

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7128806号
(P7128806)

(45)発行日 令和4年8月31日(2022.8.31)

(24)登録日 令和4年8月23日(2022.8.23)

(51)国際特許分類		F I	
C 0 9 B	23/14 (2006.01)	C 0 9 B	23/14
C 0 9 B	57/00 (2006.01)	C 0 9 B	57/00 Z
C 0 9 B	69/06 (2006.01)	C 0 9 B	69/06
C 0 9 D	11/328(2014.01)	C 0 9 D	11/328

請求項の数 5 (全31頁)

(21)出願番号	特願2019-514434(P2019-514434)	(73)特許権者	000179904 山本化成株式会社
(86)(22)出願日	平成30年4月19日(2018.4.19)		大阪府八尾市弓削町南1丁目4番地
(86)国際出願番号	PCT/JP2018/016077	(74)代理人	100110928 弁理士 速水 進治
(87)国際公開番号	WO2018/198920	(72)発明者	木下 智之 大阪府八尾市弓削町南1丁目4番地
(87)国際公開日	平成30年11月1日(2018.11.1)		山本化成株式会社内
審査請求日	令和3年4月1日(2021.4.1)	(72)発明者	澤野 文二 大阪府八尾市弓削町南1丁目4番地
(31)優先権主張番号	特願2017-90304(P2017-90304)		山本化成株式会社内
(32)優先日	平成29年4月28日(2017.4.28)	(72)発明者	江副 正之 大阪府八尾市弓削町南1丁目4番地
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		山本化成株式会社内
		審査官	岩下 直人

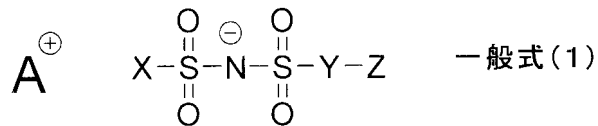
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 化合物およびこれを用いたインキ

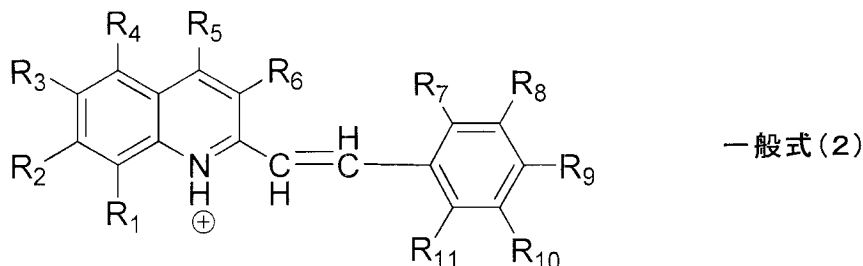
(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記一般式(1)で表される化合物。



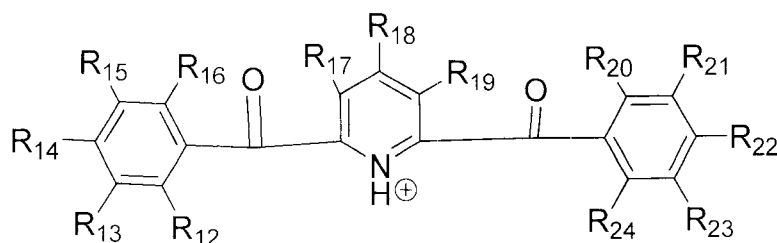
(一般式(1)中、A⁺は下記一般式(2)、または一般式(3)を表し、Xは水素原子の少なくとも一部がフッ素原子に置換されていてもよいアルキル基を表し、Yは二価の炭化水素基を表し、Zは光反応性基である。)



10

20

(一般式(2)中、 $R_1 \sim R_{11}$ は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、水酸基、アルコキシ基、ニトロ基、ジアルキルアミノ基、アルコキシアルキル基、または置換もしくは未置換のアリール基を表し、
置換アリール基の置換基は、ハロゲン原子；炭素数1～20の直鎖、分岐もしくは環状のアルキル基；炭素数1～20の直鎖、分岐もしくは環状のアルコキシ基；あるいは炭素数4～20のハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基で置換または未置換のアリール基である。)



一般式(3)

10

(一般式(3)中、 $R_{12} \sim R_{24}$ は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、水酸基、アルコキシ基、ニトロ基、ジアルキルアミノ基、アルコキシアルキル基、または置換もしくは未置換のアリール基を表し、置換アリール基の置換基は一般式(2)の前記置換アリール基の前記置換基と同様である。))

20

【請求項2】

一般式(1)におけるYがアリーレン基であり、Zがビニル基、アリル基、(メタ)アクリロイルオキシ基、及び(メタ)アクリロイル基から選ばれる基であり、Xがパーフルオロアルキル基である、請求項1に記載の化合物。

【請求項3】

請求項1または請求項2に記載の化合物を含有する染料。

【請求項4】

請求項1または請求項2に記載の化合物を含有するインキ。

【請求項5】

請求項1または請求項2に記載の化合物と樹脂を含有する着色組成物。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、新規な化合物に関し、詳細には鮮明な黄色系色相を呈し、耐光性に優れ、有機溶媒や樹脂への良好な溶解性および溶解安定性を有する新規化合物、およびこれを含有する染料、インキ、着色組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

カチオン性染料などと称されるイオン性化合物は、共役結合にわたり非局在化する正の電荷を有する有機カチオンと、通常無機のアニオンからなり、各種塗料、水性インキ、油性インキ、インクジェット用インキ、カラーフィルターなど幅広い用途で使用されている。例えば、特許文献1では、ヘキサフルオロアンチモネートアニオンを有するイオン性のスチリルキノリン系化合物を、フォトレジスト等の画像の製造方法における増感色素として使用することが開示されている。

40

また、特許文献2では、シアノホウ酸、フルオロアルキルリン酸、フルオロアルキルホウ酸またはイミド化物の群から選択された陰イオンを有する、スチリルキノリン系化合物を含む広範囲の染料が開示されている。

【0003】

しかしながら、これらのスチリルキノリン系化合物は、染料やインキとして使用するには、溶媒に対する溶解性や溶解安定性が不十分であった。

50

特許文献 3 では、感圧、感熱記録材料に用いられるロイコ色素であるジケトピリジン化合物が開示されている。これらの化合物は、シリカゲルやフェノール化合物と接触した際に黄色系の発色を与えるが、本願化合物のように単独で色素として使用される着色物ではない。なお、これらのジケトピリジン化合物は、有機溶媒や樹脂に対する溶解性が低い。特許文献 4 では、トリアリールメタン化合物について、光反応性基を持つスルホニルイミド系対アニオンを適用することが開示されている。重合性基を導入することにより耐久性を向上させることを目的としているが、有機溶媒、樹脂に対する溶解性が不十分であり、耐久性の向上も十分ではない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【文献】特表平 9 - 5 1 2 3 5 1 号公報

特表 2 0 0 7 - 5 0 3 4 7 7 号公報

特開昭 5 8 - 8 3 6 7 3 号公報

特開 2 0 1 2 - 7 2 2 0 5 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、鮮明な黄色系の色相を呈し、耐光性に優れ、有機溶媒や樹脂への良好な溶解性を有する新規化合物を提供することを目的とする。

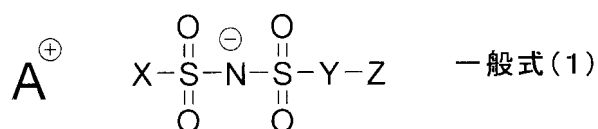
【課題を解決するための手段】

【0006】

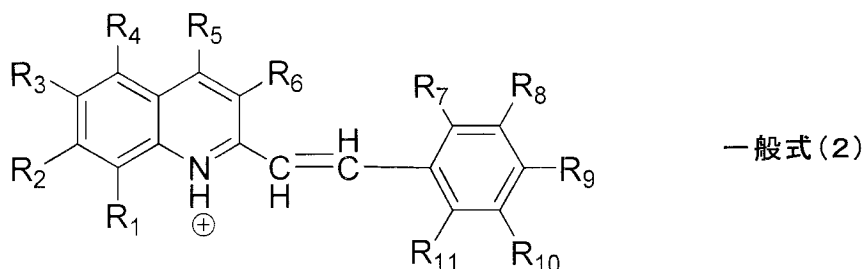
本発明者らは鋭意検討した結果、特定構造の化合物が、耐光性及び有機溶媒や樹脂に対する溶解性が非常に高いことを見出し、本発明を完成させた。

すなわち、本発明は、

(i) 下記一般式 (1) で表される化合物、

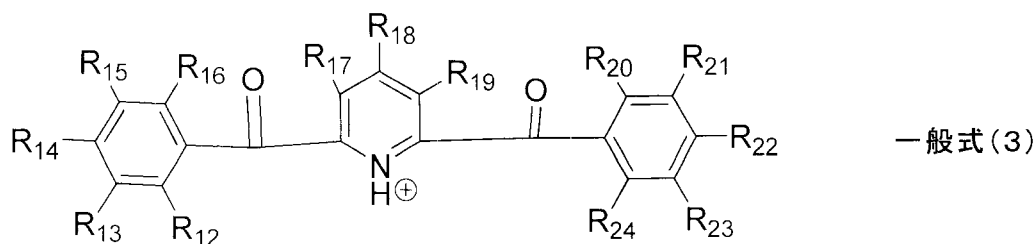


(一般式 (1) 中、 A^+ は下記一般式 (2)、または一般式 (3) を表し、 X は水素原子の少なくとも一部がフッ素原子に置換されていてもよいアルキル基を表し、 Y は二価の炭化水素基を表し、 Z は光反応性基である。)



(一般式 (2) 中、 $R_1 \sim R_{11}$ は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、水酸基、アルコキシ基、ニトロ基、ジアルキルアミノ基、アルコキシアルキル基、または置換もしくは未置換のアリール基を表し、

前記置換アリール基の置換基は、ハロゲン原子；炭素数 1 ~ 20 の直鎖、分岐もしくは環状のアルキル基；炭素数 1 ~ 20 の直鎖、分岐もしくは環状のアルコキシ基；あるいは炭素数 4 ~ 20 のハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基で置換または未置換のアリール基である。)



(一般式(3)中、R₁₂~R₂₄は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、水酸基、アルコキシ基、ニトロ基、ジアルキルアミノ基、アルコキシアルキル基、または置換もしくは未置換のアリール基を表し、前記置換アリール基の置換基は一般式(2)の前記置換アリール基の前記置換基と同様である。)

(ii) 一般式(1)におけるYがアリーレン基であり、Zがビニル基、アリル基、(メタ)アクリロイルオキシ基、及び(メタ)アクリロイル基から選ばれる基であり、Xがパーフルオロアルキル基である(i)に記載の化合物、

(iii) (i) または (ii) に記載の化合物を含有する染料、

(iv) (i) または (ii) に記載の化合物を含有するインキ、

(v) (i) または (ii) に記載の化合物と樹脂を含有する着色組成物

である。

【発明の効果】

【0007】

本発明により、耐久性に優れ、有機溶媒や樹脂への良好な溶解性を有し、染料やインキなどに好適な化合物を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図1】実施例4で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図2】実施例5で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図3】実施例6で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図4】実施例7で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図5】実施例8で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図6】実施例9で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図7】実施例10で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図8】実施例11で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図9】実施例15で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図10】実施例16で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図11】比較例1で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

【図12】比較例2で製造した化合物のメタノール中での吸収スペクトル図である。

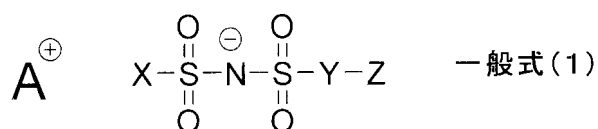
【発明を実施するための形態】

【0009】

以下、本発明を詳細に説明する。

[本発明の化合物]

本発明の化合物は、下記一般式(1)で表される。



(一般式(1)中、A⁺は下記一般式(2)、または一般式(3)を表し、Xは水素原子の少なくとも一部がフッ素原子に置換されていてもよいアルキル基を表し、Yは二価の炭

10

20

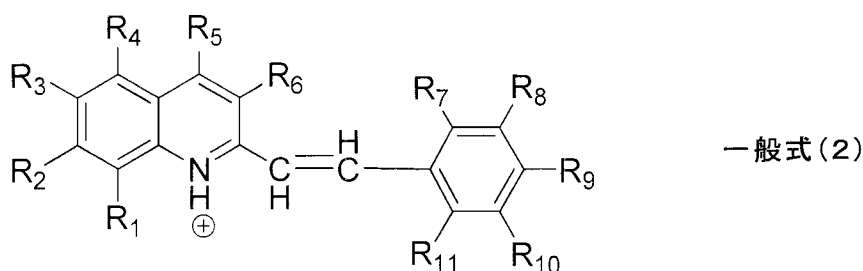
30

40

50

化水素基を表し、Zは光反応性基である。)

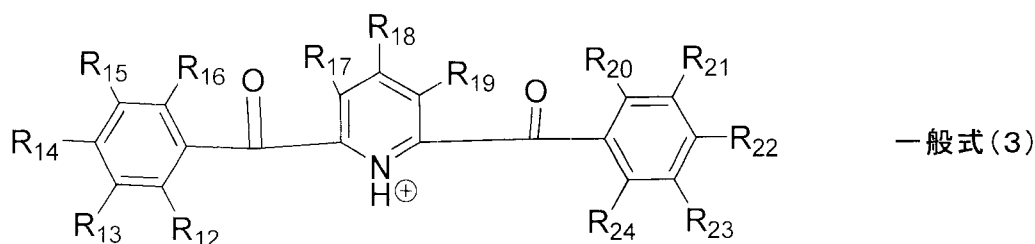
【0010】



10

(一般式(2)中、R₁~R₁₁は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、水酸基、アルコキシ基、ニトロ基、ジアルキルアミノ基、アルコキシアルキル基、または置換もしくは未置換のアリール基を表す。)

【0011】



20

(一般式(3)中、R₁₂~R₂₄は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、水酸基、アルコキシ基、ニトロ基、ジアルキルアミノ基、アルコキシアルキル基、または置換もしくは未置換のアリール基を表す。))

【0012】

一般式(1)において、対アニオン中のXとしては、炭素数が1~3であり、水素原子の一部又は全部がフッ素原子に置換されたフッ化アルキル基が好ましく、中でもすべての水素原子がフッ素原子に置換されているパーフルオロアルキル基が、イミド酸の酸性度を高め染料の安定性を向上させる点で特に好ましい。

30

具体的には、例えば、トリフルオロメチル基、ジフルオロメチル基、フルオロメチル基、ペンタフルオロエチル基、2,2,2-トリフルオロエチル基、2-フルオロエチル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基、3-フルオロプロピル基等を挙げることができる。

【0013】

Yで表わされる二価の炭化水素基としては、特に制限はないが、例えば炭素数1~10の直鎖又は分岐を有するアルキレン基、炭素数6~20のアリーレン基、炭素数7~20のアリールアルキレン基などが挙げられる。

具体的には、アルキレン基としては、メチレン基、エチレン基、n-プロピレン基、イソプロピレン基、各種ブチレン基などが挙げられ、アリーレン基としては、フェニレン基、ナフチレン基などが挙げられる。また、アリールアルキレン基としては、アリールメチレン基、アリールエチレン基、アリールプロピレン基などが挙げられる。これらのうち、炭素数7~10のアリールアルキレン基が原料の入手および製造上の容易さの点から好ましく、特にアリールメチレン基、アリールエチレン基、アリールプロピレン基が好ましい。なお、アリールアルキレン基では、オルト体、メタ体及びパラ体があるが、立体障害がないことの観点から、パラ体であることが好ましい。

40

【0014】

また、Zで表わされる光反応性基としては、光ラジカル重合、光カチオン重合、光アニオン重合のような重合反応を経て反応が進行するものが挙げられる。

50

光ラジカル重合反応性基としては、例えば、エチレン性不飽和結合（好ましくはエチレン性二重結合）を有する官能基が挙げられ、具体的には、ビニル基、アリル基、（メタ）アクリロイルオキシ基、（メタ）アクリロイル基、ビニルシクロアルキル基等が挙げられる。これらのうち、ビニル基、アリル基、（メタ）アクリロイルオキシ基、及び（メタ）アクリロイル基が好ましい。

また、光カチオン重合反応性基としては、例えば、エポキシ基、オキセタニル基等の環状エーテル基、チオエーテル基、ビニルエーテル基が挙げられる。

一般式（2）中、 $R_1 \sim R_{11}$ は好ましくは、水素原子、ハロゲン原子、炭素数1～20の直鎖、分岐もしくは環状のアルキル基、炭素数1～20の直鎖、分岐もしくは環状のアルコキシ基、ニトロ基、炭素数2～20の直鎖、分岐または環状のジアルキルアミノ基、炭素数2～20の直鎖、分岐もしくは環状のアルコキシアルキル基、または炭素数4～20の置換もしくは未置換のアリール基である。

【0015】

尚、本明細書において、アリール基とは、例えば、フェニル基、ナフチル基などの炭素環式芳香族基、フリル基、チエニル基、ピリジル基などの複素環式芳香族基を表す。また、アリール基の置換基としては、ハロゲン原子、炭素数1～20の直鎖、分岐もしくは環状のアルキル基、炭素数1～20の直鎖、分岐もしくは環状のアルコキシ基、あるいは炭素数4～20の前記ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基で置換されていてもよいアリール基などが挙げられる。尚、アリール基には、これらの置換基が単置換または多置換されていてもよい。

【0016】

$R_1 \sim R_{11}$ の具体例としては、例えば、水素原子；例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子などのハロゲン原子；

例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、イソブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、*n*-ペンチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、*tert*-ペンチル基、*n*-ヘキシル基、1-メチルペンチル基、4-メチル-2-ペンチル基、3,3-ジメチルブチル基、2-エチルブチル基、*n*-ヘプチル基、1-メチルヘキシル基、シクロヘキシルメチル基、*n*-オクチル基、*tert*-オクチル基、1-メチルヘプチル基、2-エチルヘキシル基、2-プロピルペンチル基、*n*-ノニル基、2,2-ジメチルヘプチル基、2,6-ジメチル-4-ヘプチル基、3,5,5-トリメチルヘキシル基、*n*-デシル基、*n*-ウンデシル基、1-メチルデシル基、*n*-ドデシル基、*n*-トリデシル基、1-ヘキシルヘプチル基、*n*-テトラデシル基、*n*-ペンタデシル基、*n*-ヘキサデシル基、*n*-ヘプタデシル基、*n*-オクタデシル基、*n*-エイコシル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、4-メチルシクロヘキシル基、4-*tert*-ブチルシクロヘキシル基、シクロヘプチル基、シクロオクチル基などの直鎖、分岐または環状のアルキル基；

【0017】

例えば、メトキシ基、エトキシ基、*n*-プロポキシ基、イソプロポキシ基、*n*-ブトキシ基、イソブトキシ基、*sec*-ブトキシ基、*n*-ペンチルオキシ基、ネオペンチルオキシ基、シクロペンチルオキシ基、*n*-ヘキシルオキシ基、3,3-ジメチルブチルオキシ基、2-エチルブチルオキシ基、シクロヘキシルオキシ基、*n*-ヘプチルオキシ基、*n*-オクチルオキシ基、2-エチルヘキシルオキシ基、*n*-ノニルオキシ基、*n*-デシルオキシ基、*n*-ウンデシルオキシ基、*n*-ドデシルオキシ基、*n*-トリデシルオキシ基、*n*-テトラデシルオキシ基、*n*-ペンタデシルオキシ基、*n*-ヘキサデシルオキシ基、*n*-ヘプタデシルオキシ基、*n*-オクタデシルオキシ基、*n*-エイコシルオキシ基などの直鎖、分岐または環状のアルコキシ基；

ニトロ基、ジメチルアミノ基、ジブチルアミノ基、ジブチルアミノ基、ジオクチルアミノ基などのジアルキルアミノ基；

【0018】

例えば、メトキシメチル基、エトキシメチル基、*n*-ブトキシメチル基、*n*-ペンチルオ

10

20

30

40

50

キシメチル基、*n*-ヘキシルオキシメチル基、(2-エチルブチルオキシ)メチル基、*n*-
 -ヘブチルオキシメチル基、*n*-オクチルオキシメチル基、*n*-デシルオキシメチル基、
n-ドデシルオキシメチル基、2-メトキシエチル基、2-エトキシエチル基、2-*n*-
 プロポキシエチル基、2-イソプロポキシエチル基、2-*n*-ブトキシエチル基、2-*n*-
 -ペンチルオキシエチル基、2-*n*-ヘキシルオキシエチル基、2-(2'-エチルブチル
 オキシ)エチル基、2-*n*-ヘブチルオキシエチル基、2-*n*-オクチルオキシエチル基
 、2-(2'-エチルヘキシルオキシ)エチル基、2-*n*-デシルオキシエチル基、2-*n*-
 -ドデシルオキシエチル基、2-*n*-テトラデシルオキシエチル基、2-シクロヘキシル
 オキシエチル基、2-メトキシプロピル基、3-メトキシプロピル基、3-メトキシ-2
 -プロピル基、3-エトキシプロピル基、3-エトキシ-2-プロピル基、3-*n*-プロ
 10 ポキシプロピル基、3-イソプロポキシプロピル基、3-*n*-ブトキシプロピル基、3-
n-ブトキシ-2-プロピル基、3-*n*-ペンチルオキシプロピル基、3-*n*-ヘキシル
 オキシプロピル基、3-(2'-エチルブトキシ)プロピル基、3-*n*-オクチルオキシプ
 ロピル基、3-(2'-エチルヘキシルオキシ)プロピル基、3-*n*-デシルオキシプロピル
 基、3-*n*-ドデシルオキシプロピル基、3-*n*-テトラデシルオキシプロピル基、3-
 シクロヘキシルオキシプロピル基、4-メトキシブチル基、4-エトキシブチル基、4-
n-プロポキシブチル基、4-イソプロポキシブチル基、4-*n*-ブトキシブチル基、4-
n-ヘキシルオキシブチル基、4-*n*-オクチルオキシブチル基、4-*n*-デシルオキ
 シブチル基、4-*n*-ドデシルオキシブチル基、5-メトキシペンチル基、5-エトキシ
 20 ペンチル基、5-*n*-プロポキシペンチル基、5-*n*-ペンチルオキシペンチル基、6-
 メトキシヘキシル基、6-エトキシヘキシル基、6-イソプロポキシヘキシル基、6-*n*-
 -ブトキシヘキシル基、6-*n*-ヘキシルオキシヘキシル基、6-*n*-デシルオキシヘキ
 シル基、4-メトキシシクロヘキシル基、7-メトキシヘブチル基、7-エトキシヘブチ
 ル基、7-イソプロポキシヘブチル基、8-メトキシオクチル基、8-エトキシオクチル
 基、9-メトキシノニル基、9-エトキシノニル基、10-メトキシデシル基、10-エ
 トキシデシル基、10-*n*-ブトキシデシル基、11-メトキシウンデシル基、11-エ
 トキシウンデシル基、12-メトキシドデシル基、12-エトキシドデシル基、12-イ
 ソプロポキシドデシル基、14-メトキシテトラデシル基、テトラヒドロフルフリル基な
 どの直鎖、分岐または環状のアルコキシアルキル基；

【0019】

例えば、フェニル基、2-メチルフェニル基、3-メチルフェニル基、4-メチルフェニ
 ル基、3-エチルフェニル基、4-エチルフェニル基、2-*n*-プロピルフェニル基、3-
n-プロピルフェニル基、4-*n*-プロピルフェニル基、4-イソプロピルフェニル基
 、3-*n*-ブチルフェニル基、4-*n*-ブチルフェニル基、4-イソブチルフェニル基、
 4-*tert*-ブチルフェニル基、2-*n*-ペンチルフェニル基、3-*n*-ペンチルフェ
 ニル基、4-*n*-ペンチルフェニル基、4-イソペンチルフェニル基、4-*tert*-ペ
 ンチルフェニル基、3-*n*-ヘキシルフェニル基、4-*n*-ヘキシルフェニル基、4-シ
 クロヘキシルフェニル基、3-*n*-ヘブチルフェニル基、4-*n*-ヘブチルフェニル基、
 2-*n*-オクチルフェニル基、3-*n*-オクチルフェニル基、4-*n*-オクチルフェニル
 40 基、3-*n*-ノニルフェニル基、4-*n*-ノニルフェニル基、3-*n*-デシルフェニル基
 、4-*n*-デシルフェニル基、4-*n*-ウンデシルフェニル基、3-*n*-ドデシルフェニ
 ル基、4-*n*-ドデシルフェニル基、4-*n*-テトラデシルフェニル基、2,3-ジメチ
 ルフェニル基、2,4-ジメチルフェニル基、2,5-ジメチルフェニル基、2,6-ジ
 メチルフェニル基、3,4-ジメチルフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、3,4
 ,5-トリメチルフェニル基、2,3,5,6-テトラメチルフェニル基、5-インダニ
 ル基、1,2,3,4-テトラヒドロ-5-ナフチル基、1,2,3,4-テトラヒドロ
 -6-ナフチル基、

【0020】

2-メトキシフェニル基、3-メトキシフェニル基、4-メトキシフェニル基、3-エト
 キシフェニル基、4-エトキシフェニル基、4-*n*-プロポキシフェニル基、4-イソプ

10

20

30

40

50

ロポキシフェニル基、2-n-プトキシフェニル基、3-n-プトキシフェニル基、4-n-プトキシフェニル基、4-イソプトキシフェニル基、4-n-ペンチルオキシフェニル基、2-n-ヘキシルオキシフェニル基、3-n-ヘキシルオキシフェニル基、4-n-ヘキシルオキシフェニル基、4-シクロヘキシルオキシフェニル基、4-n-ヘプチルオキシフェニル基、3-n-オクチルオキシフェニル基、4-n-オクチルオキシフェニル基、4-n-ノニルオキシフェニル基、4-n-デシルオキシフェニル基、4-n-ウンデシルオキシフェニル基、4-n-ドデシルオキシフェニル基、4-n-テトラデシルオキシフェニル基、2,3-ジメトキシフェニル基、2,4-ジメトキシフェニル基、2,5-ジメトキシフェニル基、3,4-ジメトキシフェニル基、3,5-ジメトキシフェニル基、3,5-ジエトキシフェニル基、2-メトキシ-4-メチルフェニル基、2-メトキシ-5-メチルフェニル基、2-メチル-4-メトキシフェニル基、3-メチル-4-メトキシフェニル基、3-メチル-5-メトキシフェニル基、

【0021】

2-フルオロフェニル基、3-フルオロフェニル基、4-フルオロフェニル基、2-クロロフェニル基、3-クロロフェニル基、4-クロロフェニル基、4-ブromoフェニル基、3-トリフルオロメチルフェニル基、4-トリフルオロメチルフェニル基、3-トリフルオロメチルオキシフェニル基、4-トリフルオロメチルオキシフェニル基、2,4-ジフルオロフェニル基、2,4-ジクロロフェニル基、3,4-ジフルオロフェニル基、3,4-ジクロロフェニル基、3,5-ジフルオロフェニル基、3,5-ジクロロフェニル基、3,4,5-トリフルオロフェニル基、2-メチル-4-クロロフェニル基、2-クロロ-4-メチルフェニル基、3-クロロ-4-メチルフェニル基、2-クロロ-4-メトキシフェニル基、3-メトキシ-4-フルオロフェニル基、3-メトキシ-4-クロロフェニル基、3-フルオロ-4-メトキシフェニル基、2,3,4,5,6-ペンタフルオロフェニル基、4-フェニルフェニル基、3-フェニルフェニル基、4-(4'-メチルフェニル)フェニル基、4-(4'-メトキシフェニル)フェニル基、1-ナフチル基、

【0022】

2-ナフチル基、4-メチル-1-ナフチル基、4-エトキシ-1-ナフチル基、6-n-ブチル-2-ナフチル基、6-メトキシ-2-ナフチル基、7-エトキシ-2-ナフチル基、1-アントラセニル基、2-アントラセニル基、9-アントラセニル基、2-テトラセニル基、2-フルオレニル基、9,9-ジメチル-2-フルオレニル基、9,9-ジ-n-プロピル-2-フルオレニル基、2-フリル基、5-n-ブチル-2-フリル基、5-n-ヘキシル-2-フリル基、5-n-オクチル-2-フリル基、2-チエニル基、5-n-プロピル-2-チエニル基、5-n-ブチル-2-チエニル基、5-n-ヘキシル-2-チエニル基、5-n-オクチル-2-チエニル基、5-n-デシル-2-チエニル基、5-n-トリデシル-2-チエニル基、5-フェニル-2-チエニル基、5-(2'-チエニル)-2-チエニル基、5-(5'-n-ブチル-2'-チエニル)-2-チエニル基、5-(5'-n-ヘキシル-2'-チエニル)-2-チエニル基、5-(5'-n-デシル-2'-チエニル)-2-チエニル基、3-チエニル基、2-ピリジル基、3-ピリジル基、4-ピリジル基などの置換または未置換のアリール基を挙げることができる。

【0023】

つぎに、一般式(3)中、 $R_{12} \sim R_{24}$ としては前記一般式(2)の置換基 $R_{11} \sim R_{11}$ と同様のものをあげることができ、その好ましい範囲、具体例も前記一般式(2)におけると同様である。

本発明の一般式(1)で表される化合物の例を下記例示化合物1~16に示す。

【0024】

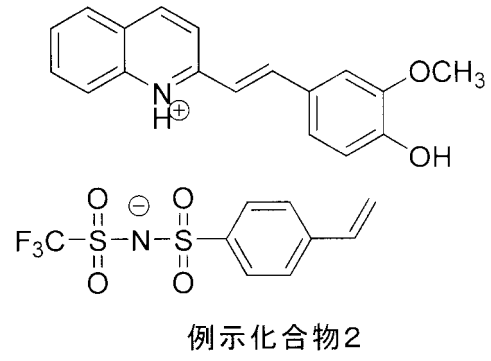
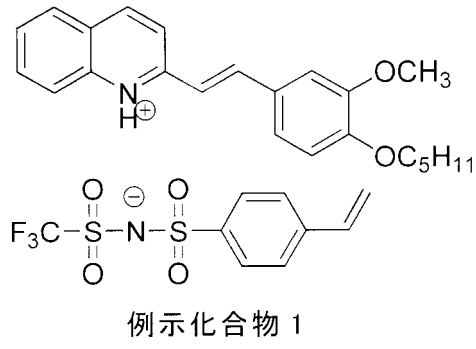
10

20

30

40

50



10

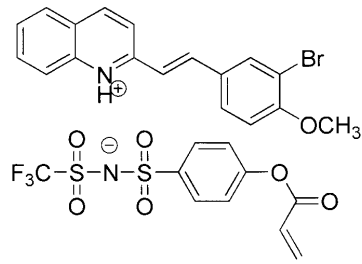
【 0 0 2 5 】

20

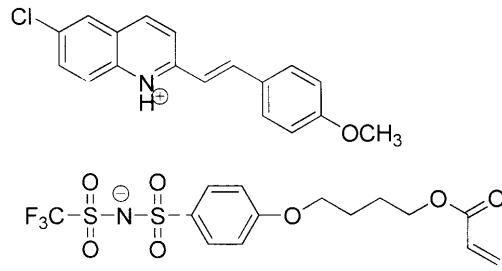
30

40

50

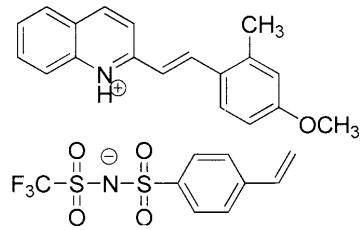


例示化合物3

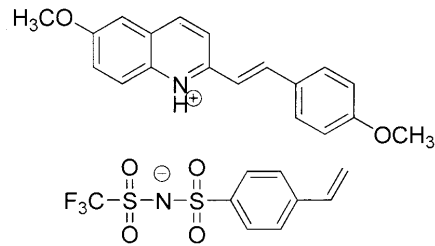


例示化合物4

10

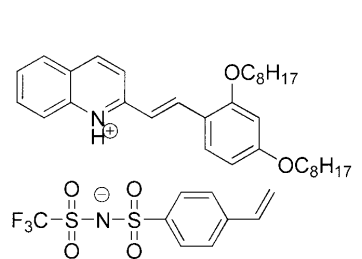


例示化合物5

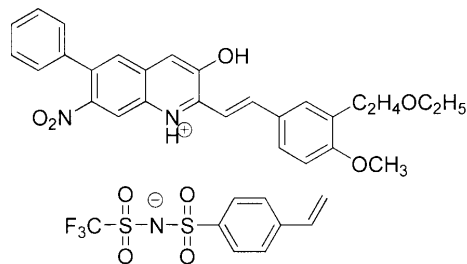


例示化合物6

20

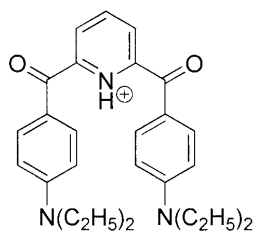


例示化合物7

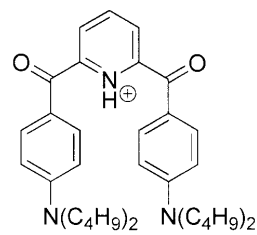


例示化合物8

30



例示化合物9

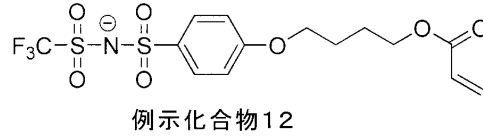
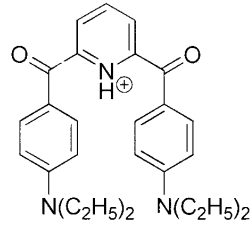
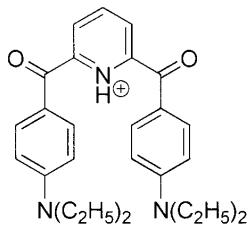


例示化合物10

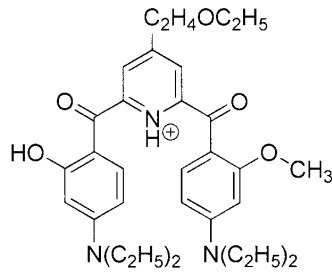
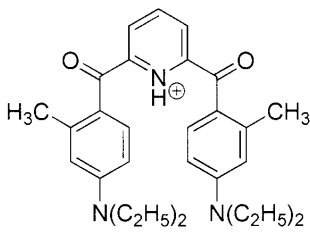
40

【 0 0 2 6 】

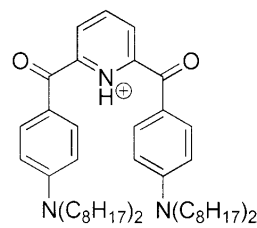
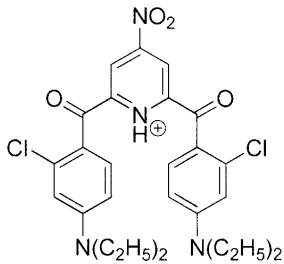
50



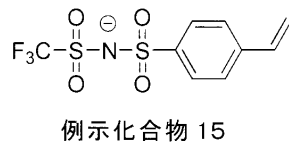
10



20



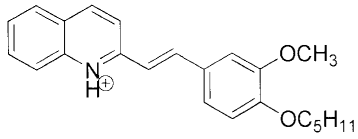
30



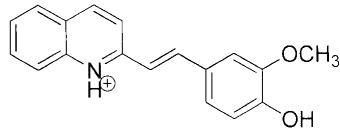
40

【 0 0 2 7 】

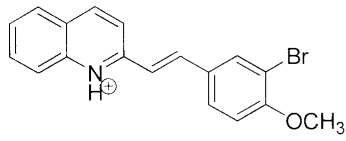
一般式(1)で表される化合物を、以下にカチオン部とアニオン部とに分けて説明する。カチオン部としては、例えば、下記例示カチオン部1~14で示される構造が挙げられる。



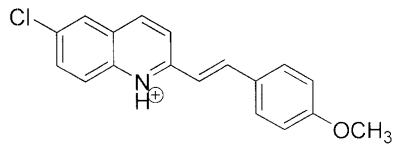
例示カチオン部1



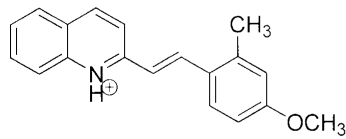
例示カチオン部2



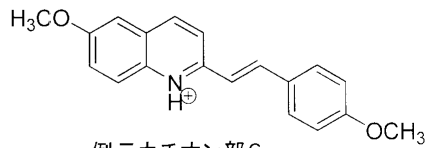
例示カチオン部3



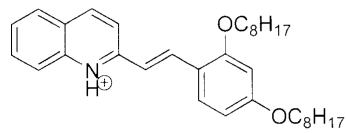
例示カチオン部4



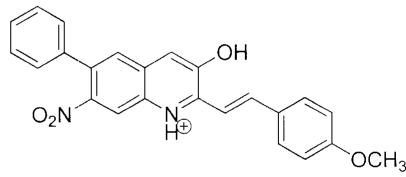
例示カチオン部5



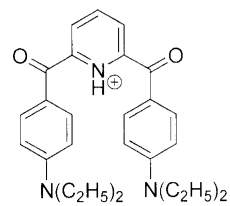
例示カチオン部6



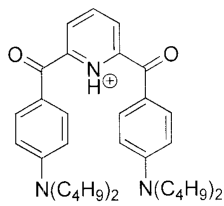
例示カチオン部7



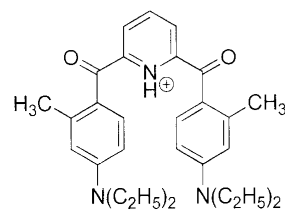
例示カチオン部8



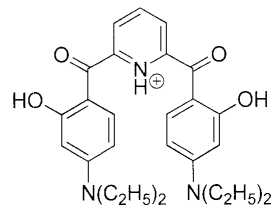
例示カチオン部9



例示カチオン部10



例示カチオン部11



例示カチオン部12

【 0 0 2 8 】

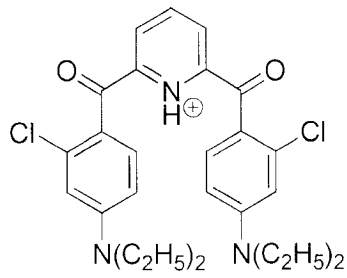
10

20

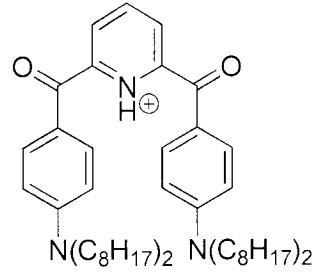
30

40

50



例示カチオン部 13

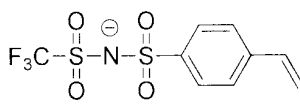


例示カチオン部 14

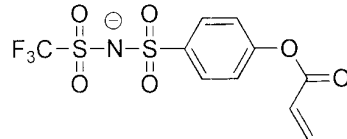
10

【 0 0 2 9 】

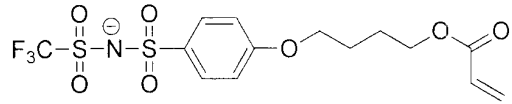
また、アニオン部としては、例えば、下記例示アニオン部 1 ~ 3 で示される構造が挙げられる。



例示アニオン部 1



例示アニオン部 2



例示アニオン部 3

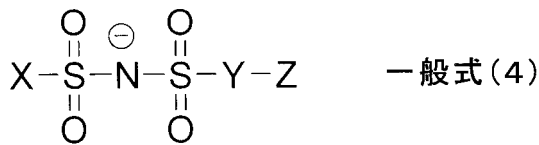
20

【 0 0 3 0 】

[本発明の化合物の製造方法]

本発明の一般式 (1) で表される化合物は、まず前記カチオン部を、対応する原料化合物より製造し、次いで一般式 (4) で表される塩化合物とイオン交換を行うことにより、製造することができる。

【 0 0 3 1 】



30

(一般式 (4) 中、X は水素原子の少なくとも一部がフッ素原子に置換されていてもよいアルキル基を表し、Y は二価の炭化水素基を表し、Z は光反応性基である。E は水素原子、ナトリウム、カリウム、またはトリアルキルアミンを示す。)

40

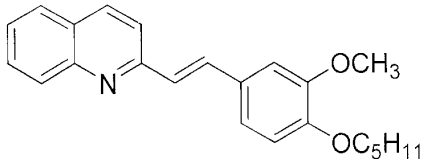
前記カチオン部を対応する原料化合物より製造するには、対応する原料化合物を、メタノール、エタノール、プロピルアルコールなどのアルコールと 1 ~ 2 倍等量の硫酸、塩酸等の酸とともに室温で処理し、硫酸塩、塩酸塩として得る。また、次いで加熱することによりアルコールに相当するカルボン酸エステル塩として得ることが出来る。カルボン酸エステル塩は単離せずに、反応液をそのまま次工程のためのカチオン部として使用できる。またカルボン酸エステル塩を製造後、そのアルコール溶液を水に排出して析出物を単離してカチオン部として用いてもよい。

【 0 0 3 2 】

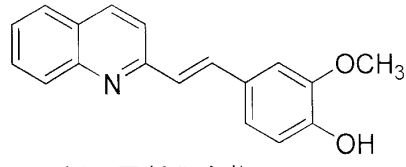
原料化合物としては、例えば、下記例示原料化合物 1 ~ 1 4 で示される化合物が挙げら

50

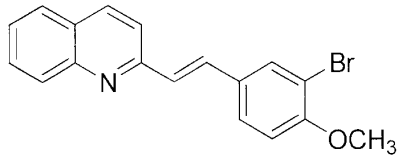
れる。



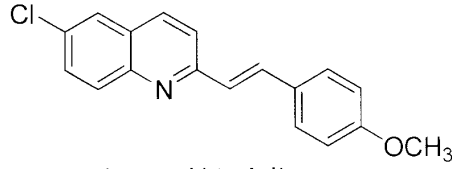
例示原料化合物1



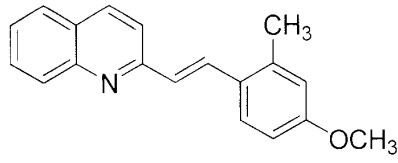
例示原料化合物2



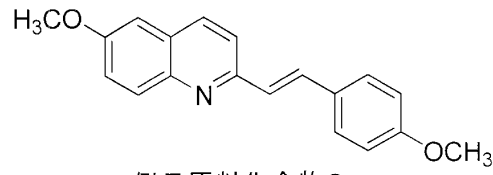
例示原料化合物3



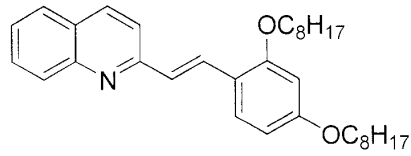
例示原料化合物4



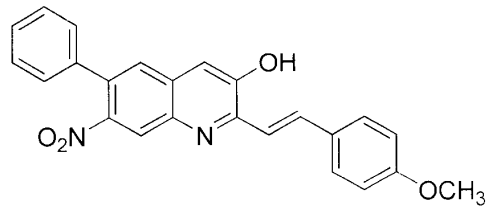
例示原料化合物5



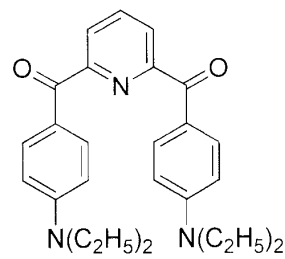
例示原料化合物6



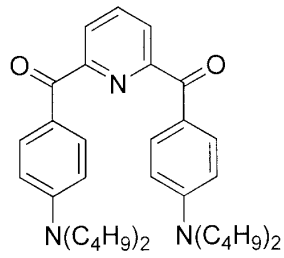
例示原料化合物7



例示原料化合物8



例示原料化合物9



例示原料化合物10

【 0 0 3 3 】

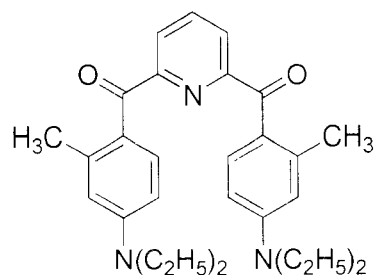
10

20

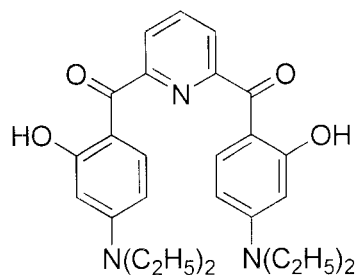
30

40

50

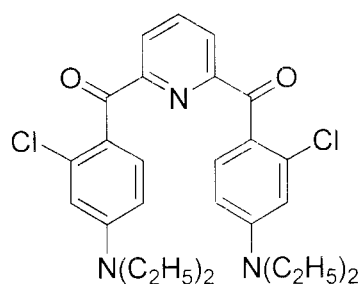


例示原料化合物 11

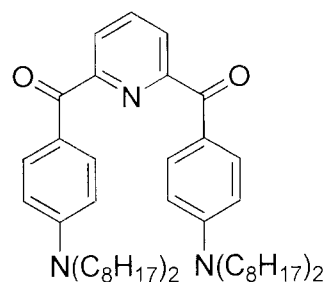


例示原料化合物 12

10



例示原料化合物 13



例示原料化合物 14

20

【 0 0 3 4 】

前記カチオン部と前記一般式(4)で表される塩化合物とでイオン交換を行う工程は、前記工程で生成したカチオン部に、一般式(4)で表される塩化合物を加え、攪拌する。一般式(4)で表される塩化合物の使用量は、前記フタリド化合物に対し1~3等量程度である。反応溶媒としてはメタノール、エタノール、2-プロパノール等のアルコール系溶媒が好ましく、クロロホルム、ジクロロメタン、ジクロロエチレンなどのハロゲン系溶媒；ベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族系溶媒；アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンなどのケトン系溶媒；ジエチルエーテル、ジブチルエーテル、1,4-ジオキサン、テトラヒドロフランなどのエーテル系溶媒；酢酸エチル、酢酸ブチルなどのエステル系溶媒を併用してもよい。前記カチオン部を製造した反応液に、一般式(4)で表される塩化合物を加えることでも良い。

反応温度としては0 から40 が好適である。反応後、水に排出し沈殿を濾過により取り出すことができる。

【 0 0 3 5 】

〔染料〕

本発明の一般式(1)で表される化合物は、水性インキ、油性インキ、インクジェット用インキ、カラーフィルター用インキ、各種塗料、樹脂用着色剤など種々の用途における黄色系染料として好適である。染料として使用する際に、調色などの目的で、他の構造の色素を併用することも好ましい。

【 0 0 3 6 】

〔インキ〕

本発明のインキは、本発明の一般式(1)で表される化合物を含有するが、同時に各種溶剤を含有する。

各種溶剤としては、酢酸エチル、酢酸イソプロピル、セロソルブアセテート、ブチルセロソルブアセテート等のエチレングリコールモノアルキルエーテルアセテート類；ジエチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、カルピトールアセテート、ブチルカルピ

30

40

50

トールアセテート等のジエチレングリコールモノアルキルエーテルアセテート類；プロピレングリコールモノアルキルエーテルアセテート類；ジプロピレングリコールモノアルキルエーテルアセテート類等の酢酸エステル類；エチレングリコールジアルキルエーテル類；メチルカルビトール、エチルカルビトール、ブチルカルビトール等のジエチレングリコールジアルキルエーテル類；トリエチレングリコールジアルキルエーテル類；プロピレングリコールジアルキルエーテル類；ジプロピレングリコールジアルキルエーテル類；1,4-ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類；アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類；メタノール、エタノール、ブタノール等のアルコール類；ベンゼン、トルエン、キシレン、オクタン、デカン等の炭化水素類；石油エーテル、石油ナフサ、水添石油ナフサ、ソルベントナフサ等の石油系溶剤；乳酸メチル、乳酸エチル、乳酸ブチル等の乳酸エステル類；ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン等が挙げられる。特に、アルキレングリコールモノアルキルエーテルアセテート類、酢酸エステル類が好ましい。

また、本発明のインキは各種樹脂を更に含有することも好ましい。

各種樹脂については後記着色組成物の項で具体的に説明する。

【0037】

[着色組成物]

本発明の着色組成物は、本発明の本発明の一般式(1)で表される化合物と樹脂を、少なくとも含有する。

樹脂としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、感光性樹脂等を用いられる。また、樹脂の前駆体としては、紫外線照射により硬化して樹脂を生成するモノマーまたはオリゴマーがあげられる。これらを単独で、または2種以上混合して用いることができる。

熱可塑性樹脂としては、例えばアクリル樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイミド樹脂、塩素化ポリエチレン、塩素化ポリプロピレン、ポリ塩化ビニルなどがあげられる。

熱硬化性樹脂としては、例えば、エポキシ樹脂、メラミン樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂などがあげられる。

アクリル樹脂としては、例えば(メタ)アクリル酸や(メタ)アクリル酸エステルモノマーや(メタ)アクリル酸ヒドロキシアルキルモノマーなどから選ばれるモノマーを二種以上、好ましくは3~5種程度用いて、重量平均分子量5,000~100,000程度に重合した樹脂を使用することができる。尚、本明細書において、「(メタ)アクリル酸」なる用語は、アクリル酸とメタクリル酸の総称として用いる。

【0038】

(メタ)アクリル酸エステルモノマーとしては、例えば、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸-n-ブチル、(メタ)アクリル酸-tert-ブチル、(メタ)アクリル酸-n-プロピル等を用いることが可能である。

(メタ)アクリル酸ヒドロキシアルキルモノマーとしては、例えば、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチル、(メタ)アクリル酸-2-ヒドロキシプロピル、(メタ)アクリル酸-4-ヒドロキシブチル等の(メタ)アクリル酸ヒドロキシアルキル類、前記(メタ)アクリル酸ヒドロキシアルキル類の-カプロラクトン縮合物、モノ(メタ)アクリル酸ポリエチレングリコール、モノ(メタ)アクリル酸プロピレングリコール、(メタ)アクリル酸-2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピル、トリ(メタ)アクリル酸ペンタエリスリトール、ペンタ(メタ)アクリル酸ジペンタエリスリトール等がある。

【0039】

光重合性モノマーとしては、単官能モノマー、2官能モノマー、3官能モノマーまたは多官能モノマーを使用することができる。単官能モノマーとしては、アクリル酸ノニルフェニルカルビトール、アクリル酸-2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピル、2-エチルヘキシルカルビトール等を使用することができ、2官能モノマーとしては、ジアクリル酸トリプロピレングリコール、ジ(メタ)アクリル酸テトラエチレングリコール、ジ(メタ)アクリル酸ポリエチレングリコール等を使用することができ、3官能モノマーとして

10

20

30

40

50

は、トリ(メタ)アクリル酸トリメチロールプロパン、トリ(メタ)アクリル酸ペンタエリスリトール、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアネート等を使用することができる。

【0040】

光重合開始剤としては、特に制限なく、公知のものを使用でき、トリアジン系化合物、イミダゾール系化合物又はベンゾフェノン系化合物を使用することが好ましい。

トリアジン系化合物としては、2-(p-メトキシスチリル)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-s-トリアジン、2-(4'-メトキシ-1'-ナフチル)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-s-トリアジン、ピペロニル-s-トリアジン等を使用することができる。イミダゾール系化合物としては、2,2'-ビス-(2-クロロフェニル)-4,4',5,5'-テトラフェニル-1,2'-ビイミダゾール、2,2'-ビス-(2-クロロフェニル)-4,4',5,5'-テトラ(3,4-メチレンジオキシフェニル)-1,1'-ビ-1H-イミダゾールをあげることができる。また、ベンゾフェノン系化合物としては、ベンゾフェノン、ベンゾイル安息香酸、ベンゾイル安息香酸メチル、4-フェニルベンゾフェノン、ヒドロキシベンゾフェノン等を使用することができる。これら各種の光重合開始剤は、一種のみ使用してもよく、複数種を使用してもよい。

本発明の着色組成物は、更に各種溶剤を含有していても良い。また、着色組成物を製造する過程で各種溶剤を含有し、最終形態では溶剤が除かれていても良い。

各種溶剤としては、前記[インキ]の項で示した溶剤類が挙げられるが、その他に、使用するアクリル系樹脂のモノマー組成、光重合性モノマーの種類、光重合開始剤の種類等に応じて適宜選択できる。このような溶剤としては、トルエン、キシレン、エチルセロソルブ、エチルセロソルブアセテート、エタノール、酢酸エチル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジグリム、シクロヘキサノン等から選ばれる一種または複数種を使用する。

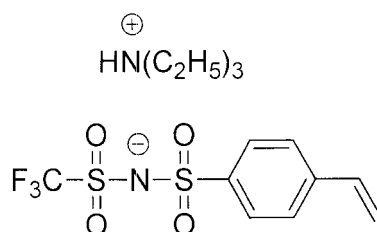
【実施例】

【0041】

以下に実施例及び比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの例により限定されるものではない。

【0042】

実施例1：(p-ビニルフェニル)トリフルオロメタンスルホニルイミド酸トリエチルアミン塩の製造



【0043】

トリフルオロメタンスルホンアミド 3.00 g を塩化メチレン 30 mL 中に溶解し、内温を 5 以下に冷却した。内温が 10 を越えないようにトリエチルアミン 5.10 g を滴下し、滴下終了後 10 以下で p-ビニルフェニルスルホニルクロライド 4.07 g を添加した。5 以下で 1 時間攪拌した後、室温で 5 時間さらに攪拌し、反応液に水 100 mL を加え攪拌した。有機層を分液後水洗し、硫酸マグネシウムで脱水し、エバポレーターで減圧濃縮して、粘性物 8.07 g を得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

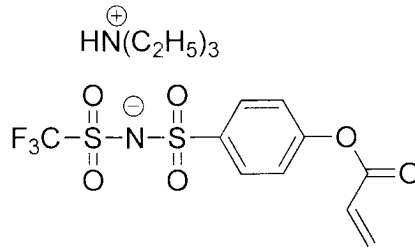
・MS (ESI) (m/z) : 102 (+), 314 (-)

・元素分析値 : CHN 実測値 (42.93%, 5.42%, 6.94%) ;

理論値 (43.26%, 5.57%, 6.73%)

【0044】

実施例2：(p-アクリロイルオキシフェニル)トリフルオロメタンスルホニルイミド酸トリエチルアミン塩の製造



10

【0045】

実施例1のp-ビニルフェニルスルホニルクロライドを4.07gに代えて、p-アクリロイルオキシフェニル)スルホニルクロライドを4.96g用いた以外は、実施例1と同様にして、9.0gを得た。

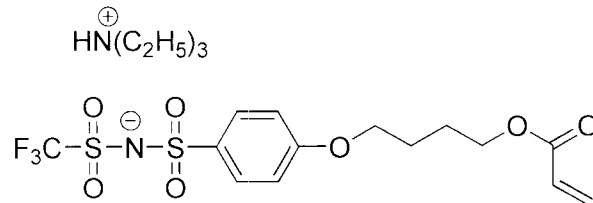
下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

- ・MS(E SI)(m/z)：102(+), 358(-)
- ・元素分析値：CHN実測値(41.65%, 5.01%, 6.11%)；
理論値(41.73%, 5.03%, 6.08%)

20

【0046】

実施例3：(p-アクリロイルオキシブトキシフェニル)トリフルオロメタンスルホニルイミド酸トリエチルアミン塩の製造



30

【0047】

実施例1のp-ビニルフェニルスルホニルクロライドを4.07gに代えて、p-アクリロイルオキシブトキシフェニル)スルホニルクロライドを6.41g用いた以外は、実施例1と同様にして、10.2gを得た。

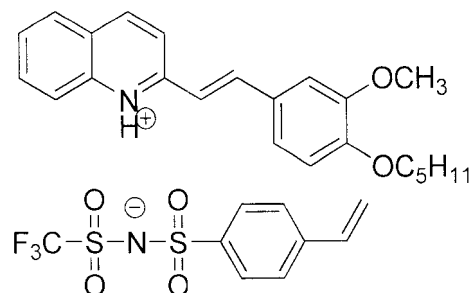
下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

- ・MS(E SI)(m/z)：102(+), 430(-)
- ・元素分析値：CHN実測値(45.00%, 5.85%, 5.11%)；
理論値(45.10%, 5.87%, 5.26%)

40

【0048】

実施例4：例示化合物1の製造



50

【0049】

例示原料化合物 1 を 3.3 g、メタノール 50 mL に溶解し、濃塩酸を 0.97 g 加えた。実施例 1 で製造した (p - ビニルフェニル) トリフルオロメタンスルホニルイミド酸トリエチルアミン塩を攪拌しながら 3.93 g 加え、さらに室温で 1 時間攪拌した。反応液を水 200 mL に加え沈殿を濾取し、水で洗浄した。減圧乾燥して黄色粉末 5.2 g を得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

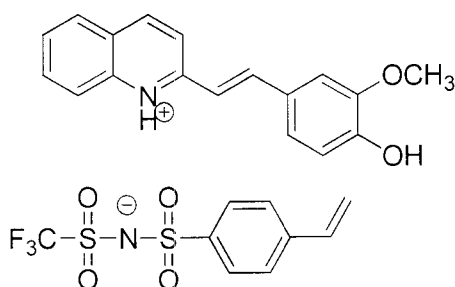
- ・MS (ESI) (m/z) : 348 (+)、314 (-)
- ・元素分析値 : CHN 実測値 (58.00%、5.10%、4.11%) ;
理論値 (57.99%、5.02%、4.23%)

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計 ((株) 日立ハイテクノロジーズ製分光光度計 U - 4100) を用いて測定した。max は 424 nm であった。紫外・可視分光分析 (UV - vis 測定) 結果を図 1 に示す。

10

【0050】

実施例 5 : 例示化合物 2 の製造



20

【0051】

実施例 4 で用いた例示原料化合物 1 を 3.3 g の代わりに例示原料化合物 2 を 2.6 g 用いた以外は実施例 4 と同様に処理し、黄色粉末 5.1 g を得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

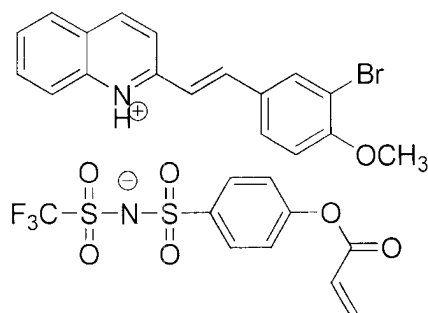
- ・MS (ESI) (m/z) : 278 (+)、314 (-)
- ・元素分析値 : CHN 実測値 (54.25%、3.90%、4.55%) ;
理論値 (54.72%、3.91%、4.73%)

30

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計 ((株) 日立ハイテクノロジーズ製分光光度計 U - 4100) を用いて測定した。max は 385 nm であった。紫外・可視分光分析 (UV - vis 測定) 結果を図 2 に示す。

【0052】

実施例 6 : 例示化合物 3 の製造



40

【0053】

例示原料化合物 3 を 2 g、メタノール 50 mL に溶解し、濃塩酸 0.97 g を加えた。実施例 2 で製造した (p - アクリロイルオキシフェニル) トリフルオロメタンスルホニルイミド酸トリエチルアミン塩を 4.3 g 加え、さらに室温で 1 時間攪拌した。反応液を水 2

50

0.0 mL に加え、沈殿を濾取し、水で洗浄した。減圧乾燥して、黄色粉末 5.1 g を得た。
下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

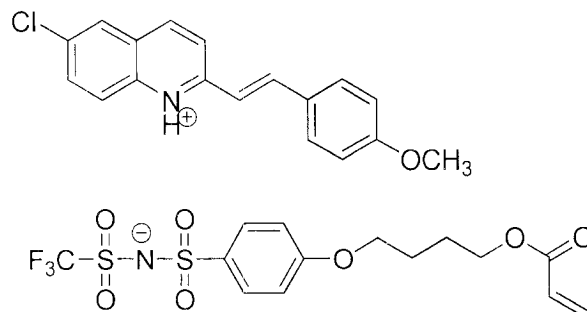
- ・MS (ESI) (m/z) : 341 (+)、358 (-)
- ・元素分析値 : CHN 実測値 (47.95%、3.05%、4.20%) ;
理論値 (48.08%、3.17%、4.00%)

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計 ((株) 日立ハイテクノロジーズ製分光光度計 U-4100) を用いて測定した。max は 394 nm であった。紫外・可視分光分析 (UV-vis 測定) 結果を図 3 に示す。

【0054】

実施例 7 : 例示化合物 4 の製造

10



20

【0055】

例示原料化合物 4 を 2.8 g、メタノール 50 mL に溶解し、濃塩酸 0.97 g を加えた。実施例 3 で製造した (p-アクリロイルオキシプトキシフェニル) トリフルオロメタンスルホンイルイミド酸トリエチルアミン塩を 5.38 g 加え、さらに室温で 1 時間攪拌した。反応液を水 200 mL に加え、沈殿を濾取し、水で洗浄した。減圧乾燥して、黄色粉末 5.2 g を得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

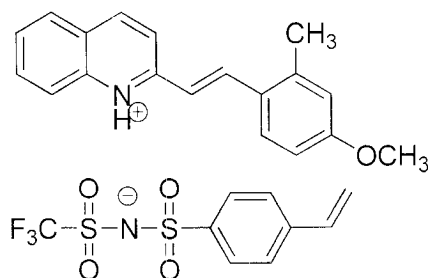
- ・MS (ESI) (m/z) : 296 (+)、430 (-)
- ・元素分析値 : CHN 実測値 (52.65%、4.25%、3.65%) ;
理論値 (52.85%、4.16%、3.85%)

30

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計 ((株) 日立ハイテクノロジーズ製分光光度計 U-4100) を用いて測定した。max は 414 nm であった。紫外・可視分光分析 (UV-vis 測定) 結果を図 4 に示す。

【0056】

実施例 8 : 例示化合物 5 の製造



40

【0057】

実施例 4 で用いた例示原料化合物 1 を 3.3 g の代わりに、例示原料化合物 5 を 2.6 g 用いた以外は実施例 4 と同様に処理し、黄色粉末 4.0 g を得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

- ・MS (ESI) (m/z) : 276 (+)、314 (-)

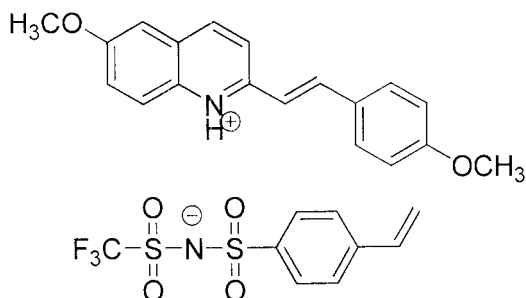
50

- ・元素分析値：C H N実測値（56.90%、4.17%、4.59%）；
理論値（56.94%、4.27%、4.74%）

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計（（株）日立ハイテクノロジーズ製分光光度計U-4100）を用いて測定した。maxは405nmであった。紫外・可視分光分析（UV-vis測定）結果を図5に示す。

【0058】

実施例9：例示化合物6の製造



10

【0059】

実施例4で用いた例示原料化合物1を3.3gの代わりに、例示原料化合物6を2.7g用いた以外は実施例4と同様に処理し、黄色粉末4.3gを得た。

20

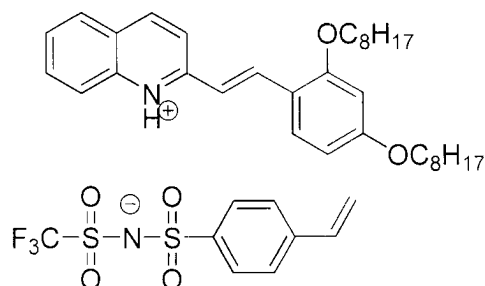
下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

- ・MS（ESI）（m/z）：292（+）、314（-）
- ・元素分析値：C H N実測値（55.22%、4.19%、4.69%）；
理論値（55.44%、4.15%、4.62%）

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計（（株）日立ハイテクノロジーズ製分光光度計U-4100）を用いて測定した。maxは405nmであった。紫外・可視分光分析（UV-vis測定）結果を図6に示す。

【0060】

実施例10：例示化合物7の製造



30

【0061】

実施例4で用いた例示原料化合物1を3.3gの代わりに、例示原料化合物7を4.6g用いた以外は実施例4と同様に処理し、黄色粉末5.3gを得た。

40

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

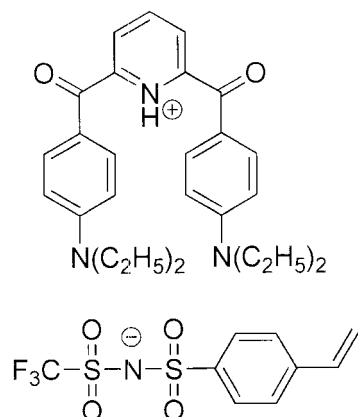
- ・MS（ESI）（m/z）：488（+）、314（-）
- ・元素分析値：C H N実測値（62.70%、6.69%、3.69%）；
理論値（62.82%、6.65%、3.49%）

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計（（株）日立ハイテクノロジーズ製分光光度計U-4100）を用いて測定した。maxは423nmであった。紫外・可視分光分析（UV-vis測定）結果を図7に示す。

【0062】

50

実施例 11：例示化合物 9 の製造



10

【0063】

実施例 4 で用いた例示原料化合物 1 を 3.3 g の代わりに、例示原料化合物 9 を 4.0 g 用いた以外は実施例 4 と同様に処理し、黄色粉末 6.5 g を得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

・MS (ESI) (m/z) : 430 (+)、314 (-)

・元素分析値：CHN 実測値 (58.20%、5.19%、7.38%) ;

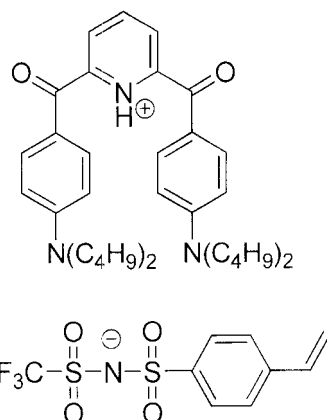
理論値 (58.05%、5.28%、7.52%)

20

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計 ((株) 日立ハイテクノロジーズ製分光光度計 U-4100) を用いて測定した。max は 371 nm であった。紫外・可視分光分析 (UV-vis 測定) 結果を図 8 に示す。

【0064】

実施例 12：例示化合物 10 の製造



30

【0065】

実施例 4 で用いた例示原料化合物 1 を 3.3 g の代わりに、例示原料化合物 10 を 5.1 g 用いた以外は実施例 4 と同様に処理し、黄色粉末 7.2 g を得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

・MS (ESI) (m/z) : 542 (+)、314 (-)

・元素分析値：CHN 実測値 (60.99%、6.55%、6.48%) ;

理論値 (61.66%、6.47%、6.54%)

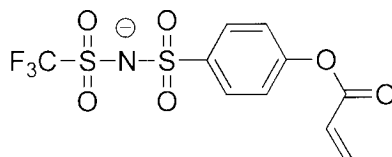
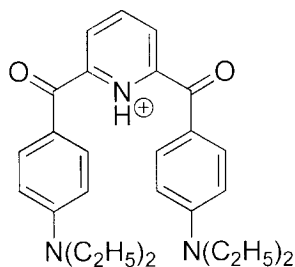
40

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計 ((株) 日立ハイテクノロジーズ製分光光度計 U-4100) を用いて測定した。max は 371 nm であった。

【0066】

50

実施例 13：例示化合物 11 の製造



10

【0067】

実施例 6 で用いた例示原料化合物 3 を 3.2 g の代わりに、例示原料化合物 9 を 4.0 g 用いた以外は実施例 6 と同様に処理し、黄色粉末 5.2 g を得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

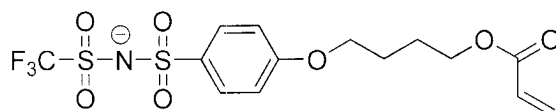
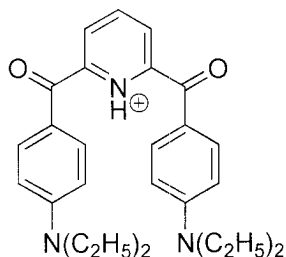
- ・MS (ESI) (m/z) : 430 (+)、358 (-)
- ・元素分析値：CHN 実測値 (56.05%、4.75%、7.00%) ;
理論値 (56.33%、4.98%、7.10%)

20

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計 ((株) 日立ハイテクノロジーズ製分光光度計 U-4100) を用いて測定した。max は 371 nm であった。

【0068】

実施例 14：例示化合物 12 の製造



30

40

【0069】

実施例 7 で用いた例示原料化合物 4 を 2.8 g の代わりに、例示原料化合物 9 を 4.0 g 用いた以外は実施例 7 と同様に処理し、黄色粉末 6.4 g を得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

- ・MS (ESI) (m/z) : 430 (+)、430 (-)
- ・元素分析値：CHN 実測値 (57.15%、5.30%、6.60%) ;
理論値 (57.20%、5.50%、6.51%)

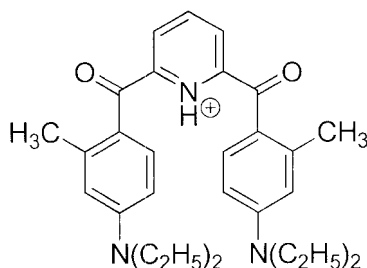
得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計 ((株) 日立ハイテクノロジーズ製分光光度計 U-4100) を用いて測定した。max は 371 nm

50

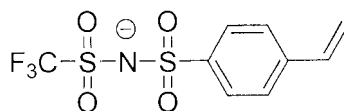
mであった。

【0070】

実施例15：例示化合物13の製造



10



【0071】

実施例4で用いた例示原料化合物1を3.3gの代わりに、例示原料化合物11を4.3g用いた以外は実施例4と同様に処理し、黄色粉末5.0gを得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

・MS(ESI)(m/z)：458(+)、314(-)

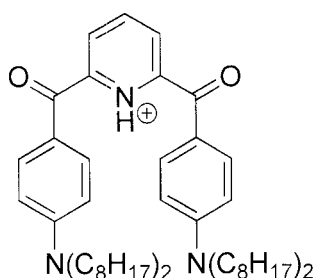
・元素分析値：CHN実測値(59.10%、5.55%、7.30%)；

理論値(59.05%、5.61%、7.25%)

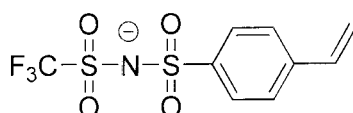
得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計((株)日立ハイテクノロジーズ製分光光度計U-4100)を用いて測定した。maxは378nmであった。紫外・可視分光分析(UV-vis測定)結果を図9に示す。

【0072】

実施例16：例示化合物16の製造



30



40

【0073】

実施例4で用いた例示原料化合物1を3.3gの代わりに、例示原料化合物14を7.2g用いた以外は実施例4と同様に処理し、黄色粉末7.0gを得た。

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

・MS(ESI)(m/z)：767(+)、314(-)

・元素分析値：CHN実測値(66.24%、8.25%、5.06%)；

理論値(66.63%、8.11%、5.18%)

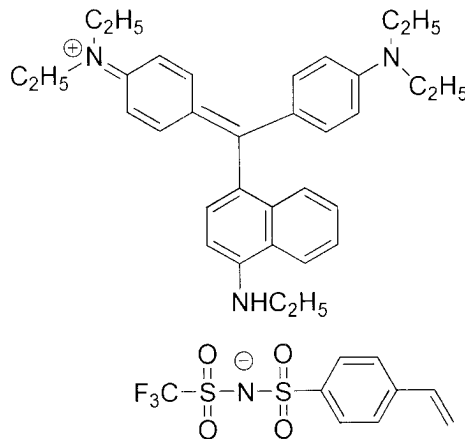
得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計((株)日

50

立ハイテクノロジー製分光光度計 U - 4 1 0 0) を用いて測定した。max は 3 7 1 n m であった。紫外・可視分光分析 (U V - v i s 測定) 結果を図 1 0 に示す。

【 0 0 7 4 】

比較例 1 : 特開 2 0 1 2 - 7 2 2 0 5 号公報実施例 1 の化合物の製造



10

【 0 0 7 5 】

実施例 4 で用いた例示原料化合物 1 を 3 . 3 g の代わりに、Basic Blue 7 (C I - 4 2 5 9 5 東京化成工業(株)) を 4 . 5 g 用いた以外は実施例 4 と同様に処理し、濃青色粉末 6 . 7 g を得た。

20

下記の分析結果より目的の上記構造化合物であることを確認した。

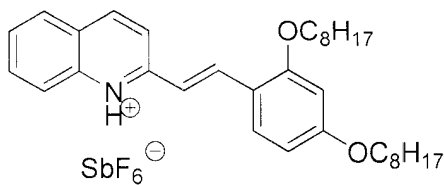
- ・ M S (E S I) (m / z) : 4 7 8 (+) , 3 1 4 (-)
- ・ 元素分析値 : C H N 実測値 (6 3 . 5 5 % , 5 . 9 2 % , 7 . 0 1 %) ;
理論値 (6 3 . 6 2 % , 5 . 9 7 % , 7 . 0 7 %)

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを実施例 4 と同様に測定し、max は 5 9 4 n m であった。紫外・可視分光分析 (U V - v i s 測定) 結果を図 1 1 に示す。

【 0 0 7 6 】

比較例 2 : 特表平 9 - 5 1 2 3 5 1 号公報開示のスチリルキノリン系化合物の製造

30



【 0 0 7 7 】

実施例 4 で用いた例示原料化合物 1 を 3 . 3 g の代わりに、例示原料化合物 7 を 4 . 6 g 、 (p - ビニルフェニル) トリフルオロメタンスルホニルイミド酸トリエチルアミン塩を 3 . 9 3 g の代わりに、ヘキサフルオロアンチモン酸ナトリウムを 2 . 7 g 用いた以外は実施例 4 と同様に処理し、黄色粉末 5 . 3 g を得た。

40

下記の分析結果より目的の化合物であることを確認した。

- ・ M S (E S I) (m / z) : 4 8 8 (+) , 2 3 5 (-)
- ・ 元素分析値 : C H N 実測値 (5 4 . 5 5 % , 6 . 6 9 % , 1 . 8 9 %) ;
理論値 (5 4 . 7 1 % , 6 . 4 0 % , 1 . 9 3 %)

得られた化合物のメタノール溶液の吸収スペクトルを、紫外・可視分光分析計 ((株) 日立ハイテクノロジー製分光光度計 U - 4 1 0 0) を用いて測定した。max は 4 2 2 n m であった。紫外・可視分光分析 (U V - v i s 測定) 結果を図 1 2 に示す。

【 0 0 7 8 】

50

(評価) 溶解度試験

上記実施例、比較例で製造した各化合物の溶解度試験を以下のように実施した。

溶剤に対する溶解性試験：PGMEA = プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、樹脂に対する溶解性試験：MMA = メタクリル酸メチルを使用し、それぞれ100質量部に対する各化合物の室温での溶解量を測定し、下記評価基準に従って溶解性を評価した。結果を表1に示す。

○：40質量部以上溶解。◎：20質量部以上、40質量部未満の範囲で溶解。○：10質量部以上、20質量部未満の範囲で溶解。×：10質量部未満の溶解。ここで、「溶解」とは、目視により固体が見えない状態を指す。

また、溶解安定性試験は、以下の方法で行った。

上記溶解性試験で作成した溶液を、室温にて3日間放置し、析出の有無を目視で確認して、析出物なしを○、析出物がみられる場合を×とした。

【0079】

表1

化合物	PGMEA 溶解性	PGMEA 溶解安定性	MMA 溶解性	MMA 溶解安定性
例示化合物1(実施例4)	○	○	◎	○
例示化合物2(実施例5)	○	○	◎	○
例示化合物3(実施例6)	○	○	◎	○
例示化合物4(実施例7)	○	○	◎	○
例示化合物5(実施例8)	○	○	◎	○
例示化合物6(実施例9)	○	○	◎	○
例示化合物7(実施例10)	○	○	◎	○
例示化合物9(実施例11)	○	○	◎	○
例示化合物10(実施例12)	○	○	◎	○
例示化合物11(実施例13)	○	○	◎	○
例示化合物12(実施例14)	○	○	◎	○
例示化合物13(実施例15)	○	○	◎	○
例示化合物16(実施例16)	○	○	◎	○
特開 2012-72205 実施例1 の化合物(比較例1)	×	×	×	×
特表平 9-512351 号公報 開示の化合物(比較例2)	×	×	×	×

【0080】

実施例17：インキ1の製造

実施例4で作製した例示化合物1を7.0g、アクリル樹脂としてポリメタクリル酸(重量平均分子量10,000)を6.3g、アクリル酸ヒドロキシエチルとメタクリル酸の共重合体(重量平均分子量30,000)を6.3g、アクリル酸2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルを3g、2-(p-メトキシスチリル)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-s-トリアジン(0.8g)、PGMEA(プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート)を77gを混合し、回転式攪拌機(回転数：1,000rpm、時間：1

10

20

30

40

50

0分)で攪拌してインキを製造した。

【0081】

実施例18～29：インキ2～13の製造

実施例17における例示化合物1の代わりに、それぞれ実施例5～16で製造した化合物を使用した以外は実施例17と同様に操作して、インキ2～13を製造した。

【0082】

比較例3、4：比較インキ1、2の製造

実施例17における例示化合物1の代わりに、それぞれ比較例1～2で製造した化合物を用いた以外は実施例17と同様に行って、比較インキ1、2を製造した。

【0083】

実施例30～42：着色組成物1～13の製造

ガラス基板上に、実施例17～29で製造したインキ1～13をそれぞれスピコート(3000rpm、10sec)し、乾燥し、70℃で20分間プリバークし、露光した(50mJ/cm²)。十分に水洗後、乾燥し、230℃で1時間バークして着色組成物1～13を製造した。

【0084】

比較例5、6：比較着色組成物1、2の製造

ガラス基板上に、比較例3、4で製造した比較インキ1、2をそれぞれスピコート(3000rpm、10sec)し、乾燥し、70℃で20分間プリバークし、露光した(50mJ/cm²)。十分に水洗後、乾燥し、230℃で1時間バークして、比較着色組成物1、2を製造した。

【0085】

(評価)着色組成物の耐光性試験

実施例30～42および比較例5、6で作成した、着色組成物1～13および比較着色組成物1、2に対して、キセノンランプを9.5万luxで20時間照射した後、色度計MCPD-1000(大塚電子(株)製)を用いて照射前後でのパターン像における色度変化、すなわちEa b値を測定した。得られた色差Ea b値は耐光性の程度を示す指標として、下記基準に基づいて評価した。Ea b値の小さい方が耐光性に優れる。結果を表2に示す。

- : Ea b値が5未満
- △ : Ea b値が5以上10未満
- × : Ea b値が10以上

【0086】

10

20

30

40

50

表2

着色組成物	耐光性
着色組成物1(実施例30)	○
着色組成物2(実施例31)	○
着色組成物3(実施例32)	○
着色組成物4(実施例33)	○
着色組成物5(実施例34)	○
着色組成物6(実施例35)	○
着色組成物7(実施例36)	○
着色組成物8(実施例37)	○
着色組成物9(実施例38)	○
着色組成物10(実施例39)	○
着色組成物11(実施例40)	○
着色組成物12(実施例41)	○
着色組成物13(実施例42)	○
比較着色組成物1(比較例5)	△
比較着色組成物2(比較例6)	×

10

20

【0087】

上記各評価に示されるように、本発明の化合物は、溶剤、樹脂に対する溶解性および溶解安定性に優れ、これを含有する着色組成物は、耐光性に優れていた。

【産業上の利用可能性】

【0088】

本発明の化合物は、耐光性に優れ、有機溶媒や樹脂に対する溶解性や溶解安定性が良好で、染料やインキ、樹脂着色剤などの用途に好適である。

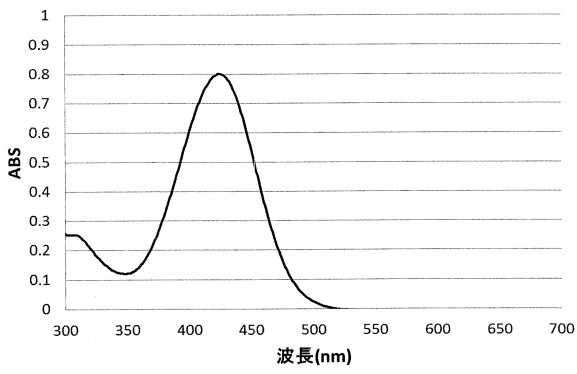
30

40

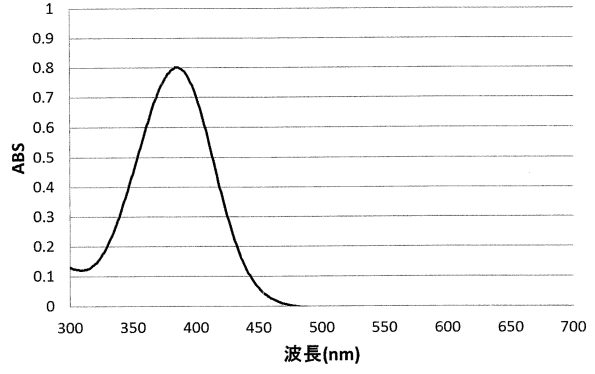
50

【図面】

【図 1】

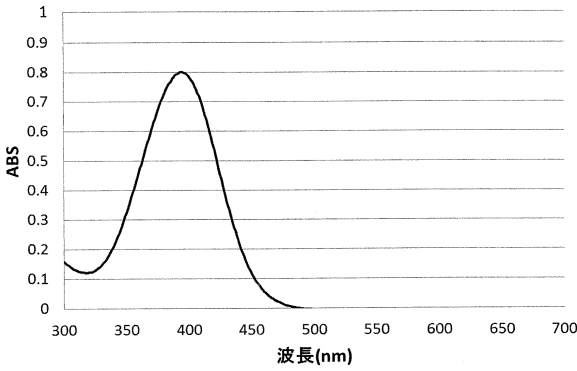


【図 2】

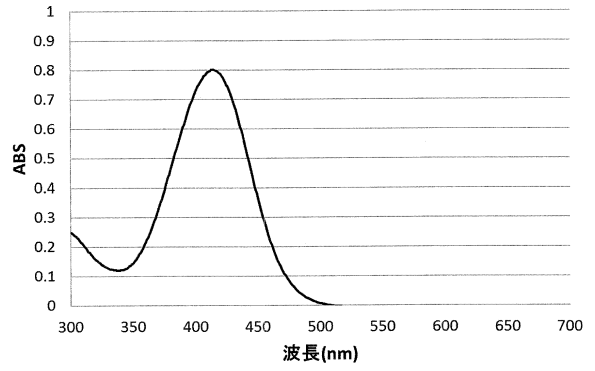


10

【図 3】

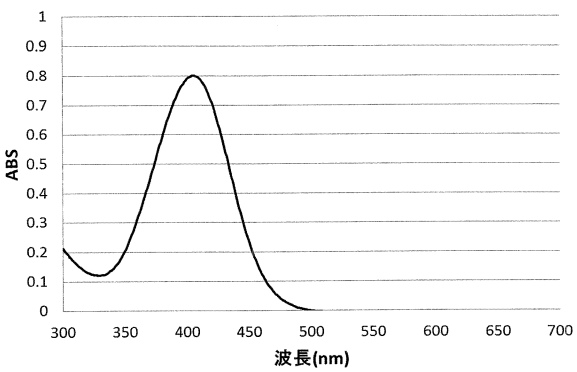


【図 4】

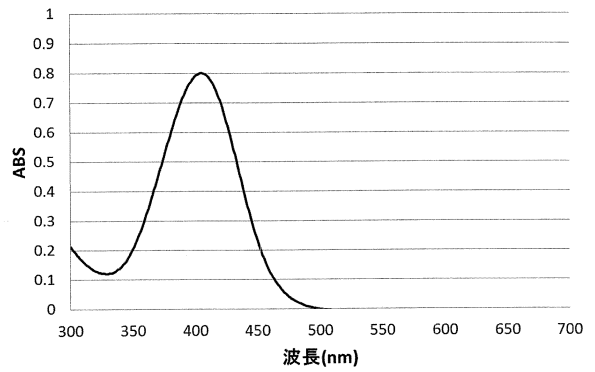


20

【図 5】



【図 6】

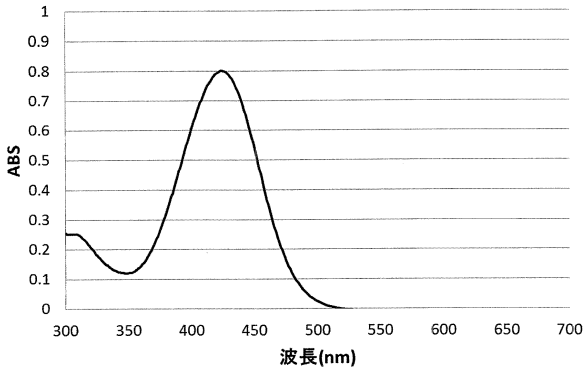


30

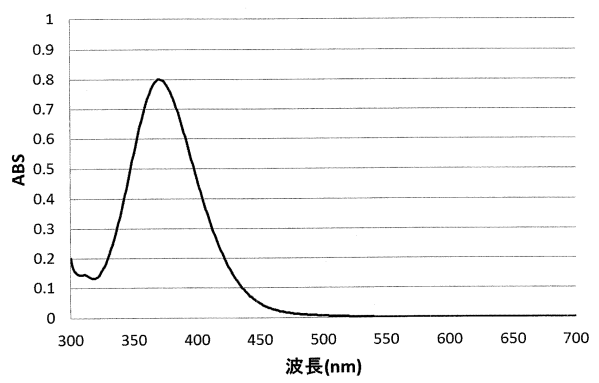
40

50

【 7 】

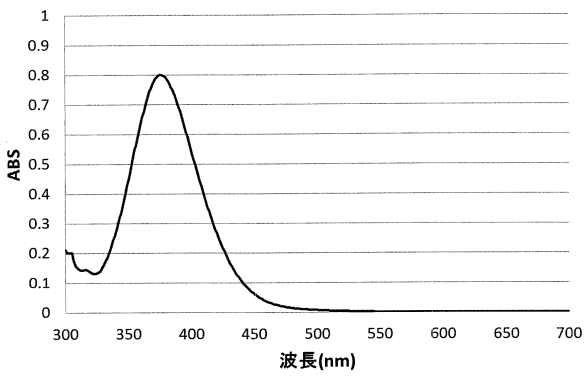


【 8 】

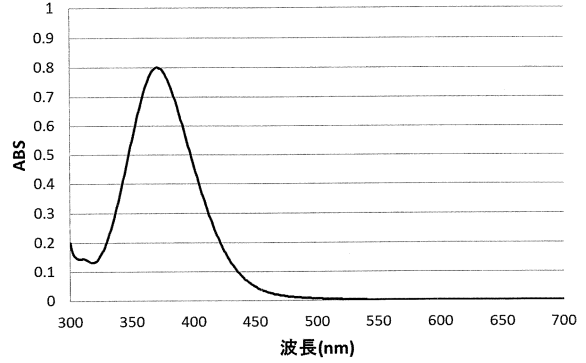


10

【 9 】

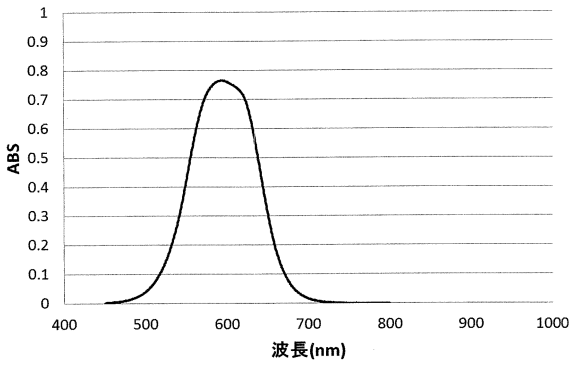


【 10 】

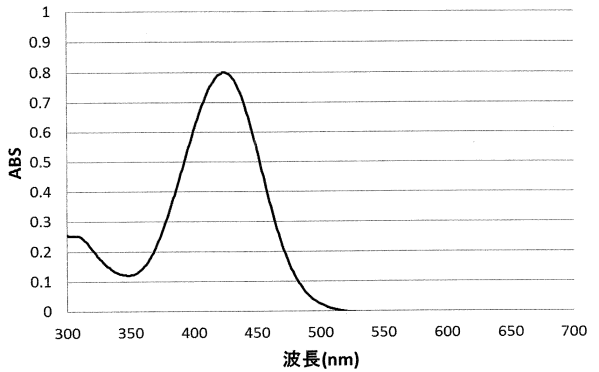


20

【 11 】



【 12 】



30

40

50

フロントページの続き

(56)参考文献 特開2013-163804(JP,A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C09B23

C09B57

C09B69

C09D11

CAplus/REGISTRY(STN)