(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2011 年 10 月 20 日(20.10.2011)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2011/129430 A1

(51) 国際特許分類:
C09B 67/20 (2006.01) *C09B 67/22* (2006.01)
B41J 2/01 (2006.01) *C09D 11/00* (2006.01)
B41M 5/00 (2006.01) *G03G 9/09* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2011/059369

(22) 国際出願日: 2011 年 4 月 15 日(15.04.2011)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2010-094563 2010 年 4 月 16 日(16.04.2010) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 東洋インキＳＣホールディングス株式会社 **(TOYO INK SC HOLDINGS CO., LTD.)** [JP/JP]; 〒1048377 東京都中央区京橋二丁目３番１３号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 松本　剛士 **(MATSUMOTO, Takeshi)** [JP/JP]; 〒1048379 東京都中央区京橋二丁目３番１３号　トーヨーケム株式会社内 Tokyo (JP). 上野　嘉睦 **(UENO, Yoshimitsu)** [JP/JP]; 〒1048379 東京都中央区京橋二丁目３番１３号　トーヨーケム株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 三好　秀和, 外 **(MIYOSHI, Hidekazu** et al.); 〒1050001 東京都港区虎ノ門一丁目２番８号　虎ノ門琴平タワー Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ

[続葉有]

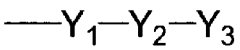
(54) **Title**: PIGMENT COMPOSITION, AND PIGMENT DISPERSION, INK-JET INK, AND ELECTROPHOTOGRAPHIC TONER EACH CONTAINING SAME

(54) 発明の名称 : 顔料組成物、並びにこれを用いた顔料分散体、インクジェットインキ、及び電子写真用トナー

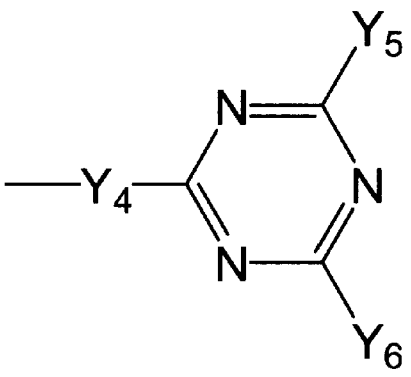
(57) **Abstract**: Disclosed is a pigment composition which comprises a monoazo pigment and a monoazo pigment derivative having either a group represented by formula (3) or a group represented by formula (4).

(57) 要約: モノアゾ顔料と、式（３）で表される基、および、式（４）で表される基のいずれかを有するモノアゾ顔料誘導体とを含有する顔料組成物。

（３）



（４）



WO 2011/129430 A1

(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

明　細　書

発明の名称 ：

顔料組成物、並びにこれを用いた顔料分散体、インクジェットインキ、及び電子写真用トナー

技術分野

[0001] 本発明は、顔料組成物、並びにこれを用いた顔料分散体、インクジェットインキ、及び電子写真用トナーに関する。

背景技術

[0002] 従来、インクジェット印刷用、電子写真用の黄色顔料としては、Ｃ．Ｉ．ピグメントイエロー１２、同１３、同１７、同８３のようなジスアゾ顔料や、Ｃ．Ｉ．ピグメントイエロー１、同６５、同７４のようなモノアゾ顔料、Ｃ．Ｉ．ピグメントイエロー９３、同９５、同１２８のような縮合アゾ顔料などが主に使用されてきた。

[0003] これらのうち、ジスアゾ顔料は透明性、着色力などは良好であるが、耐光性が低く問題となっている。さらに、原料としてジクロロベンジジンを用いているため、その分解生成物に対する安全性が懸念されている。また、縮合アゾ顔料は耐熱性、耐光性は優れるものの、着色力の点でジスアゾ顔料、モノアゾ顔料に劣ることに加え、高価であるという問題がある。

[0004] 一方、モノアゾ顔料はジスアゾ顔料に比べて耐光性や安全性の点で優れた顔料である。また、モノアゾ顔料は縮合アゾ顔料に比べて着色力の点で優れており、比較的安価で製造することが可能である。特にＣ．Ｉ．ピグメントイエロー７４が色相や鮮明性の点で優れているため、近年インクジェット印刷用、電子写真用として広く用いられている。

[0005] 近年、インクジェット印刷、電子写真などの用途においては、印刷物の画質に対して要求される品位が高まっていることから、インキやトナー中に微細な顔料を均一に分散することが求められている。しかし、一般的に微細な顔料は顔料粒子間の凝集が激しく、分散安定性に劣るものが多い。そのため

、分散体を長期で保存すると、粘度が増加する、あるいは沈降物を生じる、などの不具合を生じる場合がある。

[0006] また、モノアゾ顔料には熱や溶媒に対する結晶安定性に劣るものが多く、微細なモノアゾ顔料においてその傾向は特に顕著である。使用条件によっては一次粒子が成長するなどの不具合を生じる場合があり、その結果、印刷物の着色力や鮮明性の低下を引き起こす場合がある。このようなモノアゾ顔料の結晶安定性を改良するために様々な検討が行われている（例えば、特許文献１及び２参照）。

[0007] 特許文献１及び２にはモノアゾ顔料を合成する際に、特定の官能基を有する芳香族アミンをジアゾ成分として、または特定の官能基を有するアセトアセトアニリド化合物をカップラー成分として共存させた状態でカップリングさせ、Ｃ．Ｉ．ピグメントイエロー７４と同時に異種の顔料を生成させる方法が開示されている。特許文献１及び２では、この方法により、微細な一次粒子径であるにも関わらず耐熱性が向上し、インクジェット及び電子写真用としての特性を付与した画像記録用着色組成物が得られるとされている。しかしながら、この方法で得られた着色組成物は、分散安定性については不十分であり、微細なモノアゾ顔料であって耐熱性と分散安定性を両立した顔料は見出されていなかった。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開平１０－１５８５５５号公報

特許文献2：特開平１０－１７１１６５号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、耐熱性及び分散安定性に優れた、モノアゾ顔料を含む顔料組成物及びその製造方法の提供を目的とする。さらに、耐熱性及び分散安定性に優れた顔料分散体、インクジェットインキ、着色樹脂組成物、及び電子写真

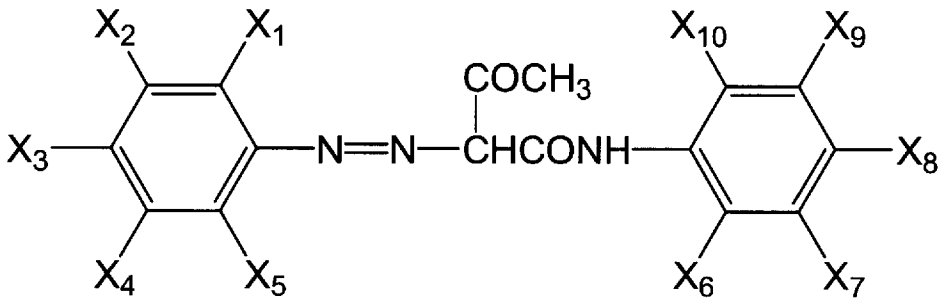
用トナーの提供を目的とする。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明は、下記式（１）で表される化合物と、下記式（２）で表される化合物とを含有する顔料組成物に関する。

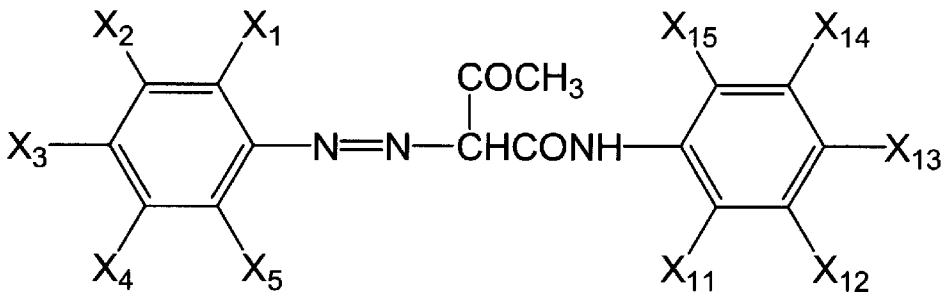
[0011] [化1]

式（１）



[0012] [化2]

式（２）



[0013] （式中、X_1～X_5は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、炭素数１～５のアルキル基、炭素数１～５のアルコキシル基、炭素数１～５のアルコキシカルボニル基、カルボキシル基、ニトロ基、スルホン酸基、カルバモイル基、スルファモイル基、トリフルオロメチル基、または、隣接する基が一体となり形成された複素環構造を表す。X_1～X_5は置換基を有していてもよい。

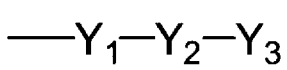
X_6～X_{10}は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、炭素数１～５のア

ルキル基、炭素数１～５のアルコキシル基、アセチルアミノ基、カルボキシル基、スルホン酸基、または、隣接する基が一体となり形成された複素環構造を表す。X_6～X_{10}は置換基を有していてもよい。

X_{11}～X_{15}は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、炭素数１～５のアルキル基、炭素数１～５のアルコキシル基、アセチルアミノ基、カルボキシル基、スルホン酸基、下記式（３）で表される基、または、下記式（４）で表される基を表す。X_{11}～X_{15}は置換基を有していてもよい。ただし、X_{11}～X_{15}の少なくとも１つは、式（３）で表される基、および、式（４）で表される基のいずれかである。）

[0014] [化3]

式（３）



[0015] （式中、Y_1は、－SO_2NR'－、または、－$CONR'$－を表す。ただしR'は、水素原子、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルキル基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルケニル基、または、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアリール基を表す。

Y_2は、Y_1とY_3を結ぶ直接結合、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルキレン基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルケニレン基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアリーレン基、または、－Y_{2a}－Y_{2b}－Y_{2c}－を表す。Y_{2a}及びY_{2c}は、それぞれ独立に、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルキレン基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルケニレン基、または、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアリーレン基を表す。Y_{2b}は、Y_{2a}とY_{2c}を結ぶ直接結合、－Ｏ－、－ＣＯ－、－ＮＲ'－、または、－SO_2－を表す。ただし、R'は、Y_1で定義されたものと同義である。

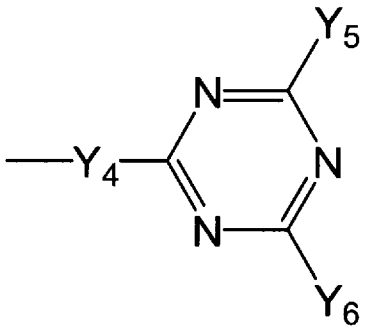
Y_3は、－OR_1、－$COOR_1$、－NR_1R_2、－$CONR_1R_2$、または、－$SO_2NR_1R_2$を表す。ここで、R_1及びR_2は、それぞれ独立に、水素原子、

置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルキル基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルケニル基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアリール基、または、R_1とR_2が一体となり形成された複素環構造を表す。

または、Y_1におけるR’、Y_2、並びに、Y_3におけるR_1及びR_2は、それぞれ独立に、Y_1におけるR’とY_2、または、Y_2とY_3におけるR_1若しくはR_2が一体となり形成された複素環構造を表す。）

[0016] [化4]

式（４）



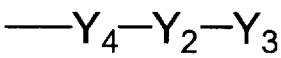
[0017] （式中、Y_4は、－ＮR’－、または、－Ｏ－を表す。

Y_5及びY_6は、それぞれ独立に、下記式（５）で表される基、－ＯR’、－ＮR’$_2$、または、ハロゲン原子のいずれかを表す。

ただし、Y_4、Y_5、Y_6におけるR’は式（３）で定義されたものと同義である。）

[0018] [化5]

式（５）



[0019] （式中、Y_2、Y_3、Y_4は、式（３）及び式（４）で定義されたものと同義である。）

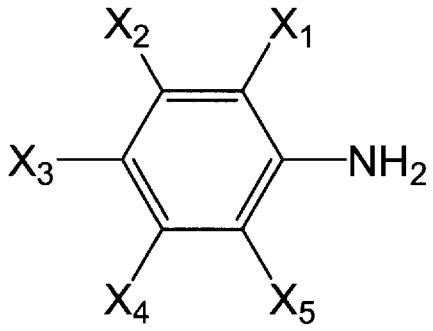
[0020] また、本発明の顔料組成物の実施態様として、式（２）で表される化合物

の含有量が、式（１）で表される化合物のモル数と式（２）で表される化合物のモル数を合計した量の０．１～４０モル%である、上記顔料組成物が挙げられる。

[0021] また、本発明は、芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する上記顔料組成物の製造方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物、および下記式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含む顔料組成物の製造方法に関する。

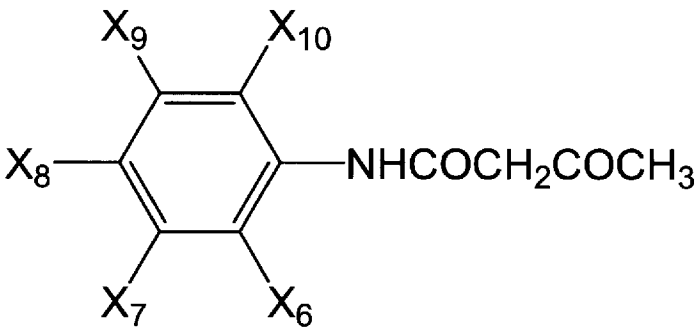
[0022] [化6]

式（６）



[0023] [化7]

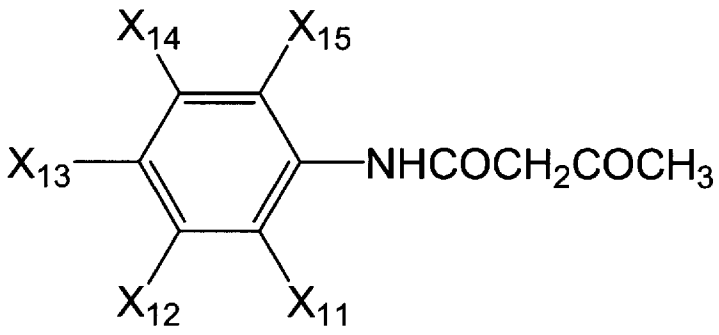
式（７）



[0024]

[化8]

式（８）



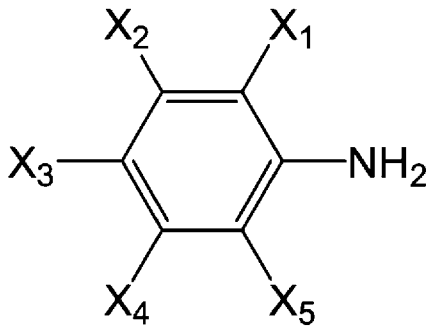
[0025] （式中のＸ$_{1}$～Ｘ$_{10}$は式（１）で定義されたものと同義であり、Ｘ$_{11}$～Ｘ$_{15}$は式（２）で定義されたものと同義である。）

[0026] また、本発明は、芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する上記顔料組成物の製造方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物、および下記式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物の水溶液中に式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を添加し、カップリング反応させ、反応混合物を得る工程、前記反応混合物と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物とを反応させる工程を有する顔料組成物の製造方法に関する。

[0027]

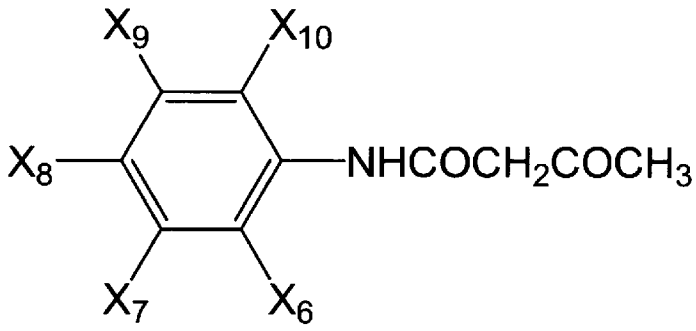
[化9]

式（6）



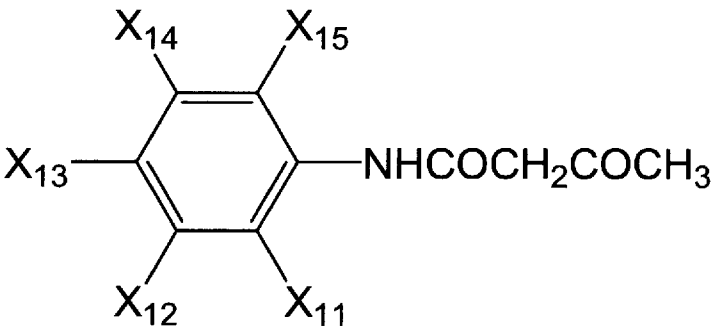
[0028] [化10]

式（7）



[0029] [化11]

式（8）



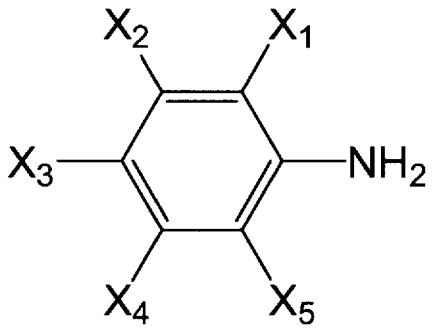
[0030] （式中のX_1～X_{10}は式（１）で定義されたものと同義であり、X_{11}～X_{15}

は式（２）で定義されたものと同義である。）

[0031] また、本発明は、芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する上記顔料組成物の製造方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物、および下記式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、ｐＨ３～６の緩衝剤水溶液中に、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物の水溶液と、式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物および式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を溶解した塩基性水溶液を、共に、それぞれ所定の流量で添加する工程を有する顔料組成物の製造方法に関する。

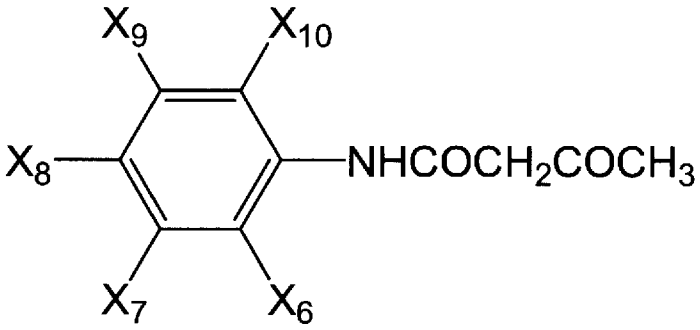
[0032] [化12]

式（６）



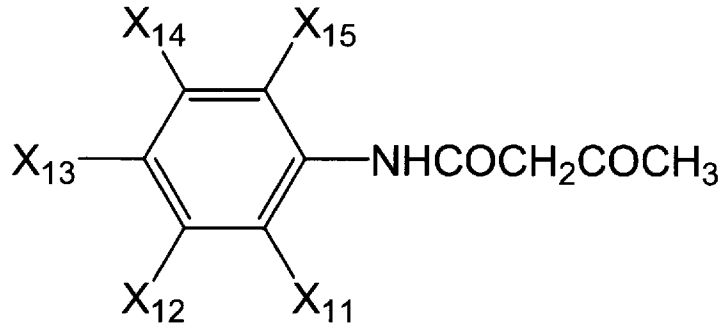
[0033] [化13]

式（７）



[0034] [化14]

式（８）

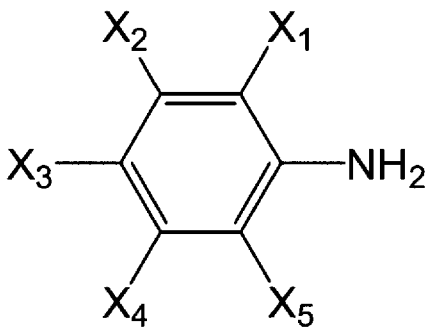


[0035] （式中のＸ$_1$～Ｘ$_{10}$は式（１）で定義されたものと同義であり、Ｘ$_{11}$～Ｘ$_{15}$は式（２）で定義されたものと同義である。）

[0036] また、本発明は、芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する上記顔料組成物の製造方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（２）で表される化合物と式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物を混合し、混合物を得る工程、前記混合物と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物とを反応させる工程を有する顔料組成物の製造方法に関する。

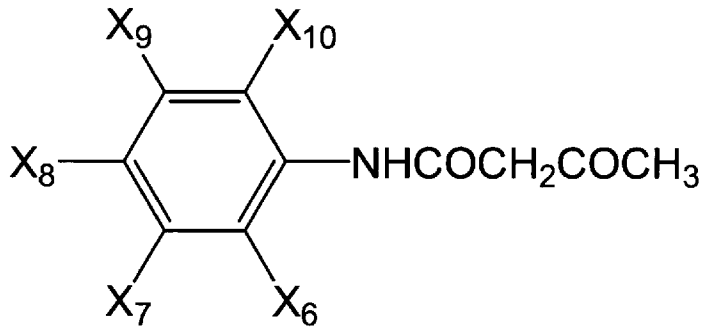
[0037] [化15]

式（６）



[0038] [化16]

式（７）

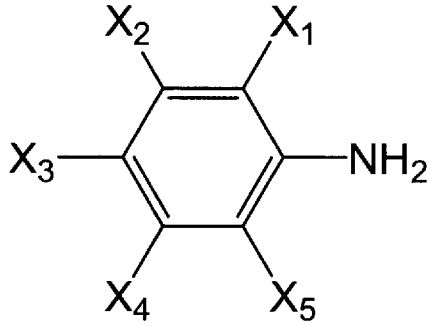


[0039] （式中のＸ$_1$～Ｘ$_{10}$は式（１）で定義されたものと同義である。）

[0040] また、本発明は、芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する上記顔料組成物の製造方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（２）で表される化合物と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を混合し、混合物を得る工程、前記混合物と式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物とを反応させる工程を有する顔料組成物の製造方法に関する。

[0041] [化17]

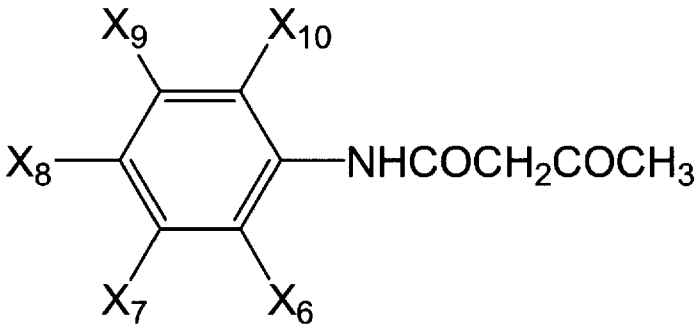
式（６）



[0042]

[化18]

式（７）

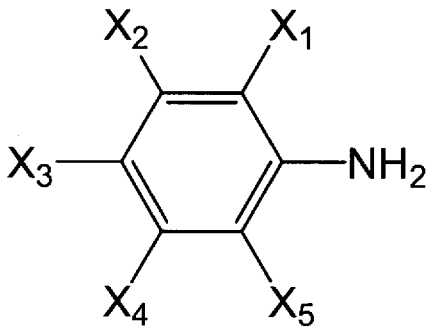


[0043] （式中のＸ$_1$～Ｘ$_{10}$は式（１）で定義されたものと同義である。）

[0044] また、本発明は、芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する上記顔料組成物の製造方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（２）で表される化合物を含有するｐＨ３～６の緩衝剤水溶液中に、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物の水溶液と、式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物の塩基性溶液を、共に、それぞれ所定の流量で添加する工程を有する顔料組成物の製造方法に関する。

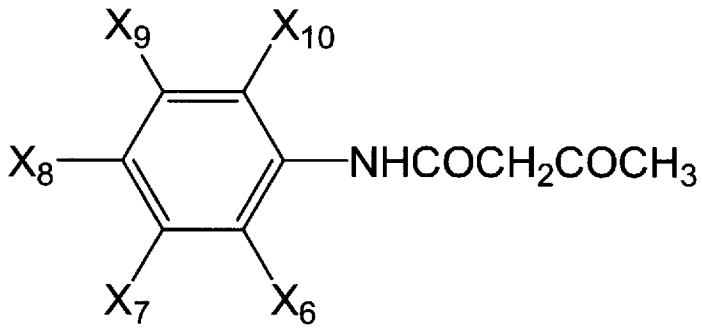
[0045] [化19]

式（６）



[0046] [化20]

式（７）

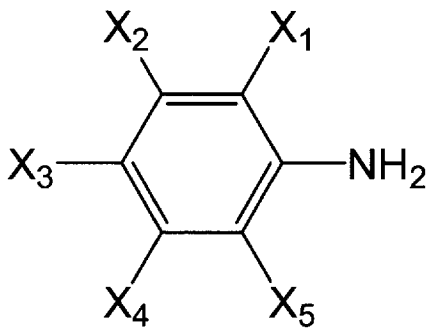


[0047] （式中のＸ$_1$～Ｘ$_{10}$は式（１）で定義されたものと同義である。）

[0048] また、本発明は、芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する上記顔料組成物の製造方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物との反応物を含むスラリーと、式（２）で表される化合物とを混合する工程を有する顔料組成物の製造方法に関する。

[0049] [化21]

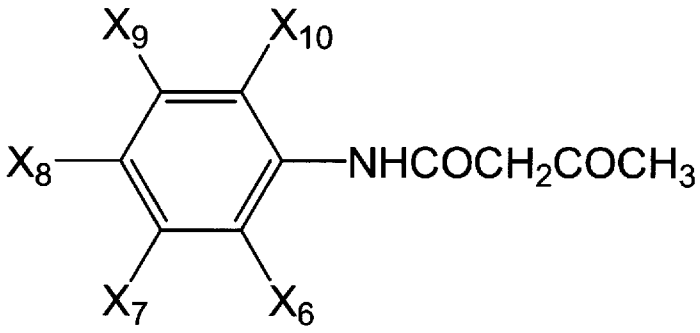
式（６）



[0050]

[化22]

式（７）



[0051] （式中のＸ$_1$～Ｘ$_{10}$は式（１）で定義されたものと同義である。）

[0052] また、本発明は、上記顔料組成物の製造方法であって、式（１）で表される化合物及び式（２）で表される化合物を含む混合物を、水溶性無機塩及び水溶性有機溶剤の存在下で湿式混練する工程、次いで、前記混合物から前記水溶性無機塩及び前記水溶性有機溶剤を除去する工程を有する顔料組成物の製造方法に関する。

[0053] また、本発明の顔料組成物の実施態様として、式（１）で表される化合物及び式（２）で表される化合物の平均一次粒子径が２００ｎｍ以下である、上記顔料組成物が挙げられる。

[0054] また、本発明の顔料組成物の実施態様として、イオン交換水で上記顔料組成物を煮沸抽出して得られる水溶液の比電導度が２００μＳ／ｃｍ未満である、上記顔料組成物が挙げられる。

[0055] また、本発明の顔料組成物の実施態様として、カルシウム、マグネシウム、及び鉄の含有量が、それぞれ１５０ｐｐｍ未満である、上記顔料組成物が挙げられる。

[0056] また、本発明の顔料組成物の実施態様として、カルシウム、マグネシウム、及び鉄の含有量の合計が３００ｐｐｍ未満である、上記顔料組成物が挙げられる。

[0057] また、本発明は、上記顔料組成物及び液状媒体を含有する顔料分散体、並

びに、上記顔料組成物又は前記顔料分散体を含有するインクジェットインキに関する。

[0058] さらに、本発明は、上記顔料組成物及び結着樹脂を含有する着色樹脂組成物、並びに、上記顔料組成物又は前記着色樹脂組成物を含有する電子写真用トナーに関する。

[0059] 本願の開示は、２０１０年４月１６日に出願された特願２０１０－９４５６３号に記載の主題と関連しており、その開示内容は引用によりここに援用される。

発明の効果

[0060] 本発明の顔料組成物は、耐熱性及び分散安定性に優れた顔料組成物である。

また、本発明の顔料組成物の製造方法は、耐熱性、分散性安定性に優れた顔料組成物を効率よく製造することができる方法である。

さらに、本発明の顔料分散体、インクジェットインキ、着色樹脂組成物、及び電子写真用トナーは、耐熱性及び分散安定性に優れている。

発明を実施するための形態

[0061] まず、本発明における式（１）で表される化合物と式（２）で表される化合物について説明する。

[0062] 式（１）と式（２）のX_1～X_{15}におけるハロゲン原子としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子が挙げられる。

[0063] 式（１）と式（２）のX_1～X_{15}における炭素数１～５のアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、ｓｅｃ－ブチル基、ｔｅｒｔ－ブチル基、ペンチル基、イソペンチル基、ｓｅｃ－ペンチル基、ネオペンチル基等が挙げられる。ただし、これらの例に限定されるものではない。

[0064] 式（１）と式（２）のX_1～X_{15}における炭素数１～５のアルコキシル基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基、ｔｅｒｔ－ブトキシ基、ペンチルオキシ基、ネオペンチルオキシ基等が挙げられる。た

だし、これらに限定されるものではない。

[0065] 式（１）と式（２）のX_1～X_5における炭素数１～５のアルコキシカルボニル基としては、メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基、ｔｅｒｔ－ブトキシカルボニル基、ペンチルオキシカルボニル基等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0066] 式（１）と式（２）のX_1～X_5およびX_6～X_{10}が複素環構造を形成している場合、複素環構造と、X_1～X_5およびX_6～X_{10}が結合しているベンゼン環とが一体となり、複素環構造を有する基（縮合環基）を形成することとなる。複素環構造は、ケトン基やチオケトン基を有する複素環構造であってもよい。複素環構造を有する基としては、インドール基、ベンズイミダゾロン基、ベンゾフリル基、ベンゾチエニル基、キノリン基、イソインドリン－１，３－ジオン基、ジヒドロキノリン－２－オン基等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0067] X_1～X_{15}は、置換基を有していてもよい。置換基の例としては、ハロゲン原子、メトキシ基、エトキシ基、メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基、フェニル基、ベンズアミド基等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0068] 式（３）のＲ’、R_1及びR_2における置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ドデシル基、オクタデシル基、イソプロピル基、イソブチル基、イソペンチル基、ｓｅｃ－ブチル基、ｔｅｒｔ－ブチル基、ｓｅｃ－ペンチル基、ｔｅｒｔ－ペンチル基、ｔｅｒｔ－オクチル基、ネオペンチル基、シクロプロピル基、シクロブチル、シクロペンチル基等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0069] 式（３）のＲ’、R_1及びR_2における置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルケニル基としては、ビニル基、１－プロペニル基、アリル基、２－ブテニル基、３－ブテニル基、イソプロペニル基、イソブテニル基、

１－ペンテニル基、２－ペンテニル基、１－ヘキセニル基、２－ヘキセニル基、３－ヘキセニル基、１－オクテニル基、１－オクタデセニル基、シクロペンテニル基、シクロヘキセニル基、１，３－ブタジエニル基、シクロヘキサジエニル基、シクロペンタジエニル基、トリフルオロエテニル基、１－クロロエテニル基、２，２－ジブロモエテニル基、４－ヒドロキシー１－ブテニル基等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0070] 式（３）のＲ’、R_1及びR_2における置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアリール基としては、フェニル基、ビフェニル基、インデニル基、トリル基、キシリル基、ｐ－シクロヘキシルフェニル基、ｐ－クメニル基、ｍ－カルボキシフェニル基等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0071] 式（３）のY_2、Y_{2a}及びY_{2c}における置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルキレン基としては、メチレン基、エチレン基、トリメチレン基、テトラメチレン基、プロピレン基、エチルメチレン基、クロロメチレン基、ジメチルメチレン基、ビス（トリフルオロメチル）メチレン基等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0072] 式（３）のY_2、Y_{2a}及びY_{2c}における置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルケニレン基としては、ビニレン基、１－メチルビニレン基、プロペニレン基、１－ブテニレン基、２－ブテニレン基、１－ペンテニレン基、２－ペンテニレン基等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0073] 式（３）のY_2、Y_{2a}及びY_{2c}における置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアリーレン基としては、ｏ－フェニレン基、ｍ－フェニレン基、ｐ－フェニレン基、４－メチルー１，２－フェニレン基、４－クロロー１，２－フェニレン基、４－ヒドロキシー１，２－フェニレン基、２－メチルー１，４－フェニレン基、ｐ，ｐ’－ビフェニリレン基等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0074] 式（３）のY_3におけるR_1とR_2が複素環構造を形成している場合、複素環

構造としては、ピペリジン基、ピペラジン基、モルホリン基や、上記の複素環構造等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0075] Y_1におけるR'、Y_2、並びに、Y_3におけるR_1及びR_2が複素環構造を形成している場合、複素環構造としては、ピペリジン基、ピペラジン基、モルホリン基や、上記の複素環構造等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0076] 式（３）及び式（４）における置換基を有していてもよい基（R'、R_1、R_2、Y_2、Y_{2a}及びY_{2c}）が有する置換基としては、上記において例示された基が有している置換基の他、ハロゲン原子、メトキシ基、エトキシ基、メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基、ニトロ基等が挙げられる。ただし、これらに限定されるものではない。

[0077] 式（２）で表される化合物が、式（３）で表される基を有する場合、モノアゾ顔料の耐熱性向上と分散性向上の観点から、Y_1は－SO_2NR'－または－CONR'－であることが好ましく、Y_2は、アルキル基、特に直鎖アルキル［－（CH_2）ｎ－］であることが好ましく、Y_3は、－NR_1R_2であることが好ましい。式（２）で表される化合物が、式（４）で表される基を有する場合、耐熱性向上と分散性向上の観点から、Y_4は－NR'－であることが好ましい。

[0078] また、式（２）で表される化合物において、耐熱性向上と分散性向上の観点から、X_1がアルコキシル基、特に－OCH_3であり、かつ、X_3が－NO_2であることが好ましい。

[0079] 式（２）で表される化合物としては、これらの好ましい式（３）で表される基または式（４）で表される基と、好ましいX_1およびX_3とを有する化合物が特に好ましい。

[0080] また、本発明の顔料組成物において、式（１）で表される化合物が有するX_1～X_5と、式（２）で表される化合物が有するX_1～X_5とが、同一の基であることが好ましい。

[0081] 本発明の顔料組成物は、式（１）で表される化合物（以下、モノアゾ顔料

と記載。）と、式（２）で表される化合物（以下、モノアゾ顔料誘導体と記載。）を含有するものである。

[0082] 式（２）で表される化合物には、式（１）で表される化合物の分散性を高め、さらに結晶成長を阻害する効果がある。そのため、式（１）で表される化合物単独に比べて、耐熱性、分散性安定性に優れた微細な顔料組成物を得ることができる。また、式（２）で表される化合物は、様々な使用方法で同様の効果が得られるため、各種方法により、耐熱性、分散性安定性に優れた顔料組成物を製造することができる。

[0083] 本発明で使用するモノアゾ顔料は特に限定されないが、例えばＣ．Ｉ．ピグメントイエロー１、同２、同３、同４、同５、同６、同９、同４９、同６１、同６２、同６５、同７３、同７４、同７５、同９７、同９８、同１０５、同１１１、同１１６、同１２０、同１３０、同１３３、同１５１、同１５４、同１６７、同１６８、同１６９、同１７５、同１８１、同１９４、同２０３、同２１３、Ｃ．Ｉ．ピグメントオレンジ１、同３６、同６０、同６２、同６４などが挙げられる。これらのうち、色相や鮮明性、透明性の点でＣ．Ｉ．ピグメントイエロー７４が特に好ましい。これらのモノアゾ顔料は一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。

[0084] 本発明で使用するモノアゾ顔料の形態は特に限定されない。市販の顔料をそのまま使用してもよく、合成して使用してもよい。また、必要に応じてアシッドペースティングやソルベントソルトミリング、ドライミリングなどの方法により所望の粒子径に微細化してから使用してもよい。

[0085] 本発明のモノアゾ顔料は公知の方法により合成することができる。代表的な合成法を以下に例示する。

[0086] 第一の例としては、芳香族アミンのジアゾ化物を、アセトアセトアニリド化合物を含んだスラリー中に添加する方法が挙げられる。まず、式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物をｐＨが１０以上のアルカリ性水溶液中で溶解し、それを予め調製した酢酸水溶液に注入してｐＨ３～６の懸濁液

（スラリー）を調製する。一方、式（６）で表される芳香族アミンを塩酸水溶液中に添加してｐＨが２以下の懸濁液を調製し、それを５℃以下に冷却した後、亜硝酸ナトリウムを加えて式（６）で表される芳香族アミンをジアゾ化する。ジアゾ化終了後、得られた反応混合物にスルファミン酸を加えて過剰な亜硝酸を除去し、ジアゾ化物の水溶液を調製する。以上で調製したジアゾ化物の水溶液を、１０～５０℃のアセトアセトアニリド化合物のスラリー中に、３０～９０分かけて添加することでカップリング反応を行い、得られたスラリーを濾過、水洗、乾燥、粉砕してモノアゾ顔料を得ることができる。

[0087] 第二の例としては、アセトアセトアニリド化合物のアルカリ性水溶液を、芳香族アミンのジアゾ化物水溶液中に添加する方法が挙げられる。まず、式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物をｐＨが１０以上のアルカリ性水溶液中で溶解し、水溶液を調製する。一方、式（６）で表される芳香族アミンを塩酸水溶液中に添加してｐＨが２以下の懸濁液を調製し、それを５℃以下に冷却した後、亜硝酸ナトリウムを加えて式（６）で表わされる芳香族アミンをジアゾ化する。ジアゾ化終了後、得られた反応混合物にスルファミン酸を加えて過剰な亜硝酸を除去し、さらに酢酸と水酸化ナトリウムを含んだ水溶液を添加して、ｐＨが２～４のジアゾ化物の水溶液を調製する。以上で調製したアセトアセトアニリド化合物の水溶液を、０～３０℃のジアゾ化物の水溶液に、１～６０分かけて添加することでカップリング反応を行い、得られたスラリーを濾過、水洗、乾燥、粉砕してモノアゾ顔料を得ることができる。

[0088] 第三の例としては、予め酢酸と水酸化ナトリウムなどの塩基を添加して調製した水溶液中に、芳香族アミンのジアゾ化物の水溶液とアセトアセトアニリド化合物のアルカリ性水溶液を、共に、所定の流量（例えば、一定の流量）で添加する方法が挙げられる。まず、式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物をｐＨが１０以上のアルカリ性水溶液中で溶解し、水溶液を調製する。一方、式（６）で表される芳香族アミンを塩酸水溶液中に添加して

ｐＨが２以下の懸濁液を調製し、それを５℃以下に冷却した後、亜硝酸ナトリウムを加えて式（６）で表わされる芳香族アミンをジアゾ化する。ジアゾ化終了後、得られた反応混合物にスルファミン酸を加えて過剰な亜硝酸を除去し、ジアゾ化物の水溶液を調製する。また反応槽内に、酢酸と水酸化ナトリウムを溶解した、ｐＨ３～６の緩衝液を調製する。以上で調製したジアゾ化物の水溶液とアセトアセトアニリド化合物の水溶液を、反応槽内に調製した緩衝液中に、緩衝液の液温を１０～５０℃に、ｐＨを６以下に保ちながら３０～９０分かけて同時に添加することでカップリング反応を行い、得られたスラリーを濾過、水洗、乾燥、粉砕してモノアゾ顔料を得ることができる。

[0089] これらの例において、アルカリ性水溶液（塩基性水溶液）としては、特に限定されないが、水酸化ナトリウム水溶液、水酸化カリウム水溶液、水酸化カルシウム水溶液、炭酸ナトリウム水溶液等を用いることができる。緩衝液（緩衝剤水溶液）としては、特に限定されないが、酢酸緩衝液、リン酸緩衝液、クエン酸緩衝液等を用いることができる。

[0090] また、ジアゾ化物の水溶液中、ジアゾ化物の濃度は、例えば、０．０１～１．０ｍｏｌ／Ｌとすることができ、アセトアセトアニリド化合物のスラリー中、アセトアセトアニリド化合物の濃度は、例えば、０．０１～１．０ｍｏｌ／Ｌとすることができ、アセトアセトアニリド化合物の水溶液中、アセトアセトアニリド化合物の濃度は、例えば、０．０２～１．５ｍｏｌ／Ｌとすることができる。

[0091] 本発明で使用する芳香族アミンとしては、例えば、２－アミノ安息香酸、３－アミノ安息香酸、４－アミノ安息香酸、２－（トリフルオロメチル）アニリン、３－（トリフルオロメチル）アニリン、４－（トリフルオロメチル）アニリン、ｏ－アニシジン、ｍ－アニシジン、ｐ－アニシジン、２－ニトロアニリン、３－ニトロアニリン、４－ニトロアニリン、２－メトキシ－４－ニトロアニリン、２－メトキシ－５－ニトロアニリン、４－メトキシ－２－ニトロアニリン、２－メチル－３－ニトロアニリン、２－メチル－４－ニ

トロアニリン、２－メチル－５－ニトロアニリン、２－メチル－６－ニトロアニリン、３－メチル－４－ニトロアニリン、４－メチル－２－ニトロアニリン、４－メチル－３－ニトロアニリン、５－メチル－２－ニトロアニリン、２－クロロ－４－ニトロアニリン、２－クロロ－５－ニトロアニリン、４－クロロ－２－ニトロアニリン、４－クロロ－３－ニトロアニリン、５－クロロ－２－ニトロアニリン、２－アミノ－５－ニトロベンゼンスルホン酸、４－アミノ－２－ニトロベンゼンスルホン酸、４－アミノ－３－ニトロベンゼンスルホン酸、２－クロロ－４－メチルアニリン、２－クロロ－５－メチルアニリン、２－クロロ－６－メチルアニリン、３－クロロ－２－メチルアニリン、３－クロロ－４－メチルアニリン、４－クロロ－２－メチルアニリン、４－クロロ－３－メチルアニリン、５－クロロ－２－メチルアニリン、３－アミノ－４－クロロベンズアミド、４－アミノ－３－クロロベンズアミド、４－アミノ－３－メトキシ－Ｎ－フェニルベンゼンスルホンアミド、４－アミノ－Ｎ－（４－カルバモイルフェニル）ベンズアミド、アミノテレフタル酸ジメチル、５－アミノイソフタル酸ジメチル、６－アミノ－７－クロロ－４－メチルキノリン－２（１Ｈ）－オン、５－アミノイソインドリン－１，３－ジオン等が挙げられる。これらは一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。

[0092] 本発明で使用するアセトアセトアニリド化合物としては、例えば、アセトアセトアニリド、ｏ－アセトアセトアニシジド、ｐ－アセトアセトアニシジド、２’－クロロアセトアセトアニリド、４’－クロロアセトアセトアニリド、Ｎ－アセトアセチル－ｏ－トルイジン、Ｎ－アセトアセチル－ｐ－トルイジン、ｏ－アセトアセトアニシジド、ｐ－アセトアセトアニシジド、ｐ－アセトアセトフェネチジド、４’－アセチルアミノアセトアセトアニリド、２’，４’－ジメチルアセトアセトアニリド、４’－クロロ－２’－メチルアセトアセトアニリド、５’－クロロ－２’－メトキシアセトアセトアニリド、４’－クロロ－２’，５’－ジメトキシアセトアセトアニリド、５－アセトアセタミド－２－ベンズイミダゾリノン、Ｎ－（７－メトキシ－２，３

ージオキソー１，２，３，４ーテトラヒドロキノキサリンー６ーイル）ー３ーオキソブタンアミド等が挙げられる。これらは一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。

[0093] 顔料をアシッドペースティングにより微細化する場合、モノアゾ顔料を濃硫酸に溶解し、それを大過剰の水と混合することにより微細な顔料粒子を析出させる。その後、濾過、水洗を繰り返し、乾燥することにより微細化された顔料粒子を得ることができる。

[0094] アシッドペースティングの方法は特に限定されないが、例えばモノアゾ顔料をその５～３０重量倍の９８％ー硫酸に溶解し、得られた硫酸溶液をその５～３０重量倍の水と混合する方法が挙げられる。その際、モノアゾ顔料を硫酸に溶解する温度は、原料の分解やスルホン化などの反応を発生しない範囲であれば特に限定されないが、例えば３～４０℃の範囲で行うことができる。また、モノアゾ顔料の硫酸溶液と水を混合する方法や温度などの条件も特に限定されないが、多くの場合、高温で析出させた場合よりも低温で析出させた場合に粒子がより微細となる傾向があるため、０℃～６０℃の範囲で行うことが好ましい。その際に使用する水としては水道水、井水、温水など、工業的に使用可能なものはいずれも使用することができるが、析出時の温度上昇を低減するためには、予め冷却した水を使用するのが好ましい。

[0095] 硫酸溶液と水の混合方法は特に限定されず、モノアゾ顔料を完全に析出させることができればどのような方法で混合しても良い。例えば硫酸溶液を予め調製した氷水に注入する方法や、アスピレーターなどの装置を使用して流水中に連続的に注入するなどの方法で析出させることができる。

[0096] 以上の方法で得られたスラリーを濾過、洗浄して酸性成分を除去し、その後、乾燥、粉砕することで微細化されたモノアゾ顔料を得ることができる。スラリーを濾過する際、硫酸溶液と水を混合したスラリーをそのまま濾過してもよいが、スラリーの濾過性が悪い場合は濾過前に加熱撹拌してから濾過してもよい。また、スラリーを各種塩基で中和した後に濾過してもよい。

[0097] 顔料をソルベントソルトミリングにより微細化する場合、モノアゾ顔料、

水溶性無機塩及び水溶性溶剤の少なくとも三成分からなる混合物を粘土状にし、ニーダー等を使用して強力に混練する。混練後の混合物を水中に投入し、各種撹拌機で撹拌してスラリー状とする。これを濾過することにより、水溶性無機塩及び水溶性溶剤を除去する。以上のスラリー化と濾過、水洗を繰り返し、微細化されたモノアゾ顔料を得ることができる。

[0098] 水溶性無機塩としては、塩化ナトリウム、硫酸ナトリウム、塩化カリウム等を使用することができる。これらの無機塩は、モノアゾ顔料の１重量倍以上、好ましくは２０重量倍以下の範囲で用いる。無機塩の量が１重量倍よりも少ない場合、顔料を十分に微細化することが困難となる傾向がある。一方、２０重量倍よりも多い場合、混練後に水溶性の無機塩及び水溶性溶剤を除去するために多大な労力を要すると同時に、一回に処理できる顔料の量が少なくなるため、生産性の点では好ましくない。

[0099] 上記の顔料の微細化方法では混練に伴って発熱することが多いため、安全性の点から、沸点が１２０～２５０℃程度の水溶性溶剤を使用することが好ましい。その例としては、２－（メトキシメトキシ）エタノール、２－ブトキシエタノール、２－（イソペンチルオキシ）エタノール、２－（ヘキシルオキシ）エタノール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコール、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、液体ポリエチレングリコール、１－メトキシ－２－プロパノール、１－エトキシ－２－プロパノール、ジプロピレングリコール、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、低分子量ポリプロピレングリコール等が挙げられる。

[0100] 顔料をドライミリングにより微細化する場合、モノアゾ顔料を各種粉砕機で乾式粉砕することにより微細化する。この方法において、粉砕は粉砕メディア同士の衝突や摩擦を通じて進行する。ドライミリングを行うために使用する装置は特に限定されないが、その例としてはビーズ等の粉砕メディアを

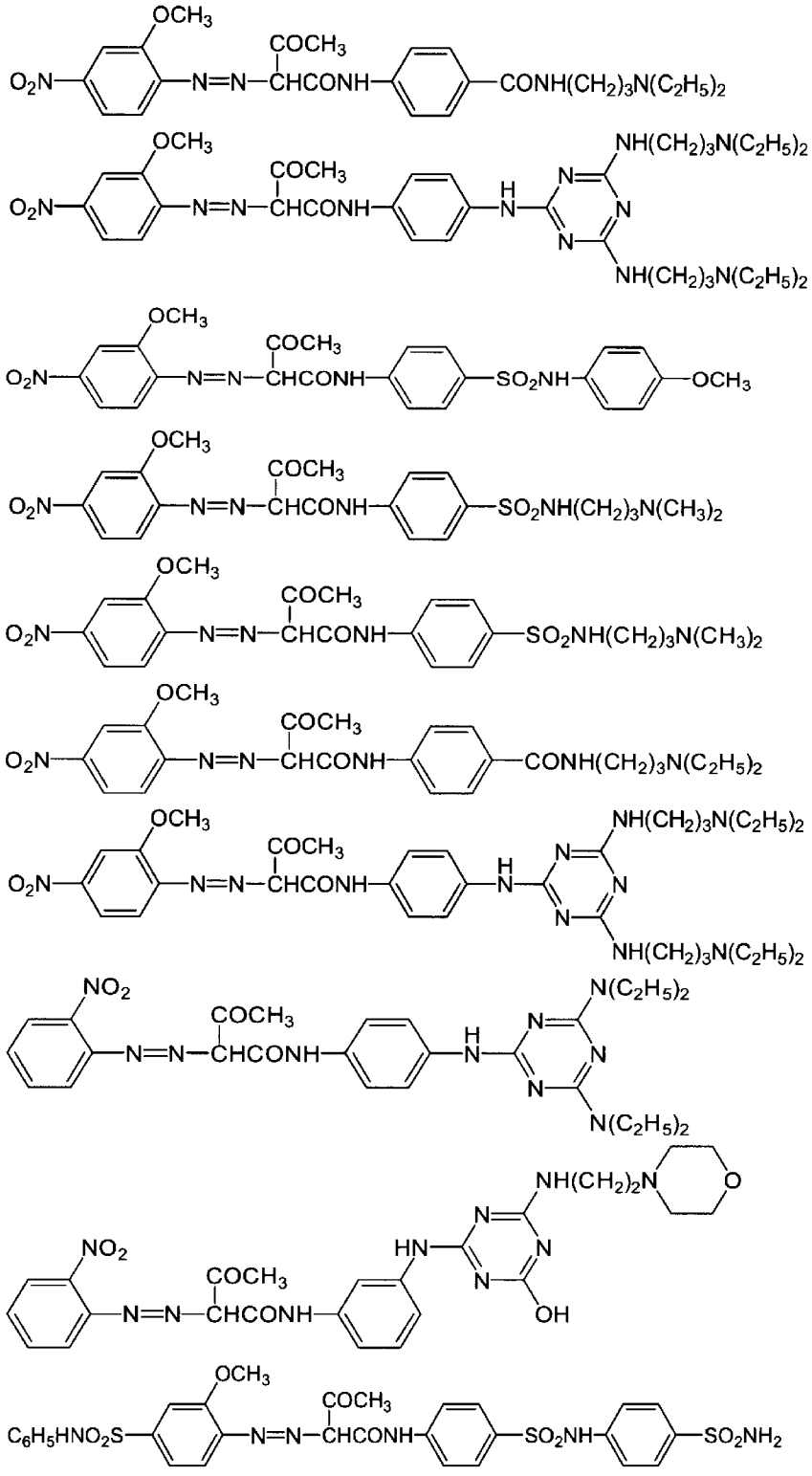
内蔵した乾式粉砕装置であるボールミルやアトライター、振動ミルなどが挙げられる。これらの装置を使用して乾式粉砕する際、必要に応じて粉砕容器の内部を減圧したり、窒素ガスなどの不活性ガスを充填したりして行ってもよい。また、ドライミリングした後に、上記のソルベントソルトミリングや溶剤中での撹拌処理などを行ってもよい。

[0101] 上記の顔料の微細化方法において、モノアゾ顔料は一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。また、乾燥、粉砕して粉状とした後に使用してもよく、乾燥前の含水ケーキの形態で使用してもよい。

[0102] 本発明で使用するモノアゾ顔料誘導体の例としては、以下に示す構造の化合物が挙げられる。ただし、本発明はこれらの例に限定されるものではない。これらのモノアゾ顔料誘導体は一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。必要に応じてモノアゾ顔料と同様の方法により所望の粒子径に微細化してから使用してもよい。本発明のモノアゾ顔料誘導体は公知の方法により合成することができ、例えば前述のモノアゾ顔料の合成方法と同様にして合成することができる。その際、アセトアセトアニリド化合物として、式（３）で表される基または式（４）で表される基が導入されたアセトアセトアニリド化合物を用いればよい。アセトアセトアニリド化合物は、一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。

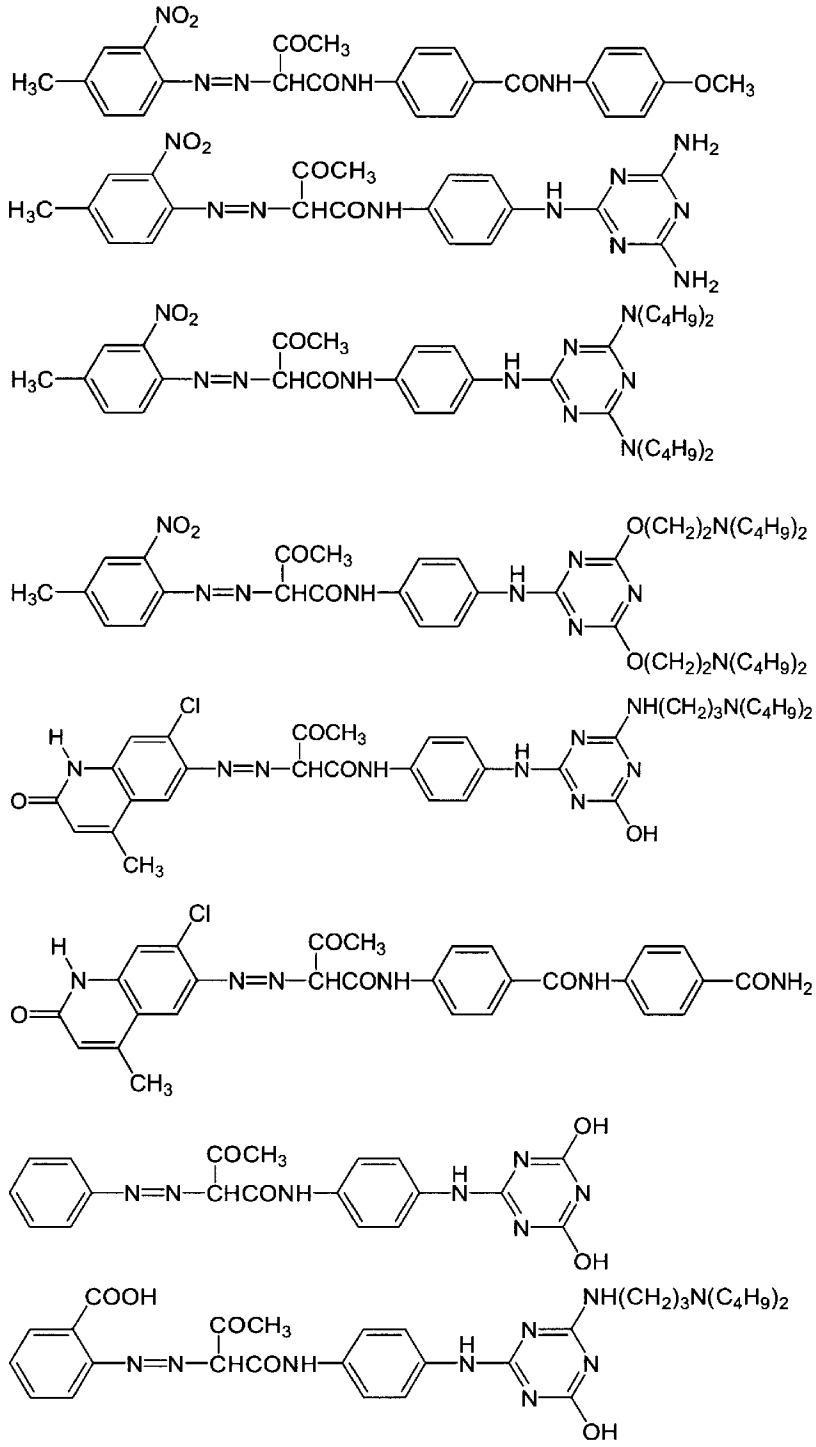
[0103]

[化23]



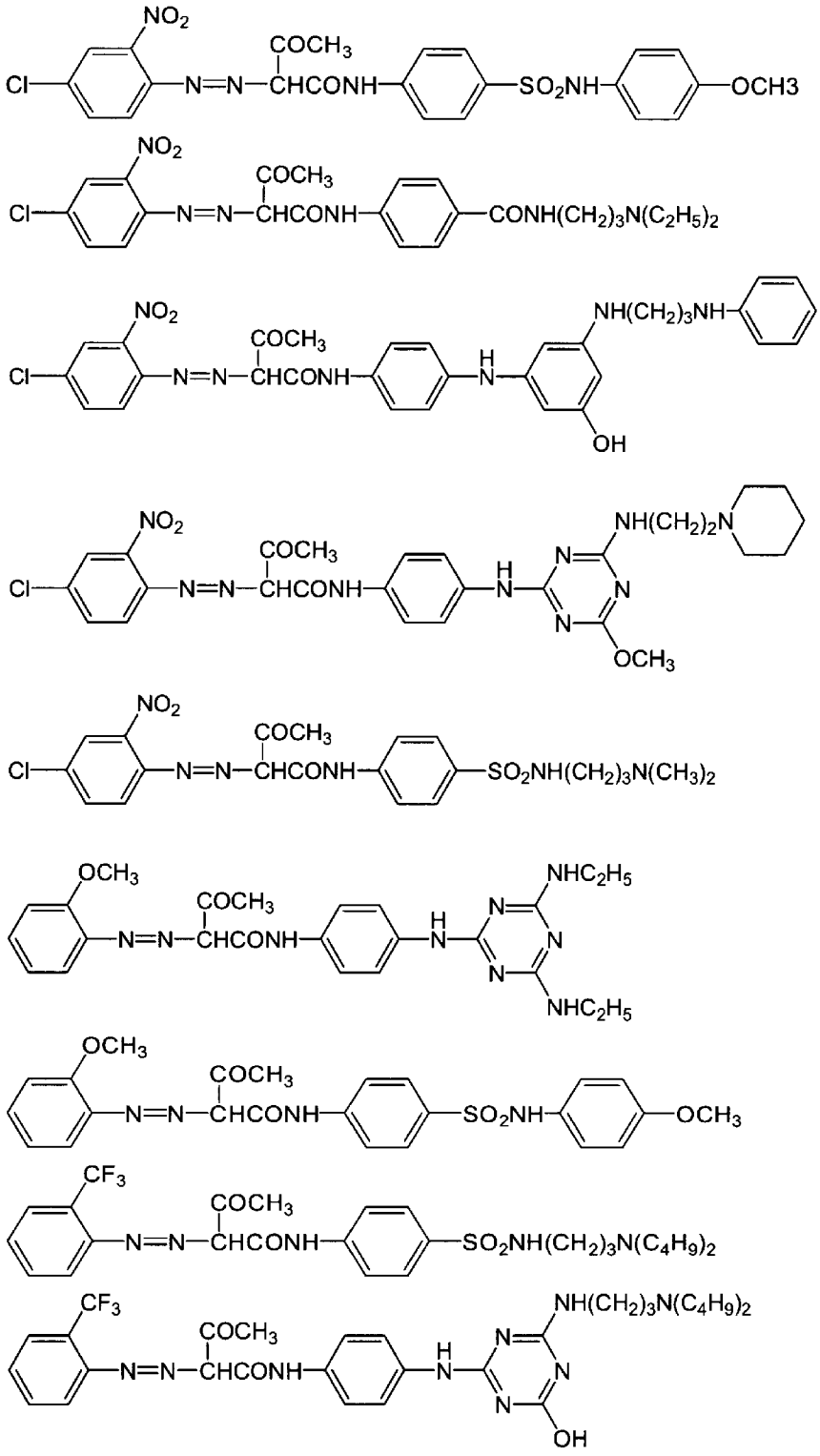
[0104]

[化24]



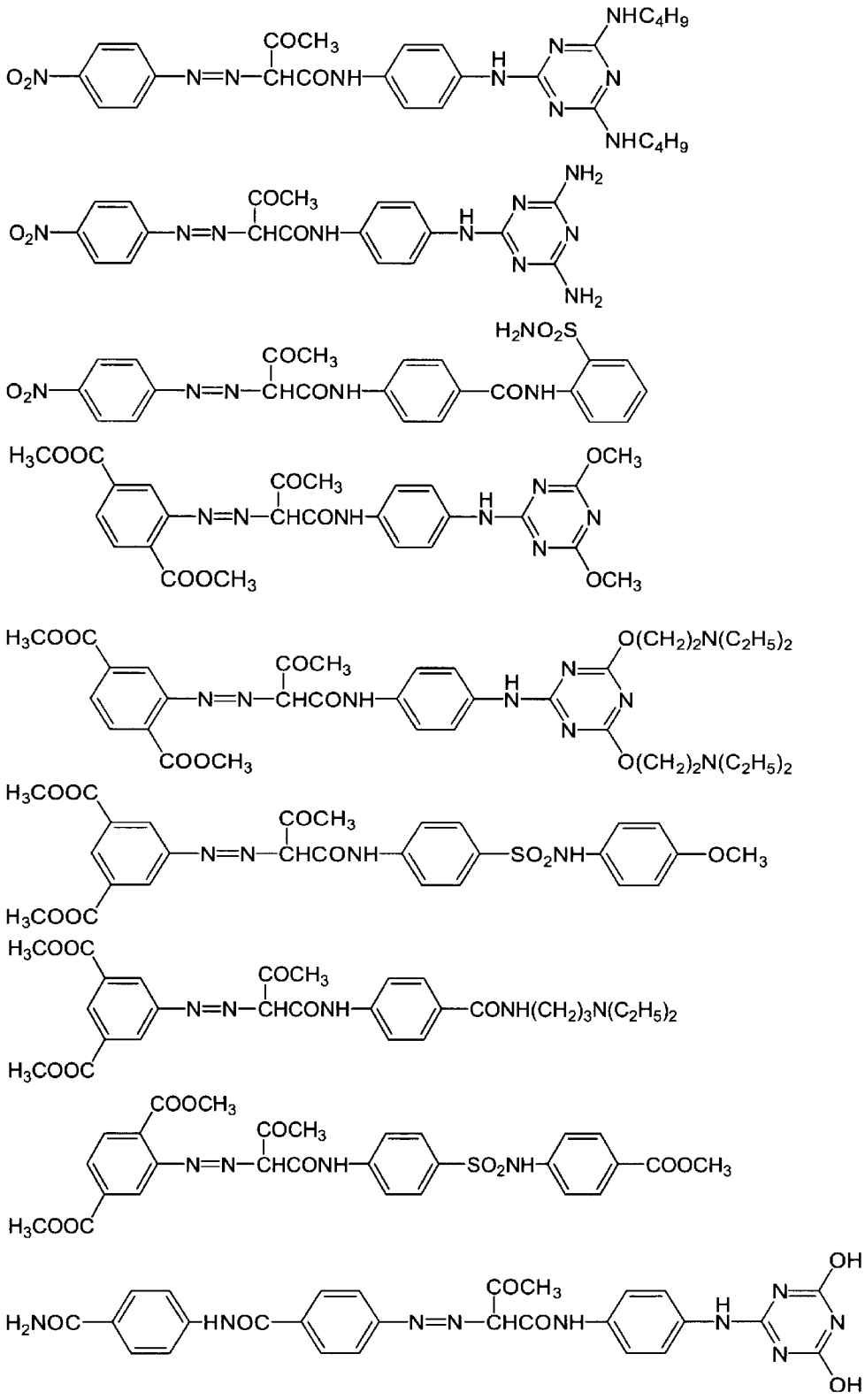
[0105]

[化25]



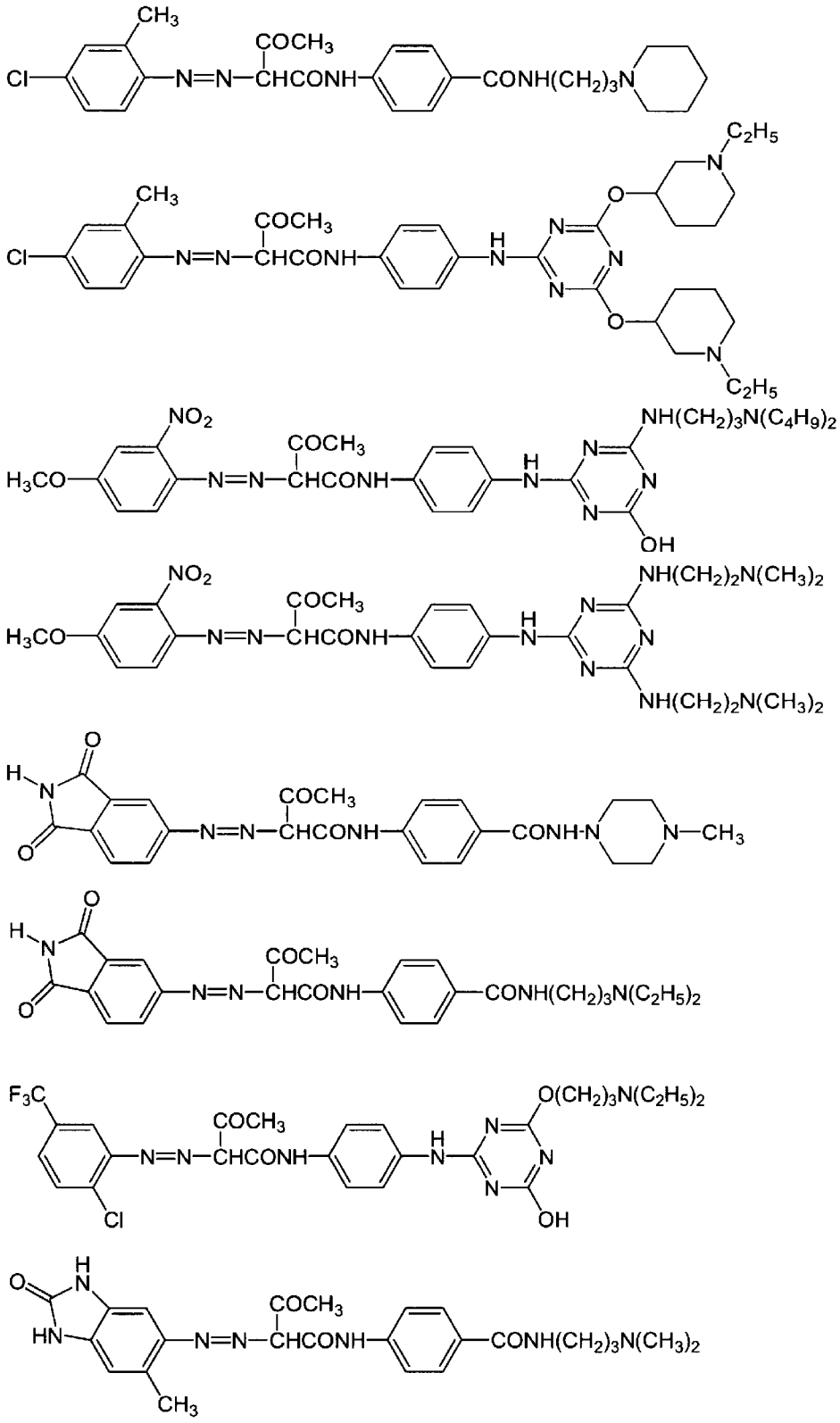
[0106]

[化26]



[0107]

[化27]



[0108] 本発明において顔料組成物を調製する際、モノアゾ顔料とモノアゾ顔料誘

導体は任意の方法で混合することができる。混合方法としては、例えば予め合成したモノアゾ顔料とモノアゾ顔料誘導体を粉状のまま混合する方法、またはそれぞれの水スラリー同士を混合する方法、予め合成したモノアゾ顔料の水スラリーに粉状あるいは溶解したモノアゾ顔料誘導体を添加する方法、モノアゾ顔料を合成する際にモノアゾ顔料誘導体を同時に生成させる方法、モノアゾ顔料誘導体の存在下でモノアゾ顔料を合成する方法、モノアゾ顔料とモノアゾ顔料誘導体からなる顔料組成物をソルベントソルトミリング法によって混練する方法などが挙げられる。これらいずれの方法によっても分散性及び結晶安定性の良好な顔料組成物を得ることができる。

[0109] 本発明の顔料組成物において、モノアゾ顔料誘導体の含有量は、モノアゾ顔料とモノアゾ顔料誘導体の合計量のうち、０．１モル%～４０モル%の範囲であることが好ましい。好ましくは０．３モル%～３０モル%、さらに好ましくは０．５モル%～２０モル%である。含有量が０．１モル%未満である場合、得られた顔料組成物の分散安定性、結晶安定性が不十分になる傾向がある。一方、４０モル%を超える場合、添加量の増加に伴った顕著な分散安定化効果や結晶安定化効果が得られず、加えてモノアゾ顔料の含有量が低下するために着色力が低下する傾向がある。

[0110] 本発明の顔料組成物を製造する方法としては、上記で例示した方法のうち、モノアゾ顔料を合成する際にモノアゾ顔料誘導体を同時に生成させる方法、またはモノアゾ顔料誘導体の存在下でモノアゾ顔料を合成する方法、またはモノアゾ顔料とモノアゾ顔料誘導体からなる顔料組成物をソルベントソルトミリング法によって混練する方法が特に好ましい。これらの方法で顔料組成物を製造した場合、モノアゾ顔料及びモノアゾ顔料誘導体が、非常に微細であり、かつ、均一に混合された顔料組成物が得られる。そのため各種用途に使用した場合、分散性及び結晶安定性に優れ、着色力や透明性の高い顔料組成物が得られるため、特に好ましい。

[0111] モノアゾ顔料を合成する際にモノアゾ顔料誘導体を同時に生成させる方法で顔料組成物を製造する場合、アセトアセトアニリド化合物として式（７）

で表されるアセトアセトアニリド化合物及び式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を混合し、上記に例示したモノアゾ顔料を合成する方法と同様にして顔料組成物を製造することができる。その際、式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物の使用量は、式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物と式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を合計した量の０．１モル%～４０モル%の範囲であることが好ましい。好ましくは０．３モル%～３０モル%、さらに好ましくは０．５モル%～２０モル%である。使用量が０．１モル%未満である場合、得られた顔料組成物の分散安定性、結晶安定性が不十分になる傾向がある。一方、４０モル%を超える場合、添加量の増加に伴った顕著な分散安定化効果や結晶安定化効果が得られない、加えてモノアゾ顔料の含有量が低下するために着色力が低下する傾向がある。

[0112] モノアゾ顔料誘導体の存在下でモノアゾ顔料を合成する方法で顔料組成物を製造する場合、予め合成したモノアゾ顔料誘導体をベース成分（ジアゾ化物）、カップラー成分（アセトアセトアニリド化合物）、またはｐＨ３～６の緩衝剤水溶液中のいずれかに添加し、それ以外は上記に例示したモノアゾ顔料を合成する方法と同様にして顔料組成物を製造することができる。

[0113] 本発明の顔料組成物の製造方法としては、具体的には、以下の方法が挙げられる。

芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する顔料組成物の製造方法であって、

Ａ．芳香族アミンが式（６）で表される芳香族アミンを含み、アセトアセトアニリド化合物が式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物、および式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含む製造方法、

Ｂ．芳香族アミンが式（６）で表される芳香族アミンを含み、アセトアセトアニリド化合物が式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物、および式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（６）で表さ

れる芳香族アミンのジアゾ化物の水溶液中に式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を添加し、カップリング反応させ、反応混合物を得る工程、前記反応混合物と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物とを反応させる工程を有する製造方法、

Ｃ．芳香族アミンが式（６）で表される芳香族アミンを含み、アセトアセトアニリド化合物が式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物、および式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、ｐＨ３～６の緩衝剤水溶液中に、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物の水溶液と、式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物および式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を溶解した塩基性水溶液を、共に、それぞれ所定の流量で添加する工程を有する製造方法、

Ｄ．芳香族アミンが式（６）で表される芳香族アミンを含み、アセトアセトアニリド化合物が式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、モノアゾ顔料誘導体と式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物を混合し、混合物を得る工程、前記混合物と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物とを反応させる工程を有する製造方法、

Ｅ．芳香族アミンが式（６）で表される芳香族アミンを含み、アセトアセトアニリド化合物が式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、モノアゾ顔料誘導体と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を混合し、混合物を得る工程、前記混合物と式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物とを反応させる工程を有する製造方法、

Ｆ．芳香族アミンが式（６）で表される芳香族アミンを含み、アセトアセトアニリド化合物が式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、モノアゾ顔料誘導体を含有するｐＨ３～６の緩衝剤水溶液中に、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物の水溶液と、式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物の塩基性溶液を、共に、それぞれ所定の流量で添加する工程を有する製造方法、

Ｇ．芳香族アミンが式（６）で表される芳香族アミンを含み、アセトアセ

トアニリド化合物が式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物との反応物を含むスラリーと、モノアゾ顔料誘導体とを混合する工程を有する製造方法、

Ｈ．モノアゾ顔料及びモノアゾ顔料誘導体を含む混合物を、水溶性無機塩及び水溶性有機溶剤の存在下で湿式混練する工程、次いで、前記混合物から前記水溶性無機塩及び前記水溶性有機溶剤を除去する工程を有する製造方法、などが挙げられる。

[0114] 緩衝剤水溶液、塩基性溶液、水溶性無機塩、水溶性有機溶剤等の種類や、ジアゾ化物の水溶液、アセトアセトアニリド化合物の塩基性溶液等の濃度や添加に要する時間等は、前述のモノアゾ顔料の製造方法、または、従来公知のモノアゾ顔料の製造方法に沿って定めることができる。

[0115] 本発明で得られる顔料組成物は、上記いずれか１つの方法で製造してもよく、複数の方法を組み合わせて製造してもよい。さらに上記のいずれかの方法で調製した顔料組成物は、必要に応じてさらにアシッドペースティングやソルベントソルトミリング、ドライミリングなどの方法により所望の粒子径に微細化してから使用してもよい。その際の方法は、上記モノアゾ顔料の場合と同様に行うことができる。

[0116] また本発明の顔料組成物は、上記いずれの方法においても、必要に応じて樹脂や界面活性剤等を添加して製造することができる。これらの添加剤は顔料組成物を調製するいずれの段階で使用してもよい。例えば顔料組成物を合成する段階で、芳香族アミンまたはアセトアセトアミド化合物とともに使用してもよく、アシッドペースティングやソルベントソルトミリング、ドライミリングなどを行う際に使用してもよい。

[0117] その際に使用する樹脂の種類は特に限定されないが、例えば、ロジン系樹脂、アクリル系樹脂、スチレンーアクリル系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリウレタン系樹脂、フッ素系樹脂、ビニルナフタレンーアクリル酸系樹脂、スチレンーマレイン酸系樹脂等が挙げられる。これらの

樹脂は一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。またこれらは、顔料組成物に対して０．１～３０重量%、好ましくは１～１５重量%の範囲で使用することができる。

[0118] 界面活性剤の種類は特に限定されないが、例えば、脂肪酸塩、アルキル硫酸エステル塩、アルキルアリールスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、ジアルキルスルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩、アルキルジアリールエーテルジスルホン酸塩、アルキルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル硫酸塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル塩、グリセロールボレイト脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセロール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル、ポリオキシエチレンオキシプロピレンブロックコポリマー、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、フッ素系非イオン性界面活性剤、シリコーン系非イオン性界面活性剤、アルキルアミン塩、四級アミン塩、アルキルピリジニウム塩、アルキルイミダゾリウム塩等が挙げられる。これらの界面活性剤は一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。またこれらは、顔料組成物に対して０．３～２０重量%、好ましくは１～１０%の範囲で使用することができる。

[0119] 本発明の顔料組成物は、組成物に含まれる顔料（モノアゾ顔料及びモノアゾ顔料誘導体の混合物）の平均一次粒子径が２００ｎｍ以下であることが好ましく、より好ましくは１５０ｎｍ以下、さらに好ましくは１００ｎｍ以下である。平均一次粒子径が２００ｎｍを超える場合、各種用途に使用した際の着色力が劣る場合があり、さらに分散体やインキの保存中に沈降物を生じる場合がある。

[0120] 本発明において、顔料組成物の平均一次粒子径は走査型電子顕微鏡または

透過型電子顕微鏡を使用して測定することができる。例えば、走査型電子顕微鏡または透過型電子顕微鏡で顔料粒子の写真を撮影し、凝集体を構成する各一次粒子について、それぞれの径を測定する。その際、各一次粒子について最大となる部分の径を一次粒子径とする。この測定を同一の視野内に含まれる１００個の粒子について行い、得られた値の平均値を平均一次粒子径とする。

[0121] 本発明の顔料組成物において、顔料組成物をイオン交換水で煮沸抽出して得た水溶液の比電導度は、顔料組成物に含まれるイオン性不純物含有量の指標として測定される。一般的に、顔料組成物に含まれるイオン性不純物は、各種用途に使用した場合の分散安定性に影響することが知られており、できる限り少ないことが好ましい。本発明において、顔料組成物をイオン交換水で煮沸抽出した水溶液の比電導度は、２００μＳ／ｃｍ未満であることが好ましく、より好ましくは１５０μＳ／ｃｍ未満、さらに好ましくは１００μＳ／ｃｍ未満である。イオン性不純物含有量の測定は、実施例に記載の方法に従い行うことができる。

[0122] 顔料組成物に含まれるイオン性不純物を低減するための方法は、顔料組成物をイオン交換水で煮沸抽出した水溶液の比電導度が上記の範囲となるものであれば特に限定されないが、例えば顔料組成物を調製後に濾過と洗浄を繰り返す方法が挙げられる。その際に使用する水の種類は特に限定されないが、蒸留水やイオン交換水など、イオン性不純物を含有しないものであることが好ましい。

[0123] また、本発明の顔料組成物において、カルシウム、マグネシウム、及び鉄の含有量の合計は３００ｐｐｍ未満であることが好ましく、より好ましくは２００ｐｐｍ未満、さらに好ましくは１５０ｐｐｍ未満である。また、上記の各金属元素の含有量はそれぞれ１５０ｐｐｍ未満であることが好ましく、より好ましくは１００ｐｐｍ未満、さらに好ましくは８０ｐｐｍ未満である。カルシウム、マグネシウム、及び鉄の含有量の合計が３００ｐｐｍ以上、またはそれぞれの金属元素の含有量が１５０ｐｐｍ以上である場合、顔料組

成物をインクジェットインキに使用した際、プリンターのインキ流路やヘッドのノズル部において不溶物を発生し、ノズル詰まりの原因となる場合がある。

[0124] カルシウム、マグネシウム、及び鉄の含有量を測定するための方法としては様々なものが知られているが、例えば、顔料組成物に硝酸を加えてマイクロウェーブで分解処理して得た溶液を適当な濃度に希釈し、誘導結合プラズマ発光分析（ＩＣＰ）を用いて測定する方法が挙げられる。カルシウム、マグネシウム、及び鉄の含有量の測定は、実施例に記載の方法に従い行うことができる。

[0125] 顔料組成物に含まれるカルシウム、マグネシウム、及び鉄の含有量を低減するための方法は特に限定されないが、例えば顔料組成物を調製後に酸性の水溶液中でスラリー化し、濾過、洗浄を繰り返す方法が挙げられる。その際に使用する酸の種類は特に限定されないが、例えば、硫酸、塩酸、酢酸等を挙げることができる。また、洗浄に使用する水の種類は特に限定されないが、蒸留水やイオン交換水など、イオン性不純物を含有しないものであることが好ましい。

[0126] 本発明の顔料分散体は、本発明の顔料組成物および液状媒体を含有するものであり、本発明の顔料組成物を水性媒体に分散した水性顔料分散体、及び有機溶媒に分散した油性顔料分散体のいずれをも包含するものである。

[0127] 本発明の水性顔料分散体は、本発明の顔料組成物、水性媒体、必要に応じ樹脂、界面活性剤等の混合物を各種分散機で分散して調製することができる。また必要に応じて、上記の原料のほかに各種添加剤を添加して分散してもよい。顔料分散体を調製する際の、各原料の添加順序や添加方法については特に限定されない。

[0128] 本発明の水性顔料分散体において、顔料組成物の含有量は特に限定されないが、水性顔料分散体中の５～５０重量%の範囲で使用することが望ましい。特に好ましくは１０～４０重量%である。

[0129] 水性顔料分散体の製造に使用する水性媒体の種類や含有量は特に限定され

ないが、金属イオン等を除去したイオン交換水または蒸留水を使用することが好ましい。水性媒体の含有量は水性顔料分散体中の３０～９５重量%であることが好ましい。

[0130] また水性媒体としては、必要に応じて水と水溶性溶媒を混合して使用することができる。水溶性溶媒は特に限定されないが、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ケトンアルコール、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、１，２－ヘキサンジオール、Ｎ－メチル－２－ピロリドン、置換ピロリドン、２，４，６－ヘキサントリオール、テトラフリルアルコール、４－メトキシ－４－メチルペンタノン等が挙げられる。これらは一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。これらの水溶性溶媒を使用する場合、水溶性溶媒の含有量は、水性顔料分散体中の１～５０重量%であることが好ましい。

[0131] 水性顔料分散体の製造に使用する樹脂としては、水性媒体中で顔料組成物を分散しうるものであれば特に限定されないが、例えば顔料組成物を製造する際に使用可能な樹脂として例示したものを使用することができる。それらの樹脂は一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。また、それらの使用量は特に限定されないが、水性顔料分散体中の０．５～３０重量%であることが好ましく、さらに好ましくは１～２０重量%である。

[0132] また、水性顔料分散体の製造に使用するための界面活性剤としては、水性媒体中で顔料組成物を分散しうるものであれば特に限定されないが、例えば顔料組成物を製造する際に使用可能な界面活性剤として例示したものを使用することができる。それらの界面活性剤は単独で使用してもよく、複数を組み合わせて使用してもよい。また、それらの使用量は特に限定されないが、水性顔料分散体中の０．５～３０重量%であることが好ましく、さらに好ま

しくは１～２０重量%である。

[0133] さらに、水性顔料分散体を製造する際、必要に応じて防黴剤、ｐＨ調整剤、消泡剤等の添加物を使用することができる。

[0134] 防黴剤は、水性顔料分散体中での黴の発生を防止するために使用する。防黴剤の種類は特に限定されないが、例えばデヒドロ酢酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、ソジウムピリジンチオン－１－オキサイド、ジンクピリジンチオン－１－オキサイド、１，２－ベンズイソチアゾリン－３－オン、１－ベンズイソチアゾリン－３－オンのアミン塩等が挙げられる。これらは、水性顔料分散体中の０．０５～２重量%の範囲で使用するのが好ましい。

[0135] ｐＨ調整剤は、水性顔料分散体のｐＨを所望の値に調整するために使用する。ｐＨ調整剤の種類は特に限定されないが、例えば各種アミン、各種無機アルカリ、アンモニア、各種緩衝液等が挙げられる。

[0136] 消泡剤は水性顔料分散体の製造において泡の発生を防止するために使用する。消泡剤の種類は特に限定されず、市販のものをいずれも使用することができる。例えば、サーフィノール１０４Ａ、サーフィノール１０４Ｅ、サーフィノール１０４Ｈ、サーフィノール１０４ＢＣ、サーフィノール１０４ＤＰＭ、サーフィノール１０４ＰＡ、サーフィノール１０４ＰＧ－５０、サーフィノール４２０、サーフィノール４４０、サーフィノール４６５、サーフィノール４８５、サーフィノールＰＳＡ－３３６（いずれもエアープロダクツ・アンド・ケミカルズ社製）等が挙げられる。

[0137] 本発明の油性顔料分散体は、本発明の顔料組成物、有機溶媒、必要に応じ分散剤等の混合物を各種分散機で分散して調製することができる。また必要に応じて、上記の原料のほかに各種添加剤を添加して分散してもよい。顔料分散体を調製する際の、各原料の添加順序や添加方法については特に限定されない。

[0138] 本発明の油性顔料分散体において、顔料組成物の含有量は特に限定されないが、油性顔料分散体中の５～５０重量%の範囲で使用することが望ましい。特に好ましくは１０～４０重量%である。

[0139] 油性顔料分散体の製造に使用する有機溶媒の種類や含有量は特に限定されないが、例えばメチルアルコール、エチルアルコール、ｎ－プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、ｎ－ブチルアルコール等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、メチル－ｎ－プロピルケトン、メチルイソプロピルケトン、メチル－ｎ－ブチルケトン、メチルイソブチルケトン、メチル－ｎ－アミルケトン、メチルイソアミルケトン、ジエチルケトン、エチル－ｎ－プロピルケトン、エチルイソプロピルケトン、エチル－ｎ－ブチルケトン、エチルイソブチルケトン、ジ－ｎ－プロピルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノン、メチルシクロヘキサノン、イソホロン等のケトン類、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸－ｎ－プロピル、酢酸イソプロピル、酢酸－ｎ－ブチル、酢酸イソブチル、酢酸ヘキシル、酢酸オクチル、乳酸メチル、乳酸プロピル、乳酸ブチル等のエステル類、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール等のグリコール類、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールモノイソプロピルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノヘキシルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノプロピルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールジプロピルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル等のグリコールエーテル類、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノプロピルエーテルアセテート、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、ジ

エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノブチルエーテルアセテート、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート等のグリコールアセテート類、ｎ－ヘキサン、イソヘキサン、ｎ－ノナン、イソノナン、ドデカン、イソドデカン等の飽和炭水素類、１－ヘキセン、１－ヘプテン、１－オクテン等の不飽和炭化水素類、シクロヘキサン、シクロヘプタン、シクロオクタン、シクロデカン、デカリン等の環状飽和炭化水素類、シクロヘキセン、シクロヘプテン、シクロオクテン、１，３，５，７－シクロオクタテトラエン、シクロドデセン等の環状不飽和炭化水素類、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類等が挙げられる。有機溶媒の含有量は、油性顔料分散体中の３０～９５重量%であることが好ましい。これらは一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。

[0140] 油性顔料分散体の製造に使用する分散剤は特に限定されないが、例えば、水酸基含有カルボン酸エステル、長鎖ポリアミノアマイドと高分子量酸エステルの塩、高分子量ポリカルボン酸の塩、長鎖ポリアミノアマイドと極性酸エステルの塩、高分子量不飽和酸エステル、変性ポリウレタン、変性ポリアクリレート、ポリアリルアミンと遊離のカルボン酸を有するポリエステルの縮合物または造塩物、ポリエーテルエステル型陰イオン性界面活性剤、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の塩、芳香族スルホン酸ホルマリン縮合物の塩、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ステアリルアミンアセテート等が挙げられる。これらは一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。これらの使用量は特に限定されないが、油性顔料分散体中の０．５～３０重量%であることが好ましく、さらに好ましくは１～２０重量%である。

[0141] 本発明の顔料分散体を製造するために使用する分散機は特に限定されないが、例えば横型サンドミル、縦型サンドミル、アニュラー型ビーズミル、アトライター、マイクロフルイタイザー、ハイスピードミキサー、ホモミキサー、ホモジナイザー、ボールミル、ペイントシェーカー、ロールミル、石臼式ミル、超音波分散機等が挙げられ、通常各種分散体を製造するために使用されるあらゆる分散機や混合機を使用することができる。

[0142] また、各種分散機で分散を行う前に、ニーダー、３本ロールミル等の練肉混合機を使用した前分散、あるいは２本ロールミル等による固形分散等の処理を行ってもよい。また、各種分散機で分散した後、３０～８０℃の加温状態にて数時間～１週間程度保存して後処理する工程や、超音波分散機や衝突型ビーズレス分散機を用いて後処理する工程は、顔料分散体に分散安定性を付与するために効果的である。さらに各種分散機で分散を行った後に、遠心分離機による処理を施しても良い。この処理は、顔料分散体中に含まれる粗大粒子を除去するために効果的である。

[0143] 本発明のインクジェットインキは、上記水性顔料分散体を使用した水性インキ及び上記油性顔料分散体を使用した油性インキのいずれをも包含するものである。

[0144] 本発明の水性インクジェットインキは、本発明の水性顔料分散体に、必要に応じ、水性媒体、樹脂、界面活性剤、その他の添加剤等を加えて均一に混合することにより製造できる。

[0145] 本発明の水性インクジェットインキにおいて、顔料組成物の含有量は特に限定されないが、水性インクジェットインキ中の１～１０重量%であることが好ましく、さらに好ましくは２～７重量%である。

[0146] 水性インクジェットインキの製造に使用する水性媒体の種類や含有量は特に限定されないが、金属イオン等を除去したイオン交換水ないし蒸留水を使用することが好ましい。水性媒体の含有量は水性インクジェットインキ中の６０～９９重量%であることが好ましい。

[0147] また水性媒体としては、プリンターヘッドのノズル部分におけるインキの

乾燥、固化を防止し、安定な吐出を行うために、必要に応じて水溶性溶媒を使用することができる。水溶性溶媒の種類は特に限定されないが、例えば、水性顔料分散体の製造で使用することのできる水溶性溶媒として例示したものが挙げられる。これらは一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。これらの水溶性溶媒を使用する場合、水溶性溶媒の含有量は、水性インクジェットインキ中の１～５０重量%の範囲であることが好ましい。

[0148] 本発明の水性インクジェットインキを調製する際、顔料組成物の被印刷物への定着性を付与するために樹脂を使用することができる。樹脂の種類は特に限定されないが、例えば、水性顔料分散体を製造する際に使用可能な樹脂として例示したもの、またはそれらの水中油滴型エマルションが挙げられる。これらのうち水中油滴型エマルションは、これらを使用した場合、低粘度の水性インクジェットインキ及び耐水性に優れた記録物が得られるため、好ましい。これらの樹脂は、一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。これらの樹脂の含有量は、水性インクジェットインキ中の０．５～１０重量%であることが好ましく、さらに好ましくは、１～５重量%である。含有量が０．５%よりも少ない場合、顔料組成物を定着する効果が不十分となり、１５%よりも多い場合、インキの粘度が上昇する、あるいは吐出安定性を低下させる、等の不具合を生じる場合がある。これらの樹脂は、必要に応じてアンモニア、各種アミン、各種無機アルカリ等のｐＨ調整剤により酸性官能基を中和して使用することができる。

[0149] 本発明の水性インクジェットインキを調製する際、インキ中における顔料組成物の分散安定性を付与するため、必要に応じて界面活性剤を使用することができる。界面活性剤の種類は特に限定されないが、例えば、水性顔料分散体を製造する際に使用可能な界面活性剤として例示したものが挙げられる。これらの界面活性剤は、一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。これらの界面活性剤の含有量は、水性インクジェットインキ中の０．５～１０重量%であることが好ましく、さらに

好ましくは、１～５重量%である。

[0150] 本発明の水性インクジェットインキを製造する際、その他の添加剤としては乾燥促進剤、浸透剤、防黴剤、キレート剤、ｐＨ調整剤等を使用することができる。

[0151] 乾燥促進剤は、水性インクジェットインキを印字した際の乾燥を速めるために使用することができる。乾燥促進剤の種類は特に限定されないが、例えば、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール類が挙げられる。これらは一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを混合して使用してもよい。また、これらの含有量は、水性インクジェットインキ中の１～５０重量%であることが好ましい。

[0152] また、被印刷体が紙のような浸透性の基材である場合、基材へのインキの浸透を促進し、見掛けの乾燥性を早くするために、各種浸透剤を使用することができる。浸透剤の例としては、ジエチレングリコールモノブチルエーテルやアルキレングリコール、アルキレンジオール等の水溶性溶媒、また、ポリエチレングリコールラウリルエーテルやラウリル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、ジー（２－エチルヘキシル）－スルホコハク酸ナトリウム等の界面活性剤等が挙げられる。これらの使用量は、水性インクジェットインキ中の５重量%以下で十分な効果があり、これよりも多いとインキの粘度が上昇する、あるいはインキが滲みや紙抜けを起こすことがある。

[0153] 防黴剤は、水性インクジェットインキ中における黴の発生を防止するために使用することができる。防黴剤の種類は特に限定されないが、例えば、水性顔料分散体を製造する際に使用可能な防黴剤として例示したものを使用することができる。これらは、水性インクジェットインキ中の０．０５～１．０重量%の範囲で使用するのが好ましい。

[0154] キレート剤は、水性インクジェットインキ中に含まれる金属イオンを捕捉し、プリンターヘッドのノズル部やインキ中における不溶性物の析出を防止するために使用することができる。キレート剤の種類は特に限定されないが

、例えばエチレンジアミンテトラアセティックアシド、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのナトリウム塩，エチレンジアミンテトラアセティックアシドのジアンモニウム塩、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのテトラアンモニウム塩等が挙げられる。これらは水性インクジェットインク中の０．００５～０．５重量%の範囲で使用するのが好ましい。

[0155] また、水性インクジェットインキのｐＨを所望の値に調整するため、各種ｐＨ調整剤を使用することができる。ｐＨ調整剤の種類は特に限定されないが、例えば、水性顔料分散体の製造で使用することのできるｐＨ調整剤が挙げられる。

[0156] 本発明の油性インクジェットインキは、本発明の油性顔料分散体に、必要に応じ有機溶媒、樹脂、分散剤、その他の添加剤等を加えて均一に混合することにより製造できる。

[0157] 本発明の油性インクジェットインキにおいて、顔料組成物の含有量は特に限定されないが、油性インクジェットインキ中の１～１０重量%であることが好ましく、さらに好ましくは２～７重量%である。

[0158] 油性インクジェットインキの製造に使用する有機溶媒の種類は特に限定されないが、例えば、油性顔料分散体を製造する際に使用可能な有機溶媒として例示したものを使用することができる。有機溶媒の含有量は特に限定されないが、油性インクジェットインキ中の８０～９７重量%であることが好ましい。これらの有機溶媒は、一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。

[0159] 本発明の油性インキジェットインキを製造する際、顔料組成物の被印刷物への定着性を付与するために、樹脂を使用することができる。樹脂の種類は特に限定されないが、例えば、石油樹脂、カゼイン、セラック、ロジン系樹脂、ロジンエステル系樹脂、セルロース系樹脂、天然ゴム、合成ゴム、環化ゴム、塩化ゴム、酸化ゴム、塩酸ゴム、フェノール樹脂、テルペンフェノール系樹脂、アルキッド樹脂、ポリエステル樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アミノ樹脂、エポキシ樹脂、ビニル樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリアリルアミ

ン樹脂、塩化ビニルー酢酸ビニル系樹脂、エチレンー酢酸ビニル系樹脂、塩化ビニリデン樹脂、アクリル系樹脂、メタクリル樹脂、ウレタン樹脂、シリコーン樹脂、フッ素樹脂、乾性油、合成乾性油、マレイン酸樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイミド樹脂、ベンゾグアナミン樹脂、メラミン樹脂、尿素樹脂、ブチラール樹脂、クマロンインデン系樹脂、キシレン樹脂、フマル酸樹脂、ポリオレフィン、塩化ポリプロピレン、ワックスーラテックス系樹脂、スチレンーアクリル系樹脂、スチレンーマレイン酸系樹脂等が挙げられる。これらは一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。これらの使用量は特に限定されないが、油性インクジェットインキ中の１～１５重量%であることが好ましく、さらに好ましくは３～８重量%である。

[0160] 本発明の油性インクジェットインキを調製する際、インキ中における顔料組成物の分散安定性を付与するため、必要に応じて分散剤を使用することができる。分散剤の種類は特に限定されないが、例えば、油性顔料分散体を製造する際に使用可能な分散剤として例示したものを使用することができる。これらは一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。これらの使用量は特に限定されないが、油性インクジェットインキ中の０．１～１５重量%であることが好ましく、さらに好ましくは０．５～１０重量%である。

[0161] 本発明の油性インクジェットインキには更なる添加物が含まれていてもよい。添加剤としては、例えば、湿潤剤、脱ガス剤／脱泡剤、保存剤及び酸化防止剤等が挙げられる。

[0162] 上記の原料を混合してインクジェットインキを調製する際、原料を混合する方法は特に限定されず、通常の羽を用いた撹拌機のほか、高速の分散機、乳化機等を使用して行うことができる。その際、原料の添加順序や混合方法等は特に限定されない。

[0163] また、各原料を混合し、調製したインクジェットインキを各種濾過機で濾過することにより、インキ中に含まれる粗大粒子を除去することができる。

その際に使用するフィルターの孔径は１μｍ以下であることが好ましく、さらに好ましくは、０．６５μｍ以下である。

[0164] 本発明の着色樹脂組成物は、本発明の顔料組成物、及び結着樹脂、必要に応じて後述の荷電制御剤、離型剤等を含有するものであり、電子写真用トナーとして用いることができる。本発明の着色樹脂組成物は、本発明の顔料組成物及び結着樹脂を混合機により充分混合し、その後、熱混練機を用いて溶融混練し、冷却固化させて調製することができる。顔料組成物の含有量は特に限定されないが、着色樹脂組成物中の１０～８０重量%の範囲で使用することが望ましい。特に好ましくは２０～６０重量%である。結着樹脂の含有量は特に限定されないが、着色樹脂組成物中の２０～９０重量%の範囲で使用することが望ましい。特に好ましくは４０～８０重量%である。

[0165] 本発明の電子写真用トナー（本明細書中では電子写真用トナーを単にトナーと称する場合がある。）は、粉砕法及び各種重合法等、従来公知の製造方法を用いて製造することができる。粉砕法による製造例としては、上記の着色樹脂組成物を各種粉砕機で粗粉砕し、必要に応じて後述の外添剤と混合した後、微粉砕、分級することで製造することができる。

[0166] 一方、重合法による製造例としては、本発明の顔料組成物、重合開始剤、必要に応じて各種添加剤をモノマー中に溶解または分散させ油相を調製する。この油相と分散剤等を含有する水相とを混合し、油滴を生成させ、ラジカル重合反応を進行させる。次いで洗浄、乾燥し、外添剤と混合することでトナーを製造することができる。本発明のトナーを重合法で製造する場合、懸濁重合法、乳化重合法、溶解懸濁法、エステル伸長重合法等、従来公知の方法を用いて製造することができる。また、これらの重合法でトナーを製造する際に、上記の着色樹脂組成物を原料として使用し、加工することも可能である。

[0167] 本発明の着色樹脂組成物及びトナーを製造するために使用する結着樹脂は特に限定されないが、例えば、スチレンーｐークロルスチレン共重合体、スチレンービニルトルエン共重合体、スチレンービニルナフタレン共重合体、

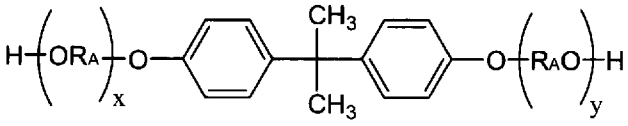
スチレンーアクリル酸エステル共重合体、スチレンーメタクリル酸エステル共重合体、スチレンーα－クロルメタクリル酸メチル共重合体、スチレンーアクリロニトリル共重合体、スチレンービニルメチルエーテル共重合体、スチレンービニルエチルエーテル共重合体、スチレンービニルメチルケトン共重合体、スチレンーブタジエン共重合体、スチレンーイソプレン共重合体、スチレンーアクリロニトリルーインデン共重合体、ポリ塩化ビニル、フェノール樹脂、天然変性フェノール樹脂、天然樹脂変性マレイン酸樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ポリ酢酸ビニル、シリコーン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン、ポリアミド樹脂、フラン樹脂、エポキシ樹脂、キシレン樹脂、ポリビニルブチラール、テルペン樹脂、クマロンインデン樹脂、石油系樹脂などがあげられる。中でもポリエステル樹脂、スチレン系共重合体が好ましく用いられる。本発明の顔料組成物は、上記結着樹脂の中でもポリエステル樹脂に対する適性が特に優れ、顔料組成物が結着樹脂中に均一且つ微細に分散され、好適である。

[0168] ポリエステル樹脂を構成するアルコール成分としては、エチレングリコール、１，２－プロピレングリコール、１，３－プロピレングリコール、１，３－ブタンジオール、１，４－ブタンジオール、２，３－ブタンジオール、１，４－ブテンジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、１，５－ペンタンジオール、１，６－ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、２－エチル－１，３－ヘキサンジオール、ビスフェノールＡ、水素添加ビスフェノールＡ、１，４－ビス（ヒドロキシメチル）シクロヘキサン、下記式（９）で示されるビスフェノール誘導体等のジオール類、グリセロール、ジグリセロール、ソルビット、ソルビタン、ブタントリオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、トリペンタエリスリトール、等の多価アルコール類が挙げられ、これらは単独で或いは２種以上の組み合わせで使用される。

[0169]

[化28]

式（９）



[0170] （式中、R_Aはエチレン又はプロピレン基であり、ｘ、ｙはそれぞれ１以上の整数であり、ｘ＋ｙは２～１０である。）

[0171] ポリエステル樹脂を構成する酸成分としては、二価のカルボン酸として、フタル酸、テレフタル酸、イソフタル酸、無水フタル酸等の芳香族ジカルボン酸類又はその無水物；コハク酸、アジピン酸、セバシン酸、アゼライン酸等の脂肪族ジカルボン酸類又はその無水物；また更に炭素数１６～１８のアルキル基で置換されたコハク酸もしくはその無水物；フマル酸、マレイン酸、シトラコン酸、イタコン酸等の脂肪族不飽和ジカルボン酸又はその無水物等が挙げられる。架橋成分として有効な三価以上のカルボン酸としては、トリメリット酸、ピロメリット酸、ナフタレントリカルボン酸、ブタントリカルボン酸、ヘキサントリカルボン酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸、テトラ（メチレンカルボキシル）メタン、オクタンテトラカルボン酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸やその無水物等が挙げられる。これらは一種類のものを単独で使用してもよく、複数のものを組み合わせて使用してもよい。

[0172] ポリエステル樹脂としては、上記アルコール成分及び酸成分から合成されたホモポリエステル或いはコポリエステルを単独で使用してもよく、２種以上を混合して使用してもよい。

[0173] またポリエステル樹脂は、耐オフセット性および低温定着性の点から、ゲルパーミエイションクロマトグラフィー（ＧＰＣ）で測定される分子量において、重量平均分子量（Ｍｗ）が５，０００以上のものが好ましく、１０，０００～１，０００，０００のものがより好ましい。より好ましくは、重量平均分子量（Ｍｗ）が２０，０００～１００，０００の範囲である。ポリエ

ステル樹脂の重量平均分子量が小さくなると、トナーの耐オフセット性が低下する傾向にあり、また、重量平均分子量が大きくなると定着性が低下する傾向を示す。

[0174] また、ポリエステル樹脂の酸価は５～６０ｍｇＫＯＨ／ｇであることが好ましく、更に好ましくは１０～５５ｍｇＫＯＨ／ｇである。酸価が５ｍｇＫＯＨ／ｇ未満の場合、離型剤が遊離する場合がある。これに対し酸価が６０ｍｇＫＯＨ／ｇを超える場合、樹脂の親水性が大きくなることにより高湿環境において画像濃度が低下する場合がある。

[0175] ポリエステル樹脂の水酸基価は７０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下であることが好ましく、更に好ましくは５０ｍｇＫＯＨ／ｇ以下である。水酸基価が７０ｍｇＫＯＨ／ｇを超える場合には、親水性が大きくなり高湿環境において画像濃度が低下する場合がある。

[0176] また、トナーの凝集防止の点からは、ポリエステル樹脂の示差走査熱量計（装置：ＤＳＣ－６、島津製作所製）によって測定されるガラス転移温度（Ｔｇ）は５０～７０℃であることが好ましく、更に好ましくは５０～６５℃である。

[0177] 本発明のトナーには、必要に応じて荷電制御剤を添加することができる。荷電制御剤の使用により帯電量の安定したトナーを得ることができる。本発明のトナーにおいては、荷電制御剤として従来知られた正又は負の荷電制御剤のいずれも使用可能である。

[0178] 本発明のトナーが正帯電性トナーである場合に使用する正の荷電制御剤の例としてはニグロシン系染料、トリフェニルメタン系染料、有機錫オキサイド、四級アンモニウム塩化合物、四級アンモニウム塩を官能基としてスチレン・アクリル樹脂に共重合したスチレン・アクリル系ポリマー等が挙げられるが、中でも四級アンモニウム塩化合物が好ましい。本発明において使用できる四級アンモニウム塩化合物としては、四級アンモニウム塩と有機スルホン酸あるいはモリブデン酸とからなる造塩化合物が挙げられる。有機スルホン酸としてはナフタレンスルホン酸を用いることが好ましい。

[0179] 一方、負帯電性トナーである場合に使用する負の荷電制御剤の例としてはモノアゾ染料の金属錯体、スルホン酸を官能基としてスチレン・アクリル樹脂に共重合したスチレン・アクリル系ポリマー、芳香族ヒドロキシカルボン酸の金属塩化合物、芳香族ヒドロキシカルボン酸の金属錯体、フェノール系縮合物、ホスホニウム系化合物等が挙げられる。芳香族ヒドロキシカルボン酸としては、サリチル酸、３，５－ジｔｅｒｔ－ブチルサリチル酸、３－ヒドロキシ－２－ナフトエ酸、３－フェニルサリチル酸が好ましい。また、金属塩化合物に用いられる金属としては、亜鉛、カルシウム、マグネシウム、クロム、アルミニウム等が挙げられる。

[0180] また、本発明のトナーにおいては、離型剤を用いることができる。離型剤の例としては、ポリプロピレンワックス、ポリエチレンワックス、フィーシャートロプシュワックス等の炭化水素系ワックス類、合成エステルワックス類、カルナバワックス、ライスワックス等の天然エステル系ワックス類等が挙げられる。

[0181] 本発明のトナーにおいては、必要に応じて滑剤、流動化剤、研磨剤、導電性付与剤、画像剥離防止剤等の外添剤を使用することができる。これら外添剤は、従来トナーの製造にあたり使用されている公知の外添剤のいずれのものでも使用することができる。これら外添剤の例として以下のものが挙げられる。滑剤としては、ポリフッ化ビニリデン、ステアリン酸亜鉛等が、流動化剤としては、乾式法あるいは湿式法で製造したシリカ、酸化アルミニウム、酸化チタン、珪素アルミニウム共酸化物、珪素チタン共酸化物及びこれらを疎水性化処理したもの等が挙げられる。また研磨剤としては窒化珪素、酸化セリウム、炭化ケイ素、チタン酸ストロンチウム、タングステンカーバイド、炭酸カルシウム及びこれらを疎水化処理したもの等が、導電性付与剤としては酸化錫等が挙げられる。

[0182] 本発明のトナーにおいて使用する流動化剤としては、上記で例示したもののうち、疎水化処理されたシリカ、珪素アルミニウム共酸化物、珪素チタン共酸化物微粉体を使用することが好ましい。これら微粉体の疎水化処理方法

としては、シリコンオイルやテトラメチルジシラザン、ジメチルジクロロシラン、ジメチルジメトキシシラン等のシランカップリング剤による処理等が挙げられる。

[0183] 本発明のトナーは一成分系現像剤として使用してもよく、キャリアと混合して二成分系現像剤として使用してもよい。二成分系現像剤に用いるキャリアとしては、従来公知のいずれのものを使用してもよい。その例としては、鉄粉、フェライト粉、ニッケル粉のような磁性粉体等、あるいはこれらの表面を樹脂等で処理したもの等が挙げられる。キャリア表面を被覆する樹脂としては、スチレンーアクリル酸エステル共重合体、スチレンーメタクリル酸エステル共重合体、アクリル酸エステル共重合体、メタクリル酸エステル共重合体、フッ素含有樹脂、シリコーン含有樹脂、ポリアミド樹脂、アイオノマー樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂等、あるいはこれらの混合物が挙げられる。これらのなかでは、スペントトナーの形成が少ないためシリコーン含有樹脂が特に好ましい。これらキャリアの重量平均粒径は３０～１００μｍの範囲であることが好ましい。

[0184] 本発明の着色樹脂組成物を製造する際に、各種原料を混合するために使用するための混合機としては、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー等従来公知のいずれの混合機を用いてもよい。また、これらを溶融混練するために使用する混練機としては、加熱ニーダー、バンバリーミキサー等のバッチ式混練機を使用してもよく、１軸あるいは２軸のエクストルーダー等の連続式混練機を使用してもよい。

[0185] 着色樹脂組成物を製造する際に各種原料を溶融混練する温度は１００～２００℃が好ましく、より好ましくは１２０～１８０℃である。１００℃未満の場合顔料及び／又は顔料組成物の分散が不十分であり、２００℃を超える場合、結着樹脂が熱劣化する場合がある。

[0186] 荷電制御剤は、上記溶融混練の工程で各種原料と混合して使用してもよく、着色樹脂組成物を調製した後に混合、または混合後、再度溶融混練して使用してもよい。このうち溶融混練の工程で使用した場合、荷電制御剤を着色

樹脂組成物中に均一に分散することができるため、より好ましい。

[0187] また、離型剤も同様に、上記溶融混練の工程で各種原料と混合して使用してもよく、着色樹脂組成物を調製した後に混合、または混合後、再度溶融混練して使用してもよい。このうち溶融混練の工程で使用した場合、耐久性の高いトナーを得ることができるため、より好ましい。

実施例

[0188] 以下、実施例によって本発明の詳細を説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。まず、本発明の顔料組成物に関して、その詳細を説明する。

[0189] ＜モノアゾ顔料及び顔料組成物の調製＞

製造例１＜モノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）の調製＞

ジアゾ成分として２－メトキシー４－ニトロアニリン６７．３ｇを水５００ｇに添加、撹拌して懸濁液を調製し、さらに氷を加えて温度を５℃以下に調整した。懸濁液中に３５％塩酸を１０５ｇ添加し、５℃以下を維持したまま１時間撹拌した。その後、懸濁液に、亜硝酸ナトリウム２８．０ｇを水７２．０ｇに溶解させた水溶液を添加し、１時間撹拌することによりジアゾ化を行った。反応混合物にスルファミン酸０．５ｇを加えて亜硝酸を消失させ、ジアゾニウム水溶液を調製した。

[0190] 一方、カップラー成分としてｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇ及び２５％水酸化ナトリウム水溶液１６４ｇを水１４０ｇ中に添加し、撹拌して完全に溶解させた。得られた水溶液を、８０％酢酸８２．０ｇと水４２０ｇを混合した水溶液に注入し、カップラースラリーを調製した。

[0191] 上記で調製したカップラースラリーを４０℃に加熱し、その中にジアゾニウム水溶液を１時間かけて滴下した。滴下終了後、そのままの温度で１時間撹拌し、反応を完結させた。反応終了後、スラリーを９０℃に加熱し、１時間撹拌した後に直径２８５ｍｍのブフナー漏斗で濾過した。濾さいにイオン交換水２５リットルを振りかけて洗浄し、乾燥、粉砕してモノアゾ顔料Ａ（

Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）１５０ｇを得た。

[0192] 製造例２＜モノアゾ顔料Ｂ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１）の調製＞

製造例１において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシ－４－ニトロアニリン６７．３ｇを４－メチル－２－ニトロアニリン６０．９ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇをアセトアセトアニリド７２．３ｇにそれぞれ変更し、それ以外は製造例１と同様にして、モノアゾ顔料Ｂ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１）１３２ｇを得た。

[0193] 製造例３＜モノアゾ顔料Ｃ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　９）の調製＞

製造例１において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシ－４－ニトロアニリン６７．３ｇを４－メチル－２－ニトロアニリン６０．９ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇをＮ－アセトアセチル－ｏ－トルイジン７８．０ｇにそれぞれ変更し、それ以外は製造例１と同様にして、モノアゾ顔料Ｃ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　９）１３７ｇを得た。

[0194] 製造例４＜モノアゾ顔料Ｄ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７３）の調製＞

製造例１において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシ－４－ニトロアニリン６７．３ｇを４－クロロ－２－ニトロアニリン６９．０ｇに変更し、それ以外は製造例１と同様にして、モノアゾ顔料Ｄ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７３）　１５１ｇを得た。

[0195] 製造例５＜モノアゾ顔料Ｅ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１０５）の調製＞

製造例１において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシ－４－ニトロアニリン６７．３ｇを６－アミノ－７－クロロ－４－メチルキノリン－２（１Ｈ）－オン８３．４ｇに変更し、それ以外は製造例１と同様にして、モノ

アゾ顔料Ｅ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１０５）１６５ｇを得た。

[0196] 製造例６＜モノアゾ顔料Ｆ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　２１３）の調製＞

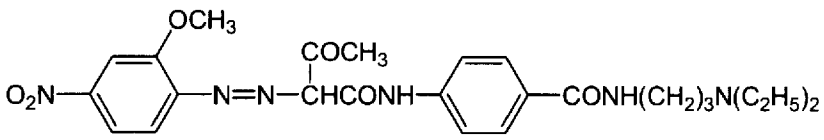
製造例１において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６７．３ｇをアミノテレフタル酸ジメチル８３．７ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇをＮ－（７－メトキシー２，３－ジオキソー１，２，３，４－テトラヒドロキノキサリン－６－イル）－３－オキソブタンアミド１１９ｇにそれぞれ変更し、それ以外は製造例１と同様にして、モノアゾ顔料Ｆ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　２１３）１９８ｇを得た。

[0197] 実施例１＜顔料組成物Ａの調製＞

製造例１で調製したモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）９３．５ｇと下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ａの粉末６．５ｇを均一に混合し、顔料組成物Ａ１００ｇを得た。顔料組成物Ａ中のモノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。なお、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ａは、製造例１と同様の方法により得た。

[0198] [化29]

モノアゾ顔料誘導体Ａ



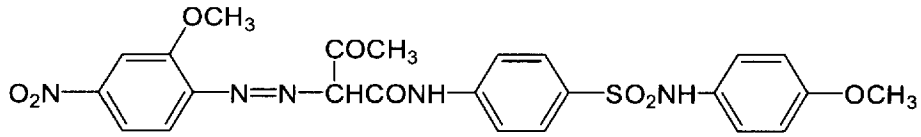
[0199] 実施例２＜顔料組成物Ｂの調製＞

製造例１で調製したモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）９３．１ｇと下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｂの粉末６．９ｇを均一に混合し、顔料組成物Ｂ１００ｇを得た。顔料組成物Ｂ中のモノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。なお、下記式で

表されるモノアゾ顔料誘導体Ｂは、製造例１と同様の方法により得た。

[0200] [化30]

モノアゾ顔料誘導体Ｂ

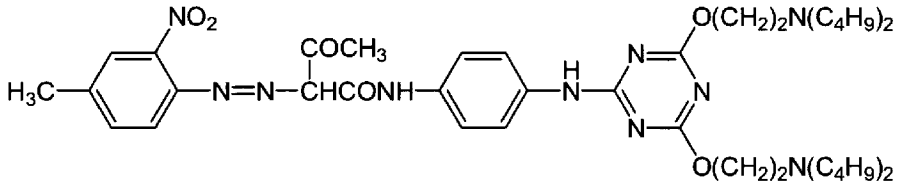


[0201] 実施例３＜顔料組成物Ｃの調製＞

製造例２で調製したモノアゾ顔料Ｂ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１）８９．３ｇと下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｃの粉末１０．７ｇを均一に混合し、顔料組成物Ｃ１００ｇを得た。顔料組成物Ｃ中のモノアゾ顔料誘導体Ｃの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。なお、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｃは、製造例２と同様の方法により得た。

[0202] [化31]

モノアゾ顔料誘導体Ｃ



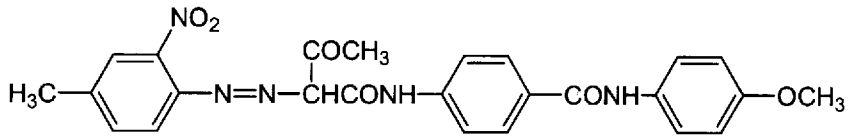
[0203] 実施例４＜顔料組成物Ｄの調製＞

製造例３で調製したモノアゾ顔料Ｃ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　９）９３．２ｇと下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｄの粉末６．８ｇを均一に混合し、顔料組成物Ｄ１００ｇを得た。顔料組成物Ｄ中のモノアゾ顔料誘導体Ｄの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。なお、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｄは、製造例３と同様の方法により得た。

[0204]

[化32]

モノアゾ顔料誘導体D

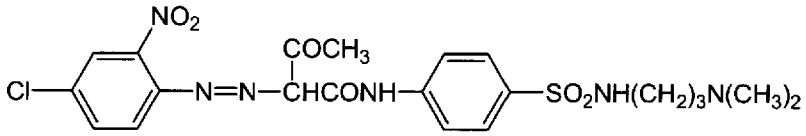


[0205] 実施例５＜顔料組成物Ｅの調製＞

製造例４で調製したモノアゾ顔料Ｄ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７３）９３．４ｇと下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｅの粉末６．６ｇを均一に混合し、顔料組成物Ｅ１００ｇを得た。顔料組成物Ｅ中のモノアゾ顔料誘導体Ｅの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。なお、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｅは、製造例４と同様の方法により得た。

[0206] [化33]

モノアゾ顔料誘導体E



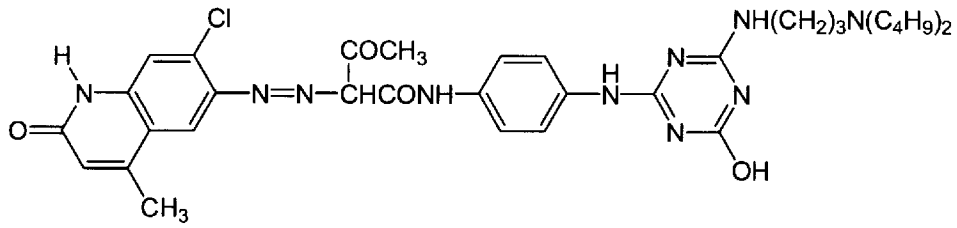
[0207] 実施例６＜顔料組成物Ｆの調製＞

製造例５で調製したモノアゾ顔料Ｅ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１０５）９２．１ｇと下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｆの粉末７．９ｇを均一に混合し、顔料組成物Ｆ１００ｇを得た。顔料組成物Ｆ中のモノアゾ顔料誘導体Ｆの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。なお、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｆは、製造例５と同様の方法により得た。

[0208]

[化34]

モノアゾ顔料誘導体Ｆ

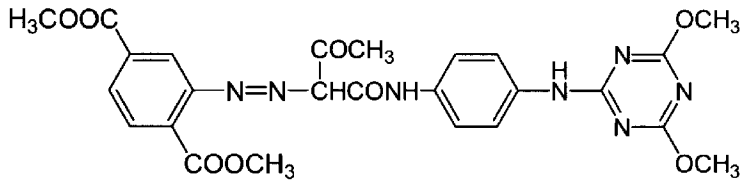


[0209] 実施例７＜顔料組成物Ｇの調製＞

製造例６で調製したモノアゾ顔料Ｆ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　２１３）９４．６ｇと下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｇの粉末５．４ｇを均一に混合し、顔料組成物Ｇ１００ｇを得た。顔料組成物Ｇ中のモノアゾ顔料誘導体Ｇの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。なお、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｇは、製造例６と同様の方法により得た。

[0210] [化35]

モノアゾ顔料誘導体Ｇ



[0211] 実施例８＜顔料組成物Ｈの調製＞

製造例１で調製したモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）２８０．４ｇ、モノアゾ顔料誘導体Ａ１９．６ｇ、塩化ナトリウム１５００ｇ、及びジエチレングリコール２５０ｇの混合物を、ステンレス製１ガロンニーダー（井上製作所製）を使用し、６０℃で６時間混練して、粘土状の混練物を得た。この混練物を１５リットルの温水に投入し、７０℃に加熱しながら１時間撹拌してスラリー状とした。スラリーを３等分に分割し、それぞれを直径２８５ｍｍのブフナー漏斗で濾過した。濾さいに５０

℃の温水をそれぞれ１５リットル振りかけて洗浄した。濾さいを取り出し、３５％塩酸２５０ｇと水道水１５リットルを混合した水溶液に添加、撹拌してスラリー化した。１時間撹拌後、スラリーを３等分に分割し、それぞれを直径２８５ｍｍのブフナー漏斗で濾過した。濾さいに水道水をそれぞれ１５リットル振りかけて洗浄した。濾さいを取り出し、１５リットルのイオン交換水中に添加、撹拌してスラリー化した。１時間撹拌後、スラリーを３等分に分割し、それぞれを直径２８５ｍｍのブフナー漏斗で濾過した。濾さいにイオン交換水をそれぞれ１５リットル振りかけて洗浄し、乾燥、粉砕して顔料組成物Ｈ２３０ｇを得た。顔料組成物Ｈ中のモノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0212] 実施例９＜顔料組成物Ｉの調製＞

製造例１で調製したモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）２８０．４ｇ、モノアゾ顔料誘導体Ａ１９．６ｇ、塩化ナトリウム１５００ｇ、及びジエチレングリコール２５０ｇの混合物を、ステンレス製１ガロンニーダー（井上製作所製）を使用し、６０℃で６時間混練して、粘土状の混練物を得た。この混練物を１５リットルの温水に投入し、７０℃に加熱しながら１時間撹拌してスラリー状とした。スラリーを３等分に分割し、それぞれを直径２８５ｍｍのブフナー漏斗で濾過した。濾さいに５０℃の温水をそれぞれ１５リットル振りかけて洗浄し、乾燥、粉砕して顔料組成物Ｉ２３５ｇを得た。顔料組成物Ｉ中のモノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0213] 実施例１０＜顔料組成物Ｊの調製＞

実施例８において使用したモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）２８０．４ｇを２７９．４ｇに、モノアゾ顔料誘導体Ａ１９．６ｇをモノアゾ顔料誘導体Ｂ２０．６ｇに変更し、それ以外は実施例８と同様にして顔料組成物Ｊ２３０ｇを得た。顔料組成物Ｊ中のモノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0214] 実施例１１＜顔料組成物Ｋの調製＞

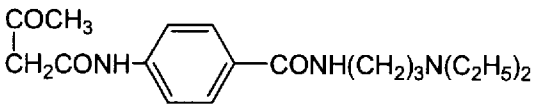
実施例９において使用した、モノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ Ｙｅｌｌｏｗ ７４）２８０．４ｇを２７９．４ｇに、モノアゾ顔料誘導体Ａ１９．６ｇをモノアゾ顔料誘導体Ｂ２０．６ｇに変更し、それ以外は実施例９と同様にして顔料組成物Ｋ２３４ｇを得た。顔料組成物Ｋ中のモノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0215] 実施例１２＜顔料組成物Ｌの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇと下記式で表されるアセトアセトアニリド化合物Ａ６．８ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｌ１５２ｇを得た。顔料組成物Ｌに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ Ｙｅｌｌｏｗ ７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0216] [化36]

アセトアセトアニリド化合物Ａ



[0217] 実施例１３＜顔料組成物Ｍの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド８４．４ｇとアセトアセトアニリド化合物Ａ０．０６８ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｍ１５０ｇを得た。顔料組成物Ｍに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ Ｙｅｌｌｏｗ ７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、０．０５ｍｏｌ％であった。

[0218] 実施例１４＜顔料組成物Ｎの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド８４．１ｇとアセトアセトアニリド化合物Ａ０．６８ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｎ１５０ｇを得た。顔料組成物Ｎに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、０．５０ｍｏｌ％であった。

[0219] 実施例１５＜顔料組成物Ｏの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド７１．９ｇとアセトアセトアニリド化合物Ａ２０．４ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｏ１５７ｇを得た。顔料組成物Ｏに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、１５．０ｍｏｌ％であった。

[0220] 実施例１６＜顔料組成物Ｐの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド５９．２ｇとアセトアセトアニリド化合物Ａ４０．８ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｐ１６５ｇを得た。顔料組成物Ｐに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、３０．０ｍｏｌ％であった。

[0221] 実施例１７＜顔料組成物Ｑの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド４２．２ｇとアセトアセトアニリド化合物Ａ６８．０ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｑ１７４ｇを得た。顔料組成物Ｑに含まれる成分はモ

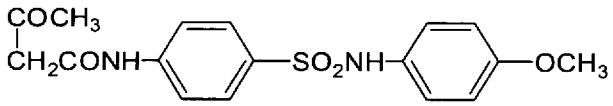
ノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、５０．０ｍｏｌ％であった。

[0222] 実施例１８＜顔料組成物Ｒの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇと下記式で表されるアセトアセトアニリド化合物Ｂ７．４ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｒ１５２ｇを得た。顔料組成物Ｒに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0223] [化37]

アセトアセトアニリド化合物Ｂ



[0224] 実施例１９＜顔料組成物Ｓの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド８４．４ｇとアセトアセトアニリド化合物Ｂ０．０７４ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｓ１５０ｇを得た。顔料組成物Ｓに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、０．０５ｍｏｌ％であった。

[0225] 実施例２０＜顔料組成物Ｔの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド８４．１ｇとアセトアセ

トアニリド化合物Ｂ０．７４ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｔ１５０ｇを得た。顔料組成物Ｔに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、０．５ｍｏｌ％であった。

[0226] 実施例２１＜顔料組成物Ｕの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド７１．８ｇとアセトアセトアニリド化合物Ｂ２２．２ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｕ１５７ｇを得た。顔料組成物Ｕに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、１５．０ｍｏｌ％であった。

[0227] 実施例２２＜顔料組成物Ｖの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド５９．１ｇとアセトアセトアニリド化合物Ｂ４４．３ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｖ１６６ｇを得た。顔料組成物Ｖに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、３０．０ｍｏｌ％であった。

[0228] 実施例２３＜顔料組成物Ｗの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを、ｏ－アセトアセトアニシジド４２．３ｇとアセトアセトアニリド化合物Ｂ７３．９ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｗ１７５ｇを得た。顔料組成物Ｗに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５０．０ｍｏｌ

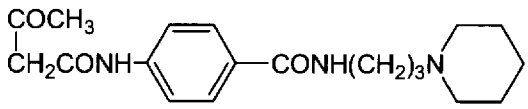
%であった。

[0229] 実施例２４＜顔料組成物Ｘの調製＞

製造例１において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシ－４－ニトロアニリン６７．３ｇを、４－クロロ－２－メチルアニリン５６．６ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを4’－クロロ－2’，５’－ジメトキアセトアセトアニリド１０５．３ｇと、下記式で表されるアセトアセトアニリド化合物Ｈ７．０ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｘ１６６ｇを得た。顔料組成物Ｘに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　４９及び下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｈであり、モノアゾ顔料誘導体Ｈの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

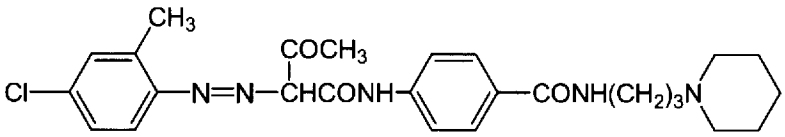
[0230] [化38]

アセトアセトアニリド化合物Ｈ



[0231] [化39]

モノアゾ顔料誘導体Ｈ



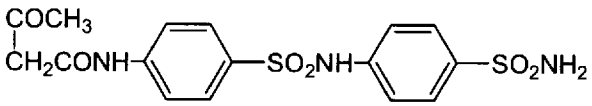
[0232] 実施例２５＜顔料組成物Ｙの調製＞

製造例１において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシ－４－ニトロアニリン６７．３ｇを、４－アミノ－３－メトキシ－Ｎ－フェニルベンゼンスルホンアミド１１１．３ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを4’－クロロ－2’，５’－ジメトキシアセ

トアセトアニリド１０５．３ｇと下記式で表されるアセトアセトアニリド化合物Ｉ８．４ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｙ２２０ｇを得た。顔料組成物Ｙに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　９７及び下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｉであり、モノアゾ顔料誘導体Ｉの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

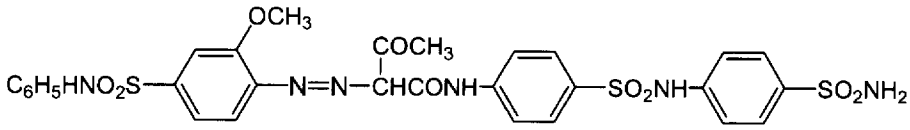
[0233] [化40]

アセトアセトアニリド化合物Ｉ



[0234] [化41]

モノアゾ顔料誘導体Ｉ



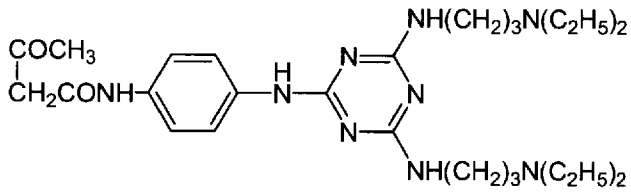
[0235] 実施例２６＜顔料組成物Ｚの調製＞

製造例１において、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを５’－クロロ－２’－メトキシアセトアセトアニリド９３．７ｇと下記式で表されるアセトアセトアニリド化合物Ｊ１０．７ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物Ｚ１６９ｇを得た。顔料組成物Ｚに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１１１及び下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｊであり、モノアゾ顔料誘導体Ｊの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0236]

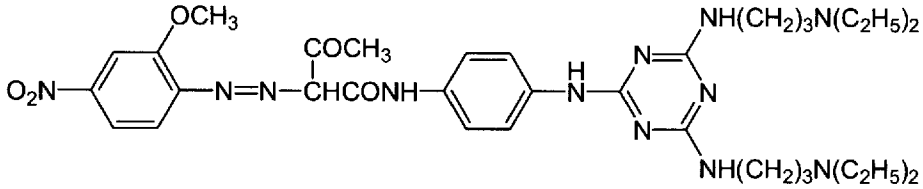
[化42]

アセトアセトアニリド化合物Ｊ



[0237] [化43]

モノアゾ顔料誘導体Ｊ



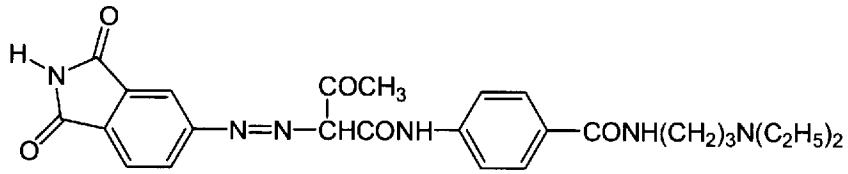
[0238] 実施例２７＜顔料組成物ａの調製＞

製造例１において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシ－４－ニトロアニリン６７．３ｇを、５－アミノイソインドリン－１，３－ジオン６４．８ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８４．５ｇを２’，４’－ジメチルアセトアニリド７９．５ｇとアセトアセトアニリド化合物Ａ６．８ｇの混合物に変更し、それ以外は製造例１と同様にして、顔料組成物ａ１４９ｇを得た。顔料組成物ａに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１６７及び下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｋあり、モノアゾ顔料誘導体Ｋの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0239]

[化44]

モノアゾ顔料誘導体K



[0240] 実施例２８＜顔料組成物ｂの調製＞

ジアゾ成分として、２－メトキシー４－ニトロアニリン６７．３ｇを水５００ｇに添加、撹拌して懸濁液を調製し、さらに氷を加えて温度を５℃以下に調整した。懸濁液中に３５％塩酸を１０５ｇ添加し、５℃以下を維持したまま１時間撹拌した。その後、懸濁液に、亜硝酸ナトリウム２８．０ｇを水７２．０ｇに加えて調製した水溶液を添加し、１時間撹拌することによりジアゾ化を行った。反応混合物にスルファミン酸０．５ｇを加えて亜硝酸を消失させ、ジアゾニウム水溶液を調製した。このジアゾニウム水溶液にアセトアセトアニリド化合物Ａ６．８ｇを添加し１０分間撹拌して、ジアゾニウム化合物の一部とアセトアセトアニリド化合物Ａを反応させ、モノアゾ顔料誘導体Ａを含むジアゾニウム水溶液を得た。

[0241] 一方、カップラー成分としてｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇ及び２５％水酸化ナトリウム水溶液１６４ｇを水１４０ｇ中に添加し、撹拌して完全に溶解させた。得られた水溶液を、８０％酢酸８２．０ｇと水４２０ｇを混合した水溶液に注入し、カップラースラリーを調製した。

[0242] 上記で調製したカップラースラリーを４０℃に加熱し、その中に、モノアゾ顔料誘導体Ａを含むジアゾニウム水溶液を１時間かけて滴下した。滴下終了後、そのままの温度で１時間撹拌し、反応を完結させた。反応終了後、スラリーを９０℃に加熱し、１時間撹拌した後に直径２８５ｍｍのブフナー漏斗で濾過した。濾さいにイオン交換水２５リットルを振りかけて洗浄し、乾燥、粉砕して顔料組成物ｂ１５０ｇを得た。顔料組成物ｂに含まれる成分は

モノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0243] 実施例２９＜顔料組成物ｃの調製＞

実施例２８において、アセトアセトアニリド化合物Ａ６．８ｇを、アセトアセトアニリド化合物Ｂ７．４ｇに変更し、それ以外は実施例２８と同様にして、顔料組成物ｃ１５０ｇを得た。顔料組成物ｃに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0244] 実施例３０＜顔料組成物ｄの調製＞

ジアゾ成分として、２－メトキシー４－ニトロアニリン６３．９ｇを水５００ｇに添加、撹拌して懸濁液を調製し、さらに氷を加えて温度を５℃以下に調整した。懸濁液中に３５％塩酸を１０５ｇ添加し、５℃以下を維持したまま１時間撹拌した。その後、懸濁液に、亜硝酸ナトリウム２８．０ｇを水７２．０ｇに加えて調製した水溶液を添加し、１時間撹拌することによりジアゾ化を行った。反応混合物にスルファミン酸０．５ｇを加えて亜硝酸を消失させ、ジアゾニウム水溶液を調製した。このジアゾニウム水溶液にモノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを添加、均一に撹拌して懸濁液とし、モノアゾ顔料誘導体Ａを含むジアゾニウム水溶液を得た。

[0245] 一方、カップラー成分としてｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇ及び２５％水酸化ナトリウム水溶液１６４ｇを水１４０ｇ中に添加し、撹拌して完全に溶解させた。得られた水溶液を、８０％酢酸８２．０ｇと水４２０ｇを混合した水溶液に注入し、カップラースラリーを調製した。

[0246] 上記で調製したカップラースラリーを４０℃に加熱し、その中に、モノアゾ顔料誘導体Ａを含むジアゾニウム水溶液を１時間かけて滴下した。滴下終了後、そのままの温度で１時間撹拌し、反応を完結させた。反応終了後、スラリーを９０℃に加熱し、１時間撹拌した後に直径２８５ｍｍのブフナー漏

斗で濾過した。濾さいにイオン交換水２５リットルを振りかけて洗浄し、乾燥、粉砕して顔料組成物ｄ１５０ｇを得た。顔料組成物ｄに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0247] 実施例３１＜顔料組成物ｅの調製＞

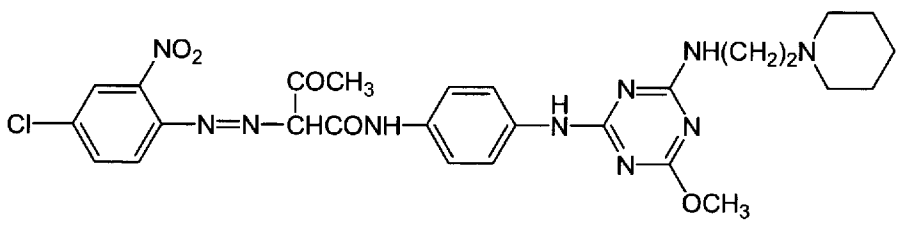
実施例３０において、モノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを、モノアゾ顔料誘導体Ｂ１０．８ｇに変更し、それ以外は実施例３０と同様にして、顔料組成物ｅ１５０ｇを得た。顔料組成物ｅに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0248] 実施例３２＜顔料組成物ｆの調製＞

実施例３０において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６３．９ｇを４－クロロー２－ニトロアニリン６５．６ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇを2’－クロロアセトアセトアニリド８２．０ｇに、また、モノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｌ１２．２ｇにそれぞれ変更し、それ以外は実施例３０と同様にして、顔料組成物ｆ１５７ｇを得た。顔料組成物ｆに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　３及びモノアゾ顔料誘導体Ｌであり、モノアゾ顔料誘導体Ｌの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0249] [化45]

モノアゾ顔料誘導体Ｌ

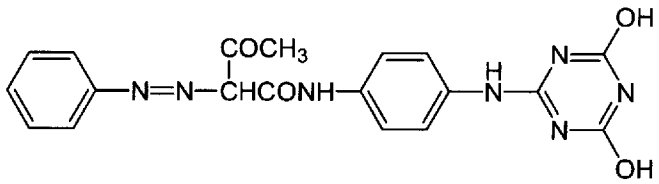


[0250] 実施例３３＜顔料組成物ｇの調製＞

実施例３０において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６３．９ｇを４－クロロー２－ニトロアニリン６５．６ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇをアセトアセトアニリド６８．７ｇに、また、モノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｍ８．２ｇにそれぞれ変更し、それ以外は実施例３０と同様にして、顔料組成物ｇ１４０ｇを得た。顔料組成物ｇに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　６及びモノアゾ顔料誘導体Ｍであり、モノアゾ顔料誘導体Ｍの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0251] [化46]

モノアゾ顔料誘導体Ｍ



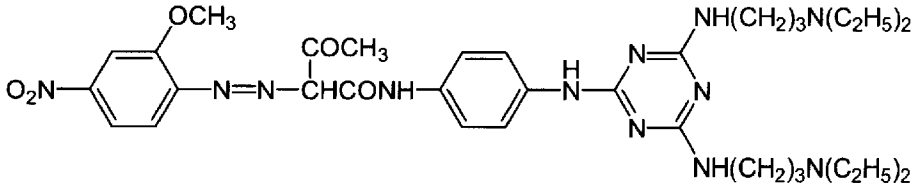
[0252] 実施例３４＜顔料組成物ｈの調製＞

実施例３０において、モノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｎ１４．１ｇに変更し、それ以外は実施例３０と同様にして、顔料組成物ｈ１５６ｇを得た。顔料組成物ｈに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４及びモノアゾ顔料誘導体Ｎであり、モノアゾ顔料誘導体Ｎの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0253]

[化47]

モノアゾ顔料誘導体Ｎ

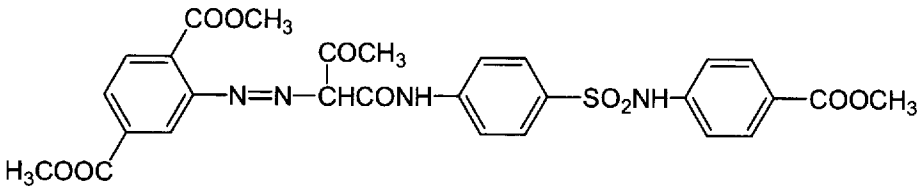


[0254] 実施例３５＜顔料組成物ｉの調製＞

実施例３０において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６３．９ｇをアミノレテフタル酸ジメチル７９．５ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇを５－アセトアセタミドー２－ベンズイミダゾリノン９０．４ｇに、また、モノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｏ１２．２ｇにそれぞれ変更し、それ以外は実施例３０と同様にして、顔料組成物ｉ１７９ｇを得た。顔料組成物ｉに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１７５及びモノアゾ顔料誘導体Ｏであり、モノアゾ顔料誘導体Ｏの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0255] [化48]

モノアゾ顔料誘導体Ｏ



[0256] 実施例３６＜顔料組成物ｊの調製＞

ジアゾ成分として、２－メトキシー４－ニトロアニリン６３．９ｇを水５００ｇに添加、撹拌して懸濁液を調製し、さらに氷を加えて温度を５℃以下に調整した。懸濁液中に３５％塩酸を１０５ｇ添加し、５℃以下を維持したまま１時間撹拌した。その後、懸濁液に、亜硝酸ナトリウム２８．０ｇを水

７２．０ｇに加えて調製した水溶液を添加し、１時間撹拌することによりジアゾ化を行った。反応混合物にスルファミン酸０．５ｇを加えて亜硝酸を消失させ、ジアゾニウム水溶液を調製した。

[0257] 一方、カップラー成分としてｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇ及び２５％水酸化ナトリウム水溶液１６４ｇを水１４０ｇ中に添加し、撹拌して完全に溶解させた。また８０％酢酸８２．０ｇと水４２０ｇを混合した水溶液を調製し、この水溶液にモノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを添加し、モノアゾ顔料誘導体Ａを含有する懸濁液を得た。懸濁液中に、上記で調製したカップラー溶液を注入し、モノアゾ顔料誘導体Ａを含有するカップラースラリーを調製した。

[0258] モノアゾ顔料誘導体Ａを含有するカップラースラリーを４０℃に加熱し、その中に上記で調整したジアゾニウム水溶液を１時間かけて滴下した。滴下終了後、そのままの温度で１時間撹拌し、反応を完結させた。反応終了後、スラリーを９０℃に加熱し、１時間撹拌した後に直径２８５ｍｍのブフナー漏斗で濾過した。濾さいにイオン交換水２５リットルを振りかけて洗浄し、乾燥、粉砕して顔料組成物ｄ１５２ｇを得た。顔料組成物ｊに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0259] 実施例３７＜顔料組成物ｋの調製＞

実施例３６において、モノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを、モノアゾ顔料誘導体Ｂ１０．８ｇに変更し、それ以外は実施例３６と同様にして、顔料組成物ｋ１５０ｇを得た。顔料組成物ｋに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

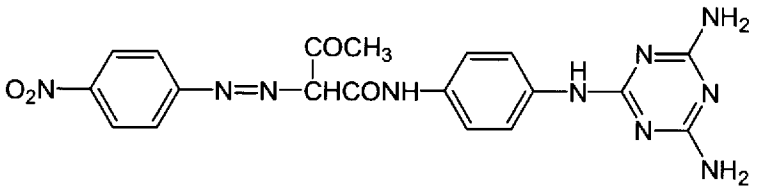
[0260] 実施例３８＜顔料組成物ｌの調製＞

実施例３６において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６３．９ｇを４－ニトロアニリン５２．５ｇに、カップラー成分

として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇをアセトアセトアニリド６８．７ｇに、また、モノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｐ９．０ｇにそれぞれ変更し、それ以外は実施例３６と同様にして、顔料組成物Ｉ１２９ｇを得た。顔料組成物Ｉに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　４及びモノアゾ顔料誘導体Ｐであり、モノアゾ顔料誘導体Ｐの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0261] [化49]

モノアゾ顔料誘導体Ｐ



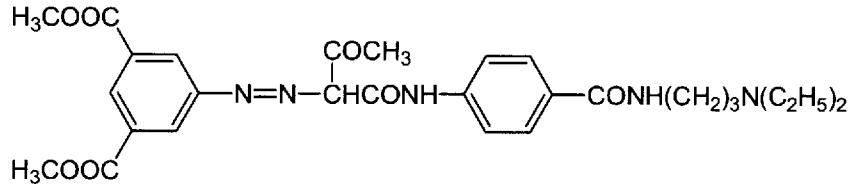
[0262] 実施例３９＜顔料組成物ｍの調製＞

実施例３６において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６３．９ｇを５－アミノイソフタル酸ジメチル７９．５ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇを５－アセトアセタミドー２－ベンズイミダゾリノン９０．４ｇに、また、モノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｑ１１．０ｇにそれぞれ変更し、それ以外は実施例３６と同様にして、顔料組成物ｍ１７７ｇを得た。顔料組成物ｍに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１２０及びモノアゾ顔料誘導体Ｑであり、モノアゾ顔料誘導体Ｑの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0263]

[化50]

モノアゾ顔料誘導体Q

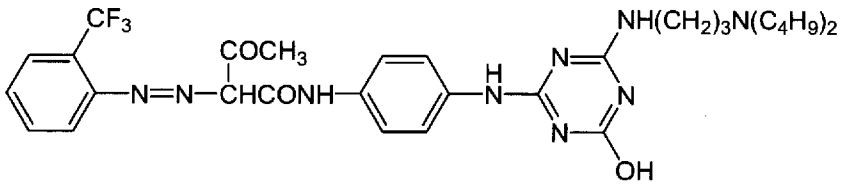


[0264] 実施例４０＜顔料組成物ｎの調製＞

実施例３６において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６３．９ｇを２－（トリフルオロメチル）アニリン６１．２ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇを５－アセトアセタミドー２－ベンズイミダゾリノン９０．４ｇに、また、モノアゾ顔料誘導体Ａ１０．３ｇを、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｒ１２．８ｇにそれぞれ変更し、それ以外は実施例３６と同様にして、顔料組成物ｎ１６１ｇを得た。顔料組成物ｎに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１５４及びモノアゾ顔料誘導体Ｒであり、モノアゾ顔料誘導体Ｒの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0265] [化51]

モノアゾ顔料誘導体Ｒ



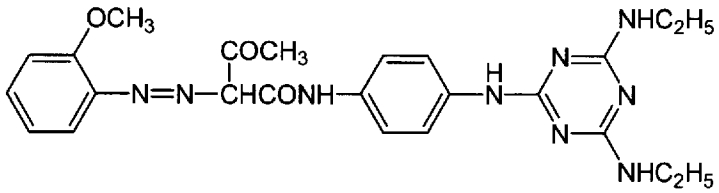
[0266] 実施例４１＜顔料組成物ｏの調製＞

実施例３６において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６３．９ｇをｏ－アニシジン４６．８ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇを５－アセトアセタミドー２－ベンズイミダゾリノン９０．４ｇに、また、モノアゾ顔料誘導体Ａ１

０．３ｇを、下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｓ９．８ｇにそれぞれ変更し、それ以外は実施例３６と同様にして、顔料組成物ｏ１４５ｇを得た。顔料組成物ｏに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　１９４及びモノアゾ顔料誘導体Ｓであり、モノアゾ顔料誘導体Ｓの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0267] [化52]

モノアゾ顔料誘導体Ｓ



[0268] 実施例４２＜顔料組成物ｐの調製＞

ジアゾ成分として、２－メトキシー４－ニトロアニリン６７．３ｇを水５００ｇに添加、撹拌して懸濁液を調製し、さらに氷を加えて温度を５℃以下に調整した。懸濁液中に３５％塩酸を１０５ｇ添加し、５℃以下を維持したまま１時間撹拌した。その後、懸濁液に亜硝酸ナトリウム２８．０ｇを水７２．０ｇに加えて調製した水溶液を添加し、１時間撹拌することによりジアゾ化を行った。反応混合物にスルファミン酸０．５ｇを加えて亜硝酸を消失させ、さらに水を添加して液量を１０００ｇに調製し、ジアゾニウム水溶液を調製した。

[0269] 一方、カップラー成分としてｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇとアセトアセトアニリド化合物Ａ６．８ｇ、及び２５％水酸化ナトリウム水溶液１６４ｇを水１４０ｇ中に添加、撹拌して完全に溶解し、さらに水を添加して液量を４００ｇに調整し、カップラー水溶液を調製した。

[0270] 反応槽中で、水３６５ｇと８０％酢酸６４．０ｇ、２５％水酸化ナトリウム水溶液７１．２ｇを均一に混合して水溶液を調製した。水溶液を４０℃に加熱し、その温度を維持したままジアゾニウム水溶液及びカップラー水溶液

を同時に、それぞれ１時間かけて、反応槽のｐＨを６．０以下に保ちながら滴下した。滴下終了後、４０℃で１時間撹拌し、反応を完結させた。反応終了後、スラリーを９０℃に加熱し、１時間撹拌した後に直径２８５ｍｍのブフナー漏斗で濾過した。濾さいにイオン交換水２５リットルを振りかけて洗浄し、乾燥、粉砕して顔料組成物ｐ１５１ｇを得た。顔料組成物ｐに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0271] 実施例４３＜顔料組成物ｑの調製＞

実施例４２において使用したアセトアセトアニリド化合物Ａ６．８ｇを、アセトアセトアニリド化合物Ｂ７．４ｇに変更し、それ以外は実施例４２と同様にして、顔料組成物ｑ１５２ｇを得た。顔料組成物ｑに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

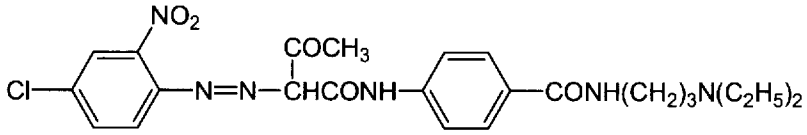
[0272] 実施例４４＜顔料組成物ｒの調製＞

実施例４２において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６７．３ｇを４－クロロー２－ニトロアニリン６９．０ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇを２’，４’－ジメチルアセトアセトアニリド７９．６ｇに変更し、それ以外は実施例４２と同様にして、顔料組成物ｒ１５３ｇを得た。顔料組成物ｒに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　２及び下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｔであり、モノアゾ顔料誘導体Ｔの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0273]

[化53]

モノアゾ顔料誘導体Ｔ

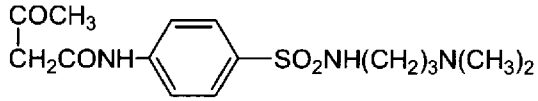


[0274] 実施例４５＜顔料組成物ｓの調製＞

実施例４２において、アセトアセトアニリド化合物Ａ６．８ｇを、下記式で表されるアセトアセトアニリド化合物Ｕ６．９ｇに変更し、それ以外は実施例４２と同様にして、顔料組成物ｓ１５２ｇを得た。顔料組成物ｓに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４及び下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｕであり、モノアゾ顔料誘導体Ｕの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

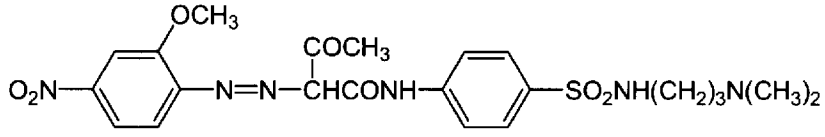
[0275] [化54]

アセトアセトアニリド化合物Ｕ



[0276] [化55]

モノアゾ顔料誘導体Ｕ



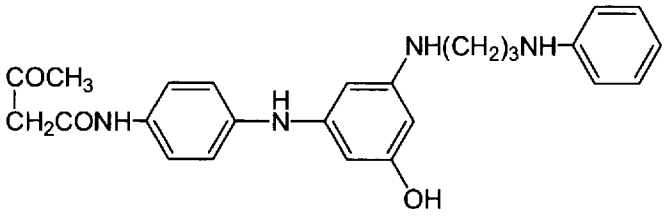
[0277] 実施例４６＜顔料組成物ｔの調製＞

実施例４２において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６７．３ｇを４－クロロー２－ニトロアニリン６９．０ｇに、カップラー成分として使用したｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇを４’－クロロー２’－メチルアセトアセトアニリド８７．５ｇに、さらにアセト

アセトアニリド化合物Ａ６．８ｇを、下記式で表されるアセトアセトアニリド化合物Ｖ８．８ｇに変更し、それ以外は実施例４２と同様にして、顔料組成物ｔ１６２ｇを得た。顔料組成物ｔに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　９８及び下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｖであり、モノアゾ顔料誘導体Ｖの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

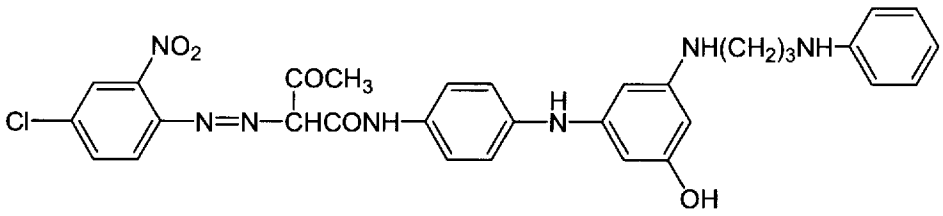
[0278] [化56]

アセトアセト化合物Ｖ



[0279] [化57]

モノアゾ顔料誘導体Ｖ



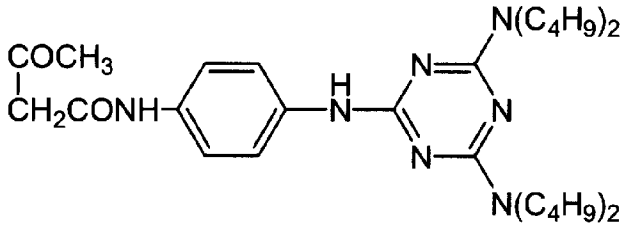
[0280] 実施例４７＜顔料組成物ｕの調製＞

実施例４２において、ジアゾ成分として使用した２－メトキシー４－ニトロアニリン６７．３ｇを４－メチルー２－ニトロアニリン６０．９ｇに、アセトアセトアニリド化合物Ａ６．８ｇを、下記式で表されるアセトアセトアニリド化合物Ｗ１０．７ｇに変更し、それ以外は実施例４２と同様にして、顔料組成物ｕ１４９ｇを得た。顔料組成物ｕに含まれる成分はＣ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　２０３及び下記式で表されるモノアゾ顔料誘導体Ｗであり、モノアゾ顔料誘導体Ｗの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0281]

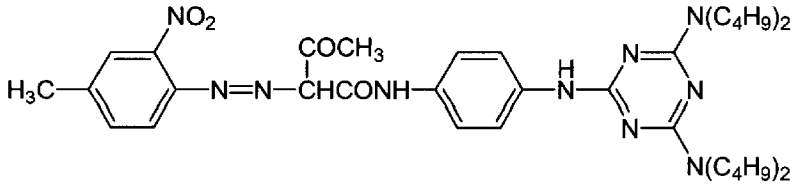
[化58]

アセトアセトアニリド化合物W



[0282] [化59]

モノアゾ顔料誘導体W



[0283] 実施例４８＜顔料組成物ｖの調製＞

ジアゾ成分として、２－メトキシ－４－ニトロアニリン６３．９ｇを水５００ｇに添加、撹拌して懸濁液を調製し、さらに氷を加えて温度を５℃以下に調整した。懸濁液中に３５％塩酸を１０５ｇ添加し、５℃以下を維持したまま１時間撹拌した。その後、懸濁液に亜硝酸ナトリウム２８．０ｇを水７２．０ｇに加えて調製した水溶液を添加し、１時間撹拌することによりジアゾ化を行った。反応混合物にスルファミン酸０．５ｇを加えて亜硝酸を消失させ、さらに水を添加して液量を１０００ｇに調製し、ジアゾニウム水溶液を調製した。

[0284] 一方、カップラー成分としてｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇ及び２５％水酸化ナトリウム水溶液１６４ｇを水１４０ｇ中に添加、撹拌して完全に溶解し、さらに水を添加して液量を４００ｇに調整し、カップラー水溶液を調製した。

[0285] 反応槽中で、水３６５ｇと８０％酢酸６４．０ｇ、２５％水酸化ナトリウ

ム水溶液７１．２ｇを均一に混合して水溶液を調製した。水溶液中にモノアゾ顔料誘導体Ａ１０．２ｇを添加して均一に撹拌し、懸濁液とした。懸濁液を４０℃に加熱し、その温度を維持したままジアゾニウム水溶液及びカップラー水溶液を同時に、それぞれ１時間かけて、反応槽のｐＨを６．０以下に保ちながら滴下した。滴下終了後、４０℃で１時間撹拌し、反応を完結させた。反応終了後、スラリーを９０℃に加熱し、１時間撹拌した後に直径２８５ｍｍのブフナー漏斗で濾過した。濾さいにイオン交換水２５リットルを振りかけて洗浄し、乾燥、粉砕して顔料組成物ｖ１５２ｇを得た。顔料組成物ｖに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0286] 実施例４９＜顔料組成物ｗの調製＞

実施例４８において使用したモノアゾ顔料誘導体Ａ１０．２ｇを、モノアゾ顔料誘導体Ｂ１０．８ｇに変更し、それ以外は実施例４８と同様にして、顔料組成物ｗ１５２ｇを得た。顔料組成物ｗに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0287] 実施例５０＜顔料組成物ｘの調整＞

ジアゾ成分として２－メトキシー４－ニトロアニリン６３．９ｇを水５００ｇに添加、撹拌して懸濁液を調製し、さらに氷を加えて温度を５℃以下に調整した。懸濁液中に３５％塩酸を１０５ｇ添加し、５℃以下を維持したまま１時間撹拌した。その後、懸濁液に亜硝酸ナトリウム２８．０ｇを水７２．０ｇに溶解させた水溶液を添加し、１時間撹拌することによりジアゾ化を行った。反応混合物にスルファミン酸０．５ｇを加えて亜硝酸を消失させ、ジアゾニウム水溶液を調製した。

[0288] 一方、カップラー成分としてｏ－アセトアセトアニシジド８０．３ｇ及び２５％水酸化ナトリウム水溶液１６４ｇを水１４０ｇ中に添加し、撹拌して完全に溶解させた。水溶液を、８０％酢酸８２．０ｇと水４２０ｇを混合し

た水溶液に注入し、カップラースラリーを調製した。

[0289] 上記で調製したカップラースラリーを４０℃に加熱し、その中にジアゾニウム水溶液を１時間かけて滴下した。滴下終了後、スラリーにモノアゾ顔料誘導体Ａ１０．２ｇを添加し、そのままの温度で１時間撹拌した。その後、スラリーを９０℃に加熱し、１時間撹拌した後に直径２８５ｍｍのブフナー漏斗で濾過した。濾さいにイオン交換水２５リットルを振りかけて洗浄し、乾燥、粉砕して顔料組成物ｘ１５２ｇを得た。顔料組成物ｘに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ａであり、モノアゾ顔料誘導体Ａの含有量は５．０ｍｏｌ％であった。

[0290] 実施例５１＜顔料組成物ｙの調製＞

実施例５０において使用したモノアゾ顔料誘導体Ａ１０．２ｇを、モノアゾ顔料誘導体Ｂ１０．８ｇに変更し、それ以外は実施例５０と同様にして、顔料組成物ｙ１５０ｇを得た。顔料組成物ｙに含まれる成分はモノアゾ顔料Ａ（Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）及びモノアゾ顔料誘導体Ｂであり、モノアゾ顔料誘導体Ｂの含有量は、５．０ｍｏｌ％であった。

[0291] ＜モノアゾ顔料及び顔料組成物の評価＞

製造例１～６及び実施例１～５１で調製したモノアゾ顔料及び顔料組成物について、平均一次粒子径と抽出水の比電導度、金属含有量を測定した。結果を表３にまとめた。各項目について以下の方法で測定を行った。

[0292] （平均一次粒子径）

平均一次粒子径は、走査型電子顕微鏡によって撮影した顔料または顔料組成物の粒子径の写真から測定した。金属製の試料台に導電性両面テープを張り、顔料または顔料組成物を付着させ、スパッタリングによって試料表面に白金を蒸着させたものを試料とした。走査型電子顕微鏡（日本電子データム株式会社製、ＪＳＭ－６７００Ｆ型走査型電子顕微鏡）で粒子を撮影し、同一の視野中に撮影された顔料または顔料組成物の一次粒子１００個につき、最大となる径を各々測定した。それらを平均した値を算出し、その値を平均一

次粒子径とした。

[0293] （抽出水の比電導度）

モノアゾ顔料または顔料組成物５．０ｇをエタノール１０．０ｇで湿らせ、さらにイオン交換水９０．０ｇを添加してスラリーとした。スラリーをマグネチックスターラーで撹拌しながら加熱し、沸騰した後５分間撹拌した。撹拌終了後、室温まで冷却し、スラリーの総量が１０５．０ｇになるようにイオン交換水を添加した。そのスラリーを均一に撹拌し、ＪＩＳ　Ｐ　３８０１で規定された５種Ｃの濾紙で濾過した。濾液を受ける容器を濾液ですすいだ後、濾液を満たし、電気伝導率計（東亜ディーケーケー株式会社製、ＣＭ－４０Ｖ）で比電導度を測定した。

[0294] （金属含有量）

モノアゾ顔料または顔料組成物　約２ｇを硝酸８ｍｌ中に添加し、マイクロ波試料前処理装置（マイルストーンゼネラル株式会社製、ＥＴＨＯＳ１）により、表１に記載した温度プログラムで処理した。

[0295] [表1]

表１

STEP	時間(分)	最大出力(W)	内部温度(℃)T1	外部温度(℃)T2
1	2	1000	70	120
2	1	0	50	120
3	15	1000	230	120
4	10	1000	230	120

[0296] 処理液を室温まで冷却した後、硝酸２ｍｌを添加し、さらに表２に記した温度プログラムで処理した。

[0297] [表2]

表２

STEP	時間(分)	最大出力(W)	内部温度(℃)T1	外部温度(℃)T2
1	7	1000	170	120
2	8	1000	240	120
3	10	1000	240	120

[0298] 処理液をＪＩＳ　Ｐ　３８０１で規定された５種Ｃの濾紙で濾過し、濾液を５０ｍｌメスフラスコ中で定容して測定試料とした。

[0299] 測定試料をマルチＩＣＰ発光分光分析装置（バリアン　テクノロジーズジャパン　リミテッド製、７２０－ＥＳ型）で測定し、各金属元素を定量した。

[0300]

[表3]

表３

	サンプル名	組成				平均1次粒子径 (nm)	比電導度 (μS/cm)	金属含有量(ppm)			
		顔料		モノアゾ顔料誘導体							
		種類 (C.I.Pig.Y)	含有量 (mol%)	種類	含有量 (mol%)			Ca	Mg	Fe	計
製造例 1	モノアゾ顔料 A	74	100			125	60	55	28	77	160
製造例 2	モノアゾ顔料 B	1	100			120	71	32	13	56	101
製造例 3	モノアゾ顔料 C	9	100			118	80	57	10	66	133
製造例 4	モノアゾ顔料 D	73	100			113	59	46	22	38	106
製造例 5	モノアゾ顔料 E	105	100			115	73	50	12	58	120
製造例 6	モノアゾ顔料 F	213	100			130	82	63	24	65	152
実施例 1	顔料組成物 A	74	95	A	5	122	85	55	22	52	129
実施例 2	顔料組成物 B	74	95	B	5	115	92	40	12	64	116
実施例 3	顔料組成物 C	1	95	C	5	122	86	50	14	68	132
実施例 4	顔料組成物 D	9	95	D	5	130	77	52	14	49	115
実施例 5	顔料組成物 E	73	95	E	5	118	88	39	21	57	117
実施例 6	顔料組成物 F	105	95	F	5	131	90	40	14	55	109
実施例 7	顔料組成物 G	213	95	G	5	125	78	55	10	41	106
実施例 8	顔料組成物 H	74	95	A	5	70	76	44	12	32	88
実施例 9	顔料組成物 I	74	95	A	5	68	240	168	157	88	413
実施例 10	顔料組成物 J	74	95	B	5	71	81	63	12	27	102
実施例 11	顔料組成物 K	74	95	B	5	72	310	180	95	160	435
実施例 12	顔料組成物 L	74	95	A	5	80	88	49	12	39	100
実施例 13	顔料組成物 M	74	99.95	A	0.05	128	94	50	13	46	109
実施例 14	顔料組成物 N	74	99.5	A	0.5	115	54	33	13	45	91
実施例 15	顔料組成物 O	74	85	A	15	53	80	51	20	37	108
実施例 16	顔料組成物 P	74	70	A	30	45	88	39	11	38	88
実施例 17	顔料組成物 Q	74	50	A	50	21	94	45	21	41	107
実施例 18	顔料組成物 R	74	95	B	5	83	69	64	24	48	136
実施例 19	顔料組成物 S	74	99.95	B	0.05	130	93	48	15	45	108
実施例 20	顔料組成物 T	74	99.5	B	0.5	120	94	49	20	42	111
実施例 21	顔料組成物 U	74	85	B	15	42	70	51	19	58	128
実施例 22	顔料組成物 V	74	70	B	30	29	83	60	10	44	114
実施例 23	顔料組成物 W	74	50	B	50	19	71	38	15	55	108
実施例 24	顔料組成物 X	49	95	H	5	75	82	50	12	47	109
実施例 25	顔料組成物 Y	97	95	I	5	84	92	37	28	42	107
実施例 26	顔料組成物 Z	111	95	J	5	92	88	54	11	46	111
実施例 27	顔料組成物 a	167	95	K	5	84	97	51	16	24	91
実施例 28	顔料組成物 b	74	95	A	5	87	42	24	11	37	72
実施例 29	顔料組成物 c	74	95	B	5	74	89	22	22	39	83
実施例 30	顔料組成物 d	74	95	A	5	98	84	70	25	57	152
実施例 31	顔料組成物 e	74	95	B	5	105	84	53	20	40	113
実施例 32	顔料組成物 f	3	95	L	5	89	90	53	12	50	115
実施例 33	顔料組成物 g	6	95	M	5	110	83	38	11	48	97
実施例 34	顔料組成物 h	74	95	N	5	102	75	33	15	47	95
実施例 35	顔料組成物 i	175	95	O	5	97	93	34	24	51	109
実施例 36	顔料組成物 j	74	95	A	5	100	73	39	13	54	106
実施例 37	顔料組成物 k	74	95	B	5	88	92	52	23	44	119
実施例 38	顔料組成物 l	4	95	P	5	90	72	54	14	48	116
実施例 39	顔料組成物 m	120	95	Q	5	97	78	40	14	28	82
実施例 40	顔料組成物 n	154	95	R	5	92	84	34	21	19	74
実施例 41	顔料組成物 o	194	95	S	5	104	91	34	13	57	104
実施例 42	顔料組成物 p	74	95	A	5	87	76	46	23	50	119
実施例 43	顔料組成物 q	74	95	B	5	76	78	54	18	40	112
実施例 44	顔料組成物 r	2	95	T	5	92	86	61	12	33	106
実施例 45	顔料組成物 s	74	95	U	5	89	69	51	31	29	111
実施例 46	顔料組成物 t	98	95	V	5	79	89	53	13	43	109
実施例 47	顔料組成物 u	203	95	W	5	94	88	47	30	48	125
実施例 48	顔料組成物 v	74	95	A	5	99	93	29	12	54	95
実施例 49	顔料組成物 w	74	95	B	5	105	92	46	22	51	119
実施例 50	顔料組成物 x	74	95	A	5	114	71	62	12	39	113
実施例 51	顔料組成物 y	74	95	B	5	118	90	50	14	47	111

[0301] ＜顔料分散体の調製＞

（油性顔料分散体の調製）

実施例５２～７６及び比較例１～３

顔料組成物またはモノアゾ顔料１０００ｇ、Ｄｉｓｐｅｒｂｙｋ１３０（ＢＹＫ　Ｃｈｅｍｉｅ社製、顔料分散剤）３２５ｇ、ジョンクリル５８６（ＢＡＳＦジャパン株式会社製、スチレンーアクリル樹脂）２５０ｇ、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート９２５ｇを混合し、均一になるまでハイスピードミキサーで撹拌した。それを横型湿式分散機（ＤＹＮＯーＭＩＬＬ　ＴＹＰＥ　ＫＤＬーＰＩＬＯＴ）で２時間分散し、その後、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート２５００ｇを添加してさらに１時間分散し、油性顔料分散体Ａ～Ｚ及びａ～ｂを得た。各油性顔料分散体に使用した顔料組成物またはモノアゾ顔料を表４にまとめた。

[0302] 比較例４（油性顔料分散体ｃの調製）

顔料組成物またはモノアゾ顔料をＨａｎｓａ　Ｂｒｉｌｌｉａｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　５ＧＸ（Ｃｌａｒｉａｎｔ社製、Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）に変更し、それ以外は実施例５２～７６及び比較例１～３と同様にして油性顔料分散体ｃを得た。

[0303] （水性顔料分散体の調製）

実施例７７～１０２及び比較例５～７

顔料組成物またはモノアゾ顔料１０００ｇ、ジョンクリルＨＰＤ－９６Ｊ（ＢＡＳＦ社製、スチレンーアクリル樹脂、有効成分　３４．０%）７３５ｇ、サーフィノール１０４Ｅ（エアープロダクツ・アンド・ケミカルズ社製、消泡剤、有効成分　５０%）５０ｇ、レバナックスＢＸ－１５０（昌栄化学株式会社製、防腐剤）５０ｇ、プロピレングリコール２５０ｇ、イオン交換水４１５ｇを混合し、均一になるまでハイスピードミキサーで撹拌した。それを横型湿式分散機（ＤＹＮＯーＭＩＬＬ　ＴＹＰＥ　ＫＤＬーＰＩＬＯＴ）で２時間分散し、その後、イオン交換水２５００ｇを添加してさらに１時間分散し、水性顔料分散体Ａ～Ｚ及びａ～ｃを得た。各水性顔料分散体に使用した顔料組成物またはモノアゾ顔料を表５にまとめた。

[0304] 比較例８（水性顔料分散体ｄの調製）

顔料組成物またはモノアゾ顔料をＨａｎｓａ　Ｂｒｉｌｌｉａｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　５ＧＸ（Ｃｌａｒｉａｎｔ社製、Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　７４）に変更し、それ以外は実施例７７～１０２及び比較例５～７と同様にして水性顔料分散体ｄを得た。

[0305] ＜顔料分散体の評価＞

顔料分散体について、以下の方法で分散粒径、粘度、結晶安定性及び保存安定性を評価した。結果を表４及び表５にまとめた。

[0306] （分散粒径）

分散粒径は、マイクロトラックＵＰＡ－１５０（日機装株式会社製）で測定したＤ５０値により評価した。

[0307] （粘度）

粘度はＢ型粘度計ＶＩＳＣＯＭＥＴＥＲ（東機産業株式会社製）で測定し、６０ｒｐｍの値により評価した。

[0308] （結晶安定性）

結晶安定性の指標として、顔料分散体中における顔料または顔料組成物の粒子の写真を透過型電子顕微鏡により撮影した。

[0309] 支持膜を張ったメッシュ上に顔料分散体を滴下、乾燥したものを試料として、透過型電子顕微鏡（株式会社日立ハイテクノロジーズ製、Ｈ－７６５０型透過型電子顕微鏡）で粒子を撮影し、同一の視野中に撮影された顔料または顔料組成物の一次粒子１００個につき、最大となる径を各々測定した。それらを平均した値を算出し、その値を平均一次粒子径とした。

[0310] 顔料分散体をねじ口瓶中に密閉し、７０℃で４週間保存した後に同様の測定を行った。保存前後の平均一次粒子径の変化により、結晶安定性を評価した。保存の前後で平均一次粒子径の変化率が０～１５％のものを○、１５％を超え３０％以下のものを△、３０％を超えるものを×と判定した。

[0311] （保存安定性）

顔料分散体をねじ口瓶中に密閉し、７０℃で４週間保存した後に分散粒径及び粘度を測定した。保存前後における分散粒径及び粘度の変化と、保存後

の沈降物の有無により、保存安定性を評価した。

[0312] [表4]

表４

		使用した顔料組成物またはモノアゾ顔料	D_{50}(nm)		粘度(mPa・s)		結晶安定性	沈降物
			初期	保存後	初期	保存後		
実施例 52	油性顔料分散体 A	顔料組成物 A	174	168	7.3	6.9	○	無
実施例 53	油性顔料分散体 B	顔料組成物 D	163	176	9.3	9.7	○	無
実施例 54	油性顔料分散体 C	顔料組成物 F	164	158	10.1	11.2	○	無
実施例 55	油性顔料分散体 D	顔料組成物 J	185	171	9.3	8.0	○	無
実施例 56	油性顔料分散体 E	顔料組成物 K	131	134	12.4	12.1	○	無
実施例 57	油性顔料分散体 F	顔料組成物 L	129	125	11.1	12.1	○	無
実施例 58	油性顔料分散体 G	顔料組成物 M	213	225	32.8	49.9	△	無
実施例 59	油性顔料分散体 H	顔料組成物 N	116	113	18.8	17.9	○	無
実施例 60	油性顔料分散体 I	顔料組成物 O	119	118	10.3	10.9	○	無
実施例 61	油性顔料分散体 J	顔料組成物 P	128	140	8.4	9.4	○	無
実施例 62	油性顔料分散体 K	顔料組成物 Q	152	134	45.6	58.7	○	無
実施例 63	油性顔料分散体 L	顔料組成物 X	123	125	10.7	9.7	○	無
実施例 64	油性顔料分散体 M	顔料組成物 Z	119	117	11.6	10.2	○	無
実施例 65	油性顔料分散体 N	顔料組成物 b	128	138	9.0	10.1	○	無
実施例 66	油性顔料分散体 O	顔料組成物 e	113	109	12.2	11.0	○	無
実施例 67	油性顔料分散体 P	顔料組成物 g	141	143	11.8	12.7	○	無
実施例 68	油性顔料分散体 Q	顔料組成物 i	153	138	11.7	10.5	○	無
実施例 69	油性顔料分散体 R	顔料組成物 j	141	134	16.4	15.8	○	無
実施例 70	油性顔料分散体 S	顔料組成物 l	136	129	13.6	14.6	○	無
実施例 71	油性顔料分散体 T	顔料組成物 n	145	122	12.0	12.7	○	無
実施例 72	油性顔料分散体 U	顔料組成物 p	137	123	12.1	11.5	○	無
実施例 73	油性顔料分散体 V	顔料組成物 s	119	143	11.8	11.6	○	無
実施例 74	油性顔料分散体 W	顔料組成物 u	153	144	10.2	11.0	○	無
実施例 75	油性顔料分散体 X	顔料組成物 v	139	140	17.1	18.6	○	無
実施例 76	油性顔料分散体 Y	顔料組成物 y	129	131	13.6	14.1	○	無
比較例 1	油性顔料分散体 Z	モノアゾ顔料 A	240	551	63.7	761	×	有
比較例 2	油性顔料分散体 a	モノアゾ顔料 C	225	690	80.5	594	×	有
比較例 3	油性顔料分散体 b	モノアゾ顔料 E	256	574	74.1	630	×	有
比較例 4	油性顔料分散体 c	Hansa Brilliant Yellow 5GX	378	835	59.2	638	×	有

[0313] 表４に示したように、本発明で得られた顔料組成物を用いて調製した油性顔料分散体は、その他のものよりも低粘度かつ分散粒径が小さく、良好な分散性を示した。これらの油性顔料分散体は保存安定性、結晶安定性のいずれも良好であった。

[0314]

[表5]

表５

		使用した顔料組成物またはモノアゾ顔料	D_{50}(nm)		粘度(mPa・s)		結晶安定性	沈降物
			初期	保存後	初期	保存後		
実施例 77	水性顔料分散体 A	顔料組成物 B	160	149	7.9	9.5	○	無
実施例 78	水性顔料分散体 B	顔料組成物 C	152	137	10.7	9.3	○	無
実施例 79	水性顔料分散体 C	顔料組成物 E	154	140	8.4	9.3	○	無
実施例 80	水性顔料分散体 D	顔料組成物 G	166	153	10.4	8.5	○	無
実施例 81	水性顔料分散体 E	顔料組成物 H	123	124	10.4	10.7	○	無
実施例 82	水性顔料分散体 F	顔料組成物 I	120	115	11.7	11.3	○	無
実施例 83	水性顔料分散体 G	顔料組成物 R	125	106	12.6	8.6	○	無
実施例 84	水性顔料分散体 H	顔料組成物 S	207	192	29.8	44.9	△	無
実施例 85	水性顔料分散体 I	顔料組成物 T	109	108	8.7	7.3	○	無
実施例 86	水性顔料分散体 J	顔料組成物 U	123	106	12.7	11.9	○	無
実施例 87	水性顔料分散体 K	顔料組成物 V	116	96	9.8	10.9	○	無
実施例 88	水性顔料分散体 L	顔料組成物 W	141	130	39.7	53.3	△	無
実施例 89	水性顔料分散体 M	顔料組成物 Y	115	114	12.3	11.2	○	無
実施例 90	水性顔料分散体 N	顔料組成物 a	121	120	12.8	12.4	○	無
実施例 91	水性顔料分散体 O	顔料組成物 c	104	85	11.6	11.5	○	無
実施例 92	水性顔料分散体 P	顔料組成物 d	129	123	7.4	8.5	○	無
実施例 93	水性顔料分散体 Q	顔料組成物 f	141	127	8.4	9.8	○	無
実施例 94	水性顔料分散体 R	顔料組成物 h	136	138	11.6	11.3	○	無
実施例 95	水性顔料分散体 S	顔料組成物 k	117	102	11.4	10.4	○	無
実施例 96	水性顔料分散体 T	顔料組成物 m	140	142	10.9	10.0	○	無
実施例 97	水性顔料分散体 U	顔料組成物 o	125	116	10.1	9.4	○	無
実施例 98	水性顔料分散体 V	顔料組成物 q	110	110	9.9	9.3	○	無
実施例 99	水性顔料分散体 W	顔料組成物 r	147	140	9.6	10.4	○	無
実施例 100	水性顔料分散体 X	顔料組成物 t	120	116	10.2	11.4	○	無
実施例 101	水性顔料分散体 Y	顔料組成物 w	119	120	8.6	9.4	○	無
実施例 102	水性顔料分散体 Z	顔料組成物 x	144	146	9.8	9.7	○	無
比較例 5	水性顔料分散体 a	モノアゾ顔料 B	247	481	41.8	526	×	有
比較例 6	水性顔料分散体 b	モノアゾ顔料 D	251	510	70.0	874	×	有
比較例 7	水性顔料分散体 c	モノアゾ顔料 F	283	637	86.4	579	×	有
比較例 8	水性顔料分散体 d	Hansa Brilliant Yellow 5GX	341	754	76.8	794	×	有

[0315] 表５に示したように、本発明で得られた顔料組成物を用いて調製した水性顔料分散体は、その他のものよりも低粘度かつ分散粒径が小さく、良好な分散性を示した。これらの水性顔料分散体は保存安定性、結晶安定性のいずれも良好であった。

[0316] ＜インクジェットインキの調製＞

（油性インクジェットインキの調製）

実施例１０３～１２７及び比較例９～１２

実施例５７～７６及び比較例１～４で調製した油性顔料分散体２５．０ｇ、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート１０．０ｇ、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート５５．０ｇ、ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート１０．０ｇを混合し、１時間撹拌した後

、孔径１．０μｍのＰＴＦＥ製メンブランフィルターで濾過して油性インクジェットインキＡ～Ｚ及びａ～ｃを得た。

[0317] （水性インクジェットインキの調製）

実施例１２８～１５３及び比較例１３～１６

実施例７７～１０２及び比較例５～８で調製した水性顔料分散体１５．０ｇ、アクリル樹脂エマルションＷ－２１５（日本ポリマー工業株式会社製、固形分３０％）１．５ｇ、エチレングリコール１５．０ｇ、イオン交換水６８．５ｇを混合し、１時間撹拌した後、孔径１．０μｍのＰＴＦＥ製メンブランフィルターで濾過して水性インクジェットインキＡ～Ｚ及びａ～ｄを得た。

[0318] ＜インクジェットインキの評価＞

（油性インクジェットインキの評価）

油性インクジェットインキのプリンターによる吐出性と、得られた印字物の着色力を評価した。結果を表６にまとめた。

[0319] （吐出性）

吐出性の評価においては、油性インクジェットインキをインクジェットプリンターＩＰ－６５００（株式会社セイコーアイ・インフォテック製）のカートリッジに充填し、光沢塩ビシートＭＤ５（メタマーク社製）に印字した。印字物におけるドット抜け（印字されなかった部分）の有無を目視で観察し、吐出性の指標とした。ドット抜けを発生したプリンターヘッドのノズルが、全ノズル中の１％未満であった場合○、１％以上５％未満の場合△、５％を上回った場合×と判定した。

[0320] （着色力）

着色力の評価においては、各印字物について、ドット抜けを発生していない部分の反射濃度を反射濃度計Ｄ１９Ｃ（Ｇｒｅｔａｇ　Ｍａｃｈｂｅｔｈ社製）で測定した。比較例１２で調製した油性インクジェットインキｃを基準とし、反射濃度の比が９０％より大きく、１０５％未満であったものを△、反射濃度の比が１０５％以上のものを○、反射濃度の比が９０％未満のも

のを×と判定した。

[0321] （水性インクジェットインキの評価）

水性インクジェットインキの、プリンターによる吐出性と、得られた印字物の着色力を評価した。結果を表７にまとめた。

[0322] （吐出性）

吐出性の評価においては、水性インクジェットインキをインクジェットプリンターＨＧ－５１３０（セイコーエプソン株式会社製）のカートリッジに充填し、写真用紙・光沢ゴールド（キヤノン株式会社製）に印字した。印字物におけるドット抜け（印字されなかった部分）の有無を目視で観察し、吐出性の指標とした。ドット抜けを発生したプリンターヘッドのノズルが、全ノズル中の１％未満であった場合○、１％以上５％未満の場合△、５％を上回った場合×と判定した。

[0323] （着色力）

着色力の評価においては、各印字物について、ドット抜けを発生していない部分の反射濃度を、反射濃度計Ｄ１９Ｃ（Ｇｒｅｔａｇ　Ｍａｃｈｂｅｔｈ社製）で測定した。比較例１６で調製した水性インクジェットインキｄを基準とし、反射濃度の比が９５％より大きく、１０５％未満であったものを△、反射濃度の比が１０５％以上のものを○、反射濃度の比が９５％未満のものを×と判定した。

[0324]

[表6]

表６

		使用した油性顔料分散体	吐出性	着色力
実施例 103	油性インクジェットインキ A	油性顔料分散体 A	○	○
実施例 104	油性インクジェットインキ B	油性顔料分散体 B	○	○
実施例 105	油性インクジェットインキ C	油性顔料分散体 C	○	○
実施例 106	油性インクジェットインキ D	油性顔料分散体 D	○	○
実施例 107	油性インクジェットインキ E	油性顔料分散体 E	△	○
実施例 108	油性インクジェットインキ F	油性顔料分散体 F	○	○
実施例 109	油性インクジェットインキ G	油性顔料分散体 G	△	△
実施例 110	油性インクジェットインキ H	油性顔料分散体 H	○	○
実施例 111	油性インクジェットインキ I	油性顔料分散体 I	○	○
実施例 112	油性インクジェットインキ J	油性顔料分散体 J	○	○
実施例 113	油性インクジェットインキ K	油性顔料分散体 K	○	△
実施例 114	油性インクジェットインキ L	油性顔料分散体 L	○	○
実施例 115	油性インクジェットインキ M	油性顔料分散体 M	○	○
実施例 116	油性インクジェットインキ N	油性顔料分散体 N	○	○
実施例 117	油性インクジェットインキ O	油性顔料分散体 O	○	○
実施例 118	油性インクジェットインキ P	油性顔料分散体 P	○	○
実施例 119	油性インクジェットインキ Q	油性顔料分散体 Q	○	○
実施例 120	油性インクジェットインキ R	油性顔料分散体 R	○	○
実施例 121	油性インクジェットインキ S	油性顔料分散体 S	○	○
実施例 122	油性インクジェットインキ T	油性顔料分散体 T	○	○
実施例 123	油性インクジェットインキ U	油性顔料分散体 U	○	○
実施例 124	油性インクジェットインキ V	油性顔料分散体 V	○	○
実施例 125	油性インクジェットインキ W	油性顔料分散体 W	○	○
実施例 126	油性インクジェットインキ X	油性顔料分散体 X	○	○
実施例 127	油性インクジェットインキ Y	油性顔料分散体 Y	○	○
比較例 9	油性インクジェットインキ Z	油性顔料分散体 Z	×	△
比較例 10	油性インクジェットインキ a	油性顔料分散体 a	×	×
比較例 11	油性インクジェットインキ b	油性顔料分散体 b	×	×
比較例 12	油性インクジェットインキ c	油性顔料分散体 c	×	△

[0325] 表６の結果に示したように、本発明で得られた顔料組成物を用いて調製した油性インクジェットインキは、その他のものと比較して吐出性、着色力が良好であった。

[0326]

[表7]

表７

		使用した水性顔料分散体	吐出性	着色力
実施例 128	水性インクジェットインキ A	水性顔料分散体 A	○	○
実施例 129	水性インクジェットインキ B	水性顔料分散体 B	○	○
実施例 130	水性インクジェットインキ C	水性顔料分散体 C	○	○
実施例 131	水性インクジェットインキ D	水性顔料分散体 D	○	○
実施例 132	水性インクジェットインキ E	水性顔料分散体 E	○	○
実施例 133	水性インクジェットインキ F	水性顔料分散体 F	△	△
実施例 134	水性インクジェットインキ G	水性顔料分散体 G	○	○
実施例 135	水性インクジェットインキ H	水性顔料分散体 H	△	△
実施例 136	水性インクジェットインキ I	水性顔料分散体 I	○	○
実施例 137	水性インクジェットインキ J	水性顔料分散体 J	○	○
実施例 138	水性インクジェットインキ K	水性顔料分散体 K	○	○
実施例 139	水性インクジェットインキ L	水性顔料分散体 L	△	△
実施例 140	水性インクジェットインキ M	水性顔料分散体 M	○	○
実施例 141	水性インクジェットインキ N	水性顔料分散体 N	○	○
実施例 142	水性インクジェットインキ O	水性顔料分散体 O	○	○
実施例 143	水性インクジェットインキ P	水性顔料分散体 P	○	○
実施例 144	水性インクジェットインキ Q	水性顔料分散体 Q	○	○
実施例 145	水性インクジェットインキ R	水性顔料分散体 R	○	○
実施例 146	水性インクジェットインキ S	水性顔料分散体 S	○	○
実施例 147	水性インクジェットインキ T	水性顔料分散体 T	○	○
実施例 148	水性インクジェットインキ U	水性顔料分散体 U	○	○
実施例 149	水性インクジェットインキ V	水性顔料分散体 V	○	○
実施例 150	水性インクジェットインキ W	水性顔料分散体 W	○	○
実施例 151	水性インクジェットインキ X	水性顔料分散体 X	○	○
実施例 152	水性インクジェットインキ Y	水性顔料分散体 Y	○	○
実施例 153	水性インクジェットインキ Z	水性顔料分散体 Z	○	○
比較例 13	水性インクジェットインキ a	水性顔料分散体 a	×	×
比較例 14	水性インクジェットインキ b	水性顔料分散体 b	×	×
比較例 15	水性インクジェットインキ c	水性顔料分散体 c	×	×
比較例 16	水性インクジェットインキ d	水性顔料分散体 d	×	△

[0327] 表７の結果に示したように、本発明で得られた顔料組成物を用いて調製した水性インクジェットインキは、その他のものと比較して吐出性、着色力が良好であった。

[0328] 次に、本発明の着色樹脂組成物及びトナーに関して、実施例によって詳細を説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。また実施例１５４～１７５及び比較例１７～２０中で用いられる結着樹脂は以下の熱可塑性ポリエステル樹脂を使用した。

[0329] ＜結着樹脂＞

熱可塑性ポリエステル樹脂：

テレフタル酸、イソフタル酸、トリメリット酸、プロピレンオキシド付加ビスフェノールＡ、エチレングリコールから構成されるポリエステル樹脂

酸価：１０ｍｇＫＯＨ／ｇ、水酸基価：４３ｍｇＫＯＨ／ｇ、Ｔｇ：５８℃

分子量　Ｍｗ：２８２００、Ｍｎ：２５００

[0330] 結着樹脂及び以下で述べる離型剤の分子量分布（重量平均分子量（Ｍｗ）、数平均分子量（Ｍｎ））はＧＰＣにより次の条件で測定した。

装置：ＧＰＣ－１５０Ｃ（ウォーターズ社製）

カラム：ＧＭＨ－ＨＴ３０ｃｍ２連（東ソー社製）

温度：１３５℃

溶媒：ｏ－ジクロロベンゼン（０．１%アイオノール添加）

流速：１．０ｍｌ／ｍｉｎ

試料：０．１５%の試料を０．４ｍｌ注入

[0331] 以上の条件で測定し、試料の分子量算出にあたっては単分散ポリスチレン標準試料により作成した分子量較正曲線を使用した。さらに、Ｍａｒｋ－Ｈｏｕｗｉｎｋ粘度式から導き出される換算式でポリエチレン換算することによって算出した。

[0332] ＜着色樹脂組成物の調製＞

実施例１５４～１７５及び比較例１７～１９

顔料組成物またはモノアゾ顔料２５００ｇ、熱可塑性ポリエステル樹脂２５００ｇを加圧ニーダー中で設定温度１２０℃、１５分の条件で混合、混練を行い取り出した。更にロール温度９５℃の３本ロールにて混練を行い、冷却後１０ｍｍ以下に粗粉砕し、着色樹脂組成物を得た。

[0333] ＜トナーの調製＞

実施例１５４～１７５及び比較例１７～１９

熱可塑性ポリエステル樹脂４３７５ｇ、着色樹脂組成物５００ｇ、３，５－ジ－ｔｅｒｔ－ブチルサリチル酸のカルシウム塩化合物（荷電制御剤）５０ｇ、エチレンホモポリマー（離型剤、分子量８５０、Ｍｗ／Ｍｎ＝１．０

８、融点１０７℃）７５ｇを２０Ｌの容積を有するヘンシェルミキサーで混合（３０００ｒｐｍ、３分）し、二軸混練押出機を用い吐出温度１２０℃にて溶融混練を行った。その後、混練物を冷却固化した後ハンマーミルで粗粉砕し、次いでＩ式ジェットミル（ＩＤＳ－２型）で微粉砕後、分級してトナー母粒子を得た。

[0334] 次いで、上記で得られたトナー母粒子２５００ｇと疎水性酸化チタン（チタン工業社製ＳＴＴ－３０Ａ）１２．５ｇを１０Ｌのヘンシェルミキサーで混合し、負帯電トナーを得た。

[0335] 比較例２０

顔料組成物またはモノアゾ顔料をＨａｎｓａ Ｂｒｉｌｌｉａｎｔ Ｙｅｌｌｏｗ ５ＧＸ（Ｃｌａｒｉａｎｔ社製、Ｃ．Ｉ．Ｐｉｇｍｅｎｔ Ｙｅｌｌｏｗ ７４）に変更し、それ以外は実施例１５４～１７５及び比較例１７～１９と同様にして着色樹脂組成物およびトナーを得た。

[0336] ＜着色樹脂組成物及びトナーの評価＞

着色樹脂組成物及びトナーの分散性ついて、以下の方法で評価した。さらにトナーについては画像濃度、耐久性及び透明性について、以下の方法で評価した。結果を表８にまとめた。

[0337] （分散性）

得られた着色樹脂組成物及びトナーをミクロトームにて厚さ０．９μｍにスライス形成し、透過型電子顕微鏡により顔料の分散状態を観察し、確認された顔料凝集物の数によって、分散性の評価を行った。顔料凝集物が確認されなかったものを◎、顔料凝集物が１～２５個確認されたものを○、顔料凝集物が２６個から５０個確認されたものを△、顔料凝集物が５１個以上確認されたものを×とした。

[0338] （画像濃度及び耐久性）

トナー及びキャリアとして平均粒径が６０μｍのシリコーンレジンでコーティングされたフェライトキャリア（ＤＦＣ－３５０Ｃ同和鉄粉社製）を用いて、トナー濃度６％に設定してカラー現像剤を調製した。

[0339] キヤノン社製フルカラー複写機　ＣＬＣ－７３０を使用し、コピー用紙として富士ゼロックス社製カラーアプリケーション用紙　Ｎｃｏｌｏｒ１２７（Ａ４サイズ、１２７．９ｇ／ｍ^2）に、各トナーを使用した単色画像を出力した。初期及び１０，０００枚後の画像濃度を測定し、トナーの耐久性を評価した。画像濃度はグレタグマクベス濃度計Ｄ１９Ｃを使用し、印字物の反射濃度を測定した。

[0340] （透明性）

上記で得られた現像剤をＯＨＰフィルム上にベタ画像を形成した後、このベタ画像が形成されたＯＨＰフィルムを、再度、複写機の定着部に通して、画像の表面をフラットにした試料を作製し、透過性を目視判断で確認した。目視判断結果を１，２，３，４の数字４段階で評価し、数字が大きいものほど良好な透明性とした。

[0341]

[表8]

表８

	着色樹脂組成物		トナー			
	使用した顔料組成物またはﾓﾉｱｿﾞ顔料	分散性	画像濃度		分散性	透明性
			初期	1万枚後		
実施例154	顔料組成物 A	○	1.38	1.35	○	4
実施例155	顔料組成物 E	○	1.42	1.42	○	4
実施例156	顔料組成物 G	○	1.25	1.24	○	3
実施例157	顔料組成物 H	◎	1.45	1.43	◎	4
実施例158	顔料組成物 I	◎	1.43	1.38	◎	4
実施例159	顔料組成物 R	○	1.45	1.46	○	4
実施例160	顔料組成物 S	○	1.18	1.18	○	3
実施例161	顔料組成物 T	◎	1.38	1.39	◎	4
実施例162	顔料組成物 U	◎	1.29	1.27	◎	4
実施例163	顔料組成物 V	○	1.27	1.24	○	3
実施例164	顔料組成物 W	○	1.25	1.19	○	3
実施例165	顔料組成物 X	○	1.33	1.33	○	4
実施例166	顔料組成物 Y	○	1.34	1.31	○	4
実施例167	顔料組成物 c	◎	1.30	1.32	◎	4
実施例168	顔料組成物 d	◎	1.46	1.45	◎	4
実施例169	顔料組成物 e	◎	1.44	1.45	◎	4
実施例170	顔料組成物 g	○	1.40	1.42	○	3
実施例171	顔料組成物 i	○	1.39	1.37	○	3
実施例172	顔料組成物 k	◎	1.47	1.44	◎	4
実施例173	顔料組成物 p	◎	1.39	1.37	◎	4
実施例174	顔料組成物 w	○	1.36	1.36	○	4
実施例175	顔料組成物 x	○	1.37	1.38	○	4
比較例17	ﾓﾉｱｿﾞ顔料 A	×	0.92	0.72	×	1
比較例18	ﾓﾉｱｿﾞ顔料 D	△	0.75	0.62	△	2
比較例19	ﾓﾉｱｿﾞ顔料 F	×	0.78	0.64	×	2
比較例20	Hansa Brilliant Yellow 5GX	△	0.95	0.74	△	2

[0342] 表８の結果に示したように、本発明で得られた顔料組成物を用いて調製した着色樹脂組成物は、その他のものと比較して良好な分散性を示した。さらにトナーはその他のものと比較して良好な分散性を示し、発色性、透明性も良好であった。

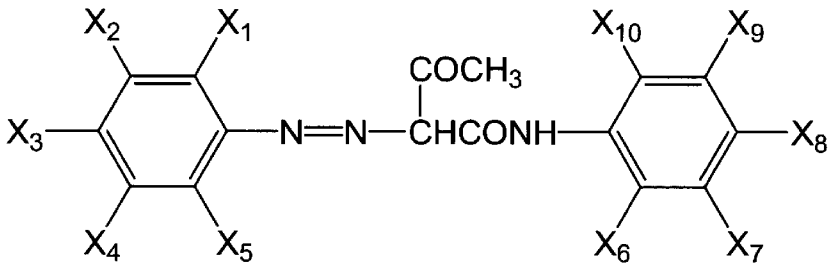
[0343] 本発明によって得られたモノアゾ顔料を含む顔料組成物により、これまでのモノアゾ顔料の課題であった耐熱性が改善され、さらに分散安定性に優れる微細な顔料組成物の提供が可能となった。

請求の範囲

[請求項1] 下記式（１）で表される化合物と、下記式（２）で表される化合物とを含有する顔料組成物。

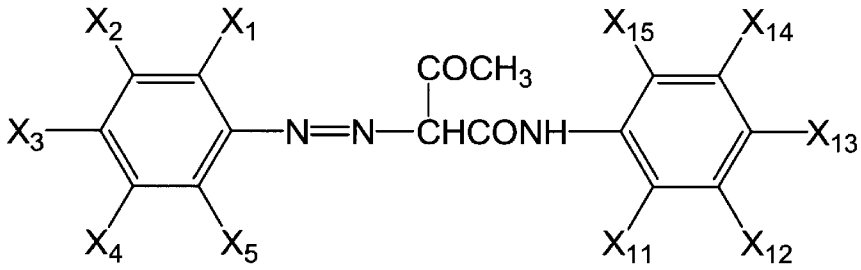
[化1]

式（１）



[化2]

式（２）



（式中、X_1～X_5は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、炭素数１～５のアルキル基、炭素数１～５のアルコキシル基、炭素数１～５のアルコキシカルボニル基、カルボキシル基、ニトロ基、スルホン酸基、カルバモイル基、スルファモイル基、トリフルオロメチル基、または、隣接する基が一体となり形成された複素環構造を表す。X_1～X_5は置換基を有していてもよい。

X_6～X_{10}は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、炭素数１～５のアルキル基、炭素数１～５のアルコキシル基、アセチルアミノ基、カルボキシル基、スルホン酸基、または、隣接する基が一体とな

り形成された複素環構造を表す。X_6～X_{10}は置換基を有していてもよい。

X_{11}～X_{15}は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、炭素数１～５のアルキル基、炭素数１～５のアルコキシル基、アセチルアミノ基、カルボキシル基、スルホン酸基、下記式（３）で表される基、または、下記式（４）で表される基を表す。X_{11}～X_{15}は置換基を有していてもよい。ただし、X_{11}～X_{15}の少なくとも１つは、式（３）で表される基、および、式（４）で表される基のいずれかである。）

[化3]

式（３）



（式中、Y_1は、－SO_2NR'－、または、－$CONR'$－を表す。ただしR’は、水素原子、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルキル基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルケニル基、または、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアリール基を表す。

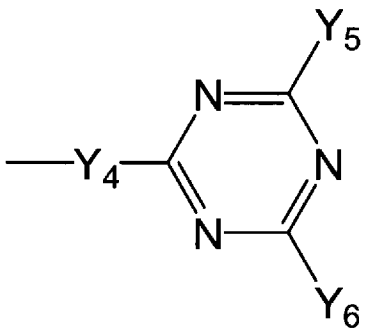
Y_2は、Y_1とY_3を結ぶ直接結合、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルキレン基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルケニレン基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアリーレン基、または、－Y_{2a}－Y_{2b}－Y_{2c}－を表す。Y_{2a}及びY_{2c}は、それぞれ独立に、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルキレン基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルケニレン基、または、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアリーレン基を表す。Y_{2b}は、Y_{2a}とY_{2c}を結ぶ直接結合、－Ｏ－、－ＣＯ－、－ＮＲ’－、または、－SO_2－を表す。ただし、R’は、Y_1で定義されたものと同義である。

Y_3は、－OR_1、－$COOR_1$、－NR_1R_2、－$CONR_1R_2$、または、－$SO_2NR_1R_2$を表す。ここで、R_1及びR_2は、それぞれ独立に、水素原子、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルキル基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアルケニル基、置換基を有していてもよく炭素数が２０以下のアリール基、または、R_1とR_2が一体となり形成された複素環構造を表す。

または、Y_1におけるR’、Y_2、並びに、Y_3におけるR_1及びR_2は、それぞれ独立に、Y_1におけるR’とY_2、または、Y_2とY_3におけるR_1若しくはR_2が一体となり形成された複素環構造を表す。）

[化4]

式（４）



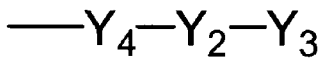
（式中、Y_4は、－NR’－、または、－Ｏ－を表す。

Y_5及びY_6は、それぞれ独立に、下記式（５）で表される基、－OR’、－NR'_2、または、ハロゲン原子のいずれかを表す。

ただし、Y_4、Y_5、Y_6におけるR’は式（３）で定義されたものと同義である。）

[化5]

式（５）



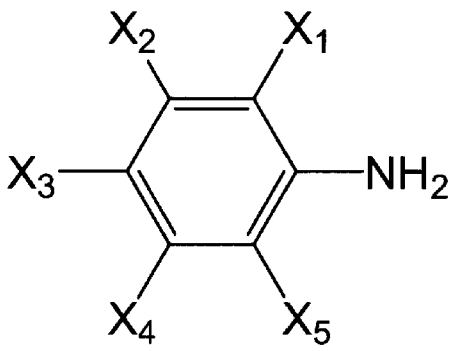
（式中、Y_2、Y_3、Y_4は、式（３）及び式（４）で定義されたものと同義である。）

[請求項2] 式（２）で表される化合物の含有量が、式（１）で表される化合物のモル数と式（２）で表される化合物のモル数を合計した量の０．１～４０モル%である、請求項１記載の顔料組成物。

[請求項3] 芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する請求項１又は２記載の顔料組成物を製造する方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物、および下記式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含む顔料組成物の製造方法。

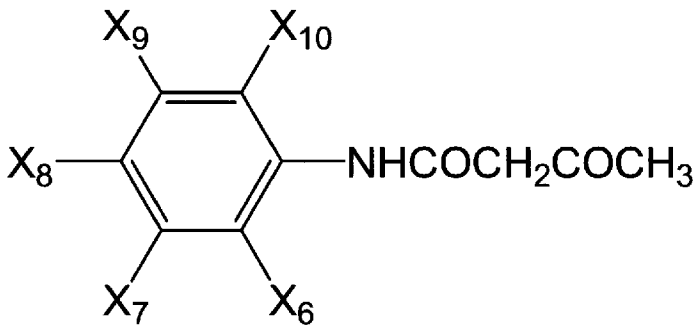
[化6]

式（６）



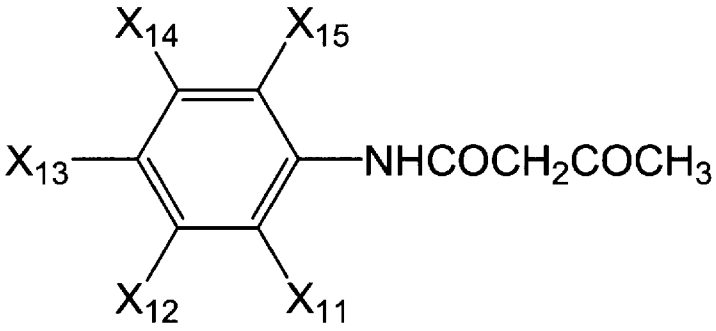
[化7]

式（７）



[化8]

式（８）



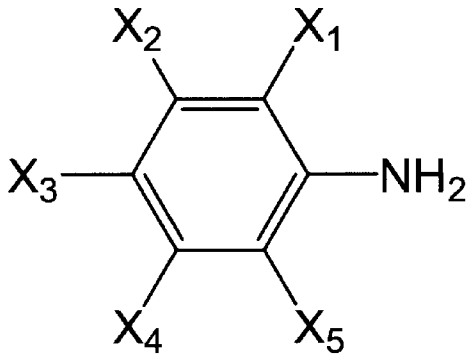
（式中のX_1～X_{10}は式（１）で定義されたものと同義であり、X_{11}～X_{15}は式（２）で定義されたものと同義である。）

[請求項4] 芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する請求項１又は２記載の顔料組成物を製造する方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物、および下記式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物の水溶液中に式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を添加し、カップリング反応させ、反応混合物を得る工程、前記反応混合物と式（７）で

表されるアセトアセトアニリド化合物とを反応させる工程を有する顔料組成物の製造方法。

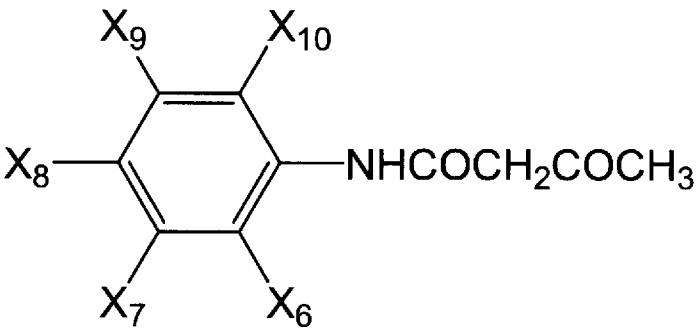
[化9]

式（６）



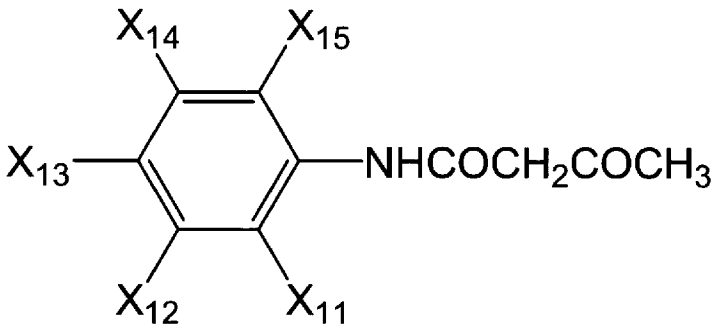
[化10]

式（７）



[化11]

式（８）

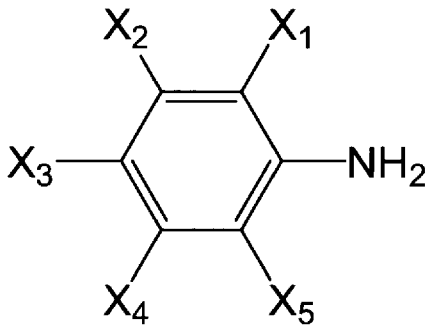


（式中のX_1～X_{10}は式（１）で定義されたものと同義であり、X_{11}～X_{15}は式（２）で定義されたものと同義である。）

[請求項5] 芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する請求項１又は２記載の顔料組成物を製造する方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物、および下記式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、ｐＨ３～６の緩衝剤水溶液中に、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物の水溶液と、式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物および式（８）で表されるアセトアセトアニリド化合物を溶解した塩基性水溶液を、共に、それぞれ所定の流量で添加する工程を有する顔料組成物の製造方法。

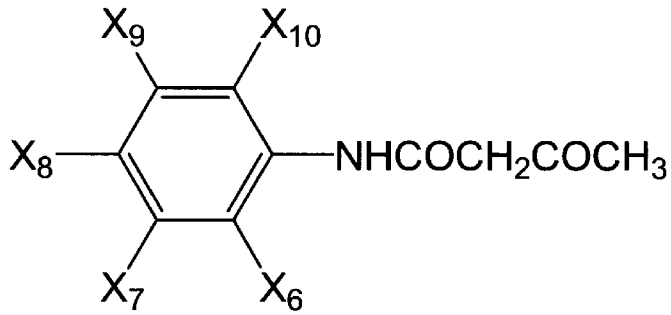
[化12]

式（６）



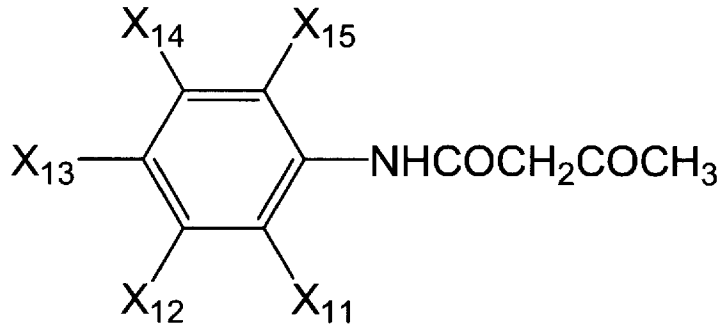
[化13]

式（７）



[化14]

式（８）

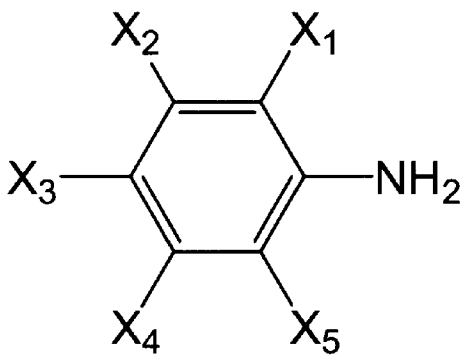


（式中のX_1～X_{10}は式（１）で定義されたものと同義であり、X_{11}～X_{15}は式（２）で定義されたものと同義である。）

[請求項6] 芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する請求項１又は２記載の顔料組成物を製造する方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（２）で表される化合物と式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物を混合し、混合物を得る工程、前記混合物と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物とを反応させる工程を有する顔料組成物の製造方法。

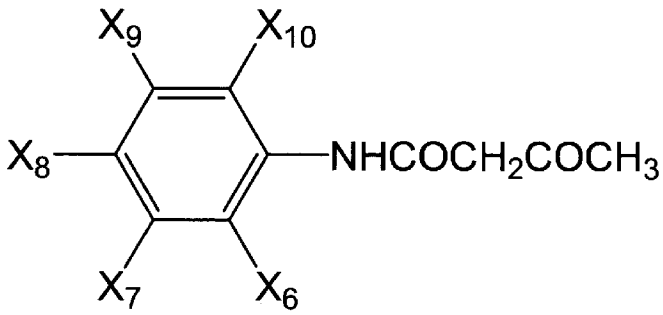
[化15]

式（６）



[化16]

式（７）

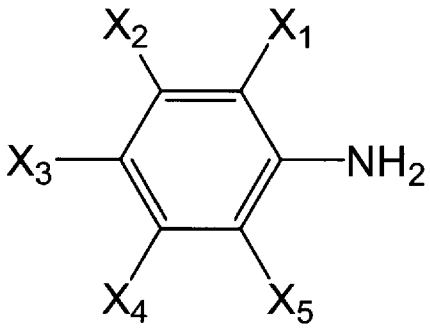


（式中のX_1～X_{10}は式（１）で定義されたものと同義である。）

[請求項7] 芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する請求項１又は２記載の顔料組成物を製造する方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（２）で表される化合物と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を混合し、混合物を得る工程、前記混合物と式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物とを反応させる工程を有する顔料組成物の製造方法。

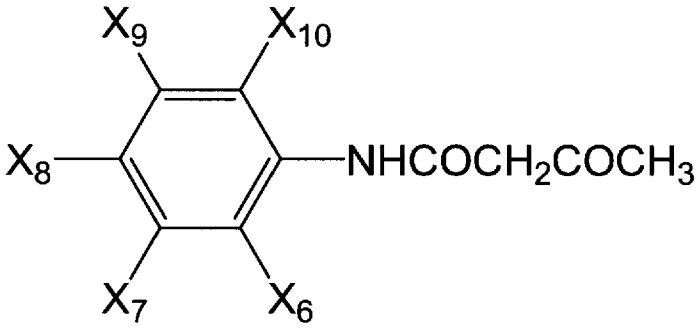
[化17]

式（６）



[化18]

式（７）



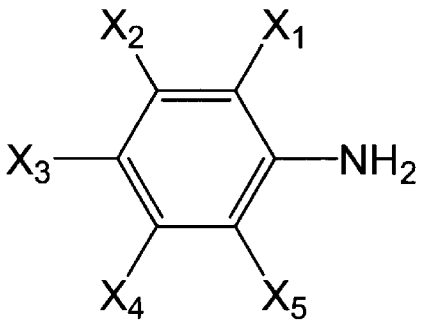
（式中のX_1～X_{10}は式（１）で定義されたものと同義である。）

[請求項8] 芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化

物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する請求項１又は２記載の顔料組成物を製造する方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（２）で表される化合物を含有するｐＨ３～６の緩衝剤水溶液中に、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物の水溶液と、式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物の塩基性溶液を、共に、それぞれ所定の流量で添加する工程を有する顔料組成物の製造方法。

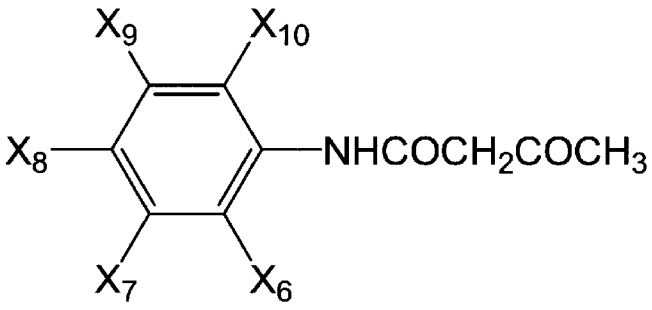
[化19]

式（６）



[化20]

式（７）



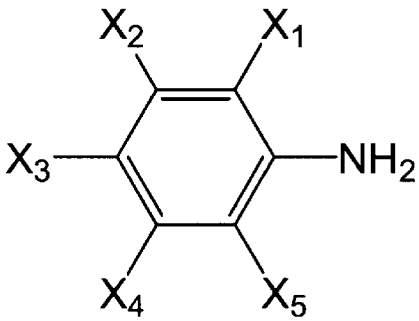
（式中のX_1～X_{10}は式（１）で定義されたものと同義である。）

[請求項9] 芳香族アミンをジアゾ化し、ジアゾ化物を得る工程、前記ジアゾ化

物をアセトアセトアニリド化合物とカップリングする工程を有する請求項１又は２記載の顔料組成物を製造する方法であって、前記芳香族アミンが下記式（６）で表される芳香族アミンを含み、前記アセトアセトアニリド化合物が下記式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物を含み、式（６）で表される芳香族アミンのジアゾ化物と式（７）で表されるアセトアセトアニリド化合物との反応物を含むスラリーと、式（２）で表される化合物とを混合する工程を有する顔料組成物の製造方法。

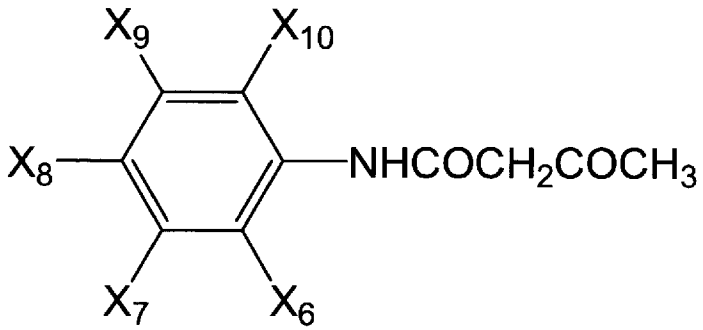
[化21]

式（６）



[化22]

式（７）



（式中のX_1～X_{10}は式（１）で定義されたものと同義である。）

[請求項10] 請求項１または２記載の顔料組成物を製造する方法であって、式（１）で表される化合物及び式（２）で表される化合物を含む混合物を

、水溶性無機塩及び水溶性有機溶剤の存在下で湿式混練する工程、次いで、前記混合物から前記水溶性無機塩及び前記水溶性有機溶剤を除去する工程を有する顔料組成物の製造方法。

[請求項11] 式（１）で表される化合物及び式（２）で表される化合物の平均一次粒子径が２００ｎｍ以下である、請求項１または２記載の顔料組成物。

[請求項12] イオン交換水で顔料組成物を煮沸抽出して得られる水溶液の比電導度が２００μＳ／ｃｍ未満である、請求項１、２、および、１１のいずれか記載の顔料組成物。

[請求項13] カルシウム、マグネシウム、及び鉄の含有量が、それぞれ１５０ｐｐｍ未満である、請求項１、２、１１、および、１２のいずれか記載の顔料組成物。

[請求項14] カルシウム、マグネシウム、及び鉄の含有量の合計が３００ｐｐｍ未満である、請求項１、２、１１、１２、および、１３のいずれか記載の顔料組成物。

[請求項15] 請求項１、２、１１～１４のいずれか記載の顔料組成物および液状媒体を含有する顔料分散体。

[請求項16] 請求項１、２、１１～１４のいずれか記載の顔料組成物または、請求項１５に記載の顔料分散体を含有するインクジェットインキ。

[請求項17] 請求項１、２、１１～１４のいずれか記載の顔料組成物および結着樹脂を含有する着色樹脂組成物。

[請求項18] 請求項１、２、１１～１４のいずれか記載の顔料組成物または、請求項１７に記載の着色樹脂組成物を含有する電子写真用トナー。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2011/059369

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C09B67/20(2006.01)i, *B41J2/01*(2006.01)i, *B41M5/00*(2006.01)i, *C09B67/22*(2006.01)i, *C09D11/00*(2006.01)i, *G03G9/09*(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C09B67/20, B41J2/01, B41M5/00, C09B67/22, C09D11/00, G03G9/09

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CAplus(STN), REGISTRY(STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2003-128952 A (Toyo Ink Manufacturing Co., Ltd.), 08 May 2003 (08.05.2003), claims; paragraph [0007]; preparation example 5; example 4 (Family: none)	1-18
X	JP 2003-165919 A (Toyo Ink Manufacturing Co., Ltd.), 10 June 2003 (10.06.2003), claims; examples 2 to 4 & EP 1316588 A2 & CN 1429864 A & US 2003/0140819 A1	1-18

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
23 May, 2011 (23.05.11)	31 May, 2011 (31.05.11)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2011/059369

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 10-171165 A (Dainichiseika Color & Chemicals Mfg. Co., Ltd.), 26 June 1998 (26.06.1998), claims; paragraph [0007] (Family: none)	1-18
A	JP 2001-098200 A (Eastman Kodak Co.), 10 April 2001 (10.04.2001), claims; paragraphs [0014], [0015] & EP 1076079 A1 & US 6132501 A	1-18
A	JP 2007-527458 A (Clariant Produkte (Deutschland) GmbH), 27 September 2007 (27.09.2007), claims; paragraph [0036] & US 2007/169665 A1 & EP 1723204 A1 & CN 1926199 A	1-18
A	JP 2001-106936 A (Dainippon Ink And Chemicals, Inc.), 17 April 2001 (17.04.2001), claims (Family: none)	1-18
E,X	WO 2011/052365 A1 (Kao Corp.), 05 May 2011 (05.05.2011), claims; preparation example 2; examples 1, 2 (Family: none)	1-2,11,15-16
E,A	JP 2010-260997 A (Toyo Ink Manufacturing Co., Ltd.), 18 November 2010 (18.11.2010), claims (Family: none)	1-18

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１１／０５９３６９

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C09B67/20(2006.01)i, B41J2/01(2006.01)i, B41M5/00(2006.01)i, C09B67/22(2006.01)i, C09D11/00(2006.01)i, G03G9/09(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C09B67/20, B41J2/01, B41M5/00, C09B67/22, C09D11/00, G03G9/09

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１１年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１１年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１１年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

CAplus(STN), REGISTRY(STN)

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	JP 2003-128952 A（東洋インキ製造株式会社）2003.05.08, 特許請求の範囲、段落【0007】、製造例５、実施例４（ファミリーなし）	1-18
X	JP 2003-165919 A（東洋インキ製造株式会社）2003.06.10, 特許請求の範囲、実施例２～４ & EP 1316588 A2 & CN 1429864 A & US 2003/0140819 A1	1-18

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。　　☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 ２３．０５．２０１１	国際調査報告の発送日 ３１．０５．２０１１
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｈ　３７６１ 太田　千香子 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４８１

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	JP 10-171165 A（大日精化工業株式会社）1998.06.26, 特許請求の範囲、段落【0007】（ファミリーなし）	1-18
A	JP 2001-098200 A（イーストマン　コダック　カンパニー） 2001.04.10, 特許請求の範囲、段落【0014】、【0015】 & EP 1076079 A1 & US 6132501 A	1-18
A	JP 2007-527458 A（クラリアント・プロドゥクテ（ドイチュラント） ゲーエムベーハー）2007.09.27, 特許請求の範囲、段落【0036】 & US 2007/169665 A1 & EP 1723204 A1 & CN 1926199 A	1-18
A	JP 2001-106936 A（大日本インキ化学工業株式会社）2001.04.17, 特許請求の範囲（ファミリーなし）	1-18
E, X	WO 2011/052365 A1（花王株式会社）2011.05.05, 請求の範囲、 製造例２、実施例１、２（ファミリーなし）	1-2, 11, 15-16
E, A	JP 2010-260997 A（東洋インキ製造株式会社）2010.11.18, 特許請求の範囲（ファミリーなし）	1-18