

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4688814号
(P4688814)

(45) 発行日 平成23年5月25日(2011.5.25)

(24) 登録日 平成23年2月25日(2011.2.25)

(51) Int.Cl.		F I	
C09B	31/20	(2006.01)	C O 9 B 31/20 C L A
C09D	11/00	(2006.01)	C O 9 D 11/00
B41M	5/00	(2006.01)	B 4 1 M 5/00 E
B41M	5/50	(2006.01)	B 4 1 M 5/00 B
B41M	5/52	(2006.01)	B 4 1 J 3/04 1 O 1 Y

請求項の数 11 (全 53 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2006-540590 (P2006-540590)
 (86) (22) 出願日 平成16年11月18日(2004.11.18)
 (65) 公表番号 特表2007-517082 (P2007-517082A)
 (43) 公表日 平成19年6月28日(2007.6.28)
 (86) 国際出願番号 PCT/GB2004/004868
 (87) 国際公開番号 W02005/052065
 (87) 国際公開日 平成17年6月9日(2005.6.9)
 審査請求日 平成19年7月4日(2007.7.4)
 (31) 優先権主張番号 0326980.0
 (32) 優先日 平成15年11月20日(2003.11.20)
 (33) 優先権主張国 英国 (GB)
 (31) 優先権主張番号 0326997.4
 (32) 優先日 平成15年11月20日(2003.11.20)
 (33) 優先権主張国 英国 (GB)

(73) 特許権者 506139635
 フジフィルム・イメージング・カララント
 ・リミテッド
 イギリス国マンチェスター エム9 8ズ
 ィーエス, ブラックリー, ヘキサゴン・タ
 ワー, ピー・オー・ボックス 42
 (74) 代理人 100089705
 弁理士 社本 一夫
 (74) 代理人 100140109
 弁理士 小野 新次郎
 (74) 代理人 100075270
 弁理士 小林 泰
 (74) 代理人 100080137
 弁理士 千葉 昭男

最終頁に続く

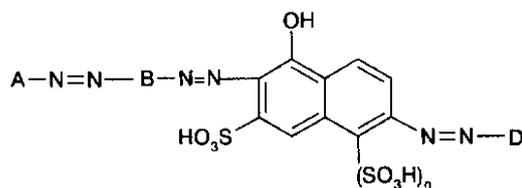
(54) 【発明の名称】 トリスアゾ染料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

式(1) :

【化1】



式(1)

[式中、

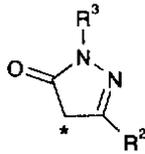
Aは、カルボキシ、スルホ、アミノ、置換されていてよいC₁₋₆アルキル、置換されていてよいC₁₋₆アルコキシ、アセトアミド、ニトロ及びN-オキサモイルから選択される1~3個の置換基を有するフェニルであり；

Bは、スルホ、メチル、メトキシ、アセトアミド、アミノ及び2-ヒドロキシエトキシから選択される1~2個の置換基を有する、フェニレン又はナフチレンであり；

nは、0又は1であり；そして

Dは式(3a)

【化 2】



式 (3a)

(式中、 R^2 は、H、カルボキシ、シアノ、置換されていてもよいアルキル、アルコキシ、アシル、アリール、アミノ、アミド、カルボンアミド、エステル化カルボキシ、スルファモイル又はアルキルスルホニルであり、

R^3 は、H又は置換されていてもよいアリール又はアルキルであり、そして

*は式(1)におけるアゾ連結基への結合点を示す]である)

のものであり、

ただし、Aが3個の置換基を有するフェニルであるときは、その置換基は $-SO_3H$ 、 $-CH_3$ 及び $-OCH_3$ から選択され、

A上の置換されていてもよい C_{1-6} アルキル及び置換されていてもよい C_{1-6} アルコキシ上、 R^2 上の置換されていてもよいアルキル上、並びに R^3 上の置換されていてもよいアリール又はアルキル上に存在しうる置換基は、ヒドロキシ、ハロゲン、ニトロ、シアノ、カルボキシ、スルホ、ホスファト、アシルアミノ、ウレイド、 C_{1-6} アルキル、 C_{1-6} アルコキシ、 C_{1-10} アルキルチオ、アリール、 C_{1-6} アルキルスルホニル及びスルホンアミドから独立して選ばれる]の化合物又はその塩。

【請求項 2】

Dが、少なくとも1個のカルボキシ基を持つ式(3a)の基である、請求項1に記載の化合物又はその塩。

【請求項 3】

Bがスルホ、メチル、メトキシ、アセトアミド、アミノ及び2-ヒドロキシエトキシから選択される1又は2個の置換基によって置換されているフェニレン基である、請求項1又は2に記載の化合物又はその塩。

【請求項 4】

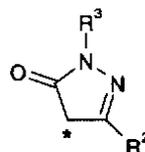
Aが、カルボキシ、スルホ、アミノ、メチル、メトキシ及びアセトアミドから選ばれる1又は2個の置換基を持つフェニルであり；

Bが、スルホ、メチル、メトキシ及び2-ヒドロキシエトキシから選ばれる1又は2個の置換基を持つフェニレン又はナフチレンであり；

nが0又は1であり；

Dが、式(3a)：

【化 4】



式 (3a)

[式中、

R^2 は、H、カルボキシ、シアノ又は置換されていてもよいアルキル、アルコキシ、アシル、アリール、アミノ、アミド、カルボンアミド、エステル化カルボキシ、スルファモイル又はアルキルスルホニルであり；そして

R^3 は、H又は置換されていてもよいアリール又はアルキルであり；そして

*は式(1)におけるアゾ連結基への結合点を示す]である、請求項1に記載の化合物又

はその塩。

【請求項 5】

請求項 1 に定義された式 (1) の化合物又はその塩 ; 及び
水及び有機溶媒を含む液状媒体、
を含み、

有機溶媒が、メタノール、エタノール、n - プロパノール、イソプロパノール、n - ブタノール、sec - ブタノール、tert - ブタノール、n - ペタノール、シクロペンタノール、シクロヘキサノール、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン、ジアセトンアルコール、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ペンチレングリコール、ヘキシレングリコール、チオジグリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、グリセロール、1, 2, 6 - ヘキサントリオール、2 - メトキシエタノール、2 - (2 - メトキシエトキシ) エタノール、2 - (2 - エトキシエトキシ) - エタノール、2 - [2 - (2 - メトキシエトキシ) エトキシ] エタノール、2 - [2 - (2 - エトキシエトキシ) エトキシ] - エタノール、エチレングリコールモノアルキルエーテル、2 - ピロリドン、N - メチル - 2 - ピロリドン、N - エチル - 2 - ピロリドン、カプロラクタム、1, 3 - ジメチルイミダゾリドン、カプロラクトン、ジメチルスルホキシド及びスルホランから選択される、

10

組成物。

20

【請求項 6】

ブラック、マゼンタ、シアン又はイエローの着色剤から選ばれる追加の着色剤をさらに含む、請求項 5 に記載の組成物。

【請求項 7】

基材への画像の印刷法であって、基材に請求項 5 又は 6 に記載の組成物をインクジェットプリンタによって塗ることを含む印刷法。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の化合物又はその塩を用いて、印刷された紙。

【請求項 9】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の化合物またはその塩を用いて印刷された、オーバーヘッドプロジェクタ用スライド。

30

【請求項 10】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の化合物またはその塩を用いて印刷された、テキスタイル材料。

【請求項 11】

補充可能なインクジェットプリンタ用カートリッジであって、

ここで前記カートリッジは一つ以上のチャンバを含み、そして

請求項 5 又は 6 に記載の組成物が前記チャンバの少なくとも一つに存在する

前記カートリッジ。

【発明の詳細な説明】

40

【発明の属する分野】

【0001】

本発明は、染料としての使用に適切な化合物、インク及びそれらのインクジェット印刷 (“ I J P ”) における使用に関する。I J P はノンインパクト方式の印刷技術で、インク滴が微細ノズルを通じて基材に吐出される。その際ノズルが基材に接触することはない。

【背景技術】

【0002】

I J P に使用される染料及びインクには要求される多数の性能要件がある。例えば、良好な耐水性、耐オゾン性、耐光性及び光学濃度を有する鮮鋭でにじみのない画像を提供する

50

のが望ましい。インクは、基材に塗られたら汚れ防止のために速乾性を求められることが多いが、インクジェットノズルの先端にクラストを形成するようなことは、プリンタの動作を止めることになるので、あってはならない。また、インクは長期間の貯蔵にも、分解したり微細ノズルを詰まらせかねない沈殿物を形成することなく安定でなくてはならない。

【 0 0 0 3 】

J P 1 0 1 9 5 3 2 0 (特 開 平 1 0 - 1 9 5 3 2 0) に、ピラゾリルアゾ基を持つトリ

スアゾ染料を含む染料と、紙及びパルプの着色におけるそれらの使用が記載されている。米国特許出願第 2 0 0 1 / 0 0 2 7 7 3 4 号には、(置換)ピラゾリルアゾ部分を含有

10

【 発 明 の 開 示 】

【 発 明 が 解 決 し よ う と す る 課 題 】

【 0 0 0 4 】

我々は、驚くべきことに、ある種の非金属化合物がインクジェット印刷用インクとして価値ある着色剤を提供することを見出した。

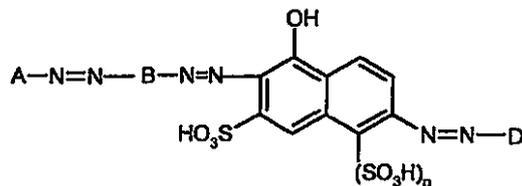
【 課 題 を 解 決 す る た め の 手 段 】

【 0 0 0 5 】

本発明に従って、式 (1) :

【 0 0 0 6 】

【 化 1 】



(1)

【 0 0 0 7 】

[式 中、

A は、置換されていてもよいフェニル又はナフチルであり；

B は、置換されていてもよいフェニレン又はナフチレンであり；

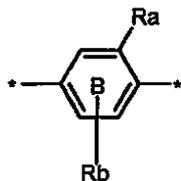
n は、0 又は 1 であり；そして

D はピラゾリル基であるが、

ただし、A が置換されていてもよいフェニル基で、B が式 T :

【 0 0 0 8 】

【 化 2 】



T

【 0 0 0 9 】

{ 式 中、

R a は、OH 又は C₁ - 4 アルコキシ基であり；そして

R b は、H 又は C₁ - 4 アルキル基、ヒドロキシ基、C₁ - 4 アルコキシ基、C₁ - 3 ジアルキルアミノ基又は式 NH C O R c (式 中、R c は C₁ - 3 アルキル又はアミノ基) の

50

基であり；そして

*は、式(1)のBにおけるアゾ連結基への結合点を示す}のフェニレン基の場合、Aはニトロ基を含まない]の化合物又はその塩を提供する。

【0010】

A又はB上に存在しうる任意の置換基は、好ましくは、ヒドロキシ、ハロ、ニトロ、シアノ、カルボキシ、スルホ、ホスファト、置換されていてもよいアミノ(特に1個以上の C_{1-4} アルキル基を持つアミノ)、置換されていてもよいアシルアミノ(特に C_{1-4} アシルアミノ又はフェニルアシルアミノで、これらの各基はスルホ又はカルボキシ基を持っていてもよい)、置換されていてもよいウレイド(特に1又は2個の C_{1-4} アルキル基を持つウレイド)、置換されていてもよい C_{1-6} アルキル、置換されていてもよい C_{1-6} シクロアルキル、置換されていてもよい C_{1-6} アルコキシ、置換されていてもよい C_{1-6} アルキルチオ、置換されていてもよいアリーール、置換されていてもよい C_{1-6} アルキルスルホニル及び置換されていてもよいスルホンアミド(特に1又は2個の C_{1-4} アルキル基を持つスルホンアミド)からそれぞれ独立して選ばれる。

10

【0011】

Aが置換フェニル又はナフチルの場合、A上の任意の置換基は、さらに好ましくは、ニトロ、カルボキシ、スルホ、ホスファト、置換されていてもよいアミノ(特に1個以上の C_{1-4} アルキル基を持つアミノ)、置換されていてもよいアシルアミノ(特に C_{1-4} アシルアミノ又はフェニルアシルアミノで、これらの各基はスルホ又はカルボキシ基を持っていてもよい)、置換されていてもよいウレイド(特に1又は2個の C_{1-4} アルキル基を持つウレイド)、置換されていてもよい C_{1-6} アルキル、置換されていてもよい C_{1-6} シクロアルキル、置換されていてもよい C_{1-6} アルコキシ並びに置換されていてもよいスルホンアミド($SO_2NR^6R^7$)(特に1又は2個の C_{1-4} アルキル基を持つスルホンアミド)及び置換されていてもよいカルボンアミド($CONR^6R^7$){前記式中、 R^6 及び R^7 は、それぞれ独立してH又は置換されていてもよい C_{1-6} アルキルである}から選ばれる。

20

【0012】

Aが置換フェニル又はナフチルの場合、A上の任意の置換基は、最も好ましくは、ニトロ、カルボキシ、スルホ、ホスファト、置換されていてもよいアミノ(特に1個以上の C_{1-4} アルキル基を持つアミノ)、置換されていてもよいアシルアミノ(特に C_{1-4} アシルアミノ又はフェニルアシルアミノで、これらの各基はスルホ又はカルボキシ基を持っていてもよい)、置換されていてもよい C_{1-6} アルキル、置換されていてもよい C_{1-6} シクロアルキル及び置換されていてもよい C_{1-6} アルコキシから選ばれる。さらに、Aは好ましくは、カルボキシ、スルホ及びホスファトから選ばれる少なくとも1個の水可溶化基も持つ。

30

【0013】

Aで表される置換されていてもよいフェニル又はナフチル基の例として、4-アミノ-2,5-ジスルホフェニル、2-スルホ-4-メトキシフェニル、2-カルボキシ-4-スルホフェニル、2-スルホ-4-メチルフェニル、2-メトキシ-5-メチル-4-スルホフェニル及び2-スルホ-4,5-ジメチルフェニルが挙げられる。しかしながら、Aは、置換されていてもよいフェニル基(最も好ましくは前述のように置換されている)であるのも最も好適である。

40

【0014】

Bが置換フェニレン又はナフチレンの場合、B上の任意の置換基は、好ましくは、カルボキシ、スルホ、ホスファト、置換されていてもよいアミノ、置換されていてもよいアシルアミノ、置換されていてもよいウレイド、置換されていてもよいアルキル、置換されていてもよいアルコキシ及び置換されていてもよいアリーールから選ばれる。

【0015】

Bが置換フェニレンの場合、該フェニレン環は、好ましくは、置換されていてもよい C_{1-6} アルキル、置換されていてもよい C_{1-6} アルキルチオ、置換されていてもよい C_{1-6}

50

1 - 6 アルコキシ、置換されていてもよいアミノ、置換されていてもよいウレイド、カルボキシ及びスルホから選ばれる 1 個以上の基を持つ。

【0016】

B が置換されていてもよいナフチレンの場合、該ナフチレン環は、好ましくは、1 個以上の水可溶化基、さらに好ましくは、カルボン酸、スルホン酸及びホスホン酸基から選ばれる 1 又は 2 個の基を持つ。

【0017】

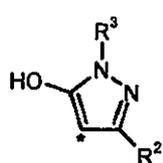
B で表される置換されていてもよいフェニレン及びナフチレン基の例として、2, 5 - ジ(2 - ヒドロキシエトキシ)フェン - 1, 4 - イレン、2, 5 - ジメトキシフェン - 1, 4 - イレン、2, 5 - ジエトキシフェン - 1, 4 - イレン、2 - メトキシ - 5 - アミノフェン - 1, 4 - イレン、2 - メトキシ - 5 - アセチルアミノフェン - 1, 4 - イレン、7 - スルホナフト - 1, 4 - イレン、6 - スルホナフト - 1, 4 - イレン及び 2 - エトキシ - 6 - スルホナフト - 1, 4 - イレンが挙げられる。しかしながら、B は置換されていてもよいフェニレン基(該フェニレン基は最も好ましくは前述のように置換されている)であるのが最も好適である。

【0018】

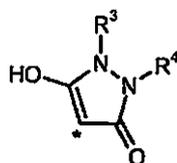
好ましくは D は、少なくとも 1 個のカルボキシ、スルホ又はホスファート基を持つピラゾリル基である。さらに好ましくは D は、式(3a)、(3b)又は(3c)の基であり、なおさらに好ましくは D は式(3a)又は(3b)であり、最も好ましくは D は式(3a)である。

【0019】

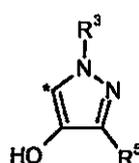
【化3】



(3a)



(3b)



(3c);

【0020】

式中、

R² 及び R⁵ は、それぞれ独立して、H、カルボキシ、シアノ又は置換されていてもよい C₁ - 6 アルキル、C₁ - 6 アルコキシ、アシル、アリール、アミノ、アミド、カルボンアミド(CONR⁶R⁷)、エステル化カルボキシ、スルホンアミド(SO₂NR⁶R⁷)又はアルキルスルホニル基であり(前記式中、R⁶及びR⁷は、それぞれ独立してH又は置換されていてもよいC₁ - 6 アルキルである)；

R³ 及び R⁴ は、それぞれ独立して、H、ヒドロキシ、ハロ、ニトロ、シアノ、カルボキシ、スルホ、ホスファート、置換されていてもよいアミノ(特に 1 個以上の C₁ - 4 アルキル基を持つアミノ)、置換されていてもよいアシルアミノ(特に C₁ - 4 アシルアミノ又はフェニルアシルアミノで、これらの各基はスルホ又はカルボキシ基を持っていてもよい)、置換されていてもよいウレイド(特に 1 又は 2 個の C₁ - 4 アルキル基を持つウレイド)、置換されていてもよい C₁ - 6 アルキル、置換されていてもよい C₁ - 6 シクロアルキル、置換されていてもよい C₁ - 6 アルコキシ、置換されていてもよい C₁ - 6 アルキルチオ、置換されていてもよいアリール、置換されていてもよい C₁ - 6 アルキルスルホニル及び置換されていてもよいスルホンアミド(特に 1 又は 2 個の C₁ - 4 アルキル基を持つスルホンアミド)であり；そして

* は式(1)におけるアゾ連結基への結合点を示す。

【0021】

R² は、好ましくは、置換されていてもよい C₁ - 6 アルキル、C₁ - 6 アルコキシ、C₁ - 6 アシル又はアミノ基、あるいは隣接するアゾ基と遊離酸の形態で水素結合可能な

10

20

30

40

50

カルボキシのような基である。

【0022】

R²で表される最も好適な基の例として、メチル、カルボキシ、CONR⁶R⁷及びHが挙げられる。しかしながら、最も好ましくは、R²は、カルボキシ又はCONR⁶R⁷(R⁶及びR⁷はそれぞれ独立してH又は置換されていてもよいC₁₋₆アルキルである)である。

【0023】

R³及びR⁴は、最も好ましくはそれぞれ独立して置換されていてもよいアリール基、さらに好ましくは、カルボキシ、スルホ、ニトロ、ホスファト、置換されていてもよいC₁₋₄アルキル、置換されていてもよいC₁₋₄アルコキシ、置換されていてもよいアミノ又は置換されていてもよいC₁₋₄アシルアミノから選ばれる1個以上の置換基を持つフェニル又はナフチル基である。

10

【0024】

R³及びR⁴で表される基の例として、4-スルホフェニル及び2-スルホナフチルが挙げられるが、これらに限定されない。

R⁵は、最も好ましくは、カルボキシ又はC₁₋₄アルキルエステル化カルボキシ基である。

【0025】

A、B、R²、R³、R⁴及びR⁵上にそれぞれ存在する好適な置換されていてもよいC₁₋₆アルキル基及びC₁₋₆アルコキシ基は、置換されていてもよいC₁₋₄アルキル基又は置換されていてもよいC₁₋₄アルコキシ基、さらに好ましくは、非置換又はハロ原子又はカルボキシ、スルホもしくはホスファト基を持つC₁₋₄アルキル基又はC₁₋₄アルコキシ基などである。

20

【0026】

R²、R³、R⁴及びR⁵上の好適な置換されていてもよいアリール基は、置換されていてもよいフェニル基で、該フェニル基は、ニトロ、カルボキシ、スルホ、ホスファト、置換されていてもよいアミノ(特に1個以上のC₁₋₄アルキル基を持つアミノ)、置換されていてもよいアシルアミノ(特にC₁₋₄アシルアミノ又はフェニルアシルアミノで、これらの各基はスルホ又はカルボキシ基を持っていてもよい)、置換されていてもよいC₁₋₆アルキル、置換されていてもよいC₁₋₆シクロアルキル、及び置換されていてもよいC₁₋₆アルコキシによって置換されていてもよい。さらに、置換されていてもよいフェニル基は、好ましくは、カルボキシ、スルホ及びホスファトから選ばれる少なくとも1個の水可溶化基も持つ。

30

【0027】

A、B、R²、R³、R⁴及びR⁵上に存在する好適な置換されていてもよいカルボンアミド又はスルホンアミド基は、それぞれ式CONR⁶R⁷又はSO₂NR⁶R⁷の基で、R⁶及びR⁷はそれぞれ独立してH又は置換されていてもよいC₁₋₆アルキルである。

【0028】

A、B、R²、R³、R⁴及びR⁵上にそれぞれ存在する好適な置換されていてもよいアミノ基は、置換されていてもよいアシルアミノ、特にC₁₋₄アシルアミノ、さらに好ましくは置換されていてもよいウレイド(非置換又はカルボキシ、スルホもしくはホスファト基を持つ)である。

40

【0029】

好ましくは、A、B、R²、R³、R⁴及びR⁵上にそれぞれ存在するアシル基は、置換されていてもよいC₁₋₄アルキルアシル、置換されていてもよいフェニルアシル、好ましくはアセチル又はベンゾイルである。

【0030】

A、B、R²、R³、R⁴、R⁵、R⁶及びR⁷のいずれか上にある置換されていてもよいC₁₋₆アルキル、C₁₋₆アルコキシ、C₁₋₆アルキルチオ、アリール及びC₁

50

6 アルキルスルホニル置換基上に存在しうる好適な置換基は、ヒドロキシ、ハロ、ニトロ、シアノ、カルボキシ、スルホ、ホスファト、アシルアミノ、ウレイド、C₁₋₆アルキル、好ましくはC₁₋₆アルキル、さらに好ましくはメチル又はエチル、C₁₋₆アルコキシ、好ましくはC₁₋₄アルコキシ、さらに好ましくはメトキシ又はエトキシ、C₁₋₁₀アルキルチオ、アリール、好ましくはフェニル又はナフチル、C₁₋₆アルキルスルホニル及びスルホンアミドから独立して選ばれる。

【0031】

上記選好に鑑み、好適な態様において、

Aは、カルボキシ、スルホ、ホスファト、アミノ、メチル、メトキシ及びアセトアミドから選ばれる1又は2個の置換基を持つフェニルであり；

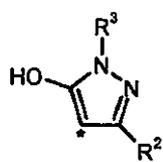
Bは、スルホ、メチル、メトキシ及び2-ヒドロキシエトキシから選ばれる1又は2個の置換基を持つフェニレン又はナフチレンであり；

nは0又は1であり；

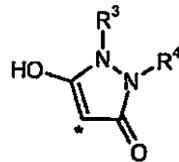
Dは、式(3a)、(3b)又は(3c)：

【0032】

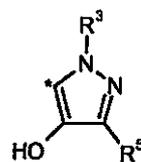
【化4】



(3a)



(3b)



(3c);

【0033】

[式中、

R²は、H、メチル又はカルボキシであり；

R³及びR⁴は、それぞれ独立して、スルホ及びカルボキシから選ばれる1又は2個の置換基を持つフェニル又はナフチルであり；そして

R⁵は、C₁₋₄アルキルエステル化カルボキシである]である。

【0034】

更なる好適な態様において、

Aは、カルボキシ、スルホ、アミノ、メチル、メトキシ及びアセトアミドから選ばれる1又は2個の置換基を持つフェニルであり；

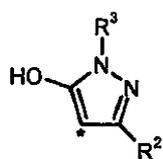
Bは、スルホ、メチル、メトキシ及び2-ヒドロキシエトキシから選ばれる1又は2個の置換基を持つフェニレン又はナフチレンであり；

nは0又は1であり；そして

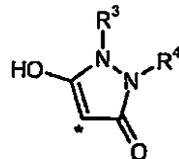
Dは、式(3a)、(3b)又は(3c)：

【0035】

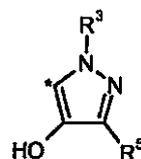
【化5】



(3a)



(3b)



(3c);

【0036】

[式中、

R²及びR⁵は、それぞれ独立して、H、カルボキシ、シアノ又は置換されていてもよいアルキル、アルコキシ、アシル、アリール、アミノ、アミド、カルボンアミド、エステル

化カルボキシ、スルファモイル又はアルキルスルホニルであり；そして
 R^3 及び R^4 は、それぞれ独立して、H又は置換されていてもよいアリール又はアルキル
 であり；そして

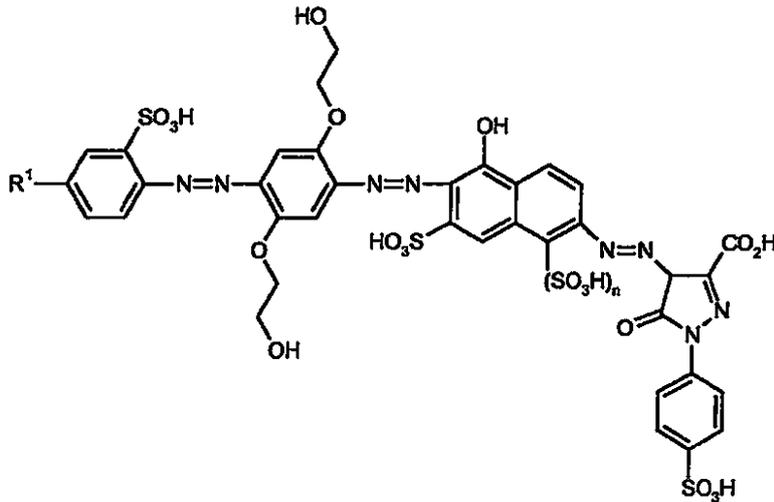
*は式(1)におけるアゾ連結基への結合点を示す]である。

【0037】

本発明の更なる好適な態様において、式(2)：

【0038】

【化6】



(2)

【0039】

[式中、

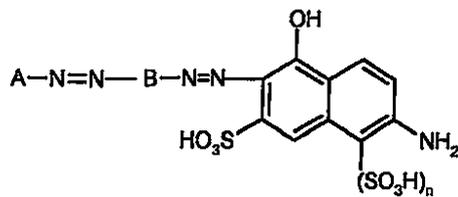
R^1 は、 C_{1-4} アルキル又は C_{1-4} アルコキシであり；そして
 n は 0 又は 1 である]の化合物を提供する。式2の化合物において、 R^1 は好ましくはメ
 チル又はメトキシであるのが好適である。

【0040】

式(1)の化合物は、式(4) [式中、 n 、A及びBは前述の定義の通り]の化合物を
 ジアゾ化してジアゾニウム塩を得、得られたジアゾニウム塩を式H-D [式中、Dは前述
 の定義の通り]の化合物とカップリングすることによって製造できる。

【0041】

【化7】



(4)

【0042】

ジアゾ化は好ましくは 0 ~ 10 の温度で実施する。好ましくはジアゾ化は水中で好
 ましくは pH 7 未満で実施する。希硫酸、例えば HCl 又は H_2SO_4 を使用すれば所望
 の pH 条件を達成することができる。

【0043】

式(4)の化合物は、式 $A-N=N-B-NH_2$ [式中、A及びBは前述の定義の通り
]の化合物をジアゾ化してジアゾニウム塩を得、得られたジアゾニウム塩を 1-ヒドロキ
 シ-3-スルホ-6-アミノナフチレン(5位にスルホ基を持っていてもよい)とカップ

10

20

30

40

50

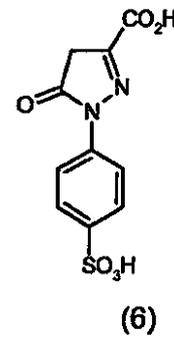
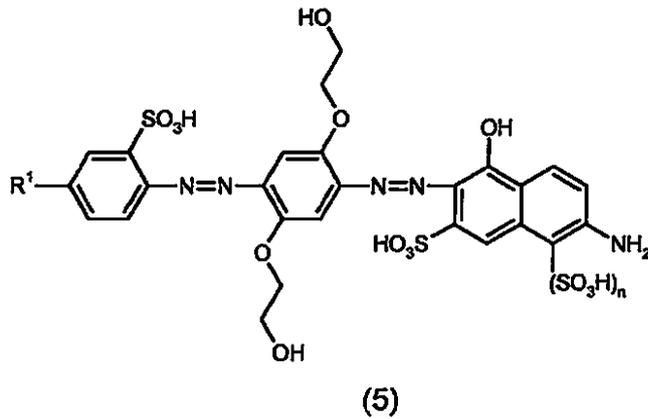
リングすることによって製造できる。

【 0 0 4 4 】

式(2)の化合物は、式(5) [式中、 n 及び R^1 は前述の定義の通り] の化合物をジアゾ化してジアゾニウム塩を得、得られたジアゾニウム塩を式(6)の化合物とカップリングすることによって製造できる。

【 0 0 4 5 】

【 化 8 】



10

【 0 0 4 6 】

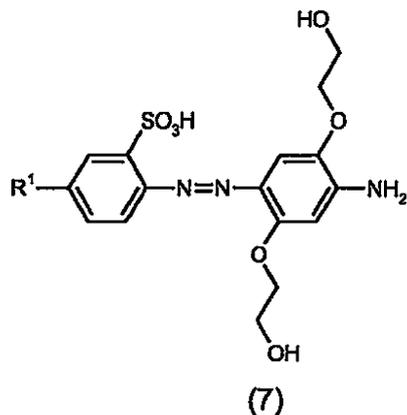
ここでもジアゾ化は好ましくは $0 \sim 10$ の温度で、水中において好ましくは $pH 7$ 未満で実施される。所望の pH 条件を達成するには希鉱酸、例えば HCl 又は H_2SO_4 を使用する。

【 0 0 4 7 】

式(5)の化合物は、式(7) [式中、 R^1 は前述の定義の通り] の化合物をジアゾ化してジアゾニウム塩を得、得られたジアゾニウム塩を 1 - ヒドロキシ - 3 - スルホ - 7 - アミノナフチレン (5 位にスルホ基を持っていてもよい) とカップリングすることによって製造できる。

【 0 0 4 8 】

【 化 9 】



20

30

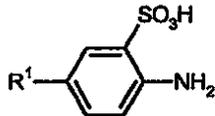
40

【 0 0 4 9 】

式(7)の化合物は、式(8) [式中、 R^1 は前述の定義の通り] の化合物をジアゾ化してジアゾニウム塩を得、得られたジアゾニウム塩を 2, 5 - ビス - (2 - アセトキシエトキシ) アニンとカップリングし、次いでアセトキシ基を加水分解することによって製造できる。

【 0 0 5 0 】

【化 1 0】



(8)

【 0 0 5 1】

上記全プロセスの反応条件は、染料技術の分野で一般的に使用されている条件、例えば E P 0 3 5 6 0 8 0 に記載のような条件である。

本発明の化合物が塩の形態の場合、好適な塩は、アルカリ金属塩（特にリチウム、ナトリウム及びカリウム塩）、アンモニウム及び置換アンモニウム塩並びにそれらの混合物である。特に好適な塩は、ナトリウム、カリウム及びリチウム塩、アンモニア及び揮発性アミンとの塩並びにそれらの混合物である。リチウム塩は良好な溶解性を有しており、特に貯蔵安定性のある、低毒性の、インクジェットノズルを詰まらせにくいインクを形成する。

10

【 0 0 5 2】

本発明の化合物は公知技術を用いて所望の塩に変換できる。例えば、本発明の化合物のアルカリ金属塩をアンモニウム又は置換アンモニア塩に変換するには、化合物のアルカリ金属塩を水に溶解し、鉱酸で酸性化し、アンモニア又はアミンで溶液の pH を pH 9 ~ 9 . 5 に調整し、そしてアルカリ金属カチオンを透析又はイオン交換樹脂の使用によって除去すればよい。

20

【 0 0 5 3】

そのような塩を形成するのに使用できるアミンの例は、メチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、エチルアミン、n - プロピルアミン、イソプロピルアミン、n - ブチルアミン、イソブチルアミン、sec - ブチルアミン、tert - ブチルアミン、ピペリジン、ピリジン、モルホリン、アリルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、テトラメチルアミン及びそれらの混合物などであるが、これらに限定されない。本発明の染料が完全にアンモニウム塩又は置換アンモニウム塩の形態であることは必須ではない。混合アルカリ金属塩とアンモニウム塩又は置換アンモニウム塩（いずれか）の両方を含む染料は、特に少なくとも 5 0 % のカチオンがアンモニウム又は置換アンモニウムイオンの場合、有効である。

30

【 0 0 5 4】

なお更なる塩は、米国特許第 5 8 3 0 2 6 5 号の請求項 1、(b) に記載の対イオンとの塩である。前記対イオンは引用によって本明細書に援用する。

本発明の化合物は、本明細書中に示したもの以外に互変異性体で存在することもできる。これらの互変異性体も本特許請求の範囲に包含される。

【 0 0 5 5】

本発明の第二の側面において、前述の本発明による式 (1) の化合物と液状媒体とを含む組成物を提供する。液状媒体は水及び有機溶媒を含む。

40

本発明の第二の側面による好適な組成物は、

(a) 前述の式 (1) の化合物又はその塩 0 . 0 1 ~ 3 0 部 ; 及び

(b) 液状媒体 7 0 ~ 9 9 . 9 9 部

を含んでなり、液状媒体は有機溶媒を含み、すべての部は重量部であり、部数 (a) + (b) = 1 0 0 である。

【 0 0 5 6】

成分 (a) の部数は、好ましくは 0 . 1 ~ 2 0、さらに好ましくは 0 . 5 ~ 1 5、特に 1 ~ 5 部である。成分 (b) の部数は、好ましくは 9 9 . 9 ~ 8 0、さらに好ましくは 9 9 . 5 ~ 8 5、特に 9 9 ~ 9 5 部である。好ましくは成分 (a) は成分 (b) 中に完全に溶解する。好ましくは、成分 (a) は 2 0 で成分 (b) における溶解度が少なくとも 1

50

0%である。これにより、インクの製造に使用できる液体染料濃縮物の製造が可能になり、貯蔵中に液状媒体の蒸発が発生しても染料析出の機会が削減される。

【0057】

好適な液状媒体は水及び有機溶媒を、好ましくは水対有機溶媒99：1～1：99、さらに好ましくは99：1～50：50、特に95：5～80：20の重量比で含む。

有機溶媒は水混和性有機溶媒又はそのような溶媒の混合物であるのが好ましい。好適な水混和性有機溶媒は、 C_{1-6} アルカノール、好ましくは、メタノール、エタノール、*n*-プロパノール、イソプロパノール、*n*-ブタノール、*sec*-ブタノール、*tert*-ブタノール、*n*-ペンタノール、シクロペンタノール及びシクロヘキサノール；直鎖アミド、好ましくは、ジメチルホルムアミド又はジメチルアセトアミド；ケトン及びケトン-アルコール、好ましくは、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン及びジアセトンアルコール；水混和性エーテル、好ましくは、テトラヒドロフラン及びジオキサン；ジオール、好ましくは2～12個の炭素原子を有するジオール、例えばペンタン-1,5-ジオール、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ペンチレングリコール、ヘキシレングリコール及びチオジグリコール並びにオリゴ-及びポリ-アルキレングリコール、好ましくはジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール及びポリプロピレングリコール；トリオール、好ましくは、グリセロール及び1,2,6-ヘキサントリオール；ジオールのモノ- C_{1-4} アルキルエーテル、好ましくは2～12個の炭素原子を有するジオールのモノ- C_{1-4} アルキルエーテル、特に2-メトキシエタノール、2-(2-メトキシエトキシ)エタノール、2-(2-エトキシエトキシ)-エタノール、2-[2-(2-メトキシエトキシ)エトキシ]エタノール、2-[2-(2-エトキシエトキシ)エトキシ]-エタノール及びエチレングリコールモノアルキルエーテル；環状アミド、好ましくは2-ピロリドン、*N*-メチル-2-ピロリドン、*N*-エチル-2-ピロリドン、カプロラクタム及び1,3-ジメチルイミダゾリドン；環状エステル、好ましくはカプロラクトン；スルホキシド、好ましくはジメチルスルホキシド及びスルホランなどである。好適な液状媒体は、水と2種類以上、特に2～8種類の水溶性有機溶媒とを含む。

【0058】

特に好適な水溶性有機溶媒は環状アミド、特に2-ピロリドン、*N*-メチル-ピロリドン及び*N*-エチル-ピロリドン；ジオール、特に1,5-ペンタンジオール、エチレングリコール、チオジグリコール、ジエチレングリコール及びトリエチレングリコール；並びにジオールのモノ- C_{1-4} アルキル及び C_{1-4} アルキルエーテル、さらに好ましくは2～12個の炭素原子を有するジオールのモノ- C_{1-4} アルキルエーテル、特に((2-メトキシ-2)-エトキシ)-2-エトキシエタノールである。

【0059】

本発明の化合物は、魅力的な黒の色調のため、インクに単一の着色剤として用いることができる。しかしながら、所望であれば、特定の最終用途のためにわずかに異なる色調が必要な場合、本発明の化合物を一つ以上の異なる着色剤と組み合わせることもできる。異なる着色剤は好ましくは染料である。異なる着色剤をインクに包含する場合、それらは好ましくは、ブラック、マゼンタ、シアン及びイエローの着色剤及びそれらの組合せから選ばれる。

【0060】

適切な異なるブラック着色剤は、本発明の異なる着色剤、*C*.*I*.フードブラック2、*C*.*I*.ダイレクトブラック19、*C*.*I*.リアクティブブラック31、*PRO-JET* (登録商標)ファストブラック2、*C*.*I*.ダイレクトブラック195、*C*.*I*.ダイレクトブラック168；及び*Lexmark*による特許(例えば、EP0 539, 178 A2、実施例1、2、3、4及び5)、*Orient Chemicals*による特許(例えば、EP0 347 803 A2、5～6ページ、アゾ染料3、4、5、6、7、8、12、13、14、15及び16)及び*Seiko Epson Corporation*による特許に記載のブラック染料などである。

【 0 0 6 1 】

適切な更なるマゼンタ着色剤は、PRO-JET（登録商標）ファストマゼンタ2、PRO-JET（登録商標）マゼンタBTX、3BOA、2BTX及び1T；C.I.アシッドレッド52及び249、C.I.リアクティブレッド180、31及び23；並びに、C.I.ダイレクトレッド227などである。

【 0 0 6 2 】

適切な更なるシアン着色剤は、フタロシアニン着色剤、C.I.ダイレクトブルー199、C.I.アシッドブルー99などである。

適切な更なるイエロー着色剤は、C.I.ダイレクトイエロー142；C.I.ダイレクトイエロー132；C.I.ダイレクトイエロー86；C.I.ダイレクトイエロー85；C.I.ダイレクトイエロー173；及びC.I.アシッドイエロー23などである。

10

【 0 0 6 3 】

該インクは、インクジェット印刷用インクに従来から使用されている追加の成分、例えば、粘度及び表面張力調節剤、腐食防止剤、殺生物剤、コゲ削減用添加剤、並びにイオン性又は非イオン性でありうる界面活性剤を含有することもできる。

【 0 0 6 4 】

組成物のpHは、好ましくは4～11、さらに好ましくは7～10である。

25における組成物の粘度は、好ましくは50cP未満、さらに好ましくは20cP未満、特に5cP未満である。

20

【 0 0 6 5 】

本発明の第二の側面による組成物をインクジェット印刷用組成物として使用する場合、該組成物は好ましくは500ppm（百万分の1部）未満、さらに好ましくは100ppm未満のハロゲン化物イオン濃度を有する。また該組成物は100ppm未満、さらに好ましくは50ppm未満の二価及び三価金属を有するのが特に好適である。ここで部は組成物の総重量に対する重量部である。我々は、組成物を精製してこれらの望ましくないイオンの濃度を低下させると、特にサーマルインクジェットプリンタのインクジェットプリンティングヘッドのノズルの詰まりが削減されることを見出した。

【 0 0 6 6 】

本発明の更なる側面において、画像を基材に印刷する方法を提供する。該方法は、本発明の第二の側面による組成物をインクジェットプリンタによって基材に塗ることを含む。

30

【 0 0 6 7 】

インクジェットプリンタは、好ましくは組成物を、小オリフィスを通して基材上に吐出される液滴の形態で基材に塗る。好適なインクジェットプリンタは、 piezoelectric インクジェットプリンタ及びサーマルインクジェットプリンタである。サーマルインクジェットプリンタでは、プログラムされた熱のパルスをおリフィスに隣接する抵抗器（レジスタ）によって液貯め（リザーバ）の組成物に印加することによって、組成物を小液滴の形態で基材に向かって吐出させる。この間、基材とオリフィスとは相対的運動を行っている。piezoelectric インクジェットプリンタでは、小型水晶の発振によってオリフィスから組成物を吐出する。

40

【 0 0 6 8 】

基材は、好ましくは、紙、プラスチック、テキスタイル、金属又はガラス、さらに好ましくはコート紙、又はコートプラスチックのような処理基材、特にコート紙である。

好適な普通紙又は処理紙は、酸性、アルカリ性又は中性の性質を有しうる紙である。市販されている普通紙及び処理紙の例は、フォトペーパープロ（Photo Paper Pro）（PR101）、フォトペーパープラス（Photo Paper Plus）（PP101）、光沢フォトペーパー（Glossy Photo Paper）（GP401）、半光沢紙（Semi Gloss Paper）（SG101）、艶消しフォトペーパー（Matte Photo Paper）（MP101）、（いずれもCanonより入手可）；プレミアム光沢フォトペーパー（Premium Glossy Photo Paper）、プレミアム半光沢フォトペーパー（Premium Semi gloss Photo Paper）、Color Life（登録商標）、フォトペーパー、フォ

50

ト品質光沢紙 (Photo Quality Glossy Paper)、両面艶消し紙 (Double-sided Matte Paper)、艶消し紙ヘビーウェイト (Matte Paper Heavyweight)、フォト品質インクジェット紙 (Photo Quality Inkjet Paper)、増白インクジェット紙 (Bright White Inkjet Paper)、プレミアム普通紙 (Premium Plain Paper)、(いずれも *Seiko Epson Corp* より入手可); HP オールインワン印刷紙 (HP All-In-One Printing Paper)、HP エブリディインクジェット紙 (HP Everyday Inkjet Paper)、HP エブリディフォトペーパー半光沢 (HP Everyday Photo Paper Semi-glossy)、HP オフィスペーパー (HP Office Paper)、HP フォトペーパー (HP Photo Paper)、HP プレミアム高光沢フィルム (HP Premium High-Gloss Film)、HP プレミアムペーパー (HP Premium Paper)、HP プレミアムフォトペーパー (HP Premium Photo Paper)、HP プレミアムプラスフォトペーパー (HP Premium Plus Photo Paper)、HP 印刷紙 (HP Printing Paper)、HP スーペリアインクジェット紙 (HP Superior Inkjet Paper)、(いずれも *Hewlett Packard Inc.* より入手可); エブリディ光沢フォトペーパー (Everyday Glossy Photo Paper)、プレミアム光沢フォトペーパー (Premium Glossy Photo Paper) (どちらも *Lexmark* (登録商標) *Inc.* より入手可); 艶消し紙 (Matte Paper)、アルティマピクチャーペーパー (Ultima Picture Paper)、プレミアムピクチャーペーパー (Premium Picture Paper)、ピクチャーペーパー (Picture Paper)、エブリディピクチャーペーパー (Everyday Picture Paper) (いずれも *Kodak Inc.* より入手可) などである。

10

【0069】

20

本発明の更なる側面において、前述の定義のような組成物、化合物を用い、又は方法によって印刷される紙、オーバーヘッドプロジェクタ用スライド又はテキスタイル材料を提供する。

【0070】

本発明のなお更なる側面において、所望により補充可能なインクジェットプリンタ用カートリッジを提供する。該カートリッジは、一つ以上のチャンバと組成物とを含み、組成物は少なくとも一つのチャンバに存在し、該組成物は本発明の第二の側面による定義の通りである。

【0071】

本明細書中に記載の本化合物及び組成物は、文字及び画像のインクジェット印刷に特によく適した、癖のない魅力的な黒色の色調の印刷物を提供する。該組成物は、良好な貯蔵安定性を有し、インクジェットプリンタに使用される極微細ノズルを詰まらせにくい。さらに、得られた画像は、優れた光学濃度、色調、耐光性、耐水性、耐湿性及び酸化性大気汚染物質の存在下での耐退色性を有する。

30

【0072】

次に本発明を以下の実施例によってさらに説明する。実施例中、すべての部及びパーセンテージは特に断りのない限り重量による。

【実施例】

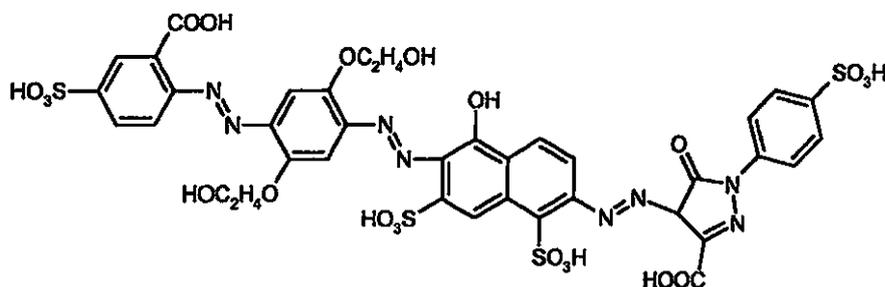
【0073】

実施例 1

40

【0074】

【化11】



50

【0075】

の製造

ステージA

5 - スルホアントラニル酸 (44.4 g、100%の場合32.55 g、0.15モル) を水酸化リチウム溶液 (2 M) で pH を pH 8 ~ 9 に調整することによって水 (500 ml) に溶解し、亜硝酸ナトリウム (11.4 g、0.17モル) を加えた。次に該溶液を、濃塩酸 (50 ml) を含有する氷と水の攪拌混合物に加えた。反応をさらに 0 ~ 10 で 1 時間攪拌し、その後スルファミン酸を加えて過剰の亜硝酸を分解した。

【0076】

2, 5 - ビス - (2 - アセトキシエトキシ) アニリン (44.55 g、0.16モル) のアセトン (500 ml) 中溶液を上で製造したジアゾニウム塩溶液に加え、その後一晩攪拌し、自然に室温に温ませた。生成物をろ過によって単離し、水洗し、アセトン (1.5 リットル) 中にスラリー化し、再度ろ過により単離した後、50 で乾燥させた。収量 = 82.5 g。

ステージB

ステージAの生成物 (28 g、0.06モル) を N - メチルピロリドン (250 ml) 中に懸濁させ、亜硝酸ナトリウム (7.5 g、0.09モル) を加えた。室温で10分間攪拌後、濃塩酸 (16 ml) の水 (100 ml) 中溶液をゆっくり加えた。この間に温度は45 に上昇した。該反応混合物を2時間攪拌して、室温に自然冷却させ、スルファミン酸を加えて過剰の亜硝酸を分解した。6 - アミノ - 1 - ナフトール - 3, 5 - ジスルホン酸 (20 g、0.06モル) を水酸化リチウム溶液 (2 M) で pH を 8 ~ 9 に調整することによって水 (200 ml) に溶解した。次に上で製造したジアゾニウム塩溶液を 0 ~ 10 で必要に応じて水酸化リチウム溶液 (2 M) の添加によって pH を 7 ~ 8 に維持しながらゆっくり加えた。1時間攪拌後、水酸化リチウム (10 g) を加え、反応混合物を室温でさらに1時間攪拌した。その時点で薄層クロマトグラフィーにより加水分解の完了が示された。濃塩酸を添加して pH を pH 7 に調整し、塩化リチウム溶液 (50% w/v) を加えた。室温に自然冷却後、生成物をろ過によって単離し、塩化リチウム溶液 (50% w/v) で洗浄した。生成物を水 (200 ml) に溶解してアセトン (2.5 リットル) で再沈殿させることによって精製した。アセトンをデカンテーションによって除去し、残渣を水に溶解して溶液を得た。該溶液は塩化第一チタンによる滴定で 0.05モルの生成物を含有することが分かった。該生成物はステージCでそれ以上精製せずに使用した。

ステージC - 標記染料

ステージBの生成物を室温で攪拌し、亜硝酸ナトリウム (3.8 g、0.06モル) と Calsole (登録商標) 油 (1 g) を加えた (Calsole (登録商標) 油はICI plcの登録商標)。次に該混合物を、濃塩酸 (20 ml) を含有する氷と水の攪拌混合物に加えた。0 ~ 10 で攪拌を2時間続ける間にジアゾニウム塩が懸濁物として溶液から析出した。1 - (4 - スルホフェニル) - 3 - カルボキシピラゾール - 5 - オン (15.5 g、0.055モル) の溶液を水 (200 ml) に溶解し、水酸化リチウム溶液 (2 M) を加えて pH を pH 7 ~ 8 に調整した。次に該混合物をジアゾニウム塩懸濁液に加え、0 ~ 10 で必要に応じて水酸化リチウム溶液 (2 M) の添加によって pH を pH 7 ~ 8 に維持しながら攪拌を1時間続けた。生成物を、アセトン (5 リットル) に入れてクエンチング/ドラウニング (drowning) し、その後ろ過することによって単離した。粗生成物を水 (300 ml) に溶解し、アセトン (2.5 リットル) でのクエンチング/ドラウニングを繰り返すことによって精製した。ろ過後、生成物を水に溶解し、透析して低導電率にし、最終的に70 で蒸発乾固することによって単離した。収量 = 46.3 g。

【0077】

実施例2

【0078】

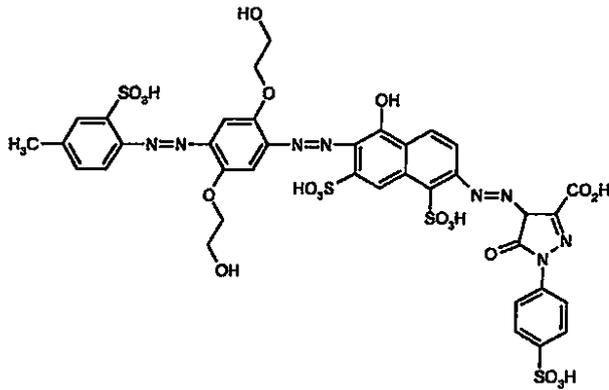
10

20

30

40

【化12】



10

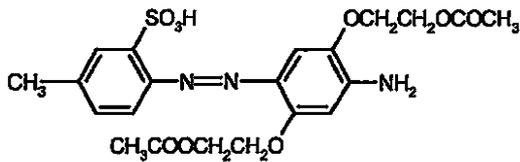
【0079】

の製造

ステップ1:

【0080】

【化13】



20

【0081】

の製造

4-アミノトルエン-3-スルホン酸(28.05g、0.15モル)を水(500ml)に溶解し、水酸化リチウム(2M)の添加によりpHをpH7~8に調整した。亜硝酸ナトリウム(11.4g、0.17モル)を該溶液に加え、次に該混合物を濃塩酸(45ml)入りの氷と水の混合物に加えた。反応を0~10℃でさらに1時間撹拌した。次いで過剰の亜硝酸をスルファミン酸の添加によって分解し、ジアゾニウム塩を得た。

30

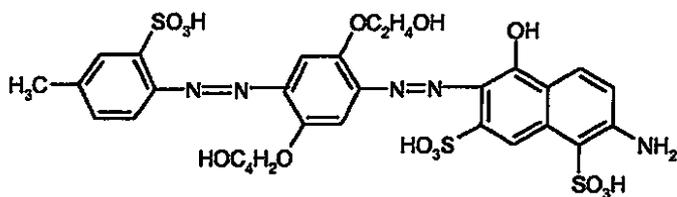
【0082】

2,5-ビス-(2-アセトキシエトキシ)アニリン(59.4g、0.2モル)をアセトン(600ml)に溶解し、該溶液を上で製造したジアゾニウム塩に撹拌しながら加えた。次に該カップリング混合物を室温で一晩撹拌した。沈殿した生成物をろ過によって単離し、水(2リットル)で洗浄した。次に生成物をアセトン(2リットル)中で撹拌し、ろ過及び少量のアセトンで洗浄した後、50℃で乾燥させた。収量=66.8g。

ステップ2:

【0083】

【化14】



40

【0084】

の製造

上記ステップ1に記載の通りに製造したモノアゾ化合物(23.95g、0.05モル)をN-メチルピロリドン(250ml)中に懸濁させ、亜硝酸ナトリウム(7g、0.1モル)を添加し、室温で撹拌した。

50

1 モル) を加えた。室温で 15 分間攪拌後、均質溶液が得られた。該攪拌溶液に希塩酸 (15 ml の濃 HCl を水で 100 ml にしたもの) を 5 分間かけて加え (発熱)、攪拌を 2 時間続けて室温に自然冷却させた。過剰の亜硝酸をスルファミン酸の添加によって除去した。

【0085】

6 - アミノ - 1 - ナフトール - 3 - スルホン酸 (18 g、0.056 モル) を水 (200 ml) に溶解し、水酸化リチウム (2 M) の添加によって pH を pH 10 に調整した。該溶液を攪拌し、0 ~ 10 に冷却して、ジアゾニウム塩溶液を必要に応じて水酸化リチウム (2 M) の添加によって pH を pH 10 ~ 10.5 に維持しながらゆっくり加えた。該混合物を 0 ~ 10 でさらに 1 時間攪拌後、室温に温ませた。水酸化リチウム (10 g) を加え、室温での攪拌を薄層クロマトグラフィーで加水分解の完了が示されるまで続けた。次に反応混合物の pH を濃塩酸の添加によって pH 7 に調整した。次いで塩化リチウム溶液 (30% w/v) をゆっくり加えた (発熱)。生成物を 70 度で過によって単離し、風乾した。粗生成物を 40 度の水 (1 リットル) に溶解し、塩化リチウム溶液 (20% w/v) の添加によって再沈殿させた。この間温度は 70 度に上昇した。次に、生成物を熱懸濁液のろ過によって単離し、塩化リチウム溶液 (25% w/v、1 リットル) で洗浄した。得られた生成物を水 (340 ml) に溶解して溶液を得た。該溶液は塩化第一チタンによる滴定で 0.043 モルの生成物を含有することが分かった。この生成物の溶液はステップ 3 でそれ以上精製せずに使用した。

ステップ 3 : 標記化合物の製造 :

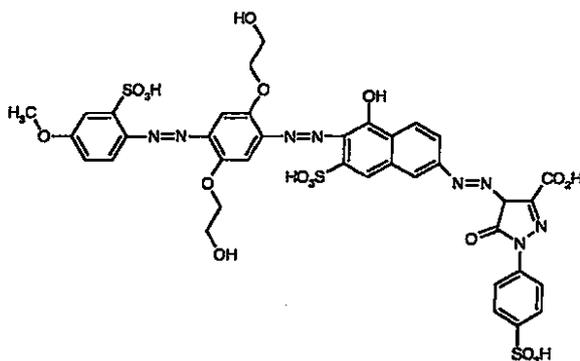
上記ステップ 2 の生成物 (340 ml、100% の場合 31.57 g) を室温で攪拌し、亜硝酸ナトリウム (3.3 g、0.048 モル)、次いで Calsole (登録商標) 油 (1 g、Calsole (登録商標) 油は ICI plc の登録商標) を加えた。次に得られた混合物を、濃塩酸 (17 ml) を含有する氷と水の混合物に加えた。0 ~ 10 で攪拌を 2 時間続ける間にジアゾニウム塩が溶液から析出し、懸濁液を形成した。スルファミン酸の添加によって過剰の亜硝酸を分解した。1 - (4 - スルホフェニル) - 3 - カルボキシピラゾール - 5 - オン (14 g、0.049 モル) を水 (200 ml) に溶解し、水酸化リチウム溶液 (2 M) を加えて pH を pH 7 ~ 8 に調整した。次にこの溶液をジアゾニウム塩懸濁液に加え、反応混合物の pH を水酸化リチウム溶液 (2 M) の添加によって pH 7 に調整し、攪拌を 0 ~ 10 で 1 時間続けた。この間、必要に応じて水酸化リチウム溶液 (2 M) を加えることにより pH を pH 7 ~ 8 に維持した。アセトン (4 リットル) に入れてクエンチング/ドラウニング (drowning) し、その後ろ過及びアセトンで洗浄することによって生成物を単離した。該生成物を水 (500 ml) に溶解し、透析して低導電率にし、最終的に 70 度で蒸発乾固することによって単離した。収量 = 39.5 g。

【0086】

実施例 3

【0087】

【化 15】



【0088】

の製造：

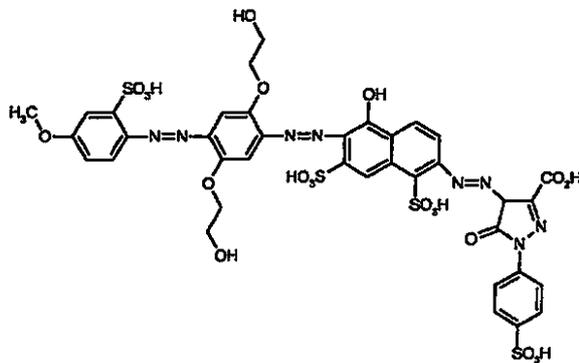
実施例 2 の方法を、ステップ 1 で 4 - アミノ - 3 - トルエンスルホン酸の代わりに 2 - アミノ - 5 - メトキシベンゼンスルホン酸 (30 . 45 g) を使用し、ステップ 2 で 6 - アミノ - 1 - ナフトール - 3 , 5 - ジスルホン酸の代わりに 6 - アミノ - 1 - ナフトール - 3 - スルホン酸 (14 . 84 g) を使用した以外は繰り返した。

【 0089 】

実施例 4

【 0090 】

【 化 16 】



10

【 0091 】

の製造：

実施例 2 の方法を、ステップ 1 で 4 - アミノ - 3 - トルエンスルホン酸の代わりに 2 - アミノ - 5 - メトキシベンゼンスルホン酸 (30 . 45 g) を使用した以外は繰り返した。

【 0092 】

実施例 5 ~ 48

実施例 1 の方法を繰り返したが、ただし、ステージ A では 5 - スルホアントラニル酸を表 1 のカラム A の構造に対応する式のアミンに置き換え；表 1 のカラム 3 に n = 0 が表示されている場合、実施例 1 の 6 - アミノ - 1 - ナフトール - 3 , 5 - ジスルホン酸は 6 - アミノ - 1 - ナフトール - 3 - スルホン酸に置き換え；そして実施例 1 のステージ C では 1 - (4 - スルホフェニル) - 3 - カルボキシピラゾール - 5 - オンを表 1 のカラム 4 に示された式 D のピラゾロンに置き換えた。実施例 12 と 45 の場合、実施例 1 のステージ C の生成物を pH 13 で水酸化リチウム溶液に溶解し、70 で 6 時間加熱して表 1 のカラム A に示されたアミン成分からアセチル基を除去し、その後単離及び透析をした。得られた化合物の最終染料構造も表 1 に示す。

20

30

【 0093 】

実施例 49 ~ 62

実施例 1 の方法を繰り返したが、ただし、ステージ A では 5 - スルホアントラニル酸を表 2 のカラム A の構造に対応する式のアミンに置き換え、2,5 - ビス - (2 - アセトキシエトキシ) アニリンを表 2 のカラム B の構造に対応する式のアミンに置き換え；表 2 のカラム 4 に n = 0 が表示されている場合、6 - アミノ - 1 - ナフトール - 3 , 5 - ジスルホン酸は 6 - アミノ - 1 - ナフトール - 3 - スルホン酸に置き換え、そしてステージ C では 1 - (4 - スルホフェニル) - 3 - カルボキシピラゾール - 5 - オンを表 2 に示された式 D のピラゾロンに置き換えた。

40

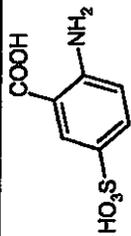
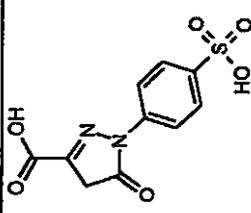
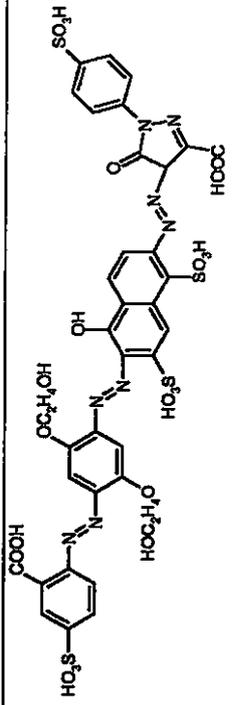
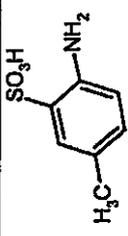
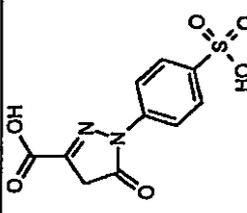
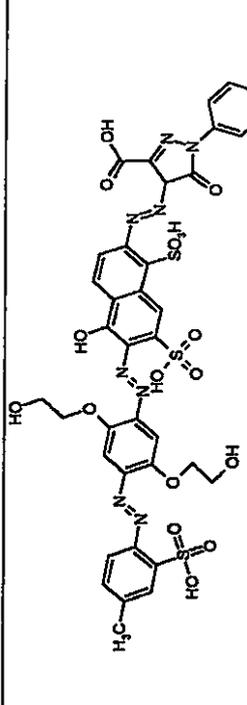
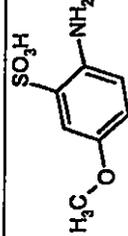
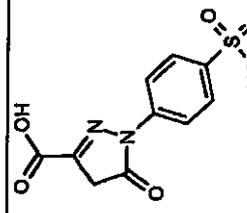
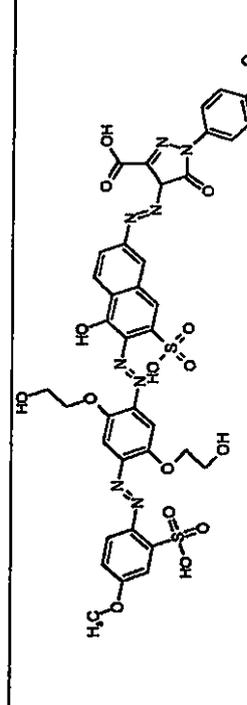
【 0094 】

実施例 61 . ステージ C の生成物を pH 13 で水酸化リチウムに溶解し、70 で 6 時間加熱して表 2 のカラム A に示されたアミン成分からアセチル基を除去し、その後単離及び透析をした。化合物の構造もすべて表 2 のカラム 6 に示す。

【 0095 】

【表 1 - 1】

Table 1

実施例	A	n	D	最終染料構造	λ_{max}/ϵ	マシパクトル分析
1		1			580nm 64,333	
2		1			590nm 53,525	
3		0			594nm 54,200	m/z 971 (M-H) ⁻ m/z 485 (M- 2H) ²⁻ m/z 323 (M- 3H) ³⁻ m/z 242 (M- 4H) ⁴⁻

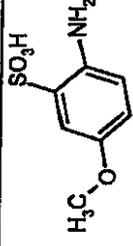
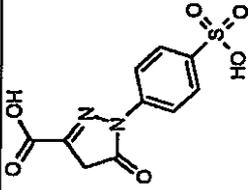
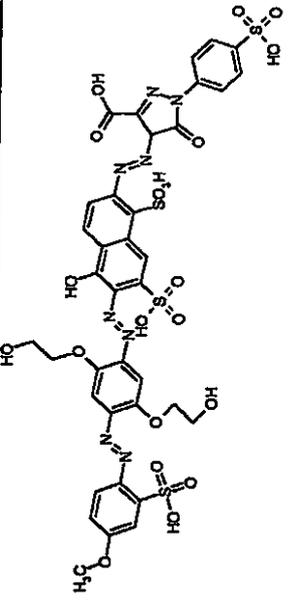
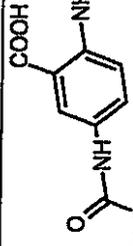
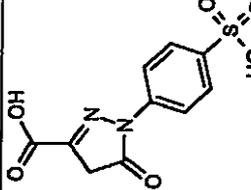
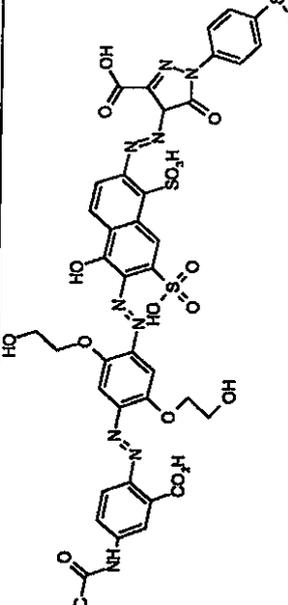
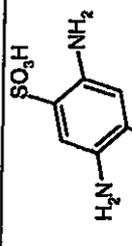
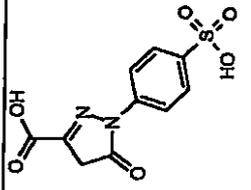
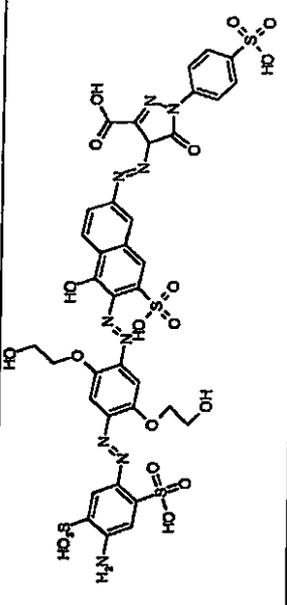
10

20

30

40

【表 1 - 2】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
4		1			588nm 66,100	m/z 525 (M-2H) ²⁻ m/z 350 (M-3H) ³⁻ m/z 262 (M-4H) ⁴⁻ m/z 536 (M- 2H+Na) ²⁻
5		1			583nm 65,187	
6		0			604nm 70,200	

10

20

30

40

【表 1 - 3】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
7		0			586nm 52,800	
8		1			581nm 63,300	m/z 955 (M-H) ⁻ m/z 477 (M-2H) ²⁻ m/z 318 (M-3H) ³⁻ m/z 238 (M-4H) ⁴⁻
9		0			590nm 53,525	

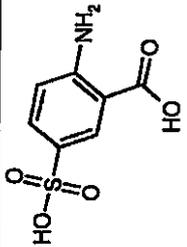
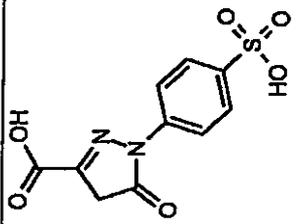
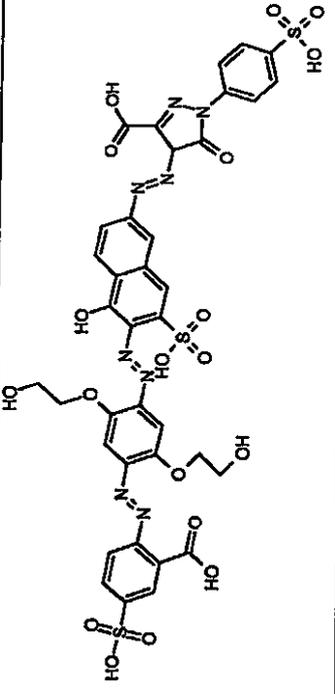
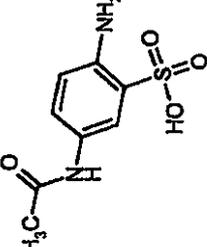
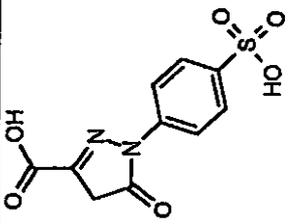
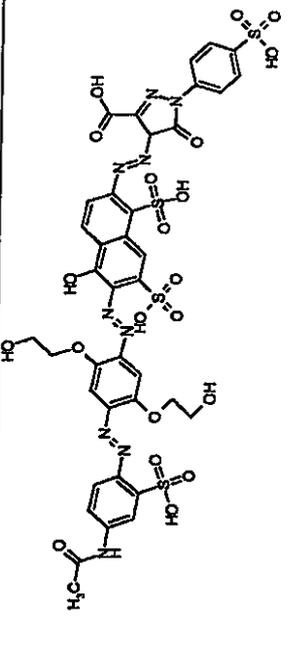
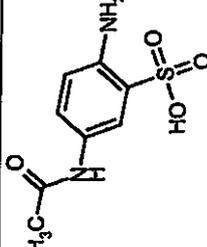
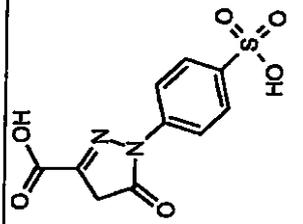
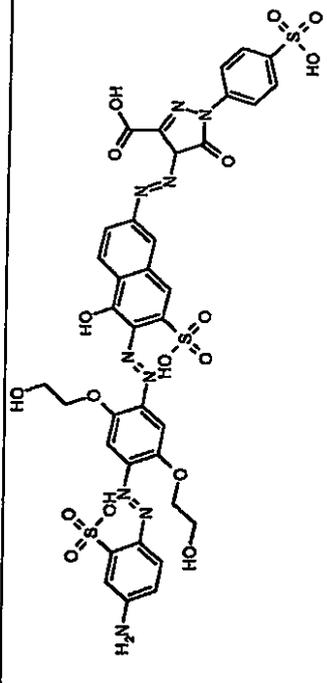
10

20

30

40

【表 1 - 4】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
10		0			587nm 66,463	
11		1			588nm 68,927	
12		0			605nm 57,932	

10

20

30

40

【表 1 - 5】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
13		0			584nm 62,932	
14		1			568nm 68,638	
15		0			573nm 48,191	m/z (M-2H) ²⁻ 462 m/z (M-3H) ³⁻ 308

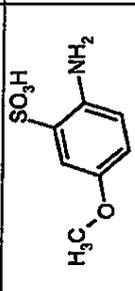
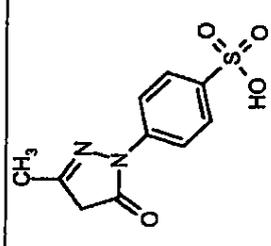
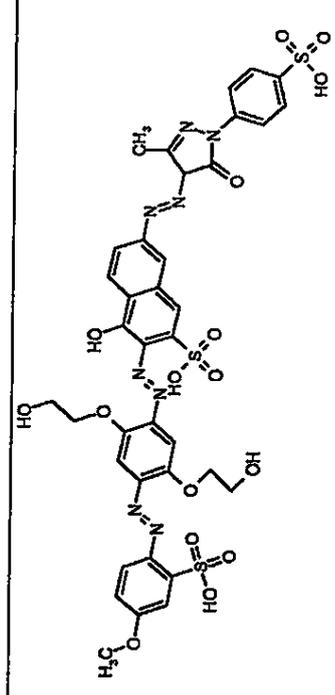
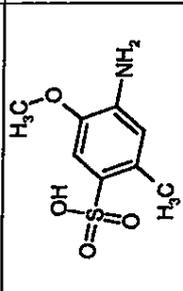
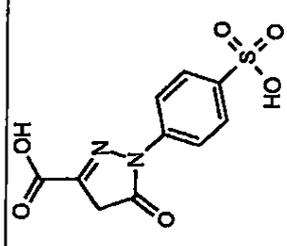
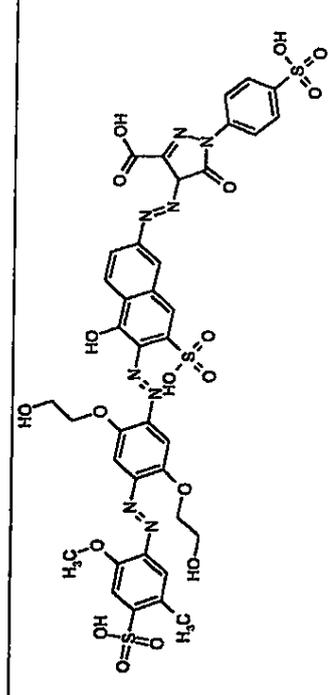
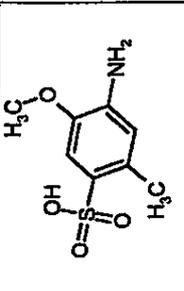
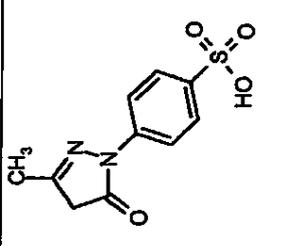
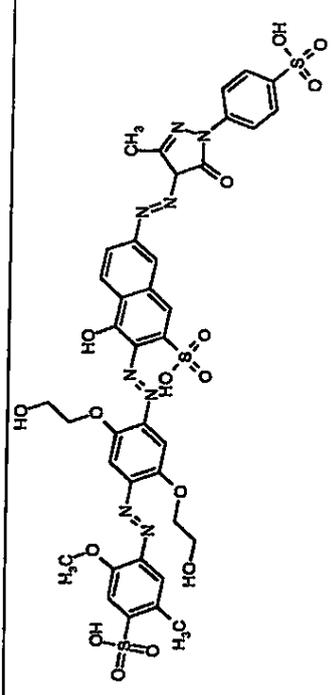
10

20

30

40

【表 1 - 6】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
16		0			576nm 55,067	
17		0			597nm 56,179	
18		0			593nm 50,069	

10

20

30

40

【表 1 - 7】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
19		0			590nm 58,729	
20		0			579nm 51,271	
21		0			602nm 54,809	

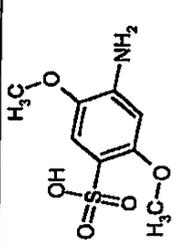
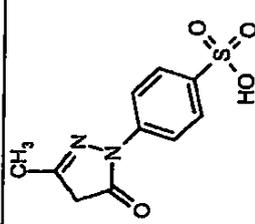
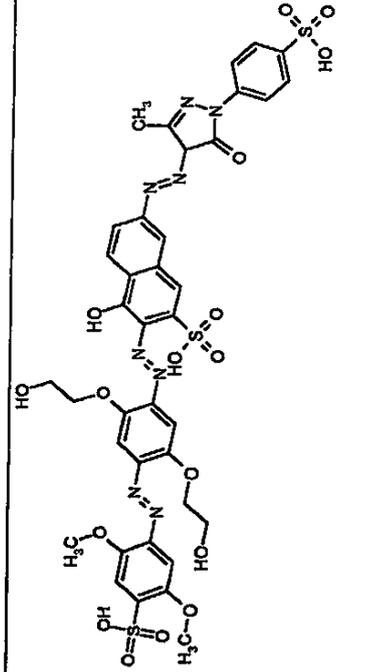
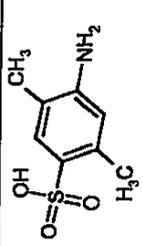
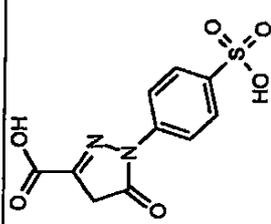
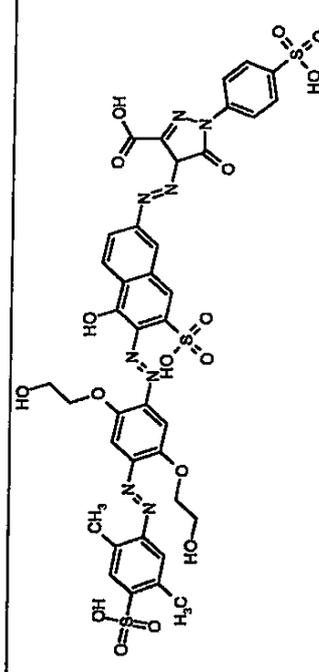
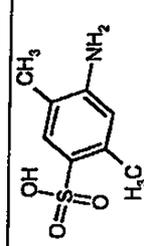
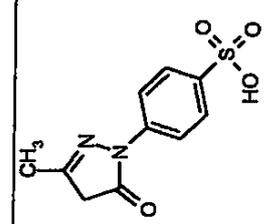
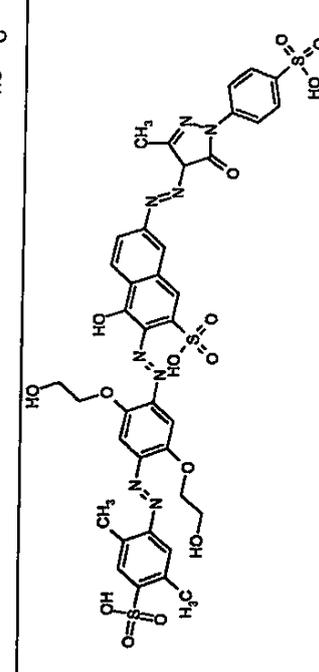
10

20

30

40

【 表 1 - 8 】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
22		0			601nm 50,126	
23		0			582nm 55,325	
24		0			579nm 47,095	

10

20

30

40

【 0 1 0 3 】

【表 1 - 9】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
26		0			583nm 55,580	
26		0			572nm 53,602	
27		1			588nm 63,934	

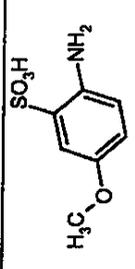
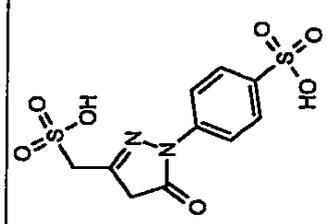
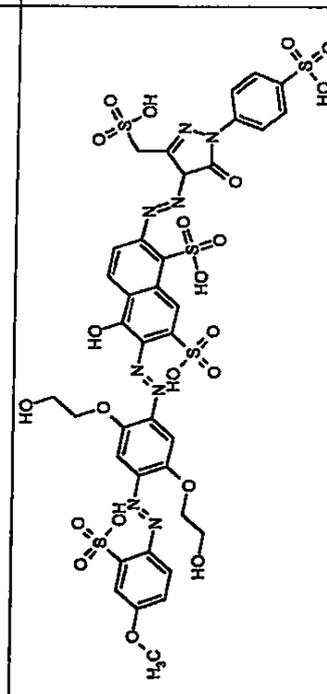
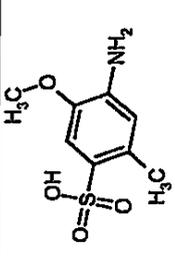
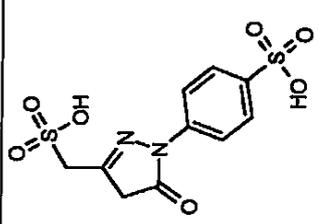
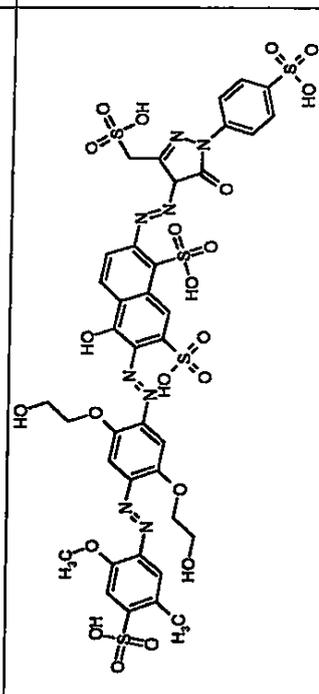
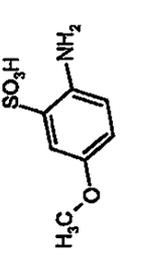
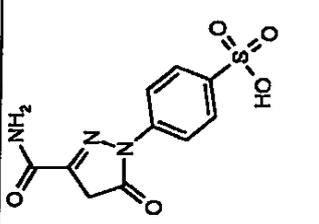
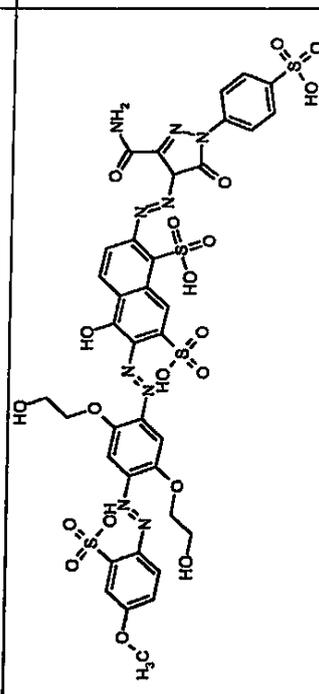
10

20

30

40

【表 1 - 10】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
28		1			584nm 62,570	
29		1			581nm 60,992	
30		1			584nm 62,570	

10

20

30

40

【表 1 - 1 1】

Example	A	π	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
31		0			590nm 54,908	
32		1			580nm 63,132	
33		1			586nm 72,760	

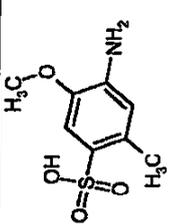
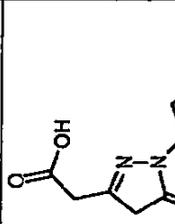
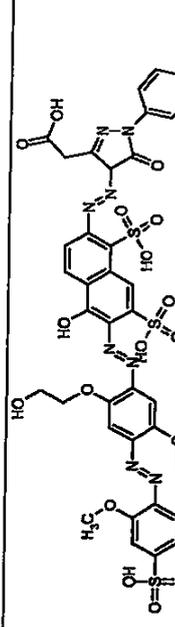
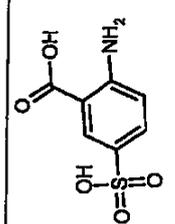
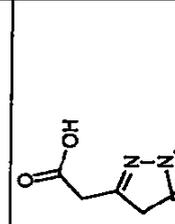
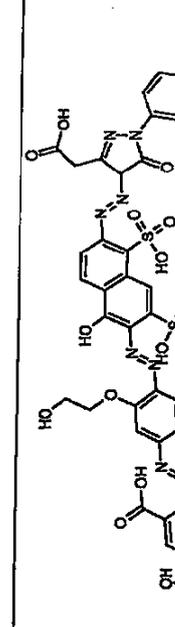
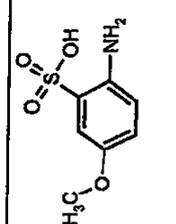
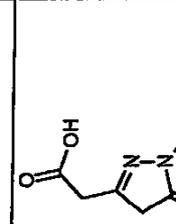
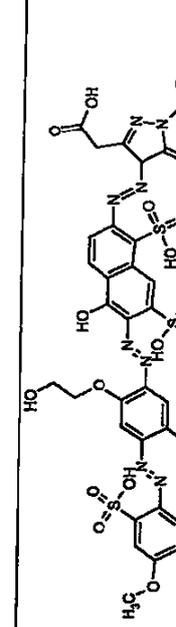
10

20

30

40

【 表 1 - 1 2 】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
34		1			586nm 57,719	m/z (M-2H) ²⁻ 521 m/z (M-3H) ³⁻ 347
35		1			581nm 83,864	m/z (M-2H) ²⁻ 499 m/z (M-3H) ³⁻ 347
36		1			583nm 48,299	m/z (M-3H) ³⁻ 343

10

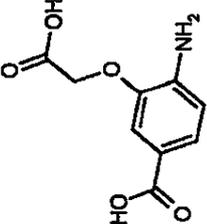
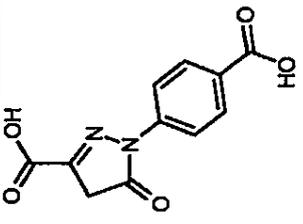
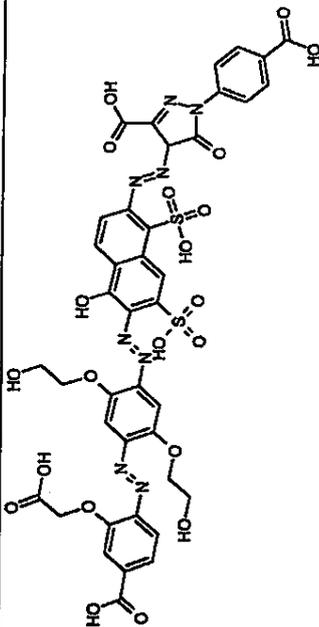
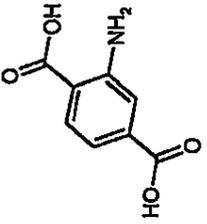
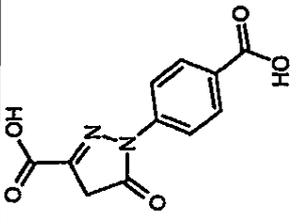
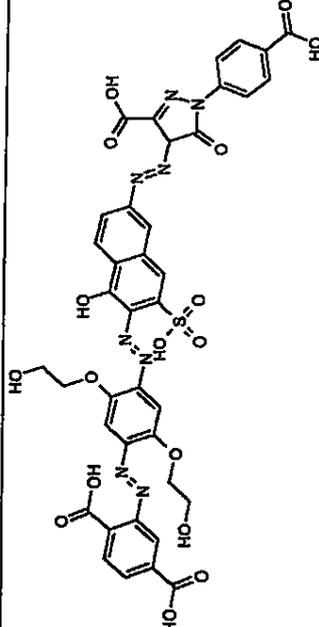
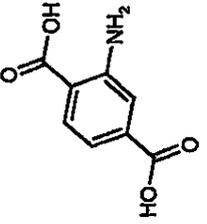
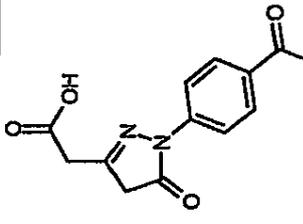
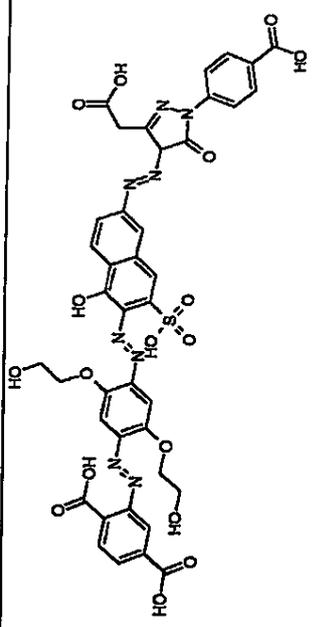
20

30

40

【 0 1 0 7 】

【表 1 - 13】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
37		1			592nm 70,812	
38		0			581nm 65,215	
39		0			579nm 65,233	

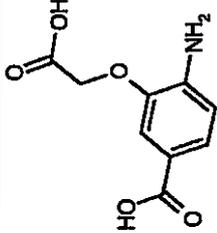
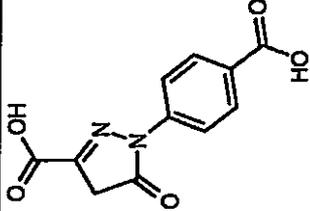
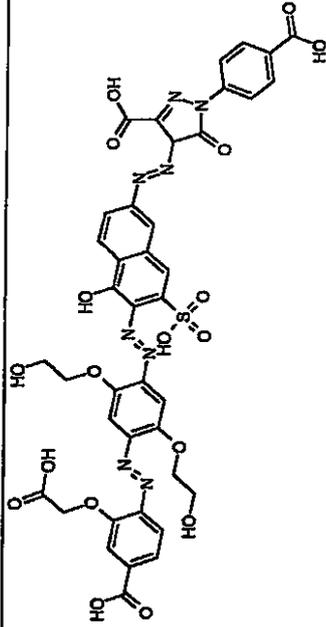
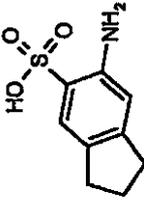
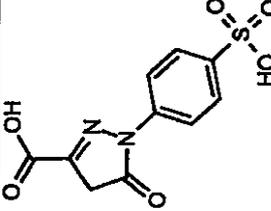
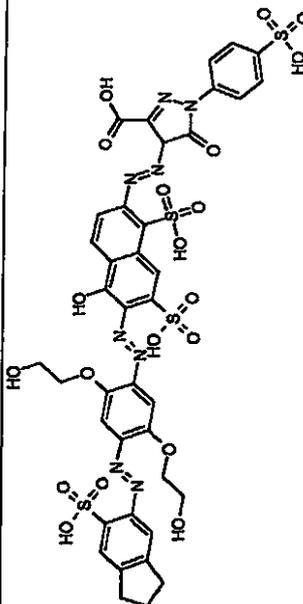
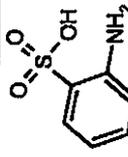
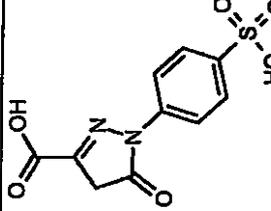
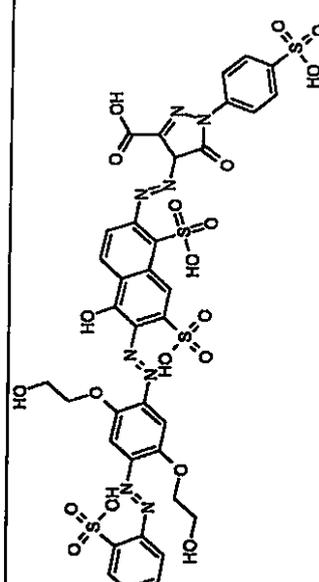
10

20

30

40

【表 1 - 1 4】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
40		0			599nm 71,080	
41		1			584nm 65,530	
42		1			579nm 66,460	

【 0 1 0 9 】

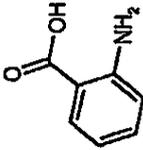
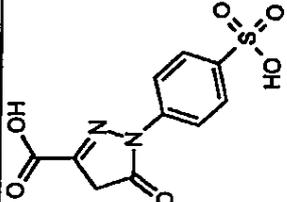
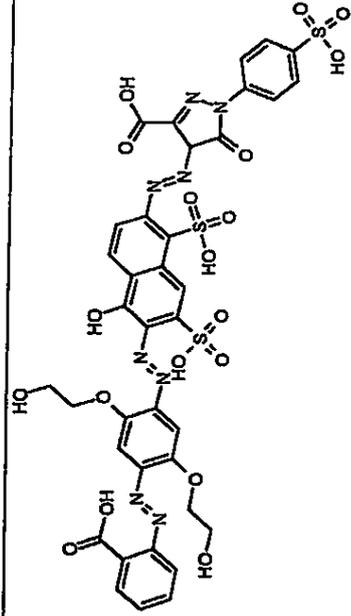
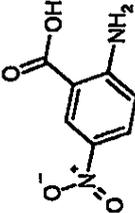
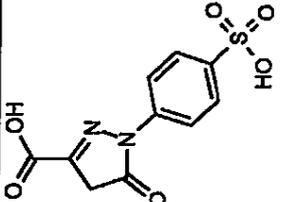
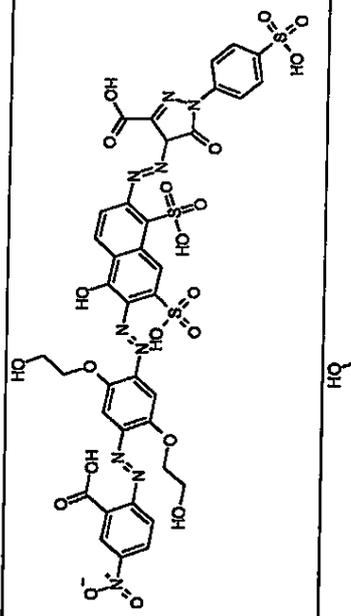
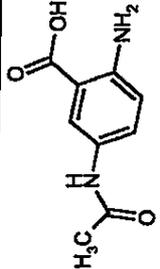
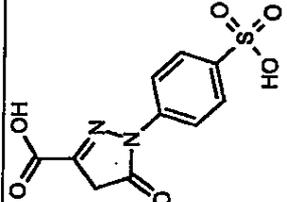
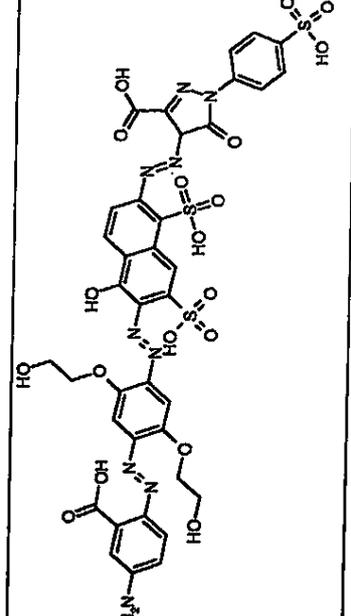
10

20

30

40

【表 1 - 15】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
43		1			579nm 64,714	
44		1			589nm 59,671	
45		1			599nm 65,849	

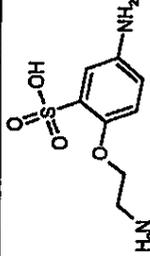
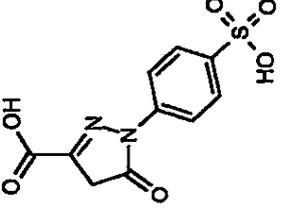
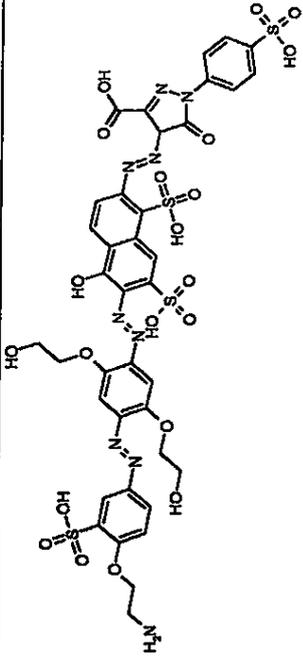
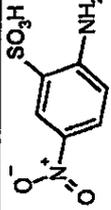
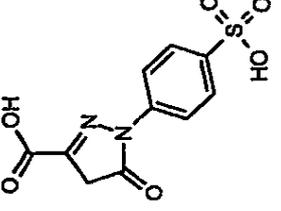
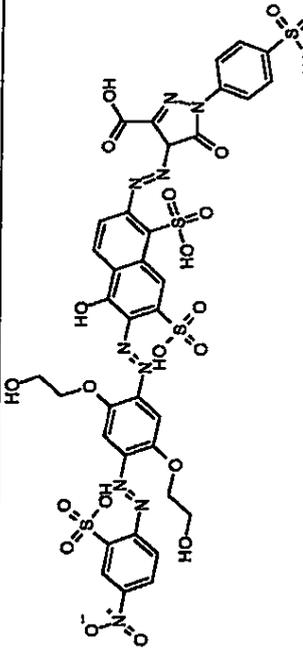
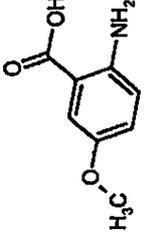
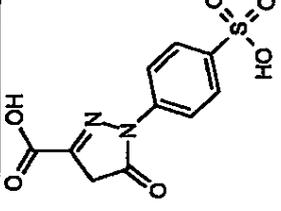
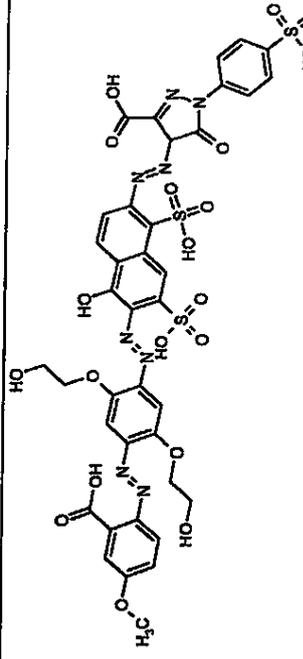
10

20

30

40

【表 1 - 16】

Example	A	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
46		1			568nm 64,575	
47		1			591nm 71,214	
48		1			587nm 63,510	

10

20

30

40

【 0 1 1 1 】

【表 2 - 1】

Example	A	B	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
49			0			577nm 72,251	
50			1			572nm 72,224	

10

20

30

40

【表 2 - 2】

Example	A	B	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
51			0			590nm 69,973	
52			0			569nm 72,207	
53			0			583nm 71,163	

10

20

30

40

【表 2 - 3】

Example	A	B	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis m/z (M-H) ⁻
54			0			585nm 54,476	m/z (M-H) ⁻ 895 m/z (M-2H) ²⁻ 447 m/z (M-4H) ⁴⁻ 223
55			1			568nm 71,856	
56			0			581nm 70,090	

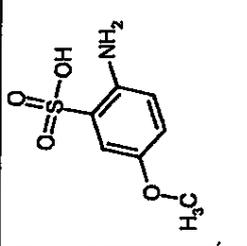
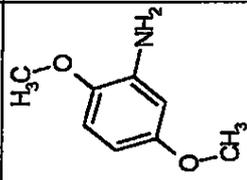
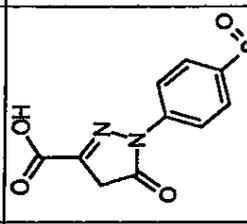
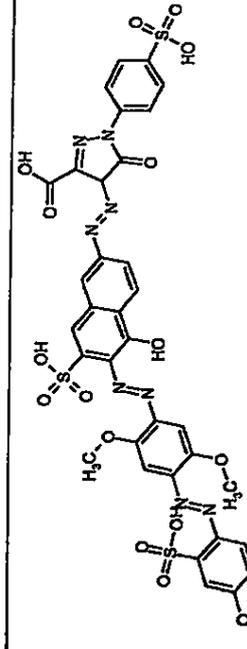
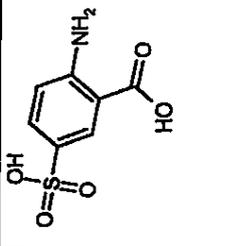
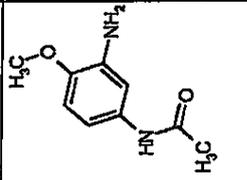
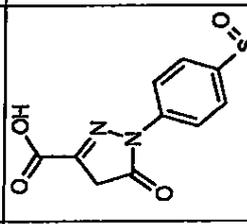
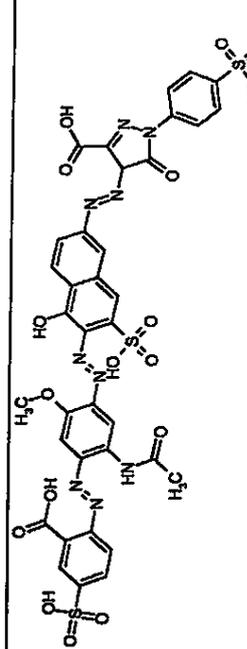
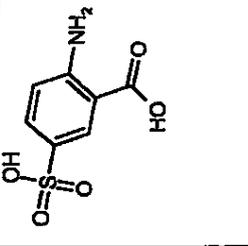
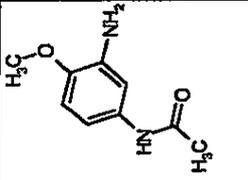
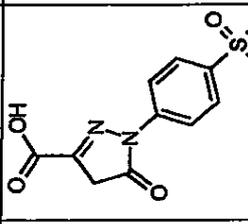
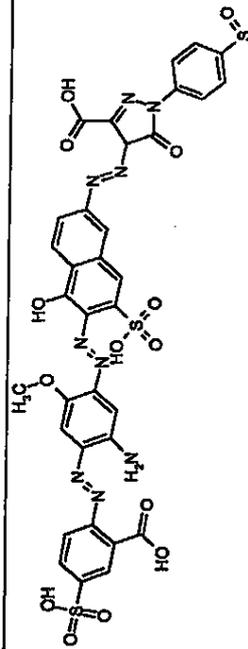
10

20

30

40

【表 2 - 4】

Example	A	B	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
57					590nm 57,488	m/z (M-H) ⁺ 911 m/z (M-2H) ²⁺ 455 m/z (M-4H) ⁴⁺ 227
58					578nm 73,349	
59					596nm 56,926	

10

20

30

40

【表 2 - 5】

Example	A	B	n	D	Final dye structure	λ_{max}/ϵ	Mass Spectrum Analysis
60			1			600nm 65,514	
61			1			579nm 68,429	
62			1			587nm 68,318	

10

20

30

40

実施例 6 3 - インク

インクは、実施例 1 ~ 実施例 6 2 の染料を下記の配合に従って含有させることにより製造した。

【 0 1 1 7 】

2 - ピロリドン	5 部
チオジグリコール	5 部
Surfynol (登録商標) 465	1 部
染料	3 部
水	100 部にするのに必要な量

Surfynol (登録商標) 465 は、Air Products and Chemicals Inc., USA より入手できる界面活性剤である。 10

【 0 1 1 8 】

表 3 ~ 8 に従って更なるインクも製造できる。第一のカラムに記載されている染料は、同一番号の上記実施例で製造された染料である。第二のカラム以降に引用されている数字は関係成分の部数で、いずれも重量部である。インクはサーマル又はピエゾ方式のインクジェット印刷によって紙に塗ることができる。

【 0 1 1 9 】

表 3 ~ 8 には以下の略号が使用されている。

PG = プロピレングリコール	
DEG = ジエチレングリコール	20
NMP = N - メチルピロリドン	
DMK = ジメチルケトン	
IPA = イソプロパノール	
MEOH = メタノール	
2P = 2 - ピロリドン	
MIBK = メチルイソブチルケトン	
P12 = プロパン - 1, 2 -ジオール	
BDL = ブタン - 2, 3 -ジオール	
CET = セチルアンモニウムブロミド	
PHO = Na ₂ HPO ₄ 及び	30
TBT = ターシャリーブタノール	
TDG = チオジグリコール	

【 0 1 2 0 】

【表 3】

TABLE 3

染料	化合物含量	Water	PG	DEG	NMP	DMK	NaOH	Na 及び Na ⁺	IPA	MEOH	2P	MIBK
2	2.0	80	5		6	4					5	
3	3.0	90		5	5		0.2					
4	10.0	85	3		3	3				5	1	
1	2.1	91		8								1
3	3.1	86	5				0.2	4				5
4	1.1	81			9		0.5	6			9	
2	2.5	60	4	15	3	3		10		10	5	4
1	5	65		20								
4	2.4	75	5	4		5				6		5
2	4.1	80	3	5	2	10		0.3				
3	3.2	65		5	4	6			5	4	6	5
4	5.1	96								4		
2	10.8	90	5						5			
3	10.0	80	2	6	2	5			1		4	
1	1.8	80		5							15	
2	2.6	84			11						5	
3	3.3	80	2			10				2		6
4	12.0	90		20	2	7	0.3	3				
1	5.4	69	2		4	1					3	3
3	6.0	91									5	

【 0 1 2 1 】

10

20

30

40

【表 4】

TABLE 4

染料	染料含量	水	PG	DEG	NMP	CET	TBT	TDG	BDL	PHO	2P	PI2
2	3.0	80	15			0.2					5	
3	9.0	90		5						1.2		5
4	1.5	85	5	5	4	0.15	5.0	0.2		0.12		
1	2.5	90	6	6								
3	3.1	82	4	8		0.3						6
4	0.9	85		10					5	0.2		
2	8.0	90		5	5			0.3				
1	4.0	70		10	4				1			11
4	2.2	75	4	10	3				2			
2	10.0	91			6							
3	9.0	76			7		3.0					
1	5.0	78	5	9						0.95		
2	5.4	86		11	7							
3	2.1	70	5	5	5	0.1	0.2	0.1	5	0.1		
4	2.0	90		10								
1	2	88										
3	5	78			5			10				
4	8	70	2		8			12			5	
2	10	80						15			5	
3	10	80		10				8			12	

【表 5】

TABLE 5

染料	染料含量	水	PG	DEG	NMP	DMK	NaOH	Na アソルト	IPA	MEOH	2P	MIBK
1	2.0	80	5		6	4					5	
6	3.0	90		5	5		0.2			5	1	
3	10.0	85	3		3	3						1
4	2.1	91		8				0.2	4			5
5	3.1	86	5					0.5	6		9	4
2	1.1	81			9				10		5	
7	2.5	60	4	15	3	3				10		
8	5	65		20								4
15	2.4	75	5	4		5				6		5
34	4.1	80	3	5	2	10		0.3				
1	3.2	65		5	4	6			5		6	5
6	5.1	96								4		
3	10.8	90	5						5	4		
4	10.0	80	2	6	2	5			1		4	
5	1.8	80		5							15	
2	2.6	84			11						5	
7	3.3	80	2			10				2		6
8	12.0	90				7			3			
9	5.4	69	2	20	2	1	0.3				3	3
10	6.0	91			4						5	

10

20

30

40

【表6】

TABLE 6

染料	染料含量	水	PG	DEG	NMP	CET	TBT	TDG	BDL	PHO	2P	PI2
1	3.0	80	15			0.2					5	
6	9.0	90	5	5		0.15	5.0	0.2		1.2		5
3	1.5	85	5	5	4					0.12		
4	2.5	90	4	6		0.3						6
5	3.1	82	4	8					5	0.2		
2	0.9	85		10				0.3				
7	8.0	90		5	5							
8	4.0	70		10	4				1		4	11
13	2.2	75	4	10	3				2		6	
25	10.0	91			6						3	
1	9.0	76		9	7		3.0			0.95	5	
6	5.0	78	5	11							6	
3	5.4	86			7						7	
4	2.1	70	5	5	5	0.1	0.2	0.1	5	0.1	5	
5	2.0	90		10								
2	2	88						10				
7	5	78			5			12			5	
8	8	70	2		8			15			5	
42	10	80						8				
56	10	80		10							12	

【表 7】

TABLE 7

染料	染料含量	水	PG	DEG	NMP	DMK	NaOH	Na 量	IPA	MEOH	2P	MIBK
10	2.0	80	5		6	4					5	
12	3.0	90		5	5		0.2					
13	10.0	85	3		3	3				5	1	
19	2.1	91		8				0.2	4			1
20	3.1	86	5					0.5				5
21	1.1	81			9				6		9	
30	2.5	60	4	15	3	3			10	10	5	4
47	5	65		20								
48	2.4	75	5	4		5				6		
50	4.1	80	3	5	2	10		0.3				5
51	3.2	65		5	4	6			5	4	6	
53	5.1	96								4		
62	10.8	90	5						5	4		
1	10.0	80	2	6	2	5					4	
11	1.8	80		5					1		15	
14	2.6	84			11						5	
15	3.3	80	2			10				2		6
60	12.0	90				7	0.3		3			
54	5.4	69	2	20	2	1					3	3
56	6.0	91			4						5	

10

20

30

40

【表 8】

TABLE 8

染料	染料含量	水	PG	DEG	NMP	CET	TBT	TDG	BDL	PHO	2P	PI2
10	3.0	80	15			0.2					5	
12	9.0	90		5						1.2		5
13	1.5	85	5	5		0.15	5.0	0.2		0.12		
19	2.5	90	6	6	4							
20	3.1	82	4	8		0.3						6
21	0.9	85		10					5	0.2		
30	8.0	90		5	5			0.3				
47	4.0	70		10	4				1			11
48	2.2	75		10	3				2			
50	10.0	91			6							
51	9.0	76		9	7		3.0					
53	5.0	78		11						0.95		
62	5.4	86			7							
1	2.1	70	5	5	5		0.2	0.1	5	0.1		
11	2.0	90		10								
14	2	88						10				
15	5	78			5			12				
60	8	70	2		8			15			5	
54	10	80						8			5	
56	10	80		10							12	

【 0 1 2 6 】

実施例 6 4

10

20

30

40

50

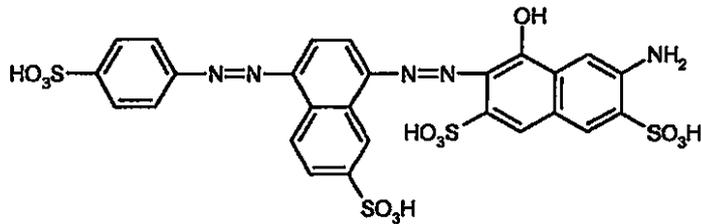
インクジェット印刷

実施例 67 に記載のインクを選択して Hewlett Packard 社の DeskJet 560C (登録商標) インクジェットプリンタの空のカートリッジに入れ、各種媒体、例えば HP 印刷紙、HP プレミアムプラス (HP PREMIUM PLUS) フォトペーパー、キャノンフォトペーパープロ (CANON PR101) 又はセイコーエプソンプレミアム光沢フォト (EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO) ペーパーに印刷した。対照として汎用されている 2 種類の市販染料も印刷した。それらの構造を以下に示す。

市販染料 1

【0127】

【化17】



10

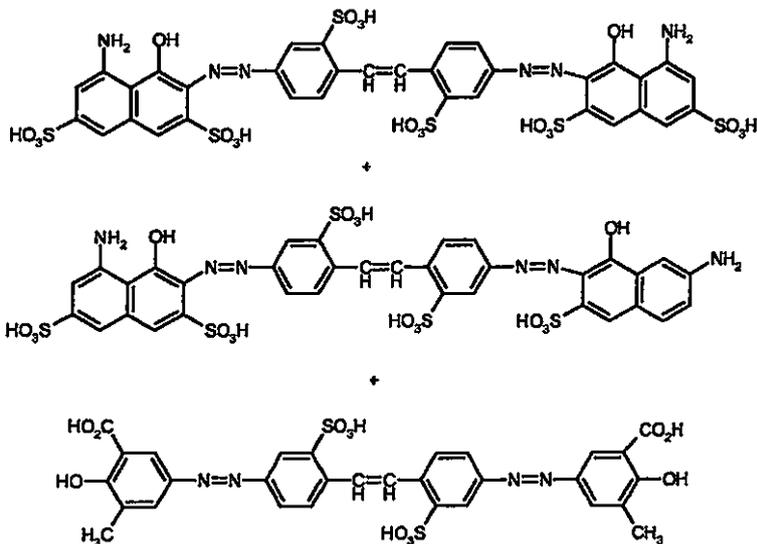
【0128】

市販染料 2

下記分子のブレンド

【0129】

【化18】



20

30

【0130】

各印刷物の光学濃度の読みは、Gretag Macbeth を使い、フィルタなし、D65 光源、観測角度 2° (CIE 1931)、濃度操作 ANSI ステータス A で測定した。光学濃度の結果を表 9 に示す。

40

【0131】

【表 9】

Table 9

染料	基体	ROD
3	CANON PR101	1.70
9	CANON PR101	1.73
12	CANON PR101	2.04
21	CANON PR101	1.96
51	CANON PR101	1.91
53	CANON PR101	1.72
Commercial Dye 1	CANON PR101	1.47
Commercial Dye 2	CANON PR101	1.65
6	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	2.01
3	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	1.86
9	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	1.82
10	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	2.20
12	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	2.02
21	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	2.07
48	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	1.93
51	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	2.18
Commercial Dye 1	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	1.63
Commercial Dye 2	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	1.81
10	HP PREMIUM PLUS	1.76
51	HP PREMIUM PLUS	1.80
Commercial Dye 1	HP PREMIUM PLUS	1.48
Commercial Dye 2	HP PREMIUM PLUS	1.56

Commercial Dye：市販染料

【 0 1 3 2 】

耐光性

印刷物の耐光性は、Atlas Ci 5000 ウェザロメータを用い、Atlas 12000Wキセノンランプを 0.8W/m^2 及び 420nm で運転して評価した。黒色パネルの温度は相対湿度50%で 63°C に制御し、ホウケイ酸塩及びソーダ石灰のフィルタを用いた。印刷物を100時間暴露し、次いで前述の条件にセットしたGretag Macbethを用いて再測定した。耐光性の結果を表10に示す。

【 0 1 3 3 】

10

20

30

40

【表 10 - 1】

Table 10

染料	基体	試験	テラE	ROD 損失 %
6	CANON PR101	LF 100H	6.0	14.3
3	CANON PR101	LF 100H	5.0	10.6
4	CANON PR101	LF 100H	7.1	13.5
5	CANON PR101	LF 100H	5.2	9.2
9	CANON PR101	LF 100H	5.6	11.6
10	CANON PR101	LF 100H	6.4	13.1
11	CANON PR101	LF 100H	6.7	13.5
12	CANON PR101	LF 100H	3.7	6.4
13	CANON PR101	LF 100H	3.8	7.3
19	CANON PR101	LF 100H	5.0	10.1
21	CANON PR101	LF 100H	6.3	11.2
26	CANON PR101	LF 100H	4.7	7.6
30	CANON PR101	LF 100H	7.3	16.0
48	CANON PR101	LF 100H	7.7	16.3
50	CANON PR101	LF 100H	5.6	10.9
51	CANON PR101	LF 100H	3.8	6.8
60	CANON PR101	LF 100H	5.8	8.0
61	CANON PR101	LF 100H	7.3	11.3
Commercial Dye 1	CANON PR101	LF 100H	13.1	22.4
Commercial Dye 2	CANON PR101	LF 100H	68.0	72.1
1	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	3.3	5.7
6	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	1.9	2.0
3	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	1.4	3.2
4	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	2.7	5.4
9	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	2.0	4.9
10	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	3.5	8.6
11	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	1.6	4.3
13	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	1.6	3.4
19	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	2.6	3.6
21	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	3.7	1.0
26	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	3.2	2.2
30	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	2.5	5.7
31	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	3.1	6.5

【 0 1 3 4 】

10

20

30

40

【表 10 - 2】

43	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	3.2	6.6
47	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	1.7	0.0
50	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	4.0	0.0
51	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	2.3	6.4
61	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	1.8	2.5
Commercial Dye 1	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	4.1	9.2
Commercial Dye 2	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	LF 100H	52.2	61.3
6	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	5.8	12.1
4	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	6.9	2.9
9	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	4.7	4.2
10	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	6.6	5.1
12	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	2.6	2.0
30	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	7.5	5.1
47	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	6.0	3.6
48	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	4.5	7.3
50	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	6.0	8.4
51	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	5.9	6.7
60	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	6.4	11.4
61	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	4.9	5.4
Commercial Dye 1	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	9.6	18.2
Commercial Dye 2	HP PREMIUM PLUS	LF 100H	50.7	65.4

【 0 1 3 5 】

耐オゾン性

印刷物の耐オゾン性は、Hamptden Model 903 オゾンテストキャビネットを用い、温度40及び相対湿度50%で1ppmのオゾン濃度に24時間暴露した後評価した。耐オゾン性の結果を表11に示す。

【 0 1 3 6 】

【表 11 - 1】

Table 11

染料	基体	試験	デルタE	ROD 損失 %
3	CANON PR101	OF 1PPM/24H	4.4	7.6
4	CANON PR101	OF 1PPM/24H	6.0	10.9
5	CANON PR101	OF 1PPM/24H	6.3	10.5
9	CANON PR101	OF 1PPM/24H	5.2	8.7

【 0 1 3 7 】

【表 1 1 - 2】

11	CANON PR101	OF 1PPM/24H	5.6	11.5
12	CANON PR101	OF 1PPM/24H	10.9	19.6
13	CANON PR101	OF 1PPM/24H	4.1	8.9
19	CANON PR101	OF 1PPM/24H	4.6	6.9
20	CANON PR101	OF 1PPM/24H	0.9	1.5
21	CANON PR101	OF 1PPM/24H	6.8	11.7
26	CANON PR101	OF 1PPM/24H	7.1	12.3
30	CANON PR101	OF 1PPM/24H	7.1	13.7
31	CANON PR101	OF 1PPM/24H	6.7	14.4
34	CANON PR101	OF 1PPM/24H	6.0	11.1
47	CANON PR101	OF 1PPM/24H	6.5	8.9
48	CANON PR101	OF 1PPM/24H	6.8	11.6
50	CANON PR101	OF 1PPM/24H	4.0	6.9
51	CANON PR101	OF 1PPM/24H	3.0	4.7
53	CANON PR101	OF 1PPM/24H	1.0	1.2
61	CANON PR101	OF 1PPM/24H	7.5	14.3
Commercial Dye 1	CANON PR101	OF 1PPM/24H	41.1	46.9
Commercial Dye 2	CANON PR101	OF 1PPM/24H	53.6	67.3
1	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	2.4	1.0
3	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	3.6	5.4
5	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	2.3	4.0
9	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	3.8	6.0
10	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	1.4	2.7
11	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	2.2	3.9
12	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	9.9	13.4
13	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	2.9	5.8
19	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	2.2	2.5

【 0 1 3 8 】

【表 1 1 - 3】

21	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	4.2	6.8	
30	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	4.6	8.9	
31	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	3.5	6.0	
34	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	7.9	10.5	10
39	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	3.1	5.6	
43	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	3.4	6.0	
48	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	2.7	5.2	
50	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	1.5	2.1	20
53	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	1.3	3.0	
61	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	3.0	4.0	
Commercial Dye 1	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	38.6	35.6	
Commercial Dye 2	EPSON PREMIUM GLOSSY PHOTO	OF 1PPM/24H	65.2	74.0	30

【 0 1 3 9 】

このように、上記結果から、本発明の染料は、インクに配合し、インクジェットプリンタを用いて各種媒体に印刷すると、市販染料と比べて総体的に優れた光学濃度、耐光性及び耐オゾン性を有する印刷物を生み出すことが分かる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I

B 4 1 J 2/01 (2006.01)

(74)代理人 100096013

弁理士 富田 博行

(74)代理人 100104374

弁理士 野矢 宏彰

(72)発明者 ミストリー, プラハラド, マニブハイ

イギリス国マンチェスター エム9 8ズィーエス, ブラックリー, ヘキサゴン・ハウス, ピー・
オー・ボックス 42

(72)発明者 ブラッドベリー, ロイ

イギリス国マンチェスター エム9 8ズィーエス, ブラックリー, ヘキサゴン・ハウス, ピー・
オー・ボックス 42

審査官 野口 勝彦

(56)参考文献 特表2003-528964(JP, A)

特開平10-195320(JP, A)

英国特許第00951471(GB, B)

特開平06-192604(JP, A)

特開2001-108828(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09B 31/20

CA(STN)

REGISTRY(STN)