

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
 【部門区分】第3部門第3区分
 【発行日】平成21年10月15日(2009.10.15)

【公表番号】特表2009-512737(P2009-512737A)
 【公表日】平成21年3月26日(2009.3.26)
 【年通号数】公開・登録公報2009-012
 【出願番号】特願2008-519559(P2008-519559)
 【国際特許分類】

C 0 9 D 11/00 (2006.01)
 C 0 9 B 43/14 (2006.01)
 B 4 1 M 5/00 (2006.01)
 B 4 1 J 2/01 (2006.01)
 C 0 9 B 31/153 (2006.01)
 C 0 9 B 31/28 (2006.01)
 C 0 9 B 33/22 (2006.01)
 C 0 9 B 33/28 (2006.01)
 C 0 9 B 31/143 (2006.01)

【 F I 】

C 0 9 D 11/00
 C 0 9 B 43/14 C L A
 B 4 1 M 5/00 E
 B 4 1 J 3/04 1 0 1 Y
 C 0 9 B 31/153
 C 0 9 B 31/28
 C 0 9 B 33/22
 C 0 9 B 33/28
 C 0 9 B 31/143

【手続補正書】
 【提出日】平成21年8月26日(2009.8.26)
 【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

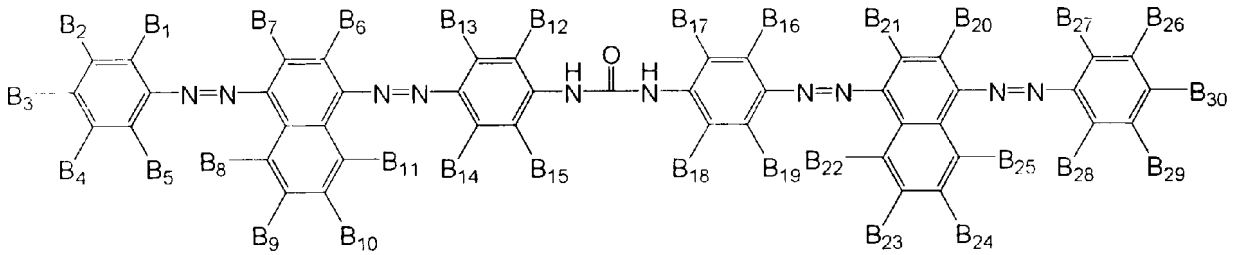
【特許請求の範囲】

【請求項1】

水溶性染料を少なくとも2種含有するインク組成物であって、該水溶性染料のうち少なくとも1つが一般式(S-1)で表される化合物及びその塩からなる群から選ばれる化合物であり、且つ、該水溶性染料のうち少なくとも1つが一般式(L-1)で表される化合物、または少なくとも1つのヒドロキシル基で置換されたナフタレン環と3つ以上のアゾ基を有する化合物であることを特徴とするインク組成物。

一般式(S-1)：

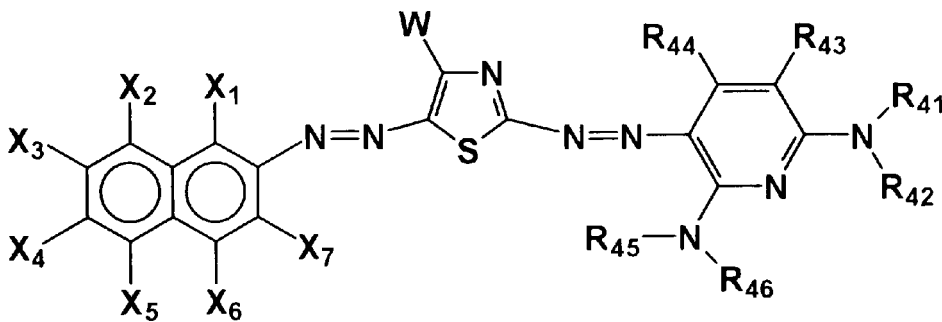
【化 1】



ここで、 $B_1 \sim B_{30}$ は水素原子もしくはイオン性親水性基を表し、少なくともひとつのイオン性親水性基を含む。

一般式 (L - 1) :

【化 2】



ここで、 W 、 R_{43} および R_{44} は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、アリール基、ヘテロ環基、シアノ基、カルボキシル基、カルバモイル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、ヘテロ環オキシカルボニル基、アシル基、ヒドロキシ基、アルコキシ基、アリールオキシ基、ヘテロ環オキシ基、シリルオキシ基、アシルオキシ基、カルバモイルオキシ基、アルコキシカルボニルオキシ基、アリールオキシカルボニルオキシ基、アミノ基、アルキルアミノ基、アリールアミノ基及びヘテロ環アミノ基、アシルアミノ基、ウレイド基、スルファモイルアミノ基、アルコキシカルボニルアミノ基、アリールオキシカルボニルアミノ基、アルキルスルホニルアミノ基、アリールスルホニルアミノ基、ヘテロ環スルホニルアミノ基、ニトロ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、ヘテロ環チオ基、アルキルスルホニル基、アリールスルホニル基、ヘテロ環スルホニル基、アルキルスルフィニル基、アリールスルフィニル基、ヘテロ環スルフィニル基、スルファモイル基、またはスルホ基を表し、各基は更に置換されていても良い。 R_{41} 、 R_{42} 、 R_{45} 及び R_{46} は各々独立に、水素原子、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、アリール基、ヘテロ環基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、カルバモイル基、アルキルスルホニル基、アリールスルホニル基、スルファモイル基を表し、各基は更に置換基を有していても良い。但し、 R_{41} 、 R_{42} が同時に水素原子であることはない。また、 R_{43} と R_{41} 、 R_{41} と R_{42} あるいは R_{45} と R_{46} が結合して 5 乃至 6 員環を形成しても良い。 X_1 、 X_2 、 X_3 、 X_4 、 X_5 、 X_6 及び X_7 は、一価の基を表す。ただし、一般式 (L - 1) は少なくともひとつのイオン性親水性基を含む。

【請求項 2】

少なくともひとつのヒドロキシル基で置換されたナフタレン環と 3 つ以上のアゾ基を有する化合物が有するアゾ基の数が 5 つ以下であることを特徴とする請求項 1 に記載のインク組成物。

【請求項 3】

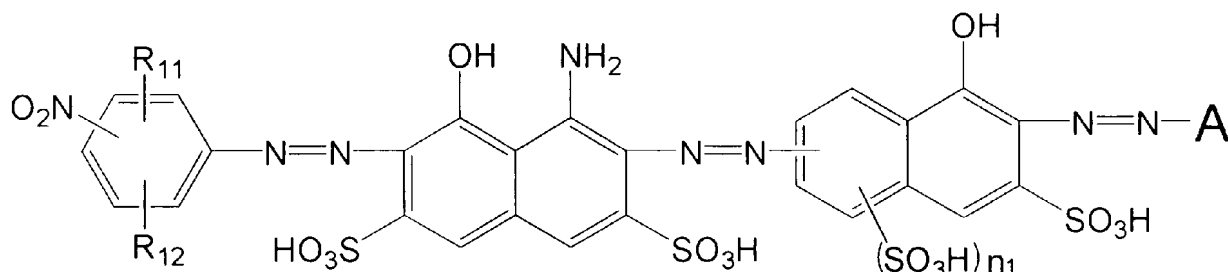
少なくとも1つのヒドロキシル基で置換されたナフタレン環と3つ以上のアゾ基を有する化合物が、スルホン酸基またはカルボキシル基を1つ以上含有することを特徴とする請求項1及び2のいずれかに記載のインク組成物。

【請求項4】

少なくとも1つのヒドロキシル基で置換されたナフタレン環と3つ以上のアゾ基を有する化合物が一般式(L-2)、(L-2a)、(L-3)及び(L-4)で表される化合物及びその塩からなる群から選ばれる化合物であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のインク組成物。

一般式(L-2)：

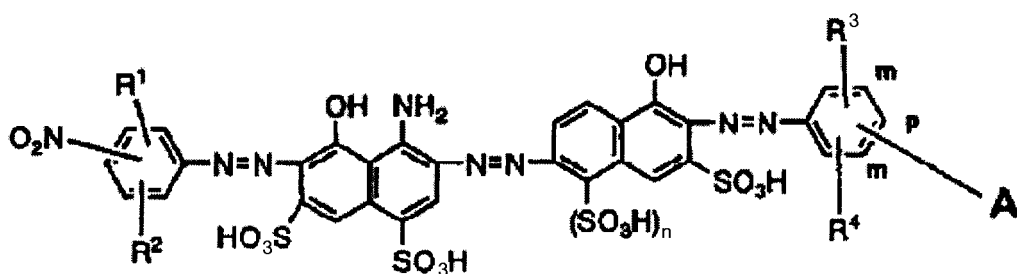
【化3】



ここで、 R_{11} 及び R_{12} は、それぞれ独立して水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、カルボキシル基、スルホ基、アルキル基若しくはフェニル基で置換されても良いスルファモイル基、リン酸基、ニトロ基、アシル基、ウレイド基、ヒドロキシル基若しくは炭素数1～4のアルコキシ基で置換されても良い炭素数1～4のアルキル基、ヒドロキシル基、炭素数1～4のアルコキシ基、スルホ基若しくはカルボキシル基で置換されても良い炭素数1～4のアルコキシ基またはアシルアミノ基であり、Aはフェニル基またはナフチル基を示し、ハロゲン原子、シアノ基、カルボキシル基、スルホ基、アルキル基若しくはフェニル基で置換されても良いスルファモイル基、リン酸基、ニトロ基、アシル基、ウレイド基、ヒドロキシル基若しくは炭素数1～4のアルコキシ基で置換されても良い炭素数1～4のアルキル基、ヒドロキシル基、炭素数1～4のアルコキシ基、スルホ基若しくはカルボキシル基で置換されても良い炭素数1～4のアルコキシ基またはアシルアミノ基によって置換されていても良い。 n_1 は0又は1である。

一般式(L-2a)：

【化4】

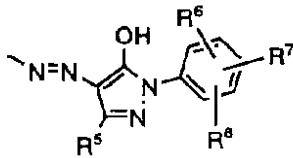


一般式(L-2a)中、A'は下記式(L-2a-1)を表し、A'の置換位置はアゾ基に対してm-位又はp-位であり、 R^1 及び R^2 は、それぞれ独立して水素原子；ハロゲン原子；シアノ基；カルボキシル基；スルホ基；スルファモイル基；N-アルキルアミノスルホニル基；N-フェニルアミノスルホニル基；ホスホ基；ニトロ基；アシル基；ウレイド基；ヒドロキシル基若しくは炭素数1～4のアルコキシ基で置換されても良い炭素数1～4のアルキル基；ヒドロキシル基、炭素数1～4のアルコキシ基、スルホ基若しく

はカルボキシル基で置換されても良い炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基；炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基、スルホ基若しくはカルボキシル基で置換されても良いアシルアミノ基を表し、 R^3 及び R^4 は、それぞれ独立して水素原子；ハロゲン原子；シアノ基；カルボキシル基；スルホ基；ニトロ基；炭素数 1 ~ 4 のアルキル基；ヒドロキシル基；炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基若しくはスルホ基で置換されても良い炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基を表し、 n は 0 又は 1 である。

一般式 (L - 2 a - 1)

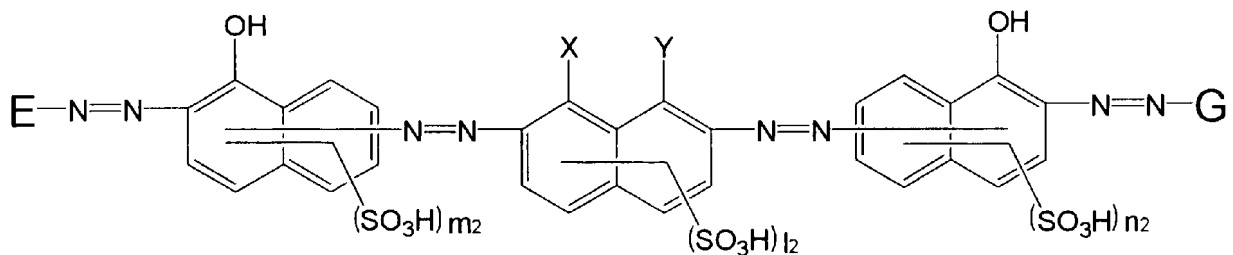
【化 5】



式 (L - 2 a - 1) 中、 R^5 はシアノ基；カルボキシル基；炭素数 1 ~ 4 のアルキル基；炭素数 1 ~ 4 のアルコキシカルボニル基またはフェニル基を表し、 R^6 、 R^7 及び R^8 は、それぞれ独立して水素原子；ハロゲン原子；シアノ基；カルボキシル基；スルホ基；ニトロ基、炭素数 1 ~ 4 のアルキル基；ヒドロキシル基；スルホ基で置換されても良い炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基；ヒドロキシル基、炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基若しくはスルホ基で置換されても良いアシルアミノ基を表す。

一般式 (L - 3) :

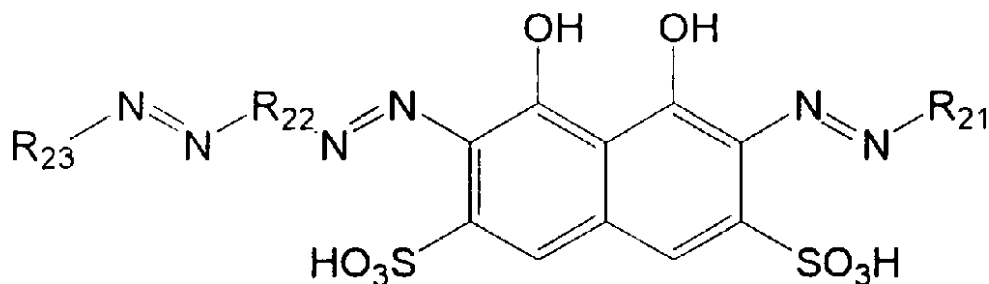
【化 6】



一般式 (L - 3) 中、E 及び G はそれぞれ独立に置換されていても良いフェニル基、ナフチル基、アゾ基に炭素原子で結合する 5 員又は 6 員の芳香族ヘテロ環基を表し、各々の成分にはそれぞれ少なくとも 1 つ以上のカルボキシル基又はスルホ基を含む。X、Y の一方はヒドロキシル基、他方はアミノ基であり、 l_2 、 m_2 及び n_2 は 1 又は 2 を表す。

一般式 (L - 4) :

【化 7】



前記一般式 (L - 4) 中、 R_{21} は置換基を有するフェニル基または置換基を有するナフ

チル基を表し、 R_{22} は置換基を有するフェニレン基または置換基を有するナフチレン基を表し、 R_{23} は少なくとも1つの二重結合及び置換基を有する5～7員環のヘテロ環基を表す。さらに前記 R_{21} ～ R_{23} における前記置換基は独立して、OH、 SO_3H 、 PO_3H_2 、 CO_2H 、 NO_2 、 NH_2 、炭素数1～4のアルキル基、置換基を有する炭素数1～4のアルキル基、炭素数1～4のアルコキシ基、置換基を有する炭素数1～4のアルコキシ基、アミノ基、置換基を有するアミノ基、及び置換基を有するフェニル基からなる群から選ばれる。

【請求項5】

前記一般式(S-1)におけるイオン性親水性基のうち少なくとも一つがスルホ基であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載のインク組成物

【請求項6】

前記一般式(S-1)で表される化合物及びその塩を0.1～4質量%含有することを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載のインク組成物。

【請求項7】

前記一般式(S-1)で表される化合物、一般式(L-1)で表される化合物、および少なくとも1つのヒドロキシル基で置換されたナフタレン環と3つ以上のアゾ基を有する化合物の少なくとも1つは、リチウムイオンを対イオンとする塩であることを特徴とする請求項1～6の何れかに記載のインク組成物。

【請求項8】

前記一般式(S-1)で表される化合物を水に溶解してインク原液を作製し、該インク原液の前記一般式(S-1)で表される化合物の濃度をさげて請求項1～7のいずれかに記載のインク組成物とする工程を有する事を特徴とするインク製造方法。

【請求項9】

前記インク原液に水混和性有機溶剤を含有することを特徴とする請求項8に記載のインク製造方法。

【請求項10】

前記水混和性有機溶剤が2-ピロリドン、トリ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モノブチルエーテル、トリエチレングリコール、ジエチレングリコールの群から選ばれることを特徴とする請求項9に記載のインク製造方法。

【請求項11】

請求項8～10のいずれかに記載の製造方法により製造されたことを特徴とするインク組成物。

【請求項12】

請求項1～7のいずれかに記載のインク組成物を含むことを特徴とするインクセット。

【請求項13】

請求項1～7のいずれかに記載のインク組成物を記録媒体上に付与して記録することを特徴とする記録方法。

【請求項14】

請求項12に記載のインクセットを記録装置に装填し、記録装置から記録媒体上にインクを付与して記録することを特徴とする記録方法。

【請求項15】

インクジェットノズルよりインク組成物を記録媒体上に吐出させて記録することを特徴とする、請求項13または14に記載の記録方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0006】

これらの欠点を鑑み、JP-A-2002-332426には、色補正染料として水溶

媒における可視域吸収スペクトルの吸収極大が435nmのトリアジン染料を、ブラック染料に配合することからなるブラックインク組成物が記載されている。

ところが、一般的な黒染料は570~620nmに極大吸収を有しており、該色補正染料を用いたとしても、黒色調の調整に重要な補色関係を考慮すると好適な黒色調が得られないことは明らかである(「色彩科学ハンドブック(第2版)」,東京大学出版会,1998,p560-562)。

JP-A-8-302255には、CI Direct Red 84の記載があるが、これを短波染料として用い長波染料と組み合わせた黒インク組成物については開示がない。

JP-A-2000-265099には、CI Direct Red 84の記載がコラム8にあるが、マゼンタであって、上記と同様にこれを短波染料として用い長波染料と組み合わせた黒インク組成物については開示がない。

JP-A-2005-146244では特定の長波染料と組み合わせた黒インク組成物について開示されている。

【**手続補正3**】

【**補正対象書類名**】明細書

【**補正対象項目名**】0018

【**補正方法**】変更

【**補正の内容**】

【0018】

式(L-2a-1)中、 R^5 はシアノ基；カルボキシル基；炭素数1~4のアルキル基；炭素数1~4のアルコキシカルボニル基またはフェニル基を表し、 R^6 、 R^7 及び R^8 は、それぞれ独立して水素原子；ハロゲン原子；シアノ基；カルボキシル基；スルホ基；ニトロ基、炭素数1~4のアルキル基；ヒドロキシル基；スルホ基で置換されても良い炭素数1~4のアルコキシ基；ヒドロキシル基、炭素数1~4のアルコキシ基若しくはスルホ基で置換されても良いアシルアミノ基を表す。

【**手続補正4**】

【**補正対象書類名**】明細書

【**補正対象項目名**】0022

【**補正方法**】変更

【**補正の内容**】

【0022】

前記一般式(L-4)中、 R_{21} は置換基を有するフェニル基または置換基を有するナフチル基を表し、 R_{22} は置換基を有するフェニレン基または置換基を有するナフチレン基を表し、 R_{23} は少なくとも1つの二重結合及び置換基を有する5~7員環のヘテロ環基を表す。さらに前記 R_{21} ~ R_{23} における前記置換基は独立して、OH、 SO_3H 、 PO_3H_2 、 CO_2H 、 NO_2 、 NH_2 、炭素数1~4のアルキル基、置換基を有する炭素数1~4のアルキル基、炭素数1~4のアルコキシ基、置換基を有する炭素数1~4のアルコキシ基、アミノ基、置換基を有するアミノ基、及び置換基を有するフェニル基からなる群から選ばれる。

【**手続補正5**】

【**補正対象書類名**】明細書

【**補正対象項目名**】0023

【**補正方法**】削除

【**補正の内容**】

【**手続補正6**】

【**補正対象書類名**】明細書

【**補正対象項目名**】0024

【**補正方法**】変更

【**補正の内容**】

【0024】

(5) 前記一般式(S-1)におけるイオン性親水性基のうち少なくとも一つがスルホ基であることを特徴とする前記(1)~(4)のいずれかに記載のインク組成物。

(6) 前記一般式(S-1)で表される化合物及びその塩を0.1~4質量%含有することを特徴とする前記(1)~(5)のいずれかに記載のインク組成物。(本明細書において、「質量比」は「重量比」と同義である。)

(7) 前記一般式(S-1)で表される化合物、一般式(L-1)で表される化合物、および少なくとも一つのヒドロキシル基で置換されたナフタレン環と3つ以上のアゾ基を有する化合物の少なくとも一つは、リチウムイオンを対イオンとする塩であることを特徴とする前記(1)~(6)の何れかに記載のインク組成物。

(8) 前記一般式(S-1)で表される化合物を水に溶解してインク原液を作製し、該インク原液の前記一般式(S-1)で表される化合物の濃度をさげて前記(1)~(7)のいずれかに記載のインク組成物とする工程を有する事を特徴とするインク製造方法。

(9) 前記インク原液に水混和性有機溶剤を含有することを特徴とする前記(8)に記載のインク製造方法。

(10) 前記水混和性有機溶剤が2-ピロリドン、トリ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モノブチルエーテル、トリエチレングリコール、ジエチレングリコールの群から選ばれることを特徴とする前記(9)に記載のインク製造方法。

(11) 前記(8)~(10)のいずれかに記載の製造方法により製造されたことを特徴とするインク組成物。

(12) 前記(1)~(7)のいずれかに記載のインク組成物を含むことを特徴とするインクセット。

(13) 前記(1)~(7)のいずれかに記載のインク組成物を記録媒体上に付与して記録することを特徴とする記録方法

(14) 前記(12)に記載のインクセットを記録装置に装填し、記録装置から記録媒体上にインクを付与して記録することを特徴とする記録方法。

(15) インクジェットノズルよりインク組成物を記録媒体上に吐出させて記録することを特徴とする、前記(13)または(14)に記載の記録方法。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0027】

(水溶性短波染料S)

水溶性短波染料Sは、水溶媒における吸収スペクトルの極大(吸収極大: max)を440~540nm、且つ半値幅を90nm~200nmに有し、ブロードな吸収を達成する染料であることが好ましい。ここで、水溶媒とは水を主溶媒とし、水混和性有機溶剤を適度に含んでもよい染料を溶解又は分散させる媒体を意味する。また、吸収スペクトルは、通常使用する1cmのセルを用いた分光光度計で測定されるものを意味する。これらは、後述の水溶性長波染料Lについても同様である。

上記水溶性短波染料Sの吸収スペクトルは、単一化合物を用いて測定されたものである。即ち、本発明の水溶性短波染料Sは、水溶媒における吸収スペクトルを測定する場合、複数の化合物を組み合わせるにより所望の吸収極大および半値幅といった物性を示すものではなく、1つの化合物によりかかる物性を示すことを意味する。なお、上記水溶性短波染料S(以下、「短波染料S」とも記す。)として、互いに構造の異なる化合物を併用しても差し支えないことは明らかである。更に本発明は、前記一般式(S-1)で表される化合物以外の染料を併用してもかまわない。

短波染料Sは、かかる吸収特性を有している為、水溶性長波染料Lの吸収スペクトルで不足となりがちな、青色から緑色にかけて広い範囲の光を吸収することができ、補色染料として好ましい吸収特性を有する。

短波染料 S の吸収極大としては、440 ~ 520nmの間であることが好ましく、460 ~ 500nmにあることが特に好ましい。

短波染料 S の吸収極大における半値幅としては、100nm ~ 180nmの間にあることが好ましく、110nm ~ 160nmの間にあることが特に好ましい。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0077

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0077】

一般式 (L - 2 a) 中、A' は下記式 (L - 2 a - 1) を表し、A' の置換位置はアゾ基に対して m - 位又は p - 位であり、R¹ 及び R² は、それぞれ独立して水素原子；ハロゲン原子；シアノ基；カルボキシル基；スルホ基；スルファモイル基；N - アルキルアミノスルホニル基；N - フェニルアミノスルホニル基；ホスホ基；ニトロ基；アシル基；ウレイド基；ヒドロキシル基若しくは炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基で置換されても良い炭素数 1 ~ 4 のアルキル基；ヒドロキシル基、炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基、スルホ基若しくはカルボキシル基で置換されても良い炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基；炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基、スルホ基若しくはカルボキシル基で置換されても良いアシルアミノ基を表し、R³ 及び R⁴ は、それぞれ独立して水素原子；ハロゲン原子；シアノ基；カルボキシル基；スルホ基；ニトロ基；炭素数 1 ~ 4 のアルキル基；ヒドロキシル基；炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基若しくはスルホ基で置換されても良い炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基を表し、n は 0 又は 1 である。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0079

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0079】

式 (L - 2 a - 1) 中、R⁵ はシアノ基；カルボキシル基；炭素数 1 ~ 4 のアルキル基；炭素数 1 ~ 4 のアルコキシカルボニル基またはフェニル基を表し、R⁶、R⁷ 及び R⁸ は、それぞれ独立して水素原子；ハロゲン原子；シアノ基；カルボキシル基；スルホ基；ニトロ基、炭素数 1 ~ 4 のアルキル基；ヒドロキシル基；スルホ基で置換されても良い炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基；ヒドロキシル基、炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基若しくはスルホ基で置換されても良いアシルアミノ基を表す。

【手続補正 10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0097

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0097】

前記一般式 (L - 4) 中、R₂₁ は置換基を有するフェニル基または置換基を有するナフチル基を表し、R₂₂ は置換基を有するフェニレン基または置換基を有するナフチレン基を表し、R₂₃ は少なくとも 1 つの二重結合及び置換基を有する 5 ~ 7 員環のヘテロ環基を表す。さらに前記 R₂₁ ~ R₂₃ における前記置換基は独立して、OH、SO₃H、PO₃H₂、CO₂H、NO₂、NH₂、炭素数 1 ~ 4 のアルキル基、置換基を有する炭素数 1 ~ 4 のアルキル基、炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基、置換基を有する炭素数 1 ~ 4 のアルコキシ基、アミノ基、置換基を有するアミノ基、及び置換基を有するフェニル基からなる群から選ばれる。

【手続補正 11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 0 9 9

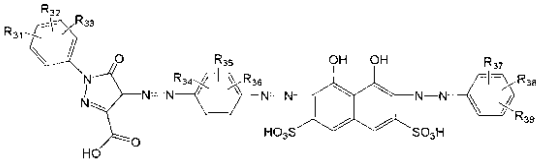
【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 9 9 】

(L - 5) :

【化 2 8】



【手続補正 1 2】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 2 2 8

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 2 2 8 】

(実施例 1)

これらのブラックインクをセイコーエプソン(株)社製インクジェットプリンタ P M - A 7 0 0 のブラックインクカートリッジに装填した。Adobe Systems Incorporated製の画像ソフト P h o t o s h o p を使用して R : 0、G : 0、B : 0 から R : 2 5 5、G : 2 5 5、B : 2 5 5 まで段階的に濃度が変化したグレー画像(以下、階段パターンとも記す)を作成し、「黒」モードで印字させて、黒インクのみで印画した画像を得た。受像シートは、富士写真フイルム(株)社製 画彩 写真仕上げ P r o を用いた。

(評価)

1) 色相の評価は、グレーの階段パターンで、各印字濃度におけるグレーの色調を目視で判断して、各濃度において好ましいグレー色調を示すものを A、グレーバランスが崩れる濃度が散見されるものを B、殆どの濃度でグレーバランスが崩れたものを C とした。

2) 画像保存性については、グレー印字サンプルを用いて、以下 3) ~ 4) の評価を行った。画像保存性の評価は、階段状パターンの濃度を、ステータス A フィルターを搭載した X-rite 310 濃度測定機を用いて測定し、 $D_{vis} = 1.0$ 付近の点を基準点として、その濃度変化を測定することにより行った。

3) 耐光性

3 - 1) 光堅牢性は、印字直後の上記濃度 (D_B 、 D_G 、 D_R) C_i を X-rite 310 を用いて測定した後、アトラス社製 ウェザーメーターを用い画像にキセノン光 (8 万 5 千ルクス) を 1 0 日照射した。その後再び濃度 C_f を測定し染料残存率 $C_f/C_i \times 100$ を求め評価を行った。

染料残像率が D_B 、 D_G 、 D_R すべてにおいて 8 0 % 以上の場合を A、一部でも 7 0 ~ 8 0 % となった場合を B、一部でも 7 0 % 未満となった場合を C とした。

3 - 2) 色相の評価に用いたグレーの階段パターンを用いて、アトラス社製 ウェザーメーターを用い画像にキセノン光 (8 万 5 千ルクス) を 1 0 日照射した。各印字濃度におけるキセノン光暴露後のグレーの色調を目視で判断して、各濃度において好ましいグレー色調を示すものを A、グレーバランスが崩れる濃度が散見されるものを B、殆どの濃度でグレーバランスが崩れたものを C とした。

4) 耐オゾン性

4 - 1) 耐オゾン性は、印字直後の上記濃度 (D_B 、 D_G 、 D_R) C_i を X-rite 310 を用いて測定した後、オゾンガス濃度が 5 p p m に設定されたボックス内で 1 7 0 時間オゾンガスに暴露した。その後再び濃度 C_f を測定し染料残存率 $C_f/C_i \times 100$ を求め評価を行った。

ボックス内のオゾンガス濃度は、A P P L I C S 製オゾンガスモニタ (モデル: O Z G - E M - 0 1) を用いて設定した。

染料残像率が D_B 、 D_G 、 D_R すべてにおいて 8 0 % 以上の場合を A、一部でも 7 0 ~ 8 0 %

となった場合をB、一部でも70%未満となった場合をCとした。

4-2)色相の評価に用いたグレーの階段パターンを用いて、オゾンガス濃度が5ppmに設定されたボックス内で170時間オゾンガスに暴露した。各印字濃度におけるキセノン光暴露後のグレーの色調を目視で判断して、各濃度において好ましいグレー色調を示すものをA、グレーバランスが崩れる濃度が散見されるものをB、殆どの濃度でグレーバランスが崩れたものをCとした。

5)ブラックインクの高湿下における画像にじみについては、Adobe Systems Incorporated製の画像ソフトPhotoshopを使用して、線幅が0.2mm、線の間隔が0.2mmの格子の画像を作成した。線を黒色(R:0、G:0、B:0)、線の間を白色(R:255、G:255、B:255)の黒/白格子の画像サンプルを作成し、25-90%RHの条件下7日間保存後の画像にじみを目視にて判断した。

格子間の白地部分ににじみが認められないものをA、色補正染料の色相が若干認められるものをB、明らかに色補正染料が白地部ににじみ出したものをC、色補正染料だけでなく黒染料のにじみも顕著であるものをDとした。

評価結果を表2に示す。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0241

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0241】

(3)化合物(YELLOW-1e)の合成:

化合物d(東京化成品)90.57gを、 H_2O 500mlに懸濁しておき、130mlの濃塩酸を注入後内温が5以下になるまで冷却した。次に亜硝酸ナトリウム36.23gとイオン交換水70mlの水溶液を内温4~6の範囲で滴下し、更に内温5以下で30分間攪拌した。次に、159gの亜硫酸ナトリウムと636mlの H_2O を内温20以下を保ちながら注入し、更に内温25で250mlの濃塩酸を注入し、引き続き内温90で1時間攪拌後、内温を室温が冷却後ろ過、200mlの水で洗浄し風乾後80.0gの化合物eを得た。