



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0042029
(43) 공개일자 2008년05월14일

(51) Int. Cl.

G02F 1/1335 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0113916

(22) 출원일자 2007년11월08일

심사청구일자 없음

(30) 우선권주장

JP-P-2006-00303420 2006년11월08일 일본(JP)

(71) 출원인

후지필름 가부시키키가이샤

일본 도쿄도 미나토구 니시 아자부 2초메 26방 30고

(72) 발명자

니노미야 토시타카

일본 시즈오카현 후지노미야시 오나카자토 200, 후지필름가부시키키가이샤 나이

요코야마 히로시

일본 카나가와현 미나미아시가라시 나카누마 210, 후지필름가부시키키가이샤 나이

(74) 대리인

하영욱

전체 청구항 수 : 총 9 항

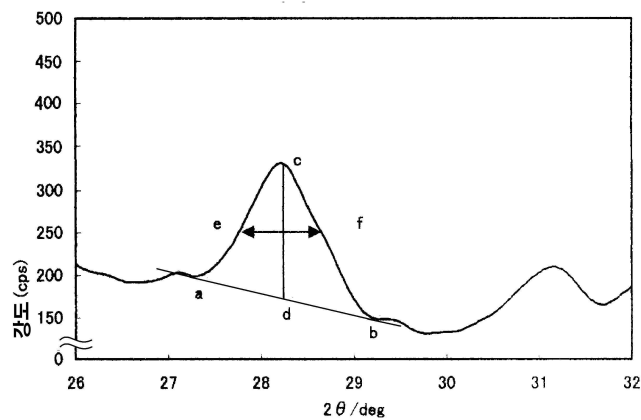
(54) 컬러필터 및 이것을 사용한 액정표시장치

(57) 요약

(과제) 높은 콘트라스트를 갖고, 또한 화상표시시의 번인에 의한 표시불량의 발생을 억제할 수 있고, 안료 석출물의 발생을 억제할 수 있는, 표시품위가 높은 컬러필터 및 이것을 사용한 액정표시장치를 제공한다.

(해결 수단) 착색층을 갖는 컬러필터로서, 상기 착색층이 Cu-K α 선에 대한 X선 회절 스펙트럼에 있어서, 브래그 각 $2\theta \pm 1^\circ$ 에서 반치폭이 0.6° 이상인 회절 피크를 나타내는 컬러필터.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

착색층을 갖는 컬러필터로서, 상기 착색층은 Cu-K α 선에 대한 X선 회절 스펙트럼에 있어서 브래그각 $28 \pm 1^\circ$ 에서 반치폭이 0.6° 이상인 회절 피크를 1개 이상 나타내는 것을 특징으로 하는 컬러필터.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 착색층에 C.I. 피그먼트 레드 254를 함유하는 것을 특징으로 하는 컬러필터.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 양용매에 C.I. 피그먼트 레드 254를 용해시킨 안료 용액과, 상기 양용매와 상용성이고 또한 상기 유기 안료에 대해서는 비용매가 되는 용매를 혼합하여 생성시킨 유기 안료 미립자를 상기 착색층에 함유하는 것을 특징으로 하는 컬러필터.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 착색층은 유기 안료 미립자를 함유하고, 상기 안료 미립자 중 입자지름 20nm 이상 30nm 이하의 입자수가 전체 유기 안료 미립자의 30% 이상인 것을 특징으로 하는 컬러필터.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 착색층은 유기 안료 미립자를 함유하고, 상기 안료 미립자의 수 평균 1차 입경(Dp)이 30nm 이하인 것을 특징으로 하는 컬러필터.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 착색층을 형성할 때에 사용하는 안료 분산물 중의 분산입자의 수 평균 입경(Df)이 50nm 이하인 것을 특징으로 하는 컬러필터.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 회절피크의 반치폭이 0.70° 이상인 것을 특징으로 하는 컬러필터.

청구항 8

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 회절피크의 반치폭이 0.80° 이상인 것을 특징으로 하는 컬러필터.

청구항 9

제 1 항 내지 제 8 항 중 어느 한 항에 기재된 컬러필터를 구비한 것을 특징으로 하는 액정표시장치.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기술 분야

<1> 본 발명은 컬러필터 및 이것을 사용한 액정표시장치에 관한 것이다. 또한, 고콘트라스트, 고표시품위의 컬러필터 및 이것을 사용한 액정표시장치에 관한 것이다.

배경 기술

<2> 최근, 액정표시장치(LCD)의 화질은 향상해 오고 있어, 보급 디스플레이인 CRT(브라운관)와의 대체가 넓은 용도에서 진행되고 있다. 그리고, 색재현 범위나 휘도 등 요구 품질은 더욱 높아지고 있고, 이것에 응하기 위해서

컬러필터의 성능 개량이 열쇠를 쥔다. 이것은 컬러필터가 LCD 패널 등의 표시화상에 착색하는 역할을 하여 LCD 패널의 색특성을 직접 좌우하기 때문이다.

- <3> 컬러필터의 요구특성으로서 고휘도, 색순도, 고콘트라스트, 저반사화 등 이 열거된다. 특히 콘트라스트가 낮으면 광이 감쇠하여 표시 화면이 어두워지거나, 명암이 불명료해지거나 한다. 이 때문에 고콘트라스트가 소망된다. 그리고, 더욱이 RGB를 조합시켜서 얻어지는 색의 재현 영역이 넓고, 각 색순도가 높은 것도 기대된다. 그러나, 컬러필터의 콘트라스트를 향상시키면, 반대로 색순도는 저하하여 버려 색재현 영역이 감소하는 경우가 있다.
- <4> 그리고 또한, 표시불량을 발생시키지 않는 신뢰성이 높은 컬러필터가 요구되고 있고, 예컨대 화상표시시의 번인(burn-in)에 의한 표시불량의 해결이 요구되고 있다. 이에 대해서, RGB 화소 형성용 도포 조성물로서 전압 유지율이 80% 이상인 안료를 함유하는 감광성 조성물을 사용한 예가 있다(특허문헌1). 그러나, 높은 콘트라스트를 갖고, 또한 화상표시 시의 번인에 의한 표시불량의 발생을 충분히 억제할 수 있는 컬러필터는 아직 제공되어 있지 않다.
- <5> 또한, 투명 도전막 제조시의 ITO 스퍼터링 공정에 있어서의 컬러필터 표면의 디케토피로로피(DPP) 안료 결정 석출의 해결이 요구되고 있다. 이것에 관해서는, X선 회절 스펙트럼에 있어서의 $2\theta=28\sim29^\circ$ 의 범위에 있는 피크 반치폭이 0.600° 이상, 0.800° 이하인 DPP 안료가 제안되어 있다(특허문헌 2). 그러나, 그 안료는 제조시에 진한 황산을 사용하는 것이어서, 화상의 표시품질 및 그 내구성은 불분명하다.
- <6> (특허문헌 1) 일본 특허공개 2000-329929호 공보
- <7> (특허문헌 2) 일본 특허공개 2002-265840호 공보

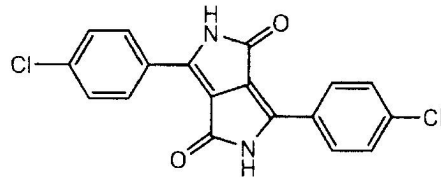
발명의 내용

- <8> 본 발명은 높은 콘트라스트를 갖고, 또한 화상표시 시의 번인에 의한 표시불량의 발생을 억제할 수 있고, 안료 석출물의 발생을 억제할 수 있는 표시품위가 높은 컬러필터 및 이것을 사용한 액정표시장치의 제공을 목적으로 한다.
- <9> 상기 과제는 하기의 수단에 의해 달성되었다.
- <10> (1) 착색층을 갖는 컬러필터로서, 상기 착색층이 Cu-K α 선에 대한 X선 회절 스펙트럼에 있어서 브래그각 $28\pm1^\circ$ 에서 반치폭이 0.6° 이상인 회절 피크를 적어도 1개 나타내는 것을 특징으로 하는 컬러필터.
- <11> (2) 상기 착색층에 C.I. 피그먼트 레드 254를 함유하는 것을 특징으로 하는 (1)에 기재된 컬러필터.
- <12> (3) 양용매에 C.I. 피그먼트 레드 254를 용해시킨 안료 용액과, 상기 양용매와 상용성이고 또한 상기 유기 안료에 대해서는 빈용매가 되는 용매를 혼합하여 생성시킨 유기 안료 미립자를 상기 착색층에 함유하는 것을 특징으로 하는 (1) 또는 (2)에 기재된 컬러필터.
- <13> (4) 상기 착색층이 유기 안료 미립자를 함유하고, 상기 안료 미립자 중 입자지름 20nm 이상 30nm 이하의 입자수가 전체 유기 안료 미립자의 30% 이상인 것을 특징으로 하는 (1)~(3) 중 어느 하나에 기재된 컬러필터.
- <14> (5) 상기 착색층은 유기 안료 미립자를 함유하고, 상기 안료 미립자의 수 평균 1차 입경(Dp)이 30nm 이하인 것을 특징으로 하는 (1)~(4) 중 어느 한 항에 기재된 컬러필터.
- <15> (6) 상기 착색층을 형성할 때에 사용하는 안료 분산물 중의 분산입자의 수 평균 입경(Df)이 50nm 이하인 것을 특징으로 하는 (1)~(5) 중 어느 한 항에 기재된 컬러필터.
- <16> (7) 상기 회절 피크의 반치폭이 0.70° 이상인 것을 특징으로 하는 (1)~(6) 중 어느 한 항에 기재된 컬러필터.
- <17> (8) 상기 회절 피크의 반치폭이 0.80° 이상인 것을 특징으로 하는 (1)~(7) 중 어느 한 항에 기재된 컬러필터.
- <18> (9) (1)~(8) 중 어느 한 항에 기재된 컬러필터를 구비한 것을 특징으로 하는 액정표시장치.
- <19> 본 발명의 컬러필터는 높은 콘트라스트와 양호한 색상을 갖고, 또한 화상표시 시의 번인에 의한 표시불량의 발생을 억제할 수 있다고 하는 우수한 효과를 발휘한다. 또한, 그 고품위의 컬러필터를 이용하여, 흑색 선명감이 우수하여 색불균일이 없는 높은 표시성능을 발휘할 수 있는 액정표시장치로 할 수 있다.

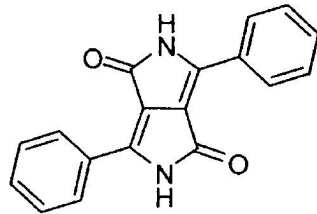
발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- <20> 본 발명자들은 컬러필터의 고콘트라스트화에 대해서 예의 연구하여, 컬러필터의 착색층의 X선 회절 스펙트럼의 반치폭을 조절함으로써, 컬러필터의 고콘트라스트화와, 번인에 의한 표시불량의 발생 억제를 양립하여 실현할 수 있는 것을 발견하였다. 또한, 안료 입자 형성시의 양용매를 적절하게 선택함으로써 번인에 의한 표시불량을 한층 효과적으로 억제할 수 있는 것을 발견하였다. 본 발명은 이러한 지견에 근거하여 완성하기에 이른 것이다.
- <21> 이하, 본 발명에 대하여 상세하게 설명한다.
- <22> 본 발명의 컬러필터는 착색층을 갖는다. 이 착색층은 Cu-K α 선에 대한 X선 회절 스펙트럼에 있어서, 브래그각 $28 \pm 1^\circ$ 에서 피크 반치폭이 0.6° 이상인 회절피크를 나타내고, 그 반치폭은 0.7° 이상인 것이 바람직하고, 0.8° 이상인 것이 보다 바람직하다.
- <23> 여기에서, 상기 착색층은 유기 안료를 함유하는 것이 바람직하고, 유기 안료의 미립자를 함유하는 것이 보다 바람직하다. 그 유기 안료 미립자의 제조방법은 기상법, 분쇄법, 재침법, 레이저 아브레이션법 등의 방법으로부터, 안료종이나 목적 성능에 따라 바람직한 방법을 적당하게 선택할 수 있다. 미세하고 입경 분포가 가지런하고, 분산 안정성이 우수한 안료 미립자를 얻는 점으로부터, 후술하는 미립자 석출법에 의한 것이 바람직하다.
- <24> 본 발명의 컬러필터에 있어서는, 유기 안료 중에서도 디케토피롤로피롤 화합물 안료를 사용하는 것이 바람직하다. C.I. 피그먼트 레드 254, 255, 264로 대표되는 피롤로피롤 화합물 안료는 컬러필터를 구성하는 적색 화소의 색순도를 높이는데도 적합한 흡수 영역을 가져서, 색재현 영역을 넓힐 수 있기 때문에 컬러필터로의 이용에 적합하다.
- <25> 디케토피롤로피롤 화합물 안료에 있어서는, 상기 C.I. 피그먼트 레드 254(하기 식(Z)으로 표시되는 화합물), 255(하기 식(W)으로 표시되는 화합물), 264(하기 식(V)으로 표시되는 화합물)이 바람직하고, C.I. 피그먼트 레드 254가 흡수 스펙트럼의 점에서 보다 바람직하다.
- <26> 또한, C.I. 피그먼트 레드 254로는 Irgaphor Red B-CF(Ciba Specialty Chemicals 제품), Cromophtal DPP Red B0, Irgazin DPP Red B0, Microlen DPP Red BP 등을 사용할 수 있고, C.I. 피그먼트 레드 255로는 Cromophtal Coral Red C, Irgazin DPP Red 5G 등을 사용할 수 있고, C.I. 피그먼트 레드 264로는 Hostapeperm Rubin D3B LP2615, Irgazin DPP Rubin TR 등을 사용할 수 있다(모두 상품명).

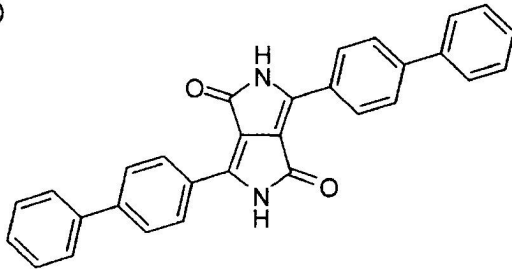
식(Z)



식 (W)



식 (V)



<27>

<28>

병용할 수 있는 유기 안료로는 구체적으로, 예컨대 페릴렌, 페리논, 퀴나크리돈, 퀴나크리돈퀴논, 안트라퀴논, 안토안트론, 벤즈이미다졸론, 디스아조 축합, 디스아조, 아조, 인단트론, 프탈로시아닌, 트리아릴카르보늄, 디옥사딘, 아미노안트라퀴논, 티오인디고, 이소인돌린, 이소인돌리논, 피란트론 또는 이소비올란트론 화합물 안료, 또는 그것들의 혼합물 등이 열거된다.

<29>

더욱 상세하게는 C.I. 피그먼트 레드 190(C.I. 번호71140), C.I. 피그먼트 레드 224(C.I. 번호71127), C.I. 피그먼트 바이올렛 29(C.I. 번호71129) 등의 페릴렌 화합물 안료, C.I. 피그먼트 오렌지 43(C.I. 번호71105), 또는 C.I. 피그먼트 레드 194(C.I. 번호71100) 등의 페리논 화합물 안료, C.I. 피그먼트 바이올렛 19(C.I. 번호 73900), C.I. 피그먼트 바이올렛 42, C.I. 피그먼트 레드 122(C.I. 번호73915), C.I. 피그먼트 레드 192, C.I. 피그먼트 레드 202(C.I. 번호73907), C.I. 피그먼트 레드 207(C.I. 번호73900, 73906), 또는 C.I. 피그먼트 레드 209(C.I. 번호73905)의 퀴나크리돈 화합물 안료, C.I. 피그먼트 레드 206(C.I. 번호73900/73920), C.I. 피그먼트 오렌지 48(C.I. 번호73900/73920), 또는 C.I. 피그먼트 오렌지 49(C.I. 번호73900/73920) 등의 퀴나크리돈 퀴논 화합물 안료, C.I. 피그먼트 옐로우 147(C.I. 번호60645) 등의 안트라퀴논 화합물 안료, C.I. 피그먼트 레드 168(C.I. 번호59300) 등의 안토안트론 화합물 안료, C.I. 피그먼트 브라운 25(C.I. 번호12510), C.I. 피그먼트 바이올렛 32(C.I. 번호12517), C.I. 피그먼트 옐로우 180(C.I. 번호21290), C.I. 피그먼트 옐로우 181(C.I. 번호11777), C.I. 피그먼트 오렌지 62(C.I. 번호11775), 또는 C.I. 피그먼트 레드 185(C.I. 번호 12516) 등의 벤즈이미다졸론 화합물 안료, C.I. 피그먼트 옐로우 93(C.I. 번호20710), C.I. 피그먼트 옐로우 94(C.I. 번호20038), C.I. 피그먼트 옐로우 95(C.I. 번호20034), C.I. 피그먼트 옐로우 128(C.I. 번호20037), C.I. 피그먼트 옐로우 166(C.I. 번호20035), C.I. 피그먼트 오렌지 34(C.I. 번호21115), C.I. 피그먼트 오렌지 13(C.I. 번호21110), C.I. 피그먼트 오렌지 31(C.I. 번호20050), C.I. 피그먼트 레드 144(C.I. 번호 20735), C.I. 피그먼트 레드 166(C.I. 번호20730), C.I. 피그먼트 레드 220(C.I. 번호20055), C.I. 피그먼트 레드 221(C.I. 번호20065), C.I. 피그먼트 레드 242(C.I. 번호20067), C.I. 피그먼트 레드 248, C.I. 피그먼트 레드 262, 또는 C.I. 피그먼트 브라운 23(C.I. 번호20060) 등의 디스아조 축합 화합물 안료, C.I. 피그먼트 옐로우 13(C.I. 번호21100), C.I. 피그먼트 옐로우 83(C.I. 번호21108), 또는 C.I. 피그먼트 옐로우 188(C.I. 번

호21094) 등의 디스아조 화합물 안료, C.I. 피그먼트 레드 187(C.I. 번호12486), C.I. 피그먼트 레드 170(C.I. 번호12475), C.I. 피그먼트 옐로우 74(C.I. 번호11714), C.I. 피그먼트 옐로우 150(C.I. 번호48545), C.I. 피그먼트 레드 48(C.I. 번호15865), C.I. 피그먼트 레드 53(C.I. 번호15585), C.I. 피그먼트 오렌지 64(C.I. 번호12760), 또는 C.I. 피그먼트 레드 247(C.I. 번호15915) 등의 아조 화합물 안료, C.I. 피그먼트 블루 60(C.I. 번호69800) 등의 인단트론 화합물 안료, C.I. 피그먼트 그린 7(C.I. 번호74260), C.I. 피그먼트 그린 36(C.I. 번호74265), C.I. 피그먼트 그린 37(C.I. 번호74255), C.I. 피그먼트 블루 16(C.I. 번호74100), C.I. 피그먼트 블루 75(C.I. 번호74160:2), C.I. 피그먼트 블루 15:6(C.I. 번호74160), 또는 C.I. 피그먼트 블루 15:3(C.I. 번호74160) 등의 프탈로시아닌 화합물 안료, C.I. 피그먼트 블루 56(C.I. 번호42800), 또는 C.I. 피그먼트 블루 61(C.I. 번호42765:1) 등의 트리아릴카르보늄 화합물 안료, C.I. 피그먼트 바이올렛 23(C.I. 번호51319), 또는 C.I. 피그먼트 바이올렛 37(C.I. 번호51345) 등의 디옥사딘 화합물 안료, C.I. 피그먼트 레드 177(C.I. 번호65300) 등의 아미노안트라퀴논 화합물 안료, C.I. 피그먼트 레드 88(C.I. 번호73312) 등의 티오인디고 화합물 안료, C.I. 피그먼트 옐로우 139(C.I. 번호56298), C.I. 피그먼트 오렌지 66(C.I. 번호48210) 등의 이소인돌린 화합물 안료, C.I. 피그먼트 옐로우 109(C.I. 번호56284), C.I. 피그먼트 옐로우 185(C.I. 번호56290), 또는 C.I. 피그먼트 오렌지 61(C.I. 번호11295) 등의 이소인돌린 화합물 안료, C.I. 피그먼트 오렌지 40(C.I. 번호59700), 또는 C.I. 피그먼트 레드 216(C.I. 번호59710) 등의 피란트론 화합물 안료, C.I. 피그먼트 옐로우 138 등의 퀴노프탈론계 안료, 또는 C.I. 피그먼트 바이올렛 31(60010) 등의 이소비올란트론 화합물 안료가 열거된다.

- <30> 본 발명의 컬러필터에 있어서는, 2종류 이상의 유기 안료 또는 유기 안료의 고용체를 조합하여 사용할 수도 있고, 또한 일반적인 염료와 조합하여 사용할 수도 있다.
- <31> 본 발명의 컬러필터에 있어서 유기 안료의 함유량은 착색층중 전체 고형분량에 대해서 10~70질량%인 것이 바람직하고, 30~60질량%인 것이 보다 바람직하다.
- <32> 본 발명의 컬러필터의 상기 착색층은 상기 유기 안료(a), 중합성기를 갖는 모노머 또는 올리고머(b), 및 수용성 폴리머(c)를 함유하는 안료 분산물에 있어서, 상기 중합성 모노머 또는 올리고머(b)를 중합시킨 중합 고화물로 이루어진 것이 바람직하다. 이 때, 안료 분산물에, 바인더(d)나 중합개시제 또는 중합개시제계(e)를 함유시키는 것도 바람직하다. 착색층의 두께는 특별하게 한정하지 않지만, 0.5~5.0 μm 인 것이 바람직하고, 1.0~3.0 μm 인 것이 보다 바람직하다. 착색층의 면적은 특별하게 한정하지 않지만, 예컨대 미세화 화소로 하는 경우에는 400~90000 μm^2 으로 하는 것이 바람직하고, 1000~15000 μm^2 으로 하는 것이 보다 바람직하다. 또한, 본 발명의 컬러필터의 착색층은 강산을 사용하지 않고 성형된 것이 바람직하고, 진한 황산 등은 사용하지 않고 형성된 것이 바람직하다.
- <33> 상기 중합성기를 갖는 모노머 또는 올리고머로는 에틸렌성 불포화 이중결합을 2개 이상 갖고, 광의 조사에 의해 부가 중합하는 것이 바람직하다. 이러한 것으로는 분자 중에 적어도 1개의 부가 중합가능한 에틸렌성 불포화기를 갖고, 비점이 상압에서 100℃ 이상인 화합물을 열거할 수 있다. 그 예로는 디펜타에리스리톨 헥사(메타)아크릴레이트, 폴리에틸렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트, 폴리프로필렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트 및 페녹시에틸(메타)아크릴레이트 등의 단관능 아크릴레이트나 단관능 메타크릴레이트; 폴리에틸렌글리콜 디(메타)아크릴레이트, 폴리프로필렌글리콜 디(메타)아크릴레이트, 트리메틸올에탄 트리아크릴레이트, 트리메틸올프로판 트리(메타)아크릴레이트, 트리메틸올프로판 디아크릴레이트, 네오펜틸글리콜 디(메타)아크릴레이트, 펜타에리스리톨 테트라(메타)아크릴레이트, 펜타에리스리톨 트리(메타)아크릴레이트, 디펜타에리스리톨 헥사(메타)아크릴레이트, 디펜타에리스리톨 펜타(메타)아크릴레이트, 헥사디올 디(메타)아크릴레이트, 트리메틸올프로판 트리(아크릴로일옥시프로필)에테르, 트리(아크릴로일옥시에틸)이소시아누레이트, 트리(아크릴로일옥시에틸)시아누레이트, 글리세린 트리(메타)아크릴레이트; 트리메틸올프로판이나 글리세린 등의 다관능 알콜에 에틸렌 옥사이드 또는 프로필렌 옥사이드를 부가한 후 (메타)아크릴레이트화한 것 등의 다관능 아크릴레이트나 다관능 메타크릴레이트를 열거할 수 있다. 또한, 일본 특허공개 평 10-62986호 공보에 일반식(1) 및 (2)에 기재된 바와 같이, 다관능 알콜에 에틸렌옥사이드나 프로필렌옥사이드를 부가시킨 후, (메타)아크릴레이트화한 화합물도 적합한 것으로서 열거된다.
- <34> 또한, 일본 특허공고 소 48-41708호 공보, 일본 특허공고 소 50-6034호 공보 및 일본 특허공고 소 51-37193호 공보에 기재되어 있는 우레탄 아크릴레이트류; 일본 특허공고 소 48-64183호 공보, 일본 특허공고 소 49-43191호 공보 및 일본 특허공고 소 52-30490호 공보에 기재되어 있는 폴리에스테르 아크릴레이트류; 에폭시 수지와 (메타)아크릴산의 반응 생성물인 에폭시 아크릴레이트류 등의 다관능 아크릴레이트나 메타크릴레이트를 열거할 수 있다.

- <35> 이들 중에서, 트리메티롤프로판 트리(메타)아크릴레이트, 펜타에리스리톨 테트라(메타)아크릴레이트, 디펜타에리스리톨 헥사(메타)아크릴레이트, 디펜타에리스리톨 펜타(메타)아크릴레이트가 바람직하다.
- <36> 또한, 이 밖에 일본 특허공개 평 11-133600호 공보에 기재된 「중합성 화합물 B」도 바람직한 것으로서 열거할 수 있다.
- <37> 이들 중합성 모노머 또는 올리고머는 분자량 200~1000의 것이 바람직하고, 단독으로도 2종류 이상을 혼합하여 사용해도 좋다.
- <38> 본 발명의 컬러필터에 있어서의 중합성 모노머 또는 올리고머의 함유량은 특별히 한정하지 않지만, 착색층 중 전체 고형분량에 대해서 5~50질량%인 것이 일반적이고, 10~40질량%인 것이 바람직하다. 이 양이 지나치게 많으면 현상성 제어가 곤란해져서 제조 적성상 문제가 된다. 지나치게 적으면 노광시의 경화력이 부족하다.
- <39> 수용성 폴리머는 25℃의 순수에 대한 용해도가 100질량% 이상인 것이 바람직하다. 또한, 컬러필터에 영향을 미치기 어렵고, 수용액의 상태에서 중성인 것이 바람직하다. 구체적으로는 폴리비닐알콜, 폴리비닐피롤리돈, 폴리아크릴아미드, 폴리에틸렌글리콜, 폴리에틸렌옥사이드 등의 합성 고분자 화합물 및 이들의 공중합체를 사용할 수 있다. 이들 고분자 화합물 중에서는 폴리비닐피롤리돈이 특히 바람직하다. 이들 수용성 폴리머는 1종류만 사용해도 좋고, 2종 이상을 조합해도 좋다.
- <40> 수용성 폴리머의 분자량은 특별하게 제한되지 않지만, 바람직하게는 수 평균 분자량 Mn이 1,000~2,000,000이고, 5,000~1,000,000이 보다 바람직하고, 10,000~500,000이 더욱 바람직하고, 10,000~100,000이 특히 바람직하다.
- <41> 본 발명의 컬러필터에 있어서, 수용성 폴리머의 함유량은 착색층 중 전체 고형분량에 대해서 0.1질량% 이상인 것이 바람직하고, 1질량% 이상인 것이 바람직하고, 3질량% 이상인 것이 더욱 바람직하고, 5질량% 이상인 것이 특히 바람직하다.
- <42> 바인더로는 산성기를 갖는 바인더가 바람직하고, 잉크젯 잉크 또는 착색 감광성 수지 조성물의 조제시에 첨가해도 좋다. 상기 안료 분산물을 제조할 때, 또는 후술하는 안료 미립자 형성시에 첨가하는 것도 바람직하다. 유기 안료 용액 및 유기 안료 용액을 첨가하여 안료 미립자를 생성시키기 위한 빈용매의 양쪽 또는 한쪽에 바인더를 첨가할 수도 있다. 또는, 바인더 용액을 별도 계통으로 안료 미립자 형성시에 첨가하는 것도 바람직하다.
- <43> 바인더로는 측쇄에 카르복실산기나 카르복실산염기 등의 극성기를 갖는 알칼리 가용성 폴리머가 바람직하다. 그 예로는 일본 특허공개 소 59-44615호 공보, 일본 특허공고 소 54-34327호 공보, 일본 특허공고 소 58-12577호 공보, 일본 특허공고 소 54-25957호 공보, 일본 특허공개 소 59-53836호 공보 및 일본 특허공개 소 59-71048호 공보에 기재되어 있는 바와 같은 메타크릴산 공중합체, 아크릴산 공중합체, 이타콘산 공중합체, 크로톤산 공중합체, 말레산 공중합체, 부분 에스테르화 말레산 공중합체 등을 열거할 수 있다. 또한, 측쇄에 카르복실산기나 카르복실산 염 등을 갖는 셀룰로오스 유도체도 열거할 수 있고, 또한 그 외에도 수산기를 갖는 폴리머에 환상 산무수물을 부가한 것도 바람직하게 사용할 수 있다. 또한, 특히 바람직한 예로서 미국특허 제4,139,391호 명세서에 기재된 벤질 (메타)아크릴레이트 와 (메타)아크릴산의 공중합체나, 벤질 (메타)아크릴레이트와 (메타)아크릴산과 다른 모노머의 다원 공중합체를 열거할 수 있다. 이들 극성기를 갖는 바인더 폴리머는 단독으로 사용해도 좋고, 또는 통상의 막형성성 폴리머와 병용하는 조성물의 상태로 사용해도 좋다.
- <44> 또한, 가공효율을 향상시키기 위해서, 중합성기를 측쇄에 가져도 좋고, UV 경화성 수지나 열경화성 수지 등도 유용하다. 이들 중합성기를 함유하는 폴리머의 예를 이하에 나타내지만, COOH기, OH기, 암모늄기 등의 알칼리 가용성기와 탄소-탄소 불포화 결합이 포함되어 있으면 하기에 한정되지 않는다. OH기를 갖는 예컨대 2-히드록시에틸 아크릴레이트, COOH기를 함유하는 예컨대 메타크릴산, 및 이들과 공중합 가능한 아크릴계 또는 비닐계 화합물 등의 모노머의 공중합체에, OH기와 반응성을 갖는 에폭시환과 탄소-탄소 불포화 결합기를 갖는 화합물, 예컨대 글리시딜 아크릴레이트와 같은 화합물을 반응시켜서 얻어지는 화합물 등이 사용될 수 있다. OH와의 반응에서는 에폭시환 이외에 산무수물, 이소시아네이트기를 갖고, 아크릴로일기를 갖는 화합물도 사용할 수 있다. 또한, 일본 특허공개 평 6-102669호, 일본 특허공개 평 6-1938호에 개시되는 에폭시환을 갖는 화합물에 아크릴산과 같은 불포화 카르복실산을 반응시켜서 얻어지는 화합물에, 포화 또는 불포화 다염기산 무수물을 반응시켜서 얻어지는 반응물도 사용할 수 있다. COOH와 같은 알칼리 가용화기와 탄소-탄소 불포화기를 겸비한 화합물로는, 예컨대 DIANAL NR 시리즈(MITSUBISHI RAYON CO., LTD. 제품), Photomer 6173(COOH기 함유, 폴리우레탄 아크릴 올리고머, Diamond Shamrock Co. Ltd., 제품), 비스코트 R-264, KS 레지스트 106(모두 Osaka Organic Chemical Industry Co. Ltd. 제품), CYCLOMER P 시리즈, PLACSELL CF 200 시리즈(모두 Daicel Chemical Industry Co. Ltd. 제품), Ebecryl 3800(Daicel UCB Co. Ltd. 제품) 등이 열거된다.

- <45> 또한, 바인더 수지로서 측쇄의 일부에 수용성 원자단을 갖는 유기 고분자 중합체를 사용할 수 있다. 상기 바인더 수지는 모노머에 대해서 상용성이 있는 선상유기 고분자 중합체이고, 또한 유기용제 및 알칼리 가용성(바람직하게는 약알칼리수용액으로 현상할 수 있는 것)인 것이 바람직하다. 상기 알칼리 가용성 수지로는 측쇄에 카르복실산을 갖는 폴리머, 예컨대 일본 특허공개 소 59-44615호, 일본 특허공고 소 54-34327호, 일본 특허공고 소 58-12577호, 일본 특허공고 소 54-25957호, 일본 특허공개 소 59-53836호, 일본 특허공개 소 59-71048호 공보에 기재되어 있는 바와 같은 메타크릴산 공중합체, 아크릴산 공중합체, 이타콘산 공중합체, 크로톤산 공중합체, 말레산 공중합체, 부분 에스테르화 말레산 공중합체 등이 있고, 또한 마찬가지로 측쇄에 카르복실산을 갖는 산성 셀룰로오스 유도체가 열거된다. 상기 알칼리 가용성 수지로는, 그외 수산기를 갖는 폴리머에 산무수물을 부가시킨 것 등이 유용하다. 특히 이들 중에서도, 구체적으로는 벤질(메타)아크릴레이트/(메타)아크릴산 공중합체나 벤질(메타)아크릴레이트/(메타)아크릴산/ 및 다른 모노머와의 다원 공중합체가 바람직하다. 상기 알칼리 가용성 수지로는 적어도 (i)무수 말레산(MAA), 아크릴산(AA), 메타크릴산(MA) 및 푸마르산(FA)에서 선택된 적어도 1종의 산성분 모노머, (ii)알킬폴리옥시에틸렌 (메타)아크릴레이트, 및 (iii)벤질(메타)아크릴레이트로 이루어진 공중합체(이하, 「공중합체 A」라고 하는 경우가 있다.)를 사용할 수 있다.
- <46> 상기 공중합체 A의 조합으로는 (i)산성분 모노머, (ii)알킬폴리옥시에틸렌(메타)아크릴레이트($\text{Acr}(\text{EO})_n:\text{CH}_3(\text{OC}_2\text{H}_4)_n\text{OCOC}(\text{R})=\text{CH}_2$) 및 (iii)벤질(메타)아크릴레이트($\text{Bz}(\text{M})\text{A}$)의 조성 질량비는 바람직하게는 10~25/5~25/50~85, 더욱 바람직하게는 15~20/5~20/60~80이 바람직하다. 또한, 상기 공중합체의 GPC에 의한 폴리스티렌 환산 질량 평균 분자량(Mw)으로는 바람직하게는 3,000~50,000, 더욱 바람직하게는 5,000~30,000이다.
- <47> (i)산성분 모노머의 조성 질량비가 상기 범위에 있으면, 알칼리 가용성 및 용제로의 용해성이 저하하기 어렵다. 또한, (ii)알킬폴리옥시에틸렌 (메타)아크릴레이트($\text{Acr}(\text{EO})_n:\text{CH}_3(\text{OC}_2\text{H}_4)_n\text{OCOC}(\text{R})=\text{CH}_2$)의 조성 질량비가 상기 범위에 있으면, 조성물의 기관상으로의 액의 퍼짐이 쉽고 또한 착색제의 분산성이 저하하기 어렵기 때문에, 본 발명의 효과를 유효하게 달성할 수 있다. (iii)벤질(메타)아크릴레이트($\text{Bz}(\text{M})\text{A}$)의 조성 질량비가 상기 범위에 있으면, 착색제의 분산 안정성이나 조성물 중으로의 용해성이나 도포막의 알칼리 현상 적성이 저하하기 어렵다.
- <48> (ii)알킬 폴리옥시에틸렌 (메타)아크릴레이트($\text{Acr}(\text{EO})_n:\text{CH}_3(\text{OC}_2\text{H}_4)_n\text{OCOC}(\text{R})=\text{CH}_2$)의 폴리옥시에틸렌(EO)_n의 반복수 n은 2~15가 바람직하고, 2~10이 더욱 바람직하고, 4~10이 특히 바람직하다. 상기 반복수 n이 상기 범위에 있으면, 알칼리 현상액으로 현상한 후에 현상 잔사가 발생하기 어렵고, 조성물의 도포액으로서의 유동성이 저하하여 도포 불균일이 생기는 것을 방지할 수 있고, 도포막 두께의 균일성이나 생액성(省液性)이 저하하는 것을 방지할 수 있다.
- <49> 이들 극성기를 갖는 바인더 폴리머는 단독으로 사용해도 좋고, 또는 통상의 막형성성 폴리머와 병용하는 조성물의 상태로 사용해도 좋고, 안료 미립자 100질량부에 대한 첨가량은 10~200질량부가 일반적이고, 25~100질량부가 바람직하다.
- <50> 바인더가 고분자 화합물일 경우, 상기 고분자 화합물 중의 산성기의 수에 특별히 제한은 없지만, 1분자 중에 포함되는 반복단위의 수를 100으로 했을 때, 산성기를 갖는 반복단위가 5~100인 것이 바람직하고, 10~100인 것이 보다 바람직하다. 또한, (1)카르복실기를 갖는 화합물로부터 유도된 반복단위와, 상기 (2)카르복실산 에스테르기를 갖는 화합물로부터 유도된 반복단위의 중합 비율로서 말하면, 반복단위(1)의 몰%가 5~40인 것이 바람직하고, 반복단위(2)가 40~90인 것이 바람직하고, 반복단위(1) 또는 (2) 이외의 반복단위가 25 이하인 것이 바람직하다. 또한, 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더의 고분자 화합물의 분자량은 3000~1000000이 바람직하고, 4000~200000이 보다 바람직하고, 5000~80000이 특히 바람직하다.
- <51> 본 발명의 컬러필터에 있어서 바인더의 함유량은 특별하게 한정되지 않지만, 착색층 중 전체 고형분량에 대해서 15~50질량%인 것이 일반적이고, 20~45질량%인 것이 바람직하다. 이 양이 지나치게 많으면 조성물의 점도가 지나치게 높아져서 제조 적성상 문제가 된다. 지나치게 적으면 도포막의 형성상 문제가 있다.
- <52> 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계(본 발명에 있어서, 광중합 개시제계란 복수의 화합물의 조합으로 광중합 개시의 기능을 발현하는 중합개시 조성물을 말한다.)로는 미국특허 제2367660호 명세서에 개시되어 있는 비시날 폴리케탈도닐 화합물, 미국특허 제2448828호 명세서에 기재되어 있는 아실로인에테르 화합물, 미국특허 제2722512호 명세서에 기재된 α-탄화수소로 치환된 방향족 아실로인 화합물, 미국특허 제3046127호 명세서 및 동 제2951758호 명세서에 기재된 다핵 퀴논 화합물, 미국특허 제3549367호 명세서에 기재된 트리아릴이미다졸 이량체와 p-아미노 케톤의 조합, 일본 특허공고 소 51-48516호 공보에 기재된 벤조티아졸 화합물과 트리할로메틸-s-트리아진 화합물, 미국특허 제4239850호 명세서에 기재되어 있는 트리할로메틸-트리아진 화합물, 미국특허 제

4212976호 명세서에 기재되어 있는 트리할로메틸옥사디아졸 화합물 등을 열거할 수 있다. 특히, 트리할로메틸-s-트리아진, 트리할로메틸옥사디아졸 및 트리아릴이미다졸 이량체가 바람직하다.

- <53> 또한, 그 외에 일본 특허공개 평 11-133600호 공보에 기재된 「중합개시제 C」나, 옥심계로서 1-페닐-1,2-프로판디온-2-(o-에톡시카르보닐)옥심, 0-벤조일-4'-(벤즈메르캅토)벤조일-헥실-케톡심, 2,4,6-트리메틸페닐카르보닐-디페닐포스포닐옥사이드, 헥사플루오로포스포로-트리알킬페닐포스포늄염 등도 적합한 것으로서 열거할 수 있다.
- <54> 이들 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계는 단독으로도, 2종류 이상을 혼합하여 사용해도 좋지만, 특히 2종류 이상을 사용하는 것이 바람직하다. 적어도 2종의 광중합 개시제를 사용하면, 표시특성, 특히 표시 불균일을 적게 할 수 있다.
- <55> 본 발명의 컬러필터에 있어서 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계의 함유량은 특별하게 한정되지 않지만, 착색층 중 전체 고형분량에 대해서 0.5~20질량%가 일반적이고, 1~15질량%가 바람직하다. 이 양이 지나치게 많으면 감도가 지나치게 높아져서 제어가 곤란해진다. 지나치게 적으면 노광 감도가 지나치게 낮아진다.
- <56> 상기 성분의 이외에, 유기 용매를 더 사용해도 좋다. 유기 용매의 예로는 특별히 한정하지 않지만, 에스테르류, 예컨대 아세트산 에틸, 아세트산-n-부틸, 아세트산 이소부틸, 포름산 아밀, 아세트산 이소아밀, 아세트산 이소부틸, 프로피온산 부틸, 부티르산 이소프로필, 부티르산 에틸, 부티르산 부틸, 알킬에스테르류, 락트산 메틸, 락트산 에틸, 옥시아세트산 메틸, 옥시아세트산 에틸, 옥시아세트산 부틸, 메톡시아세트산 메틸, 메톡시아세트산 에틸, 메톡시아세트산 부틸, 에톡시아세트산 메틸, 에톡시아세트산 에틸, 에톡시아세트산 부틸, 3-옥시프로피온산 메틸, 3-옥시프로피온산 에틸 등의 3-옥시프로피온산 알킬에스테르류; 3-메톡시프로피온산 메틸, 3-메톡시프로피온산 에틸, 3-에톡시프로피온산 메틸, 3-에톡시프로피온산 에틸, 2-옥시프로피온산 메틸, 2-옥시프로피온산 에틸, 2-옥시프로피온산 프로필, 2-메톡시프로피온산 메틸, 2-메톡시프로피온산 에틸, 2-메톡시프로피온산 프로필, 2-에톡시프로피온산 메틸, 2-에톡시프로피온산 에틸, 2-옥시-2-메틸프로피온산 메틸, 2-옥시-2-메틸프로피온산 에틸, 2-메톡시-2-메틸프로피온산 메틸, 2-메톡시-2-메틸프로피온산 에틸, 피루브산 메틸, 피루브산 에틸, 피루브산 프로필, 아세트아세트산 메틸, 아세트아세트산 에틸, 2-옥소부탄산 메틸, 2-옥소부탄산 에틸 등; 에테르류, 예컨대 디에틸렌글리콜 디메틸에테르, 테트라히드로푸란, 에틸렌글리콜 모노메틸에테르, 에틸렌글리콜 모노에틸에테르, 메틸셀로솔브 아세테이트, 에틸셀로솔브 아세테이트, 디에틸렌글리콜 모노메틸에테르, 프로필렌글리콜 메틸에테르 아세테이트 등; 케톤류, 예컨대 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 시클로헥사논, 시클로헥산올, 2-헵타논, 3-헵타논 등; 방향족 탄화수소류, 예컨대 톨루엔, 크실렌 등이 열거된다. 이들 용제 중, 3-에톡시프로피온산 메틸, 3-에톡시프로피온산 에틸, 에틸셀로솔브 아세테이트, 락트산 에틸, 아세트산 부틸, 3-메톡시프로피온산 메틸, 2-헵타논, 시클로헥사논, 에틸카르비톨 아세테이트, 부틸카르비톨 아세테이트, 프로필렌글리콜 메틸에테르 아세테이트 등이 본 발명에 있어서의 용제로서 바람직하게 사용된다. 이들 용제는 단독으로 사용하여도 또는 2종 이상 조합하여 사용하여도 좋다.
- <57> 또한, 비점이 180~250℃인 용제를 필요에 따라 사용할 수 있다. 이들 고비점용제로는 다음의 것이 예시된다. 디에틸렌글리콜 모노부틸에테르, 디에틸렌글리콜 모노에틸에테르 아세테이트, 디에틸렌글리콜 모노에틸에테르, 3,5,5-트리메틸-2-시클로헥센-1-온, 부틸락테이트, 디프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트, 프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트, 프로필렌글리콜 디아세테이트, 프로필렌글리콜-n-프로필에테르 아세테이트, 디에틸렌글리콜 디에틸에테르, 2-에틸헥실아세테이트, 3-메톡시-3-메틸부틸아세테이트, γ-부틸락톤, 트리프로필렌글리콜 메틸에틸아세테이트, 디프로필렌글리콜-n-부틸아세테이트, 프로필렌글리콜 페닐에테르 아세테이트, 1,3-부탄디올 디아세테이트.
- <58> 용매의 함유량은 특별히 한정하지 않지만, 안료 분산물 중 10~95질량%인 것이 바람직하다.
- <59> 종래 사용되어 온 컬러필터에서는, 높은 색순도를 실현하기 위해서 각 화소의 색이 진해져서 화소의 막두께 불균일이 그대로 색불균일로서 인식된다고 하는 문제가 있었다. 그 때문에, 화소의 막두께에 직접 영향을 주는 막두께 변동의 양호화가 요구되어 왔다.
- <60> 본 발명의 컬러필터에 있어서는 균일한 막두께로 제어할 수 있고, 막두께 변동에 의한 색불균일을 효과적으로 방지한다고 하는 관점에서, 컬러필터용 잉크젯 잉크 중에 적절한 계면활성제를 함유시키는 것이 바람직하다.
- <61> 상기 계면활성제로는 일본 특허공개 2003-337424호 공보, 일본 특허공개 평11-133600호 공보에 개시되어 있는 계면활성제가 바람직한 것으로서 열거된다. 계면활성제의 함유량은 특별히 한정되는 것은 아니지만, 착색층 중 전체 고형분량에 대해서 5질량% 이하인 것이 바람직하다.

- <62> 본 발명의 컬러필터는 열중합 방지제를 함유하는 것이 바람직하다. 상기 열중합 방지제의 예로는 하이드로퀴논, 하이드로퀴논 모노메틸에테르, p-메톡시페놀, 디-t-부틸-p-크레졸, 피로갈롤, t-부틸카테콜, 벤조퀴논, 4,4'-티오비스(3-메틸-6-t-부틸페놀), 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-t-부틸페놀), 2-메르캅토벤즈이미다졸, 페노티아진 등이 열거된다. 열중합 방지제의 함유량은 특별히 한정하지 않지만 착색층 중 전체 고형분량에 대해서 1질량% 이하인 것이 바람직하다.
- <63> 본 발명의 컬러필터는 필요에 따라서 자외선 흡수제를 함유할 수 있다. 자외선 흡수제로는 일본 특허공개 평 5-72724호 공보 기재의 화합물 외에, 살리실레이트계, 벤조페논계, 벤조트리아졸계, 시아노아크릴레이트계, 니켈 킬레이트계, 힌더드아민계 등이 열거된다.
- <64> 구체적으로는 페닐살리실레이트, 4-t-부틸페닐살리실레이트, 2,4-디-t-부틸 페닐-3',5'-디-t-4'-히드록시벤조이트, 4-t-부틸페닐살리실레이트, 2,4-디히드록시벤조페논, 2-히드록시-4-메톡시벤조페논, 2-히드록시-4-n-옥톡시벤조페논, 2-(2'-히드록시-5'-메틸페닐)벤조트리아졸, 2-(2'-히드록시-3'-t-부틸-5'-메틸페닐)-5-클로로벤조트리아졸, 에틸-2-시아노-3,3-디페닐아크릴레이트, 2,2'-히드록시-4-메톡시벤조페논, 니켈디부틸디티오카바메이트, 비스(2,2,6,6-테트라메틸-4-피리딘)-세바케이트, 4-t-부틸페닐살리실레이트, 살리실산 페닐, 4-히드록시-2,2,6,6-테트라메틸피페리딘 축합물, 숙신산-비스(2,2,6,6-테트라메틸-4-피페리데닐)-에스테르, 2-[2-히드록시-3,5-비스(α , α -디메틸벤질)페닐]-2H-벤조트리아졸, 7-[[4-클로로-6-(디에틸아미노)-5-트리아진-2-일]아미노]-3-페닐쿠마린 등이 열거된다. 자외선 흡수제의 함유량은 특별하게 한정되지 않지만, 착색층 중 전체 고형분량에 대해서 5질량% 이하인 것이 바람직하다.
- <65> 본 발명의 컬러필터의 형성에 있어서, 상기 안료 분산물을 잉크젯 잉크로서 사용하는 경우, 그 점도의 변동폭이 $\pm 5\%$ 이내가 되도록 잉크 온도를 제어하는 것이 바람직하다. 사출시의 점도는 5~25mPa·s인 것이 바람직하고, 8~22mPa·s인 것이 보다 바람직하고, 10~20mPa·s인 것이 특히 바람직하다(본 발명에 있어서 점도는 특별히 한정하지 않는 한 25℃일 때의 값이다.). 상기 사출온도의 설정 이외에, 잉크에 함유시키는 성분의 종류와 첨가량을 조절함으로써 점도의 조정을 행할 수 있다. 상기 점도는, 예컨대 원추평판형 회전점도계나 E형 점도계 등의 일반적인 장치에 의해 측정할 수 있다.
- <66> 또한, 사출시의 잉크의 표면장력은 15~40mN/m인 것이, 화소의 평탄성 향상의 관점으로부터 바람직하다(본 발명에 있어서 표면장력은 특별히 한정하지 않는 한 23℃일 때의 값이다.). 더욱 바람직하게는 20~35mN/m, 가장 바람직하게는 25~30mN/m이다. 표면장력의 조정은 계면활성제의 첨가나, 용제의 종류에 의해 조정할 수 있다. 상기 표면장력은, 예컨대 표면장력 측정장치(Kyowa Interface Science Co., LTD. 제품, CBVP-Z)이나, 전자동 평형식 일렉트로 표면장력계 ESB-V(Kyowa Scientific Co., Ltd. 제품) 등의 공지의 측정기를 이용하여 백금 플레이트 방법에 의해 측정할 수 있다.
- <67> 상기 안료 분산물을 컬러필터용 잉크젯 잉크로서 분사하는 방법으로는, 대전된 잉크를 연속적으로 분사하여 전장에 의해서 제어하는 방법, 압전소자를 이용하여 간헐적으로 잉크를 분사하는 방법, 잉크를 가열하여 그 발포를 이용하여 간헐적으로 분사하는 방법 등 각종의 방법을 채용할 수 있다.
- <68> 또한, 각 화소 형성을 위해서 사용하는 잉크젯법에 대해서는 잉크를 열경화 시키는 방법, 광경화시키는 방법, 미리 기판 상에 투명한 수상층을 형성하여 두고나서 타적(打滴)하는 방법 등 통상의 방법을 사용할 수 있다.
- <69> 잉크젯 헤드(이하, 간단히 헤드라고도 한다.)에는 통상의 것을 적용할 수 있고, 컨티뉴어스 타입(continuous type), 도트-온-디맨드 타입(dot-on-demand type)이 사용가능하다. 도트-온-디맨드 타입 중, 서멀헤드에서는 토출 때문에, 일본 특허공개 평 9-323420호에 기재되어 있는 바와 같은 가동 밸브를 구비한 타입이 바람직하다. 피에조 헤드에서는, 예컨대 유럽특허 A277,703호, 유럽특허 A278,590호 등에 기재되어 있는 헤드를 사용할 수 있다. 헤드는 잉크의 온도가 관리될 수 있도록 온도조절 기능을 갖는 것이 바람직하다. 사출시의 점도는 5~25mPa·s가 되도록 사출온도를 설정하고, 점도의 변동폭이 $\pm 5\%$ 이내가 되도록 잉크 온도를 제어하는 것이 바람직하다. 또한, 구동 주파수로는 1~500kHz에서 가동하는 것이 바람직하다.
- <70> 또한, 각 화소를 형성한 후, 가열처리(소위 베이킹 처리)하는 가열공정을 설치할 수 있다. 즉, 광조사에 의해 광중합한 층을 갖는 기판을 전기로, 건조기 등의 중에서 가열하거나, 또는 적외선 램프를 조사한다. 가열온도 및 시간은 감광성 농색 조성물의 조성이나 형성된 층의 두께에 의존하지만, 일반적으로 충분한 내용제성, 내알칼리성 및 자외선 흡광도를 획득하는 관점에서 약 120℃~ 약 250℃에서 약 10분~약 120분간 가열하는 것이 바람직하다.
- <71> 이렇게 하여 형성된 컬러필터의 패턴형상은 특별하게 한정되는 것은 아니고, 일반적인 블랙 매트릭스 형상인 스

트라이프 형상이어도, 격자 형상이어도, 또한 델타배열 형상이어도 좋다.

- <72> 컬러필터용 잉크젯 잉크를 사용한 화소 형성 공정 전에, 미리 격벽을 제조하고, 상기 격벽에 둘러싸여진 부분에 잉크를 부여하는 제조방법이 바람직하다. 이 격벽은 어떤 것이더라도 좋지만, 컬러필터를 제조하는 경우에는 블랙 매트릭스의 기능을 가진 차광성을 갖는 격벽(이하, 간단히 「격벽」이라고도 한다.)인 것이 바람직하다. 상기 격벽은 통상의 컬러필터용 블랙 매트릭스와 같은 소재, 방법에 의해 제조할 수 있다. 예컨대, 일본 특허공개 2005-3861호 공보의 단락번호 [0021]~[0074]이나, 일본 특허공개 2004-240039호 공보의 단락번호 [0012]~[0021]에 기재된 블랙 매트릭스나, 일본 특허공개 2006-17980호 공보의 단락번호 [0015]~[0020]나, 일본 특허공개 2006-10875호 공보의 단락번호 [0009]~[0044]에 기재된 잉크젯용 블랙 매트릭스 등이 열거된다.
- <73> 상기 안료 분산물을 착색 감광성 수지 조성물로서 사용하여 도포막으로 할 수 있고, 그 두께는 적당하게 정할 수 있지만 0.5~5.0 μm 인 것이 바람직하고, 1.0~3.0 μm 인 것이 보다 바람직하다. 이 착색 감광성 수지 조성물을 사용한 도포막에 있어서는, 이것에 함유되는 중합성 모노머 또는 올리고머를 중합시켜서 착색 감광성 수지 조성물의 중합막으로 하여, 이것을 갖는 컬러필터를 제조할 수 있다(컬러필터의 제조에 대해서는 후술한다.). 중합성 모노머 또는 중합성 올리고머의 중합은 광조사에 의해 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계를 작용시켜서 행할 수 있다.
- <74> 또한, 상기 도포막은 착색 감광성 수지 조성물을 일반적인 도포방법에 의해 도포하여 건조함으로써 형성할 수 있지만, 액이 토출하는 부분에 슬릿형상의 구멍을 갖는 슬릿형상 노즐에 의해 도포하는 것이 바람직하다. 구체적으로는, 일본 특허공개 2004-89851호 공보, 일본 특허공개 2004-17043호 공보, 일본 특허공개 2003-170098호 공보, 일본 특허공개 2003-164787호 공보, 일본 특허공개 2003-10767호 공보, 일본 특허공개 2002-79163호 공보, 일본 특허공개 2001-310147호 공보 등에 기재된 슬릿형상 노즐 및 슬릿 코터가 적합하게 사용된다.
- <75> 착색 감광성 수지 조성물의 기관으로의 도포방법은 1~3 μm 의 박막을 균일하게 고정밀도로 도포할 수 있다는 점에서 스핀 도포가 우수하여, 컬러필터의 제조에 널리 일반적으로 사용할 수 있다. 그러나, 최근에 있어서는 액정 표시장치의 대형화 및 양산화에 따라, 제조 효율 및 제조 비용을 보다 높이기 위해서, 스핀 도포보다도 광폭이고 대면적의 기관 도포에 알맞은 슬릿 도포가 컬러필터의 제조에 채용되도록 되어오고 있다. 또한, 생액성(省液性)이라고 하는 관점으로부터도 슬릿 도포는 스핀 도포보다도 우수하여 보다 적은 도포액량으로 균일한 도막을 얻을 수 있다. 여기에서, 기관은 투명기관인 것이 바람직하고, 표면에 산화 규소피막을 갖는 소다 유리판, 저팽창 유리, 석영 유리판 등의 유리판을 사용할 수 있다. 또한, 폴리에틸렌 테레프탈레이트, 트리아세트산 셀룰로오스, 폴리스티렌, 폴리카보네이트 등의 수지 필름을 사용해도 좋다.
- <76> 슬릿 도포는, 선단에 폭 수십 미크론의 슬릿을 갖고 또한 직사각형 기관의 도포폭에 대응하는 길이의 도포헤드를 기관과의 클리어런스(간극)를 수 10~수 100미크론으로 유지시키면서 기관과 도포헤드에 일정한 상대 속도를 유지시켜서, 소정의 토출량으로 슬릿으로부터 공급되는 도포액을 기관에 도포하는 도포방식이다. 이 슬릿 도포는 (1) 스핀 도포에 비하여 액손실이 적고, (2) 도포액의 비산이 없기 때문에 세정처리가 경감되고, (3) 비산된 액성분의 도포막으로의 재혼입이 없고, (4)회전의 개시 정지시간이 없으므로 택타임이 단축화될 수 있고, (5) 대형 기관으로의 도포가 용이한 등의 이점을 갖는다. 이들 이점으로부터, 슬릿 도포는 대형화면 액정표시장치용 컬러필터의 제조에 적합하고, 도포액량의 삭감에 있어서도 유리한 도포방식으로서 기대되고 있다.
- <77> 슬릿 도포는 스핀 도포보다도 훨씬 대면적의 도포막을 형성하기 때문에, 폭이 넓은 슬릿 출구로부터 도포액을 토출할 때 코터와 피도포물 사이에 어느 정도의 상대속도를 유지할 필요가 있다. 이 때문에, 슬릿 도포방식에 사용하는 도포액에는 양호한 유동성이 요구된다. 또한, 슬릿 도포에는 도포 헤드의 슬릿으로부터 기관에 공급되는 도포액의 여러가지 조건을 도포폭 전반에 걸쳐서 일정하게 유지하는 것이 특히 요구된다. 도포액의 유동성이나 점탄성 특성 등의 액물성이 불충분하면 도포 불균일이 생기기 쉽고, 도포폭 방향으로 도포 두께를 일정하게 유지하는 것이 곤란해져서 균일한 도포막을 얻을 수 없다는 문제가 생겨버린다.
- <78> 이것들로부터, 불균일이 없이 균일한 도포막을 얻기 위해서 도포액의 유동성이나 점탄성 특성을 개량하려는 시도가 다수 되어 있다. 그러나, 상기한 바와 같이 폴리머의 분자량을 저하시키거나, 용제에 대한 용해성이 우수한 폴리머를 선택하거나, 증발속도를 컨트롤하기 위해서 용제를 여러가지로 선택하거나, 계면활성제를 이용하는 등의 수단이 제안되어 있지만, 모두 상기 여러 문제를 개량하기에는 충분하지는 않았다.
- <79> 감광성 수지 전사재료는 상술한 착색 감광성 수지 조성물을 사용한 감광성 수지를 형성하여 제조할 수 있고, 일본 특허공개 평 5-72724호 공보에 기재되어 있는 감광성 수지 전사재료, 즉 일체형으로 된 필름을 이용하여 형성하는 것이 바람직하다. 상기 일체형 필름의 구성예로는 가지지체/열가소성 수지층/중간층/감광성 수지층/보호

필름을 이 순서로 적층한 구성이 열거된다.

- <80> 가지지체로는 가요성을 갖고, 가압, 또는 가압 및 가열하에서도 현저한 변형, 수축 또는 신장이 발생하지 않는 것이 필요하다. 이러한 가지지체의 예로는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 필름, 트리아세트산 셀룰로오스 필름, 폴리스티렌 필름, 폴리카보네이트 필름 등을 열거할 수 있고, 그 중에서도 2축연신 폴리에틸렌 테레프탈레이트 필름이 특히 바람직하다.
- <81> 열가소성 수지층에 사용하는 성분으로는 일본 특허공개 평 5-72724호 공보에 기재되어 있는 유기 고분자 물질이 바람직하고, 비캣(Vicat)법(구체적으로는 미국 재료시험법 ASTM D1235에 의한 폴리머 연화점 측정법)에 의한 연화점이 약 80℃ 이하인 유기 고분자 물질에서 선택하는 것이 특히 바람직하다. 구체적으로는 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 등의 폴리올레핀, 에틸렌과 아세트산 비닐 또는 그 비누화물과 같은 에틸렌 공중합체, 에틸렌과 아크릴산 에스테르 또는 그 비누화물, 폴리염화비닐, 염화비닐과 아세트산 비닐 및 그 비누화물과 같은 염화비닐 공중합체, 폴리염화비닐리덴, 염화 비닐리덴 공중합체, 폴리스티렌, 스티렌과 (메타)아크릴산 에스테르 또는 그 비누화물과 같은 스티렌 공중합체, 폴리비닐톨루엔, 비닐톨루엔과 (메타)아크릴산 에스테르 또는 그 비누화물과 같은 비닐톨루엔 공중합체, 폴리(메타)아크릴산 에스테르, (메타)아크릴산 부틸과 아세트산 비닐 등의 (메타)아크릴산 에스테르 공중합체, 아세트산 비닐 공중합체 나일론, 공중합 나일론, N-알콕시메틸화 나일론, N-디메틸아미노화 나일론과 같은 폴리아미드 수지 등의 유기 고분자가 열거된다.
- <82> 감광성 수지 전사재료에 있어서는 복수의 도포층의 도포시, 및 도포후의 보존시에 있어서의 성분의 혼합을 방지할 목적으로, 중간층을 형성하는 것이 바람직하다. 상기 중간층으로는 일본 특허공개 평5-72724호 공보에 「분리층」으로서 기재되어 있는 산소차단 기능이 있는 산소 차단막을 사용하는 것이 바람직하고, 이 경우 노광시 감도가 증가하여 노광기의 시간부하가 저감하여 생산성이 향상된다.
- <83> 상기 산소 차단막으로는 낮은 산소 투과성을 나타내고, 물 또는 알칼리 수용액에 분산 또는 용해하는 것이 바람직하고, 통상의 것 중에서 적당하게 선택할 수 있다. 이들 중, 특히 바람직한 것은 폴리비닐알콜과 폴리비닐피롤리돈의 조합이다.
- <84> 감광성 수지층 상에는 저장시 오염이나 손상으로부터 보호하기 위해서 얇은 보호필름을 형성하는 것이 바람직하다. 보호필름은 가지지체와 같거나 또는 유사한 재료로 이루어져도 좋지만, 감광성 수지층으로부터 용이하게 분리되지 않으면 안된다. 보호필름 재료로는, 예컨대 실리코지, 폴리올레핀 또는 폴리테트라플루오로에틸렌 시트가 적당하다.
- <85> 감광성 수지 전사재료는 가지지체 상에 열가소성 수지층의 첨가제를 용해시킨 도포액(열가소성 수지층용 도포액)을 도포하고, 건조함으로써 열가소성 수지층을 형성하고, 그 후 열가소성 수지층 상에 열가소성 수지층을 용해하지 않는 용제로 이루어진 중간층 재료의 용액을 도포, 건조하고, 그 후 감광성 수지층을 중간층을 용해시키지 않는 용제로 도포, 건조하여 형성함으로써 제조할 수 있다.
- <86> 또한, 상기 가지지체 상에 열가소성 수지층 및 중간층을 형성한 시트 및 보호필름 상에 감광성 수지층을 형성한 시트를 준비하고, 중간층과 감광성 수지층이 접하도록 상호 부착함으로써, 또한 상기 가지지체 상에 열가소성 수지층을 형성한 시트, 및 보호필름 상에 감광성 수지층 및 중간층을 형성한 시트를 준비하고, 열가소성 수지층과 중간층이 접하도록 상호 부착함으로써 제조할 수 있다.
- <87> 감광성 수지 전사재료에 있어서, 감광성 수지층의 막두께로는 1.0~5.0 μm 가 바람직하고, 1.0~4.0 μm 가 보다 바람직하고, 1.0~3.0 μm 가 특히 바람직하다. 또한, 특별하게 한정되는 것은 아니지만, 그 밖의 각 층의 바람직한 막두께로는 가지지체는 15~100 μm , 열가소성 수지층은 2~30 μm , 중간층은 0.5~3.0 μm , 보호필름은 4~40 μm 가 일반적으로 바람직하다.
- <88> 또한, 상기 제조방법에 있어서의 도포는 일반적인 도포장치 등에 의해 행할 수 있지만, 슬릿형상 노즐을 사용한 도포장치(슬릿 코터)에 의해 행하는 것이 바람직하다. 슬릿 코터의 바람직한 구체예 등은 상기와 동일하다.
- <89> 본 발명의 컬러필터는 용도에 따라서 단일 색상만을 갖는 것이어도, 또는 적색, 청색, 녹색과 같이 3종의 다른 색상을 갖는 것이어도 좋다. 그리고, 기관상에 있어서의 착색층의 패턴 및 그 형성방법에 대해서는 특별하게 한정하지 않는다.
- <90> 본 발명의 컬러필터는 콘트라스트가 우수한 것으로 하여 사용할 수 있다. 본 발명에 있어서 콘트라스트란, 2장의 편광판 사이에 있어서 편광축이 평행일 때와 수직일 때의 투과 광량의 비를 나타낸다(「1990년 제7회 색채광학 컨퍼런스, 512색 표시 10.4"사이즈 TFT-LCD용 컬러필터, 우에키, 코세이, 후쿠나가, 야마나카」 등 참조.).

<91> 컬러필터의 콘트라스트가 높다는 것은 액정과 조합했을 때의 명암의 디스크리미네이션이 커질 수 있다는 것을 의미하고, 액정 디스플레이가 CRT를 대신하기 위해서는 매우 중요한 성능이다. 본 발명의 컬러필터의 콘트라스트는 단색에서 3000 이상인 것이 바람직하고, 5000 이상인 것이 보다 바람직하고, 7000 이상인 것이 특히 바람직하다. R화소, G화소, B화소 및 블랙 매트릭스를 갖는 컬러필터에 있어서는, 3000 이상인 것이 바람직하고, 5000 이상인 것이 보다 바람직하고, 6000 이상인 것이 특히 바람직하다. 본 발명은 이러한 고콘트라스트를 실현할 수 있는 특징이 있다.

<92> 본 발명의 컬러필터를 텔레비전용으로 사용하는 경우에는 F10 광원에 의한 적색(R), 녹색(G) 및 청색(B)의 각각 모든 단색의 색도가 하기 표에 기재된 값(이하, 본 발명에 있어서 「목표 색도」라고 한다.)과의 차(ΔE)에서 5 이내의 범위인 것이 바람직하고, 또한 3 이내인 것이 보다 바람직하고, 2 이내인 것이 특히 바람직하다.

	x	y	Y
R	0. 6 5 6	0. 3 3 6	2 1. 4
G	0. 2 9 3	0. 6 3 4	5 2. 1
B	0. 1 4 6	0. 0 8 8	6. 9 0

<93>

<94> 본 발명에 있어서 색도는 현미분광 광도계(Olympus Corporation 제품; OSP100 또는 200)에 의해 측정하고, F10 광원시야 2도의 결과로서 계산하여, xyz 표색계의 xyY치로 나타낸다. 또한 목표 색도와 차이는 La*b* 표색계의 색차로 나타낸다.

<95> 본 발명의 컬러필터는 기관 상에 감광성 수지층을 형성하고, 노광하여 현상하는 것을 색의 수만큼 반복하는 방법 등의 방법에 의해 제조할 수 있다. 또한, 필요에 따라, 그 경계를 블랙 매트릭스로 구분한 구조로 할 수도 있다.

<96> 상기 제조방법에 있어서, 기관 상에 상기 감광성 수지층을 형성하는 방법으로는 (a) 상기 각 착색 감광성 수지 조성물을 일반적인 도포장치 등에 의해 도포하는 방법, 및 (b) 상술한 감광성 수지 전사재료를 사용하여, 라미네이터에 의해 부착하는 방법 등이 열거된다.

<97> 본 발명의 컬러필터를 제조할 때, 착색 감광성 수지 조성물의 도포에는 일반적인 도포장치를 사용할 수 있지만, 그 중에서도 특히 이미 설명한 슬릿 코터를 적합하게 사용할 수 있다. 또한, 슬릿 코터의 바람직한 구체에 등은 상기과 동일하다. 감광성 수지층을 도포에 의해 형성할 경우, 그 막두께로는 0.5~5.0 μm 가 바람직하고, 1.0~3.0 μm 가 특히 바람직하다.

<98> 감광성 수지 전사재료를 사용하여, 필름형상으로 형성한 감광성 수지층을 후술하는 기관 상에 가열 및/또는 가압한 롤러 또는 평판으로 압착 또는 가열압착함으로써 부착할 수 있다. 구체적으로는, 일본 특허공개 평7-110575호 공보, 일본 특허공개 평11-77942호 공보, 일본 특허공개 2000-334836호 공보, 일본 특허공개 2002-148794호 공보에 기재된 라미네이터 및 라미네이트 방법이 열거되지만, 저이물의 관점에서 일본 특허공개 평7-110575호 공보에 기재된 방법을 사용하는 것이 바람직하다.

<99> 본 발명의 컬러필터는 감광성 수지층을 착색 감광성 수지 조성물의 도포에 의해 형성하는 경우에 있어서 상기 감광성 수지층 상에 산소 차단막을 더 형성할 수 있고, 이것에 의해 노광감도를 높일 수 있다. 상기 산소 차단막으로는 이미 설명한 것과 동일한 것이 열거된다. 또한, 특별하게 한정되는 것은 아니지만, 산소 차단막의 막 두께로는 0.5~3.0 μm 가 일반적으로 바람직하다.

<100> 상기 기관 상에 형성된 감광성 수지층의 상부에 소정의 마스크를 배치하고, 그 후 상기 마스크, 열가소성 수지층 및 중간층을 통하여 마스크 상방으로부터 노광하고, 이어서 현상액에 의한 현상을 행한다라고 하는 공정을 색의 수만큼 반복함으로써 컬러필터를 얻을 수 있다.

<101> 여기에서, 상기 노광의 광원으로는 감광성 수지층을 경화할 수 있는 파장 영역의 광(예컨대, 365nm, 405nm 등)을 조사할 수 있는 것이면 적당하게 선정하여 사용할 수 있다. 구체적으로는 조고압수은등, 고압수은등, 메탈할라이드 램프 등이 열거된다. 노광량으로는 통상 5~200mJ/cm² 정도이고, 바람직하게는 10~100mJ/cm² 정도이다.

<102> 또한, 상기 현상액으로는 특별한 제약은 없고, 일본 특허공개 평 5-72724호공보에 기재된 것 등, 일반적인 현상액을 사용할 수 있다. 또한, 현상액은 감광성 수지층이 용해형의 현상거동을 하는 것이 바람직하고, 예컨대 pKa=7~13의 화합물을 0.05~5몰/L의 농도로 함유하는 것이 바람직하지만, 물과 혼화성을 갖는 유기용제를 소량

더 첨가해도 좋다.

- <103> 물과 혼화성을 갖는 유기용제로는 메탄올, 에탄올, 2-프로판올, 1-프로판올, 부탄올, 디아세톤 알콜, 에틸렌글리콜 모노메틸에테르, 에틸렌글리콜 모노에틸에테르, 에틸렌글리콜 모노-n-부틸에테르, 벤질 알콜, 아세톤, 메틸에틸케톤, 시클로헥사논, ϵ -카프로락톤, γ -부티로락톤, 디메틸포름아미드, 디메틸아세트아미드, 헥사메틸포스포리미드, 락트산 에틸, 락트산 메틸, ϵ -카프로락탐, N-메틸피롤리돈 등을 열거할 수 있다. 상기 유기용제의 농도는 0.1질량%~30질량%가 바람직하다.
- <104> 또한, 상기 현상액에는 통상의 계면활성제를 더 첨가할 수 있다. 계면활성제의 농도는 0.01질량%~10질량%가 바람직하다.
- <105> 현상의 방식으로는 패들 현상, 샤워 현상, 샤워&스핀 현상, 딥 현상 등의 방법을 사용할 수 있다.
- <106> 여기에서, 상기 샤워 현상에 대해서 설명하면 노광후의 감광성 수지층에 현상액을 샤워에 의해 분사함으로써, 미경화 부분을 제거할 수 있다. 또한, 현상 전에 감광성 수지층의 용해성이 낮은 알칼리성 액을 샤워 등에 의해 분사하여 열가소성 수지층, 중간층 등을 제거해 두는 것이 바람직하다. 또한, 현상 후에, 세정제 등을 샤워에 의해 분사하고, 브러시 등으로 문지르면서 현상 잔사를 제거하는 것이 바람직하다.
- <107> 현상액의 액온도는 20℃~40℃가 바람직하고, 또한 현상액의 pH는 8~13이 바람직하다.
- <108> 또한, 본 발명의 컬러필터를 제조할 때, 일본 특허공개 평 11-248921호 공보, 일본 특허 3255107호 공보에 기재된 바와 같이, 컬러필터를 형성하는 착색 감광성 수지 조성물을 포개어 토대를 형성하고, 그 위에 투명전극을 형성하고, 분할 배향용 돌기를 더 포개어 스페이서를 형성하는 것이, 비용절감의 관점에서 바람직하다.
- <109> 착색 감광성 수지 조성물을 순차 도포하여 포개는 경우에는 도포액의 레벨링 때문에 포겔때 마다 막두께가 얇아져 버린다. 이 때문에, K(흑색)·R·G·B의 4색을 포개고, 분할 배향용 돌기를 더 포개는 것이 바람직하다. 한편, 열가소성 수지층을 갖는 전사재료를 사용하는 경우에는 두께가 일정하게 유지되기 위해서, 포개는 색은 3 또는 2색으로 하는 것이 바람직하다.
- <110> 또한, 상기 토대의 사이즈는 전사재료를 포개어 라미네이트할 때의 감광성 수지층의 변형을 방지하여 일정한 두께를 유지하는 관점으로부터, 25 μ m 이상이 바람직하고, 30 μ m 이상이 특히 바람직하다.
- <111> 본 발명의 액정표시장치는 콘트라스트가 우수한 본 발명의 컬러필터를 사용하여, 흑색 선명감 등의 묘사력이 우수하다. 노트북용 디스플레이나 텔레비전 모니터 등의 대화면의 액정표시장치 등으로서도 적합하게 사용될 수 있다.
- <112> 본 발명의 컬러필터에 있어서, 착색층은 유기 안료 미립자를 함유하는 것이 바람직하고, 그 미립자는 유기 안료를 알칼리성 양용매에 용해한 유기 안료 용액과, 상기 양용매에 대해서는 상용성을 갖고 유기 안료에 대해서는 비용매가 되는 용매(이하, 이 용매를 [유기 안료의 비용매] 또는 간단히 [비용매] 등이라고 하는 경우도 있다.)를 혼합함으로써 생성된 미립자인 것이 바람직하다(이하, 이 방법을 「미립자 석출법」이라고 하는 경우도 있다.). 또한, 상기 비용매와 양용매의 조합은 유기 재료의 용해도에 충분한 차이가 있는 것이 필요하여, 재료에 맞추어 바람직한 것을 선택할 필요가 있지만, 이 공정을 가능하게 하는 조합이면 어떠한 선택도 가능하다.
- <113> 유기 안료의 비용매는 유기 안료를 용해하는 양용매와 상용하는 또는 균일하게 혼합되는 것이면 특별하게 한정되지 않는다. 유기 안료의 비용매로는 유기 안료의 용해도가 0.02질량% 이하인 것이 바람직하고, 0.01질량% 이하인 것이 보다 바람직하다. 유기 안료의 비용매로의 용해도에 특별하게 하한은 없지만, 통상 사용되는 유기 안료를 고려하면 0.000001질량% 이상이 실제적이다. 이 용해도는 산 또는 알칼리의 존재 하에서 용해된 경우의 용해도이어도 좋다. 또한, 양용매와 비용매의 상용성 또는 균일 혼합성은 양용매의 비용매에 대한 용해량이 30질량% 이상인 것이 바람직하고, 50질량% 이상인 것이 보다 바람직하다. 양용매의 비용매에 대한 용해량에 특별한 상한은 없지만, 임의의 비율로 서로 혼합하는 것이 실제적이다.
- <114> 비용매로는, 예컨대 수성 용매(예컨대, 물, 또는 염산, 수산화나트륨 수용액), 알콜 화합물 용매, 케톤 화합물 용매, 에테르 화합물 용매, 방향족 화합물 용매, 2황화탄소 용매, 지방족 화합물 용매, 니트릴 화합물 용매, 할로젠 화합물 용매, 에스테르 화합물 용매, 이온성 액체, 이것들의 혼합 용매 등이 열거되고, 수성 용매, 알콜 화합물 용매, 케톤 화합물 용매, 에테르 화합물 용매, 에스테르 화합물 용매, 또는 이것들의 혼합물이 바람직하고, 수성 용매, 알콜 화합물 용매 또는 에스테르 화합물 용매가 보다 바람직하다.
- <115> 알콜 화합물 용매로는, 예컨대 메탄올, 에탄올, 이소프로필알콜, n-프로필 알콜, 1-메톡시-2-프로판올 등이 열

거된다. 케톤 화합물 용매로는, 예컨대 아세톤, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 시클로헥사논이 열거된다. 에테르 화합물 용매로는, 예컨대 디메틸에테르, 디에틸에테르, 테트라히드로푸란 등이 열거된다. 방향족 화합물 용매로는, 예컨대 벤젠, 톨루엔 등이 열거된다. 지방족 화합물 용매로는, 예컨대 헥산 등이 열거된다. 니트릴 화합물 용매로는, 예컨대 아세토니트릴 등이 열거된다. 할로겐 화합물 용매로는, 예컨대 디클로로메탄, 트리클로로에틸렌 등이 열거된다. 에스테르 화합물 용매로는, 예컨대 아세트산 에틸, 락트산 에틸, 2-(1-메톡시)프로필아세테이트 등이 열거된다. 이온성 액체로는, 예컨대 1-부틸-3-메틸이미다졸륨과 PF_6^- 의 염 등이 열거된다.

<116> 양용매는 사용하는 유기 안료를 용해하는 것이 가능하고, 상기 빈용매와 상용하거나 또는 균일하게 혼합되는 것 이면 특별하게 한정하지 않는다. 유기 안료의 양용매로의 용해성은 유기 안료의 용해도가 0.2질량% 이상인 것이 바람직하고, 0.5질량% 이상인 것이 보다 바람직하다. 유기 안료의 양용매로의 용해도에 특별한 상한은 없지만, 통상 사용되는 유기 안료를 고려하면 50질량% 이하인 것이 실제적이다. 이 용해도는 산 또는 염기의 존재하에서 용해되었을 경우의 용해도이어도 좋다. 빈용매와 양용매의 상용성 또는 균일 혼합성의 바람직한 범위는 상술한 바와 같다.

<117> 양용매로는, 예컨대 물, 염산, 희석 황산, 진한 황산, 수산화 나트륨 수용액, 알콜 화합물 용매, 아마이드 화합물 용매, 케톤 화합물 용매, 에테르 화합물 용매, 방향족 화합물 용매, 2황화탄소 용매, 지방족 화합물 용매, 니트릴 화합물 용매, 술폰시드 화합물 용매, 할로겐 화합물 용매, 에스테르 화합물 용매, 이온성 액체, 이것들의 혼합 용매 등이 열거되고, 수성 용매, 알콜 화합물 용매, 케톤 화합물 용매, 에테르 화합물 용매, 술폰시드 화합물 용매, 에스테르 화합물 용매, 아마이드 화합물 용매, 또는 이것들의 혼합물을 함유하는 것이 바람직하다. 그 중에서도, 수성 용매, 알콜 화합물 용매, 에스테르 화합물 용매, 술폰시드 화합물 용매 또는 아마이드 화합물 용매를 함유하는 것이 바람직하고, 수성 용매, 술폰시드 화합물 용매 또는 아마이드 화합물 용매를 함유하는 것이 더욱 바람직하고, 술폰시드 화합물 용매 또는 아마이드 화합물 용매를 함유하는 것이 특히 바람직하다.

<118> 술폰시드 화합물 용매로는, 예컨대 디메틸술폰시드, 디에틸술폰시드, 헥사메틸렌 술폰시드, 술포란 등이 열거된다. 아마이드 화합물 용매로는, 예컨대 N,N-디메틸포름아미드, 1-메틸-2-피롤리돈, 2-피롤리디논, 1,3-디메틸-2-이미다졸리디논, 2-피롤리디논, ϵ -카프로락탐, 포름아미드, N-메틸포름아미드, 아세트아미드, N-메틸아세트아미드, N,N-디메틸아세트아미드, N-메틸프로판아미드, 헥사메틸포스포릭 트리아미드 등이 열거된다.

<119> 또한, 양용매에 유기 안료를 용해한 유기 안료 용액의 농도로는 용해시의 조건에 있어서의 유기 안료의 양용매에 대한 포화 농도 내지 이것의 1/100 정도의 범위가 바람직하다.

<120> 유기 안료 용액 조제의 조건에 특별한 제한은 없고, 상압으로부터 아임계, 초임계 조건의 범위를 선택할 수 있다. 상압에서의 온도는 -10~150℃가 바람직하고, -5~130℃가 보다 바람직하고, 0~100℃가 특히 바람직하다.

<121> 여기에서 양용매의 구체예로서 열거한 것과 빈용매로서 열거한 것에서 공통되는 것도 있지만, 양용매 및 빈용매로서 동일한 것을 조합시키는 것이 아니라, 채용하는 각 유기 안료와의 관계에서 양용매에 대한 용해도가 빈용매에 대한 용해도보다 높으면 좋고, 예컨대 그 용해도 차이가 0.2질량% 이상인 것이 바람직하고, 0.5질량% 이상인 것이 보다 바람직하다. 양용매와 빈용매에 대한 용해도 차이에 특별한 상한은 없지만, 통상 사용되는 유기 재료를 고려하면 50질량% 이하인 것이 실제적이다.

<122> 상기 미립자 석출법에 있어서, 유기 안료를 양용매 중에 균일하게 용해시키기 위해서, 염기의 존재하에서 용해시키는 것이 바람직하다. 일반적으로 분자내에 알칼리성에서 해리가능한 기를 갖는 안료의 경우는 염기를 함유하는 용매가 사용된다. 예컨대, 퀴나크리돈, 디케토피롤로피롤, 디스아조 축합 화합물 안료는 염기의 존재하에서 용해하는 것이 바람직하다.

<123> 염기로서, 수산화 리튬, 수산화 나트륨, 수산화 칼륨, 수산화 칼슘 또는 수산화 바륨 등의 무기 염기, 또는 트리알킬아민, 디아자비시클로 운테센(DBU), 금속 알콕시드 등의 유기 염기를 사용할 수 있고, 바람직하게는 무기 염기이다.

<124> 사용되는 염기의 양은 안료를 균일하게 용해가능한 양이고, 특별히 한정하지 않지만, 무기 염기의 경우, 바람직하게는 유기 안료에 대해서 1.0~30몰당량이고, 보다 바람직하게는 1.0~25몰당량이고, 더욱 바람직하게는 1.0~20몰당량이다. 유기 염기의 경우, 바람직하게는 유기 안료에 대해서 1.0~100몰당량이고, 보다 바람직하게는 50~100몰당량이고, 더욱 바람직하게는 20~100몰당량이다.

<125> 양용매는 유기 안료의 용해성을 향상시키기 위해서, 약간의 물이나 저급 알콜 등의 염기에 대해서 높은 용해도를 갖는 용제를 유기 용매에 첨가할 수 있다. 물이나 저급 알콜의 양은 유기 안료 용액 전체량에 대해서 50질량

% 이하가 바람직하고, 30질량% 이하가 보다 바람직하다. 구체적으로는, 물, 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올, 부틸알콜 등을 사용할 수 있다.

- <126> 안료 미립자를 석출 생성시킬 때의 반응매의 조건에는 특별한 제한은 없고, 상압으로부터 아임계, 초임계 조건의 범위를 선택할 수 있다. 상압에서의 온도는 -30~100℃가 바람직하고, -10~60℃가 보다 바람직하고, 0~30℃가 특히 바람직하다. 안료 미립자 석출액의 점도는 0.5~80.0mPa·s이 바람직하고, 1.0~50.0mPa·s이 보다 바람직하다.
- <127> 유기 안료 용액과 반응매를 혼합할 때, 양자의 어느 쪽을 첨가하여 혼합해도 좋지만, 유기 안료 용액을 반응매에 첨가하여 혼합하는 것이 바람직하고, 그 때에 반응매가 교반된 상태인 것이 바람직하다. 교반 속도는 100~10000rpm이 바람직하고, 150~8000rpm이 보다 바람직하고, 200~6000rpm이 특히 바람직하다. 첨가에는 펌프 등을 사용할 수도 있고, 사용하지 않아도 좋다. 또한, 액중 첨가이어도 액외 첨가이어도 좋지만, 액중 첨가가 보다 바람직하다. 본 발명에서는 공급관을 통하여 펌프에서 액중으로 연속 공급하는 것이 바람직하다. 공급관의 내경은 0.1~200mm가 바람직하고, 0.2~100mm이 보다 바람직하다. 공급관으로부터 액중으로 공급되는 속도로는 1~10000ml/min이 바람직하고, 5~5000ml/min이 보다 바람직하다.
- <128> 유기 안료 용액과 반응매의 혼합비(안료 미립자 석출액 중의 양용매/반응매비)는 체적비로 1/50~2/3이 바람직하고, 1/40~1/2이 보다 바람직하고, 1/20~3/8이 특히 바람직하다.
- <129> 안료 미립자 석출액의 농도는 유기 입자를 생성할 수 있으면 특별히 제한되지 않지만, 분산 용매 1000ml에 대해서 유기 입자가 10~40000mg의 범위인 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 20~30000mg의 범위이고, 특히 바람직하게는 50~25000mg의 범위이다.
- <130> 또한, 안료 미립자를 생성시킬 때의 조제 스케일은 특별히 한정되지 않지만, 반응매의 혼합량이 10~2000L인 조제 스케일인 것이 바람직하고, 50~1000L인 조제 스케일인 것이 보다 바람직하다.
- <131> 유기 입자의 입경에 대해서는 계측법에 의해 수치화하여 집단의 평균크기를 표현하는 방법이 있지만, 잘 사용되는 것으로서 분포의 최대값을 나타내는 모드 지름, 적분 분포곡선의 중앙치에 해당하는 메디안 지름, 각종의 평균 지름(수 평균, 길이평균, 면적평균, 질량 평균, 체적 평균 등) 등이 있고, 본 발명에 있어서는 특별히 기재하지 않는 한, 평균 입경이란 수 평균 지름을 말한다. 컬리필터의 착색층에 함유되는 안료 미립자(1차 입자)의 평균 1차 입경(Dp)은 1~30nm인 것이 바람직하고, 1~20nm인 것이 보다 바람직하다. 안료 미립자는 결정질 입자이어도 비결정질 입자이어도 좋고, 또는 이것들의 혼합물이어도 좋다.
- <132> 또한, 입자의 단분산성을 의미하는 지표로서, 본 발명에 있어서는 특별히 한정하지 않는 한, 체적 평균 입경(Mv)과 수 평균 입경(Mn)의 비(Mv/Mn)를 사용한다. 안료 미립자(1차 입자)의 단분산성, 즉 Mv/Mn은 1.0~2.0인 것이 바람직하고, 1.0~1.8인 것이 보다 바람직하고, 1.0~1.5인 것이 특히 바람직하다.
- <133> 유기 입자의 입경의 측정방법으로는 현미경법, 질량법, 광산란법, 광차단법, 전기저항법, 음향법, 동적 광산란법이 열거되고, 현미경법, 동적 광산란법이 특히 바람직하다. 현미경법에 사용되는 현미경으로는, 예컨대 주사형 전자현미경, 투과형 전자현미경 등이 열거된다. 동적 광산란법에 의한 입자 측정장치로서, 예컨대 Nikkiso Co., Ltd. 제품의 NANORACK UPA-EX150, Otsuka Electronics Co. Ltd. 제품의 다이내믹 광산란 광도계 DLS-7000시리즈 등이 열거된다.
- <134> 상기 안료 미립자의 분산액을 조제함에 있어서, 분산제를 함유시키는 것이 바람직하다. 분산제를 함유시키는 공정은 특별하게 한정되지 않지만, 유기 안료 용액 및 반응매의 양쪽 또는 한쪽에 분산제를 첨가하여 함유시키는 것이 바람직하다. 또한, 분산제 용액을 상기 양쪽 액과는 별도로 계통으로 안료 미립자 형성시에 첨가하는 것도 바람직하다. 미리 분산제에 의해 표면처리가 실시된 안료 입자를 사용하는 것도 바람직하고, 안료 입자에는 분산제의 흡착을 촉진할 수 있도록 표면처리가 실시되어 있어도 좋다. 분산제는 (1) 석출된 안료 표면에 조속하게 흡착하여, 미세한 나노입자를 형성하고, 또한 (2) 이들 입자가 다시 응집하는 것을 막는 작용을 갖는 것이다.
- <135> 사용할 수 있는 분산제로서, 예컨대 음이온성, 양이온성, 양쪽이온성, 비이온성 또는 안료 유도체의 저분자 또는 고분자 분산제를 사용할 수 있다. 또한, 앞서 설명한 수용성 폴리머를 사용해도 좋다. 또한, 고분자 분산제의 분자량은 용액에 균일하게 용해될 수 있는 것이면 제한없이 사용할 수 있지만, 바람직하게는 분자량 1,000~2,000,000이고, 5,000~1,000,000이 보다 바람직하고, 10,000~500,000이 더욱 바람직하고, 10,000~100,000이 특히 바람직하다. 고분자 분산제로는, 구체적으로는 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐알콜, 폴리비닐메틸에테르, 폴리에틸렌옥사이드, 폴리에틸렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 폴리아크릴아미드, 비닐알콜-아세트산 비닐 공중합체, 폴리비닐알콜-부분 포르말화물, 폴리비닐알콜-부분 부티랄화물, 비닐피롤리돈-아세트산비닐

공중합체, 폴리에틸렌옥사이드/프로필렌 옥사이드 블록 공중합체, 폴리아크릴산염, 폴리비닐황산염, 폴리(4-비닐 피리딘)염, 폴리아미드, 폴리아릴아민염, 축합 나프탈렌 술폰산염, 셀룰로오스 유도체, 전분 유도체 등이 열거된다. 그 외, 알긴산염, 젤라틴, 알부민, 카세인, 아라비안 고무, 트래거캔스 고무, 리그닌 술폰산염 등의 천연 고분자류도 사용할 수 있다. 그 중에서도, 앞서 설명한 수용성 폴리머를 사용하는 것이 바람직하고, 폴리비닐피롤리돈이 보다 바람직하다. 이들 고분자는 1종 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 이들 분산제는 단독 또는 병용하여 사용할 수 있다. 안료의 분산에 사용하는 분산제에 대해서는 「안료분산 안정화와 표면처리기술·평가」(화학정보협회, 2001년 12월 발행)의 29~46쪽에 상세하게 기재되어 있다.

<136> 음이온성 분산제(음이온성 계면활성제)로는 N-아실-N-알킬타우린염, 지방산염, 알킬황산 에스테르염, 알킬벤젠 술폰산염, 알킬나프탈렌 술폰산염, 디알킬술폰신산염, 알킬인산 에스테르염, 나프탈렌술폰산 포르말린 축합물, 폴리옥시에틸렌알킬황산 에스테르염 등을 열거할 수 있다. 그 중에서도, N-아실-N-알킬타우린염이 바람직하다. N-아실-N-알킬타우린염으로는 일본 특허공개 평3-273067호 명세서에 기재되어 있는 것이 바람직하다. 이들 음이온성 분산제는 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

<137> 양이온성 분산제(양이온성 계면활성제)로는 4급 암모늄염, 알콕실화 폴리아민, 지방족 아민 폴리글리콜에테르, 지방족 아민, 지방족 아민과 지방족 알콜로부터 유도되는 디아민 및 폴리아민, 지방산으로부터 유도되는 이미다졸린 및 이들의 양이온성 물질의 염이 포함된다. 이들 양이온성 분산제는 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

<138> 양쪽이온성 분산제는 상기 음이온성 분산제가 분자내에 갖는 음이온기 부분과 양이온성 분산제가 분자내에 갖는 양이온기 부분을 함께 분자내에 갖는 분산제이다.

<139> 비이온성 분산제(비이온성 계면활성제)로는 폴리옥시에틸렌알킬 에테르, 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에테르, 폴리옥시에틸렌 지방산 에스테르, 소르비탄 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌 소르비탄 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌 알킬아민, 글리세린 지방산 에스테르 등을 열거할 수 있다. 그중에서도, 폴리옥시에틸렌알킬 아릴 에테르가 바람직하다. 이들 비이온성 분산제는 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

<140> 안료 유도체형 분산제란, 친물질로서의 유기 안료로부터 유도되고, 그 친구조를 화학수식함으로써 제조되는 안료 유도체형 분산제, 또는 화학수식된 안료 전구체의 안료화 반응에 의해 얻어진 안료 유도체형 분산제라고 정의한다. 예컨대, 당함유 안료 유도체형 분산제, 피페리딘 함유 안료 유도체형 분산제, 나프탈렌 또는 페틸렌 유도 안료 유도체형 분산제, 메틸렌기를 통하여 안료 친구조에 연결된 관능기를 갖는 안료 유도체형 분산제, 폴리머로 화학수식된 안료 친구조, 술폰산기를 갖는 안료 유도체형 분산제, 술폰아미도기를 갖는 안료 유도체형 분산제, 에테르기를 갖는 안료 유도체형 분산제, 또는 카르복실산기, 카르복실산 에스테르기 또는 카르복시아미드기를 갖는 안료 유도체형 분산제 등이 있다.

<141> 양용매에 용해시킨 유기 안료 용액을 조제할 때, 아미노기를 함유하는 안료 분산제를 공존시키는 것이 바람직하다. 여기에서, 아미노기란 1급 아미노기, 2급 아미노기, 3급 아미노기를 포함하고, 아미노기의 수는 하나이어도 복수이어도 좋다. 안료 골격에 아미노기를 갖는 치환기를 도입한 안료 유도체 화합물이어도, 아미노기를 갖는 모노머를 중합성분으로 한 폴리머 화합물이어도 좋다. 이들의 예로서, 예컨대 일본 특허공개 2000-239554호 공보, 2003-96329호 공보, 2001-31885호 공보, 일본 특허공개 평 10-339949호 공보, 일본 특허공고 평 5-72943호 공보에 기재된 화합물 등이 열거되지만, 이것들에 한정되는 것은 아니다.

<142> 상기 분산제로서, 하기 일반식(D1), (D3) 및 식(D4)으로 표시되는 화합물에서 선택되는 적어도 1종을 사용하는 것이 바람직하다.

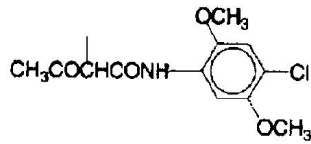
<143> <1. 일반식(D1)으로 표시되는 화합물>

일반식(D1)

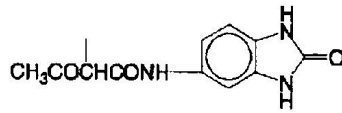


<144>

<145> 일반식(D1) 중, A는 X-Y와 함께 아조 색소를 형성할 수 있는 성분을 나타낸다. 상기 A는 디아조늄 화합물과 커플링하여 아조 색소를 형성할 수 있는 화합물이면 임의로 선택할 수 있다. 상기 A의 구체예를 이하에 나타내지만, 본 발명은 이들에 의해 조금도 한정되지 않는다.



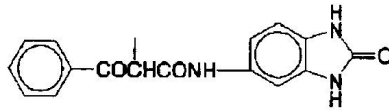
식 1-1



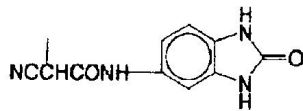
식 1-2



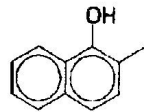
식 1-3



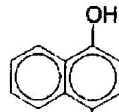
식 1-4



식 1-5

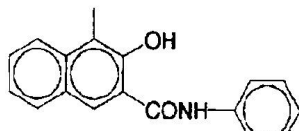


식 1-6

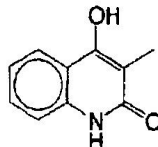


식 1-7

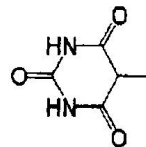
<146>



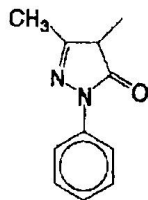
식 1-8



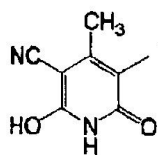
식 1-9



식 1-10



식 1-11

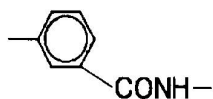


식 1-12

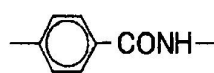
<147>

<148>

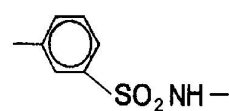
일반식(D1) 중, X는 단일결합 또는 하기 식(i)~(v)의 구조식으로 표시되는 2가의 연결기에서 선택되는 기를 나타낸다.



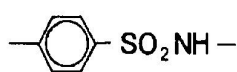
식 (i)



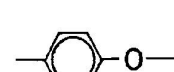
식(ii)



식(iii)



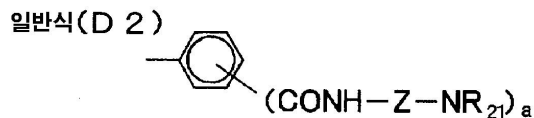
식(iv)



식(v)

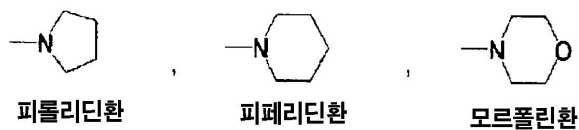
<149>

<150> 일반식(D1) 중, Y는 하기 일반식(D2)으로 표시되는 기를 나타낸다.



<151>

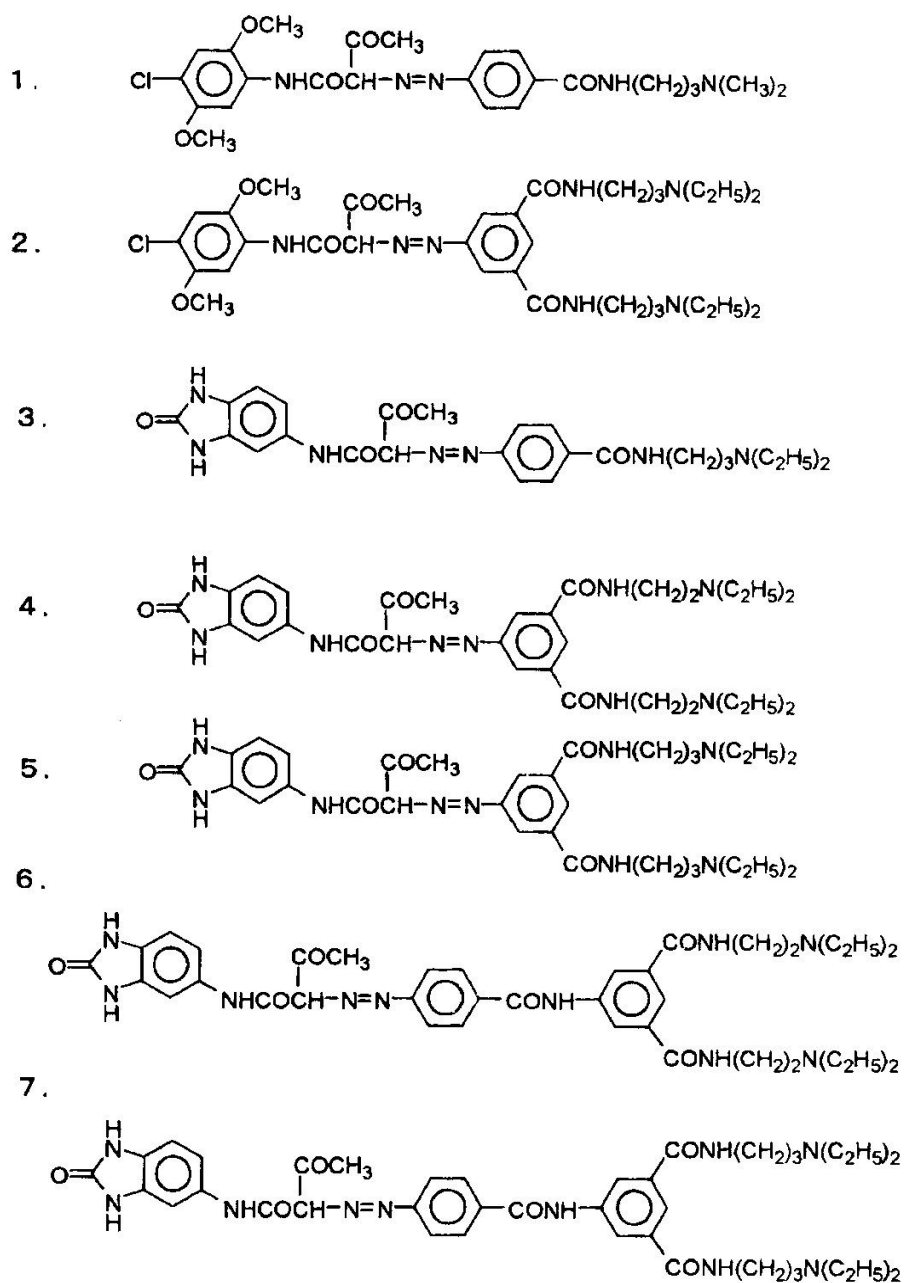
<152> 일반식(D2)중, Z는 저급 알킬렌기를 나타낸다. Z는 -(CH₂)_b-으로 표시될 수 있지만, 상기 b는 1~5의 정수를 나타내고, 바람직하게는 2 또는 3을 나타낸다. 일반식(D2) 중, -NR₂₁은 저급 알킬아미노기, 또는 질소원자를 포함하는 5 내지 6원 포화 헤테로환기를 나타낸다. 상기 -NR₂₁은 저급 알킬아미노기를 나타내는 경우, -N(C_rH_{2r+1})₂로 표시되고, r은 1~4의 정수를 나타내고, 바람직하게는 1 또는 2를 나타낸다. -NR₂₁이 질소원자를 포함하는 5 내지 6원의 포화 헤테로환기를 나타내는 경우, 하기 구조식으로 표시되는 어느 하나의 헤테로환기가 바람직하다.



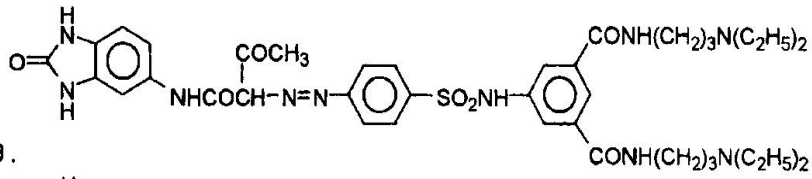
<153>

<154> 상기 일반식(D2)에 있어서의 Z 및 -NR₂₁은 각각 저급 알킬기, 알콕시기를 치환기로서 갖고 있어도 좋다. 상기 일반식(D2) 중, a는 1 또는 2를 나타내고, 바람직하게는 2를 나타낸다.

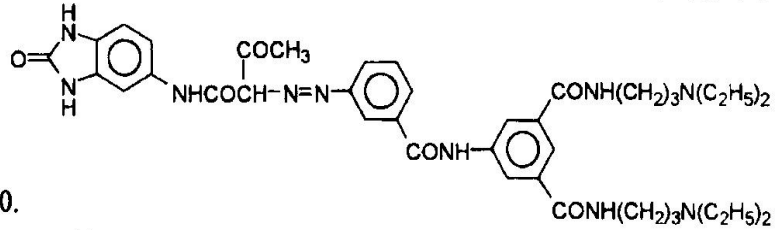
<155> 이하에, 상기 일반식(D1)으로 표시되는 화합물의 구체예를 나타내지만, 본 발명은 이들 구체예에 조금도 한정되지 않는다.



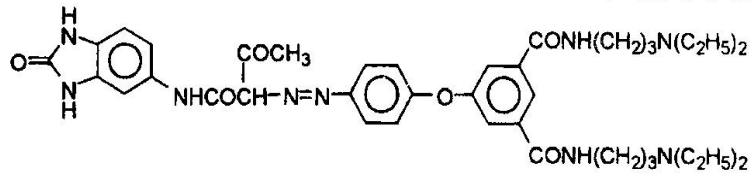
8.



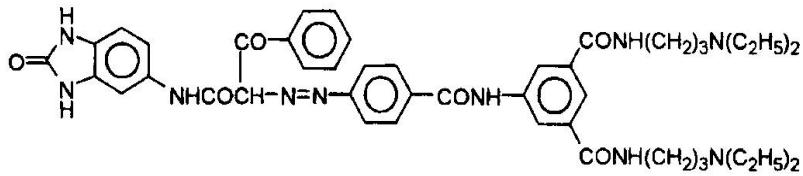
9.



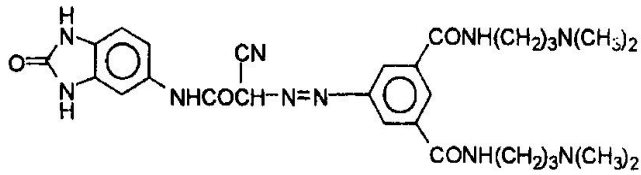
10.



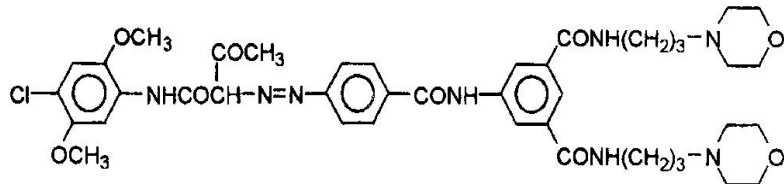
11.



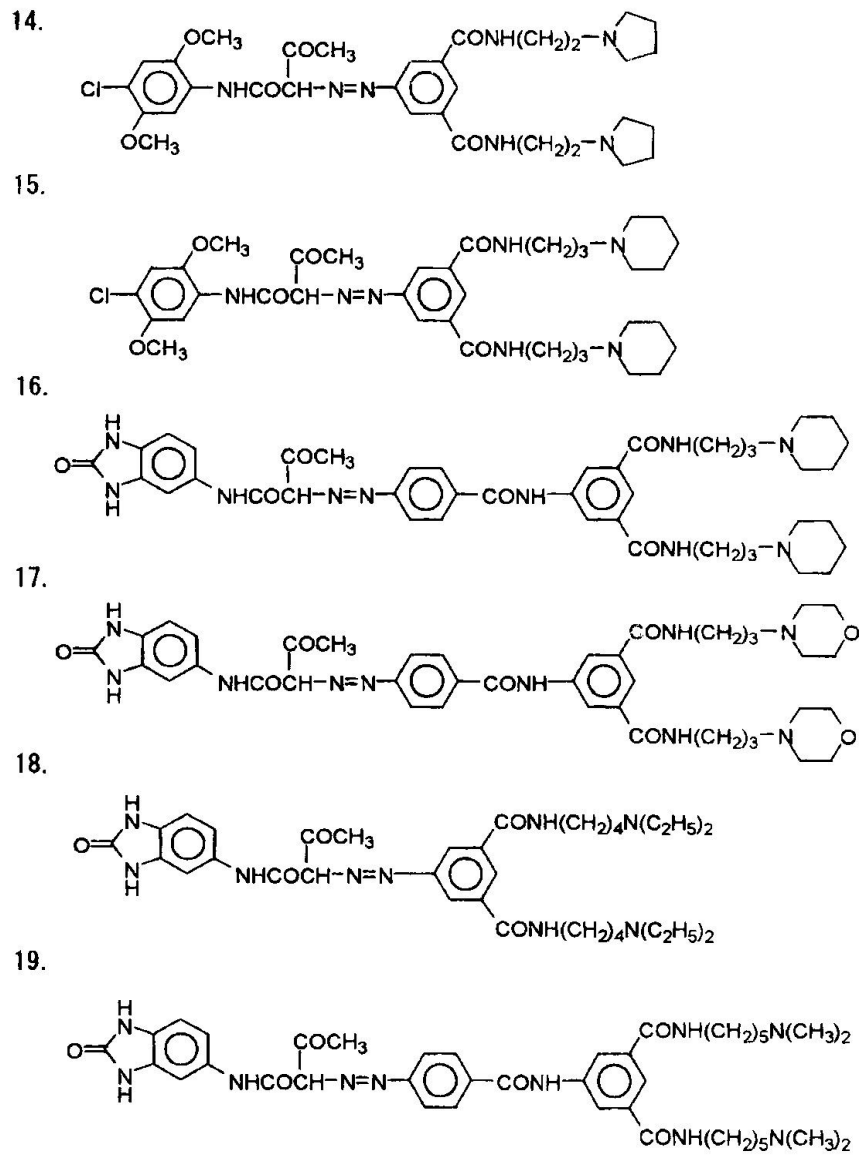
12.



13.

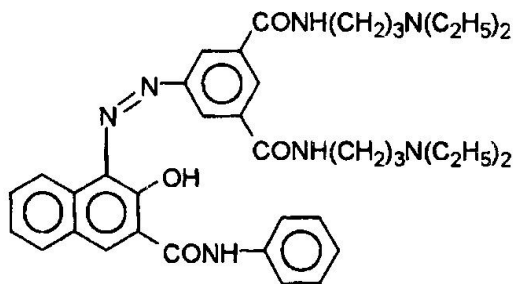


<157>

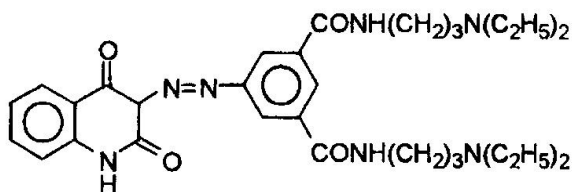


<158>

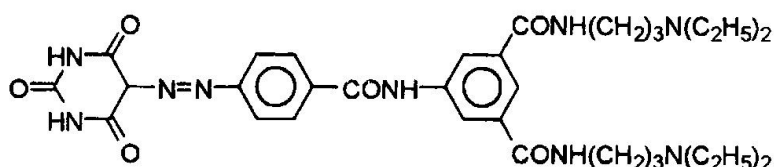
20.



21.



22.



<159>

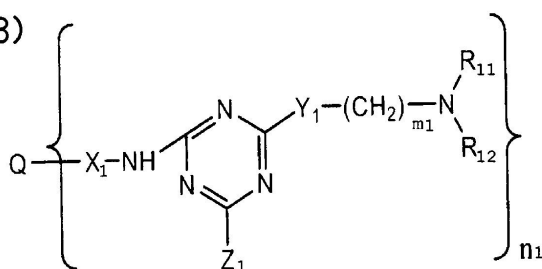
<160>

일반식(D1)으로 표시되는 화합물은, 예컨대 일본 특허공개 2000-239554호 공보에 기재된 방법에 의해 합성할 수 있다.

<161>

<2. 일반식(D3)으로 표시되는 화합물>

일반식 (D 3)



<162>

<163>

일반식(D3) 중,

<164>

Q는 안트라퀴논 화합물 색소, 아조 화합물 색소, 프탈로시아닌 화합물 색소, 퀴나크리돈 화합물 색소, 디옥사진 화합물 색소, 안트라피리미딘 화합물 색소, 안탄트론 화합물 색소, 인단트론 화합물 색소, 플라반트론 화합물 색소, 피란트론 화합물 색소, 페리논 화합물 색소, 페릴렌 화합물 색소 및 티오인디고 화합물 색소에서 선택되는 유기 색소 잔기를 나타내고, 그 중에서도 아조 화합물 색소, 또는 디옥사진 화합물 색소인 것이 바람직하고, 아조 화합물 색소인 것이 보다 바람직하다.

<165>

X₁은 -CO-, -CONH-Y₂-, -SO₂NH-Y₂- 또는 -CH₂NHCOCH₂NH-Y₂-을 나타내고, -CO-, -CONH-Y₂-인 것이 바람직하다.

<166>

Y₂는 치환기를 가져도 좋은 알킬렌기 또는 아릴렌기를 나타내고, 그 중에서도 페닐렌, 톨루일렌 또는 헥실렌인 것이 바람직하고, 페닐렌인 것이 보다 바람직하다.

<167>

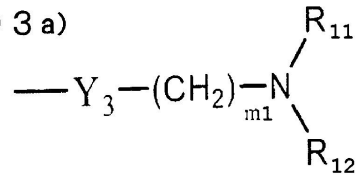
R₁₁ 및 R₁₂는 각각 독립적으로 치환 또는 무치환의 알킬기 또는 R₁₁과 R₁₂로 적어도 질소원자를 포함하는 헤테로환

기를 형성해도 좋다. 그 중에서도 메틸기, 에틸기, 프로필기 또는 질소원자를 포함하는 피롤리디닐기인 것이 바람직하고, 에틸기인 것이 보다 바람직하다.

<168> Y₁은 -NH- 또는 -O-을 나타낸다.

<169> Z₁은 수산기 또는 일반식(D3a)으로 표시되는 기를 나타내고, 또는 n₁이 1인 경우 -NH-X₁-Q이어도 좋다. m₁은 1~6의 정수를 나타내고, 2~3이 바람직하다. n₁은 1~4의 정수를 나타내고, 1~2이 바람직하다.

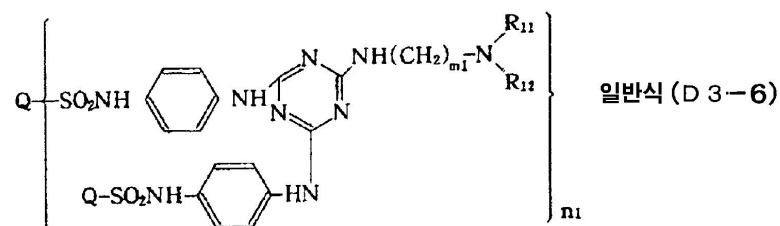
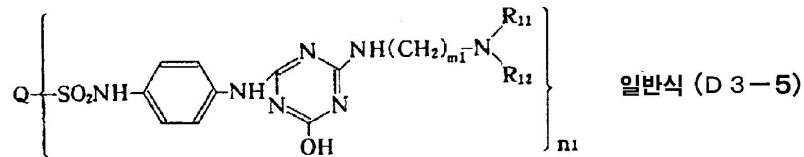
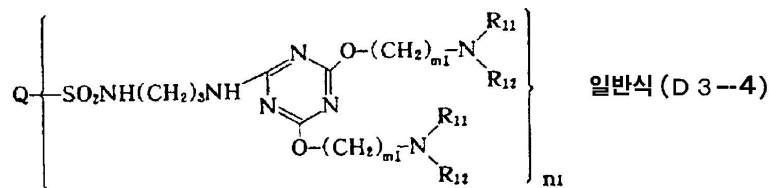
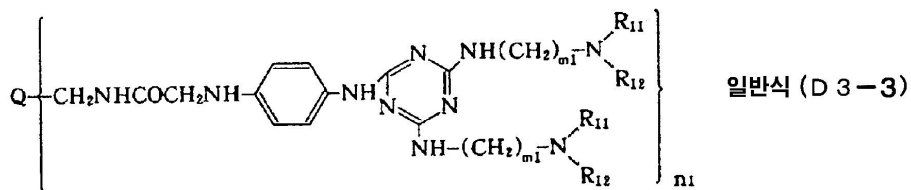
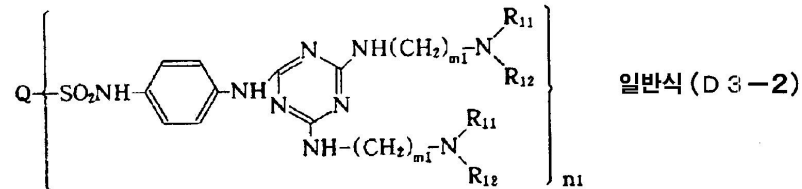
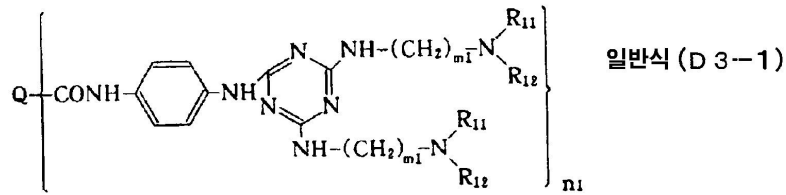
일반식 (D 3 a)



<170>

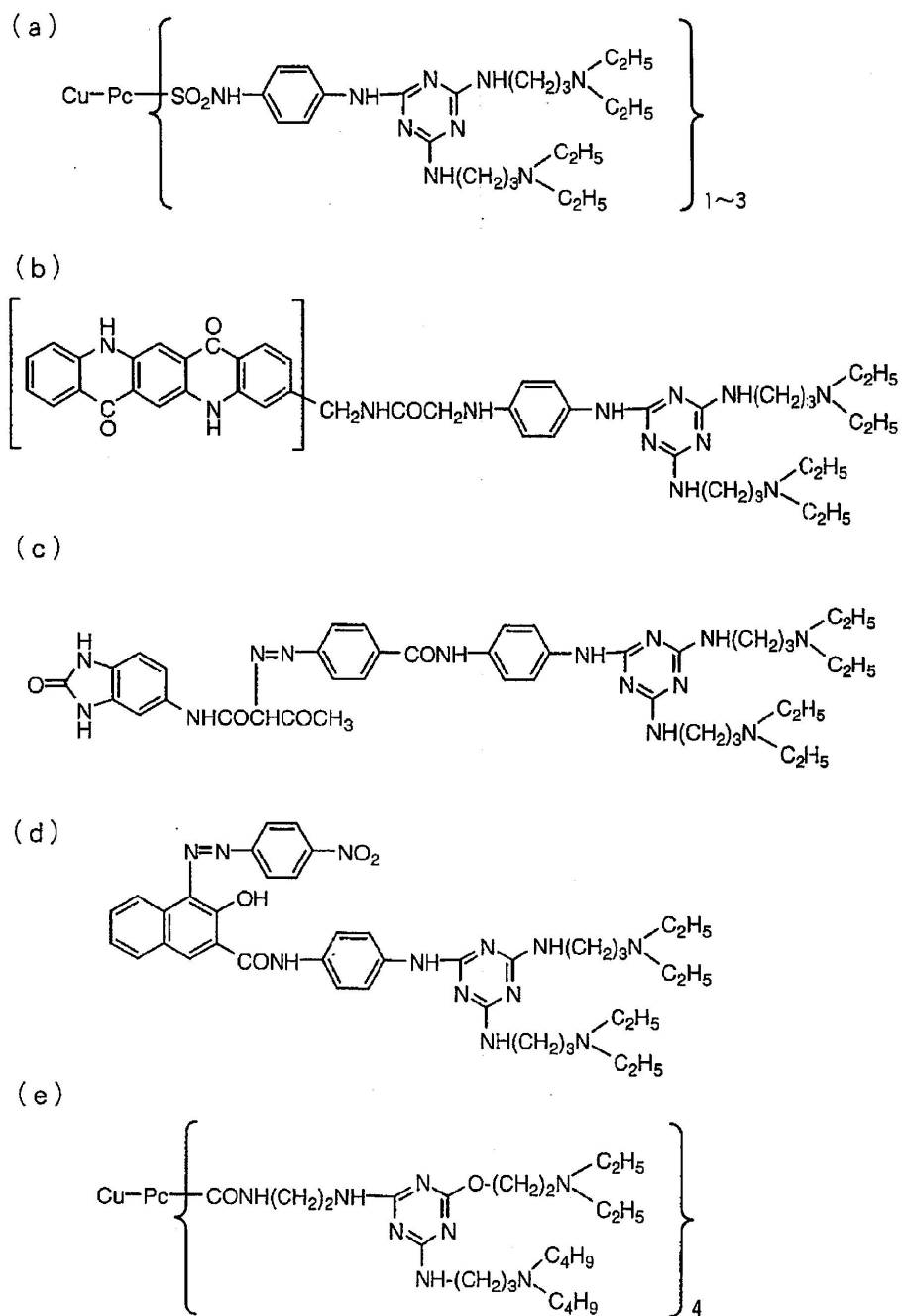
<171> 일반식(D3a) 중, Y₃은 -NH- 또는 -O-을 나타내고, m₁, R₁₁ 및 R₁₂는 일반식(D3)에 있어서의 그것들과 동일한 의미이다.

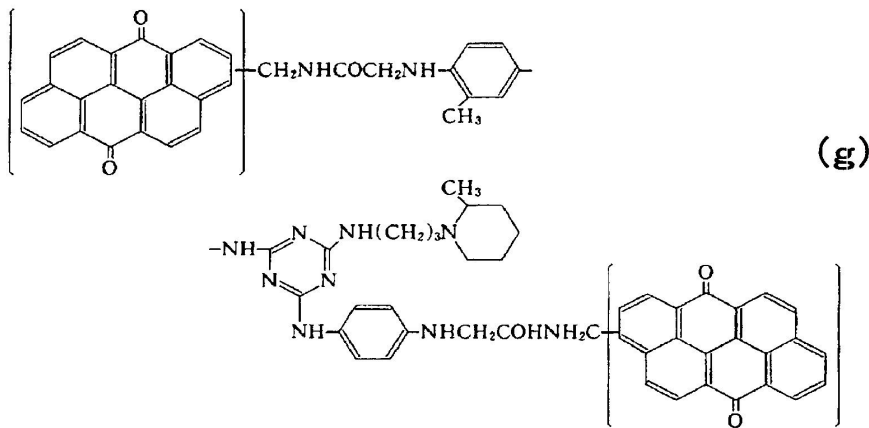
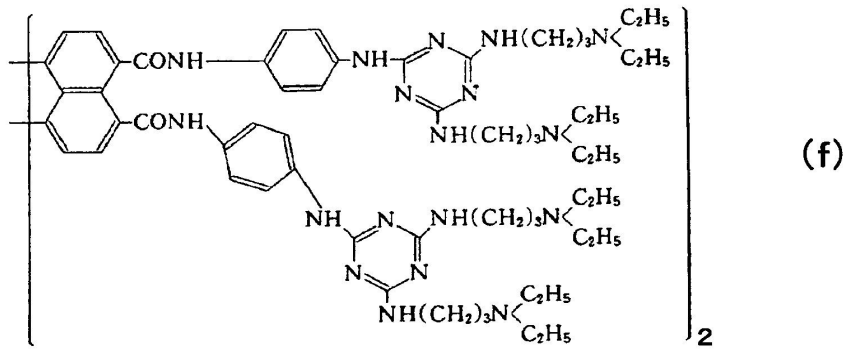
<172> 일반식(D3)으로 표시되는 화합물은 더욱 구체적으로는, 예컨대 하기 일반식으로 표시된다.



<173>

<174> 또한, 일반식(D3-1)~(D3-6)에 있어서, Q, m1, n1, R11, R12는 일반식(D3)에 있어서의 그것들과 동일한 의미이다. 이하에 일반식(D3)으로 표시되는 화합물의 구체예를 열거하지만, 본 발명은 이들에 의해 한정되는 것은 아니다. 또한, 식중 Cu-Pc는 동프탈로시아닌을 나타낸다.





<176>

<177>

일반식(D3)으로 표시되는 화합물은, 예컨대 R₁₁ 및 R₁₂를 갖는 아민 화합물과 R₁₁ 및 R₁₂를 갖는 알콜 화합물을 할로젠화 트리알진 화합물과 반응시키고, 얻어진 중간체에 색소 화합물을 반응시켜서 얻을 수 있다. 또한, 일본 특허공고 평5-72943호 명세서의 기재도 참고로 할 수 있다.

<178>

<3. 그래프트 공중합체를 함유하는 안료 분산제>

<179>

상기 안료 미립자의 석출생성에 있어서는, 아미노기 및 에테르기를 갖는 그래프트 공중합체를 함유하고, 필요에 따라 적당하게 선택한 그 밖의 성분을 함유하는 분산제를 사용하는 것도 바람직하다.

<180>

상기 그래프트 공중합체는 아미노기 및 에테르기를 적어도 갖고 있고, 그 밖의 모노머 등을 공중합체 단위로 포함하고 있어도 좋다.

<181>

상기 그래프트 공중합체의 중량 평균 분자량(Mw)으로는 3000~100000이 바람직하고, 5000~50000이 보다 바람직하다. 상기 중량 평균 분자량(Mw)이 3000 미만이면, 안료 미립자의 응집을 억제할 수 없어 점도가 상승하여 버리는 경우가 있고, 100000을 초과하면 유기용매에 대한 용해성이 부족하여 점도가 상승하여 버리는 경우가 있다.

<182>

상기 그래프트 공중합체는 (i)말단에 에틸렌성 불포화 이중결합을 갖는 중합성 올리고머, (ii)아미노기와 에틸렌성 불포화 이중결합을 갖는 모노머, 및 (iii)에테르기를 갖는 중합성 모노머를 공중합체 단위로서 적어도 포함하고, 필요에 따라 (iv)그 외의 모노머를 공중합 단위로서 포함하는 것이 바람직하다.

<183>

이들 공중합체 단위의, 상기 그래프트 공중합체에 있어서의 함유량으로는 (i)상기 중합성 올리고머가 15~98질량%인 것이 바람직하고, 25~90질량%인 것이 보다 바람직하고, (ii)아미노기 함유 모노머가 1~40질량%인 것이 바람직하고, 5~30질량%인 것이 보다 바람직하고, (iii)상기 에테르기를 갖는 중합성 모노머가 1~70질량%인 것이 바람직하고, 5~60질량%인 것이 보다 바람직하다.

<184>

상기 중합성 올리고머의 함유량이 15질량% 미만이면, 분산제로서의 입체 반발효과가 얻어지지 않아서 안료 미립자의 응집을 방지할 수 없는 경우가 있고, 98질량%를 초과하면, 상기 질소함유 모노머의 비율이 저감하여 안료 미립자에 대한 흡착능력이 저하하여 분산성이 충분하지 않은 경우가 있다. 상기 질소함유 모노머의 함유량이 1질량% 미만이면, 안료 미립자에 대한 흡착능력이 저하하여 분산성이 충분하지 않은 경우가 있고, 40질량%를 초과하면 상기 중합성 올리고머의 비율이 감소하기 때문에 분산제로서의 입체 반발효과가 얻어지지 않아서 안료

미립자의 응집을 충분히 방지할 수 없는 경우가 있다. 상기 에테르기를 갖는 중합성 모노머의 함유량이 1질량% 미만이면 컬러필터 등의 제조시 현상 적성이 충분하지 않은 경우가 있고, 70질량%을 초과하면 분산제로서의 능력이 저하하는 경우가 있다.

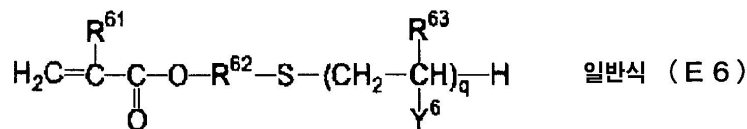
<185> (i) 중합성 올리고머

<186> 상기 중합성 올리고머(이하, 「매크로모노머」라고 칭하는 경우가 있다.)는 에틸렌성 불포화 이중결합을 갖는 기를 말단에 갖는 올리고머이다. 본 발명에 있어서는, 상기 중합성 올리고머 중에서도 상기 올리고머의 양 말단 내의 일측에만 상기 에틸렌성 불포화 이중결합을 갖는 기를 갖는 것이 바람직하다.

<187> 상기 올리고머로는 일반적으로, 예컨대 알킬(메타)아크릴레이트, 히드록시알킬(메타)아크릴레이트, 스티렌, 아크릴로니트릴, 아세트산 비닐 및 부타디엔에서 선택되는 적어도 1종의 모노머로 형성된 단독 중합체 또는 공중합체 등이 열거되고, 이들 중에서도 알킬(메타)아크릴레이트의 단독 중합체 또는 공중합체, 폴리스티렌 등이 바람직하다. 본 발명에 있어서, 이들 올리고머는 치환기로 치환되어 있어도 좋고, 상기 치환기로는 특별한 제한은 없지만, 예컨대 할로겐 원자 등이 열거된다.

<188> 상기 에틸렌성 불포화 이중결합을 갖는 기로는, 예컨대 (메타)아크릴로일기, 비닐기 등이 적합하게 열거되고, 이들 중에서도 (메타)아크릴로일기가 특히 바람직하다.

<189> 본 발명에 있어서는 상기 중합성 올리고머 중에서도 하기 일반식(E6)으로 표시되는 올리고머가 바람직하다.



<190>

<191> 상기 일반식(E6)에 있어서, R^{61} 및 R^{63} 은 수소원자 또는 메틸기를 나타낸다. R^{62} 는 탄소수 1~8개의 알콜성 수산기로 치환되어도 좋은 알킬렌기를 나타내고, 탄소수 2~4개의 알킬렌기가 바람직하다. Y^6 은 페닐기, 탄소수 1~4개의 알킬기를 갖는 페닐기, 또는 $-\text{COOR}^{64}$ (여기에서, R^{64} 는 탄소수 1~6개의 알콜성 수산기, 할로겐으로 치환되어도 좋은 알킬기, 페닐기, 또는 탄소수 7~10개의 아릴알킬기를 나타낸다.)를 나타내고, 페닐기 또는 $-\text{COOR}^{64}$ (여기에서, R^{64} 는 탄소수 1~4개의 알콜성 수산기로 치환되어도 좋은 알킬기를 나타낸다.)가 바람직하다. q 는 20~200을 나타낸다.

<192> 상기 중합성 올리고머의 구체예로는 폴리-2-히드록시에틸(메타)아크릴레이트, 폴리스티렌, 폴리메틸(메타)아크릴레이트, 폴리-n-부틸(메타)아크릴레이트, 폴리-i-부틸(메타)아크릴레이트, 이들의 공중합체에 있어서, 분자 말단 중 하나에 (메타)아크릴로일기가 결합된 폴리머가 바람직하다.

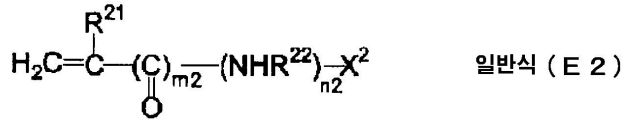
<193> 상기 중합성 올리고머는 시판품이어도 좋고, 적당하게 합성한 것이어도 좋고, 상기 시판품으로는, 예컨대 편말단 메타크릴로일화 폴리스티렌 올리고머($M_n=6000$, 상품명: AS-6, Toagosei Chemical Industry Co., Ltd. 제품), 편말단 메타크릴로일화 폴리메틸메타크릴레이트 올리고머($M_n=6000$, 상품명: AA-6, Toagosei Chemical Industry Co., Ltd. 제품), 편말단 메타크릴로일화 폴리-n-부틸아크릴레이트 올리고머($M_n=6000$, 상품명: AB-6, Toagosei Chemical Industry Co., Ltd. 제품), 편말단 메타크릴로일화 폴리메틸메타크릴레이트/2-히드록시에틸메타크릴레이트 올리고머($M_n=7000$, 상품명: AA-714, Toagosei Chemical Industry Co., Ltd. 제품), 편말단 메타크릴로일화 폴리부틸메타크릴레이트/2-히드록시에틸메타크릴레이트 올리고머($M_n=7000$, 상품명: 707S, Toagosei Chemical Industry Co., Ltd. 제품), 편말단 메타크릴로일화 폴리-2-에틸헥실 메타크릴레이트/2-히드록시에틸메타크릴레이트 올리고머($M_n=7000$, 상품명: AY-707S, AY-714S, Toagosei Chemical Industry Co., Ltd. 제품) 등이 열거된다.

<194> 본 발명에 있어서의 상기 중합성 올리고머의 바람직한 구체예로는 알킬(메타)아크릴레이트의 중합체 및 알킬(메타)아크릴레이트와 폴리스티렌의 공중합체에서 선택되는 적어도 1종의 올리고머이고, 수 평균 분자량이 1000~20000이고, 말단에 (메타)아크릴로일기를 갖는 것이 열거된다.

<195> (ii)아미노기 함유 모노머

<196> 상기 아미노기 함유 모노머로는, 예컨대 하기 일반식(E2)으로 표시되는 화합물에서 선택되는 적어도 1종이 바람

직하게 열거된다.



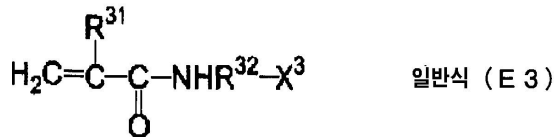
<197>

<198> 상기 일반식(E2)에 있어서, R^{21} 은 수소원자 또는 메틸기를 나타낸다. R^{22} 는 탄소수 1~8개의 알킬렌기를 나타내고, 이들 중에서도 탄소수 1~6개의 알킬렌기가 바람직하고, 탄소수 2~3개의 알킬렌기가 특히 바람직하다.

<199> X^2 는 $-\text{N}(\text{R}^{23})(\text{R}^{24})$, $-\text{R}^{25}\text{N}(\text{R}^{26})(\text{R}^{27})$ 을 나타낸다. 여기에서, R^{23} 및 R^{24} 는 수소원자, 탄소수 1~6개의 알킬기 또는 페닐기를 나타낸다. R^{25} 는 탄소수 1~6개의 알킬렌기를 나타내고, R^{26} 및 R^{27} 은 수소원자, 탄소수 1~6개의 알킬기 또는 페닐기를 나타낸다.

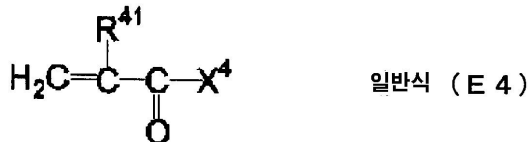
<200> 상기 중, $-\text{N}(\text{R}^{23})(\text{R}^{24})$ 의 R^{23} 및 R^{24} 는 수소원자 또는 탄소수 1~4개의 알킬기 또는 페닐기가 바람직하고, $-\text{R}^{25}\text{N}(\text{R}^{26})(\text{R}^{27})$ 의 R^{25} 는 탄소수 2~6개의 알킬렌기가 바람직하고, R^{26} 및 R^{27} 은 탄소수 1~4개의 알킬기가 바람직하다. m^2 및 $n2$ 는 1 또는 0을 나타내고, $m2=1$ 또한 $n2=1$, 또는 $m2=1$ 또한 $n2=0$ 이 바람직하다(즉, 하기 일반식(E3), (E4)으로 표시되는 모노머에 대응한다).

<201> 본 발명에 있어서는, 상기 일반식(E2)으로 표시되는 모노머 중에서도 하기 일반식(E3) 및 (E4) 중 어느 하나로 표시되는 모노머에서 선택되는 적어도 1종이 바람직하다.



<202>

<203> 상기 일반식(E3)에 있어서, R^{31} 은 R^{21} 과 동일한 의미이다. R^{32} 는 R^{22} 와 동일한 의미이다. X^3 은 X^2 와 동일한 의미이다.



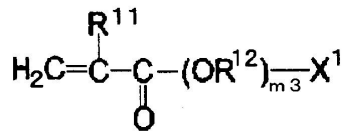
<204>

<205> 상기 일반식(E4)에 있어서, R^{41} 은 R^{21} 과 동일한 의미이다. X^4 는 X^2 와 동일한 의미이고, $-\text{N}(\text{R}^{43})(\text{R}^{44})$ (여기에서, R^{43} 및 R^{44} 는 R^{23} 및 R^{24} 와 동일한 의미이다.), 또는 $-\text{R}^{45}\text{N}(\text{R}^{46})(\text{R}^{47})$ (여기에서, R^{45} , R^{46} 및 R^{47} 은 각각 R^{25} , R^{26} 및 R^{27} 과 동일한 의미이다.)가 바람직하다.

<206> 상기 일반식(E2)으로 표시되는 모노머의 구체예로는 디메틸(메타)아크릴아미드, 디에틸(메타)아크릴아미드, 디이소프로필(메타)아크릴아미드, 디-n-부틸(메타)아크릴아미드, 디-i-부틸(메타)아크릴아미드, 모르폴리노(메타)아크릴아미드, 피페리디노(메타)아크릴아미드, N-메틸-2-피롤리딘(메타)아크릴아미드 및 N,N-메틸페닐(메타)아크릴아미드(이상, (메타)아크릴아미드류); 2-(N,N-디메틸아미노)에틸(메타)아크릴아미드, 2-(N,N-디에틸아미노)에틸(메타)아크릴아미드, 3-(N,N-디에틸아미노)프로필(메타)아크릴아미드, 3-(N,N-디메틸아미노)프로필(메타)아크릴아미드, 1-(N,N-디메틸아미노)-1,1-디메틸메틸(메타)아크릴아미드, 6-(N,N-디에틸아미노)헥실(메타)아크릴아미드(이상, 아미노알킬(메타)아크릴아미드류) 등이 바람직한 것으로서 열거된다.

<207> (iii)에테르기를 갖는 중합성 모노머

<208> 상기 에테르기를 갖는 중합성 모노머로는, 예컨대 하기 일반식(E1)으로 표시되는 모노머에서 선택되는 적어도 1종이 바람직하게 열거된다.



일반식 (E 1)

<209>

<210> 상기 일반식(E1)에 있어서, R^{11} 은 수소원자 또는 메틸기를 나타낸다. R^{12} 는 탄소수 1~8개의 알킬렌기를 나타내고, 그 중에서도 탄소수 1~6개의 알킬렌기가 바람직하고, 탄소수 2~3개의 알킬렌기가 보다 바람직하다. X^1 은 $-\text{OR}^{13}$ 또는 $-\text{OCOR}^{14}$ 를 나타낸다. 여기에서, R^{13} 은 수소원자, 탄소수 1~18개의 알킬기, 페닐기, 또는 탄소수 1~18개의 알킬기로 치환된 페닐기를 나타낸다. R^{14} 는 탄소수 1~18개의 알킬기를 나타낸다. 또한, m_3 은 2~200을 나타내고, 5~100이 바람직하고, 10~100이 특히 바람직하다.

<211> 상기 에테르기를 갖는 중합성 모노머로는 에테르기를 갖고 또한 중합성인 것이면 특별한 제한은 없고, 통상의 것 중에서 적당하게 선택할 수 있고, 예컨대 폴리에틸렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트, 폴리프로필렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트, 폴리에틸렌글리콜 폴리프로필렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트, 폴리테트라메틸렌글리콜 모노메타아크릴레이트 등이 열거되고, 이들은 시판품이어도 좋고, 적당하게 합성한 것이어도 좋다. 상기 시판품으로는 메톡시 폴리에틸렌글리콜 메타아크릴레이트(상품명: NK ESTER M-40G, M-90G, M-230G(이상, Toagosei Chemical Industry Co., Ltd. 제품); 상품명: BLENMER PME-100, PME-200, PME-400, PME-1000, PME-2000, PME-4000(이상, Nippon Yushi Co., Ltd. 제품), 폴리에틸렌글리콜 모노메타아크릴레이트(상품명: BLENMER PE-90, PE-200, PE-350, Nippon Yushi Co., Ltd. 제품), 폴리프로필렌글리콜 모노메타아크릴레이트(상품명: BLENMER PP-500, PP-800, PP-1000, Nippon Yushi Co., Ltd. 제품), 폴리에틸렌글리콜 폴리프로필렌글리콜 모노메타아크릴레이트(상품명: BLENMER 70PEP-370B, Nippon Yushi Co., Ltd. 제품), 폴리에틸렌글리콜 폴리테트라메틸렌글리콜 모노메타아크릴레이트(상품명: BLENMER 55PET-800, Nippon Yushi Co., Ltd. 제품), 폴리프로필렌글리콜 폴리테트라메틸렌글리콜 모노메타아크릴레이트(상품명: BLENMER NHK-5050, Nippon Yushi Co., Ltd. 제품) 등이 열거된다.

<212> (iv)그 외의 모노머

<213> 상기 그래프트 공중합체는 상기 그 외의 모노머를 공중합체 단위로서 더 함유하고 있어도 좋고, 상기 그외의 모노머로는 특별히 제한하지 않고 목적에 따라서 적당하게 선택할 수 있지만, 예컨대 방향족 비닐 화합물(예, 스티렌, α -메틸스티렌 및 비닐톨루엔), (메타)아크릴산 알킬에스테르(예, 메틸(메타)아크릴레이트, 에틸(메타)아크릴레이트, n-부틸(메타)아크릴레이트 및 i-부틸(메타)아크릴레이트), (메타)아크릴산 알킬아릴에스테르(예, 벤질(메타)아크릴레이트), 글리시딜(메타)아크릴레이트, 카르복실산 비닐에스테르(예, 아세트산 비닐 및 프로피온산 비닐), 시안화 비닐(예, (메타)아크릴로니트릴 및 α -클로로아크릴로니트릴) 및 지방족 공역 디엔(예, 1,3-부타디엔 및 이소프렌), (메타)아크릴산 등이 열거된다. 이들 중에서도, 불포화 카르복실산, (메타)아크릴산 알킬에스테르, (메타)아크릴산 알킬아릴에스테르 및 카르복실산 비닐에스테르가 바람직하다.

<214> 상기 그래프트 공중합체에 있어서의 상기 그외의 모노머의 함유량으로는, 예컨대 5~70질량%가 바람직하다. 상기 함유율이 5질량% 미만이면 도포막의 물성 제어를 할 수 없게 되는 경우가 있고, 70중량%를 초과하면 분산제로서의 능력이 충분히 발휘되지 않는 경우가 있다.

<215> 상기 그래프트 공중합체의 바람직한 구체예로는,

<216> (11) 3-(N,N-디메틸아미노)프로필아크릴아미드/폴리에틸렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트/말단 메타아크릴로일화 폴리메틸(메타)아크릴레이트 공중합체,

<217> (12) 3-(N,N-디메틸아미노)프로필아크릴아미드/폴리에틸렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트/말단 메타아크릴로일화 폴리스티렌 공중합체,

<218> (13) 3-(N,N-디메틸아미노)프로필아크릴아미드/폴리에틸렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트/메틸(메타)아크릴레이트 말단 메타아크릴로일화 폴리스티렌 공중합체,

<219> (14) 3-(N,N-디메틸아미노)프로필아크릴아미드/폴리에틸렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트/말단 메타아크릴로일화 메틸(메타)아크릴레이트 및 2-히드록시에틸메타아크릴레이트의 공중합체의 공중합체,

<220> (15) 3-(N,N-디메틸아미노)프로필아크릴아미드/폴리에틸렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트/말단 메타아크릴로일화

메틸메타아크릴레이트 및 2-히드록시에틸메타크릴레이트의 공중합체의 공중합체,

(16) 3-(N,N-디메틸아미노)프로필아크릴아미드/폴리에틸렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트/말단 메타크로일화 메틸메타크릴레이트 및 2-히드록시에틸메타크릴레이트의 공중합체의 공중합체,

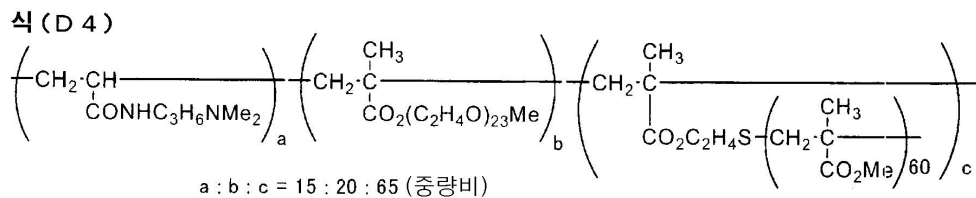
(17) 3-(N,N-디메틸아미노)프로필아크릴아미드/폴리프로필렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트/말단 메타크로일화 폴리메틸(메타)아크릴레이트 공중합체,

(18) 3-(N,N-디메틸아미노)프로필아크릴아미드/폴리에틸렌글리콜 폴리프로필렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트/말단 메타크로일화 폴리메틸(메타)아크릴레이트 공중합체,

(19) 3-(N,N-디메틸아미노)프로필아크릴아미드/폴리에틸렌글리콜 폴리에테트라메틸렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트/말단 메타크로일화 폴리메틸(메타)아크릴레이트 공중합체,

(20) 3-(N,N-디메틸아미노)프로필아크릴아미드/폴리프로필렌글리콜 폴리에테트라메틸렌글리콜 모노(메타)아크릴레이트/말단 메타크로일화 폴리메틸(메타)아크릴레이트 공중합체 등이 열거된다.

그 중에서도, (11), (14), (18)이 바람직하고, 하기 식(D4)으로 표시되는 화합물이 보다 바람직하다. 식(D4)중, Me는 메틸기를 나타낸다.



상기 그래프트 공중합체는 상기 각 공중합체 단위가 되는 성분을, 예컨대 용매 중에서 라디칼 중합시킴으로써 얻을 수 있다. 상기 라디칼 중합시, 라디칼 중합개시제를 사용할 수 있고, 또한 연쇄이동제(예, 2-메르캅토에탄올 및 도데실메르캅탄)를 더 사용할 수 있다. 그래프트 공중합체를 함유하는 안료 분산제에 대해서는 일본 특허 공개 2001-31885호 공보의 기재를 참고로 할 수도 있다.

분산제의 함유량은 안료 입자의 균일 분산성 및 보존 안정성을 보다 한층 향상시키기 위해서, 안료 100질량부에 대해서 0.1~1000질량부의 범위인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 1~500질량부의 범위이고, 더욱 바람직하게는 5~20질량부의 범위이다. 0.1질량부 미만이면 안료 미립자의 분산 안정성의 향상이 보여지지 않는 경우가 있다. 또한, 분산제는 단독으로 사용해도, 복수의 것을 조합하여 사용해도 좋다.

분산제의 함유량은 유기 입자의 균일 분산성 및 보존 안정성을 보다 한층 향상시키기 위해서, 유기 안료 100질량부에 대해서 0.1~1000질량부의 범위인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 1~500질량부의 범위이고, 더욱 바람직하게는 5~20질량부의 범위이다. 0.1질량부 미만이면 안료 미립자의 분산 안정성의 향상이 보여지지 않는 경우가 있다.

[농축]

상기 안료 미립자 분산액을 탈염 농축함으로써 컬러필터 도포액이나 잉크젯용 잉크에 적합한 농축액을 공업적인 규모로 생산하는 것이 가능하다.

농축 방법에 대해서는, 안료 미립자액을 농축할 수 있으면 특별히 제약하지 않지만, 예컨대 안료 미립자 분산액에 추출용매를 첨가 혼합하고, 안료 미립자를 상기 추출용매상에 농축 추출하고, 그 농축 추출액을 필터 등에 의해 여과하여 농축 나노입자액으로 하는 방법, 원심분리에 의해 안료 미립자를 침강시켜서 농축하는 방법, 한외여과에 의해 탈염 농축을 행하는 방법, 진공 동결건조에 의해 용매를 승화시켜서 농축하는 방법, 가열 또는 감압에 의한 용매를 건조시켜서 농축하는 방법 등이 바람직하다. 또한, 이것들의 조합 등이 매우 바람직하게 사용된다.

농축후의 안료 미립자 농도에 대해서는 1~100질량%가 바람직하고, 5~100질량%가 보다 바람직하고, 10~100질량%가 특히 바람직하다.

이 농축 추출에 사용되는 추출용매는 특별히 한정하지 않지만, 안료 미립자 분산액의 분산 용매(예컨대, 수성 용매)와 실질적으로 혼합되지 않고(본 발명에 있어서, 실질적으로 혼합되지 않는 것이란 상용성이 낮은 것을 말

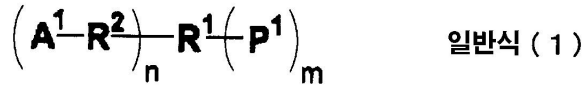
하고), 용해량 50질량% 이하가 바람직하고, 30질량% 이하가 보다 바람직하다. 이 용해량에 특별한 하한은 없지만, 일반적인 용매의 용해성을 고려하면 1질량% 이상인 것이 실제적이다.), 혼합후 정치하면 계면을 형성하는 용매인 것이 바람직하다. 또한, 이 추출용매는 안료 미립자가 추출용매 중에서 재분산할 수 있는 약한 응집(밀링 또는 고속교반 등의 높은 전단력을 가하지 않아도 재분산이 가능한 플록크를 생성하는 용매인 것이 바람직하다. 이러한 상태이면, 입자 사이즈를 변화시키는 강고한 응집을 일으키지 않고, 목적인 안료 미립자를 추출용매에서 습윤시키는 한편, 필터 여과 등에 의해 용이하게 물 등의 분산 용매를 제거할 수 있는 점에서 바람직하다. 추출용매로는 에스테르 화합물 용매, 알콜 화합물 용매, 방향족 화합물 용매, 지방족 화합물 용매가 바람직하고, 에스테르 화합물 용매, 방향족 화합물 용매 또는 지방족 화합물 용매가 보다 바람직하고, 에스테르 화합물 용매가 특히 바람직하다.

- <236> 에스테르 화합물 용매로는, 예컨대 2-(1-메톡시)프로필아세테이트, 아세트산 에틸, 락트산 에틸 등이 열거된다. 알콜 화합물 용매로는, 예컨대 n-부탄올, 이소부탄올 등이 열거된다. 방향족 화합물 용매로는, 예컨대 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등이 열거된다. 지방족 화합물 용매로는, 예컨대 n-헥산, 시클로헥산 등이 열거된다. 또한, 추출용매는 상기 바람직한 용매에 의한 순용매이어도, 복수의 용매에 의한 혼합 용매이어도 좋다.
- <237> 추출용매의 양은 안료 미립자를 추출할 수 있으면 특별히 제약하지 않지만, 농축하여 추출하는 것을 고려하여 안료 미립자 분산액보다 소량인 것이 바람직하다. 이것을 체적비로 나타내면, 안료 미립자 분산액을 100이라고 했을 때, 첨가되는 추출용매는 1~100의 범위인 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 10~90의 범위이고, 20~80의 범위가 특히 바람직하다. 지나치게 많으면 농축화에 엄청난 시간을 요하고, 지나치게 적으면 추출이 불충분하여 분산 용매 중에 나노입자가 잔존한다.
- <238> 추출용매를 첨가한 후, 분산액과 충분히 접촉하도록 교반 혼합하는 것이 바람직하다. 교반 혼합은 통상의 방법을 사용할 수 있다. 추출용매를 첨가하여 혼합할 때의 온도에 특별한 제약은 없지만, 1~100℃인 것이 바람직하고, 5~60℃인 것이 보다 바람직하다. 추출용매의 첨가, 혼합은 각각의 공정을 바람직하게 실시할 수 있는 것이면 어느 장치를 사용하여도 좋지만, 예컨대 분액로트형 장치를 이용하여 실시할 수 있다.
- <239> 한외여과에 의한 경우, 예컨대 할로겐화는 에멀전의 탈염/농축에 사용되는 방법을 적용할 수 있다. Research Disclosure No.10208(1972), No.13122(1975) 및 No.16351(1977)이 알려져 있다. 조작 조건으로서 중요한 압력 차나 유량은 오야 하루히코 저 「막이용 기술 핸드북」 행성방 출판(1978), p.275에 기재된 특성 곡선을 참고로 선정할 수 있지만, 목적의 안료 미립자 분산물을 처리하는 점에서는 입자의 응집을 억제하기 위해서 최적 조건을 찾아낼 필요가 있다. 또한, 막투과로부터 손실되는 용매를 보충하는 방법에 있어서는 연속하여 용매를 첨가하는 정용량식과 단속적으로 분할하여 첨가하는 회분식이 있지만, 탈염처리 시간이 상대적으로 짧은 정용량식이 바람직하다. 이렇게 하여 보충하는 용매로는 이온교환 또는 증류하여 얻어진 순수를 사용하지만, 순수 중에 분산제, 분산제의 빈용매를 혼합해도 좋고, 안료 미립자 분산물에 직접 첨가해도 좋다.
- <240> 한외여과막은 이미 모듈로서 조립된 평판형, 나선형, 원통형, 중공사형, 호모파이버형 등이 Asahi Kasei Corporation, Daicel Chemical Industries, Ltd. Toray Industries, Inc., Nitto Denko Corporation 등으로부터 시판되고 있지만, 총 막면적이나 세정성 관점에서 나선형 또는 중공사형이 바람직하다. 또한, 막을 투과할 수 있는 성분의 역치의 지표가 되는 분획 분자량은 사용되는 분산제의 분자량으로부터 결정할 필요가 있지만, 5,000 이상 50,000 이하의 것이 바람직하고, 5,000 이상 15,000 이하의 것이 보다 바람직하다.
- <241> 안료 미립자 분산액의 분산용매와 농축 추출액을 분리하기 위해서, 필터 여과하는 것이 바람직하다. 필터 여과의 장치는, 예컨대 가압 여과와 같은 장치를 사용할 수 있다. 바람직한 필터로는 나노 필터, 울트라 필터 등이 열거된다. 필터 여과에 의해 잔류한 분산용매의 제거를 행하고, 농축 추출액 중의 안료 미립자를 더 농축하여 농축 나노입자액으로 하는 것이 바람직하다.
- <242> 동결건조의 방법은 특별히 한정하지 않고, 당업자가 이용가능한 방법이면 어떠한 것을 채용해도 좋다. 예컨대, 냉매직랭방법, 증복냉동방법, 열매순환방법, 삼중열교환방법, 간접가열 동결방법이 열거되지만, 바람직하게는 냉매직창방법, 간접가열 동결방법, 보다 바람직하게는 간접가열 동결방법을 사용하는 것이 좋다. 어느 방법에 있어도, 예비동결을 행한 후 동결건조를 행하는 것이 바람직하다. 예비동결의 조건은 특별히 한정하지 않지만, 동결건조를 행할 시료는 전부 동결되어 있을 필요가 있다.
- <243> 간접가열 동결방법의 장치로는, 소형 동결건조기, FTS 동결건조기, LYOVAC 동결건조기, 시험용 동결건조기, 연구용 동결건조기, 삼중 열교환 진공동결건조기, 모노쿨링식 동결건조기, 보다 바람직하게는 소형 동결건조기, 모노쿨링식 동결건조기를 사용하는 것이 좋다.

- <244> 동결건조의 온도는 특별히 한정하지 않지만, 예컨대 $-190\sim-4^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 $-120\sim-20^{\circ}\text{C}$, 보다 바람직하게는 $-80\sim-60^{\circ}\text{C}$ 정도이다. 동결건조 압력도 특별히 한정하지 않고, 당업자가 적당히 선택가능하지만, 예컨대 $0.1\sim35\text{Pa}$, 바람직하게는 $1\sim15\text{Pa}$, 더욱 바람직하게는 $5\sim10\text{Pa}$ 정도에서 행하는 것이 좋다. 동결건조시간은, 예컨대 2~48시간, 바람직하게는 6~36시간, 보다 바람직하게는 16~26시간 정도이다. 하지만, 이들 조건은 당업자에 의해 적당히 선택가능하다. 동결건조방법에 대해서는, 예컨대 제제기기술 핸드북: 일본 제제기술 연구회편, 치진쇼칸, p.120~129(2000년 9월); 진공 핸드북: 일본진공기술주식회사편, Ohm Publishing Co., Ltd., p.328~331(1992년); 동결 및 건조연구회 회지: 이토우 효지타, No.15, p.82(1965년) 등을 참조할 수 있다.
- <245> 원심분리에 의한 안료 미립자의 농축에 사용되는 원심분리기는 안료 미립자 분산액(또는 안료 미립자 농축 추출액) 중의 안료 미립자를 침강시킬 수 있는 것이면 어느 장치를 사용해도 좋다. 원심분리기로는, 예컨대 범용의 장치 외에도 스키밍 기능(회전 중에 상청액을 흡인하여, 계외로 배출하는 기능)을 가진 것이나, 연속적으로 고형물을 배출하는 연속 원심분리기 등이 열거된다.
- <246> 원심분리 조건은 원심력(중력가속도의 몇 배의 원심가속도가 가해지는지를 나타내는 값)으로 $50\sim10000$ 이 바람직하고, $100\sim8000$ 이 보다 바람직하고, $150\sim6000$ 이 특히 바람직하다. 원심분리시의 온도는 분산액의 용제 종에 의하지만, $-10\sim80^{\circ}\text{C}$ 가 바람직하고, $-5\sim70^{\circ}\text{C}$ 가 보다 바람직하고, $0\sim60^{\circ}\text{C}$ 가 특히 바람직하다.
- <247> 감압 건조에 의한 안료 미립자의 농축에 사용되는 장치는 안료 미립자 분산액(또는 안료 미립자 농축 추출액)의 용매를 증발시킬 수 있으면 특별한 제한은 없다. 예컨대, 범용의 진공건조기 및 로터리 펌프나, 액을 교반하면서 가열 감압건조할 수 있는 장치, 액을 가열감압한 관중에 통과시킴으로써 연속적으로 건조를 할 수 있는 장치 등이 열거된다.
- <248> 가열감압 건조온도는 $30\sim230^{\circ}\text{C}$ 가 바람직하고, $35\sim200^{\circ}\text{C}$ 가 보다 바람직하고, $40\sim180^{\circ}\text{C}$ 가 특히 바람직하다. 감압시의 압력은 $100\sim100000\text{Pa}$ 가 바람직하고, $300\sim90000\text{Pa}$ 가 보다 바람직하고, $500\sim80000\text{Pa}$ 가 특히 바람직하다.
- <249> 상술한 바와 같은 농축방법에 의하면, 안료 미립자 분산액으로부터 효율적으로 안료 미립자를 농축할 수 있다. 농축배율에 대해서는, 예컨대 원료가 되는 안료 미립자 분산액 중의 나노입자의 농도를 1이라고 하면, 농축 안료 미립자 페이스트에 있어서의 농도를 바람직하게는 $100\sim3000$ 배 정도, 더욱 바람직하게는 $500\sim2000$ 배 정도까지 농축할 수 있다.
- <250> [미세 분산화]
- <251> 상기 농축 등에 의해 안료 미립자가 응집 상태에 있을 때 미세 분산화하는 것이 바람직하다(본 발명에 있어서, 미세 분산화란, 분산액 중의 입자의 응집을 풀어 분산도를 높이는 것을 말한다).
- <252> 상술한 추출용매, 원심분리, 건조 등에 의해 농축화한 안료 미립자액에 함유되는 안료 미립자는 통상 그 농축화에 의해 응집을 일으키고 있다. 이 때, 신속한 필터여과를 가능하게 하여 재차 양호한 분산상태를 얻기 위해서는, 상기 안료 미립자를 플록크로서 얻는 것이 바람직하다. 여기서, 플록크란, 재분산될 수 있는 정도로 약하게 응집된(연응집된) 미립자의 집합체를 말한다. 이와 같이 안료 미립자를 플록크로 함으로써, 예컨대, 수계 혼합액 중에 석출시킨 유기 안료 미립자를 조속하게 여과 등에 의해 매체로부터 분리할 수 있다. 그래서, 분리된 플록크(연응집체)를 컬러필터의 제조에 적합한 유기 용매에 재분산시켜서, 효율종게 유기 용매계의 안료 분산 조성물(비수계 분산 조성물)로 할 수 있다. 즉, 양용매 및 빈용매의 혼합용매가 수계 용매인 경우, 이것을 효율적으로 유기 용매로 이루어진 제 3의 용매로 치환하여 분산매(연속상)를 변환할 수 있다. 플록크의 평균 입경은 특별히 한정하지 않지만, 상술한 여과성을 고려하여 $0.5\sim500\mu\text{m}$ 인 것이 바람직하고, $5\sim100\mu\text{m}$ 인 것이 보다 바람직하다. 또한, 본 발명에 있어서는, 상기 양용매(제 1 용매) 및 상기 빈용매(제 2 용매)의 어느 것보다도 다른 용매를 충전하여 「제 3 용매」라고 한다.
- <253> 또한, 통상의 분산화 방법을 사용하여 분산시킨 정도로는 미립자화에 불충분하여, 미세화 효율이 높은 방법이 더욱 필요로 되는 경우가 있다. 이와 같은 강한 응집상태의 유기 입자에 있어서도(본 발명에 있어서, 응집 유기 입자란, 응집체 등 유기 입자가 2차적인 힘으로 응집되어 있는 것을 말하고, 1차 입자가 나노미터 사이즈일 때 응집 나노입자라고 하는 경우도 있다.), 응집 유기 입자액에 질량 평균 분자량 1000 이상의 고분자 화합물을 함유시킴으로써, 유기 입자를 적합하게 미세분산화한 분산물로 할 수 있다(본 발명에 있어서, 응집 유기 입자액이란, 응집 유기 입자를 액중에 함유하는 것을 가리키고, 분산액, 농축액, 페이스트, 슬러리 등이어도 응집 유기 입자가 함유되면 좋다.). 더욱 상세하게 설명하면, 상기 고분자화합물을 사용함으로써, 양용매와 빈용매의 혼합액에 석출시켰을 때의 양호한 미세 분산성(균일하고 미소한 입경이 실현되는 특성) 및 분산 안정성(균일하고 미세한 입경이 장기간 유지되는 특성)이, 매체를 컬러필터에 적합한 유기 용매로 바꾸어 재분산시킨 후에도 유지

되어, 컬러필터에 있어서의 고성능을 실현할 수 있다. 더욱이, 상기 고분자 화합물이 컬러필터의 광학특성 등을 방해하는 일없이 유기 안료 미립자의 착색성과 상호 작용하여 컬러필터 및 액정표시장치에 있어서의 고성능을 실현할 수 있다.

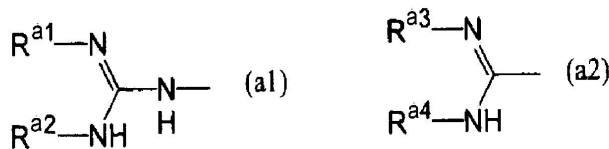
<254> 상기 고분자 화합물은 하기 일반식(1)으로 표시되는 고분자 화합물인 것이 바람직하다.



<255>

<256> 상기 일반식(1) 중, A¹은 산성기, 질소원자를 갖는 염기성 기, 우레아기, 우레탄기, 배위성 산소원자를 갖는 기, 탄소수 4개 이상의 탄화수소기, 알콕시실릴기, 에폭시기, 이소시아네이트기 및 수산기에서 선택되는 기를 갖는 1가의 유기기, 또는 치환기를 가져도 좋은 유기색소 구조 또는 복소환을 포함하는 1가의 유기기를 나타낸다. n개의 A¹은 동일하거나 달라도 좋다.

<257> 구체적으로는, A¹은 특별히 제한되는 것은 아니지만, 상기 「산성기를 갖는 1가의 유기기」로서, 예컨대 카르복실산기, 술폰산기, 모노황산 에스테르기, 인산기, 모르폴린산 에스테르기, 붕산기 등을 갖는 1가의 유기기가 열거된다. 또한, 상기 「질소원자를 갖는 염기성 기를 갖는 1가의 유기기」로서, 예컨대 아미노기(-NH₂)를 갖는 1가의 유기기, 치환 이미노기(-NHR⁸, -NR^{9,10})를 갖는 1가의 유기기(여기에서, R⁸, R⁹ 및 R¹⁰은 각각 독립적으로 탄소수 1~20개의 알킬기, 탄소수 6개 이상 20개 이하의 아릴기, 탄소수 7개 이상 30개 이하의 아랄킬기를 나타낸다.), 하기 일반식(a1)으로 표시되는 구아니딜기를 갖는 1가의 유기기[일반식(a1) 중, R^{a1} 및 R^{a2}는 각각 독립적으로 탄소수 1개 이상 20개 이하의 알킬기, 탄소수 6개 이상 20개 이하의 아릴기, 또는 탄소수 7개 이상 30개 이하의 아랄킬기를 나타낸다.], 하기 일반식(a2)으로 표시되는 아마디닐기를 갖는 1가의 유기기[일반식(a2)중, R^{a3} 및 R^{a4}는 각각 독립적으로 탄소수 1개 이상 20개 이하의 알킬기, 탄소수 6개 이상 20개 이하의 아릴기, 탄소수 7개 이상 30개 이하의 아랄킬기를 나타낸다.] 등이 열거된다.



<258>

<259> 상기 「우레아기를 갖는 1가의 유기기」로서, 예컨대 -NHCONHR¹⁵(여기에서, R¹⁵는 수소원자 또는 탄소수 1개 이상 20개 이하의 알킬기, 탄소수 6개 이상 20개 이하의 아릴기, 탄소수 7개 이상 30개 이하의 아랄킬기를 나타낸다.) 등이 열거된다.

<260> 상기 「우레탄기를 갖는 1가의 유기기」로서, 예컨대 -NHCOOR¹⁶, -OCONHR¹⁷(여기에서, R¹⁶ 및 R¹⁷은 각각 독립적으로 탄소수 1개 이상 20개 이하의 알킬기, 탄소수 6개 이상 20개 이하의 아릴기, 탄소수 7개 이상 30개 이하의 아랄킬기를 나타낸다.) 등이 열거된다.

<261> 상기 「배위성 산소원자를 갖는 기」를 갖는 1가의 유기기」로는, 예컨대 아세틸아세토네이트기를 갖는 기, 크라운 에테르를 갖는 기 등이 열거된다.

<262> 상기 「탄소수 4개 이상의 탄화수소기를 갖는 1가의 유기기」로는 탄소수 4개 이상의 알킬기(예컨대, 옥틸기, 도데실기 등), 탄소수 6개 이상의 아릴기(예컨대 페닐기, 나프틸기 등), 탄소수 7개 이상의 아랄킬기(예컨대, 벤질기 등) 등이 열거된다. 이 때, 탄소수에 상한은 없지만 30개 이하인 것이 바람직하다.

<263> 상기 「알콕시실릴기를 갖는 1가의 유기기」로는, 예컨대 트리메톡시실릴기, 트리에톡시실릴기 등을 갖는 기가 열거된다.

<264> 상기 「에폭시기를 갖는 1가의 유기기」로는, 예컨대 글리시딜기 등을 갖는 기가 열거된다.

<265> 상기 「이소시아네이트기를 갖는 1가의 유기기」로는, 예컨대 3-이소시아네이트프로필기 등이 열거된다.

<266> 상기 「수산기를 갖는 1가의 유기기」로는, 예컨대 3-히드록시프로필기 등이 열거된다.

<267> 상기 A¹로서 산성기, 질소원자를 갖는 염기성 기, 우레아기 및 탄소수 4개 이상의 탄화수소기를 갖는 1가의 유기기인 것이 바람직하다.

<268> 또한, 상기 유기색소 구조 또는 복소환으로는 특별히 한정하지 않지만, 보다 구체적으로는 유기색소 구조로는, 예컨대 프탈로시아닌 화합물, 불용성 아조 화합물, 아조레이크 화합물, 안트라퀴논 화합물, 퀴나크리돈 화합물, 디옥사진 화합물, 디케토피롤로피롤 화합물, 안트라피리딘 화합물, 안탄트론 화합물, 인단트론 화합물, 플라반트론 화합물, 페리논 화합물, 페틸렌 화합물, 티오인디고 화합물 등이 열거된다. 또한, 복소환으로는, 예컨대 티오펜, 푸란, 크산텐, 피롤, 피롤린, 피롤리딘, 디옥솔란, 피라졸, 피라졸린, 피라졸리딘, 이미다졸, 옥사졸, 티아졸, 옥사디아졸, 트리아졸, 티아디아졸, 피란, 피리딘, 피페리딘, 디옥산, 모르폴린, 피리다진, 피리미딘, 피페라진, 트리아진, 트리티안, 이소인돌린, 이소인돌리논, 벤즈이미다졸론, 숙신이미드, 프탈이미드, 나프탈이미드, 히단토인, 인돌, 퀴놀린, 카르바졸, 아크리딘, 아크리돈, 안트라퀴논 등이 열거된다.

<269> 또한, 상기 유기색소 구조 또는 복소환은 치환기를 갖고 있어도 좋고, 상기 치환기 수로는, 예컨대 메틸기, 에틸기 등의 탄소수 1~20개의 알킬기, 페닐기, 나프틸기 등의 탄소수 6~16개의 아릴기, 아세톡시기 등의 탄소수 1~6개의 아실옥시기, 메톡시기, 에톡시기 등의 탄소수 1~6개의 알콕시기, 염소, 불소 등의 할로젠 원자, 메톡시카르보닐기, 에톡시카르보닐기, 시클로헥실옥시카르보닐기 등의 탄소수 2~7개의 알콕시카르보닐기, 시아노기, t-부틸카보네이트 등의 탄산 에스테르기, 수산기, 아미노기, 카르복실기, 술폰아미드기, N-술폰아미드기 등이 열거된다.

<270> 또한, 상기 A¹로는 하기 일반식(4)으로 표시될 수 있다.



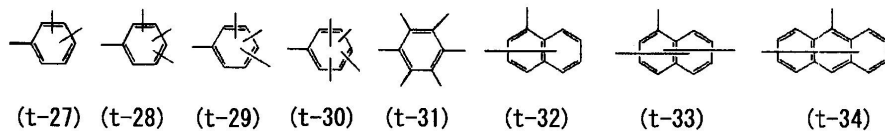
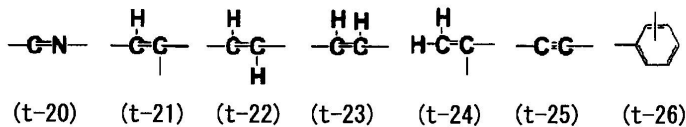
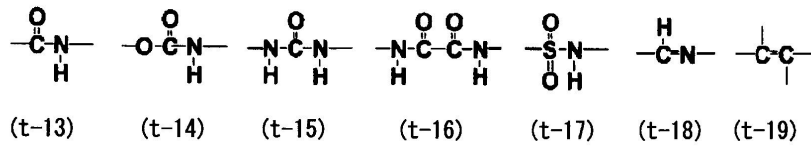
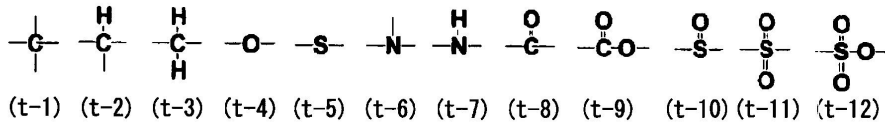
<271>

<272> 상기 일반식(4)에 있어서, B¹은 산성기, 질소원자를 갖는 염기성 기, 우레아기, 우레탄기, 배위성 산소원자를 갖는 기, 탄소수 4개 이상의 탄화수소기, 알콕시알킬기, 에톡시기, 이소시아네이트기 및 수산기에서 선택되는 기, 또는 치환기를 가져도 좋은 유기색소 구조 또는 복소환을 나타내고, R¹⁸은 단일결합 또는 a1개의 유기 또는 무기의 연결기를 나타낸다. a1은 1~5를 나타내고, a1개의 B¹은 동일하여도 달라도 좋다.

<273> 일반식(4)으로 표시되는 기에 있어서의 바람직한 형태는 상기 A¹과 동일하다.

<274> R¹⁸은 단일결합 또는 a1+1개의 연결기를 나타내고, a1은 1~5를 나타낸다. 연결기 R¹⁸로는 1~100개의 탄소원자, 0~10개의 질소원자, 0~50개의 산소원자, 1~200개의 수소원자 및 0~20개의 황원자로 이루어진 기가 포함되고, 무치환이어도 치환기를 더 갖고 있어도 좋다. R¹⁸은 유기 연결기인 것이 바람직하다.

<275> R¹⁸의 구체적인 예로서 하기 구조단위 또는 이 구조단위를 조합하여 구성되는 기를 열거할 수 있다. 또한, 상기 연결기 R¹⁸은 상기 치환기 T를 갖고 있어도 좋다.



<276>

<277>

상기 일반식(1) 중, R^1 은 (m+n)개의 연결기를 나타낸다. m+n은 3~10을 만족한다.

<278>

상기 R^1 으로 표시되는 (m+n)개의 연결기로는 1~100개의 탄소원자, 0~10개의 질소원자, 0~50개의 산소원자, 1~200개의 수소원자 및 0~20개의 황원자로 이루어진 기가 포함되고, 무치환이어도 치환기를 더 갖고 있어도 좋다. R^1 은 유기 연결기인 것이 바람직하다.

<279>

R^1 의 구체적인 예로는 상기 (t-1)~(t-34)의 기 또는 그 복수를 조합하여 구성되는 기(환구조를 형성하고 있어도 좋다.)를 열거할 수 있다. 상기 연결기 R^1 이 치환기를 갖는 경우, 상기 치환기로는 상기 치환기 T가 열거된다.

<280>

R^2 는 단일결합 또는 2개의 연결기를 나타낸다. R^2 로는 1~100개의 탄소원자, 0~10개의 질소원자, 0~50개의 산소원자, 1~200개의 수소원자 및 0~20개의 황원자로 이루어진 기가 포함되고, 무치환이어도 치환기를 더 갖고 있어도 좋다. R^2 의 구체적인 예로서, 상기 t-3~5, 7~18, 22~26, 32, 34의 기 또는 그 복수를 조합하여 구성되는 기를 열거할 수 있다. R^2 는 R^1 과의 연결 위치에 황원자를 갖는 것이 바람직하다. 상기 R^2 가 치환기를 갖을 경우, 상기 치환기로는 상기 치환기 T가 열거된다.

<281>

상기 일반식(1) 중, m은 1~8을 나타낸다. m으로는 1~5가 바람직하고, 1~3이 보다 바람직하고, 1~2가 특히 바람직하다.

<282>

또한, n은 2~9을 나타낸다. n으로는 2~8이 바람직하고, 2~7이 보다 바람직하고, 3~6이 특히 바람직하다.

<283>

상기 일반식(1) 중, P^1 은 고분자 화합물 잔기(고분자 골격)를 나타내고, 통상의 폴리머 등에서 적당하게 선택할 수 있다.

<284>

폴리머 중에서도, 고분자 골격을 구성하는 데에는 비닐 모노머의 중합체 또는 공중합체, 에스테르 화합물 폴리머, 에테르 화합물 폴리머, 우레탄 화합물 폴리머, 아마이드 화합물 폴리머, 에폭시 화합물 폴리머, 실리콘 화합물 폴리머, 및 이들의 변성물, 또는 공중합체[예컨대, 폴리에테르/폴리우레탄 공중합체, 폴리에테르/비닐모노머의 중합체의 공중합체 등(랜덤 공중합체, 블록 공중합체, 그래프트 공중합체 중 어느 것이어도 좋다.)을 포함한다.]으로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 1종이 바람직하고, 비닐 모노머의 중합체 또는 공중합체, 에스테르 화합물 폴리머, 에테르 화합물 폴리머, 우레탄 화합물 폴리머 및 이들의 변성물 또는 공중합체로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 1종이 보다 바람직하고, 비닐 모노머의 중합체 또는 공중합체가 특히 바람직하다.

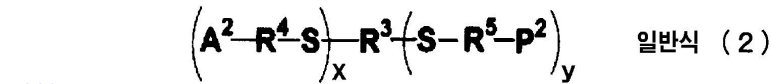
<285>

또한, 상기 폴리머는 유기 용매에 가용인 것이 바람직하다. 유기 용매와의 친화성이 낮으면, 예컨대 안료 분산제로서 사용했을 경우 분산매와의 친화성이 약하여 분산 안정화에 충분한 흡착층을 확보할 수 없게 되는 경우가

있다.

<286> 또한, P^1 은 R^1 과의 연결 위치에 황원자를 갖는 것이 바람직하다.

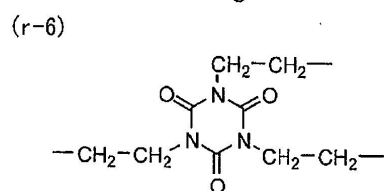
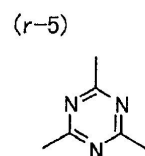
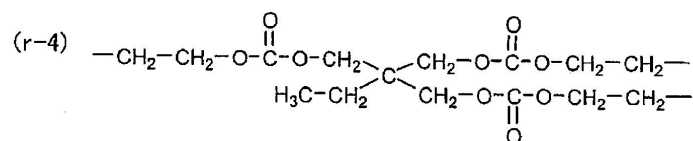
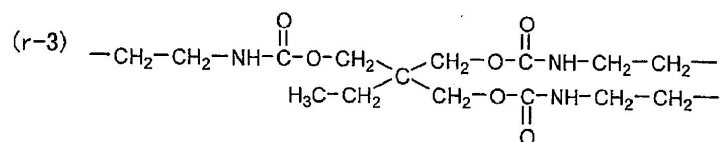
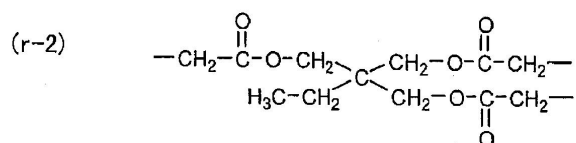
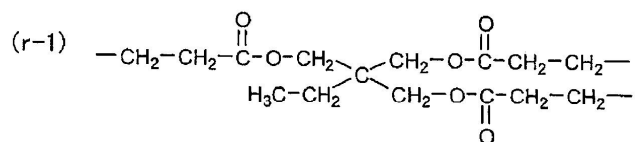
<287> 상기 일반식(1)으로 표시되는 고분자 화합물 중에서도, 하기 일반식(2)으로 표시되는 고분자 화합물이 보다 바람직하다.



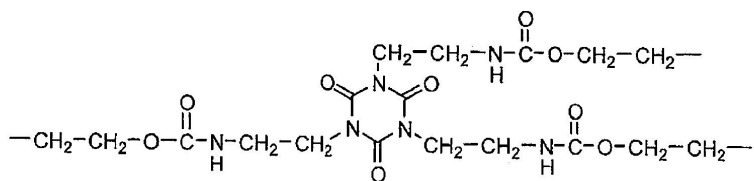
<289> 상기 일반식(2)에 있어서, A^2 는 상기 일반식(1)에 있어서의 A^1 과 동일하고, 그 구체적인 바람직한 형태도 같다. 또한, A^2 는 치환기를 갖고 있어도 좋고, 상기 치환기 T가 열거된다.

<290> 상기 일반식(2)에 있어서, R^3 은 $(x+y)$ 개의 연결기를 나타낸다. R^3 은 R^1 과 동일한 의미이고, 바람직한 범위도 같다. 이 때, R^3 은 $x+y$ 개의 연결기이지만, 그 x 의 값 및 그 바람직한 범위는 일반식(1)의 n 과 동일한 의미이고, y 의 값 및 그 바람직한 범위는 m 과 동일한 의미이고, $x+y$ 의 값 및 그 바람직한 범위는 $m+n$ 의 값과 동일한 의미이다.

<291> R^3 으로 표시되는 연결기는 유기 연결기인 것이 바람직하고, 그 유기 연결기의 바람직한 구체적인 예를 이하에 나타낸다. 단, 본 발명은 이들에 의해 한정되는 것은 아니다.

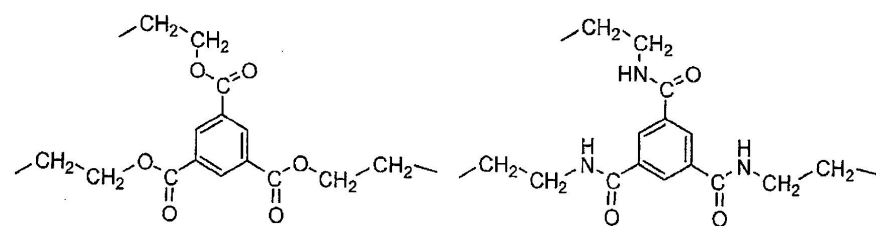


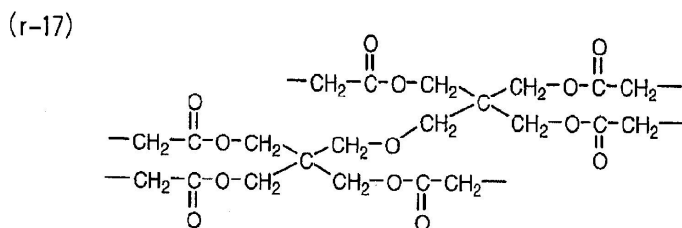
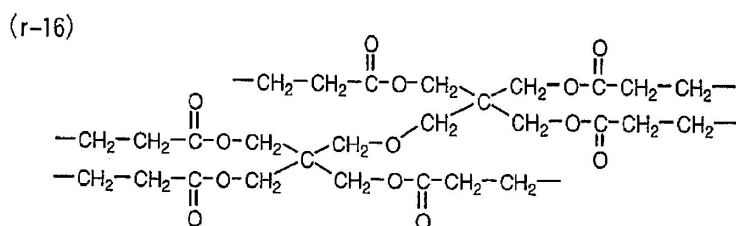
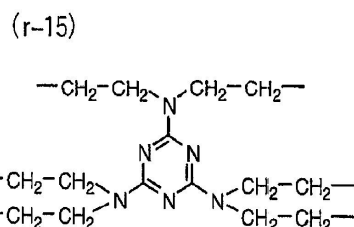
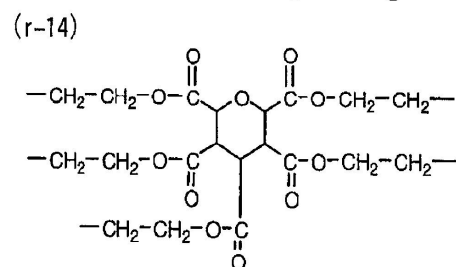
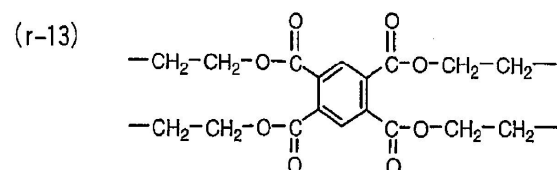
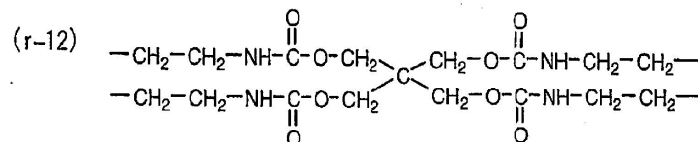
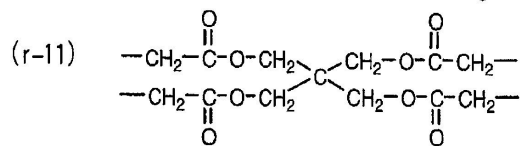
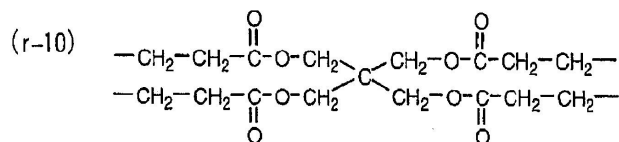
(r-7)



(r-8)

(r-9)





<293>

<294>

상기 중에서도, 원료의 입수성, 합성 용이성, 각종 용매에 대한 용해성 관점에서, 상기 (r-1), (r-2), (r-10), (r-11), (r-16), (r-17)의 기가 바람직하다.

<295>

또한, 상기 R³이 치환기를 갖을 경우, 상기 치환기로서 상기 치환기 T가 열거된다.

<296>

상기 일반식(2)에 있어서, R⁴ 및 R⁵는 각각 독립적으로 단일결합 또는 2가의 연결기를 나타낸다.

<297>

상기 R⁴, R⁵로 표시되는 「2가의 연결기」로는 치환기를 갖고 있어도 좋고, 직쇄, 분기, 또는 환상 알킬렌기, 아릴렌기, 아랄킬렌기, -O-, -S-, -C(=O)-, -N(R¹⁹)-, -SO-, -SO₂-, -CO₂- 또는 -N(R²⁰)SO₂-, 또는 이들 기를 2개 이상 조합시킨 2가의 기가 바람직하다(상기 R¹⁹ 및 R²⁰은 각각 독립적으로 수소원자 또는 탄소수 1~4개의 알킬기를 나타낸다.). 그 중에서도 유기 연결기인 것이 바람직하다.

<298> 상기 R^4 로는 직쇄 또는 분기의 알킬렌기 또는 아랄킬렌기, $-O-$, $-C(=O)-$, $-N(R^{19})-$, $-SO_2-$, $-CO_2-$ 또는 $-N(R^{20})SO_2-$, 또는 이들 기를 2개 이상 조합시킨 2가의 기가 보다 바람직하고, 직쇄 또는 분기의 알킬렌기 또는 아랄킬렌기, $-O-$, $-C(=O)-$, $-N(R^{19})-$ 또는 $-CO_2-$, 또는 이들 기를 2개 이상 조합시킨 2가의 기가 특히 바람직하다.

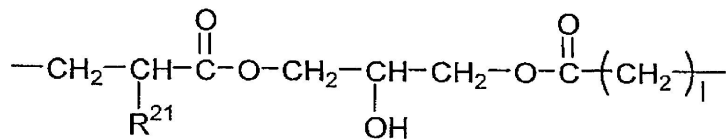
<299> 상기 R^5 로는 단일결합, 직쇄 또는 분기의 알킬렌기, 아랄킬렌기, $-O-$, $-C(=O)-$, $-N(R^{19})-$, $-SO_2-$, $-CO_2-$ 또는 $-N(R^{20})SO_2-$, 또는 이들 기를 2개 이상 조합시킨 2가의 기가 보다 바람직하고, 직쇄 또는 분기의 알킬렌기, 아랄킬렌기, $-O-$, $-C(=O)-$, $-N(R^{19})-$ 또는 $-CO_2-$, 또는 이들의 기를 2개 이상 조합시킨 2가의 기가 특히 바람직하다.

<300> 또한, 상기 R^4 , R^5 가 치환기를 갖을 경우, 상기 치환기로는 상기 치환기 T가 열거된다.

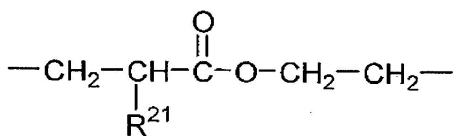
<301> 또한, 일반식(2) 중의 P^2 는 고분자 골격을 나타내고, 통상의 폴리머 등에서 적당히 선택할 수 있다. 폴리머의 바람직한 형태에 대해서는 상기 일반식(1)에 있어서의 P^1 과 동일한 의미이고, 그 바람직한 형태도 같다.

<302> 상기 일반식(2)으로 표시되는 고분자 화합물 중, 특히 R^3 이 상기 구체예 (r-1), (r-2), (r-10), (r-11), (r-16), 또는 (r-17)이고, R^4 가 단일결합, 직쇄 또는 분기의 알킬렌기 또는 아랄킬렌기, $-O-$, $-C(=O)-$, $-N(R^{19})-$ 또는 $-CO_2-$, 또는 이들 기를 2개 이상 조합시킨 2가의 유기기이고, R^5 가 단일결합, 에틸렌기, 프로필렌기, 또는 하기 일반식(s-a) 또는 (s-b)으로 표시되는 연결기이고, P^2 가 비닐 모노머의 중합체 또는 공중합체, 에스테르계 폴리머, 에테르계 폴리머, 우레탄계 폴리머, 또는 이들의 변성물이고, y가 1~2이고, x가 3~6인 고분자 화합물이 특히 바람직하다. 또한, 하기 기 중 R^{21} 은 수소원자 또는 메틸기를 나타내고, ℓ 은 1 또는 2를 나타낸다.

(s-a)



(s-b)

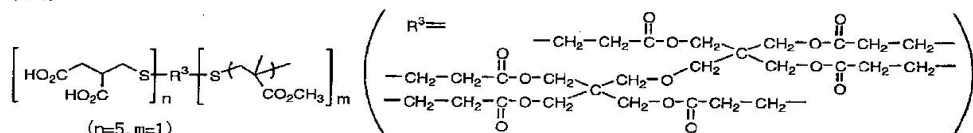


<303>

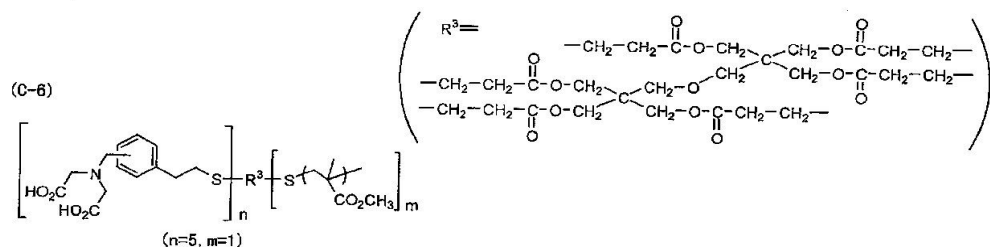
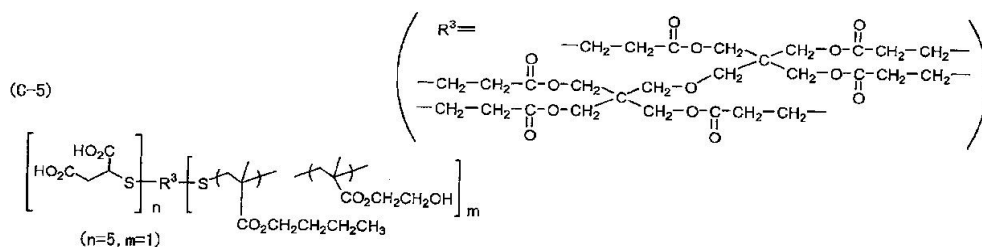
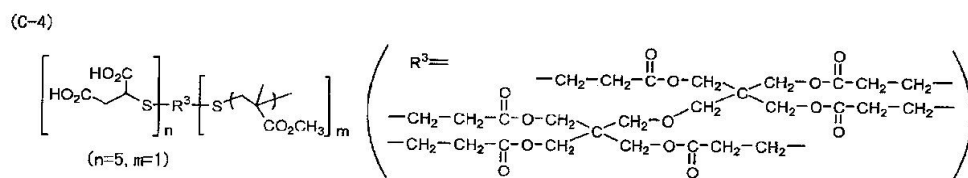
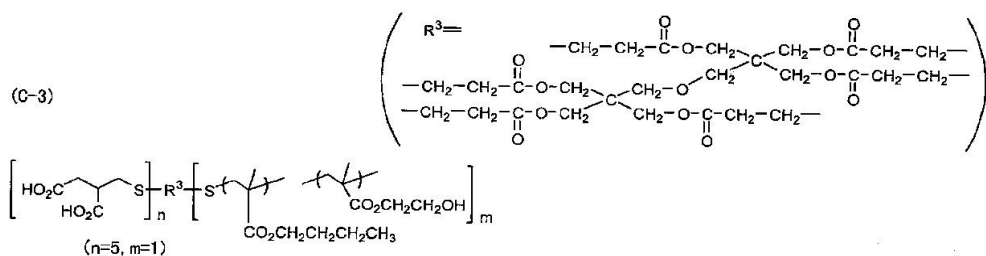
<304> 상기 고분자 화합물의 질량 평균 분자량은 1000 이상이지만, 질량 평균 분자량으로 3000~100000이 바람직하고, 5000~80000이 보다 바람직하고, 7000~60000이 특히 바람직하다. 질량 평균 분자량이 상기 범위내이면, 폴리머의 말단에 도입된 복수의 관능기의 효과가 충분히 발휘되어, 고체 표면으로의 흡착성, 미셀 형성능, 계면활성성이 우수한 성능을 발휘, 양호한 분산성과 분산 안정성을 달성할 수 있다.

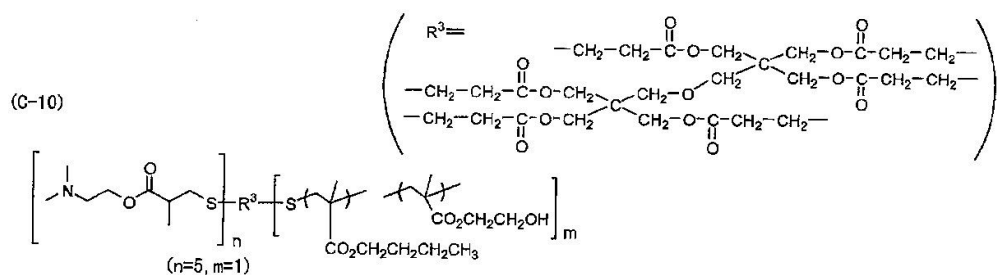
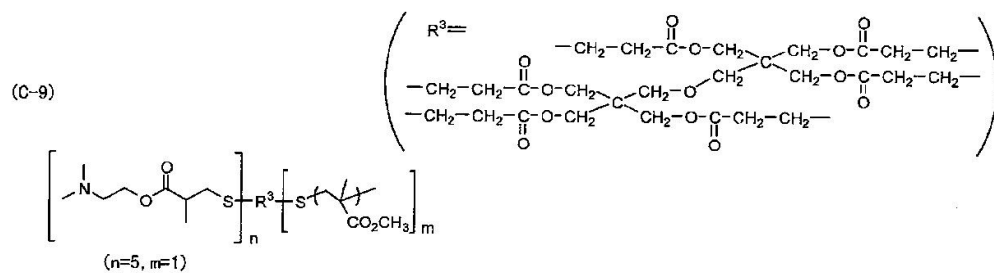
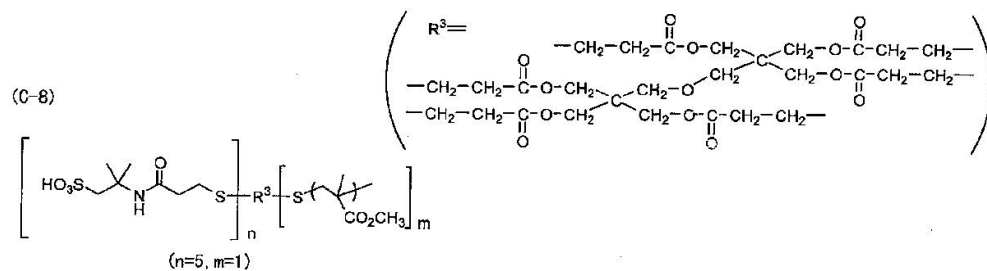
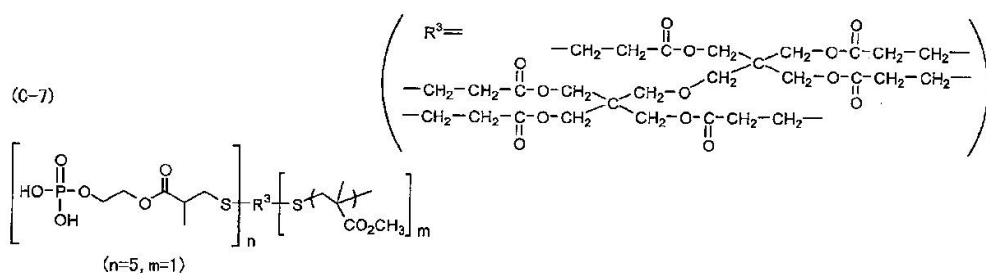
<305> 일반식(1)으로 표시되는 화합물의 구체예를 이하에 나타낸다. 단, 본 발명은 이들 구체예에 조금도 한정되는 것은 아니다.

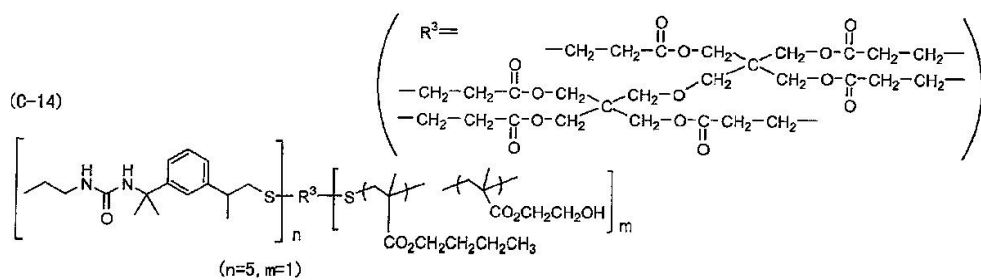
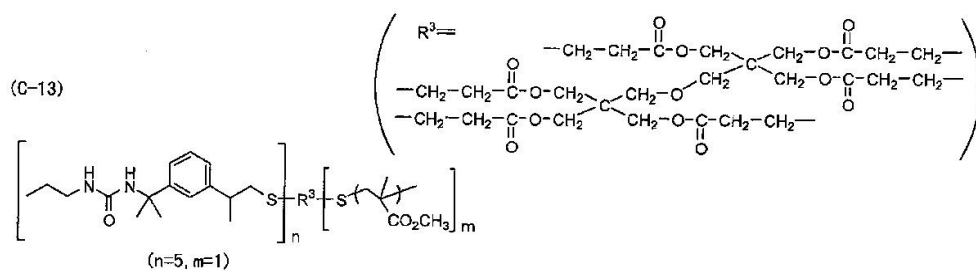
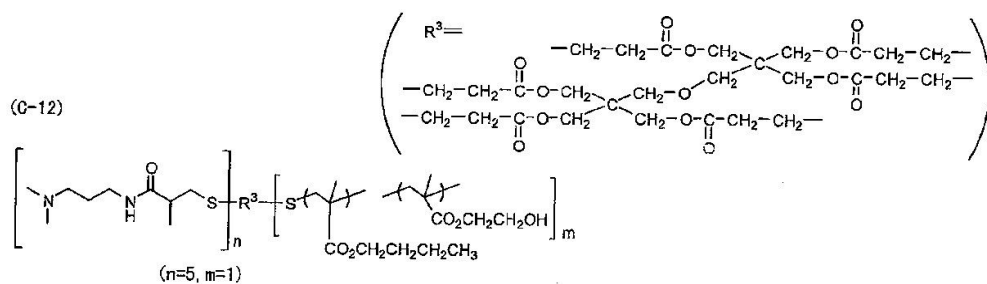
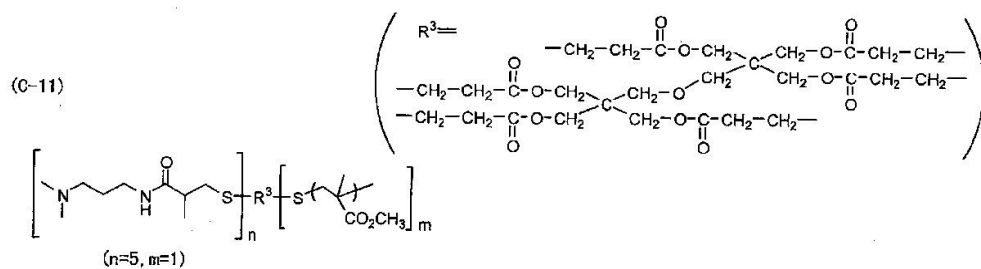
(C-1)



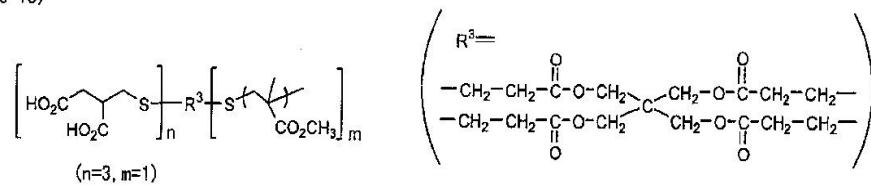
<306>



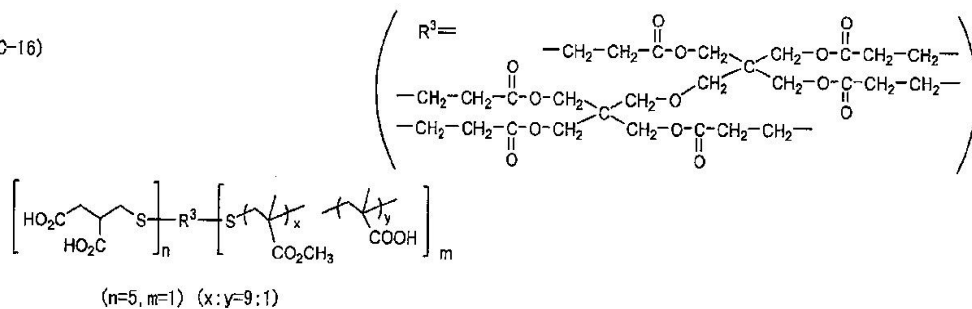




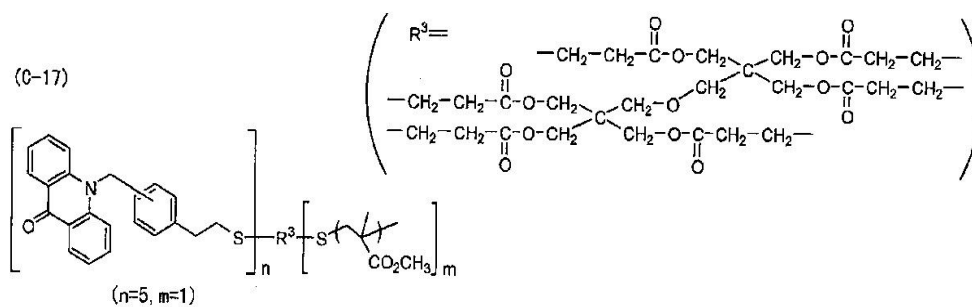
(C-15)

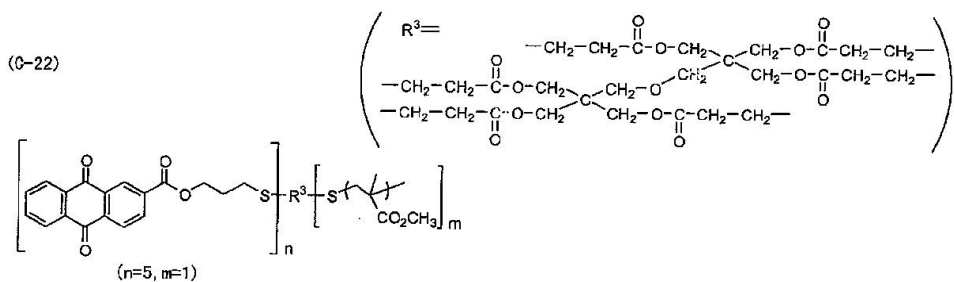
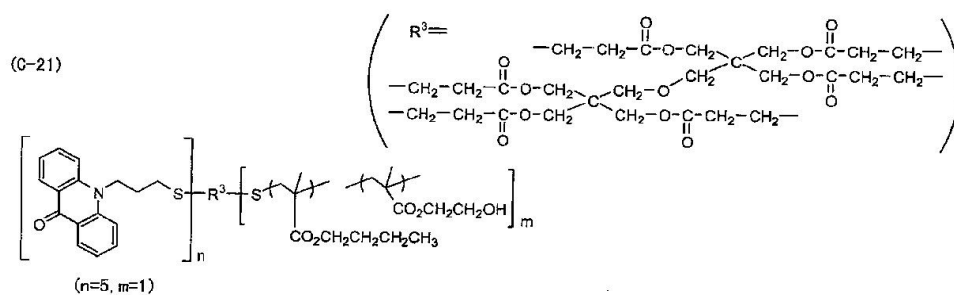
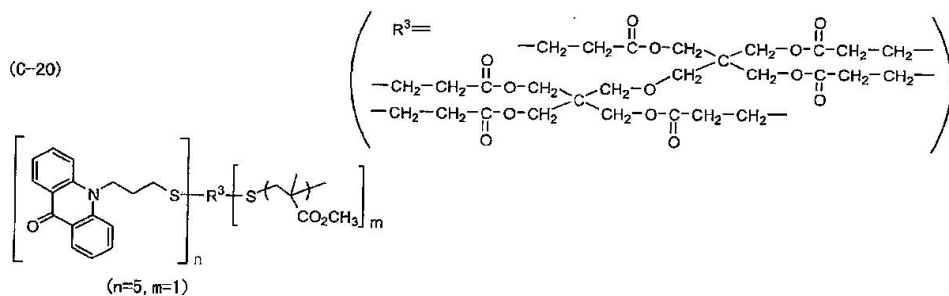
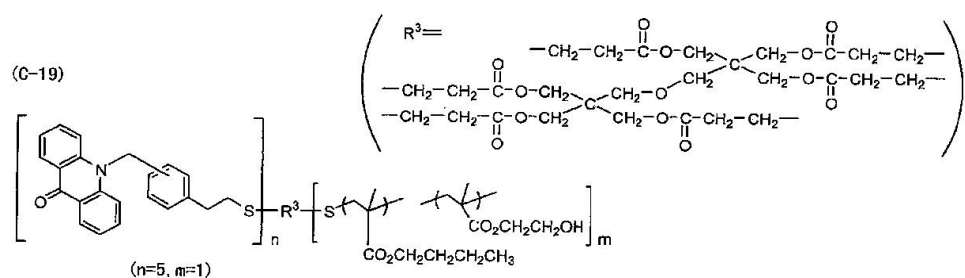


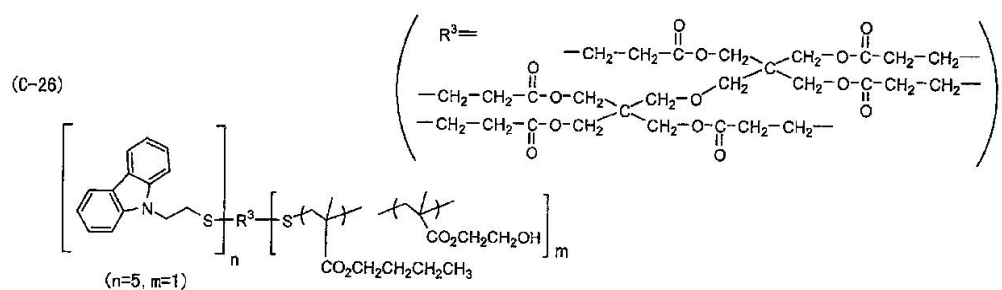
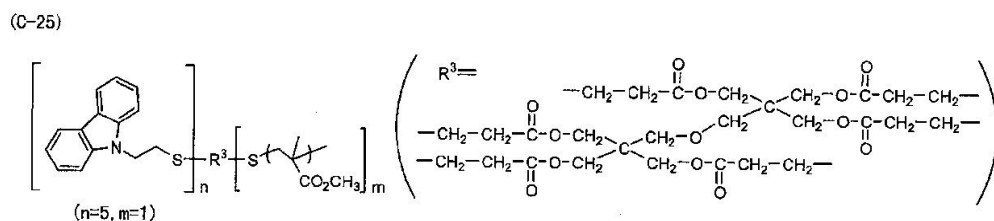
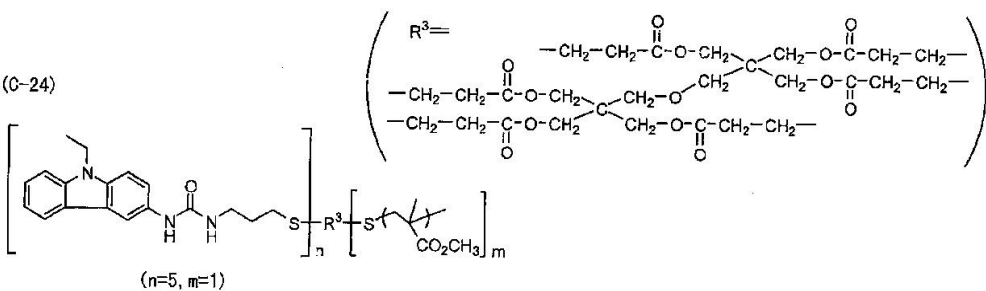
(C-16)

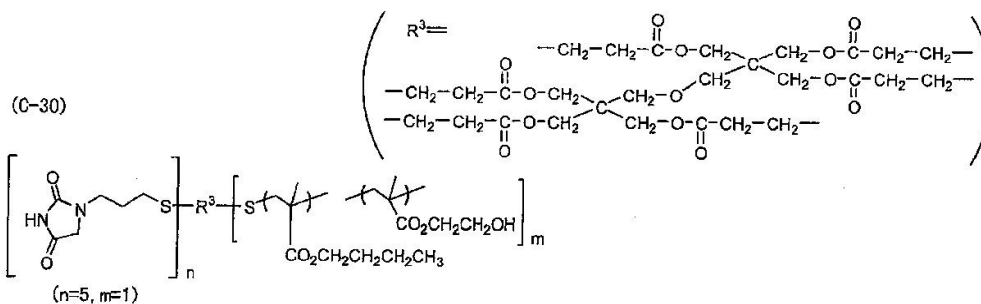
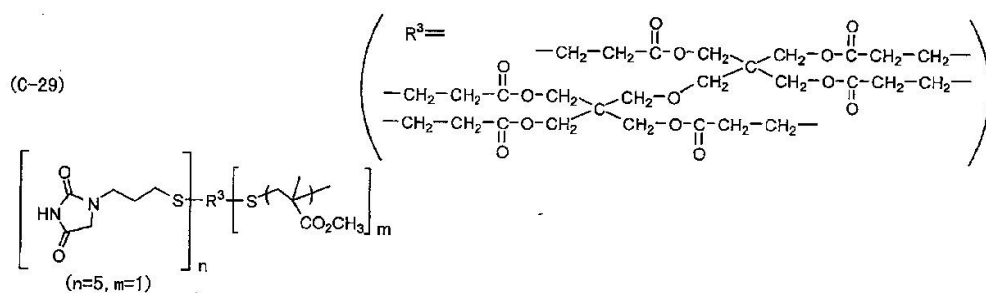
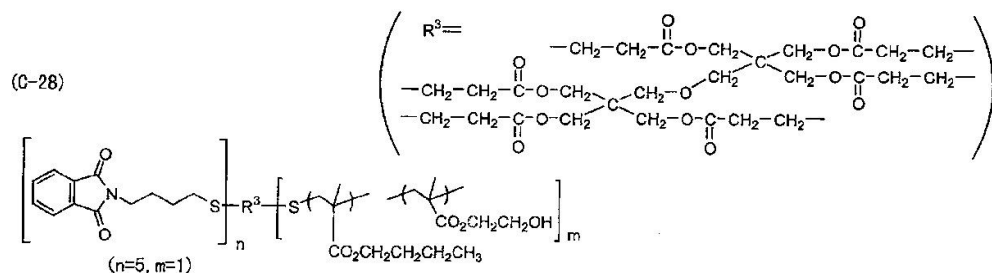
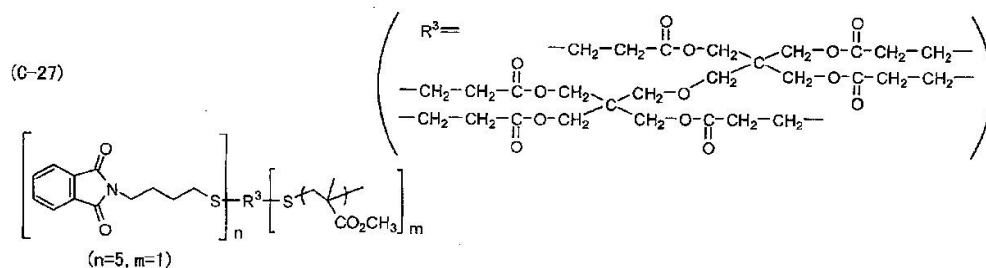


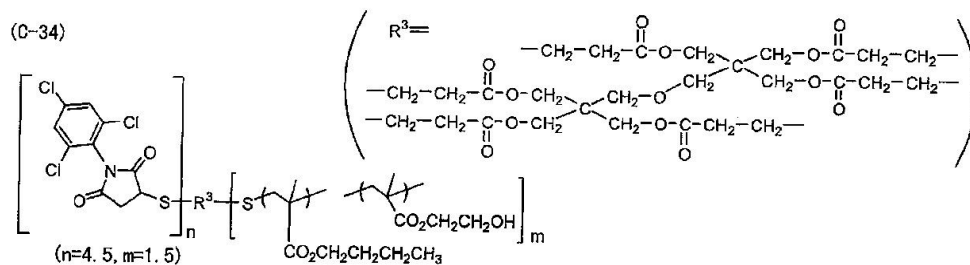
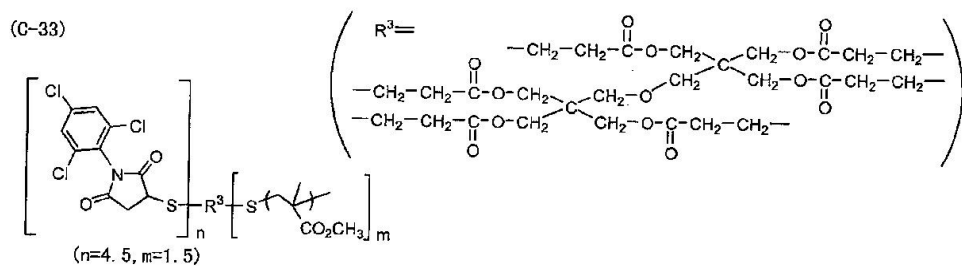
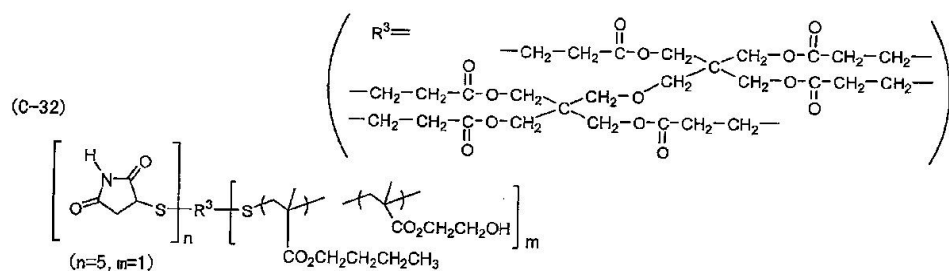
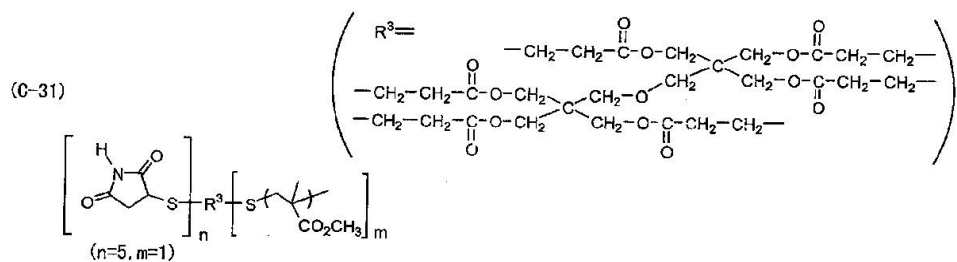
(C-17)



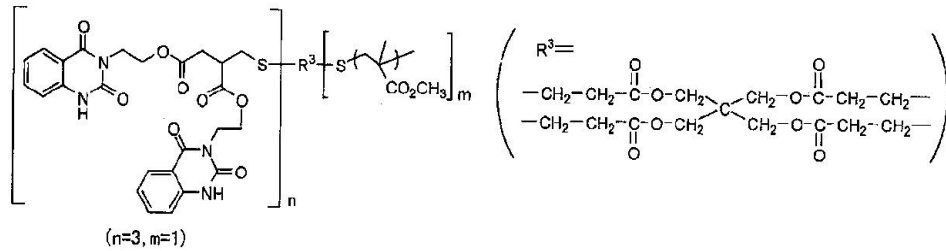




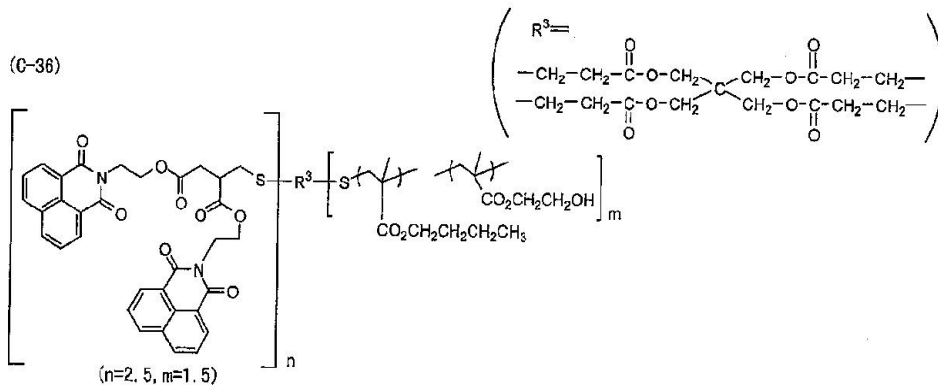




(C-35)



(C-36)



<315>

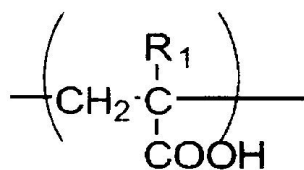
<316>

또한, 상기 분자량 1000 이상의 고분자 화합물로서 이하의 산성기를 갖는 고분자 화합물(이하, 이 화합물을 간단히 「산성기 함유 고분자 화합물」이라고 하는 경우도 있다.)을 사용할 수도 있고, 상기 고분자 화합물로서 카르복실기를 갖는 고분자 화합물인 것이 바람직하고, (A)카르복실기를 갖는 화합물로부터 유도된 반복단위의 적어도 1종 및 (B)카르복실산 에스테르기를 갖는 화합물로부터 유도된 반복단위의 적어도 1종을 함유하는 공중합 화합물이 보다 바람직하다.

<317>

상기 (A)카르복실기를 갖는 화합물로부터 유도된 반복단위로서, 하기 일반식(I)으로 표시되는 반복단위인 것이 바람직하고, 아크릴산 또는 메타크릴산으로부터 유도된 반복단위인 것이 보다 바람직하고, 상기 (B)카르복실산 에스테르기를 갖는 화합물로부터 유도된 반복단위로서, 하기 일반식(II)으로 표시되는 반복단위인 것이 바람직하고, 하기 일반식(IV)으로 표시되는 반복단위인 것이 보다 바람직하고, 벤질 아크릴레이트, 벤질 메타크릴레이트, 페네틸 아크릴레이트, 페네틸 메타크릴레이트, 3-페닐프로필아크릴레이트 또는 3-페닐프로필메타크릴레이트로부터 유도된 반복단위인 것이 특히 바람직하다.

일반식 (I)

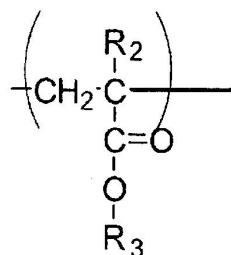


<318>

<319>

(R₁은 수소원자 또는 탄소원자수 1~5개의 알킬기를 나타낸다.)

일반식 (II)

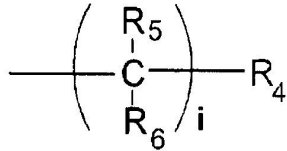


<320>

<321>

(R₂는 수소원자 또는 탄소원자수 1~5개의 알킬기를 나타낸다. R₃은 하기 일반식(III)으로 표시되는 기를 나타낸다.)

일반식 (III)

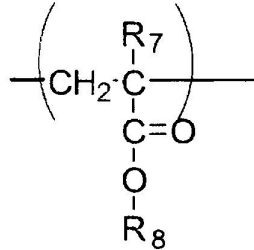


<322>

<323>

(R₄은 수소원자, 탄소원자수 1~5개의 알킬기, 히드록시기, 탄소원자수 1~5개의 히드록시알킬기 또는 탄소원자수 6~20개의 아릴기를 나타낸다. R₅ 및 R₆은 각각 수소원자 또는 탄소원자수 1~5개의 알킬기를 나타낸다. i는 1~5의 수를 나타낸다.)

일반식 (IV)

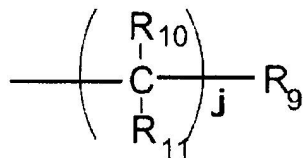


<324>

<325>

(R₇은 수소원자 또는 탄소원자수 1~5개의 알킬기를 나타낸다. R₈은 하기 일반식(V)으로 표시되는 기를 나타낸다.)

일반식 (V)



<326>

<327>

(R₉는 탄소원자수 2~5개의 알킬기 또는 탄소원자수 6~20개의 아릴기를 나타낸다. R₁₀ 및 R₁₁은 수소원자 또는 탄소원자수 1~5개의 알킬기를 나타낸다. j는 1~5의 수를 나타낸다.)

<328>

또한, (A)카르복실기를 갖는 화합물로부터 유도된 반복단위와, 상기 (B)카르복실산에스테르기를 갖는 화합물로부터 유도된 반복단위의 중합 비율로서 말하면, 반복단위(A)의 전체 반복단위수에 대한 수량비%가 3~40인 것이 바람직하고, 5~35인 것이 보다 바람직하다.

<329>

본 발명에 있어서, 고분자의 분자량이란, 특별히 한정하지 않는 한, 질량 평균 분자량을 말한다. 고분자의 분자량의 측정방법으로는 크로마토그래피법, 점도법, 광산란법, 침강속도법 등이 열거되지만, 본 발명에서는 특별히 한정하지 않는 한 겔투과 크로마토그래피법(캐리어 테트라히드로푸란)에 의해 측정한 폴리스티렌 환산의 질량 평균 분자량을 사용한다.

<330>

고분자 화합물은 수용성, 유용성의 어느 것이어도 좋고, 수용성이고 또한 유용성이어도 좋다.

<331>

고분자 화합물의 첨가방법은 수성 용매 또는 유기 용매에 용해한 용액이어도, 고체상태이어도 좋고, 또한 이것들의 조합이어도 좋다. 용매에 용해한 용액에 첨가하는 방법으로는, 예컨대 응집 유기 입자액에 응집 유기 입자액의 용매와 동일한 용매에 용해한 상태에서 첨가하는 방법, 응집 유기 입자액의 용매와 상용하는 다른 용매에 용해한 상태에서 첨가하는 방법이 열거된다. 용매에 용해한 용액에 첨가할 경우의, 고분자 화합물의 농도는 특별히 제한되지 않지만 1~70질량%가 바람직하고, 2~65질량%가 보다 바람직하고, 3~60질량%가 특히 바람직하다.

<332>

고분자 화합물의 첨가는 안료 미립자의 석출생성시 또는 그 전후, 농축시 또는 그 전후, 농축후의 응집 유기 입자의 분산시 또는 그 전후, 이들 공정이 종료한 후 중 어느 시기에 첨가해도 좋고, 또한 여러번으로 나누어서 첨가해도 좋다. 본 발명의 제조방법에 있어서, 질량 평균 분자량 1000 이상의 고분자 화합물은 후술하는 바인더로서 조성물 중에 함유시켜도 좋고, 예컨대 안료 미립자 석출액을 농축한 후, 응집 유기 입자의 미세 분산화 시에 첨가하는 것이 바람직하다.

<333>

고분자 화합물의 첨가량은 안료 미립자를 100질량부로 했을 때에, 바람직하게는 0.1~1000질량부가 바람직하고,

5~500질량부가 보다 바람직하고, 10~300질량부가 특히 바람직하다.

- <334> 분자량 1000 이상의 고분자 화합물로서, 상기 화합물 외에, 예컨대 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐알콜, 폴리비닐메틸에테르, 폴리에틸렌옥사이드, 폴리에틸렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 폴리아크릴아미드, 비닐알콜-아세트산 비닐 공중합체, 폴리비닐알콜-부분 포르말화물, 폴리비닐알콜-부분 부티랄화물, 비닐피롤리돈-아세트산 비닐 공중합체, 폴리에틸렌옥사이드/프로필렌 옥사이드 블록 공중합체, 폴리아미드, 셀룰로오스 유도체, 전분 유도체 등이 열거된다. 그외, 알긴산염, 젤라틴, 알부민, 카세인, 아라비안 고무, 트래거캔스 고무, 리그닌 술폰산염 등의 천연 고분자 화합물류도 사용할 수 있다. 또한, 산성기를 갖는 고분자 화합물로는 폴리비닐황산, 축합 나프탈렌술폰산 등이 열거된다.
- <335> 카르복실기를 갖는 고분자 화합물로는, 예컨대 폴리아크릴산, 폴리메타크릴산, 측쇄에 카르복실기를 갖는 셀룰로오스 유도체 등이 열거된다. (A)카르복실기를 갖는 화합물로부터 유도된 반복단위의 적어도 1종 및 (B)카르복실산 에스테르기를 갖는 화합물로부터 유도된 반복단위의 적어도 1종을 포함하는 공중합 화합물로는 일본 특허공개 소 59-44615호 공보, 일본 특허공개 소 54-34327호 공보, 일본 특허공개 소 58-12577호 공보, 일본 특허공개 소 54-25957호 공보, 일본 특허공개 소 59-53836호 공보 및 일본 특허공개 소 59-71048호 공보에 기재되어 있는 바와 같은 메타크릴산 공중합체, 아크릴산 공중합체, 이타콘산 공중합체, 크로톤산 공중합체, 말레산 공중합체, 부분 에스테르화 말레산 공중합체 등을 열거할 수 있다. 또한, 특히 바람직한 예로서, 미국특허 제 4139391호 명세서에 기재된 아크릴산-아크릴산 에스테르 공중합체, 메타크릴산-아크릴산 에스테르 공중합체, 아크릴산-메타크릴산 에스테르 공중합체, 메타크릴산-메타크릴산 에스테르 공중합체나, 아크릴산 또는 메타크릴산과, 아크릴산 에스테르 또는 메타크릴산 에스테르와, 다른 비닐 화합물의 다원 공중합체를 열거할 수 있다.
- <336> 비닐 화합물의 예로는 스티렌 또는 치환된 스티렌(예컨대, 비닐톨루엔, 비닐에틸벤젠), 비닐나프탈렌 또는 치환된 비닐나프탈렌, 아크릴아미드, 메타아크릴아미드, 아크릴로니트릴, 메타아크릴로니트릴 등이 열거되고, 스티렌이 바람직하다.
- <337> 분자량 1000 이상의 고분자 화합물은 1종만을 사용하여도 좋고, 2종 이상 조합하여 사용하여도 좋고, 분자량 1000 미만의 화합물과 병용해도 좋다.
- <338> 상기 안료 미립자의 분산액이 60질량% 이상의 유기용제를 함유하는 것이 바람직하고, 65질량% 이상인 것이 보다 바람직하다. 유기용제로는 특별한 제한은 없고, 통상의 것 중에서 적당히 선택할 수 있다. 예컨대, 에스테르 화합물 용매, 알콜 화합물 용매, 방향족 화합물 용매, 지방족 화합물 용매, 케톤 화합물 용매가 바람직하고, 에스테르 화합물 용매, 케톤 화합물 용매가 특히 바람직하다. 이들은 1종 단독으로 사용하여도 좋고, 2종 이상 병용해도 좋다.
- <339> 에스테르 화합물 용매로는, 예컨대 2-(1-메톡시)프로필아세테이트, 아세트산 에틸, 락트산 에틸 등이 열거된다. 알콜 화합물 용매로는, 예컨대 n-부탄올, 이소부탄올 등이 열거된다. 방향족 화합물 용매로는, 예컨대 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등이 열거된다. 지방족 화합물 용매로는, 예컨대 n-헥산, 시클로헥산 등이 열거된다. 케톤 화합물 용매로는, 예컨대 메틸에틸케톤, 아세톤, 시클로헥산 등이 열거된다.
- <340> 상기 안료 미립자는, 예컨대 비히클 중에 분산시킨 상태에서 사용할 수 있다. 상기 비히클이란, 도료에서 말하면, 액체 상태에 있을 때에 안료를 분산시키고 있는 매질의 부분을 말하고, 액상으로서 상기 안료와 결합하여 도막을 고화시키는 부분(바인더)과, 이것을 용해 희석하는 성분(유기 용매)을 함유한다. 또한, 본 발명에 있어서는, 나노입자 형성시에 사용하는 바인더와 재분산화에 사용하는 바인더가 같거나 달라도 좋고, 각각 나노입자 형성 바인더 및 재분산화 바인더로서 구별하여 말하는 경우도 있다.
- <341> 재분산화후의 안료 미립자의 분산 조성물의 안료 미립자 농도는 목적에 따라서 적당하게 정해지지만, 바람직하게는 분산 조성물 전체량에 대해서 안료 미립자가 2~30질량%인 것이 바람직하고, 4~20질량%인 것이 보다 바람직하고, 5~15질량%인 것이 특히 바람직하다. 상기와 같은 비히클에 의해 분산되는 경우에, 바인더 및 용해 희석성분의 양은 유기 안료의 종류 등에 따라 적당하게 정해지지만, 분산 조성물 전체량에 대해서 바인더는 1~30질량%인 것이 바람직하고, 3~20질량%인 것이 보다 바람직하고, 5~15질량%인 것이 특히 바람직하다. 용해 희석성분은 5~80질량%인 것이 바람직하고, 10~70질량%인 것이 보다 바람직하다.
- <342> 상술한 농축 추출한 나노입자액에 있어서는, 상술한 바와 같이 신속한 필터 여과를 가능하게 하기 위해서, 안료 미립자를 농축화에 의해 응집시키는 것이 바람직하고, 원심분리 또는 건조에 의해 농축화하여 응집시키는 것이 바람직하다.
- <343> 이러한 응집 나노입자를 미세 분산화하는 방법으로서, 예컨대 초음파에 의한 분산방법이나 물리적인 에너지를

가하는 방법을 사용할 수 있다.

- <344> 사용되는 초음파 조사장치는 10kHz 이상의 초음파를 인가할 수 있는 기능을 갖는 것이 바람직하고, 예컨대 초음파 호모지나이저, 초음파 세정기 등이 열거된다. 초음파 조사 중에 액온이 상승하면, 나노입자의 열응집이 일어나기 때문에(「비특허문헌 1 참조), 액온을 1~100℃로 하는 것이 바람직하고, 5~60℃가 보다 바람직하다. 온도의 제어방법은 분산액 온도의 제어, 분산액을 온도 제어하는 온도 조정층의 온도 제어 등에 의해 행할 수 있다.
- <345> 물리적인 에너지를 가하여 농축한 안료 미립자를 분산시킬 때에 사용하는 분산기로는 특별한 제한은 없고, 예컨대 니더, 롤밀, 아트라이터, 슈퍼밀, 디졸버, 호모믹서, 샌드밀 등의 분산기가 열거된다. 또한, 고압 분산법이나, 미소 입자 비드의 사용에 의한 분산방법도 바람직한 것으로서 열거된다.
- <346> 상기 제조방법에 의해 컬러필터의 제조에 적합한 유기 용매에 재분산시킨 안료 분산물로 미세 분산화하면, 통상 1차 입자가 복수개 응집된 2차 입자로 이루어진 분산입자의 상태로 분산되어, 상기 고분자 화합물이나 분산상태의 진행 정도에 따라 분산입자의 크기가 다르다. 이와 같은 관점에서 컬러필터의 착색층의 제조에 사용하는 분산물에 함유되는 분산입자의 수 평균 입경(Df)은 50nm 이하인 것이 바람직하고, 30nm 이하인 것이 더욱 바람직하다. 분산물 중의 분산입자의 입자 지름은 컬러필터의 콘트라스트에 영향을 미치는 중요한 인자이고, 분산입자의 입자 지름이 1차 입자 지름에 가까울수록 컬러필터의 착색층으로 했을 때에 콘트라스트가 향상하기 때문에 바람직하다. 또한, 컬러필터의 착색층의 제조에 사용하는 분산물 중의 분산입자의 평균 입경의 하한치는 특별히 한정하지 않지만, 앞서 상술한 착색층 중의 1차 입자의 수 평균 입경(Dp)의 범위로 되는 것이 현실적이다.
- <347> 이 분산입자의 평균 입경의 측정방법으로는 광산란법, 동적 광산란법이 열거된다.
- <348> 상기 제조방법에 의하면, 예컨대 안료 미립자 분산 조성물이나 후술하는 착색 감광성 수지 조성물에 함유되는 안료 입자를 나노미터 사이즈(예컨대, 10~100nm)라고 하는 미소한 입경임에도 불구하고, 농축 재분산화할 수 있다. 이 때문에, 컬러필터에 사용한 경우에는 광학농도가 높고, 필터표면의 균일성이 우수하고, 콘트라스트가 높고, 또한 화상 노이즈를 적게 할 수 있다.
- <349> 또한, 안료 미립자 분산 조성물, 착색 감광성 조성물에 함유되는 안료 미립자를 고도로 또한 균일하게 미세 분산화할 수 있기 때문에, 얇은 막두께로 높은 착색 농도를 발휘하여, 예컨대 컬러필터 등의 박층화를 가능하게 하는 것이다.
- <350> 또한, 안료 미립자 분산 조성물, 착색 감광성 수지 조성물에 있어서, 선명한 색조와 높은 착색력을 나타내는 안료를 함유시킴으로써, 예컨대 컬러 프루프나 컬러필터 등을 제조하기 위한 화상형성 재료로서 우수하다.
- <351> 또한, 착색화상 형성시의 노광·현상에 사용되는 알칼리성 현상액에 대해서, 안료 미립자 분산 조성물, 착색 감광성 수지 조성물에 결합제(바인더)로서 알칼리성 수용액에 가용인 것을 사용할 수 있어, 환경상의 요구에도 응할 수 있다.
- <352> 또한, 안료 미립자 분산 조성물, 착색 감광성 수지 조성물에 사용되는 용매(안료의 분산매)로서 적당한 건조성을 갖는 유기 용매를 사용할 수 있어, 도포후의 건조의 점에서도 그 요구를 만족시킬 수 있다.

실시예

- <354> 이하, 본 발명을 실시예에 기초하여 더욱 상세하게 설명하지만, 본 발명은 이것에 한정되는 것은 아니다.
- <355> (실시예 1)
- <356> <컬러필터 A1의 제조(슬릿형상 노즐을 사용한 도포에 의한 제조)>
- <357> [농축 안료액 A의 조제]
- <358> 디메틸술폭시드(Wako Pure Chemical Industries 제품) 1000ml에, 나트륨 메톡시드 30% 메탄올 용액 31.5ml, 안료 C.I. 피그먼트 레드 254(Irgaphor Red BT-CF, 상품명, Ciba Specialty Chemicals 제품) 30g을 첨가한 안료 용액 A를 조제하였다. 이것과는 별도로 빈용매로서 1몰/1염산 수용액(Wako Pure Chemical Industries 제품) 30ml를 함유한 물 1000ml을 준비하였다.
- <359> 여기에서, 18℃로 온도조정하고, GK-0222-10형 레이몬드 교반기(상품명, Fujisawa Pharmaceutical Co., Ltd. 제품)에 의해 400rpm으로 교반한 빈용매의 물 1200ml에, 안료 용액 A를 NP-KX-500형 대용량 무맥류 펌프(상품명, Nihon Seimitsu Kagaku Co., Ltd. 제품)를 이용하여, 유속 150ml/min으로 100ml 주입함으로써, 유기 안료 입자를 형성하여 안료 분산액 1을 조제하였다. 이 안료 분산액을 나노트랙 UPA-EX150(상품명,

Nikkiso Co., Ltd. 제품)을 이용하여, 입경 및 단분산도를 측정한 바, 수 평균 입경 30nm, Mw/Mn 1.30이었다.

- <360> 상기 방법으로 조제한 안료 나노입자 분산액을 고속원심냉각기 HIMAC SCR20B(상품명, Hitachi Co. Ltd. 제품)로 3100rpm(2000G), 1시간의 조건에서 원심분리하고, 상청액을 버리고 침강한 안료 나노입자 농축 페이스트를 회수하였다. 페이스트의 안료 함유율을 8453형 분광광도계(상품명: Agilent Technologies 제품)를 이용하여 측정한 바, 21.1질량%이었다.
- <361> 상기 안료 나노입자 조제 페이스트 13.0g에 락트산에틸 50.0ml를 가하고, 디솔버로 1500rpm·60분 교반한 후, FP-010형 필터(SUMITOMO ELECTRIC FINE POLYMER INC. 제품)를 이용하여 여과함으로써, 페이스트상의 농축 안료액 A(나노안료 농도 28질량%)를 얻었다.
- <362> [R안료 분산물 A의 조제]
- <363> 상기 페이스트를 사용하여 하기 조성의 R안료 분산물 A를 조제하였다.
- <364> 상기 페이스트상의 농축 안료액 A 12.8g
- <365> 안료 분산제 A 1.0g
- <366> (상기 일반식(D1)으로 표시되는 화합물의 예시 화합물 7)
- <367> 메타크릴산/메타크릴산 벤질 공중합체 6.2g
- <368> (몰비 28/72, 질량 평균 분자량: 3만, 40% 1-메톡시-2-프로필아세테이트 용액)
- <369> 1-메톡시-2-프로필 아세테이트(Wako Pure Chemical Industries 제품) 19.8g
- <370> 안료 분산제 A에 대해서는 일본 특허공개 2000-239554호 공보에 따라 합성하였다.
- <371> 상기 조성의 R안료 분산물 A를 모터밀 M-50(상품명, Eiger·Japan 제품)로, 직경 0.65mm의 지르코니아 비드를 사용하여 주속 7m/s로 1시간 분산하였다.
- <372> [흑색(K) 화상의 형성]
- <373> 무알칼리 유리기판을 UV 세정장치에서 세정후, 세정제를 이용하여 브러시 세정하고, 초순수로 초음파 세정을 더 행하였다. 상기 기판을 120℃, 3분간 열처리하여 표면상태를 안정화시켰다.
- <374> 상기 기판을 냉각하여 23℃로 온도 조절한 후, 슬릿형상 노즐을 갖는 유리 기판용 코터(FAS·ASIA 제품, 상품명: MH-1600)로 하기 표 1a에 기재된 조성으로 이루어진 착색 감광성 수지 조성물 K1을 도포하였다. 계속하여, VCD(진공건조장치; Tokyo Ohka Kogyo Co Ltd. 제품)로 30초간 용매의 일부를 건조하여 도포층의 유동성을 없앤 후, 120℃에서 3분간 프리베이킹하여 막두께 2.4μm의 감광성 수지층 K1을 얻었다.

표 1a

<375>	K안료 분산물 1(카본블랙)	25질량부
	프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트	8.0질량부
	메틸에틸케톤	53질량부
	바인더 2	9.1질량부
	하이드로퀴논 모노메틸에테르	0.002질량부
	DPHA액	4.2질량부
	중합개시제 A	0.16질량부
	계면활성제 1	0.044질량부

- <376> 초고압수은등을 구비한 프록시미티형 노광기(Hitachi Electronic Engineering Co., Ltd. 제품)로 기판과 마스크(화상패턴을 갖는 석영노광 마스크)를 수직하게 세운 상태에서, 노광 마스크면과 상기 감광성 수지층 사이의 거리를 200μm로 설정하고, 노광량 300mJ/cm²로 패턴 노광하였다.

- <377> 다음에, 순수를 샤워 노즐에서 분무하고, 상기 감광성 수지층 K1의 표면을 균일하게 적신 후, KOH계 현상액(KOH, 비이온 계면활성제 함유, 상품명: CDK-1, Fuji Film Electronics Materials Co., Ltd. 제품을 100배 희석한 액)으로 23℃에서 80초, 플랫 노즐압력 0.04MPa로 샤워현상하여 패터닝 화상을 얻었다. 계속하여, 초순수를 초고압 세정 노즐에서 9.8MPa의 압력으로 분사하여 잔사 제거를 행하여, 흑색(K) 화상 K를

얻었다. 계속하여, 220℃에서 30분간 열처리하였다.

<378> 착색 감광성 수지 조성물 K1은 우선 K안료 분산물 1, 프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트를 칭량하고, 온도 24℃(±2℃)에서 혼합하여 150rpm에서 10분간 교반하고, 이어서 메틸에틸케톤, 바인더 2, 하이드로퀴논 모노메틸에테르, DPFA액, 중합개시제 A(2,4-비스(트리클로로메틸)-6-[4'-N,N-비스에톡시카르보닐메틸]아미노-3'-브로모페닐]-s-트리아진), 계면활성제 1을 칭량하고, 온도 25℃(±2℃)에서 이 순서로 첨가하고, 온도 40℃(±2℃)에서 150rpm으로 30분간 교반함으로써 얻었다.

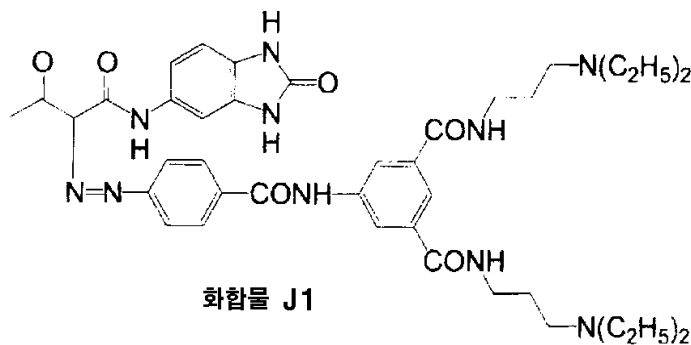
<379> <K안료 분산물 1>

<380> · 카본블랙(상품명: Nipex 35, Degussa 제품) 13.1질량부

<381> · 분산제(하기 화합물 J1) 0.65질량부

<382> · 폴리머(벤질메타크릴레이트/메타크릴산=72/28몰비의 랜덤 공중합물, 분자량 3.7만) 6.72질량부

<383> · 프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트 79.53질량부



<384> ·
<385> <바인더 2>

<386> · 폴리머(벤질메타크릴레이트/메타크릴산=78/22몰비의 랜덤 공중합물, 분자량 3.8만) 27질량부

<387> · 프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트 73질량부

<388> <계면활성제 1>

<389> Megafac F-780-F(Dainippon Ink and Chemicals, Incorporated. 제품): 조성은 하기

<390> · C₆F₁₃CH₂CH₂OCOCH=CH₂ 40질량부,

<391> H(OCH(CH₃)CH₂)₇OCOCH=CH₂ 55질량부, 및

<392> H(OCH₂CH₂)₇OCOCH=CH₂ 5질량부의 공중합체(분자량 3만) 30질량부

<393> · 메틸에틸케톤 70질량부

<394> [적색(R) 화소의 형성]

<395> 상기 화상 K를 형성한 기관에 하기 표 1b에 기재된 조성으로 이루어진 착색 감광성 수지 조성물 R1을 사용하여, 상기 흑색(K) 화상의 형성과 동일한 공정으로 열처리 마무리 화소 R을 형성하였다. 상기 감광성 수지층 R1의 막 두께 및 안료의 도포량을 이하에 나타낸다. 또한, 착색 감광성 수지 조성물의 조제 순서는 상기 착색 감광성 수지 조성물 K1과 동일하게 하였다.

<396> 감광성 수지 막두께(μm) 1.60

<397> 안료 도포량(g/m²) 1.00

<398> C.I.P.R. 254 도포량(g/m²) 0.80

<399> C.I.P.R. 177 도포량(g/m²) 0.20

표 1b

<400>	R안료 분산물 A	40질량부
	R안료 분산물 2(CIPR177)	4.5질량부
	프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트	7.6질량부
	메틸에틸케톤	37질량부
	바인더 1	0.7질량부
	DPHA액	3.8질량부
	2-트리클로로메틸-(p-스티릴스티릴)-1,3,4-옥사디아졸	0.12질량부
	중합개시제 A	0.05질량부
	페노티아진	0.01질량부
	계면활성제 1	0.06질량부

<401> <R안료 분산물 2>

<402> · C.I.P.R. 177(상품명: Cromophtal Red A2B, Ciba Specialty Chemicals 제품)

<403> 18질량부

<404> · 폴리머(벤질메타크릴레이트/메타크릴산=72/28몰비의 랜덤 공중합물, 분자량 3만)

<405> 12질량부

<406> · 프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트 70질량부

<407> <바인더 1>

<408> · 폴리머(벤질메타크릴레이트/메타크릴산=78/22몰비의 랜덤 공중합물, 분자량 4만)

<409> 27질량부

<410> · 프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트 73질량부

<411> [녹색(G) 화소의 형성]

<412> 상기 화상 K와 화소 R를 형성한 기판에, 하기 표 1c에 기재된 조성으로 이루어진 착색 감광성 수지 조성물 G1을 사용하여, 상기 흑색(K) 화상의 형성과 동일한 공정으로 열처리 마무리 화소 G를 형성하였다. 상기 감광성 수지 층 G1의 막두께 및 안료의 도포량을 이하에 나타낸다. 또한, 착색 감광성 수지 조성물의 조제 순서는 상기 착색 감광성 수지 조성물 K1과 동일하게 하였다.

<413> 감광성 수지 막두께(μm) 1.60

<414> 안료 도포량(g/m²) 1.92

<415> C.I.P.G. 36 도포량(g/m²) 1.34

<416> C.I.P.Y. 150 도포량(g/m²) 0.58

표 1c

<417>

G안료 분산물 1(CIPG36)	28질량부
Y안료 분산물 1(CIPY150)	15질량부
프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트	29질량부
메틸에틸케톤	26질량부
시클로헥사논	1.3질량부
바인더 2	2.5질량부
DPHA액	3.5질량부
2-트리클로로메틸-(p-스티릴스티릴)-1,3,4-옥사디아졸	0.12질량부
중합개시제 A	0.05질량부
페노티아진	0.01질량부
계면활성제 1	0.07질량부

<418>

<G안료 분산물 1>

<419>

Fuji Film Electronics Materials Co., Ltd. 제품 「상품명: GT-2」

<420>

<Y안료 분산물 1>

<421>

Mikuni Color Co., Ltd. 제품 「상품명: CF 옐로우 EX3393」

<422>

[청색(B) 화소의 형성]

<423>

상기 화상 K, 화소 R 및 화소 G를 형성한 기판에, 하기 표 1d에 기재된 조성으로 이루어진 착색 감광성 수지 조성물 B1을 사용하여, 상기 흑색(K) 화상의 형성과 동일한 공정으로 열처리 마무리 화소 B를 형성하였다. 상기 감광성 수지층 B1의 막두께 및 안료의 도포량을 이하에 나타낸다. 또한, 착색 감광성 수지 조성물의 조제 순서는 상기 착색 감광성 수지 조성물 K1과 동일하게 하였다.

<424>

감광성 수지 막두께(μm) 1.60

<425>

안료 도포량(g/m²) 0.75

<426>

C.I.P.B. 15:6 도포량(g/m²) 0.705

<427>

C.I.P.V. 23 도포량(g/m²) 0.045

표 1d

<428>

B안료 분산물 1(CIPB15:6)	8.6질량부
V안료 분산물 2(CIPB15:6+CIPV23)	15질량부
프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트	28질량부
메틸에틸케톤	26질량부
바인더3	17질량부
DPHA액	4.0질량부
2-트리클로로메틸-(p-스티릴스티릴)-1,3,4-옥사디아졸	0.17질량부
페노티아진	0.02질량부
계면활성제	0.06질량부

<429>

<430>

<B안료 분산물 1>

<431>

Mikuni Color Co., Ltd. 제품 「상품명: CF BLUE-EX3357」

<432>

<B안료 분산물 2>

<433>

Mikuni Color Co., Ltd. 제품 「상품명: CF BLUE-EX3383」

<434>

<바인더 3>

- <435> · 폴리머(벤질메타크릴레이트/메타크릴산/메틸 메타크릴레이트=36/22/42몰비의 랜덤 공중합물, 분자량 3.8만 27질량부
- <436> · 프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트 73질량부
- <437> [ITO 전극의 제조]
- <438> 각 화소가 형성된 유리기판을 스퍼터링 장치에 넣고, 100℃에서 1300Å 두께의 ITO(인듐주석 산화물)을 전면 진공증착한 후, 240℃에서 90분간 어닐링하여 ITO를 결정화해서 ITO 투명전극을 형성하여 컬러필터 A1으로서 완성하였다.
- <439> [분산입자의 수 평균 입경(Df)의 측정]
- <440> 안료 분산물 A를 1-메톡시-2-프로필아세테이트(Wako Pure Chemical Industries 제품)로 안료 농도 0.005질량%로 희석하고, 초음파 세정기 중에서 5분간 초음파 처리를 행하여 측정 시료를 제조하고, 동적 광산란식 입경 분포 측정장치 LB-550(상품명)을 사용하여 측정하였다. 얻어진 수 평균 입경 Df를 하기 표 2a에 나타낸다.
- <441> [X선 회절 스펙트럼의 측정]
- <442> 상기 컬러필터 A1을 ITO 제거를 위해서 16% HCl 수용액에 50℃에서 30분간 침지하고, 부드러운 브러시로 격벽이나 화소의 수지는 손상되지 않도록 ITO만 문질러 제거하고, 수세하였다. 또한, 10% 불소화수소 용액에 1분간 침지하여 유리기판을 제거한 후, 랜덤하게 선택한 R화소 100개에 대해서 X선 회절 스펙트럼을 하기 조건에서 측정하고, $2\theta=28^\circ \pm 1^\circ$ 에서의 피크 반치폭을 Δx 라고 하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다.
- <443> 장치: Bruker AXS 제품, D8-discover with GADDS(상품명)
- <444> 관구: Cu
- <445> 관전압: 50kV
- <446> 고니오미터: D8-discover(상품명)
- <447> 콜리미터 지름: 20 μ m
- <448> 조사 면적: 50 μ m 정도
- <449> [피크 반치폭 Δx 의 정의]
- <450> 측정된 X선 회절 스펙트럼에 있어서의 $2\theta=28^\circ \pm 1^\circ$ 의 피크의 반치폭은 이하와 같이 정의된다. $2\theta=28^\circ \pm 1^\circ$ 에 존재하는 피크에 있어서, 노이즈를 포함한 베이스라인 레벨로부터 시작하는 점을 시작점 a 및 b라고 한다. 이 시작점 a와 b를 연결하는 선분과 피크 정점 c로부터 내린 수선과의 교점을 교점 d라고 한다. 이 교점 d를 기점으로 하는 선분 cd의 중점을 통과하여 X축(회절각)에 평행한 선에 있어서 피크의 능선에 끼워진 선분 ef의 길이를 반치폭이라고 한다.
- <451> [안료 미립자의 입자지름분포, 수 평균 1차 입경(Df)의 측정]
- <452> 상기 컬러필터 A1을 ITO 제거를 위해서 16% HCl 수용액에 50℃에서 30분간 침지하고, 부드러운 브러시로 격벽이나 화소의 수지는 손상되지 않도록 ITO만 문질러 제거하고, 수세하였다. 또한, 10% 불소화수소 용액에 1분간 침지하여 유리기판을 제거한 후, R화소에 함유되는 안료 입자의 입자지름분포를 하기 조건에서 측정하고, 입자지름 20nm 이상 30nm 이하의 입자수의 비율 P 및 수 평균 1차 입경 Dp를 산출하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다.
- <453> <TEM 촬영>
- <454> 장치: Hitachi Co. Ltd. 제품, H-7650 전자현미경(상품명)
- <455> 가속 전압: 110kV
- <456> (도모그래피 관찰을 행하고, 3D 재구축 데이터로부터 입자끼리의 중첩이 적은 면을 취하여 입자의 투영 면적을 얻었다.)
- <457> <화상계측>
- <458> 장치: Carl Zeiss Inc. 제품, KS-400(상품명)

- <459> (랜덤하게 선택된 5000개의 안료 입자의 TEM 화상을 계측하여 투영 면적으로부터 원상당 지름을 산출하여, 상기 비율 P 및 Dp를 산출하였다.)
- <460> (실시예 2)
- <461> <컬러필터 B1의 제조>
- <462> 실시예 1에 있어서 디메틸술폰(Wako Pure Chemical Industries 제품) 1000ml에, 나트륨 메톡시드 30% 메탄올 용액 31.5ml, 안료 C.I. 피그먼트 레드 254(Irgaphor Red BT-CF, 상품명, Ciba Specialty Chemicals 제품) 30g 및 폴리비닐피롤리돈(K-30, 상품명, Wako Pure Chemical Industries 제품) 100g을 첨가하여 안료 용액 A'를 조제한 것 이외는 실시예 1과 동일하게 하여 R안료 분산물 B를 조제하여 컬러필터 B1을 제조하였다. R안료 분산물 B의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2a에 나타낸다. 컬러필터 B1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다.
- <463> (실시예 3)
- <464> <컬러필터 C1의 제조>
- <465> 실시예 2에 있어서 디메틸술폰(Wako Pure Chemical Industries 제품) 1000ml과 나트륨 메톡시드 30% 메탄올 용액 31.5ml를 메탄술폰산(Wako Pure Chemical Industries 제품) 1000ml로 변경한 것 이외는 실시예 2와 동일하게 하여 R안료 분산물 C를 조제하여 컬러필터 C1을 제조하였다. R안료 분산물 C의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2a에 나타낸다. 컬러필터 C1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다.
- <466> (실시예 4)
- <467> <컬러필터 D1의 제조>
- <468> 실시예 2에 있어서 디메틸술폰(Wako Pure Chemical Industries 제품) 1000ml과 나트륨 메톡시드 30% 메탄올 용액 31.5ml를 진한 황산(95% 황산)(Wako Pure Chemical Industries 제품) 1000ml로 변경한 것 이외는 실시예 2와 동일하게 하여 R안료 분산물 D를 조제하여 컬러필터 D1을 제조하였다. R안료 분산물 D의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2a에 나타낸다. 컬러필터 D1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다.
- <469> (실시예 5)
- <470> <컬러필터 E1의 제조>
- <471> 실시예 2에 있어서 폴리비닐피롤리돈(K-30, 상품명, Wako Pure Chemical Industries 제품) 100g을 200g로 변경한 것 이외는 실시예 2와 동일하게 하여 R안료 분산물 E를 조제하여 컬러필터 E1을 제조하였다. R안료 분산물 E의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2a에 나타낸다. 컬러필터 E1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다.
- <472> (실시예 6)
- <473> <컬러필터 F1의 제조>
- <474> 실시예 1에 있어서 안료 용액 A를 NP-KX-500형 대용량 무맥류 펌프(상품명, Nihon Seimitsu Kagaku Co., Ltd. 제품)를 이용하여 유속 200ml/min으로 100ml 주입하도록 변경한 것 이외는 실시예 1과 동일하게 하여 R안료 분산물 F를 제조하여 컬러필터 F1을 제조하였다. R안료 분산물 F의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2a에 나타낸다. 컬러필터 F1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다.
- <475> (실시예 7)
- <476> <컬러필터 G1의 제조>
- <477> 실시예 6에 있어서 디메틸술폰(Wako Pure Chemical Industries 제품) 1000ml에 나트륨 메톡시드 30% 메탄올 용액 31.5ml, 안료 C.I. 피그먼트 레드 254(Irgaphor Red BT-CF, 상품명, Ciba Specialty Chemicals 제품) 30g, 및 폴리비닐피롤리돈(K-30, 상품명, Wako Pure Chemical Industries 제품) 90g을 첨가하여 안료 용액 A''를 조제한 것 이외는 실시예 6과 동일하게 하여 R안료 분산물 G를 조제하여 컬러필터 G1을 제조하였다. R안료

분산물 G의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2a에 나타낸다. 컬러필터 G1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다.

- <478> (실시예 8)
- <479> <컬러필터 H1의 제조>
- <480> 실시예 7에 있어서 폴리비닐피롤리돈(K-30, 상품명, Wako Pure Chemical Industries 제품) 90g을 230g으로 변경한 것 이외는 실시예 7과 동일하게 하여 R안료 분산물 H를 조제하여 컬러필터 H1을 제조하였다. R안료 분산물 H의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2a에 나타낸다. 컬러필터 H1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다. 또한 컬러필터 H1의 X선 차트를 도 1에 나타낸다.
- <481> (실시예 9)
- <482> <컬러필터 I1의 제조>
- <483> 실시예 8에 있어서 빈용매의 물의 온도를 5℃로 조절하고, 디메틸술폭시드(Wako Pure Chemical Industries 제품)를 650ml로 한 것 이외는 실시예 8과 동일하게 하여 R안료 분산물 I를 조제하여 컬러필터 I1을 제조하였다. R안료 분산물 I의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2a에 나타낸다. 컬러필터 I1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다. 또한, 컬러필터 I1의 X선 차트를 도 2에 나타낸다.
- <484> (비교예 1)
- <485> <컬러필터 J1의 제조>
- <486> 하기와 같이 하여 비드 분산기를 이용하여, 하기 조성의 분산물 J를 조제하였다.
- <487> 안료(C.I. 피그먼트 레드 254) 6.4g
- <488> (Irgaphor Red BT-CF, 상품명, Ciba Specialty Chemicals 제품)
- <489> 안료 분산제 A 0.9g
- <490> (상기 일반식(D1)으로 표시되는 화합물의 예시 화합물 7)
- <491> 폴리비닐피롤리돈 5.0g
- <492> (K-30, 상품명, Wako Pure Chemical Industries 제품, 분자량 40,000)
- <493> 메타크릴산/메타크릴산 벤질 공중합체 10.4g
- <494> (몰비 28/72, 질량 평균 분자량: 3만, 40% 1-메톡시-2-프로필 아세테이트 용액)
- <495> 1-메톡시-2-프로필 아세테이트(Wako Pure Chemical Industries 제품) 35.9g
- <496> 1-메톡시-2-프로필 아세테이트 용액 중에, 안료(피그먼트 레드 254)의 분체, 안료 분산제 A, 폴리비닐피롤리돈, 메타크릴산/메타크릴산벤질 공중합체를 투입교반하여 혼합액을 얻었다. 다음에, 이 혼합액을 모터밀 M-50(상품명, Eiger · Japan 제품)로 지름 0.65mm의 지르코니아 비드를 사용하여, 주속 9m/s로 9시간 분산시켜서 R안료 분산물 J를 얻었다. 실시예 1과 마찬가지로 처리하여 측정한 입경, 단분산도는 수평균 입경 68nm, Mv/Mn 1.5이었다.
- <497> 조제한 R안료 분산물 J를 사용하여 실시예 1과 동일하게 하여 컬러필터 J1을 제조하였다. R안료 분산물 J의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2a에 나타낸다. 컬러필터 J1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다. 또한, 컬러필터 J1의 X선 차트를 도 2에 나타낸다.
- <498> (비교예 2)
- <499> <컬러필터 K1의 제조>
- <500> 실시예 1에 있어서 빈용매의 물의 온도를 45℃로 온도 조절한 것 이외는 실시예 1과 동일하게 하여 R안료 분산물 K 및 컬러필터 K1을 제조하였다. R안료 분산물 K의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기

표 2a에 나타낸다. 제조한 컬러필터 K1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다.

<501> (비교예 3)

<502> <컬러필터 L1의 제조>

<503> 비교예 1에 있어서 모터밀 M-50(상품명, Eiger · Japan 제품)에 의한 분산시간을 5시간으로 한 것 이외는 비교예 1과 동일하게 하여 R안료 분산물 L 및 컬러필터 L1을 제조하였다. R안료 분산물 L의 Df를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2a에 나타낸다. 제조한 컬러필터 L1의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 2b에 나타낸다.

표 2a

<504>

R안료 분산물	분산입자의 수 평균 입경 Df
A	48nm
B	43nm
C	33nm
D	68nm
E	38nm
F	46nm
G	36nm
H	41nm
I	25nm
J	73nm
K	66nm
L	93nm

표 2b

<505>

컬러필터	Δx	P	Dp
A1	0.64°	28%	25nm
B1	0.73°	27%	22nm
C1	0.76°	25%	25nm
D1	0.75°	29%	40nm
E1	0.84°	23%	27nm
F1	0.66°	33%	28nm
G1	0.77°	38%	24nm
H1	0.89°	31%	27nm
I1	0.87°	32%	18nm
J1	0.59°	31%	32nm
K1	0.56°	37%	35nm
L1	0.51°	25%	55nm

<506> 상기 표 2b에 나타난 바와 같이, 실시예에서 얻어진 컬러필터 A1~I1의 R화소는 X선 회절 스펙트럼에 있어서 브래그각 $28 \pm 1^\circ$ 에서 반치폭이 0.6° 이상인 회절 피크를 적어도 1개 이상 나타내는 것이었다.

<507> (실시예 9 · 비교예 3)

<508> [컬러필터 A1~L1의 콘트라스트의 측정]

<509> 제조한 컬러필터를, 백라이트 유닛으로서 3과장 냉음극관 광원(FWL18EX-N, 상품명, TOSHIBA LIGHTING & TECHNOLOGY CORPORATION 제품)에 확산판을 설치한 것을 사용하고, 2장의 편광판(HLC2-2518, 상품명, SANRITSU Co.,Ltd. 제품)의 사이에 위치시키고, 편광축이 평행일 때와 수직일 때의 투과 광량을 측정하고, 그 비를 콘트라스트로 하였다(우에키, 코세이, 후쿠나가, 야마나카저, 「512색 표시 104" 사이즈 TFT-LCD용 컬러필터」 제7회 색채광학 컨퍼런스(1990) 등 참조.). 색도의 측정에는 색채 휘도계(TOPCON CORPORATION 제품, BM-5)를 사용하였

다. 2장의 편광판, 컬러필터, 색채 휘도계의 설치위치는 백라이트로부터 13mm의 위치에 편광판을, 40mm~60mm의 위치에 직경 11mm, 길이 20mm의 원통을 설치하고, 이 가운데를 투과한 광을 65mm의 위치에 설치한 컬러필터에 조사하고, 투과한 광을 100nm의 위치에 설치한 편광판을 통과시켜 400mm의 위치에 설치한 색채 휘도계로 측정하였다. 색채 휘도계의 측정각은 2°로 설정하였다. 백라이트의 광량은 컬러필터를 설치하지 않는 상태에서, 2장의 편광판을 평행 니콜로 설치했을 때의 휘도가 1280cd/m²이 되도록 설정하였다.

<510> 컬러필터 A1~L1의 콘트라스트의 측정결과를 표 5에 나타낸다.

<511> [번인의 평가]

<512> (스페이서의 제조)

<513> 상기에서 제조한 ITO막이 스퍼터링 형성된 컬러필터 기관의 ITO막 상에, 하기 표 3에 기재된 조성으로 이루어진 하기 스페이서 처방 A를 사용하여 상기 흑색(K) 화상의 형성과 동일한 공정에 의해 전사재료를 제조하고, 노광, 현상하여 스페이서 패턴을 형성하였다. 얻어진 스페이서 패턴은 지름 16 μ m, 평균 높이 3.7 μ m의 기둥형상이었다.

<514> 다음에, 스페이서 패턴이 형성된 컬러필터 기관을 230℃에서 30분간 가열처리를 행하여(열처리 공정), 스페이서를 제조하였다.

표 3

<515> 스페이서 처방 A

안료 1	120질량부
1-메톡시-2-프로필 아세테이트	456질량부
메틸에틸케톤	243질량부
메탄올	17질량부
바인더 4	80질량부
DPHA액	79질량부
중합개시제 A	2.2질량부
하이드로퀴논 모노메틸에테르	0.100질량부
계면활성제 1	0.86질량부
착색 염료	17질량부

<516> <안료 1>

<517> · 실리카졸의 30% 메틸이소부틸케톤 분산물

<518> (상품명: MIBK-ST, Nissan Chemical Industries 제품)

<519> <바인더 4>

<520> · 메타크릴산/알릴메타크릴레이트 공중합체

<521> (=20/80[몰비], 질량 평균 분자량 36,000; 고분자 물질)

<522> <착색 염료>

<523> · 빅토리아 푸어 블루 BOH-M (Hodogaya Kagaku Co., Ltd. 제품)

<524> 또한, DPHA액, 계면활성제 1 및 중합개시제 A는 상술한 것과 동일하다.

<525> (액정배향 제어용 돌기의 제조)

<526> 상기에서 얻은 스페이서가 형성된 컬러필터 기관의 ITO막이 형성된 측(컬러필터 상)에, 하기 표 4에 기재된 조성으로 이루어진 하기 액정배향 제어용 돌기 처방 B를 사용하여, 상기 흑색(K) 화상의 형성과 동일한 공정에 의해 전사재료를 제조하고, 전사하고, 노광하였다. 노광량은 50mJ/cm²이었다.

표 4

<527> 액정배향 제어용 돌기 처방 B

포지티브형 레지스트액 FH-2413F (Fuji Film Electronics Materials Co., Ltd. 제품)	53.3질량부
메틸에틸케톤	46.7질량부
계면활성제 1	0.04질량부

<528> 그 후, 탄산나트륨계 현상액 대신에, 하기 현상액을 사용한 이외는 실시예 1과 동일하게 하여 현상하였다.

<529> (현상액)

<530> 0.085몰/L의 탄산나트륨, 0.085몰/L의 탄산수소나트륨, 및 1%의 디부틸나프탈렌술폰산 나트륨을 함유하는 수용액.

<531> 이것에 의해, 컬러필터(RGB 화소) 상에, 소망한 형상으로 패터닝된 액정배향 제어용 돌기용 감광성 수지층으로 이루어진 액정배향 제어용 돌기를 형성하였다.

<532> 이어서, 액정배향 제어용 돌기가 형성된 컬러필터 기판을 240℃에서 50분간 베이킹처리함으로써, 컬러필터(RGB 화소) 상에는 높이 1.5 μ m으로 종단면형상이 반원형인 액정배향 제어용 돌기가 형성되었다.

<533> 상기와는 별도로, 대향기판으로서 TFT 기판을 준비하였다. 이 TFT 기판의 일측 표면은 스퍼터링에 의해 ITO(Indium Tin Oxide)막이 형성되어 있다.

<534> 계속하여, TFT 기판의 ITO막 상 및 컬러필터 기판의 스페이서가 형성된 측의 ITO막 상에, 폴리이미드로 이루어진 배향막을 형성하였다.

<535> 그 후, 컬러필터의 화소군을 둘러싸도록 주위에 형성되어 있는 블랙 매트릭스의 프레임에 해당하는 위치에 에폭시 수지의 밀봉제를 인쇄함과 아울러, 컬러필터 기판을 TFT 기판과 접촉시켰다.

<536> 이어서, 접착된 2매의 기판을 열처리하여 밀봉제를 경화시켜서, 2매의 기판 적층체를 얻었다. 이 적층체를 진공하에서 탈기한 후, 대기압으로 되돌려 2매의 유리기판의 간극에 액정을 주입하였다. 주입 종료후, 주입구 부분을 접착제를 부여하고 자외선 조사하여 밀봉함으로써 액정셀을 얻었다.

<537> 이렇게 하여 얻은 액정셀의 양면에, 편광판(HLC2-2518, SANRITSU Co.,Ltd. 제품)을 부착하였다. 이어서, 도시하지 않았지만, 적색(R) LED로서 FR1112H, 녹색(G) LED로서 DG1112H, 및 청색(B) LED로서 DB1112H(모두 Stanley Electric Co., Ltd. 제품의 칩형 LED)을 이용하여 사이드라이트 방식의 백라이트를 구성하고, 상기 편광판이 형성된 액정셀의 배면이 되는 측에 배치하여 MVA모드 액정표시장치를 제조하였다.

<538> 제조한 액정표시장치에 대해서, 일본 특허공개 2000-275645호 공보의 도 4B에 기재된 플릭커를 최소로 하는 최적 커먼전압을 구하는 방법에 의해, 액정셀 내에 발생한 잔류 직류전압을 측정하였다. 액정표시장치의 번인 고장은, 잔류 직류전압이 작을 수록 발생하기 어렵다고 생각된다. 또한, 본 실시예에서는 잔류 직류전압이 55mV 미만이었을 경우를 「5」라고 하고, 55mV 이상 70mV 미만이었을 경우를 「4」라고 하고, 70mV 이상 85mV 미만이었을 경우를 「3」이라고 하고, 85mV 이상 100mV 미만이었을 경우를 「2」라고 하고, 100mV 이상 115mV 미만이었을 경우를 「1」이라고 하고, 잔류 직류전압이 115mV 이상이었을 경우를 「0」이라고 평가하였다. 이 평가치가 「1」 이상이면 대략 실용상의 요구를 만족시킬 수 있고, 고품위 화상이 요구되는 경우에는 「2」 이상인 것이 바람직하다.

<539> 컬러필터 A1~L1의 번인 방지성의 평가결과를 표 5에 나타낸다.

표 5

<540>

컬러필터	콘트라스트	번인 방지성
A1	8030	2
B1	7800	3
C1	8000	2
D1	6500	1
E1	8200	4
F1	8500	3
G1	8700	4
H1	8300	5
I1	9300	5
J1	5900	0
K1	5700	0
L1	1500	3

<541>

표 5의 결과로부터 분명하게 나타나 있는 바와 같이, 컬러필터 J1~L1은 번인 방지성 내지는 콘트라스트가 지나치게 낮다. 이것에 비하여, 본 발명의 컬러필터 A1~I1은 모두 번인에 의한 표시불량을 실용상 충분히 억제할 수 있는 것을 알 수 있다. 또한, 본 발명의 컬러필터 A1~I1은 컬러필터 J1~L1과 비교하여 매우 높은 콘트라스트를 나타내고, 양호한 표시특성을 나타내는 것을 알 수 있다. 또한, 컬러필터의 착색층을 형성하는 안료 분산물로서 특정한 것을 사용함으로써 한층 효과적으로 번인에 의한 표시불량을 더욱 억제할 수 있었다.

<542>

(실시에 10 · 비교예 4)

<543>

<컬러필터 A2~L2의 제조(감광성 수지 전사재료의 라미네이트에 의한 제조)>

<544>

[감광성 수지 전사재료의 제조]

<545>

두께 75 μ m의 폴리에틸렌 테레프탈레이트 필름 가지지체 상에, 슬릿형상 노즐을 이용하여, 하기 처방 H1로 이루어진 열가소성 수지층용 도포액을 도포, 건조시켰다. 다음에, 하기 처방 P1로 이루어진 중간층용 도포액을 도포, 건조시켰다. 또한, 하기 착색 감광성 수지 조성물 K1을 도포, 건조시켜, 상기 가지지체 상에 건조 막두께가 14.6 μ m인 열가소성 수지층, 건조 막두께가 1.6 μ m인 중간층, 및 건조 막두께가 2.4 μ m인 감광성 수지층을 형성하고, 보호필름(두께 12 μ m, 폴리프로필렌 필름)을 압착하였다.

<546>

이렇게 하여, 가지지체, 열가소성 수지층, 중간층(산소 차단막), 흑색(K) 감광성 수지층이 일체가 된 감광성 수지 전사재료 K1을 제조하였다.

<547>

<열가소성 수지층용 도포액: 처방 H1>

<548>

· 메탄올 11.1질량부

<549>

· 프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트 6. 36질량부

<550>

· 메틸에틸케톤 52.4질량부

<551>

· 메틸 메타크릴레이트/2-에틸헥실 아크릴레이트 /벤질 메타크릴레이트/메타크릴산 공중합체(공중합 조성비(몰비)=55/11.7/4.5/28.8, 분자량=10만, Tg: 약 70℃)

<552>

5.83질량부

<553>

· 스티렌/아크릴산 공중합체(공중합 조성비(몰비)=63/37, 분자량=1만, Tg: 약 100℃)

13.6질량부

<554>

· 비스페놀 A에 펜타에틸렌글리콜 모노메타크릴레이트를 2당량 탈수 축합한 화합물(Shin-nakamura Chemical Corporation 제품, 상품명: 2,2-비스[4-(메타크릴옥시 폴리에톡시)페닐]프로판)

9.1질량부

<555>

· 계면활성제 1 0.54질량부

<556> <중간층용 도포액 : 처방 P1>

<557> · PVA205(폴리비닐알콜, Kuraray Co., Ltd. 제품, 비누화율=88%, 중합도 550)

<558> 32.2질량부

<559> · 폴리비닐피롤리돈(ISP Japan Ltd. 제품, K-30) 14.9질량부

<560> · 증류수 524질량부

<561> · 메탄올 429질량부

<562> 다음에, 상기 감광성 수지 전사재료 K1의 제조에서 사용한 상기 착색 감광성 수지 조성물 K1을 하기 표 6a~6c에 기재된 조성으로 이루어진 하기 착색 감광성 수지 조성물 R101, G101 및 B101으로 변경하고, 그 이외는 상기과 동일한 방법으로 감광성 수지 전사재료 R101, G101 및 B101을 제조하였다. 또한, 착색 감광성 수지 조성물 R101, G101 및 B101의 조제방법은 각각 상기 착색 감광성 수지 조성물 R1, G1 및 B1의 조제방법에 준한다.

표 6a

<563> R101

R안료 분산물 A	40질량부
R안료 분산물 2(CIPR177)	4.5질량부
프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트	7.6질량부
메틸에틸케톤	37질량부
바인더 1	0.8질량부
DPHA액	4.4질량부
2-트리클로로메틸-(p-스티릴스티릴)-1,3,4-옥사디아졸	0.14질량부
중합개시제 A	0.06질량부
페노티아진	0.01질량부
첨가제 1	0.52질량부
계면활성제 1	0.06질량부

표 6b

<564> G101

G안료 분산물 1(CIPG36)	28질량부
Y안료 분산물 1(CIPY150)	15질량부
프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트	29질량부
메틸에틸케톤	26질량부
시클로헥사논	1.3질량부
바인더 2	3.0질량부
DPHA액	4.3질량부
2-트리클로로메틸-(p-스티릴스티릴)-1,3,4-옥사디아졸	0.15질량부
중합개시제 A	0.06질량부
페노티아진	0.01질량부
계면활성제 1	0.07질량부

<565>

표 6c

<566> B101

B안료 분산물 1(CIPB15:6)	8.6질량부
B안료 분산물 2(CIPB15:6+CIPV23)	15질량부
프로필렌글리콜 모노메틸에테르 아세테이트	28질량부
메틸에틸케톤	26질량부
바인더 3	18.5질량부
DPHA액	4.3질량부
2-트리클로로메틸-(p-스티릴스티릴)-1,3,4-옥사디아졸	0.17질량부
페노티아진	0.02질량부
계면활성제 1	0.06질량부

<567>

<568> 또한, 표 6a에 기재된 조성물 중, 첨가제 1은 인산 에스테르계 특수 활성화제(Kusumoto Chemicals, Ltd. 제품, 상품명: HIPLAAD ED152)를 사용하였다.

<569> [흑색(K) 화상의 형성]

<570> 무알칼리 유리기관을 25℃로 조정한 유리 세정제액을 샤워에 의해 20초간 분사하면서 나일론모를 가진 회전 브러시로 세정하고, 순수 샤워세정 후 실란 커플링액(N-β(아미노에틸) γ-아미노프로필 트리메톡시실란 0.3질량% 수용액, 상품명: KBM603, Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. 제품)을 샤워에 의해 20초간 분사, 순수 샤워 세정하였다. 이 기관을 기관 예비 가열장치에서 100℃에서 2분간 가열하고, 다음의 라미네이터로 보냈다.

<571> 상기 감광성 수지 전사재료 K1의 보호필름을 박리한 후, 라미네이터(Hitachi Industries Co., Ltd. 제(Lamic II형))를 사용하여, 상기 100℃에서 2분간 가열한 기관에 고무롤러 온도 130℃, 선압 100N/cm, 반송속도 2.2m/분으로 라미네이트하였다.

<572> 가지지체를 열가소성 수지층과의 계면에서 박리한 후, 초고압수은등을 구비한 프록시미티형 노광기(Hitachi Electronic Engineering Co., Ltd. 제품)로, 기관과 마스크(화상 패턴을 갖는 석영노광 마스크)를 수직하게 세운 상태에서, 노광 마스크면과 상기 열가소성 수지층 사이의 거리를 200μm로 설정하고, 노광량 70mJ/cm²으로 패턴노광하였다.

<573> 다음에, 트리에탄올아민계 현상액(2.5%의 트리에탄올아민 함유, 상품명: T-PD1, Fuji Photo Film Co., Ltd. 제품을 순수로 12배 희석한 액(T-PD2 1부와 순수 11부의 비율로 혼합하였음)으로 30℃, 50초, 플랫 노즐압력 0.04MPa로 샤워 현상하여 열가소성 수지층과 중간층을 제거하였다.

<574> 계속하여, 탄산나트륨계 현상액(0.38몰/L의 탄산수소나트륨, 0.47몰/L의 탄산나트륨, 5%의 디부틸나프탈렌술폰산 나트륨, 음이온성 계면활성제, 소포제, 안정제 함유, 상품명: T-CD1, Fuji Photo Film Co., Ltd. 제품을 순수로 5배 희석한 액)을 사용하여 29℃, 30초, 콘형 노즐압력 0.15MPa로 샤워 현상하여 감광성 수지층을 현상하여, 패터닝 화상을 얻었다.

<575> 계속하여, 세정제(상품명 「T-SD1(Fuji Photo Film Co., Ltd. 제품)」을 순수로 10배 희석한 액을 사용하여, 33℃, 20초, 콘형 노즐 압력 0.02MPa로 샤워와 나일론모를 갖는 회전 브러시에 의해 잔사 제거를 행하여 흑색(K)의 화상을 얻었다. 그 후 또한, 상기 기관에 대해서 상기 수지층의 측으로부터 초고압수은등으로 500mJ/cm²의 광으로 포스트노광 후, 220℃에서 15분 열처리하였다.

<576> 이 화상 K를 형성한 기관을 다시 상기한 바와 같이 브러시로 세정하고, 순수 샤워 세정한 후, 실란 커플링액은 사용하지 않고 기관 예비가열 장치에 보냈다.

<577> [적색(R) 화소의 형성]

<578> 상기 감광성 수지 전사재료 R101을 사용하여 상기 감광성 수지 전사재료 K1과 동일한 공정으로, 열처리 마무리 적색(R) 화소 R를 얻었다. 단, 노광량은 40mJ/cm², 탄산나트륨계 현상액에 의한 현상은 35℃, 35초로 하였다. 상기 감광성 수지층R101의 막두께 및 안료(C.I.P.R. 254 및 C.I.P.R. 177)의 도포량을 이하에 나타낸다.

<579> 감광성 수지 막두께(μm) 2.00

- <580> 안료 도포량(g/m^2) 1.00
- <581> C.I.P.R. 254 도포량(g/m^2) 0.80
- <582> C.I.P.R. 177 도포량(g/m^2) 0.20
- <583> 이 화상 K 및 화소 R을 형성한 기판을 다시 상기한 바와 같이 브러시로 세정하고, 순수 샤워세정 후, 실란 커플링액은 사용하지 않고 기판 예비가열 장치에 보냈다.
- <584> [녹색(G) 화소의 형성]
- <585> 상기 감광성 수지 전사재료 G101을 사용하여 상기 감광성 수지 전사재료 R101과 동일한 공정으로, 열처리 마무리 녹색(G) 화소 G를 얻었다. 단, 노광량은 $40\text{mJ}/\text{cm}^2$, 탄산나트륨계 현상액에 의한 현상은 34°C , 45초로 하였다. 상기 감광성 수지층 G101의 막두께 및 안료(C.I.P.G. 36 및 C.I.P.Y. 150)의 도포량을 이하에 나타낸다.
- <586> 감광성 수지 막두께(μm) 2.00
- <587> 안료 도포량(g/m^2) 1.92
- <588> C.I.P.G. 36 도포량(g/m^2) 1.34
- <589> C.I.P.Y. 150 도포량(g/m^2) 0.58
- <590> 이 화상 K, 화소 R 및 화소 G를 형성한 기판을 다시 상기한 바와 같이 브러시로 세정하고, 순수 샤워세정 후 실란 커플링액은 사용하지 않고 기판 예비가열 장치에 보냈다.
- <591> [청색(B) 화소의 형성]
- <592> 상기 감광성 수지 전사재료 B101을 사용하고, 상기 감광성 수지 전사재료 R101과 동일한 공정으로, 열처리 마무리 청색(B) 화소 B를 얻었다. 단, 노광량은 $30\text{mJ}/\text{cm}^2$, 탄산나트륨계 현상액에 의한 현상은 36°C , 40초로 하였다. 상기 감광성 수지층 B101의 막두께 및 안료(C.I.P.B. 15:6 및 C.I.P.V. 23)의 도포량을 이하에 나타낸다.
- <593> 감광성 수지 막두께(μm) 2.00
- <594> 안료 도포량(g/m^2) 0.75
- <595> C.I.P.B. 15:6 도포량(g/m^2) 0.705
- <596> C.I.P.V. 23 도포량(g/m^2) 0.045
- <597> 이 화소 R, 화소 G, 화소 B 및 화상 K를 형성한 기판을 240°C 에서 50분 베이킹한 후, 실시예 1과 동일하게 하여 ITO 투명 전극을 형성하여 컬러필터 A2를 얻었다.
- <598> 상기 컬러필터 A2의 제조방법에 대해서, R안료 분산물 A를 R안료 분산물 B~L로 각각 변경하여 컬러필터 B2~L2를 제조하였다.
- <599> 얻어진 컬러필터 A2~L2의 Δx 와 P 및 D_p 를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 7에 나타낸다.

표 7

<600>

컬러필터	Δx	P	Dp
A2	0.66°	21%	24nm
B2	0.75°	25%	22nm
C2	0.77°	24%	27nm
D2	0.75°	22%	38nm
E2	0.82°	27%	28nm
F2	0.69°	38%	29nm
G2	0.76°	35%	23nm
H2	0.85°	36%	27nm
I2	0.87°	33%	19nm
J2	0.56°	32%	34nm
K2	0.53°	34%	37nm
L2	0.51°	26%	52nm

<601>

상기 표 7에 나타난 바와 같이, 실시예에서 얻어진 컬러필터 A2~I2의 R화소는 X선 회절 스펙트럼에 있어서 브래그각 $28 \pm 1^\circ$ 에서 반치폭이 0.6° 이상인 회절 피크를 적어도 1개 나타내는 것이었다.

<602>

얻어진 컬러필터 A2~L2의 콘트라스트와 번인 방지성을 실시예 9·비교예 3과 동일하게 하여 평가하였다. 결과를 표 8에 나타낸다.

표 8

<603>

컬러필터	콘트라스트	번인 방지성		
A2	7000	2		
B2	6700	3		
C2	6400	2		
D2	5900	1		
E2	7200	4		
F2	7400	3		
G2	7800	4		
H2	7200	5		
I2	8100	5		
J2	5500	0		
K2	5700	0	L2	2300 3

<604>

<605>

표 8의 결과로부터, 본 발명에 의하면 라미네이트 방식에 의해 착색층을 형성한 컬러필터에 있어서도 번인에 의한 표시불량을 충분히 억제하고, 또한 매우 높은 콘트라스트를 나타내고, 양호한 표시특성을 나타내는 것을 알 수 있다.

<606>

(실시예 11·비교예 5)

<607>

<컬러필터 A3~L3의 제조(잉크젯에 의한 제조)>

<608>

실시예 10·비교예 4에 있어서의 감광성 수지 전사재료 K1의 제조 순서에 대해서, 카본블랙을 Degussa 제품 「Special Black 250(상품명)」으로 대신한 이외는 동일하게 하여 감광성 수지 전사재료 K2를 제조하였다.

<609>

[차광성을 갖는 격벽의 형성]

<610>

무알칼리 유리기판을 25°C 로 조정된 유리 세정제액을 샤워에 의해 20초간 분사하면서 나일론모를 가진 회전 브러시로 세정하고, 순수 샤워세정 후 실란 커플링액(N- β (아미노에틸) γ -아미노프로필 트리메톡시실란 0.3질량% 수용액, 상품명: KBM603, Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. 제품)을 샤워에 의해 20초간 분사, 순수 샤워 세정하였다. 이 기판을 기판 예비 가열장치에서 100°C 에서 2분간 가열하였다.

- <611> 상기 감광성 수지 전사재료 K2의 보호필름을 박리한 후, 라미네이터(Hitachi Industries Co., Ltd. 제(Lamic II형))를 사용하여, 상기 100℃에서 2분간 가열한 기관에 고무롤러 온도 130℃, 선압 100N/cm, 반송속도 2.2m/분으로 라미네이트하였다.
- <612> 가지지체를 박리한 후, 초고압수은등을 구비한 프록시미티형 노광기(Hitachi Electronic Engineering Co., Ltd. 제품)로, 기관과 마스크(화상 패턴을 갖는 석영노광 마스크)를 수직하게 세운 상태에서, 노광 마스크면과 상기 열가소성 수지층의 사이의 거리를 200 μ m로 설정하고, 노광량 100mJ/cm²으로 패턴노광하였다. 마스크 형상은 격자상이고, 화소와 차광성을 갖는 격벽과의 임계선에 해당하는 부분에 있어서의 차광성을 갖는 격벽측에 불록각의 곡률반경은 0.6 μ m로 하였다.
- <613> 다음에, 트리에탄올아민계 현상액(2.5%의 트리에탄올아민 함유, 비이온성 계면활성제 함유, 폴리프로필렌계 소포제 함유, 상품명: T-PD1, Fuji Photo Film Co., Ltd. 제품)으로 30℃, 50초, 플랫 노즐압력 0.04MPa로 샤워 현상하여 열가소성 수지층과 중간층(산소 차단층)을 제거하였다.
- <614> 계속하여, 탄산나트륨계 현상액(0.06몰/L의 탄산수소나트륨, 동 농도의 탄산나트륨, 1%의 디부틸나프탈렌술포산나트륨, 음이온성 계면활성제, 소포제, 안정제함유, 상품명: T-CD1, Fuji Photo Film Co., Ltd. 제품)을 사용하여, 29℃, 30초, 콘형 노즐압력 0.15MPa로 샤워 현상하여 차광성을 갖는 수지층을 현상하여, 패턴닝 분리분획벽(차광성을 갖는 격벽 패턴)을 얻었다.
- <615> 계속하여, 세정제(인산염·규산염·비이온성 계면활성제·소포제·안정제 함유, 상품명 「T-SD1(Fuji Photo Film Co., Ltd. 제품)」)을 사용하여, 33℃, 20초, 콘형 노즐압력 0.02MPa로 샤워와 나일론모를 가진 회전 브러시에 의해 잔사 제거를 행하여 차광성을 갖는 격벽을 얻었다. 그 후, 상기 기관에 대해서 상기 수지층의 측으로부터 초고압수은등으로 500mJ/cm²의 광으로 포스트 노광후, 240℃, 50분 더 열처리하였다.
- <616> [플라즈마 발수화 처리]
- <617> 그 후, 하기 방법에 의해 플라즈마 발수화 처리를 행하였다.
- <618> 차광성을 갖는 격벽을 형성한 상기 기관에, 캐소드 커플링방식 평행 평판형 플라즈마 처리장치를 이용하여, 이하의 조건에서 플라즈마 발수화 처리를 행하였다.
- <619> 사용가스: CF₄
- <620> 가스 유량: 80sccm
- <621> 압력: 40Pa
- <622> RF 파워: 50W
- <623> 처리시간: 30sec
- <624> [컬러필터용 잉크젯 잉크의 조제]
- <625> 일본 특허공개 2002-201387호 공보의 실시예 1을 참고로 이하의 처방으로 잉크를 조제하였다.

표 9

조성성분 함유량 (질량부)	R잉크 1	G잉크 1	B잉크 1
R안료 분산물 A (C.I.P.R. 254)	14		
G안료 (C.I.P.R. 36)		5.0	
B안료 (C.I.P.R. 15:6)			5.0
고분자 분산제(AVECIA LTD. 제품 의 SOLSPERSE 24000)	2.0	2.0	2.0
바인더(벤질메타크릴레이트-메타 크릴산 공중합체)	3.0	3.0	3.0

디펜타에리스리톨 펜타아크릴레이트	2.0	2.0	2.0
트리프로필렌글리콜 디아크릴레이트	5.0	5.0	5.0
2-메틸-1-[4-(메틸티오)페닐]-2-모르폴리노프로판-1-온	2.0	2.0	2.0
디에틸렌글리콜 모노부틸에테르 아세테이트 29.9dyn/cm	72	81	81
사출시의 잉크 점도 (mPa · s)	15	10	10
사출시의 잉크 표면장력 (mN/m)	26	21	21

<627> <점도>

<628> 잉크의 점도는 E형 점토계(TOKI SANGYO CO.,LTD. 제품, RE80L(상품명))에 의해, 25℃, 사용 로터 1° 34'×R24, 측정시간 2분의 조건에 의해 측정하였다.

<629> <표면장력>

<630> 잉크의 표면장력은 표면장력계 FACE SURFACE TENSIOMETER CBVB-A3(Kyowa Interface Science Co., LTD. 제품)에 의해, 측정 온도 23℃로 하여 측정하였다.

<631> 상기 표 9의 각 성분의 혼합에 대해서는, 우선 안료 및 고분자 분산제를 용제의 일부에 투입, 혼합하고, 3개 물과 비드밀을 이용하여 교반하여 안료 분산액을 얻었다. 한편, 다른 배합 성분을 용제의 잔부에 투입, 교반하여 용해 분산하여, 바인더 용액을 얻었다. 그리고, 안료 분산액을 소량씩 바인더 용액 중에 첨가하면서 디졸버로 충분히 교반하여, 컬러필터용 잉크젯 잉크를 조제하였다.

<632> [화소 형성]

<633> 상기에서 얻어진 R잉크 1, G잉크 1, B잉크 1을 피에조 방식의 헤드를 이용하여, 우선 이하와 같이 하여 차광성 격벽에 둘러싸여진 오목부에 잉크를 타적하였다. 그리고 이하와 같이 하여, 본 발명의 컬러필터를 얻었다.

<634> 헤드는 25.4mm 당 150의 노즐밀도로 318 노즐을 갖고 있고, 이것을 2개 노즐 열방향으로 노즐 간격의 1/2 시프트하여 고정함으로써, 기관 상에는 노즐 배열방향으로 25.4mm 당 300방울 타적된다.

<635> 헤드 및 잉크는 헤드 내에 온수를 순환시킴으로써 토출부분 부근이 50±0.5℃가 되도록 제어되어 있다.

<636> 헤드로부터의 잉크 토출은 헤드에 부여되는 피에조 구동신호에 의해 제어되어 한 방울 당 6~42p1의 토출이 가능하며, 본 실시예에서는 헤드 아래 1mm의 위치에서 유리기관이 반송되면서 헤드로부터 타적된다. 반송속도는 50~200mm/s의 범위로 설정가능하다. 또한, 피에조 구동 주파수는 최대 4.6KHz까지 가능하며, 이들의 설정에 의해 타적량을 제어할 수 있다.

<637> 본 실시예에서는 R, G, B 각각, 안료의 도포량이 1.1, 1.8, 0.75g/m²이 되도록, 반송속도, 구동 주파수를 제어하고, 소망하는 R, G, B에 대응하는 오목부에 R, G, B의 잉크를 타적하였다.

<638> 타적된 잉크는 노광부에 반송되어 자외발광 다이오드(UV-LED)에 의해 노광된다. UV-LED는 Nichia Corporation 제품의 NCCU033을 사용하였다. 이 LED는 1칩으로부터 파장 365nm의 자외광을 출력하는 것으로, 약 500mA의 전류를 통전함으로써 칩으로부터 약 100mW의 광이 발광된다. 이것을 7mm 간격으로 복수개 배열하여, 표면에서 0.3W/cm²의 파워가 얻어진다. 타적후 노광되기까지의 시간, 및 노광시간은 매체의 반송속도 및 헤드와 LED의 반송방향의 거리에 따라 변경가능하다. 본 실시예에서는 착탄후, 100℃에서 10분간 건조시키고, 그 후 노광하였다.

<639> 거리 및 반송속도의 설정에 따라서, 매체 상의 노광에너지를 0.01~15J/cm²의 사이에서 조정할 수 있다. 본 실시예에서는 반송속도에 의해 노광에너지를 조정하였다.

<640> 이들 노광파워, 노광에너지의 측정에는 Ushio, Inc. 제품의 스펙트로라디오미터 URS-40D를 사용하여, 파장 220nm으로부터 400nm의 사이를 적분한 값을 사용하였다.

<641> 타적후의 유리기관을 230℃의 오븐 중에서 30분 베이킹함으로써, 차광성 격벽, 각 화소를 모두 완전하게 경화시

킨 후, 실시예 1과 동일하게 하여 ITO 투명 전극을 형성하여 컬러필터 A3를 제조하였다.

<642> 상기 컬러필터 A3의 제조순서에 대해서, R안료 분산물 A를 R안료 분산물 B~L로 각각 변경하여 컬러필터 B3~L3을 제조하였다.

<643> 얻어진 컬러필터 A3~L3의 Δx 와 P 및 Dp를 실시예 1과 동일하게 하여 측정하였다. 결과를 하기 표 10에 나타낸다.

표 10

컬러필터	Δx	P	Dp
A3	0.67°	25%	23nm
B3	0.74°	24%	21nm
C3	0.72°	27%	25nm
D3	0.77°	23%	35nm
E3	0.81°	25%	25nm
F3	0.65°	37%	26nm
G3	0.79°	33%	21nm
H3	0.83°	37%	24nm
I3	0.82°	31%	16nm
J3	0.58°	37%	32nm
K3	0.59°	33%	36nm
L3	0.55°	23%	57nm

<645>

<646> 상기 표 10에 나타난 바와 같이, 실시예에서 얻어진 컬러필터 A3~I3의 R화소는 X선 회절 스펙트럼에 있어서 브래그각 $28 \pm 1^\circ$ 에서 반치폭이 0.6° 이상인 회절 피크를 적어도 1개 나타내는 것이었다.

<647> 얻어진 컬러필터 A3~L3의 콘트라스트와 번인을 실시예 9·비교예 3과 동일하게 하여 평가하였다. 결과를 표 11에 나타낸다.

표 11

컬러필터	콘트라스트	번인 방지성
A3	10000	2
B3	11000	3
C3	9900	2
D3	7800	1
E3	10200	4
F3	11400	3
G3	12000	4
H3	11800	5
I3	13200	5
J3	7700	0
K3	7500	0
L3	5400	3

<649> 표 11의 결과로부터 분명하게 나타나 있는 바와 같이, 잉크젯법에 의해 형성된 착색층을 갖는 컬러필터에 있어서도, 번인에 의한 표시불량을 충분히 억제하고, 또한 매우 높은 콘트라스트를 나타내고, 양호한 표시특성을 나타내는 것을 알 수 있다.

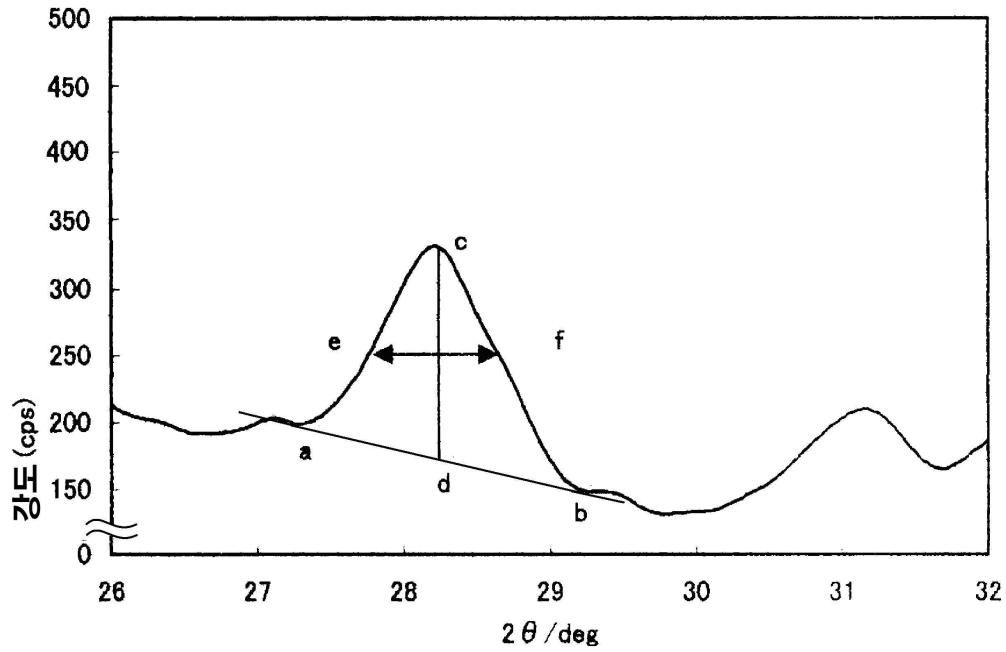
도면의 간단한 설명

<650> 도 1은 컬러필터 H1의 X선 차트를 나타내는 도이다.

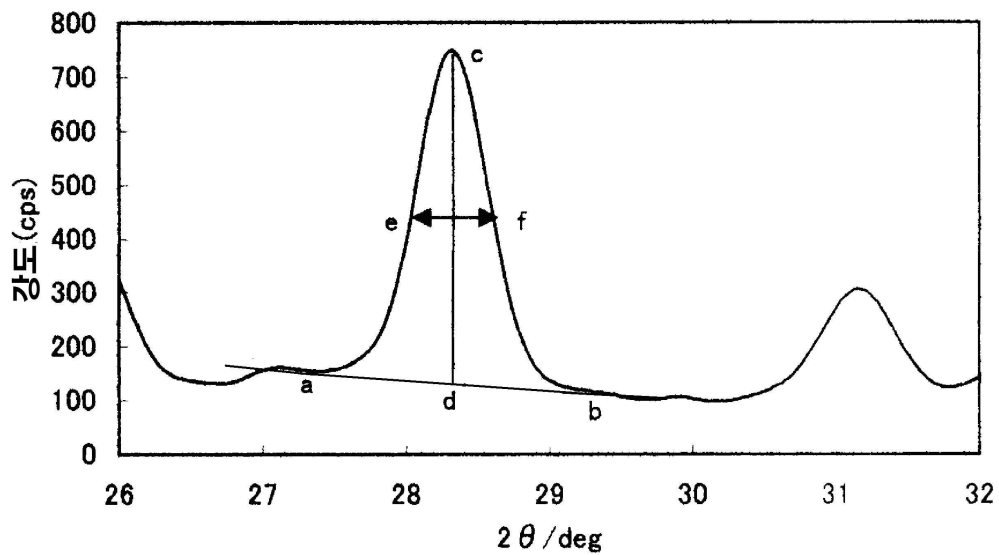
<651> 도 2는 컬러필터 J1의 X선 차트를 나타내는 도이다.

도면

도면1



도면2



专利名称(译)	滤色器和使用它的液晶显示装置		
公开(公告)号	KR1020080042029A	公开(公告)日	2008-05-14
申请号	KR1020070113916	申请日	2007-11-08
[标]申请(专利权)人(译)	富士胶片株式会社		
申请(专利权)人(译)	富士胶片有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	富士胶片有限公司		
[标]发明人	NINOMIYA TOSHITAKA 니노미야토시타카 YOKOYAMA HIROSHI 요코야마히로시		
发明人	니노미야토시타카 요코야마히로시		
IPC分类号	G02F1/1335		
CPC分类号	C09B67/0014 C09D17/003 G02F1/133514 G09G2320/066		
代理人(译)	HA, 杨郁		
优先权	2006303420 2006-11-08 JP		
其他公开文献	KR101381194B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

(问题) 提供一种具有高对比度的滤色器，其能够抑制由于图像显示时的老化引起的显示故障的发生，能够抑制颜料沉淀的产生，以及使用该滤色器的液晶显示装置的。一种具有着色层的滤色器，其中着色层在布拉格角为 28 ± 1 度时显示半宽度为0.6或更大的衍射峰。在Cu-K α 线的X射线衍射光谱中。

