル類、イタコン酸ジエステル類、(メタ)アクリルアミド類、ビニルエーテル類、ビニルアルコールのエステル類、スチレン類、(メタ)アクリロニトリル等が好ましい。このようなビニルモノマーの具体例としては、例えば以下のような化合物が挙げられる。なお、本明細書において「アクリル、メタクリル」のいずれかあるいは双方を示す場合「(メタ)アクリル」と記載することがある。

【0028】

(メタ)アクリル酸エステル類の例としては、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸n-プロピル、(メタ)アクリル酸イソプロピル、(メタ)アクリル酸n-ブチル、(メタ)アクリル酸イソブチル、(メタ)アクリル酸t-ブチル、(メタ)アクリル酸n-ヘキシル、(メタ)アクリル酸シクロヘキシル、(メタ)アクリル酸t-ブチルシクロヘキシル、(メタ)アクリル酸2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸t-オクチル、(メタ)アクリル酸ドデシル、(メタ)アクリル酸オクタデシル、(メタ)アクリル酸アセトキシエチル、(メタ)アクリル酸フェニル、(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチル、(メタ)アクリル酸2-メトキシエチル、(メタ)アクリル酸2-エトキシエチル、(メタ)アクリル酸2-(2-メトキシエトキシ)エチル、(メタ)アクリル酸3-フェノキシ-2-ヒドロキシプロピル、(メタ)アクリル酸ベンジル、(メタ)アクリル酸ジエチレングリコールモノメチルエーテル、(メタ)アクリル酸ジエチレングリコールモノエチルエーテル、(メタ)アクリル酸トリエチレングリコールモノメチルエーテル、(メタ)アクリル酸トリエチレングリコールモノエチルエーテル、(メタ)アクリル酸ポリエチレングリコールモノメチルエーテル、(メタ)アクリル酸ポリエチレングリコールモノエチルエーテル、(メタ)アクリル酸β-エチル、(メタ)アクリル酸ノニルフェノキシポリエチレングリコール、(メタ)アクリル酸ジシクロペンテニル、(メタ)アクリル酸ジシクロペンテニルオキシエチル、(メタ)アクリル酸トリフルオロエチル、(メタ)アクリル酸オクタフルオロペンチル、(メタ)アクリル酸パーフルオロオクチルエチル、(メタ)アクリル酸ジシクロペンタニル、(メタ)アクリル酸トリブロモフェニル、(メタ)アクリル酸トリブロモフェニルオキシエチル等が挙げられる。

【0029】

クロトン酸エステル類の例としては、クロトン酸ブチル、及びクロトン酸ヘキシル等が挙げられる。

ビニルエステル類の例としては、ビニルアセテート、ビニルプロピオネート、ビニルブチレート、ビニルメトキシアセテート、及び安息香酸ビニル等が挙げられる。

マレイン酸ジエステル類の例としては、マレイン酸ジメチル、マレイン酸ジエチル、及びマレイン酸ジブチル等が挙げられる。

フマル酸ジエステル類の例としては、フマル酸ジメチル、フマル酸ジエチル、及びフマル酸ジブチル等が挙げられる。

イタコン酸ジエステル類の例としては、イタコン酸ジメチル、イタコン酸ジエチル、及びイタコン酸ジブチル等が挙げられる。

【0030】

(メタ)アクリルアミド類としては、(メタ)アクリルアミド、N-メチル(メタ)アクリルアミド、N-エチル(メタ)アクリルアミド、N-プロピル(メタ)アクリルアミド、N-イソプロピル(メタ)アクリルアミド、N-n-ブチル(メタ)アクリルアミド、N-t-ブチル(メタ)アクリルアミド、N-シクロヘキシル(メタ)アクリルアミド、N-(2-メトキシエチル)(メタ)アクリルアミド、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド、N,N-ジエチル(メタ)アクリルアミド、N-フェニル(メタ)アクリルアミド、N-ベンジル(メタ)アクリルアミド、(メタ)アクリロイルモルホリン、ジア

セトンアクリルアミド等が挙げられる。

【0031】

ビニルエーテル類の例としては、メチルビニルエーテル、ブチルビニルエーテル、ヘキシルビニルエーテル、及びメトキシエチルビニルエーテル等が挙げられる。

スチレン類の例としては、スチレン、メチルスチレン、ジメチルスチレン、トリメチルスチレン、エチルスチレン、イソプロピルスチレン、ブチルスチレン、ヒドロキシスチレン、メトキシスチレン、ブトキシスチレン、アセトキシスチレン、クロロスチレン、ジクロロスチレン、ブロモスチレン、クロロメチルスチレン、酸性物質により脱保護可能な基（例えば t -Boc 等）で保護されたヒドロキシスチレン、ビニル安息香酸メチル、及び α -メチルスチレン等が挙げられる。

10

【0032】

本発明において、iv) 高分子化合物の好ましい分子量は、重量平均分子量 (M_w) で 1,000~100,000 の範囲、数平均分子量 (M_n) で 400~50,000 の範囲である。重量平均分子量 (M_w) で 5,000~50,000 の範囲、数平均分子量 (M_n) で 2,000~30,000 の範囲であることがより好ましく、重量平均分子量 (M_w) で 8,000~30,000 の範囲、数平均分子量 (M_n) で 4,000~12,000 の範囲であることがさらに好ましい。

すなわち、顔料の 1 次粒子の凝集体である 2 次凝集体の生成を効果的に抑制、あるいは、2 次凝集体の凝集力を効果的に弱めるための観点からは、高分子化合物の重量平均分子量 (M_w) は 1,000 以上であることが好ましい。また、顔料分散液を含有する硬化性着色組成物によりカラーフィルタを製造する際の現像性の観点からは、高分子化合物の重量平均分子量 (M_w) は 100,000 以下であることが好ましい。

20

また、顔料加工工程において、iv) 高分子化合物の含有量としては重量比で、i) 顔料 : iv) 高分子化合物 = 1 : 0.01~1 : 2 が好ましく、より好ましくは、1 : 0.05~1 : 1 であり、さらに好ましくは、1 : 0.1~1 : 0.6 である。

【0033】

該 iv) 高分子化合物は、例えば、酸基を有する単量体と、重合性オリゴマー（マクロモノマー）と、共重合成分として他のラジカル重合性化合物とを用い、通常の方法によって製造することができる。一般的には、懸濁重合法あるいは溶液重合法等を用いる。このような重合体を合成する際に用いられる溶媒としては、例えば、エチレンジクロリド、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン、アセトン、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、2-メトキシエチルアセテート、1-メトキシ-2-プロパノール、1-メトキシ-2-プロピルアセテート、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド、トルエン、酢酸エチル、乳酸メチル、乳酸エチル等が挙げられる。これらの溶媒は単独あるいは 2 種以上混合してもよい。

30

該ラジカル重合の際、ラジカル重合開始剤を使用することができ、また、さらに連鎖移動剤（例えば、2-メルカプトエタノール及びドデシルメルカプタン）を使用することができる。

【0034】

本発明において、加工顔料は、有機顔料等の i) 顔料粒子が iv) 高分子化合物で被覆されていることが好ましい。

40

また必要に応じて、上述の高分子化合物の他に、他の化合物を同時に使用してもよい。好ましくは室温において固体であり、水不溶性で、かつソルトミリング時の湿潤剤に用いる水溶性有機溶剤に少なくとも一部可溶であることが好ましく、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。

乾燥した処理顔料を用いる場合には、用いる化合物は室温で固体であることが好ましい。天然樹脂としてはロジンが代表的であり、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、タンパク誘導体及びそれらのオリゴマーが挙げられる。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

50

ル樹脂、メラミン樹脂、フェノール樹脂、ポリウレタン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。

【0035】

合成樹脂としては、ポリアミドアミンとその塩、ポリカルボン酸とその塩、高分子量不飽和酸エステル、ポリウレタン、ポリエステル、ポリ（メタ）アクリレート、（メタ）アクリル系共重合体、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物が挙げられる。

【0036】

このようにして得られた加工顔料は、顔料表面が前記高分子化合物により被覆され、有機溶剤に浸漬した場合でも遊離し難いことから、分散性及び分散安定性に優れた加工顔料となり、その応用範囲は広く、特に、顔料分散液の調製に有用である。

10

【0037】

（顔料洗浄工程）

本発明において、上記のようにして得られたスラリーを濾過、水洗し、必要に応じて乾燥することが好ましい。

本発明は、前記顔料洗浄の際に、イオン交換水を使用するものであり、イオン交換水の作製に使用するイオン交換樹脂としては、オルガノ（株）製カチオン・アニオン混合イオン交換樹脂EG-4-HG、EG-5-HG、ESG-1、ESG-2；栗田工業（株）製イオン交換樹脂DR-UM1等が例示できるがこれに限定されるものではない。

これらのイオン交換水の金属含有量は少ないことが好ましく、ナトリウム（Na）、カリウム（K）、カルシウム（Ca）の含有量がそれぞれ1ppb以下であることが好ましい。

20

金属含有量の少ないイオン交換水を用いて洗浄することにより、顔料分散液の金属含有量が低下し、これによって歩留まりのよいカラーフィルタ及び画像撮像素子を得ることができるので好ましい。

【0038】

（顔料分散工程）

次に、顔料分散工程について説明する。

本発明において、顔料分散液は、上記加工顔料を有機溶剤中に分散してなることが好ましい。

30

また、本発明において、加工顔料を有機溶剤中に分散する際、顔料誘導体、分散剤を適宜必要に応じて使用することも好ましい態様である

【0039】

<有機溶剤>

顔料分散液における溶剤としては、有機溶剤であれば特に制限はなく、公知のものの中から適宜選択することができ、例えば、1-メトキシ-2-プロピルアセテート、1-メトキシ-2-プロパノール、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチ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、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル等の（ポリ）アルキレングリコールモノアルキルエーテル及びこれらの酢酸エステル類；酢酸エチル、酢酸n-プロピル、酢酸i-プロピル、酢酸n-ブチル、酢酸i-ブチル等の酢酸エステル類；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；メチルエチルケトン、アセトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類；エタノール、プロパノール、ブタノール、ヘキサノール、シクロヘキサノール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、グリセリン等のアルコール類、等が挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。これらの中でも、アルキレングリコールモノアルキルエーテル類、及びその酢酸エステル類、酢酸エステル類、メチルエチルケトン、等が好ましい。

40

【0040】

顔料分散工程における溶剤の含有量は、顔料分散液の用途等に応じて適宜選択される。

50

取り扱い性の観点から、顔料及び顔料分散剤を含む固形分濃度が5～50重量%となるように含有することが好ましい。

【0041】

<顔料誘導体>

顔料分散工程において、必要に応じて、顔料誘導体が添加される。分散剤と親和性のある部分、あるいは極性基を導入した顔料誘導体を顔料表面に吸着させ、これを分散剤の吸着点として用いることで、顔料を微細な粒子として硬化性着色組成物中に分散させ、その再凝集を防止することができ、コントラストが高く、透明性に優れたカラーフィルタを構成するのに有効である。

【0042】

顔料誘導体は、具体的には有機顔料を母体骨格とし、側鎖に酸性基や塩基性基、芳香族基を置換基として導入した化合物である。有機顔料は、具体的には、キナクリドン系顔料、フタロシアニン系顔料、アゾ系顔料、キノフタロン系顔料、イソインドリン系顔料、イソインドリノン系顔料、キノリン顔料、ジケトピロロピロール顔料、ベンゾイミダゾロン顔料等が挙げられる。一般に、色素と呼ばれていないナフタレン系、アントラキノン系、トリアジン系、キノリン系等の淡黄色の芳香族多環化合物も含まれる。色素誘導体としては、特開平11-49974号公報、特開平11-189732号公報、特開平10-245501号公報、特開2006-265528号公報、特開平8-295810号公報、特開平11-199796号公報、特開2005-234478号公報、特開2003-240938号公報、特開2001-356210号公報等に記載されているものを使用できる。

【0043】

顔料誘導体の顔料分散液中における含有量としては、顔料の重量に対して、1～30重量%が好ましく、3～20重量%がより好ましい。該含有量が前記範囲内であると、粘度を低く抑えながら、分散を良好に行えと共に、分散後の分散安定性を向上させることができ、透過率が高く優れた色特性が得られ、カラーフィルタを作製するときには良好な色特性を有する高コントラストに構成することができる。

【0044】

<分散剤>

顔料の分散性をより向上させる目的で、従来から公知の顔料分散剤や界面活性剤等の分散剤、その他成分を加えることもできる。

公知の分散剤（顔料分散剤）としては、高分子分散剤（例えば、ポリアミドアミンとその塩、ポリカルボン酸とその塩、高分子量不飽和酸エステル、変性ポリウレタン、変性ポリエステル、変性ポリ（メタ）アクリレート、（メタ）アクリル系共重合体、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物）、及び、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、アルカノールアミン、顔料誘導体等を挙げることができる。

高分子分散剤は、その構造から、さらに直鎖状高分子、末端変性型高分子、グラフト型高分子、ブロック型高分子に分類することができる。

【0045】

高分子分散剤は顔料の表面に吸着し、再凝集を防止するように作用する。そのため、顔料表面へのアンカー部位を有する末端変性型高分子、グラフト型高分子、ブロック型高分子が好ましい構造として挙げることができる。一方で、顔料誘導体は顔料表面を改質することで、高分子分散剤の吸着を促進させる効果を有する。

【0046】

〔ブロック型高分子〕

ブロック型高分子としては、特に限定されないが、顔料吸着ブロックと、顔料に吸着しないブロックとからなるブロック型高分子が挙げられる。

顔料吸着ブロックを構成する単量体としては、特に制限されないが、例えば、顔料に吸着し得る官能基を有するモノマーが挙げられる。具体的には、有機色素構造あるいは複素

10

20

30

40

50

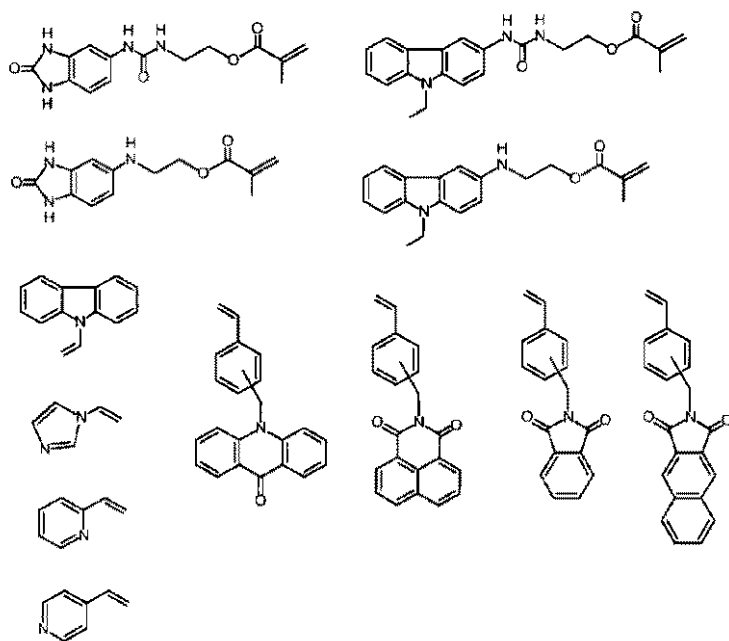
10

30

20

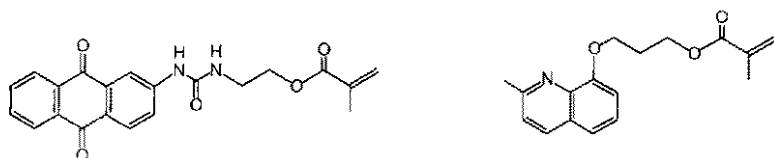
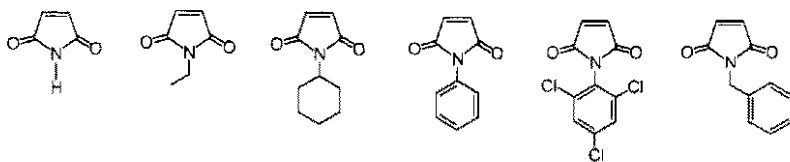
30

30

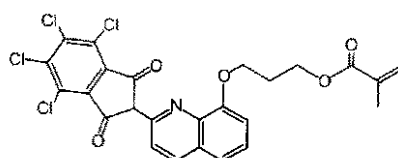
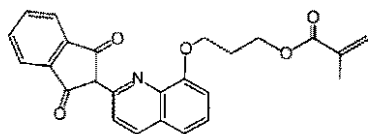
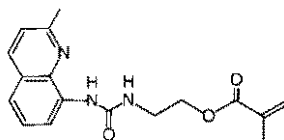
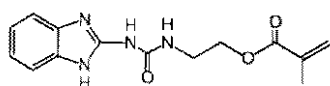


【 0 0 4 9 】

【化 2】



10



20

【0050】

酸性基を有するモノマーの例としては、カルボキシル基を有するビニルモノマーやスルホン酸基を有するビニルモノマーが挙げられる。

カルボキシル基を有するビニルモノマーとして、(メタ)アクリル酸、ビニル安息香酸、マレイン酸、マレイン酸モノアルキルエステル、フマル酸、イタコン酸、クロトン酸、ケイ皮酸、アクリル酸ダイマー等が挙げられる。また、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート等の水酸基を有する単量体と無水マレイン酸や無水フタル酸、シクロヘキサジカルボン酸無水物のような環状無水物との付加反応物、 ω -カルボキシーポリカプロラクトンモノ(メタ)アクリレート等も利用できる。また、カルボキシル基の前駆体として無水マレイン酸、無水イタコン酸、無水シトラコン酸等の無水物含有モノマーを用いてもよい。なお、これらのうちでは、共重合性やコスト、溶解性等の観点から(メタ)アクリル酸が特に好ましい。

30

【0051】

また、スルホン酸基を有するビニルモノマーとして、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸等が挙げられ、リン酸基を有するビニルモノマーとして、リン酸モノ(2-アクリロイルオキシエチルエステル)、リン酸モノ(1-メチル-2-アクリロイルオキシエチルエステル)等が挙げられる。

40

【0052】

塩基性窒素原子を有するモノマーとして、複素環を有するモノマーとしては、ビニルピリジン、ビニルイミダゾール、ビニルトリアゾール等が挙げられ、(メタ)アクリル酸エステルとしては、(メタ)アクリル酸N,N-ジメチルアミノエチル、(メタ)アクリル酸N,N-ジメチルアミノプロピル、(メタ)アクリル酸1-(N,N-ジメチルアミノ)-1,1-ジメチルメチル、(メタ)アクリル酸N,N-ジメチルアミノヘキシル、(メタ)アクリル酸N,N-ジエチルアミノエチル、(メタ)アクリル酸N,N-ジイソプロピルアミノエチル、(メタ)アクリル酸N,N-ジ-n-ブチルアミノエチル、(メタ)アクリル酸N,N-ジ-i-ブチルアミノエチル、(メタ)アクリル酸モルホリノエチル、(メタ)アクリル酸ピペリジノエチル、(メタ)アクリル酸1-ピロリジノエチル、

50

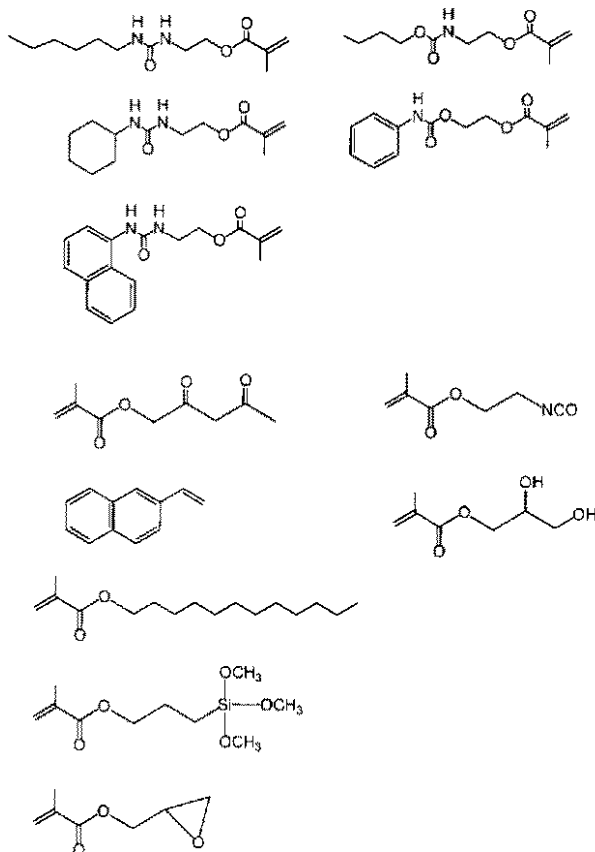
(メタ) アクリル酸 N, N-メチル-2-ピロリジルアミノエチル及び(メタ) アクリル酸 N, N-メチルフェニルアミノエチル等が挙げられ、(メタ) アクリルアミド類として、N-(N', N'-ジメチルアミノエチル) アクリルアミド、N-(N', N'-ジメチルアミノエチル) メタクリルアミド、N-(N', N'-ジエチルアミノエチル) アクリルアミド、N-(N', N'-ジエチルアミノエチル) メタクリルアミド、N-(N', N'-ジメチルアミノプロピル) アクリルアミド、N-(N', N'-ジメチルアミノプロピル) メタクリルアミド、N-(N', N'-ジエチルアミノプロピル) アクリルアミド、N-(N', N'-ジエチルアミノプロピル) メタクリルアミド、2-(N, N-ジメチルアミノ) エチル(メタ) アクリルアミド、2-(N, N-ジエチルアミノ) エチル(メタ) アクリルアミド、3-(N, N-ジエチルアミノ) プロピル(メタ) アクリルアミド、3-(N, N-ジメチルアミノ) プロピル(メタ) アクリルアミド、1-(N, N-ジメチルアミノ)-1, 1-ジメチルメチル(メタ) アクリルアミド及び6-(N, N-ジエチルアミノ) ヘキシル(メタ) アクリルアミド、モルホリノ(メタ) アクリルアミド、ピペリジノ(メタ) アクリルアミド、N-メチル-2-ピロリジル(メタ) アクリルアミド等が挙げられ、スチレン類としては、N, N-ジメチルアミノスチレン、N, N-ジメチルアミノメチルスチレン等、が挙げられる。

【 0 0 5 3 】

また、ウレア基、ウレタン基、配位性酸素原子を有する、炭素数4以上の炭化水素基、アルコキシシリル基、エポキシ基、イソシアネート基、水酸基を有するモノマーを用いることも可能である。具体的には、例えば、以下の構造のモノマーを挙げることができる。

【 0 0 5 4 】

【化 3】



【 0 0 5 5 】

さらに、イオン性官能基を含有するモノマーを利用することができる。イオン性ビニルモノマー（アニオン性ビニルモノマー、カチオン性ビニルモノマー）の例としては、アニオン性ビニルモノマーとして、前記酸性基を有するビニルモノマーのアルカリ金属塩や、

有機アミン（例えば、トリエチルアミン、ジメチルアミノエタノール等の3級アミン）との塩等が挙げられ、カチオン性ビニルモノマーとしては、前記含窒素ビニルモノマーを、ハロゲン化アルキル（アルキル基：C 1～18、ハロゲン原子：塩素原子、臭素原子又はヨウ素原子）；塩化ベンジル、臭化ベンジル等のハロゲン化ベンジル；メタンスルホン酸等のアルキルスルホン酸エステル（アルキル基：C 1～18）；ベンゼンスルホン酸、トルエンスルホン酸等のアリールスルホン酸アルキルエステル（アルキル基：C 1～18）；硫酸ジアルキル（アルキル基：C 1～4）等で4級化させたもの、ジアルキルジアリルアンモニウム塩等が挙げられる。

【0056】

顔料に吸着し得る官能基を有するモノマーは、分散する顔料の種類に応じて、適宜選択することができ、これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

10

【0057】

顔料に吸着しないブロックを構成する単量体としては、特に制限されないが、例えば、（メタ）アクリル酸エステル類、クロトン酸エステル類、ビニルエステル類、マレイン酸ジエステル類、フマル酸ジエステル類、イタコン酸ジエステル類、（メタ）アクリルアミド類、スチレン類、ビニルエーテル類、ビニルケトン類、オレフィン類、マレイミド類、（メタ）アクリロニトリル等を挙げることができる。これらの単量体は単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。アルカリ現像処理が必要な光硬化性組成物に適用する場合には、上記の顔料に吸着しないブロックを構成する単量体と、酸性基を有するビニルモノマーとを併用してもよい。

20

【0058】

（メタ）アクリル酸エステル類の例としては、（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル、（メタ）アクリル酸n-プロピル、（メタ）アクリル酸イソプロピル、（メタ）アクリル酸n-ブチル、（メタ）アクリル酸イソブチル、（メタ）アクリル酸t-ブチル、（メタ）アクリル酸アミル、（メタ）アクリル酸n-ヘキシル、（メタ）アクリル酸シクロヘキシル、（メタ）アクリル酸t-ブチルシクロヘキシル、（メタ）アクリル酸2-エチルヘキシル、（メタ）アクリル酸t-オクチル、（メタ）アクリル酸ドデシル、（メタ）アクリル酸オクタデシル、（メタ）アクリル酸アセトキシエチル、（メタ）アクリル酸フェニル、（メタ）アクリル酸4-ヒドロキシブチル、（メタ）アクリル酸2-メトキシエチル、（メタ）アクリル酸2-エトキシエチル、（メタ）アクリル酸2-（2-メトキシエトキシ）エチル、（メタ）アクリル酸2-クロロエチル、（メタ）アクリル酸ビニル、（メタ）アクリル酸2-フェニルビニル、（メタ）アクリル酸1-プロペニル、（メタ）アクリル酸アリル、（メタ）アクリル酸2-アリロキシエチル、（メタ）アクリル酸プロパルギル、（メタ）アクリル酸ベンジル、（メタ）アクリル酸ジエチレングリコールモノメチルエーテル、（メタ）アクリル酸ジエチレングリコールモノエチルエーテル、（メタ）アクリル酸トリエチレングリコールモノメチルエーテル、（メタ）アクリル酸トリエチレングリコールモノエチルエーテル、（メタ）アクリル酸ポリエチレングリコールモノメチルエーテル、（メタ）アクリル酸ポリエチレングリコールモノエチルエーテル、（メタ）アクリル酸β-フェノキシエトキシエチル、（メタ）アクリル酸ノニルフェノキシポリエチレングリコール、（メタ）アクリル酸ジシクロペンテニル、（メタ）アクリル酸ジシクロペンテニルオキシエチル、（メタ）アクリル酸トリフルオロエチル、（メタ）アクリル酸オクタフルオロペンチル、（メタ）アクリル酸パーフルオロクチルエチル、（メタ）アクリル酸ジシクロペンタニル、（メタ）アクリル酸トリプロモフェニル、（メタ）アクリル酸トリプロモフェニルオキシエチル、（メタ）アクリル酸γ-ブチロラクトン等が挙げられる。

30

40

【0059】

クロトン酸エステル類の例としては、クロトン酸ブチル、及びクロトン酸ヘキシル等が挙げられる。

ビニルエステル類の例としては、ビニルアセテート、ビニルクロロアセテート、ビニルプロピオネート、ビニルブチレート、ビニルメトキシアセテート、及び安息香酸ビニル等

50

が挙げられる。

マレイン酸ジエステル類の例としては、マレイン酸ジメチル、マレイン酸ジエチル、及びマレイン酸ジブチル等が挙げられる。

フマル酸ジエステル類の例としては、フマル酸ジメチル、フマル酸ジエチル、及びフマル酸ジブチル等が挙げられる。

イタコン酸ジエステル類の例としては、イタコン酸ジメチル、イタコン酸ジエチル、及びイタコン酸ジブチル等が挙げられる。

【0060】

(メタ)アクリルアミド類としては、(メタ)アクリルアミド、N-メチル(メタ)アクリルアミド、N-エチル(メタ)アクリルアミド、N-プロピル(メタ)アクリルアミド、N-イソプロピル(メタ)アクリルアミド、N-n-ブチルアクリル(メタ)アミド、N-t-ブチル(メタ)アクリルアミド、N-シクロヘキシル(メタ)アクリルアミド、N-(2-メトキシエチル)(メタ)アクリルアミド、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド、N,N-ジエチル(メタ)アクリルアミド、N-フェニル(メタ)アクリルアミド、N-ニトロフェニルアクリルアミド、N-エチル-N-フェニルアクリルアミド、N-ベンジル(メタ)アクリルアミド、(メタ)アクリロイルモルホリン、ジアセトンアクリルアミド、N-メチロールアクリルアミド、N-ヒドロキシエチルアクリルアミド、ビニル(メタ)アクリルアミド、N,N-ジアリル(メタ)アクリルアミド、N-アリル(メタ)アクリルアミド等が挙げられる。

【0061】

スチレン類の例としては、スチレン、メチルスチレン、ジメチルスチレン、トリメチルスチレン、エチルスチレン、イソプロピルスチレン、ブチルスチレン、ヒドロキシスチレン、メトキシスチレン、ブトキシスチレン、アセトキシスチレン、クロロスチレン、ジクロロスチレン、ブロモスチレン、クロロメチルスチレン、酸性物質により脱保護可能な基(例えばt-Boc等)で保護されたヒドロキシスチレン、ビニル安息香酸メチル、及びα-メチルスチレン等が挙げられる。

【0062】

ビニルエーテル類の例としては、メチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、2-クロロエチルビニルエーテル、ヒドロキシエチルビニルエーテル、プロピルビニルエーテル、ブチルビニルエーテル、ヘキシルビニルエーテル、オクチルビニルエーテル、メトキシエチルビニルエーテル及びフェニルビニルエーテル等が挙げられる。

ビニルケトン類の例としては、メチルビニルケトン、エチルビニルケトン、プロピルビニルケトン、フェニルビニルケトン等が挙げられる。

オレフィン類の例としては、エチレン、プロピレン、イソブチレン、ブタジエン、イソプレン等が挙げられる。

マレイミド類の例としては、マレイミド、ブチルマレイミド、シクロヘキシルマレイミド、フェニルマレイミド等が挙げられる。

(メタ)アクリロニトリルの例としては、メタクリロニトリル、アクリロニトリル等が挙げられる。

【0063】

前記酸性基を有するビニルモノマーの例としては、カルボキシル基を有するビニルモノマーやスルホン酸基を有するビニルモノマーが挙げられる。

カルボキシル基を有するビニルモノマーとして、(メタ)アクリル酸、ビニル安息香酸、マレイン酸、マレイン酸モノアルキルエステル、フマル酸、イタコン酸、クロトン酸、ケイ皮酸、アクリル酸ダイマー等が挙げられる。また、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート等の水酸基を有する単量体と無水マレイン酸や無水フタル酸、シクロヘキサジカルボン酸無水物のような環状無水物との付加反応物、ω-カルボキシーポリカプロラクトンモノ(メタ)アクリレート等も利用できる。また、カルボキシル基の前駆体として無水マレイン酸、無水イタコン酸、無水シトラコン酸等の無水物含有モノマーを用いてもよい。なお、これらのうちでは、共重合性やコスト、溶解性等の観点から(メタ)アクリ

ル酸が特に好ましい。

【0064】

また、スルホン酸基を有するビニルモノマーとして、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸等が挙げられ、リン酸基を有するビニルモノマーとして、リン酸モノ(2-アクリロイルオキシエチルエステル)、リン酸モノ(1-メチル-2-アクリロイルオキシエチルエステル)等が挙げられる。

さらに、酸性基を有するビニルモノマーとして、フェノール性ヒドロキシ基を含有するビニルモノマーやスルホンアミド基を含有するビニルモノマー等も利用することができる。

【0065】

本発明におけるブロック型高分子を得る方法としては、従来公知の方法が利用して得ることができる。例えば、リビング重合、イニフータ法等が知られており、さらに他の方法として、顔料吸着基を有する単量体又は顔料吸着基を有しない単量体をラジカル重合する際に、チオールカルボン酸又は2-アセチルチオエチルエーテル、10-アセチルチオデカンチオール等の分子内にチオエステルとチオール基とを含有する化合物を共存させて重合して得られた重合体を水酸化ナトリウムやアンモニア等のアルカリで処理して、片末端にチオール基を有する重合体とし、得られた片末端にチオール基を有する重合体の存在下でもう一方のブロックの単量体成分をラジカル重合する方法も知られている。これらの中でも、リビング重合が好適である。

【0066】

ブロック型高分子の重量平均分子量は、特に制限されないが、3,000~100,000の範囲とすることが好ましく、5,000~50,000の範囲がより好ましい。重量平均分子量が3,000以上であると、安定化効果をより効果的に得ることができ、また、重量平均分子量が100,000以下であると、より効果的に吸着して良好な分散性を発揮することができる。

【0067】

ブロック型高分子としては、市販品を利用することも可能である。具体的な例としては、DisperBYK-2000、同-2001(以上BYK Chemie社製)、EFKA4330、同4340(以上EFKA社製)等を挙げることができる。

【0068】

〔グラフト型高分子〕

グラフト型高分子については、特に制限されないが、特開昭54-37082号公報、特開昭61-174939号公報等に記載のポリアルキレンイミンとポリエステル化合物を反応させた化合物、特開平9-169821号公報に記載のポリアリルアミンの側鎖のアミノ基をポリエステルで修飾した化合物、特開昭60-166318号公報に記載のポリエステルポリオール付加ポリウレタン等が好適に挙げられ、さらに、特開平9-171253号公報や、マクロモノマーの化学と工業(アイピーシー出版部、1989年)等にあるように、重合性オリゴマー(以下、マクロモノマーと称する)を共重合成分とするグラフト型高分子も好適に挙げることができる。

【0069】

グラフト型高分子の枝部としては、ポリスチレン、ポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシド、ポリ(メタ)アクリル酸エステル、ポリカプロラクトン等が好適に挙げられるが、下記(5)で表される構成単位を枝部に少なくとも有するグラフト型高分子がより好ましい。

【0070】

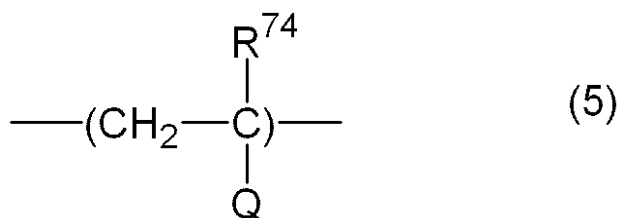
10

20

30

40

【化 4】



【0071】

式(5)中、 R^{74} は、水素原子又は炭素原子数1～8のアルキル基を表し、Qはシアノ基、炭素原子数6～30のアリール基、又は、 ---COOR^{75} (ここで、 R^{75} は水素原子、炭素原子数1～22のアルキル基、炭素原子数6～30のアリール基を表す。)を表す。

10

【0072】

式(5)中、 R^{74} で表されるアルキル基は置換基を有していてもよく、炭素原子数1～6のアルキル基が好ましく、特にメチル基が好ましい。アルキル基の置換基としてはハロゲン原子、カルボキシ基、アルコキシカルボニル基、アルコキシ基、等が挙げられる。このようなアルキル基の具体的な例としては、メチル基、エチル基、ヘキシル基、オクチル基、トリフルオロメチル基、カルボキシメチル基、メトキシカルボニルメチル基等が挙げられる。このような R^{74} のうち、水素原子、メチル基が好ましい。

【0073】

式(5)中、Qで表されるアリール基は置換基を有していてもよく、炭素原子数6～20のアリール基が好ましく、特に炭素原子数6～12のアリール基が好ましい。アリール基の置換基としてはハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アルコキシカルボニル基等が挙げられる。このようなアリール基の具体的な例としては、フェニル基、ナフチル基、トリル基、キシリル基、プロピルフェニル基、ブチルフェニル基、オクチルフェニル基、ドデシルフェニル基、メトキシフェニル基、エトキシフェニル基、ブトキシフェニル基、デシロキシフェニル基、クロロフェニル基、ジクロロフェニル基、ブromoフェニル基、メトキシカルボニルフェニル基、エトキシカルボニルフェニル基、ブトキシカルボニルフェニル基、等が挙げられる。このようなアリール基のうち、無置換アリール基、又は、ハロゲン原子、アルキル基、若しくはアルコキシ基で置換されたアリール基が好ましく、特に無置換アリール基、又は、アルキル基で置換されたアリール基が好ましい。

20

30

【0074】

式(5)のQで表される ---COOR^{75} 中の、 R^{75} で表されるアルキル基は置換基を有していてもよく、炭素原子数1～12のアルキル基が好ましく、特に炭素原子数1～8のアルキル基が好ましい。アルキル基の置換基としてはハロゲン原子、アルケニル基、アリール基、水酸基、アルコキシ基、アルコキシカルボニル基、アミノ基、アシルアミノ基、カルバモイル基等が挙げられる。このようなアルキル基の具体的な例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ヘプチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基、2-クロロエチル基、2-ブromoエチル基、2-メトキシカルボニルエチル基、2-メトキシエチル基、2-ブromoプロピル基、2-ブテン基、2-ペンテン基、3-メチル-2-ペンテン基、2-ヘキセン基、4-メチル-2-ヘキセン基、ベンジル基、フェネチル基、3-フェニルプロピル基、ナフチルメチル基、2-ナフチルエチル基、クロロベンジル基、ブromoベンジル基、メチルベンジル基、エチルベンジル基、メトキシベンジル基、ジメチルベンジル基、ジメトキシベンジル基、シクロヘキシル基、2-シクロヘキシルエチル基、2-シクロペンチルエチル基、ビスクロ〔3.2.1〕オクト-2-イル基、1-アダマンチル基、ジメチルアミノプロピル基、アセチルアミノエチル基、N、N-ジブチルアミノカルバモイルメチル基等が挙げられる。このようなアルキル基のうち、無置換アルキル基、又は、ハロゲン原子、アリール基、若しくは水酸基で置換されたアルキル基が好ましく、特に無置換アルキル基が好ましい。

40

50

【0075】

式(5)のQで表される $-COOR^{75}$ 中の、 R^{75} で表されるアリール基は置換基を有していてもよく、炭素原子数6～20のアリール基が好ましく、特に炭素原子数6～12のアリール基が好ましい。アリール基の置換基としてはハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、アルコキシカルボニル基、アシルアミノ基等が挙げられる。このようなアリール基の具体的な例としては、フェニル基、ナフチル基、トリル基、キシリル基、プロピルフェニル基、ブチルフェニル基、オクチルフェニル基、ドデシルフェニル基、メトキシフェニル基、エトキシフェニル基、ブトキシフェニル基、デシロキシフェニル基、クロロフェニル基、ジクロロフェニル基、ブロモフェニル基、メトキシカルボニルフェニル基、エトキシカルボニルフェニル基、ブトキシカルボニルフェニル基、アセトアミドフェニル基、プロピオアミドフェニル基、ドデシロイルアミドフェニル基、等が挙げられる。このようなアリール基のうち、無置換アリール基、又は、ハロゲン原子、アルキル基、若しくはアルコキシ基で置換されたアリール基が好ましく、特にアルキル基で置換されたアリール基が好ましい。

10

【0076】

このような R^{75} のうち、水素原子、炭素原子数1～22のアルキル基が好ましく、特に、水素原子、炭素原子数1～12のアルキル基が好ましい。

このような式(5)で表される構成単位を枝部に少なくとも有するグラフト型高分子の枝部の具体的な例としては、ポリメチル(メタ)アクリレート、ポリ-*n*-ブチル(メタ)アクリレート、ポリ-*i*-ブチル(メタ)アクリレート、メチル(メタ)アクリレートとベンジル(メタ)アクリレートとの共重合体、メチル(メタ)アクリレートとスチレンとの共重合体、メチル(メタ)アクリレートと(メタ)アクリル酸との共重合体、メチル(メタ)アクリレートとアクリロニトリルとの共重合体等が挙げられる。

20

【0077】

式(5)で表される構成単位を枝部に少なくとも有するグラフト型高分子の合成には、公知のいずれの方法を用いてもよい。

具体的には、式(5)で表される構成単位を少なくとも有するマクロモノマーと、該マクロモノマーと共重合可能なエチレン性不飽和モノマーと、の共重合が挙げられる。

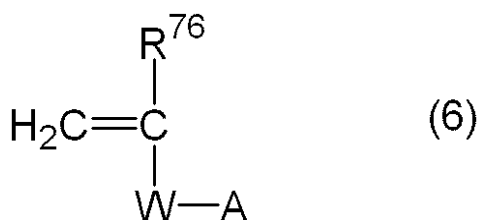
【0078】

式(5)で表される構成単位を少なくとも有するマクロモノマーのうち、好ましいものは下記式(6)で表されるものである。

30

【0079】

【化5】

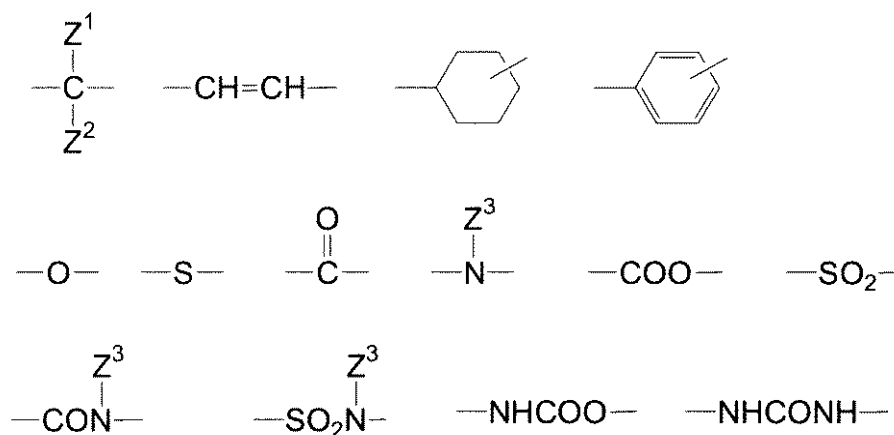


式(6)中、 R^{76} は、水素原子又は炭素原子数1～8のアルキル基を表し、Wは単結合又は、

40

【0080】

【化 6】



10

【0081】

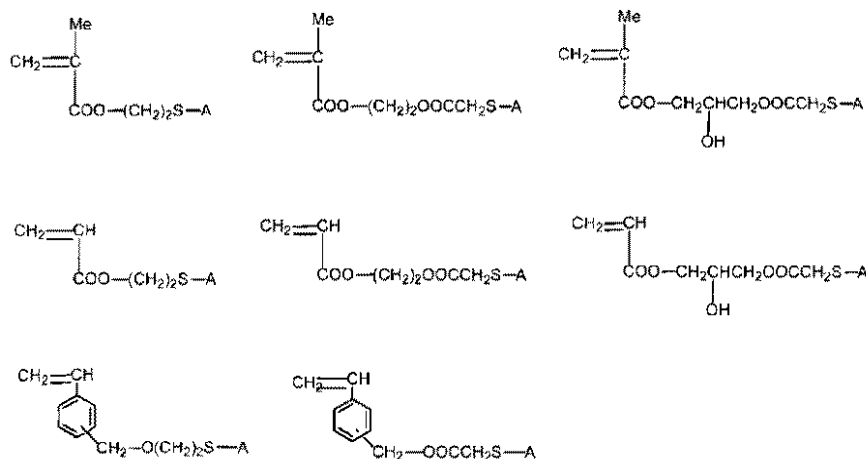
(Z^1 、 Z^2 は水素原子、ハロゲン原子、炭素原子数1～6のアルキル基、シアノ基、ヒドロキシ基を表し、 Z^3 は水素原子、炭素原子数1～18のアルキル基、炭素原子数6～20のアリール基を表す。)等の原子団から選ばれた単独の連結基若しくは任意の組合せで構成された連結基を表し、Aは、前記した式(5)で表される構成単位を少なくともも有する基を表す。

20

このような式(6)で表されるマクロモノマーの具体的な例としては、以下に示すものが挙げられる。

【0082】

【化 7】



30

【0083】

前記構造におけるAは、前記式(6)におけるAと同義である。

40

市販品として入手できるこのようなマクロモノマーとしては、片末端メタクリロイル化ポリメチルメタクリレートオリゴマー($M_n = 6,000$ 、商品名: AA-6、東亜合成(株)製)及び片末端メタクリロイル化ポリ-n-ブチルアクリレートオリゴマー($M_n = 6,000$ 、商品名: AB-6、東亜合成(株)製)、片末端メタクリロイル化ポリスチレンオリゴマー($M_n = 6,000$ 、商品名: AS-6、東亜合成(株)製)を挙げることができる。

【0084】

上記マクロモノマーの分子量としては、ポリスチレン換算の数平均分子量(M_n)が1,000～20,000であるのが好ましく、2,000～15,000であるのがより好ましい。上記数平均分子量が上記範囲内であると、顔料分散剤としての立体反発効果を

50

より効果的に得ることができる。

【0085】

上記に記載したマクロモノマーと共重合可能なエチレン性不飽和モノマーとしては、顔料の分散性、分散安定性を向上させるために、前記「顔料吸着ブロックを構成する単量体」を用いることが好ましい。また、その他の共重合成分として、前記「顔料に吸着しないブロックを構成する単量体」を共重合させてもよい。

【0086】

上記グラフト型高分子の重量平均分子量は、特に制限されないが、3,000～100,000の範囲とすることが好ましく、5,000～50,000の範囲がより好ましい。重量平均分子量が3,000以上であると、安定化効果をより効果的に得ることができ、また、重量平均分子量が100,000以下であると、より効果的に吸着して良好な分散性を発揮することができる。

10

【0087】

前記グラフト型高分子の市販品としては、ソルスパス24000、同28000、同32000、同38500、同39000、同55000（以上ルーブリゾール社製）、DisperBYK-161、同-171、同-174（以上BYK Chemie社製）等が挙げられる。

【0088】

〔末端変性型高分子〕

末端変性型高分子としては、例えば、特開平9-77994号公報や、特開2002-273191号公報等に記載されているポリマーの末端に官能基を有する高分子を挙げることができる。

20

【0089】

ポリマーの末端に官能基を有する高分子を合成する方法は、特に限定されないが、例えば、以下の方法及びこれらを組合わせた方法等を挙げることができる。

1. 官能基含有の重合開始剤を用いて重合（例えば、ラジカル重合、アニオン重合、カチオン重合等）で合成する方法

2. 官能基含有の連鎖移動剤を用いてラジカル重合で合成する方法

ここで導入する官能基は、有機色素構造、複素環構造、酸性基、塩基性窒素原子を有する基、ウレア基、ウレタン基、配位性酸素原子を有する基、炭素数4以上の炭化水素基、アルコキシシリル基、エポキシ基、イソシアネート基、水酸基及びイオン性官能基から選択される部位等が挙げられる。また、これらの吸着部位に誘導できる官能基であっても構わない。

30

【0090】

ポリマー末端に官能基を導入できる連鎖移動剤としては、例えば、メルカプト化合物（例えばチオグリコール酸、チオリンゴ酸、チオサリチル酸、2-メルカプトプロピオン酸、3-メルカプトプロピオン酸、3-メルカプト酪酸、N-（2-メルカプトプロピオニル）グリシン、2-メルカプトニコチン酸、3-〔N-（2-メルカプトエチル）カルバモイル〕プロピオン酸、3-〔N-（2-メルカプトエチル）アミノ〕プロピオン酸、N-（3-メルカプトプロピオニル）アラニン、2-メルカプトエタンスルホン酸、3-メルカプトプロパンスルホン酸、4-メルカプトブタンスルホン酸、2-メルカプトエタノール、3-メルカプト-1,2-プロパンジオール、1-メルカプト-2-プロパノール、3-メルカプト-2-ブタノール、メルカプトフェノール、2-メルカプトエチルアミン、2-メルカプトルイミダゾール、2-メルカプト-3-ピリジノール、ベンゼンチオール、トルエンチオール、メルカプトアセトフェノン、ナフタレンチオール、ナフタレンメタンチオール等）又はこれらメルカプト化合物の酸化体であるジスルフィド化合物、及びハロゲン化合物（例えば、2-ヨードエタンスルホン酸、3-ヨードプロパンスルホン酸等）が挙げられる。

40

【0091】

また、ポリマー末端に官能基を導入できる重合開始剤としては、例えば、2,2'-ア

50

ゾビス（２－シアノプロパノール）、２，２’－アゾビス（２－シアノペンタノール）、４，４’－アゾビス（４－シアノ吉草酸）、４，４’－アゾビス（４－シアノ吉草酸クロライド）、２，２’－アゾビス〔２－（５－メチル－２－イミダゾリン－２－イル）プロパン〕、２，２’－アゾビス〔２－（２－イミダゾリン－２－イル）プロパン〕、２，２’－アゾビス〔２－（３，４，５，６－テトラヒドロピリミジン－２－イル）プロパン〕、２，２’－アゾビス〔２－〔１－（２－ヒドロキシエチル）－２－イミダゾリン－２－イル〕プロパン〕、２，２’－アゾビス〔２－メチル－Ｎ－（２－ヒドロキシエチル）－プロピオンアミド〕等又はこれらの誘導体等が挙げられる。

【００９２】

重合に用いられるモノマーとしては、例えば、ラジカル重合性モノマーとしては、前記「顔料に吸着しないブロックを構成する単量体」を用いることができる。

10

【００９３】

上記の末端変性型高分子の分子量としては、重量平均分子量１，０００～５０，０００であることが好ましい。上記数平均分子量が１，０００以上であると、顔料分散剤としての立体反発効果をより効果的に得ることができ、５０，０００以下であると、より効果的に立体効果を抑制し、顔料への吸着の時間をより短縮できる。

【００９４】

前記末端変性型高分子の市販品としては、ソルスパース３０００、同１７０００、同２７０００（以上ルーブリゾール社製）等を挙げることができる。

分散剤としては、グラフト型高分子、末端変性型高分子が好ましく、中でも有機色素構造あるいは複素環構造を有する単量体に由来する共重合単位を含有するグラフト型高分子、末端基として有機色素構造、複素環構造、酸性基、塩基性窒素原子を有する基、ウレア基、又はウレタン基を有する末端変性型高分子が特に好ましい。

20

【００９５】

分散剤の添加量は、高分子分散剤の場合は、顔料に対して、０．５～１００重量％となるように添加することが好ましく、３～１００重量％がより好ましく、５～８０重量％が特に好ましい。顔料分散剤の量が前記範囲内であると、十分な顔料分散効果が得られる。但し、分散剤の最適な添加量は、使用する顔料の種類、溶剤の種類等の組み合わせ等により適宜調整される。

【００９６】

本発明において、顔料分散工程では、顔料と溶剤とさらに必要によって分散剤又はアルカリ可溶性樹脂を加えて混練、分散を行う。分散は主として縦型若しくは横型のサンドグラインダー、ピンミル、スリットミル、超音波分散機等を使用し、０．０１～１ｍｍの粒径のガラス、ジルコニア等でできたビーズで微分散処理し、顔料分散液を得ることが好ましい。ビーズ分散を行う前に、二本ロール、三本ロール、ボールミル、トロンミル、ディスパー、ニーダー、コニーダー、ホモジナイザー、ブレンダー、単軸若しくは２軸の押出機等を用いて、強い剪断力を与えながら混練分散処理を行うことも可能である。

30

ジルコニアビーズ等を用いたビーズ分散機としては、GETZMANN社製のディスパーマット等が例示でき、分散時間としては、３～６時間程度が好適である。

なお、混練、分散についての詳細は、T. C. Patton著 "Paint Flow and Pigment Dispersion"（１９６４年、John Wiley and Sons社刊）等に記載されている。

40

【００９７】

顔料分散工程において使用する顔料分散装置の材質としては、特に限定されず、例えば、ＳＳ鋼（一般構造用圧延鋼材、ＪＩＳ Ｇ３１０３）、ＳＵＳ鋼（ステンレス鋼、ＪＩＳ Ｇ４３０３）等が挙げられる。

ＳＳ鋼としては、ＳＳ３３０、ＳＳ４００、ＳＳ４９０等が例示できる。また、ＳＵＳ鋼としては、ＳＵＳ３０４、ＳＵＳ３０４Ｌ、ＳＵＳ３１６、ＳＵＳ３１６Ｌ等が例示できる。

本発明において、使用する顔料分散装置の材質としては、ＳＵＳ鋼（ステンレス鋼）であることが好ましい。顔料分散装置の材質をＳＵＳ鋼とすることによって、顔料分散液が

50

含有する金属含有量の増加を抑えることができるので好ましい。

SUS鋼の中でもCr含有量が低い、SUS鋼が好ましく（SUS304のCr含有量18～20%）、これらの中でも特に、顔料分散装置の材質としては、SUS316L（Cr含有量16～18%）が好ましい。

また、好適に使用できる顔料分散装置としては、例えば、GETZMANN社製ディスペーマット、寿工業（株）製ウルトラアペックスミル、浅田鉄工（株）製ピコグレンミルが例示できる。

【0098】

（濾過工程）

本発明において、前記顔料分散工程において得られた顔料分散液を濾過する濾過工程を有することが好ましい。

前記濾過工程は、好ましくは顔料分散液を調製後、1時間以上経過してから行うことが好ましく、より好ましくは6時間以上、さらに好ましくは12時間以上であり、特に好ましくは24時間以上である。

【0099】

前記濾過工程は、一段の濾過工程でもよく、二段以上の多段階濾過工程とすることもできるが、多段階濾過工程とすることがより好ましい。多段階濾過工程とすることにより、より効果的に金属含有量を減少させ、また、凝集粒子の除去を行うことができるので好ましい。

前記濾過工程で使用するフィルタとしては、デプス、メンブレン（上位概念）等が例示できる。フィルタの材質は適宜選択することができるが、PP（ポリプロピレン）、ナイロン、PE（ポリエチレン）が例示できる。フィルタの孔径は、5.0～0.6μmであることが好ましく、2.5～0.6μmであることがより好ましく、1.2～0.6μmであることがさらに好ましい。

濾過工程で使用するフィルタとしては、具体的には、プロファイルスター、HDCII、（日本ポール（株）製）、プロセスガードNP、パネルガードPDP（日本インテグリス（株）製）が例示できる。

これらの中でも、顔料分散液の濾過には、プロピレン材質のフィルタを使用することが好ましく、具体的にはHDCII、パネルガードPDPが好ましい。

【0100】

（混合工程）

本発明において、硬化性着色組成物は、前記顔料分散液に、（B）アルカリ可溶性樹脂、（C）重合性化合物、（D）重合開始剤、（E）溶剤を含有させ、これに必要に応じて界面活性剤等の添加剤を混合する混合工程を経ることによって調製することができる。

【0101】

前記混合工程に使用する混合装置としては、公知の攪拌機から選択すればよく、特に限定されない。

本発明において、混合工程は、接液部がテフロン（登録商標）加工された製造設備で行われることが好ましい。なお、接液部とは、混合工程において使用される製造設備の中で、混合液が接する部位であり、例えば、攪拌槽の内壁等がこれに該当する。

接液部がテフロン（登録商標）加工されていることにより、得られる硬化性着色組成物への不純物、特に金属の混入が抑制され、これにより、当該硬化性着色組成物を用いて得られるカラーフィルタの剥がれ、異物混入が抑制できるので好ましい。

なお、テフロン（登録商標）加工の方法については、公知の方法を適宜選択すればよい。

以下、混合工程で顔料と混合する各種の成分について詳述する。

【0102】

<（B）アルカリ可溶性樹脂>

アルカリ可溶性樹脂としては、線状有機高分子重合体であって、分子（好ましくは、アクリル系共重合体、スチレン系共重合体を主鎖とする分子）中に少なくとも1つのアルカ

10

20

30

40

50

リ可溶性を促進する基（例えばカルボキシル基、リン酸基、スルホン酸基等）を有するアルカリ可溶性樹脂の中から適宜選択することができる。このうち、さらに好ましくは、有機溶剤に可溶で弱アルカリ水溶液により現像可能なものである。

【0103】

アルカリ可溶性樹脂の製造には、例えば公知のラジカル重合法による方法を適用することができる。ラジカル重合法でアルカリ可溶性樹脂を製造する際の温度、圧力、ラジカル開始剤の種類及びその量、溶媒の種類等々の重合条件は、当業者において容易に設定可能であり、実験的に条件を定めるようにすることもできる。

【0104】

上記の線状有機高分子重合体としては、側鎖にカルボン酸を有するポリマーが好ましい。例えば特開昭59-44615号、特公昭54-34327号、特公昭58-12577号、特公昭54-25957号、特開昭59-53836号、特開昭59-71048号の各公報に記載されているような、メタクリル酸共重合体、アクリル酸共重合体、イタコン酸共重合体、クロトン酸共重合体、マレイン酸共重合体、部分エステル化マレイン酸共重合体等、並びに側鎖にカルボン酸を有する酸性セルロース誘導体、水酸基を有するポリマーに酸無水物を付加させたもの等であり、さらに側鎖に（メタ）アクリロイル基を有する高分子重合体も好ましいものとして挙げられる。

10

【0105】

これらの中では特に、ベンジル（メタ）アクリレート／（メタ）アクリル酸共重合体やベンジル（メタ）アクリレート／（メタ）アクリル酸／他のモノマーからなる多元共重合体が好適である。

20

このほか、2-ヒドロキシエチルメタクリレートを共重合したもの等も有用なものとして挙げられる。該ポリマーは任意の量で混合して用いることができる。

【0106】

上記以外に、特開平7-140654号公報に記載の、2-ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート／ポリスチレンマクロモノマー／ベンジルメタクリレート／メタクリル酸共重合体、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレート／ポリメチルメタクリレートマクロモノマー／ベンジルメタクリレート／メタクリル酸共重合体、2-ヒドロキシエチルメタクリレート／ポリスチレンマクロモノマー／メチルメタクリレート／メタクリル酸共重合体、2-ヒドロキシエチルメタクリレート／ポリスチレンマクロモノマー／ベンジルメタクリレート／メタクリル酸共重合体等が挙げられる。

30

【0107】

アルカリ可溶性樹脂の具体的な構成単位については、特に（メタ）アクリル酸と、これと共重合可能な他の単量体との共重合体が好適である。ここで（メタ）アクリル酸はアクリル酸とメタクリル酸を合わせた総称であり、以下も同様に（メタ）アクリレートはアクリレートとメタクリレートの総称である。

【0108】

前記（メタ）アクリル酸と共重合可能な他の単量体としては、アルキル（メタ）アクリレート、アリール（メタ）アクリレート、ビニル化合物等が挙げられる。ここで、アルキル基及びアリール基の水素原子は、置換基で置換されていてもよい。

40

前記アルキル（メタ）アクリレート及びアリール（メタ）アクリレートの具体例としては、メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、プロピル（メタ）アクリレート、ブチル（メタ）アクリレート、イソブチル（メタ）アクリレート、ペンチル（メタ）アクリレート、ヘキシル（メタ）アクリレート、オクチル（メタ）アクリレート、フェニル（メタ）アクリレート、ベンジル（メタ）アクリレート、トリル（メタ）アクリレート、ナフチル（メタ）アクリレート、シクロヘキシル（メタ）アクリレート等を挙げることができる。

【0109】

また、前記ビニル化合物としては、例えば、スチレン、 α -メチルスチレン、ビニルトルエン、グリシジルメタクリレート、アクリロニトリル、ビニルアセテート、N-ビニル

50

ピロリドン、テトラヒドロフルフリルメタクリレート、ポリスチレンマクロモノマー、ポリメチルメタクリレートマクロモノマー、 $\text{CH}_2=\text{CR}^1\text{R}^2$ 、 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{R}^1)(\text{COOR}^3)$ 〔ここで、 R^1 は水素原子又は炭素数1～5のアルキル基を表し、 R^2 は炭素数6～10の芳香族炭化水素環を表し、 R^3 は炭素数1～8のアルキル基又は炭素数6～12のアラルキル基を表す。〕、等を挙げることができる。

これら共重合可能な他の単量体は、1種単独であるいは2種以上を組合わせて用いることができる。好ましい共重合可能な他の単量体は、 $\text{CH}_2=\text{CR}^1\text{R}^2$ 、 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{R}^1)(\text{COOR}^3)$ 、フェニル（メタ）アクリレート、ベンジル（メタ）アクリレート及びスチレンから選択される少なくとも1種であり、特に好ましくは、 $\text{CH}_2=\text{CR}^1\text{R}^2$ 、及び／又は $\text{CH}_2=\text{C}(\text{R}^1)(\text{COOR}^3)$ である。

10

【0110】

アルカリ可溶性樹脂の硬化性着色組成物中における含有量としては、該組成物の全固形分に対して、1～15重量％が好ましく、より好ましくは2～12重量％であり、さらに好ましくは3～10重量％である。

【0111】

<重合性化合物>

本発明において、重合性化合物としては、光重合性化合物を好適に使用できる。

〔光重合性化合物〕

光重合性化合物としては、少なくとも1個の付加重合可能なエチレン性不飽和基を有し、沸点が常圧で100℃以上である化合物が好ましく、中でも4官能以上のアクリレート化合物がより好ましい。

20

【0112】

前記少なくとも1個の付加重合可能なエチレン性不飽和基を有し、沸点が常圧で100℃以上である化合物としては、例えば、ポリエチレングリコールモノ（メタ）アクリレート、ポリプロピレングリコールモノ（メタ）アクリレート、フェノキシエチル（メタ）アクリレート等の単官能のアクリレートやメタアクリレート；ポリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリメチロールエタントリ（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコールジ（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、ペンタエリスリトールテトラ（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、ヘキサンジオール（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（アクリロイルオキシプロピル）エーテル、トリ（アクリロイロキシエチル）イソシアヌレート、グリセリンやトリメチロールエタン等の多官能アルコールにエチレンオキシサイドやプロピレンオキシサイドを付加させた後（メタ）アクリレート化したもの、ペンタエリスリトール又はジペンタエリスリトールのポリ（メタ）アクリレート化したもの、特公昭48-41708号、特公昭50-6034号、特開昭51-37193号の各公報に記載のウレタンアクリレート類、特開昭48-64183号、特公昭49-43191号、特公昭52-30490号の各公報に記載のポリエステルアクリレート類、エポキシ樹脂と（メタ）アクリル酸との反応生成物であるエポキシアクリレート類等の多官能のアクリレートやメタアクリレートを挙げることができる。

30

さらに、日本接着協会誌Vol. 20、No. 7、300～308頁に光硬化性モノマー及びオリゴマーとして紹介されているものも使用できる。

40

また、特開平10-62986号公報において一般式（1）及び（2）としてその具体例と共に記載の、前記多官能アルコールにエチレンオキシサイドやプロピレンオキシサイドを付加させた後に（メタ）アクリレート化した化合物も用いることができる。

中でも、ジペンタエリスリトールペンタ（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、及びこれらのアクリロイル基がエチレングリコール、プロピレングリコール残基を介している構造が好ましい。これらのオリゴマータイプも使用できる。

【0113】

〔熱重合性化合物〕

50

本発明において、顔料分散液には、熱重合性化合物を含有させることも有効である。必要によっては、塗膜の強度を上げるために、エポキシ化合物を添加することができる。エポキシ化合物としては、ビスフェノールA型、クレゾールノボラック型、ビフェニル型、脂環式エポキシ化合物等のエポキシ環を分子中に2個以上有する化合物が好ましい。例えばビスフェノールA型としては、エポトートYD-115、YD-118T、YD-127、YD-128、YD-134、YD-8125、YD-7011R、ZX-1059、YDF-8170、YDF-170等（以上東都化成（株）製）、デナコールEX-1101、EX-1102、EX-1103等（以上ナガセ化成工業（株）製）、プラセルGL-61、GL-62、G101、G102（以上ダイセル化学工業（株）製）の他に、これらの類似のビスフェノールF型、ビスフェノールS型も挙げることができる。またEbecryl 3700、3701、600（以上ダイセル・サイテック（株）製）等のエポキシアクリレートも使用可能である。クレゾールノボラック型としては、エポトートYDPN-638、YDPN-701、YDPN-702、YDPN-703、YDPN-704等（以上東都化成（株）製）、デナコールEM-125等（以上ナガセ化成工業（株）製）、ビフェニル型としては3, 5, 3', 5'-テトラメチル-4, 4'-ジグリシジルビフェニル等、脂環式エポキシ化合物としては、セロキサイド2021、2081、2083、2085、エポリードGT-301、GT-302、GT-401、GT-403、EHPE-3150（以上ダイセル化学工業（株）製）、サントートST-3000、ST-4000、ST-5080、ST-5100等（以上東都化成（株）製）等を挙げることができる。また1, 1, 2, 2-テトラキス（p-グリシジルオキシフェニル）エタン、トリス（p-グリシジルオキシフェニル）メタン、トリグリシジルトリス（ヒドロキシエチル）イソシアヌレート、o-フタル酸ジグリシジルエステル、テレフタル酸ジグリシジルエステル、他にアミン型エポキシ樹脂であるエポトートYH-434、YH-434L、ビスフェノールA型エポキシ樹脂の骨格中にダイマー酸を変性したグリシジルエステル等も使用できる。

10

20

30

40

50

【0114】

重合性化合物は、1種単独で用いる以外に、2種以上を組合わせて用いることができる。

重合性化合物、特に光重合性化合物の硬化性着色組成物中における含有量としては、該組成物の全固形分100重量部に対して、20～200重量部が好ましく、より好ましくは50～120重量部である。重合性化合物の含有量が前記範囲内であると、硬化反応が充分に行える。

【0115】

<重合開始剤>

本発明において、重合開始剤としては光重合開始剤を使用することが好ましく、また、光重合開始剤と併用して、熱重合開始剤を使用することもできる。

〔光重合開始剤〕

光重合開始剤としては、例えば、特公昭57-6096号公報に記載のハロメチルオキサジアゾール、特公昭59-1281号公報、特開昭53-133428号公報等に記載のハロメチル-s-トリアジン等活性ハロゲン化合物、米国特許第4318791号明細書、欧州特許公開第88050号明細書等の各明細書に記載のケタール、アセタール、又はベンゾインアルキルエーテル類等の芳香族カルボニル化合物、米国特許第4199420号明細書に記載のベンゾフェノン類等の芳香族ケトン化合物、仏国特許第2456741号明細書に記載の（チオ）キサントン類又はアクリジン類化合物、特開平10-62986号公報に記載のクマリン類又はロフィンダイマー類等の化合物、特開平8-015521号公報等のスルホニウム有機硼素錯体等、等を挙げることができる。

【0116】

前記光重合開始剤としては、アセトフェノン系、ケタール系、ベンゾフェノン系、ベンゾイン系、ベンゾイル系、キサントン系、トリアジン系、ハロメチルオキサジアゾール系、アクリジン類系、クマリン類系、ロフィンダイマー類系、ビイミダゾール系、オキシム

エステル系等が好ましい。

前記アセトフェノン系光重合開始剤としては、例えば、2, 2-ジエトキシアセトフェノン、p-ジメチルアミノアセトフェノン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-プロパン-1-オン、p-ジメチルアミノアセトフェノン、4'-イソプロピル-2-ヒドロキシ-2-メチル-プロピオフェノン等を好適に挙げるができる。

前記ケタール系光重合開始剤としては、例えば、ベンジルジメチルケタール、ベンジル-β-メトキシエチルアセタール等を好適に挙げるができる。

前記ベンゾフェノン系光重合開始剤としては、例えば、ベンゾフェノン、4, 4'-(ビスジメチルアミノ)ベンゾフェノン、4, 4'-(ビスジエチルアミノ)ベンゾフェノン、4, 4'-ジクロロベンゾフェノン、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)-ブタノン-1、2-トリル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルフォリノフェニル)-ブタノン-1、2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルフォリノプロパノン-1等を好適に挙げるができる。

10

【0117】

前記ベンゾイン系又はベンゾイル系光重合開始剤としては、例えば、ベンゾインイソプロピルエーテル、ゼンゾインイソブチルエーテル、ベンゾインメチルエーテル、メチルオ-ベンゾイルベゾエート等を好適に挙げるができる。

前記キサントン系光重合開始剤としては、例えば、ジエチルチオキサントン、ジイソプロピルチオキサントン、モノイソプロピルチオキサントン、クロロチオキサントン、等を好適に挙げるができる。

20

前記トリアジン系光重合開始剤としては、例えば、2, 4-ビス(トリクロロメチル)-6-p-メトキシフェニル-s-トリアジン、2, 4-ビス(トリクロロメチル)-6-p-メトキシスチリル-s-トリアジン、2, 4-ビス(トリクロロメチル)-6-(1-p-ジメチルアミノフェニル)-1, 3-ブタジエニル-s-トリアジン、2, 4-ビス(トリクロロメチル)-6-ビフェニル-s-トリアジン、2, 4-ビス(トリクロロメチル)-6-(p-メチルビフェニル)-s-トリアジン、p-ヒドロキシエトキシスチリル-2, 6-ジ(トリクロロメチル)-s-トリアジン、メトキシスチリル-2, 6-ジ(トリクロロメチル)-s-トリアジン、3, 4-ジメトキシスチリル-2, 6-ジ(トリクロロメチル)-s-トリアジン、4-ベンズオキサラン-2, 6-ジ(トリクロロメチル)-s-トリアジン、4-(o-ブロモ-p-N, N-(ジエトキシカルボニルアミノ)-フェニル)-2, 6-ジ(クロロメチル)-s-トリアジン、4-(p-N, N-(ジエトキシカルボニルアミノ)-フェニル)-2, 6-ジ(クロロメチル)-s-トリアジン等を好適に挙げるができる。

30

【0118】

前記ハロメチルオキサジアゾール系光重合開始剤としては、例えば、2-トリクロロメチル-5-スチリル-1, 3, 4-オキサジアゾール、2-トリクロロメチル-5-(シアノスチリル)-1, 3, 4-オキサジアゾール、2-トリクロロメチル-5-(ナフト-1-イル)-1, 3, 4-オキサジアゾール、2-トリクロロメチル-5-(4-スチリル)スチリル-1, 3, 4-オキサジアゾール等を好適に挙げるができる。

40

前記アクリジン類系光重合開始剤としては、例えば、9-フェニルアクリジン、1, 7-ビス(9-アクリジニル)ヘプタン等を好適に挙げるができる。

前記クマリン類系光重合開始剤としては、例えば、3-メチル-5-アミノ-(s-トリアジン-2-イル)アミノ-3-フェニルクマリン、3-クロロ-5-ジエチルアミノ-(s-トリアジン-2-イル)アミノ-3-フェニルクマリン、3-ブチル-5-ジメチルアミノ-(s-トリアジン-2-イル)アミノ-3-フェニルクマリン等を好適に挙げるができる。

前記ロフィンダイマー類系光重合開始剤としては、例えば、2-(o-クロロフェニル)-4, 5-ジフェニルイミダゾリル二量体、2-(o-メトキシフェニル)-4, 5-ジフェニルイミダゾリル二量体、2-(2, 4-ジメトキシフェニル)-4, 5-ジフェ

50

ニルイミダゾリル二量体等を好適に挙げることができる。

前記ビイミダゾール系光重合開始剤としては、例えば、2-メルカプトベンズイミダゾール、2, 2'-ベンゾチアゾリルジサルファイド等を好適に挙げることができる。

【0119】

上記以外に、1-フェニル-1, 2-プロパンジオン-2-(α -エトキシカルボニル)オキシム、 α -ベンゾイル-4'-(ベンズメルカプト)ベンゾイル-ヘキシル-ケトキシム、2, 4, 6-トリメチルフェニルカルボニル-ジフェニルフォスフォニルオキサイド、ヘキサフルオロフォスフォロートリアルキルフェニルホスホニウム塩等が挙げられる。

【0120】

本発明では、以上の光重合開始剤に限定されるものではなく、他の公知のものも使用することができる。例えば、米国特許第2, 367, 660号明細書に記載のビシナルポリケトルアルドニル化合物、米国特許第2, 367, 661号及び第2, 367, 670号明細書に記載の α -カルボニル化合物、米国特許第2, 448, 828号明細書に記載のアシロインエーテル、米国特許第2, 722, 512号明細書に記載の α -炭化水素で置換された芳香族アシロイン化合物、米国特許第3, 046, 127号及び第2, 951, 758号明細書に記載の多核キノン化合物、米国特許第3, 549, 367号明細書に記載のトリアリルイミダゾールダイマー/p-アミノフェニルケトンの組み合わせ、特昭51-48516号公報に記載のベンゾチアゾール系化合物/トリハロメチル- s -トリアジン系化合物、J. C. S. Perkin II (1979) 1653-1660、J. C. S. Perkin II (1979) 156-162、Journal of Photopolymer Science and Technology (1995) 202-232、特開2000-66385号公報記載のオキシムエステル化合物等が挙げられる。

また、これらの光重合開始剤を併用することもできる。

【0121】

〔熱重合開始剤〕

本発明において、硬化性着色組成物に熱重合開始剤を含有させることも有効である。熱重合開始剤としては、例えば、各種のアゾ系化合物、過酸化物系化合物が挙げられ、前記アゾ系化合物としては、アゾビス系化合物を挙げることができ、前記過酸化物系化合物としては、ケトンパーオキサイド、パーオキシケタール、ヒドロパーオキサイド、ジアルキルパーオキサイド、ジアシルパーオキサイド、パーオキシエステル、パーオキシジカーボネート等を挙げることができる。

【0122】

重合開始剤の硬化性着色組成物中における含有量としては、該組成物の全固形分に対して、0.1~10.0重量%が好ましく、より好ましくは0.5~5.0重量%である。重合開始剤の含有量が前記範囲内であると、重合反応を良好に進行させて強度の良好な膜形成が可能である。

【0123】

<(E) 溶剤>

本発明において、硬化性着色組成物は、上記成分と共に溶剤を用いて好適に調製することができる。

溶剤としては、エステル類、例えば酢酸エチル、酢酸- n -ブチル、酢酸イソブチル、ギ酸アミル、酢酸イソアミル、酢酸イソブチル、プロピオン酸ブチル、酪酸イソプロピル、酪酸エチル、酪酸ブチル、アルキルエステル類、乳酸メチル、乳酸エチル、オキシ酢酸メチル、オキシ酢酸エチル、オキシ酢酸ブチル、メトキシ酢酸メチル、メトキシ酢酸エチル、メトキシ酢酸ブチル、エトキシ酢酸メチル、エトキシ酢酸エチル、3-オキシプロピオン酸メチル、3-オキシプロピオン酸エチル等の3-オキシプロピオン酸アルキルエステル類；3-メトキシプロピオン酸メチル、3-メトキシプロピオン酸エチル、3-エトキシプロピオン酸メチル、3-エトキシプロピオン酸エチル、2-オキシプロピオン酸メチル、2-オキシプロピオン酸エチル、2-オキシプロピオン酸プロピル、2-メトキシプロピオン酸メチル、2-メトキシプロピオン酸エチル、2-メトキシプロピオン酸プロ

ピル、2-エトキシプロピオン酸メチル、2-エトキシプロピオン酸エチル、2-オキシ-2-メチルプロピオン酸メチル、2-オキシ-2-メチルプロピオン酸エチル、2-メトキシ-2-メチルプロピオン酸メチル、2-エトキシ-2-メチルプロピオン酸エチル、ピルビン酸メチル、ピルビン酸エチル、ピルビン酸プロピル、アセト酢酸メチル、アセト酢酸エチル、2-オキシプロパン酸メチル、2-オキシプロパン酸エチル等；エーテル類、例えばジエチレングリコールジメチルエーテル、テトラヒドロフラン、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、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、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコール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、プロピレングリコールメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールエチルエーテルアセテート、プロピレングリコールプロピルエーテルアセテート等；ケトン類、例えばメチルエチルケトン、シクロヘキサノン、2-ヘプタノン、3-ヘプタノン等；芳香族炭化水素類、例えばトルエン、キシレン、等が挙げられる。

【0124】

これらのうち、3-エトキシプロピオン酸メチル、3-エトキシプロピオン酸エチル、エチルセロソルブアセテート、乳酸エチル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、酢酸ブチル、3-メトキシプロピオン酸メチル、2-ヘプタノン、シクロヘキサノン、エチルカルビトールアセテート、ブチルカルビトールアセテート、プロピレングリコールメチルエーテルアセテート等が好適である。

溶剤は、単独で用いる以外に2種以上を組合わせて用いてもよい。

【0125】

<その他成分>

本発明において、硬化性組成物には、必要に応じて、フッ素系有機化合物、熱重合開始剤、熱重合成分、熱重合防止剤、着色剤、光重合開始剤、その他充填剤、上記のアルカリ可溶性樹脂以外の高分子化合物、界面活性剤、密着促進剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、凝集防止剤等の各種添加物を含有することができる。

【0126】

〔フッ素系有機化合物〕

フッ素系有機化合物を含有することで、塗布液としたときの液特性（特に流動性）を改善でき、塗布厚の均一性や省液性を改善することができる。すなわち、基板と塗布液との界面張力を低下させて基板への濡れ性が改善され、基板への塗布性が向上するので、少量の液量で数 μm 程度の薄膜を形成した場合であっても、厚みムラの小さい均一厚の膜形成が可能である点で有効である。

【0127】

フッ素系有機化合物のフッ素含有率は3～40重量%が好適であり、より好ましくは5～30重量%であり、特に好ましくは7～25重量%である。フッ素含有率が前記範囲内であると、塗布厚均一性や省液性の点で効果的であり、組成物中への溶解性も良好である。

【0128】

フッ素系有機化合物としては、例えば、メガファックF171、同F172、同F173、同F177、同F141、同F142、同F143、同F144、同R30、同F437（以上、DIC（株）製）、フロラードFC430、同FC431、同FC171（以上、住友スリーエム（株）製）、サーフロンS-382、同SC-101、同SC-103、同SC-104、同SC-105、同SC1068、同SC-381、同SC-383、同S393、同KH-40（以上、旭硝子（株）製）等が挙げられる。

フッ素系界面活性剤としては、末端、主鎖及び側鎖の少なくともいずれかの部位にフルオロアルキル又はフルオロアルキレン基を有する化合物を好適に用いることができる。具体的市販品としては、例えばメガファックF142D、同F172、同F173、同F176、同F177、同F183、同780、同781、同R30、同R08、同F-472SF、同BL20、同R-61、同R-90（DIC（株）製）、フロラードFC-1

10

20

30

40

50

35、同FC-170C、同FC-430、同FC-431、Novec FC-4430（住友スリーエム（株）製）、アサヒガードAG7105、7000、950、7600、サーフロンS-112、同S-113、同S-131、同S-141、同S-145、同S-382、同SC-101、同SC-102、同SC-103、同SC-104、同SC-105、同SC-106（旭硝子（株）製）、エフトップEF351、同352、同801、同802（（株）ジェムコ製）等である。

【0129】

フッ素系有機化合物は特に、塗布膜を薄くしたときの塗布ムラや厚みムラの防止に効果的である。また、さらには液切れを起こしやすいスリット塗布においても効果的である。

【0130】

フッ素系有機化合物の添加量は、硬化性着色組成物の全重量に対して、0.001～2.0重量%が好ましく、より好ましくは0.005～1.0重量%である。

【0131】

〔界面活性剤〕

本発明において、硬化性着色組成物には、塗布性を改良する観点から、各種の界面活性剤を用いて構成することが好ましく、前述のフッ素系界面活性剤の他にノニオン系、カチオン系、アニオン系の各種界面活性剤を使用できる。中でも、前記のノニオン系界面活性剤でパーフルオロアルキル基を有するフッ素系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤が好ましい。

【0132】

ノニオン系界面活性剤の例として、例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレンアルキルアリアルエーテル類、ポリオキシエチレンアルキルエステル類、ソルビタンアルキルエステル類、モノグリセリドアルキルエステル類等のノニオン系界面活性剤が特に好ましい。具体的には、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等のポリオキシエチレンアルキルエーテル類；ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンポリスチリル化エーテル、ポリオキシエチレントリベンジルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンプロピレンポリスチリルエーテル、ポリオキシエチレンニルフェニルエーテル等のポリオキシエチレンアリアルエーテル類；ポリオキシエチレンジラウレート、ポリオキシエチレンジステアレート等のポリオキシエチレンジアルキルエステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル類、エチレンジアミンポリオキシエチレンポリオキシプロピレン縮合物等のノニオン系界面活性剤があり、これらは花王（株）、日本油脂（株）、竹本油脂（株）、（株）ADEKA、三洋化成（株）等から市販されているものが適宜使用できる。上記の他に前述の分散剤も使用可能である。

【0133】

上記以外に、硬化性着色組成物には各種の添加物を添加できる。添加物の具体例としては、2-（3-tert-ブチル-5-メチル-2-ヒドロキシフェニル）-5-クロロベンゾトリアゾール、アルコキシベンゾフェノン等の紫外線吸収剤、ポリアクリル酸ナトリウム等の凝集防止剤、ガラス、アルミナ等の充填剤；イタコン酸共重合体、クロトン酸共重合体、マレイン酸共重合体、部分エステル化マレイン酸共重合体、酸性セルロース誘導体、水酸基を有するポリマーに酸無水物を付加させたもの、アルコール可溶性ナイロン、ビスフェノールAとエピクロルヒドリンとから形成されたフェノキシ樹脂等のアルカリ可溶の樹脂等がある。

【0134】

また、未硬化部のアルカリ溶解性を促進し、硬化性着色組成物の現像性のさらなる向上を図る場合には、硬化性着色組成物に有機カルボン酸、好ましくは分子量1,000以下の低分子量有機カルボン酸の添加を行うことができる。具体的には、例えば、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、ピバル酸、カプロン酸、ジエチル酢酸、エナント酸、カプリル酸等の脂肪族モノカルボン酸；シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジ

10

20

30

40

50

ピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ブラシル酸、メチルマロン酸、エチルマロン酸、ジメチルマロン酸、メチルコハク酸、テトラメチルコハク酸、シトラコン酸等の脂肪族ジカルボン酸；トリカルバリル酸、アコニット酸、カンホロン酸等の脂肪族トリカルボン酸；安息香酸、トルイル酸、クミン酸、ヘメリト酸、メシチレン酸等の芳香族モノカルボン酸；フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、トリメリト酸、トリメシン酸、メロファン酸、ピロメリト酸等の芳香族ポリカルボン酸；フェニル酢酸、ヒドロアトロパ酸、ヒドロケイ皮酸、マンデル酸、フェニルコハク酸、アトロパ酸、ケイ皮酸、ケイ皮酸メチル、ケイ皮酸ベンジル、シンナミリデン酢酸、クマル酸、ウンベル酸等のその他のカルボン酸が挙げられる。

【0135】

〔熱重合防止剤〕

本発明において、硬化性着色組成物には、以上のほかにさらに、熱重合防止剤を加えておくことが好ましく、例えば、ハイドロキノン、p-メトキシフェノール、ジ-tert-ブチル-p-クレゾール、ピロガロール、tert-ブチルカテコール、ベンゾキノン、4,4'-チオビス(3-メチル-6-tert-ブチルフェノール)、2,2'-メチレンビス(4-メチル-6-tert-ブチルフェノール)、2-メルカプトベンゾイミダゾール等が有用である。

【0136】

(濾過工程)

本発明において、前記混合工程の後、得られた混合物を濾過する濾過工程を有することが好ましい。

前記濾過工程は、好ましくは混合工程にて混合液を調製後、1時間以上経過してから行うことが好ましく、6時間以上経過してから行うことがより好ましく、さらに好ましくは12時間以上であり、特に好ましくは24時間以上である。

【0137】

前記濾過工程は、一段の濾過工程でもよく、二段以上の多段階濾過工程とすることもできるが、多段階濾過工程とすることがより好ましい。多段階濾過工程とすることにより、より効果的に金属含有量を減少させ、また、凝集粒子の除去を行うことができるので好ましい。

前記濾過工程で使用するフィルタとしては、デプス、メンブレン(上位概念)等が例示できる。フィルタの材質は適宜選択することができるが、PP、ナイロン、PEが例示できる。フィルタの孔径は、3.0~0.45 μm であることが好ましく、2.5~0.45 μm であることがより好ましく、1.2~0.45 μm であることがさらに好ましい。

これらの中でも、混合液の濾過には、デプス構造とメンブレン構造の組合わせで使用するが好ましく、具体的にはHDCII(日本ボール(株)製デプス)、フロロガード、マイクロガード(日本インテグリス(株)製)が好ましい。

【0138】

本発明において、硬化性着色組成物を、直接又は他の層を介して基板に回転塗布、スリット塗布、流延塗布、ロール塗布、バー塗布等の塗布方法により塗布して、硬化性の塗布膜を形成し、所定のマスクパターンを介して露光し、露光後に未硬化部を現像液で現像除去することによって、各色(3色あるいは4色)の画素からなるパターン状皮膜を形成し、カラーフィルタとすることができる。

この際、使用する放射線としては、特にg線、h線、i線、j線等の紫外線が好ましい。液晶表示装置用のカラーフィルタは、プロキシミティ露光機、ミラープロジェクション露光機で主としてh線、i線を使用した露光が好ましく、固体撮像素子用のカラーフィルタでは、ステッパー露光機で主としてi線を使用することが好ましい。

【0139】

本発明において、カラーフィルタは、既述の硬化性着色組成物を用いてガラス等の基板上に形成されるものであり、前記硬化性着色組成物を直接若しくは他の層を介して基板上に例えばスリット塗布によって塗膜を形成した後、この塗膜を乾燥させ、パターン露光し

10

20

30

40

50

、現像液を用いた現像処理を順次行うことによって好適に作製することができる。これにより、液晶表示素子や固体撮像素子に用いられるカラーフィルタをプロセス上の困難性が少なく、高品質でかつ低コストに作製することができる。

【0140】

前記基板としては、例えば、液晶表示素子等に用いられる無アルカリガラス、ソーダガラス、パイレックス（登録商標）ガラス、石英ガラス、及びこれらに透明導電膜を付着させたものや、固体撮像素子等に用いられる光電変換素子基板、例えばシリコン基板等、並びにプラスチック基板が挙げられる。これらの基板には、通常、各画素を隔離するブラックマトリクスが形成されていたり、密着促進等のために透明樹脂層を設けたりしている。

10

【0141】

プラスチック基板には、その表面にガスバリアー層及び／又は耐溶剤性層を有していることが好ましい。このほかに、薄膜トランジスター（TFT）方式カラー液晶表示装置の薄膜トランジスター（TFT）が配置された駆動用基板（以下、「TFT方式液晶駆動用基板」という。）上にも本発明の製造方法により得られる硬化性着色組成物からなるパターン状皮膜を形成し、カラーフィルタを作製することができる。その際に使用されるフォトリソマスクには、画素を形成するためのパターンのほか、スルーホールあるいはコの字型の窪みを形成するためのパターンも設けられている。TFT方式液晶駆動用基板における基板としては、例えば、ガラス、シリコン、ポリカーボネート、ポリエステル、芳香族ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリイミド等を挙げることができる。これらの基板には、所望により、シランカップリング剤等による薬品処理、プラズマ処理、イオンブレーティング、スパッタリング、気相反応法、真空蒸着等の適宜の前処理を施しておくこともできる。例えば、TFT方式液晶駆動用基板の表面上、あるいは該駆動基板の表面に窒化ケイ素膜等のパッシベーション膜を形成した基板等を挙げることができる。

20

【0142】

硬化性樹脂組成物を基板に塗布する方法としては特に限定されるものではないが、スリット・アンド・スピン法、スピンレス塗布法等のスリットノズルを用いる方法（以下スリットノズル塗布法という）が好ましい。スリットノズル塗布法において、スリット・アンド・スピン塗布法とスピンレス塗布法は、塗布基板の大きさによって条件は異なるが、例えばスピンレス塗布法により第五世代のガラス基板（1, 100 mm×1, 250 mm）を塗布する場合、スリットノズルからの光硬化性組成物の吐出量は、好ましくは、500～2,000マイクロリットル／秒、より好ましくは800～1,500マイクロリットル／秒であり、また塗工速度は、好ましくは、50～300 mm／秒、より好ましくは100～200 mm／秒である。硬化性着色組成物の固形分としては、好ましくは10～20%、より好ましくは13～18%である。基板上に本発明の製造方法により得られる硬化性着色組成物による塗膜を形成する場合、該塗膜の厚み（プリベーク処理後）としては、好ましくは0.3～5.0 μmであり、より好ましくは0.5～4.0 μm、さらに好ましくは0.5～3.0 μmである。

30

【0143】

塗布後にプリベーク処理を施すことが好ましい。必要によってプリベーク前に真空処理を施すことができる。真空乾燥の条件は、真空度が、好ましくは0.1～1.0 torr、より好ましくは0.2～0.5 torr程度である。

40

プリベーク処理は、ホットプレート、オーブン等を用いて、好ましくは50～140℃の温度範囲で、より好ましくは70～110℃程度の温度範囲で、10～300秒の条件にて行うことが好ましい。高周波処理等を併用してもよい。高周波処理は単独でも使用可能である。

【0144】

現像処理では、露光後の未硬化部を現像液に溶出させ、硬化分のみを残存させる。現像温度としては、好ましくは20～30℃であり、現像時間としては好ましくは20～90秒である。

50

現像液としては、未硬化部における光硬化性の感光性組成物の塗膜を溶解する一方、硬化部を溶解しないものであれば、いずれのものも用いることができる。具体的には、種々の有機溶剤の組合わせやアルカリ性の水溶液を用いることができる。

【0145】

前記有機溶剤としては、顔料分散組成物又は硬化性着色組成物を調製する際に使用できる既述の溶剤が挙げられる。

前記アルカリ性の水溶液としては、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、硅酸ナトリウム、メタ硅酸ナトリウム、アンモニア水、エチルアミン、ジエチルアミン、ジメチルエタノールアミン、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド、コリン、ピロール、ピペリジン、1, 8-ジアザビシクロ[5, 4, 0]-7-ウンデセン等のアルカリ性化合物を、濃度が0.001~10重量%、好ましくは0.01~1重量%となるように溶解したアルカリ性水溶液が挙げられる。アルカリ性水溶液には、例えばメタノール、エタノール等の水溶性有機溶剤や界面活性剤等を適量添加することもできる。

【0146】

現像方式は、ディップ方式、シャワー方式、スプレー方式等いずれでもよく、これにスウィング方式、スピン方式、超音波方式等を組合わせてもよい。現像液に触れる前に、被現像面を予め水等で湿しておいて、現像ムラを防ぐこともできる。また基板を傾斜させて現像することもできる。

固体撮像素子用の場合はパドル現像も用いられる。

【0147】

現像処理後は、余剰の現像液を洗浄除去するリンス工程を経て、乾燥を施した後、硬化を完全なものとするために、加熱処理（ポストバーク）が施される。

リンス工程は通常は純水で行うが、省液のために、最終洗浄で純水を用い、洗浄はじめは使用済みの純水を使用したり、基板を傾斜させて洗浄したり、超音波照射を併用したりできる。

【0148】

リンスの後で水切り、乾燥をした後に、好ましくは約200℃~250℃の加熱処理を行う。この加熱処理（ポストバーク）は、現像後の塗布膜を、上記条件になるようにホットプレートやコンベクションオーブン（熱風循環式乾燥機）、高周波加熱機等の加熱手段を用いて、連続式あるいはバッチ式で行うことができる。

以上の操作を所望の色相数に合わせて各色毎に順次繰り返し行うことにより、複数色の着色された硬化膜が形成されてなるカラーフィルタを作製することができる。

【0149】

本発明において、硬化性着色組成物の用途として、主にカラーフィルタへの用途を中心に説明したが、カラーフィルタを構成する各着色画素を隔離するブラックマトリックスの形成にも適用することができる。

前記ブラックマトリックスは、顔料としてカーボンブラック、チタンブラック等の黒色顔料を用いた硬化性着色組成物を露光、現像し、その後必要に応じてさらにポストバークして膜の硬化を促進させることで形成できる。

【実施例】

【0150】

以下、本発明を実施例によりさらに具体的に説明するが、本発明はその主旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。なお、特に断りのない限り、「部」は重量基準である。

【0151】

1. 顔料加工工程

下記顔料 50 g、塩化ナトリウム 500 g、下記の特高分子化合物 25 g、及びジエチレングリコール 100 g をステンレス製 1 ガロンニーダー又は炭素鋼製 1 ガロンニーダーに仕込み、9 時間混練した。

次に、この混合物を約 3 リットルの水中に投入し、ハイスピードミキサーで約 1 時間攪拌した後に、ろ過、水洗して塩化ナトリウム及び溶剤を除き、乾燥して高分子化合物で被覆された加工顔料を得た。

なお、上記の混合物を投入した水、及び、水洗を行った水として、一般工業用水又はイオン交換水を使用した。

使用した顔料、特定高分子化合物は以下の通りである。

<顔料>

P R 2 5 4 ; C . I . ピグメントレッド 2 5 4

P R 1 7 7 ; C . I . ピグメントレッド 1 7 7

P G 3 6 ; C . I . ピグメントグリーン 3 6

P Y 1 5 0 ; C . I . ピグメントエロー 1 5 0

P B 1 5 : 6 ; C . I . ピグメントブルー 1 5 : 6

P V 2 3 ; C . I . ピグメントバイオレット 2 3

<特定高分子化合物>

メチルメタクリレート／メタクリル酸 = 8 5 / 1 5 重量%の共重合体で重量平均分子量 2 万、酸価 9 8 m g K O H / g

【0 1 5 2】

2. 顔料分散工程

下記組成 (1) の成分を混合し、ホモジナイザーを用いて回転数 3, 0 0 0 r p m で 3 時間攪拌して混合した。

〔組成 (1)〕

- ・加工顔料 (上記 1. 顔料加工で得られたもの) 9 5 部
- ・顔料誘導体 A 5 部

顔料誘導体は、具体的には有機顔料を母体骨格とし、側鎖に酸性基や塩基性基、芳香族基を置換基として導入した化合物である。有機顔料は、具体的には、キナクリドン系顔料、フタロシアニン系顔料、アゾ系顔料、キノフタロン系顔料、イソインドリン系顔料、イソインドリノン系顔料、キノリン顔料、ジケトピロロピロール顔料、ベンゾイミダゾロン顔料等が挙げられる。一般に、色素と呼ばれていないナフタレン系、アントラキノン系、トリアジン系、キノリン系等の淡黄色の芳香族多環化合物も含まれる。色素誘導体としては、特開平 1 1 - 4 9 9 7 4 号公報、特開平 1 1 - 1 8 9 7 3 2 号公報、特開平 1 0 - 2 4 5 5 0 1 号公報、特開 2 0 0 6 - 2 6 5 5 2 8 号公報、特開平 8 - 2 9 5 8 1 0 号公報、特開平 1 1 - 1 9 9 7 9 6 号公報、特開 2 0 0 5 - 2 3 4 4 7 8 号公報、特開 2 0 0 3 - 2 4 0 9 3 8 号公報、特開 2 0 0 1 - 3 5 6 2 1 0 号公報等に記載されているものを使用できる。

- ・分散剤 (ディスパーエイド 1 6 3 (ビックケミー社製顔料分散剤) の 3 0 % 1 - メトキシ - 2 - プロピルアセテート溶液) 7 5 0 部

【0 1 5 3】

続いて、上記より得られた混合溶液を、さらに 0. 3 m m φ ジルコニアビーズを用いたビーズ分散機ディスパーマット (G E T Z M A N N 社製) にて 6 時間分散処理を行い、その後さらに、減圧機構付き高圧分散機 N A N O - 3 0 0 0 - 1 0 (日本ビーイーイー (株) 製) を用いて、2, 0 0 0 k g / c m² の圧力で流量 5 0 0 g / m i n として分散処理を行った。この分散処理を 1 0 回繰り返し、顔料分散液を得た。

【0 1 5 4】

3. 顔料分散液の濾過

上記で得られた顔料分散液を、日本ボール (株) 製フィルタ (フィルタ材質; ポリプロピレン、ポアサイズ; 1. 2 μ m) に通し、0. 0 2 M P a の濾過圧にて一回以上濾過したもの、又は、未濾過、の各顔料分散液を得た。

なお、一段目の濾過は、各成分を混合後、1 時間経過後に行った。

【0 1 5 5】

4. 混合工程

以下の成分を攪拌機で混合し、それぞれ顔料濃度 35% の硬化性着色組成物を調製した。

〔成分〕

- ・顔料分散液（前記濾過後、又は、未濾過のもの） 47.5 重量部
- ・ベンジルメタアクリレート／メタクリル酸共重合体（＝70／30 [モル比]） 2.96 重量部
- ・プロピレングリコールモノメチルエチルアセテート 43.00 重量部
- ・IRGACURE OXE01 1.65 重量部
（チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製；光重合開始剤）
- ・p-メトキシフェノール（重合禁止剤） 0.002 重量部
- ・DPHA（ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート；重合性化合物） 4.89 重量部

10

【0156】

5. 濾過工程

上記で得られた混合液を、日本ボール（株）製フィルタ（フィルタ材質；ポリプロピレン、ポアサイズ；1.2 μm ）に通し、0.02 MPa の濾過圧にて濾過したもの、さらに同濾過圧で 1.2 μm 以下の日本ボール（株）製フィルタ（フィルタ材質；ポリプロピレン、ポアサイズ；0.6 μm ）で濾過し、硬化性着色組成物を得た。

なお、一段目の濾過は、各成分を混合後、1 時間経過後に行った。

【0157】

20

6. 顔料分散液、及び、硬化性着色組成物の重金属含有量の評価

各工程で得られた顔料分散液を原子吸光装置 Z-8270（日立製）で重金属含有量を調べた。サンプル容器はポリ容器とし、ガラス容器は Na 等の溶出原因となるため使用を避けた。

【0158】

7. 硬化性着色組成物異物評価

硬化性着色組成物を欠陥評価装置コンプラスIII（アプライドマテリアルズ社製）で評価を行った。

検出された全ての異物から、歩留低下の原因となる最大幅 1.0 μm 以上の異物を目視で分類した。分類された最大幅 1.0 μm 以上の異物の数（1 cm^2 当たりの数）をカウントし、異物数の評価を行った。

30

【0159】

<ウエハ処理>

硬化性着色組成物をスピンコートで均一に塗布して塗布膜を形成し、形成された塗布膜を、表面温度 100 $^{\circ}\text{C}$ のホットプレート上で 120 秒間加熱処理（プリバーク）してカラーレジスト層を形成し、カラーレジスト層付きウエハを得た。ここで、スピンコートの塗布回転数は、前記加熱処理後の塗布膜の膜厚が約 0.8 μm となるように調整した。

次に、i 線ステッパー（キャノン製 FPA-3000i5+）を用い、異物評価用のカラーレジスト層付きウエハのカラーレジスト層を、後述のフォトマスクを通してパターン露光した。

40

上記パターン露光は、硬化性着色組成物の露光感度である 300 mJ/cm^2 の露光量にて行った。

また、上記フォトマスクとしては、1.7 μm 角の正方形ピクセルパターンが配列されたマスクパターンを有するフォトマスクを用いた。

【0160】

パターン露光されたカラーレジスト層を、富士フイルムエレクトロニクスマテリアルズ（株）製有機アルカリ性現像液 CD-2060 を用いて、室温にて 60 秒パドル現像した。その後、20 秒スピンシャワーにて純水でリンスを行い、さらに純水にて水洗を行った。その後、水滴を高圧のエアで飛ばし、基板を自然乾燥させ、着色パターンを得た。

【0161】

50

(実施例 1 ～ 8 及び比較例 1)

顔料を洗浄する水のグレードを一般工業用水又はイオン交換水とし、顔料加工工程で使
用した設備材質を S U S (ステンレス鋼) 又は S S (炭素鋼) とした。

また、顔料分散工程後及び混合工程後の濾過を行わない、一段濾過、又は、二段濾過と
した。

さらに混合工程を、接液部が S U S 又は S S の製造設備、接液部をテフロン (登録商標
) 加工した製造設備、又は、その他の製造設備で行った。

実施例 1 ～ 8、比較例 1 で行った各工程及び評価結果を以下の表に示す。

【 0 1 6 2 】

【表 1】

	プロセス条件										評価項目														
	顔料加工					顔料分散工程					混合工程														
	水グレード		設備材質			濾過		設備材質			濾過		金属含有量(ppm)												
	工業用水	イオン交換水	SUS	SS		無	有	SS/SUS	770P	無	有	Na	K	Ca	Fe	Cr	ハガレ	欠陥数(ヶ/W)	異物						
比較例1	○	—	○	—	○	—	○	—	○	—	—	66	26	76	56	9	78	269							
実施例1	—	○	—	○	—	○	—	—	—	—	—	9	4	18	62	11	3	106							
実施例2	—	○	○	—	—	○	—	—	—	—	—	9	1	19	7	2	2	17							
実施例3	—	○	○	—	—	—	○(1)	—	—	—	—	9	3	16	8	2	4	10							
実施例4	—	○	○	—	—	—	○(2)	—	—	—	—	10	2	17	4	1	3	2							
実施例5	—	○	○	—	—	—	○(1)	○	—	○	—	11	3	13	44	7	3	15							
実施例6	—	○	○	—	—	—	○(1)	—	○	○	—	10	3	12	7	1	2	5							
実施例7	—	○	○	—	—	—	○(1)	—	○	—	○(1)	9	3	13	7	1	2	4							
実施例8	—	○	○	—	—	—	○(1)	—	○	—	○(2)	10	2	19	5	1	2	1							

なお、前記濾過工程後の括弧は、濾過回数を示す。

また、表中、S U Sはステンレス鋼を表し、S Sは炭素鋼を表す。

欠陥数は、ウェハ当たりの剥がれ及び異物を評価した。

【0164】

顔料の洗浄を工業用水で行った比較例1では、金属（N a、K、C a、F e、C r）の含有量がいずれも多く、また、ウェハ当たりの着色パターンの剥がれが78箇所、異物が268箇所観察された。

これに対し、イオン交換水を用いて顔料の洗浄を行った実施例1～8では、剥がれ及び異物の減少が認められた。

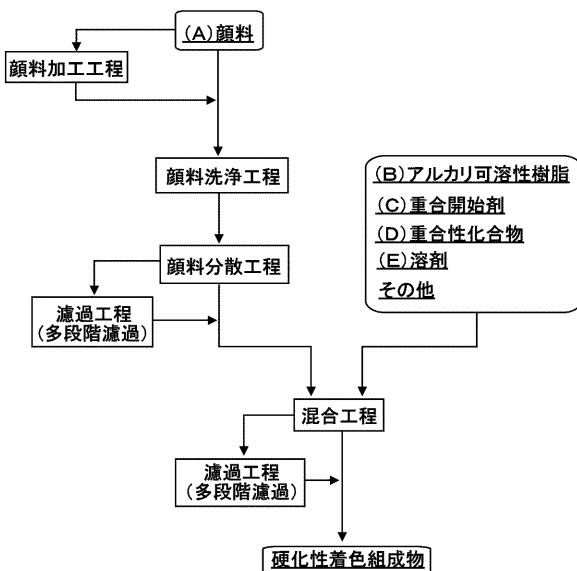
特に、顔料加工工程においてS U Sを使用した実施例2～8では、実施例1及び比較例1と比べて鉄（F e）の含有量が抑制され、また、剥がれ及び異物の発生がさらに抑制された。また、多段階濾過を行った実施例4及び実施例8では、特に異物の発生が抑制された。

【図面の簡単な説明】

【0165】

【図1】本発明の硬化性着色組成物の製造方法を示す工程図である。

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 0 9 B 67/54 (2006.01)	C 0 9 B 67/54	Z
C 0 9 B 67/08 (2006.01)	C 0 9 B 67/08	Z
C 0 9 D 17/00 (2006.01)	C 0 9 B 67/20	F
	C 0 9 D 17/00	

F ターム (参考) 2H048 BA02 BA48 BB02 BB46 CA04 CA14 CA17
2H096 AA28 BA05 DA10 EA02 GA09
4J037 AA08 CA14 CB28 CC01 CC13 CC15 CC16 CC17 CC18 CC22
CC23 CC24 CC26 DD23 DD24 EE03 EE12 EE28 EE33