

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 01802791.1

[51] Int. Cl.

C09B 33/10 (2006.01)
C09D 11/00 (2006.01)
C09B 67/10 (2006.01)
C09B 67/48 (2006.01)
C09B 67/54 (2006.01)
C09B 62/09 (2006.01)

[45] 授权公告日 2006 年 4 月 19 日

[11] 授权公告号 CN 1252190C

[22] 申请日 2001.7.16 [21] 申请号 01802791.1

[30] 优先权

[32] 2000. 7. 17 [33] JP [31] 216066/00

[32] 2000. 11. 2 [33] JP [31] 335427/00

[86] 国际申请 PCT/JP2001/006126 2001. 7. 16

[87] 国际公布 WO2002/006409 日 2002. 1. 24

[85] 进入国家阶段日期 2002. 5. 17

[71] 专利权人 三井化学株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 松崎赖明 藤井谦一 高后修

成濑洋 三泽伝美

审查员 张海成

[74] 专利代理机构 中国专利代理（香港）有限公司

代理人 卢新华 罗才希

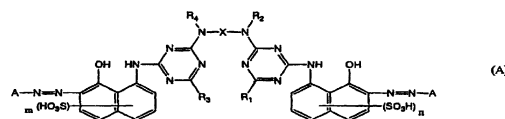
权利要求书 4 页 说明书 38 页

[54] 发明名称

水基墨汁和生产染料的方法

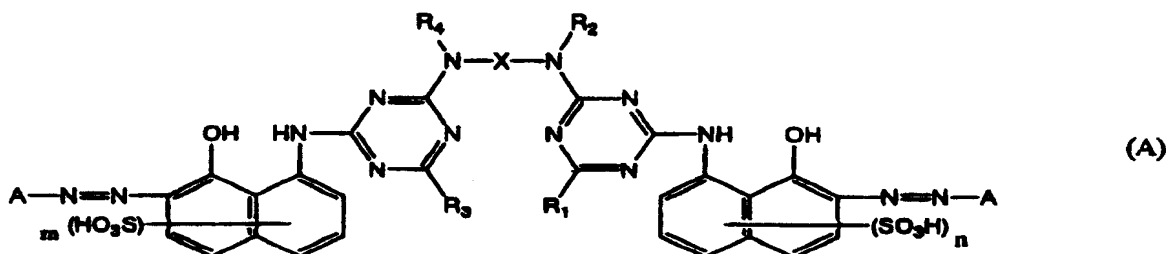
[57] 摘要

含有一种色素和水性介质作为主要组份的水基喷墨打印墨汁，其中至少一种组份是选自具有通式（A）的染料及其盐类，并以色素（A）被包含在墨汁内 [其中 R₁ 和 R₃ 分别是氢、卤素等；R₂ 和 R₄ 分别是氢、烷基等；A 是苯基或萘基；X 是两价连接基团；m 和 n 值分别为 1 至 4]。最好是通式（A）所代表的染料中通过把染料的水溶液的 pH 调节到 9 以上而不含有不溶物。这种墨汁不会堵塞打印机头并能形成高质量和无洇渗的图像。



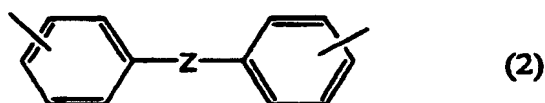
1. 一种用于喷墨记录的水基墨汁，它含有色素和水性介质作为主要成份，其中至少含有一种由式(A)代表的染料或它们的盐类作为色素，

5

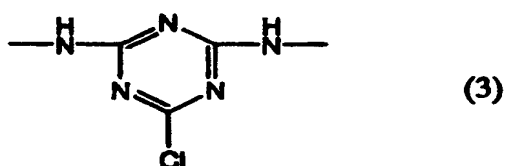


其中 R_1 和 R_3 彼此独立地代表氢原子、羟基或卤原子、 R_2 和 R_4 彼此独立地代表氢原子、任选取代的烷基、任选取代的芳基或任选取代的芳烷基；A 代表萘基，其中所述萘基可被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基和磺酸酰胺基中的任何一种所进一步取代；X 代表一个亚烷基、亚苯基、亚二甲苯基、亚萘基、亚联苯基、或一个被下式(2)代表的两价连接基团：

10



15 其中 Z 代表 $-CO-$ 、 $-NHCONH-$ 、 $-NHCSNH-$ 或下列式(3)：



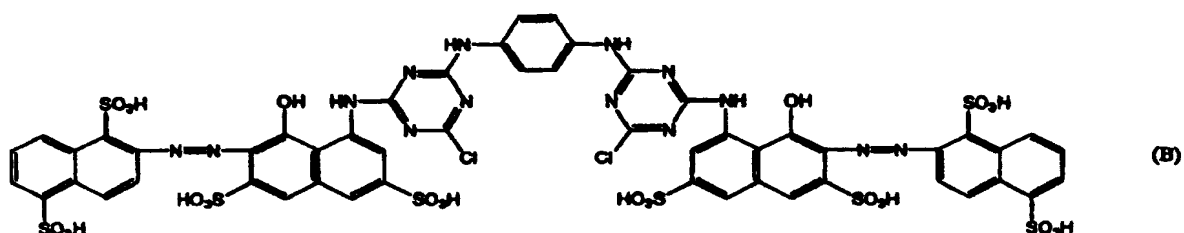
这些连接基团可以被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基或磺

酸基所取代, 并且 m 和 n 彼此独立地代表 1 至 4 的整数。

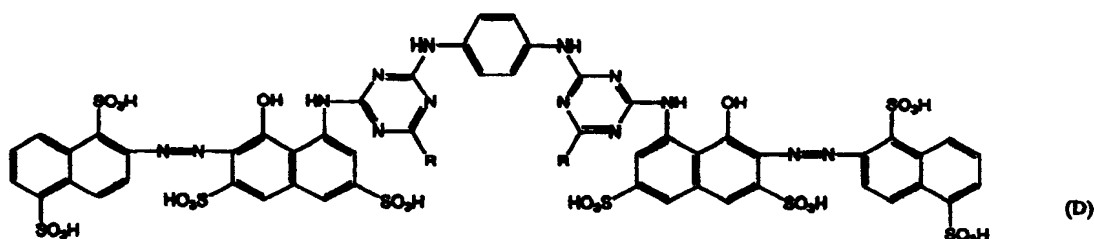
2. 权利要求 1 的用于喷墨记录器的水基墨汁, 其中在式(A)中的 R_1 和 R_3 中至少有一个是卤原子。

3. 权利要求 1 或 2 的用于喷墨记录器的水基墨汁, 其中在式(A)中
5 X 是一个任选取代的亚苯基。

4. 权利要求 1 的用于喷墨记录器中的水基墨汁, 其中的染料是可被下式(B)所代表的染料或它们的盐类:

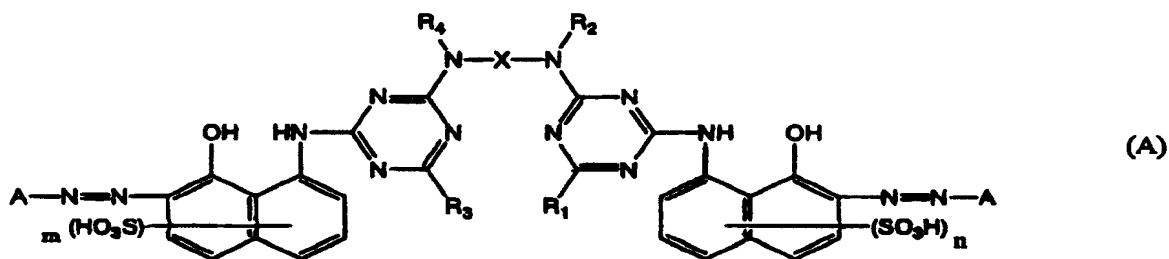


5. 如权利要求 1 所述的用于喷墨记录器的水基墨汁, 其中所述的染料是式(D)所代表的染料



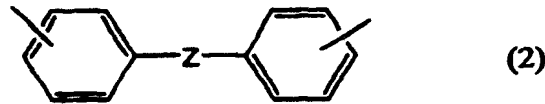
其中的 R 是独立的羟基或氟原子, 并且其中的 R 不同时是羟基。

6. 用于喷墨记录器的水基墨汁, 其中的染料含有至少一种权利要求 4 中式(B)所代表的染料, 以及被式(A)代表的别的染料:

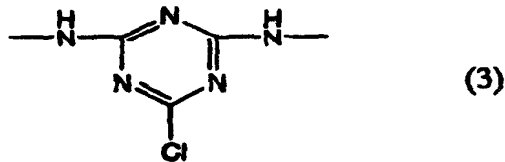


其中, R_1 和 R_3 彼此独立地代表氢原子、羟基或卤素原子, R_2 和 R_4 彼

此独立地代表氢原子，任选取代的烷基，任选取代的芳基，或任选取代的芳基烷基，A 代表萘基，其中所述的萘基可被任意的卤素原子，羟基，氨基，任选取代的烷基，烷氧基，羧酸酯基，羧酸酰胺基，磺酸基和磺酸酰胺基所取代，X 代表亚烷基，亚苯基，亚二甲苯基，亚萘基，亚联苯基或下式 (2) 所代表的二价连接基团

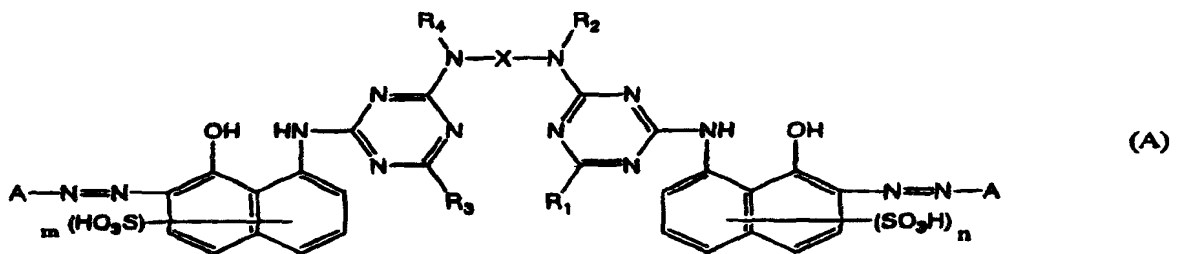


其中，Z 代表 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{NHCONH}-$ 、 $-\text{NHCSNH}-$ 或下式 (3)：

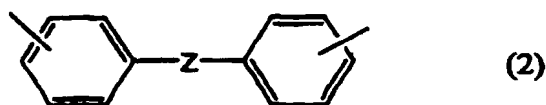


其中，所述的二价连接基团可以被卤素原子，烷基，烷氧基，羟基，氨基，羧基，或磺酸基所取代，m 和 n 彼此独立地代表 1 至 4 的整数。

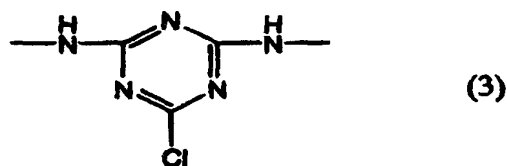
7. 一种生产染料的方法，其中包括把式 (A) 代表的染料或它的盐溶解在水中，把水溶液的 pH 值调节到 9 或更高以除去形成的不溶物质，



其中， R_1 和 R_3 彼此独立地代表氢原子、羟基或卤素原子， R_2 和 R_4 彼此独立地代表氢原子，任选取代的烷基，任选取代的芳基，或任选取代的芳基烷基，A 代表萘基，其中所述的萘基可被任意的卤素原子，羟基，氨基，任选取代的烷基，烷氧基，羧酸酯基，羧酸酰胺基，磺酸基和磺酸酰胺基所取代，X 代表亚烷基，亚苯基，亚二甲苯基，亚萘基，亚联苯基或下式 (2) 所代表的二价连接基团



其中，Z代表-CO-,-NHCONH-,-NHCSNH-或下式(3):



5

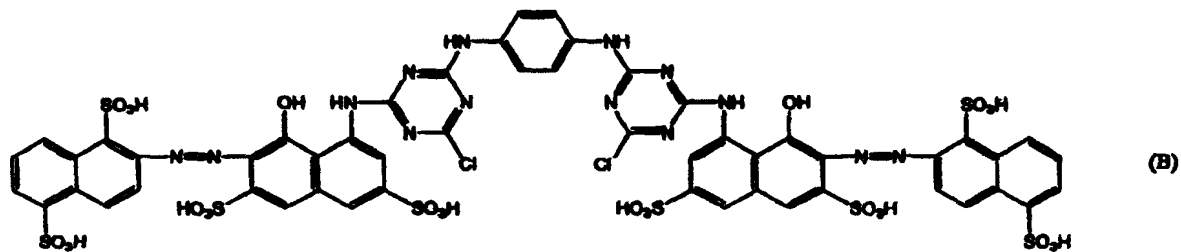
其中，所述的二价连接基团可以被卤素原子，烷基，烷氧基，羟基，氨基，羧基，或磺酸基所取代，m和n彼此独立地代表1至4的整数。

8. 一种生产染料的方法，它包括在如权利要求7中所陈述的那样，把式(A)代表的染料或它的盐溶解在水中，形成水溶液之后，把水溶液与一种水溶性的有机溶剂相混合以使染料结晶出来。

9. 一种生产染料的方法，它包括如权利要求7中所陈述的那样，把式(A)代表的染料或它的盐溶解于水中，并把该水溶液的pH值调节到9或更高以除去形成的不溶物质，再将所获得的水溶液与一种水溶性有机溶剂混合以使这种染料结晶。

10. 权利要求7-9中任一项的生产染料的方法，其中在式(A)中X是一个任选取代的亚苯基。

11. 权利要求7-9中任一项的生产染料的方法，其中的染料是下式(B)所代表的染料:



20

或它的盐类。

12. 喷墨记录器用的水基墨汁，其特征为它含有至少一种用权利要求7-11中任一项中的方法所生产的染料。

水基墨汁和生产染料的方法

技术领域

- 5 本发明涉及含有一种染料的水基墨汁，特别是适宜于喷墨记录系统的水基墨汁，以及生产染料的简单方法。

发明背景

- 10 用于书写工具或喷墨记录系统的记录用的水基墨汁基本上是由染料、水和有机溶剂制造的。考虑到对人体的气味和安全以及周围的环境，对包含水作为主要溶剂的水基墨汁有高度要求，并且实际使用的是酸性染料、直接染料等可溶于水的染料。在这一方面，对染料和水基墨汁的各种特性有一些要求。

具体地说，有关用于喷墨记录系统的记录液体，需要以下各种特性。然而，所有这些特性目前还不能完全满足。

- 15 (1) 墨汁的物理性质诸如粘度、表面张力、比电导率、密度、pH等要合适。
- (2) 墨汁的长期贮存稳定性是良好的。
- (3) 可溶组份的溶解稳定性是高的，不会发生喷咀的堵塞。
- (4) 记录介质的快干性质是良好的。
- 20 (5) 记录的图像轮廓鲜明没有洇渗，耐光性、耐水性和耐湿性是良好的。

如上所述，具体用在喷墨记录系统中的墨汁的特性会被染料固有的特性大大地影响。这样，相当重要的是生产一种能满足这些条件的染料和水基墨汁。

25 发明内容

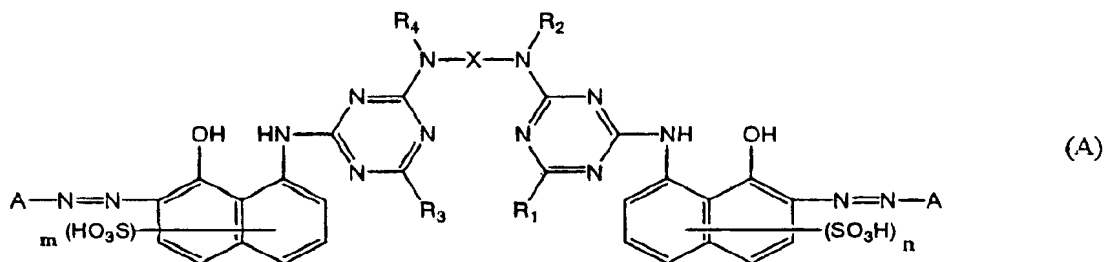
本发明的目的是提供一种水基墨汁，它具有没有洇渗的高质量图像，它在贮存稳定性、耐光性、耐湿性和喷射稳定性等性能方面是优良的，并且它可用作喷墨记录系统的记录液体。

- 30 本发明人已刻苦地进行过研究来解决这些问题，结果完成了本发明。

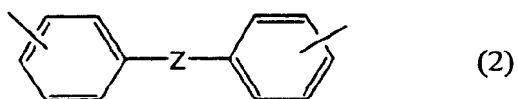
即，本发明涉及：

- (1) 喷墨记录用的水基墨汁，它包含色素和水性介质作为主要

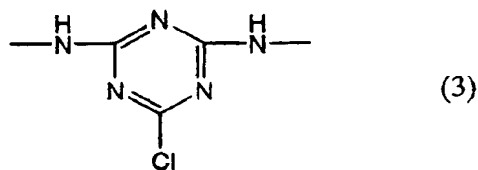
组份，其中至少有一种可被式(A)代表的染料或它们的盐类被包含在内作为色素。



- 5 [其中 R_1 和 R_3 彼此独立地代表氢原子、羟基或卤原子、 R_2 和 R_4 彼此独立地代表氢原子、任选取代的烷基、任选取代的芳基或任选取代的芳烷基，A 代表苯基或萘基（苯基或萘基上可被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基、磺酸酰胺基当中的任何一种所取代），X 代表一个亚烷基、亚苯基、
- 10 亚二甲苯基、亚萘基、亚联苯基或者一个可用下式(2)代表的两价连接基团：



其中 Z 代表 $-CO-$ 、 $-NHCONH-$ 、 $-NHCSNH-$ 或下式(3)代表的基团：



15

（这些连接基团可以被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基或磺酸基所取代），m 和 n 彼此独立地代表 1 至 4 的整数。

(2) 如在(1)中叙述的供喷墨记录器用的水基墨汁，其中在式(A)

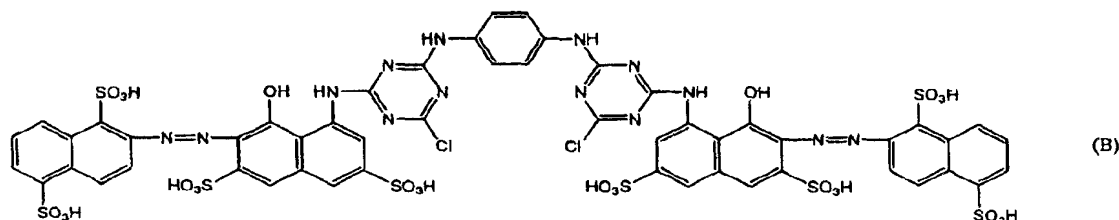
中， R_1 和 R_3 中至少有一个是卤原子，

(3) 如在(1)或(2)中所叙述的供喷墨记录器用的水基墨汁，其中在式(A)中，X 是一个任选取代的亚苯基，

(4) 如在(1)至(3)中任何一项中所叙述的供喷墨记录器用的水基墨汁，其中在式(A)中 A 是一个萘基（萘基上可被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基或磺酸酰胺基中的任何一个所取代），

(5) 如在(1)中所叙述的供喷墨记录器用的水基墨汁，其中的染料是可用下式(B)代表的染料：

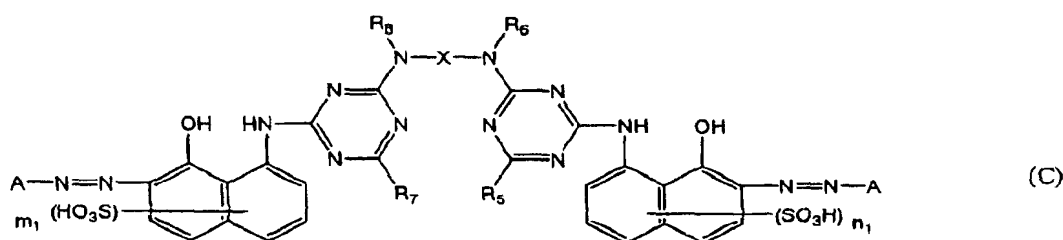
10



或它们的盐类，

(6) 为喷墨记录器用的水基墨汁，其中的染料含有至少一种如(5)中所叙述的式(B)代表的染料，或其它被式(C)代表的染料或它们的盐类，

15

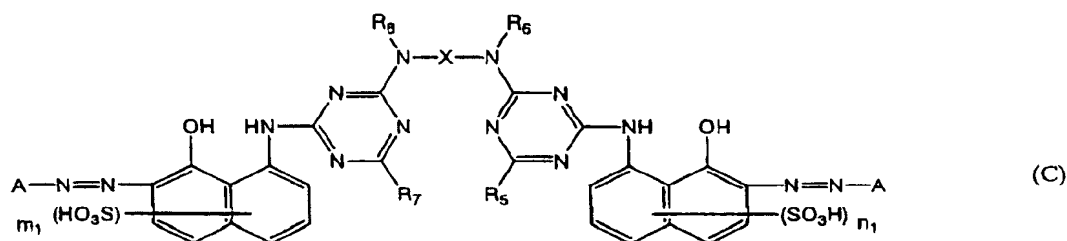


[其中 R_5 和 R_7 彼此独立地代表氢原子、任选取代的烷基、任选取代的烷氧基、氨基、烷基氨基、羟基或卤原子， R_6 和 R_8 彼此独立地代表氢原子、任选取代的烷基、任选取代的芳基或芳烷基，A 代表苯基或萘基（苯基或萘基上又可被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷

20

氧基、羧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基和磺酸酰胺基中的任一种所取代), X 代表一个两价连接基团, m_1 和 n_1 彼此独立地代表 1 至 4 的一个整数],

(7) 一种生产染料的方法, 它包括把式(C)代表的染料或它的盐溶于水中, 调节水溶液的 pH 值到 9 或更高以除去形成的不溶物。

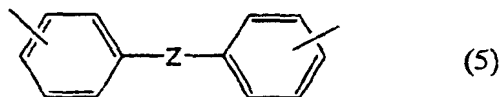


[其中 R_5 和 R_7 彼此独立地代表氢原子、任选取代的烷基、任选取代的烷氧基、氨基、烷基氨基、羟基或卤原子, R_6 和 R_8 彼此独立地代表氢原子、任选取代的烷基、任选取代的芳基、或芳基烷基, A 代表苯基或萘基 (苯基或萘基上可被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基和磺酸酰胺基中的任一种所取代), X 代表一个两价连接基团, m_1 和 n_1 彼此独立地代表 1 至 4 的一个整数],

(8) 生产染料的一种方法, 它包括, 在把(7)中所叙述的式(C)所代表的染料或它的盐类溶解在水中形成水溶液以后, 把水溶液与一种水溶性有机溶剂混合, 以使染料结晶出来。

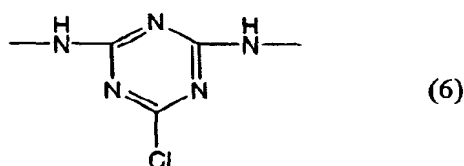
(9) 一种生产染料的方法, 它包括把(7)中所叙述的式(C)所代表的染料或它的盐溶解在水中所获得的水溶液混合并调节水溶液的 pH 值到 9 或更高以除去形成的不溶物质, 再与一种水溶性有机溶剂混合使染料结晶出来。

(10) 如(7)至(10)中任一项中所叙述的生产染料的方法, 其中在式(C)中, X 是一个亚烷基、亚苯基、亚二甲苯基、亚萘基、亚联苯基或一个可用下式(5)代表的两价连接基团:



其中 Z 代表氧原子、硫原子、-CO-、-NHCONH-、-NHCSNH-、-CH=CH-、或下式(6)代表的基团：

5



(这些连接基团可被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基或磺酸基所取代)，

10 (11) 如(7)至(9)中任何一项所叙述的生产染料的方法，其中式(C)中的 X 是一个任选取代的亚苯基，

(12) 如(7)至(9)中任何一项所叙述的生产染料的方法，其中式(C)中的 A 是一个萘基(萘基上可被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基和磺酸酰胺基中的任一种所取代)，

15 (13) 如(7)至(9)中任一项所叙述的生产染料的方法，其中的染料是式(B)，

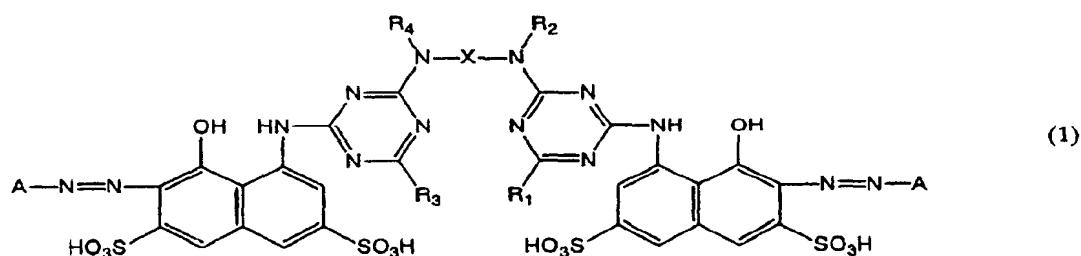
(14) 为喷墨记录器用的水基墨汁，其特征为含有至少一种用(7)至(13)中任一项所叙述的方法生产出来的染料。

实施本发明的最佳方式

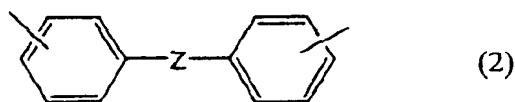
20 包含在本发明的用于喷墨记录器的水基墨汁中的染料可用上面的式(A)代表。

它们最好是由式(1)所代表的染料或它们的盐类。

25

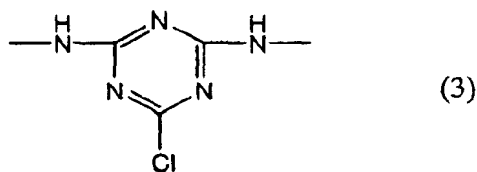


- [其中 R_1 和 R_3 彼此独立地代表氢原子、羟基或卤原子, R_2 和 R_4 彼此独立地代表氢原子、任选取代的烷基、任选取代的芳基或任选取代的芳烷基, A 代表苯基或萘基 (苯基和萘基上可被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基、磺酸酰胺基中的任何一种所取代), X 代表一个亚烷基、亚苯基、亚二甲苯基、亚萘基、亚联苯基或一个可用下式(2)代表的两价连接基团:



10

其中 Z 代表 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{NHCONH}-$ 、 $-\text{NHCSNH}-$ 、或下式(3):



- (这些连接基团可以被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基或磺酸基所取代)]。

在这些式(A)和式(1)化合物中, R_1 和 R_3 彼此独立地代表氢原子、羟基或卤原子, R_2 和 R_4 彼此独立地代表氢原子、任选取代的烷基、任选取代的芳基或任选取代的芳烷基, A 代表一个苯基或萘基 (它们可进一步被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧基、羧

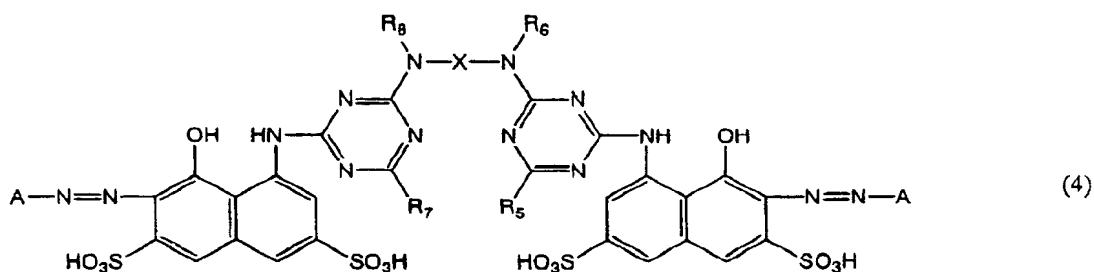
酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基、磺酸酰胺基中的任何一种所取代), X 代表一个任选取代的亚烷基、任选取代的亚苯基、任选取代的亚二甲苯基、任选取代的亚萘基或式(2)代表的一个两价连接基团(这些连接基团上可以被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基或磺酸基所取代)。

在式(2)所代表的两价连接基团中, Z 代表 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{NHCONH}-$ 、 $-\text{NHCSNH}-$ 、或式(3)。

进一步, 在式(A)中, m 和 n 彼此独立地代表 1 至 4 的整数, 并且它们可以相同或不同。最好是, 它们独立地是 2 或 3 中的一个整数。

10 在其它化合物中, 式(1)所代表的染料中的 m 和 n 二者都是 2 或它们的盐类是优选的。

在包含于本发明的水基墨汁中的式(C)所代表的染料中, 优选的是可用式(4)代表的染料或它们的盐类,



15

[其中 R_5 和 R_7 彼此独立地代表氢原子、任选取代的烷基、任选取代的烷氧基、氨基、烷基氨基、羟基或卤原子, R_6 和 R_8 彼此独立地代表氢原子、任选取代的烷基、任选取代的芳基、或一个芳烷基, A 代表一个苯基或萘基(苯基或萘基上可进一步被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基、磺酸酰胺基中的任一种所取代), X 代表一个两价连接基团]。 R_5 和 R_7 彼此独立地代表一个氢原子、烷氧基、氨基、羟基或卤原子, R_6 和 R_8 彼此独立地代表一个氢原子、任选取代的烷基、任选取代的芳基或一个芳烷基, A 代表苯基或萘基(它们可被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基、磺酸酰胺

20

25

基中的任何一种所取代), X 代表一个两价连接基团。X 的实例包括任选取代的亚烷基、任选取代的亚苯基、任选取代的亚二甲苯基、任选取代的亚萘基, 可被式(5)所代表的两价连接基团(这些连接基团可被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基或磺酸基所取代)等。

- 5 在式(5)所代表的两价连接基团中, Z 代表-NHCONH-、-NHCSNH-、或一个可用式(6)代表的连接基团。

在上面的式(A)、式(1)、式(C)、式(4)和两价连接基团中, 卤原子的实例包括氟原子、氯原子、溴原子和碘原子。

- 10 进一步, 羧基和磺酸基可以是自由基或盐的形式。盐的实例包括羧酸盐基, 后者是与碱金属、胺等所形成的盐; 磺酸盐基, 后者是与碱金属、胺等所形成的盐。

这种盐没有特别地限定。它们的实例包括与锂原子、钠原子、钾原子等形成的碱金属盐, 铵盐、以及与伯胺、仲胺、叔胺等形成的有机胺的盐。

- 15 任选取代的烷基没有特别地限定。它们是碳的总数为 20 或小于 20、优选为 15 或小于 15 的烷基。它们的具体实例包括烷基, 诸如甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、叔丁基等, 以及卤代烷基, 诸如三氟甲基、氯乙基等。

- 20 任选取代的烷氧基没有特别地限定。它们是碳原子的总数为 20 或更少, 优选为 15 或更少的烷氧基。它们的具体实例包括甲氧基、乙氧基、正丙氧基、异丙氧基、正丁氧基、异丁氧基、叔丁氧基等。

任选取代的芳烷基没有特别地限定。它们是碳原子总数为 20 或更少、优选为 15 或更少的芳烷基。它们的具体实例包括苄基、苯乙基等。

- 25 任选取代的芳基没有特别地限定。它们是碳原子总数为 20 或更少、优选为 15 或更少的芳基。它们的具体实例包括未被取代的苯基、被一个卤原子取代的苯基诸如氯苯基、溴苯基、氟苯基等; 被至少一个烷基取代的苯基, 诸如被一个甲基、乙基、丙基、丁基等取代的苯基; 被一个卤代烷基诸如三氟甲基等取代的苯基, 以及被至少一个羟基、一个氨基、一个羧基、一个磺酸基等所取代的苯基。

- 30 羧酸酯基没有特别的限定。它是碳原子总数为 20 或更少、优选为 15 或更少的羧酸酯基。它们的具体实例包括烷氧羰基诸如甲氧羰基、乙氧羰基、丙氧羰基、丁氧羰基等。

羧酸酰胺基没有特别地限定。它是碳原子总数为 20 或少于 20、优选为 15 或少于 15 的羧酸酰胺。它们的具体实例包括烷基氨基羰基，诸如氨基羰基、甲氨基羰基、乙氨基羰基、丙氨基羰基、丁氨基羰基、二甲氨基羰基、二乙氨基羰基、二乙醇氨基羰基等。

- 5 磺酸酰胺基没有特别地限定。它们是碳原子总数为 20 或更少、优选为 15 或更少的磺酸酰胺基。它们的具体实例包括烷基氨基磺酰基诸如氨基磺酰基、甲氨基磺酰基、乙氨基磺酰基、丙氨基磺酰基、丁氨基磺酰基、二甲氨基磺酰基、二乙氨基磺酰基、二乙醇氨基磺酰基等。

- 10 任选取代的亚烷基没有特别地限定。它们是碳原子总数为 20 或更少、优选为 15 或更少的亚烷基。它们的具体实例包括 $-C_pH_{2p}$ (p 代表 1 至 10 的一个整数)。这些亚烷基上可被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基、磺酸基等所取代。

- 15 任选取代的亚苯基没有特别地限定。它们的实例包括未取代的亚苯基、被一个烷基或一个卤原子诸如甲基、乙基、甲氧基、乙氧基、氟、氯、溴、碘等取代的亚苯基，被一个羧基、磺酸基、羟基、氨基等取代的亚苯基。

- 20 任选取代的亚二甲苯基没有特别的限定。它们的实例包括未取代的亚二甲苯基、被一个烷基或卤素基团，诸如甲基、乙基、甲氧基、乙氧基、氟、氯、溴、碘等取代的亚二甲苯基、被一个羧基、磺酸基、羟基、氨基等取代的亚二甲苯基。

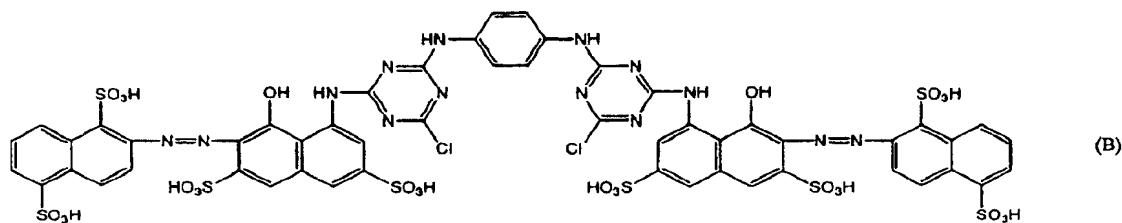
- 25 任选取代的亚萘基没有特别地限定。它们的实例包括未取代的亚萘基、以及被一个烷基或卤原子，诸如甲基、乙基、甲氧基、乙氧基、氟、氯、溴、碘等以及羧基、磺酸基、羟基、氨基等所取代的亚萘基。顺便地，两价连接基团的连接位置没有特别的限定。例如，在任选取代的亚苯基和亚二甲苯基中，它可以是邻位、间位和对位中的任一种位置。在任选取代的萘基中，它可以是 1,5-位和 2,6-位中的任一种。

- 30 用于本发明中的被式(A)、式(1)、式(C)和式(4)所代表的这些染料，可以游离酸或盐的形式存在。它们可以这些形式中的任一种形式被使用。盐的实例包括碱金属盐类诸如钠、钾、锂盐等，烷基铵或羟基烷基铵盐，以及有机胺诸如氨、烷基胺或羟基烷基胺、或羧基取代的胺等形成的盐类。这些盐类可以单独一种盐使用，也可以许多盐类的混合的化合物使用。它们可以部份地以游离酸的形式使用。还有，在需

要时它们可以适当地进行盐交换过程。

用于本发明中的式(A)代表的染料和式(1)代表的优选的染料, 是那些其中的 R_1 和 R_3 中至少有一个是卤原子并且 X 是一个亚烷基、亚苯基、亚二甲苯基、亚萘基或式(2)代表的两价连接基团的染料(这些连接基团上可被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基或磺酸基所取代)。进一步优选的是那些其中的 R_1 和 R_3 二者都是卤原子、X 是亚苯基(它可以被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基或磺酸基所取代)并且 A 是萘基(萘基上可被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基、磺酸酰胺基中的任一种所取代)的染料。当 R_1 和 R_3 是卤原子时, 耐湿性可得到改进。顺便地, R_1 和 R_3 的卤原子可以取代 OH, H 等的形式存在。

用于本发明中的式(C)代表的染料和式(4)代表的优选的染料, 是那些其中的 R_5 和 R_7 中至少有一个是卤原子、并且 X 是一个任选取代的亚烷基、任选取代的亚苯基、亚二甲苯基、任选取代的亚萘基或式(5)代表的两价连接基团的染料(这些连接基团可进一步被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基或磺酸基所取代)。更优选的染料是那些其中的 R_5 和 R_7 二者都是卤原子、并且 X 是一个任选取代的亚苯基(其上可被卤原子、烷基、烷氧基、羟基、氨基、羧基或磺酸基所取代), 优选未被取代的亚苯基, A 是任选取代的萘基(其上可被卤原子、羟基、氨基、任选取代的烷基、烷氧基、羧基、羧酸酯基、羧酸酰胺基、磺酸基或磺酸酰胺基所取代), 优选带有一个磺基的萘基的染料。特别优选的染料是下式(B)所代表的染料:



顺便地, 当这种染料被应用于墨汁中时, 可包含两种或多种式(A)所代表的染料。当含有两种或多种染料时, 特别优选具有式(B)的染料是所含染料中的一种。包括这种染料在内的两种或多种染料的混合使

它能创造出一种柔和的色调并能进行高质量的喷墨打印。

这种染料的具体实例列在表 1 中。不过，它们全然不是关键性的。

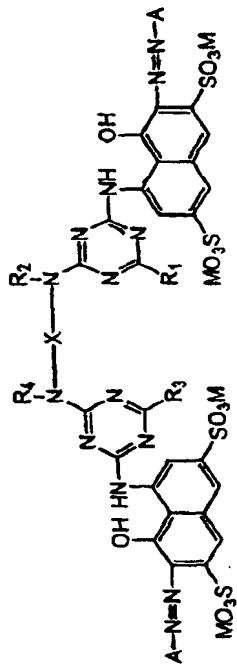
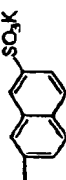
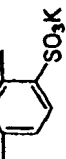
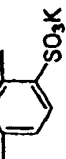
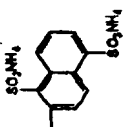
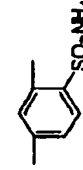
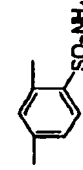
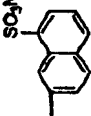
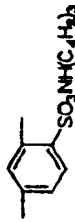
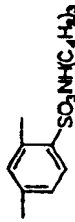
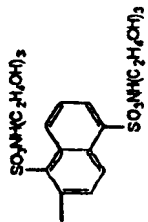
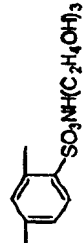
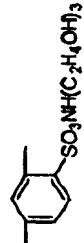
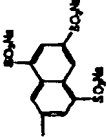
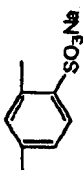
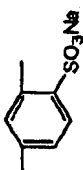
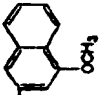


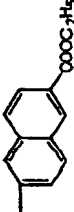


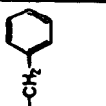
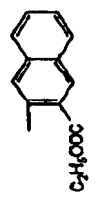
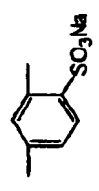
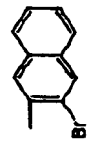
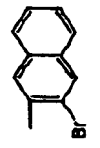
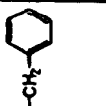
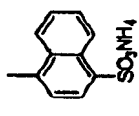
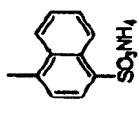
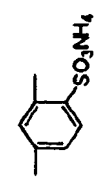
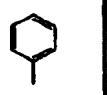
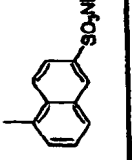
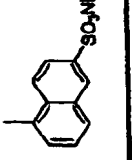
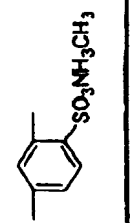

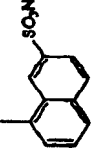
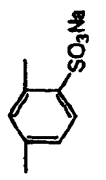
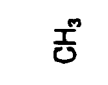
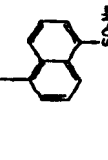

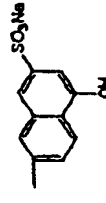
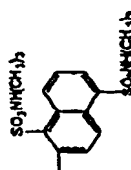
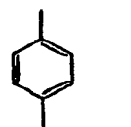
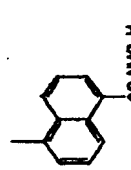
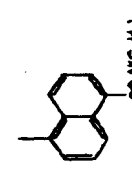
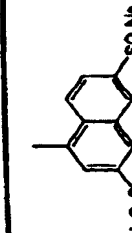
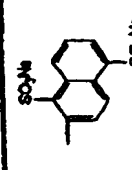
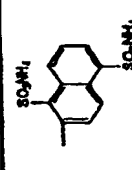
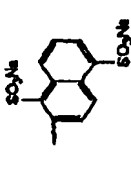
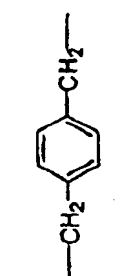


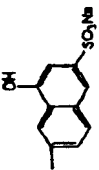
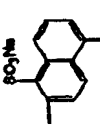
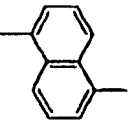
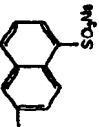

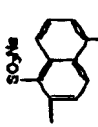
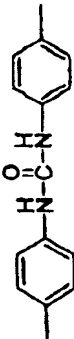
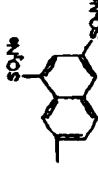
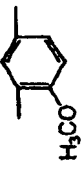
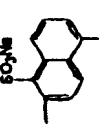
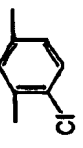
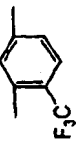
表 1

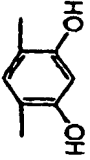
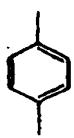
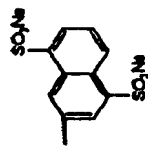
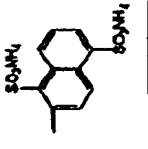
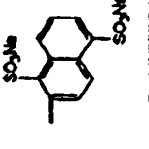
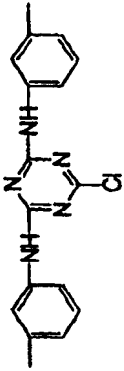
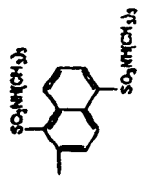
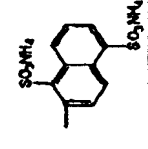
染料 编号	结 构 式						M	X
	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	A			
1	Cl	H	Cl	H		Li		
2	Cl	H	Cl	H		Na		
3	Cl	H	OH	H	↑	Na	↑	
4	Cl	H	OH	H		Na	↑	
5	Cl	H	NH ₂	H		Na	↑	

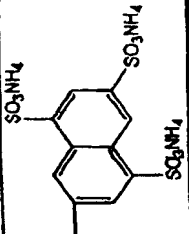
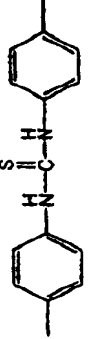
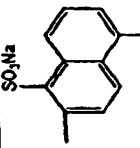
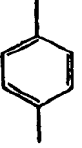
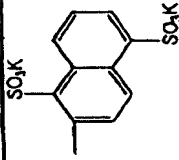
6	Cl	H	Cl	H			K	
7	Cl	H	Cl	H			NH_4	
8	Cl	H	Cl	H			$\text{NH}(\text{C}_4\text{H}_9)_3$	
9	Cl	H	Cl	H			$\text{NHC}_2\text{H}_4\text{OH}$	
10	Cl	H	Cl	H			Na	
11	OH	H	OH	H			Na	
12	OH	H	OH	H			NH_4	

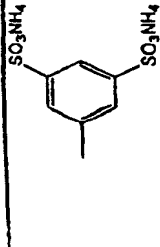
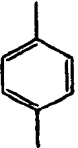
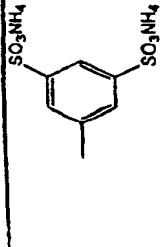

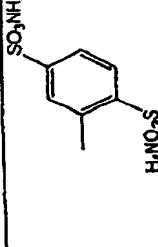

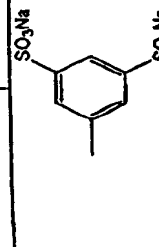

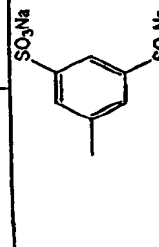

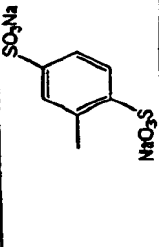

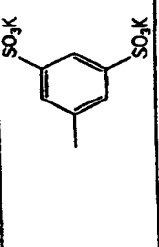

13	Cl	H	Cl	H		Cl	H		Na	
14	Cl	CH ₃	Cl	H		Cl	H		Na	↑
15	Cl		Cl	H		Cl	H		NH ₄	
16	Cl		Cl	H		Cl	H		NH ₃ CH ₃	
17	Cl	CH ₃	OH	H		OH	H		Na	
18	Cl	CH ₃	Cl	CH ₃		Cl	CH ₃		Na	↑
19	Cl	H	Cl	H		Cl	H		Na	↑

20	Cl	H	H	Cl	H		$\text{NH}(\text{CH}_3)_2$	
21	OH	H	H	OH	H		Na	↑
22	OH	H	H	OH	H		NH_4	↑
23	Cl	H	H	Cl	H		Na	↑
24	Cl	H	H	Cl	H		K	$-\text{C}_2\text{H}_4-$
25	Cl	H	H	Cl	H		NH_4	↑
26	Cl	H	H	Cl	H		Na	

27	Cl	H	Cl	H		Na	↑
28	Cl	H	Cl	H		Na	
29	Cl	H	Cl	H		Na	
30	Cl	H	Cl	H		Na	
31	Cl	H	Cl	H		Na	
32	Cl	H	Cl	H		Na	
33	Cl	H	Cl	H	↑	Na	

34	Cl	H	H	Cl	H	↑	Na	
35	Cl	H	H	OH	H	↑	Na	
36	Cl	H	H	Cl	H		Na	↑
37	Cl	H	H	Cl	H		NH ₄	↑
38	Cl	H	H	Cl	H		Na	
39	Cl	H	H	Cl	H		NH(CH ₃) ₃	↑
40	Cl	H	H	Cl	H		NH ₄	↑

41	Cl	CH ₃	Cl	CH ₃	↑	NH ₄	↑
42	OH	H	OH	H	↑	NH ₄	↑
43	Cl	C ₃ H ₇	Cl	C ₃ H ₇		NH ₄	↑
44	Cl	H	Cl	H	↑	NH ₄	
45	Cl	H	Cl	H		Na	↑
46	Cl	H	Cl	H	↑	Na	
47	Cl	H	Cl	H		K	↑

48	Cl	CH ₃	Cl	CH ₃			NH ₄	
49	OH	H	OH	H			NH ₄	
50	Cl	C ₈ H ₇	Cl	C ₈ H ₇			NH ₄	
51	Cl	H	Cl	H			NH ₄	
52	Cl	H	Cl	H			Na	
53	Cl	H	Cl	H			Na	
54	Cl	H	Cl	H			K	

染料号	结构式	染料号	结构式
55		58	
56		59	
57		60	

形成包含在本发明水基墨汁中的染料的方法没有特别的限制。例如，染料可以按照 Hosoda Yutaka 所著“Riron Seizo Senryo Kagaku”第5版（July 15, 1968年，K. K. Gihodo 出版）中描述的方法来形成。

5 例如，对于表 1 中的 No.2 号染料，可在一小时内把 H-酸的钠盐在水中的溶液（pH 值为 6 至 6.5）滴加到 0 至 2℃的分散在水中的氰尿酸氨中。产物用氯化钠沉淀。

把沉淀的产物和醋酸钠加入水中，加入 2-氨基萘-1,5-二磺酸的重氮化合物以进行偶氮偶合反应（偶合反应可按照，例如，Hosoda Yutaka 所著“Riron Seizo Senryo Kagaku”第五版中所述的方法来进行）。反应后，产物用碳酸钠的稀溶液中和以形成钠盐。加入氯化钠来沉淀单偶氮染料。过滤分离以后把单偶氮染料溶解于水中。在 40 至 45℃往此溶液中加入 0.5 当量 1,3-二氨基-6-苯磺酸钠的中性水溶液进行反应。加入氯化钠使溶液发生沉淀。这样即以钠盐形式生产出表 1 中的 No.2 号染料。

本发明的水基墨汁可用于各种墨汁中，特别是作为喷墨记录系统的记录液体。这种染料可应用于其中。特别是当它被用在喷墨记录系统的记录液体中时，可取的做法是除去或减少用于生产这种染料时的一些杂质诸如原料以及在生产过程中形成的中间体和副产物、无机盐类诸如 KCl、NaCl 和 Na₂SO₄ 等，以防止记录设备的喷嘴部份被这些杂质所堵塞。

杂质的除去或减少可以，例如，通过离子交换树脂、超滤等方法来实施。然而，这些方法由于需要很长时间、费力、费钱等而成问题。按照本发明生产这种染料的方法，可把形成的这种染料溶于水以得到一个水溶液，然后把溶液的 pH 值调节到 9 或更高，优选 10 或更高，这时，包含在这种染料中的杂质，诸如用来生产这种染料的原料、在生产过程中形成的中间体和副产物等，即由于溶解度降低而析出，并通过过滤除去。这时，最好是使用助滤剂来增加除去杂质的效率。进一步，滤液中的无机盐类可通过把水溶液与一种水溶性的有机溶剂混合，使这种染料结晶出来并把染料滤出而被除去。这时，在把染料溶解于水之后，再加入一种水溶性的有机溶剂。任选，也可把这种染料的水溶液加到水溶性有机溶剂中使其结晶。无论是除去用于生产这种

- 染料的原料和在生产过程中形成的中间体或副产物等的步骤、或者是除去无机盐类的步骤，都可以较容易地实施。最好是把除去无机盐类的步骤放在后一步实施。在这样获得的染料中，最好是杂质不会在使用墨汁时的 pH 条件下沉淀出来。无机盐类的含量优选为 5% 或更低，更优选 1% 或更低，特别优选 0.5% 或更低。结果，用这种染料生产的墨汁在喷嘴部份的堵塞现象得以抑制。

用于生产染料和生产墨汁中的水没有特别的限定。可取的是水中应包含很少的无机盐类、无机离子和杂质成份。优选过滤过的水、去离子水、蒸馏水等。

- 10 用于把染料溶解在水中的水量，随着染料的溶解度和无机材料、有机材料的含量而改变。一般按重量计每份染料要 1 至 100 份重量的水。溶解通常是在室温进行。然而，当染料的浓度高或者溶解度低时，可能要通过加热来溶解。在这种情况下，关于加热温度，最好是在保证染料不会分解的温度下进行加热。在调节 pH 值时，例如，醋酸、盐
- 15 酸、硫酸、硝酸等可被用作酸，例如，氢氧化钠、氢氧化钾、氨水、四甲基氢氧化铵、四丁基氢氧化铵等可被用作碱。然而，其它材料具体说来也不成问题。

所用的助滤剂没有特别的限定。它们的实例包括硅藻土、锯木屑、石棉、纸浆、活性炭、塞里塑料、滑石粉等。

- 20 用来除去无机盐类的水溶性有机溶剂的量，随着染料水溶液的浓度、染料的溶解度以及染料中杂质含量而变化，也随着生产后所需染料中的杂质含量而变化。一般按重量计每份染料需要 1 至 100 份重量的有机溶剂。优选具有纸的染料溶解度的水溶性有机溶剂。它们的实例包括多元醇类诸如乙二醇、二甘醇、三甘醇、聚乙二醇、丙二醇、
- 25 聚丙二醇、1,3-丙二醇、甘油、硫代乙二醇等；多元醇醚类诸如乙二醇单乙醚、乙二醇单丁醚、二甘醇单丁醚、二丙二醇单乙醚、三甘醇单甲醚等；酮类诸如丙酮、甲乙酮等；酰胺类诸如 N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二乙基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺等；含氮化合物诸如 2-吡咯烷酮、N-甲基-2-吡咯烷酮、N-乙烯基-2-吡咯烷酮、1,3-二甲基-2-咪唑啉
- 30 酮等；醚类诸如四氢呋喃、二噁烷等；醇类诸如甲醇、乙醇、1-丙醇、2-丙醇、1-丁醇、2-丁醇等等。优选醇类、多元醇类和酮类。这些水溶性有机溶剂可以单独使用或结合起来使用。

还有，关于具有低结晶度的染料，在将它们结晶以除去其中的无机盐类时，为加速结晶过程也可加入添加剂，除非这样做会导致提纯后染料性质的降低。

本发明中的水基墨汁的主要组份是染料和水。为防止墨汁干燥、
5 改进染料的溶解度等，如果需要可并入一种有机溶剂。由式(A)、式(1)、
式(C)和式(4)代表的染料可单独地使用或结合起来使用。它们的用量依
赖于用途、目的、染料的类型、墨汁配方、墨汁的打印密度以及杂质
的含量。基于总的水基墨汁计算，染料的含量优选按重量计 0.5 至 2.0
%，特别优选按重量计 1 至 10%，并且有机溶剂的含量优选按重量计
10 0 至 80%。

此外，为调节墨汁的色调和改进其它性质，也可能加入已知的染料或在乳液或精细分散液中形成的颜料，除非这样做会损害墨汁的性质。

并入本发明水基墨汁中的水溶性有机溶剂的实例包括多元醇类诸
15 如乙二醇、二甘醇、三甘醇、聚乙二醇、丙二醇、聚丙二醇、1,3-丙二
醇、甘油、硫代乙二醇等；多元醇醚类诸如乙二醇单乙醚、乙二醇单
丁醚、二甘醇单丁醚、二丙二醇单乙醚、三甘醇单甲醚等；酮类诸如
丙酮、甲乙酮等；酰胺类诸如 N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二乙基甲酰胺、
N,N-二甲基乙酰胺等；含氮化合物诸如 2-吡咯烷酮、N-甲基-2-吡咯烷
20 酮、N-乙烯基-2-吡咯烷酮、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮等；醚类诸如四氢
呋喃、二噁烷等；醇类诸如甲醇、乙醇、1-丙醇、2-丙醇、1-丁醇、2-
丁醇、等等。这些水溶性有机溶剂可以单独使用或结合起来使用，并
且它们的含量为按重量计 0 至 80%，优选按重量计 5 至 50%。

进一步，为改进墨汁的性质（例如，耐水性），墨汁的 pH 最好是
25 8 或更高。

还进一步，为更多地改进耐水性，可取的做法是结合使用胺类诸
如氨等以及羟基胺类诸如三乙醇胺等。其含量基于墨汁计算优选为按
重量计 0.001 至 10%。此外，这些胺类可通过与染料形成抗衡离子来
使用。

30 进一步，尿素、硫脲、缩二脲、氨基脲或它们的衍生物可以与含有
本发明染料的墨汁结合使用。它们的含量基于水基墨汁计算优选为
按重量计的 0.1 至 15%。

此外，当需要时，迄今所用的各种添加剂也可以被加入到本发明的水基墨汁中。它们的实例包括紫外线吸收剂、抗氧剂、螯合剂、水溶性高聚物、掩蔽剂、抗锈剂、防腐剂、粘度修饰剂、表面活性剂、表面张力修饰剂、pH 调节剂、电阻率修饰剂、近红外吸收剂、渗透剂等。

5

本发明的水基墨汁是通过把染料和水、有机溶剂以及、当需要时，上述那些添加剂一起溶解而产生的。这样产生的水基墨汁当作为书写工具的墨汁或作为喷墨记录系统的墨汁时，在记录特性、贮存稳定性、在记录介质上的牢固性、记录的图像的清晰性、耐光性、耐湿性等方面的性能是优良的。它在用作喷墨记录体系的记录液体的特别有用，并也可进一步用作书写工具诸如圆珠笔、毡尖笔、自来水笔等的墨汁。

10

实施例

下面通过参照实施例来更具体地说明本发明。然而，本发明并不限于以下的实施例。附带地，“份数”是指按重量计的份数。

15 实施例 1

<染料的生产>

把五份表 1 中的 No. 46 号染料溶解在 20 份蒸馏水中。把这染料水溶液加到 10 份异丙醇中使染料结晶出来。过滤混合物，干燥后得到 3 份纯化的表 1 中的 No. 46 号染料产物。这种染料的分析值列在表 2 中。

20

表 2

	氯化钠含量(%)
提纯前表 1 中的 No. 46 号染料	15.5
提纯后表 1 中的 No. 46 号染料	0.8

从结果可以看出，无机盐诸如 NaCl 等的含量已经降低了，有用的染料是通过一种简单的生产和提纯方法形成的。

<墨汁的生产>

25 按照下面显示的配方，这些化合物被混合和溶解，混合物通过孔径为 0.45 微米的特氟隆滤器过滤即产生墨汁。

<墨汁的配方>

表 1 中的 No. 46 号染料 (经提纯后)	3 份
二甘醇	30 份

N-甲基-2-吡咯烷酮 10 份

去离子水 57 份

<性质的评估>

5 上面产生的墨汁被使用，并充满在墨汁卷带中用于加压型喷墨打印机中，并用同一台打印机进行打印和图像记录。对以下各项进行试验。结果是良好的，即，(A)图像评估；◎，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；○，(E)打印机喷咀的状态评估；○。

10 同时，用一种生产前含有大量无机盐类的染料同样生产这种墨汁并进行同样的评估。结果是(A)图像评估；○，(B)耐湿性评估；◎，(C)耐光性评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；△，(E)打印机喷咀状态评估；×。

15 顺便地，含有经本发明的简单方法降低了无机盐含量的墨汁，当具体用于喷墨记录器液体中时，在墨汁贮存稳定性和从打印机喷咀中喷射的稳定性方面的性能是优良的。

各项试验项目的评估标准如下：

(A)图像的评估

图像在不着色的纸上形成，并用目测法评估洇渗状况。

[评估标准]

20 未观察到洇渗； ◎
稍为观察到洇渗，但对图像没有任何影响； ○
明显观察到洇渗； ×

(B)耐湿性的评估

25 把记录了图像的未着色的纸在 40℃和 85%湿度的条件下放置一段固定的时间，用目测法观察记录图像的状况以评估其耐湿性。

[评估标准]

30 图纸放置 48 小时后图像没有变化； ◎
图纸放置 24 小时后图像没有变化，但在放置 48 小时以后记录的图像的边缘部份有色素的渗色； ○
图纸放置 24 小时后记录的图像的边缘部份有色素的渗色； ×

(C)耐光性的评估

在辐照前和辐照 100 小时以后用氙褪色计（由 Suga Test

Instrument Co Ltd 制造) 和一台反射光密度计 (Macbeth 公司制造) 测量打印密度 (OD 值)。通过比较 OD 值来评估耐光性。

辐照后的 OD 值

$$\text{OD} = \frac{\text{辐照后的 OD 值}}{\text{辐照前的 OD 值}} \times 100 (\%)$$

5 辐照前的 OD 值

[评估标准]

OD 值为 100% 至 80%; ◎

OD 值小于 80%, 至 70%; ○

OD 值小于 70%, 至 50%; △

10 OD 值小于 50%; ×

(D) 墨汁贮存稳定性的评估

在墨汁在 40°C 贮存一定时间的条件下用目测法评估。

[评估标准]

3 个月后没有不溶物质存在; ◎

15 1 个月后没有不溶物质存在, 但在 3 个月后出现不溶物, 但后者在使用时不造成问题; ○

1 个月后即出现不溶物, 但这时对使用还不造成问题。3 个月后发现的不溶物在使用中造成问题; △

1 个月后即出现不溶物, 并在使用中造成问题; ×

20 (E) 打印机喷咀状态的评估

在用压力型喷墨打印机打印后, 用目测法评估喷咀的状况。

[评估标准]

正常; ○

稍为观察到粘附物质, 但在使用时不造成问题; △

25 观察到粘附物, 它在使用中造成问题; ×

实施例 2

<染料的生产>

30 把 5 份表 1 中的 No. 30 号染料溶解在 20 份蒸馏水中。往这染料水溶液中滴加 10 份丙酮使这种染料结晶出来。把混合物过滤、干燥后获得 3 份提纯后的表 1 中 No.30 号染料。这种染料的分析值列在表 3 中。从结果看出, 无机盐诸如 NaCl 等的含量已大为降低, 用这种简单的生产和提纯方法形成了可以使用的染料。

表 3

	氯化钠的含量 (%)
提纯前表 1 中 No.30 号染料	10.4
提纯后表 1 中 No.30 号染料	0.5

<墨汁的生产>

按照下面列出的配方，把这些化合物混合并溶解，混合物用孔径 0.45 微米的膜滤器过滤以产生墨汁。

5 <墨汁的配方>

经提纯后的表 1 中的 No.30 号染料	3 份
三乙胺	1 份
二甘醇	30 份
N-甲基-2-吡咯烷酮	10 份
10 去离子水	56 份

<性质的评估>

性质的评估是用上述墨汁通过实例 1 中所描述的方法来评估。

结果是良好的，即(A)图像的评估；◎，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；○，(E)打印机喷咀的状态评估；○。

同时，用生产前含有大量无机盐类的染料同样生产这种墨水并进行同样的评估。结果为(A)图像的评估；○，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；△，(E)打印机喷咀状态的评估；x。

20 顺便地，含有经本发明的简单方法降低了无机盐含量的墨汁，当具体地用于喷墨记录器液体中时，在墨汁贮存稳定性和打印机喷咀中喷射的稳定性方面的性能是优良的。

实施例 3 至 37

25 用实施例 1 中所述方法、用表 1 中所列染料进行染料的生产 and 墨汁的生产，结果显示于表 4 中。

表 4

实施例 编 号	染料编号	特 性				
		A	B	C	D	E
3	1	◎	◎	◎	○	○
4	2	◎	◎	◎	○	○
5	3	◎	○	◎	○	○
6	4	◎	◎	◎	○	○
7	5	◎	○	◎	◎	○
8	6	◎	◎	◎	○	○
9	7	◎	◎	◎	○	○
10	8	◎	◎	◎	○	○
11	9	◎	◎	◎	○	○
12	10	◎	◎	◎	○	○
13	11	◎	○	◎	○	○
14	12	◎	○	◎	○	○
15	14	◎	◎	◎	◎	○
16	16	◎	◎	◎	○	○
17	20	◎	◎	◎	○	○
18	21	◎	○	◎	○	○
19	22	◎	○	◎	○	○
20	25	◎	◎	◎	○	○
21	26	◎	◎	◎	○	○
22	28	◎	◎	◎	○	○
23	29	◎	◎	◎	◎	○
24	31	◎	◎	◎	○	○
25	32	◎	◎	◎	○	○
26	33	◎	◎	◎	○	○
27	34	◎	◎	◎	○	○
28	35	◎	○	◎	○	○
29	36	◎	◎	◎	○	○
30	37	◎	◎	◎	○	○
31	38	◎	◎	◎	○	○
32	39	◎	◎	◎	○	○
33	40	◎	◎	◎	○	○
34	42	◎	○	◎	○	○
35	43	◎	◎	◎	◎	○
36	44	◎	◎	◎	○	○
37	45	◎	◎	◎	○	○

实施例 38

<染料的生产>

把 5 份表 1 中的 No.46 号染料溶解在 20 份蒸馏水中。在将此染料水溶液搅拌的同时，往其中加入 10% 的氢氧化钠水溶液直到 pH 值达到 10。把溶液搅拌 1 小时，加入 2 份活性炭，进一步进行搅拌 1 小时。接着用 No.5C 号滤纸把混合物过滤并把滤液加入 10 份异丙醇中使这种染料结晶析出。把混合物过滤、干燥后得到 3 份经过提纯的表 1 中的 No.46 号染料产品。这种染料的分析数值列于表 5 中。从结果可以看出无机盐类诸如 NaCl 等的含量已大为降低，一些杂质诸如用于生产这种染料 10 的原料、中间体或在生产过程中形成的副产物等也同时被除去。这样，通过这种简单的生产和提纯的方法形成了可以使用的染料。

表 5

	氯化钠的含量 (%)
提纯前表 1 中的 No.46 号染料	15.5
提纯后表 1 中的 No.46 号染料	0.7

<墨汁的生产>

按照下面列出的配方，把这些化合物混合并溶解，混合物用孔径 15 0.45 微米的特氟隆滤器过滤即产生墨汁。

<墨汁的配方>

提纯后的表 1 中的 No.46 号染料	3 份
二甘醇	30 份
N-甲基-2-吡咯烷酮	10 份
20 去离子水	57 份

<性质的评估>

用上述墨汁，通过在实施例 1 中所描述的方法来评估它的性质。结果良好，即，(A)图像的评估；◎，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；◎，(E)打印机喷嘴状况的 25 评估；○。

同时，用一种含有生产前的大量原料、中间体、副产物和无机盐类的染料来同样生产墨汁并进行同样的评估。结果是，(A)图像的评估；○，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；△，(E)打印机喷嘴状况评估；×。

顺便地，含有用本发明简单方法生产的染料的墨汁，当具体用于喷墨记录器液体中时，在墨汁的贮存稳定性和从打印机喷嘴中喷射的稳定性方面都表现优良。

实施例 39

5 <染料的生产>

把 5 份表 1 中的 No.46 号染料溶解在 20 份蒸馏水中。在把染料水溶液搅拌的同时，往其中加入 10% 氢氧化钠溶液直到 pH 达到 10。溶液搅拌 1 小时以后，加入 2 份 Celite (塞里塑料)，进一步搅拌 1 小时。接着用 No.5C 滤纸把混合物过滤并把滤液加到 10 份异丙醇中使染料结晶出来。混合物过滤、干燥即得到 3 份提纯过的表 1 中的 No.46 号染料产物。染料的分析值列于表 6 中。结果，无机盐类诸如 NaCl 等的含量已大为降低，诸如染料生产过程中所用的原料、生产过程中形成的中间体或副产物等杂质等也已被除去。这样，通过这种简单的生产和提纯方法形成了可以使用的染料。

15

表 6

	氯化钠的含量 (%)
提纯前表 1 中的 No.46 号染料	15.5
提纯后表 1 中的 No.46 号染料	0.6

<墨汁的生产>

按照下面列出的配方，把这些化合物混合并溶解，混合物用孔径 0.45 微米的特氟隆滤器过滤即产生墨汁。

<墨汁的配方>

20	提纯后的表 1 中的 No.46 号染料	3 份
	二甘醇	30 份
	N-甲基-2-吡咯烷酮	10 份
	去离子水	57 份

<性质的评估>

25 用上述墨汁，通过在实施例 1 中所描述的方法来评估其性质。结果良好，即，(A)图像的评估；◎，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存的稳定性的评估；◎，(E)打印机喷嘴状况的评估；○。

同时，用含有大量生产前的原料、中间体、副产物和无机盐类的

染料同样生产出的墨汁进行同样的评估。结果是，(A)图像的评估；○，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；△，(E)打印机喷嘴状态的评估；×。

5 顺便地，含有用本发明的简单方法生产的染料的墨汁，当具体用于喷墨记录液体中时，在墨汁贮存稳定性和从打印机喷嘴中喷射的稳定性方面表现优良。

实施例 40

<染料的生产>

10 把 5 份表 1 中的 No.30 号染料溶解在 20 份蒸馏水中。在把这染料水溶液搅拌的同时，往其中加入 10% 的氢氧化钠溶液直到 pH 达到 10。溶液搅拌 1 小时以后，加入 2 份硅藻土并进一步搅拌 1 小时。接着，把混合物用 No.5C 滤纸过滤，并往滤液中滴加 10 份丙酮使染料结晶出来。把混合物过滤、干燥后即获得 3 份纯化后的表 1 中的 No.30 号染料。这种染料的分析值列在表 7 中。结果显示无机盐类诸如 NaCl 等的
15 含量已大为降低，并且用于生产这种染料的原料以及生产过程中形成的中间体或副产物等这类杂质也已被除去。这样，用这种简单的生产和提纯方法形成了可用的染料。

表 7

	氯化钠的含量 (%)
提纯前表 1 中的 No.30 号染料	10.4
提纯后表 1 中的 No.30 号染料	0.5

<墨汁的生产>

20 按照以下所列配方，把这些化合物混合并溶解，并把混合物用孔径为 0.45 微米的膜滤器过滤即生产出墨汁。

<墨汁的配方>

经提纯过的表 1 中的 No.30 号染料	3 份
三乙胺	1 份
25 二甘醇	30 份
N-甲基-2-吡咯烷酮	10 份
去离子水	56 份

<性质的评估>

用上述墨汁，通过在实施例 1 中描述过的方法评估其性质。结果

良好，即，(A)图像的评估；◎，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；◎，(E)打印机喷咀状况评估；○。

5 同时，用含有大量生产前的原料、中间体、副产物和无机盐类的染料同样生产墨汁，并进行同样的评估。结果为：(A)图像的评估；○，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；△，(E)打印机喷咀状况的评估；×。

10 顺便地，含有用本发明简单方法所生产的染料的墨汁在具体用于喷墨记录器液体中时，在墨汁贮存稳定性和从打印机喷咀喷射的稳定性方面表现优良。

实施例 41

<染料的生产>

15 把 5 份表 1 中的 No.30 号染料溶解在 20 份蒸馏水中。在将这染料水溶液搅拌的同时，加入 10% 氢氧化钠水溶液直到 pH 值达到 10。把溶液搅拌 1 小时以后，加入 2 份硅藻土并进一步搅拌 1 小时。接着把混合物用 No.5C 滤纸过滤即获得浓度约为 20% 的染料水溶液。结果，用于生产这种染料的原料以及在生产过程中形成的中间体或副产物等这类杂质即被除去，而有用的染料即通过这种简单的生产和提纯方法形成。

20 <墨汁的生产>

按照下列配方，把这些化合物混合并溶解，混合物用孔径为 0.45 微米的膜滤器过滤，即产生出墨汁。

<墨汁的配方>

	提纯后的表 1 中 No.30 号染料的 20% 水溶液	15 份
25	三乙胺	1 份
	二甘醇	30 份
	N-甲基-2-吡咯烷酮	10 份
	去离子水	44 份

<性质的评估>

30 用上述墨汁通过在实施例 1 中所描述过的方法来评估它的性质。结果良好，即，(A)图像的评估；◎，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；○，(E)打印机喷咀状况的

评估；○。

同时，用含有大量生产前的原料、中间体、副产物和无机盐类的染料来同样地生产墨汁，并同样地进行评估。结果是，(A)图像的评估；○，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性 5 性的评估；△，(E)打印机喷咀状况的评估；x。

顺便地，含有用本发明简单方法所生产的染料的墨汁当具体应用于喷墨记录器液体中时，在墨汁贮存稳定性和从打印机喷咀中喷射的稳定性方面表现优良。

实施例 42 至 70

10 用表 1 中所列出的染料、用实施例 38 中所描述的方法进行染料的生产 和墨汁的生产。结果显示在表 8 中。

15

20

25

30

表 8

实施例 编 号	染料编号	特 性				
		A	B	C	D	E
4 2	1	⊙	⊙	⊙	⊙	○
4 3	2	⊙	⊙	⊙	⊙	○
4 4	3	⊙	⊙	⊙	⊙	○
4 5	4	⊙	○	⊙	⊙	○
4 6	5	⊙	○	⊙	⊙	○
4 7	7	⊙	⊙	⊙	⊙	○
4 8	8	⊙	⊙	⊙	⊙	○
4 9	9	⊙	⊙	⊙	⊙	○
5 0	1 0	⊙	⊙	⊙	⊙	○
5 1	1 1	⊙	○	⊙	⊙	○
5 2	1 2	⊙	○	⊙	⊙	○
5 3	1 4	⊙	⊙	⊙	⊙	○
5 4	1 6	⊙	⊙	⊙	⊙	○
5 5	2 0	⊙	⊙	⊙	⊙	○
5 6	2 5	⊙	⊙	⊙	⊙	○
5 7	2 8	⊙	⊙	⊙	⊙	○
5 8	2 9	⊙	⊙	⊙	⊙	○
5 9	3 1	⊙	⊙	⊙	⊙	○
6 0	3 2	⊙	⊙	⊙	⊙	○
6 1	3 3	⊙	⊙	⊙	⊙	○
6 2	3 5	⊙	○	⊙	⊙	○
6 3	3 6	⊙	⊙	⊙	⊙	○
6 4	3 7	⊙	⊙	⊙	⊙	○
6 5	3 8	⊙	⊙	⊙	⊙	○
6 6	3 9	⊙	⊙	⊙	⊙	○
6 7	4 0	⊙	⊙	⊙	⊙	○
6 8	4 2	⊙	○	⊙	⊙	○
6 9	4 3	⊙	⊙	⊙	⊙	○
7 0	4 5	⊙	⊙	⊙	⊙	○

实施例 71

<墨汁的生产>

- 5 按照下列配方，用表 1 中 No.46 号染料，像实施例 1 中所做的那样进行提纯后，以及用表 1 中的 No.30 号染料，像实施例 2 中所做的

那样进行提纯后，把这些化合物混合并溶解，混合物用孔径为 0.45 微米
的特氟隆滤器过滤即生产出墨汁。

<墨汁的配方>

	提纯后的表 1 中的 No.46 号染料	1.5 份
5	提纯后的表 1 中的 No.30 号染料	1.5 份
	二甘醇	30 份
	N-甲基-2-吡咯烷酮	10 份
	去离子水	57 份

<性质的评估>

- 10 用上述墨汁通过实施例 1 中所描述的方法评估它的性质。结果良好，即，(A)图像的评估；◎，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；○，(E)打印机喷咀状况的评估；○。

- 15 同时，同样用上述方法生产墨水，只是所用的表 1 中的 No.30 号和 No.46 号染料是未经提纯的，因而含有大量生产前的无机盐类，也对它进行同样的评估。结果是(A)图像的评估；○，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；△，(E)打印机喷咀状况的评估；×。

- 20 顺便地，含有用本发明的简单方法使杂质大为减少的染料的墨汁，当具体用在喷墨记录器液体中时，在墨汁贮存稳定性和从喷咀中喷射的稳定性方面表现优良。

顺便地，按照 JIS Z-8729 的方法评估了色调。结果这种墨汁在和用表 1 中的 No.46 或 No.30 号染料单独制成的墨汁比较时具有更柔和的不同色调。

25 实施例 72

<墨汁的生产>

- 30 按照下列配方，用表 1 中的 No.46 号染料像在实施例 39 中所做的那样提纯后，以及用表 1 中的 No.30 号染料，像在实施例 40 中所做的那样提纯后，把这些化合物混合并溶解。混合物用孔径为 0.45 微米的特氟隆滤器过滤后即生产出墨汁。

<墨汁的配方>

	提纯后的表 1 中的 No.46 号染料	1.5 份
--	----------------------	-------

提纯后的表 1 中的 No.30 号染料	1.5 份
二甘醇	30 份
N-甲基-2-吡咯烷酮	10 份
去离子水	57 份

5 <性质的评估>

用上述墨汁通过在实施例 1 中所描述的方法评估其性质。结果良好，即，(A)图像的评估；◎，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；◎，(E)打印机喷咀状况的评估；○。

10 同时，用上面的方法、按上述配方用混合的染料来生产墨汁，只是所用的表 1 中的 No.30 和 No.46 号染料未经提纯，因而含有大量生产前的无机盐类，对这种墨汁进行同样的评估。结果为(A)图像的评估；○，(B)耐湿性的评估；◎，(C)耐光性的评估；◎，(D)墨汁贮存稳定性的评估；△，(E)打印机喷咀状况的评估；×。

15 顺便地，含有用本发明的简单方法生产的染料的墨汁当具体用在喷墨记录器液体中时，在墨汁贮存稳定性和从打印机喷咀中喷射的稳定性方面表现优良。

顺便地，按照 JIS Z-8729 的方法评估了色调。结果这种墨汁在和用表 1 中的 No.46 号或 No.30 号染料单独制成的墨汁比较时具有更柔和的不同色调。

20 比较实例 1

<使用一种有机溶剂的染料的生产>

25 用表 1 中的 No.46 号染料，并按照除去无机盐的方法那样溶解在一种有机溶剂中。这样，这种染料是用减少无机盐等杂质的方法来生产的。把 5 份表 1 中的 No.46 号染料加到 50 份 N,N-二甲基甲酰胺中。不过染料没有溶解。处于分散状态的染料通过过滤分离并干燥。染料的分析值列在表 10 中。从结果可以看出，无机盐诸如 NaCl 等的含量并没有降低，进一步，像用于生产这种染料的原料和生产过程中形成的中间体和副产物等这类杂质也没有降低。这样，这种染料不能像本

30 发明的简单方法那样生产出来。

表 10

	氯化钠的含量 (%)
提纯前表 1 中的 No.46 号染料	15.5
提纯后表 1 中的 No.46 号染料	15.4

此外，用别的有机溶剂进行了溶解试验。然而，这种染料也像在 N,N-二甲基甲酰胺中那样不能溶解。这是因为这种染料具有这样的性质，即它在水中具有高溶解度但在有机溶剂中都几乎没有溶解性。这样，通过把染料溶解在一种有机溶剂中以除去无机盐类这样一种一般方法不可能用于这里的染料生产中。

比较实例 2

<应用一种有机溶剂生产染料>

把 5 份式(d)代表的染料加到 50 份 N,N-二甲基甲酰胺中并在其中溶解。过滤除去不溶的物质，滤液干燥。结果，用这种有机溶剂可获得 2 份提纯的染料。这种染料的分析值列在表 11 中。结果显示无机盐诸如 NaCl 等的含量降低了。

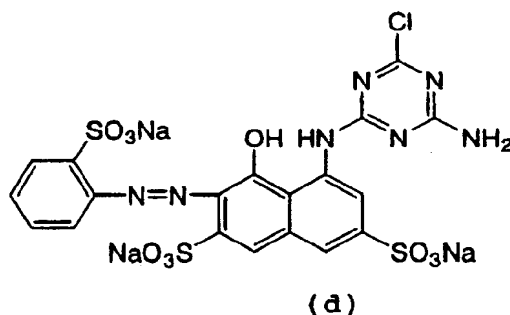


表 11

	氯化钠的含量 (%)
提纯前式子为(d)的染料	20.5
提纯后式子为(d)的染料	3.5

用 5 份像上述那样提纯过的式(d)染料，按实施例 1 中所述的方法生产墨汁，并对它的性质进行评估。与本发明的水基墨汁相比，结果极坏，即(A)图像的评估；○，(B)耐湿性的评估；x，(C)耐光性的评估；△，(D)墨汁贮存稳定性的评估；○，(E)打印机喷嘴状况评估；△。

工业实用性

含有用本发明简单方法生产的染料的水基墨汁在耐光性、耐湿性和贮存稳定性方面呈现出优良性质。当这种墨汁用在喷墨记录系统的记录液体中时，重要的是无机盐类的含量应减至最小并且在生产过程中形成的诸如中间体或副产物等这类杂质也应尽量减少。这些目的可
5 通过本发明方法简单地和有效地达到。结果，这种水基墨汁可被提供为能消除打印机头的堵塞、能形成高质量图像而没有洇渗，并且记录的图像也在耐光性、耐湿性和贮存稳定性等方面具有优良性质。