



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I772405 B

(45) 公告日：中華民國 111 (2022) 年 08 月 01 日

(21) 申請案號：107112593

(22) 申請日：中華民國 107 (2018) 年 04 月 12 日

(51) Int. Cl. : C09B67/22 (2006.01)

C09B48/00 (2006.01)

C09D11/322 (2014.01)

C09D11/38 (2014.01)

(71) 申請人：日商大日精化工業股份有限公司 (日本) DAINICHISEIKA COLOR & CHEMICALS
MFG. CO., LTD. (JP)

日本

(72) 發明人：鎌田尚人 KAMATA, NAOTO (JP)；吉川幸男 YOSHIKAWA, SACHIO (JP)

(74) 代理人：賴經臣；宿希成

(56) 參考文獻：

TW 565752B

審查人員：李宜儒

申請專利範圍項數：9 項 圖式數：0 共 34 頁

(54) 名稱

喹吡酮固溶體顏料之製造方法、顏料分散液及噴墨用墨水

(57) 摘要

本發明係提供相關於：能形成高彩度且具適度偏黃色相者，且經控制粒徑，能獲得所需上述色相喹吡酮固溶體顏料的喹吡酮固溶體顏料技術。本發明所提供的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，係在多磷酸中，使二芳胺基對酞酸與二烷芳胺基對酞酸進行共環化反應，而獲得在無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的質量比例 85：15~60：40 之固溶體中，含有水的含水狀態粗製喹吡酮固溶體，利用乾燥步驟將依上述所獲得含水狀態粗製喹吡酮固溶體進行乾燥，而獲得水分含量未滿 1% 的粉狀粗製喹吡酮固溶體，再於顏料化步驟中，將上述粉狀粗製喹吡酮固溶體，於不溶解該粗製喹吡酮固溶體的液態介質中施行加熱。本發明亦提供含有所獲得喹吡酮固溶體顏料的顏料分散液及噴墨用墨水。

I772405

發明摘要

【發明名稱】(中文/英文)

喹吡酮固溶體顏料之製造方法、顏料分散液及噴墨用墨水

【中文】

本發明係提供相關於：能形成高彩度且具適度偏黃色相者，且經控制粒徑，能獲得所需上述色相喹吡酮固溶體顏料的喹吡酮固溶體顏料技術。本發明所提供的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，係在多磷酸中，使二芳胺基對酞酸與二烷基芳胺基對酞酸進行共環化反應，而獲得在無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的質量比例 85：15~60：40 之固溶體中，含有水的含水狀態粗製喹吡酮固溶體，利用乾燥步驟將依上述所獲得含水狀態粗製喹吡酮固溶體進行乾燥，而獲得水分含量未滿 1%的粉狀粗製喹吡酮固溶體，再於顏料化步驟中，將上述粉狀粗製喹吡酮固溶體，於不溶解該粗製喹吡酮固溶體的液態介質中施行加熱。本發明亦提供含有所獲得喹吡酮固溶體顏料的顏料分散液及噴墨用墨水。

【英文】

【代表圖】

【本案指定代表圖】： 無

【本代表圖之符號簡單說明】：

無

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

喹吡酮固溶體顏料之製造方法、顏料分散液及噴墨用墨水

【技術領域】

【0001】

本發明係關於喹吡酮固溶體顏料之製造方法、顏料分散液及噴墨用墨水。詳言之，提供：關於應用為著色劑時，所獲得著色物的彩度高、且能成為具有所需適度偏黃色相的喹吡酮固溶體顏料，以及可獲得經控制為適於噴墨用墨水粒徑之喹吡酮固溶體顏料的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，含有依照該製造方法所獲得特有色相喹吡酮固溶體顏料的顏料分散液及噴墨用墨水技術。

【先前技術】

【0002】

已知喹吡酮係具備有鮮豔顏色與耐候性的性能佳合成顏料，典型係呈現紅至紫，其色相係受共軛環上的取代基、結晶構造之影響。針對喹吡酮系顏料其中一領域的喹吡酮固溶體顏料，在有機顏料領域中已有多項研究。例如：由無取代喹吡酮與 2,9-二甲基喹吡酮的固溶體所構成喹吡酮顏料；由無取代喹吡酮與喹吡酮醌的固溶體所構成喹吡酮顏料之 C.I.顏料紅 206；由無取代喹吡酮與 4,11-二氯喹吡酮的固溶體所構成喹吡酮顏料之 C.I.顏料紅 207 等(參照專利文獻 1、2)。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0003】

[專利文獻 1]日本專利特開 2000-281930 號公報

[專利文獻 2]日本專利特開 2002-146224 號公報

【發明內容】

(發明所欲解決之問題)

【0004】

然而，習知由喹吡酮固溶體顏料所獲得著色物的彩度尚存在有不足的問題。又，近年的市場需求具備黃色相的喹吡酮固溶體，但尚未有能充分滿足該市場需求的高彩度且具適度偏黃色相的喹吡酮固溶體。又，例如噴墨用墨水的著色劑所使用顏料，要求微細且粒徑均勻統一，但固溶體顏料存在有微細粒徑大小較難控制成為均勻的問題。

【0005】

緣是，本發明目的在於提供：當使用於著色劑時，能形成高彩度且具所需適度偏黃色相著色物的喹吡酮固溶體顏料，更佳係經控制粒徑，能獲得所需粒徑喹吡酮固溶體顏料的喹吡酮固溶體顏料技術。又，本發明目的在於：例如藉由開發出頗適用為噴墨用墨水著色劑用之如上述優異喹吡酮固溶體顏料的技術，便可提供能形成高彩度且具偏黃色相著色物的顏料分散液及噴墨用墨水。

(解決問題之技術手段)

【0006】

上述習知技術的問題係利用下述本發明便可達成。即，本發明提供：

[1]一種喹吡酮固溶體顏料之製造方法，係包括有：粗製喹吡酮

固溶體的製造步驟、乾燥粗製喹吡酮固溶體的乾燥步驟、以及將經乾燥粗製喹吡酮固溶體在溶劑中加熱而顏料化的顏料化步驟；其中，上述粗製喹吡酮固溶體的製造步驟係在多磷酸中，使二芳胺基對酞酸與二烷芳胺基對酞酸進行共環化反應，而獲得在無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的固溶體，依質量比例 85：15~60：40 的固溶體中，含有水的含水狀態粗製喹吡酮固溶體；上述乾燥步驟係將依上述含水狀態粗製喹吡酮固溶體施行乾燥，使水分含量未滿 1%，而獲得粉狀粗製喹吡酮固溶體；上述顏料化步驟係將上述粉狀粗製喹吡酮固溶體，在不溶解該粗製喹吡酮固溶體的液態介質中施行加熱。

【0007】

上述本發明喹吡酮固溶體顏料之製造方法較佳形態，係可例如下述：

[2]如[1]所記載的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，上述二芳胺基對酞酸係 2,5-二苯胺基對酞酸；上述二烷芳胺基對酞酸係 2,5-二(對甲苯胺基)對酞酸。

[3]如[1]或[2]所記載的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，上述顏料化步驟中，將上述粉狀粗製喹吡酮固溶體在上述液態介質中施行加熱之際，使喹吡酮系顏料衍生物存在。

[4]如[3]所記載的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，上述喹吡酮系顏料衍生物係 2-酞醯亞胺基甲基喹吡酮。

[5]如[1]~[4]中任一項所記載的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，上述不溶解粗製喹吡酮固溶體的液態介質係二甲亞砜。

[6]如[5]所記載的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，上述顏

料化步驟中的加熱溫度係 60°C 以上且 120°C 以下。

[7]如[1]~[6]中任一項所記載的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，係為獲得長軸粒徑 20~80nm 的喹吡酮固溶體顏料用。

【0008】

本發明另一實施形態係提供下述顏料分散液。

[8]一種顏料分散液，係含有：無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的喹吡酮固溶體顏料、顏料分散劑、及水；其中，上述喹吡酮固溶體顏料係在粉末 X 射線繞射中，具有使用布拉格角(θ)之($2\theta \pm 0.2^\circ$)的 2θ 值為 27.5°、13.8°及 6.0°之特定繞射譜峰。

【0009】

本發明另一實施形態係提供下述噴墨用墨水。

[9]一種噴墨用墨水，係含有：喹吡酮固溶體顏料、顏料分散劑及水構成的噴墨用墨水，該喹吡酮固溶體顏料係由無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的固溶體構成，且長軸粒徑 20~80nm；其中，

上述喹吡酮固溶體顏料係在粉末 X 射線繞射中，具有使用布拉格角(θ)之($2\theta \pm 0.2^\circ$)的 2θ 值為 27.5°、13.8°及 6.0°之特定繞射譜峰。
(對照先前技術之功效)

【0010】

根據本發明可提供著色物呈高彩度且具所需適度偏黃色相，無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的喹吡酮固溶體顏料。又，除上述效果外，根據本發明較佳形態，尚具有實用化屬重要要件之粒徑經控制於適當大小的喹吡酮固溶體顏料。又，根據本發明，藉由使用上述優異喹吡酮固溶體顏料，便可提供能獲得高彩度且具所需適度偏黃色相著色物的顏料分散液及噴墨用墨水。

【圖式簡單說明】

無

【實施方式】**【0011】**

其次，列舉實施發明的較佳形態，針對本發明進行更詳細說明。本發明者等為解決上述習知技術的問題經深入鑽研，遂完成本發明。首先，得知當形成無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的固溶體顏料時，為使所獲得顏料的色相偏黃，其質量比例必需設為 85：15~60：40。所以，獲得在上述質量比例的無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮之固溶體中含有水的含水狀態粗製喹吡酮固溶體，藉由將其顏料化，便可製造偏黃的喹吡酮固溶體顏料。

【0012】

本發明者等為達成本發明上述目的而更深入探討。首先，在上述質量比例之無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的固溶體中，含有水的含水狀態粗製喹吡酮固溶體，係藉由在多磷酸中，使二芳胺基對酞酸與二烷基芳胺基對酞酸進行共環化反應便可獲得。習知無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，係將依此製造的含水狀態粗製喹吡酮固溶體，在含水狀態下，於溶劑中施行加熱而顏料化。根據本發明者等的檢討，得知依照此種習知製造方法施行顏料化而獲得的顏料，呈現較原料之粗製喹吡酮固溶體更強偏黃，並非本發明目的使所獲得著色物的彩度高、且呈所需適度偏黃色相。本發明者等為發現能改善此點，使色物呈現市場所需高彩度、且適度偏黃良好色相的喹吡酮固溶體顏料之製造方法，而進行更進一步探討。

【0013】

結果，本發明者等針對上述習知喹吡酮固溶體顏料的製造方法，在施行顏料化步驟前，新設置為形成粉狀粗製喹吡酮固溶體的乾燥步驟，利用該乾燥步驟施行乾燥至水分含量未滿 1%，然後藉由將乾燥的粉狀粗製喹吡酮固溶體施行顏料化，藉此利用依此所獲得喹吡酮固溶體顏料形成的著色物，相較於使用依照習知製造方法所獲得固溶體顏料形成的著色物，能具有高彩度、且呈適度偏黃良好色相。又，根據本發明者等的檢討，發現藉由適當設置本發明的製造方法，便可將所獲得喹吡酮固溶體顏料的粒徑，控制為所需微細大小。特別係根據本發明較佳形態，亦能提供適用於講求墨水吐出安定性之噴墨用墨水之粒徑的喹吡酮固溶體顏料。

【0014】**< 喹吡酮固溶體顏料之製造方法 >**

本發明喹吡酮固溶體顏料之製造方法，係包括有：獲得特定組成之含水狀態粗製喹吡酮固溶體的製造步驟、將含水狀態粗製喹吡酮固溶體施行乾燥的乾燥步驟、以及將乾燥粉狀粗製喹吡酮固溶體在溶劑中施行加熱而顏料化的顏料化步驟；其中，新設置：將特定組成之含水狀態粗製喹吡酮固溶體施行乾燥，而使水分含量未滿 1% 的乾燥步驟。具體而言，首先依照與習知粗製喹吡酮固溶體之製造方法同樣，獲得無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮之質量比例 85：15~60：40，且色相偏黃的含水狀態粗製喹吡酮固溶體。然後，接著利用本發明特徵的乾燥步驟，將依上述所獲得特定組成的含水狀態粗製喹吡酮固溶體施行乾燥直到水分含量未滿 1%，而獲得粉狀粗製喹吡酮固溶體。然後，利用施行的顏料化步驟，將水分含量

未滿 1%的粉狀粗製喹吡酮固溶體施行顏料化。顏料化步驟中，依照與習知製造方法同樣，在不溶解粗製喹吡酮固溶體的液態介質中施行加熱而顏料化。根據本發明者等的檢討，若依照上述本發明製造方法，將特定組成之含水狀態粗製喹吡酮固溶體乾燥至水分含量未滿 1%，則相較於含水狀態下，色相成稍微偏藍的偏黃。結果，得知經顏料化最終獲得的喹吡酮固溶體顏料，可成為高彩度、且具適度偏黃的良好色相。

【0015】

再者，根據本發明者等的檢討，上述顏料化步驟中，藉由液態介質係使用二甲亞砷，便可穩定地將所獲得喹吡酮固溶體顏料的粒徑控制於適當大小。特別係在該等液態介質中加熱而顏料化時，藉由將加熱溫度設定在 60°C 以上且 120°C 以下的範圍內，便可將所獲得喹吡酮固溶體顏料的粒徑，安定地控制於適於用途的大小。

【0016】

再者，根據本發明者等的檢討，經乾燥的粉狀粗製喹吡酮固溶體在液態介質中加熱而顏料化時，藉由使喹吡酮系顏料衍生物存在，便可更加提高喹吡酮固溶體顏料粒子呈均勻的效果、以及提高著色物彩度的效果。

【0017】

此處所謂「喹吡酮固溶體顏料」係指在由複數不同喹吡酮顏料分子共溶的混合狀態下，依均勻固相狀態存在的顏料，並非單純由複數不同喹吡酮顏料混雜者。已知因固溶體的生成，會導致色澤等特性變化。本發明中，將製造「無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮之固溶體」設為目的。另外，該等單獨個別而言，無取代喹吡酮係

對應 C.I. Pigment Violet 19，而 2,9-二烷基喹吡酮係對應 C.I. Pigment Red 122。以下，針對本發明製造方法的各項步驟進行說明。

【0018】

(粗製喹吡酮固溶體之製造步驟)

本發明製造方法中，首先，利用粗製喹吡酮固溶體之製造步驟，獲得特定比例之無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮，且含水的含水狀態粗製喹吡酮固溶體。具體而言，在多磷酸中，使二芳胺基對酞酸與二烷基芳胺基對酞酸進行共環化反應，而輕易獲得上述構成之含水的含水狀態粗製喹吡酮固溶體。此步驟係與習知獲得喹吡酮系固溶體顏料的方法同樣。另外，習知製造方法中，在保持該含水狀態下，直接施行粗製喹吡酮固溶體的顏料化。

【0019】

上述步驟所使用的二芳胺基對酞酸較佳係例如 2,5-二苯胺基對酞酸。又，二烷基芳胺基對酞酸較佳係例如 2,5-二(對甲苯胺基)對酞酸。為能更安定地獲得本發明最終目的之可使著色物呈高彩度且具適度偏黃色相的喹吡酮固溶體顏料，較佳係使用該等的化合物。

【0020】

根據本發明者等的檢討，為能獲得市場所要求，其著色物呈高彩度且具適度偏黃之良好色相的喹吡酮固溶體顏料，上述依共環化反應所獲得、構成粗製喹吡酮固溶體的無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮之質量比例，必需設置成為 85：15~60：40。

【0021】

(乾燥步驟)

本發明的製造方法係不同於習知的喹吡酮固溶體顏料之製造方

法，其特徵在於：必需藉由新設置的乾燥步驟，將依粗製喹吡酮固溶體之製造步驟所獲得上述構成的含水狀態粗製喹吡酮固溶體施行乾燥，而獲得水分含量未滿 1% 的粉狀粗製喹吡酮固溶體，然後再將已乾燥的粗製喹吡酮固溶體施行顏料化。如前述，本發明首先獲得原料的含水狀態偏黃粗製喹吡酮固溶體，係無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的質量比例為 85：15~60：40。然後，將該含水狀態粗製喹吡酮固溶體，利用本發明所規定乾燥步驟形成水分含量未滿 1%，然後再施行顏料化，便能獲得當使用為著色劑時，可實現所形成著色物呈高彩度、且具適度偏黃良好色相的有用喹吡酮固溶體顏料。本發明重點在於：獲得上述特有組成之含水狀態粗製喹吡酮固溶體，將其充分乾燥，形成水分含量未滿 1% 的粉狀粗製喹吡酮固溶體，才將該粉狀粗製喹吡酮固溶體施行顏料化。

【0022】

本發明的技術特徵在於：使構成粗製喹吡酮固溶體的無取代喹吡酮、與 2,9-二烷基喹吡酮之質量比例成為特定組成，此外更新設置習知製造方法所未施行含水狀態粗製喹吡酮固溶體的乾燥步驟，而將含水狀態粗製喹吡酮固溶體的水分含量設為未滿 1%。依如上述構成的結果，可穩定地獲得能成為高彩度且具適度偏黃良好色相著色物的喹吡酮固溶體顏料。

【0023】

相對於此，如前述，當將偏黃的含水狀態粗製喹吡酮固溶體直接施行顏料化時，會出現偏黃增強，導致無法成為所需色相的顏料。又，根據本發明者等的檢討，當即便施行乾燥但仍未充分乾燥時(具體係水分含量達 1% 以上)，便不會成為本發明目的之所形成著

色物呈高彩度、且具適度偏黃良好色相的顏料。具體而言，所形成著色物的 b^* 變為過大，導致由最終所獲得喹吡酮固溶體顏料形成的著色物色相，較目標色相更偏黃，並非近年市場所要求具適度偏黃色相的著色物。針對此點容後述。

【0024】

(顏料化步驟)

本發明的製造方法，將依顏料化步驟所獲得「水分含量未滿 1% 的粉狀粗製喹吡酮固溶體」，在不溶解粗製喹吡酮固溶體的液態介質中加熱而顏料化。此步驟基本上係只要與習知方法採行的顏料化方法同樣便可。

【0025】

顏料化時所使用不溶解粗製喹吡酮固溶體的液態介質，係可例如：二甲基甲醯胺、二甲亞砷、N-甲基吡咯啉酮、乙醇、丙醇、丁醇、及乙二醇等。在前述習知技術所列舉的專利文獻 2，上述之中較佳係二甲基甲醯胺、丁醇。又，專利文獻 2 有揭示加熱溫度可採用 25~140°C 的任意溫度。

【0026】

本發明者等為達成本發明目的，獲得更明顯效果，便針對構成本發明製造方法的顏料化步驟進行深入鑽研。結果，首先發現針對所使用液態介質的種類下工夫，更對在該液態介質中加熱的溫度下工夫，便更有效。即，發現當不溶解粗製喹吡酮固溶體的液態介質係使用二甲亞砷時，若將顏料化步驟的加熱溫度設為 60°C 以上且 120°C 以下的情況，便可獲得更佳的喹吡酮固溶體顏料。

【0027】

具體而言，本發明者等如上述，發現將依含水狀態獲得的粗製喹吡酮固溶體，利用新設置的乾燥步驟施行乾燥至水分含量未滿 1%，才將該粉狀粗製喹吡酮固溶體施行顏料化係屬有效，此外，若利用顏料化步驟，將粗製喹吡酮固溶體的粉末在二甲亞砒溶劑中施行加熱，便可將所獲得喹吡酮固溶體顏料的粒徑控制於適當所需大小。又，藉由將此時的加熱溫度設定於 60°C 以上且 120°C 以下的特定溫度範圍內，便可更穩定地將所獲得喹吡酮固溶體顏料的粒徑控制於適於用途的所需大小。

【0028】

例如在水系介質中分散著色劑構成噴墨用墨水，當獲得其著色劑所使用微細喹吡酮固溶體顏料時，若加熱溫度超過 120°C，則喹吡酮固溶體顏料的粒徑變為過大。另一方面，若加熱溫度未滿 60°C，則喹吡酮固溶體顏料的粒徑變為過小，不管何種情況，所獲得喹吡酮固溶體顏料均頗難在水系介質中呈良好分散。

【0029】

根據本發明者等的檢討，上述所獲得喹吡酮固溶體顏料粒徑的控制效果，當顏料化步驟所使用溶劑係使用二甲亞砒時特別明顯。

【0030】

再者，根據本發明者等的檢討，當利用顏料化步驟，將已乾燥的粉狀粗製喹吡酮固溶體，在二甲亞砒中施行加熱時，更進一步添加喹吡酮系顏料衍生物，在存在喹吡酮系顏料衍生物的狀態下施行顏料化，係屬有效做法。藉由依此構成，可更加提升所獲得喹吡酮固溶體顏料的粒子均勻效果、以及提高所形成著色物彩度的效果。上述所使用的喹吡酮系顏料衍生物係可例如 2-酞醯亞胺基甲基喹

吡酮。

【0031】

< 喹吡酮固溶體顏料 >

依照本發明製造方法所獲得喹吡酮固溶體顏料，如前述，以無取代喹吡酮、與 2,9-二烷基喹吡酮為必要成分，且構成該等成為特定質量比例，形成在無取代喹吡酮的結晶相中，溶入 2,9-二烷基喹吡酮的混合相。所以，具有在無取代喹吡酮單晶與 2,9-二烷基喹吡酮單晶中不存在，使用粉末 X 射線繞射所測得布拉格角(θ)依(2θ)表示的特定繞射譜峰。所以，針對顏料到底是固溶體、抑或是該等單晶的混合物，利用粉末 X 射線繞射便可輕易判定。

【0032】

依照本發明製造方法所獲得，可提供高彩度、且具適度偏黃良好色相著色物的喹吡酮固溶體顏料，在粉末 X 射線繞射中使用布拉格角(θ)的($2\theta \pm 0.2^\circ$)之 2θ 值為 27.5° 、 13.8° 及 6.0° 處，具有特定繞射譜峰的特徵。更具體而言，特徵在於：在 2θ 值 $27.3^\circ \sim 27.7^\circ$ 、 $13.6^\circ \sim 14.0^\circ$ 及 $5.8^\circ \sim 6.2^\circ$ 位置處，出現特有的繞射譜峰。又，將本發明所規定上述 6.0° 譜峰強度設為 100 時， 13.8° 譜峰強度比率係 70~80， 27.5° 譜峰強度比率係 55~70。

【0033】

依照本發明製造方法所獲得喹吡酮固溶體顏料的粒徑並無特別的限定，只要配合用途而製造適當者便可。例如供使用為本發明噴墨用墨水之著色劑用的喹吡酮固溶體顏料時，經考慮吐出安定性等，便使用依長軸粒徑成為 20~80nm 的條件進行製造者。又，喹吡酮固溶體顏料的長軸粒徑更佳係 30nm 左右。另外，上述長軸粒徑

係利用穿透式電子顯微鏡觀察時的平均值。

【0034】

< 噴墨用墨水 >

本發明的噴墨用墨水係著色劑含有長軸粒徑 20~80nm，在粉末 X 射線繞射中，具有使用布拉格角(θ)之($2\theta \pm 0.2^\circ$)的 2θ 值為 27.5° 、 13.8° 及 6.0° 之特定繞射譜峰的喹吡酮固溶體顏料。此種喹吡酮固溶體顏料依照前所說明的本發明製造方法便可輕易獲得。又，為提升喹吡酮固溶體顏料的分散性、分散安定性、以及墨水的經時保存安定性，本發明的噴墨用墨水便含有顏料分散劑。顏料分散劑係可適當使用習知公知噴墨用水性顏料墨水所使用者。本發明的噴墨用墨水除此之外，視需要亦可添加例如：界面活性劑、有機溶劑及保濕劑等添加劑，關於該等亦可使用相關噴墨用水性顏料墨水的公知技術。

【0035】

本發明的噴墨用墨水係含有使著色物成為彩度高、且具適度偏黃良好色相的喹吡酮固溶體顏料。喹吡酮固溶體顏料的添加量並無特別限定，只要依習知公知範圍含有便可。具體而言，在墨水 100 質量%中只要含有 0.5~30 質量%左右便可、更佳係 4~10 質量%左右。若未滿 0.5 質量%的添加量，會有無法確保列印濃度的情況，另一方面，若超過 30 質量%的添加量，則墨水黏度增加、且黏度特性出現構造黏性，會有導致墨水從噴墨噴頭的吐出安定性變差之情況。

[實施例]

【0036】

以下，列舉實施例與比較例，針對本發明進行更進一步說明。另外，以下的「%」及「份」，在無特別聲明前提下均係「質量基準」。

【0037】

[喹吡酮固溶體顏料]

<實施例 1>

在 100ml 可分離式燒瓶中秤取 85%磷酸 65.6g，添加磷酸酐 98.7g 而製作 84.0%多磷酸。若內溫降低至 100°C 左右，便徐緩添加 2,5-二(對甲苯胺基)對酞酸(DM-DATA)6.12g，接著再徐緩添加 2,5-二苯胺基對酞酸(DATA)14.28g。待添加結束後，於 120°C 下進行 4 小時共環化反應。待反應結束後，在 1L 燒杯中已裝有常溫水 400ml 中丟入上述反應液。經過濾、水洗後，移入 1L 燒杯中，添加水 800ml 並攪拌，添加苛性鈉，將 pH 調整為 7~8。將其經過濾、熱水洗，便獲得含水狀態的粗製喹吡酮固溶體。該粗製喹吡酮固溶體的無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮之質量比例係 7：3。

【0038】

將依上述所獲得含水狀態粗製喹吡酮固溶體，於 80°C 下進行整晚乾燥，使水分含量未滿 1%。經乾燥後，施行粉碎而獲得粗製喹吡酮固溶體的粉末 18.0g。所獲得粉末經穿透式電子顯微鏡觀察，結果長軸的平均粒徑係約 20nm。

【0039】

其次，不溶解上述粉末的液態介質係使用二甲亞砜(DMSO)，將粗製喹吡酮固溶體施行顏料化。具體而言，將上述所獲得粗製喹吡酮固溶體的粉末 7.0g、與二甲亞砜 70.0g 裝填入 100ml 可分離式燒瓶中，歷時 30 分鐘升溫至 80°C，在同溫度下施行 1 小時加熱處理。

然後，冷卻至 70°C 以下之後，經過濾，施行熱水洗與水洗直到濾液呈無色為止，然後依 80°C 施行乾燥，便獲得本實施例喹吡酮固溶體顏料的粉末。

【0040】

針對依上述所獲得顏料確為本發明目標喹吡酮固溶體之事，係利用粉末 X 射線繞射進行確認。具體而言，將測定對象喹吡酮固溶體顏料的粉末填塞於既定容器中，使用粉末 X 射線繞射裝置的 mini Flex600(商品名、Rigaku 公司製，其他例亦是使用同樣裝置)進行測定。結果，依上述所獲得喹吡酮固溶體顏料的粉末 X 射線繞射中，在 2θ 值 27.5°、13.8°及 6.0°處具有譜峰。又，該譜峰強度比係約 63：約 78：100。

【0041】

再者，利用穿透式電子顯微鏡觀察上述所獲得喹吡酮固溶體顏料的顏料粒子，結果長軸的平均粒徑約 30nm。將其稱為喹吡酮固溶體顏料 1、或簡稱為固溶體顏料 1。相關使用上述獲得喹吡酮固溶體顏料 1 時所獲得著色物的顏色評價結果，容與其他例一併後述。

【0042】

< 實施例 2 >

本實施例係使用實施例 1 所獲得粉狀粗製喹吡酮固溶體，且在喹吡酮系顏料衍生物存在下施行加熱而顏料化。具體而言，將實施例 1 所獲得粗製喹吡酮固溶體粉末 7.0g、液態介質之二甲亞砒(DMSO)70.0g、以及喹吡酮系顏料衍生物之 2-酞醯亞胺基甲基喹吡酮粉末 0.35g，裝填於 100ml 可分離式燒瓶中，歷時 30 分鐘升溫至 80°C，於同溫度下施行 3 小時處理。然後，然後，冷卻至 70°C 以下

之後，經過濾，施行熱水洗與水洗直到濾液呈無色為止，然後依 80°C 施行乾燥，便獲得本實施例喹吡酮固溶體顏料的粉末。

【0043】

針對依上述所獲得顏料確為本發明目標喹吡酮固溶體之事，係利用粉末 X 射線繞射進行確認。結果，在依粉末 X 射線繞射中所獲得 2θ 值為 27.5°、13.8°及 6.0°處分別具有譜峰。又，該譜峰強度比係約 64：約 77：100。又，依照與實施例 1 同樣，利用穿透式電子顯微鏡觀察顏料粒子，結果長軸的平均粒徑約 25nm。將其稱為喹吡酮固溶體顏料 2、或簡稱為固溶體顏料 2。

【0044】

<實施例 3>

在 100ml 可分離式燒瓶中秤取 85%磷酸 65.6g，添加磷酸酐 98.7g 而製作 84.0%多磷酸。若內溫降低至 100°C 左右，便徐緩添加 2,5-二(對甲苯胺基)對酞酸(DM-DATA)4.08g，接著再徐緩添加 2,5-二苯胺基對酞酸(DATA)16.32g。待添加結束後，於 120°C 下進行 4 小時共環化反應。待反應結束後，在 1L 燒杯中已裝有常溫水 400ml 中丟入上述反應液。經過濾、水洗後，移入 1L 燒杯中，添加水 800ml 並攪拌，添加苛性鈉，將 pH 調整為 7~8。將其經過濾、熱水洗，便獲得含水狀態的粗製喹吡酮固溶體。該粗製喹吡酮固溶體的無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮之質量比例係 8：2。

【0045】

將依上述所獲得含水狀態粗製喹吡酮固溶體，於 80°C 下進行整晚乾燥，使水分含量未滿 1%。經乾燥後，施行粉碎而獲得粗製喹吡酮固溶體的粉末 17.9g。所獲得粉末經穿透式電子顯微鏡觀察，

結果長軸的平均粒徑係約 20nm。

【0046】

其次，依照與實施例 1 同樣的操作將粗製喹吡酮固溶體施行顏料化，而獲得本實施例喹吡酮固溶體顏料的粉末。

【0047】

依上述所獲得顏料在粉末 X 射線繞射中，於 2θ 值 27.6° 、 13.8° 及 6.1° 處具有譜峰，該譜峰強度比係約 57：約 77：100。又，依照與實施例 1 同樣，經利用穿透式電子顯微鏡觀察顏料粒子，結果長軸的平均粒徑約 30nm。將其稱為喹吡酮固溶體顏料 3、或簡稱為固溶體顏料 3。

【0048】

< 實施例 4 >

在 100ml 可分離式燒瓶中秤取 85%磷酸 65.6g，添加磷酸酐 98.7g 而製作 84.0%多磷酸。若內溫降低至 100°C 左右，便徐緩添加 2,5-二(對甲苯胺基)對酞酸(DM-DATA)8.16g，接著再徐緩添加 2,5-二苯胺基對酞酸(DATA)12.24g。待添加結束後，於 120°C 下進行 4 小時共環化反應。待反應結束後，在 1L 燒杯中已裝有常溫水 400ml 中丟入上述反應液。經過濾、水洗後，移入 1L 燒杯中，添加水 800ml 並攪拌，添加苛性鈉，將 pH 調整為 7~8。將其經過濾、熱水洗，便獲得含水狀態的粗製喹吡酮固溶體。該粗製喹吡酮固溶體的無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮之質量比例係 6：4。

【0049】

將依上述所獲得含水狀態粗製喹吡酮固溶體，於 80°C 下進行整晚乾燥，使水分含量未滿 1%。經乾燥後，施行粉碎而獲得粗製喹

吡啶固溶體的粉末 18.1g。所獲得粉末經穿透式電子顯微鏡觀察，結果長軸的平均粒徑係約 20nm。

【0050】

其次，依照與實施例 1 同樣的操作將粗製喹吡啶固溶體施行顏料化，而獲得本實施例喹吡啶固溶體顏料的粉末。

【0051】

依上述所獲得顏料在粉末 X 射線繞射中，於 2θ 值 27.4° 、 13.8° 及 5.9° 處具有譜峰，該譜峰強度比係約 71：約 76：100。又，依照與實施例 1 同樣，經利用穿透式電子顯微鏡觀察顏料粒子，結果長軸的平均粒徑約 30nm。將其稱為喹吡啶固溶體顏料 4、或簡稱為固溶體顏料 4。

【0052】

<比較例 1>

在 100ml 可分離式燒瓶中秤取 85%磷酸 65.6g，添加磷酸酐 98.7g 而製作 84.0%多磷酸。若內溫降低至 100°C 左右，便徐緩添加 2,5-二(對甲苯胺基)對酞酸(DM-DATA)14.28g，接著再徐緩添加 2,5-二苯胺基對酞酸(DATA)6.12g。待添加結束後，於 120°C 下進行 4 小時共環化反應。待反應結束後，在 1L 燒杯中已裝有常溫水 400ml 中丟入上述反應液。經過濾、水洗後，移入 1L 燒杯中，添加水 800ml 並攪拌，添加苛性鈉，將 pH 調整為 7~8。將其經過濾、熱水洗，便獲得含水狀態的粗製喹吡啶固溶體。該粗製喹吡啶固溶體的無取代喹吡啶與 2,9-二烷基喹吡啶之質量比例係 3：7，踰越本發明所規定範圍外。

【0053】

將依上述所獲得含水狀態粗製喹吡酮固溶體，於 80°C 下進行整晚乾燥，使水分含量未滿 1%。經乾燥後，施行粉碎而獲得粗製喹吡酮固溶體的粉末 18.0g。所獲得粉末經穿透式電子顯微鏡觀察，結果長軸的平均粒徑係約 20nm。

【0054】

其次，不溶解上述粉末的液態介質係使用二甲亞砷，將粗製喹吡酮固溶體施行顏料化。具體而言，將上述所獲得粗製喹吡酮固溶體的粉末 7.0g、與二甲亞砷 70.0g 裝填入 100ml 可分離式燒瓶中，歷時 1 小時升溫至 105°C，在同溫度下施行 6 小時加熱處理。然後，冷卻至 70°C 以下之後，經過濾，施行熱水洗與水洗直到濾液呈無色為止，然後依 80°C 施行乾燥，便獲得本比較例喹吡酮固溶體顏料的粉末。

【0055】

依上述所獲得顏料在粉末 X 射線繞射中，於 2θ 值 27.3°、13.9° 及 5.6° 處具有譜峰，確認到不同於本發明所規定特有的繞射譜峰組合。又，該等譜峰強度比係約 75：約 65：100。又，經利用穿透式電子顯微鏡觀察顏料粒子，結果長軸的平均粒徑約 50nm。將其稱為比較喹吡酮固溶體顏料 1、或簡稱為比較固溶體顏料 1。

【0056】

<比較例 2>

將粗製無取代喹吡酮與粗製 2,9-二甲基喹吡酮等 2 種不同的喹吡酮顏料，依成為與實施例 1 的固溶體顏料同樣質量比例方式，由 7：3 組成比進行混合後，利用二甲亞砷進行顏料化。具體而言，將粗製混合喹吡酮的粉末 7.0g、與二甲亞砷 70.0g，裝填入 100ml 可

分離式燒瓶中，歷時 30 分鐘升溫至 80°C，於同溫度下施行 1 小時加熱處理。然後，冷卻至 70°C 以下之後，經過濾，施行熱水洗與水洗直到濾液呈無色為止、然後依 80°C 施行乾燥，獲得本比較例屬於不同 2 種喹吡酮顏料之混合體的喹吡酮顏料粉末。又，經利用穿透式電子顯微鏡觀察顏料粒子，結果長軸的平均粒徑約 30nm。將其稱為比較喹吡酮固溶體顏料 2、或簡稱為比較固溶體顏料 2。

【0057】

<評價 1>

使用實施例 1~4 與比較例 1 所獲得各喹吡酮固溶體顏料、與比較例 2 獲得的混合顏料，依如下述分別獲得的 2 種塗料，製作原色塗膜與淡色塗膜。然後，針對各塗膜測定 $L^*a^*b^*$ 值，並評價色調。所獲得結果如表 1 所示。

【0058】

1.塗料之製作

(1)底漆塗料之製作

將實施例及比較例的各顏料 0.8g、醇酸-三聚氰胺樹脂(商品名：106-3700 Rukaclear artclear(商品名)；Isamu 塗料公司製)5.0g、以及主成分為甲苯、醋酸乙酯及丁醇的稀釋劑(商品名：NIPPE 2500 稀釋劑(商品名)；日本塗料公司製)5.0g、及玻璃珠 50.0g，裝填入塑膠容器中。然後，將該混合物利用塗料振盪機進行 1 小時分散後，追加上述醇酸-三聚氰胺樹脂 35.0g、與上述稀釋劑 4.0g，進行 10 分鐘分散，獲得各顏料的分散液。將所獲得各分散液 10.0g 與上述醇酸-三聚氰胺樹脂 20.0g 裝填入塑膠容器中，利用行星式攪拌機(商品名、KURABO 公司製)施行分散混合，而獲得含有各顏料的底漆

塗料。

【0059】

(2)淡色塗料之製作

將實施例與比較例的各顏料 0.8g、上述醇酸-三聚氰胺樹脂 5.0g、上述稀釋劑 5.0g、及玻璃珠 50g，裝填入塑膠容器中。然後，該混合物利用塗料振盪機進行 1 小時分散後，追加上述醇酸-三聚氰胺樹脂 35.0g、與上述稀釋劑 4.0g，進行 10 分鐘分散，獲得各顏料的分散液。將所獲得各分散液 10.0g、及以氧化鈦為主成分的白墨水(商品名：10 Super 300 White (商品名)；日本塗料公司製)20.0g 裝填入塑膠容器中，利用行星式攪拌機施行分散混合，形成含有各顏料的淡色塗料。

【0060】

2.展色物之製作與色相評價

(1)將所製作的底漆塗料使用 6mil 滴流器展色於展色紙上。該展色紙在室溫中進行數小時乾燥。針對依此所製作使用含有實施例與比較例各顏料之塗料，進行展色的展色紙(以下亦稱原色塗膜)，利用目視觀察及使用測色機進行色相的比較評價。結果如表 1 所示。另外，目視觀察係採相對評價。

【0061】

(2)將所製作的淡色塗料使用 6mil 滴流器展色於展色紙上，該展色紙在室溫中進行數小時乾燥。針對依此所製得展色紙(以下亦稱淡色塗膜)的色相，亦與上述同樣地施行評價。結果如表 1 所示。

【0062】

(3)針對依上述所製作實施例 1~4 與比較例 1、2 的原色塗膜及淡色塗膜，分別使用測色機施行測色，結果測色值係如表 1。此時，使用分光測色計的 CM-3600d(商品名、Konica Minolta 公司製)進行測色。L*係明度、C*係彩度，彩度 C*係依 $\sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2}$ 求取。

【0063】

表 1：評價結果

	固溶體顏料		C光源/10度視野	L* (亮度)	a*	b*	C* (彩度)	目視觀察	
	粒徑 (nm)	比例 ¹⁾						色調	鮮豔性
實施例1	約30	7:3	原色塗膜	44.85	72.62	-2.99	72.68	偏黃	高
			淡色塗膜	62.10	48.82	-15.45	51.21	偏黃	高
實施例2	約25	7:3 ²⁾	原色塗膜	45.04	72.63	-2.53	72.67	偏黃	高
			淡色塗膜	62.15	48.94	-15.08	51.21	偏黃	高
實施例3	約30	8:2	原色塗膜	45.54	72.65	-0.1	72.65	偏黃	高
			淡色塗膜	62.20	49.32	-13.96	51.26	偏黃	高
實施例4	約30	6:4	原色塗膜	44.35	72.84	-5.92	73.08	偏黃	高
			淡色塗膜	61.41	48.76	-17.11	51.67	偏黃	高
比較例1	約50	3:7	原色塗膜	42.63	70.42	-13.14	71.64	偏藍	高
			淡色塗膜	60.86	45.11	-20.86	49.70	偏藍	高
比較例2	約30	7:3 (混合)	原色塗膜	44.09	72.27	-1.87	72.29	偏黃	低
			淡色塗膜	61.43	47.67	-14.69	49.88	偏黃	低

1): 無取代喹吡酮：2,9-二烷基喹吡酮之質量比例

2): 併用喹吡酮系顏料衍生物

【0064】

實施例 1 與比較例 1 的差異在於：僅在於無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的質量比例而已，但如表 1 所示，特別發現到 b*值出現較大差異。雖目視觀察結果均一致，但 b*值越小，越朝藍色位移，導致色相越呈偏藍，若 b*值越大，則色相越呈偏黃。其他實施例所獲得的固溶體顏料亦是可確認到 b*值大、色相呈偏黃。又，由 2 種喹吡酮顏料的混合物所構成比較例 2 的比較喹吡酮顏料 2 之情況，

雖色相呈偏黃，但可確認到目視觀察時的鮮豔性明顯較遜於實施例的情況。

【0065】

[噴墨用墨水]

<洋紅色水性顏料分散液 1 之製作>

將洋紅顏料之實施例 1 所獲得喹吡酮固溶體顏料 1：200 份、顏料分散劑 200 份、液態介質之二乙二醇單丁醚(另稱：丁基二甘醇，以下簡稱為 BDG)30 份、及水 340 份進行摻合，利用分散機施行解膠而製備得預磨基料。上述顏料分散劑係使用數量平均分子量 7000、酸值 155mgKOH/g，苯乙烯/丙烯酸-2-乙基己酯/丙烯酸(質量比：50/30/20)共聚合體的氨中和物之水溶液(固形份 30%)。接著，所獲得預磨基料使用臥式介質分散機「珠粒磨碎機 0.6 公升 ECM 型」(商品名、SHINMARU ENTERPRISES 公司製、二氧化鋯製球珠徑 0.3mm)，依圓周速度 7m/s 施行分散處理。經 1 小時分散而結束分散，獲得研磨基料。

【0066】

所獲得研磨基料利用離子交換水稀釋成顏料分 15%狀態，接著施行離心分離處理，獲得由喹吡酮固溶體顏料 1 分散構成的顏料分散液。然後，所獲得顏料分散液利用 10 μ m 薄膜過濾器進行過濾，添加既定量的離子交換水、防腐劑、及甘油，便獲得顏料濃度 12% 的洋紅色顏料分散液 1。

【0067】

上述所獲得洋紅色顏料分散液 1，經利用粒度測定器「NICOMP 380ZLS-S」(粒徑測量系統、PSS 公司製)測定(25 $^{\circ}$ C)平均粒徑，結

果平均粒徑 126nm。又，黏度係 4.03mPa·s、表面張力係 44.0mN/m、pH 係 9.6。表 2 中統籌標示洋紅色顏料分散液 1 的配方、物性結果。

【0068】

<洋紅色水性顏料分散液 2~6 之製作>

除取代洋紅色水性顏料分散液 1 製作時所使用的喹吡酮固溶體顏料 1，改為分別使用實施例及比較例所獲得喹吡酮固溶體顏料 2~4、比較喹吡酮固溶體顏料 1、比較喹吡酮顏料 2 之外，其餘均依照與洋紅色水性顏料分散液 1，獲得洋紅色顏料分散液 2~6。表 2 中統籌標示該顏料分散液 2~6 的配方、物性結果。

【0069】

表2：洋紅色之顏料分散液之配合及物性

水性顏料分散液		1	2	3	4	5	6
預 磨 基 料	種類	固溶體顏料1	固溶體顏料2 ²⁾	固溶體顏料3	固溶體顏料4	比較固溶體顏料1	比較顏料2
	顏料化溶劑	DMSO	DMSO	DMSO	DMSO	DMSO	DMSO
	PV19/PR122 ₁₎	70/30	70/30	80/20	60/40	30/70	70/30混合
	使用量	200份	200份	200份	200份	200份	200份
	分散劑量	200份	200份	200份	200份	200份	200份
	BDG (分散液中)	30份	30份	30份	30份	30份	30份
	水	340份	340份	340份	340份	340份	340份
顏 料 分 散 液 物 性	顏料份(%)	12	12	12.4	12	12.1	12
	平均粒徑 (nm)	126	113	126	113	113	117
	黏度 (mPa·s)	4.03	3.58	3.83	3.58	3.58	4.06
	表面張力 (mN/m)	44.0	44.4	43.9	44.4	44.9	44.4
	pH	9.6	10.1	9.7	10.1	9.9	8.6

1)：無取代喹吡啶：2,9-二烷基喹吡啶之質量比例

2)：顏料化時併用喹吡啶系顏料衍生物

【0070】

<洋紅色噴墨用水性顏料墨水 1~6 之製作>

其次，使用上述所獲得洋紅色水性顏料分散液 1，對於該水性顏料分散液 1：41.7 份，添加：BDG：5.0 份、三乙二醇單丁醚(BTG)：2.5 份、甘油 18 份、「SURFYNOL 465」(商品名、Air Products 公司製)1 份、及水，調整總量成為 100 份狀態，充分攪拌。然後，利用孔洞尺寸 10 μ m 的薄膜過濾器施行過濾，除去較大的顏料粒子，獲得洋紅色噴墨用水性顏料墨水 1。

【0071】

所獲得墨水中的顏料粒徑，經利用粒度測定器「NICOMP 380ZLS-S」(商品名、粒徑測量系統、PSS 公司製)測定平均粒徑(25°C)，結果為 124nm，墨水黏度係 3.41mPa·s，pH 係 9.5。墨水中的顏料粒徑係利用粒度測定器「NICOMP 380ZLS-S」所測定散射光強度基準的平均粒徑值。又，墨水黏度係利用粒度測定器「NICOMP 380ZLS-S」測定的值。

【0072】

除取代水性顏料分散液 1，改為使用水性顏料分散液 2~6 之外，其餘均依照與上述同樣手法，製作洋紅色噴墨用水性顏料墨水 2~6。表 3 統籌標示所製備各墨水的物性。

【0073】

表3：洋紅色顏料墨水之配方及物性

	實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	比較例1	比較例2	
水性顏料墨水No.	1	2	3	4	5	6	
所使用的顏料分散液	1	2	3	4	5	6	
墨水物性	墨水顏料份(%)	5	5	5	5	5	
	平均粒徑(nm)	124	114	124	114	113	116
	黏度(mPa·s)	3.41	3.58	3.58	3.58	3.53	3.43
	pH	9.5	10.1	9.6	10.1	9.7	8.7

【0074】

<評價 2：顏料分散液及墨水評價>

1.分散安定性・保存性安定性評價

針對上述所製作的洋紅色水性顏料分散液 1~6、與洋紅色噴墨用水性顏料墨水 1~6，分別測定初期、及在 70°C 下放置 7 天時的黏度及粒徑。使用該等測定值，分別計算出黏度變化率(%)及粒徑變化率(%)，並依照下述基準分別評價墨水的分散安定性・保存性安

定性。另外，變化率均係從(7 日後的值)/(初期值)-1 的百分率(%)求取，所獲得結果如表 4 所示。

【0075】

[評價基準]

(粒徑變化)

- A：粒徑變化率未滿 $\pm 5\%$
- B：粒徑變化率 $\pm 5\%$ 以上且未滿 10%
- C：粒徑變化率 $\pm 10\%$ 以上且未滿 15%
- D：粒徑變化率達 $\pm 15\%$ 以上

【0076】

(黏度變化)

- A：初期黏度低、變化率未滿 $\pm 10\%$
- B：初期黏度高、變化率未滿 $\pm 10\%$
- C：初期黏度低、變化率達 $\pm 10\%$ 以上
- D：初期黏度高、變化率達 $\pm 10\%$ 以上

另外，黏度「達 $4\text{mPa}\cdot\text{s}$ 以上」者設為「高黏度」，「未滿 $4\text{mPa}\cdot\text{s}$ 未滿」者設為「低黏度」。

【0077】

表4-1：水性顏料分散液之分散安定性・保存性安定性之評價結果

	平均粒徑(nm)				黏度(mPa·s)			
	初期	7日後	變化率	評價	初期	7日後	變化率	評價
水性顏料分散液1 (實施例1之顏料)	126	124	-1.59%	A	4.03	3.71	-7.94%	B
水性顏料分散液2 (實施例2之顏料)	113	112	-0.88%	A	3.58	3.48	-2.79%	A
水性顏料分散液3 (實施例3之顏料)	126	125	-0.79%	A	3.83	3.95	3.13%	A
水性顏料分散液4 (實施例4之顏料)	113	112	-0.88%	A	3.58	3.48	-2.79%	A
水性顏料分散液5 (比較例1之顏料)	113	112	-0.88%	A	3.58	3.48	-2.79%	A
水性顏料分散液6 (比較例2之顏料)	117	116	-0.85%	A	4.06	3.80	-6.40%	B

【0078】

表4-2：噴墨用墨水之分散安定性・保存性安定性之評價結果

	平均粒徑(nm)				黏度(mPa·s)			
	初期	7日後	變化率	評價	初期	7日後	變化率	評價
水性顏料墨水1 (實施例1之顏料)	124	130	4.84%	A	3.41	3.42	0.29%	A
水性顏料墨水2 (實施例2之顏料)	114	112	-1.75%	A	3.58	3.48	-2.79%	A
水性顏料墨水3 (實施例3之顏料)	124	138	11.29%	C	3.58	3.83	6.98%	A
水性顏料墨水4 (實施例4之顏料)	114	112	-1.75%	A	3.58	3.48	-2.79%	A
水性顏料墨水5 (比較例1之顏料)	113	114	0.88%	A	3.53	3.41	-3.40%	A
水性顏料墨水6 (比較例2之顏料)	116	152	31.03%	D	3.43	3.85	12.24%	C

【0079】

(列印物之品質評價)

將依上述所製作的洋紅色噴墨用水性顏料墨水 1~6，分別填充

於墨水匣中，使用噴墨印表機依相片模式在(i)相片專用光澤紙(PGPP)、與(ii)普通紙等 2 種紙上施行列印，分別獲得列印物。噴墨印表機係使用「PM4000PX」(商品名、精工愛普生公司製)。又，普通紙係使用「Xerox Business 4200 紙」(商品名、美國 Xerox 公司製)。結果可確認到任一水性顏料墨水均可毫無問題地從噴墨的噴嘴吐出。

【0080】

所獲得列印物的品質係使用分光測色計「i1 basic Pro」(商品名、X-rite 公司製)評價。具體而言，針對所獲得各列印物利用分光測色計，依以下條件測定彩度 C^* 與光學濃度(OD 值)並施行測定，評價。而，測定結果如表 5 所示。又，合併標示利用目視進行的色調觀察結果。另外，光學濃度(OD 值)及彩度 C^* 均係可評價為數值越大則越優異。

【0081】

[測定條件]

普通紙光學濃度(OD 值)：6 處各 3 次的測定平均值

普通紙光學特性(彩度 C^*)：6 處各 1 次的測定平均值

相片專用光澤紙濃度(OD 值)：3 處各 1 次的測定平均值

相片專用光澤紙特性(彩度 C^*)：3 處各 1 次的測定平均值

【0082】

表5：列印物之品質評價結果

	墨水中的顏料 平均粒徑(nm)	列印物之光學特性					
		普通紙			光澤紙		
		彩度C*	色調	OD值	彩度C*	色調	OD值
水性顏料墨水1	124	59.9	偏黃	1.09	80.2	偏黃	2.12
水性顏料墨水2	114	59.8	偏黃	1.09	79.8	偏黃	2.11
水性顏料墨水3	124	59.8	偏黃	1.09	79.4	偏黃	2.10
水性顏料墨水4	114	59.8	偏黃	1.09	80	偏黃	2.11
水性顏料墨水5	113	59.5	偏藍	1.12	84.1	偏藍	2.12
水性顏料墨水6	116	58.3	偏黃	1.09	77.2	偏黃	2.01

【0083】

由表 5 所示結果得知，由使用實施例 1 之喹吡酮固溶體顏料 1 的洋紅色噴墨用水性顏料墨水 1，進行列印的列印物，在普通紙、光澤紙中之任一者列印時，相較於使用依照習知製造方法所獲得比較例 2 之 PV19 顏料與 PR122 混合顏料的洋紅色噴墨用水性顏料墨水 6，所獲得的列印物下，前者的發色性(OD 值)與彩度(C*)均較優異。又，目視觀察該等列印物的結果，由水性顏料墨水 1 列印的列印物，相較於由比較例 1 之水性顏料墨水 5 列印的列印物之下，可確認到前者明顯具有偏黃色相。由此得知，藉由使用利用本發明製造方法所獲得喹吡酮固溶體顏料，則所獲得列印物相較於習知列印物之下，確認到能依高水準保持彩度與列印濃度，且發色性優異，同時具有能形成充分滿足市場所要求偏黃色相圖像的噴墨特性。

【符號說明】

無

申請專利範圍

1. 一種喹吡酮固溶體顏料之製造方法，係包括有：粗製喹吡酮固溶體的製造步驟、乾燥粗製喹吡酮固溶體的乾燥步驟、以及將經乾燥粗製喹吡酮固溶體在溶劑中加熱而顏料化的顏料化步驟；其特徵為，

上述粗製喹吡酮固溶體的製造步驟係在多磷酸中，使二芳胺基對酞酸與二烷芳胺基對酞酸進行共環化反應，而獲得在無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的質量比例 85：15~60：40 的固溶體中含有水的含水狀態粗製喹吡酮固溶體；

上述乾燥步驟係將依上述含水狀態粗製喹吡酮固溶體施行乾燥，使水分含量未滿 1%，而獲得粉狀粗製喹吡酮固溶體；

上述顏料化步驟係將上述粉狀粗製喹吡酮固溶體，在不溶解該粗製喹吡酮固溶體的液態介質中施行加熱；

上述喹吡酮固溶體顏料係在粉末 X 射線繞射中，具有使用布拉格角(θ)之($2\theta \pm 0.2^\circ$)的 2θ 值為 27.5° 、 13.8° 及 6.0° 之特定繞射譜峰，上述 6.0° 之譜峰強度設為 100 時， 13.8° 譜峰強度比率係 70~80， 27.5° 譜峰強度比率係 55~71。

2. 如請求項 1 之喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，上述二芳胺基對酞酸係 2,5-二苯胺基對酞酸；上述二烷芳胺基對酞酸係 2,5-二(對甲苯胺基)對酞酸。

3. 如請求項 1 或 2 之喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，上述顏料化步驟係將上述粉狀粗製喹吡酮固溶體在上述液態介質中施行加熱之際，使喹吡酮系顏料衍生物存在。

4. 如請求項 3 之喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，上述喹吡

酮系顏料衍生物係 2-酞醯亞胺基甲基喹吡酮。

5. 如請求項 1 或 2 之喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，上述不溶解粗製喹吡酮固溶體的液態介質係二甲亞砷。

6. 如請求項 5 之喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其中，上述顏料化步驟中的加熱溫度係 60°C 以上且 120°C 以下。

7. 如請求項 1 或 2 之喹吡酮固溶體顏料之製造方法，其係供獲得長軸粒徑 20~80nm 的喹吡酮固溶體顏料用。

8. 一種顏料分散液，係含有：無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的喹吡酮固溶體顏料、顏料分散劑、及水；其特徵為，

上述喹吡酮固溶體顏料係在粉末 X 射線繞射中，具有使用布拉格角(θ)之($2\theta \pm 0.2^{\circ}$)的 2θ 值為 27.5° 、 13.8° 及 6.0° 之特定繞射譜峰，上述 6.0° 之譜峰強度設為 100 時， 13.8° 譜峰強度比率係 70~80， 27.5° 譜峰強度比率係 55~71。

9. 一種噴墨用墨水，係含有：喹吡酮固溶體顏料、顏料分散劑及水構成的噴墨用墨水；該喹吡酮固溶體顏料係由無取代喹吡酮與 2,9-二烷基喹吡酮的固溶體構成，且長軸粒徑 20~80nm；其特徵為，

上述喹吡酮固溶體顏料係在粉末 X 射線繞射中，具有使用布拉格角(θ)之($2\theta \pm 0.2^{\circ}$)的 2θ 值為 27.5° 、 13.8° 及 6.0° 之特定繞射譜峰，上述 6.0° 之譜峰強度設為 100 時， 13.8° 譜峰強度比率係 70~80， 27.5° 譜峰強度比率係 55~71。