

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>  
C09D 11/02

(45) 공고일자 2005년04월07일  
(11) 등록번호 10-0480425  
(24) 등록일자 2005년03월23일

(21) 출원번호	10-2002-7003390	(65) 공개번호	10-2002-0056888
(22) 출원일자	2002년03월14일	(43) 공개일자	2002년07월10일
번역문 제출일자	2002년03월14일		
(86) 국제출원번호	PCT/JP2001/006126	(87) 국제공개번호	WO 2002/06409
국제출원일자	2001년07월16일	국제공개일자	2002년01월24일

(81) 지정국

국내특허 : 중국, 대한민국, 미국,  
EP 유럽특허 : 독일, 프랑스, 영국,

(30) 우선권주장

JP-P-2000-00216066    2000년07월17일    일본(JP)  
JP-P-2000-00335427    2000년11월02일    일본(JP)

(73) 특허권자

미쯔이카가쿠 가부시기가이샤  
일본국 105-7117 도쿄도 미나토쿠 히가시심바시 1-5-2

(72) 발명자

마츠자키요리아키  
일본국후쿠오카켄오오무타시아사무타쵸30미쯔이카가쿠가부시기가이샤  
샤나이

후지이켄이치  
일본국치바켄소데가우라시나가우라580-32미쯔이카가쿠가부시기가이샤  
샤나이

코고오사무  
일본국치바켄소데가우라시나가우라580-32미쯔이카가쿠가부시기가이샤  
샤나이

나루세히로시  
일본국치바켄소데가우라시나가우라580-32미쯔이카가쿠가부시기가이샤  
샤나이

미사와츠타미  
일본국치바켄소데가우라시나가우라580-32미쯔이카가쿠가부시기가이샤  
샤나이

(74) 대리인

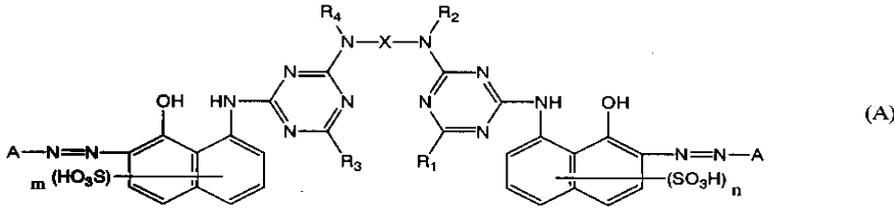
신중훈  
임옥순

심사관 : 김봉기

(54) 수계 잉크

요약

색소 및 수성 매체를 주성분으로서 함유하는 잉크젯 기록용 수계 잉크에 있어서, 색소로서 하기 일반식(A):



[식중, R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 알콕시기, 아미노기, 수산화기 혹은 할로젠원자를 표시하고, R<sub>2</sub> 및 R<sub>4</sub>는, 각각 독립적으로, 수소원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 알킬기 또는 아릴기 또는 아릴기이고, A는 치환 또는 무치환의 페닐기 혹은 나프틸기이고, X는 포화 탄소고리로부터 유리된 2가의 연결기이고, m 및 n은 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수임]로 표시되는 염료 또는 그들의 염을 적어도 1종 함유하는 것을 특징으로 한다.

상기 일반식(A)로 표시되는 염료로서는, 해당 염료의 수용액의 pH를 9이상으로 조정해서 생기는 불용물을 제거해서 얻어진 염료를 이용하는 것이 바람직하다. 상기 수계 잉크는, 프린터헤드의 막힘을 제거하고, 번짐이 없는 고품위의 화상의 형성이 가능하고, 또한, 기록된 화상도 내광성, 내습성 및 보존안정성의 특성이 우수하다.

**명세서**

**기술분야**

본 발명은, 염료를 함유하는 수계 잉크, 특히 잉크젯 기록방식에 적합한 수계 잉크에 관한 것이다.

**배경기술**

필기구 혹은 잉크젯 기록방식에 이용되는 수계 잉크는, 기본적으로 염료, 물 및 유기용매로 이루어져 있다. 냄새와 인체 및 환경에 대한 안전성을 고려해서 주성분으로서 물을 함유하고 있는 수계 잉크에 대한 요구가 높고, 물에 용해가능한 산성 염료, 직접염료 등이 실질적으로 사용되고 있다. 이와 관련해서, 염료 및 수계 잉크에 대해서는, 각종 특성이 요구되고 있다.

특히, 잉크젯 기록방식의 기록액에 사용되는 수계 잉크에 대해서는, 하기와 같은 각종 특성이 요구된다. 그러나, 이들 특성 모두를 현재 만족시키고 있지는 못하다.

- (1) 점도, 표면장력, 비전도도, 밀도(농도), pH 등의 잉크 물성이 적절할 것.
- (2) 잉크의 장기간 보존안정성이 양호할 것.
- (3) 가용성분의 용해 안정성이 높아 노즐의 막힘을 일으키지 않을 것.
- (4) 기록매체의 신속한 건조성이 양호할 것.
- (5) 기록화상이 번짐없이 선명하고, 광견뢰도(즉, 내광성), 내수성 및 내습성이 양호할 것.

이상 설명한 바와 같이, 특히 잉크젯 기록방식에 사용되는 잉크의 특성은 염료 고유의 특성에 의해 크게 영향받으므로, 이들 조건을 만족시키는 염료 및 수계 잉크를 제조하는 것이 상당히 중요하다.

**발명의 상세한 설명**

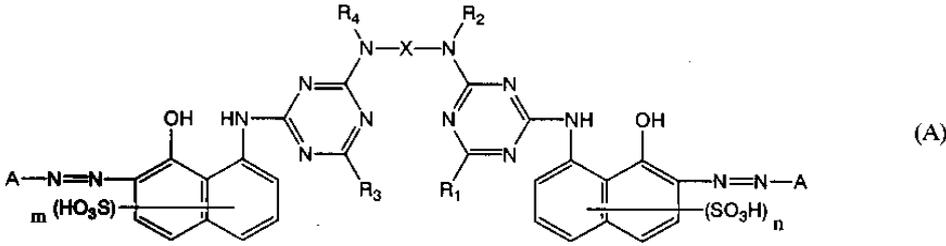
**발명의 개시**

본 발명의 목적은, 보존안정성, 내광성, 내습성 및 분사안정성이 우수하고, 잉크젯 기록방식의 기록액으로서 유용한, 번짐이 없는 고품질을 부여하는 수계 잉크에 관한 것이다.

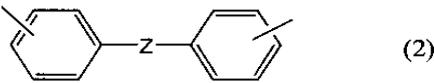
본 발명자들은 상기 문제점을 해결하기 위해 예의 연구한 결과, 본 발명을 완성하게 되었다.

즉, 본 발명은, 이하의 것에 관한 것이다:

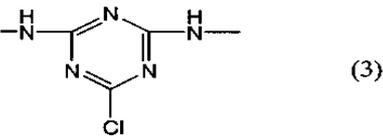
- (1) 색소 및 수성 매체를 주성분으로서 함유하는 잉크젯 기록용 수계 잉크에 있어서, 색소로서 하기 일반식(A):



[식중, R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 수산기 혹은 할로겐원자를 표시하고, R<sub>2</sub> 및 R<sub>4</sub>는, 각각 독립적으로, 수소원자, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는(즉, 치환 또는 무치환의) 알킬기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아릴기 또는 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아랄킬기이고, A는 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 페닐기 혹은 나프틸기이고(해당 페닐기 혹은 나프틸기는, 할로겐원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), X는 알킬렌기, 페닐렌기, 크실릴렌기, 나프틸렌기, 비페닐렌기 또는 하기 일반식(2):



(식중, Z는 -CO-, -NHCONH-, -NHCSNH- 또는 하기 화학식(3):



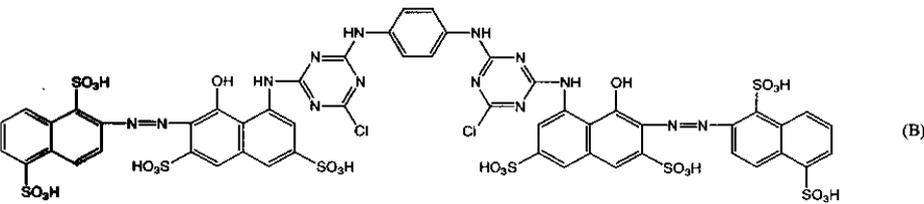
으로 표시됨)로 표시되는 2가의 연결기(이들 연결기는 할로겐원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨)이고, m 및 n은 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수임]로 표시되는 염료 또는 그들의 염을 적어도 1종 함유하는 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

(2) 상기 (1)항에 있어서, 상기 일반식(A)에 있어서, R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>의 적어도 1개가 할로겐원자인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

(3) 상기 (1)항 또는 상기 (2)항에 있어서, 상기 일반식(A)에 있어서, X가 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 페닐렌기인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

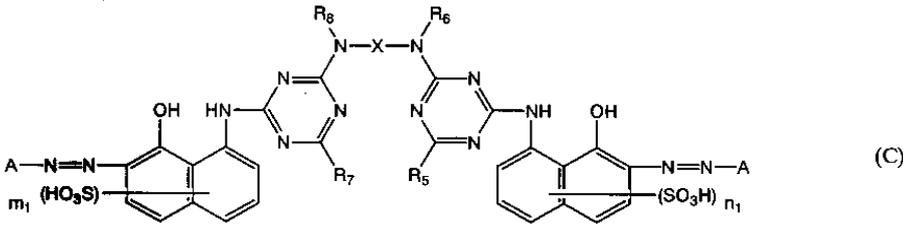
(4) 상기 (1)항 내지 상기 (3)항중 어느 한 항에 있어서, 상기 일반식(A)에 있어서, A가 나프틸기(해당 나프틸기는, 할로겐원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨)인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

(5) 상기 (1)항에 있어서, 상기 염료가 하기 화학식(B):



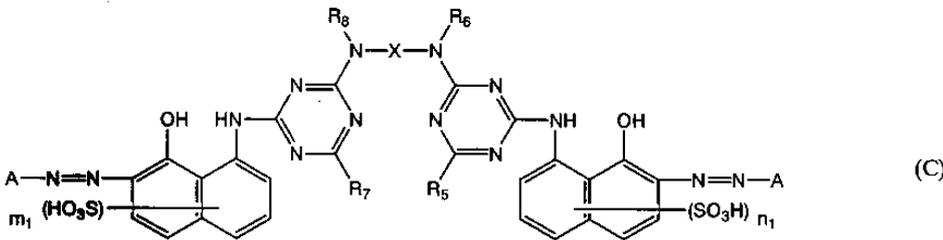
로 표시되는 염료 또는 그의 염인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

(6) 상기 (5)항에 의한 화학식(B)로 표시되는 염료와, 하기 일반식(C):



[식중, R<sub>5</sub> 및 R<sub>7</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알콕시기, 아미노기, 알킬아미노기, 수산기 또는 할로젠원자이고, R<sub>6</sub> 및 R<sub>8</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아릴기 또는 아랄킬기이고, A는 페닐기 혹은 나프틸기이고(해당 페닐기 혹은 나프틸기는, 할로젠원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), X는 2가의 연결기이고, m<sub>1</sub> 및 n<sub>1</sub>은 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수임]로 표시되는 다른 염료 또는 그의 염을 적어도 1종 함유하는 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

(7) 하기 일반식(C):

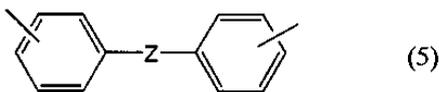


[식중, R<sub>5</sub> 및 R<sub>7</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알콕시기, 아미노기, 알킬아미노기, 수산기 또는 할로젠원자이고, R<sub>6</sub> 및 R<sub>8</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아릴기 또는 아랄킬기이고, A는 페닐기 혹은 나프틸기이고(해당 페닐기 혹은 나프틸기는, 할로젠원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), X는 2가의 연결기이고, m<sub>1</sub> 및 n<sub>1</sub>은 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수임]로 표시되는 염료 또는 그의 염을 물에 용해시키는 공정과, 그 수용액의 pH를 9이상으로 조정해서 생성되는 불용물을 제거하는 공정을 구비한 방법에 의해 생성된 염료를 함유하는 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

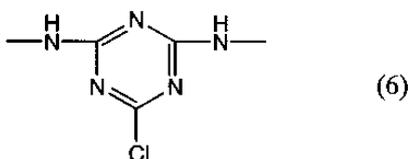
(8) 상기 (7)항의 일반식(C)로 표시되는 염료 또는 그의 염을 물에 용해시켜 수용액을 형성한 후, 해당 수용액을 수가용성 유기용매와 혼합하여 해당 염료를 결정화시키는 공정을 구비한 방법에 의해 생성된 염료를 함유하는 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

(9) 상기 (7)항의 일반식(C)로 표시되는 염료 또는 그의 염을 물에 용해시키는 공정과, 그 수용액의 pH를 9이상으로 조정해서 생성되는 불용물을 제거해서 얻어진 수용액을 수가용성 유기용매와 혼합하여 염료를 결정화시키는 공정을 구비한 방법에 의해 생성된 염료를 함유하는 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

(10) 상기 (7)항 내지 상기 (9)항중 어느 한 항에 있어서, 상기 일반식(C)에 있어서, X가 알킬렌기, 페닐렌기, 크실릴렌기, 나프틸렌기, 비페닐렌기 또는 하기 일반식(5):



(식중, Z는 산소원자, 황원자, -CO-, -NHCONH-, -NHCSNH-, -CH=CH- 또는 하기 화학식(6):



으로 표시됨)로 표시되는 2개의 연결기(이들 연결기는 할로젠원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨)인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

(11) 상기 (7)항 내지 상기 (9)항중 어느 한 항에 있어서, 상기 일반식(C)에 있어서, X가 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 페닐렌기인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

(12) 상기 (7)항 내지 상기 (9)항중 어느 한 항에 있어서, 상기 일반식(C)에 있어서, A가 나프틸기(해당 나프틸기는, 할로젠원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨)인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

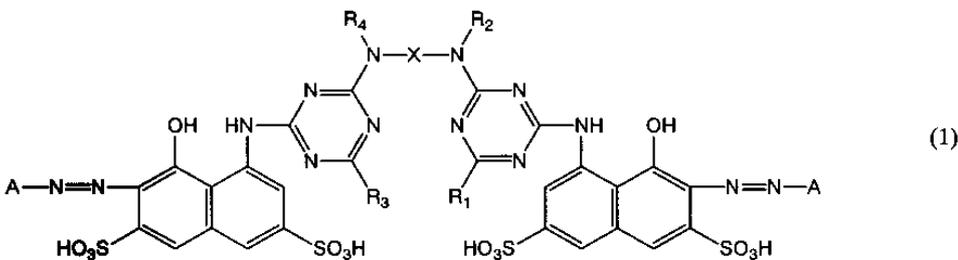
(13) 상기 (7)항 내지 상기 (9)항중 어느 한 항에 있어서, 상기 염료가 상기 화학식(B)로 표시되는 염료 또는 그의 염인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

삭제

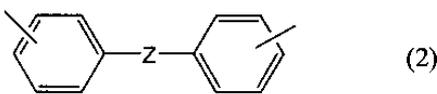
**발명을 수행하기 위한 최량의 형태**

본 발명에 있어서의 잉크젯 기록용 수계 잉크에 함유되는 염료는 상기 일반식(A)로 표시된다.

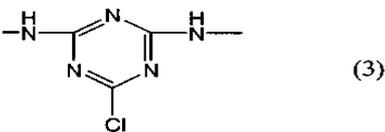
이들은 하기 일반식(1):



[식중, R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 수산기 혹은 할로젠원자를 표시하고, R<sub>2</sub> 및 R<sub>4</sub>는, 각각 독립적으로, 수소원자, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아릴기 또는 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아랄킬기이고, A는 페닐기 혹은 나프틸기이고(해당 페닐기 혹은 나프틸기는, 할로젠원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), X는 알킬렌기, 페닐렌기, 크실릴렌기, 나프틸렌기, 비페닐렌기 또는 하기 일반식(2):



(식중, Z는 -CO-, -NHCONH-, -NHCSNH- 또는 하기 화학식(3):



으로 표시됨)로 표시되는 2개의 연결기(이들 연결기는 할로젠원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨)임]로 표시되는 염료 또는 그들의 염이 바람직하다.

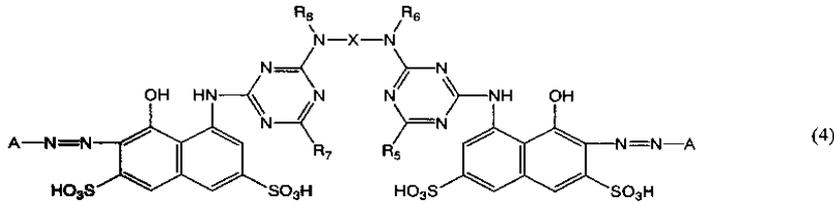
이들 일반식(A) 및 일반식(1)에 있어서, R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 수산기 혹은 할로젠원자를 표시하고, R<sub>2</sub> 및 R<sub>4</sub>는, 각각 독립적으로, 수소원자, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아릴기 또는 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아랄킬기이고, A는 페닐기 혹은 나프틸기이고(해당 페닐기 혹은 나프틸기는, 할로젠원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), X는 필요에 따라 치환되어 있어도

되는 알킬렌기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 페닐렌기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 크실틸렌기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 나프틸렌기 또는 상기 일반식(2)로 표시되는 2가의 연결기(이들 연결기는 할로겐원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨)임]이다.

상기 일반식(2)로 표시되는 2가의 연결기에 있어서, Z는 -CO-, -NHCONH-, -NHCSNH- 또는 상기 화학식(3)이다.

또, 일반식(A)에 있어서, m 및 n은 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수이고, 동일 또는 상이해도 되며, 바람직하게는 2 또는 3의 정수이다. 이들중, 일반식(1)에 있어서 m 및 n의 양쪽 모두가 2인 염료 또는 그의 염이 바람직하다.

본 발명의 수계 잉크에 함유되는 일반식(C)로 표시되는 염료에 있어서, 하기 일반식(4):



[식중, R<sub>5</sub> 및 R<sub>7</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알콕시기, 아미노기, 알킬아미노기, 수산기 혹은 할로겐원자를 표시하고, R<sub>6</sub> 및 R<sub>8</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아릴기 또는 아랄킬기이고, A는 페닐기 혹은 나프틸기이고(해당 페닐기 혹은 나프틸기는, 할로겐원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), X는 2가의 연결기]로 표시되는 염료 또는 그들의 염이 바람직하고, 보다 바람직하게는 R<sub>5</sub> 및 R<sub>7</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 알콕시기, 아미노기, 수산기 혹은 할로겐원자를 표시하고, R<sub>6</sub> 및 R<sub>8</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아릴기 또는 아랄킬기이고, A는 페닐기 혹은 나프틸기이고(해당 페닐기 혹은 나프틸기는, 할로겐원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), X는 2가의 연결기이다. X의 예로서는, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬렌기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 페닐렌기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 크실틸렌기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 나프틸렌기, 상기 일반식(5)로 표시되는 2가의 연결기(이들 연결기는 할로겐원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨) 등을 들 수 있다. 상기 일반식(5)로 표시되는 2가의 연결기에 있어서, Z는 -NHCONH-, -NHCSNH- 또는 상기 화학식(6)으로 표시되는 연결기이다.

상기 일반식(A), 일반식(1), 일반식(C), 일반식(4) 및 2가의 연결기에 있어서, 할로겐원자의 예로서는, 불소원자, 염소원자, 브롬원자, 요드원자를 들 수 있다.

또, 카르복실기 및 술폰산기는 유기기 또는 염의 형태이어도 된다. 해당 염의 예로서는, 알칼리금속, 아민 등과의 염인 카르복시산염기, 알칼리금속, 아민 등과의 염인 술폰산염기를 들 수 있다.

상기 염은 특히 제한되는 것은 아니고, 그 예로서는, 리튬원자, 나트륨원자, 칼륨원자 등의 알칼리금속염류, 암모늄염, 1급 아민, 2급아민, 3급아민 등의 유기아민염류 등을 들 수 있다.

필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기는 특히 제한되는 것은 아니고, 총탄소수가 20이하, 바람직하게는 15이하인 알킬기이다. 그 구체예로서는, 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 이소프로필기, n-부틸기, 이소부틸기, tert-부틸기 등의 알킬기, 트리플루오로메틸기, 클로로에틸기 등을 들 수 있다.

필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알콕시기는 특히 제한되는 것은 아니고, 총탄소수 20이하, 바람직하게는 15이하인 알콕시기이고, 그 구체예로서는, 메톡시기, 에톡시기, n-프로폭시기, 이소프로폭시기, n-부톡시기, 이소부톡시기, tert-부톡시기 등을 들 수 있다.

필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아랄킬기는 특히 제한되는 것은 아니고, 총탄소수 20이하, 바람직하게는 15이하인 아랄킬기이고, 그 구체예로서는, 벤질기, 페네틸기 등을 들 수 있다.

필요에 따라 치환되어 있어도 되는 아릴기는 특히 제한되는 것은 아니고, 총탄소수 20이하, 바람직하게는 15이하인 아릴기이고, 그 구체예로서는, 무치환페닐기; 클로로페닐기, 브로모페닐기, 플루오로페닐기 등의 할로겐원자치환 페닐기; 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기 등의 적어도 1개의 알킬기로 치환된 페닐기; 트리플루오로메틸기 등의 할로게노알킬기로 치환된 페닐기; 적어도 1개의 수산기, 아미노기, 카르복실기, 술폰산기 등으로 치환된 페닐기 등을 들 수 있다.

카르복시산에스테르기는 특히 제한되는 것은 아니고, 총탄소수 20이하, 바람직하게는 15이하인 카르복시산에스테르기이다. 그 구체예로서는, 메톡시카르보닐기, 에톡시카르보닐기, 프로폭시카르보닐기, 부톡시카르보닐기 등의 알콕시카르보닐기를 들 수 있다.

카르복시산아미드기는 특히 제한되는 것은 아니고, 총탄수소 20이하, 바람직하게는 15이하인 카르복시산아미드기이다. 그 구체예로서는, 아미노카르보닐기, 메틸아미노카르보닐기, 에틸아미노카르보닐기, 프로필아미노카르보닐기, 부틸아미노카르보닐기, 디메틸아미노카르보닐기, 디에틸아미노카르보닐기, 디에탄올아미노카르보닐기 등의 알킬아미노카르보닐기를 들 수 있다.

술폰산아미드기는 특히 제한되는 것은 아니고, 총탄수소 20이하, 바람직하게는 15이하인 술폰산아미드기이다. 그 구체예로서는, 아미노술폰닐기, 메틸아미노술폰닐기, 에틸아미노술폰닐기, 프로필아미노술폰닐기, 부틸아미노술폰닐기, 디메틸아미노술폰닐기, 디에틸아미노술폰닐기, 디에탄올아미노술폰닐기 등의 알킬아미노술폰닐기를 들 수 있다.

필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬렌기는, 특히 제한되는 것은 아니고, 총탄수소 20이하, 바람직하게는 15이하인 알킬렌기이다. 그 구체예로서는,  $-C_pH_{2p}$  (p는 1 내지 10의 정수임)를 들 수 있다. 이들은, 할로젠원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기, 술폰산기 등으로 치환되어 있어도 된다.

필요에 따라 치환되어 있어도 되는 페닐렌기는, 특히 제한되는 것은 아니고, 그 구체예로서는, 무치환 페닐렌기; 메틸기, 에틸기, 메톡시기, 에톡시기, 불소, 염소, 브롬, 요드 등의 알킬기 혹은 할로젠원자, 카르복실기, 술폰산기, 수산기, 아미노기 등으로 치환되어 있는 페닐렌기를 들 수 있다.

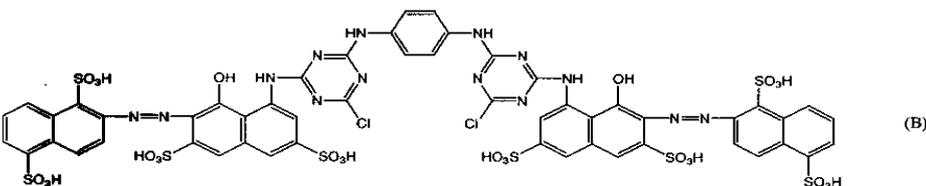
필요에 따라 치환되어 있어도 되는 크실릴렌기는, 특히 제한되는 것은 아니고, 그 구체예로서는, 무치환 크실릴렌기; 메틸기, 에틸기, 메톡시기, 에톡시기, 불소, 염소, 브롬, 요드 등의 알킬기 혹은 할로젠원자, 카르복실기, 술폰산기, 수산기, 아미노기 등으로 치환되어 있는 크실릴렌기를 들 수 있다.

필요에 따라 치환되어 있어도 되는 나프틸렌기는, 특히 제한되는 것은 아니고, 그 구체예로서는, 무치환 나프틸렌기; 메틸기, 에틸기, 메톡시기, 에톡시기, 불소, 염소, 브롬, 요드 등의 알킬기 혹은 할로젠원자, 카르복실기, 술폰산기, 수산기, 아미노기 등으로 치환되어 있는 나프틸렌기를 들 수 있다. 그런데, 2가의 연결기의 결합위치는 특히 제한되는 것은 아니고, 예를 들면, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 페닐렌기 및 크실릴렌기에 있어서, o-위치, m-위치, p-위치의 어느 위치이더라도 된다. 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 나프틸렌기에 있어서는, 1,5-위치, 2,6-위치의 어느 위치이더라도 된다.

본 발명에서 사용되는 상기 일반식(A), 일반식(1), 일반식(C) 및 일반식(4)로 표시되는 염료는, 유기산 혹은 염의 형태이더라도 된다. 이들은 어느 형태로 사용해도 된다. 염의 예로서는, 나트륨, 칼륨, 리튬 등의 알칼리금속염류; 알킬 또는 하이드록시알킬암모늄염류; 암모니아, 알킬아민 혹은 하이드록시알킬아민 등의 카르복시치환아민 등의 유기아민의 염류 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로 혹은 복수종의 염의 혼합된 화합물로서 사용해도 된다. 이들은 부분적으로 그와 같은 유리산의 형태이더라도 된다. 또한, 필요에 따라 적절하게 염교환이 실시되어 있어도 된다.

본 발명에서 사용되는 일반식(A)로 표시되는 염료 및 일반식(1)로 표시되는 바람직한 염료는, R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>의 적어도 1개가 할로젠원자이고, X가 알킬렌기, 페닐렌기, 크실릴렌기, 나프틸렌기 혹은 일반식(2)로 표시되는 2가의 연결기(이들 연결기는 할로젠원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨)인 것이다. 보다 바람직하게는, R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>의 양쪽이 할로젠원자이고, X가 페닐렌기(해당 페닐렌기는 할로젠원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨)이고, A가 나프틸기(해당 나프틸기는 할로젠원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨)인 것이다. 상기 R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>이 할로젠원자인 경우에는 내습성이 향상된다. 게다가 R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>의 할로젠원자는 OH, H 등으로 치환되어 있는 형태로 존재해도 된다.

본 발명에서 사용되는 일반식(C)로 표시되는 염료 및 일반식(4)로 표시되는 바람직한 염료는, R<sub>5</sub> 및 R<sub>7</sub>의 적어도 1개가 할로젠원자이고, X는 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬렌기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 페닐렌기, 크실릴렌기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 나프틸렌기 또는 상기 일반식(5)로 표시되는 2가의 연결기(이들 연결기는 할로젠원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨)인 것이다. 보다 바람직하게는, R<sub>5</sub> 및 R<sub>7</sub>의 양쪽이 할로젠원자이고, X는 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 페닐렌기(해당 페닐렌기는 할로젠원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨), 바람직하게는 무치환 페닐렌기이고, A는 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 나프틸기(해당 나프틸기는 할로젠원자, 수산기, 아미노기, 필요에 따라 치환되어 있어도 되는 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), 바람직하게는 술폰기를 지닌 나프틸기인 것이다. 하기 화학식(B):



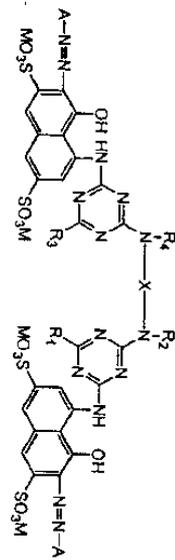
로 표시되는 염료가 특히 바람직하다.

그런데, 상기 염료를 잉크에 사용할 경우, 상기 일반식(A)로 표시되는 2종이상의 염료를 함유시켜도 된다. 2종이상의 염료가 함유되어 있을 경우, 상기 화학식(B)의 염료는 그중 하나로서 함유되어 있는 것이 특히 바람직하다. 상기와 마찬가지로 염료를 함유하는 2종이상의 염료의 혼합에 의하면, 정교한 색조를 생성하여 고품질의 잉크젯 인자를 행하는 것이 가능해진다.

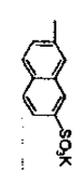
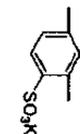
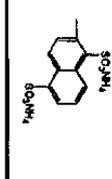
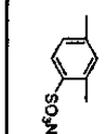
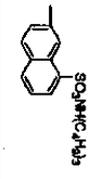
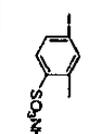
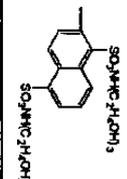
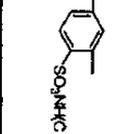
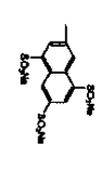
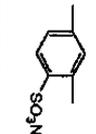
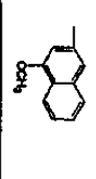
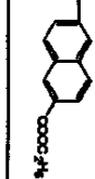
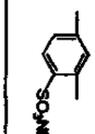
이들 염료의 구체예를 하기 표 1[구체적으로는 표 1(a) 내지 표 1(i): 이하, 간단히 "표 1"이라 표기함]에 표시하나, 이들로 한정되는 것은 아니다.

[표 1(a)]

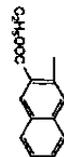
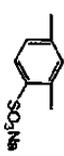
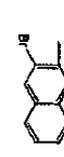
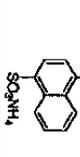
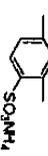
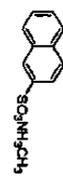
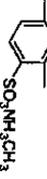
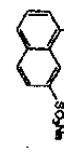
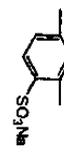
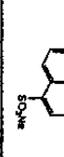
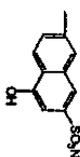
염료 번호	구조식				A	M	X
	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>			
1	Cl	H	Cl	H		Li	
2	Cl	H	Cl	H		Na	
3	Cl	H	OH	H	↓	Na	↓
4	Cl	H	OH	H		Na	↓
5	Cl	H	NH <sub>2</sub>	H		Na	↓



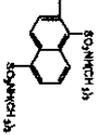
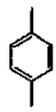
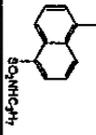
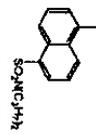
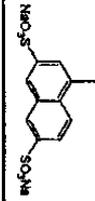
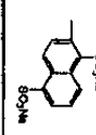
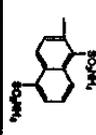
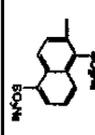
[표 1(b)]

6	Cl	H	Cl	H		K	
7	Cl	H	Cl	H		NH <sub>2</sub>	
8	Cl	H	Cl	H		NH(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OH) <sub>2</sub>	
9	Cl	H	Cl	H		NH(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OH) <sub>2</sub>	
10	Cl	H	Cl	H		Na	
11	OH	H	OH	H		Na	↓
12	OH	H	OH	H		NH <sub>2</sub>	

[표 1(c)]

13	Cl	H	Cl	H		Na	
14	Cl	CH <sub>3</sub>	Cl	H		Na	↓
15	Cl		Cl	H		NH <sub>4</sub>	
16	Cl		Cl	H		NH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	
17	Cl	CH <sub>3</sub>	OH	H		Na	
18	Cl	CH <sub>3</sub>	Cl	CH <sub>3</sub>		Na	↓
19	Cl	H	Cl	H		Na	↓

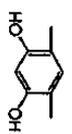
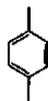
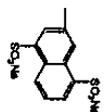
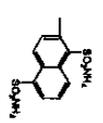
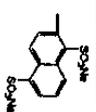
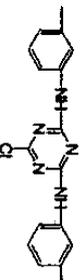
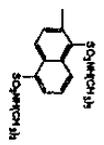
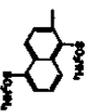
[표 1(d)]

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

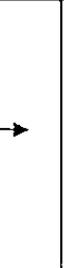
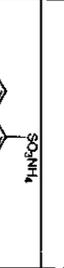
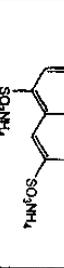
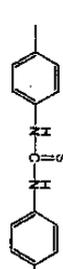
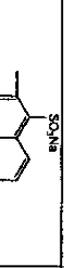
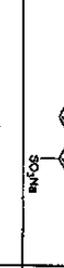
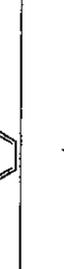
[표 1(e)]

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	

[표 1(f)]

34	Cl	H	Cl	H	↕	Na	
35	Cl	H	OH	H	↔	Na	
36	Cl	H	Cl	H		Na	↔
37	Cl	H	Cl	H		NH <sub>4</sub>	↔
38	Cl	H	Cl	H		Na	
39	Cl	H	Cl	H		NH(OH) <sub>2</sub>	↔
40	Cl	H	Cl	H		NH <sub>2</sub>	↔

[표 1(g)]

41	Cl	CH <sub>3</sub>	Cl	CH <sub>3</sub>		NH <sub>4</sub>	
42	OH	H	OH	H		NH <sub>4</sub>	
43	Cl	C <sub>6</sub> H <sub>7</sub>	Cl	C <sub>6</sub> H <sub>7</sub>		NH <sub>4</sub>	
44	Cl	H	Cl	H		NH <sub>4</sub>	
45	Cl	H	Cl	H		Na	
46	Cl	H	Cl	H		Na	
47	Cl	H	Cl	H		K	

[표 1(h)]

48	Cl	CH <sub>3</sub>	Cl	CH <sub>3</sub>		NH <sub>4</sub>	
49	OH	H	OH	H	↓	NH <sub>4</sub>	↓
50	Cl	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	Cl	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>		NH <sub>4</sub>	↓
51	Cl	H	Cl	H	↓	NH <sub>4</sub>	↓
52	Cl	H	Cl	H		Na	↓
53	Cl	H	Cl	H		Na	↓
54	Cl	H	Cl	H		K	↓

[표 1(i)]

염료 번호	구조식	염료 번호	구조식
55		58	
56		59	
57		60	

본 발명의 수계 잉크에 함유된 염료의 형성방법은 특히 제한되지 않고, 예를 들면, 유타카 호소다의 "이론제조염료화학 제 5판"(주식회사 기호도(일본국) 발행, 1968년 7월 15일)에 기재된 방법에 따라 염료를 형성할 수 있다.

예를 들면, 표 1의 염료번호 2에 대해서는, H-산의 나트륨염의 수중의 용액(pH 6 내지 6.5)을, 수중에 분산되어 있는 염화시아누르산에 0 내지 2°C에서 1시간에 걸쳐 적하하고, 얻어진 생성물을 염화나트륨에 의해 침전시킨다.

이 침전물과 아세트산나트륨을 물에 첨가하고, 2-아미노나프탈렌-1,5-디술폰산의 디아조화합물의 용액을 첨가하여 아조결합(azo coupling)(이 결합반응은 예를 들면, 유타카 호소다의 "이론제조염료화학 제 5판"에 기재된 방법에 따라 행할 수 있음)을 행한다. 반응후, 생성물을 탄산나트륨의 희석용액에 의해 중화시켜 나트륨염을 형성한다. 염화나트륨을 첨가하여 모노아조염료를 침전시킨다. 여과에 의한 분리후, 해당 모노아조염료를 물에 용해시키고, 이 용액에 0.5당량의 1,3-디아미노벤젠-6-술폰산 나트륨의 중성 수용액을 40 내지 45°C에서 첨가하여 반응을 행하였다. 이 용액을 염화나트륨의 첨가에 의해 침전시켜, 표 1의 염료번호 2를 나트륨염의 형태로 제조할 수 있다.

본 발명의 수계 잉크는, 각종 잉크, 특히, 잉크젯 기록방식의 기록액에 이용가능하다. 염료는 그와 같이 사용할 수 있다. 특히, 잉크젯 기록방식의 기록액에 사용할 경우, 염료의 제조에 사용된 출발물질, 제조중의 중간체 혹은 부산물, KCl, NaCl, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 등의 무기염류 등의 불순물을 제거 혹은 저감시켜 이들 불순물에 의한 기록장치의 분사노즐부의 막힘을 방지하는데 유리하다.

불순물의 제거 혹은 저감은, 예를 들면, 이온교환수지, 한외여과 등에 의해 행해도 되지만, 이들 방법은, 상당히 긴 시간과, 수고, 비용 등이 든다고 하는 문제점이 있다. 본 발명에 있어서의 염료의 제조방법에 의하면, 형성된 염료를 물에 용해시켜 얻어진 수용액의 pH를 9이상, 바람직하게는 10이상으로 조정함으로써, 염료의 제조에 사용된 출발물질, 제조중의 중간체 혹은 부산물 등의 염료에 함유된 불순물을 불용화시켜 여과에 의해 제거할 수 있다. 이 때, 제거효율을 증대시키기 위해 여과조제를 사용하는 것이 바람직하다. 또, 염료의 수용액과 수가용성 유기용매를 혼합하여 해당 염료를 결정화시켜 여과함으로써 해당 여과액중에서 무기염을 제거하는 것이 가능하다. 이 때, 염료를 물에 용해시킨 후, 수가용성 유기용매를 첨가해도 된다. 또는, 염료의 수용액을 수가용성 유기용매에 주입해서 결정화시켜도 된다. 염료의 제조에 사용된 출발물질, 제조중의 중간체 혹은 부산물 등을 제거하는 공정 혹은 무기염을 제거하는 공정은, 미리 행해도 된다. 바람직하게는, 무기염의 제거공정을 나중에 행한다. 이와 같이 해서 얻어진 염료에 있어서, 불순물은, 잉크를 이용할 때의 pH에서 석출되지 않는 것이 바람직하다. 무기염의 함유량은, 바람직하게는 5%이하, 보다 바람직하게는 1%이하, 특히 바람직하게는 0.5%이하이다. 따라서, 해당 염료를 이용해서 제조된 잉크의 분사노즐부부의 막힘을 억제할 수 있다.

염료의 제조 및 잉크의 제조에 사용된 물은, 특히 한정되지 않는다. 물은 무기염, 무기이온 및 불순물성분을 거의 함유하지 않는 것이 적합하다. 여과수, 탈이온수, 증류수 등이 바람직하다.

물에 염료를 용해시키는 데 사용되는 물의 양은, 염료의 용해도, 무기물질과 유기물질의 함유량에 따라 다르나, 통상, 염료 1중량부에 대해서 1 내지 100중량부이다. 용해는 통상 실온에서 행하지만, 염료의 농도가 높거나 용해도가 낮을 경우에는, 가열에 의해 용해시킬 수 있다. 이 경우의 가열온도에 대해서는, 염료가 분해되지 않는 온도에서 가열을 행하는 것이 바람직하다. pH의 조정시에, 산으로서, 예를 들면, 아세트산, 염산, 황산, 질산 등을 이용할 수 있고, 염기로서는, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 암모니아수, 테트라메틸암모늄하이드록사이드, 테트라부틸암모늄하이드록사이드 등을 이용할 수 있으나, 기타 다른 물질도 특히 문제는 없다.

사용되는 여과조제는 특히 한정되지 않고, 예를 들면, 규조토, 톱밥, 석면, 종이펄프, 활성탄, 셀라이트, 탱크 등을 들 수 있다.

무기염의 제거에 사용되는 수가용성 유기용매의 양은, 염료수용액의 농도, 염료의 용해도, 염료중의 불순물의 함유량에 따라 다르고, 또한, 제조후 소망의 염료중의 불순물의 함유량에 따라 서로 다르지만, 통상, 염료 1중량부에 대해서 1 내지 100중량부이다. 염료의 용해도가 낮은 수가용성 유기용매가 바람직하다. 그 예로서는, 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 1,3-프로판디올, 글리세린, 디오글리콜 등의 다가알콜류; 에틸렌글리콜모노에틸에테르, 에틸렌글리콜모노부틸에테르, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르, 디프로필렌글리콜모노에틸에테르, 트리에틸렌글리콜모노메틸에테르 등의 다가알콜에테르류; 아세톤, 메틸에틸케톤 등의 케톤류; N,N-디메틸포름아미드, N,N-디에틸포름아미드, N,N-디메틸아세트아미드 등의 아미드류; 2-피롤리돈, N-메틸-2-피롤리돈, N-비닐-2-피롤리돈, 1,3-디메틸-2-아미다졸리딘 등의 질소함유 화합물; 테트라하이드로퓨란, 디옥산 등의 에테르류; 메탄올, 에탄올, 1-프로판올, 2-프로판올, 1-부탄올, 2-부탄올 등의 알콜류 등을 들 수 있고, 바람직하게는 알콜류, 다가알콜류, 케톤류를 들 수 있다. 이들 수가용성 유기용매는, 단독으로 혹은 조합해서 사용해도 된다.

또, 염료를 결정화해서 무기염을 제거할 때 낮은 결정화도를 지닌 염료에 대해서는, 정제후의 염료의 특성이 저하되지 않는 한 결정화의 촉진을 고려해서 첨가제를 첨가해도 된다.

본 발명에 있어서의 수계 잉크의 주성분은 염료와 물이다. 잉크의 건조를 방지하고, 염료의 용해도를 향상시키기 위해, 유기용매를 필요에 따라 병합한다. 일반식(A), 일반식(1), 일반식(C) 및 일반식(4)로 표시되는 염료를 단독으로 혹은 각각 조합해서 사용해도 된다. 그 사용량은, 용도, 목적, 염료의 종류, 잉크조성, 잉크의 인자농도 및 불순물의 양에 따라 다르며, 바람직하게는 전체 수계 잉크에 의거해서, 0.5 내지 20중량%, 특히 바람직하게는 1 내지 10중량%이고, 유기용매는, 바람직하게는 0 내지 80중량%이다.

또한, 잉크의 색조를 조정하고, 기타 특성을 향상시키기 위해, 잉크의 특성을 저해하지 않는 한 유화액 또는 미세분산액중에 형성된 공지의 염료 혹은 안료를 첨가하는 것도 가능하다.

본 발명의 수계 잉크에 병합되는 수가용성 유기용매의 예로서는, 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 1,3-프로판디올, 글리세린, 디오글리콜 등의 다가알콜류; 에틸렌글리콜모노에틸에테르, 에틸렌글리콜모노부틸에테르, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르, 디프로필렌글리콜모노에틸에테르, 트리에틸렌글리콜모노메틸에테르 등의 다가알콜에테르류; 아세톤, 메틸에틸케톤 등의 케톤류; N,N-디메틸포름아미드, N,N-디에틸포름아미드, N,N-디메틸아세트아미드 등의 아미드류; 2-피롤리돈, N-메틸-2-피롤리돈, N-비닐-2-피롤리돈, 1,3-디메틸-2-아미다졸리딘 등의 질소함유 화합물; 테트라하이드로퓨란, 디옥산 등의 에테르류; 메탄올, 에탄올, 1-프로판올, 2-프로판올, 1-부탄올, 2-부탄올 등의 알콜류 등을 들 수 있고, 이들 수가용성 유기용매는, 단독으로 혹은 조합해서 사용해도 되며, 그 함유량은 0 내지 80중량%, 바람직하게는 5 내지 50중량%이다.

또, 잉크의 특성(예를 들면, 내습성)을 개량하기 위해서, 잉크의 pH는 8이상이 바람직하다.

또한, 내습성을 개량하기 위해, 암모니아 등의 아민류, 트리에탄올아민 등의 하이드록시아민류 등을 조합해서 사용하는 것을 권장할 만하다. 그 함유량은, 잉크에 대해서 바람직하게는 0.001 내지 10중량%이다. 그 밖에, 이들 아민류는, 염료와 카운터이온을 형성시켜 이용해도 된다.

또, 본 발명에 있어서의 염료를 함유하는 잉크에는, 요소, 티오요소, 뷰렛, 세미카바마이드 또는 그 유도체를 조합해서 사용해도 되며, 그 함유량은 수계 잉크에 대해서 0.1 내지 15중량%가 바람직하다.

또한, 지금까지 이용된 각종 첨가제를 필요에 따라 본 발명의 수계 잉크에 첨가할 수 있다. 그 예로서는, 자외선흡수제, 산화방지제, 킬레이트제, 수가용성 폴리머, 마스크제, 방청제, 부식제, 점도조정제, 계면활성제, 표면장력조정제, pH조정제, 비저항조정제, 근적외선흡수제, 침투제 등을 들 수 있다.

본 발명의 수계 잉크는, 염료를, 물, 유기용매, 그리고 필요에 따라 상기 첨가제에 용해시켜 제조한다. 이와 같이 제조된 수계 잉크는, 잉크젯 기록방식의 잉크로서의 기록특성, 보존안정성, 기록매체에의 정착성, 기록화상의 선명성, 내광성, 내습성 등이 우수하다. 특히 잉크젯 기록방식의 기록액으로서 유용하며, 또한, 볼펜, 펠트팁(felt tipped)펜, 만년필 등의 필기구의 잉크로서도 이용된다.

**실시예**

이하, 본 발명을 각종 실시예에 의해 보다 구체적으로 설명하나, 본 발명은 이하의 실시예로 한정되는 것은 아니다. 또, "부"는 중량부를 의미한다.

**실시예 1**

<염료의 제조>

증류수 20부에 표 1의 염료번호 46을 5부 용해시키고, 이 염료수용액을 이소프로필알콜 10부에 주입해서 해당 염료를 결정화시켰다. 해당 혼합물을 여과하고 건조하여 표 1의 염료번호 46의 정제물 3부를 얻었다. 이 염료의 분석치를 하기 표 2에 표시한다. 그 결과, NaCl 등의 무기염의 함유량이 감소되었고, 이용가능한 염료가 간단한 제조 및 정제방법에 의해 형성되었다.

**[표 2]**

	NaCl의 함유량(%)
정제전의 표 1의 염료번호 46	15.5
정제후의 표 1의 염료번호 46	0.8

<잉크의 제조>

하기 표시된 조성에 따라, 각 화합물을 혼합하고 용해시켜 얻어진 혼합물을, 구멍직경 0.45 $\mu$ m의 테플론필터에 의해 여과해서 잉크를 제조하였다.

<잉크의 조성>

정제후의 표 1의 염료번호 46 3부

디에틸렌글리콜 30부

N-메틸-2-피롤리돈 10부

탈이온수 57부

<특성평가>

상기에서 제조한 잉크를 사용해서, 피에조형 잉크젯 프린터용의 잉크 카트리지에 충전시키고, 해당 프린터에 의해 인자 및 화상기록을 행하였다. 시험은 이하의 항목에 대해 행하였다. 그 결과는 양호, 즉, (A) 화상평가; ◎, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; ○ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ○였다.

한편, 제조전의 무기염을 다량 함유하는 염료를 이용해서 마찬가지로 잉크를 제조하고, 마찬가지로 평가를 행하였다. 그 결과, (A) 화상평가; ○, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; △ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ×였다.

또, 본 출원의 간단한 방법에 의해 무기염을 저감시킨 염료를 함유하는 잉크는, 특히 잉크젯 기록액에 이용된 경우, 잉크의 보존안정성 및 프린터 노즐로부터의 분사안정성이 우수하였다.

또한, 각 시험항목의 평가기준은 다음과 같다.

(A) 화상평가

보통지에 화상을 형성하고, 얼룩상태를 육안으로 관찰하여 평가하였다.

[평가기준]

얼룩이 관찰되지 않음 ; ◎

얼룩이 약간 관찰되었으나 화상에 영향이 없음 ; ○

얼룩이 현저하게 관찰됨 ; ×

(B) 내습성의 평가

화상이 기록된 보통지를, 일정기간동안 40℃, 습도 85%의 조건하에 방치하고, 그 기록화상의 상태를 육안으로 관찰하여 내습성의 평가를 행하였다.

[평가기준]

상기 보통지를 48시간 방치한 후에도 화상의 변화가 없음 ; ◎

상기 보통지를 24시간 방치한 후 화상의 변화가 없으나, 48시간 방치한 후에는 기록화상의 가장자리부분에서 색소가 비어져 나옴 ; ○

상기 보통지를 24시간 방치한 후에 기록화상의 가장자리부분에서 색소가 비어져 나옴 ; ×

(C) 내광성의 평가

크세노페이드메터(일본국 스가 시켄키사 제품)와 반사농도계(멕베드사 제품)를 사용해서 인쇄부에 100시간 광을 조사하기 전후의 인쇄농도(OD값)를 측정하였다. OD와 비교해서 내광성을 평가하였다.

$OD = (\text{조사후의 OD값}) / (\text{조사전의 OD값}) \times 100(\%)$

[평가기준]

OD가 100% 내지 80% ; ◎

OD가 80%미만 내지 70% ; ○

OD가 70%미만 내지 50% ; △

OD가 50%미만 ; ×

(D) 잉크의 보존안정성의 평가

40℃에서 보존후의 잉크의 상태를 육안으로 관찰하였다.

[평가기준]

3개월후 불용물이 없음 ; ◎

불용물이 1개월후에는 없고, 3개월후에는 나타나지만, 사용에는 문제없음

; ○

불용물이 1개월후에 나타나지만 사용에는 문제없으나, 3개월후에 불용물이 나타나 사용에 문제있음 ; △

1개월후에 불용물이 나타나 사용에 문제있음 ; ×

(E) 프린터 노즐의 상태평가

피에조형 잉크젯 프린터에 의한 인쇄후, 노즐의 상태를 육안으로 관찰하였다.

[평가기준]

정상 ; ○

부착물이 약간 관찰되었으나, 사용에 문제없음 ; △

부착물이 관찰되어 사용에 문제있음 ; ×

실시예 2

<염료의 제조>

중류수 20부에 표 1의 염료번호 30을 5부 용해시키고, 이 염료수용액을 아세톤 10부에 주입해서 해당 염료를 결정화시켰다. 해당 혼합물을 여과하고 건조하여 표 1의 염료번호 30의 정제물 3부를 얻었다. 이 염료의 분석치를 하기 표 3에 표시한다. 그 결과, NaCl 등의 무기염의 함유량이 감소되었고, 이용가능한 염료가 간단한 제조 및 정제방법에 의해 형성되었다.

[표 3]

	NaCl의 함유량(%)
정제전의 표 1의 염료번호 30	10.4
정제후의 표 1의 염료번호 30	0.5

<잉크의 제조>

하기 표시된 조성에 따라, 각 화합물을 혼합하고 용해시켜 얻어진 혼합물을, 구멍직경 0.45 $\mu$ m의 테플론필터에 의해 여과해서 잉크를 제조하였다.

<잉크의 조성>

정제후의 표 1의 염료번호 30 3부

트리에틸렌글리콜 1부

디에틸렌글리콜 30부

N-메틸-2-피롤리돈 10부

탈이온수 56부

<특성평가>

상기 잉크를 사용해서, 실시예 1에 기재한 방법에 의해 특성평가를 행하였다. 그 결과, 양호, 즉, (A) 화상평가; ◎, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; ○ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ○였다.

한편, 제조전의 무기염을 다량 함유하는 염료를 이용해서 마찬가지로 잉크를 제조하고, 마찬가지로 평가를 행하였다. 그 결과, (A) 화상평가; ○, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; △ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ×였다.

또, 본 출원의 간단한 방법에 의해 무기염을 저감시킨 염료를 함유하는 잉크는, 특히 잉크젯 기록액에 이용된 경우, 잉크의 보존안정성 및 프린터 노즐로부터의 분사안정성이 우수하였다.

실시예 3 내지 37

상기 표 1에 사용된 염료를 이용해서 실시예 1에 기재된 방법에 의해 염료의 제조 및 잉크의 제조를 행하고, 그 결과를 하기 표 4에 표시한다.

[표 4]

실시예 번호	염료 번호	특성				
		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	◎	◎	◎	○	○

실시예 38

<염료의 제조>

증류수 20부에 표 1의 염료번호 46을 5부 용해시키고, 이 염료수용액을 교반하면서, pH가 10에 이를 때까지 10%수산화나트륨수용액을 첨가하였다. 해당 용액을 1시간 교반한 후, 활성탄 2부를 첨가하고, 또, 1시간 교반을 행하였다. 이어서, 얻어진 혼합물을 여과지 번호 5C로 여과하고, 여과액을 이소프로필알콜 10부에 주입해서 해당 염료를 결정화시켰다. 해당 혼합물을 여과하고 건조하여 표 1의 염료번호 46의 정제물 3부를 얻었다. 이 염료의 분석치를 하기 표 5에 표시한다. 그 결과, NaCl 등의 무기염의 함유량이 감소되었고, 해당 염료의 제조에 이용된 출발물질, 제조중에 형성된 중간체 혹은 부산물 등의 불순물도 제거되었다. 이와 같이 해서, 이용가능한 염료가 간단한 제조 및 정제방법에 의해 형성되었다.

[표 5]

	NaCl의 함유량(%)
정제전의 표 1의 염료번호 46	15.5
정제후의 표 1의 염료번호 46	0.7

<잉크의 제조>

하기 표시된 조성에 따라, 각 화합물을 혼합하고 용해시켜 얻어진 혼합물을, 구멍직경 0.45 $\mu$ m의 테플론필터에 의해 여과해서 잉크를 제조하였다.

<잉크의 조성>

정제후의 표 1의 염료번호 46 3부

디에틸렌글리콜 30부

N-메틸-2-피롤리돈 10부

탈이온수 57부

<특성평가>

상기에서 제조한 잉크를 사용해서, 실시예 1에 기재한 방법에 의해 특성평가를 행한 결과, 양호, 즉, (A) 화상평가; ◎, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; ◎ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ○였다.

한편, 제조전의 출발물질, 중간체, 부산물 및 무기염을 다량 함유하는 염료를 이용해서 마찬가지로 잉크를 제조하고, 마찬가지로 평가를 행하였다. 그 결과, (A) 화상평가; ○, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; △ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ×였다.

또, 본 출원의 간단한 방법에 의해 제조된 염료를 함유하는 잉크는, 특히 잉크젯 기록액에 이용된 경우, 잉크의 보존안정성 및 프린터 노즐로부터의 분사안정성이 우수하였다.

실시예 39

<염료의 제조>

증류수 20부에 표 1의 염료번호 46을 5부 용해시키고, 이 염료수용액을 교반하면서, pH가 10에 이를 때까지 10%수산화나트륨수용액을 첨가하였다. 해당 용액을 1시간 교반한 후, 셀라이트 2부를 첨가하고, 또, 1시간 교반을 행하였다. 이어서, 얻어진 혼합물을 여과지 번호 5C로 여과하고, 여과액을 이소프로필알콜 10부에 주입해서 해당 염료를 결정화시켰다. 해당 혼합물을 여과하고 건조하여 표 1의 염료번호 46의 정제물 3부를 얻었다. 이 염료의 분석치를 하기 표 6에 표시한다. 그 결과, NaCl 등의 무기염의 함유량이 감소되었고, 해당 염료의 제조에 이용된 출발물질, 제조중에 형성된 중간체 혹은 부산물 등의 불순물도 제거되었다. 이와 같이 해서, 이용가능한 염료가 간단한 제조 및 정제방법에 의해 형성되었다.

[표 6]

	NaCl의 함유량(%)
정제전의 표 1의 염료번호 46	15.5
정제후의 표 1의 염료번호 46	0.6

<잉크의 제조>

하기 표시된 조성에 따라, 각 화합물을 혼합하고 용해시켜 얻어진 혼합물을, 구멍직경 0.45 $\mu$ m의 테플론필터에 의해 여과해서 잉크를 제조하였다.

<잉크의 조성>

정제후의 표 1의 염료번호 46 3부

디에틸렌글리콜 30부

N-메틸-2-피롤리돈 10부

탈이온수 57부

<특성평가>

상기에서 제조한 잉크를 사용해서, 실시예 1에 기재한 방법에 의해 특성평가를 행한 결과, 양호, 즉, (A) 화상평가; ◎, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; ◎ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ○였다.

한편, 제조전의 출발물질, 중간체, 부산물 및 무기염을 다량 함유하는 염료를 이용해서 마찬가지로 잉크를 제조하고, 마찬가지로 평가를 행하였다. 그 결과, (A) 화상평가; ○, (B) 내습성 평가; ○, (C) 내광성 평가; ○, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; △ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ×였다.

또, 본 출원의 간단한 방법에 의해 제조된 염료를 함유하는 잉크는, 특히 잉크젯 기록액에 이용된 경우, 잉크의 보존안정성 및 프린터 노즐로부터의 분사안정성이 우수하였다.

**실시예 40**

<염료의 제조>

증류수 20부에 표 1의 염료번호 30을 5부 용해시키고, 이 염료수용액을 교반하면서, pH가 10에 이를 때까지 10%수산화나트륨수용액을 첨가하였다. 해당 용액을 1시간 교반한 후, 규조토 2부를 첨가하고, 또, 1시간 교반을 행하였다. 이어서, 얻어진 혼합물을 여과지 번호 5C로 여과하고, 여과액을 아세톤 10부에 주입해서 해당 염료를 결정화시켰다. 해당 혼합물을 여과하고 건조하여 표 1의 염료번호 30의 정제물 3부를 얻었다. 이 염료의 분석치를 하기 표 7에 표시한다. 그 결과, NaCl 등의 무기염의 함유량이 감소되었고, 해당 염료의 제조에 이용된 출발물질, 제조중에 형성된 중간체 혹은 부산물 등의 불순물도 제거되었다. 이와 같이 해서, 이용가능한 염료가 간단한 제조 및 정제방법에 의해 형성되었다.

[ 표 7 ]

	NaCl의 함유량(%)
정제전의 표 1의 염료번호 30	10.4
정제후의 표 1의 염료번호 30	0.5

<잉크의 제조>

하기 표시된 구성에 따라, 각 화합물을 혼합하고 용해시켜 얻어진 혼합물을, 구멍직경 0.45 $\mu$ m의 테플론필터에 의해 여과해서 잉크를 제조하였다.

<잉크의 조성>

정제후의 표 1의 염료번호 30 3부

트리에틸아민 1부

디에틸렌글리콜 30부

N-메틸-2-피롤리돈 10부

탈이온수 56부

<특성평가>

상기에서 제조한 잉크를 사용해서, 실시예 1에 기재한 방법에 의해 특성평가를 행한 결과, 양호, 즉, (A) 화상평가; ○, (B) 내습성 평가; ○, (C) 내광성 평가; ○, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; ○ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ○였다.

한편, 제조전의 출발물질, 중간체, 부산물 및 무기염을 다량 함유하는 염료를 이용해서 마찬가지로 잉크를 제조하고, 마찬가지로 평가를 행하였다. 그 결과, (A) 화상평가; ○, (B) 내습성 평가; ○, (C) 내광성 평가; ○, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; △ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ×였다.

또, 본 출원의 간단한 방법에 의해 제조된 염료를 함유하는 잉크는, 특히 잉크젯 기록액에 이용된 경우, 잉크의 보존안정성 및 프린터 노즐로부터의 분사안정성이 우수하였다.

**실시예 41**

<염료의 제조>

증류수 20부에 표 1의 염료번호 30을 5부 용해시키고, 이 염료수용액을 교반하면서, pH가 10에 이를 때까지 10%수산화나트륨수용액을 첨가하였다. 해당 용액을 1시간 교반한 후, 규조토 2부를 첨가하고, 또, 1시간 교반을 행하였다. 이어서, 얻어진 혼합물을 여과지 번호 5C로 여과하여, 농도가 거의 20%인 염료수용액을 얻었다. 그 결과, 해당 염료의 제조에 이용된 출발물질, 제조중에 형성된 중간체 혹은 부산물 등의 불순물도 제거되었다. 이와 같이 해서, 이용가능한 염료가 간단한 제조 및 정제방법에 의해 형성되었다.

<잉크의 제조>

하기 표시된 조성에 따라, 각 화합물을 혼합하고 용해시켜 얻어진 혼합물을, 구멍직경 0.45 $\mu$ m의 테플론필터에 의해 여과해서 잉크를 제조하였다.

<잉크의 조성>

정제후의 표 1의 염료번호 30의 20%수용액 15부

트리에틸아민 1부

디에틸렌글리콜 30부

N-메틸-2-피롤리돈 10부

탈이온수 44부

<특성평가>

상기에서 제조한 잉크를 사용해서, 실시예 1에 기재한 방법에 의해 특성평가를 행한 결과, 양호, 즉, (A) 화상평가; ◎, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; ○ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ○였다.

한편, 제조전의 출발물질, 중간체, 부산물 및 무기염을 다량 함유하는 염료를 이용해서 마찬가지로 잉크를 제조하고, 마찬가지로 평가를 행하였다. 그 결과, (A) 화상평가; ○, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; △ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ×였다.

또, 본 출원의 간단한 방법에 의해 제조된 염료를 함유하는 잉크는, 특히 잉크젯 기록액에 이용된 경우, 잉크의 보존안정성 및 프린터 노즐로부터의 분사안정성이 우수하였다.

실시예 42 내지 70

상기 표 1에 사용된 염료를 이용해서 실시예 38에 기재된 방법에 의해 염료의 제조 및 잉크의 제조를 행하고, 그 결과를 하기 표 8에 표시한다.

[표 8]

실시예 번호	염료 번호	특성				
		A	B	C	D	E
42	1	◎	◎	◎	◎	○
43	2	◎	◎	◎	◎	○
44	3	◎	◎	◎	◎	○
45	4	◎	○	◎	◎	○
46	5	◎	○	◎	◎	○
47	7	◎	◎	◎	◎	○
48	8	◎	◎	◎	◎	○
49	9	◎	◎	◎	◎	○
50	10	◎	◎	◎	◎	○
51	11	◎	○	◎	◎	○
52	12	◎	○	◎	◎	○
53	14	◎	◎	◎	◎	○
54	16	◎	◎	◎	◎	○
55	20	◎	◎	◎	◎	○
56	25	◎	◎	◎	◎	○
57	28	◎	◎	◎	◎	○
58	29	◎	◎	◎	◎	○
59	31	◎	◎	◎	◎	○
60	32	◎	◎	◎	◎	○
61	33	◎	◎	◎	◎	○
62	35	◎	○	◎	◎	○
63	36	◎	◎	◎	◎	○
64	37	◎	◎	◎	◎	○

65	38	◎	◎	◎	◎	○
66	39	◎	◎	◎	◎	○
67	40	◎	◎	◎	◎	○
68	42	◎	○	◎	◎	○
69	43	◎	◎	◎	◎	○
70	45	◎	◎	◎	◎	○

**실시예 71**

<잉크의 제조>

실시에 1의 방법에 따른 정제후의 표 1의 염료번호 46과 실시예 2의 방법에 따른 정제후의 표 1의 염료번호 30을 이용해서 하기 표시된 조성에 따라, 각 화합물을 혼합하고 용해시켜 얻어진 혼합물을, 구멍직경 0.45 $\mu$ m의 테플론필터에 의해 여과해서 잉크를 제조하였다.

<잉크의 조성>

정제후의 표 1의 염료번호 46 1.5부

정제후의 표 1의 염료번호 30 1.5부

디에틸렌글리콜 30부

N-메틸-2-피롤리돈 10부

탈이온수 57부

<특성평가>

상기에서 제조한 잉크를 사용해서, 실시예 1에 기재한 방법에 의해 특성평가를 행한 결과, 양호, 즉, (A) 화상평가; ◎, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; ○ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ○였다.

한편, 제조전 무기염을 다량 함유하는 정제전의 표 1의 염료번호 30 및 염료번호 46을 이용한 이외에는 상기와 마찬가지로 잉크를 제조하고, 마찬가지로 평가를 행하였다. 그 결과, (A) 화상평가; ○, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; △ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ×였다.

또, 본 발명의 간단한 방법에 의해 불순물이 감소된 염료를 함유하는 잉크는, 특히 잉크젯 기록액에 이용된 경우, 잉크의 보존안정성 및 프린터 노즐로부터의 분사안정성이 우수하였다.

또한, JIS Z-8729에 따라 색조의 평가를 행한 결과, 해당 잉크는, 표 1의 염료번호 46 혹은 30 단독으로 이루어진 잉크에 비해서 정교하게 다른 색조를 지녔다.

**실시예 72**

<잉크의 제조>

실시에 39의 방법에 따른 정제후의 표 1의 염료번호 46과 실시예 40의 방법에 따른 정제후의 표 1의 염료번호 30을 이용해서 하기 표시된 조성에 따라, 각 화합물을 혼합하고 용해시켜 얻어진 혼합물을, 구멍직경 0.45 $\mu$ m의 테플론필터에 의해 여과해서 잉크를 제조하였다.

<잉크의 조성>

정제후의 표 1의 염료번호 46 1.5부

정제후의 표 1의 염료번호 30 1.5부

디에틸렌글리콜 30부

N-메틸-2-피롤리돈 10부

탈이온수 57부

<특성평가>

상기에서 제조한 잉크를 사용해서, 실시예 1에 기재한 방법에 의해 특성평가를 행한 결과, 양호, 즉, (A) 화상평가; ◎, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; ◎ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ○였다.

한편, 제조전 무기염을 다량 함유하는 정제전의 표 1의 염료번호 30 및 염료번호 46을 이용한 이외에는 상기 조성에 따라 혼합된 염료를 이용해서 상기와 마찬가지로 잉크를 제조하고, 마찬가지로 평가를 행하였다. 그 결과, (A) 화상평가; ○, (B) 내습성 평가; ◎, (C) 내광성 평가; ◎, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; △ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; ×였다.

또, 본 발명의 간단한 방법에 의해 제조된 염료를 함유하는 잉크는, 특히 잉크젯 기록액에 이용된 경우, 잉크의 보존안정성 및 프린터 노즐로부터의 분사안정성이 우수하였다.

또한, JIS Z-8729에 따라 색조의 평가를 행한 결과, 해당 잉크는, 표 1의 염료번호 46 혹은 30 단독으로 이루어진 잉크에 비해서 정교하게 다른 색조를 지녔다.

비교예 1

<유기용매에 의한 염료의 제조>

표 1의 염료번호 46을 이용해서 무기염제거법에 따라 유기용매중에 용해시켰다. 이와 같이 해서, 무기염 등의 저감법에 의해 염료를 제조하였다. N,N-디메틸포름아미드 50부에 표 1의 염료번호 46을 5부 첨가하였으나, 해당 염료는 용해되지 않았다. 분산된 상태에 있는 해당 염료를 여과에 의해 분리하여 건조하였다. 이 염료의 분석치를 하기 표 10에 표시한다. 그 결과, NaCl 등의 무기염의 함유량이 감소되지 않았고, 또한, 염료의 제조에 이용된 출발물질, 제조중의 중간체 혹은 부산물 등의 불순물도 저감될 수 없었다. 따라서, 해당 염료는 본 발명의 간단한 방법에 의해 제조될 수 없었다.

[표 10]

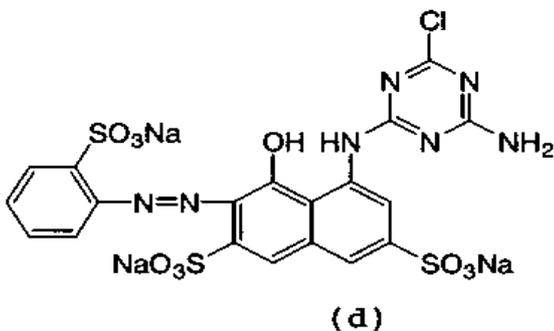
	NaCl의 함유량(%)
정제전의 표 1의 염료번호 46	15.5
정제후의 표 1의 염료번호 46	15.4

또한, 다른 유기용매를 이용해서 용해시험을 행하였으나, N,N-디메틸포름아미드를 이용한 경우와 마찬가지로 염료는 용해되지 않았다. 그 이유는, 염료가 물에 대한 용해도는 높지만 유기용매에 대한 용해도는 거의 없는 특성을 지니기 때문이다. 따라서, 일반적인 방법인 염료를 유기용매중에 용해시켜 무기염을 제거하는 방법에 의한 제조는 불가능하였다.

비교예 2

<유기용매에 의한 염료의 제조>

N,N-디메틸포름아미드 50부에 하기 화학식(d):



로 표시되는 염료 5부를 첨가하여 용해시키고 나서, 불용물을 여과에 의해 분리하고, 여과액을 건조하였다. 그 결과, 유기용매에 의해 정제된 염료 2부가 얻어졌다. 해당 염료의 분석치를 하기 표 11에 표시한다. 그 결과, NaCl 등의 무기염의 함유량이 감소되었다.

[표 11]

	NaCl의 함유량(%)
--	--------------

정제전의 화학식(d)의 염료	20.5
정제후의 화학식(d)의 염료	3.5

상기와 같이 해서 정제한 후의 화학식(d)의 염료 5부를 이용해서 실시예 1에 있어서의 잉크의 제조방법에 따라 잉크를 제조하고, 그 특성평가를 마찬가지로 행한 결과, 본 발명의 수계 잉크에 비해서 극히 불량, 즉, (A) 화상평가; ○, (B) 내습성 평가; ×, (C) 내광성 평가; △, (D) 잉크의 보존안정성의 평가; ○ 및 (E) 프린터 노즐의 상태평가; △였다.

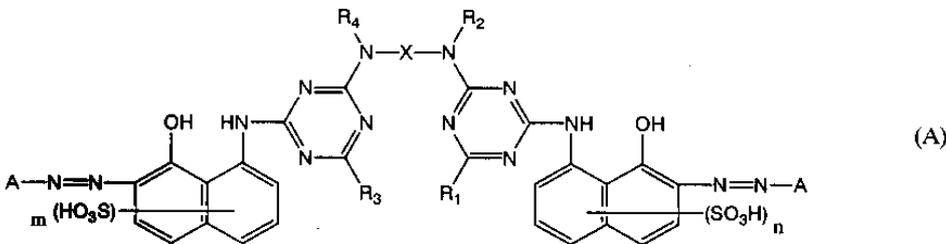
**산업상 이용 가능성**

본 발명의 간단한 방법에 의해 제조된 염료를 함유하는 수계 잉크는, 내광성, 내습성 및 보존안정성이 우수하다. 이 잉크를 잉크젯 기록방식의 기록액에 이용할 경우, 무기염의 함유량이 최소화되고, 제조중에 형성된 중간체나 부산물 등의 불순물도 저감되는 점에서 중요하다. 이들은, 본 발명의 방법에 의해 간단하고 효율적으로 얻을 수 있다. 따라서, 수계 잉크는, 프린터 헤드의 막힘이 제거되고, 번짐없는 고품위의 화상의 형성이 가능하며, 기록된 화상도 내광성, 내습성 및 보존안정성에 있어서 우수한 특성을 지닌다.

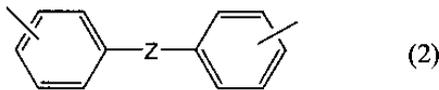
**(57) 청구의 범위**

**청구항 1.**

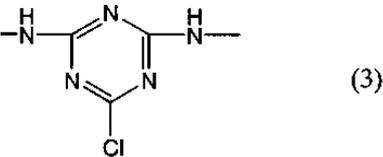
색소 및 수성 매체를 주성분으로서 함유하는 잉크젯 기록용 수계 잉크에 있어서, 색소로서 하기 일반식(A):



[식중, R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 수산기 혹은 할로젠원자를 표시하고, R<sub>2</sub> 및 R<sub>4</sub>는, 각각 독립적으로, 수소원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 아릴기 또는 치환 또는 무치환의 아랄킬기이고, A는 페닐기 혹은 나프틸기이고(해당 페닐기 혹은 나프틸기는, 할로젠원자, 수산기, 아미노기, 치환 또는 무치환의 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), X는 알킬렌기, 페닐렌기, 크실릴렌기, 나프틸렌기, 비페닐렌기 또는 하기 일반식(2):



(식중, Z는 -CO-, -NHCONH-, -NHCSNH- 또는 하기 화학식(3):



으로 표시됨)로 표시되는 2가의 연결기(이들 연결기는 할로젠원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨)이고, m 및 n은 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수임]로 표시되는 염료, 또는 그들의 알칼리금속염, 알킬암모늄염, 하이드록시알킬암모늄염, 암모니아염 혹은 유기아민염을 함유하는 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

**청구항 2.**

제 1항에 있어서, 상기 일반식(A)에 있어서, R<sub>1</sub> 및 R<sub>3</sub>의 적어도 1개가 할로젠원자인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

청구항 3.

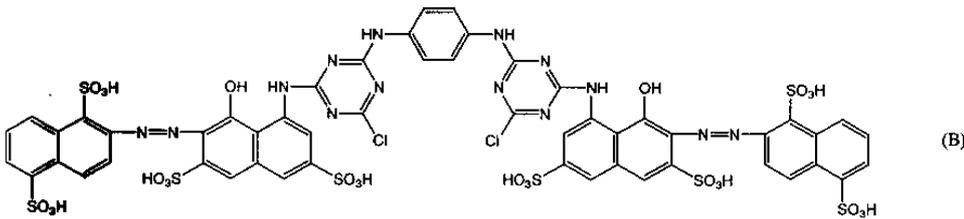
제 1항 또는 제 2항에 있어서, 상기 일반식(A)에 있어서, X가 치환 또는 무치환의 페닐렌기인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

청구항 4.

제 1항 또는 제 2항에 있어서, 상기 일반식(A)에 있어서, A가 나프틸기(해당 나프틸기는, 할로젠원자, 수산기, 아미노기, 치환 또는 무치환의 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨)인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

청구항 5.

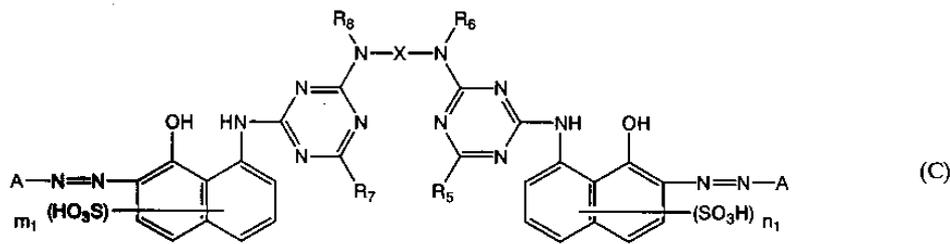
제 1항에 있어서, 상기 염료가 하기 화학식(B):



로 표시되는 염료, 또는 그의 알칼리금속염, 알킬암모늄염, 하이드록시알킬암모늄염, 암모니아염 혹은 유기아민염인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

청구항 6.

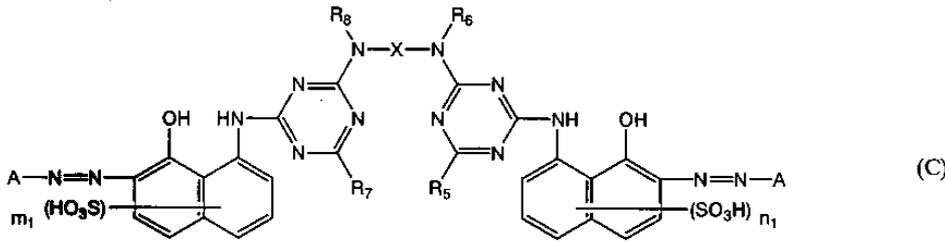
제 5항에 의한 화학식(B)로 표시되는 염료와, 하기 일반식(C):



[식중, R<sub>5</sub> 및 R<sub>7</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 알콕시기, 아미노기, 알킬아미노기, 수산기 또는 할로젠원자이고, R<sub>6</sub> 및 R<sub>8</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 아릴기 또는 아랄킬기이고, A는 페닐기 혹은 나프틸기이고(해당 페닐기 혹은 나프틸기는, 할로젠원자, 수산기, 아미노기, 치환 또는 무치환의 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), X는 2가의 연결기이고, m<sub>1</sub> 및 n<sub>1</sub>은 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수임]로 표시되는 다른 염료, 또는 그들의 알칼리금속염, 알킬암모늄염, 하이드록시알킬암모늄염, 암모니아염 혹은 유기아민염을 함유하는 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

청구항 7.

하기 일반식(C):



[식중, R<sub>5</sub> 및 R<sub>7</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 알콕시기, 아미노기, 알킬아미노기, 수산기 또는 할로겐원자이고, R<sub>6</sub> 및 R<sub>8</sub>은, 각각 독립적으로, 수소원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 아릴기 또는 아랄킬기이고, A는 페닐기 혹은 나프틸기이고(해당 페닐기 혹은 나프틸기는, 할로겐원자, 수산기, 아미노기, 치환 또는 무치환의 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨), X는 2가의 연결기이고, m<sub>1</sub> 및 n<sub>1</sub>은 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수임]로 표시되는 염료, 또는 그의 알칼리금속염, 알킬암모늄염, 하이드록시알킬암모늄염, 암모니아염 혹은 유기아민염을 물에 용해시키는 공정과, 그 수용액의 pH를 9이상으로 조정해서 생성되는 불용물을 제거하는 공정을 구비한 방법에 의해 생성된 염료를 함유하는 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

**청구항 8.**

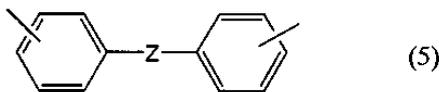
제 7항의 일반식(C)로 표시되는 염료, 또는 그의 알칼리금속염, 알킬암모늄염, 하이드록시알킬암모늄염, 암모니아염 혹은 유기아민염을 물에 용해시켜 수용액을 형성한 후, 해당 수용액을 수가용성 유기용매와 혼합하여 해당 염료를 결정화시키는 공정을 구비한 방법에 의해 생성된 염료를 함유하는 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

**청구항 9.**

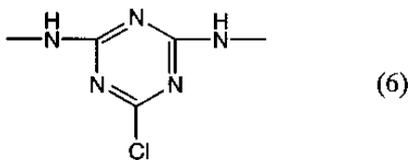
제 7항의 일반식(C)로 표시되는 염료, 또는 그의 알칼리금속염, 알킬암모늄염, 하이드록시알킬암모늄염, 암모니아염 혹은 유기아민염을 물에 용해시키는 공정과, 그 수용액의 pH를 9이상으로 조정해서 생성되는 불용물을 제거해서 얻어진 수용액을 수가용성 유기용매와 혼합하여 염료를 결정화시키는 공정을 구비한 방법에 의해 생성된 염료를 함유하는 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

**청구항 10.**

제 7항 내지 제 9항중 어느 한 항에 있어서, 상기 일반식(C)에 있어서, X가 알킬렌기, 페닐렌기, 크실릴렌기, 나프틸렌기, 비페닐렌기 또는 하기 일반식(5):



(식중, Z는 산소원자, 황원자, -CO-, -NHCONH-, -NHCSNH-, -CH=CH- 또는 하기 화학식(6):



으로 표시됨)로 표시되는 2가의 연결기(이들 연결기는 할로겐원자, 알킬기, 알콕시기, 수산기, 아미노기, 카르복실기 또는 술폰산기로 치환되어 있어도 됨)인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

**청구항 11.**

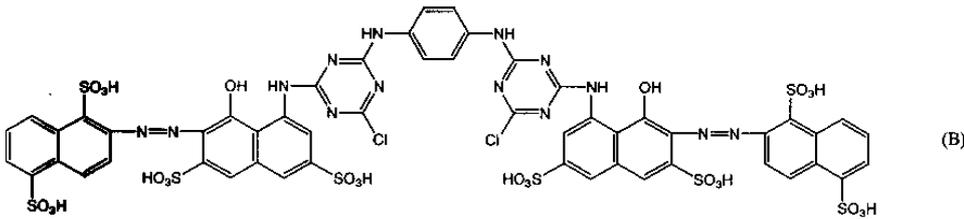
제 7항 내지 제 9항중 어느 한 항에 있어서, 상기 일반식(C)에 있어서, X가 치환 또는 무치환의 페닐렌기인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

**청구항 12.**

제 7항 내지 제 9항중 어느 한 항에 있어서, 상기 일반식(C)에 있어서, A가 나프틸기(해당 나프틸기는, 할로겐원자, 수산기, 아미노기, 치환 또는 무치환의 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨)인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

**청구항 13.**

제 7항 내지 제 9항중 어느 한 항에 있어서, 상기 염료가 하기 화학식(B):



로 표시되는 염료, 또는 그의 알칼리금속염, 알킬암모늄염, 하이드록시알킬암모늄염, 암모니아염 혹은 유기아민염인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.

**청구항 14.**

삭제

**청구항 15.**

제 3항에 있어서, 상기 일반식(A)에 있어서, A가 나프틸기(해당 나프틸기는, 할로겐원자, 수산기, 아미노기, 치환 또는 무치환의 알킬기, 알콕시기, 카르복실기, 카르복시산에스테르기, 카르복시산아미드기, 술폰산기 및 술폰산아미드기의 어느 하나로 치환되어 있어도 됨)인 것을 특징으로 하는 잉크젯 기록용 수계 잉크.