

## 超微細顔料分散インク内における顔料の分散状態とX線散乱特性

米内一郎<sup>\*†</sup>・篠崎俊介<sup>\*</sup>・山口はるな<sup>\*</sup><sup>\*</sup>(株)DNPファインケミカル 茨城県つくば市緑ヶ原1-1-3 (〒300-2646)<sup>†</sup> Corresponding Author, E-mail: Yoneuchi-I@mail.dnp.co.jp

(2019年2月15日受付, 2019年7月29日受理)

## 要 旨

インク作製過程における顔料粒子の分散状態を明らかにするため、大型放射光施設SPring-8にて、顔料、顔料粒子を分散させるために投入する顔料分散剤、インクの膜物性を与えるバインダー、および溶剤からなるインクの小角X線散乱(以下SAXS)および極小角X線散乱(以下USAXS)測定を行った。結果、散乱プロファイルの形状、とくに構造因子に由来するショルダーの出現の有無により、顔料粒子の分散状態の違いを反映したデータが得られることがわかった。より良い分散状態を得るためには、顔料の表面修飾、分散剤の種類と量の最適化のほかに、膜物性を付与する目的で添加するバインダーも分散安定性に影響を及ぼしていることが、小角X線散乱データから推測することができた。

キーワード：顔料、顔料分散剤、バインダー、分散状態、SAXS/USAXS

## 1. 緒 言

カラーフィルター分野やインクジェット分野では、高発色化、高色域化の要求に応えるべく、一次粒子径がナノスケールの微細顔料を用い、顔料を一次粒子に近い状態で安定に存在させるために用いられる顔料分散剤、インク塗布時の膜物性を与えるバインダー樹脂、および溶剤を用いてインク化を行っている。

顔料はインク中における発色成分であり、上記分野ではほぼ有機顔料が用いられている。顔料は通常、単結晶の集合体である一次粒子がさらに凝集した二次凝集状態で存在している。顔料粒子間に働く凝集力はVan der Waalsの粒子間引力であり、粒子径が小さいほど表面活性化エネルギーも増大するため、凝集力は増大する<sup>1)</sup>。このため、ロジンなどの樹脂や活性剤、顔料誘導体などの処理剤を顔料表面に吸着させることで顔料表面の活性化エネルギーを下げ、液中での分散を容易にする方法が一般的である<sup>2)</sup>。顔料の発色能を存分に発揮させるためには、この二次凝集を粉碎、分散などにより一次粒子にする必要があるが、一次粒子になった顔料は、粒子同士でもVan der Waals力が働き再び二次凝集に戻ろうとする。また粒子径が小さいほど表面の活性化エネルギーは増大することから、一次粒子がナノスケールの微細顔料では、上記表面処理を行ったとしても液中での安定化が困難となってくる。そこで顔料分散剤を用いて顔料を分散することで液中における安定化を図っている。

一次粒子かそれに準ずる大きさの顔料が液中で安定に存在するためには、顔料同士の静電的反発および立体障害による再凝集の防止の二つが挙げられる<sup>3)</sup>。顔料分散剤はこの二つの機能を併せもつ<sup>4)</sup>。寄与割合は系によって異なるが、カラーフィルター分野で用いられる溶剤は極性が比較的弱いプロピレングリコールメチルエーテルアセテートが主流であるため、静電的

な反発力より立体障害による安定化が支配的と考えられる。

顔料分散剤は、顔料に親和性を示す顔料吸着基と、バインダー樹脂や溶剤との相溶性をもつ相溶性基からなる。構成成分はアクリル、ポリウレタン、ポリエステルなどであり、形状も直鎖状のものや楕型のもの、顔料吸着基もアニオン系、カチオン系、非イオン系等さまざまな種類がある<sup>5)</sup>。一般に高分子量のもののほうが立体障害による安定化性能は高いが、あまりに高分子化してしまうと溶剤溶解性が失われるため凝集が起きてしまい、顔料分散性が確保できない。顔料の分散における顔料分散剤は、高分子化と溶剤溶解性のバランスをとりつつ、顔料吸着基の性能を高める必要がある。

バインダー樹脂はインクを塗布した際の造膜性またタックフリー性を確保するために必要であり、ある程度以上の分子量をもつポリマーである<sup>6)</sup>。また、相分離を防ぐ意味で顔料分散剤との親和性も求められるため、顔料分散剤の構成モノマー成分と類似の成分であることが多い。

カラーフィルター用インクおよびインクジェット用インクでは、これら顔料、顔料分散剤、バインダー樹脂、溶剤を混合し、顔料を一次粒子付近まで分散を行うことによりインクを作製し、そののち後工程に必要な物性を持つ添加剤を複数加えることにより最終製品としている。製品の高発色化、高色域化のためには、ナノスケールの顔料を一次粒子まで分散し、かつそれが液中で安定に存在していなければならない。なぜならば凝集状態の顔料が残っている場合、顔料の分光スペクトルにおける透過率が悪化し、その影響で製品の明度、彩度が低下するためである<sup>2)</sup>。顔料の一次粒子が液中に安定に存在しているときの顔料界面近傍の高次構造について、これまでは顔料分散剤の設計思想からその高次構造を予測した種々の物性値から予想されているが<sup>4,5)</sup>、実際にはどのような状態であるか研究された例は少ない。しかしながら顔料界面近傍の高次構造を明らか