

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5307361号
(P5307361)

(45) 発行日 平成25年10月2日(2013.10.2)

(24) 登録日 平成25年7月5日(2013.7.5)

(51) Int.Cl.	F I
C09B 67/02 (2006.01)	C09B 67/02 B
C09B 67/10 (2006.01)	C09B 67/10
C09B 67/20 (2006.01)	C09B 67/20 A
C09B 67/46 (2006.01)	C09B 67/46 B
C09B 67/08 (2006.01)	C09B 67/08

請求項の数 1 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2007-161572 (P2007-161572)	(73) 特許権者	000105947
(22) 出願日	平成19年6月19日(2007.6.19)		サカタインクス株式会社
(65) 公開番号	特開2009-1617 (P2009-1617A)		大阪府大阪市西区江戸堀1丁目23番37号
(43) 公開日	平成21年1月8日(2009.1.8)	(74) 代理人	110000914
審査請求日	平成22年6月8日(2010.6.8)		特許業務法人 安富国際特許事務所
		(74) 代理人	100086586
			弁理士 安富 康男
		(72) 発明者	矢井 健二郎
			大阪市西区江戸堀一丁目23番37号 サカタインクス株式会社内
		(72) 発明者	林 明
			大阪市西区江戸堀一丁目23番37号 サカタインクス株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 処理有機顔料及びその用途

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

有機顔料、該有機顔料に対して1~30質量部に相当する量の酸価150~300mg KOH/gのスチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂、水溶性無機塩及び前記水溶性無機塩を実質的に溶解しない水溶性溶剤の混合物を混練する工程、並びに、得られた混練物中に残存している水溶性無機塩と水溶性溶剤とを除去する工程を含むことを特徴とする処理有機顔料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、処理有機顔料及びその用途に関する。より詳しくは、各種インキ、塗料はもとより、液晶カラーフィルター用顔料分散レジスト組成物、インクジェット用インキ、液体現像剤等の中で特に透明性やコントラスト比を求められる着色組成物としての利用を目的とする処理有機顔料に関する。また、その用途として、高い透明性及び高いコントラスト比を有するカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

各種インキや塗料はもとより、最近ではカラーフィルターやインクジェット用インクといった高い透明性や高いコントラスト比が求められる分野においても、着色剤として有機顔料が利用されはじめている。近年、より高い透明性やコントラスト比が要求されており、

その実現のために有機顔料をより微細化することが必要となる。

【0003】

有機顔料の微細化する方法としては、3本ロール、サンドミル、ボールミル等の通常の分散機で微細化する方法がある。しかし、この方法では、主に有機顔料の二次粒子を一次粒子にできるだけであって、一次粒子を更に細かくして高い透明性を得るには限界があった。

【0004】

この問題点を解決するために、有機顔料、水溶性無機塩及び水不溶性であり常温固体の合成樹脂〔エポキシ樹脂、(メタ)アクリル樹脂(メタ)アクリル酸及びそれらのエステルと、60モル%以下のスチレン、酢酸ビニル、無水マレイン酸等のラジカル重合性モノマーとの共重合体)〕を含有する混合物を、水溶性無機塩を実質的に溶解しない水溶性有機溶剤で湿潤させ機械的に混練した後、水溶性無機塩と水溶性有機溶剤を除去し、乾燥して有機顔料を微細化するソルベントソルトミリング方法が提案されている(例えば、特許文献1参照)

【0005】

しかし、この特許文献1に記載されている合成樹脂を使用した場合は、有機顔料を一次粒子より更に細かくすることは可能であるが、透明性やコントラスト比をより高く向上させるには限界があった。また、得られる顔料分散組成物の経時安定性も低下するという問題も有していた。

【特許文献1】特開平05-043704号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明の課題は、より高い透明性や高いコントラスト比が要求される分野に使用できる処理有機顔料を提供することにある。更に、従来のもものと比較して、透明性やコントラスト比がより高いレベルにあるカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者らは、上記の課題を解決するために鋭意検討した結果、有機顔料、酸価150~300のスチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂、水溶性無機塩及び上記水溶性無機塩を実質的に溶解しない水溶性溶剤の混合物を混練した後、水溶性無機塩と水溶性溶剤とを除去して得られる処理有機顔料を使用することにより、上記課題を全て解決し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】

本発明は、有機顔料、該有機顔料に対して1~30質量部に相当する量の酸価150~300mg KOH/gのスチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂、水溶性無機塩及び上記水溶性無機塩を実質的に溶解しない水溶性溶剤の混合物を混練する工程、並びに、得られた混練物中に残存している水溶性無機塩と水溶性溶剤とを除去する工程を含む処理有機顔料の製造方法に関する。

以下、本発明について更に詳細に説明する。

【0010】

<処理有機顔料>

本発明の処理有機顔料は、有機顔料、該有機顔料に対して1~30質量部の酸価150~300mg KOH/gのスチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂、水溶性無機塩及び上記水溶性無機塩を実質的に溶解しない水溶性溶剤の混合物を混練した後、上記水溶性無機塩と上記水溶性溶剤を除去して得られる処理有機顔料である。

【0011】

先ず、本発明の処理有機顔料を得るために使用する材料について説明する。

本発明の処理有機顔料を得るための有機顔料としては、フタロシアニン系、アゾ系、キノ

10

20

30

40

50

フタロン系、キナクリドン系、イソインドリン系、ベンズイミダゾロン系、ジケトピロロピロール系、ペリレン系、ペリノン系、ジオキサジン系、ジアントラキノン系、アントラキノン系、ベンズイミダゾロン系、金属錯体系等の有機顔料が挙げられる。

【0012】

具体的には、鮮明な色相と高い堅牢度を有する、C.I. Pigment Red 19、38、43、88、122、123、144、149、166、168、177、178、179、188、190、207、208、209、216、224、226、242、254、264等の赤色系顔料；C.I. Pigment Blue 15:1、15:3、15:4、15:6、16、22、29、60、64等の青色系顔料；C.I. Pigment Green 7、10、36等の緑色系顔料；C.I. Pigment Yellow 24、81、83、93、95、97、108、109、110、117、123、128、137、138、139、150、153、154、166、168、180、185等の黄色系顔料；C.I. Pigment Violet 19、23、29、30、31、37、88等の紫色系顔料；C.I. Pigment Orange 31、38、40、43、61、71等の橙色系顔料等が挙げられる。

10

【0013】

本発明では、処理有機顔料を得るために、スチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂（スチレンマレイン酸モノエステル樹脂）が使用される。このような樹脂を用いて有機顔料をソルトミリング処理した場合、透明性やコントラスト比をより高めることが可能となる。

【0014】

上記スチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂としては、スチレン-無水マレイン酸共重合体（スチレン及び無水マレイン酸を共重合させたもの）とアルコールとの反応生成物を挙げることができる。上記反応生成物は、無水マレイン酸における環の一部がアルコールによりエステル化されたもので、一方のカルボン酸基のみエステル化されている。エステル化は常法によって行うことができる。

20

【0015】

上記アルコールとしては、炭素数1~8の脂肪族アルコール、炭素数1~8の環状アルコール、炭素数6~10の芳香族アルコール等を挙げることができ、好ましくは炭素数1~8の環状又は脂肪族アルコールであり、より好ましくは炭素数1~8の環状アルコールである。また、上記アルコールは一価であることが好ましい。上記アルコールのなかでも、2-ブトキシエタノール、シクロヘキサノール、n-プロパノール、イソプロパノールが特に好ましい。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

30

【0016】

上記スチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂において、スチレンと無水マレイン酸の共重合比（モル比）は3:1~1:1であることが好ましい。

上記スチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂は、モノマーとして、スチレン及び無水マレイン酸以外に、更にその他の単量体を用いた共重合体であってもよい。

【0017】

上記スチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂のなかでも、スチレン及び無水マレイン酸の共重合体とシクロヘキサノール及びイソプロパノールの両方とのエステル化反応生成物、スチレン及び無水マレイン酸の共重合体と2-ブトキシエタノールとのエステル化反応生成物が好ましく、前者が特に好ましい。この場合、本発明の効果を良好に得ることができる。

40

【0018】

上記スチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂の酸価は、酸価150~300mg KOH/gである。上記範囲の酸価とすることにより、透明性やコントラスト比を高めることができる。150mg KOH/g未満であると、透明性やコントラスト比が低下する傾向にある。

なお、本明細書において、酸価は固形分1gあたりの酸価を意味し、JIS K 0070に準じ、電位差滴定法（例えば、COMTITE (AUTO TITRATOR CO

50

M - 900、BURET B - 900、TITSTATION K - 900)、平沼産業社製)によって測定した値をいう。

【0019】

上記スチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂の使用量は、有機顔料100質量部に対して1~30質量部が好ましい。使用量が1質量部より少ないと効果が得られず、一方、30質量部より多いと流動性がとれなくなり有機顔料を処理しにくくなるので好ましくない。

【0020】

本発明の処理有機顔料を得るために使用する水溶性無機塩としては、例えば、食塩(塩化ナトリウム)、塩化カリウム、芒硝等が挙げられる。水溶性無機塩の硬さ及びコストの点から食塩(塩化ナトリウム)を用いることが好ましい。

10

【0021】

また、顔料の粒子径を一次粒子径よりも微細かつ均一にできる点から、上記水溶性無機塩の粒子径は、好ましくは200 μ m以下、より好ましくは50 μ m以下である。

なお、本発明において、上記水溶性無機塩の粒子径は、レーザー回析式粒度測定法、測定装置：ナノトラック(UPA-EX150、日機装(株)社製)で測定した値である。

【0022】

上記水溶性無機塩の使用量は、有機顔料の種類によって異なるが有機顔料100質量部に対して100~3000質量部であることが好ましく、より好ましくは500質量部~1500質量部である。なお、有機顔料に対する水溶性無機塩の比率が大きいほど微細化効果は高くなるが、有機顔料の処理量が少なくなり高いコストとなるので好ましくない。

20

【0023】

本発明の処理有機顔料を得るために使用する水溶性溶剤としては、水溶性無機塩を実質的に溶解しない水溶性溶剤であれば特に限定されないが、ソルベントソルトミリング時に温度が上昇し、溶剤が蒸発し易い状態になるため、安全性の点から沸点が120以上の高沸点の水溶性溶剤が好ましい。

このような水溶性溶剤としては、具体的には、2-メトキシエタノール、2-ブトキシエタノール、2-(イソペンチルオキシ)エタノール、2-(ヘキシルオキシ)エタノール、1-メトキシ-2-プロパノール、1-エトキシ-2-プロパノール等のアルコキシアルコール類；ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、液体ポリエチレングリコール、ジプロピレングリコール、低分子量ポリプロピレングリコール等のグリコール類；ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル等のエーテル類等が挙げられる。

30

【0024】

上記水溶性溶剤の使用量は、有機顔料100質量部に対して30~500質量部であることが好ましい。

なお、本発明の処理有機顔料を得るためには、上記の材料以外に、必要に応じて顔料分散剤、顔料誘導体等を使用することも可能である。

【0025】

次に、上記処理有機顔料を得るための材料を使用して、処理有機顔料を得る製造方法について説明する。

40

本発明の処理有機顔料の製造方法としては、例えば、混練装置に、有機顔料、酸価150~300のスチレンマレイン酸モノエステル樹脂、水溶性無機塩、水溶性無機塩を実質的に溶解しない水溶性溶剤及び必要に応じて他の添加剤を入れ、処理温度を120以下(有機顔料を微細化する効率から)、好ましくは20~70とし、2~20時間程度(有機顔料の種類、食塩の粒子径により異なる)処理(混練)した後、温水を加えスラリー状とし、それをフィルタープレス等のろ過機でろ過・水洗することにより残存している水溶性無機塩と水溶性溶剤の除去を行い、その後、乾燥機で乾燥させる方法等が挙げられる。

【0026】

50

上記混練装置としては、有機顔料を機械的に摩砕できる装置であればよく、例えば、ニーダー、スーパーミキサー、トリミックス、K C Kミル等が挙げられる。

【0027】

<顔料分散組成物>

次に、本発明の顔料分散組成物について説明する。

本発明の顔料分散組成物は、上記処理有機顔料を顔料分散剤を用いて分散媒体に分散させたものである。

【0028】

本発明の顔料分散組成物を構成する顔料分散剤としては、上記処理有機顔料を分散する効果があればよく、従来から使用されている公知のものが使用できる。具体的には、ポリエ 10
ステル系高分子顔料分散剤、アクリル系高分子顔料分散剤、ポリウレタン系高分子顔料分散剤、顔料誘導体、カチオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤、アニオン系界面活性剤、カルボジイミド系顔料分散剤等が挙げられる。これらの顔料分散剤は、処理有機顔料の種類、顔料分散組成物に使用する分散媒体等に応じて適宜選択される。また、これらの顔料分散剤は、単独で用いてもよく、また、2種以上組み合わせ用いてもよい。

上記顔料分散剤の使用量は、上記処理有機顔料100質量部（使用処理有機顔料の合計）に対して、3質量部以上が好ましく、また、100質量部以下がより好ましい。

【0029】

本発明の顔料分散組成物を構成する分散媒体としては、例えば、有機系分散媒体、水性分散媒体が挙げられる。 20

上記有機系分散媒体としては、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル等の（ポリ）アルキレングリコールモノアルキルエーテル類；エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート等の（ポリ）アルキレングリコールモノアルキルエーテルアセテート類；ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル類；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、2-ヘプタノン、3-ヘプタノン等のケトン類；2-ヒドロキシプロピオン酸メチル、2-ヒドロキシプロピオン酸エチル等の乳酸アルキルエステル類；2-ヒドロキシ-2-メチルプロピオン酸エチル、3-メチル-3-メトキシプロピオン酸メチル、3-メトキシプロピオン酸メチル、3-エトキシプロピオン酸エチル、エトキシ酢酸エチル、ヒドロキシ酢酸エステル、酢酸エチル、酢酸n-ブチル、酢酸イソブチル、プロピオン酸n-ブチル、アセト酢酸メチル、蟻酸n-アミル、ピルビン酸エチル等のエステル類；トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；n-メチルピロリドン、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド等のアミド類、イソプロピルアルコール、ノルマルプロピルアルコール等のアルコール類等が挙げられる。なお、これらの有機系分散媒体は、単独で又は2種以上を混合して使用することができる。 30

【0030】

また、上記水性分散媒体（水性溶媒）としては、水のみであってもよく、水混和性の有機系分散媒体との併用であってもよい。 40

本発明の顔料分散組成物には、顔料誘導体等の添加剤を加えることもできる。

【0031】

本発明の顔料分散組成物の製造方法としては、例えば、上記処理有機顔料、顔料分散剤、分散媒体、及び必要に応じてその他の添加剤等からなる混合物をロールミル、高速攪拌装置、ピーズミル、ボールミル、サンドミル、超音波分散機、高圧分散機等を用いて混練し、分散処理することにより顔料分散組成物を得ることができる。この製造方法は、本発明の好ましい形態の一例であり、本発明はこれに限定されるものではない。

【0032】

10

20

30

40

50

<カラーフィルター用顔料分散レジスト組成物>

最後に、本発明の処理有機顔料の一用途であるカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物について説明する。

本発明のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物は、上記顔料分散組成物を含有するものである。

【0033】

本発明のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物は、活性エネルギー線硬化性を有し、アルカリ現像可能なレジスト組成物であり、処理有機顔料、顔料分散剤、皮膜形成樹脂、光重合性化合物、光重合開始剤、溶剤から主として構成され、必要に応じて増感剤、重合禁止剤等の各種添加剤を適宜含有されているものである。

10

【0034】

上記カラーフィルター用顔料分散レジスト組成物に使用する処理有機顔料としては、上述したものが挙げられ、鮮明な色相を有する皮膜を形成するために、高級有機顔料の処理顔料を利用することが好ましい。

上記処理有機顔料の使用量は、カラーフィルター用顔料分散レジスト組成物中の全固形分に対して質量分率で、5～80質量%であることが好ましい。

また、顔料分散剤としても上述したものが挙げられる。

【0035】

本発明のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物を構成する皮膜形成樹脂としては、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、無水マレイン酸、マレイン酸モノアルキルエステル、シトコラン酸、無水シトコラン酸、シトコラン酸モノアルキルエステル等のカルボキシル基含有不飽和単量体と、スチレン、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、アリルアクリレート、アリルメタクリレート、ベンジルアクリレート、ベンジルメタクリレート、グリセロールモノアクリレート、グリセロールメタクリレート、N-フェニルマレイミド、ポリスチレンマクロモノマー及びポリメチルメタクリレートマクロモノマーからなる群より選択される少なくとも1種とを反応させて得られる共重合体であるカルボキシル基を有するアルカリ可溶性樹脂が例示でき、これらは単独又は併用して使用できる。

20

【0036】

本発明のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物を構成する光重合性化合物としては、光重合性不飽和結合を有するモノマー、オリゴマー等を挙げることができる。

30

具体的には、光重合性不飽和結合を分子内に1個有するモノマーとしては、例えば、メチルメタアクリレート、ブチルメタアクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、メチルアクリレート、ブチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート等のアルキルメタクリレート又はアクリレート；ベンジルメタクリレート、ベンジルアクリレート等のアルキルメタクリレート又はアクリレート；ブトキシエチルメタクリレート、ブトキシエチルアクリレート等のアルコキシアルキルメタクリレート又はアクリレート；N,N-ジメチルアミノエチルメタクリレート、N,N-ジメチルアミノエチルアクリレート等のアミノアルキルメタクリレート又はアクリレート；ジエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル等のポリアルキレングリコールモノアルキルエーテルのメタクリル酸エステル又はアクリル酸エステル；ヘキサエチレングリコールモノフェニルエーテル等のポリアルキレングリコールモノアリアルエーテルのメタクリル酸エステル又はアクリル酸エステル；イソボルニルメタクリレート又はアクリレート；グリセロールメタクリレート又はアクリレート；2-ヒドロキシエチルメタクリレート又はアクリレート等が例示できる。

40

【0037】

光重合性不飽和結合を分子内に2個以上有するモノマーとしては、例えば、ビスフェノールAジメタクリレート、1,4-ブタンジオールジメタクリレート、1,3-ブチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、グリセロールジメタクリレート、ネオペンチルグリコールジメタクリレート、ポリエチレングリコールジメ

50

タクリレート、ポリプロピレングリコールジメタクリレート、テトラエチレングリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート、ペンタエリスリトールトリメタクリレート、ペンタエリスリトールテトラメタクリレート、ジペンタエリスリトールテトラメタクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサメタクリレート、ジペンタエリスリトールペンタメタクリレート、ビスフェノールAジアクリレート、1,4-ブタンジオールジアクリレート、1,3-ブチレングリコールジアクリレート、ジエチレングリコールジアクリレート、グリセロールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレート、ポリプロピレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、ジペンタエリスリトールペンタアクリレート等が例示できる。

10

【0038】

上記光重合性不飽和結合を有するオリゴマーとしては、上記モノマーを適宜重合させて得られたものを用いることができる。

これらの光重合性化合物は、単独で又は2種以上を組み合わせて用いることができる。

【0039】

本発明のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物を構成する光重合開始剤としては、特に限定されないが、例えば、ベンゾフェノン、N,N-テトラエチル-4,4-ジアミノベンゾフェノン、4-メトキシ-4-ジメチルアミノベンゾフェノン、ベンジル、2,2-ジエトキシアセトフェノン、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインイソブチルエーテル、ベンジルジメチルケタール、-ヒドロキシイソブチルフェノン、チオキサントン、2-クロロチオキサントン、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、 ϵ -ブチルアントラキノン、1-クロロアントラキノン、2,3-ジクロロアントラキノン、3-クロル-2-メチルアントラキノン、2-エチルアントラキノン、1,4-ナフトキノン、1,2-ベンゾアントラキノン、1,4-ジメチルアントラキノン、2-フェニルアントラキノン、トリアジン系光重合開始剤等が挙げられる。これらの光重合開始剤は単独で又は2種以上を組み合わせて用いられる。

20

【0040】

本発明のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物を構成する溶剤としては、上記に挙げた分散媒体と同様のもので、好ましくは、常圧(1.013×10² kPa)における沸点が100~220のエステル系有機溶剤、エーテル系有機溶剤、エーテルエステル系有機溶剤、ケトン系有機溶剤、芳香族炭化水素溶剤及び含窒素系有機溶剤等である。

30

【0041】

このような有機溶剤としては、具体的には、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノイソプロピルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル等のエーテル系有機溶剤；エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート等のエーテルエステル系有機溶剤；メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン、2-ヘプタノン、-ブチロラクトン等のケトン系有機溶剤；2-ヒドロキシプロピオン酸メチル、2-ヒドロキシプロピオン酸エチル、2-ヒドロキシ-2-メチルプロピオン酸エチル、3-メチル-3-メトキシブチルプロピオネート、3-メトキシプロピオン酸メチル、3-メトキシプロピオン酸エチル、3-エトキシプロピオン酸メチル、3-エトキシプロピオン酸エチル、エトキシ酢酸エチル、ヒドロキシ酢酸エチル、蟻酸n-アミル等のエステル系有機溶剤；

40

50

N - メチルピロリドン、N , N - ジメチルホルムアミド、N , N - ジメチルアセトアミド等の含窒素系有機溶剤等を例示でき、単独で又は2種以上を混合して使用することができる。

【0042】

これらの有機溶剤の中でも、溶解性、分散性、塗布性等の点で、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート、シクロヘキサノン、2 - ヘプタノン、2 - ヒドロキシプロピオン酸エチル、3 - メチル - 3 - メトキシブチルプロピオネート、3 - メトキシプロピオン酸エチル、3 - エトキシプロピオン酸メチル、蟻酸 n - アミル等

10

【0043】

更に、これらの有機溶剤は、2種以上用いる場合、上記アルカリ可溶性樹脂の溶解性、顔料分散性、塗布性等より、本発明のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物に使用される全溶剤中50質量%以上であることが好ましく、70質量%以上含有させることがより好ましい。

【0044】

なお、沸点が220 を超える有機溶剤を多量に含有していると、塗布形成された塗膜をプレバークする際に有機溶剤が十分に蒸発せずに乾燥塗膜内に残存し、乾燥塗膜の耐熱性が低下するおそれがある。また、沸点100 未満の有機溶剤を多量に含有していると、ムラなく均一に塗布することが困難になり、表面平滑性に優れた塗膜が得られなくなるおそれがある。

20

【0045】

更に、本発明のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物には、必要に応じて、上述したもの以外のその他の光重合性化合物、熱重合禁止剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤等の各種添加剤を適宜使用することができる。

【0046】

以上の構成材料を用いて本発明のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物を製造する方法としては、例えば、顔料分散組成物に、目的に応じて、光重合性化合物、光重合開始剤、皮膜形成樹脂、有機溶剤、その他添加剤を加え、攪拌装置等を用いて攪拌混合する方法が利用できるが、この製造方法は、本発明の好ましい実施形態の一例であり、本発明ではこれに限定されるものではない。

30

【発明の効果】

【0047】

本発明の処理有機顔料は、上述した構成からなるので、これを用いたカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物において、透明性やコントラスト比をより高いレベルに向上させることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0048】

以下に実施例をあげて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。なお、特に断りのない限り、「%」は「質量%」を意味し、「部」は「質量部」を意味する。

40

【0049】

< 処理顔料 >

(実施例 1)

ニードル (商品名 : K H D - 2 、 井上製作所社製) のタンクに、C . I . ピグメントレッド 2 5 4 の 1 0 0 質量部、酸価 2 7 0 m g K O H / g のスチレン及び無水マレイン酸の共重合体とシクロヘキサノール及びイソプロパノールとのエステル化反応生成物 (商品名 : S M A 1 7 3 5 2 、 S A R T O M E R 社製) の 5 質量部 (固形分質量部) 、 一次粒子径 1

50

0 μmの塩化ナトリウムの1000質量部、ジエチレングリコールの240質量部を投入し、75 で10時間混練しソルトミリングを行った。次に得られた混練物1300質量部を4リットルの温水に投入し、70 に加熱しながら1時間攪拌しスラリー状とし、ろ過、水洗を繰り返し塩化ナトリウム及びジエチレングリコールを除いた後、60 にて12時間乾燥し、実施例1の処理ピグメントレッド254を得た。

【0050】

(実施例2)

SMA17352の使用量を10質量部に変更した以外は、実施例1と同様にして実施例2の処理ピグメントレッド254を得た。

【0051】

(実施例3)

SMA17352の使用量を20質量部に変更した以外は、実施例1と同様にして実施例3の処理ピグメントレッド254を得た。

【0052】

(実施例4)

SMA17352を5質量部使用する代わりに、酸価185mg KOH/gのスチレン及び無水マレイン酸の共重合体と2-ブトキシエタノールとのエステル化反応生成物(商品名:SMA1440F、SARTOMER社製)を20質量部使用した以外は、実施例1と同様にして実施例4の処理ピグメントレッド254を得た。

【0053】

(比較例1)

SMA17352の使用量を0質量部に変更した(SMA17352を使用しなかった)以外は、実施例1と同様にして比較例1の処理ピグメントレッド254を得た。

【0054】

(比較例2)

SMA17352を5質量部使用する代わりに、酸価280mg KOH/gのスチレン無水マレイン酸樹脂(商品名:SMA3000、SARTOMER社製)を10質量部使用した以外は、実施例1と同様にして比較例2の処理ピグメントレッド254を得た。

【0055】

(比較例3)

SMA17352を5質量部使用する代わりに、スチレンアクリル樹脂(商品名:ジョンクリル682、ジョンソポリマー社製)を10質量部使用した以外は、実施例1と同様にして比較例3の処理ピグメントレッド254を得た。

【0056】

<顔料分散組成物>

実施例1~4の処理ピグメントレッド254、比較例1~3の処理ピグメントレッド254を表1の組成で、ペースミルで一昼夜、60 の温度で混練し、実施例1~4及び比較例1~3の顔料分散組成物を得た。尚、組成を表す数値の単位は、質量部である。

【0057】

(カルボジイミド系顔料分散剤)

還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量316のポリカルボジイミド化合物の76質量部、N-メチルジエタノールアミン22.2質量部を仕込み、約100 で2時間保持して、イソシアネート基と水酸基を反応させた。次いでカルボキシル基を有する分子量2000のポリカプロラクトン246.3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516.8質量部を仕込み、約80 で2時間保持してカルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させて、固形分40質量%のカルボジイミド系顔料分散剤を得た。

【0058】

(アルカリ可溶性樹脂)

BMM/MAA共重合体(ベンジルメタクリレート/メタクリル酸共重合体、酸価:12

10

20

30

40

50

0 mg KOH / g、重量平均分子量：25,000)

【0059】

(有機溶剤)

P G M E A (プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート)

(顔料誘導体)

赤色顔料のスルホン酸誘導体

【0060】

<カラーフィルター用顔料分散レジスト組成物>

実施例1~4、比較例1~3の顔料分散組成物と他の材料とを表2の組成になるように高速攪拌機を用いて均一に混合した後、孔径3 μmのフィルターでろ過し、実施例1~4及び比較例1~3のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物を得た。

10

尚、組成を表す数値の単位は、質量部である。

【0061】

(アルカリ可溶性樹脂)

B M M / M A A 共重合体 (ベンジルメタクリレート/メタクリル酸共重合体、酸価：120 KOH mg / g、重量平均分子量：25,000)

(光重合性化合物)

D P E H A (ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート)

【0062】

(光重合開始剤)

20

イルガキュア907 (チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製、2-メチル-1[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルフォリノプロパン-1-オン

(有機溶剤)

P G M E A (プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート)

【0063】

[評価]

<粘度>

実施例1~4及び比較例1~3の顔料分散組成物について、B型粘度計(トキメック社製)を用いて25における粘度を測定した。

【0064】

30

<経時安定性>

実施例2及び比較例3の顔料分散組成物について、B型粘度計(トキメック社製)を用いて60 1日保存後の粘度(25)を測定し経時安定性を調べた。

【0065】

<カラーフィルター用顔料分散レジスト組成物のコントラスト>

実施例1~4及び比較例1~3のカラーフィルター用顔料分散レジスト組成物をスピナーを用いて膜厚が2.5 μmになるようにガラス基板上に塗布し、100 で3分間プレバークした後、高圧水銀灯で露光し、更に230 で30分間ポストバークした。

次いで、レジスト組成物が塗布されたガラス基板を2枚の偏光板(日東電工社製、型番：SEG1224Du)で挟み、蛍光灯(波長範囲380~780 nm)で照射しつつ前面側の偏光板を回転させ、前面側の偏光板と後面側の偏光板の偏光面が平行であるとき及び直角であるときの透過する光強度を色彩輝度計(トプコン社製、BM-5A)で測定した。前面側の偏光板と後面側の偏光板の偏光面が平行であるときの輝度と、前面側の偏光板と後面側の偏光板の偏光面が直角であるときの輝度との比をコントラスト比として評価した。

40

コントラスト比 = (前面側の偏光板と後面側の偏光板の偏光面が平行であるときの輝度 / 前面側の偏光板と後面側の偏光板の偏光面が直角であるときの輝度)。

【0066】

【表 1】

顔料分散組成物

	実施例				比較例		
	1	2	3	4	1	2	3
実施例1の処理ピグメントレッド254	12.0	—	—	—	—	—	—
実施例2の処理ピグメントレッド254	—	12.0	—	—	—	—	—
実施例3の処理ピグメントレッド254	—	—	12.0	—	—	—	—
実施例4の処理ピグメントレッド254	—	—	—	12.0	—	—	—
比較例1の処理ピグメントレッド254	—	—	—	—	12.0	—	—
比較例2の処理ピグメントレッド254	—	—	—	—	—	12.0	—
比較例3の処理ピグメントレッド254	—	—	—	—	—	—	12.0
カルボジイミド系顔料分散剤	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6
顔料誘導体	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
BMA/MAA共重合体	4.8	4.8	4.8	4.8	4.8	4.8	4.8
PGMEA	78.8	78.8	78.8	78.8	78.8	78.8	78.8
合計	100	100	100	100	100	100	100
粘度 (mPa·s)	10.6	22.2	48.3	23.3	7.5	8.3	41.5
粘度 60°C1日保存後 (mPa·s)	—	21.7	—	—	—	—	202.1

【 0 0 6 7 】

10

20

30

40

【表 2】

カラーフィルター用顔料分散レジスト組成物	実施例				比較例		
	1	2	3	4	1	2	3
実施例1の顔料分散組成物	58.3	—	—	—	—	—	—
実施例2の顔料分散組成物	—	58.3	—	—	—	—	—
実施例3の顔料分散組成物	—	—	58.3	—	—	—	—
実施例4の顔料分散組成物	—	—	—	58.3	—	—	—
比較例1の顔料分散組成物	—	—	—	—	58.3	—	—
比較例2の顔料分散組成物	—	—	—	—	—	58.3	—
比較例3の顔料分散組成物	—	—	—	—	—	—	58.3
BMA/MAA共重合体	4.1	4.1	4.1	4.1	4.1	4.1	4.1
DPEHA	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
イルガキュア907	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
PGMEA	33.6	33.6	33.6	33.6	33.6	33.6	33.6
合計	100	100	100	100	100	100	100
評価結果							
コントラスト	674	673	759	700	611	615	630

【0068】

表1から、スチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂を使用した顔料分散組成物（実施例2）は経時安定性に優れていたのに対し、スチレンアクリル樹脂を使用したもの（比較例3）は劣っていた。

表2から、スチレンマレイン酸ハーフエステル樹脂を使用したレジスト組成物（実施例）は高いコントラスト比を有していたのに対し、この樹脂を使用しなかったもの、スチレン無水マレイン酸樹脂を使用したもの、スチレンアクリル樹脂を使用したもの（比較例）は低いコントラスト比であった。

【産業上の利用可能性】

10

20

30

40

50

【 0 0 6 9 】

本発明の処理有機顔料は、各種インキ、塗料、カラーフィルター、インクジェット用インク等に適用することができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 9 B 67/04 (2006.01) C 0 9 B 67/04

(72)発明者 瀧瀬 大介
大阪市西区江戸堀一丁目23番37号 サカタイムクス株式会社内

審査官 岡山 太一郎

(56)参考文献 特開平04 - 153657 (JP, A)
特開2007 - 031539 (JP, A)
特開平05 - 043704 (JP, A)
特開平06 - 148888 (JP, A)
特開2006 - 065071 (JP, A)
特開平04 - 340965 (JP, A)
特開2007 - 009096 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C 0 9 B 6 7 / 0 0
C A p l u s / R E G I S T R Y (S T N)