



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2022년04월06일
(11) 등록번호 10-2383525
(24) 등록일자 2022년04월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09B 47/08 (2006.01) G02B 5/20 (2022.01)
(52) CPC특허분류
C09B 47/085 (2013.01)
G02B 5/20 (2022.01)
(21) 출원번호 10-2019-7005587
(22) 출원일자(국제) 2017년08월30일
심사청구일자 2020년06월10일
(85) 번역문제출일자 2019년02월25일
(65) 공개번호 10-2019-0045183
(43) 공개일자 2019년05월02일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2017/031119
(87) 국제공개번호 WO 2018/043548
국제공개일자 2018년03월08일
(30) 우선권주장
JP-P-2016-169928 2016년08월31일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
KR1020160026629 A
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자
디아이씨 가부시끼가이샤
일본국 도쿄도 이타바시구 사카시타 3초메 35번 58고
(72) 발명자
사카모토 게이스케
일본국 지바켄 사쿠라시 사카도 631번치 디아이씨 가부시끼가이샤 종합 연구소 내
기무라 아키라
일본국 지바켄 사쿠라시 사카도 631번치 디아이씨 가부시끼가이샤 종합 연구소 내
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
한양특허법인

전체 청구항 수 : 총 4 항

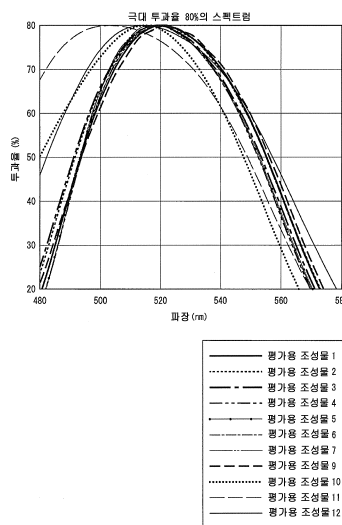
심사관 : 조호정

(54) 발명의 명칭 컬러 필터용 안료 조성물 및 컬러 필터

(57) 요약

고휘도의 컬러 필터를 제작 가능한 신규 컬러 필터용 안료 조성물 및 상기 컬러 필터용 안료 조성물을 함유하는 컬러 필터를 제공한다. 컬러 필터용 안료 조성물은, 극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록 도막을 형성했을 때에, 파장 555nm의 투과율이 45% 이상이고, 파장 505nm의 투과율과 파장 555nm의 투과율의 비(T(505nm)/T(555nm))가 1.40 이상이고, 반값폭이 80nm 이하가 되는 분광 특성을 가지는 녹색 안료를 함유한다. 컬러 필터는, 상기 컬러 필터용 안료 조성물을 함유한다.

대표도 - 도1a



(72) 발명자

시마다 노조미

일본국 지바켄 사쿠라시 사카도 631반치 디아이씨
가부시끼가이샤 총합 연구소 내

지바 유우나

일본국 지바켄 사쿠라시 사카도 631반치 디아이씨
가부시끼가이샤 총합 연구소 내

이시이 도루

일본국 지바켄 사쿠라시 사카도 631반치 디아이씨
가부시끼가이샤 총합 연구소 내

(56) 선행기술조사문헌

KR1020110079721 A

JP2007018902 A

JP2003161827 A

JP2007284589 A

JP2003185825 A

US20030151708 A1

명세서

청구범위

청구항 1

극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록 도막을 형성했을 때에,
 파장 555nm의 투과율이 45% 이상이고,
 파장 505nm의 투과율과 파장 555nm의 투과율의 비($T(505nm)/T(555nm)$)가 1.40 이상이고,
 반값폭이 80nm 이하가 되는 분광 특성을 가지는 녹색 안료를 함유하고,
 상기 녹색 안료가 브롬화염소화아연 프탈로시아닌이고,
 상기 브롬화염소화아연 프탈로시아닌 1분자 중의 브롬수가 염소수의 평균 7배 이상인, 컬러 필터용 안료 조성물.

청구항 2

청구항 1에 있어서,
 상기 녹색 안료가 1분자 중에 브롬을 평균 13개 이상 15개 이하, 염소를 평균 1개 이상 2개 이하 함유하는 브롬화염소화아연 프탈로시아닌인, 컬러 필터용 안료 조성물.

청구항 3

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,
 황색 안료를 더 함유하는, 컬러 필터용 안료 조성물.

청구항 4

청구항 1 또는 청구항 2에 기재된 컬러 필터용 안료 조성물을 함유하는 컬러 필터.

청구항 5

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 컬러 필터용 안료 조성물 및 컬러 필터에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 액정 디스플레이에 이용하는 컬러 필터는, 백 라이트의 백색광을 투과시킴으로써 디스플레이의 컬러 표시를 실현하는 부재이다. 그 중의 컬러 필터용 녹색 착색제에 대해서, 고휘도화 및 고색재현화가 요구되고 있다.

[0003] 고휘도화를 달성하기 위해서는, 백 라이트광에 대한 투과율이 높은 안료를 선택하는 것이 중요하고, 피그먼트 그린 58이 주안료로서 사용되고 있다. 안료의 고휘도화에 의해, 백 라이트의 백색광을 효율적으로 사용할 수 있게 되기 때문에, 디스플레이의 에너지 절약하나 제조 비용 저감이 가능해진다. 현행의 디스플레이는 sRGB로 설계되기 때문에, 그린 화소는 (x, y)=(0.300, 0.600)으로 휘도가 높아지도록 설계된다. 현재, 백 라이트용 LED로서는, 3색 LED에서는 비용 메리트가 작다. 그 때문에, 청색 LED의 표면에 형광체를 도포함으로써 형성되는 의사(擬似) 백색 LED(청색 LED와 황색 형광체의 조합(B-YAG)이나 청색 LED와 적색 형광체와 녹색 형광체의 조합(B-RG))가 주류가 되어 있다. 이와 같은 백색 LED 백 라이트를 사용했을 경우, 청색 발광 강도와 비교해 녹색 발광 강도가 미약하기 때문에, 녹색 착색층의 투과율이 떨어져 버린다. 그 때문에, 녹색 착색층의 고휘도화가 요구되고 있다.

- [0004] 또, 고색재현화를 달성하기 위해서는, 휘도가 높은 것에 더하여 선명한 색 표시가 가능한 안료가 선택된다. 선명한 색 표시를 달성하기 위해서는 컬러 필터의 막두께를 두껍게 하면 되지만, 노광 공정에서 충분히 도막을 경화하기 위해서는 막두께를 3 μm 이하 정도까지 억제하지 않으면 안 된다. 향후 보급될 것으로 예측되고 있는 고색재현 디스플레이는 DCI-P3으로 설계될 전망이다. 그러나, 피그먼트 그린 36이나 58을 사용하면 막두께가 3 μm 를 크게 넘어 버리기 때문에, 피그먼트 그린 7이 주안료로서 선택된다. 예를 들면, 피그먼트 그린 7, 피그먼트 옐로우 185를 함유하는 녹색 감광성 수지 조성물을 이용하여 녹색 화소를 형성하여, 2.2 μm 이하의 박막으로 고색재현을 달성하는 제안이 이루어지고 있다. 그러나, 피그먼트 그린 7은 피그먼트 그린 36, 58과 비교해서 투과율이 낮다. 그 때문에, 얻어지는 디스플레이의 휘도가 저하해 버린다는 문제가 있었다.
- [0005] 휘도에 관해서는 백 라이트의 광량 상승으로 보충하는 것도 가능하지만, 소비 전력량의 증대와 같은 새로운 문제가 생긴다. 그 때문에, 휘도와 색재현성의 양립이 요구된다. 신규 고색재현 안료로서 피그먼트 그린 59가 있으며, 동일한 막두께의 컬러 필터를 제작했을 경우와 비교하면, 피그먼트 그린 7을 이용하는 것보다 피그먼트 그린 59를 이용하는 것이 고휘도가 된다(예를 들면, 특허문헌 1 참조.).
- [0006] 이상으로부터, 고휘도 디스플레이용 컬러 필터에는 피그먼트 그린 58을 사용하고, 고색재현 디스플레이용 컬러 필터에는 피그먼트 그린 59를 사용하는 것이 좋은 것으로 인식되고 있다.
- [0007] 또한, 고휘도 디스플레이용 컬러 필터와 고색재현 디스플레이용 컬러 필터의 큰 차이는, 그린 화소를 설계하는 색도 및 백 라이트의 종류이다.
- [0008] 현행의 고휘도 디스플레이용 컬러 필터에서는, 색도는 sRGB(x, y)=(0.300, 0.600)이며, 백 라이트는 B-YAG가 주류이다. 단, B-YAG는 제조 회사에 따라 상이하기 때문에, C 광원을 사용하여 (x, y)=(0.275, 0.570)으로 컬러 필터의 평가를 행한다(예를 들면, 특허문헌 2 참조.).
- [0009] 또, 고색재현 디스플레이용 컬러 필터로서 예측되는 것은, 색도가 DCI-P3이며, 백 라이트가 B-RG이다. 단, B-RG도 제조 회사에 따라 상이하기 때문에, C 광원을 사용하여, (x, y)=(0.250, 0.615)로 컬러 필터의 평가를 행한다(예를 들면, 특허문헌 3 참조.).

선행기술문헌

특허문헌

- [0010] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 2016-057635호 공보
- (특허문헌 0002) 일본 특허 공개 2014-085562호 공보
- (특허문헌 0003) 일본 특허 공개 2011-117986호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0011] 상술한 대로, 고휘도 디스플레이용 컬러 필터에는 피그먼트 그린 58을 사용하는 것이 좋은 것으로 인식되고 있다. 그러나, 녹색 발광 강도가 미약한 백 라이트인 B-YAG의 특성을 보충하기 위해서, 녹색 안료의 고휘도화가 한층 더 요망되고 있었다.
- [0012] 따라서, 본 발명은 상기 사정을 감안하여 이루어진 것이고, 고휘도의 컬러 필터를 제작 가능한 신규 컬러 필터용 안료 조성물 및 상기 컬러 필터용 안료 조성물을 함유하는 컬러 필터를 제공한다.

과제의 해결 수단

- [0013] 본 발명자들은, 상기 과제를 해결할 수 있도록 예의 연구한 결과, 특정 분광 특성을 가지는 컬러 필터용 안료 조성물을 이용함으로써, 종래보다 휘도가 높은 컬러 필터를 형성할 수 있는 것을 찾아내고, 본 발명을 완성시켰다.
- [0014] 즉, 본 발명은, 이하의 양태를 포함한다.
- [0015] 본 발명의 제1 양태에 따른 컬러 필터용 안료 조성물은, 극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록

록 도막을 형성했을 때에, 파장 555nm의 투과율이 45% 이상이고, 파장 505nm의 투과율과 파장 555nm의 투과율의 비($T(505nm)/T(555nm)$)가 1.40 이상이고, 반값폭이 80nm 이하가 되는 분광 특성을 가지는 녹색 안료를 함유한다.

[0016] 상기 녹색 안료가 브롬화염소화아연 프탈로시아닌이어도 된다.

[0017] 상기 녹색 안료가 1분자 중에 브롬을 평균 13개 이상 15개 이하, 염소를 평균 1개 이상 3개 이하 함유하는 브롬화염소화아연 프탈로시아닌이어도 된다. 상기 제1 양태에 따른 컬러 필터용 안료 조성물은, 황색 안료를 더 함유해도 된다.

[0018] 본 발명의 제2 양태에 따른 컬러 필터는, 상기 제1 양태에 따른 컬러 필터용 안료 조성물을 함유한다.

발명의 효과

[0019] 상기 양태의 컬러 필터용 안료 조성물에 의하면, 고휘도의 컬러 필터를 제작할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1a는 실시예 1 및 비교예 1에 있어서의 평가용 조성물 1~7, 9~12의 분광 투과 스펙트럼(파장 480~580nm)을 나타내는 도면이다.

도 1b는 실시예 1 및 비교예 1에 있어서의 평가용 조성물 1~7, 9~12의 분광 투과 스펙트럼(파장 440~480nm)을 나타내는 도면이다.

도 1c는 실시예 1 및 비교예 1에 있어서의 평가용 조성물 1~7, 9, 10, 12의 분광 투과 스펙트럼(파장 580~620nm)을 나타내는 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] <<컬러 필터용 안료 조성물>>

[0022] 일 실시형태에 있어서, 본 발명은, 극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록 도막을 형성했을 때에, 이하의 (a)~(c)의 분광 특성을 가지는 녹색 안료를 함유하는 컬러 필터용 안료 조성물을 제공한다.

[0023] (a) 파장 555nm의 투과율이 45% 이상이다

[0024] (b) 파장 505nm의 투과율과 파장 555nm의 투과율의 비($T(505nm)/T(555nm)$)가 1.40 이상이다

[0025] (c) 반값폭이 80nm 이하가 된다

[0026] 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물에 의하면, 녹색의 광량이 적은 백 라이트인 LED-YAG의 특성을 보충하는 것이 가능한 고휘도의 컬러 필터를 제공할 수 있다.

[0027] 본 명세서에 있어서의 분광 투과율은 분광 투과 스펙트럼을 측정함으로써 얻을 수 있다.

[0028] 「분광 투과 스펙트럼」이란, 일본 공업 규격 JIS Z 8722(색의 측정 방법-반사 및 투과물체색)의 제1종 분광 측광기에 준해서 구해지는 것이다. 구체적으로는, 유리 기판 등의 위에 상기 소정 건조 막두께로 제막한 안료를 포함하는 수지 피막에 대해서 소정 파장 영역의 광을 주사 조사하고, 각 파장에 있어서의 각 투과율값을 플롯한 것이다.

[0029] <구성 재료>

[0030] [녹색 안료]

[0031] 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물에 포함되는 녹색 안료는, 극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록 도막을 형성했을 때에, 이하의 (a)~(c)의 분광 특성을 가진다.

[0032] (a) 파장 555nm의 투과율이 45% 이상이다

[0033] (b) 파장 505nm의 투과율과 파장 555nm의 투과율의 비($T(505nm)/T(555nm)$)가 1.40 이상이다

[0034] (c) 반값폭이 80nm 이하가 된다

[0035] 녹색의 컬러 필터에서는, 510nm 이상 560nm 이하의 범위에서의 투과율을 높게 하는 것이 밝기를 확보하는데 있

어서 중요하다. 또, 황색 안료에 의한 조색을 행하는 경우에는, 황색 안료의 배합에 의해 5nm 정도 장파장측으로 시프트한다. 그 때문에, 555nm에서의 투과율을 높게 유지한 채로, 505nm에서의 투과 파장을 높이는 것이 밝은 표시를 얻기 위해서 중요하다.

[0036] 한편, 460nm의 투과율이 높으면 색도 y의 값이 큰폭으로 저하하여 녹색의 선명함(채도)을 잃기 때문에, 황색 안료에 의한 조색 후의 460nm의 투과율은 낮은 것이 바람직하다. 예를 들면, 황색 안료 Y138은 460nm보다 단파장측을 흡수하는 안료인데, 녹색 안료의 460nm의 투과율이 높으면 Y138의 사용량을 극단적으로 증가시키는 설계가 필요해진다. 이것에 의해, (x,y)=(0.275, 0.570)을 표시하기 위해서는 컬러 필터를 후막화하지 않을 수 없게 된다. 컬러 필터의 후막화는, 휘도의 저하를 일으키기 때문에 바람직하지 않다. 즉, 녹색 안료의 460nm의 투과율은 낮은 것이 바람직하다. 극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록 도막을 형성했을 때에, 녹색 안료의 460nm의 투과율이 3% 이하가 되는 것이 색도 y의 값을 크게 하는 관점에서 바람직하다. 2% 이하인 것이 보다 바람직하고, 1% 이하인 것이 더 바람직하다.

[0037] 또, 605nm의 투과율이 높으면 색도 x의 값이 커져 녹색의 선명함(채도)을 잃기 때문에, 황색 안료에 의한 조색 후의 605nm의 투과율은 낮은 것이 바람직하다. 황색 안료에 의한 조색으로, 5nm 정도 장파장측으로 시프트하기 때문에, 녹색 안료의 600nm의 투과율은 낮은 것이 바람직하다. 극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록 도막을 형성했을 때에, 녹색 안료의 600nm의 투과율이 1% 이하가 되는 것이 색도 x의 값을 작게 하는 관점에서 바람직하다. 0.5% 이하인 것이 보다 바람직하고, 0.3% 이하인 것이 더 바람직하다.

[0038] 즉, T(505nm)/T(555nm)가 큰 투과 스펙트럼을 가지며, 460nm 및 600nm에서의 투과율이 낮은 녹색 안료가, 고휘도이며, 우수한 색재현성을 실현하기 위해서 요구된다.

[0039] 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물에 포함되는 녹색 안료는, 극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록 도막을 형성했을 때에, 상기 (a)~(c)의 분광 특성을 가짐으로써, 후술하는 실시예에 나타내는 대로, 종래의 녹색 안료보다 고휘도의 컬러 필터를 얻을 수 있다. 또, 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물에 포함되는 녹색 안료는, 극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록 도막을 형성했을 때에, 460nm 및 600nm에서의 투과율이 낮아진다. 그 때문에, 후술하는 실시예에 나타내는 대로, 종래의 녹색 안료보다 우수한 색재현성을 가지는 컬러 필터를 얻을 수 있다.

[0040] 또, 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물에 포함되는 녹색 안료는, 극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록 도막을 형성했을 때에, 당해 도막에 있어서의 극대 투과 파장이 515nm 이상 530nm 이하의 범위에 있는 것이 바람직하다.

[0041] 상기 분광 특성을 가지는 녹색 안료로서는, 무기 안료여도 되고, 유기 안료여도 된다. 그 중에서도, 녹색 안료로서는, 유기 안료인 것이 바람직하고, 프탈로시아닌 화합물인 것이 보다 바람직하고, 중심에 금속 원자를 가지는 프탈로시아닌 화합물인 것이 더 바람직하다.

[0042] 또한, 본 명세서에 있어서, 「프탈로시아닌 화합물」이란, 4개의 프탈산 이미드가 질소 원자로 가교된 구조를 가지는 환상 화합물이다. 「중심에 금속 원자를 가지는 프탈로시아닌 화합물」이란, 상기 프탈로시아닌 화합물의 중심의 4개의 질소 원자와 금속 원자가 화학 결합(예를 들면, 공유 결합, 배위 결합 등)한 구조를 가지는 화합물이다.

[0043] 프탈로시아닌 화합물의 중심에 존재하는 금속 원자로서는, 특별한 한정은 없고, 예를 들면, Zn, Mg, Al, Si, Ti, V, Mn, Fe, Co, Ni, Ge, Sn 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 프탈로시아닌 화합물의 중심에 존재하는 금속 원자로서는, Zn(아연)인 것이 바람직하다.

[0044] 녹색 안료에 있어서의 중심에 금속 원자를 가지는 프탈로시아닌 화합물로서는, 아연 프탈로시아닌인 것이 바람직하고, 할로겐화아연 프탈로시아닌인 것이 보다 바람직하고, 브롬화염소화아연 프탈로시아닌인 것이 더 바람직하다.

[0045] 상기 녹색 안료가 브롬화염소화아연 프탈로시아닌인 경우, 상기 분광 특성을 가지는 점에서, 1분자 중에 할로겐 원자를 평균 14개 이상 16개 이하, 브롬을 평균 13개 이상 15개 이하, 염소를 평균 1개 이상 3개 이하 함유하는 것이 바람직하다.

[0046] 또, 할로겐화율을 높이는 것만으로는, 안료의 색상이 황색화되어 버리기 때문에, 브롬화염소화아연 프탈로시아닌 1분자 중의 브롬수를 염소수보다 증가시킴으로써, 녹색의 색상을 유지하면서, 명도가 높은 녹색 안료로 할 수 있다. 그 중에서도, 본 실시형태의 녹색 안료에 있어서, 브롬화염소화아연 프탈로시아닌 1분자 중의 브롬수

가 염소수의 평균 7배 이상인 것이 바람직하고, 평균 7배 이상 9배 이하인 것이 보다 바람직하고, 평균 7.8배 이상 9배 이하인 것이 더 바람직하다.

- [0047] 또한, 상기 브롬화염소화아연 프탈로시아닌 1분자 중의 할로젠 원자의 수는, 후술하는 실시예에 나타내는 방법 (형광 X선 분석)을 이용하여, 측정할 수 있다.
- [0048] (녹색 안료의 제조 방법)
- [0049] 녹색 안료에 있어서의 할로겐화금속 프탈로시아닌은, 예를 들면, 클로로설펜산법, 할로겐화프탈로니트릴법, 용융법 등과 같은 공지의 제조 방법으로 제조할 수 있다.
- [0050] 클로로설펜산법으로서는, 예를 들면, 금속 프탈로시아닌을, 클로로설펜산 등의 유황 산화물계의 용제에 용해하고, 이것에 염소 가스, 브롬을 주입하여 할로겐화하는 방법 등을 들 수 있다. 이 때의 반응은, 온도 20℃ 이상 120℃ 이하, 또한, 3시간 이상 20시간 이하의 범위에서 행해진다.
- [0051] 할로겐화프탈로니트릴법으로서는, 예를 들면 방향환의 수소 원자의 일부 또는 전부가 브롬, 염소 등의 할로겐 원자로 치환된 프탈산이나 프탈로디니트릴과, 아연의 금속 또는 금속염을 적당히 출발 원료로서 사용하여, 대응하는 할로겐화금속 프탈로시아닌을 합성하는 방법을 들 수 있다. 이 경우, 필요에 따라서 물리드벤산 암모늄 등의 촉매를 이용해도 된다. 이 때의 반응은, 온도 100℃ 이상 300℃ 이하, 또한, 7시간 이상 35시간 이하의 범위에서 행해진다.
- [0052] 용융법으로서는, 예를 들면, 염화알루미늄, 브롬화알루미늄 등의 할로겐화알루미늄, 4염화티탄 등의 할로겐화티탄, 염화나트륨, 브롬화나트륨 등의 알칼리 금속 할로겐화물 또는 알칼리토류금속 할로겐화물(이하, 「알칼리(토류)금속 할로겐화물」이라고 칭하는 경우가 있다.), 염화티오닐 등, 각종의 할로겐화 시에 용제가 되는 화합물의 1종 또는 2종 이상의 혼합물로 이루어지는 10℃ 이상 170℃ 이하 정도의 용융물 중에서, 금속 프탈로시아닌을 할로겐화제로 할로겐화하는 방법 등을 들 수 있다.
- [0053] 상기 할로겐화알루미늄으로서는, 염화알루미늄인 것이 바람직하다. 할로겐화알루미늄을 이용하는 상기 용융법에 있어서의, 할로겐화알루미늄의 첨가량은, 아연 프탈로시아닌에 대해서, 통상은, 3배물 이상이고, 바람직하게는 10배물 이상 20배물 이하이다.
- [0054] 할로겐화알루미늄은 단독으로 이용해도 되지만, 알칼리(토류)금속 할로겐화물을 할로겐화알루미늄에 병용하면 용융 온도를 보다 낮출 수 있어, 조작 상 유리해진다. 상기 알칼리(토류)금속 할로겐화물로서는, 염화나트륨인 것이 바람직하다. 첨가하는 알칼리(토류)금속 할로겐화물의 양은 용융염을 생성하는 범위 내에서 할로겐화알루미늄 10질량부에 대해서 알칼리(토류)금속 할로겐화물이 5질량부 이상 15질량부 이하가 바람직하다.
- [0055] 또, 할로겐화제로서는, 예를 들면, 염소 가스, 염화설펜, 브롬 등을 들 수 있다.
- [0056] 할로겐화의 온도는 10℃ 이상 170℃ 이하가 바람직하고, 30℃ 이상 140℃ 이하가 보다 바람직하다. 또한, 반응 속도를 빠르게 하기 위해, 가압해도 된다. 반응 시간은, 5시간 이상 100시간 이하인 것이 바람직하고, 30시간 이상 45시간 이하인 것이 보다 바람직하다.
- [0057] 할로겐화금속 프탈로시아닌의 제조 방법으로서, 상기 할로겐화 시에 용제가 되는 화합물의 2종 이상을 병용하는 용융법이 바람직하다. 이유로서는, 이 방법에서는, 용융염 중의 염화물과 브롬화물과 요오드화물의 비율을 조절하거나, 염소 가스나 브롬이나 요오드의 도입량이나 반응 시간을 변화시키거나 함으로써, 생성되는 할로겐화아연 프탈로시아닌 중에 있어서의, 특정 할로겐 원자 조성의 할로겐화아연 프탈로시아닌의 함유 비율을 임의로 컨트롤할 수 있기 때문이다.
- [0058] 본 실시형태에 있어서의 적합한 원료가 되는 금속 프탈로시아닌은, 아연 프탈로시아닌이다. 반응 중의 원료의 분해가 적어 원료로부터의 수율이 보다 우수하며, 강산을 이용하지 않고 염가의 장치로 반응을 행할 수 있으므로, 할로겐화아연 프탈로시아닌을 얻는데 있어서, 용융법이 적합하다.
- [0059] 원료 주입 방법, 촉매 종류이나 사용량, 반응 온도나 반응 시간의 최적화에 의해, 기존의 할로겐화아연 프탈로시아닌과는 상이한 할로겐 원자 조성의 할로겐화아연 프탈로시아닌을 얻을 수 있다.
- [0060] 상기 어느 제조 방법이든, 반응 종료 후, 얻어진 혼합물을 물 또는 염산 등의 산성 수용액 중에 투입하면, 생성된 할로겐화금속 프탈로시아닌이 침전된다. 할로겐화금속 프탈로시아닌으로서는, 이것을 그대로 이용해도 되지만, 그 후, 여과, 또는 물, 황산 수소나트륨수, 탄산 수소나트륨수, 혹은 수산화나트륨수에 의한 세정, 필요에 따라서 아세트, 톨루엔, 메틸알코올, 에틸알코올, 디메틸포름아미드 등의 유기용제 세정을 행하고, 건조 등의

후처리를 행하고 나서 이용하는 것이 바람직하다.

- [0061] 할로겐화금속 프탈로시아닌은, 필요에 따라서 아트리트(atritor), 볼 밀, 진동 밀, 진동 볼 밀 등의 분쇄기 내에서 건식 마쇄하고, 다음에, 솔벤트 솔트 밀링법이나 솔벤트 보일링법 등으로 안료화함으로써, 안료화 전보다는, 분산성이나 착색력이 우수하고, 또한, 명도가 높은 녹색을 발색시키는 안료를 얻을 수 있다.
- [0062] 할로겐화금속 프탈로시아닌의 안료화 방법에는 특별히 제한은 없고, 예를 들면, 안료화 전의 할로겐화금속 프탈로시아닌을 분산매에 분산시킴과 동시에 안료화를 행해도 된다. 그 중에서도, 할로겐화금속 프탈로시아닌의 안료화 방법으로서, 다량의 유기용제 중에서 할로겐화금속 프탈로시아닌을 가열 교반하는 솔벤트 처리보다, 용이하게 결정 성장을 억제할 수 있고, 또한 비표면적이 큰 안료 입자가 얻어지는 점에서, 솔벤트 솔트 밀링 처리를 채용하는 것이 바람직하다.
- [0063] 이 솔벤트 솔트 밀링이란, 합성 직후 또는 그 후에 마쇄를 행한, 안료화를 거치지 않은 할로겐화금속 프탈로시아닌인 조(粗)안료와 무기염과, 유기용제를 혼련 마쇄하는 것을 의미한다. 이 경우, 후자의 조안료를 이용하는 편이 바람직하다. 구체적으로는, 조안료와, 무기염과, 그것을 용해시키지 않는 유기용제를 혼련기에 주입하고, 그 안에서 혼련 마쇄를 행한다. 이 때의 혼련기로서는, 예를 들면 니더나 믹스 물러 등을 사용할 수 있다.
- [0064] 상기 무기염으로서, 수용성 무기염을 적합하게 사용할 수 있으며, 예를 들면 염화나트륨, 염화칼륨, 황산 나트륨 등의 무기염을 이용하는 것이 바람직하다. 또, 평균 입자 직경 0.5 μ m 이상 50 μ m 이하의 무기염을 이용하는 것이 보다 바람직하다. 이와 같은 무기염은, 통상의 무기염을 미분쇄함으로써 용이하게 얻을 수 있다.
- [0065] 본 실시형태에 있어서, 1차 입자의 평균 입자 직경이 50nm 이하인 할로겐화금속 프탈로시아닌 안료를 컬러 필터 용도에 이용하는 것이 바람직하다. 본 실시형태에 있어서의 상기한 바람직한 할로겐화금속 프탈로시아닌을 얻기 위해서, 솔벤트 솔트 밀링에 있어서의 조안료 사용량에 대한 무기염 사용량을 많게 하는 것이 바람직하다. 즉, 당해 무기염의 사용량은, 조안료 1질량부에 대해서 5질량부 이상 20질량부 이하로 하는 것이 바람직하고, 7질량부 이상 15질량부 이하로 하는 것이 보다 바람직하다.
- [0066] 유기용제로서는, 결정 성장을 억제할 수 있는 유기용제를 사용하는 것이 바람직하다. 이와 같은 유기용제로서는 수용성 유기용제를 적합하게 사용할 수 있다. 수용성 유기용제로서 구체적으로는, 예를 들면, 디에틸렌글리콜, 글리세린, 에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 액체 폴리에틸렌글리콜, 액체 폴리프로필렌글리콜, 2-(메톡시메톡시)에탄올, 2-부톡시에탄올, 2-(이소펜틸옥시)에탄올, 2-(헥실옥시)에탄올, 디에틸렌글리콜모노메틸에테르, 디에틸렌글리콜모노에틸에테르, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르, 트리에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜모노메틸에테르, 1-메톡시-2-프로판올, 1-에톡시-2-프로판올, 디프로필렌글리콜, 디프로필렌글리콜모노메틸에테르 등을 들 수 있다. 당해 수용성 유기용제의 사용량은, 특별히 한정되지 않으며, 조안료 1질량부에 대해서 0.01질량부 이상 5질량부 이하가 바람직하다.
- [0067] 솔벤트 솔트 밀링 시의 온도는, 30 $^{\circ}$ C 이상 150 $^{\circ}$ C 이하가 바람직하고, 80 $^{\circ}$ C 이상 100 $^{\circ}$ C 이하가 보다 바람직하다. 솔벤트 솔트 밀링의 시간은, 5시간 이상 20시간 이하가 바람직하고, 8시간 이상 18시간 이하가 보다 바람직하다.
- [0068] 이렇게 하여, 1차 입자의 평균 입자 직경이 50nm 이하인 할로겐화금속 프탈로시아닌 안료, 무기염, 유기용제를 주성분으로서 포함하는 혼합물을 얻을 수 있다. 이 혼합물로부터 유기용제와 무기염을 제거하고, 필요에 따라서 할로겐화금속 프탈로시아닌 안료를 주체로 하는 고형물을 세정, 여과, 건조, 분쇄 등을 함으로써, 할로겐화금속 프탈로시아닌 안료의 분체를 얻을 수 있다.
- [0069] 세정으로서, 수세, 탕세 모두 채용할 수 있다. 세정 횟수는, 1회 이상 5회 이하의 범위에서 반복하면 된다. 수용성 무기염 및 수용성 유기용제를 이용한 상기 혼합물의 경우는, 수세함으로써 용이하게 유기용제와 무기염을 제거할 수 있다. 필요하면, 결정 상태를 변화시키지 않도록, 산 세정, 알칼리 세정, 유기용제 세정을 행하여도 된다.
- [0070] 상기한 여과분별, 세정 후의 건조로서는, 예를 들면, 건조기에 설치한 가열원에 의한 80 $^{\circ}$ C 이상 120 $^{\circ}$ C 이하의 가열 등에 의해, 안료의 탈수 또는 탈용제 중 적어도 어느 하나를 행하는 회분식 또는 연속식의 건조 등을 들 수 있다. 상기 건조기로서는 일반적으로 상자형 건조기, 밴드 건조기, 스프레이 드라이어 등을 들 수 있다. 특히 스프레이 드라이 건조는 페이스트 작성 시에 이분산이기 때문에 바람직하다. 또, 건조 후의 분쇄는, 비표면적을 크게 하기 위해, 또는 1차 입자의 평균 입자 직경을 작게 하기 위한 조작은 아니다. 건조 후의 분쇄는, 예를 들면 상자형 건조기, 밴드 건조기를 이용한 건조의 경우와 같이, 안료가 램프형 등이 되었을 때에 안료를 풀어 분말화하기 위해서 행하는 것이다. 건조 후에 사용하는 분쇄기로서는, 예를 들면, 유발, 해머 밀, 디스크

밀, 핀 밀, 제트 밀 등을 들 수 있다. 이렇게 하여, 할로젠화금속 프탈로시아닌 안료를 주성분으로서 포함하는 안료의 건조 분말을 얻을 수 있다.

[0071] 녹색 안료는, 착색의 유래가 되는 화합물을 1종 포함하고 있어도 되고, 2종 이상 포함하고 있어도 된다. 2종 이상 포함하는 경우, 녹색 안료에 포함되는 각 화합물을 혼합 후 안료화해도 되고, 녹색 안료에 포함되는 각 화합물을 안료화한 후에 혼합해도 된다.

[0072] [황색 안료]

[0073] 또, 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물은, 녹색 화소를 형성하기 위해서, 상기 녹색 안료와 함께, 적어도 1 이상의 황색 안료를 함유시킬 수 있다.

[0074] 황색 안료로서는, 예를 들면, C. I. 피그먼트 옐로우(PY) 1, 2, 3, 4, 5, 6, 10, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 24, 31, 32, 34, 35, 35 : 1, 36, 36 : 1, 37, 37 : 1, 40, 42, 43, 53, 55, 60, 61, 62, 63, 65, 73, 74, 77, 81, 83, 93, 94, 95, 97, 98, 100, 101, 104, 106, 108, 109, 110, 113, 114, 115, 116, 117, 118, 119, 120, 126, 127, 128, 129, 138, 139, 150, 151, 152, 153, 154, 155, 156, 161, 162, 164, 166, 167, 168, 169, 170, 171, 172, 173, 174, 175, 176, 177, 179, 180, 181, 182, 185, 187, 199, 231 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 황색 안료로서는, 휘도가 높거나, 또는 안료가 소량이면 되어 박막화에 적합한 점에서, PY83, 138, 139, 150, 185, 또는 231이 바람직하고, PY138, 150, 185, 또는 231이 특히 바람직하다. 이들은, 1종 또는 2종 이상 조합하여 이용할 수 있다.

[0075] 황색 안료를 혼합하여 컬러 필터용 안료 조성물을 조제하는 경우에는, 녹색 안료와 황색 안료의 혼합비는, 상기 녹색 안료 100질량부당, 황색 안료가 1질량부 이상 400질량부 이하이면 된다.

[0076] 또, 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물에 있어서, 황색 안료를 조색을 위해서 병용했을 경우에도, 종래의 녹색 안료를 이용하는 경우에 비해, 고휘도의 컬러 필터 녹색 화소부를 제작할 수 있다.

[0077] <컬러 필터용 안료 조성물의 제조 방법>

[0078] 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물은, 공지의 제조 방법을 이용하여 제조할 수 있다.

[0079] 녹색 안료의 제조 방법에 대해서는, 상술한 대로다.

[0080] 구체적으로는, 녹색 안료와, 필요에 따라서 황색 안료를, 아트리토, 볼 밀, 진동 밀, 진동 볼 밀 등의 분쇄기 내에서 건식 마쇄하고, 다음에, 솔벤트 솔트 밀링법이나 솔벤트 보일링법 등으로 안료화할 수 있다.

[0081] 안료화의 상세한 방법에 대해서는, 상술한 (녹색 안료의 제조 방법)에 있어서 기재했던 대로이다.

[0082] 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물은, 1차 입자의 평균 입자 직경이 50nm 이하이고, 바람직하게는 1nm 이상 50nm 이하이며, 안료 응집도 비교적 약하여, 착색해야 할 합성 수지 등으로의 분산성이 보다 양호하다. 또, 1nm 이상 20nm 이하인 것이 더 바람직하다.

[0083] 본 실시형태에 있어서, 「1차 입자의 평균 입자 직경」은, 이하의 측정 방법을 이용하여 산출할 수 있다. 우선, 투과형 전자현미경 JEM-2010(일본 전자 주식회사제)으로 시야 내의 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물의 입자를 촬영한다. 다음에, 2차원 화상 상의, 응집체를 구성하는 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물의 1차 입자 50개에 대해, 그 긴 쪽의 직경(장경)을 각각 구한다. 다음에, 구해진 장경을 평균함으로써, 1차 입자의 평균 입자 직경을 산출할 수 있다. 이 때, 시료인 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물은, 이것을 용제에 초음파 분산시키고 나서 현미경으로 촬영한다. 또, 투과형 전자현미경 대신에 주사형 전자현미경을 사용해도 된다.

[0084] <용도>

[0085] 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물을 이용하여, 녹색 화소를 형성함으로써, 컬러 필터를 얻을 수 있다.

[0086] 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물을 이용하여 형성된 녹색 화소는 휘도가 높다. 그 때문에, 이와 같은 녹색 화소를 구비한 표시 성능이 높은 컬러 필터 및 액정 패널을 구비하는 액정 표시 장치를 제조할 수 있다.

[0087] (컬러 필터의 제조 방법)

[0088] 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물은, 공지의 방법으로 컬러 필터의 녹색 화소부의 패턴의 형성에 이용할

수 있다. 전형적으로는, 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물과, 감광성 수지를 필수 성분으로서 포함하는 컬러 필터 녹색 화소부용 감광성 조성물을 얻을 수 있다.

- [0089] 컬러 필터의 제조 방법으로서, 예를 들면, 이하에 나타내는 포토리소그래피로 불리는 방법 등을 들 수 있다. 구체적으로는, 우선, 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물을 감광성 수지로 이루어지는 분산매에 분산시킨다. 다음에, 이 분산액을 스핀 코트법, 롤 코트법, 슬릿 코트법, 잉크젯법 등으로 유리 등의 투명 기판 상에 도포하여 도막을 얻는다. 다음에, 이 도포막에 대해서, 포토마스크를 통하여 자외선에 의한 패턴 노광을 행한다. 다음에, 미노광 부분을 용제 등으로 세정하여 녹색 패턴을 얻는다.
- [0090] 그 외의 제조 방법으로서, 예를 들면, 전착법, 전사법, 미셀 전해법, PVED(Photovoltaic Electrodeposition)법 등의 방법으로 녹색 화소부의 패턴을 형성하여, 컬러 필터를 제조하는 방법 등을 들 수 있다. 또한, 적색 화소부의 패턴 및 청색 화소부의 패턴도 공지의 안료를 사용하여, 동일한 방법으로 형성할 수 있다.
- [0091] 컬러 필터 녹색 화소부용 감광성 조성물을 조제하려면, 예를 들면, 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물과, 감광성 수지와, 광중합 개시제와, 상기 수지를 용해시키는 유기용제를 필수 성분으로서 혼합한다. 보다 구체적으로는, 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물과 유기용제와 필요에 따라서 분산제를 이용하여 분산액을 조제하고 나서, 거기에 감광성 수지 등을 더하여 조제하는 방법이 일반적이다.
- [0092] 상기 분산제로서는, 예를 들면, 빅케미사의 디스퍼빅(DISPERBYK 등록상표) 130, 동(同) 161, 동 162, 동 163, 동 170, 동 LPN-6919, 동 LPN-21116 등을 들 수 있다. 또, 레벨링제, 커플링제, 양이온계 계면활성제 등도 아울러 사용해도 된다.
- [0093] 상기 유기용제로서는, 예를 들면 톨루엔이나 크실렌, 메톡시벤젠 등의 방향족계 용제, 아세트산 에틸이나 아세트산 부틸, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 등의 아세트산 에스테르계 용제, 에톡시에틸프로피오네이트 등의 프로피오네이트계 용제, 메탄올, 에탄올 등의 알코올계 용제, 부틸셀솔브, 프로필렌글리콜모노메틸에테르, 디에틸렌글리콜에틸에테르, 디에틸렌글리콜디메틸에테르 등의 에테르계 용제, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 시클로헥산 등의 케톤계 용제, 헥산 등의 지방족 탄화수소계 용제, N,N-디메틸포름아미드, γ-부티로락탐, N-메틸-2-피롤리돈, 아닐린, 피리딘 등의 질소 화합물계 용제, γ-부티로락톤 등의 락톤계 용제, 카르바산 메틸과 카르바산 에틸의 48 : 52의 혼합물과 같은 카르바산 에스테르, 물 등이 있다. 유기용제로서는, 특히 프로피오네이트계, 알코올계, 에테르계, 케톤계, 질소 화합물계, 락톤계, 물 등의 극성 용제로 수(水) 가용인 것이 적합하다. 비점이 150℃ 이상인 고비점 용제도 적당히 사용할 수 있다.
- [0094] 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물 100질량부당, 300질량부 이상 1000질량부 이하의 유기용제와, 필요에 따라서 0질량부 이상 100질량부 이하의 분산제를, 균일해지도록 교반 분산하여 분산액을 얻을 수 있다. 다음에 이 분산액에, 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물 100질량부당, 3질량부 이상 20질량부 이하의 감광성 수지, 감광성 수지 1질량부당 0.05질량부 이상 3질량부 이하의 광중합 개시제와, 필요에 따라서 유기용제를 더 첨가하여, 균일해지도록 교반 분산하여 컬러 필터 녹색 화소부용 감광성 조성물을 얻을 수 있다.
- [0095] 상기 감광성 수지로서는, 예를 들면 우레탄계 수지, 아크릴계 수지, 폴리아미드산계 수지, 폴리이미드계 수지, 스티렌말레산계 수지, 스티렌 무수 말레산계 수지 등의 열가소성 수지나, 예를 들면 1,6-헥산디올디아크릴레이트, 에틸렌글리콜디아크릴레이트, 네오펜틸글리콜디아크릴레이트, 트리에틸렌글리콜디아크릴레이트, 비스(아크릴옥시에톡시)비스페놀 A, 3-메틸펜탄디올디아크릴레이트 등과 같은 2관능 모노머, 트리메틸올프로판트리아크릴레이트, 펜타에리트리톨트리아크릴레이트, 트리스(2-히드록시에틸)이소시아네이트, 디펜타에리트리톨헥사아크릴레이트, 디펜타에리트리톨펜타아크릴레이트 등과 같은 다관능 모노머 등의 광중합성 모노머를 들 수 있다.
- [0096] 상기 광중합 개시제로서는, 예를 들면 아세토페논, 벤조페논, 벤질디메틸케탈, 벤조일퍼옥사이드, 2-클로로티오 크산톤, 1,3-비스(4'-아지드벤잘)-2-프로판, 1,3-비스(4'-아지드벤잘)-2-프로판-2'-선포산, 4,4'-디아지드스티벤-2,2'-디선포산 등을 들 수 있다.
- [0097] 조제된 컬러 필터 녹색 화소부용 감광성 조성물은, 포토마스크를 통하여 자외선에 의한 패턴 노광을 행한 후, 미노광 부분을 유기용제나 알칼리수 등으로 세정함으로써, 컬러 필터를 얻을 수 있다.
- [0098] [실시예]
- [0099] 이하, 실시예 및 비교예 등을 들어 본 발명을 더 상세히 서술하지만, 본 발명은 이와 같은 실시예 등에 한정되는 것은 아니다.

- [0100] [제조예 1] (안료 1)
- [0101] 300mL 플라스크에, 염화설푸릴 45부, 염화알루미늄 109부, 염화나트륨 15부, 아연 프탈로시아닌 30부, 브롬 300부를 주입했다. 145℃까지 40시간 걸쳐 승온시키고, 물에 취출한 후, 여과함으로써 조안료 1을 얻었다. 얻어진 조안료 1 20부, 분쇄한 염화나트륨 140부, 디에틸렌글리콜 32부, 크실렌 1.8부를 1L 쌍완형 니더에 주입하여, 30℃에서 15시간 혼련했다. 혼련 후, 30℃의 물 2kg에 취출하여, 1시간 교반 후, 여과, 탕세, 건조, 분쇄함으로써, 안료 1을 얻었다.
- [0102] 얻어진 안료 1에 대해서, 평균 염소 원자수 및 평균 브롬 원자수는, 리가쿠사제 ZSX100E를 사용한 형광 X선 분석을 행하여, 아연 원자, 염소 원자 및 브롬 원자의 질량비로부터, 아연 원자 1개당 상대값으로서 산출했다. 또한, 할로겐화아연 프탈로시아닌 1g을 가압 성형(25mmφ)한 것을 측정 시료로 하여, 측정 직경 20mmφ, 진공 분위기 하에서 측정했다. 그 결과, 안료 1에서는, 1분자 중의 할로겐 원자수가 평균 15.73개이고, 그 중 브롬 원자수가 평균 14.13개, 염소 원자수가 평균 1.60개인 할로겐화아연 프탈로시아닌 안료였다. 또, 얻어진 안료 1은, 일본 전자사제 투과 전자현미경 JEM-2010에 의한 입자 직경 측정으로부터, 1차 입자의 평균 입자 직경은 0.02μm였다.
- [0103] 얻어진 안료 1 2.48부를, BYK-LPN6919 1.24부, 유니덕 ZL-295 1.86부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 10.92부와 함께 0.3~0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 1을 얻었다. 착색 조성물 1 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 1을 얻었다. 이 평가용 조성물 1을 소다 유리에 스핀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a, 도 1b 및 도 1c에 나타낸다.
- [0104] [제조예 2] (안료 2-2 : 안료 1+안료 2-1)
- [0105] 300mL 플라스크에, 염화설푸릴 91부, 염화알루미늄 109부, 염화나트륨 15부, 아연 프탈로시아닌 30부, 브롬 41부를 주입했다. 130℃까지 40시간 걸쳐 승온시키고, 물에 취출한 후, 여과함으로써 조안료 2를 얻었다. 얻어진 조안료 2 20부, 분쇄한 염화나트륨 140부, 디에틸렌글리콜 32부, 크실렌 1.8부를 1L 쌍완형 니더에 주입하여, 100℃에서 6시간 혼련했다. 혼련 후, 80℃의 물 2kg에 취출하여, 1시간 교반 후, 여과, 탕세, 건조, 분쇄함으로써, 안료 2-1을 얻었다. 얻어진 안료 2-1에 대해서, 제조예 1과 동일한 방법을 이용하여, 형광 X선 분석을 행했다. 그 결과, 안료 2-1에서는, 1분자 중의 할로겐 원자수가 평균 11.15개이고, 그 중 브롬 원자수가 평균 8.63개, 염소 원자수가 평균 2.52개인 할로겐화아연 프탈로시아닌 안료였다.
- [0106] 다음에, 얻어진 안료 2-1 0.12부와 안료 1 1.86부를 잘 혼합하여 안료 2-2를 얻었다. 얻어진 안료 2-2에 대해서, 제조예 1과 동일한 방법을 이용하여, 형광 X선 분석을 행했다. 그 결과, 안료 2-2에서는, 1분자 중의 할로겐 원자수가 평균 15.30개이고, 그 중 브롬 원자수가 평균 13.59개, 염소 원자수가 평균 1.71개인 할로겐화아연 프탈로시아닌 안료였다. 또, 얻어진 안료 2-2는, 일본 전자사제 투과 전자현미경 JEM-2010에 의한 입자 직경 측정으로부터, 1차 입자의 평균 입자 직경은 0.02μm였다.
- [0107] 얻어진 안료 2-2 2.48부를, BYK-LPN6919 1.24부, 유니덕 ZL-295 1.86부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 10.92부와 함께 0.3~0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 2를 얻었다. 착색 조성물 2 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 2를 얻었다. 이 평가용 조성물 2를 소다 유리에 스핀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a, 도 1b 및 도 1c에 나타낸다.
- [0108] [제조예 3] (안료 3)
- [0109] 300mL 플라스크에, 염화설푸릴 60부, 염화알루미늄 109부, 염화나트륨 15부, 아연 프탈로시아닌 30부, 브롬 230부를 주입했다. 145℃까지 40시간 걸쳐 승온시키고, 물에 취출한 후, 여과함으로써 조안료 3을 얻었다. 얻어진 조안료 3 20부, 분쇄한 염화나트륨 140부, 디에틸렌글리콜 32부, 크실렌 1.8부를 1L 쌍완형 니더에 주입하여, 30℃에서 15시간 혼련했다. 혼련 후, 30℃의 물 2kg에 취출하여, 1시간 교반 후, 여과, 탕세, 건조, 분쇄함으로써, 안료 3을 얻었다. 얻어진 안료 3에 대해서, 제조예 1과 동일한 방법을 이용하여, 형광 X선 분석을 행했다. 그 결과, 안료 3에서는, 1분자 중의 할로겐 원자수가 평균 15.10개이고, 그 중 브롬 원자수가 평균

13.36개, 염소 원자수가 평균 1.74개인 할로젠화아연 프탈로시아닌 안료였다. 또, 얻어진 안료 3은, 일본 전자사제 투과 전자현미경 JEM-2010에 의한 입자 직경 측정으로부터, 1차 입자의 평균 입자 직경은 0.02 μ m였다.

[0110] 얻어진 안료 3 2.48부를, BYK-LPN6919 1.24부, 유니덕 ZL-295 1.86부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 10.92부와 함께 0.3-0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 3을 얻었다. 착색 조성물 3 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 3을 얻었다. 이 평가용 조성물 3을 소다 유리에 스핀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a, 도 1b 및 도 1c에 나타낸다.

[0111] [제조예 4] (안료 4)

[0112] 제조예 1의 조안료 1 20부, 세이코 PMC사제 TS-1316 1.5부, 분쇄한 염화나트륨 140부, 디에틸렌글리콜 32부, 크실렌 1.8부를 1L 쌍완형 니더에 주입하여, 30℃에서 15시간 혼련했다. 혼련 후, 30℃의 물 2kg에 추출하여, 1시간 교반 후, 여과, 탕제, 건조, 분쇄함으로써, 안료 4를 얻었다. 얻어진 안료 4는, 일본 전자사제 투과 전자현미경 JEM-2010에 의한 입자 직경 측정으로부터, 1차 입자의 평균 입자 직경은 0.02 μ m였다.

[0113] 얻어진 안료 4 2.48부를, BYK-LPN6919 1.24부, 유니덕 ZL-295 1.86부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 10.92부와 함께 0.3-0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 4를 얻었다. 착색 조성물 4 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 4를 얻었다. 이 평가용 조성물 4를 소다 유리에 스핀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a, 도 1b 및 도 1c에 나타낸다.

[0114] [제조예 5] (안료 5)

[0115] 제조예 1의 조안료 1 20부, 세이코 PMC사제 VS-1028 1.5부, 분쇄한 염화나트륨 140부, 디에틸렌글리콜 32부, 크실렌 1.8부를 1L 쌍완형 니더에 주입하여, 30℃에서 15시간 혼련했다. 혼련 후, 30℃의 물 2kg에 추출하여, 1시간 교반 후, 여과, 탕제, 건조, 분쇄함으로써, 안료 5를 얻었다. 얻어진 안료 5는, 일본 전자사제 투과 전자현미경 JEM-2010에 의한 입자 직경 측정으로부터, 1차 입자의 평균 입자 직경은 0.02 μ m였다.

[0116] 얻어진 안료 5 2.48부를, BYK-LPN6919 1.24부, 유니덕 ZL-295 1.86부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 10.92부와 함께 0.3-0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 5를 얻었다. 착색 조성물 5 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 5를 얻었다. 이 평가용 조성물 5를 소다 유리에 스핀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a, 도 1b 및 도 1c에 나타낸다.

[0117] [제조예 6] (안료 6)

[0118] 제조예 1의 조안료 1 20부, 세이코 PMC사제 X-1 1.5부, 분쇄한 염화나트륨 140부, 디에틸렌글리콜 32부, 크실렌 1.8부를 1L 쌍완형 니더에 주입하여, 30℃에서 15시간 혼련했다. 혼련 후, 30℃의 물 2kg에 추출하여, 1시간 교반 후, 여과, 탕제, 건조, 분쇄함으로써, 안료 6을 얻었다. 얻어진 안료 6은, 일본 전자사제 투과 전자현미경 JEM-2010에 의한 입자 직경 측정으로부터, 1차 입자의 평균 입자 직경은 0.02 μ m였다.

[0119] 얻어진 안료 6 2.48부를, BYK-LPN6919 1.24부, 유니덕 ZL-295 1.86부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 10.92부와 함께 0.3-0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 6을 얻었다. 착색 조성물 6 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 6을 얻었다. 이 평가용 조성물 6을 소다 유리에 스핀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a, 도 1b 및 도 1c에 나타낸다.

[0120] [제조예 7] (안료 7)

- [0121] 제조예 1의 조안료 1 20부, BASF사제 JONCRYL690 1.5부, 분쇄한 염화나트륨 140부, 디에틸렌글리콜 32부, 크실렌 1.8부를 1L 쌍완형 니더에 주입하여, 30℃에서 15시간 혼련했다. 혼련 후, 30℃의 물 2kg에 추출하여, 1시간 교반 후, 여과, 탕세, 건조, 분쇄함으로써, 안료 7을 얻었다. 얻어진 안료 7은, 일본 전자사제 투과 전자현미경 JEM-2010에 의한 입자 직경 측정으로부터, 1차 입자의 평균 입자 직경은 0.02 μ m였다.
- [0122] 얻어진 안료 7 2.48부를, BYK-LPN6919 1.24부, 유니덕 ZL-295 1.86부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 10.92부와 함께 0.3~0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 7을 얻었다. 착색 조성물 7 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 7을 얻었다. 이 평가용 조성물 7을 소다 유리에 스핀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a, 도 1b 및 도 1c에 나타낸다.
- [0123] [제조예 8] (황색 안료의 분산)
- [0124] 피그먼트 옐로우 138(BASF사제 Palitol Yellow L0960 HD) 1.65부를, DISPERBYK-161(빅케미사제) 3.85부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 11.00부와 함께 0.3~0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 A를 얻었다. 착색 조성물 A 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 조색용 조성물을 얻었다.
- [0125] [실시에 1] (황색 안료에 의한 조색)
- [0126] 도막 색도가 (x, y)=(0.275, 0.570)이 되도록, 조색용 조성물과 평가용 조성물 1, 평가용 조성물 2, 평가용 조성물 3, 평가용 조성물 4, 평가용 조성물 5, 평가용 조성물 6, 또는 평가용 조성물 7을 혼합하여, 제막함으로써 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 유리 기판을 이용하여, C 광원에 있어서의 휘도를 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900으로 측정했다. 결과를 이하의 표 1에 나타낸다.
- [0127] [제조예 9] 피그먼트 그린 58(FASTOGEN Green A110)
- [0128] 피그먼트 그린 58(FASTOGEN Green A110) 2.48부를, BYK-LPN6919 1.24부, 유니덕 ZL-295 1.86부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 10.92부와 함께 0.3~0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 9를 얻었다. 착색 조성물 9 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 9를 얻었다. 이 평가용 조성물 9를 소다 유리에 스핀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a, 도 1b 및 도 1c에 나타낸다.
- [0129] [제조예 10] 피그먼트 그린 59(FASTOGEN Green C100)
- [0130] 피그먼트 그린 59(FASTOGEN Green C100) 2.48부를, BYK-LPN6919 1.24부, 유니덕 ZL-295 1.86부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 10.92부와 함께 0.3~0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 10을 얻었다. 착색 조성물 10 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 10을 얻었다. 이 평가용 조성물 10을 소다 유리에 스핀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a, 도 1b 및 도 1c에 나타낸다.
- [0131] [제조예 11] 피그먼트 그린 7(FASTOGEN Green S)
- [0132] 피그먼트 그린 7(FASTOGEN Green S) 1.65부를, BYK-LPN6919 1.93부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 12.93부와 함께 0.3~0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 11을 얻었다. 착색 조성물 11 6.0부, 유니덕 ZL-295 1.47부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.33부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 11을 얻었다. 이 평가용 조성물 11을 소다 유리에 스핀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a 및 도 1b에 나타낸다. 또한, 피그먼트 그린 7은 투과율이 낮은 안료이기 때문에, 극대 투과 파장에 있어서의 분광 투과율이 80%가 되도록 도막을 형성했을 때에 떠 버리기 때문에, 도 1c에 나타내는

580~620nm의 범위의 분광 투과 스펙트럼에 데이터를 나타내지 않았다.

[0133]

[제조예 12] 피그먼트 그린 36(FASTOGEN Green 2YK-50)

[0134]

피그먼트 그린 36(FASTOGEN Green 2YK-50) 2.48부를, BYK-LPN6919 1.24부, 유니덕 ZL-295 1.86부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 10.92부와 함께 0.3~0.4mm의 지르콘 비즈를 이용하여, 페인트 셰이커로 2시간 분산하여, 착색 조성물 12를 얻었다. 착색 조성물 12 4.0부, 유니덕 ZL-295 0.98부, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트 0.22부를 더하고, 페인트 셰이커로 혼합함으로써 컬러 필터용 녹색 화소부를 형성하기 위한 평가용 조성물 12를 얻었다. 이 평가용 조성물 12를 소다 유리에 스펀 코트하여, 90℃에서 3분 건조시켜 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 평가용 유리 기판을, 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900을 이용하여, 단색 분광 투과 스펙트럼을 측정했다. 분광 투과 스펙트럼을 도 1a, 도 1b 및 도 1c에 나타낸다.

[0135]

[비교예 1] (황색 안료에 의한 조색)

[0136]

도막 색도가 (x, y)=(0.275, 0.570)이 되도록, 조색용 조성물과 평가용 조성물 9, 평가용 조성물 10, 평가용 조성물 11, 또는 평가용 조성물 12를 혼합하여, 제막함으로써 평가용 유리 기판을 얻었다. 이 유리 기판을 이용하여, C 광원에 있어서의 휘도를 히타치 하이테크놀로지스사제 U-3900으로 측정했다. 결과를 이하의 표 1에 나타낸다.

표 1

	평가용 조성물 1	평가용 조성물 2	평가용 조성물 3	평가용 조성물 4	평가용 조성물 5	평가용 조성물 6	평가용 조성물 7	평가용 조성물 9	평가용 조성물 10	평가용 조성물 11	평가용 조성물 12
극대 투과 파장 (nm)	520	522	520	519	518	520	520	522	515	503	514
극대 투과 파장에 있어서의 투과율(%)	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80
(A)505nm의 투과율(%)	70.60	72.27	72.63	71.57	72.60	71.29	73.09	69.02	76.71	79.94	77.97
(B)555nm의 투과율(%)	50.47	50.28	47.41	45.73	46.45	50.07	45.89	52	37.72	41.06	53.18
(B)/(A)	0.71	0.70	0.65	0.64	0.64	0.70	0.63	0.75	0.49	0.51	0.68
(A)/(B)	1.40	1.44	1.53	1.57	1.56	1.42	1.59	1.33	2.03	1.95	1.47
반값폭 (nm)	73	75	73	68	68	71	68	73	79	93	87
C광원에서 (x,y)=(0.275,0.570)가 되도록 조색용 조성물과 혼합한 후의 휘도	61.53	61.52	62.09	62.52	62.05	61.89	62.09	61.44	60.97	58.64	59.65
(C)460nm의 투과율(%)	1.21	2.43	2.91	0.67	0.68	1.18	0.61	2.49	21.85	34.06	14.06
(D)600nm의 투과율(%)	0.30	0.37	0.24	0.14	0.20	0.31	0.19	0.41	1.16	9.33	2.17

[0137]

[0138]

표 1, 및 도 1a, 도 1b 및 도 1c로부터, 평가용 조성물 1~7에서는, 555nm의 투과율이 50.47%, 50.28%, 47.41%, 45.73%, 46.45%, 50.07% 및 45.89%이고, 45% 이상이었다. 또, 파장 505nm의 투과율과 파장 555nm의 투과율의 비((A)/(B))가 1.40, 1.44, 1.53, 1.57, 1.56, 1.42 및 1.59이고, 1.4 이상이었다. 또한, 반값폭이 73nm, 75nm, 73nm, 68nm, 68nm, 71nm 및 68nm이고, 80nm 이하였다.

[0139]

상기 분광 특성을 가짐으로써, 평가용 조성물 1~7에서는, 종래의 녹색 안료를 포함하는 평가용 조성물 9~12보다, C 광원에서 (x, y)=(0.275, 0.570)이 되도록 조색용 조성물과 혼합한 후의 휘도가 높았다.

[0140]

또, 안료 1~3의 할로겐화아연 프탈로시아닌 1분자에 있어서의 할로겐을 정리한 것을 표 2에 나타낸다.

표 2

샘플명	할로겐을			
	평균 할로겐수 (개)	(E) 평균 브롬 원자수 (개)	(F) 평균 염소 원자수 (개)	(E) / (F)
안료 1	15.73	14.13	1.60	8.83
안료 2	15.30	13.59	1.71	7.94
안료 3	15.10	13.36	1.74	7.69

[0141]

[0142]

표 2로부터, 안료 1~3에서는, 할로겐화아연 프탈로시아닌 1분자 중에, 평균 브롬 원자수가 14.13, 13.59, 및 13.36개이며, 13~15개의 범위였다. 또, 할로겐화아연 프탈로시아닌 1분자 중에, 평균 염소 원자수가 1.60, 1.71, 및 1.74이고, 1~3개의 범위였다. 또, 할로겐화아연 프탈로시아닌 1분자 중의 평균 브롬 원자수와 평균 염소 원자수의 비((E)/(F))가 8.83, 7.94, 및 7.69이고, 7 이상이었다.

[0143]

상기 할로겐을임으로써, 안료 1~3은, 녹색의 색상을 유지하면서, 종래의 녹색 안료인 피그먼트 그린 58, 및 59 보다 명도가 높은 녹색 안료가 될 수 있다.

[0144]

이상으로부터, 특정 분광 특성을 가지는 녹색 안료를 이용함으로써, 종래보다 휘도가 높은 컬러 필터를 형성할 수 있는 것이 분명해졌다.

[0145]

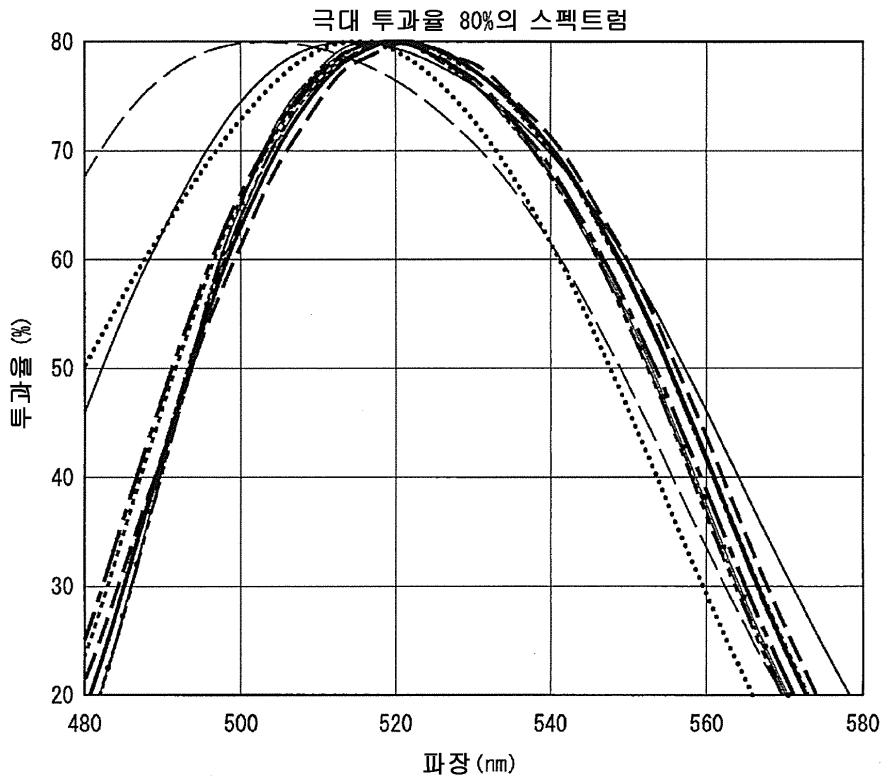
[산업상의 이용 가능성]

[0146]

본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물에 의하면, 녹색 발광 강도가 미약한 백 라이트인 B-YAG의 특성을 보충하는 것이 가능한 고휘도의 컬러 필터를 제공할 수 있다. 또, 본 실시형태의 컬러 필터용 안료 조성물을 이용하여 형성된 녹색 화소는 휘도가 높기 때문에, 이와 같은 녹색 화소를 구비한 표시 성능이 높은 컬러 필터 및 액정 패널을 구비하는 액정 표시 장치를 제조할 수 있다.

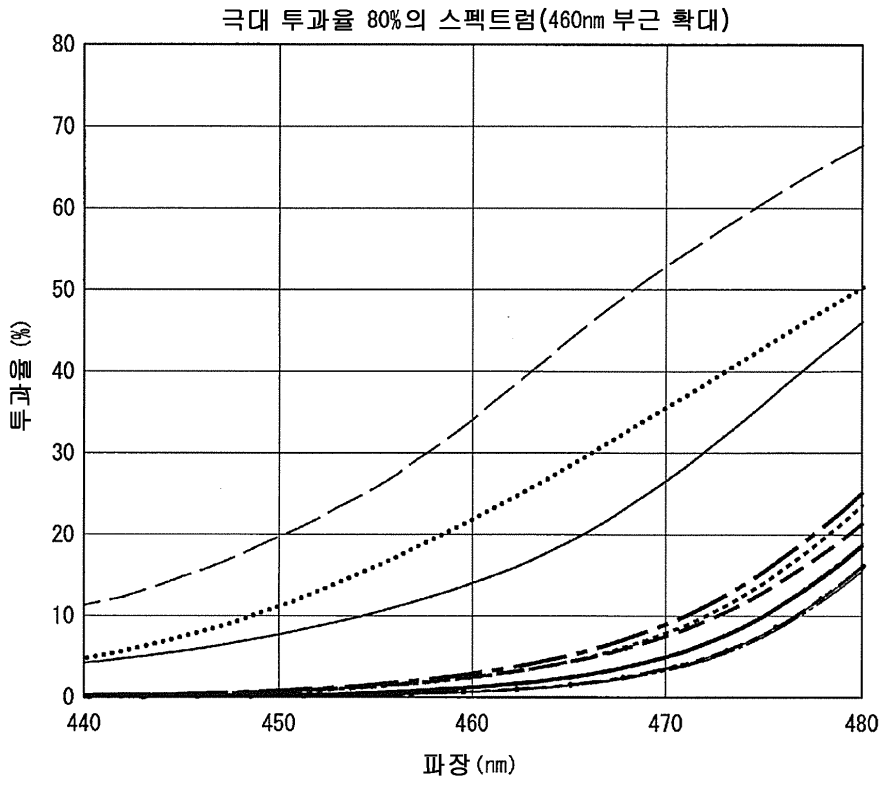
도면

도면1a



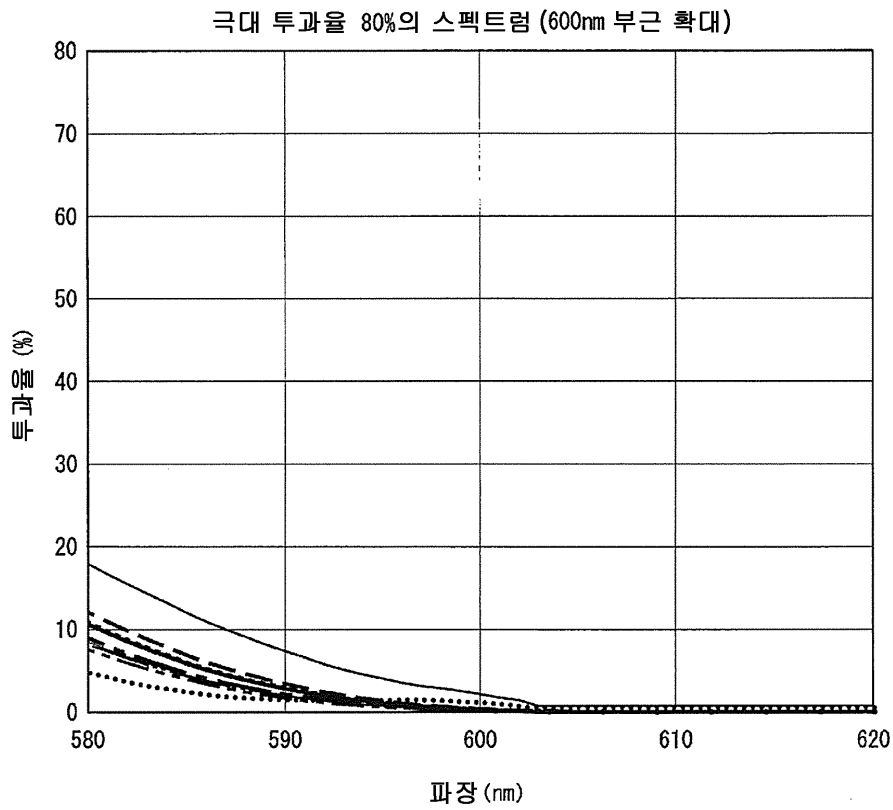
- | | |
|-----------|------------|
| ————— | 평가용 조성물 1 |
| | 평가용 조성물 2 |
| — — — — — | 평가용 조성물 3 |
| — · — · — | 평가용 조성물 4 |
| · — · — · | 평가용 조성물 5 |
| — · — · — | 평가용 조성물 6 |
| — · — · — | 평가용 조성물 7 |
| — · — · — | 평가용 조성물 9 |
| | 평가용 조성물 10 |
| — · — · — | 평가용 조성물 11 |
| ————— | 평가용 조성물 12 |

도면1b



- 평가용 조성물 1
- 평가용 조성물 2
- — — 평가용 조성물 3
- - - - - 평가용 조성물 4
- · · · · 평가용 조성물 5
- - - - - 평가용 조성물 6
- · — · — 평가용 조성물 7
- - - - - 평가용 조성물 9
- 평가용 조성물 10
- — — 평가용 조성물 11
- — — 평가용 조성물 12

도면1c



- 평가용 조성물 1
- 평가용 조성물 2
- — — 평가용 조성물 3
- - - - - 평가용 조성물 4
- — • — • — 평가용 조성물 5
- - - - - 평가용 조성물 6
- · — · — · — 평가용 조성물 7
- - - - - 평가용 조성물 9
- 평가용 조성물 10
- — — 평가용 조성물 11
- — — 평가용 조성물 12