



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0019695
(43) 공개일자 2009년02월25일

(51) Int. Cl.

G02F 1/1335 (2006.01) G02F 1/13357 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-0079376

(22) 출원일자 2008년08월13일

심사청구일자 없음

(30) 우선권주장

JP-P-2007-00214082 2007년08월20일 일본(JP)

(71) 출원인

후지필름 가부시키키가이샤

일본 도쿄도 미나토쿠 니시 아자부 2초메 26방 30고

(72) 발명자

요시노 하루히코

일본국 도쿄도 미나토쿠 니시 아자부 2초메 26방 30고, 후지필름 가부시키키가이샤 나이

마츠모토 케이스케

일본국 시즈오카현 하이바라군 요시다쵸 카와지리 4000, 후지필름가부시키키가이샤 나이

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

하영옥

전체 청구항 수 : 총 6 항

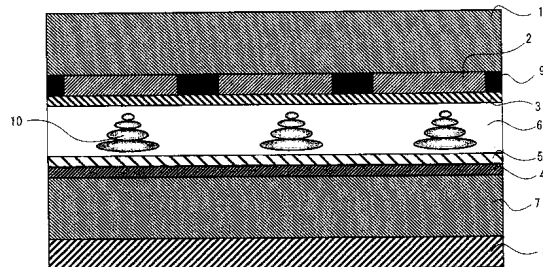
(54) 액정 표시 소자

(57) 요약

본 발명은 C.I. 피그먼트 바이올렛의 유기 안료 입자 직경을 작게 하고, 삼파장형 백라이트와 조합함으로써 넓은 색재현 영역과 높은 콘트라스트를 갖는 액정 표시 소자를 제공하는 것을 과제로 한다.

이를 위해서, 평균 입경 50nm 이하의 유기 안료 나노 입자를 적어도 1종류 함유하는 컬러 필터와, 녹색 휘선의 피크가 520nm~540nm 사이에 있는 삼파장형 백라이트를 가지고 이루어지는 액정 표시 소자.

대표도 - 도1



(72) 발명자

카모사키 테츠

일본국 시즈오카켄 하이바라군 요시다쵸 카와지리
4000, 후지필름가부시키키가이샤 나이

시바타 나오야

일본국 카나가와켄 아시가라카미군 카이세이마치
우시지마 577, 후지필름 가부시키키가이샤 나이

이토 히데아키

일본국 카나가와켄 미나미아시가라시 나카누마
210, 후지필름 가부시키키가이샤 나이

코다마 토모히로

일본국 시즈오카켄 후지노미야시 오나카자토 200,
후지필름 가부시키키가이샤 나이

특허청구의 범위

청구항 1

평균 입경 50nm 이하의 유기 안료 나노 입자를 1종류 이상 함유하는 컬러 필터와 녹색 회선의 피크가 520nm~540 nm 사이에 있는 삼파장형 백라이트를 가지고 이루어지는 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 평균 입경 30nm 이하의 유기 안료 나노 입자를 1종류 이상 함유하는 컬러 필터를 가지고 이루어지는 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 상기 평균 입경 50nm 이하의 유기 안료 나노 입자는 유기 안료를 양용매에 용해시킨 후, 상기 유기 안료에 대해서는 빈용매가 되는 용매 중에 주입함으로써 제조해서 이루어지는 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 삼파장형 백라이트는 적색, 녹색, 및 청색의 발광 다이오드로 이루어지는 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 유기 안료 나노 입자는 C.I.피그먼트 바이올렛 23인 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 컬러 필터는 임시 지지체 상에 열가소성 수지층과 중간층과 착색 감광성 수지층을 형성한 감광성 수지 전사 재료를 사용하고, 상기 착색 감광성 수지층과 기판을 가열하면서 밀착시켜 상기 기판에 전사한 후에 상기 임시 지지체 또는 상기 임시 지지체와 열가소성 수지층을 박리하고, 상기 기판 상에 전사된 상기 착색 감광성 수지층을 패턴 노광하고, 그 후, 현상해서 상기 기판 상에 화상을 형성하는 방법에 의해 형성된 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기술 분야

- <1> 본 발명은 녹색의 색재현 영역이 넓고, 또한, 콘트라스트가 우수하며, 또한, 장시간 표시 적성이 우수한 액정 표시 소자에 관한 것이다.

배 경 기 술

- <2> 최근, 액정 디스플레이에 있어서 녹색(G) 방향의 색재현 범위를 넓히기 위해서 종래의 삼파장 냉음극관 대신에 삼파장 타입의 LED 백라이트가 이용되고 있다.
- <3> 또한, 패널 콘트라스트를 높이기 위해서 컬러 필터에 이용되는 안료에 대해서도 보다 미세화가 요구되고 있다.
- <4> 종래, 안료는 선명한 색조와 높은 착색력, 내후성을 갖고, 많은 분야에서 널리 사용되고 있다. 이들 안료 중에서도 실용상 중요한 것은 일반적으로 미세한 입자인 것이 많고, 상기 안료의 응집을 방지하고, 미세화함으로써 선명한 색조와 높은 착색력이 얻어진다. 그러나, 예를 들면, 솔트 밀링(salt milling)과 같은 물리적인 방법에 의해 안료를 보다 미세화해 가면 상기 안료의 분산액은 고점도를 나타내는 경우가 많다. 이 때문에 이 안료 분산액을 공업적 규모로 조제한 경우에는 상기 안료 분산액의 분산기로부터의 인출이 곤란하게 되거나 파이프 라인에 의한 수송을 할 수 없게 되거나 또한, 저장 중에 겔화되어 사용할 수 없게 되는 등의 문제가 있었다.

- <5> 그래서, 종래에 있어서는 유동성, 분산성이 우수한 안료 분산액 또는 착색 감광성 조성물을 얻기 위해서 유기 안료의 표면 처리를 행하거나(예를 들면, 특허 문헌 1 및 2 참조), 여러가지 분산제를 사용하는 것이 알려져 있다(예를 들면, 특허 문헌 3 및 4 참조). 또한, 양용매에 용해된 시료를 교반 조건이나 온도를 제어한 빈용매에 주입함으로써 나노 입자를 얻는 재침법을 사용하는 방법이 예를 들면, 특허 문헌 5에 서술되어 있다.
- <6> 상기 착색 감광성 조성물을 이용해서 착색 화상을 형성하는 경우, 일반적으로 착색 감광성 조성물의 도포액을 기판 상에 도포해서 상기 착색 감광성 조성물에 의한 층을 형성한 후, 노광·현상을 행한다. 이 현상시에 사용하는 현상액으로서 환경에 주는 영향이 적은 알칼리성 수용액이 사용되는 경우가 많지만 그것에 대응할 수 있는 것이 요구된다. 한편, 착색 감광성 조성물의 도포액에 이용되는 용매(안료의 분산매)로서는 도포 후의 건조가 용이한 것도 요구된다.
- <7> 또한, 이러한 착색 감광성 조성물에 의한 층은 일반적으로 매우 얇고, 또한, 두께가 얇고 높은 착색 농도를 나타내는 것이 요구된다는 점에서 예를 들면, 유기 용매 중에 유기 안료를 고도로, 또한, 균일하게 미세화한 상태에서 분산시키는 것이 필요로 된다.
- <8> 그러나, 이들 요구를 만족시키고, 상기 안료의 분산성, 유동성 등이 우수하고, 또한, 액정 표시 장치의 컬러 필터로서의 표시 특성의 요구에 응할 수 있는 안료 분산물, 그것을 함유하는 안료 분산 조성물 및 착색 감광성 조성물은 아직 개발되어 있지 않은 것이 현상상황이다.
- <9> [특허 문헌 1] 일본 특허 공개 평11-269401호 공보
- <10> [특허 문헌 2] 일본 특허 공개 평11-302553호 공보
- <11> [특허 문헌 3] 일본 특허 공개 평8-48890호 공보
- <12> [특허 문헌 4] 일본 특허 공개 2000-239554호 공보
- <13> [특허 문헌 5] 일본 특허 공개 2004-123853호 공보

발명의 내용

- <14> 본 발명은 넓은 색재현 영역과 높은 콘트라스트를 갖는 액정 표시 소자의 제공을 목적으로 한다. LED 백라이트의 녹색(G) 피크는 삼파장 냉음극관의 G 피크에 비해서 단파이고, 또한, 넓기 때문에 종래의 컬러 필터를 조합하면 특히 청색(B)에 녹색(G)이 혼색되어 B 방향의 색재현 범위가 좁아진다는 결점이 있다. 그것을 피하기 위해서는 컬러 필터의 B를 단파에 가까이 할 필요가 있고, 통상 C.I.피그먼트 바이올렛 23과 같은 바이올렛 안료를 사용하지만 종래의 C.I.피그먼트 바이올렛은 유기 안료 입자 직경이 크고, 광산란에 의해 콘트라스트에의 악영향이 크다는 결점이 있고, 또한, 장시간 연속으로 표시할 때의 내구성도 부족했다.
- <15> 본 발명자들은 상기 과제를 해결하기 위해서 예의 검토한 결과, C.I.피그먼트 바이올렛 등의 유기 안료 입자의 직경을 나노미터 오더로 하고, 삼파장형 백라이트와 조합함으로써 넓은 색재현 영역과 높은 콘트라스트를 갖는 액정 표시 소자를 제공할 수 있는 것을 발견했다. 본 발명은 이 지견에 기초해서 이루어지는 것에 이른 것이다.
- <16> 상기 과제는 하기 수단에 의해 달성되었다.
- <17> (1) 평균 입경 50nm 이하의 유기 안료 나노 입자를 적어도 1종류 함유하는 컬러 필터와, 녹색 휘선의 피크가 520nm~540nm 사이에 있는 삼파장형 백라이트를 가지고 이루어지는 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자.
- <18> (2) 평균 입경 30nm 이하의 유기 안료 나노 입자를 적어도 1종류 함유하는 컬러 필터를 가지고 이루어지는 것을 특징으로 하는 (1)에 기재된 액정 표시 소자.
- <19> (3) 상기 평균 입경 50nm 이하의 유기 안료 나노 입자는 유기 안료를 양용매에 용해시킨 후, 상기 유기 안료에 대해서는 빈용매가 되는 용매 중에 주입함으로써 제조해서 이루어지는 것을 특징으로 하는 (1) 또는 (2)에 기재된 액정 표시 소자.
- <20> (4) 상기 삼파장형 백라이트는 적색, 녹색 및 청색의 발광 다이오드(LED)로 이루어지는 것을 특징으로 하는 (1)~(3) 중 어느 한 항에 기재된 액정 표시 소자.
- <21> (5) 상기 유기 안료 나노 입자는 C.I.피그먼트 바이올렛 23인, (1)~(4) 중 어느 한 항에 기재된 액정 표시 소자.
- <22> (6) 상기 컬러 필터는 임시 지지체 상에 열가소성 수지층과 중간층과 착색 감광성 수지층을 형성한 감광성 수지

전사 재료를 이용해서 상기 착색 감광성 수지층과 기판을 가열하면서 밀착시켜서 상기 기판에 전사한 후에 상기 임시 지지체 또는 상기 임시 지지체와 열가소성 수지층을 박리하고, 상기 기판 상에 전사된 상기 착색 감광성 수지층을 패턴 노광하고, 그 후, 현상해서 상기 기판 상에 화상을 형성하는 방법에 의해 형성된 것을 특징으로 하는 (1)~(5) 중 어느 한 항에 기재된 액정 표시 소자.

<23> (발명의 효과)

<24> 본 발명의 액정 표시 소자는 녹색의 색재현 영역이 넓고, 또한, 콘트라스트가 우수하다. 또한, 흑색의 선명함 등의 묘사력도 우수하다. 노트북용 디스플레이나 텔레비전 모니터 등의 대화면의 액정 표시 소자 등으로서도 바람직하게 사용할 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

<25> 우선, 본 발명의 액정 표시 소자에 대해서 설명한다.

<26> 본 발명의 액정 표시 소자는 평균 입경 50nm 이하의 유기 안료 나노 입자를 적어도 1종류 함유하는 컬러 필터와, 녹색 휘선의 피크가 520nm~540nm 사이에 있는 삼파장형 백라이트를 가지고 이루어진다.

<27> 본 발명의 액정 표시 소자는 후술하는 컬러 필터 및 후술하는 삼파장형 백라이트를 조합한 액정 표시 소자이며, 상기 컬러 필터에 대향하는 어레이 기판과, 상기 컬러 필터와 상기 어레이 기판 사이에 봉입된 액정층 등으로 구성되어 있어도 좋다.

<28> 본 발명의 액정 표시 소자는 색재현 영역이 넓고, 컬러 필터에 의한 색 분리가 용이한 LED 백라이트와, 각 색의 색분리가 우수하고, LED 백라이트의 각 색 LED의 피크 파장에 투과 파장 영역을 맞춘 컬러 필터를 조합해서 이루어지고, NTSC 규격의 색 특성을 가질 수 있고, NTSC비를 100% 이상으로 하는 것도 가능하다.

<29> 본 발명의 액정 표시 소자는 백라이트, 컬러 필터 이외에 전극 기판, 편광 필름, 위상차 필름, 스페이서, 시야각 보상 필름 등 여러가지의 부재로 구성되어도 좋다. 이들 부재에 대해서는 예를 들면, 「'94 액정 디스플레이 주변 재료·케미컬즈의 시장{시마 켄타로(주)씨엠씨 1994년 발행}」, 「2003 액정 관련 시장의 현상향과 장래 전망(하권){오모테 료키치(주)후지키메라소켄 2003년 발행}」에 기재되어 있다.

<30> 본 발명의 액정 표시 소자의 바람직한 하나의 실시형태를 도 1에 기초해서 설명한다.

<31> 도 1은 본 발명의 액정 표시 소자의 하나의 실시형태의 구성의 개략을 나타내는 단면도이다.

<32> 본 발명의 액정 표시 소자의 하나의 실시형태는 투명 기판(1) 상에 컬러 필터(2), 투명 전극(3)이 순차적으로 설치되고, 상기 컬러 필터(2)에 대향하는 어레이 기판(4) 상에 ITO 전극(5)이 설치되고, 상기 투명 전극(3)과 상기 ITO 전극(5) 사이에 봉입된 액정층(6)을 형성하고, 또한, 상기 어레이 기판(4)측의 투명 기판(7)측으로부터 조사하는 삼파장형 백라이트(8)를 설치해서 이루어지는 액정 표시 소자이다.

<33> 또한, 컬러 필터(2) 중에 블랙 매트릭스(9)를 적당히 갖고, 액정층(6)은 액정(10)을 갖는다.

<34> 이어서, 본 발명에 사용하는 컬러 필터에 대해서 설명한다.

<35> 본 발명에 사용하는 컬러 필터는 적색(R), 녹색(G) 및 청색(B) LED를 사용한 상기 삼파장형 백라이트에 대응해서 이용되는 것이며, 적색(R) LED의 피크 파장이 620nm 이상이며, 녹색(G) LED의 피크 파장이 520~540nm이며, 청색(B) LED의 피크 파장이 470nm 이하인 LED 백라이트 각각의 파장에 대응하는 적색(R) 화소부, 녹색(G) 화소부 및 청색(B) 화소부를 갖는 컬러 필터인 것이 바람직하다.

<36> 즉, 본 발명에 사용하는 컬러 필터는 컬러 필터의 적색(R), 녹색(G) 및 청색(B)의 각 화소부의 투과 파장 영역을 적색(R), 녹색(G) 및 청색(B) LED의 피크 파장과 대응시킨 것이 바람직하다.

<37> 이어서, 본 발명에 사용하는 컬러 필터의 각 구성에 대해서 설명한다.

<38> 본 발명에 사용하는 컬러 필터에 함유되는 유기 안료 나노 입자의 적어도 1종류는 평균 입경이 50nm 이하이지만 상기 유기 안료 나노 입자의 적어도 1종류는 평균 입경이 30nm 이하인 것이 보다 바람직하다. 이 평균 입경의 하한에 특별히 제한은 없지만 통상 1nm 이상이다.

<39> 1. 녹색(G) 화소부

<40> 녹색(G) 화소부의 피크 파장의 투과율이 75% 이상인 것이 바람직하고, 80~90%인 것이 보다 바람직하다. 피크 파

장이 상기 범위 내인 것에 의해 명도가 높은 컬러 필터로 할 수 있다.

- <41> 본 발명에 있어서 상기 녹색(G) 화소부의 유기 안료의 종류로서는 컬러 필터의 화소부에 사용되는 유기 안료이면 특별히 한정되지 않지만 본 발명에 사용하는 유기 안료 나노 입자에 대해서 후술하는 유기 안료 중, 녹색 안료 내지는 황색 안료를 사용하는 것이 바람직하고, 상기 녹색 안료 내지는 황색 안료로 이루어지는 유기 안료 나노 입자를 사용하는 것이 보다 바람직하고, 상기 녹색 안료 내지는 황색 안료로 이루어지는 50nm 이하의 유기 안료 나노 입자를 사용하는 것이 더욱 바람직하다. 이것에 의해 적색(R) 및 청색(B) LED의 파장 영역에 있어서의 녹색(G) 화소부의 투과율을 억제할 수 있다.
- <42> 여기에서, 상기 분광 투과율의 값은 올림푸스코가쿠코교(주)제 분광 측색계 OSP-SP200에 의해 측정된 분광 투과율값이다.
- <43> 2. 청색(B) 화소부
- <44> 청색(B) 화소부의 피크 파장의 투과율이 72% 이상인 것이 바람직하고, 75~85%인 것이 보다 바람직하다. 피크 파장이 상기 범위 내인 것에 의해 명도가 높은 컬러 필터로 할 수 있다.
- <45> 상기 청색(B) 화소부에 대해서도 컬러 필터의 화소부로서 사용되는 것이면 특별히 한정되는 것은 아니지만 본 발명에 이용하는 유기 안료 나노 입자에 대해서 후술하는 유기 안료 중, 청색 안료 내지는 보라색 안료를 사용하는 것이 바람직하고, 상기 청색 안료 내지는 보라색 안료로 이루어지는 유기 안료 나노 입자를 사용하는 것이 보다 바람직하고, 상기 청색 안료 내지는 보라색 안료로 이루어지는 50nm 이하의 유기 안료 나노 입자를 사용하는 것이 더욱 바람직하다. 이것에 의해 적색(R) 및 녹색(G) LED의 파장 영역에 있어서의 청색(B) 화소부의 투과율을 억제할 수 있다.
- <46> 3. 적색(R) 화소부
- <47> 상기 적색 화소부의 피크 파장의 투과율이 85% 이상인 것이 바람직하고, 90~100%인 것이 보다 바람직하다. 피크 파장이 상기 범위 내인 것에 의해 명도가 높은 컬러 필터로 할 수 있다.
- <48> 상기 적색(R) 화소부에 대해서도 컬러 필터의 화소부로서 이용되는 것이면 특별히 한정되는 것은 아니지만 본 발명에 사용하는 유기 안료 나노 입자에 대해서 후술하는 유기 안료 중, 적색 안료 내지는 오렌지색 안료를 사용하는 것이 바람직하고, 상기 적색 안료 내지는 오렌지색 안료로 이루어지는 유기 안료 나노 입자를 사용하는 것이 보다 바람직하고, 상기 적색 안료 내지는 오렌지색 안료로 이루어지는 50nm 이하의 유기 안료 나노 입자를 사용하는 것이 더욱 바람직하다. 이것에 의해 청색(B) 및 녹색(G) LED의 파장 영역에 있어서의 적색(R) 화소부의 투과율을 억제할 수 있다.
- <49> 본 발명에 사용하는 컬러 필터는 특별히 그 구조 등은 한정되는 것은 아니고, 상기 화소부 외에 블랙 매트릭스나 보호층, 투명 전극, 배향층 등을 갖는 것이어도 좋다.
- <50> 또한, 화소부의 배치에 대해서도 특별히 한정되는 것은 아니고, 스트라이프상 또는 지그재그상 등으로 배치되어 구성되는 것이어도 좋다.
- <51> 또한, 본 발명에 사용하는 컬러 필터의 화소부의 막 두께는 0.1 μ m~4.0 μ m인 것이 바람직하다. 화소부의 막 두께가 상기 범위 내인 것에 의해 액정의 배향 등에 영향을 끼칠 가능성이 낮고, 또한, 고선명하며, 또한, 명도가 높은 컬러 필터로 할 수 있다.
- <52> 이어서, 상기 컬러 필터의 제조 방법에 대해서 설명한다.
- <53> 본 발명에 사용하는 컬러 필터는 기판 상에 착색 감광성 수지층을 형성하고, 노광해서 현상하는 것을 색의 수만큼 반복하는 방법 등의 방법에 의해 제조할 수 있다. 또한, 필요에 따라 그 경계를 블랙 매트릭스에 의해 구분한 구조로 할 수도 있다.
- <54> 상기 제조 방법에 있어서 기판 상에 착색 감광성 수지층을 형성하는 방법으로서 (a) 후술하는 감광성 수지 전사 재료를 사용해서 라미네이터에 의해 부착하는 방법, 및
- <55> (b) 후술하는 각 착색 감광성 수지 조성물을 통상의 도포 장치 등에 의해 도포하는 방법 등을 들 수 있다.
- <56> 상기 컬러 필터의 제조 방법으로서 상기 (a)의 방법이 컬러 필터의 평탄성이나 비용의 관점에서 바람직하다.
- <57> 상기 (a), (b)의 방법로서는 일본 특허 공개 2006-276818호 공보의 단락 번호 [0042]~[0056]에 기재된 방법을 본 발명에 있어서도 바람직하게 사용할 수 있다. 상기 (a)의 방법으로서 구체적으로는 임시 지지체 상에 열가소

성 수지층과 중간층과 착색 감광성 수지층을 형성한 감광성 수지 전사 재료를 사용해서 상기 착색 감광성 수지층과 기판을 가열하면서 밀착시켜 전사한 후에 상기 임시 지지체 또는 상기 임시 지지체와 열가소성 수지층을 박리하고, 상기 기판 상에 전사된 상기 착색 감광성 수지층을 패턴 노광하고, 그 후, 현상해서 상기 기판 상에 화상을 형성하는 방법에 의해 형성되는 것이 바람직하다.

<58> 또한, 착색 감광성 수지층을 후술하는 감광성 수지 전사 재료에 의해 형성하는 경우의 막 두께는 1.0~5.0 μm 가 바람직하고, 1.0~4.0 μm 가 보다 바람직하고, 1.0~3.0 μm 가 특히 바람직하다.

<59> (기관)

<60> 본 발명에 있어서 컬러 필터가 형성되는 기관으로서는 예를 들면, 투명 기관이 이용되고, 표면에 산화 규소 피막을 갖는 소다 유리판, 저팽창 유리, 논알칼리 유리, 석영 유리판 등의 공지의 유리판 또는 플라스틱 필름 등을 들 수 있다.

<61> 또한, 상기 기관은 미리 커플링 처리를 실시해 둠으로써 착색 감광성 수지 조성물 또는 감광성 수지 전사 재료와의 밀착을 양호하게 할 수 있다. 상기 커플링 처리로서는 일본 특허 공개 2000-39033호 공보에 기재된 방법이 바람직하게 이용된다. 또한, 특별히 한정되는 것은 아니지만, 기관의 막 두께로서는 700~1200 μm 가 일반적으로 바람직하다.

<62> (산소 차단막)

<63> 본 발명에 사용하는 컬러 필터는 감광성 수지층을 착색 감광성 수지 조성물의 도포에 의해 형성하는 경우에 있어서 상기 감광성 수지층 상에 산소 차단막을 더 형성할 수 있고, 이것에 의해 노광 감도를 높일 수 있다. 상기 산소 차단막으로서는 낮은 산소 투과성을 나타내고, 물 또는 알칼리 수용액에 분산 또는 용해되는 것이 바람직하고, 공지의 것 중에서 적당히 선택할 수 있다. 이들 중, 특히 바람직한 것은 폴리비닐알코올과 폴리비닐피롤리돈의 조합이다. 또한, 특별히 한정되는 것은 아니지만 산소 차단막의 막 두께로서는 0.5~3.0 μm 가 일반적으로 바람직하다.

<64> (패턴 노광 및 현상)

<65> 상기 기관 상에 형성된 감광성 수지층의 상방에 소정의 마스크를 배치하고, 그 후, 상기 마스크, 열가소성 수지층 및 중간층을 통해 마스크 상방으로부터 노광하고, 이어서, 현상액에 의한 현상을 행한다는 공정을 색의 수만 큼 반복함으로써 본 발명에 사용하는 컬러 필터를 얻을 수 있다. 또한, 필요에 따라 포스트 노광이나 포스트베 이킹을 행해도 좋다. 패턴 노광 및 현상 등의 패턴닝 방법으로서는 일본 특허 공개 2006-276818호 공보의 단락 번호 [0059]~[0062]에 기재된 방법이나 일본 특허 공개 2006-23696호 공보의 단락 번호 [0040]~[0051]에 기재된 방법을 본 발명에 있어서도 바람직하게 사용할 수 있다.

<66> 본 발명에 사용하는 컬러 필터는 콘트라스트가 우수한 것이 특징이다. 본 발명에 있어서 콘트라스트란, 2매의 편광판 사이에 있어서 편광축이 평행할 때와, 수직일 때의 투과 광량의 비를 나타낸다. (「1990년 제 7회 색채 광학 컨퍼런스, 512 색표시 10.4" 사이즈 TFT-LCD용 컬러 필터, 우에키, 오제키, 후쿠나가, 야마나카」 등 참조.)

<67> 컬러 필터의 콘트라스트가 높다는 것은 액정과 조합했을 때의 명암의 디스크리미네이션(discrimination)을 크게 할 수 있다는 것을 의미하고 있고, 액정 디스플레이가 CRT로 치환되기 위해서는 매우 중요한 성능이다.

<68> 본 발명에 사용하는 컬러 필터는 F10 광원에 의한 적색(R), 녹색(G) 및 청색(B) 각각 모든 단색의 색도가 하기 표에 기재된 값(이하, 본 발명에 있어서 「목표 색도」라고 함.)과의 차(ΔE)에서 5이내의 범위인 것이 바람직하고, 또한, 3이내인 것이 보다 바람직하고, 2이내인 것이 특히 바람직하다.

	X	Y	Z
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

<69>

<70> 본 발명에 있어서 색도는 현미 분광 광도계(올림푸스코가쿠사제; OSP100 또는 200)에 의해 측정하고, F10 광원 시야 2도의 결과로서 계산해서 xyz 표색계의 xyY값으로 나타낸다. 또한, 목표 색도와의 차는 $L^*a^*b^*$ 표색계의 색차로 나타낸다.

- <71> 이어서, 상기 컬러 필터의 제조에 사용하는 착색 감광성 수지 조성물에 대해서 설명한다.
- <72> 상기 착색 감광성 수지 조성물은 적어도 (1) 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더(A)의 존재하에 있어서 양용매에 용해된 유기 안료의 용액과, 상기 용매와 상용되는 빈용매를 혼합하고, 상기 유기 안료를 평균 입경 50nm 이하의 입자로서 형성한 유기 안료 나노 입자와, (2) 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더(B)와, (3) 모노머 또는 올리고머와, (4) 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계를 함유한다. 단, (A)와 (B)는 동일해도 달라도 좋다.
- <73> 상기 착색 감광성 수지 조성물은 유기 안료 나노 입자를 함유하고, 상기 유기 안료 나노 입자는 나노미터 사이즈라는 미소한 입경임에도 불구하고, 목적으로 한 입자 사이즈로 유기 안료 나노 입자가 농축 재분산화되어 있다. 이 때문에, 컬러 필터에 사용했을 때에는 광학 농도가 높고, 필터 표면의 균일성이 우수하고, 콘트라스트가 높고, 또한, 화상의 노이즈를 적게 할 수 있다.
- <74> 또한, 상기 착색 감광성 수지 조성물에 함유되는 유기 안료 나노 입자는 고도로, 또한, 균일하게 미세화된 상태에서 분산되기 때문에 얇은 막 두께이며, 높은 착색 농도를 발휘하고, 컬러 필터 등의 박층화를 가능하게 하는 것이다.
- <75> 또한, 상기 착색 감광성 수지 조성물은 선명한 색조와 높은 착색력을 나타내는 유기 안료를 함유시킴으로써 컬러 필터를 제작하기 위한 화상 형성 재료로서 유용하다.
- <76> 또한, 착색 화상 형성시의 노광·현상에 사용되는 알칼리성의 현상액에 대해서도 상기 착색 감광성 수지 조성물은 결합제(바인더)로서 알칼리성 수용액에 가용인 것을 사용하고 있어 환경상의 요구에도 응할 수 있다.
- <77> 또한, 상기 착색 감광성 수지 조성물에 사용되는 용매(유기 안료의 분산매)로서 적당한 건조성을 갖는 유기 용매를 사용할 수 있어 도포 후의 건조의 점에서도 그 요구를 만족시킬 수 있다.
- <78> 상기 착색 감광성 수지 조성물에 있어서의 상기 (1)~(4)의 필수 성분에 대해서 설명한다.
- <79> (1) 유기 안료 나노 입자
- <80> 유기 안료 나노 입자를 제작하는 방법에 대해서는 상세하게 후술한다. 유기 안료 나노 입자의 함유량은 착색 감광성 수지 조성물 중의 전체 고형분(본 명세서에 있어서 전체 고형분이란, 유기 용매를 제외한 조성물 합계를 말함.)에 대해서 3~60질량%가 바람직하고, 5~40질량%가 더욱 바람직하다. 이 양이 너무 많으면 분산액의 점도가 상승해서 제조 적성상 문제가 되는 경우가 있고, 너무 적으면 착색력이 충분하지 않은 경우가 있다.
- <81> (2) 알칼리 가용성 바인더
- <82> 재분산화에 이용되는 재분산화 알칼리 가용성 바인더로서는 산성기를 갖는 것이면 특별히 제한은 없지만, (알칼리 가용성 바인더)의 항에서 상세하게 후술하는 것을 바람직하게 사용할 수 있고, 유기 안료 나노 입자 형성시에 첨가한 나노 입자 형성 알칼리 가용성 바인더와 유사한 구조를 갖는 화합물이 바람직하고, 양자가 동일한 것이 가장 바람직하다. 재분산화 알칼리 가용성 바인더의 함유량은 (유기 안료 나노 입자 형성 알칼리 가용성 바인더가 잔류되어 있는 경우는 그것과의 합계 함유량으로 해도 좋다), 착색 감광성 수지 조성물의 전체 고형분에 대해서 15~50질량%가 일반적이며, 20~45질량%가 바람직하다. 이 양이 너무 많으면 조성물의 점도가 너무 높아져 제조 적성상 문제가 되는 경우가 있고, 너무 적으면 도포막의 형성상 문제가 되는 경우가 있다.
- <83> (3) 모노머 또는 올리고머
- <84> 상기 착색 감광성 수지 조성물에 함유시키는 모노머 또는 올리고머로서는 에틸렌성 불포화 이중 결합을 2개 이상 갖고, 광의 조사에 의해 부가 중합되는 모노머 또는 올리고머인 것이 바람직하다. 그러한 모노머 및 올리고머로서는 일본 특허 공개 2006-276818호 공보의 단락 번호 [0027]에 기재된 모노머 또는 올리고머를 본 발명에 있어서도 바람직하게 사용할 수 있다.
- <85> 이들 중에서, 트리메틸프로판트리(메타)아크릴레이트, 펜타에리스리톨테트라(메타)아크릴레이트, 디펜타에리스리톨헥사(메타)아크릴레이트, 디펜타에리스리톨펜타(메타)아크릴레이트가 바람직하다.
- <86> 이들 모노머 또는 올리고머는(모노머 또는 올리고머로서는 분자량 200~1000인 것이 바람직하다.) 단독으로도, 2종류 이상을 혼합해서 사용해도 좋고, 착색 감광성 수지 조성물의 전체 고형분에 대한 함유량은 5~50질량%가 일반적이며, 10~40질량%가 바람직하다. 이 양이 너무 많으면 조성물의 점도가 너무 높아져 제조 적성상 문제가 되는 경우가 있고, 너무 적으면 노광시의 경화력이 부족한 경우가 있다.
- <87> (4) 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계

- <88> 상기 착색 감광성 수지 조성물에 함유시키는 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계(광중합 개시제계란, 복수의 화합물의 조합에 의해 광중합 개시의 기능을 발현시키는 혼합물을 말함.)로서는 일본 특허 공개 2006-276818호 공보의 단락 번호 [0028]에 기재된 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계를 본 발명에 있어서도 바람직하게 사용할 수 있다. 특히, 트리할로메틸-s-트리아진, 트리할로메틸옥사디아졸 및 트리아릴이미다졸 2량체가 바람직하다.
- <89> 이들 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계는 단독으로도, 2종류 이상을 혼합해서 사용해도 좋고, 특히 2종류 이상을 사용하는 것이 바람직하다. 적어도 2종의 광중합 개시제를 사용하면 표시 특성, 특히 표시 불균일을 적게 할 수 있다.
- <90> 착색 감광성 수지 조성물의 전체 고형분에 대한 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계의 함유량은 0.5~20질량%가 일반적이며, 1~15질량%가 바람직하다. 이 양이 너무 많으면 감도가 너무 높아져 제어가 곤란하게 되는 경우가 있고, 너무 적으면 노광 감도가 너무 낮아지는 경우가 있다.
- <91> (기타 첨가제)
- <92> 상기 착색 감광성 수지 조성물에 있어서는 상기 성분 외에 유기 용매, 계면 활성제, 열중합 방지제, 보조적으로 사용하는 염료, 안료, 자외선 흡수제 등을 기타 첨가제로서 더 사용해도 좋다.
- <93> 상기 기타 첨가제로서는 일본 특허 공개 2006-276818호 공보의 단락 번호 [0035]~[0040]에 기재된 기타 첨가제를 본 발명에 있어서도 바람직하게 사용할 수 있다.
- <94> (착색 감광성 수지 조성물의 도포막)
- <95> 상기 착색 감광성 수지 조성물의 도포막은 적어도, (1) 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더(A)의 존재하에 있어서 양용매에 용해된 유기 안료의 용액과, 상기 용매와 상용되는 빈용매를 혼합하고, 상기 유기 안료를 평균 입경 50nm 이하의 입자로서 형성한 유기 안료 나노 입자와, (2) 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더(B)와, (3) 모노머 또는 올리고머와, (4) 광중합 개시제 또는 광중합 개시제계를 함유한다.
- <96> 상기 착색 감광성 수지 조성물의 도포막에 있어서의 상기 (1)~(4)의 필수 성분이나 기타 성분에 대해서는 착색 감광성 수지 조성물에 대해서 상술한 것과 동일하다. 또한, 상기 착색 감광성 수지 조성물의 도포막의 두께는 그 용도에 따라 적당히 정할 수 있지만 0.5~5.0 μ m인 것이 바람직하고, 1.0~3.0 μ m인 것이 보다 바람직하다.
- <97> 이어서, 상기 컬러 필터의 제조에 사용하는 감광성 수지 전사 재료에 대해서 설명한다.
- <98> 상기 감광성 수지 전사 재료는 일본 특허 공개 평5-72724호 공보에 기재되어 있는 감광성 수지 전사 재료, 즉, 일체형으로 된 필름을 이용해서 형성하는 것이 바람직하다. 상기 일체형 필름의 구성의 예로서는 임시 지지체/열가소성 수지층/중간층/감광성 수지층/보호 필름을 이 순서로 적층한 구성을 들 수 있고, 본 발명에 사용하는 감광성 수지 전사 재료로서는 상술한 착색 감광성 수지 조성물을 사용함으로써 착색 감광성 수지층을 형성해서 이루어지는 것이다.
- <99> (임시 지지체)
- <100> 본 발명에 사용하는 감광성 수지 전사 재료에 있어서 임시 지지체로서는 가요성을 갖고, 가압 또는 가압 및 가열하에 있어서도 현저한 변형, 수축 또는 신장을 발생시키지 않는 것이 필요하다. 그러한 임시 지지체의 예로서는 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름, 트리초산 셀룰로오스 필름, 폴리스티렌 필름, 폴리카보네이트 필름 등을 들 수 있고, 그 중에서도 2축 연신 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름이 특히 바람직하다.
- <101> (열가소성 수지층)
- <102> 열가소성 수지층에 사용하는 성분으로서 일본 특허 공개 평5-72724호 공보에 기재되어 있는 유기 고분자 물질이 바람직하고, 비카 Vicat법(구체적으로는 미국 재료 시험법 에이에스티앤디 ASTM D 1235에 의한 폴리머 연화점 측정법)에 의한 연화점이 약 80℃ 이하인 유기 고분자 물질로부터 선택되는 것이 특히 바람직하다. 구체적으로는 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 등의 폴리올레핀, 에틸렌과 초산 비닐 또는 그 비누화물과 같은 에틸렌 공중합체, 에틸렌과 아크릴산 에스테르 또는 그 비누화물, 폴리염화비닐, 염화비닐과 초산 비닐 및 그 비누화물과 같은 염화비닐 공중합체, 폴리염화비닐리덴, 염화비닐리덴 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 초산 비닐 등의 (메타)아크릴산 에스테르 공중합체, 초산 비닐 공중합체 나일론, 공중합 나일론, N-알콕시메틸화 나일론, N-디메틸

아미노화 나일론과 같은 폴리아미드 수지 등의 유기 고분자를 들 수 있다.

<103> (중간층)

<104> 본 발명에 사용하는 감광성 수지 전사 재료에 있어서는 복수의 도포층의 도포시 및 도포 후의 보존시에 있어서의 성분의 혼합을 방지하는 목적으로부터 중간층을 형성하는 것이 바람직하다. 상기 중간층으로서는 일본 특허 공개 평5-72724호 공보에 「분리층」으로서 기재되어 있는 산소 차단 기능이 있는 산소 차단막을 사용하는 것이 바람직하고, 이 경우, 노광시 감도가 높아지고, 노광기의 시간 부하가 감소되어 생산성이 향상된다.

<105> (보호 필름)

<106> 상기 착색 감광성 수지층 상에는 저장시의 오염이나 손상으로부터 보호하기 위해서 얇은 보호 필름을 설치하는 것이 바람직하다. 보호 필름은 임시 지지체와 동일하거나 또는 유사한 재료로 이루어져도 좋지만 감광성 수지층으로부터 용이하게 분리되지 않으면 안된다. 보호 필름 재료로서는 예를 들면, 실리콘지, 폴리올레핀 또는 폴리테트라플루오로에틸렌 시트가 적당하다.

<107> (감광성 수지 전사 재료의 제작 방법)

<108> 본 발명에 사용하는 감광성 수지 전사 재료는 임시 지지체 상에 열가소성 수지층의 첨가제를 용해한 도포액(열가소성 수지층용 도포액)을 도포하고, 건조시킴으로써 열가소성 수지층을 형성하고, 그 후, 열가소성 수지층 상에 열가소성 수지층을 용해하지 않는 용제로 이루어지는 중간층 재료의 용액을 도포, 건조시키고, 그 후, 감광성 수지층을 중간층을 용해하지 않는 용제에 의해 도포, 건조시켜 형성함으로써 제작할 수 있다.

<109> 또한, 상기 임시 지지체 상에 열가소성 수지층 및 중간층을 형성한 시트 및 보호 필름 상에 상기 착색 감광성 수지층을 형성한 시트를 준비하고, 중간층과 상기 착색 감광성 수지층이 접하도록 서로 부착함으로써, 또한, 상기 임시 지지체 상에 열가소성 수지층을 형성한 시트 및 보호 필름 상에 상기 착색 감광성 수지층 및 중간층을 형성한 시트를 준비하고, 열가소성 수지층과 중간층이 접하도록 서로 부착함으로써 제작할 수 있다.

<110> 기타 각 층의 바람직한 막 두께로서는 특별히 한정되는 것은 아니지만 임시 지지체는 15~100 μ m, 열가소성 수지층은 2~30 μ m, 중간층은 0.5~3.0 μ m, 보호 필름은 4~40 μ m가 일반적으로 바람직하다.

<111> 이어서, 본 발명에 사용하는 유기 안료 나노 입자에 대해서 설명한다.

<112> 본 발명에 사용되는 유기 안료 나노 입자는 적어도 1종 상기 컬러 필터에 함유된다.

<113> 본 발명에 사용되는 유기 안료 나노 입자는 양용매에 용해된 유기 안료를 바람직하게는 교반 조건이나 온도를 제어한 빈용매에 주입하는 채침법에 의해 얻어지는 것이 바람직하다.

<114> 이어서, 본 발명에 유기 안료 나노 입자로서 사용되는 유기 안료에 대해서 설명한다.

<115> 본 발명에 사용되는 유기 안료 나노 입자의 유기 안료는 색상적으로 한정되는 것은 아니다. 상세하게는 페릴렌, 페리논, 퀴나크리돈, 퀴나크리돈퀴논, 안트라퀴논, 안트안트론, 벤즈이마다졸론, 디스아조 축합, 디스아조, 아조, 인단트론, 프탈로시아닌, 트리아릴카르보늄, 디옥사진, 아미노안트라퀴논, 디케토피롤로피롤, 티오인디고, 이소인돌린, 이소인돌리논, 피란트론 또는 이소비오란트론계 안료 또는 이들의 혼합물 등이다.

<116> 더욱 상세하게는 예를 들면, 일본 특허 공개 2005-17716호 공보 [0038]~[0054]에 기재된 안료나 일본 특허 공개 2004-361447호 공보 [0068]~[0072]에 기재된 안료나 일본 특허 공개 2005-17521호 공보 [0080]~[0088]에 기재된 착색제를 들 수 있다.

<117> 본 발명의 액정 표시 소자에 있어서 유기 안료 나노 입자로서 사용되는 청색 안료 내지는 보라색 안료로서는 C.I.피그먼트 바이올렛 23(C.I.번호 51319), C.I.피그먼트 블루 15:6 또는 C.I.피그먼트 블루 60이 바람직하고, C.I.피그먼트 블루 15:6과 피그먼트 바이올렛 23의 조합이 보다 바람직하다.

<118> 유기 안료 나노 입자로서 사용되는 녹색 안료 내지는 황색 안료로서는 C.I.피그먼트 그린 7, C.I.피그먼트 그린 36, C.I.피그먼트 옐로우 150, C.I.피그먼트 옐로우 139 또는 C.I.피그먼트 옐로우 138이 바람직하고, C.I.피그먼트 그린 36과, C.I.피그먼트 옐로우 150 또는 C.I.피그먼트 옐로우 138 또는 C.I.피그먼트 옐로우 139의 조합이 보다 바람직하다.

<119> 유기 안료 나노 입자로서 사용되는 적색 안료 내지는 오렌지색 안료로서는 C.I.피그먼트 레드 254, C.I.피그먼트 레드 177 또는 C.I.피그먼트 오렌지 66이 바람직하고, C.I.피그먼트 레드 254가 보다 바람직하다.

- <120> 2종류 이상의 유기 안료 또는 유기 안료의 고용체를 조합해서 사용할 수도 있다.
- <121> 유기 색소로서는 예를 들면, 아조 색소, 시아닌 색소, 메로시아닌 색소, 쿠마린계 색소 등을 들 수 있다. 고분자 화합물로서는 예를 들면, 폴리디아세틸렌, 폴리이미드 등을 들 수 있다.
- <122> 이어서, 본 발명에 사용하는 유기 안료 나노 입자의 제작시의 바람직한 양용매에 대해서 설명한다.
- <123> 양용매는 사용하는 유기 안료를 용해할 수 있고, 유기 안료 입자 제작시에 사용하는 빈용매와 상용되거나 또는 균일하게 혼합되는 것이면 특별히 제한은 없다. 유기 안료의 양용매로의 용해성은 유기 안료의 용해도가 0.2질량% 이상인 것이 바람직하고, 0.5질량% 이상인 것이 보다 바람직하다. 유기 안료의 양용매로의 용해도에 특별히 상한은 없지만 사용되는 유기 안료를 고려하면 통상 50질량% 이하이다. 이 용해도는 산성 또는 알칼리성으로 용해된 경우의 용해도이어도 좋다. 또한, 양용매와 빈용매의 상용성 또는 균일 혼합성은 양용매의 빈용매에 대한 용해도가 30질량% 이상인 것이 바람직하고, 50질량% 이상인 것이 보다 바람직하다. 양용매의 빈용매에 대한 용해량에 특별히 상한은 없고, 임의의 비율로 서로 혼합되면 좋다.
- <124> 양용매로서는 예를 들면, 수계 용매(예를 들면, 물 또는 염산, 수산화나트륨 수용액), 알코올계 용매, 아미드계 용매, 케톤계 용매, 에테르계 용매, 방향족계 용매, 이화화탄소, 지방족계 용매, 니트릴계 용매, 술폰시드계 용매, 할로젠계 용매, 에스테르계 용매, 이온성 액체, 이들의 혼합 용매 등을 들 수 있고, 수계 용매, 알코올계 용매, 에스테르계 용매, 술폰시드계 용매 또는 아미드계 용매가 바람직하고, 수계 용매, 술폰시드계 용매 또는 아미드계 용매가 보다 바람직하고, 술폰시드계 용매 또는 아미드계 용매가 특히 바람직하다.
- <125> 알코올계 용매로서는 예를 들면, 메탄올, 에탄올, 이소프로필알코올, n-프로필알코올, 1-메톡시-2-프로판올 등을 들 수 있다. 아미드계 용매로서는 예를 들면, N,N-디메틸포름아미드, 1-메틸-2-피롤리돈, 2-피롤리돈, 1,3-디메틸-2-이미다졸리디논, 2-피롤리디논, ϵ -카프로락탐, 포름아미드, N-메틸포름아미드, 아세트아미드, N-메틸아세트아미드, N,N-디메틸아세트아미드, N-메틸프로판아미드, 헥사메틸포스포리크트리아미드 등을 들 수 있다. 케톤계 용매로서는 예를 들면, 아세톤, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 시클로헥사논을 들 수 있다. 에테르계 용매로서는 예를 들면, 디메틸에테르, 디에틸에테르, 테트라히드로푸란 등을 들 수 있다. 방향족계 용매로서는, 예를 들면, 벤젠, 톨루엔 등을 들 수 있다. 지방족계 용매로서는 예를 들면, 헥산 등을 들 수 있다. 니트릴계 용매로서는 예를 들면, 아세토니트릴 등을 들 수 있다. 술폰시드계 용매로서는 예를 들면, 디메틸술폰시드, 디에틸술폰시드, 헥사메틸렌술폰시드, 술폰란 등을 들 수 있다. 할로젠계 용매로서는 예를 들면, 디클로로메탄, 트리클로로에틸렌 등을 들 수 있다. 에스테르계 용매로서는 예를 들면, 초산 에틸, 유산 에틸, 2-(1-메톡시)프로필아세테이트 등을 들 수 있다. 이온성 액체로서는 예를 들면, 1-부틸-3-메틸이미다졸륨과 PF_6^- 의 염 등을 들 수 있다.
- <126> 또한, 양용매에 유기 안료를 용해한 유기 안료 용액의 농도로서는 용해시의 조건에 있어서의 유기 안료의 양용매에 대한 포화 농도 내지 이것의 1/100정도의 범위가 바람직하다.
- <127> 유기 안료 용액의 조제 조건은 유기 안료 용액의 조제 조건에 특별히 제약은 없고, 상압으로부터 아임계, 초임계 조건의 범위를 선택할 수 있다. 상압에서의 온도는 $-10\sim 150^\circ\text{C}$ 가 바람직하고, $-5\sim 130^\circ\text{C}$ 가 보다 바람직하고, $0\sim 100^\circ\text{C}$ 가 특히 바람직하다.
- <128> 사용되는 유기 안료 용액에 함유되는 유기 안료는 양용매 중에 균일하게 용해되지 않으면 안되지만 산성으로 또는 알칼리성으로 용해되는 것도 바람직하다. 일반적으로 분자 내에 알칼리성으로 해리할 수 있는 기를 갖는 안료의 경우에는 알칼리성이, 알칼리성으로 해리되는 기가 존재하지 않고, 프로톤이 부가되기 쉬운 질소 원자를 분자 내에 많이 가질 때에는 산성이 사용된다. 예를 들면, 퀴나크리돈, 디케토피롤로피롤, 디스아조 축합계 안료는 알칼리성으로, 프탈로시아닌계 안료는 산성으로 용해된다.
- <129> 알칼리성으로 용해시키는 경우에 사용되는 염기는 수산화리튬, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화칼슘 또는 수산화바륨 등의 무기 염기 또는 트리알킬아민, 디아자비스키로운데센(DBU), 금속 알콕시드 등의 유기 염기이지만 바람직하게는 무기 염기이다.
- <130> 사용되는 염기의 양은 유기 안료를 균일하게 용해할 수 있는 양이며, 특별히 한정되지 않지만 무기 염기의 경우, 바람직하게는 유기 안료에 대해서 1.0~30몰당량이며, 보다 바람직하게는 1.0~25몰당량이며, 더욱 바람직하게는 1.0~20몰당량이다. 유기 염기의 경우, 바람직하게는 유기 안료에 대해서 1.0~100몰당량이며, 보다 바람직하게는 5.0~100몰당량이며, 더욱 바람직하게는 20~100몰당량이다.

- <131> 산성으로 용해시키는 경우에 사용되는 산은 황산, 염산 또는 인산 등의 무기산 또는 초산, 트리플루오로초산, 옥살산, 메탄술폰산 또는 트리플루오로메탄술폰산 등의 유기산이지만 바람직하게는 무기산이다. 특히 바람직하게는 황산이다.
- <132> 사용되는 산의 양은 유기 안료를 균일하게 용해할 수 있는 양이며, 특별히 한정되지 않지만 염기에 비해서 과잉량 사용되는 경우가 많다. 무기산 및 유기산의 경우를 불문하고, 바람직하게는 유기 안료에 대해서 3~500몰당량이며, 보다 바람직하게는 10~500몰당량이며, 더욱 바람직하게는 30~200몰당량이다.
- <133> 이어서, 본 발명에 사용되는 유기 안료 나노 입자의 제작시의 바람직한 빈용매에 대해서 설명한다.
- <134> 빈용매는 사용하는 유기 안료를 용해하지 않고, 유기 안료 입자 제작시에 사용하는 양용매와 상용되거나 또는 균일하게 혼합되는 것이면 특별히 제약은 없다. 유기 안료의 빈용매에 대한 용해도는 0.02질량% 이하인 것이 바람직하고, 0.01질량% 이하인 것이 보다 바람직하다. 유기 안료의 빈용매로의 용해도에 특별히 하한은 없지만 사용되는 유기 안료를 고려하면 통상 0.000001질량% 이상이다. 빈용매와 양용매의 상용성 또는 균일 혼합성의 바람직한 범위는 상술한 바와 같다.
- <135> 빈용매로서는 예를 들면, 수계 용매(예를 들면, 물 또는 염산, 수산화나트륨 수용액), 알코올계 용매, 케톤계 용매, 에테르계 용매, 방향족계 용매, 이황화탄소, 지방족계 용매, 니트릴계 용매, 할로젠계 용매, 에스테르계 용매, 이온성 액체, 이들의 혼합 용매 등을 들 수 있고, 수계 용매, 알코올계 용매 또는 에스테르계 용매가 바람직하다.
- <136> 알코올계 용매로서는 예를 들면, 메탄올, 에탄올, 이소프로필알코올, n-프로필알코올, 1-메톡시-2-프로판올 등을 들 수 있다. 케톤계 용매로서는 예를 들면, 아세톤, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 시클로헥사논을 들 수 있다. 에테르계 용매로서는 예를 들면, 디메틸에테르, 디에틸에테르, 테트라히드로푸란 등을 들 수 있다. 방향족계 용매로서는 예를 들면, 벤젠, 톨루엔 등을 들 수 있다. 지방족계 용매로서는 예를 들면, 헥산 등을 들 수 있다. 니트릴계 용매로서는 예를 들면, 아세토니트릴 등을 들 수 있다. 할로젠계 용매로서는 예를 들면, 디클로로메탄, 트리클로로에틸렌 등을 들 수 있다. 에스테르계 용매로서는 예를 들면, 초산 에틸, 유산 에틸, 2-(1-메톡시)프로필아세테이트 등을 들 수 있다. 이온성 액체로서는 예를 들면, 1-부틸-3-메틸이미다졸륨과 PF_6^- 의 염 등을 들 수 있다.
- <137> 어느 하나의 용매가 양용매가 되는지 빈용매가 되는지는 대상으로 하는 유기 안료의 종류에 따라 결정된다. 본 발명에 있어서는 어느 하나의 유기 안료에 대해서 양용매와 빈용매가 동일한 화합물이 되는 일은 없다.
- <138> (알칼리 가용성 바인더)
- <139> 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더를 유기 안료 나노 입자 형성시에 첨가하는 것이 바람직하다. 유기 안료 용액 및 유기 안료 용액을 첨가해서 유기 안료 나노 입자를 생성시키기 위한 빈용매의 양쪽 또는 한쪽에 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더를 첨가할 수 있다. 또는 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더 용액을 다른 계통으로 유기 안료 나노 입자 형성시에 첨가하는 것도 바람직하다. 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더(이하, 간단히 「바인더」라고 하는 경우가 있음.)로서는 측쇄에 카르복실산기나 카르복실산 염기 등의 극성기를 갖는 폴리머가 바람직하다. 그 예로서는 일본 특허 공개 소59-44615호 공보, 일본 특허 공고 소54-34327호 공보, 일본 특허 공고 소58-12577호 공보, 일본 특허 공고 소54-25957호 공보, 일본 특허 공개 소59-53836호 공보 및 일본 특허 공개 소59-71048호 공보에 기재되어 있는 바와 같은 메타크릴산 공중합체, 아크릴산 공중합체, 이타콘산 공중합체, 크로톤산 공중합체, 말레인산 공중합체, 부분 에스테르화 말레인산 공중합체 등을 들 수 있다. 또한, 측쇄에 카르복실산기를 갖는 셀룰로오스 유도체도 예로 들 수 있고, 또한, 이 외에도 수산기를 갖는 폴리머에 환상 산무수물을 부가한 것도 바람직하게 사용할 수 있다. 또한, 특히 바람직한 예로서 미국 특허 제 4,139,391호 명세서에 기재된 벤질(메타)아크릴레이트와 (메타)아크릴산의 공중합체나 벤질(메타)아크릴레이트와 (메타)아크릴산과 다른 모노머의 다원 공중합체를 들 수 있다. 이들 극성기를 갖는 바인더 폴리머는 단독으로 사용해도 좋고 또는 일반적인 막형성성의 폴리머와 병용하는 조성물의 상태에서 사용해도 좋고, 유기 안료 100질량부에 대한 첨가량은 10~200질량부가 일반적이며, 25~100질량부가 바람직하다.
- <140> 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더가 고분자 화합물인 경우, 상기 고분자 화합물 중의 산성기의 수에 특별히 제한은 없지만 1분자 중에 함유되는 반복 단위의 수를 100으로 했을 때, 산성기를 갖는 반복 단위가 5~100인 것이 바람직하고, 10~100인 것이 보다 바람직하다. 또한, (1) 카르복실기를 갖는 화합물로부터 도입된 반복 단위와, 상기 (2) 카르복실산 에스테르기를 갖는 화합물로부터 도입된 반복 단위의 중합 비율로서 말하면 반복 단위

(1)의 몰%가 5~40인 것이 바람직하고, 반복 단위 (2)가 40~90인 것이 바람직하고, 반복 단위 (1) 또는 (2) 이외의 반복 단위가 25이하인 것이 바람직하다. 또한, 산성기를 갖는 알칼리 가용성의 바인더의 고분자 화합물의 분자량은 3000~1000000이 바람직하고, 4000~200000이 보다 바람직하고, 5000~80000이 특히 바람직하다.

<141> (유기 안료 나노 입자 형성시의 분산제)

<142> 유기 안료 용액 및 유기 안료 용액을 첨가해서 유기 안료 나노 입자를 생성시키기 위한 반응매의 양쪽 또는 한쪽에 분산제를 첨가할 수 있다. 또는 분산제 용액을 다른 계통으로 유기 안료 나노 입자 형성시에 첨가하는 것도 바람직하다. 분산제는 (1) 석출된 안료 표면에 재빠르게 흡착되어 미세한 유기 안료 입자를 형성하고, 또한, (2) 이들 입자가 다시 응집되는 것을 방지하는 작용을 갖는 것이다.

<143> 분산제로서 예를 들면, 음이온성, 양이온성, 양 이온성, 비이온성 또는 안료성의 저분자 또는 고분자 분산제를 사용할 수 있다. 또한, 고분자 분산제의 분자량은 용액에 균일하게 용해할 수 있는 것이면 제한 없이 사용할 수 있지만 바람직하게는 분자량 1,000~2,000,000이며, 5,000~1,000,000이 보다 바람직하고, 10,000~500,000이 더욱 바람직하고, 10,000~100,000이 특히 바람직하다.(본 발명에 있어서는 특별히 언급하지 않는 한, 분자량이란, 중량 평균 분자량을 의미한다. 고분자 화합물은 다분산계이며, 반드시 동일한 분자량 또는 입자량을 갖지 않는다. 따라서, 분자량을 측정하면 얻어진 값은 어떠한 형태로 평균된 평균 분자량이 된다. 그 주된 것은 다음의 3종류이다. 즉, 1) 수평균 분자량 M_n , 2) 중량 평균 분자량 M_w , 3) Z평균 분자량 M_z 이며, $M_n < M_w < M_z$ 의 관계가 성립된다.) 고분자 분산제로서는 구체적으로는 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐알코올, 폴리비닐메틸에테르, 폴리에틸렌옥사이드, 폴리에틸렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 폴리아크릴아미드, 비닐알코올-초산 비닐 공중합체, 폴리비닐알코올-부분 포름화물, 폴리비닐알코올-부분 부티랄화물, 비닐피롤리돈-초산 비닐 공중합체, 폴리에틸렌옥사이드/프로필렌옥사이드 블록 공중합체, 폴리아크릴산염, 폴리비닐황산염, 폴리(4-비닐피리딘)염, 폴리아미드, 폴리아릴아민염, 축합 나프탈렌술폰산염, 셀룰로오스 유도체, 전분 유도체 등을 들 수 있다. 그 밖에 알긴산염, 젤라틴, 알부민, 카세인, 아라비아 고무, 트래거캔스 고무, 리그닌술폰산염 등의 천연 고분자류도 사용할 수 있다. 그 중에서도 폴리비닐피롤리돈이 바람직하다. 이들 고분자는 1종 단독으로 또는 2종 이상을 조합해서 사용할 수 있다. 이들 분산제는 단독 또는 병용해서 사용할 수 있다. 유기 안료의 분산에 사용하는 분산제에 관해서는 「안료 분산 안정화와 표면 처리 기술·평가」(화학 정보 협회, 2001년 12월 발행)의 29~46쪽에 상세하게 기재되어 있다.

<144> 음이온성 분산제(음이온성 계면 활성제)로서는 N-아실-N-알킬타우린염, 지방산염, 알킬황산 에스테르염, 알킬벤젠술폰산염, 알킬나프탈렌술폰산염, 디알킬술폰 숙신산염, 알킬인산 에스테르염, 나프탈렌술폰산 포르말린 축합물, 폴리옥시에틸렌알킬황산 에스테르염 등을 들 수 있다. 그 중에서도 N-아실-N-알킬타우린염이 바람직하다. N-아실-N-알킬타우린염으로서의 일본 특허 공개 평3-273067호 명세서에 기재되어 있는 것이 바람직하다. 이들 음이온성 분산제는 단독으로 또는 2종 이상을 조합해서 사용할 수 있다.

<145> 양이온성 분산제(양이온성 계면 활성제)에는 4급 암모늄염, 알콕실화 폴리아민, 지방족 아민폴리글리콜에테르, 지방족 아민, 지방족 아민과 지방족 알코올로부터 유도되는 디아민 및 폴리아민, 지방산으로부터 유도되는 이미다졸린 및 이들의 양이온성 물질의 염이 함유된다. 이들 양이온성 분산제는 단독으로 또는 2종 이상을 조합해서 사용할 수 있다.

<146> 양 이온성 분산제는 상기 음이온성 분산제가 분자 내에 갖는 음이온기 부분과 양이온성 분산제가 분자 내에 갖는 양이온기 부분을 모두 분자 내에 갖는 분산제이다.

<147> 비이온성 분산제(비이온성 계면 활성제)로서는 폴리옥시에틸렌알킬에테르, 폴리옥시에틸렌알킬아릴에테르, 폴리옥시에틸렌지방산 에스테르, 소르비탄지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌소르비탄지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌알킬아민, 글리세린지방산 에스테르 등을 들 수 있다. 그 중에서도 폴리옥시에틸렌알킬아릴에테르가 바람직하다. 이들 비이온성 분산제는 단독으로 또는 2종 이상을 조합해서 사용할 수 있다.

<148> 안료성 분산제란, 친물질로서의 유기 안료로부터 유도되고, 그 친구조를 화학 수식함으로써 제조되는 안료성 분산제로 정의한다. 예를 들면, 당함유 안료 분산제, 피페리딘 함유 안료 분산제, 나프탈렌 또는 페틸렌 유도 안료 분산제, 메틸렌기를 통해 안료 친구조에 연결된 관능기를 갖는 안료 분산제, 폴리머에 의해 화학 수식된 안료 친구조, 술폰산기를 갖는 안료 분산제, 술폰아미드기를 갖는 안료 분산제, 에테르기를 갖는 안료 분산제 또는 카르복실산기, 카르복실산 에스테르기 또는 카르복사미드기를 갖는 안료 분산제 등이 있다.

<149> 또한, 일본 특허 공개 2000-239554호 공보에 기재된 일반식(I)으로 나타내어지는 화합물도 바람직하게 사용된다.

- <150> 분산제의 함유량은 안료의 균일 분산성 및 보존 안정성을 한층 더 향상시키기 위해서 유기 안료 100질량부에 대해서 0.1~1000질량부의 범위인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 1~500질량부의 범위이며, 더욱 바람직하게는 10~250질량부의 범위이다. 이 함유량이 너무 작으면 유기 안료 미립자의 분산 안정성의 향상이 보여지지 않는 경우가 있다.
- <151> (유기 안료 나노 입자 형성시의 조건)
- <152> 유기 안료를 유기 안료 나노 입자로서 생성시킬 때의 조건에 특별히 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.
- <153> 유기 안료 용액과 반응매의 혼합 방법에 특별히 제한은 없지만 한쪽을 교반해 두고, 그것에 다른쪽을 첨가하는 것이 바람직하고, 유기 안료 용액을 교반된 반응매에 첨가하는 것이 특히 바람직하다. 첨가에는 펌프 등을 사용할 수도 있고, 사용하지 않아도 좋다. 또한, 액중 첨가라도 액외 첨가라도 좋지만 액중 첨가가 보다 바람직하다. 액중 첨가시의 첨가구는 1개라도 좋고, 복수 사용해도 좋다. 첨가 직경은 20mm 이하인 것이 바람직하고, 10mm 이하인 것이 보다 바람직하다.
- <154> 한쪽을 교반할 때의 교반 속도는 100~10000rpm이 바람직하고, 150~8000rpm이 보다 바람직하고, 200~6000rpm이 특히 바람직하다.
- <155> 유기 안료 용액과 반응매의 비(양용매/반응매)는 체적비로 1/50~2/3이 바람직하고, 1/40~1/2가 보다 바람직하고, 1/20~3/8이 특히 바람직하다.
- <156> 유기 안료 나노 입자로서 조제한 후의 분산액의 농도는 유기 안료 나노 입자를 분산시킬 수 있으면 특별히 제한되지 않지만 분산 용매 1000ml에 대해서 유기 안료 나노 입자가 10~40000mg의 범위인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 20~30000mg의 범위이며, 특히 바람직하게는 50~25000mg의 범위이다.
- <157> (유기 안료 나노 입자의 평균 입경, 단분산성)
- <158> 유기 안료 나노 입자의 평균 입경에 관해서는 계측법에 의해 수치화해서 집단의 평균의 크기를 표현하는 방법이 있지만 잘 사용되는 것으로서 분포의 최대값을 나타내는 모드 직경, 적분 분포 곡선의 중앙값에 상당하는 메디안 직경, 각종 평균 직경(수평균, 길이 평균, 면적 평균, 중량 평균, 체적 평균 등) 등이 있고, 본 발명에 있어서는 특별히 언급하지 않는 한, 평균 입경이란, 수평균 직경을 말한다. 유기 안료 나노 입자(1차 입자)의 평균 입경은 50nm 이하이며(예를 들면, 그 크기의 결정 또는 회합체이며), 45~10nm인 것이 보다 바람직하고, 40~15nm인 것이 특히 바람직하다.
- <159> 또한, 입자의 단분산성을 나타내는 지표로서 본 발명에 있어서는 특별히 언급하지 않는 한, 체적 평균 입경(Mv)과 수평균 입경(Mn)의 비(Mv/Mn)를 사용한다. 본 발명에 사용하는 유기 안료 분산 조성물을 제조할 때에 조제하는 유기 안료 나노 입자 분산액에 함유되는 입자(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.
- <160> (유기 안료 나노 입자 분산액의 농축)
- <161> 유기 안료 나노 입자 분산액을 탈염 농축함으로써 컬러 필터 도포액에 적당한 유기 안료 나노 입자 분산액을 공업적인 규모로 생산할 수 있다.
- <162> 이하에 분산액을 농축하는 방법에 대해서 설명한다.
- <163> 농축 방법에 관해서는 유기 안료 나노 입자 분산액을 농축할 수 있으면 특별히 제약되지 않지만 예를 들면, 유기 안료 나노 입자 분산액에 추출 용매를 첨가 혼합하고, 유기 안료 나노 입자를 상기 추출 용매상으로 농축 추출해서 그 농축 추출액을 필터 등에 의해 여과해서 농축 나노 입자액으로 하는 방법, 원심 분리에 의해 유기 안료 나노 입자를 침강시켜서 농축하는 방법, 한외 여과에 의해 탈염 농축을 행하는 방법, 진공 동결 건조에 의해 용매를 승화시켜서 농축하는 방법, 가열 내지 감압에 의한 용매를 건조시켜서 농축하는 방법 등이 바람직하다. 또는 이들의 조합 등이 매우 바람직하게 사용된다.
- <164> 농축 후의 유기 안료 나노 입자 농도에 관해서는 1~100질량%가 바람직하고, 5~100질량%가 보다 바람직하고, 10~100질량%가 특히 바람직하다.
- <165> 이하에 농축 추출하는 방법에 대해서 설명한다. 이 농축 추출에 사용되는 추출 용매는 특별히 제약되지 않지만

유기 안료 나노 입자 분산액의 분산 용매(예를 들면, 수계 용매)와 실질적으로 서로 섞이지 않고(본 발명에 있어서 실질적으로 서로 섞이지 않는다는 것, 상용성이 낮은 것을 말하고, 용해량 50질량% 이하가 바람직하고, 30질량% 이하가 보다 바람직하다), 혼합 후, 정지(靜置)하면 계면을 형성하는 용매인 것이 바람직하다. 또한, 이 추출 용매는 유기 안료 나노 입자가 추출 용매 중에서 재분산될 수 있는 약한 응집(밀링 또는 고속 교반 등의 높은 전단력을 가하지 않아도 재분산이 가능함)을 발생시키는 용매인 것이 바람직하다. 이러한 상태이면 입자 사이즈를 변화시키는 강고한 응집을 일으키지 않고, 원하는 유기 안료 나노 입자를 추출 용매에 의해 습윤시키는 한편, 필터 여과 등에 의해 용이하게 물 등의 분산 용매를 제거할 수 있는 점에서 바람직하다. 추출 용매로서는 에스테르계 용매, 알코올계 용매, 방향족계 용매, 지방족계 용매가 바람직하고, 에스테르계 용매, 방향족계 용매 또는 지방족계 용매가 보다 바람직하고, 에스테르계 용매가 특히 바람직하다.

<166> 에스테르계 용매로서는 예를 들면, 2-(1-메톡시)프로필아세테이트, 초산 에틸, 유산 에틸 등을 들 수 있다. 알코올계 용매로서는 예를 들면, n-부탄올, 이소부탄올 등을 들 수 있다. 방향족계 용매로서는 예를 들면, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등을 들 수 있다. 지방족계 용매로서는 예를 들면, n-헥산, 시클로헥산 등을 들 수 있다. 또한, 추출 용매는 상기 바람직한 용매에 의한 순용매이어도, 복수의 용매에 의한 혼합 용매이어도 좋다.

<167> 추출 용매의 양은 유기 안료 나노 입자를 추출할 수 있으면 특별히 제약되지 않지만 농축해서 추출하는 것을 고려해서 유기 안료 나노 입자 분산액보다 소량인 것이 바람직하다. 이것을 체적비로 나타내면 유기 안료 나노 입자 분산액을 100으로 했을 때, 첨가되는 추출 용매는 1~100의 범위인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 10~90의 범위이며, 20~80의 범위가 특히 바람직하다. 너무 많으면 농축화에 엄청난 시간을 요하는 경우가 있고, 너무 적으면 추출이 불충분하며, 분산 용매 중에 나노 입자가 잔존하는 경우가 있다.

<168> 추출 용매를 첨가한 후, 분산액과 충분히 접촉하도록 교반 혼합하는 것이 바람직하다. 교반 혼합은 통상의 방법을 사용할 수 있다. 추출 용매를 첨가해서 혼합할 때의 온도에 특별히 제약은 없지만 1~100℃인 것이 바람직하고, 5~60℃인 것이 보다 바람직하다. 추출 용매의 첨가, 혼합은 각각의 공정을 바람직하게 실시할 수 있는 것이면 어떠한 장치를 사용해도 좋지만 예를 들면, 분액 로트형의 장치를 이용해서 실시할 수 있다.

<169> 한외 여과에 의한 경우, 예를 들면, 할로젠화 은유제(銀乳劑)의 탈염/농축에 사용되는 방법을 적용할 수 있다. 리서치 디스클로저(Research Disclosure) No. 10 208(1972), No. 13 122(1975) 및 No. 16 351(1977)이 알려져 있다. 조작 조건으로서 중요한 압력차나 유량은 오야 하루히코 저 「막이용 기술 핸드북」 사이와이쇼보 출판(1978), p275에 기재된 특성 곡선을 참고로 선정할 수 있지만 원하는 유기 안료 나노 입자 분산물을 처리함에 있어서는 입자의 응집을 억제하기 위해서 최적 조건을 찾아낼 필요가 있다. 또한, 막투과로부터 손실되는 용매를 보충하는 방법에 있어서는 연속해서 용매를 첨가하는 정용식(定容式)과 단속적으로 나누어서 첨가하는 회분식(回分式)이 있지만 탈염 처리 시간이 상대적으로 짧은 정용식이 바람직하다. 이렇게 해서 보충하는 용매에는 이온 교환 또는 증류해서 얻어진 순수를 사용하지만 순수 안에 분산제, 분산제의 빈용매를 혼합해도 좋고, 유기 안료 나노 입자 분산물에 직접 첨가해도 좋다.

<170> 도 2에 한외 여과를 행하기 위한 장치의 일구성예를 나타낸다. 도 2에 나타내어지는 바와 같이, 이 장치는 지방산 은분산물을 수납하는 탱크(21), 이 탱크(21) 내의 분산물을 순환시키는 순환용 펌프(22) 및 순환용 펌프(22)에 의해 도입된 분산물 중의 부생성 무기염을 투과수로서 제거하는 한외 여과 모듈(23)을 갖는다. 투과수가 분리된 분산물은 재차 탱크(21) 내로 되돌아가고, 동일한 조작이 부생성 무기염 제거의 소정의 목적이 달성될 때까지 반복해서 행해진다. 또한, 이 장치에는 투과수에 의해 없어지는 용매를 순수로서 일정량 보충하기 위해서 사용되는 보충 순수 계측용 유량계(24)가 설치되어 있고, 순수 보충량을 결정하는데 사용되는 투과수 계측용 유량계(25)가 설치되어 있다. 또한, 투과수를 회박하게 하기 위한 물을 도입하기 위한 역방향 세정용 펌프(26)가 설치되어 있다.

<171> 한외 여과막은 이미 모듈로서 장착된 평판형, 스파이럴형, 원통형, 중공사형, 중공 섬유형 등이 아사히카세이(주), 다이셀카가쿠(주), (주)도레이, (주)니토텐코 등으로부터 시판되어 있지만 총 막면적이나 세정성의 관점으로 스파이럴형 또는 중공사형이 바람직하다. 또한, 막을 투과할 수 있는 성분의 한계값의 지표가 되는 분획 분자량은 사용되는 분산제의 분자량으로부터 결정할 필요가 있지만 5,000이상 50,000이하인 것이 바람직하고, 5,000이상 15,000이하인 것이 보다 바람직하다.

<172> 유기 안료 나노 입자 분산액의 분산 용매와 농축 추출액을 분리하기 위해서 필터 여과하는 것이 바람직하다. 필터 여과의 장치는 예를 들면, 가압 여과와 같은 장치를 사용할 수 있다. 바람직한 필터로서는 나노 필터, 울트라 필터 등을 들 수 있다. 필터 여과에 의해 남겨진 분산 용매의 제거를 행하고, 농축 추출액 중의 유기 안료 나노 입자를 더 농축해서 농축 나노 입자액으로 하는 것이 바람직하다.

- <173> 동결 건조의 방법은 특별히 한정되지 않고 당업자가 이용할 수 있는 방법이면 어떠한 것을 채용해도 좋다. 예를 들면, 냉매 직접 팽창 방법, 증복 냉동 방법, 열매 순환 방법, 3중 열교환 방법, 간접 가열 동결 방법을 들 수 있지만 바람직하게는 냉매 직접 팽창 방법, 간접 가열 동결 방법, 보다 바람직하게는 간접 가열 동결 방법을 사용하는 것이 좋다. 어느 방법에 있어서나 예비 동결을 행한 후, 동결 건조를 행하는 것이 바람직하다. 예비 동결의 조건은 특별히 한정되지 않지만 동결 건조를 행하는 시료가 고르게 동결되어 있을 필요가 있다.
- <174> 간접 가열 동결 방법의 장치로서는 소형 동결 건조기, FTS 동결 건조기, LYOVAC 동결 건조기, 실험용 동결 건조기, 연구용 동결 건조기, 3중 열교환 진공 동결 건조기, 모노쿨링식 동결 건조기, HULL 동결 건조기를 예로 들 수 있지만, 바람직하게는 소형 동결 건조기, 실험용 동결 건조기, 연구용 동결 건조기, 모노 쿨링식 동결 건조기, 보다 바람직하게는 소형 동결 건조기, 모노쿨링식 동결 건조기를 사용하는 것이 좋다.
- <175> 동결 건조의 온도는 특별히 한정되지 않지만 예를 들면, $-190\sim-4^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 $-120\sim-20^{\circ}\text{C}$, 보다 바람직하게는 $-80\sim-60^{\circ}\text{C}$ 정도이다. 동결 건조의 압력도 특별히 한정되지 않고, 당업자가 적당히 선택할 수 있지만 예를 들면, $0.1\sim 35\text{Pa}$, 바람직하게는 $1\sim 15\text{Pa}$, 더욱 바람직하게는 $5\sim 10\text{Pa}$ 정도로 행하는 것이 좋다. 동결 건조 시간은 예를 들면, 2~48시간, 바람직하게는 6~36시간, 보다 바람직하게는 16~26시간 정도이다. 당연히, 이들 조건은 당업자가 적당히 선택할 수 있다. 동결 건조 방법에 대해서는 예를 들면, 제제 기계 기술 핸드북: 제제 기계 기술 연구회 편, 치진쇼칸, p.120-129(2000년 9월); 진공 핸드북: 일본 진공 기술 주식회사 편, 오무사, p.328-331(1992년); 동결 및 건조 연구회 회지: 이토 코지 외, No.15, p.82(1965) 등을 참조할 수 있다.
- <176> 이하에 원심 분리에 대해서 설명한다. 원심 분리에 의한 유기 안료 나노 입자의 농축에 사용되는 원심 분리기는 유기 안료 나노 입자 분산액(또는 유기 안료 나노 입자 농축 추출액) 중의 유기 안료 나노 입자를 침강시킬 수 있으면 어떠한 장치를 사용해도 좋다. 원심 분리기로서는 예를 들면, 범용의 장치 외에도 스키밍 기능(회전 중에 상청층(上淸層)을 흡인해서 계외로 배출하는 기능)이 있는 것이나 연속적으로 고형물을 배출하는 연속 원심 분리기 등을 들 수 있다.
- <177> 원심 분리 조건은 원심력(중력 가속도의 몇배의 원심 가속도가 걸리는지를 나타내는 값)으로 $50\sim 10000$ 이 바람직하고, $100\sim 8000$ 이 보다 바람직하고, $150\sim 6000$ 이 특히 바람직하다. 원심 분리시의 온도는 분산액의 용제종에 따르지만 $-10\sim 80^{\circ}\text{C}$ 가 바람직하고, $-5\sim 70^{\circ}\text{C}$ 가 보다 바람직하고, $0\sim 60^{\circ}\text{C}$ 가 특히 바람직하다.
- <178> 이하에 건조에 대해서 설명한다. 감압 건조에 의한 유기 안료 나노 입자의 농축에 사용되는 장치는 유기 안료 나노 입자 분산액(또는 유기 안료 나노 입자 농축 추출액)의 용매를 증발시킬 수 있으면 특별히 제한은 없다. 예를 들면, 범용의 진공 건조기 및 로터리 펌프나 액을 교반하면서 가열 감압 건조시킬 수 있는 장치, 액을 가열 감압한 관 안에 통과시킴으로써 연속적으로 건조시킬 수 있는 장치 등을 들 수 있다.
- <179> 가열 감압 건조 온도는 $30\sim 230^{\circ}\text{C}$ 가 바람직하고, $35\sim 200^{\circ}\text{C}$ 가 보다 바람직하고, $40\sim 18^{\circ}\text{C}$ 도가 특히 바람직하다. 감압시의 압력은 $100\sim 100000\text{Pa}$ 이 바람직하고, $300\sim 90000\text{Pa}$ 이 보다 바람직하고, $500\sim 80000\text{Pa}$ 이 특히 바람직하다.
- <180> 상술한 바와 같은 농축 방법에 의하면 유기 안료 나노 입자 분산액으로부터 효율적으로 유기 안료 나노 입자를 농축할 수 있다. 농축 배율에 관해서는 예를 들면, 원료가 되는 유기 안료 나노 입자 분산액 중의 나노 입자의 농도를 1로 하면 농축 유기 안료 나노 입자 페이스트에 있어서의 농도를 바람직하게는 $100\sim 3000$ 배 정도, 보다 바람직하게는 $500\sim 2000$ 배 정도까지 농축할 수 있다.
- <181> (유기 안료 나노 입자 분산액의 재분산)
- <182> 본 발명에 있어서 농축된 유기 안료 나노 입자를 산성기를 갖는 알칼리 가용성 바인더를 함유하는 유기 용매 중에 다시 미세 분산화(이하, 재분산화라고도 함.)한다(본 발명에 있어서 미세 분산화란, 분산액 중의 입자의 응집을 풀어 분산도를 높이는 것을 말함).
- <183> 컬러 필터 용도에 있어서는 비이클에 첨가해서 분산시킬 수 있다. 상기 비이클이란, 도료가 액체 상태로 있을 때에 유기 안료를 분산시키고 있는 매질의 부분을 말하고, 액상이며 상기 유기 안료와 결합되어 도막을 굳히는 부분(바인더)과, 이것을 용해 회석하는 성분(유기 용매)을 함유한다. 또한, 본 발명에 있어서는 나노 입자 형성 시에 사용하는 바인더와 재분산화에 사용하는 바인더가 동일해도 달라도 좋고, 각각, 나노 입자 형성 바인더 및 재분산화 바인더로서 구별해서 말하는 경우도 있다.
- <184> 재분산화 후의 유기 안료 농도는 목적에 따라 적당히 정해지지만 바람직하게는 분산 조성물 전체량에 대해서 유기 안료가 2~30질량%인 것이 바람직하고, 4~20질량%인 것이 보다 바람직하고, 5~15질량%인 것이 특히 바람직하다. 상기와 같은 비이클에 의해 분산되는 경우에 바인더 및 용해 회석 성분의 양은 유기 안료의 종류 등에 따라

적당히 정해지지만 유기 안료 분산 조성물 전체량에 대해서 바인더는 1~30질량%인 것이 바람직하고, 3~20질량%인 것이 보다 바람직하고, 5~15질량%인 것이 특히 바람직하다. 용해 희석 성분은 5~80질량%인 것이 바람직하고, 10~70질량%인 것이 보다 바람직하다.

- <185> 상술한 농축 추출된 유기 안료 나노 입자액에 있어서 신속한 필터 여과를 가능하게 하는 상태에서는 유기 안료 나노 입자는 통상, 농축화에 의해 응집을 일으키고 있다. 또한, 원심 분리 또는 건조에 의해 농축화된 유기 안료 나노 입자도 농축화에 의한 응집을 일으키고 있다.
- <186> 이러한 응집 나노 입자(응집 나노 입자란, 응집체 등 나노 입자가 2차적인 힘에 의해 모이고 있는 것을 말함.)를 분산시키는 방법으로서 예를 들면, 초음파에 의한 분산 방법이나 물리적인 에너지를 가하는 방법을 사용할 수 있다.
- <187> 사용되는 초음파 조사 장치는 10kHz 이상의 초음파를 인가할 수 있는 기능을 갖는 것이 바람직하고, 예를 들면, 초음파 호모지나이저, 초음파 세정기 등을 들 수 있다. 초음파 조사 중에 액온이 상승되면 나노 입자의 열응집이 일어나기 때문에 액온을 1~100℃로 하는 것이 바람직하고, 5~60℃가 보다 바람직하다. 온도의 제어 방법은 분산액 온도의 제어, 분산액을 온도 제어하는 온도 조정층의 온도 제어 등에 의해 행할 수 있다.
- <188> 물리적인 에너지를 가해서 농축된 유기 안료 나노 입자를 분산시킬 때에 사용하는 분산기로서는 특별히 제한은 없고, 예를 들면, 니더, 롤밀, 아토라이더, 슈퍼밀, 디졸버, 호모 믹서, 샌드밀 등의 분산기를 들 수 있다.
- <189> 재분산시에 유기 안료 나노 입자 형성시에 사용하는 분산제로서 (유기 안료 나노 입자 형성시의 분산제)의 향에서 나타낸 화합물을 재차 사용하는 것도 바람직하다.
- <190> 재분산 후의 유기 안료 나노 입자(1차 입자)를 미세 분산화한 입자로 할 수 있고, 평균 입경을 바람직하게는 50 nm 이하로 할 수 있고, 45~10nm가 보다 바람직하고, 40~15nm가 특히 바람직하다. 또한, 재분산 후의 입자의 Mv/Mn은 1.0~2.0인 것이 바람직하고, 1.0~1.8인 것이 보다 바람직하고, 1.0~1.5인 것이 특히 바람직하다.
- <191> 이어서, 본 발명에 사용하는 삼파장형 백라이트에 대해서 설명한다.
- <192> 본 발명에 사용하는 삼파장형 백라이트는 녹색(G) LED, 적색(R) LED 및 청색(B) LED로 이루어지는 것이 바람직하다. 상기 녹색(G) LED의 피크 파장이 520~540nm의 범위 내이며, 상기 적색(R) LED의 피크 파장이 620nm 이상이며, 상기 청색(B) LED의 피크 파장이 470nm 이하인 것이 보다 바람직하다.
- <193> 본 발명의 액정 표시 소자에 있어서 각 색의 피크 파장이 상기 범위 내인 것에 의해 녹색의 재현 영역을 넓게 하는 것이 가능하게 되고, 또한, 컬러 필터에 의한 각 색의 색분리를 용이하게 행하는 것이 가능하게 된다.
- <194> 이하, 각 색 LED에 대해서 설명한다.
- <195> 1. 녹색(G) LED
- <196> 본 발명에 있어서의 녹색(G) LED는 피크 파장이 520~540nm인 녹색(G) LED이면 그 종류 등은 특별히 한정되는 것은 아니다. NTSC 규격(파선)의 녹색(G)은 530nm 근방이다.
- <197> 본 발명의 액정 표시 소자에 있어서 삼파장형 LED 백라이트의 녹색(G)의 LED의 피크 파장을 520~540nm로 함으로써 녹색의 재현 영역이 넓어지고, NTSC비를 높게 하는 것이 가능하게 된다.
- <198> 여기에서, NTSC비란, NTSC 규격의 색재현 영역에 대한 액정 표시 소자의 실측한 색재현 영역의 비율이다.
- <199> 본 발명에 있어서는 상기 녹색(G) LED의 피크 파장이 520~540nm에서의 범위 내, 그 중에서도 530~540nm의 범위 내인 것이 바람직하다.
- <200> 구체적으로 피크 파장이 상기 범위 내의 녹색(G) LED의 종류로서는 예를 들면, DG1112H{스탄레텐키(주)제}, UG1112H{스탄레텐키(주)제}, E1L51-3G{도요타고세이(주)제}, E1L49-3G{도요타고세이(주)제}, NSPG500S{니치아카가쿠코교(주)제} 등을 들 수 있다.
- <201> 2. 적색(R) LED
- <202> 본 발명에 있어서의 적색(R) LED는 피크 파장이 620nm 이상인 LED이면 특별히 한정되는 것은 아니다. NTSC 규격의 적색(R)은 610nm 근방이다.
- <203> 본 발명의 액정 표시 소자에 있어서 삼파장형 LED 백라이트로서 적색(R) LED의 피크 파장을 620nm 이상으로 함으로써 적색의 NTSC 규격의 색도점을 재현할 수 있어 NTSC비를 높게 하는 것이 가능하게 된다.

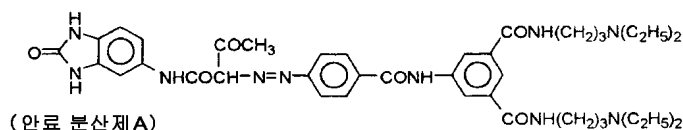
- <204> 또한, 적색(R) LED의 피크 파장이 상기 범위 내이면 컬러 필터에 의해 상술한 녹색(G) LED와의 색분리가 용이하게 된다는 점에서 액정 표시 소자의 색순도를 높이는 것이 가능하게 되는 것이다.
- <205> 본 발명에 있어서는 적색(R) LED의 피크 파장이 620nm 이상, 그 중에서도 625nm~635nm의 범위 내인 것이 바람직하다.
- <206> 구체적으로 상기 범위 내에 피크 파장을 갖고, 적색(R) LED로서 사용되는 LED의 종류로서는 예를 들면, FR1112H{스탄레덴키(주)제}, FR5366X{스탄레덴키(주)제}, NSTM515AS(R){니치아카가쿠코교(주)제}, GL3ZR2D1COS{샤프(주)제}, GM1JJ35200AE{샤프(주)제} 등을 들 수 있다.
- <207> 3. 청색(B) LED
- <208> 본 발명에 사용되는 청색(B) LED는 피크 파장이 470nm 이하인 LED이면 특별히 한정되는 것은 아니다. NTSC 규격의 청색(B)은 470nm 근방이며, 본 발명의 액정 표시 소자에 있어서 액정 표시 소자용 LED 백라이트로서 청색(B)의 LED의 피크 파장을 470nm 이하로 함으로써 청색의 NTSC 규격의 색도점을 재현할 수 있어 NTSC비를 높게 하는 것이 가능하게 된다.
- <209> 또한, 청색(B) LED의 피크 파장이 상기 범위 내이면 컬러 필터에 의해 상술한 녹색(G) LED와의 색분리가 용이하게 된다는 점에서 액정 표시 소자의 색순도를 높이는 것이 가능하게 되는 것이다.
- <210> 본 발명에 있어서는 청색(B) LED의 피크 파장이 470nm 이하, 그 중에서도 465nm~450nm의 범위 내인 것이 상기 컬러 필터에 의한 색분리의 점에서 바람직하다.
- <211> 구체적으로 상기 범위 내에 피크 파장을 갖고, 청색(B) LED로서 사용되는 LED의 종류로서는 DB1112H{스탄레덴키(주)제}, DB5306X{스탄레덴키(주)제}, E1L51-3B{도요타고세이(주)제}, E1L4E-SB1A{도요타고세이(주)제}, NSPB630S{니치아카가쿠코교(주)제}, NSPB310A{니치아카가쿠코교(주)제} 등을 들 수 있다.
- <212> 본 발명에 사용하는 삼파장형 백라이트는 상술한 3가지 색의 LED를 조합함으로써 색재현 영역이 넓고, 또한, 컬러 필터에 의해 각 색의 색분리를 용이하게 행하는 것이 가능하다.
- <213> 또한, 상술한 3가지 색의 LED의 휘도 비율을 조정함으로써 화이트 밸런스를 조정할 수 있다. 즉, NTSC 규격의 흰색인 C광원의 색도점으로도 조정할 수 있다.
- <214> 본 발명에 사용하는 삼파장형 백라이트는 일반적으로 사이드라이트식이 사용된다. 사이드라이트 방식 백라이트는 광원이 백라이트 유닛의 측면에 배치되고, 하면에 반사 산란부 등을 갖는 도광판으로 구성되고, 균일한 발광면이 얻어지는 것이다. 직하식 백라이트에 비해서 백라이트 유닛을 소형으로 할 수 있고, 또한, 필요로 하는 LED의 개수도 비교적 소수로 구성할 수 있다는 점에서 바람직하다.
- <215> 여기에서, 본 발명에 있어서의 분광 스펙트럼의 측정값은 오즈카덴시제 분광 측광 장치 MCPD-2000을 사용한 것이다.
- <216> [실시예]
- <217> 이하, 본 발명을 실시예에 기초해서 더욱 상세하게 설명하지만 본 발명은 이들에 한정되는 것은 아니다. 또한, 특별히 언급하지 않는 한, 이하의 실시예에 있어서 「부」란, 「질량부」를 나타내고, 「%」는 「질량%」를 나타내고, 「분자량」은 「중량 평균 분자량」을 나타낸다.
- <218> (실시예)
- <219> <안료 분산 조성물 A>
- <220> 메탄술폰산(제 1 용매)(와코순야쿠사제) 500ml를 80℃로 가열하면서 안료 C.I.피그먼트 바이올렛 23(크라리안트사제, Hostaperm Violet RL-NF) 30.0g 및 폴리비닐피롤리돈(K-30, 상품명, 와코순야쿠사제) 30.0g을 첨가해서 안료 용액 A(밀도: 1.0kg/m³)를 조제했다.
- <221> 이 안료 용액 A를 비스코메이트 VM-10A-L(상품명, CBC 머테리얼즈사제)을 이용해서 점도를 측정한 결과, 안료 용액 A의 액온이 25.0℃일 때의 점도가 18.1mPa·s였다. 이것과는 별도로 빈용매(제 2 용매)로서 1mol/l 수산화나트륨 용액(와코순야쿠사제) 15ml를 함유한 물 1500ml를 준비했다.
- <222> 여기에서, 25℃로 온도 컨트롤하고, GK-0222-10형 라몬도스타라(상품명, 후지사와야쿠힌코교사제)에 의해 500rpm으로 교반한 빈용매의 물 1500ml에 80℃로 한 안료 용액 A를 NP-KX-500형 대용량 무맥류 펌프(상품명, 니

폰세이미즈카가쿠사제)를 이용해서 주입했다. 안료 용액 A의 이송액 배관의 유로 직경 및 공급 구경을 0.8mm로 하고, 그 공급 구경을 빈용매 중에 넣고, 유속 100ml/min으로 400ml 주입 함으로써 유기 안료 입자를 형성하여 안료 분산액 A를 조제했다.

<223> 상기 순서에 의해 조제한 안료 분산액 A를 (주)코쿠산사제 H-112형 원심 여과기 및 시키시마칸바스(주)사제 P89C형 여과포를 이용해서 5000rpm으로 90분 농축하고, 안료 분산액 A로부터 용매분을 제거해서 감소시키고, 안료 나노 입자 농축 페이스트를 회수했다. 페이스트의 안료 함량을 아지렌트(Agilent)사제 8453형 분광 광도계를 이용해서 측정한 결과, 17.1질량%였다.

<224> 상기 안료 나노 입자 농축 페이스트 15.4g에 유산 에틸(제 3 용매) 50.0ml에 일본 특허 공개 2000-239554호 공보에 따라 합성한 안료 분산제 A 0.13g, 솔스퍼스 39000(빅케미사제)을 2.50g 첨가한 용액을 첨가했다. 이것을 디졸버에 의해 1500rpm·60분 교반하고, 초산 에틸 25.0ml를 더 첨가해서 디졸버에 의해 500rpm·10분 교반해서 분산액으로 했다.

<225> 이 분산액을 스미토모덴코파인폴리머사제 FP-010형 필터를 이용해서 여과함으로써(제 2 농축·제거 공정), 페이스트상의 농축 안료액 A(나노 안료 농도 30.6질량%)를 얻었다.



<226> 상기 페이스트상의 농축 안료액 A를 사용해서 하기 조성의 안료 분산 조성물 A를 제작했다.

<228> 상기 페이스트상의 농축 안료액 A 21.0g

<229> MFGAC 43.3g

<230> 상기 조성의 안료 분산 조성물을 초음파 호모지나이저에 의해 3시간 분산해서 안료 분산 조성물 A로 했다. 얻어진 안료 분산 조성물의 안료 나노 입자를 주사형 전자 현미경에 의해 관찰한 결과, 평균 입경은 20nm였다.

<231> <안료 분산 조성물 B>

<232> 하기와 같이 해서 안료 분산 조성물 B를 조제했다.

<233> -----

<234> 안료(피그먼트 바이올렛 23) 9.60g

<235> 염화나트륨 100.0g

<236> 안료 분산제 A 0.90g

<237> 솔스퍼스 39000(빅케미사제) 9.60g

<238> -----

<239> 1,3부틸렌글리콜디아세테이트액 중에 염화나트륨, 안료(피그먼트 바이올렛 23, (크라리안트사제, Hostaperm Violet RL-NF)의 분체, 솔스퍼스 39000을 쌍팔형 니더에 주입하고, 80℃에서 6시간 혼련했다. 혼련 후, 80℃의 1% 염산 수용액 700질량부로 인출하고, 1시간 교반 후, 여과, 온수세, 건조, 분쇄한 후, 분쇄물 1g에 대해서 1,3부틸렌글리콜디아세테이트 2.4g을 첨가 혼합했다. 상기 안료 조성물을 모터밀 M-50(아이거 재팬사제)에 의해 직경 0.65mm의 지르코니아 비즈를 사용해서 주속 9m/s로 1시간 분산해서 안료 분산물 B를 얻었다. 얻어진 안료 분산 조성물의 안료 입자를 주사형 전자 현미경에 의해 관찰한 결과, 평균 입경은 85nm였다.

<240> <B 안료 분산물 1>

<241> · 상기 안료 분산 조성물 B의 조제에 사용한 PV-23을 PB15:6{도요잉크세이조(주)제의 Rionol Blue ES}으로 바꾼 이외에는 안료 분산 조성물 B와 마찬가지로 B 안료 분산물 1을 조제했다. 얻어진 B 안료 분산물 1의 안료 입자를 주사형 전자 현미경에 의해 관찰한 결과, 평균 입경은 55nm였다.

<242> 이어서, 하기 표 1에 기재된 조성으로 되도록 다른 성분과 혼합해서 컬러 필터용 착색 감광성 수지 조성물 B1 및 B2를 조제했다.

표 1

착색 감광성 수지 조성물	B1	B2
B안료 분산물1 (C. I. P. B. 15:6)	8.0	8.0
안료 분산 조성물 A (C. I. P. V. 23)	1.1	0
안료 분산 조성물 B (C. I. P. V. 23)	0	1.1
MFGAC	28	28
메틸에틸케톤	26	26
바인더 1	19	19
DPHA액	4.2	4.2
2-트리클로로메틸-5-(p-스티릴 스티릴)1, 3, 4-옥사디아졸	0.17	0.17
페노티아진	0.020	0.020
계면활성제 1	0.060	0.060

(단위:질량부)

<243>

<244>

<바인더1>

<245>

· 폴리머(벤질메타크릴레이트/메타크릴산/메틸메타크릴레이트

<246>

= 36/22/42몰비의 랜덤 공중합물, 분자량 3만)

27질량부

<247>

· MFGAC

73질량부

<248>

<DPHA액>

<249>

· 디펜타에리스리톨헥사아크릴레이트{중합 금지제 MEHQ 500ppm 함유, 니폰카야쿠(주)제}, 상품명: KAYARAD DPHA)

76질량부

<250>

· MFGAC

24질량부

<251>

<계면 활성제 1>

<252>

· 하기 구조물 1

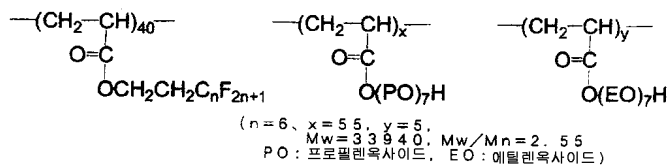
30질량부

<253>

· 메틸에틸케톤

70질량부

구조물 1



<254>

<255>

이어서, 일본 특허 공개 2006-276818호 공보의 실시예 1 및 13에 기재된 처방, 방법에 의해 하기의 착색 감광성 수지 조성물 K1, R103, G103을 조제했다.

표 2

착색 감광성 수지 조성물	K1
K 안료 분산물 1 (카본블랙)	25
프로필렌글리콜모노메틸 에테르아세테이트	8.0
메틸에틸케톤	53
바인더 2	9.1
하이드로퀴논모노 메틸에테르	0.002
DPHA액	4.2
2,4-비스(트리클로로메틸) -6-[4'-(N,N-비스에톡시 카르보닐메틸)-3'-브로 페닐]-s-트리아진	0.16
계면활성제 1	0.044

(단위 : 질량부)

<256>

<257>

<K 안료 분산물 1>

<258>

· 카본블랙 13.1질량부

<259>

· 분산제(하기 화합물 1) 0.65질량부

<260>

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

<261>

· MFGAC 79.53질량부

<262>

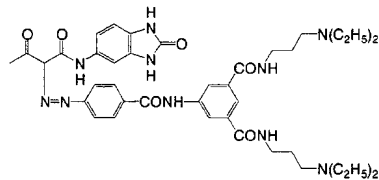
<바인더 2>

<263>

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

<264>

· MFGAC 73질량부



화합물 1

<265>

표 3

착색 감광성 수지 조성물	R103
R안료 분산물1 (C.I.P.R.254)	44.0
R안료 분산물2 (C.I.P.R.177)	5.0
프로필렌글리콜모노메틸 에테르아세테이트	7.6
메틸에틸케톤	37
바인더 3	0.8
DPHA액	4.4
2-트리클로로메틸-5- (p-스티릴스티릴)- 1,3,4-옥사디아졸	0.14
2,4-비스(트리클로로메틸) -6-[4'-(N,N-비스에톡시 카르보닐메틸)-3'-브로 모페닐]-s-트리아진	0.06
페노티아진	0.010
첨가제1	0.52
계면활성제1	0.06

(단위 : 질량부)

<266>

표 4

착색 감광성 수지 조성물	G103
G안료 분산물 1 (C.I.P.G.36)	23.7
Y안료 분산물1 (C.I.P.Y.150)	12.5
프로필렌글리콜모노메틸 에테르아세테이트	29.1
메틸에틸케톤	26
시클로헥사논	1.3
바인더 2	3.0
DPHA 액	4.3
2-트리클로로메틸-5- (p-스티릴스티릴)- 1,3,4-옥사디아졸	0.15
2,4-비스(트리클로로메틸)- 6-[4-(N,N-비스에톡시 카르보닐메틸)-3-브로 모페닐]-s-트리아진	0.06
페노티아진	0.005
계면활성제1	0.07

(단위 : 질량부)

- <267>
- <268> <R 안료 분산물 1>
- <269> · C.I.P.R. 254 8질량부
- <270> · 분산제(상기 화합물 1) 0.8질량부
- <271> · 폴리머(벤질메타크릴레이트/메타크릴산=72/28몰비의 랜덤 공중합물, 분자량 3만)
8질량부
- <272> · MFGAC 83질량부
- <273> <R 안료 분산물 2>
- <274> · C.I.P.R. 177 18질량부
- <275> · 폴리머(벤질메타크릴레이트/메타크릴산=72/28몰비의 랜덤 공중합물, 분자량 3만)
12질량부
- <276> · MFGAC 70질량부
- <277> <바인더 3>
- <278> · 폴리머(벤질메타크릴레이트/메타크릴산/메틸메타크릴레이트
- <279> =38/25/37몰비의 랜덤 공중합물, 분자량 4만) 27질량부
- <280> · MFGAC 73질량부
- <281> <G 안료 분산물 1>
- <282> · C.I.P.G. 36 18질량부
- <283> · 폴리머(벤질메타크릴레이트/메타크릴산=72/28몰비의 랜덤 공중합물, 분자량 3.8만)
12질량부
- <284> · 시클로헥사논 35질량부
- <285> · MFGAC 35질량부
- <286> <Y 안료 분산물 1>
- <287> · 미쿠니시키소(주)제 「상품명: CF 예로 EX3393」을 사용했다.
- <288> 상기에서 조제한 착색 감광성 수지 조성물 K1, B1, R103, G103을 사용해서 일본 특허 공개 2006-276818호 공보의 실시예 11과 동일한 하기 방법에 의해 대응하는 감광성 수지 전사 재료 K1, B1, R103, G103을 각각

제작했다.

<289> -감광성 수지 전사 재료의 제작-

<290> 두께 75 μ m의 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름 임시 지지체 상에 슬릿상 노즐 을 이용해서 하기 처방 H1로 이루어 지는 열가소성 수지층용 도포액을 도포, 건조시켰다. 이어서, 하기 처방 P1로 이루어지는 중간층용 도포액을 도 포, 건조시켰다. 또한, 상기 착색 감광성 수지 조성물 K1을 도포, 건조시키고, 상기 임시 지지체 상에 건조막 두께가 14.6 μ m인 열가소성 수지층과, 건조막 두께가 1.6 μ m인 중간층과, 건조막 두께가 2.4 μ m인 감광성 수지층을 형성하고, 보호 필름(두께 12 μ m 폴리프로필렌 필름)을 압착했다.

<291> 이렇게 해서 임시 지지체와 열가소성 수지층과 중간층(산소 차단막)과 블랙(K)의 감광성 수지층이 일체로 된 감 광성 수지 전사 재료를 제작하고, 샘플 이름을 감광성 수지 전사 재료 K1로 했다.

<292> 열가소성 수지층용 도포액: 처방 H1

<293> · 메탄올 11.1질량부

<294> · MFGAC 6.36질량부

<295> · 메틸에틸케톤 52.4질량부

<296> · 메틸메타크릴레이트/2-에틸헥실아크릴레이트/벤질메타크릴레이트/메타크릴산 공중합체{공중합 조성비(몰비)

<297> = 55/11.7/4.5/28.8, 분자량=9만, Tg \approx 70 $^{\circ}$ C} 5.83질량부

<298> · 스티렌/아크릴산 공중합체{공중합 조성비 (몰비)

<299> = 63/37, 분자량=1만, Tg \approx 100 $^{\circ}$ C} 13.6질량부

<300> · 비스페놀 A에 펜타에틸렌글리콜모노메타크릴레이트를 2당량 탈수 축합한 화합물{신나카무라카가쿠코교(주)제, 상품명: 2,2-비스[4-(메타크릴옥시폴리에톡시)페닐]프로판} 9.1 질량부

<301> · 상기 계면 활성제 10.54질량부

<302> 중간층용 도포액: 처방 P1

<303> · PVA205{폴리비닐알코올, (주)크라레제,

<304> 비누화도=88%, 중합도 550) 32.2질량부

<305> · 폴리비닐피롤리돈{아이에스피 재팬(주)제, K-30} 14.9질량부

<306> · 증류수 524질량부

<307> · 메탄올 429질량부

<308> 이어서, 상기 감광성 수지 전사 재료 K1의 제작에 있어서 사용한 상기 착색 감광성 수지 조성물 K1을 상기 착색 감광성 수지 조성물 R103, G103 및 B1로 변경하고, 그 이외에는 상기와 동일한 방법에 의해 감광성 수지 전사 재료 R103, G103 및 B1을 제작했다.

<309> 이어서, 상기 조제한 감광성 수지 전사 재료 K1, B1, R103, G103을 사용해서 일본 특허 공개 2006-276818호 공 보의 실시예 11과 동일한 방법에 의해 라미네이트법에 의해 블랙 매트릭스, R 화소, G 화소, B 화소를 구비한 컬러 필터를 제작했다.

<310> 이어서, 상기로부터 얻은 컬러 필터 기관의 R 화소, G 화소, 및 B 화소 및 블랙 매트릭스 상에 ITO(Indium Tin Oxide)의 투명 전극을 스퍼터링에 의해 더 형성했다. 이어서, 일본 특허 공개 2006-64921호 공보의 실시예 1에 따라 상기에서 형성한 ITO막 상의 블랙 매트릭스 상부에 상당하는 부분에 스페이서를 형성했다.

<311> 별도로, 대향 기관으로서 유리 기관을 준비하고, 컬러 필터 기관의 투명 전극 상 및 대향 기관 상에 각각 PVA 모드용으로 패터닝을 실시하고, 그 위에 폴리이미드로 이루어지는 배향막을 더 형성했다.

<312> 그 후, 컬러 필터의 화소군을 둘러싸도록 주위에 설치된 블랙 매트릭스 외부 프레임에 상당하는 위치에 자외선 경화 수지의 시일제를 디스펜서 방식에 의해 도포하고, PVA 모드용 액정을 적하해서 대향 기관과 부착한 후, 부 착된 기관을 UV 조사한 후, 열처리해서 시일제를 경화시켰다. 이렇게 해서 얻은 액정 셀의 양면에 (주)산릿츠제

의 편광판 HLC2-2518을 부착했다.

- <313> 이어서, 적색(R) LED로서 FR1112H{스탄레덴키(주)제의 칩형 LED}, 녹색(G) LED로서 DG1112H{스탄레덴키(주)제의 칩형 LED}, 청색(B) LED로서 DB1112H{스탄레덴키(주)제의 칩형 LED}를 이용해서 사이드라이트 방식의 삼파장형 백라이트를 구성하고, 상기 편광판이 설치된 액정 셀의 배면이 되는 측에 배치하여 LED 백라이트를 구비한 액정 표시 소자 1을 제작했다.
- <314> 도 3은 상술한 바와 같이 실시예에서 사용한 삼파장형 백라이트의 발광 스펙트럼을 나타내는 도면이다. 도 3으로부터 분명한 바와 같이, 녹색 휘선의 피크는 535nm이며, 적색 휘선의 피크는 630nm이며, 청색 휘선의 피크는 460nm이다.
- <315> (비교예 1)
- <316> 실시예 1에서 제작한 액정 표시 소자 1에 있어서 사용한 LED의 백라이트 대신에 냉음극관의 백라이트를 구성하고, 상기 편광판이 설치된 액정 셀의 배면이 되는 측에 배치하여 냉음극관의 백라이트를 구비한 액정 표시 소자 2를 제작했다.
- <317> (비교예 2)
- <318> 실시예 1에 있어서 사용한 착색 감광성 수지 조성물 B1 대신에 착색 감광성 수지 조성물 B2를 사용해서 컬러 필터를 제작하고, 동일한 방법에 의해 액정 표시 소자 3을 제작했다.
- <319> (비교예 3)
- <320> 실시예 1에서 제작한 액정 표시 소자 1에 있어서 착색 감광성 수지 조성물 B1 대신에 착색 감광성 수지 조성물 B2를 사용한 컬러 필터를 LED의 백라이트 대신에 냉음극관의 백라이트를 각각 사용하고, 상기 편광판이 설치된 액정 셀의 배면이 되는 측에 배치하여 냉음극관의 백라이트를 구비한 액정 표시 소자 4를 제작했다.
- <321> 이상에서 제작한 액정 표시 소자에 대해서 이하의 평가를 행했다.
- <322> 1) 색재현 영역(NTSC비)
- <323> 현미 분광 광도계(올림푸스코가쿠사제; OSP100 또는 200)에 의해 액정 표시 장치의 색도를 측정하고, NTSC 규격의 색재현 영역에 대한 각 실측한 색재현 영역의 비율로 나타냈다.
- <324> 2) 콘트라스트
- <325> 제작한 액정 표시 소자에 있어서 백색을 표시시켰을 때와 흑색을 표시시켰을 때의 투과 광량을 측정하고, 그 비를 콘트라스트로 했다(「1990년 제 7회 색채 광학 컨퍼런스, 512 색표시 10.4” 사이즈 TFT-LCD용 컬러 필터, 우에키, 오제키, 후쿠나가, 야마나카」 등 참조.). 색도의 측정에는 색채 휘도계{(주)토포콘사제 BM-5}를 사용했다. 색채 휘도계의 설치 위치는 액정 표시 소자의 백라이트와 반대측의 편광판으로부터 600mm의 위치에 설치한 색채 휘도계에 의해 측정했다. 색채 휘도계의 측정각은 1° 로 설정했다. 백라이트의 광량은 샘플을 설치하지 않는 상태에서 2매의 편광판을 패럴렐 니콜(parallel nicol)에 설치했을 때의 휘도가 1280cd/m²로 되도록 설정했다.
- <326> 3) 장시간 표시 특성
- <327> 제작한 액정 표시 소자를 1280cd/m²의 휘도로 연속 1000시간 표시하고, 청색광의 조도(청색 표시했을 때의 광의 조도)를 암실에서 액정 표시 장치의 화면의 400mm의 위치에 조도계 UV-M10-S [(주)오크세이사쿠쇼제]를 측정각은 2° 로 설정해서 설치해서 측정하고, 각 실시예, 비교예의 테스트 전후의 상대값(테스트 후의 조도/테스트 전의 조도)을 상기 색재현 영역, 콘트라스트의 데이터와 함께 표 5에 나타냈다.

표 5

	백라이트	평균 입경(nm)			색재현 영역 NTSC비	콘트라스트	장시간 표시 특성
		R	G	B			
실시에 1	LED	R 54 R 59	G 53 Y 60	B 55 V 20	105%	1000	101%
비교예 1	냉음극관	R 54 R 59	G 53 Y 60	B 55 V 20	72%	1000	104%
비교예 2	LED	R 54 R 59	G 53 Y 60	B 55 V 85	105%	800	103%
비교예 3	냉음극관	R 54 R 59	G 53 Y 60	B 55 V 85	72%	800	104%

표 5로부터 분명한 바와 같이, 냉음극관을 사용한 비교예 1의 액정 표시 소자는 색재현 영역이 뒤떨어져 있었다. 본 발명에 규정의 유기 안료 나노 입자를 함유하고 있지 않은 비교예 2의 액정 표시 소자는 콘트라스트가 뒤떨어져 있었다.

한편, 본 발명의 실시예 1의 액정 표시 소자는 색재현 영역, 콘트라스트 모두 우수했다.

또한, 비교예 1, 3의 결과로부터 분명한 바와 같이, 백라이트로서 냉음극관을 사용한 경우, 본 발명에 규정의 유기 안료 나노 입자를 함유하고 있어도 장시간 표시 특성은 크게 영향을 주지 않지만 실시예 1, 비교예 2의 결과로부터 분명한 바와 같이, LED를 사용한 경우에는 현저하게 개선이 보여진다.

이 효과의 상세는 확실하지는 않지만 본 발명에 규정의 유기 안료 나노 입자와 종래의 입자에서는 특정 파장의 광에 대한 내광성이 다르고, 광원의 파장 특성이 바뀌었기 때문에 본 발명에 규정의 유기 안료 나노 입자의 내광성에 악영향을 주는 파장의 광의 강도가 작아졌기 때문이라고 생각된다.

결과적으로 LED의 백라이트를 사용하면서 본 발명에 규정의 유기 안료 나노 입자를 사용하면 색재현, 콘트라스트, 장시간 표시 특성의 3개의 성능을 동시에 만족시킬 수 있다.

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 액정 표시 소자의 하나의 실시형태의 구성의 개략을 나타내는 단면도이다.

도 2는 본 발명에 사용하는 유기 안료 나노 입자의 제조에 사용되는 한외 여과 장치의 일구성예를 나타내는 설명도이다.

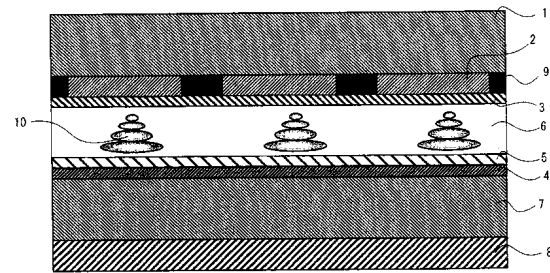
도 3은 실시예에서 사용한 삼파장형 백라이트의 발광 스펙트럼을 나타내는 도면이다.

(도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명)

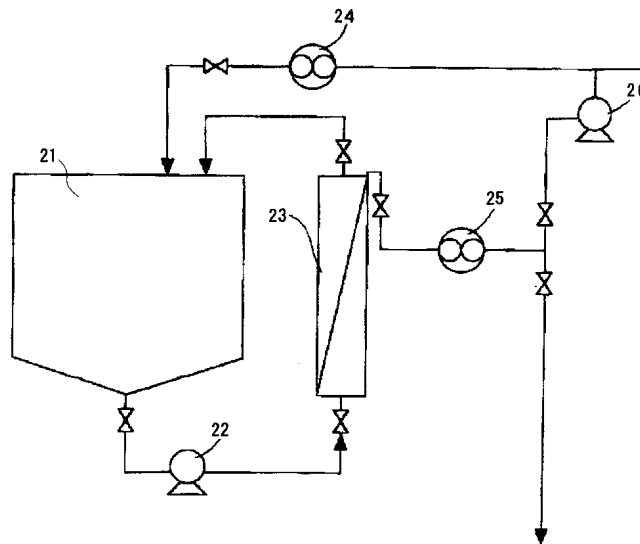
- | | |
|------------------|-------------------|
| 1: 투명 기판 | 2: 컬러 필터 |
| 3: 투명 전극 | 4: 어레이 기판 |
| 5: ITO 전극 | 6: 액정층 |
| 7: 어레이 기판측 투명 기판 | 8: 삼파장형 백라이트 |
| 21: 분산물을 수납하는 용기 | 22: 순환용 펌프 |
| 23: 한외 여과 모듈 | 24: 보충 순수 계측용 유량계 |
| 25: 투과수 계측용 유량계 | 26: 역방향 세정용 펌프 |

도면

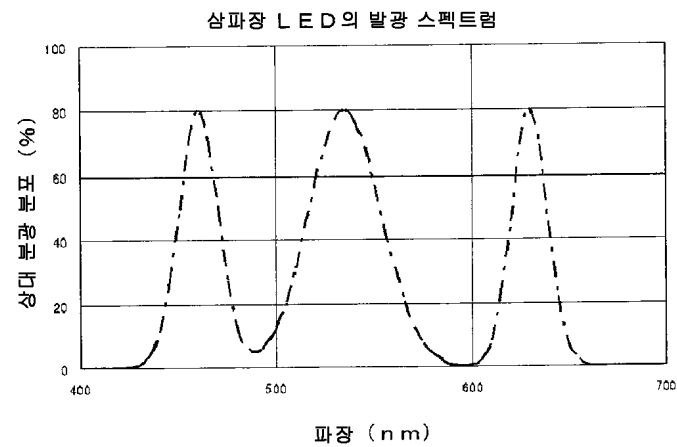
도면1



도면2



도면3



专利名称(译)	液晶显示元件		
公开(公告)号	KR1020090019695A	公开(公告)日	2009-02-25
申请号	KR1020080079376	申请日	2008-08-13
[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	YOSHINO HARUHIKO 요시노하루히코 MATSUMOTO KEISUKE 마츠모토케이스케 KAMOSAKI TETSU 카모사키테츠 SHIBATA NAOYA 시바타나오야 ITO HIDEAKI 이토히데아키 KODAMA TOMOHIRO		
发明人	요시노하루히코 마츠모토케이스케 카모사키테츠 시바타나오야 이토히데아키 코다마토모히로		
IPC分类号	G02F1/1335 G02F1/13357 B82Y40/00		
CPC分类号	G02B5/223 G02F1/133514 G02F1/133621		
代理人(译)	HA, 杨郁		
优先权	2007214082 2007-08-20 JP		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明的目的在于提供一种颜色可再现区域，其组装有三波型背光，使得有机颜料粒径小的C I.颜料紫，以及具有高对比度的液晶显示装置。为此，使用具有至少一种平均粒径50nm且绿色亮线的有机颜料纳米粒子的滤色器的峰值由三波型背光源制成的液晶显示装置。520nm~540nm之间。液晶显示装置。

