

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5361142号
(P5361142)

(45) 発行日 平成25年12月4日(2013.12.4)

(24) 登録日 平成25年9月13日(2013.9.13)

(51) Int. Cl.		F 1	
C09B	67/10	(2006.01)	C09B 67/10
G02B	5/20	(2006.01)	G02B 5/20 101
C09D	17/00	(2006.01)	C09D 17/00
C09D	11/00	(2006.01)	C09D 11/00
C09B	67/20	(2006.01)	C09B 67/20 A

請求項の数 14 (全 60 頁) 最終頁に続く

<p>(21) 出願番号 特願2007-141060 (P2007-141060)</p> <p>(22) 出願日 平成19年5月28日 (2007.5.28)</p> <p>(65) 公開番号 特開2008-291193 (P2008-291193A)</p> <p>(43) 公開日 平成20年12月4日 (2008.12.4)</p> <p>審査請求日 平成22年1月28日 (2010.1.28)</p> <p>(出願人による申告) 国等の委託研究の成果に係る特許出願 (平成17年度独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 ナノテクノロジープログラム「ナノテク・先端部材実用化研究開発」 / 「有機顔料ナノ結晶の新規製造プロセスの研究開発」委託研究、産業活力再生特別措置法第30条の適用を受ける特許出願)</p>	<p>(73) 特許権者 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</p> <p>(74) 代理人 100076439 弁理士 飯田 敏三</p> <p>(74) 代理人 100118131 弁理士 佐々木 渉</p> <p>(74) 代理人 100131288 弁理士 宮前 尚祐</p> <p>(72) 発明者 中尾 真人 静岡県富士宮市中大里200番地 富士フイルム株式会社内</p> <p>(72) 発明者 藤村 秀俊 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士フイルム株式会社内</p> <p style="text-align: right;">最終頁に続く</p>
--	--

(54) 【発明の名称】 有機顔料粉末の製造方法、有機顔料分散組成物の製造方法、顔料分散フォトレジストの製造方法、液晶表示装置用カラーフィルタの製造方法、並びに液晶表示装置の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

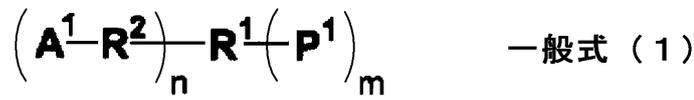
有機顔料の微粒子と質量平均分子量1000以上の高分子化合物とを含有してなる有機顔料粉末の製造方法であって、

有機酸を含有することのない良溶媒となる第1溶媒に前記有機顔料を溶解した有機顔料溶液と、前記有機顔料に対して貧溶媒となる第2溶媒とを混合し、その混合液中に前記有機顔料をナノメートルサイズの微粒子として析出させ、

前記混合液を作製した後に溶媒を除去し、次いで下記一般式(1)で表される高分子化合物を前記有機顔料100質量部に対して10質量部~1000質量部と第3溶媒とを導入し、

さらに再度溶媒を除去して固形分濃度60質量%以上の有機顔料粉末とする有機顔料粉末の製造方法。

【化1】



〔式中、R¹は(m+n)個の連結基を表し、R²は単結合あるいは2個の連結基を表す。A¹は、酸性基、窒素原子を有する塩基性基、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、および水酸基からなる群より選ばれる基を有する 1 価の有機基、または置換基を有してもよい有機色素構造もしくは複素環を含有する 1 価の有機基を表す。ただし、 n 個の A^1 は互いに同一であっても、異なってもよい。 m は 1 ~ 8 の数を表し、 n は 2 ~ 9 の数を表し、 $m + n$ は 3 ~ 10 を満たす。 P^1 は高分子化合物残基を表す。]

【第 3 溶媒：エステル化合物溶媒、アルコール化合物溶媒、芳香族化合物溶媒、および脂肪族化合物溶媒から選ばれる有機溶媒】

【請求項 2】

前記有機顔料溶液と第 2 溶媒とを、下記数式 (1) で表されるレイノルズ数 Re が 50 以上となる条件下で混合したことを特徴とする請求項 1 に記載の有機顔料粉末の製造方法。

$$Re = UL / \mu \quad \cdots \text{数式 (1)}$$

[数式 (1) 中、 Re はレイノルズ数を表し、 ρ は有機顔料溶液の密度を表し、 U は有機顔料溶液と第 2 溶媒とが会うときの相対速度を表し、 L は有機顔料溶液と第 2 溶媒とが会う部分の流路もしくは供給口の等価直径を表し、 μ は有機顔料溶液の粘性係数を表す。]

【請求項 3】

前記第 1 溶媒が、水性媒体、アルコール化合物溶媒、ケトン化合物溶媒、エーテル化合物溶媒、スルホキシド化合物溶媒、エステル化合物溶媒、アミド化合物溶媒、またはこれらの混合物であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の有機顔料粉末の製造方法。

【請求項 4】

前記第 2 溶媒が、水性媒体、アルコール化合物溶媒、ケトン化合物溶媒、エーテル化合物溶媒、スルホキシド化合物溶媒、エステル化合物溶媒、またはこれらの混合物であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

【請求項 5】

前記第 3 溶媒が、水性媒体、アルコール化合物溶媒、ケトン化合物溶媒、エーテル化合物溶媒、スルホキシド化合物溶媒、エステル化合物溶媒、アミド化合物溶媒、有機酸化合物溶媒、またはこれらの混合物であることを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

【請求項 6】

前記第 3 溶媒の導入前もしくは後の溶媒の除去において、固 - 液もしくは気 - 液乾燥法により溶媒分を除去して前記微粒子を粉末化することを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

【請求項 7】

前記第 3 溶媒として乳酸エチル、酢酸エチル、またはエタノールを用いることを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

【請求項 8】

前記有機顔料微粒子の平均粒径が $1 \text{ nm} \sim 1 \text{ }\mu\text{m}$ である請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

【請求項 9】

前記第 3 溶媒の導入量を前記有機顔料微粒子 100 質量部に対して、 $100 \sim 3000$ 00 質量部とする請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

【請求項 10】

請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の製造方法で得られた有機顔料粉末と第 4 溶媒とを含有させることを特徴とする有機顔料分散組成物の製造方法。

【請求項 11】

前記第 4 溶媒が、エステル化合物溶媒、アルコール化合物溶媒、芳香族化合物溶媒、または脂肪族化合物溶媒であることを特徴とする請求項 10 に記載の有機顔料分散組成物の製造方法。

【請求項 12】

請求項 10 または 11 に記載の方法で得られた有機顔料分散組成物と硬化化合物とを含

10

20

30

40

50

有らせて得ることを特徴とする顔料分散フォトレジストの製造方法。

【請求項 1 3】

請求項 1 0 または 1 1 に記載の方法で得られた有機顔料分散組成物を含有させて樹脂組成物とし、該樹脂組成物を固形化することを特徴とする液晶表示装置用カラーフィルタの製造方法。

【請求項 1 4】

請求項 1 3 に記載の方法で液晶表示装置用カラーフィルタを作製し、さらにこれを組み込んで表示画面とすることを特徴とする液晶表示装置の製造方法。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

本発明はナノメートルサイズの有機顔料の微粒子を含有する有機顔料粉末の製造方法、有機顔料分散組成物の製造方法、顔料分散フォトレジストの製造方法、液晶表示装置用カラーフィルタの製造方法、並びに液晶表示装置の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

液晶カラーディスプレイやビデオカメラ等、最先端画像関連機器に使用されるカラーフィルタは、基盤上に赤色（R）、緑色（G）、青色（B）の各着色画素部が形成された精密部材である。これら各着色画素部は、所定の色彩表示が再現されるように、各色の有機顔料が分散した樹脂の薄膜を、基板上に設けた微細構造を有する。そして、この着色画素部を形成するために光硬化性の顔料組成物を用いることがある。この顔料組成物は有機顔料を分散した顔料分散液及び光硬化性化合物に、必要に応じて樹脂等を加えることで化学的特性を調節して調製されている。

20

【0003】

上述のような画像関連機器に用いられる精密部材としてその要求を満たすためには、極めて高い部材特性が必要である。カラーフィルタについても高性能・高品質が求められており、その作製に用いられる有機顔料の改良が試みられている。具体的には、顔料分散組成物の調製において貯蔵安定性に優れるもの、該顔料分散組成物を使用したカラーフィルタ着色画素部の塗膜のコントラストに優れるものなどが要求されている。

30

【0004】

ここで有機顔料の分散方法についていうと、ピーズミル法やソルトミリング法などの各種ミリング法や、液相法などがある。ミリング法では、有機顔料を十分に微細化し、組成物中で分散させることが難しい（特許文献 1 参照）。液相法は微細な顔料粒子を得るのに適してはいるが、その顔料を含有する分散組成物が高粘度を示すことが多い。場合によっては貯蔵中にゲル化して使用できなくなることもある。液相法で得た顔料分散組成物を開示したものとして特許文献 2 がある。

【0005】

【特許文献 1】特開 2 0 0 0 - 2 3 9 5 5 4 号公報

40

【特許文献 2】国際公開第 W O 2 0 0 6 / 1 2 1 0 1 6 号パンフレット

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、低粘度で高い分散安定性を有する分散物、インクジェットインク、顔料分散フォトレジストとすることができ、かつ、カラーフィルタとしたときに高いコントラスト及び耐光性を示す有機顔料粉末の製造方法の提供を目的とする。また、本発明は、上記の有機顔料粉末を含有する有機顔料分散組成物の製造方法、顔料分散フォトレジストの製造方法、液晶表示装置用カラーフィルタの製造方法、並びに黒のしまりに優れ高い画像表示性能を発揮しうる液晶表示装置の製造方法の提供を目的とする。

50

【課題を解決するための手段】

【0007】

〔1〕有機顔料の微粒子と質量平均分子量1000以上の高分子化合物とを含有してなる有機顔料粉末の製造方法であって、

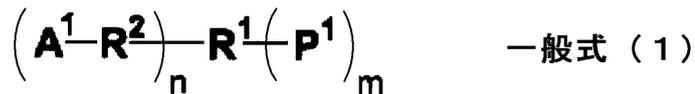
有機酸を含有することのない良溶媒となる第1溶媒に有機顔料を溶解した有機顔料溶液と、有機顔料に対して貧溶媒となる第2溶媒とを混合し、その混合液中に有機顔料をナノメートルサイズの微粒子として析出させ、

混合液を作製した後に溶媒を除去し、次いで下記一般式(1)で表される高分子化合物を前記有機顔料100質量部に対して10質量部～1000質量部と第3溶媒とを導入し

10

、さらに再度溶媒を除去して固形分濃度60質量%以上の有機顔料粉末とする有機顔料粉末の製造方法。

【化1】



〔式中、 R^1 は $(m+n)$ 個の連結基を表し、 R^2 は単結合あるいは2個の連結基を表す。 A^1 は、酸性基、窒素原子を有する塩基性基、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、および水酸基からなる群より選ばれる基を有する1個の有機基、または置換基を有してもよい有機色素構造もしくは複素環を含有する1個の有機基を表す。ただし、 n 個の A^1 は互いに同一であっても、異なってもよい。 m は1～8の数を表し、 n は2～9の数を表し、 $m+n$ は3～10を満たす。 P^1 は高分子化合物残基を表す。〕

20

〔第3溶媒：エステル化合物溶媒、アルコール化合物溶媒、芳香族化合物溶媒、および脂肪族化合物溶媒から選ばれる有機溶媒〕

〔2〕有機顔料溶液と第2溶媒とを、下記数式(1)で表されるレイノルズ数 Re が50以上となる条件下で混合したことを特徴とする〔1〕に記載の有機顔料粉末の製造方法。

$$Re = UL / \mu \quad \dots \quad \text{数式 (1)}$$

30

〔数式(1)中、 Re はレイノルズ数を表し、 ρ は有機顔料溶液の密度を表し、 U は有機顔料溶液と第2溶媒とが出会うときの相対速度を表し、 L は有機顔料溶液と第2溶媒とが出会う部分の流路もしくは供給口の等価直径を表し、 μ は有機顔料溶液の粘性係数を表す。〕

〔3〕第1溶媒が、水性媒体、アルコール化合物溶媒、ケトン化合物溶媒、エーテル化合物溶媒、スルホキド化合物溶媒、エステル化合物溶媒、アミド化合物溶媒、またはこれらの混合物であることを特徴とする〔1〕または〔2〕に記載の有機顔料粉末の製造方法。

〔4〕第2溶媒が、水性媒体、アルコール化合物溶媒、ケトン化合物溶媒、エーテル化合物溶媒、スルホキド化合物溶媒、エステル化合物溶媒、またはこれらの混合物であることを特徴とする〔1〕～〔3〕のいずれか1項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

40

〔5〕第3溶媒が、水性媒体、アルコール化合物溶媒、ケトン化合物溶媒、エーテル化合物溶媒、スルホキド化合物溶媒、エステル化合物溶媒、アミド化合物溶媒、有機酸化合物溶媒、またはこれらの混合物であることを特徴とする〔1〕～〔4〕のいずれか1項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

〔6〕第3溶媒の導入前もしくは後の溶媒の除去において、固-液もしくは気-液乾燥法により溶媒分を除去して微粒子を粉末化することを特徴とする〔1〕～〔5〕のいずれか1項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

〔7〕第3溶媒として乳酸エチル、酢酸エチル、またはエタノールを用いることを特徴とする〔1〕～〔6〕のいずれか1項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

50

〔 8 〕有機顔料微粒子の平均粒径が $1 \text{ nm} \sim 1 \text{ } \mu\text{m}$ である〔 1 〕～〔 7 〕のいずれか 1 項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

〔 9 〕第 3 溶媒の導入量を有機顔料微粒子 100 質量部に対して、 $100 \sim 300000$ 質量部とする〔 1 〕～〔 8 〕のいずれか 1 項に記載の有機顔料粉末の製造方法。

〔 10 〕〔 1 〕～〔 9 〕のいずれか 1 項に記載の製造方法で得られた有機顔料粉末と第 4 溶媒とを含有させることを特徴とする有機顔料分散組成物の製造方法。

〔 11 〕第 4 溶媒が、エステル化合物溶媒、アルコール化合物溶媒、芳香族化合物溶媒、または脂肪族化合物溶媒であることを特徴とする〔 10 〕に記載の有機顔料分散組成物の製造方法。

〔 12 〕〔 10 〕または〔 11 〕に記載の方法で得られた有機顔料分散組成物と硬化化合物とを含有させて得ることを特徴とする顔料分散フォトレジストの製造方法。

〔 13 〕〔 10 〕または〔 11 〕に記載の方法で得られた有機顔料分散組成物を含有させて樹脂組成物とし、樹脂組成物を固形化することを特徴とする液晶表示装置用カラーフィルタの製造方法。

〔 14 〕〔 13 〕に記載の方法で液晶表示装置用カラーフィルタを作製し、さらにこれを組み込んで表示画面とすることを特徴とする液晶表示装置の製造方法。

10

【発明の効果】

【 0008 】

本発明の製造方法によれば、低粘度で高い分散安定性を有する分散物、インクジェットインク、顔料分散フォトレジストとすることができ、かつ、カラーフィルタとしたときに高いコントラスト及び耐光性を示すという優れた作用効果を奏する。上記の顔料粉末は液晶表示装置用カラーフィルタに好適に用いられ、そのカラーフィルタを液晶表示装置に組み込んで画像表示させたとき、黒のしまりに優れ、高い画像表示性能を発揮するという優れた効果を奏する。

20

【発明を実施するための最良の形態】

【 0009 】

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明の有機顔料粉末において用いられる有機顔料は、色相的に限定されるものではなく、例えば、ペリレン化合物顔料、ペリノン化合物顔料、キナクリドン化合物顔料、キナクリドンキノ化合物顔料、アントラキノン化合物顔料、アントアントロン化合物顔料、ベンズイミダゾロン化合物顔料、ジスアゾ縮合化合物顔料、ジスアゾ化合物顔料、アゾ化合物顔料、インダントロン化合物顔料、フタロシアニン化合物顔料、トリアリールカルボニウム化合物顔料、ジオキサジン化合物顔料、アミノアントラキノン化合物顔料、ジケトピロロピロール化合物顔料、チオインジゴ化合物顔料、イソインドリン化合物顔料、イソインドリノン化合物顔料、ピラントロン化合物顔料、イソピオラントロン化合物顔料、それらの混合物などが挙げられる。

30

【 0010 】

なかでも、キナクリドン化合物顔料、ジケトピロロピロール化合物顔料、ジオキサジン化合物顔料、フタロシアニン化合物顔料、またはアゾ化合物顔料であることが好ましく、ジケトピロロピロール化合物顔料、フタロシアニン化合物顔料、またはジオキサジン化合物顔料がより好ましい。

40

【 0011 】

本発明においては、2種類以上の有機顔料または有機顔料の固溶体を組み合わせて用いることもできる。また、有機色素、高分子有機材料等と組み合わせてもよい。

【 0012 】

本発明において、有機顔料微粒子は、良溶媒（第 1 溶媒）に有機顔料を溶解した有機顔料溶液と、前記第 1 溶媒に対して相溶性を有し、有機顔料に対する貧溶媒（第 2 溶媒）とを混合することにより析出させたナノメートルサイズの顔料微粒子（以下、顔料ナノ粒子

50

ともいう。)である。

【0013】

第1溶媒は有機酸を含有することがなく、有機顔料を溶解することが可能で、第2溶媒と相溶するもしくは均一に混ざるものであれば特に限定されない。第1溶媒に対する有機顔料の溶解度が0.2質量%以上であることが好ましく、0.5質量%以上であることがより好ましい。この溶解度に特に上限はないが、通常用いられる有機顔料を考慮すると50質量%以下であることが実際的である。この溶解度は酸またはアルカリの存在下で溶解したときの溶解度であってもよい。

第1溶媒と第2溶媒との相溶性は、第1溶媒の第2溶媒に対する溶解量が30質量%以上であることが好ましく、50質量%以上であることがより好ましい。第1溶媒の第2溶媒に対する溶解量に特に上限はないが、任意の割合で混じり合うことが実際的である。

10

【0014】

第1溶媒としては、例えば、水性溶媒(例えば、水、または塩酸、水酸化ナトリウム水溶液)、アルコール化合物溶媒、アミド化合物溶媒、ケトン化合物溶媒、エーテル化合物溶媒、芳香族化合物溶媒、二硫化炭素溶媒、脂肪族化合物溶媒、ニトリル化合物溶媒、スルホキシド化合物溶媒、ハロゲン化合物溶媒、エステル化合物溶媒、イオン性液体、これらの混合溶媒などが挙げられ、水性溶媒、アルコール化合物溶媒、ケトン化合物溶媒、エーテル化合物溶媒、スルホキシド化合物溶媒、エステル化合物溶媒、アミド化合物溶媒、またはこれらの混合物が好ましく、水性溶媒、アルコール化合物溶媒、エステル化合物溶媒、スルホキシド化合物溶媒またはアミド化合物溶媒が好ましく、水性溶媒、スルホキシド化合物溶媒またはアミド化合物溶媒がさらに好ましく、スルホキシド化合物溶媒またはアミド化合物溶媒が特に好ましい。

20

【0015】

スルホキシド化合物溶媒としては、例えば、ジメチルスルホキシド、ジエチルスルホキシド、ヘキサメチレンスルホキシド、スルホランなどが挙げられる。アミド化合物溶媒としては、例えば、N,N-ジメチルホルムアミド、1-メチル-2-ピロリドン、2-ピロリジノン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、2-ピロリジノン、 γ -カプロラクタム、ホルムアミド、N-メチルホルムアミド、アセトアミド、N-メチルアセトアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N-メチルプロパンアミド、ヘキサメチルホスホリックアミドなどが挙げられる。

30

【0016】

また、第1溶媒に有機顔料を溶解した有機顔料溶液の濃度としては、溶解時の条件における有機顔料の第1溶媒に対する飽和濃度乃至これの1/100程度の範囲が好ましい。

有機顔料溶液の調製条件に特に制限はなく、常圧から亜臨界、超臨界条件の範囲を選択できる。常圧での温度は-10~150℃が好ましく、-5~130℃がより好ましく、0~100℃が特に好ましい。

【0017】

第1溶媒の具体例として列挙したものと第2溶媒として列挙したものとで共通するものもあるが、第1溶媒及び第2溶媒として同じものを組み合わせることはなく、採用する各有機顔料との関係で第1溶媒に対する溶解度が第2溶媒に対する溶解度より十分高ければよく、例えばその溶解度差が0.2質量%以上であることが好ましく、0.5質量%以上であることがより好ましい。第1溶媒と第2溶媒に対する溶解度の差に特に上限はないが、通常用いられる有機顔料を考慮すると50質量%以下であることが実際的である。

40

【0018】

有機顔料を、第1溶媒中に均一に溶解するとき、酸性でもしくはアルカリ性で溶解してもよい。一般に分子内にアルカリ性で解離可能な基を有する顔料の場合はアルカリ性が、アルカリ性で解離する基が存在せず、プロトンが付加しやすい窒素原子を分子内に多く有するときは酸性が用いられる。例えば、キナクリドン、ジケトピロロピロール、ジスアゾ縮合化合物顔料はアルカリ性で、フタロシアニン化合物顔料は酸性で溶解される。

【0019】

50

アルカリ性で溶解するときに用いられる塩基として、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウムなどの無機塩基、またはトリアルキルアミン、ジアザビスクロウンデセン (DBU)、金属アルコキシドなどの有機塩基が挙げられ、なかでも無機塩基が好ましい。

使用する塩基の量は特に限定されないが、無機塩基の場合、有機顔料に対して 1.0 ~ 30 モル当量であることが好ましく、1.0 ~ 25 モル当量であることがより好ましく、1.0 ~ 20 モル当量であることが特に好ましい。有機塩基の場合、有機顔料に対して 1.0 ~ 100 モル当量であることが好ましく、5.0 ~ 100 モル当量であることがより好ましく、20 ~ 100 モル当量であることが特に好ましい。

【0020】

酸性で溶解するときに用いられる酸として、硫酸、塩酸、燐酸などの無機酸が挙げられるが、なかでも硫酸がより好ましい。

使用する酸の量は特に限定されないが、塩基に比べて過剰量用いられる場合が多く、有機顔料に対して 3 ~ 500 モル当量であることが好ましく、10 ~ 500 モル当量であることがより好ましく、30 ~ 200 モル当量であることが特に好ましい。

【0021】

アルカリまたは酸を有機溶媒と混合して、有機顔料の良溶媒として用いる際は、アルカリまたは酸を完全に溶解させるため、若干の水や低級アルコールなどのアルカリまたは酸に対して高い溶解度をもつ溶剤を、有機溶媒に添加することができる。水や低級アルコールの量は、有機顔料溶液全量に対して、50 質量%以下が好ましく、30 質量%以下がより好ましい。具体的には、水、メタノール、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、ブチルアルコールなどを用いることができる。

【0022】

有機顔料溶液の粘度は 0.5 ~ 100.0 mPa·s であることが好ましく 1.0 ~ 50.0 mPa·s であることがより好ましい。

【0023】

第2溶媒は特に限定されないが、第2溶媒に対する有機顔料の溶解度が 0.02 質量%以下であることが好ましく、0.01 質量%以下であることがより好ましい。有機顔料の第2溶媒への溶解度にとくに下限はないが、通常用いられる有機顔料を考慮すると 0.0001 質量%以上が実際的である。

【0024】

第2溶媒としては、例えば、アルコール化合物溶媒、ケトン化合物溶媒、エーテル化合物溶媒、芳香族化合物溶媒、二硫化炭素溶媒、脂肪族化合物溶媒、ニトリル化合物溶媒、スルホキシド化合物溶媒、ハロゲン化合物溶媒、エステル化合物溶媒、イオン性液体、アミド化合物溶媒、それらの混合溶媒などが挙げられ、ケトン化合物溶媒、アルコール化合物溶媒、スルホキシド化合物溶媒、エステル化合物溶媒、アミド化合物溶媒、ニトリル化合物溶媒が好ましい。

【0025】

アルコール化合物溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、n-プロピルアルコール、1-メトキシ-2-プロパノールなどが挙げられる。

ケトン化合物溶媒としては、例えば、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノンが挙げられる。

エーテル化合物溶媒としては、例えば、ジメチルエーテル、ジエチルエーテル、テトラヒドロフランなどが挙げられる。

芳香族化合物溶媒としては、例えば、ベンゼン、トルエンなどが挙げられる。脂肪族化合物溶媒としては、例えば、ヘキサンなどが挙げられる。

ニトリル化合物溶媒としては、例えば、アセトニトリルなどが挙げられる。ハロゲン化合物溶媒としては、例えば、ジクロロメタン、トリクロロエチレンなどが挙げられる。

スルホキシド化合物溶媒としては、例えば、ジメチルスルホキシド、ジエチルスルホキシド、ヘキサメチレンスルホキシド、スルホランなどが挙げられる。

10

20

30

40

50

エステル化合物溶媒としては、例えば、酢酸エチル、乳酸エチル、2-(1-メトキシ)プロピルアセテートなどが挙げられる。

イオン性液体としては、例えば、1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムとPF₆⁻との塩などが挙げられる。

【0026】

第1溶媒の具体例として列挙したものと、第2溶媒として列挙したものとで共通するものもあるが、第1溶媒及び第2溶媒として同じものを組み合わせることはない。採用する各有機顔料との関係で第1溶媒に対する溶解度が、第2溶媒に対する溶解度より十分高ければよい。例えばその溶解度差が0.2質量%以上であることが好ましく、0.5質量%以上であることがより好ましい。有機顔料の第1溶媒に対する溶解度と第2溶媒に対する溶解度との差に特に上限はないが、通常用いられる有機顔料を考慮すると50質量%以下であることが实际的である。

10

【0027】

第2溶媒の状態は特に限定されず、常圧から亜臨界、超臨界条件の範囲を選択できる。常圧での温度は-30~100℃が好ましく、-10~60℃がより好ましく、0~30℃が特に好ましい。有機顔料溶液の粘度は0.5~100.0mPa・sであることが好ましく1.0~50.0mPa・sであることがより好ましい。

【0028】

有機顔料溶液と第2溶媒とを混合する際、両者のどちらを添加して混合してもよいが、有機顔料溶液を第2溶媒に噴流して混合することが好ましく、その際に第2溶媒が攪拌された状態であることが好ましい。攪拌速度は100~10000rpmが好ましく150~8000rpmがより好ましく、200~6000rpmが特に好ましい。添加にはポンプ等を用いることもできるし、用いなくてもよい。また、液中添加でも液外添加でもよいが、液中添加がより好ましい。さらに供給管を介してポンプで液中に連続供給することが好ましい。供給管の内径は0.1~200mmが好ましく0.2~100mmがより好ましい。供給管から液中に供給される速度としては1~10000ml/minが好ましく、5~5000ml/minがより好ましい。

20

【0029】

有機顔料溶液と第2溶媒との混合に当り、レイノルズ数を調節することにより、析出生成させる顔料ナノ粒子の粒子径を制御することができる。ここでレイノルズ数は流体の流れの状態を表す無次元数であり次式で表される。

30

$$Re = UL / \mu \quad \dots \text{数式(1)}$$

数式(1)中、Reはレイノルズ数を表し、 ρ は有機顔料溶液の密度[kg/m³]を表し、Uは有機顔料溶液と第2溶媒とが出会う時の相対速度[m/s]を表し、Lは有機顔料溶液と第2溶媒とが出会う部分の流路もしくは供給口の等価直径[m]を表し、 μ は有機顔料溶液の粘性係数[Pa・s]を表す。

【0030】

等価直径Lとは、任意断面形状の配管の開口径や流路に対し等価な円管を想定するとき、その等価円管の直径をいう。等価直径Lは、配管の断面積をA、配管のぬれぶち長さ(周長)または流路の外周をpとすると下記数式(2)で表される。

40

$$L = 4A / p \quad \dots \text{数式(2)}$$

配管を通じて有機顔料溶液を第2溶媒中に注入して粒子を形成することが好ましく、配管に円管を用いた場合には等価直径は円管の直径と一致する。例えば、液体供給口の開口径を変化させて等価直径を調節することができる。等価直径Lの値は特に限定されないが、例えば、上述した供給口の好ましい内径と同義である。

【0031】

有機顔料溶液と第2溶媒とが出会う時の相対速度Uは、両者が出会う部分の面に対して垂直方向の相対速度で定義される。すなわち、例えば静止している第2溶媒中に有機顔料溶液を注入して混合する場合は、供給口から注入する速度が相対速度Uに等しくなる。相対速度Uの値は特に限定されないが、例えば、0.5~100m/sとすることが好まし

50

く、 $1.0 \sim 50 \text{ m/s}$ とすることがより好ましい。

【0032】

有機顔料溶液の密度は、選択される材料の種類により定められる値であるが、例えば、 $0.8 \sim 2.0 \text{ kg/m}^3$ であることが実際的である。また、有機顔料溶液の粘性係数 μ についても用いられる材料や環境温度等により定められる値であるが、その好ましい範囲は、上述した有機顔料溶液の好ましい粘度と同義である。

【0033】

レイノルズ数(Re)の値は、小さいほど層流を形成しやすく、大きいほど乱流を形成しやすい。例えば、レイノルズ数を60以上で調節して顔料ナノ粒子の粒子径を制御して得ることができ、100以上とすることが好ましく、150以上とすることがより好ましい。レイノルズ数に特に上限はないが、例えば、10000以下の範囲で調節して制御することで良好な顔料ナノ粒子を制御して得ることができ好ましい。あるいは、得られるナノ粒子の平均粒径が60nm以下となるようにレイノルズ数を高めた条件としてもよい。このとき、上記の範囲内においては、通常レイノルズ数を高めることで、より粒径の小さな顔料ナノ粒子を制御して得ることができる。

10

【0034】

有機顔料溶液と第2溶媒との混合比は体積比で $1/50 \sim 2/3$ が好ましく、 $1/40 \sim 1/2$ がより好ましく、 $1/20 \sim 3/8$ が特に好ましい。

有機微粒子を析出させた場合液中のナノ粒子濃度は特に制限されないが、溶媒1000mlに対して有機粒子が $10 \sim 40000 \text{ mg}$ の範囲であることが好ましく、より好ましくは $20 \sim 30000 \text{ mg}$ の範囲であり、特に好ましくは $50 \sim 25000 \text{ mg}$ の範囲である。

20

また、顔料ナノ粒子を生成させる際の調製スケールは、特に限定されないが、第2溶媒の混合量が $10 \sim 2000 \text{ L}$ の調製スケールであることが好ましく、 $50 \sim 1000 \text{ L}$ の調製スケールであることがより好ましい。

【0035】

有機粒子の粒径に関しては、計測法により数値化して集団の平均の大きさを表現する方法があるが、よく使用されるものとして、分布の最大値を示すモード径、積分分布曲線の中央値に相当するメジアン径、各種の平均径(数平均、長さ平均、面積平均、質量平均、体積平均等)などがあり、本発明においては、特に断りのない限り、平均粒径とは数平均径をいう。

30

本発明において顔料微粒子(一次粒子)の平均粒径はナノメートルサイズであり、平均粒径が $1 \text{ nm} \sim 1 \text{ }\mu\text{m}$ であることが好ましく、 $1 \sim 200 \text{ nm}$ であることがより好ましく、 $2 \sim 100 \text{ nm}$ であることがさらに好ましく、 $5 \sim 80 \text{ nm}$ であることが特に好ましい。なお形成される粒子は結晶質粒子でも非晶質粒子でもよく、またはこれらの混合物でもよい。

また、粒子の単分散性を表す指標として、本発明においては、特に断りのない限り、体積平均粒径(Mv)と数平均粒径(Mn)の比(Mv/Mn)を用いる。本発明において顔料微粒子(一次粒子)の単分散性、つまりMv/Mnは、 $1.0 \sim 2.0$ であることが好ましく、 $1.0 \sim 1.8$ であることがより好ましく、 $1.0 \sim 1.5$ であることが特に好ましい。

40

有機粒子の粒径の測定方法としては、顕微鏡法、質量法、光散乱法、光遮断法、電気抵抗法、音響法、動的散乱法が挙げられ、顕微鏡法、動的散乱法が特に好ましい。顕微鏡法に用いられる顕微鏡としては、例えば、走査型電子顕微鏡、透過型電子顕微鏡などが挙げられる。動的散乱法による粒子測定装置として、例えば、日機装社製ナノトラックUPA-EX150、大塚電子社製ダイナミック光散乱光度計DLS-7000シリーズなどが挙げられる。

【0036】

顔料微粒子を析出させ分散液を調製するに当り、顔料溶液及び第2溶媒の少なくとも一方に分散剤を含有させることが好ましい。このとき少なくとも顔料溶液に高分子化合物を

50

含有させることが好ましい。

【 0 0 3 7 】

予め分散剤により表面処理を施された顔料粒子を用いることも好ましく、顔料粒子には分散剤の吸着を促進し得るような表面処理が施されていてもよい。分散剤は(1)析出した顔料表面に素早く吸着して、微細なナノ粒子を形成し、かつ(2)これらの粒子が再び凝集することを防ぐ作用を有するものである。

分散剤としては、例えば、アニオン性、カチオン性、両イオン性、ノニオン性もしくは顔料誘導体の高分子分散剤を使用することができる。

【 0 0 3 8 】

高分子分散剤としては、その質量平均分子量が1,000~500,000であることが好ましく、10,000~500,000であることがより好ましく、10,000~100,000であることが特に好ましい。

具体的には、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール、ポリビニルメチルエーテル、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリアクリルアミド、ビニルアルコール-酢酸ビニル共重合体、ポリビニルアルコール-部分ホルマール化物、ポリビニルアルコール-部分ブチラール化物、ビニルピロリドン-酢酸ビニル共重合体、ポリエチレンオキシド/プロピレンオキシドブロック共重合体、ポリアクリル酸塩、ポリビニル硫酸塩、ポリ(4-ビニルピリジン)塩、ポリアミド、ポリアリルアミン塩、縮合ナフタレンスルホン酸塩、セルロース誘導体、澱粉誘導体などが挙げられる。その他、アルギン酸塩、ゼラチン、アルブミン、カゼイン、アラビアゴム、トンガントゴム、リグニンスルホン酸塩などの天然高分子類も使用できる。なかでも、ポリビニルピロリドンが好ましい。これら高分子化合物は、1種単独であるいは2種以上を組み合わせる用いることができ、また、低分子量の分散剤を組み合わせる用いてもよい。顔料の分散に用いる分散剤に関しては、「顔料分散安定化と表面処理技術・評価」(化学情報協会、2001年12月発行)の29~46頁に詳しく記載されている。

【 0 0 3 9 】

アニオン性分散剤(アニオン性界面活性剤)としては、N-アシル-N-アルキルタウリン塩、脂肪酸塩、アルキル硫酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩、アルキルリン酸エステル塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物、ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル塩等を挙げることができる。なかでも、N-アシル-N-アルキルタウリン塩が好ましい。N-アシル-N-アルキルタウリン塩としては、特開平3-273067号明細書に記載されているものが好ましい。これらアニオン性分散剤は、単独であるいは2種以上を組み合わせる用いることができる。

【 0 0 4 0 】

カチオン性分散剤(カチオン性界面活性剤)には、四級アンモニウム塩、アルコキシル化ポリアミン、脂肪族アミンポリグリコールエーテル、脂肪族アミン、脂肪族アミンと脂肪族アルコールから誘導されるジアミンおよびポリアミン、脂肪酸から誘導されるイミダゾリンおよびこれらのカチオン性物質の塩が含まれる。これらカチオン性分散剤は、単独であるいは2種以上を組み合わせる用いることができる。

【 0 0 4 1 】

両イオン性分散剤は、前記アニオン性分散剤が分子内に有するアニオン基部分とカチオン性分散剤が分子内に有するカチオン基部分を共に分子内に有する分散剤である。

ノニオン性分散剤(ノニオン性界面活性剤)としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、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、ポリオキシエチレンアルキルアミン、グリセリン脂肪酸エステルなどを挙げることができる。なかでも、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテルが好ましい。これらノニオン性分散剤は、単独であるいは2種以上を組み合わせる用いることができる。

【 0 0 4 2 】

10

20

30

40

50

顔料誘導体型分散剤とは、親物質としての有機顔料から誘導され、その親構造を化学修飾することで製造される顔料誘導体型分散剤、あるいは化学修飾された顔料前駆体の顔料化反応により得られる顔料誘導体型分散剤と定義する。例えば、糖含有顔料誘導体型分散剤、ピペリジル含有顔料誘導体型分散剤、ナフタレンまたはペリレン誘導顔料誘導体型分散剤、メチレン基を介して顔料親構造に連結された官能基を有する顔料誘導体型分散剤、ポリマーで化学修飾された顔料親構造、スルホン酸基を有する顔料誘導体型分散剤、スルホンアミド基を有する顔料誘導体型分散剤、エーテル基を有する顔料誘導体型分散剤、あるいはカルボン酸基、カルボン酸エステル基またはカルボキサミド基を有する顔料誘導体型分散剤などがある。

【0043】

分散剤として、アミノ基を含有する顔料分散剤を用いることも好ましい。ここで、アミノ基とは一級アミノ基、二級アミノ基、三級アミノ基を含み、アミノ基の数は一つでも複数でもよい。顔料骨格にアミノ基を有する置換基を導入した顔料誘導体化合物でも、アミノ基を有するモノマーを重合成分としたポリマー化合物でもよい。これらの例として、例えば、特開2000-239554号公報、2003-96329号公報、2001-31885号公報、特開平10-339949号公報、特公平5-72943号公報、特願2006-129714号明細書の段落0047~0113、国際公開第WO2006/121017号パンフレットの段落0018~0033に記載の化合物などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0044】

分散剤の含有量は、顔料ナノ粒子の均一分散性および保存安定性をより一層向上させるために、顔料100質量部に対して0.1~1000質量部の範囲であることが好ましく、より好ましくは1~500質量部の範囲であり、さらに好ましくは5~200質量部の範囲である。0.1質量部未満であると顔料ナノ粒子の分散安定性の向上が見られない場合がある。また、分散剤は、単独で用いても、複数のものを組み合わせて用いてもよい。

【0045】

本発明においては、有機顔料ナノ粒子を析出させ、後述する質量平均分子量1000以上の高分子化合物を含有する分散物とし、その溶媒分を除去して粉末化する。それによって、液晶表示装置用のカラーフィルタ塗布液やインクジェット用インクに適した有機顔料粉末とすることができる。

【0046】

溶媒分の除去は、例えば、熱風を用いる乾燥機としては棚型乾燥機、バンド乾燥機、攪拌乾燥機、流動層乾燥機、噴霧乾燥機、気流乾燥機など、熱伝導を利用する乾燥機としてはドラム乾燥機、多重管乾燥機、円筒乾燥機などが好適に用いられる。また、溶媒組成によっては凍結乾燥機や赤外線乾燥機も使用することができる。

これらの手段の中では、分散液から直接乾燥した粉体を得るのに適しているという観点から、噴霧乾燥機（例えば大川原化工機（株）社製COC-12）、流動層乾燥機（例えば（株）奈良機械製作所製MSD-100）が特に好ましく用いられる。また、残存溶媒量の少ない顔料粉体を作成するために複数の乾燥手段を組み合わせ使用してもよく、例えば円筒乾燥機で予備濃縮した顔料分散物をドラム乾燥機にて完全に乾燥させて粉体を得る、といったプロセスを使用することができる。

乾燥条件については、溶媒を蒸発させることができ、かつ顔料や分散剤などの材料が変性しない範囲であれば特に制約されない。また、乾燥速度を増加させる目的で、乾燥機の種類によって減圧、攪拌混合、多段化などの手段を組み合わせることができる。

【0047】

本発明において、溶媒分を除去する量は特に限定されないが、分散物中の溶媒分を除去して粉末化するとき、粉末の固形分濃度を60質量%以上とし、70~100質量%とすることがより好ましく、80~100質量%とすることが特に好ましい。なお、本発明の有機顔料粉末の全固形分中、有機顔料微粒子の含有率が10~99質量%であることが好ましく、30~90質量%であることがより好ましい。

10

20

30

40

50

【0048】

粉末化する前に溶媒分の一部を除去して濃縮するときには、得られた濃縮物中の固形分濃度を5～70質量%とすることが好ましく、8～50質量%とすることがより好ましい。溶媒分の除去もしくは一部除去を複数回行ってよく、例えば、後述する第3溶媒の添加の前に溶媒分の一部除去（濃縮）を行い、第3溶媒の添加後に除去（粉末化）することが好ましい。

【0049】

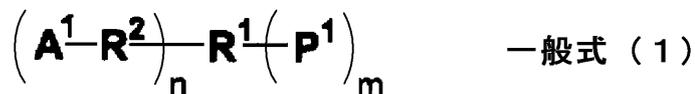
本発明においては、上記溶媒分の除去により凝集状態にある顔料微粒子を再分散することが好ましい。溶媒を除去等した有機粒子は凝集をおこしていることがある。それにより速やかなフィルタろ過が可能となるが、再度良好な分散状態を得るためには、再分散可能な程度に凝集させたフロックとして得ることが好ましい。

また上記の凝集状態の粒子を分散させるには、通常の分散化方法では不十分なことがある。このような凝集状態にある有機粒子においても、例えば下記の高分子化合物を含有させることにより、有機粒子を好適に再分散することができる。

【0050】

本発明においては、質量平均分子量1000以上の下記一般式(1)で表される高分子化合物を用いる。

【化2】



【0051】

前記一般式(1)中、 A^1 は、酸性基、窒素原子を有する塩基性基、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、および水酸基から選択される基を有する1価の有機基、または置換基を有してもよい有機色素構造もしくは複素環を含有する1価の有機基を表す。 n 個の A^1 は同一であっても、異なってもよい。

具体的には、 A^1 は特に制限されるものではないが、前記「酸性基を有する1価の有機基」として、例えば、カルボン酸基、スルホン酸基、モノ硫酸エステル基、リン酸基、モノリン酸エステル基、ホウ酸基などを有する1価の有機基が挙げられる。また、前記「窒素原子を有する塩基性基を有する1価の有機基」として、例えば、アミノ基($-NH_2$)を有する1価の有機基、置換イミノ基($-NHR^8$ 、 $-NR^9R^{10}$)を有する1価の有機基(ここで、 R^8 、 R^9 、および R^{10} は各々独立に、炭素数1以上20以下のアルキル基、炭素数6以上20以下のアリール基、又は炭素数7以上30以下のアラルキル基を表す。)、下記一般式(a1)で表されるグアニジル基を有する1価の有機基〔一般式(a1)中、 R^{a1} および R^{a2} は各々独立に、炭素数1以上20以下のアルキル基、炭素数6以上20以下のアリール基、又は炭素数7以上30以下のアラルキル基を表す。〕、下記一般式(a2)で表されるアミジニル基を有する1価の有機基〔一般式(a2)中、 R^{a3} および R^{a4} は各々独立に、炭素数1以上20以下のアルキル基、炭素数6以上20以下のアリール基、又は炭素数7以上30以下のアラルキル基を表す。〕などが挙げられる。

【0052】

キシ基、メトキシ基、エトキシ基等の炭素数 1 ~ 6 のアルコキシ基、塩素、臭素等のハロゲン原子、メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基、シクロヘキシルオキシカルボニル基等の炭素数 2 ~ 7 のアルコキシカルボニル基、シアノ基、t - ブチルカーボネート等の炭酸エステル基、水酸基、アミノ基、カルボキシル基、スルホンアミド基、N - スルホニルアミド基等が挙げられる。

【 0 0 5 7 】

また、前記 A¹ は下記一般式 (4) で表すことができる。

【 0 0 5 8 】

【化 4】



10

【 0 0 5 9 】

前記一般式 (4) において、B¹ は、酸性基、窒素原子を有する塩基性基、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、および水酸基から選択される基、または置換基を有してもよい有機色素構造または複素環を表し、R¹⁸ は単結合あるいは a₁ 個の有機もしくは無機の連結基を表す。a₁ は、1 ~ 5 を表し、a₁ 個の B¹ は同一であっても異なってもよい。一般式 (4) で表される基における好ましい態様は前記 A¹ と同義である。

20

【 0 0 6 0 】

R¹⁸ は、単結合あるいは a₁ + 1 個の連結基を表し、a₁ は 1 ~ 5 を表す。連結基 R¹⁸ としては、1 ~ 100 個の炭素原子、0 ~ 10 個の窒素原子、0 ~ 50 個の酸素原子、1 ~ 200 個の水素原子、および 0 ~ 20 個の硫黄原子から成り立つ基が含まれ、無置換でも置換基を更に有していてもよい。R¹⁸ は、有機連結基であることが好ましい。

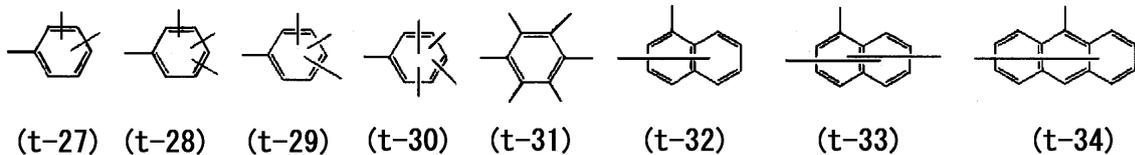
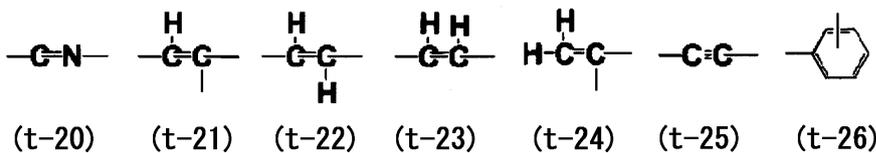
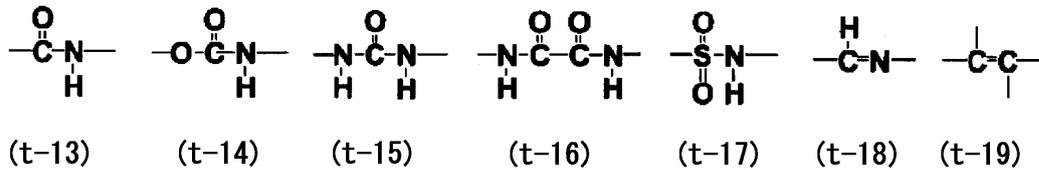
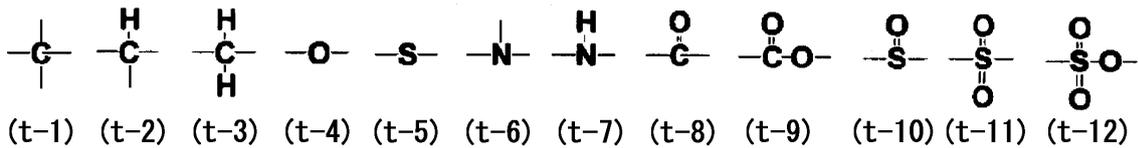
【 0 0 6 1 】

R¹⁸ 具体的な例として、下記の構造単位又は該構造単位が組み合わさって構成される基を挙げることができる。なお、該連結基 R¹⁸ は前記置換基 T を有していてもよい。

【 0 0 6 2 】

30

【化5】



【0063】

前記一般式(1)中、 R^1 は、 $(m+n)$ 個の連結基を表す。 $m+n$ は3~10を満たす。

前記 R^1 で表される $(m+n)$ 個の連結基としては、1~100個の炭素原子、0~10個の窒素原子、0~50個の酸素原子、1~200個の水素原子、および0~20個の硫黄原子から成り立つ基が含まれ、無置換でも置換基を更に有していてもよい。 R^1 は有機連結基であることが好ましい。

【0064】

R^1 の具体的な例として、前記(t-1)~(t-34)の基又はその複数を組み合わせて構成される基(環構造を形成していてもよい。)を挙げることができる。上記の連結基 R^1 が置換基を有する場合、該置換基としては、前記の置換基Tが挙げられる。

【0065】

R^2 は、単結合あるいは2個の連結基を表す。 R^2 としては、1~100個の炭素原子、0~10個の窒素原子、0~50個の酸素原子、1~200個の水素原子、および0~20個の硫黄原子から成り立つ基が含まれ、無置換でも置換基を更に有していてもよい。 R^2 の具体的な例として、前記t-3~5、7~18、22~26、32、34の基又はその複数を組み合わせて構成される基を挙げることができる。 R^2 は、 R^1 との連結位置に硫黄原子を有することが好ましい。上記 R^2 が置換基を有する場合、該置換基としては、前記置換基Tが挙げられる。

【0066】

前記一般式(1)中、 m は1~8を表す。 m としては1~5が好ましく、1~3がより好ましく、1~2が特に好ましい。

また、 n は2~9を表す。 n としては2~8が好ましく、2~7がより好ましく、3~6が特に好ましい。

【0067】

前記一般式(1)中、 P^1 は高分子化合物残基(高分子骨格)を表し、通常のポリマーなどから適宜選択することができる。

10

20

30

40

50

ポリマーの中でも、高分子骨格を構成するには、ビニルモノマーの重合体もしくは共重合体、エステル化合物ポリマー、エーテル化合物ポリマー、ウレタン化合物ポリマー、アミド化合物ポリマー、エポキシ化合物ポリマー、シリコン化合物ポリマー、及びこれらの変性物、又は共重合体〔例えば、ポリエーテル/ポリウレタン共重合体、ポリエーテル/ビニルモノマーの重合体の共重合体など（ランダム共重合体、ブロック共重合体、グラフト共重合体のいずれであってもよい。）を含む。〕からなる群より選択される少なくとも一種が好ましく、ビニルモノマーの重合体もしくは共重合体、エステル化合物ポリマー、エーテル化合物ポリマー、ウレタン化合物ポリマー、およびこれらの変性物又は共重合体からなる群より選択される少なくとも一種がより好ましく、ビニルモノマーの重合体もしくは共重合体が特に好ましい。

10

更には、前記ポリマーは有機溶媒に可溶であることが好ましい。有機溶媒との親和性が低いと、例えば、顔料分散剤として使用した場合、分散媒との親和性が弱まり、分散安定化に十分な吸着層を確保できなくなることがある。

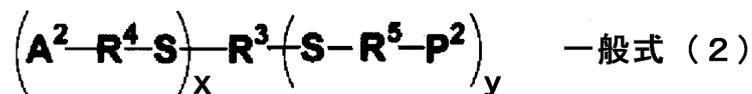
また、 P^1 は R^1 との連結位置に硫黄原子を有することが好ましい。

【0068】

前記一般式(1)で表される高分子化合物の中でも、下記一般式(2)で表される高分子化合物がより好ましい。

【0069】

【化6】



20

【0070】

前記一般式(2)において、 A^2 は前記一般式(1)における A^1 と同義であり、その具体的な好ましい態様も同様である。また、 A^2 は置換基を有していてもよく、前記置換基 T が挙げられる。

【0071】

前記一般式(2)において、 R^3 は、 $(x+y)$ 価の連結基を表す。 R^3 は R^1 と同義であり好ましい範囲も同様である。このとき R^3 は $x+y$ 価の連結基であるが、その x の値及びその好ましい範囲は一般式(1)の n と同じであり、 y の値及びその好ましい範囲は m と同じであり、 $x+y$ の値及びその好ましい範囲は $m+n$ と同じである。

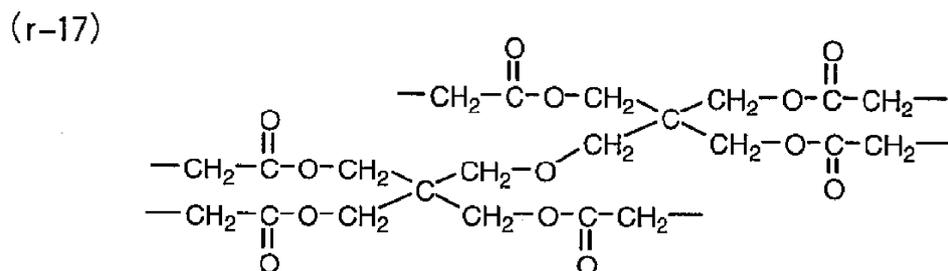
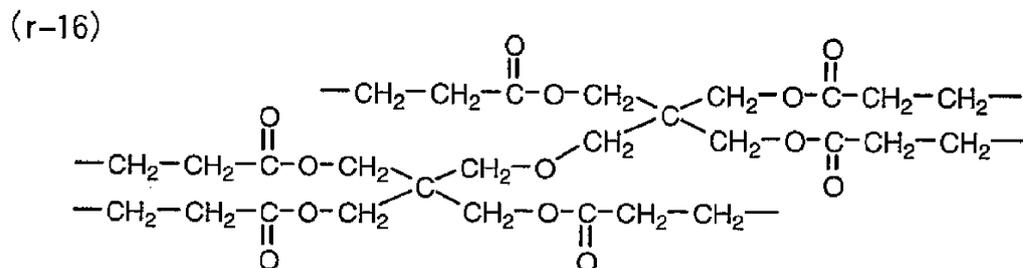
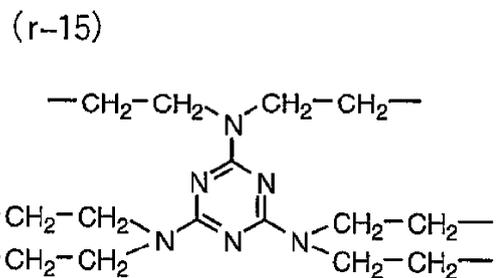
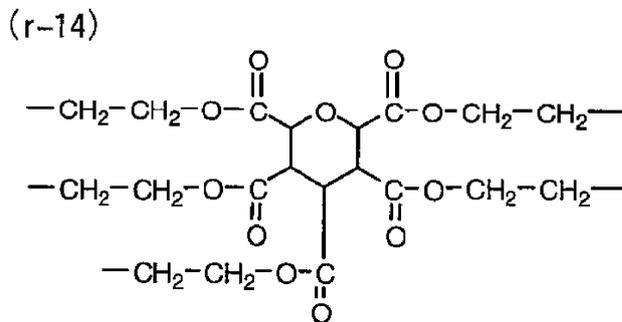
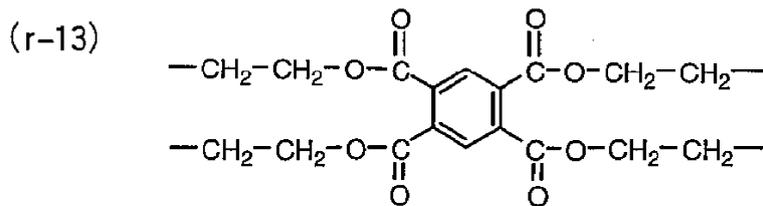
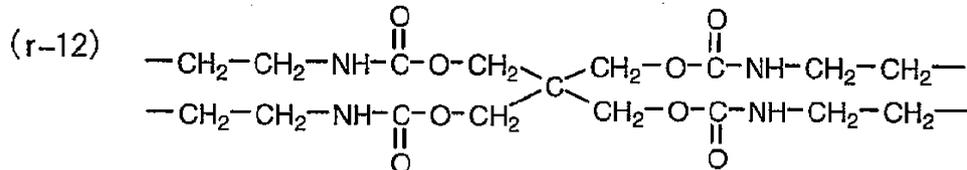
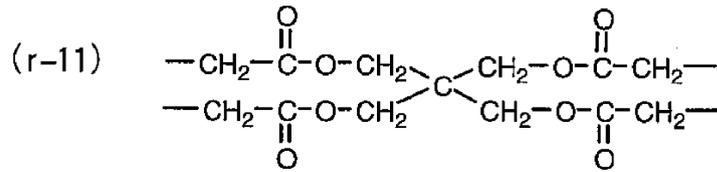
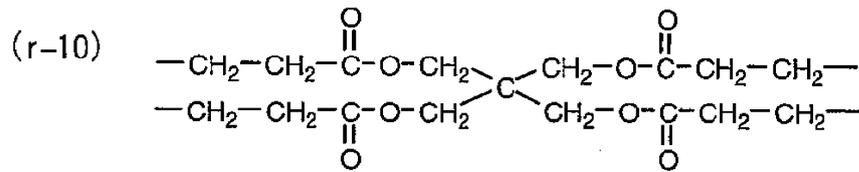
30

【0072】

R^3 で表される連結基は有機連結基であることが好ましく、その有機連結基の好ましい具体的な例を以下に示す。但し、本発明は、これらにより限定されるものではない。

【0073】

【化 8】



【 0 0 7 5 】

上記の中でも、原料の入手性、合成の容易さ、各種溶媒への溶解性の観点から、上記 (r-1)、(r-2)、(r-10)、(r-11)、(r-16)、(r-17) の基が好ましい。

10

20

30

40

50

【 0 0 7 6 】

また、上記の R^3 が置換基を有する場合、該置換基として前記置換基 T が挙げられる。

【 0 0 7 7 】

前記一般式 (2) において、 R^4 および R^5 は、各々独立に、単結合あるいは 2 価の連結基を表す。

前記 R^4 、 R^5 で表される「2 価の連結基」としては、置換基を有していてもよい、直鎖、分岐、もしくは環状の、アルキレン基、アリーレン基、もしくはアラルキレン基、 $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-C(=O)-$ 、 $-N(R^{19})-$ 、 $-SO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-CO_2-$ 、又は $-N(R^{20})SO_2-$ 、あるいはこれらの基を 2 つ以上組み合わせた 2 価の基が好ましい (前記 R^{19} および R^{20} は、各々独立に、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。)。なかでも有機連結基であることが好ましい。

10

【 0 0 7 8 】

前記 R^4 としては、直鎖もしくは分岐の、アルキレン基もしくはアラルキレン基、 $-O-$ 、 $-C(=O)-$ 、 $-N(R^{19})-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-CO_2-$ 、又は $-N(R^{20})SO_2-$ 、あるいはこれらの基を 2 つ以上組み合わせた 2 価の基がより好ましく、直鎖もしくは分岐のアルキレン基もしくはアラルキレン基、 $-O-$ 、 $-C(=O)-$ 、 $-N(R^{19})-$ 、又は $-CO_2-$ 、あるいはこれらの基を 2 つ以上組み合わせた 2 価の基が特に好ましい。

【 0 0 7 9 】

前記 R^5 としては、単結合、直鎖、もしくは分岐の、アルキレン基、アラルキレン基、 $-O-$ 、 $-C(=O)-$ 、 $-N(R^{19})-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-CO_2-$ 、又は $-N(R^{20})SO_2-$ 、あるいはこれらの基を 2 つ以上組み合わせた 2 価の基がより好ましく、直鎖もしくは分岐のアルキレン基、アラルキレン基、 $-O-$ 、 $-C(=O)-$ 、 $-N(R^{19})-$ 、又は $-CO_2-$ 、あるいはこれらの基を 2 つ以上組み合わせた 2 価の基が特に好ましい。

20

【 0 0 8 0 】

また、前記 R^4 、 R^5 が置換基を有する場合、該置換基としては前記置換基 T が挙げられる。

【 0 0 8 1 】

また、一般式 (2) 中の P^2 は、高分子骨格を表し、通常のポリマーなどから適宜選択することができる。ポリマーの好ましい態様については、前記一般式 (1) における P^1 と同義であり、その好ましい態様も同様である。

30

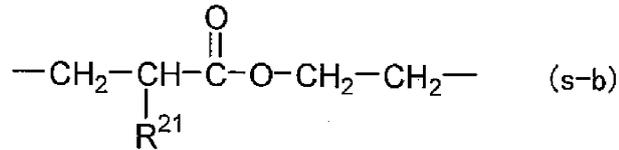
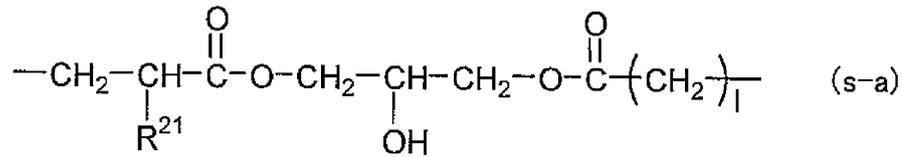
【 0 0 8 2 】

前記一般式 (2) で表される高分子化合物のうち、特に、 R^3 が前記具体例 (r - 1)、(r - 2)、(r - 10)、(r - 11)、(r - 16)、又は (r - 17) であって、 R^4 が、単結合、直鎖もしくは分岐の、アルキレン基もしくはアラルキレン基、 $-O-$ 、 $-C(=O)-$ 、 $-N(R^{19})-$ 、又は $-CO_2-$ 、あるいはこれらの基を 2 つ以上組み合わせた 2 価の有機基であって、 R^5 が単結合、エチレン基、プロピレン基、又は下記一般式 (s - a) もしくは (s - b) で表される連結基であって、 P^2 がビニルモノマーの重合体もしくは共重合体、エステル化合物ポリマー、エーテル化合物ポリマー、ウレタン化合物ポリマー、又はこれらの変性物であって、y が 1 ~ 2 であって、x が 3 ~ 6 である高分子化合物が特に好ましい。なお、下記基中、 R^{21} は水素原子又はメチル基を表し、l は 1 又は 2 を表す。

40

【 0 0 8 3 】

【化9】



10

【0084】

本発明の有機顔料粉末の製造に用いられる高分子化合物の質量平均分子量は1000以上であることが好ましく、質量平均分子量で3000～100000であることがより好ましく、5000～80000であることがさらに好ましく、7000～60000であることが特に好ましい。質量平均分子量が前記範囲内であると、ポリマーの末端に導入された複数の官能基の効果が十分に発揮され、固体表面への吸着性、ミセル形成能、界面活性性に優れた性能を発揮、良好な分散性と分散安定性を達成することができる。

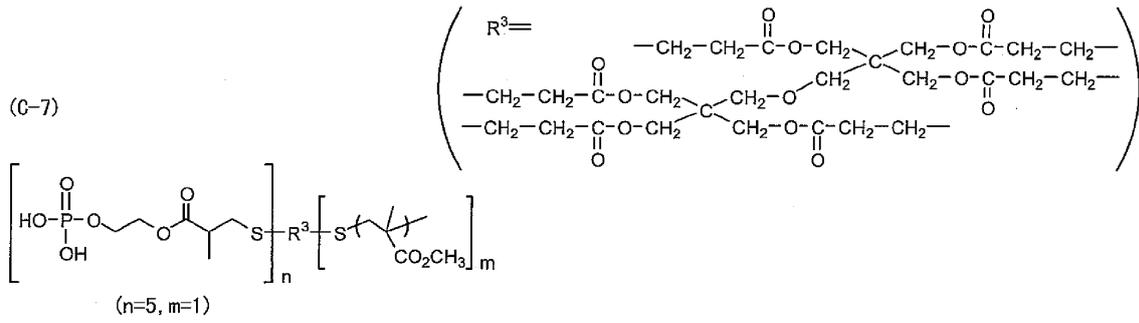
【0085】

一般式(1)で表される化合物の具体例を以下に示す。但し本発明はこれらの具体例に

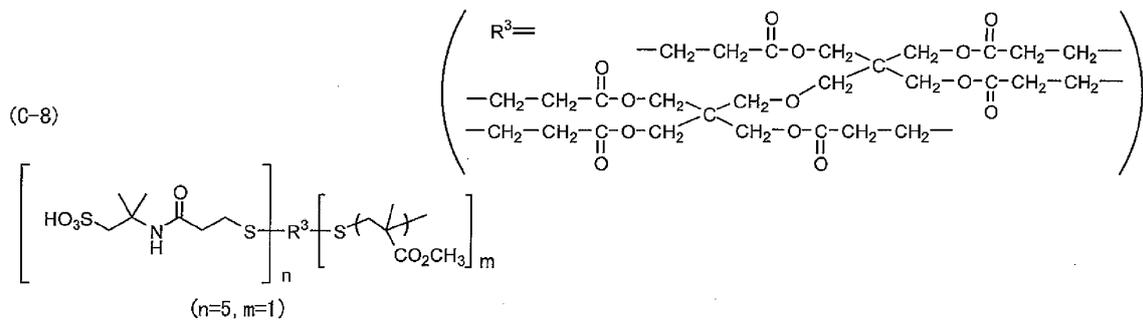
20

【0086】

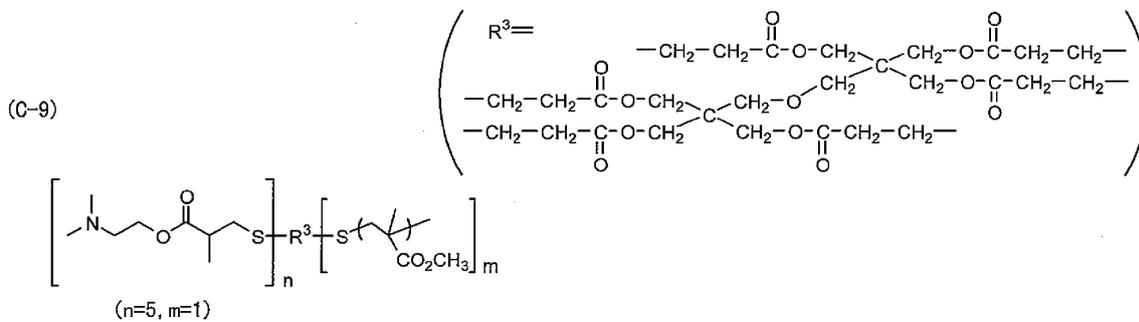
【化 1 1】



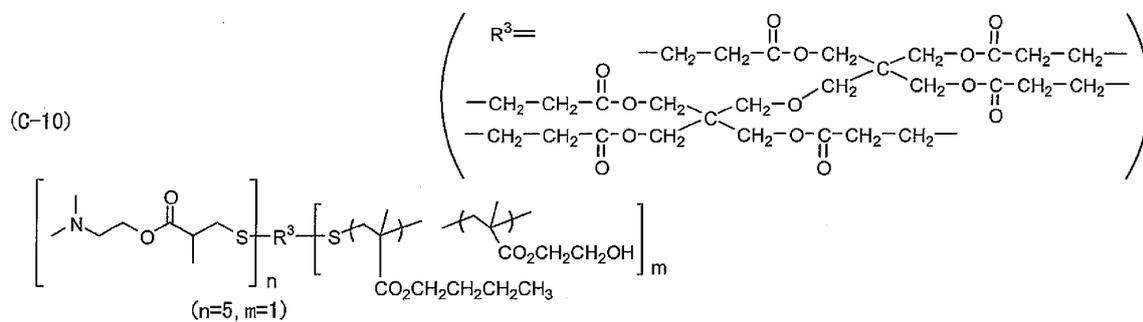
10



20



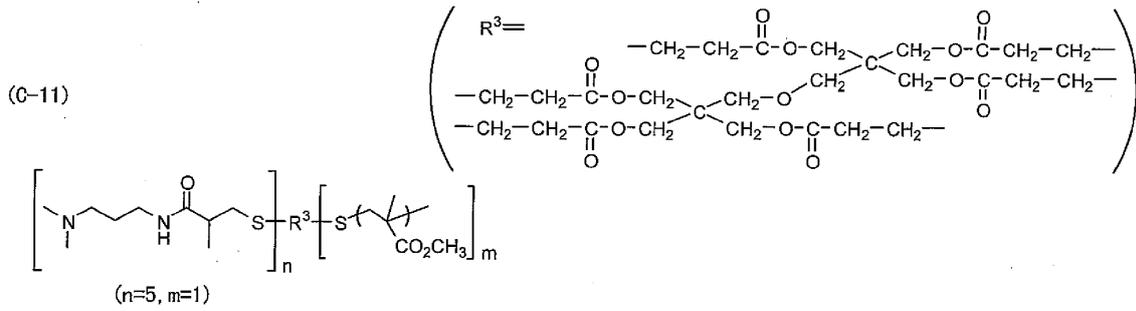
30



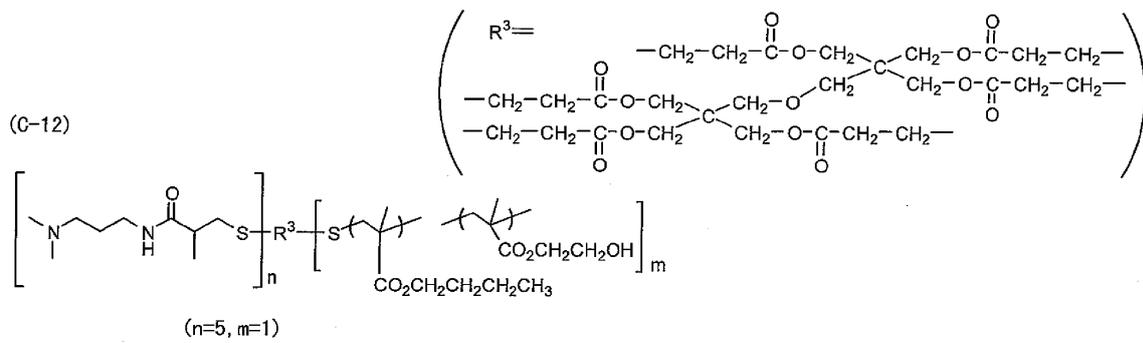
40

【 0 0 8 8 】

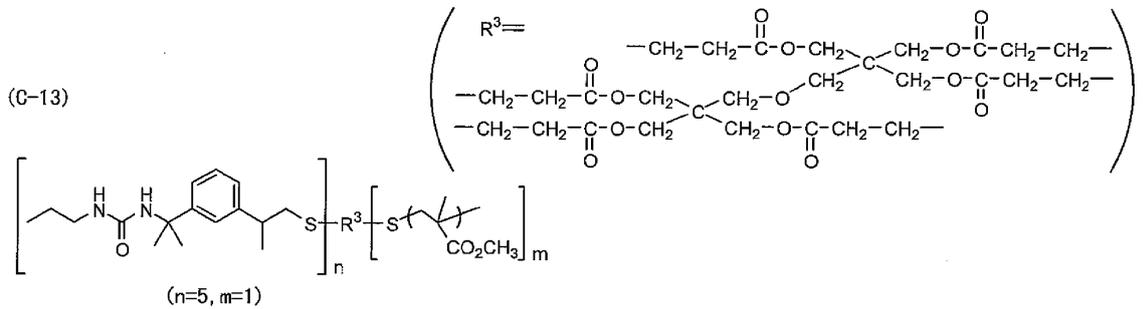
【化 1 2】



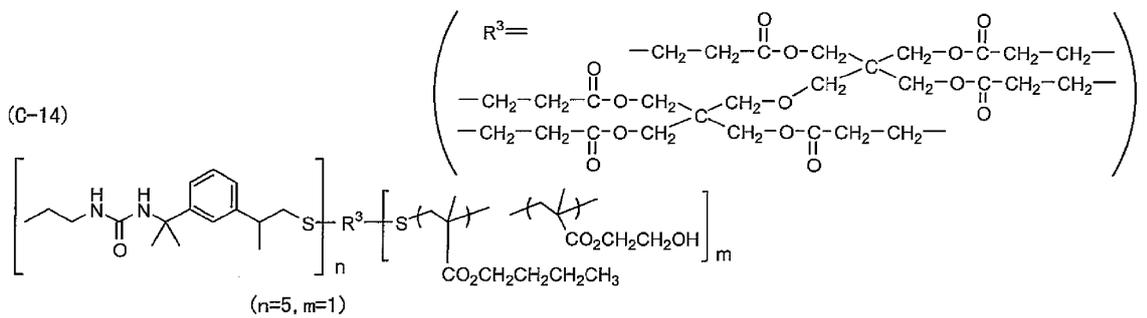
10



20



30

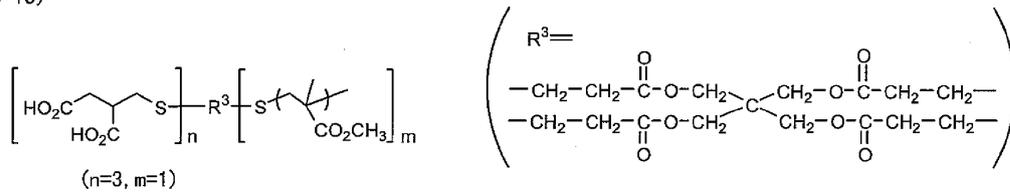


40

【 0 0 8 9 】

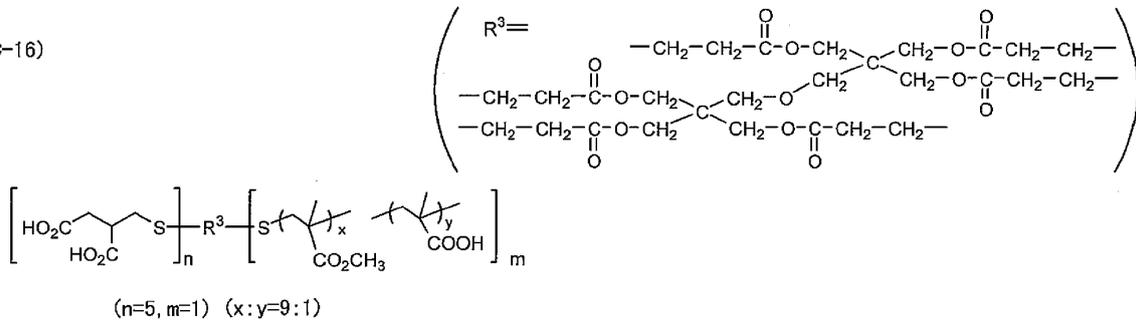
【化 1 3】

(G-15)



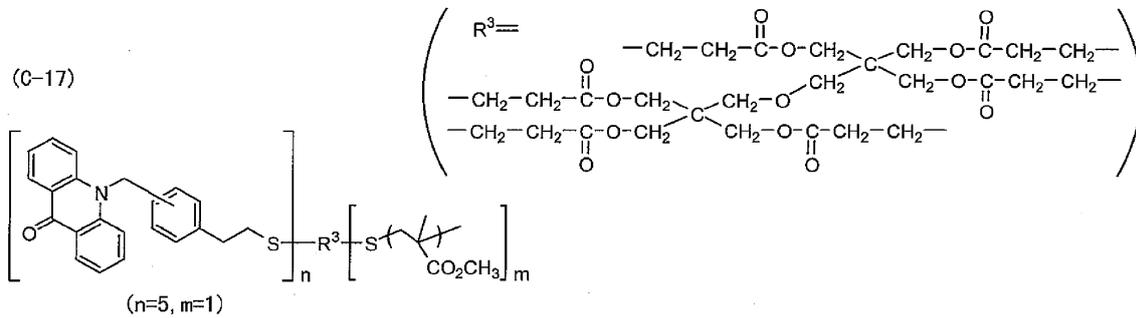
10

(G-16)



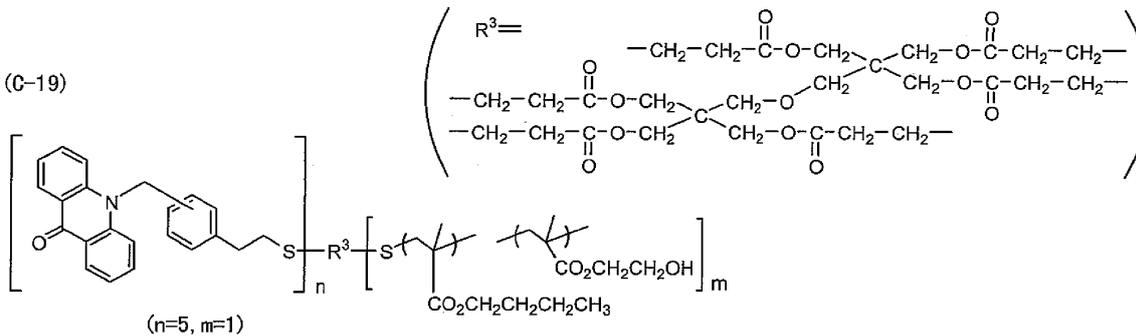
20

(G-17)



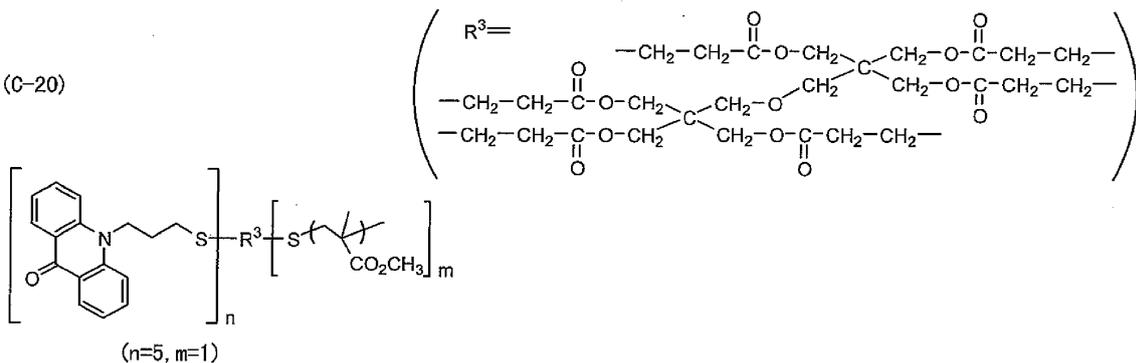
30

(G-19)

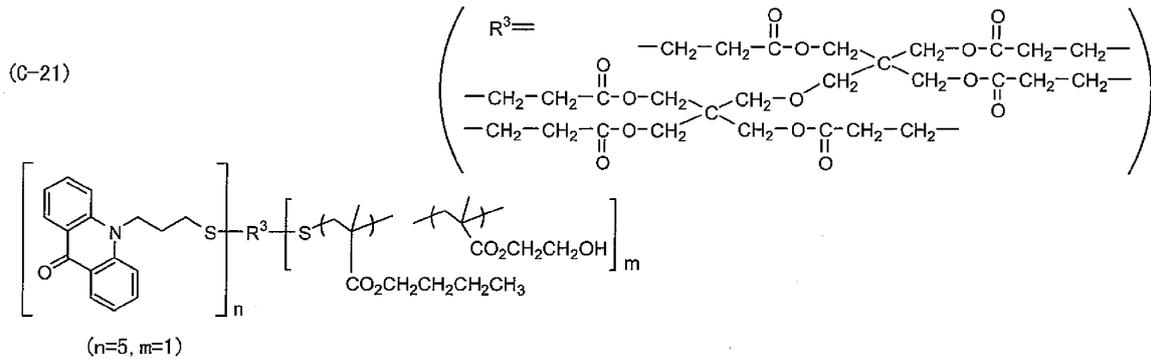


40

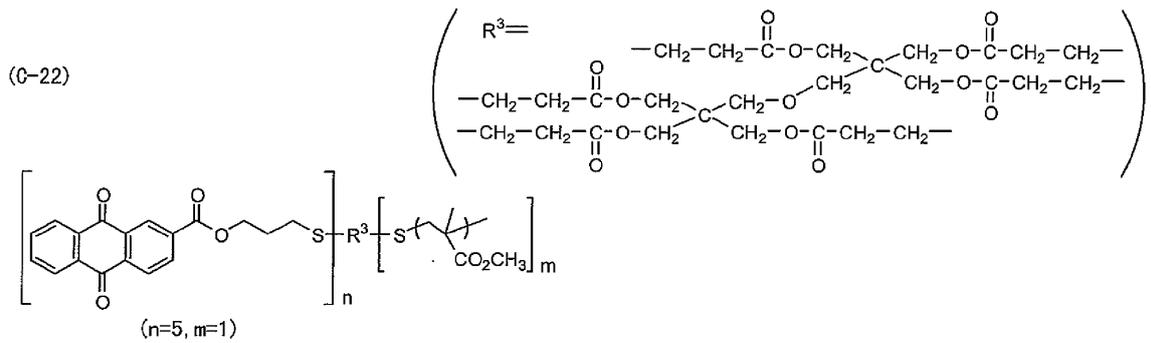
(G-20)



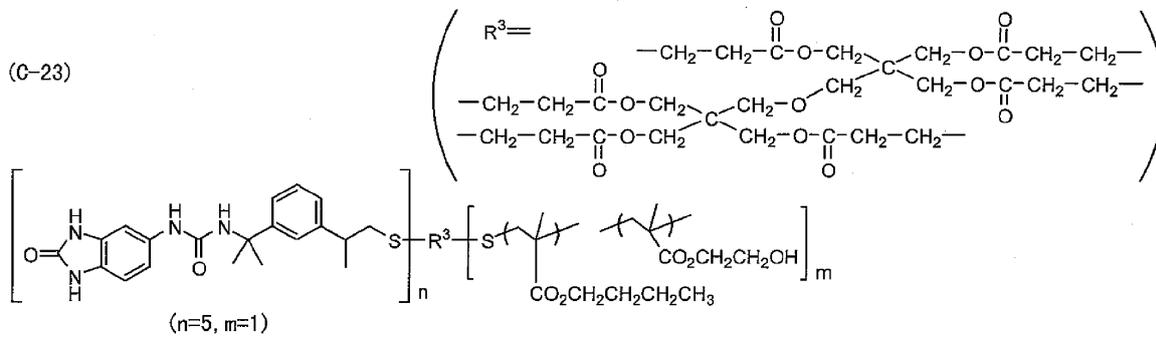
【化 1 4】



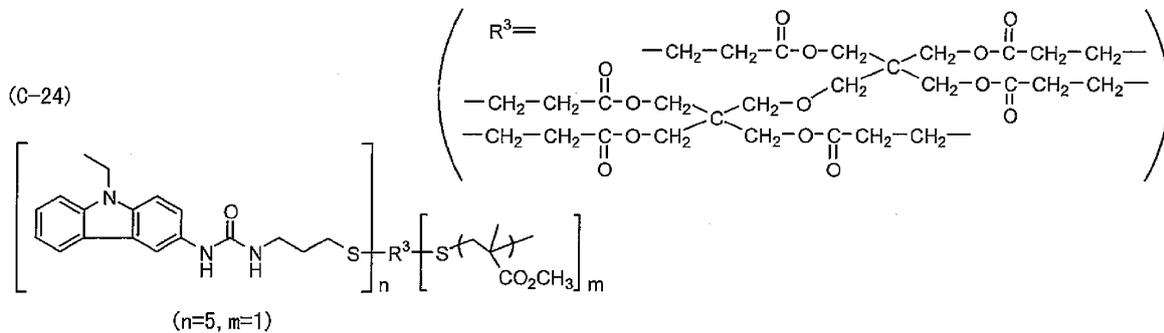
10



20



30

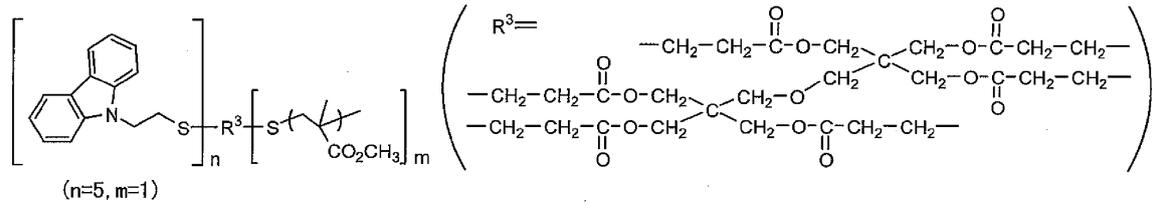


40

【 0 0 9 1】

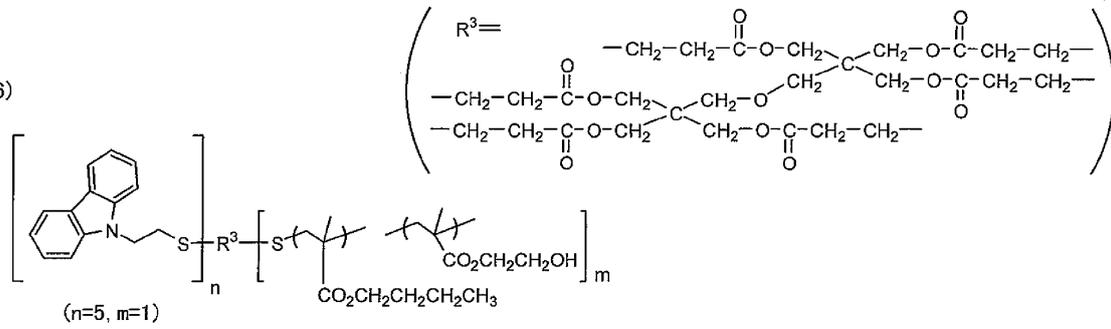
【化15】

(C-25)



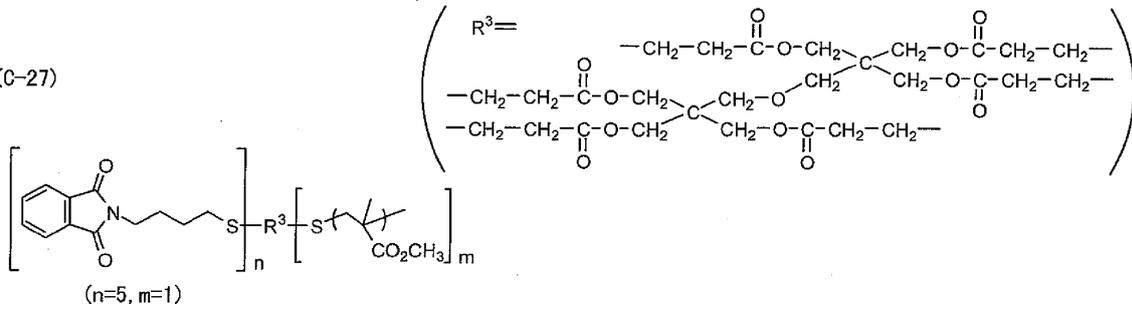
10

(C-26)



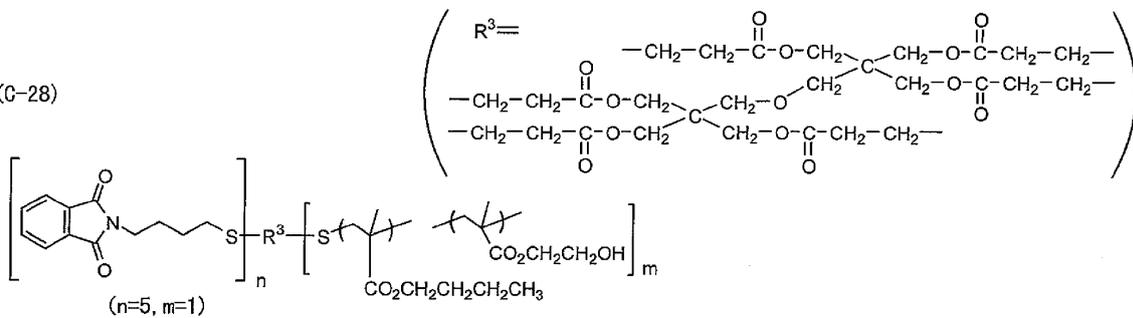
20

(C-27)



30

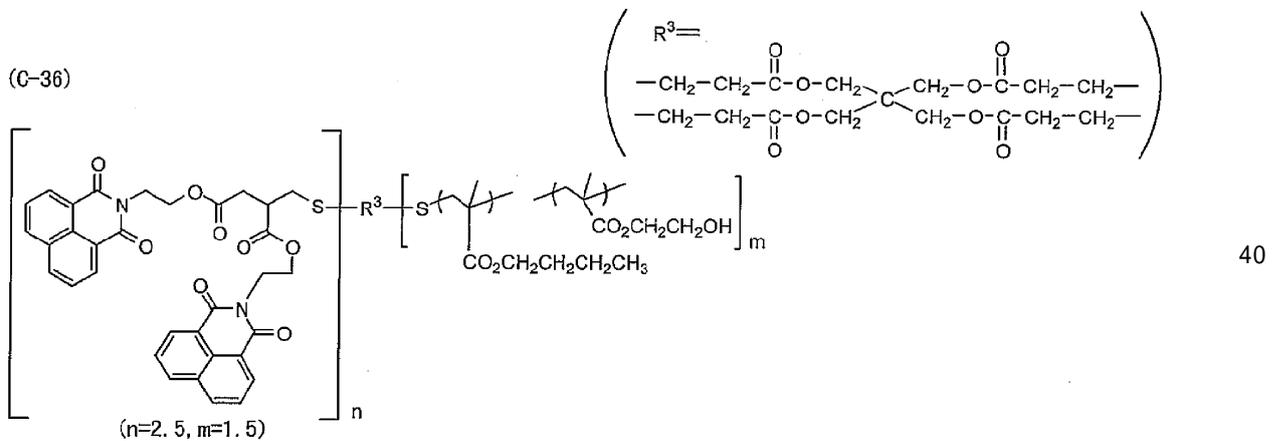
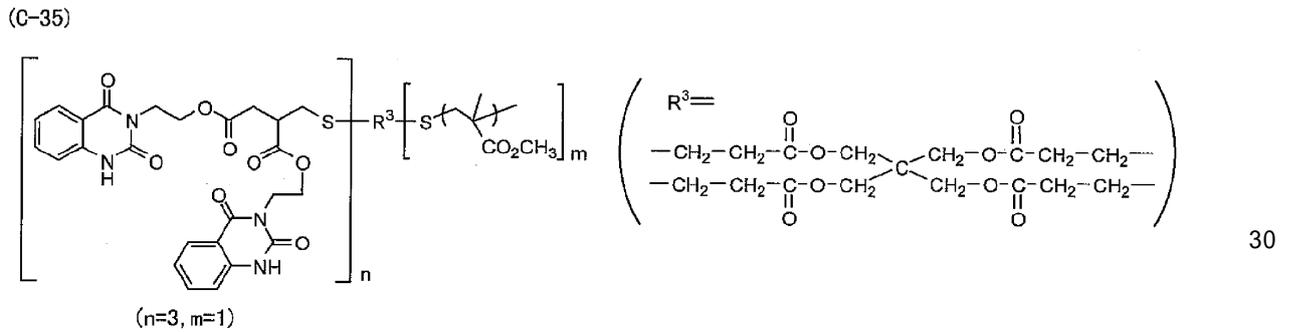
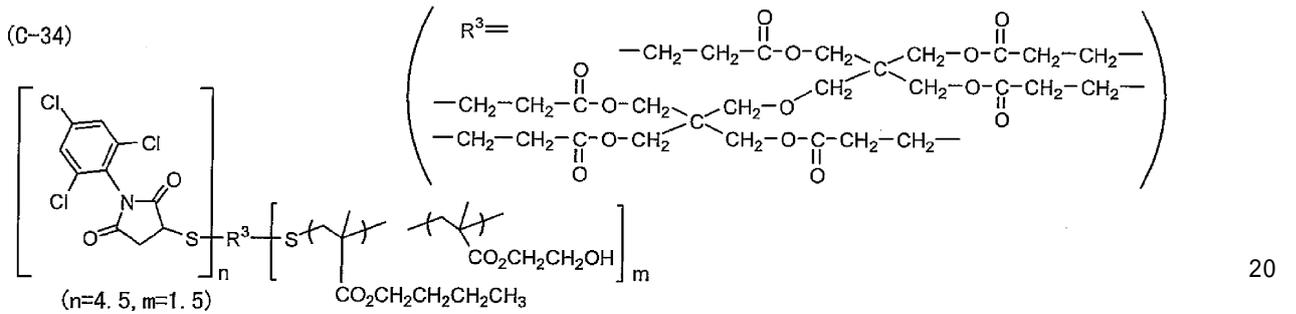
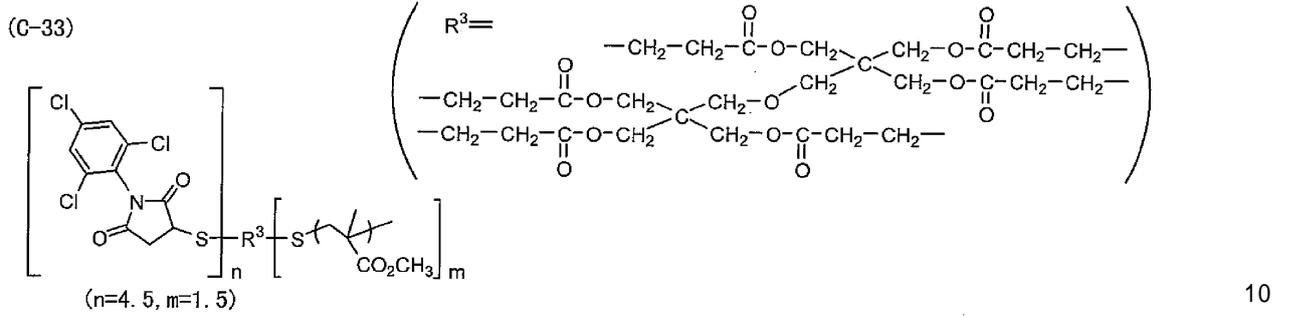
(C-28)



40

【0092】

【化17】



【0094】

前記一般式(1)もしくは(2)で表される高分子化合物は例えば下記の各方法により合成することができる。

1. カルボキシル基、ヒドロキシル基、アミノ基等から選択される官能基を末端に導入

したポリマーと、複数の官能基（前記一般式中の A^1 又は A^2 ）を有する酸ハライド、あるいは複数の官能基（前記一般式中の A^1 又は A^2 ）を有するアルキルハライド、あるいは複数の官能基（前記一般式中の A^1 又は A^2 ）を有するイソシアネート等とを高分子反応させる方法。

2．末端に炭素 - 炭素二重結合を導入したポリマーと、複数の官能基（前記一般式中の A^1 又は A^2 ）を有するメルカプタンとをマイケル付加反応させる方法。

3．末端に炭素 - 炭素二重結合を導入したポリマーと、複数の官能基（前記一般式中の A^1 又は A^2 ）を有するメルカプタンとをラジカル発生剤存在下で反応させる方法。

4．末端に複数のメルカプタンを導入したポリマーと、炭素 - 炭素二重結合を導入した官能基（前記一般式中の A^1 又は A^2 ）とをラジカル発生剤存在下で反応させる方法。

5．複数の官能基（前記一般式中の A^1 又は A^2 ）を有するメルカプタン化合物を連鎖移動剤として、ビニルモノマーをラジカル重合する方法。

なかでも、合成上の容易さから 2、3、4、5 が好ましく、3、4、5 がより好ましく、5 が特に好ましい。なお、これらの合成方法については特願 2006-129714 号明細書の段落 0184 ~ 0216 に記載の内容を参考にすることができる。

【0095】

また分子量 1000 以上の高分子化合物として以下の酸性基を有する高分子化合物（以下、この化合物を「酸性基含有高分子化合物」ということもある。）を用いることもでき、該高分子化合物としてカルボキシル基を有する高分子化合物であることが好ましく、（A）カルボキシル基を有する化合物から導かれた繰り返し単位の少なくとも 1 種および（B）カルボン酸エステル基を有する化合物から導かれた繰り返し単位の少なくとも 1 種を含有する共重合化合物がより好ましい。

前記（A）カルボキシル基を有する化合物から導かれた繰り返し単位として、下記一般式（I）で表される繰り返し単位であることが好ましく、アクリル酸またはメタクリル酸から導かれた繰り返し単位であることがより好ましく、前記（B）カルボン酸エステル基を有する化合物から導かれた繰り返し単位として、下記一般式（II）で表される繰り返し単位であることが好ましく、下記一般式（IV）で表される繰り返し単位であることがより好ましく、ベンジルアクリレート、ベンジルメタクリレート、フェネチルアクリレート、フェネチルメタクリレート、3-フェニルプロピルアクリレート、または 3-フェニルプロピルメタクリレートから導かれた繰り返し単位であることが特に好ましい。

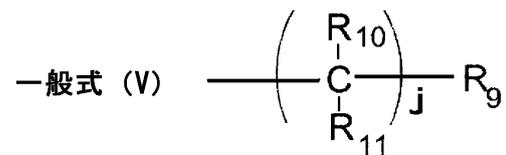
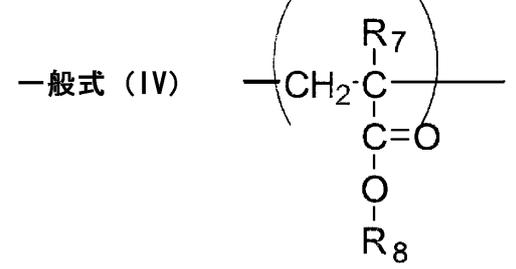
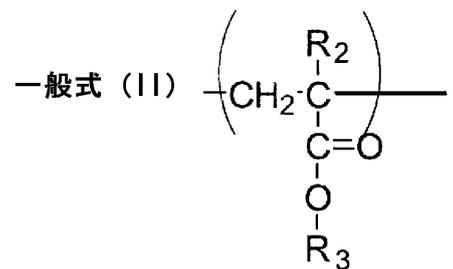
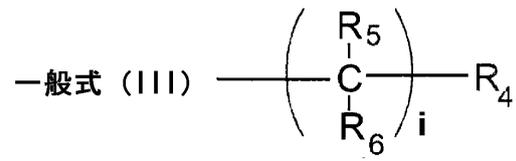
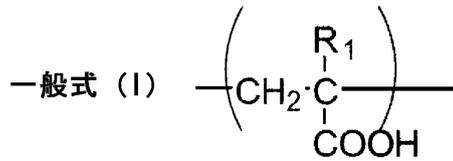
【0096】

10

20

30

【化 18】



10

20

【0097】

式中、 R_1 は水素原子又は炭素原子数 1 ~ 5 のアルキル基を表す。 R_2 は水素原子又は炭素原子数 1 ~ 5 のアルキル基を表す。 R_3 は下記一般式 (III) で表される基を表す。 R_4 は水素原子、炭素原子数 1 ~ 5 のアルキル基、ヒドロキシ基、炭素原子数 1 ~ 5 のヒドロキシアルキル基、又は炭素原子数 6 ~ 20 のアリアル基を表す。 R_5 及び R_6 はそれぞれ水素原子又は炭素原子数 1 ~ 5 のアルキル基を表す。 i は 1 ~ 5 の数を表す。 R_7 は水素原子又は炭素原子数 1 ~ 5 のアルキル基を表す。 R_8 は下記一般式 (V) で表される基を表す。 R_9 は炭素原子数 2 ~ 5 のアルキル基又は炭素原子数 6 ~ 20 のアリアル基を表す。 R_{10} 及び R_{11} は水素原子又は炭素原子数 1 ~ 5 のアルキル基を表す。 j は 1 ~ 5 の数を表す。

30

【0098】

また、(A) カルボキシル基を有する化合物から導かれた繰り返し単位と、前記 (B) カルボン酸エステル基を有する化合物から導かれた繰り返し単位との重合比率としていえば、繰り返し単位 (A) の全繰り返し単位数に対する数量比%が 3 ~ 40 であることが好ましく、5 ~ 35 であることがより好ましい。

本発明において分子量とは、特に断らない限り、質量平均分子量をいう。分子量の測定方法としては、クロマトグラフィー法、粘度法、光散乱法、沈降速度法等が挙げられるが、本発明では、特に断らない限りゲルパーミエーションクロマトグラフィー法 (キャリア: テトラヒドロフラン) により測定したポリスチレン換算の質量平均分子量を用いる。

【0099】

高分子化合物は、水溶性及び油溶性いずれでもよく、水溶性かつ油溶性のものであってもよい。具体的に一般式 (1) で表される化合物でいうと、基本的に油溶性であるが、通常多少の水溶性を有する。

高分子化合物の添加の態様は特に限定されず、水性溶媒または有機溶媒に溶解した溶液として添加しても、固体状態で添加してもよく、またそれらの添加態様を組み合わせてもよい。溶媒に溶解して添加するとき、例えば、顔料微粒子の分散液もしくは濃縮液に、(i) その分散液等の溶媒と同じもしくは同種の溶媒に所定の高分子化合物を溶解した溶液を添加する態様、(ii) その分散液等の溶媒とは異なる溶媒であるが相溶性を有する溶媒に所定の高分子化合物を溶解した溶液を添加する態様が挙げられる。溶媒に所定の高分子化合物を溶解した溶液を添加する態様において、その溶液中の高分子化合物の濃度は特

40

50

に制限されないが、1～70質量%とすることが好ましく、2～65質量%とすることがより好ましく、3～60質量%とすることが特に好ましい。

高分子化合物の添加は、(a)顔料ナノ粒子の析出生成時またはその前後、(b)溶媒分を除去もしくは減少させるときまたはその前後、(c)溶媒分を除去もしくは減少させた後、微粒子を再分散するときまたはその前後、(d)それらの工程が終了した後のいずれの時機に添加してもよく、また複数回に分けて添加してもよい。なかでも本発明においては、顔料微粒子を含有する分散液の溶媒分を除去もしくは減少させて濃縮もしくは粉末化した後、その濃縮液もしくは粉末を再分散するときに、有機溶媒に所定の高分子化合物を溶解した溶液を添加する態様が好ましい。

【0100】

高分子化合物の添加量は、顔料100質量部に対して、10～1000質量部とし、5～500質量部とすることが好ましく、10～300質量部とすることが特に好ましい。

本発明の有機顔料粉末中、前記質量平均分子量1000以上の高分子化合物の含有量は、上述の分散物中に含有させる量や溶媒分の濃縮・置換態様により異なるが、有機顔料粉末の全質量中2.5～90.0質量%であることが好ましく、5.0～75.0質量%であることがより好ましい。

【0101】

分子量1000以上の高分子化合物として、上記化合物のほか、例えば、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール、ポリビニルメチルエーテル、ポリエチレンオキシド、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリアクリルアミド、ビニルアルコール-酢酸ビニル共重合体、ポリビニルアルコール-部分ホルマール化物、ポリビニルアルコール-部分ブチラール化物、ビニルピロリドン-酢酸ビニル共重合体、ポリエチレンオキシド/プロピレンオキシドブロック共重合体、ポリアミド、セルロース誘導体、澱粉誘導体などが挙げられる。その他、アルギン酸塩、ゼラチン、アルブミン、カゼイン、アラビアゴム、トンガントゴム、リグニンスルホン酸塩などの天然高分子化合物類も使用できる。また、酸性基を有する高分子化合物としては、ポリビニル硫酸、縮合ナフタレンスルホン酸等が挙げられる。

【0102】

カルボキシル基を有する高分子化合物としては、例えば、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、側鎖にカルボキシル基を有するセルロース誘導体等があげられる。(A)カルボキシル基を有する化合物から導かれた繰り返し単位の少なくとも1種および(B)カルボン酸エステル基を有する化合物から導かれた繰り返し単位の少なくとも1種を含む共重合体化合物としては、特開昭59-44615号公報、特公昭54-34327号公報、特公昭58-12577号公報、特公昭54-25957号公報、特開昭59-53836号公報及び特開昭59-71048号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を挙げることができる。また、特に好ましい例として、米国特許第4139391号明細書に記載のアクリル酸-アクリル酸エステル共重合体、メタクリル酸-アクリル酸エステル共重合体、アクリル酸-メタクリル酸エステル共重合体、メタクリル酸-メタクリル酸エステル共重合体や、アクリル酸またはメタクリル酸と、アクリル酸エステルまたはメタクリル酸エステルと、他のビニル化合物の多元共重合体を挙げることができる。

ビニル化合物の例としては、スチレン又は置換されたスチレン(例えばビニルトルエン、ビニルエチルベンゼン)、ビニルナフタリン又は置換されたビニルナフタリン、アクリルアミド、メタアクリルアミド、アクリロニトリル、メタアクリロニトリル等が挙げられ、スチレンが好ましい。

分子量1000以上の高分子化合物は1種のみを用いてもよいし、2種以上組み合わせで使用してもよく、分子量1000未満の化合物と併用してもよい。

【0103】

10

20

30

40

50

本発明においては、顔料ナノ粒子析出後の混合液に第3溶媒を含有させる。第3溶媒は有機溶媒であり、エステル化合物溶媒、アルコール化合物溶媒、芳香族化合物溶媒、及び脂肪族化合物溶媒から選ばれる。エステル化合物溶媒、芳香族化合物溶媒または脂肪族化合物溶媒がより好ましく、エステル化合物溶媒が特に好ましい。また、該第3の溶剤は上記溶媒による純溶媒であっても、複数の溶媒による混合溶媒であってもよい。このとき第3溶媒に前記の質量平均分子量1000以上の高分子化合物を含有させて共に導入し、顔料微粒子濃縮液もしくはその粉末を再分散させることが好ましい。

【0104】

エステル化合物溶媒としては、例えば、2-(1-メトキシ)プロピルアセテート、酢酸エチル、乳酸エチルなどが挙げられる。アルコール化合物溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、n-ブタノール、イソブタノールなどが挙げられる。芳香族化合物溶媒としては、例えば、ベンゼン、トルエン、キシレンなどが挙げられる。脂肪族化合物溶媒としては、例えば、n-ヘキサン、シクロヘキサンなどが挙げられる。

【0105】

なかでも、乳酸エチル、酢酸エチル、エタノールが好ましく、乳酸エチルがより好ましい。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上併用してもよい。なお第3溶媒が第1溶媒もしくは第2溶媒と同じものであることはない。

【0106】

第3溶媒の添加の時機は顔料ナノ粒子の析出後であれば特に限定されないが、顔料ナノ粒子を析出させた混合液の溶媒分の一部を予め除去（濃縮）して（第1除去）、その後添加することが好ましい。すなわち、第3溶媒を置換用溶媒として用い、顔料ナノ粒子を析出させた分散液中の第1溶媒及び第2溶媒からなる溶媒分を第3溶媒で置換することが好ましい。

また、後述する顔料分散組成物とするときに、1度目の溶媒分の除去工程（第1除去）を経た後、第3溶媒を添加して溶媒置換し、2度目の溶媒分の除去工程（第2除去）により溶媒分を除去し粉末化することが好ましい。そして、その後バインダー及び/又は溶媒を添加して所望の顔料分散組成物とすることができる。

第3溶媒の添加量は特に限定されないが、顔料ナノ粒子100質量部に対して、100~30000質量部であることが好ましく、500~10000質量部であることがより好ましい。

【0107】

顔料ナノ粒子は例えばビヒクル中で分散させた状態で用いることができる。前記ビヒクルとは、塗料でいえば、液体状態にあるときに顔料を分散させている媒質の部分を行い、液状であって前記顔料と結合して塗膜を固める部分（バインダー）と、これを溶解希釈する成分（有機溶媒）とを含む。なお本発明においては、ナノ粒子形成時に用いるバインダーと再分散化に用いるバインダーとが同じであっても異なってもよい。

【0108】

再分散化後の顔料ナノ粒子の分散組成物の顔料ナノ粒子濃度は目的に応じて適宜定められるが、好ましくは分散組成物全量に対して顔料ナノ粒子が2~30質量%であることが好ましく、4~20質量%であることがより好ましく、5~15質量%であることが特に好ましい。上記のようなビヒクル中に分散させる場合に、バインダーおよび溶解希釈成分の量は有機顔料の種類などにより適宜定められるが、分散組成物全量に対して、バインダーは1~30質量%であることが好ましく、3~20質量%であることがより好ましく、5~15質量%であることが特に好ましい。溶解希釈成分は5~80質量%であることが好ましく、10~70質量%であることがより好ましい。

【0109】

溶媒分を除去したナノ粒子粉末においては、先にも述べたとおり、ナノ粒子が凝集することがある。このような凝集ナノ粒子を再分散する方法として、例えば超音波による分散方法や物理的なエネルギーを加える方法を用いることができる。用いられる超音波照射装置は10kHz以上の超音波を印加できる機能を有することが好ましく、例えば、超音波

10

20

30

40

50

ホモジナイザー、超音波洗浄機などが挙げられる。超音波照射中に液温が上昇すると、ナノ粒子の熱凝集が起こるため、液温を1～100とすることが好ましく、5～60がより好ましい。温度の制御方法は、分散液温度の制御、分散液を温度制御する温度調整層の温度制御、などによって行うことができる。

物理的なエネルギーを加えて顔料ナノ粒子を分散させる際に使用する分散機としては、特に制限はなく、例えば、ニーダー、ロールミル、アトライダー、スーパーミル、ディゾルバ、ホモキサー、サンドミル等の分散機が挙げられる。また、高圧分散法や、微小粒子ビーズの使用による分散方法も好適なものとして挙げられる。

【0110】

本発明の着色感光性樹脂組成物（顔料分散フォトレジスト）は前記有機顔料ナノ粒子の分散物及びモノマーもしくはオリゴマー（硬化化合物）を含み、好ましくは、さらにバインダー、および光重合開始剤もしくは光重合開始剤系を含む。以下、着色感光性樹脂組成物の各成分について説明する。

【0111】

有機顔料微粒子及びその粉末を作製する方法については既に詳細に述べた。着色感光性樹脂組成物中の顔料ナノ粒子の含有量は、全固形分（本発明において、全固形分とは、有機溶媒を除く組成物合計をいう。）に対し、3～90質量%が好ましく、20～80質量%がより好ましく、25～60質量%がさらに好ましい。この量が多すぎると分散液の粘度が上昇し製造適性上問題になることがある。少なすぎると着色力が十分でない。着色剤として機能する顔料ナノ粒子（顔料粒子）としては、粒径0.1μm以下、特に粒径0.08μm以下であることが好ましい。また、調色のために通常の顔料と組み合わせて用いてもよい。顔料は上記で記述したものをを用いることができる。

【0112】

モノマーもしくはオリゴマーとしては、エチレン性不飽和二重結合を2個以上有し、光の照射によって付加重合する多官能モノマーであることが好ましい。そのようなモノマー及びオリゴマーとしては、分子中に少なくとも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以上の化合物を挙げることができる。その例としては、ジペンタエリスリトールヘキサ（メタ）アクリレート、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）アクリレート及びフェノキシエチル（メタ）アクリレートなどの単官能アクリレートや単官能メタクリレート；ポリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリメチロールエタントリアクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパンジアクリレート、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テトラ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールトリ（メタ）アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ（メタ）アクリレート、ジペンタエリスリトールペンタ（メタ）アクリレート、ヘキサンジオールジ（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（アクリロイルオキシエチル）イソシアヌレート、トリ（アクリロイルオキシエチル）シアヌレート、グリセリントリ（メタ）アクリレート；トリメチロールプロパンやグリセリン等の多官能アルコールにエチレンオキシド又はプロピレンオキシドを付加した後（メタ）アクリレート化したもの等の多官能アクリレートや多官能メタクリレートを挙げることができる。また、特開平10-62986号公報に一般式（1）および（2）に記載のように、多官能アルコールにエチレンオキサイドやプロピレンオキサイドを付加させた後（メタ）アクリレート化した化合物も好適なものとして挙げられる。

【0113】

更に特公昭48-41708号公報、特公昭50-6034号公報及び特開昭51-37193号公報に記載されているウレタンアクリレート類；特開昭48-64183号公報、特公昭49-43191号公報及び特公昭52-30490号公報に記載されている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アクリレートやメタクリレートを挙げることができる。

10

20

30

40

50

これらの中で、トリメチロールプロパントリ(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、ジペンタエリスリトールペンタ(メタ)アクリレートが好ましい。

また、この他、特開平11-133600号公報に記載の「重合性化合物B」も好適なものとして挙げる事ができる。

【0114】

モノマーもしくはオリゴマーは、単独でも、二種類以上を混合して用いてもよく、着色感光性樹脂組成物の全固形分に対する含有量は5~50質量%が一般的であり、10~40質量%が好ましい。この量が多すぎると現像性の制御が困難になり製造適性上問題となる。少なすぎると露光時の硬化力が不足する。

10

【0115】

バインダーとしては、酸性基を有するバインダーが好ましく、カラーフィルタ用インクジェットインクないし着色感光性樹脂組成物の調製時に添加することもできるが、前記顔料ナノ粒子分散組成物を製造する際、または顔料ナノ粒子形成時に添加することも好ましい。有機顔料溶液および有機顔料溶液を添加して顔料ナノ粒子を生成させるための貧溶媒の両方もしくは一方にバインダーを添加することもできる。またはバインダー溶液を別系統で顔料ナノ粒子形成時に添加することも好ましい。

【0116】

バインダーとしては、側鎖にカルボン酸基やカルボン酸塩基などの極性基を有するアルカリ可溶性のポリマーが好ましい。その例としては、特開昭59-44615号公報、特公昭54-34327号公報、特公昭58-12577号公報、特公昭54-25957号公報、特開昭59-53836号公報及び特開昭59-71048号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を挙げる事ができる。また側鎖にカルボン酸基やカルボン酸塩などを有するセルロース誘導体も挙げる事ができ、またこの他にも、水酸基を有するポリマーに環状酸無水物を付加したのも好ましく使用することができる。また、特に好ましい例として、米国特許第4,139,391号明細書に記載のベンジル(メタ)アクリレートと(メタ)アクリル酸との共重合体や、ベンジル(メタ)アクリレートと(メタ)アクリル酸と他のモノマーとの多元共重合体を挙げる事ができる。

20

30

【0117】

バインダーは、単独で用いてもよく、或いは通常の膜形成性のポリマーと併用する組成物の状態で使用してもよく、顔料ナノ粒子100質量部に対する添加量は10~200質量部が一般的であり、25~100質量部が好ましい。

【0118】

その他、架橋効率を向上させるために、重合性基を側鎖に有してもよく、UV硬化性樹脂や、熱硬化性樹脂等も有用である。更に、バインダー樹脂として、側鎖の一部に水溶性の原子団を有する有機高分子重合体を用いることができる。

【0119】

光重合開始剤又は光重合開始剤系(本発明において、光重合開始剤系とは複数の化合物の組み合わせで光重合開始の機能を発現する混合物をいう。)としては、米国特許第2367660号明細書に開示されているピシナルポリケタルドニル化合物、米国特許第2448828号明細書に記載されているアシロインエーテル化合物、米国特許第2722512号明細書に記載の -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3046127号明細書及び同第2951758号明細書に記載の多核キノン化合物、米国特許第3549367号明細書に記載のトリアリールイミダゾール二量体とp-アミノケトンの組み合わせ、特公昭51-48516号公報に記載のベンゾチアゾール化合物とトリハロメチル-s-トリアジン化合物、米国特許第4239850号明細書に記載されているトリハロメチル-トリアジン化合物、米国特許第4212976号明細書に記載されているトリハロメチルオキサジアゾール化合物等を挙げる事ができる。特に、トリハロ

40

50

メチル - s - トリアジン、トリハロメチルオキサジアゾール及びトリアリールイミダゾール二量体が好ましい。

【 0 1 2 0 】

また、この他、特開平 1 1 - 1 3 3 6 0 0 号公報に記載の「重合開始剤 C」や、オキシム系として、1 - フェニル - 1 , 2 - プロパンジオン - 2 - (o - エトキシカルボニル) オキシム、0 - 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 - トリアルキルフェニルホスホニウム塩等も好適なものとしてあげることができる。

【 0 1 2 1 】

光重合開始剤又は光重合開始剤系は、単独でも、2 種類以上を混合して用いてもよいが、特に 2 種類以上を用いることが好ましい。少なくとも 2 種の光重合開始剤を用いると、表示特性、特に表示のムラが少なくできる。

着色感光性樹脂組成物の全固形分に対する光重合開始剤又は光重合開始剤系の含有量は、0 . 5 ~ 2 0 質量 % が一般的であり、1 ~ 1 5 質量 % が好ましい。この量が多すぎると感度が高くなりすぎ制御が困難になる。少なすぎると露光感度が低くなりすぎる。

【 0 1 2 2 】

着色感光性樹脂組成物においては、上記成分の他に、更に樹脂組成物調製用有機溶媒 (第 4 溶媒) を用いてもよい。第 4 溶媒の例としては、特に限定されないが、エステル類、エーテル類、ケトン類が挙げられる。これらのうち、1 , 3 ブチレングリコールジアセテート、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、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ましく用いられる。これらの溶媒は、単独で用いてもあるいは 2 種以上組み合わせ用いてもよい。また沸点が 1 8 0 ~ 2 5 0 である溶剤を必要によって使用することができる。第 4 溶媒の含有量は、樹脂組成物全量に対して 1 0 ~ 9 5 質量 % が好ましい。

【 0 1 2 3 】

また、着色感光性樹脂組成物中に適切な界面活性剤を含有させることが好ましい。界面活性剤としては、特開 2 0 0 3 - 3 3 7 4 2 4 号公報、特開平 1 1 - 1 3 3 6 0 0 号公報に開示されている界面活性剤が、好適なものとして挙げられる。界面活性剤の含有量は、樹脂組成物全量に対して 5 質量 % 以下が好ましい。

【 0 1 2 4 】

着色感光性樹脂組成物は、熱重合防止剤を含むことが好ましい。該熱重合防止剤の例としては、ヒドロキノン、ヒドロキノンモノメチルエーテル、p - メトキシフェノール、ジ - t - ブチル - p - クレゾール、ピロガロール、t - 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 - t - ブチルフェノール)、2 , 2 ' - メチレンビス (4 - メチル - 6 - t - ブチルフェノール)、2 - メルカプトベンズイミダゾール、フェノチアジン等が挙げられる。熱重合防止剤の含有量は、樹脂組成物全量に対して 1 質量 % 以下が好ましい。

【 0 1 2 5 】

着色感光性樹脂組成物には、必要に応じ前記着色剤 (顔料) に加えて、着色剤 (染料、顔料) を添加することができる。着色剤のうち顔料を用いる場合には、着色感光性樹脂組成物中に均一に分散されていることが望ましく、そのため粒径が 0 . 1 μ m 以下、特に 0 . 0 8 μ m 以下であることが好ましい。

染料ないし顔料としては、具体的には、前記顔料として、特開 2 0 0 5 - 1 7 7 1 6 号公報 [0 0 3 8] ~ [0 0 4 0] に記載の色材や、特開 2 0 0 5 - 3 6 1 4 4 7 号公報 [0 0 6 8] ~ [0 0 7 2] に記載の顔料や、特開 2 0 0 5 - 1 7 5 2 1 号公報 [0 0 8 0] ~ [0 0 8 8] に記載の着色剤を好適に用いることができる。補助的に使用する染料もしくは顔料の含有量は、樹脂組成物全量に対して 5 質量 % 以下が好ましい。

10

20

30

40

50

【0126】

着色感光性樹脂組成物には、必要に応じて紫外線吸収剤を含有することができる。紫外線吸収剤としては、特開平5-72724号公報記載の化合物のほか、サリシレート系、ベンゾフェノン系、ベンゾトリアゾール系、シアノアクリレート系、ニッケルキレート系、ヒンダードアミン系などが挙げられる。

紫外線吸収剤の含有量は、樹脂組成物全量に対して5質量%以下が好ましい。

【0127】

また、着色感光性樹脂組成物においては、上記添加剤の他に、特開平11-133600号公報に記載の「接着助剤」や、その他の添加剤等を含有させることができる。

【0128】

本発明の着色感光性樹脂組成物はその組成を適宜に調節して、インクジェットインクとすることができる。インクジェットインクとしてはカラーフィルタ用以外にも、印字用等、通常のインクジェットインクとしてもよいが、なかでもカラーフィルタ用インクジェットインクとすることが好ましい。

本発明のインクジェットインクは前記の有機顔料粉末を含むものであればよく、重合性モノマーおよび/または重合性オリゴマーを含む媒体に、前記の有機顔料粉末を含有させたものであることが好ましい。ここで重合性モノマーおよび/または重合性オリゴマーとしては、先に着色感光性樹脂組成物において説明したものをを用いることができる。

このとき、粘度の変動幅が±5%以内になるようインク温度を制御することが好ましい。射出時の粘度は5~25 mPa・sであることが好ましく、8~22 mPa・sであることがより好ましく、10~20 mPa・sであることが特に好ましい(本発明において粘度は、特に断らない限り25のときの値である。)。前記射出温度の設定以外に、インクに含有させる成分の種類と添加量を調節することで、粘度の調整をすることができる。前記粘度は、例えば、円錐平板型回転粘度計やE型粘度計などの通常の装置により測定することができる。

また、射出時のインクの表面張力は15~40 mN/mであることが、画素の平坦性向上の観点から好ましい(本発明において表面張力は、特に断らない限り23のときの値である。)。より好ましくは、20~35 mN/m、最も好ましくは、25~30 mN/mである。表面張力は、界面活性剤の添加や、溶剤の種類により調整することができる。前記表面張力は、例えば、表面張力測定装置(協和界面科学株式会社製、CBVP-Z)や、全自動平衡式エレクトロ表面張力計ESB-V(協和科学社製)などの公知の測定器を用いて白金プレート方法により測定することができる。

【0129】

本発明のカラーフィルタ用インクジェットインクの吹き付けとしては、帯電したインクを連続的に噴射し電場によって制御する方法、圧電素子を用いて間欠的にインクを噴射する方法、インクを加熱しその発泡を利用して間欠的に噴射する方法等、各種の方法を採用できる。

また、各画素形成のために用いるインクジェット法に関しては、インクを熱硬化させる方法、光硬化させる方法、あらかじめ基板上に透明な受像層を形成しておいてから打滴する方法など、通常の方法を用いることができる。

【0130】

インクジェットヘッド(以下、単にヘッドともいう。)には、通常のを適用でき、コンティニアスタイプ、ドットオンデマンドタイプが使用可能である。ドットオンデマンドタイプのうち、サーマルヘッドでは、吐出のため、特開平9-323420号に記載されているような稼動弁を持つタイプが好ましい。ピエゾヘッドでは、例えば、欧州特許A277,703号、欧州特許A278,590号などに記載されているヘッドを使うことができる。ヘッドはインクの温度が管理できるよう温調機能を持つものが好ましい。射出時の粘度は5~25 mPa・sとなるよう射出温度を設定し、粘度の変動幅が±5%以内になるようインク温度を制御することが好ましい。また、駆動周波数としては、1~500 kHzで稼動することが好ましい。

【0131】

また、各画素を形成した後、加熱処理（いわゆるベーク処理）する加熱工程を設けることができる。即ち、光照射により光重合した層を有する基板を電気炉、乾燥器等の中で加熱する、あるいは赤外線ランプを照射する。加熱の温度及び時間は、感光性濃色組成物の組成や形成された層の厚みに依存するが、一般に十分な耐溶剤性、耐アルカリ性、及び紫外線吸光度を獲得する観点から、約120～約250で約10分～約120分間加熱することが好ましい。

このようにして形成されたカラーフィルタのパターン形状は特に限定されるものではなく、一般的なブラックマトリクス形状であるストライプ状であっても、格子状であっても、さらにはデルタ配列状であってもよい。

10

【0132】

本発明においては、既述のカラーフィルタ用インクジェットインクを用いた画素形成工程の前に、予め隔壁を作成し、該隔壁に囲まれた部分にインクを付与する作製方法が好ましい。この隔壁はどのようなものでもよいが、カラーフィルタを作製する場合は、ブラックマトリクスの機能を持った遮光性を有する隔壁（以下、単に「隔壁」とも言う。）であることが好ましい。該隔壁は通常カラーフィルタ用ブラックマトリクスと同様の素材、方法により作製することができる。例えば、特開2005-3861号公報の段落番号[0021]～[0074]や、特開2004-240039号公報の段落番号[0012]～[0021]に記載のブラックマトリクスや、特開2006-17980号公報の段落番号[0015]～[0020]や、特開2006-10875号公報の段落番号[0009]～[0044]に記載のインクジェット用ブラックマトリクスなどが挙げられる。

20

【0133】

着色感光性樹脂組成物を用いた塗布膜における含有成分については、既に記載したものと同様である。また、着色感光性樹脂組成物を用いた塗布膜の厚さは、その用途により適宜定めることができるが、0.5～5.0 μm であることが好ましく、1.0～3.0 μm であることがより好ましい。この着色感光性樹脂組成物を用いた塗布膜においては、前述のモノマーもしくはオリゴマーを重合させて着色感光性樹脂組成物の重合膜とし、それを有するカラーフィルタを作製することができる（カラーフィルタの作製については後述する。）。重合性モノマー又は重合性オリゴマーの重合は、光照射により光重合開始剤又は光重合開始剤系を作用させて行うことができる。

30

【0134】

尚、上記塗布膜は、着色感光性樹脂組成物を、通常の塗布方法により塗布し乾燥することによって形成することができるが、本発明においては、液が吐出する部分にスリット状の穴を有するスリット状ノズルによって塗布することが好ましい。具体的には、特開2004-89851号公報、特開2004-17043号公報、特開2003-170098号公報、特開2003-164787号公報、特開2003-10767号公報、特開2002-79163号公報、特開2001-310147号公報等に記載のスリット状ノズル、及びスリットコートが好適に用いられる。

40

【0135】

着色感光性樹脂組成物の基板への塗布方法は、1～3 μm の薄膜を均一に高精度に塗布できるという点からスピン塗布が優れており、カラーフィルタの作製に広く一般的に用いることができる。しかし、近年においては、液晶表示装置の大型化および量産化に伴って、製造効率および製造コストをより高めるために、スピン塗布よりも広幅で大面積な基板の塗布に適したスリット塗布がカラーフィルタの作製に採用されるようになってきている。尚、省液性という観点からもスリット塗布はスピン塗布よりも優れており、より少ない塗布液量で均一な塗膜を得ることができる。

【0136】

スリット塗布は、先端に幅数十ミクロンのスリット（間隙）を有し且つ矩形基板の塗布幅に対応する長さの塗布ヘッドを、基板とのクリアランス（間隙）を数10～数100ミ

50

クロンに保持しながら、基板と塗布ヘッドとに一定の相対速度を持たせて、所定の吐出量でスリットから供給される塗布液を基板に塗布する塗布方式である。このスリット塗布は、(1) スピン塗布に比して液ロスが少ない、(2) 塗布液の飛びちりが少ないため洗浄処理が軽減される、(3) 飛び散った液成分の塗布膜への再混入がない、(4) 回転の立ち上げ停止時間がないのでタクトタイムが短縮化できる、(5) 大型の基板への塗布が容易である、等の利点を有する。これらの利点から、スリット塗布は大型画面液晶表示装置用のカラーフィルタの作製に好適であり、塗布液量の削減にとっても有利な塗布方式として期待されている。

【0137】

スリット塗布は、スピン塗布よりも遥かに大面積の塗布膜を形成するため、幅の広いスリット出口から塗布液を吐出する際、コーターと被塗布物との間にある程度の相対速度を保つ必要がある。このため、スリット塗布方式に用いる塗布液には良好な流動性が求められる。また、スリット塗布には、塗布ヘッドのスリットから基板に供給される塗布液の諸条件を、塗布幅全般に渡って一定に保持することが特に求められる。塗布液の流動性や粘弾性特性等の液物性が不十分であると、塗布ムラが生じやすく、塗布幅方向に塗布厚を一定に保つのが困難になり、均一な塗布膜を得ることができないという問題が生じてしまう。

【0138】

これらのことから、ムラがなく均一な塗布膜を得るために塗布液の流動性や粘弾性特性を改良しようとする試みが多くなされている。しかし、上述したようにポリマーの分子量を低下させたり、溶剤への溶解性に優れたポリマーを選択したり、蒸発速度をコントロールするために溶剤を種々選択したり、界面活性剤を利用するなどの手段が提案されているが、いずれも上記の諸問題を改良するには充分ではなかった。

【0139】

感光性転写材料は、特開平5-72724号公報に記載されている感光性樹脂転写材料、すなわち一体型となったフィルムを用いて形成することが好ましい。該一体型フィルムの構成の例としては、仮支持体/熱可塑性樹脂層/中間層/感光性樹脂層/保護フィルムを、この順に積層した構成が挙げられ、感光性転写材料は、前述の着色感光性樹脂組成物を用いることによって感光性樹脂を設けたものである。

【0140】

感光性転写材料において、仮支持体としては、可撓性を有し、加圧、若しくは加圧及び加熱下においても著しい変形、収縮若しくは伸びを生じないものであることが必要である。そのような仮支持体の例としては、ポリエチレンテレフタレートフィルム、トリ酢酸セルロースフィルム、ポリスチレンフィルム、ポリカーボネートフィルム等を挙げることができ、中でも2軸延伸ポリエチレンテレフタレートフィルムが特に好ましい。

【0141】

熱可塑性樹脂層に用いる成分としては、特開平5-72724号公報に記載されている有機高分子物質が好ましく、ヴィカーVicart法(具体的にはアメリカ材料試験法エーエスターエムデーASTM D1235によるポリマー軟化点測定法)による軟化点が約80以下の有機高分子物質より選ばれることが特に好ましい。具体的には、ポリエチレン、ポリプロピレンなどのポリオレフィン、エチレンと酢酸ビニル或いはそのケン化物の様なエチレン共重合体、エチレンとアクリル酸エステル或いはそのケン化物、ポリ塩化ビニル、塩化ビニルと酢酸ビニル及びそのケン化物の様な塩化ビニル共重合体、ポリ塩化ビニリデン、塩化ビニリデン共重合体、ポリスチレン、スチレンと(メタ)アクリル酸エステル或いはそのケン化物の様なスチレン共重合体、ポリビニルトルエン、ビニルトルエンと(メタ)アクリル酸エステル或いはそのケン化物の様なビニルトルエン共重合体、ポリ(メタ)アクリル酸エステル、(メタ)アクリル酸ブチルと酢酸ビニル等の(メタ)アクリル酸エステル共重合体、酢酸ビニル共重合体ナイロン、共重合ナイロン、N-アルコキシメチル化ナイロン、N-ジメチルアミノ化ナイロンの様なポリアミド樹脂等の有機高分子が挙げられる。

10

20

30

40

50

【 0 1 4 2 】

感光性転写材料においては、複数の塗布層の塗布時、及び塗布後の保存時における成分の混合を防止する目的から、中間層を設けることが好ましい。該中間層としては、特開平5-72724号公報に「分離層」として記載されている、酸素遮断機能のある酸素遮断膜を用いることが好ましく、この場合、露光時感度がアップし、露光機の時間負荷が減り、生産性が向上する。

該酸素遮断膜としては、低い酸素透過性を示し、水又はアルカリ水溶液に分散又は溶解するものが好ましく、通常のものの中から適宜選択することができる。これらの内、特に好ましいのは、ポリビニルアルコールとポリビニルピロリドンとの組み合わせである。

【 0 1 4 3 】

感光性樹脂層の上には貯蔵の際の汚染や損傷から保護するために薄い保護フィルムを設けることが好ましい。保護フィルムは仮支持体と同じか又は類似の材料からなってもよいが、感光性樹脂層から容易に分離されねばならない。保護フィルム材料としては例えばシリコーン紙、ポリオレフィン若しくはポリテトラフルオロエチレンシートが適当である。

【 0 1 4 4 】

感光性転写材料は、仮支持体上に熱可塑性樹脂層の添加剤を溶解した塗布液（熱可塑性樹脂層用塗布液）を塗布し、乾燥することにより熱可塑性樹脂層を設け、その後熱可塑性樹脂層上に熱可塑性樹脂層を溶解しない溶剤からなる中間層材料の溶液を塗布、乾燥し、その後感光性樹脂層を、中間層を溶解しない溶剤で塗布、乾燥して設けることにより作製することができる。

また、前記の仮支持体上に熱可塑性樹脂層及び中間層を設けたシート、及び保護フィルム上に感光性樹脂層を設けたシートを用意し、中間層と感光性樹脂層が接するように相互に貼り合わせることによっても、更には、前記の仮支持体上に熱可塑性樹脂層を設けたシート、及び保護フィルム上に感光性樹脂層及び中間層を設けたシートを用意し、熱可塑性樹脂層と中間層が接するように相互に貼り合わせることによっても、作製することができる。

【 0 1 4 5 】

感光性転写材料において、感光性樹脂層の膜厚としては、1.0～5.0 μmが好ましく、1.0～4.0 μmがより好ましく、1.0～3.0 μmが特に好ましい。また、特に限定されるわけではないが、その他の各層の好ましい膜厚としては、仮支持体は15～100 μm、熱可塑性樹脂層は2～30 μm、中間層は0.5～3.0 μm、保護フィルムは4～40 μmが、一般的に好ましい。

【 0 1 4 6 】

尚、上記作製方法における塗布は、通常の塗布装置等によって行うことができるが、本発明においては、既に説明した、スリット状ノズルを用いた塗布装置（スリットコータ）によって行うことが好ましい。スリットコータの好ましい具体例等は、前記と同様である。

【 0 1 4 7 】

本発明のカラーフィルタは、コントラストに優れる。本発明においてコントラストとは、2枚の偏光板の間において、偏光軸が平行のときと、垂直のときとの透過光量の比を表す（「1990年第7回色彩光学コンファレンス、512色表示10.4"サイズTF-T-LCD用カラーフィルタ、植木、小関、福永、山中」等参照。）。

カラーフィルタのコントラストが高いということは液晶と組み合わせたときの明暗のディスプレイのディスクリミネーションが大きくできるということを意味しており、液晶ディスプレイがCRTに置き換わるためには非常に重要な性能である。

【 0 1 4 8 】

本発明のカラーフィルタは、テレビ用として用いる場合は、F10光源による、レッド（R）、グリーン（G）、及びブルー（B）のそれぞれ全ての単色の色度が、下表に記載の値（以下、本発明において「目標色度」という。）との差（E）で5以内の範囲であることが好ましく、更に3以内であることがより好ましく、2以内であることが特に好ま

10

20

30

40

50

しい。

【0149】

	x	y	Y
R	0.656	0.336	21.4
G	0.293	0.634	52.1
B	0.146	0.088	6.90

【0150】

本発明において色度は、顕微分光光度計（オリンパス光学社製；OSP100又は200）により測定し、F10光源視野2度の結果として計算して、xyz表色系のxyY値で表す。また、目標色度との差は、La*b*表色系の色差で表す。

10

【0151】

本発明のカラーフィルタを備えた液晶表示装置はコントラストが高く、黒のしまり等の描写力に優れ、とくにVA方式であることが好ましい。ノートパソコン用ディスプレイやテレビモニター等の大画面の液晶表示装置等としても好適に用いることができる。また、本発明のカラーフィルタはCCDデバイスに用いることができ、優れた性能を発揮する。

【実施例】

【0152】

以下、本発明を実施例に基づきさらに詳しく説明するが、本発明はこれにより限定して解釈されるものではない。

20

（実施例1・比較例1）

<有機顔料粉末A、顔料分散組成物Aの調製>

ジメチルスルホキシド（和光純薬社製）1000mlに、ナトリウムメトキシド28%メタノール溶液33.3ml、顔料C.I.ピグメントレッド254（Irgaphor Red BT-CF、商品名、チバ・スペシャルティ・ケミカルズ（株）社製）50g、及びポリビニルピロリドン（K-25、質量平均分子量30000、商品名、和光純薬社製）100.0gを添加して、顔料溶液Aを調製した。この顔料溶液Aを、ビスコメイトVM-10A-L（商品名、CBCマテリアルズ社製）を用いて粘度を測定した結果、顔料溶液Aの液温が24.5の時の粘度が16.8mPa・sであった。これとは別に貧溶媒として、1mol/l塩酸（和光純薬社製）16mlを含有した水1000mlを用意した。

30

【0153】

ここで、18に温度コントロールし、GK-0222-10型ラモンドスターラー（商品名、藤沢薬品工業社製）により500rpmで攪拌した貧溶媒の水1000mlに、顔料溶液AをNP-KX-500型大容量無脈流ポンプ（商品名、日本精密化学社製）を用いて、流路径0.8mmの送液配管から流速100ml/minで100ml注入することにより、有機顔料粒子を形成し、顔料ナノ粒子分散液Aを調製した。

上記の手順で調製した、顔料ナノ粒子分散液Aを（株）コクサン社製H-112型遠心濾過機および敷島カンバス（株）社製P89C型口布を用いて5000rpmで90分濃縮し、得られた顔料ナノ粒子濃縮ペーストを回収した。

40

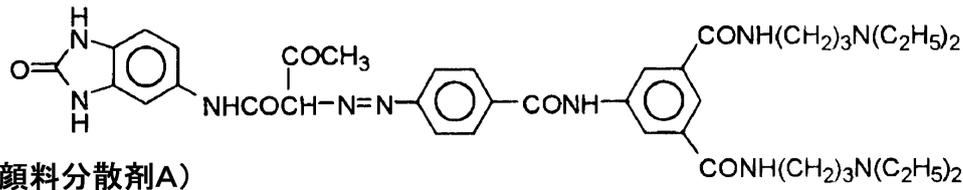
【0154】

顔料ナノ粒子濃縮ペーストの顔料含率をアジレント（Agilent）社製8453型分光光度計を用いて測定したところ、16.4質量%であった。乳酸エチル50.0ccに特開2000-239554号公報に従い合成した下記顔料分散剤A0.1g、前記一般式（1）で表される高分子化合物の例示化合物C-1を2.6gを添加した溶液を、上記顔料ナノ粒子濃縮ペースト14.5gに加え、ディソルバーで1500rpm・60分攪拌後、酢酸エチル25.0ccを添加し、さらにディソルバーで500rpm・10分攪拌し顔料ナノ粒子乳酸エチル分散液Aを得た。

【0155】

50

【化 19】



【0156】

上記顔料ナノ粒子乳酸エチル分散液Aをエバポレーターにて溶剤除去することにより本発明の有機顔料粉末A（固形分濃度93質量%）を得た。

10

前記有機顔料粉末Aを用い、下記組成の顔料分散組成物Aを調製した。

前記有機顔料粉末A	14.0 g
1,3ブチレングリコールジアセテート	46.3 g

上記組成の顔料分散組成物AをモーターミルM-50（アイガー・ジャパン社製）で、直径0.65mmのジルコニアビーズを用い、周速9m/sで1時間分散した。

【0157】

<有機顔料粉末B、顔料分散組成物Bの調製>

顔料分散組成物Aの調製において、固形分濃度を81質量%に変更したこと以外は同様にして本発明の有機顔料粉末B及び顔料分散組成物Bを調整した。

20

【0158】

<有機顔料粉末C、顔料分散組成物Cの調製>

顔料分散組成物Aの調製において、固形分濃度を73質量%に変更したこと以外は同様にして本発明の有機顔料粉末C及び顔料分散組成物Cを調整した。

【0159】

<有機顔料粉末D、顔料分散組成物Dの調製>

高分子分散剤C-1をベンジルメタクリレート/メタクリル酸=72/28モル比のラジカル共重合体（分子量3.7万）に変更したこと以外は、顔料分散組成物Aの調製手順と同様にして、本発明の有機顔料粉末D及び顔料分散組成物Dを調整した。

【0160】

<有機顔料粉末E、顔料分散組成物Eの調製>

30

顔料分散組成物Aの調製手順において、前記顔料ナノ粒子濃縮ペーストをホットプレート上で100℃で溶媒除去することにより有機顔料粉末E（固形分濃度89質量%）を得た。

前記有機顔料粉末Bを用い、下記組成の顔料分散組成物Eを調製した。

前記有機顔料粉末E	14.0 g
1,3ブチレングリコールジアセテート	46.3 g

上記組成の顔料分散組成物EをモーターミルM-50（アイガー・ジャパン社製）で、直径0.65mmのジルコニアビーズを用い、周速9m/sで1時間分散した。

【0161】

<顔料分散組成物Fの調製>

40

顔料分散組成物Aの調製手順において、固形分濃度を56質量%に変更したこと以外は同様にして顔料分散組成物Fを調整した。

【0162】

<顔料分散組成物Gの調製>

前記顔料ナノ粒子乳酸エチル分散液Aを、住友電工ファインポリマ社製FP-010型フィルタを用いてろ過することにより、ペースト状の濃縮顔料液A（固形分濃度31質量%）を得た。

前記ペースト状の濃縮顔料液Aを用い、下記組成の顔料分散組成物Gを調製した。

前記ペースト状の濃縮顔料液A	18.0 g
1,3ブチレングリコールジアセテート	46.3 g

50

上記組成の顔料分散組成物 G をモーターミル M - 5 0 (アイガー・ジャパン社製) で、直径 0 . 6 5 m m のジルコニアビーズを用い、周速 9 m / s で 1 時間分散した。

【 0 1 6 3 】

< 顔料分散組成物 H の調製 >

下記のようにして下記組成の顔料分散組成物 H を調製した。

顔料 (ピグメントレッド 2 5 4)	6 . 4 3 g
塩化ナトリウム	6 4 . 0 g
高分子分散剤 C - 1	1 4 . 9 g
4 0 % 1 - メトキシ - 2 - プロピルアセテート溶液	

1 , 3 ブチレングリコールジアセテート液中に塩化ナトリウム、顔料 (ピグメントレッド 2 5 4) の紛体、高分子分散剤 C - 1 を双腕型ニーダーに仕込み、8 0 で 1 0 時間混練した。混練後 8 0 の 1 % 塩酸水溶液 5 0 0 質量部に取り出し、1 時間攪拌後、ろ過、湯洗、乾燥、粉碎した後、粉碎物 1 g に対し 1 , 3 ブチレングリコールジアセテート 2 . 4 g を添加混合した。上記顔料組成物をモーターミル M - 5 0 (アイガー・ジャパン社製) で、直径 0 . 6 5 m m のジルコニアビーズを用い、周速 9 m / s で 1 時間分散した。顔料分散組成物 H を得た。

10

【 0 1 6 4 】

< 有機顔料粉末 I 、顔料分散組成物 I の調製 >

顔料分散組成物 A の調製において、高分子分散剤 C - 1 を用いないこと以外は同様にして、有機顔料粉末 I 及び顔料分散組成物 I を調製した。

20

【 0 1 6 5 】

[コントラストの測定]

得られた顔料分散組成物 A ~ I を、それぞれガラス基板上に厚みが 2 . 0 μ m になるように塗布し、サンプルを作製した。バックライトユニットとして 3 波長冷陰極管光源 (東芝ライテック (株) 社製 F W L 1 8 E X - N) に拡散板を設置したのを用い、2 枚の偏光板 ((株) サンリツ社製の偏光板 H L C 2 - 2 5 1 8) の間にこのサンプルを置き、偏光軸が平行のときと、垂直のときとの透過光量を測定し、その比をコントラストとした (「 1 9 9 0 年 第 7 回 色彩光学コンファレンス、5 1 2 色表示 1 0 . 4 ” サイズ T F T - L C D 用 カラーフィルタ、植木、小関、福永、山中 」 等参照。) 。

30

【 0 1 6 6 】

[数平均粒径・粘度の測定]

顔料分散組成物を、それぞれナノトラック U P A - E X 1 5 0 (商品名、日機装社製) を用いて、数平均粒径 M n を測定し、ビスコメイト V M - 1 0 A - L (商品名、C B C マテリアルズ社製) を用いて粘度を測定した。なお、以下の実施例・比較例においては、特に断らない限り、上記の測定方法で数平均粒径及び粘度を測定した。

【 0 1 6 7 】

上記各顔料分散組成物におけるコントラスト、数平均粒径、及び粘度の測定結果を下表 1 に示す。

【 0 1 6 8 】

[表 1]

40

顔料分散組成物	コントラスト	粘度 [c p]	数平均粒径 [n m]
A	2 3 0 0 0	8	2 6
B	2 2 0 0 0	1 5	3 2
C	2 1 0 0 0	2 7	2 5
D	1 8 0 0 0	9	3 9
E	2 4 0 0 0	8	2 6
F	2 1 0 0 0	3 8	3 5
G	2 2 0 0 0	4 9	2 9

50

H	9 0 0 0	1 3	6 7
I	1 3 0 0 0	1 0	5 5

【 0 1 6 9 】

上表に示したとおり、本発明の有機顔料粉末によりナノメートルサイズの有機粒子を分散させた顔料分散組成物 A ~ E 及び I は十分なコントラストと低粘度とを両立して示した。なお、分散組成物のコントラストが 1 0 0 0 0 以上（好ましくは 1 5 0 0 0 以上）であり、かつ、粘度が 3 0 c p 以下であれば高品質カラーフィルタの製造に要求されるレベルを満足する。

以上の結果から、本発明の有機顔料粉末は乾燥によって粒子を強く凝集させたにも関わらず、溶剤に再度分散して微分散化し、低粘度な分散物とすることができ、かつ、カラーフィルタとしたときに高コントラストを示すことがわかる。

10

【 0 1 7 0 】

(実施例 2 ・ 比較例 2)

< 液晶表示装置の作製 >

[感光性転写材料の作製]

厚さ 7 5 μ m のポリエチレンテレフタレートフィルム仮支持体の上に、スリット状ノズルを用いて、下記処方 H 1 からなる熱可塑性樹脂層用塗布液を塗布、乾燥させた。次に、下記処方 P 1 から成る中間層用塗布液を塗布、乾燥させた。更に、下記表 2 - A に記載の組成よりなる遮光性を有する樹脂組成物 K 1 を塗布、乾燥させ、該仮支持体の上に乾燥膜厚が 1 5 μ m の熱可塑性樹脂層と、乾燥膜厚が 1 . 6 μ m の中間層と、乾燥膜厚が 2 . 4 μ m の遮光性を有する樹脂層を設け、保護フィルム（厚さ 1 2 μ m ポリプロピレンフィルム）を圧着した。

20

こうして仮支持体と熱可塑性樹脂層と中間層（酸素遮断膜）と遮光性を有する樹脂層とが一体となった感光性樹脂転写材料を作製し、サンプル名を感光性樹脂転写材料 K 1 とした。

【 0 1 7 1 】

* 熱可塑性樹脂層用塗布液：処方 H 1

- ・メタノール 1 1 . 1 質量部
- ・プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 6 . 4 質量部
- ・メチルエチルケトン 5 2 . 4 質量部
- ・メチルメタクリレート / 2 - エチルヘキシルアクリレート / ベンジル
メタクリレート / メタクリル酸共重合体（共重合組成比（モル比）
= 5 5 / 1 1 . 7 / 4 . 5 / 2 8 . 8、分子量 = 1 0 万、T g 7 0 ） 5 . 8 3 質量部
- ・スチレン / アクリル酸共重合体（共重合組成比（モル比）
= 6 3 / 3 7、分子量 = 1 万、T g 1 0 0 ） 3 . 6 質量部
- ・ 2 , 2 - ビス [4 - (メタクリロキシポリエトキシ)フェニル]
プロパン（新中村化学工業（株）社製） 9 . 1 質量部
- ・界面活性剤 1 0 . 5 4 質量部

30

40

【 0 1 7 2 】

< 界面活性剤 1 >（メガファック F - 7 8 0 - F（大日本インキ化学工業（株）社製））

- ・ C₆F₁₃CH₂CH₂OCOCH=CH₂ : 4 0 質量部と
H(OCH(CH₃)CH₂)₇OCOCH=CH₂ : 5 5 質量部と
H(OCH₂CH₂)₇OCOCH=CH₂ : 5 質量部との
共重合体（分子量 3 万） 3 0 質量部
- ・メチルエチルケトン 7 0 質量部

【 0 1 7 3 】

< 中間層（酸素遮断層）用塗布液処方：P 1 >

- ・ポリビニルアルコール 3 2 . 2 質量部

50

- (P V A 2 0 5 (鹼化率 = 8 8 %) ; (株) クラレ社製)
- ・ポリビニルピロリドン・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 1 4 . 9 質量部
- (P V P、 K - 3 0 ; アイエスピー・ジャパン株式会社製)
- ・メタノール・・ 4 2 9 質量部
- ・蒸留水・・ 5 2 4 質量部

【 0 1 7 4 】

[表 2 - A]

K 顔料分散物 1	2 5 質量部	
プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート	8 . 0 質量部	10
メチルエチルケトン	5 3 質量部	
バインダー 1	9 . 1 質量部	
ハイドロキノンモノメチルエーテル	0 . 0 0 2 質量部	
D P H A 液	4 . 2 質量部	
重合開始剤 A	0 . 1 6 質量部	
界面活性剤 1	0 . 0 4 4 質量部	

【 0 1 7 5 】

遮光性を有する樹脂組成物 K 1 は、まず K 顔料分散物 1、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートをはかり取り、温度 2 4 (± 2) で混合して 1 5 0 r p m 1 0 分間攪拌し、次いで、バインダー 1、ハイドロキノンモノメチルエーテル、D P H A 液、重合開始剤 A (2 , 4 - ビス (トリクロロメチル) - 6 - [4 ' - (N , N - ビスエトキシカルボニルメチル) アミノ - 3 ' - プロモフェニル] - s - トリアジン)、界面活性剤 1 をはかり取り、温度 2 5 (± 2) でこの順に添加して、温度 4 0 (± 2) で 1 5 0 r p m 3 0 分間攪拌することによって得られた。

【 0 1 7 6 】

- < K 顔料分散物 1 >
- ・カーボンブラック
- (デグッサ社製、商品名 S p e c i a l B l a c k 2 5 0) 1 3 . 1 質量部
- ・前記顔料分散剤 A 0 . 6 5 質量部 30
- ・ポリマー (ベンジルメタクリレート / メタクリル酸 = 7 2 / 2 8 モル比
のランダム共重合物、分子量 3 . 7 万) 6 . 7 2 質量部
- ・プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 7 9 . 5 3 質量部

【 0 1 7 7 】

- < バインダー 1 >
- ・ポリマー (ベンジルメタクリレート / メタクリル酸 = 7 8 / 2 2 モル比
のランダム共重合物、分子量 4 万) 2 7 質量部
- ・プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 7 3 質量部

【 0 1 7 8 】

- < D P H A 液 > 40
- ・ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート (重合禁止剤 M E H Q 5 0 0 p p m 含有)
- 日本化薬 (株) 社製、商品名 : K A Y A R A D D P H A) 7 6 質量部
- ・プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 2 4 質量部

【 0 1 7 9 】

[遮光性を有する隔壁の形成]

無アルカリガラス基板を、2 5 に調整したガラス洗浄剤液をシャワーにより 2 0 秒間吹き付けながらナイロン毛を有する回転ブラシで洗浄し、純水シャワー洗浄後、シランカップリング液 (N - (アミノエチル) - アミノプロピルトリメトキシシラン 0 . 3 質量 % 水溶液、商品名 : K B M 6 0 3、信越化学工業 (株) 社製) をシャワーにより 2 0 秒

間吹き付け、純水シャワー洗浄した。この基板を基板予備加熱装置で100 2分加熱した。

【0180】

前記感光性樹脂転写材料K1の保護フィルムを剥離後、ラミネータ（株式会社日立インダストリーズ社製（Lamic II型））を用い、前記100 で2分間加熱した基板に、ゴムローラー温度130、線圧100N/cm、搬送速度2.2m/分でラミネートした。

仮支持体を剥離後、超高圧水銀灯を有するプロキシミティ型露光機（日立ハイテク電子エンジニアリング株式会社製）で、基板とマスク（画像パターンを有す石英露光マスク）を垂直に立てた状態で、露光マスク面と該熱可塑性樹脂層の間の距離を200μmに設定し、露光量100mJ/cm²でパターン露光した。マスク形状は格子状で、画素と遮光性を有する隔壁との境界線に該当する部分における、遮光性を有する隔壁側に凸な角の曲率半径は0.6μmとした。

10

【0181】

次に、トリエタノールアミン系現像液（2.5%のトリエタノールアミン含有、ノニオン性界面活性剤含有、ポリプロピレン系消泡剤含有、商品名：T-PD1、富士写真フィルム株式会社製）にて30 50秒、フラットノズル圧力0.04MPaでシャワー現像し熱可塑性樹脂層と中間層（酸素遮断層）を除去した。

引き続き炭酸ナトリウム系現像液（0.06モル/リットルの炭酸水素ナトリウム、同濃度の炭酸ナトリウム、1%のジブチルナフタレンスルホン酸ナトリウム、アニオン性界面活性剤、消泡剤、安定剤含有、商品名：T-CD1、富士写真フィルム株式会社製）を用い、29 30秒、コーン型ノズル圧力0.15MPaでシャワー現像し遮光性を有する樹脂層を現像しパターンニング離画壁（遮光性を有する隔壁パターン）を得た。

20

【0182】

引き続き洗浄剤（磷酸塩・珪酸塩・ノニオン性界面活性剤・消泡剤・安定剤含有、商品名「T-SD1（富士写真フィルム株式会社製）」）を用い、33 20秒、コーン型ノズル圧力0.02MPaでシャワーとナイロン毛を有す回転ブラシにより残渣除去を行い、遮光性を有する隔壁を得た。その後更に、該基板に対して該樹脂層の側から超高圧水銀灯で500mJ/cm²の光でポスト露光後、240、50分熱処理した。

30

【0183】

〔プラズマ撥水化処理〕

その後、下記方法によりプラズマ撥水化処理を行った。

遮光性を有する隔壁を形成した前記基板に、カソードカップリング方式平行平板型プラズマ処理装置を用いて、以下の条件にてプラズマ撥水化処理を行った。

使用ガス : CF₄
 ガス流量 : 80 sccm
 圧力 : 40 Pa
 RFパワー : 50 W
 処理時間 : 30 sec

【0184】

〔カラーフィルタ用インクジェットインクの調製〕

特開2002-201387号公報の実施例1を参考に以下の処方でカラーフィルタ用インクジェットインクを調製した。

40

【0185】

【表 2 - B】

組成成分 含有量(質量部)	Rインク 1	Rインク 2	Rインク 3	Rインク 4	Rインク 5	Rインク 6	Rインク 7	Rインク 8	Rインク 9	Gインク 1	Bインク 1
顔料分散組成物 A	51										
顔料分散組成物 B		51									
顔料分散組成物 C			51								
顔料分散組成物 D				51							
顔料分散組成物 E					51						
顔料分散組成物 F						51					
顔料分散組成物 G							51				
顔料分散組成物 H								51			
顔料分散組成物 I									51		
G顔料 (C. I. P. G. 36)										6.0	
B顔料 (C. I. P. B 15:6)											6.0
高分子分散剤(AVEC IA社製ソルパース24 000)	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.0	2.0
バインダー(ベンジル メタクリレート-メタク リル酸共重合体)										4.6	4.6
ジベンタエリスリトール ペンタアクリレート	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
トリプロピレングリコ ルジアクリレート	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	5.0	5.0
2-メチル-1-[4- (メチルチオ)フェニ ル]-2-モンフォリノ プロパン)-1-オン	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
ジエチレングリコール モノブチルエーテルア セテート、29.9 dyn /cm	44	44	44	44	44	44	44	44	44	80	80

【0186】

上記表 2 - B の各成分の混合については、先ず、顔料及び高分子分散剤を溶剤の一部に投入、混合し、3本ロールとビーズミルを用いて攪拌して顔料分散液を得た。一方、他の配合成分を溶剤の残部に投入、攪拌して溶解分散し、バインダー溶液を得た。そして、顔料分散液または顔料分散組成物を少量ずつバインダー溶液中に添加しながらディソルバーで十分に攪拌し、カラーフィルタ用インクジェットインクを調製した。

【0187】

〔画素形成〕

上記で得られた R インク 1、G インク 1、B インク 1 をピエゾ方式のヘッドを用いて、まず以下のようにして遮光性隔壁に囲まれた凹部にインクを打滴した。そして下記のようにして、本発明のカラーフィルタを得た。

ヘッドは25.4mmあたり150のノズル密度で、318ノズルを有しており、これを2個ノズル列方向にノズル間隔の1/2ずらして固定することにより、基板上にはノズル配列方向に25.4mmあたり300滴打滴される。

ヘッドおよびインクは、ヘッド内に温水を循環させることにより吐出部分近辺が 50 ± 0.5 となるように制御されている。

ヘッドからのインク吐出は、ヘッドに付与されるピエゾ駆動信号により制御され、一滴あたり6~42plの吐出が可能であって、本実施例ではヘッドの下1mmの位置でガラス基板が搬送されながらヘッドより打滴される。搬送速度は50~200mm/sの範囲で設定可能である。またピエゾ駆動周波数は最大4.6kHzまでが可能であって、これらの設定により打滴量を制御することができる。

【0188】

R、G、Bそれぞれ、顔料の塗設量が、 1.1 g/m^2 、 1.8 g/m^2 、 0.75 g/m^2 となるように、搬送速度、駆動周波数を制御し、所望するR、G、Bに対応する凹部にR、G、Bのインクを打滴した。

打滴されたインクは、露光部に搬送され、紫外発光ダイオード(UV-LED)により露光される。UV-LEDは日亜化学社製NCCU033(商品名)を用いた。本LEDは1チップから波長365nmの紫外光を出力するものであって、約500mAの電流を通电することにより、チップから約100mWの光が発光される。これを7mm間隔に複数個配列し、表面で 0.3 W/cm^2 のパワーが得られる。打滴後露光されるまでの時間、および露光時間はメディアの搬送速度およびヘッドとLEDの搬送方向の距離により変更可能である。着弾後、100度で10分間乾燥させ、その後露光した。

距離および搬送速度の設定に応じて、メディア上の露光エネルギーを $0.01 \sim 15 \text{ J/cm}^2$ の間で調整することができる。搬送速度により露光エネルギーを調整した。

これら露光パワー、露光エネルギーの測定にはウシオ電機製スペクトロラディオメータURS-40D(商品名)を用い、波長220nmから400nmの間を積分した値を用いた。

打滴後のガラス基板を230℃オープン中で30分ベークすることで、遮光性隔壁、各画素共に完全に硬化させた。

【0189】

[液晶表示装置の作製]

上記作製したカラーフィルタ(カラーフィルタAとする)を用いて液晶表示装置を作製し表示特性の評価を行った。

【0190】

(ITO電極の形成)

カラーフィルタが形成されたガラス基板をスパッタ装置に入れて、100℃で1300Å厚さのITO(インジウム錫酸化物)を全面真空蒸着した後、240℃で90分間アニールしてITOを結晶化し、ITO透明電極を形成した。

【0191】

(スペーサの形成)

特開2004-240335号公報の[実施例1]に記載のスペーサ形成方法と同様の方法で、上記で作製したITO透明電極上にスペーサを形成した。

【0192】

(液晶配向制御用突起の形成)

下記のポジ型感光性樹脂層用塗布液を用いて、前記スペーサを形成したITO透明電極上に液晶配向制御用突起を形成した。

但し、露光、現像、及び、ベーク工程は、以下の方法を用いた。

所定のフォトマスクが感光性樹脂層の表面から100μmの距離となるようにプロキシミティ露光機(日立ハイテク電子エンジニアリング株式会社製)を配置し、該フォトマスクを介して超高圧水銀灯により照射エネルギー 150 mJ/cm^2 でプロキシミティ露光した。

10

20

30

40

50

この結果から、本発明のカラーフィルタ用インクジェットインクは高いコントラストと低い粘度とを両立して実現し（Rインク1～5，9）、なかでも前記一般式（1）で表される高分子化合物を用いたRインク1～3及び5は一層高いコントラストを示した。なお、カラーフィルタ用インクジェットインクにおいて要求されるコントラスト及び粘度のレベルは上述した分散組成物のときと同様である。

【0199】

（実施例3・比較例3）

顔料分散組成物Aを下記表3-1の組成となるよう他の成分と混合して、カラーフィルタ用着色感光性樹脂組成物Aを調製した。

【0200】

[表3-1]

顔料分散組成物A	44.5質量部	
プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート	7.6質量部	
メチルエチルケトン	3.7質量部	
バインダー2	0.7質量部	
DPHA液	3.8質量部	
2-トリクロロメチル-(p-スチリルスチリル) 1,3,4-オキサジアゾール	0.12質量部	
重合開始剤A	0.05質量部	20
フェノチアジン	0.01質量部	
界面活性剤2	0.06質量部	

【0201】

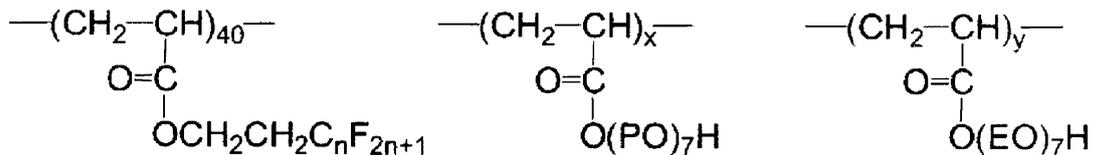
<バインダー2>

- ・ポリマー（ベンジルメタクリレート/メタクリル酸/メチルメタクリレート
= 3.8 / 2.5 / 3.7モル比のランダム共重合体、分子量4万） 2.7質量部
- ・プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 7.3質量部
- <界面活性剤2>
- ・下記構造物1 3.0質量部 30
- ・メチルエチルケトン 7.0質量部

【0202】

【化20】

化合物1



(n=6、x=55、y=5、
Mw=33940、Mw/Mn=2.55
PO：プロピレンオキシド、EO：エチレンオキシド)

【0203】

顔料分散組成物Aに代え、顔料分散組成物B～Iをそれぞれ用いた以外、上記と同様にして、カラーフィルタ用着色感光性樹脂組成物B～Iをそれぞれ調製した。

ガラス基板上に前記カラーフィルタ作製の着色感光性組成物を、スピコートを用いて塗布し、100℃で2分間乾燥させて、約2μmの厚みの膜を形成した。次いで、窒素気流下、超高圧水銀灯で露光した後、1%炭酸ナトリウム水溶液で現像した。得られた各膜のR成分のコントラストを実施例1のときと同様に測定した結果を、下記表3-Bに

10

20

30

40

50

示した。

【 0 2 0 4 】

[表 3 - B]

試料	コントラスト	粘度 [c p]
着色感光性樹脂 A	2 1 0 0 0	9
着色感光性樹脂 B	2 0 0 0 0	1 7
着色感光性樹脂 C	2 1 0 0 0	2 9
着色感光性樹脂 D	1 7 0 0 0	1 0
着色感光性樹脂 E	2 2 0 0 0	9
着色感光性樹脂 F	1 9 0 0 0	3 8
着色感光性樹脂 G	2 1 0 0 0	5 5
着色感光性樹脂 H	8 0 0 0	1 7
着色感光性樹脂 I	1 1 0 0 0	1 5

10

【 0 2 0 5 】

表 3 - B に示すように、本発明の有機顔料粉末によりナノメートルサイズの粒子として有機粒子を分散生成させたものを用いた着色感光性樹脂組成物 A ~ E 及び I は、十分に高いコントラストと低い粘度とを両立して実現し、さらに前記一般式 (1) で表される高分子化合物を用いた着色感光性樹脂組成物 A ~ C 及び E は特に高いコントラストを示した。なお、着色感光性樹脂組成物において要求されるコントラスト及び粘度のレベルは上述した分散組成物と同様である。

20

【 0 2 0 6 】

(実施例 4 ・ 比較例 4)

[カラーフィルタの作製 (スリット状ノズルを用いた塗布による作製)]

[ブラック (K) 画像の形成]

無アルカリガラス基板を、UV 洗浄装置で洗浄後、洗浄剤を用いてブラシ洗浄し、更に超純水で超音波洗浄した。該基板を 1 2 0 3 分熱処理して表面状態を安定化させた。

該基板を冷却し 2 3 に温調後、スリット状ノズルを有すガラス基板用コーター (エフ・エー・エス・アジア社製、商品名 : M H - 1 6 0 0) にて、下記表 3 - 2 に記載の組成よりなる着色感光性樹脂組成物 K 2 を塗布した。引き続き V C D (真空乾燥装置 ; 東京応化工業 (株) 社製) で 3 0 秒間、溶媒の一部を乾燥して塗布層の流動性を無くした後、1 2 0 で 3 分間プリベークして膜厚 2 . 4 μ m の感光性樹脂層 K 2 を得た。なお、着色感光性樹脂組成物 K 2 の調製手順は、先の樹脂組成物 K 1 の手順と同様である。

30

【 0 2 0 7 】

[表 3 - 2]

K 顔料分散物 2	2 5 質量部
プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート	8 . 0 質量部
メチルエチルケトン	5 3 質量部
バインダー 3	9 . 1 質量部
ヒドロキノンモノメチルエーテル	0 . 0 0 2 質量部
D P H A 液	4 . 2 質量部
重合開始剤 A	0 . 1 6 質量部
界面活性剤 1	0 . 0 4 4 質量部

40

【 0 2 0 8 】

超高圧水銀灯を有すプロキシミティ型露光機 (日立ハイテク電子エンジニアリング (株) 社製) で、基板とマスク (画像パターンを有す石英露光マスク) を垂直に立てた状態で

50

、露光マスク面と該感光性樹脂層の間の距離を200 μmに設定し、露光量300 mJ/cm²でパターン露光した。

次に、純水をシャワーノズルにて噴霧して、該感光性樹脂層K1の表面を均一に湿らせた後、KOH系現像液（KOH、ノニオン界面活性剤含有、商品名：CDK-1、富士フィルムエレクトロニクスマテリアルズ社製）にて23で80秒、フラットノズル圧力0.04 MPaでシャワー現像しパターンニング画像を得た。引き続き、超純水を、超高压洗浄ノズルにて9.8 MPaの圧力で噴射して残渣除去を行い、ブラック（K）の画像Kを得た。引き続き、220で30分間熱処理した。

【0209】

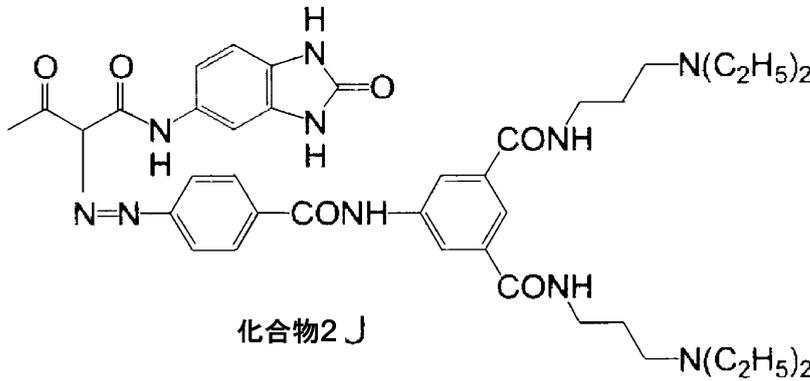
< K 顔料分散物 2 >

- ・カーボンブラック（商品名：Nipex 35、デグサ ジャパン（株）社製）13.1 質量部
- ・分散剤（下記化合物2J）0.65 質量部
- ・ポリマー（ベンジルメタクリレート/メタクリル酸 = 72 / 28 モル比
のランダム共重合物、分子量3.7万）6.72 質量部
- ・プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート79.53 質量部

10

【0210】

【化21】



20

【0211】

< バインダー 3 >

- ・ポリマー（ベンジルメタクリレート/メタクリル酸 = 78 / 22 モル比
のランダム共重合物、分子量3.8万）2.7 質量部
- ・プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート7.3 質量部

30

【0212】

〔レッド（R）画素の形成〕

前記画像Kを形成した基板に、下記表3-3に記載の組成よりなる着色感光性樹脂組成物R1を用い、前記ブラック（K）画像の形成と同様の工程で、熱処理済み画素Rを形成した。該感光性樹脂層R1の膜厚及び顔料の塗布量を以下に示す。なお、着色感光性樹脂組成物の調製手順は、上記着色感光性樹脂組成物K2のときと同様である。

40

感光性樹脂膜厚（μm）	1.60
顔料塗布量（g/m ² ）	1.00
C.I.P.R. 254 塗布量（g/m ² ）	0.80
C.I.P.R. 177 塗布量（g/m ² ）	0.20

【0213】

[表3-3]

R 顔料分散物 A	4.0 質量部
R 顔料分散物 2（CIPR 177）	4.5 質量部
プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート	7.6 質量部

50

メチルエチルケトン	3.7 質量部
バインダー 2	0.7 質量部
D P H A 液	3.8 質量部
2 - トリクロロメチル - (p - スチリルスチリル)	
1, 3, 4 - オキサジアゾール	0.12 質量部
重合開始剤 A	0.05 質量部
フェノチアジン	0.01 質量部
界面活性剤 2	0.06 質量部

【 0 2 1 4 】

10

< R 顔料分散物 A >

- ・ 顔料分散組成物 A (C . I . P . R . 2 5 4) 1.1 質量部
- ・ プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 68.2 質量部
- < R 顔料分散物 2 >
- ・ C . I . P . R . 1 7 7 (商品名 : C r o m o p h t a l R e d A 2 B 、
チバ・スペシャルティ・ケミカルズ (株) 社製) 1.8 質量部
- ・ ポリマー (ベンジルメタクリレート / メタクリル酸 = 7 2 / 2 8 モル比
のランダム共重合物、分子量 3 万) 1.2 質量部
- ・ プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 7.0 質量部

【 0 2 1 5 】

20

〔 グリーン (G) 画素の形成 〕

前記画像 K と画素 R を形成した基板に、下記表 3 - 4 に記載の組成よりなる着色感光性樹脂組成物 G 1 を用い、前記ブラック (K) 画像の形成と同様の工程で、熱処理済み画素 G を形成した。該感光性樹脂層 G 1 の膜厚及び顔料の塗布量を以下に示す。なお、着色感光性樹脂組成物の調製手順は、上記着色感光性樹脂組成物 K 2 のときと同様である。

感光性樹脂膜厚 (μm)	1.60
顔料塗布量 (g / m^2)	1.92
C . I . P . G . 3 6 塗布量 (g / m^2)	1.34
C . I . P . Y . 1 5 0 塗布量 (g / m^2)	0.58

【 0 2 1 6 】

30

〔 表 3 - 4 〕

G 顔料分散物 1 (C I P G 3 6)	2.8 質量部
Y 顔料分散物 1 (C I P Y 1 5 0)	1.5 質量部
プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート	2.9 質量部
メチルエチルケトン	2.6 質量部
シクロヘキサノン	1.3 質量部
バインダー 3	2.5 質量部
D P H A 液	3.5 質量部
2 - トリクロロメチル - (p - スチリルスチリル)	
1, 3, 4 - オキサジアゾール	0.12 質量部
重合開始剤 A	0.05 質量部
フェノチアジン	0.01 質量部
界面活性剤 2	0.07 質量部

40

【 0 2 1 7 】

G 顔料分散物 1 は、富士フィルムエレクトロニクスマテリアルズ (株) 社製の「商品名 : G T - 2 」を用いた。Y 顔料分散物 1 は、御国色素 (株) 社製の「商品名 : C F イエロー EX 3 3 9 3 」を用いた。

【 0 2 1 8 】

50

〔ブルー（B）画素の形成〕

前記画像K、画素R及び画素Gを形成した基板に、下記表3-5に記載の組成よりなる着色感光性樹脂組成物B1を用い、前記ブラック（K）画像の形成と同様の工程で、熱処理済み画素Bを形成し、目的のカラーフィルタAを得た。該感光性樹脂層B1の膜厚及び顔料の塗布量を以下に示す。該感光性樹脂層R1の膜厚及び顔料の塗布量を以下に示す。なお、着色感光性樹脂組成物の調製手順は、上記着色感光性樹脂組成物K2のときと同様である。

感光性樹脂膜厚（ μm ）	1.60	
顔料塗布量（ g/m^2 ）	0.75	
C.I.P.B.15:6塗布量（ g/m^2 ）	0.705	10
C.I.P.V.23塗布量（ g/m^2 ）	0.045	

【0219】

〔表3-5〕

B顔料分散物1（CIPB15:6）	8.6質量部	
B顔料分散物2（CIPB15:6+CIPV23）	1.5質量部	
プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート	2.8質量部	
メチルエチルケトン	2.6質量部	
バインダー4	1.7質量部	
DPHA液	4.0質量部	20
2-トリクロロメチル-（p-スチリスチリル） 1,3,4-オキサジアゾール	0.17質量部	
フェノチアジン	0.02質量部	
界面活性剤2	0.06質量部	

【0220】

B顔料分散物1は、御国色素（株）社製の「商品名：CFブル-EX3357」を用いた。B顔料分散物2は、御国色素（株）社製の「商品名：CFブル-EX3383」を用いた。

【0221】

<バインダー4>

- ・ポリマー（ベンジルメタクリレート/メタクリル酸/メチルメタクリレート
=36/22/42モル比のランダム共重合物、分子量3.8万） 2.7質量部
- ・プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 7.3質量部

【0222】

R顔料分散物Aに用いた顔料分散組成物Aに代えて、それぞれ、顔料分散組成物B~Iを用いてR顔料分散物B~Iを調製した。そして上記のカラーフィルタAの作製方法に対し、R顔料分散物Aに代えてR顔料分散物B~Iをそれぞれ用いた以外同様にして、カラーフィルタB~Iを作製した。

【0223】

それぞれのカラーフィルタについて実施例1・比較例1のときと同様にしてコントラストを測定し、さらに下記のようにして耐光性を測定した結果を表3-Cに示した。

〔耐光性の測定〕

上記コントラストの測定に用いたサンプルを90mW/cm²の高圧水銀ランプで24時間照射し、照射前後の色差を測定し、耐光性の指標とした。なお色度は顕微分光光度計（オリンパス光学社製；OSP100又は200）により測定し、F10光源視野2度の結果として計算して、xyz表色系のxyY値で表す。また、色度の差は、L*a*b*表色系の色差で表す。この色差が小さいほど耐光性が高いことを意味する。

【0224】

〔表3-C〕

10

20

30

40

50

カラーフィルタ	コントラスト	耐光性 (色差)
A	2 1 0 0 0	1 . 4
B	1 9 0 0 0	1 . 6
C	2 0 0 0 0	1 . 6
D	1 5 0 0 0	1 . 5
E	2 2 0 0 0	3 . 9
F	1 8 0 0 0	2 . 6
G	2 1 0 0 0	3 . 2
H	7 0 0 0	3 . 8
I	9 0 0 0	4 . 1

10

【 0 2 2 5 】

上記の結果から本発明のカラーフィルタ A ~ E 及び I は十分に高いコントラストと耐光性を示すことが分かる。なお、高品質カラーフィルタとしたときに要求されるコントラストとしては 1 0 0 0 0 以上であり、色差については 2 以上異なれば観者によっては区別されうる程度である。そして長期 (例えば 1 年以上) の使用により更にこの差は拡大し表示画面上顕著な差となる。

さらに前記一般式 (1) で表される高分子化合物を用いたカラーフィルタ A ~ E は、実施例のものなかでも、より一層高いコントラストを示した。

20

【 0 2 2 6 】

(実施例 5 ・ 比較例 5)

[液晶表示装置の作製及び評価]

カラーフィルタ A ~ I を用いて液晶表示装置を作製し表示特性の評価を行った。

(I T O 電極の形成)

カラーフィルタが形成されたガラス基板をスパッタ装置に入れて、1 0 0 で 1 3 0 0 厚さの I T O (インジウム錫酸化物) を全面真空蒸着した後、2 4 0 で 9 0 分間アニールして I T O を結晶化し、I T O 透明電極を形成した。

(スペーサの形成)

特開 2 0 0 4 - 2 4 0 3 3 5 号公報の [実施例 1] に記載のスペーサ形成方法と同様の方法で、上記で作製した I T O 透明電極上にスペーサを形成した。

30

(液晶配向制御用突起の形成)

下記のポジ型感光性樹脂層用塗布液を用いて、前記スペーサを形成した I T O 透明電極上に液晶配向制御用突起を形成した。

但し、露光、現像、及び、ベーク工程は、以下の方法を用いた。

所定のフォトマスクが感光性樹脂層の表面から 1 0 0 μ m の距離となるようにプロキシミティ露光機 (日立ハイテク電子エンジニアリング株式会社製) を配置し、該フォトマスクを介して超高圧水銀灯により照射エネルギー 1 5 0 m J / c m ² でプロキシミティ露光した。

40

続いて、2 . 3 8 % テトラメチルアンモニウムヒドロキシド水溶液を、シャワー式現像装置にて 3 3 で 3 0 秒間基板に噴霧しながら現像した。こうして、感光性樹脂層の不要部 (露光部) を現像除去することにより、カラーフィルタ側基板上に、所望の形状にパターンニングされた感光性樹脂層よりなる液晶配向制御用突起が形成された液晶表示装置用基板を得た。

次いで、該液晶配向制御用突起が形成された液晶表示装置用基板を 2 3 0 下で 3 0 分ベークすることにより、液晶表示装置用基板上に硬化された液晶配向制御用突起を形成した。

< ポジ型感光性樹脂層用塗布液処方 >

・ ポジ型レジスト液 (富士フイルムエレクトロニクス

50

- マテリアルズ(株)社製FH-2413F) : 53.3質量部
- ・メチルエチルケトン : 46.7質量部
- ・メガファックF-780F(大日本インキ化学工業(株)社製) : 0.04質量部

(液晶表示装置の作成)

上記で得られた液晶表示装置用基板上に更にポリイミドよりなる配向膜を設けた。その後、カラーフィルタの画素群を取り囲むように周囲に設けられたブラックマトリックス外枠に相当する位置にエポキシ樹脂のシール剤を印刷すると共に、MVAモード用液晶を滴下し、対向基板と貼り合わせた後、貼り合わされた基板を熱処理してシール剤を硬化させた。このようにして得た液晶セルの両面に、(株)サンリッツ社製の偏光板HLC2-2518を貼り付けた。次いで、3波長冷陰極管光源(東芝ライテック(株)社製FWL18EX-N)のバックライトを構成し、前記偏光板が設けられた液晶セルの背面となる側に配置し、液晶表示装置とした。

10

【0227】

[液晶表示装置の作製及び評価]

上記カラーフィルタAと同様にして、カラーフィルタB~Iを用いて液晶表示装置を作製し表示特性の評価を行った。

【0228】

比較例のカラーフィルタF~Hを用いた液晶表示装置に対して、本発明のカラーフィルタA~E及びIを用いた液晶表示装置は黒のしまりおよび赤の描写力に優れ、表示ムラのない良好な表示特性を示すことを確認した。

20

【0229】

(実施例6・比較例6)

[カラーフィルタの作製(感光性樹脂転写材料のラミネートによる作製)]

[感光性樹脂転写材料の作製]

厚さ75μmのポリエチレンテレフタレートフィルム仮支持体の上に、スリット状ノズルを用いて、下記処方H2からなる熱可塑性樹脂層用塗布液を塗布、乾燥させた。次に、下記処方P2から成る中間層用塗布液を塗布、乾燥させた。更に、前記着色感光性樹脂組成物K2を塗布、乾燥させ、該仮支持体の上に乾燥膜厚が14.6μmの熱可塑性樹脂層と、乾燥膜厚が1.6μmの中間層と、乾燥膜厚が2.4μmの感光性樹脂層を設け、保護フィルム(厚さ12μmポリプロピレンフィルム)を圧着した。

30

こうして仮支持体と熱可塑性樹脂層と中間層(酸素遮断膜)とブラック(K)の感光性樹脂層とが一体となった感光性樹脂転写材料K3を作製した。

【0230】

<熱可塑性樹脂層用塗布液:処方H2>

- ・メタノール : 11.1質量部
- ・プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート : 6.36質量部
- ・メチルエチルケトン : 52.4質量部
- ・メチルメタクリレート/2-エチルヘキシルアクリレート/ベンジルメタクリレート/メタクリル酸共重合体
(共重合組成比(モル比)) = 55/11.7/4.5/28.8、
分子量:9万、Tg:約70) : 5.83質量部
- ・スチレン/アクリル酸共重合体(共重合組成比(モル比)) = 63/37、分子量:1万、Tg:約100) : 13.6質量部
- ・ビスフェノールAにペンタエチレングリコールモノメタクリレートを2当量脱水縮合した化合物(新中村化学工業(株)社製、商品名:2,2-ビス[4-(メタクリロキシポリエトキシ)フェニル]プロパン) : 9.1質量部
- ・前記界面活性剤2 : 0.54質量部

40

【0231】

<中間層用塗布液:処方P2>

50

- ・ P V A 2 0 5 (ポリビニルアルコール、 (株) クラレ社製、
 鹸化度 = 8 8 %、重合度 5 5 0) 3 2 . 2 質量部
- ・ ポリビニルピロリドン (アイエスピー・ジャパン (株) 社製、
 K - 3 0) 1 4 . 9 質量部
- ・ 蒸留水 5 2 4 質量部
- ・ メタノール 4 2 9 質量部

【 0 2 3 2 】

次に、前記感光性樹脂転写材料 K 3 の作製において用いた前記着色感光性樹脂組成物 K 2 を、下記表 3 - 6 ~ 3 - 8 に記載の組成よりなる下記着色感光性樹脂組成物 R 1 0 1、G 1 0 1 及び B 1 0 1 に変更し、それ以外は上記と同様の方法により、感光性樹脂転写材料 R 1 0 1、G 1 0 1 及び B 1 0 1 を作製した。尚、着色感光性樹脂組成物 R 1 0 1、G 1 0 1 及び B 1 0 1 の調製方法は、それぞれ前記着色感光性樹脂組成物 R 1、G 1 及び B 1 の調製方法に準ずる。

10

【 0 2 3 3 】

[表 3 - 6] R 1 0 1

R 顔料分散物 A	4 0 質量部
R 顔料分散物 2 (C I P R 1 7 7)	4 . 5 質量部
プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート	7 . 6 質量部
メチルエチルケトン	3 7 質量部
バインダー 2	0 . 8 質量部
D P H A 液	4 . 4 質量部
2 - トリクロロメチル - (p - スチリルスチリル) 1 , 3 , 4 - オキサジアゾール	0 . 1 4 質量部
重合開始剤 A	0 . 0 6 質量部
フェノチアジン	0 . 0 1 質量部
添加剤 1	0 . 5 2 質量部
界面活性剤 2	0 . 0 6 質量部

20

【 0 2 3 4 】

[表 3 - 7] G 1 0 1

G 顔料分散物 1 (C I P G 3 6)	2 8 質量部
Y 顔料分散物 1 (C I P Y 1 5 0)	1 5 質量部
プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート	2 9 質量部
メチルエチルケトン	2 6 質量部
シクロヘキサノン	1 . 3 質量部
バインダー 3	3 . 0 質量部
D P H A 液	4 . 3 質量部
2 - トリクロロメチル - (p - スチリルスチリル) 1 , 3 , 4 - オキサジアゾール	0 . 1 5 質量部
重合開始剤 A	0 . 0 6 質量部
フェノチアジン	0 . 0 1 質量部
界面活性剤 2	0 . 0 7 質量部

30

40

【 0 2 3 5 】

[表 3 - 8] B 1 0 1

B 顔料分散物 1 (C I P B 1 5 : 6)	8 . 6 質量部
B 顔料分散物 2 (C I P B 1 5 : 6 + C I P V 2 3)	1 5 質量部

50

プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート	2.8 質量部
メチルエチルケトン	2.6 質量部
バインダー 4	18.5 質量部
D P H A 液	4.3 質量部
2 - トリクロロメチル - (p - スチリルスチリル)	
1 , 3 , 4 - オキサジアゾール	0.17 質量部
フェノチアジン	0.02 質量部
界面活性剤 2	0.06 質量部

【 0 2 3 6 】

10

尚、表 3 - 6 に記載の組成物の内、添加剤 1 は、燐酸エステル系特殊活性剤（楠本化成（株）社製、商品名：H I P L A A D E D 1 5 2）を用いた。

【 0 2 3 7 】

〔ブラック（K）画像の形成〕

無アルカリガラス基板を、25 に調整したガラス洗浄剤液をシャワーにより 20 秒間吹き付けながらナイロン毛を有する回転ブラシで洗浄し、純水シャワー洗浄後、シランカップリング液（N - （アミノエチル） - アミノプロピルトリメトキシシラン 0.3 質量%水溶液、商品名：K B M 6 0 3、信越化学工業（株）社製）をシャワーにより 20 秒間吹き付け、純水シャワー洗浄した。この基板を基板予備加熱装置で 100 2 分加熱して次のラミネータに送った。

20

前記感光性樹脂転写材料 K 2 の保護フィルムを剥離後、ラミネータ（（株）日立インダストリーズ社製（L a m i c I I 型））を用い、前記 100 に加熱した基板に、ゴムローラー温度 130 、線圧 100 N / c m ²、搬送速度 2.2 m / 分でラミネートした。

仮支持体を熱可塑性樹脂層との界面で剥離後、超高压水銀灯を有するプロキシミティ型露光機（日立ハイテク電子エンジニアリング（株）社製）で、基板とマスク（画像パターンを有す石英露光マスク）を垂直に立てた状態で、露光マスク面と該熱可塑性樹脂層の間の距離を 200 μ m に設定し、露光量 70 m J / c m ² でパターン露光した。

【 0 2 3 8 】

次に、トリエタノールアミン系現像液（2.5%のトリエタノールアミン含有、ノニオン界面活性剤含有、ポリプロピレン系消泡剤含有、商品名：T - P D 1、富士写真フィルム社製）にて 30 50 秒、フラットノズル圧力 0.04 M P a でシャワー現像し熱可塑性樹脂層と中間層を除去した。

30

引き続き炭酸ナトリウム系現像液（0.06 モル / リットルの炭酸水素ナトリウム、同濃度の炭酸ナトリウム、1%のジブチルナフタレンスルホン酸ナトリウム、アニオン界面活性剤、消泡剤、安定剤含有、商品名：T - C D 1、富士写真フィルム社製）を用い、29 30 秒、コーン型ノズル圧力 0.15 M P a でシャワー現像し感光性樹脂層を現像しパターンング画像を得た。

引き続き洗浄剤（燐酸塩・珪酸塩・ノニオン界面活性剤・消泡剤・安定剤含有、商品名「T - S D 1（富士写真フィルム社製）」、或いは、炭酸ナトリウム・フェノキシエチレン系界面活性剤含有、商品名「T - S D 2（富士写真フィルム社製）」）を用い、33 20 秒、コーン型ノズル圧力 0.02 M P a でシャワーとナイロン毛を有す回転ブラシにより残渣除去を行い、ブラック（K）の画像を得た。その後更に、該基板に対して該樹脂層の側から超高压水銀灯で 500 m J / c m ² の光でポスト露光後、220 、15 分熱処理した。

40

この画像 K を形成した基板を再び、前記のようにブラシで洗浄し、純水シャワー洗浄後、シランカップリング液は使用せずに、基板予備加熱装置に送った。

【 0 2 3 9 】

〔レッド（R）画素の形成〕

前記感光性樹脂転写材料 R 1 0 1 を用い、前記感光性樹脂転写材料 K 2 と同様の工程で、熱処理済みのレッド（R）の画素 R を得た。但し露光量は 40 m J / c m ²、炭酸ナト

50

リウム系現像液による現像は35 35秒とした。該感光性樹脂層R101の膜厚及び顔料(C.I.P.R.254及びC.I.P.R.177)の塗布量を以下に示す。

感光性樹脂膜厚(μm)	2.00
顔料塗布量(g/m ²)	1.00
C.I.P.R.254塗布量(g/m ²)	0.80
C.I.P.R.177塗布量(g/m ²)	0.20

この画像K、及び画素Rを形成した基板を再び、前記のようにブラシで洗浄し、純水シャワー洗浄後、シランカップリング液は使用せずに、基板予備加熱装置に送った。

【0240】

〔グリーン(G)画素の形成〕

10

前記感光性樹脂転写材料G101を用い、前記感光性樹脂転写材料R101と同様の工程で、熱処理済みのグリーン(G)の画素Gを得た。但し露光量は40mJ/cm²、炭酸ナトリウム系現像液による現像は34 45秒とした。該感光性樹脂層G101の膜厚及び顔料(C.I.P.G.36及びC.I.P.Y.150)の塗布量を表以下に示す。

感光性樹脂膜厚(μm)	2.00
顔料塗布量(g/m ²)	1.92
C.I.P.G.36塗布量(g/m ²)	1.34
C.I.P.Y.150塗布量(g/m ²)	0.58

この画像K、画素R、および画素Gを形成した基板を再び、前記のようにブラシで洗浄し、純水シャワー洗浄後、シランカップリング液は使用せずに、基板予備加熱装置に送った。

20

【0241】

〔ブルー(B)画素の形成〕

前記感光性樹脂転写材料B101を用い、前記感光性樹脂転写材料R101と同様の工程で、熱処理済みのブルー(B)の画素Bを得た。但し露光量は30mJ/cm²、炭酸ナトリウム系現像液による現像は36 40秒とした。該感光性樹脂層B101の膜厚及び顔料(C.I.P.B.15:6及びC.I.P.V.23)の塗布量を以下に示す。

感光性樹脂膜厚(μm)	2.00
顔料塗布量(g/m ²)	0.75
C.I.P.B.15:6塗布量(g/m ²)	0.705
C.I.P.V.23塗布量(g/m ²)	0.045

30

この画素R、画素G、画素B、および画像Kを形成した基板を240 で50分バークして、カラーフィルタA1を得た。

【0242】

上記のカラーフィルタA1の作製方法に対し、R顔料分散物AをR顔料分散物B~Iにそれぞれ変更し、カラーフィルタB1~I1を作製した。なお、このときカラーフィルタの作製は上記分散物を調製後すぐに(24時間以内に)行った。

【0243】

得られたカラーフィルタA1~I1のコントラスト及び、各R顔料分散物を調製して7日間静置した後に作製したカラーフィルタのコントラストを示す。

40

[表3-D]

カラーフィルタ	分散物調製後すぐに作製した カラーフィルタのコントラスト	分散物調製7日後に作製した カラーフィルタのコントラスト
A1	18000	18000
B1	17000	16000
C1	17000	14000
D1	14000	13000

50

E 1	1 8 0 0 0	1 8 0 0 0
F 1	1 7 0 0 0	1 1 0 0 0
G 1	1 7 0 0 0	9 0 0 0
H 1	6 0 0 0	2 0 0 0
I 1	9 0 0 0	8 0 0 0

 【 0 2 4 4 】

上記表 3 - D に示したとおり、本発明の有機顔料粉末を用いて作製したカラーフィルタは十分なコントラストを示し（カラーフィルタ A 1 ~ E 1 及び I 1 ）、かつ分散物の調製後静置したものをを用いてもコントラストの低下はほぼなかった（高品質カラーフィルタに要求されるコントラストのレベルは先に述べたとおりである。）。 10

なかでも前記一般式（ 1 ）で表される化合物を用いたものは一層高いコントラストを示し（カラーフィルタ A 1 ~ C 1 及び E 1 ）、このような高コントラストを有するものであっても、分散物の調製後の静置による影響をほとんど受けなかった。

これらの結果から、本発明の有機顔料粉末は、分散物としたときに高い分散安定性を示し、しかもカラーフィルタとして高コントラストを実現し、さらに安定かつ高い製品品質及び製造品質を実現しうるものであることがわかる。

【 0 2 4 5 】

（実施例 7 ・ 比較例 7 ）

〔 液晶表示装置の作製及び評価 〕 20

カラーフィルタ A 1 ~ I 1 を用いて実施例 5 ・ 比較例 5 と同様の方法で液晶表示装置を作製し表示特性の評価を行った。

比較例のカラーフィルタ F 1 ~ H 1 を用いた液晶表示装置に対して、本発明のカラーフィルタ A 1 ~ E 1 及び I 1 を用いた液晶表示装置は、黒のしまりおよび赤の描写力に優れ、良好な表示特性を示すことを確認した。

【 0 2 4 6 】

（実施例 8 ・ 比較例 8 ）

顔料分散組成物 A の調製におけるピグメントレッド 2 5 4 に替えてピグメントグリーン 3 6、ピグメントブルー 1 5 : 6 をそれぞれ用いることにより、顔料分散組成物 K、L を調製した。 30

上記 G インク 1 の調製、B インク 1 の調製における顔料 P G 3 6 および P B 1 5 : 6 に替えて、それぞれ顔料分散組成物 K、L を用い、ベンジルメタクリレート - メタクリル酸共重合体を除き、顔料濃度が変わらないようにジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテートの量を減じて G インク 2、B インク 2 を調製した。G インク 1 に替えて G インク 2 を、B インク 1 に替えて B インク 2 をカラーフィルタ用インクジェットインクとして用いた。その結果、G インク 2 及び B インク 2 はいずれも低粘度で高いコントラストを示し、カラーフィルタとして液晶表示装置に組み込んだとき優れた画像表示性能を発揮した。

。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
C 0 9 B 67/02 (2006.01)		C 0 9 B 67/20	F
G 0 2 F 1/1335 (2006.01)		C 0 9 B 67/20	L
		C 0 9 B 67/02	Z
		G 0 2 F 1/1335	5 0 5

(72)発明者 斎藤 直樹
神奈川県南足柄市中沼210番地 富士フイルム株式会社内

審査官 上村 直子

(56)参考文献 特開2007-023169(JP,A)
国際公開第2007/013475(WO,A1)
国際公開第2007/013599(WO,A1)
国際公開第2006/121016(WO,A1)
特開2006-342316(JP,A)
特開2006-312129(JP,A)
特開2006-193681(JP,A)
特開2004-043776(JP,A)
特開平05-320533(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)
C 0 9 B 6 7 / 1 0
C 0 9 B 6 7 / 0 2
C 0 9 B 6 7 / 2 0