

(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2015-10201

(P2015-10201A)

(43) 公開日 平成27年1月19日(2015.1.19)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09B 67/20 (2006.01)	C09B 67/20 L	2H148
C09B 67/46 (2006.01)	C09B 67/20 F	4J039
C09D 11/00 (2014.01)	C09B 67/46 B	
G02B 5/20 (2006.01)	C09D 11/00	
C09B 1/22 (2006.01)	G02B 5/20 101	
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 24 頁) 最終頁に続く		

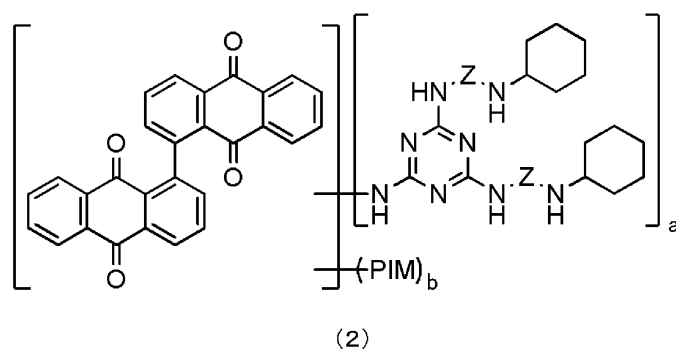
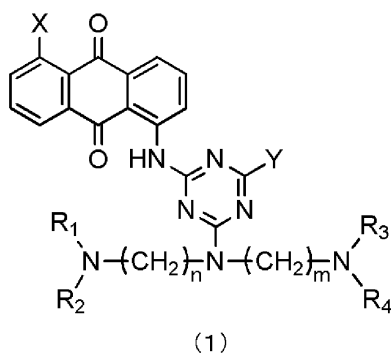
(21) 出願番号	特願2013-137755 (P2013-137755)	(71) 出願人	000002820
(22) 出願日	平成25年7月1日(2013.7.1)		大日精化工業株式会社
			東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号
		(74) 代理人	100098707
			弁理士 近藤 利英子
		(74) 代理人	100135987
			弁理士 菅野 重慶
		(74) 代理人	100175787
			弁理士 山田 龍也
		(74) 代理人	100161377
			弁理士 岡田 薫
		(72) 発明者	柳本 宏光
			東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号
			大日精化工業株式会社内
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 顔料分散剤、顔料組成物、及び顔料着色剤

(57) 【要約】

【課題】顔料を含有するインキや塗料などの流動性を著しく改善可能であるとともに、顔料の粒子凝集を防止することができ、かつ、異物の発生を防止しつつ、優れた光沢及び鮮明性を示す着色物品を製造可能な顔料分散剤を提供する。

【解決手段】下記一般式(1)で表される化合物と、下記一般式(2)で表される化合物と、を含む顔料分散剤である。

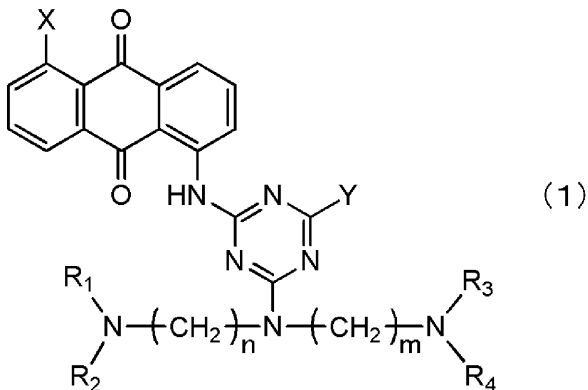


【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

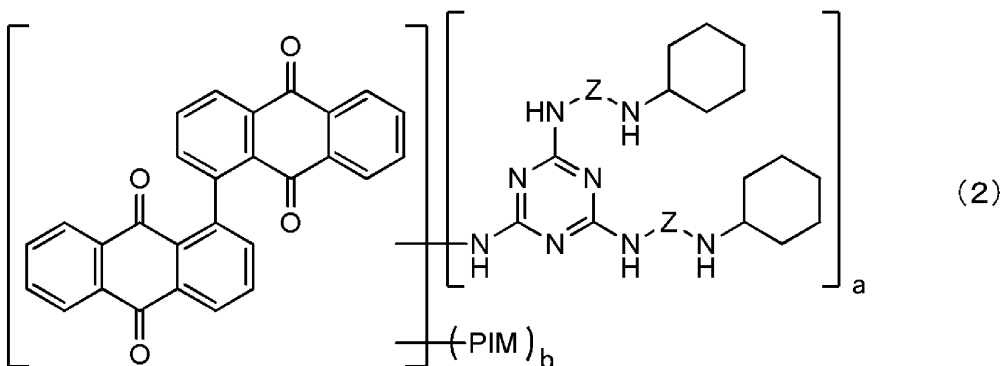
下記一般式（１）で表される化合物と、下記一般式（２）で表される化合物と、を含む顔料分散剤。



10

（前記一般式（１）中、Xは、水素原子又はアシルアミノ基を示し、Yは、5位に水素原子又はアシルアミノ基を有するアントラキノニルアミノ基、フェニルアミノ基、又はフェノキシ基を示し、R₁～R₄は、それぞれ独立に置換若しくは未置換のアルキル基又はシクロアルキル基を示し、n及びmは、それぞれ独立に2～30の数を示す。ただし、R₁とR₂及びR₃とR₄は、それぞれ隣接する窒素原子とともに窒素原子、酸素原子、又は硫黄原子を含むことがある環を形成してもよい）

20



30

（前記一般式（２）中、Zは、それぞれ独立に炭素数1～4の分岐状又は直鎖状のアルキレン基を示し、PIMは、置換又は未置換のフタルイミドメチル基を示し、aは、1～2の数を示し、bは、0～3の数を示す）

【請求項 2】

顔料と、請求項 1 に記載の顔料分散剤と、を含有する顔料組成物。

【請求項 3】

前記顔料 100 質量部に対する、前記一般式（１）で表される化合物の配合量が、0.5～30 質量部であり、

前記顔料 100 質量部に対する、前記一般式（２）で表される化合物の配合量が、0.5～30 質量部である請求項 2 に記載の顔料組成物。

40

【請求項 4】

請求項 2 又は 3 に記載の顔料組成物と、皮膜形成材料と、を含有する顔料着色剤。

【請求項 5】

画像表示用、画像記録用、印刷インキ用、筆記用インキ用、プラスチック用、顔料捺染用、又は塗料用である請求項 4 に記載の顔料着色剤。

【請求項 6】

カラーフィルター用である請求項 4 に記載の顔料着色剤。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

50

【0001】

本発明は、顔料分散剤、顔料組成物、及び顔料着色剤に関する。

【背景技術】

【0002】

一般に、塗料、グラビアインキ、オフセットインキなどのビヒクル中に顔料（粒子）を安定した状態で混合分散させることは困難である。例えば、ビヒクル中に一旦分散した微細な顔料粒子は、そのビヒクル中で凝集する傾向がある。顔料粒子が凝集したビヒクルは、その粘度が上昇してしまうといった問題がある。また、顔料粒子が分散されたビヒクルを用いたインキや塗料の着色力が低下したり、塗膜のグロスが低下したりするなどの種々の問題が生じやすい。

10

【0003】

ところで、液晶カラーディスプレイや撮像素子などを製造するために使用されるカラーフィルターは、顔料分散液を用いて、例えば以下のような方法で製造されている。まず、赤色（R）、緑色（G）、及び青色（B）の三色の顔料を感光性樹脂液中にそれぞれ分散させたカラーフィルター用の顔料分散液（カラーフィルター（CF）用顔料着色剤）を用意する。これらのCF用顔料着色剤を、スピンコート法によってカラーフィルター用の基板に塗布して着色皮膜を形成する。次いで、フォトリソを介して形成した着色皮膜を露光した後、現像して着色皮膜をパターン化し、基板に所望の画素を形成させればカラーフィルターを得ることができる。

20

【0004】

カラーフィルターを製造するための顔料としては、緑色顔料、赤色顔料、及び青色顔料などがある。緑色顔料としては、例えば、C. I. ピグメントグリーン（以下、「PG」と記す）36、PG7、PG58などのフタロシアニングリーンが一般的である。赤色顔料としては、例えば、C. I. ピグメントレッド（以下、「PR」と記す）254などのジケトピロロピロール系レッド；PR177などのアントラキノン系レッド；PR242などのアゾ系レッドが一般的である。また、青色顔料としては、例えば、C. I. ピグメントブルー（以下、「PB」と記す）15：6などのフタロシアニンブルーが一般的である。

【0005】

なお、これらの顔料の色相と、液晶ディスプレイに要求される色特性には差があるため、補色用の顔料が併用されている。例えば、緑色顔料及び赤色顔料に対しては、C. I. ピグメントイエロー（以下、「PY」と記す）138、PY139、PY150などの黄色顔料が補色用の顔料として少量使用されている。また、青色顔料に対しては、C. I. ピグメントバイオレット（以下、「PV」と記す）23などの紫色顔料が補色用の顔料として少量使用されている。

30

【0006】

通常分散機を使用して上記の顔料を分散媒体中に分散させることは困難であり、顔料の分散状態が良好ではない顔料分散液しか得られない場合がある。顔料の分散状態が良好ではないCF用顔料着色剤を用いて形成されたカラーフィルターの画素は光透過性が不十分になってしまい、カラーフィルターの画素としての光透過率が不足してしまう。すなわち、通常分散機を使用して顔料を分散させて得られるCF用顔料着色剤は、カラーフィルターの画素を形成するための着色剤としては不十分なものであった。

40

【0007】

一方、顔料の分散媒体であるフォトリソ用の樹脂としては、露光後の着色皮膜がアルカリ水溶液で容易に現像可能となるように、酸価の高いアクリル系ポリマーが主として採用されている。しかしながら、前述の顔料と、酸価の高いアクリル系ポリマーとを含有する顔料着色剤（フォトリソ）は、顔料が凝集しやすく、粘度が高くなりやすいといった問題がある。また、経時的に顔料の凝集が進行して増粘するので、貯蔵安定性が低いといった問題もある。粘度が高い、或いは顔料が凝集してチクソトロピックな粘性を示す顔料着色剤を用いてカラーフィルターを製造しようとする、露光前の着色皮膜の中央部

50

が盛り上がってしまう。このため、基板の中央部に位置する画素と、周辺部に位置する画素とでは、色相にむらや濃度差が発生するという問題が生ずる。そしてこの問題は、より大画面のカラーフィルターを製造しようとする際により顕著になる。

【0008】

したがって、CF用顔料着色剤は、高濃度に顔料を含みながらも、顔料の分散状態が良好であるとともに、一般的な常乾塗料や焼き付け塗料に比して低粘度であることが要求される。一般的には、顔料濃度が5～20質量%であっても、顔料が凝集せず、その粘度が5～20mPa・s程度であり、貯蔵安定性が良好であることが要求される。

【0009】

上記の要求を満たすべく、従来、顔料誘導体を顔料の分散剤として添加する方法や、顔料を顔料誘導体で処理して用いる方法などが提案されている。具体的には、顔料としてPR177などのアントラキノン系レッドを用いる場合には、顔料分散剤としてアントラキノンの置換誘導体を用いることが提案されている（例えば、特許文献1～3参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献1】特許第3625143号公報

【特許文献2】特開昭60-88185号公報

【特許文献3】特開平9-272812号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

近年、カラーフィルターの性能をさらに向上させたいとの要望がある。具体的には、着色画素の透明性をさらに改善する、着色画素の透過光のコントラストをアップさせる、或いは着色画素の顔料濃度を高める必要がある。しかしながら、特許文献1～3等で提案されたような従来技術では、上記の性能を満足させるカラーフィルターを製造する顔料着色剤を得ることは困難であった。さらに、従来技術で得られた顔料着色剤は、塗膜（着色皮膜）中に異物が発生する場合があるので、改善が要望されている。

【0012】

本発明は、このような従来技術の有する問題点に鑑みてなされたものであり、その課題とするところは、顔料を含有するインキや塗料などの流動性を著しく改善可能であるとともに、顔料の粒子凝集を防止することができ、かつ、異物の発生を防止しつつ、優れた光沢及び鮮明性を示す着色物品を製造可能な顔料分散剤を提供することにある。また、本発明の課題とするところは、上記顔料分散剤を用いて得られる顔料組成物及び顔料着色剤を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0013】

すなわち、本発明によれば、以下に示す顔料分散剤が提供される。

[1] 下記一般式(1)で表される化合物と、下記一般式(2)で表される化合物と、を含む顔料分散剤。

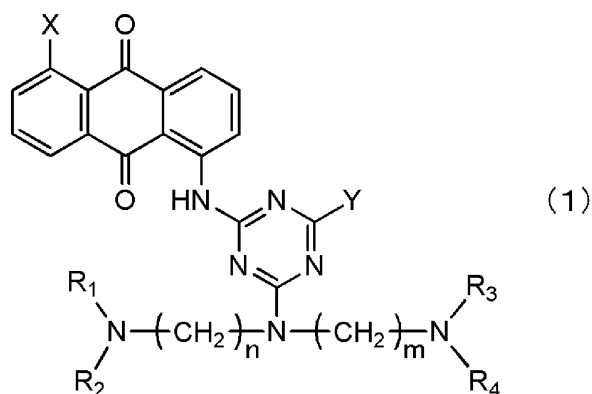
【0014】

10

20

30

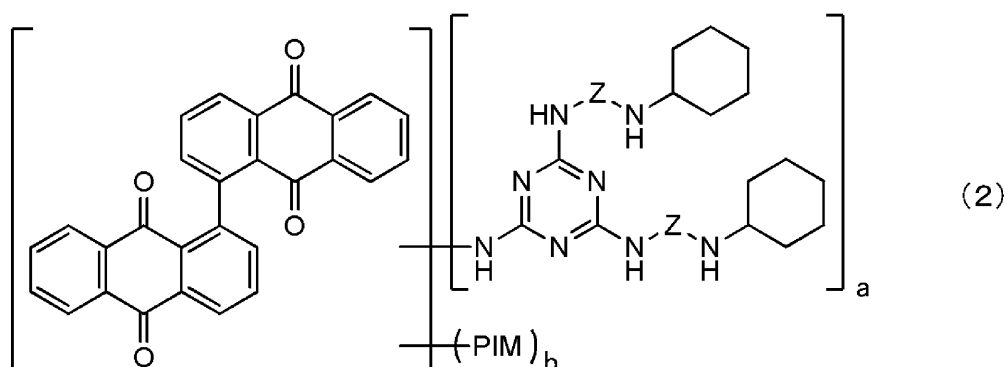
40



10

(前記一般式(1)中、Xは、水素原子又はアシルアミノ基を示し、Yは、5位に水素原子又はアシルアミノ基を有するアントラキノニルアミノ基、フェニルアミノ基、又はフェノキシ基を示し、 $R_1 \sim R_4$ は、それぞれ独立に置換若しくは未置換のアルキル基又はシクロアルキル基を示し、 n 及び m は、それぞれ独立に2～30の数を示す。ただし、 R_1 と R_2 及び R_3 と R_4 は、それぞれ隣接する窒素原子とともに窒素原子、酸素原子、又は硫黄原子を含むことがある環を形成してもよい)

【0015】



20

(前記一般式(2)中、Zは、それぞれ独立に炭素数1～4の分岐状又は直鎖状のアルキレン基を示し、PIMは、置換又は未置換のフタルイミドメチル基を示し、 a は、1～2の数を示し、 b は、0～3の数を示す)

30

【0016】

また、本発明によれば、以下に示す顔料組成物が提供される。

〔2〕顔料と、前記〔1〕に記載の顔料分散剤と、を含有する顔料組成物。

〔3〕前記顔料100質量部に対する、前記一般式(1)で表される化合物の配合量が、0.5～30質量部であり、前記顔料100質量部に対する、前記一般式(2)で表される化合物の配合量が、0.5～30質量部である前記〔2〕に記載の顔料組成物。

【0017】

さらに、本発明によれば、以下に示す顔料着色剤が提供される。

〔4〕前記〔2〕又は〔3〕に記載の顔料組成物と、皮膜形成材料と、を含有する顔料着色剤。

40

〔5〕画像表示用、画像記録用、印刷インキ用、筆記用インキ用、プラスチック用、顔料捺染用、又は塗料用である前記〔4〕に記載の顔料着色剤。

〔6〕カラーフィルター用である前記〔4〕に記載の顔料着色剤。

【発明の効果】

【0018】

本発明の顔料分散剤は、アントラキノニルアミノトリアジン系黄色顔料の特定の誘導体と、シクロヘキシルアミノアルキル基を有するビアントラキノン化合物とを含む。本発明の顔料分散剤は、顔料を含有するインキや塗料などの流動性を著しく改善可能であるとともに、顔料の粒子凝集を防止することができ、かつ、異物の発生を防止しつつ、優れた光

50

沢及び鮮明性を示す着色物品を製造可能なものである。このため、本発明の顔料分散剤は、オフセットインキやグラビアインキなどの印刷インキ、各種塗料、プラスチック、顔料捺染剤、電子写真用乾式又は湿式トナー、インクジェット記録用インキ、熱転写記録用インキ、カラーフィルター用レジスト、筆記具用インキなどに用いられるビヒクルに対して使用することができる。また、本発明の顔料分散剤を用いれば、各種の塗料などの流動性を著しく改善し、顔料の粒子凝集を防止し、異物の発生が防止された顔料分散剤及び顔料着色剤を提供することができる。さらに、本発明の顔料着色剤は、貯蔵時の増粘やゲル化が生じにくいとともに、優れた光沢と鮮明性を有する着色物を製造することができる。このため、本発明の顔料着色剤は、カラーフィルター用の顔料着色剤等として好適である。

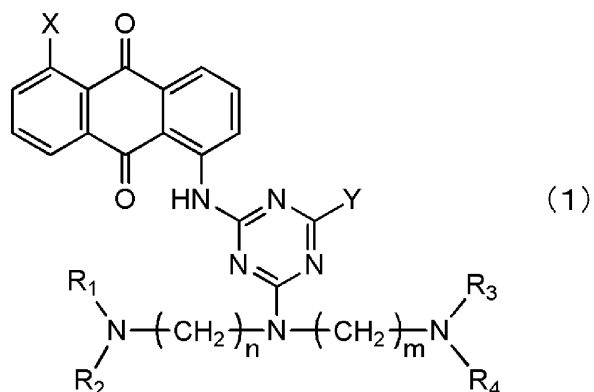
【発明を実施するための形態】

【0019】

<顔料分散剤>

以下、好ましい実施形態を例に挙げて本発明の詳細について説明する。本発明の顔料分散剤は、下記一般式（１）で表される化合物と、下記一般式（２）で表される化合物とを含むことが主要な特徴の一つである。このような特徴を有する本発明の顔料分散剤は、種々の顔料に対して優れた親和性を有しており、有機・無機を問わず、様々な顔料を分散させるための顔料分散剤として使用することができる。また、本発明の顔料分散剤は優れた顔料分散効果を有しているので、種々の用途の顔料着色剤を調製するための材料として使用することができる。以下、便宜上、一般式（１）で表される化合物のことを「第１の化合物」とも記す。また、一般式（２）で表される化合物のことを「第２の化合物」とも記す。

【0020】



【0021】

一般式（１）中、Xは、水素原子又はアシルアミノ基を示し、Yは、５位に水素原子又はアシルアミノ基を有するアントラキノニルアミノ基、フェニルアミノ基、又はフェノキシ基を示す。また、 $R_1 \sim R_4$ は、それぞれ独立に置換若しくは未置換のアルキル基又はシクロアルキル基を示し、 n 及び m は、それぞれ独立に２～３０の数を示す。ただし、 R_1 と R_2 及び R_3 と R_4 は、それぞれ隣接する窒素原子とともに窒素原子、酸素原子、又は硫黄原子を含むことがある環を形成してもよい。

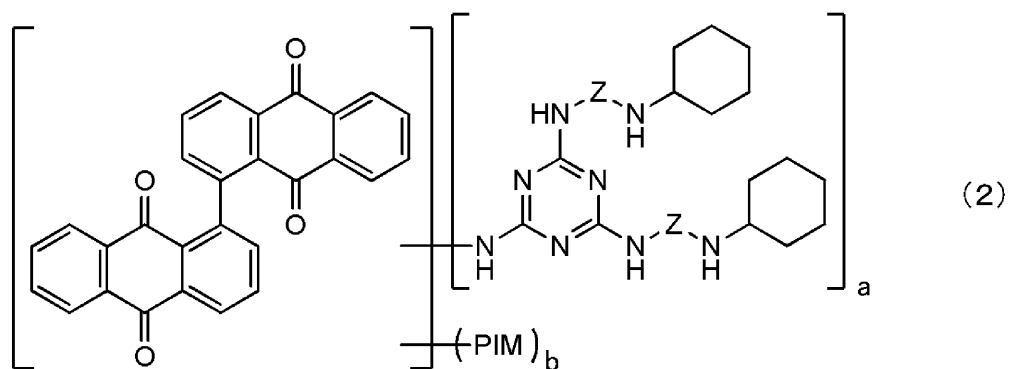
【0022】

10

20

30

40



10

【0023】

一般式(2)中、Zは、それぞれ独立に炭素数1～4の分岐状又は直鎖状のアルキレン基を示し、PIMは、置換又は未置換のフタルイミドメチル基を示す。また、aは、1～2の数を示し、bは、0～3の数を示す。

【0024】

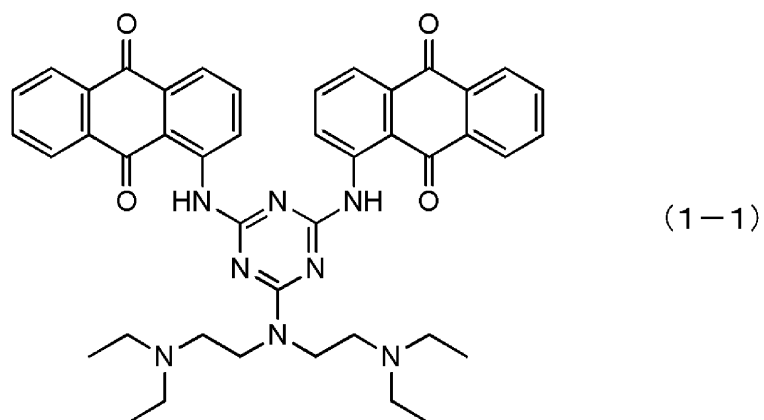
本発明の顔料分散剤は、少量であっても顔料の分散剤として優れた作用を示す。また、本発明の顔料分散剤を用いて調製される顔料組成物及び顔料着色剤は、貯蔵時の増粘やゲル化が生じにくく、形成される塗膜中に異物が発生しにくい。

【0025】

一般式(1)で表される化合物(第1の化合物)の具体例としては、下記式(1-1)～(1-8)で表される化合物等を挙げることができる。なお、第1の化合物は、以下の例示に限定されるものではない。

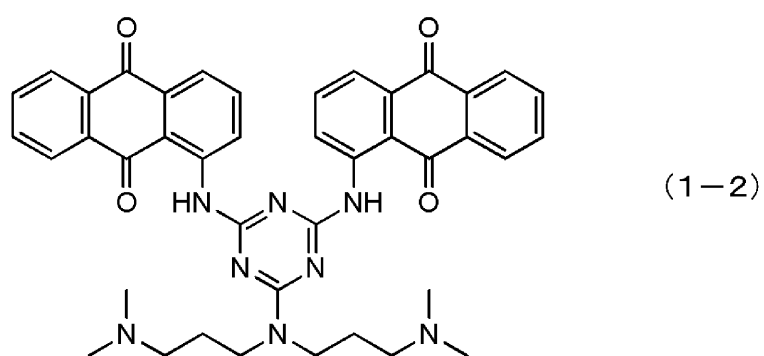
20

【0026】



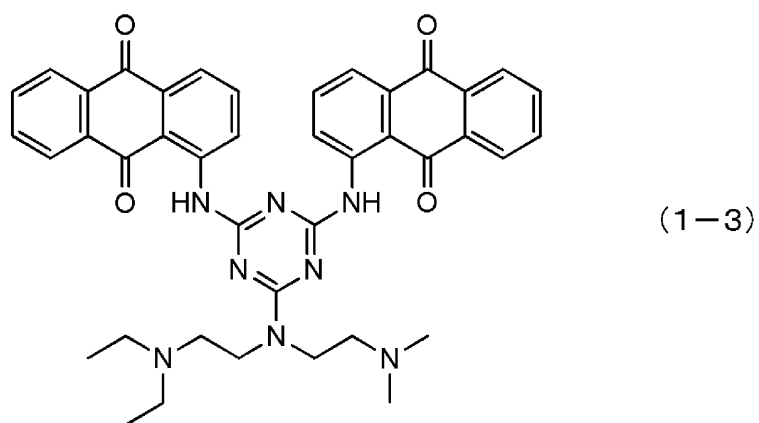
30

【0027】



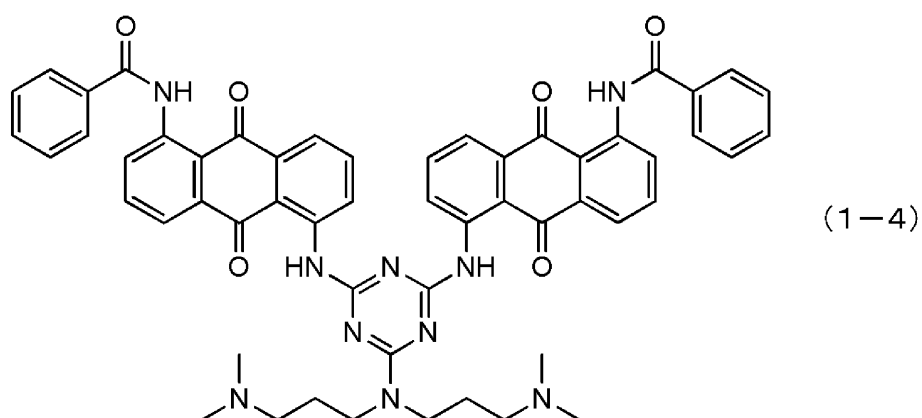
40

【0028】



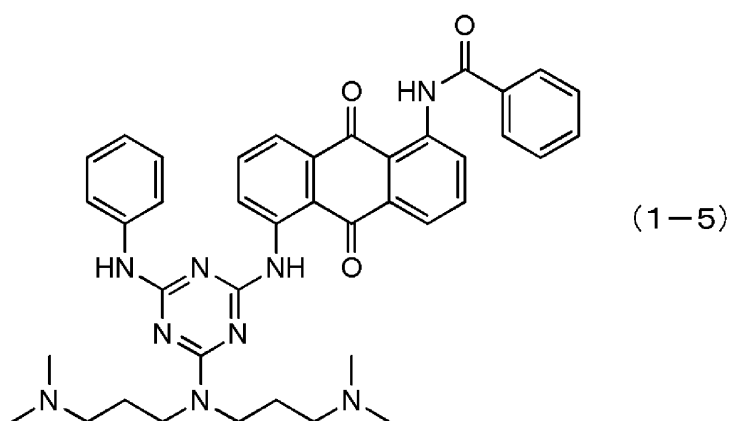
10

【0029】



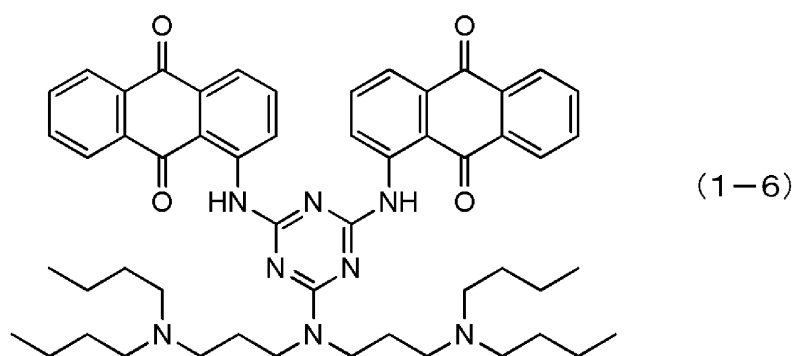
20

【0030】



30

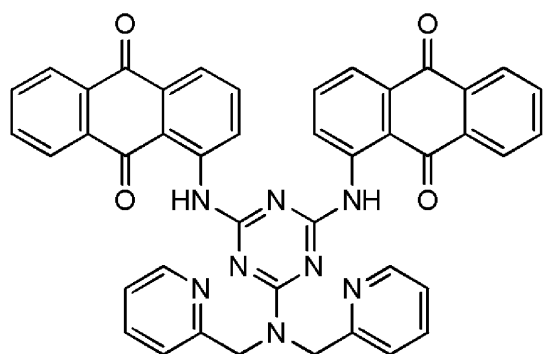
【0031】



40

【0032】

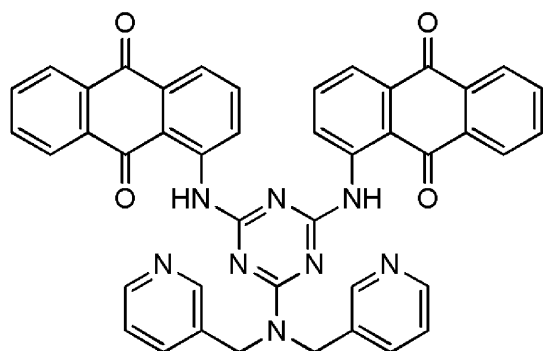
50



(1-7)

10

【0033】



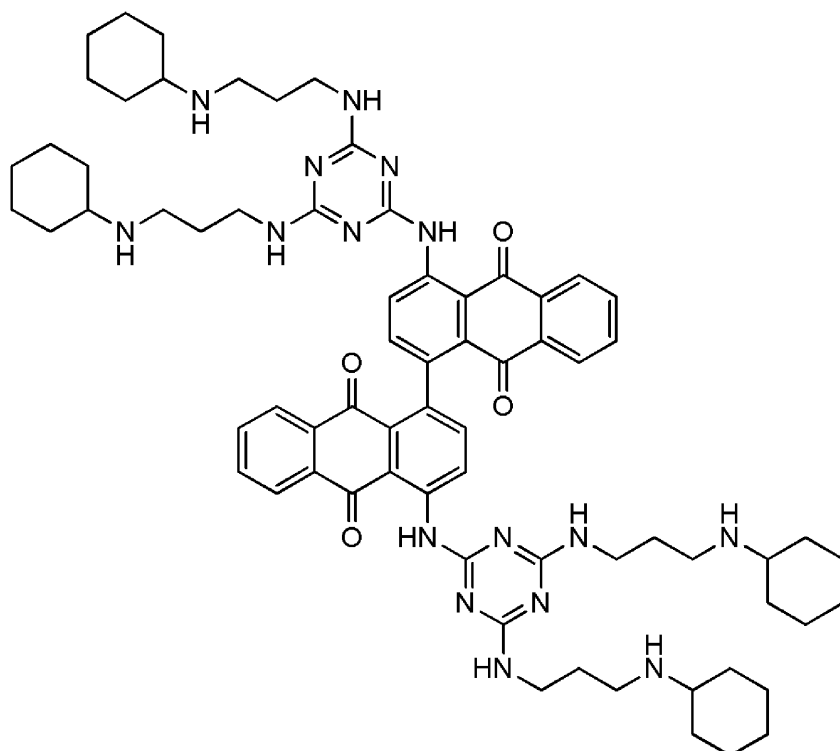
(1-8)

20

【0034】

一般式(2)で表される化合物(第2の化合物)の具体例としては、下記式(2-1)～(2-4)で表される化合物等を挙げることができる。なお、第2の化合物は、以下の例示に限定されるものではない。

【0035】

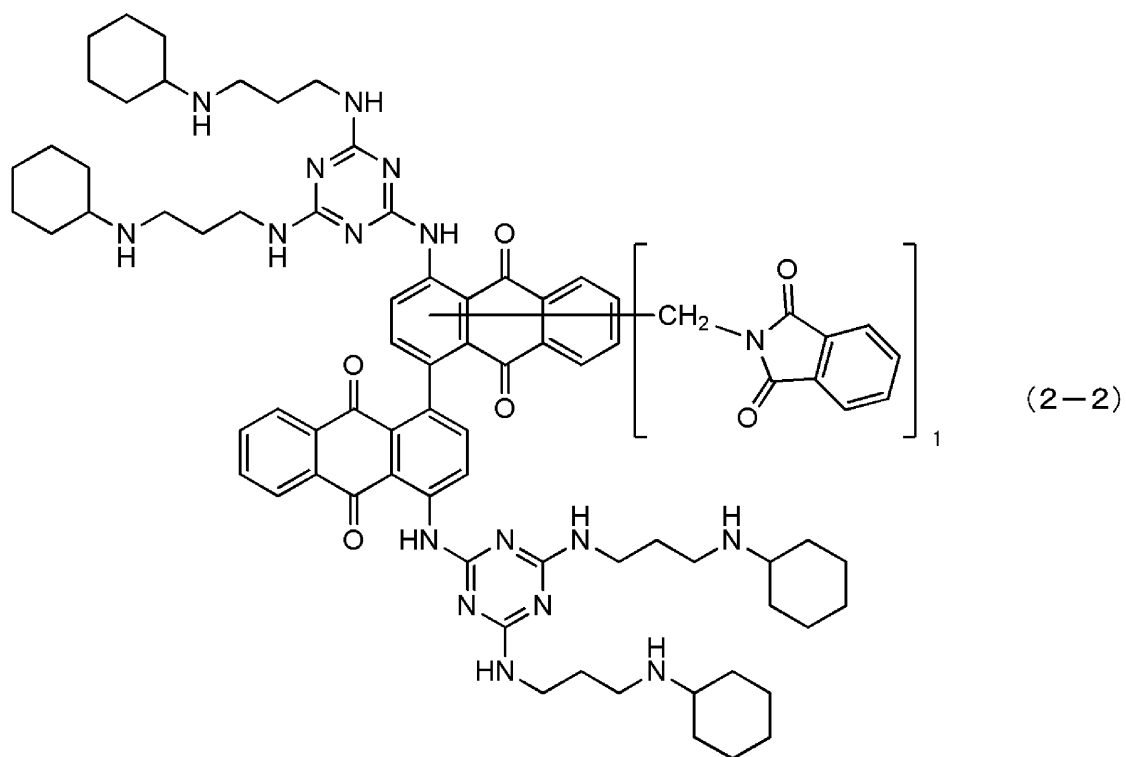


(2-1)

30

40

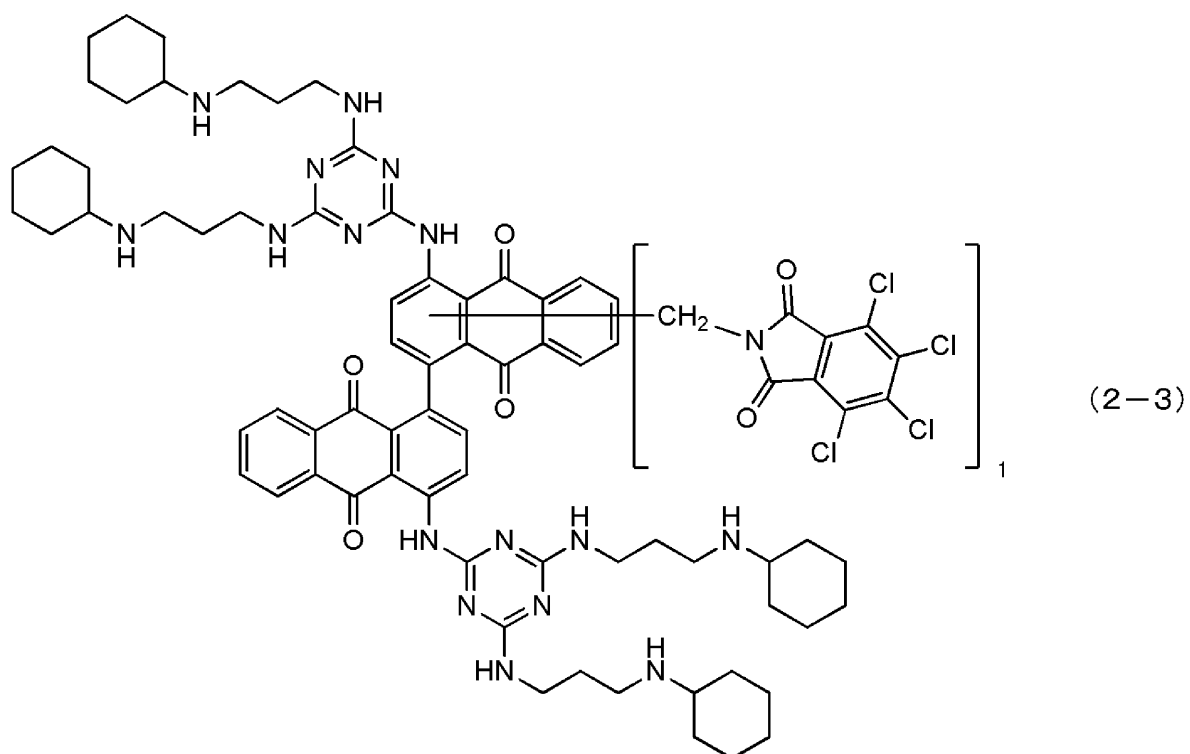
【0036】



10

20

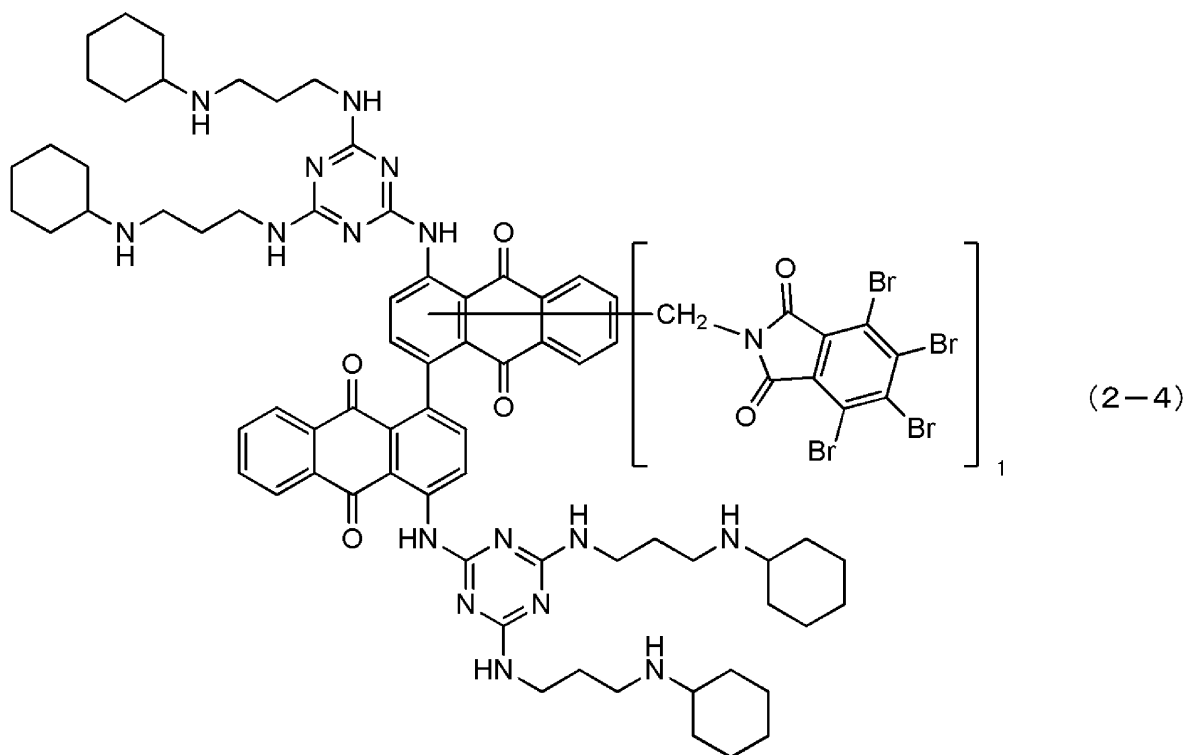
【 0 0 3 7 】



30

40

【 0 0 3 8 】



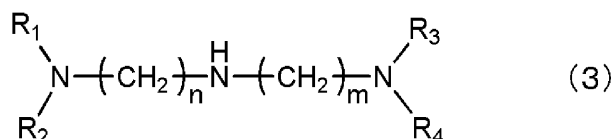
10

20

【0039】

一般式(1)で表される化合物は、例えば、以下のようにして合成することができる。
1-アミノアントラキノン又はその誘導体(及び必要に応じて用いられるアニリン又はフェノール)と、塩化シアヌルとを、o-ジクロロベンゼン等の不活性な溶媒中、130℃～160℃で2～6時間反応させる。次いで、下記一般式(3)で表されるポリアミンを添加し、150～170℃で3～4時間反応させることによって、一般式(1)で表される化合物を得ることができる。

【0040】



30

【0041】

一般式(3)中、 $R_1 \sim R_4$ は、それぞれ独立に置換若しくは未置換のアルキル基又はシクロアルキル基を示し、 n 及び m は、それぞれ独立に2～30の数を示す。ただし、 R_1 と R_2 及び R_3 と R_4 は、それぞれ隣接する窒素原子とともに窒素原子、酸素原子、又は硫黄原子を含むことがある環を形成してもよい。

【0042】

一般式(3)で表されるポリアミンの具体例としては、N, N, N'', N''-テトラメチルジエチレントリアミン、N, N, N'', N''-テトラエチルジエチレントリアミン、N, N, N'', N''-テトラ(n-プロピル)ジエチレントリアミン、N, N, N'', N''-テトラ(i-プロピル)ジエチレントリアミン、N, N, N'', N''-テトラ(n-ブチル)ジエチレントリアミン、N, N, N'', N''-テトラ(i-ブチル)ジエチレントリアミン、N, N, N'', N''-テトラ(t-ブチル)ジエチレントリアミン、3, 3'-イミノビス(N, N-ジメチルプロピルアミン)、3, 3'-イミノビス(N, N-ジエチルプロピルアミン)、3, 3'-イミノビス(N, N-ジ(n-プロピル)プロピルアミン)、3, 3'-イミノビス(N, N-ジ(n-ブチル)プロピルアミン)、3, 3'-イミノビス(N, N-ジ(i-ブチル)プロピルアミン)、3, 3'-イミノビス(N, N-ジ(t-ブチル)プロピルアミン)、3, 3'-イミノビス(N, N-ジメチルプロピルアミン)、2, 9-ジメチル-2, 5, 9-トリアザデカン、2, 10-ジメ

40

50

チル-2, 10-トリアザデカン、2, 12-ジメチル-2, 6, 12-トリアザトリデカン、2, 12-ジメチル-2, 5, 12-トリアザトリデカン、2, 16-ジメチル-2, 9, 16-トリアザヘプタデカン、3-エチル-10-メチル-3, 6, 10-トリアザウンデカン、5, 13-ジ(n-ブチル)-5, 9, 13-トリアザヘプタデカン、ジ-(2-ピコリル)アミン、ジ-(3-ピコリル)アミン等を挙げることができる。

【0043】

一般式(2)で表される化合物は、例えば、以下のようにして合成することができる。まず、PR177又はPR177に常法により置換又は未置換のフタルイミドメチル基を導入して得たPR177誘導体と、塩化シアヌルとを、ジメチルアセトアミドなどの不活性な溶媒中で、100~110℃で反応させる。次いで、N-アミノアルキル-N-シクロヘキシルアミンを添加し、130~140℃で反応させることによって、一般式(2)で表される化合物を得ることができる。

10

【0044】

N-アミノアルキル-N-シクロヘキシルアミンの具体例としては、N-(1-アミノエチル)-N-シクロヘキシルアミン、N-(1-アミノプロピル)-N-シクロヘキシルアミン、N-(1-アミノブチル)-N-シクロヘキシルアミン、N-(2-アミノプロピル)-N-シクロヘキシルアミン、N-(2-アミノブチル)-N-シクロヘキシルアミン、N-(3-アミノプロピル)-シクロヘキシルアミン、N-(3-アミノブチル)-シクロヘキシルアミン等を挙げることができる。これらのN-アミノアルキル-N-シクロヘキシルアミンのなかでも、N-(3-アミノプロピル)-シクロヘキシルアミンが好ましい。

20

【0045】

置換又は未置換のフタルイミドメチル基の具体例としては、フタルイミドメチル基、3, 4, 5, 6-テトラクロロフタルイミドメチル基、3, 4, 5, 6-テトラブロモフタルイミドメチル基、3, 4, 5, 6-テトラフルオロフタルイミドメチル基等を挙げることができる。

【0046】

本発明の顔料分散剤に含まれる、一般式(1)で表される化合物と一般式(2)で表される化合物の配合比(質量基準)は、一般式(1):一般式(2)=5:95~95:5であることが好ましく、一般式(1):一般式(2)=25:75~75:25であることがさらに好ましい。

30

【0047】

本発明の顔料分散剤の使用方法は特に制限されないが、以下に示すような使用方法が例示される。いずれの方法であっても、目的とする顔料分散効果を得ることができる。

(1) 顔料と顔料分散剤とを予め公知の方法で混合し、得られた顔料組成物をビヒクルなどに添加して顔料をビヒクル中に分散させる。

(2) ビヒクルなどに顔料と顔料分散剤を所定の割合で別々に添加して、顔料をビヒクル中に分散させる。

(3) 顔料と顔料分散剤をそれぞれビヒクルなどに別々に分散させた後、得られた各分散液を所定の割合で混合し、顔料をビヒクル中に分散させる。

40

(4) ビヒクルなどに顔料を分散させて得られた分散液に、顔料分散剤を所定の割合で添加して、顔料をビヒクル中に分散させる。

【0048】

<顔料組成物>

本発明の顔料組成物は、顔料と、前述の顔料分散剤とを含有する。本発明の顔料組成物は、例えば、上記の顔料分散剤によって顔料を分散させることで得ることができる。顔料100質量部に対する一般式(1)で表される化合物の配合量は、0.5~30質量部であることが好ましく、3~20質量部であることがさらに好ましい。また、顔料100質量部に対する一般式(2)で表される化合物の配合量は、0.5~30質量部であることが好ましく、3~20質量部であることがさらに好ましい。顔料分散剤の配合量が少な

50

ぎると、目的とする分散剤の効果が不十分になる場合がある。一方、顔料分散剤の配合量が多すぎても分散効果が頭打ちになるとともに、生産性の面で不利になる場合がある。さらには、顔料分散剤を過剰に含有する顔料組成物を用いた塗料やインキのビヒクルの諸物性が低下したり、顔料分散剤自体の色によって顔料の色相が大きく変化したりする場合もある。

【0049】

また、本発明の顔料組成物に含有される、一般式(1)で表される化合物と一般式(2)で表される化合物の配合比(質量基準)は、一般式(1):一般式(2)=5:95~95:5であることが好ましく、一般式(1):一般式(2)=25:75~75:25であることがさらに好ましい。一般式(1)で表される化合物と一般式(2)で表される化合物の配合比は、顔料の物性や、得られる顔料組成物(溶液)の粘度特性或いは貯蔵安定性等を加味して調整することが好ましい。例えば、一般式(1)で表される化合物の配合量を減らすと、粘度が低下するとともに、粘度安定性が向上する傾向にある。このため、用いる顔料の配合量の幅を広げることが可能になるとともに、顔料組成物の貯蔵安定性を向上させることが可能であるため有効である。また、一般式(2)で表される化合物の配合量を減らすと、粘度が上昇する傾向にある。このため、用いる顔料の種類に応じた粘度調整が可能となる点で有効である。まとめると、一般式(1)で表される化合物と一般式(2)で表される化合物の配合比を調整することで、用いる顔料の種類に応じて顔料組成物の粘度や貯蔵安定性等の物性や特性を制御することができる。

【0050】

本発明の顔料分散剤を用いることによって、有効な分散効果が得られる顔料の具体例としては、溶性・不溶性アゾ顔料、高分子量アゾ顔料、フタロシアニン顔料、キナクリドン顔料、アントラキノン顔料、ジケトピロロピロール顔料、キノフタロン顔料、メチン・アゾメチン顔料、ペリレン顔料、ペリノン顔料、イソインドリノン顔料、イソインドリン顔料、金属錯体顔料などを挙げることができる。なかでも、その色相が赤でアントラキノン顔料であるPR177を用いることが好ましい。

【0051】

本発明の顔料組成物を製造する方法は特に限定されない。例えば、顔料と顔料分散剤を従来公知の方法により混合すれば、本発明の顔料組成物を得ることができる。なお、本発明の顔料組成物を製造する方法の具体例としては、以下に示す(1)~(4)の方法を挙げることができる。

(1) 顔料の粉末と顔料分散剤の粉末とを分散機を使用せずに混合する方法

(2) 顔料と顔料分散剤とをニーダー、ロール、アトライター、横型ビーズミルなどの各種分散機で機械的に混合する方法

(3) 顔料の水系又は有機溶剤系のサスペンションに、顔料分散剤を溶解又は微分散させた液を添加及び混合し、顔料の表面に顔料分散剤を均一に沈着させる方法

(4) 硫酸などの強い溶解力を持った溶媒に顔料及び顔料分散剤を溶解させた後、水などの貧溶媒によって共析出させる方法

【0052】

顔料組成物を調製するのに用いる顔料分散剤の性状は、溶液、スラリー、ペースト、及び粉末のいずれであってもよい。いずれの性状の顔料分散剤を用いた場合であっても、所望の効果をすることができる。

【0053】

<顔料着色剤>

本発明の顔料着色剤は、前述の顔料組成物と、皮膜形成材料とを含有する。本発明の顔料着色剤は、例えば、微細化した前述の顔料組成物と、樹脂((共)重合体)、オリゴマー、又はモノマーなどの皮膜形成材料とを混合することで得ることができる。本発明の顔料着色剤は、画像表示用、画像記録用、印刷インキ用、筆記用インキ用、プラスチック用、顔料捺染用、塗料用などの着色剤として広範な分野で用いることができる。特に、着色画素の透明性が問題となる画像表示材料として、なかでもカラーフィルター用顔料着色剤

として好適である。勿論、本発明の顔料着色剤は、インクジェットインク、電着記録液、電子写真方式用の現像剤などの画像記録剤用の材料としても有用である。これらの画像記録剤用の材料は、それぞれインクジェット記録方法、電着記録方式、電子写真方式などの画像記録方法に使用される。本発明の顔料着色剤を用いれば、いずれの画像記録方法であっても高品位な画像を提供しうる画像記録剤用の材料を調製することができる。

【0054】

以下、本発明の顔料着色剤のさらなる詳細について、画像表示用の顔料着色剤であるカラーフィルター用顔料分散液（カラーフィルター（CF）用顔料着色剤）を例に挙げて説明する。カラーフィルター用顔料分散液を調製するには、まず、前述の顔料組成物を、皮膜形成材料を含有する液に添加し、プレミキシングする。次いで、分散処理すれば、カラーフィルター用顔料分散液を得ることができる。より具体的には、縦型媒体分散機、横型媒体分散機、ボールミルなどの分散機械を使用して均一に摩砕した顔料組成物を、皮膜形成性材料を含有する液に添加及び混合することで、カラーフィルター用顔料分散液を得ることができる。また、顔料と顔料分散剤を硫酸などに溶解させて得られた溶液と水を混合して、顔料と顔料分散剤とを含む顔料組成物を固溶体又は共析体として析出させて分離する。分離した顔料組成物を、皮膜形成材料やカチオン系の高分子分散剤などを含有する液に添加して混合した後、ダイノミルなどの横型湿式媒体分散機（ビーズミル）を使用して摩砕分散しても、カラーフィルター用顔料分散液を得ることができる。

【0055】

カラーフィルター用顔料分散液を調製するために用いる、皮膜形成材料を含有する液としては、従来公知のカラーフィルター用顔料分散液に含有される皮膜形成性重合体の溶液を用いることができる。また、皮膜形成材料を含有する液に用いられる液媒体としては、有機溶剤、水、及び有機溶剤と水との混合液などを挙げることができる。なお、カラーフィルター用顔料分散液には、必要に応じて、例えば、分散助剤、平滑化剤、密着化剤などの従来公知の添加剤を添加することができる。

【0056】

本発明の顔料着色剤に含有される顔料組成物の量は、皮膜形成材料100質量部に対して5～500質量部であることが好ましく、50～250質量部であることがさらに好ましい。また、皮膜形成材料を含有する液としては、感光性の皮膜形成材料を含有する液、又は非感光性の皮膜形成材料を含有する液を用いることができる。感光性の皮膜形成材料を含有する液の具体例としては、紫外線硬化性インキ、電子線硬化インキなどに用いられる感光性の皮膜形成材料を含有する液などを挙げることができる。また、非感光性の皮膜形成材料を含有する液の具体例としては、凸版インキ、平版インキ、グラビアインキ、スクリーンインキなどの印刷インキに使用するワニス；常温乾燥又は焼き付け塗料に使用するワニス；電着塗装に使用するワニス；熱転写リボンに使用するワニスなどを挙げることができる。

【0057】

カラーフィルター用顔料分散液は、高濃度に顔料を含みながらも、顔料の分散状態が良好であるとともに、一般的な常乾塗料や焼き付け塗料に比して低粘度であることが要求される。一般的には、顔料濃度が5～20質量%であっても、顔料が凝集せず、その粘度が5～20mPa・s程度であり、貯蔵安定性が良好であることが要求される。より好ましくは、粘度が5～15mPa・sであり、25℃で1ヶ月間放置した後（放置後）の粘度増加率が10%以内であることが要求される。粘度が増加してしまうと、一定の膜厚に製膜することが困難になる。

【0058】

感光性の皮膜形成材料の具体例としては、感光性環化ゴム系樹脂、感光性フェノール系樹脂、感光性ポリアクリレート系樹脂、感光性ポリアミド系樹脂、感光性ポリイミド系樹脂、不飽和ポリエステル系樹脂、ポリエステルアクリレート系樹脂、ポリエポキシアクリレート系樹脂、ポリウレタンアクリレート系樹脂、ポリエーテルアクリレート系樹脂、ポリオールアクリレート系樹脂などの感光性樹脂を挙げることができる。なお、これらの感

光性樹脂を含有する液には、反応性希釈剤として各種のモノマーを添加してもよい。

【0059】

皮膜形成材料として感光性樹脂を含有する顔料着色剤に、ベンゾインエーテル、ベンゾフェノンなどの光重合開始剤を添加し、従来公知の方法により練肉すれば、光硬化性の感光性顔料分散液とすることができる。また、上記の光重合開始剤に代えて熱重合開始剤を用いれば、熱硬化性顔料分散液とすることができる。

【0060】

一方、非感光性の皮膜形成材料の具体例としては、スチレンー（メタ）アクリル酸エステル系（共）重合体、可溶性ポリアミド系樹脂、可溶性ポリイミド系樹脂、可溶性ポリアミドイミド系樹脂、可溶性ポリエステルイミド系樹脂、スチレンーマレイン酸エステル系共重合体の水溶性塩、（メタ）アクリル酸エステルー（メタ）アクリル酸系共重合体の水溶性塩、水溶性アミノポリエステル系樹脂などの樹脂及びその水溶性塩を挙げることができる。

【実施例】

【0061】

次に、実施例及び比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。なお、以下、「部」及び「%」とあるのは特に断らない限り質量基準である。

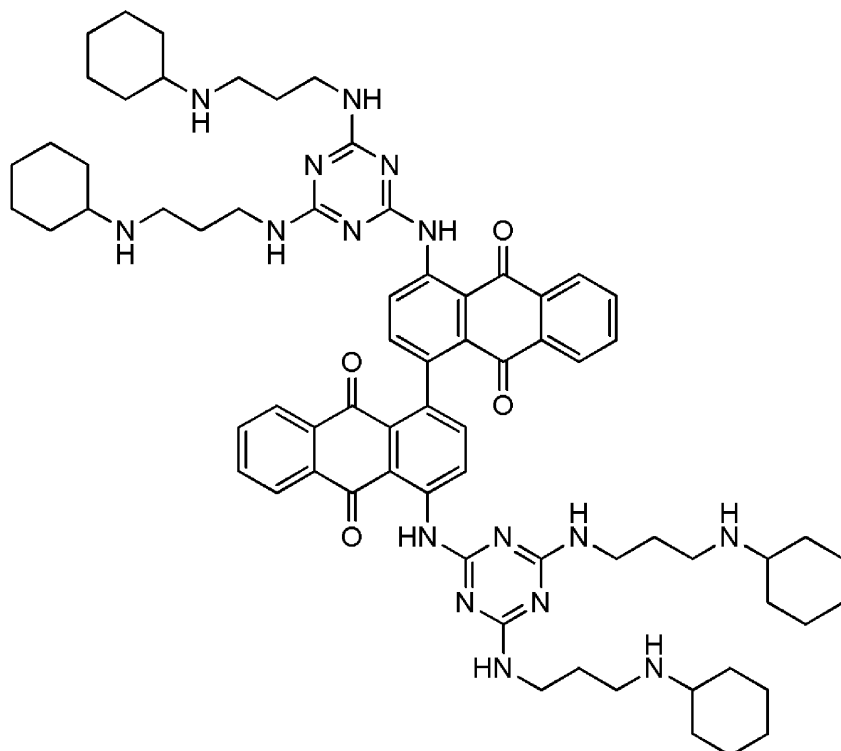
【0062】

〔第1の化合物及び第2の化合物の合成〕

<合成例1>

ジメチルアセトアミド800部に、PR177 44部、及び塩化シアヌル37部を加え、100～110℃で5時間攪拌した。冷却後、N-（3-アミノプロピル）シクロヘキシルアミン125部をさらに加え、130～140℃で3時間反応させた。冷却後にろ過し、メタノール及び水で洗浄した。乾燥することにより、下記式（2-1）で表される黄褐色の第2の化合物（A）110部を得た。

【0063】



(2-1)

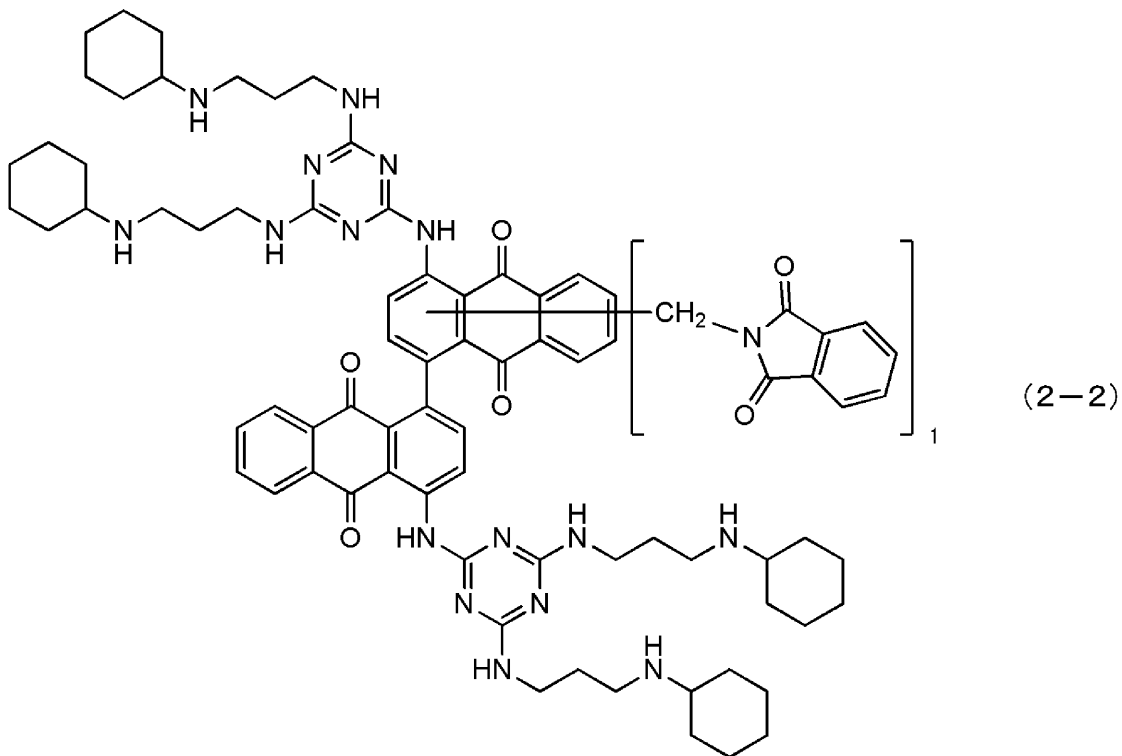
【0064】

<合成例2>

PR177 44部に代えて、常法によりPR177にフタルイミドメチル基を約1個導入した化合物60部を用いたこと以外は、前述の合成例1と同様にして下記式（2-2

）で表される第 2 の化合物（B）1 2 4 部を得た。

【0065】



10

20

【0066】

元素分析及びMALDIによる質量分析により、合成した第 2 の化合物（A）及び（B）が目的とする組成になっていることを確認した。なお、第 2 の化合物（A）及び（B）についての元素分析の結果を表 1 及び 2 に示す。表 1 及び 2 に示すように、C、H、及び N のいずれの元素についても、ほぼ計算値（理論値）に近い値が得られた。また、第 2 の化合物（A）については、質量分析により $m/z = 1219$ のピークが検出された。さらに、第 2 の化合物（B）については、質量分析により $m/z = 1378$ のピークが検出された。このため、使用した原材料、元素分析、及び質量分析の結果から、目的とする組成の化合物が得られたことが確認された。

30

【0067】

表1: 第2の化合物(A)*の元素分析値

	C	H	N
計算値(%)	68.94	7.44	18.38
実測値(%)	69.07	7.59	18.56

*: 組成式 = $C_{70}H_{90}N_{16}O_4$

【0068】

表2: 第2の化合物(B)*の元素分析値

	C	H	N
計算値(%)	68.82	6.95	17.27
実測値(%)	68.96	7.09	17.47

*: 組成式 = $C_{79}H_{95}N_{17}O_6$

40

【0069】

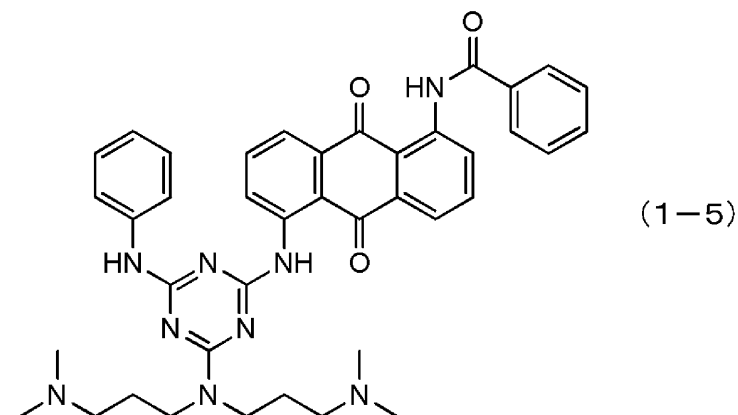
〔顔料組成物（1）～（10）の調製〕

<実施例 1>

50

顔料分が 100 部になるように秤量した PR177 のプレスケーキ（固形分濃度 23%）に水 2000 部を加えて、十分にリスラリー化してスラリーを得た。得られたスラリーに特許文献 1 に記載された下記式（1-5）で表される第 1 の化合物（C）の 5% 希酢酸溶液 50 部（固形分 2.5 部）、及び第 2 の化合物（A）の 5% 希酢酸溶液 150 部（固形分 7.5 部）を加えて 1 時間攪拌した。5% 炭酸ナトリウム水溶液を pH 9~10 になるまで徐々に滴下した後、ろ過して十分に水洗した。次いで、80℃で乾燥して顔料組成物（1）110 部を得た。

【0070】



10

20

【0071】

<実施例 2>

第 2 の化合物（A）に代えて第 2 の化合物（B）を用いたこと以外は、前述の実施例 1 と同様にして顔料組成物（2）を得た。

【0072】

<実施例 3>

第 1 の化合物（C）の 5% 希酢酸溶液 50 部（固形分 2.5 部）を 100 部（固形分 5 部）に代えたこと、及び第 1 の化合物（A）の 5% 希酢酸溶液 150 部（固形分 7.5 部）を 100 部（固形分 5 部）に代えたこと以外は、前述の実施例 1 と同様にして顔料組成物（3）を得た。

30

【0073】

<実施例 4>

第 2 の化合物（A）に代えて第 2 の化合物（B）を用いたこと以外は、前述の実施例 3 と同様にして顔料組成物（4）を得た。

【0074】

<実施例 5>

第 1 の化合物（C）の 5% 希酢酸溶液 50 部（固形分 2.5 部）を 150 部（固形分 7.5 部）に代えたこと、及び第 2 の化合物（A）の 5% 希酢酸溶液 150 部（固形分 7.5 部）を 50 部（固形分 2.5 部）に代えたこと以外は、前述の実施例 1 と同様にして顔料組成物（5）を得た。

40

【0075】

<実施例 6>

第 2 の化合物（A）に代えて第 2 の化合物（B）を用いたこと以外は、前述の実施例 5 と同様にして顔料組成物（6）を得た。

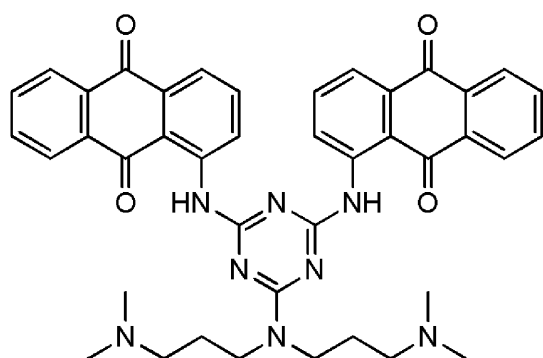
【0076】

<実施例 7>

第 1 の化合物（C）に代えて、特許文献 1 に記載された下記式（1-2）で表される第 1 の化合物（D）を用いたこと以外は、前述の実施例 3 と同様にして顔料組成物（7）を得た。

【0077】

50



(1-2)

10

【0078】

<実施例8>

第2の化合物(A)に代えて第2の化合物(B)を用いたこと以外は、前述の実施例7と同様にして顔料組成物(8)を得た。

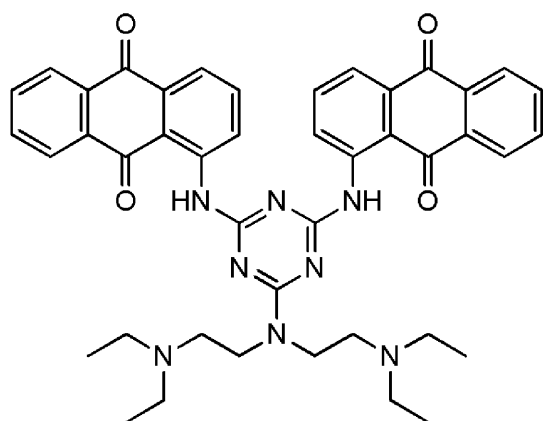
【0079】

<実施例9>

第1の化合物(C)に代えて、特許文献1に記載された下記式(1-1)で表される第1の化合物(E)を用いたこと以外は、前述の実施例3と同様にして顔料組成物(9)を得た。

【0080】

20



(1-1)

30

【0081】

<実施例10>

第2の化合物(A)に代えて第2の化合物(B)を用いたこと以外は、前述の実施例9と同様にして顔料組成物(10)を得た。

【0082】

顔料組成物(1)～(10)を調製する際に用いた顔料と顔料分散剤(第1の化合物及び第2の化合物)の組み合わせを表3に示す。

【0083】

40

表3: 顔料組成物の組成

		顔料		顔料分散剤			
		種類	固形分濃度 (%)	第1の化合物		第2の化合物	
				種類	配合比(%)	種類	配合比(%)
実施例1	顔料組成物(1)	PR177	23	(C)	25	(A)	75
実施例2	顔料組成物(2)			(C)	25	(B)	75
実施例3	顔料組成物(3)			(C)	50	(A)	50
実施例4	顔料組成物(4)			(C)	50	(B)	50
実施例5	顔料組成物(5)			(C)	75	(A)	25
実施例6	顔料組成物(6)			(C)	75	(B)	25
実施例7	顔料組成物(7)			(D)	50	(A)	50
実施例8	顔料組成物(8)			(D)	50	(B)	50
実施例9	顔料組成物(9)			(E)	50	(A)	50
実施例10	顔料組成物(10)			(E)	50	(B)	50

10

【0084】

〔顔料分散液（カラーフィルター（CF）用顔料着色剤）の調製〕

20

<実施例11>

メタクリル酸／ベンジルアクリレート／スチレン／ヒドロキシエチルアクリレートを25／50／15／10のモル比で共重合させて得た、平均分子量が12000、固形分濃度が40%のアクリル樹脂ワニスを使用し、以下に示す方法に従って顔料分散液を調製した。上記のアクリル樹脂ワニス50部、顔料組成物（1）20部、及び溶剤としてプロピレングリコールー1ーモノメチルエーテルー2ーアセテート20部を混合し、プレミキシングした後、横型ビーズミルを使用して分散処理してCF用顔料着色剤（実施例11）を得た。

【0085】

<実施例12～20>

30

顔料組成物（1）に代えて顔料組成物（2）～（10）を用いたこと以外は、前述の実施例11と同様にしてCF用顔料着色剤（実施例12～20）を得た。

【0086】

<比較例1>

顔料組成物（1）に代えて、顔料分散剤で処理していないPR177を用いたこと以外は、前述の実施例11と同様にしてCF用顔料着色剤（比較例1）を得た。

【0087】

<比較例2>

第1の化合物（C）の5%希酢酸溶液50部（固形分2.5部）を200部（固形分10部）に代えたこと、及び第2の化合物（A）を使用しないこと以外は、前述の実施例1と同様にして顔料組成物（11）を得た。そして、顔料組成物（1）に代えて顔料組成物（11）を用いたこと以外は、前述の実施例11と同様にしてCF用顔料着色剤（比較例2）を得た。

40

【0088】

<比較例3>

第1の化合物（C）を第1の化合物（D）に代えたこと以外は、前述の比較例2と同様にしてCF用顔料着色剤（比較例3）を得た。

【0089】

<比較例4>

第1の化合物（C）を第1の化合物（E）に代えたこと以外は、前述の比較例2と同様

50

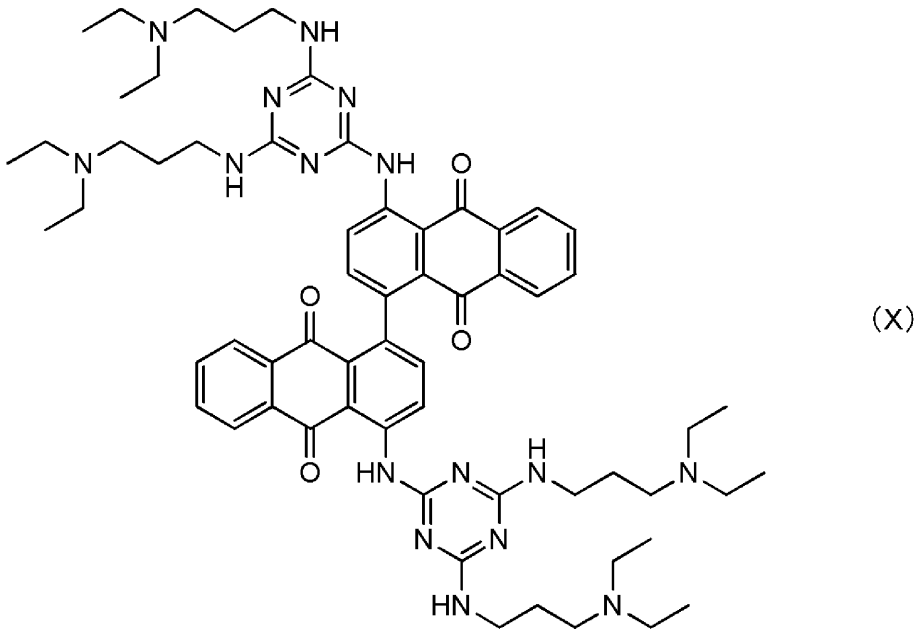
にしてC F用顔料着色剤（比較例4）を得た。

【0090】

<比較例5>

第1の化合物（C）を、特許文献3に記載された下記式（X）で表されるその他の化合物（X）に代えたこと以外は、前述の比較例2と同様にしてC F用顔料着色剤（比較例5）を得た。

【0091】



【0092】

実施例12～20及び比較例1～5のC F用顔料着色剤を調製する際に用いた顔料と、顔料分散剤（第1の化合物、第2の化合物、及びその他の化合物）との組み合わせを表4に示す。

【0093】

表4: CF用顔料着色剤の主組成

	顔料	顔料分散剤					
		第1の化合物		第2の化合物		その他の化合物	
		種類	配合比(%)	種類	配合比(%)	種類	配合比(%)
実施例11	PR177	(C)	25	(A)	75	—	—
実施例12		(C)	25	(B)	75	—	—
実施例13		(C)	50	(A)	50	—	—
実施例14		(C)	50	(B)	50	—	—
実施例15		(C)	75	(A)	25	—	—
実施例16		(C)	75	(B)	25	—	—
実施例17		(D)	50	(A)	50	—	—
実施例18		(D)	50	(B)	50	—	—
実施例19		(E)	50	(A)	50	—	—
実施例20		(E)	50	(B)	50	—	—
比較例1		—	—	—	—	—	—
比較例2		(C)	100	—	—	—	—
比較例3		(D)	100	—	—	—	—
比較例4		(E)	100	—	—	—	—
比較例5		—	—	—	—	(X)	100

10

20

30

40

50

【0094】

[評価]

実施例11～20及び比較例1～5のCF用顔料着色剤について、(1)流動性(貯蔵安定性)、(2)展色面のグロス、(3)塗膜中の異物の有無、及び(4)コントラストを評価した。それぞれの評価方法を以下に示す。また、評価結果を表5に示す。

【0095】

(1)流動性(貯蔵安定性)

E型粘度計を使用し、調製直後(初期)と、25℃で1ヶ月間放置した後(放置後)のCF用顔料着色剤の粘度(mPa・s)をそれぞれ測定して流動性の評価基準とした。なお、測定条件は、温度:室温(25℃)、ローターの回転数:6rpmとした。また、「放置後粘度/初期粘度(%)」を算出するとともに、以下に示す基準に従って貯蔵安定性を評価した。

○:「放置後粘度/初期粘度」が110%以下

×:「放置後粘度/初期粘度」が110%超

【0096】

(2)展色面のグロス

バーコーター(巻線の太さ0.45mm)を使用してCF用顔料着色剤をポリプロピレンフィルムに展色して展色面を形成した。形成された展色面のグロスを目視観察、及びグロスメーターを使用して観察し、以下に示す基準に従って「展色面のグロス」を評価した。なお、展色面のグロスが高いものほど良好であると判定することができる。

◎:非常に良好

○:良好

×:不良

【0097】

(3)塗膜中の異物の有無

スピナーを使用してCF用顔料着色剤をガラス基板に塗布し、90℃で2分間乾燥後、270℃で30分間加熱して塗膜を形成した。顕微鏡を使用し、形成された塗膜の表面（塗布面）を200倍で観察して異物の有無を確認し、以下に示す基準に従って「塗膜中の異物の有無」を評価した。

◎：異物なし

○：わずかに異物あり

×：異物あり

【0098】

(4) コントラスト

スピナーを使用してCF用顔料着色剤をガラス基板に塗布し、90℃で2分間乾燥後、230℃で30分間加熱して塗膜を形成した。また、スピナーの速度を変えて3枚の塗膜を形成した。コントラストメーター（アイシステム社製）を使用して形成した塗膜の明輝度と暗輝度を測定し、コントラスト（明輝度／暗輝度）を測定した。さらに、分光光度計（商品名「U-2000A」、日立製作所社製）を使用して塗膜を測色し、色度xを測定した。色度xに対してコントラストをプロットして作成したグラフに近似直線を引き、色度x=0.650のコントラストを読み取った。比較例2のコントラストを「100%」として、各実施例及び比較例のコントラスト比（%）を算出した。また、以下に示す基準に従って「コントラスト」を評価した。

○：110%以上

△：90%以上110%未満

×：90%未満

【0099】

表5: CF用顔料着色剤の評価

	初期粘度 (mPa・s)	放置後粘度 (mPa・s)	放置後粘度／ 初期粘度(%)	貯蔵安 定性	展色面の グロス	塗膜中の 異物	コントラスト 比*(%)	コントラ スト
実施例11	11	11	100	○	◎	◎	115	○
実施例12	12	12	100	○	◎	◎	115	○
実施例13	12	13	108	○	◎	◎	113	○
実施例14	13	14	108	○	◎	◎	111	○
実施例15	13	14	108	○	◎	◎	112	○
実施例16	13	14	108	○	◎	◎	113	○
実施例17	12	13	108	○	◎	◎	112	○
実施例18	13	14	108	○	◎	◎	111	○
実施例19	13	14	108	○	◎	◎	112	○
実施例20	13	14	108	○	◎	◎	113	○
比較例1	167	ゲル化	—	×	×	×	65	×
比較例2	19	26	137	×	○	○	100	△
比較例3	21	27	129	×	○	○	101	△
比較例4	20	25	125	×	○	○	99	△
比較例5	19	23	121	×	○	○	104	△

*：比較例2のコントラストに対する相対比率

【0100】

表5に示すように、実施例のCF用顔料着色剤は、比較例のCF用顔料着色剤に比して、粘度が低く、貯蔵安定性が良好で、展色面のグロスが良好で、塗膜中に異物が発生せず、かつ、高コントラストであることが明らかである。以上より、実施例の顔料分散剤が優

れた効果を有することが明らかである。

【0101】

さらに、実施例の顔料組成物を、オフセットインキなどの印刷インキ；ニトロセルロースラッカー、メラミンアルキッド塗料などの各種塗料；塩化ビニール樹脂などの合成樹脂の着色剤などに使用した。その結果、いずれの場合にも顔料は凝集せず、良好な分散性を示した。また、最近、高分散性であることが特に要求されている電子写真用乾式又は湿式トナー、インクジェット記録用インキ、熱転写記録用インキ、筆記具用インキなどの調製に実施例の顔料分散剤を用いた。その結果、いずれの場合にも優れた分散性を示した。

【産業上の利用可能性】

【0102】

本発明の顔料分散剤は、印刷インキ（オフセットインキ、グラビアインキなど）、各種塗料、プラスチック、顔料捺染剤、電子写真用乾式又は湿式トナー、インクジェット記録用インキ、熱転写記録用インキ、カラーフィルター用レジスト、筆記具用インキなどに配合される分散剤として有用である。

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 1/467 (2006.01)	C 0 9 B 1/22	
C 0 9 B 1/46 (2006.01)	C 0 9 B 1/467	
	C 0 9 B 1/46	

(72)発明者 鎌田 尚人
東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号 大日精化工業株式会社内

(72)発明者 井口 和紀
東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号 大日精化工業株式会社内

Fターム(参考) 2H148 BE08 BE13 BE23 BF16 BH02 BH03 BH17
4J039 BC17 BC33 BC52 BE01 BE22 GA02 GA03 GA21 GA24 GA27