

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6275002号  
(P6275002)

(45) 発行日 平成30年2月7日(2018.2.7)

(24) 登録日 平成30年1月19日(2018.1.19)

(51) Int.Cl.		F I	
<b>C09D 11/34</b>	<b>(2014.01)</b>	C09D	11/34
<b>C09D 11/328</b>	<b>(2014.01)</b>	C09D	11/328
<b>C09B 31/14</b>	<b>(2006.01)</b>	C09B	31/14
<b>C09B 29/36</b>	<b>(2006.01)</b>	C09B	29/36

Z

請求項の数 18 (全 50 頁)

(21) 出願番号 特願2014-165616 (P2014-165616)  
 (22) 出願日 平成26年8月18日 (2014.8.18)  
 (65) 公開番号 特開2015-44992 (P2015-44992A)  
 (43) 公開日 平成27年3月12日 (2015.3.12)  
 審査請求日 平成29年8月16日 (2017.8.16)  
 (31) 優先権主張番号 14/011,763  
 (32) 優先日 平成25年8月28日 (2013.8.28)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 596170170  
 ゼロックス コーポレイション  
 XEROX CORPORATION  
 アメリカ合衆国、コネチカット州 068  
 56、ノーウォーク、ピーオーボックス  
 4505、グローバー・アヴェニュー 4  
 5  
 (74) 代理人 110001210  
 特許業務法人YKI国際特許事務所  
 (72) 発明者 ジェフリー・エイチ・バニング  
 アメリカ合衆国 オレゴン州 97124  
 ヒルズボロ ノースイースト 16番  
 アベニュー 484

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 相変化インク

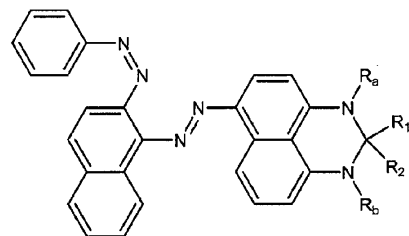
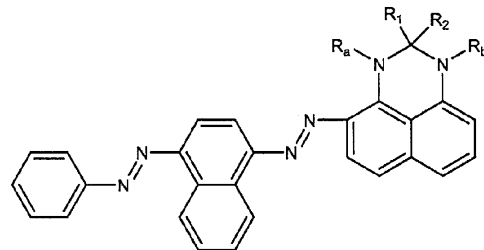
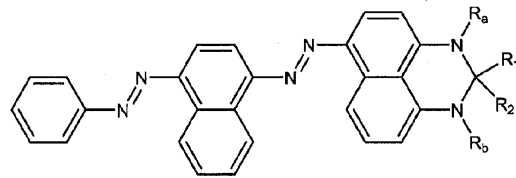
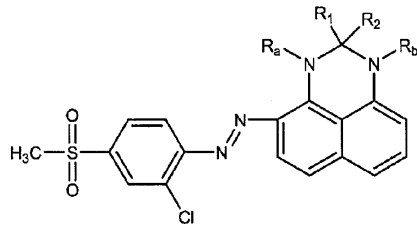
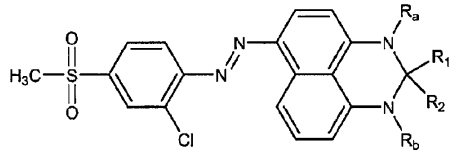
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

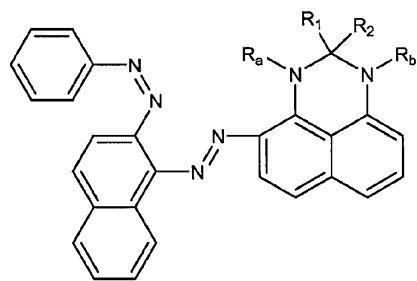
相変化インクであって、

(I) 相変化インク担体 ; および (II) 次式の着色剤化合物

## 【化1】



または



を含み、

[ 式中、

( a )  $R_a$  および  $R_b$  はそれぞれ、他方から独立して：

( i ) 水素；

( ii ) アルキル中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；

( iii ) アリール中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；

( iv ) アリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；

または

10

20

30

40

50

(v) アルキルアリーのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり；

(b)  $R_1$  および  $R_2$  はそれぞれ、他方から独立して：

(i)  $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つが水素以外であることを条件として、水素；

(ii)  $R_1$  および  $R_2$  がともにアルキルであるとき、 $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つが少なくとも約6個の炭素を有することを条件として、アルキル中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；

(iii) アリール中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；

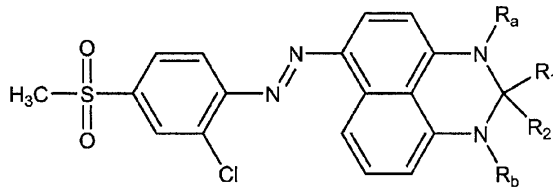
(iv) アリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；または

(v) アルキルアリーのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールである]、相変化インク。

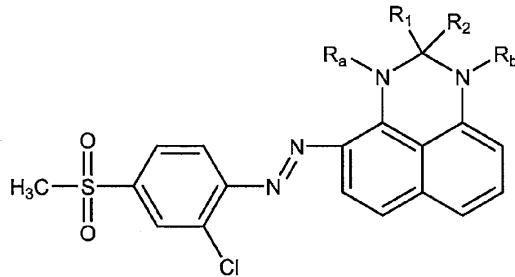
【請求項2】

前記着色剤化合物が式

【化2】



または



の着色剤化合物である、請求項1に記載の相変化インク。

【請求項3】

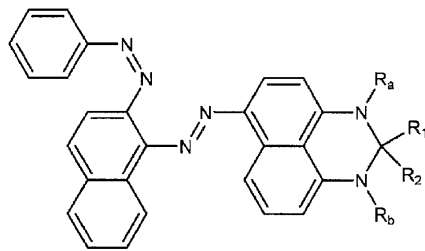
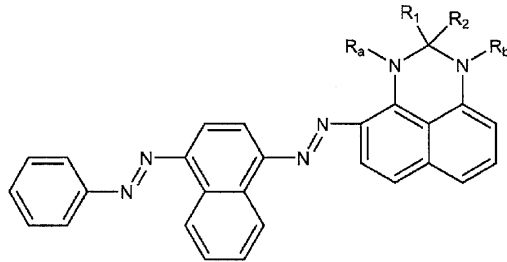
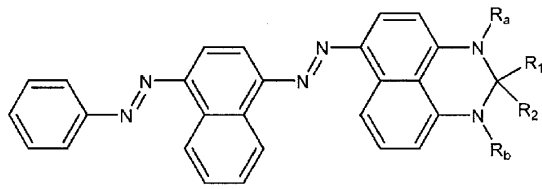
前記着色剤化合物が式

10

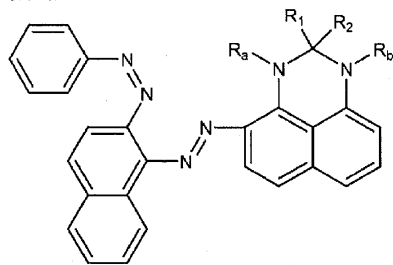
20

30

## 【化3】



または



10

20

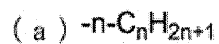
30

の着色剤化合物である、請求項1に記載の相変化インク。

## 【請求項4】

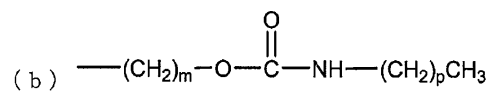
請求項1に記載の相変化インクであって、 $R_1$ および $R_2$ の少なくとも1つが、式：

## 【化4】



[式中、 $n$ は約8から約100である]；

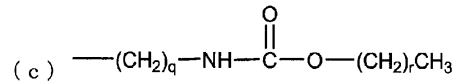
## 【化5】



40

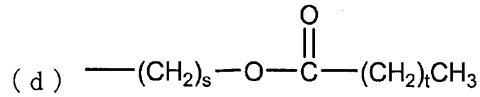
[式中、 $m + p$ は約8から約100である]；

【化 6】



[ 式中、q + r は約 8 から約 100 である ] ;

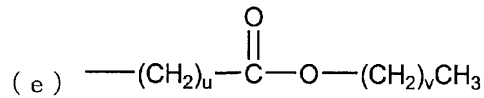
【化 7】



10

[ 式中、s + t は約 8 から約 100 である ] ;

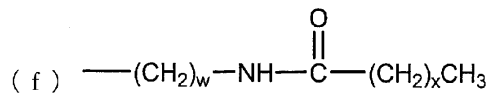
【化 8】



20

[ 式中、u + v は約 8 から約 100 である ] ;

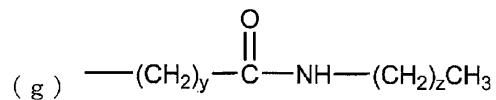
【化 9】



30

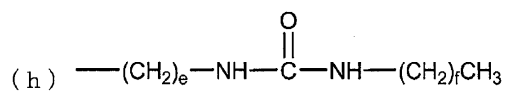
[ 式中、w + x は約 8 から約 100 である ] ;

【化 10】



[ 式中、y + z は約 8 から約 100 である ] ;

【化 11】



40

[ 式中、e + f は約 8 から約 100 である ] ; または  
( i ) その組み合わせである相変化インク。

【請求項 5】

50

R<sub>1</sub> および R<sub>2</sub> の少なくとも 1 つが少なくとも約 12 個の炭素を有する、請求項 1 に記載の相変化インク。

【請求項 6】

前記着色剤化合物が、インクの少なくとも約 0.1 重量%以上の量でインク中に存在する、請求項 1 に記載の相変化インク。

【請求項 7】

前記着色剤化合物が、インクの約 20 重量%以下の量でインク中に存在する、請求項 1 に記載の相変化インク。

【請求項 8】

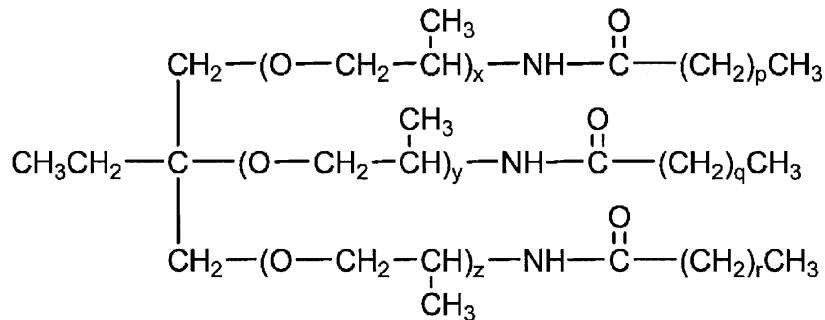
前記担体が分岐トリアミドを含む、請求項 1 に記載の相変化インク。

10

【請求項 9】

前記分岐トリアミドが式

【化 12】



20

である、請求項 8 に記載のインク [ 式中、x、y および z は、それぞれ独立して、プロピレンオキシ繰り返し単位の数を表し、x + y + z は約 5 から約 6 であり、ここで、p、q および r は繰り返し (CH<sub>2</sub>) 単位の数を表す整数であり、ここで、p、q および r はそれぞれ、他方から独立して約 34 から約 40 である ]。

【請求項 10】

前記担体がウレタン樹脂を含む、請求項 1 に記載の相変化インク。

30

【請求項 11】

前記担体が分岐トリアミド、モノアミド、ポリエチレンワックスおよびウレタン樹脂を含む、請求項 1 に記載の相変化インク。

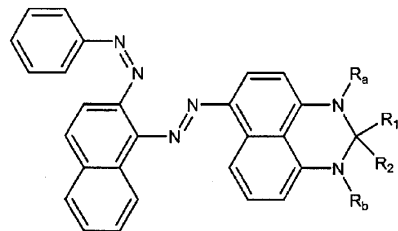
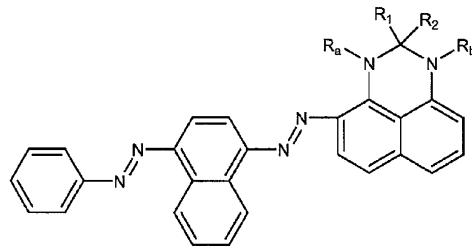
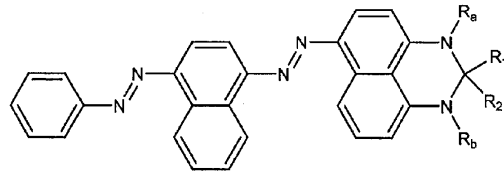
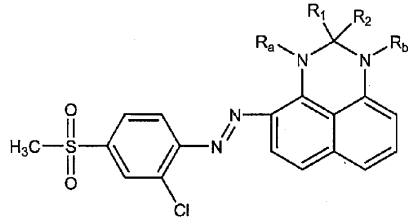
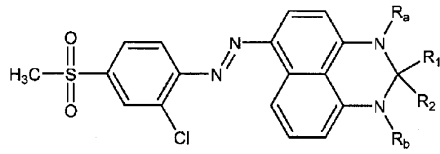
【請求項 12】

前記担体が非晶性成分および結晶性成分を含む、請求項 1 に記載の相変化インク。

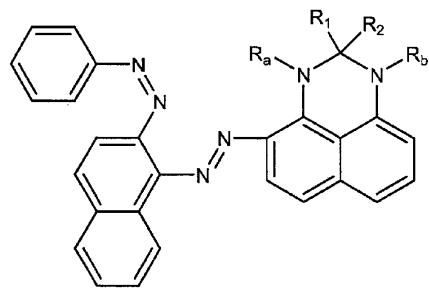
【請求項 13】

相変化インクであって、(I) トリアミドを含む相変化インク担体；および (II) 次式の着色剤化合物

## 【化 1 3】



または



10

20

30

40

を含み、

[ 式中、

( a )  $R_a$  および  $R_b$  はそれぞれ、他方から独立して：

( i ) 水素；

( ii ) 約 1 から約 100 個の炭素を有するアルキル中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；

( iii ) 約 4 から約 24 個の炭素を有するアリール中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；

( iv ) 約 5 から約 100 個の炭素を有するアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリール

50

アルキルを含むアリールアルキル；または

(v) 約5から約100個の炭素を有するアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり；

(b)  $R_1$  および  $R_2$  はそれぞれ、他方から独立して：

(i)  $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つが水素以外であることを条件として、水素；

(ii)  $R_1$  および  $R_2$  がともにアルキルであるとき、 $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つが一実施形態において少なくとも約6個の炭素を有することを条件として、アルキル中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；

(iii) 約4から約24個の炭素を有するアリール中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；

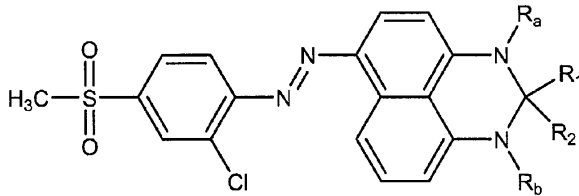
(iv) 約5から約100個の炭素を有するアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；または

(v) 約5から約100個の炭素を有するアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールである]、相変化インク。

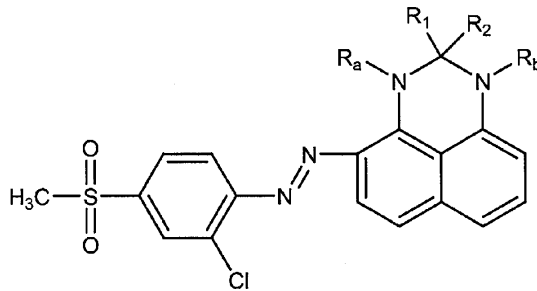
【請求項14】

前記着色剤化合物が式

【化14】



または



の着色剤化合物である、請求項13に記載の相変化インク。

【請求項15】

前記着色剤化合物が式

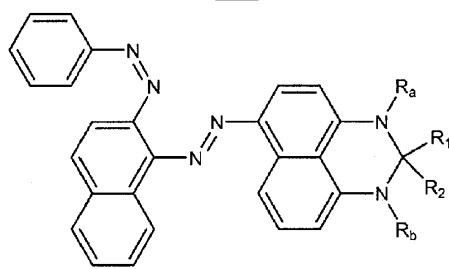
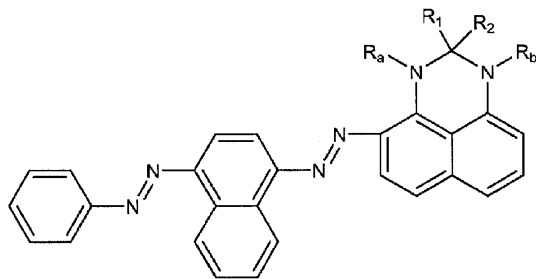
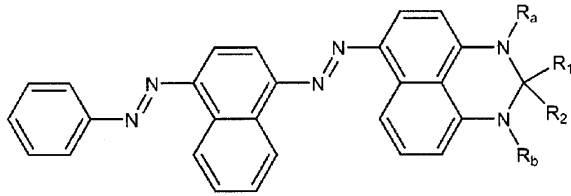
10

20

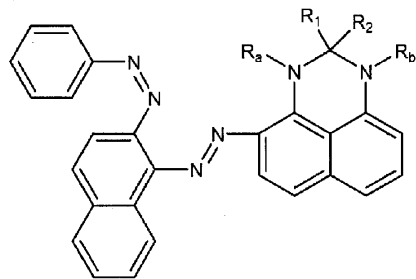
30



## 【化 15】



または



10

20

30

の着色剤化合物である、請求項 13 に記載の相変化インク。

## 【請求項 16】

前記担体が分岐トリアミドを含む、請求項 13 に記載の相変化インク。

## 【請求項 17】

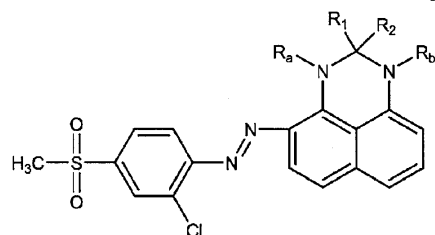
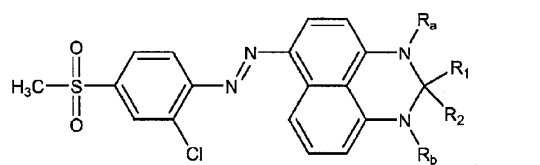
前記担体がトリアミド、モノアミド、ポリエチレンワックスおよびウレタン樹脂を含む、請求項 13 に記載の相変化インク。

## 【請求項 18】

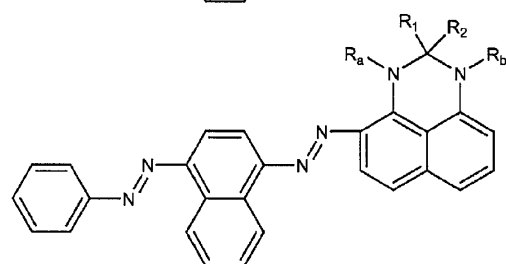
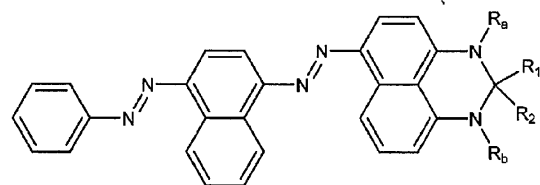
相変化インクであって、(I)分岐トリアミド、モノアミド、ポリエチレンワックスおよびウレタン樹脂を含む相変化インク担体；および(II)次式の着色剤化合物

40

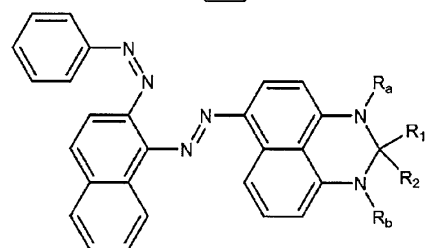
## 【化 1 6】



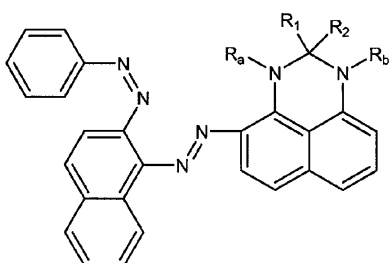
10



20



または



30

40

を含み、

〔式中、

( a )  $R_a$  および  $R_b$  はそれぞれ、他方から独立して：

( i ) 水素；

( ii ) 約 1 から約 100 個の炭素を有するアルキル中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；

( iii ) 約 4 から約 24 個の炭素を有するアリール中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；

50

( i v ) 約 5 から約 1 0 0 個の炭素を有するアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル ; または

( v ) 約 5 から約 1 0 0 個の炭素を有するアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり ;

( b )  $R_1$  および  $R_2$  はそれぞれ、他方から独立して :

( i )  $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも 1 つが水素以外であることを条件として、水素 ;

( i i )  $R_1$  および  $R_2$  がともにアルキルであるとき、 $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも 1 つが一実施形態において少なくとも約 6 個の炭素を有することを条件として、アルキル中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル ;

( i i i ) 約 4 から約 2 4 個の炭素を有するアリール中にヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール ;

( i v ) 約 5 から約 1 0 0 個の炭素を有するアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル ; または

( v ) 約 5 から約 1 0 0 個の炭素を有するアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が任意に存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり ;

ここで、 $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも 1 つが少なくとも約 1 2 個の炭素を有する ]、相変化インク。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、相変化インクに関する。

【背景技術】

【0002】

多くの既知の着色剤化合物は、相変化インク担体中で可溶性ではない。さらに、顔料着色剤は、一般に本来微粒子であるので、選択された担体中で分子レベルで可溶性である染料着色剤とは対照的に、インク担体内で顔料の沈降などの不都合を示し、インクジェット印字ヘッドの詰まりなどの困難を引き起こしかねない。したがって、相変化インク担体中で可溶性である、金属を含まない染料系着色剤を含有するインクが引き続き望まれている。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0003】

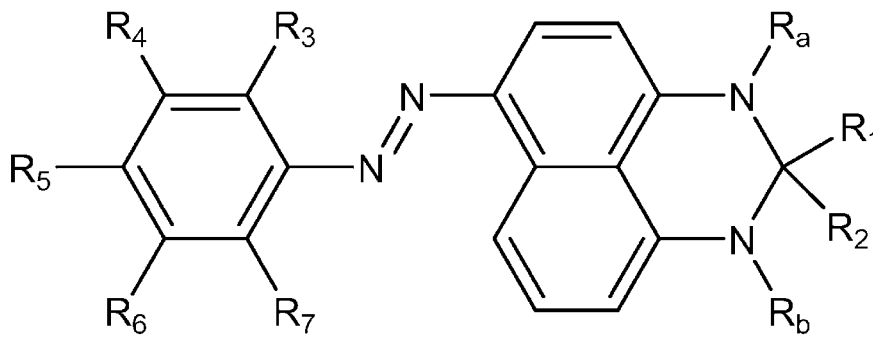
本明細書において、( I ) 相変化インク担体 ; および ( I I ) 式

10

20

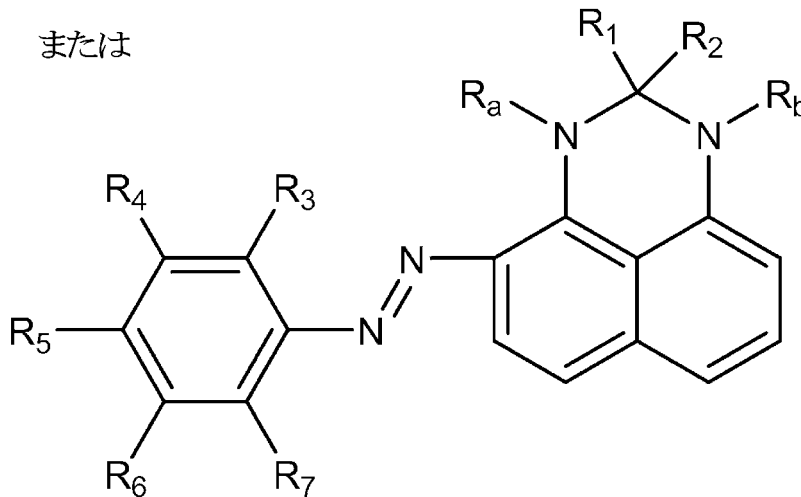
30

## 【化1】



10

または



20

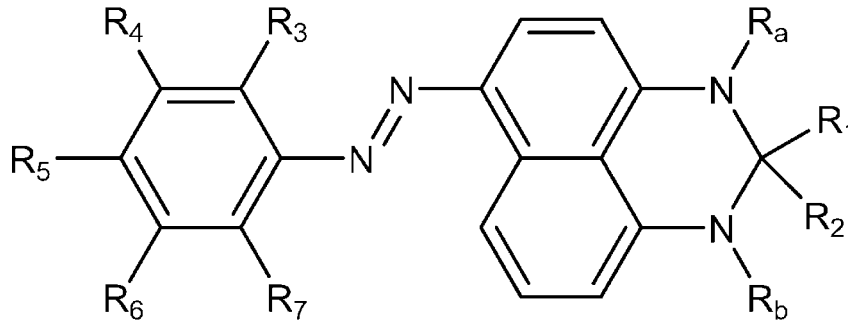
の着色剤化合物を含む相変化インクが開示される〔式中、(a)  $R_a$  および  $R_b$  はそれぞれ、他方から独立して、(i) 水素；(ii) アルキル中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換アルキルを含むアルキル；(iii) アリール中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換アリールを含むアリール；(iv) アリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；または(v) アルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり；(b)  $R_1$  および  $R_2$  はそれぞれ、他方から独立して(i)  $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つが水素以外であることを条件として、水素；(ii)  $R_1$  および  $R_2$  がともにアルキルであるとき  $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つは少なくとも約6個の炭素を有することを条件として、アルキル中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；(iii) アリール中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；(iv) アリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；または(v) アルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり；(c)  $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$ 、 $R_6$  および  $R_7$  はそれぞれ、他方から独立して、(1) アルキル中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；(2) アリール中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；(3) アリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；(4) アルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換の

30

40

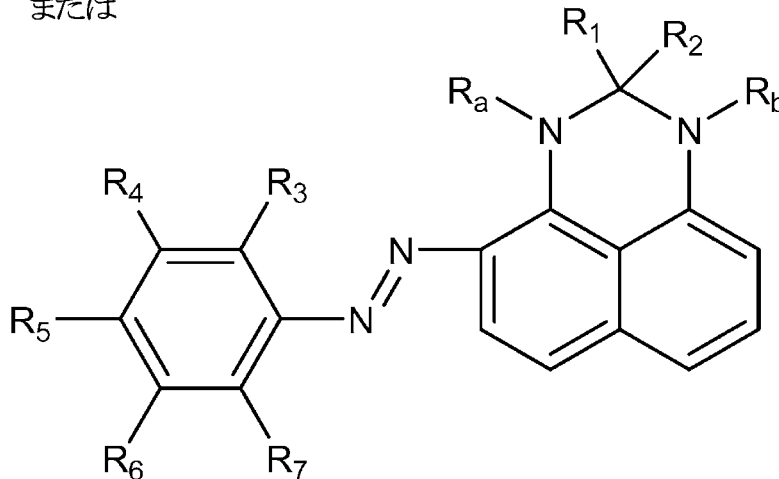
50

アルキルアリールを含むアルキルアリール；または（５）水素、アルキル、アリール、ア  
 リールアルキルまたはアルキルアリール以外の置換基であり；ここで、 $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$   
 $R_6$  および  $R_7$  の２つ以上は一緒に結合して環を形成することができる。］。また、（  
 I）相変化インク担体；および（II）式  
 【化２】



10

または



20

30

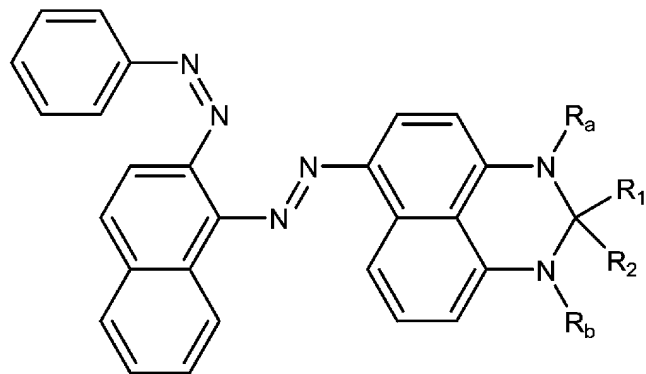
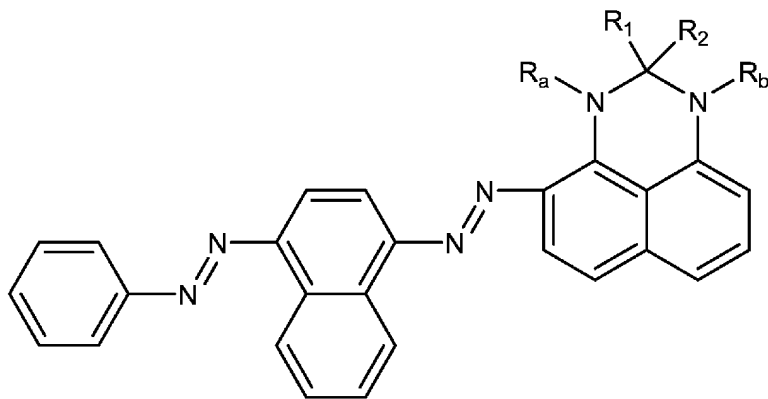
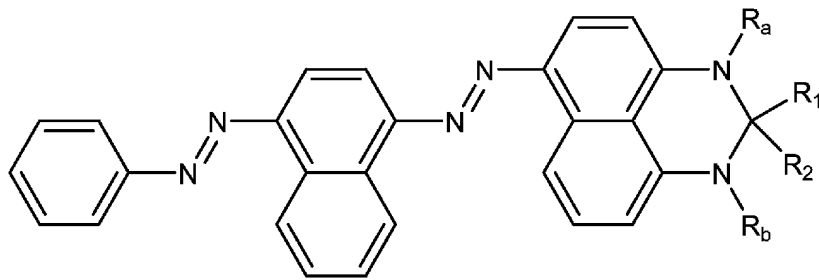
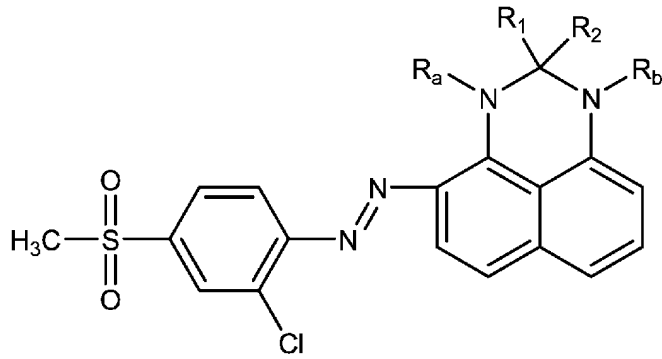
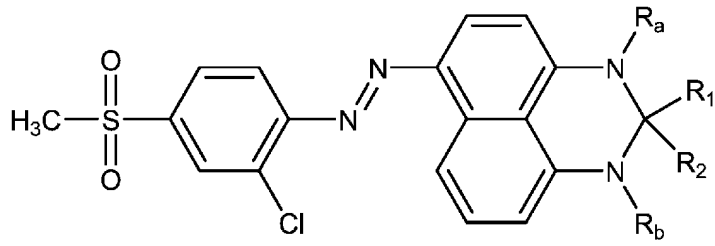
の着色剤化合物を含む相変化インク組成物が開示される〔式中、（a） $R_a$  および  $R_b$   
 はそれぞれ、他方から独立して、（i）水素；（ii）約１から約１００個の炭素を有す  
 るアルキル中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキ  
 ル；（iii）約４から約２４個の炭素を有するアリール中にヘテロ原子が存在してもよ  
 い、置換および非置換のアリールを含むアリール；（iv）約５から約１００個の炭素を  
 有するアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在し  
 てもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；または（v）  
 約５から約１００個の炭素を有するアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のい  
 ずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアル  
 キルアリールであり；（b） $R_1$  および  $R_2$  はそれぞれ、他方から独立して、（i） $R_1$   
 および  $R_2$  の少なくとも１つが水素以外であることを条件として、水素；（ii） $R_1$  お  
 よび  $R_2$  がともにアルキルであるとき  $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも１つが少なくとも約６  
 個の炭素を有することを条件として、アルキル中にヘテロ原子が存在してもよい、置換お  
 よび非置換のアルキルを含むアルキル；（iii）約４から約２４個の炭素を有するアリ  
 ール中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；（  
 iv）約５から約１００個の炭素を有するアリールアルキルのアリールまたはアルキル部  
 分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを  
 含むアリールアルキル；または（v）約５から約１００個の炭素を有するアルキルアリ  
 ールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換お  
 よび非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり；（c） $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$ 、 $R_6$

40

50

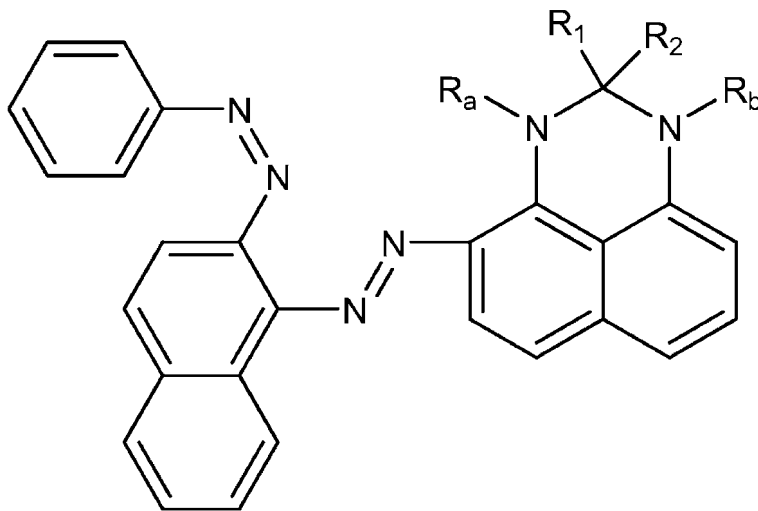
および  $R_7$  はそれぞれ、他方から独立して、(1) 約 1 から約 100 個の炭素を有するアルキル中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；(2) 約 4 から約 24 個の炭素を有するアリール中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換アリールを含むアリール；(3) 約 5 から約 100 個の炭素を有するアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；(4) 約 5 から約 100 個の炭素を有するアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリール；または(5) ハロゲン、ヒドロキシ、アミノ、イミン、アンモニウム、ピリジン、ピリジニウム、エーテル、アルデヒド、ケトン、エステル、アミド、カルボニル、チオカルボニル、スルファート、スルホナート、スルホン酸、スルフィド、スルホキシド、ホスフィン、ホスホニウム、ホスファート、ホスホナート、ニトリル、メルカプト、ニトロ、ニトロソ、スルホン、アシル、酸無水物、アジド、アゾ、シアナート、イソシアナート、チオシアナート、イソチオシアナート、カルボキシラート、カルボン酸、カルバマート、カルバミド、シリル、シロキシル、シランまたはその組み合わせである、水素、アルキル、アリール、アリールアルキルまたはアルキルアリール以外の置換基であり；ここで、 $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$ 、 $R_6$  および  $R_7$  の 2 つ以上は一緒に結合して環を形成することができる。]。さらに、(I) 分岐トリアミド、モノアミド、ポリエチレンワックスおよびウレタン樹脂を含む相変化インク担体；および (II) 式

## 【化 3 - 1】



または

## 【化 3 - 2】



10

の着色剤化合物を含む相変化インク組成物が開示される〔式中、(a)  $R_a$  および  $R_b$  はそれぞれ、他方から独立して、(i) 水素；(ii)  $R_1$  および  $R_2$  がともにアルキルであるとき  $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つは少なくとも約6個の炭素を有することを条件として、アルキル中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；(iii) 約4から約24個の炭素を有するアリール中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；(iv) 約5から約100個の炭素を有するアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；または(v) 約5から約100個の炭素を有するアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり；(b)  $R_1$  および  $R_2$  はそれぞれ、他方から独立して、(i)  $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つが水素以外であることを条件として、水素；(ii) 約6から約100個の炭素を有するアルキル中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換アルキルを含むアルキル；(iii) 約4から約24個の炭素を有するアリール中にヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換アリールを含むアリール；(iv) 約5から約100個の炭素を有するアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；または(v) 約5から約100個の炭素を有するアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかにヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり；ここで、 $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つは少なくとも約12個の炭素を有する。〕。

20

30

## 【図面の簡単な説明】

## 【0004】

【図1】図1は、実施例I、パートBで調製された物質の紫外可視スペクトルである。

【図2】図2は、実施例IIで調製された物質の紫外可視スペクトルである。

## 【発明を実施するための形態】

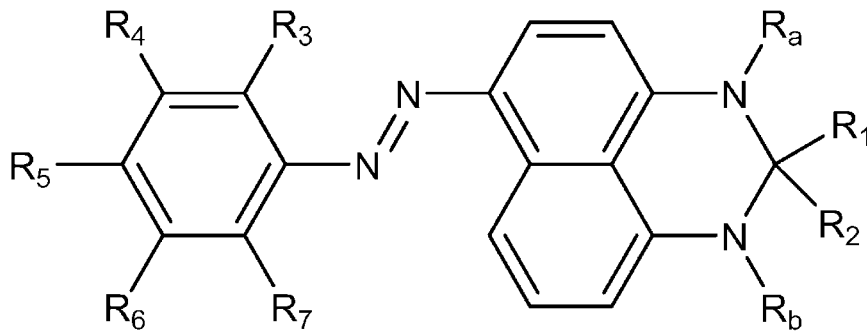
## 【0005】

本明細書において、式

40

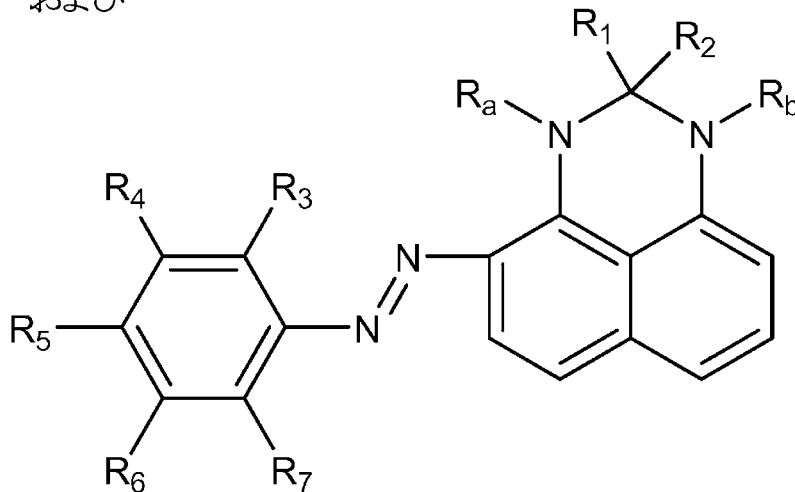


## 【化4】



10

および



20

の着色剤が開示される

[式中、

(a)  $R_a$  および  $R_b$  はそれぞれ、他方から独立して、

(i) 水素；

30

(ii) 一実施形態において少なくとも約1個の炭素を有する、別の実施形態において少なくとも約6個の炭素を有する、また別の実施形態において少なくとも約12個の炭素を有する、なお別の実施形態において少なくとも約16個の炭素を有する、および一実施形態において約100個以下の炭素を有する、別の実施形態において約50個以下の炭素を有する、およびまた別の実施形態において約18個以下の炭素を有するアルキル中に、例えば酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；

(iii) 一実施形態において少なくとも約4個の炭素、別の実施形態において少なくとも約5個の炭素、また別の実施形態において少なくとも約6個の炭素、一実施形態において約24個以下の炭素、別の実施形態において約18個以下の炭素、また別の実施形態において約12個以下の炭素を有するアリール中に、例えば、酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；

40

(iv) 一実施形態において少なくとも約5個の炭素、別の実施形態において少なくとも約6個の炭素、また別の実施形態において少なくとも約7個の炭素、一実施形態において約100個以下の炭素、別の実施形態において約50個以下の炭素、また別の実施形態において約18個以下の炭素を有する、ベンジルなどのアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかに、例えば、酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、アリールアルキルのアルキル部分が、直鎖または分岐、飽和または不飽和、環式または非環式、および置換または非置換であってもよい、置換

50

および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；または

(v) 一実施形態において少なくとも約5炭素、別の実施形態において少なくとも約6個の炭素、また別の実施形態において少なくとも約7個の炭素、一実施形態において約100個以下の炭素、別の実施形態において約50個以下の炭素、また別の実施形態において約18個以下の炭素有する、トリルなどのアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかに、例えば酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、アルキルアリールのアルキル部分が、直鎖または分岐、飽和または不飽和、環式または非環式、および置換または非置換であってもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり；

(b)  $R_1$  および  $R_2$  はそれぞれ、他方から独立して、

(i)  $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つが水素以外であることを条件として、水素；  
(ii)  $R_1$  および  $R_2$  がともにアルキルであるとき、 $R_1$  および  $R_2$  の少なくとも1つは一実施形態において少なくとも約6個の炭素、または少なくとも約12個の炭素、または少なくとも約16個の炭素有することを条件として、少なくとも約6個の炭素、少なくとも約12個の炭素、少なくとも約16個の炭素、約100個以下の炭素、約50個以下の炭素、約18個以下の炭素のアルキル中に、例えば酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；

(iii) 一実施形態において少なくとも約4個の炭素、少なくとも約5個の炭素、少なくとも約6個の炭素、約24個以下の炭素、約18個以下の炭素、約12個以下の炭素有するアリールに、例えば酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；

(iv) アリールアルキルのアルキル部分が直鎖または分岐、飽和または不飽和、環式または非環式、および置換または非置換であってもよく、一実施形態において少なくとも約5個の炭素、少なくとも約6個の炭素、少なくとも約7個の炭素、約100個以下の炭素、約50個以下の炭素、約18個以下の炭素有する、ベンジルなどのアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかに、例えば酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；または

(v) 一実施形態において少なくとも約5個の炭素、少なくとも約6個の炭素、少なくとも約7個の炭素、約100個以下の炭素、約50個以下の炭素、約18個以下の炭素有する、トリルなどのアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかに、例えば酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、アルキルアリールのアルキル部分が、直鎖または分岐、飽和または不飽和、環式または非環式、および置換または非置換であってもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリールであり；

(c)  $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$ 、 $R_6$  および  $R_7$  はそれぞれ、他方から独立して、

(1) 水素；

(2) 一実施形態において少なくとも約1個の炭素、少なくとも約6個の炭素、少なくとも約12個の炭素、約100個以下の炭素、約50個以下の炭素、約18個以下の炭素有するアルキルに、例えば酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアルキルを含むアルキル；

(3) 一実施形態において少なくとも約4個の炭素、少なくとも約5個の炭素、少なくとも約6個の炭素、約24個以下の炭素、約18個以下の炭素、約12個以下の炭素有するアリールに、例えば酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、置換および非置換のアリールを含むアリール；

(4) 一実施形態において少なくとも約5個の炭素、少なくとも約6個の炭素、少なくとも約7個の炭素、約100個以下の炭素、約50個以下の炭素、約18個以下の炭素有するベンジルなどのアリールアルキルのアリールまたはアルキル部分のいずれかに、例えば、酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい

10

20

30

40

50

、アリールアルキルのアルキル部分が直鎖または分岐、飽和または不飽和、環式または非環式、および置換または非置換であってもよい、置換および非置換のアリールアルキルを含むアリールアルキル；

(5) 一実施形態において少なくとも約5個の炭素、少なくとも約6個の炭素、少なくとも約7個の炭素、約100個以下の炭素、約50個以下の炭素、約18個以下の炭素を有する、トリルなどのアルキルアリールのアリールまたはアルキル部分のいずれかに例えば、酸素、窒素、硫黄、シリコン、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもよい、アルキルアリールのアルキル部分が直鎖または分岐、飽和または不飽和、環式または非環式、および置換または非置換であってもよい、置換および非置換のアルキルアリールを含むアルキルアリール；または

(6) 置換基であって、その例が(A)フッ素、塩素、臭素およびヨウ素を含むハロゲン；(B)ヒドロキシ；(C)第一級、第二級および/または第三級アミノ；(D)イミン；(E)アンモニウム；(F)ピリジン；(G)ピリジニウム；(H)エーテル；(I)アルデヒド；(J)ケトン；(K)エステル；(L)アミド；(M)カルボニル；(N)チオカルボニル；(O)スルファート；(P)スルホナート；(Q)スルホン酸；(R)スルフィド；(S)スルホキシド；(T)ホスフィン；(U)ホスホニウム；(V)ホスファート；(W)ホスホナート；(X)ニトリル；(Y)メルカプト；(Z)ニトロ；(AA)ニトロソ；(BB)スルホン；(CC)アシル；(DD)酸無水物；(EE)アジド；(FF)アゾ；(GG)シアナート；(HH)イソシアナート；(II)チオシアナート；(JJ)イソチオシアナート；(KK)カルボキシラート；(LL)カルボン酸；(MM)ウレタン(カルバマート)；(NN)ウレア(カルバミド)；(OO)シリル；(PP)シロキシル；(QQ)シラン；など、ならびにその組み合わせまたは混合物を含む置換基であり；

ここで、 $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$ 、 $R_6$  および  $R_7$  の2つ以上は一緒に結合して環を形成することができ；

置換アルキル、アリール、アリールアルキル、またはアルキルアリール基に存在してもしなくてもよい置換基の例は、(A)から(QQ)などに列挙したもの、ならびにその組み合わせまたは混合物と同じものを含む。]

【0006】

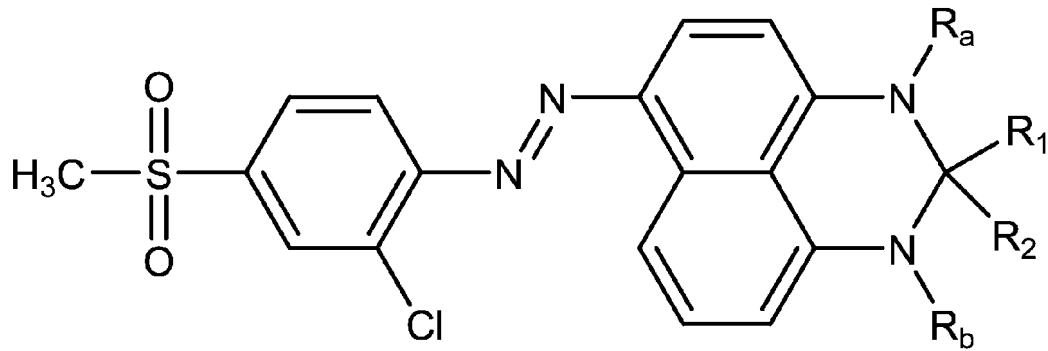
例えば、 $R_3$ 、 $R_4$  および  $R_6$  が水素であり、 $R_7$  が塩素であり、 $R_5$  がメチルに連結したスルホンである場合、本化合物は、次式を有する。

10

20

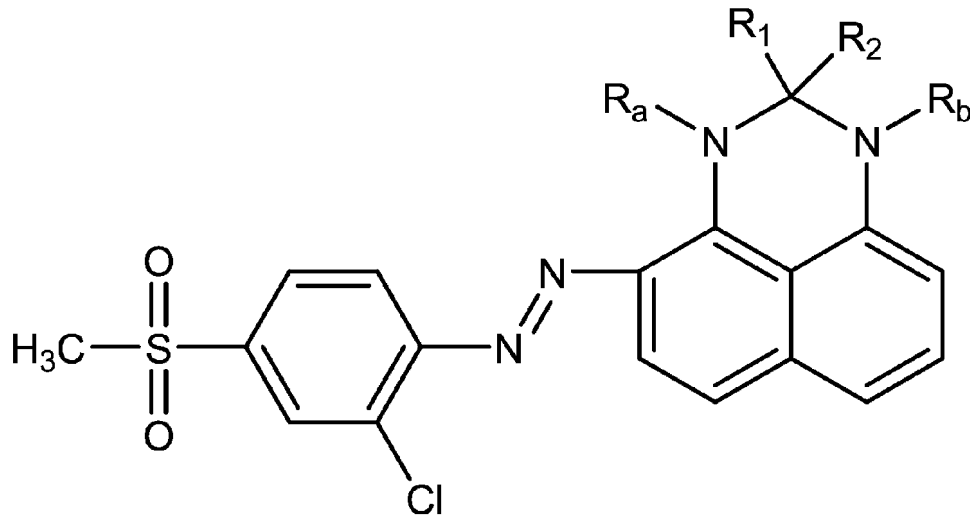
30

【化5】



10

および

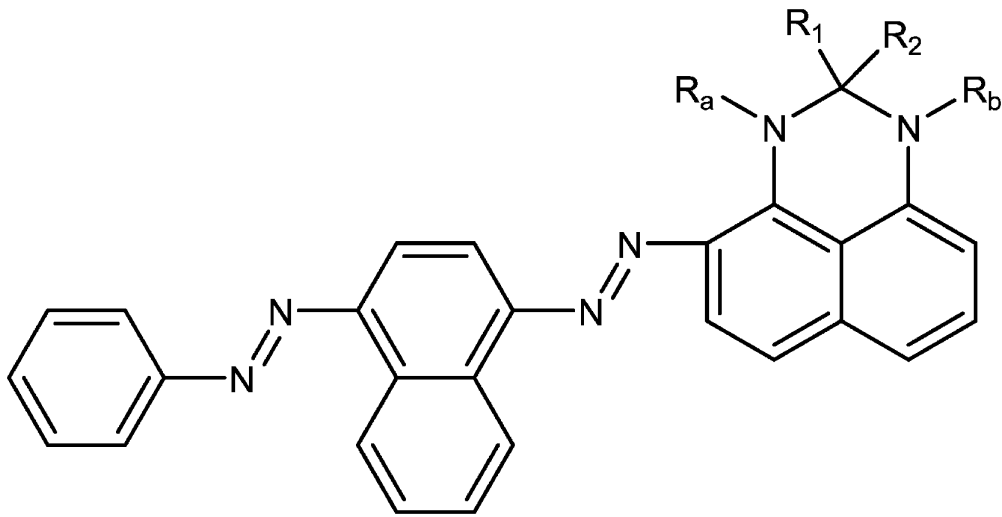
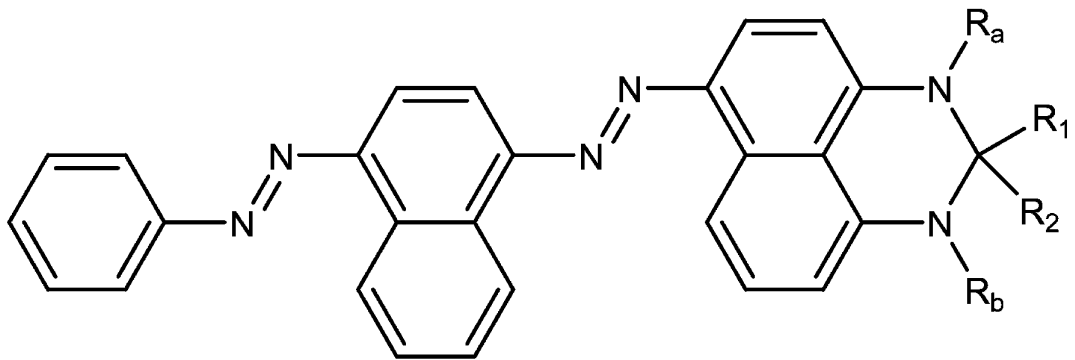


20

R<sub>3</sub> および R<sub>4</sub> が水素であり、R<sub>5</sub> がフェニルに連結したアゾであり、R<sub>6</sub> および R<sub>7</sub> が連結して芳香環を形成する場合、化合物は次式を有する。

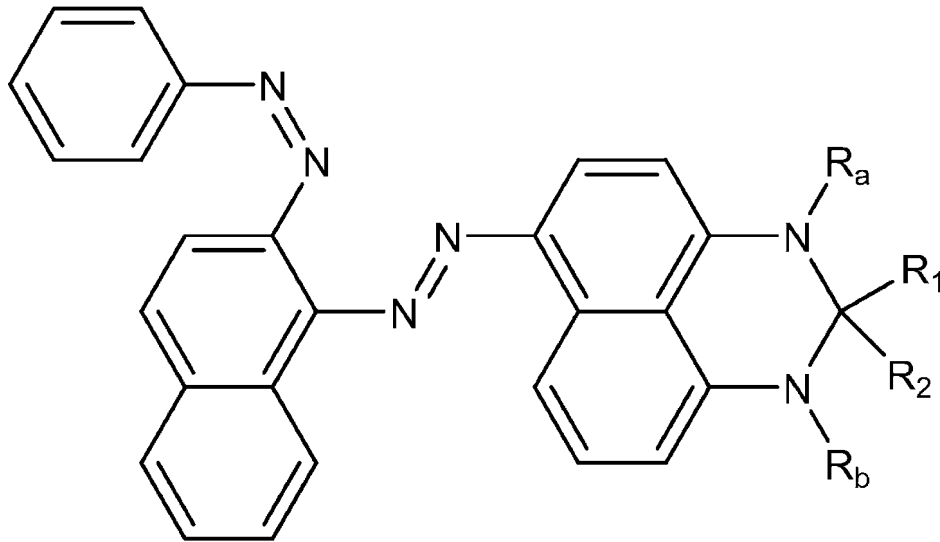
30

【化6】

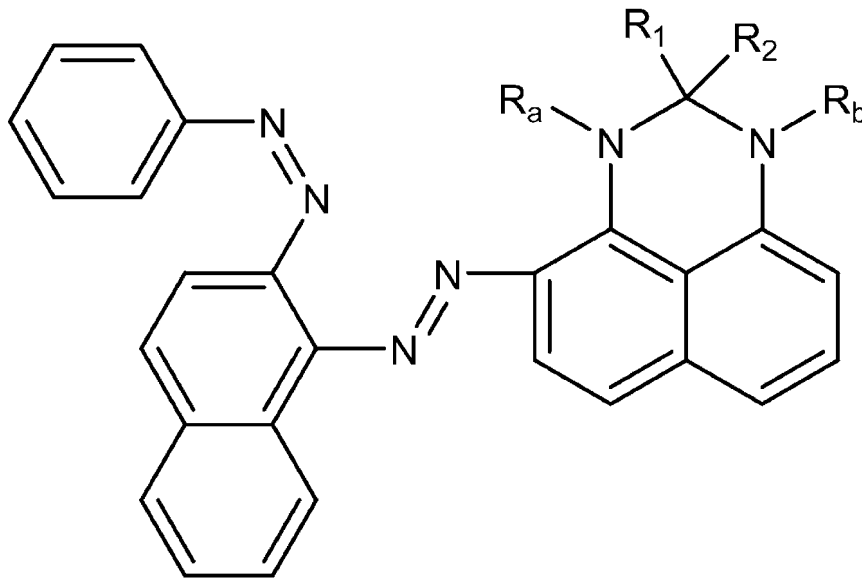


同様に、 $R_4$  および  $R_5$  が水素であり、 $R_3$  がフェニルに連結したアゾであり、 $R_6$  および  $R_7$  が連結して芳香環を形成する場合、化合物は次式を有する。

【化7】



10



20

30

【0007】

適切な R<sub>1</sub> および R<sub>2</sub> 基の特定の例は、以下を含む：

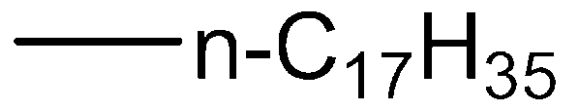
【化8】



40

[式中、nは

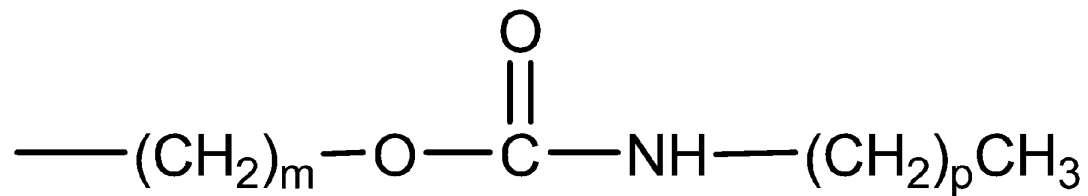
【化 9】



などの約 8 から約 100 である。】；

【化 10】

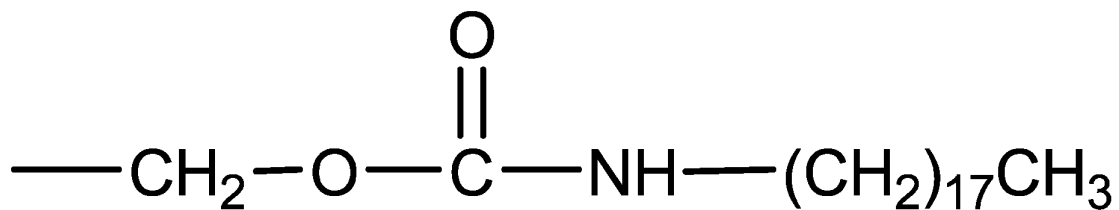
10



20

【式中、 $m + p$  は

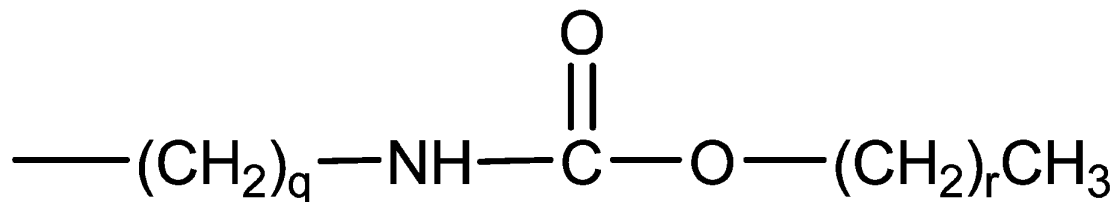
【化 11】



30

などの約 8 から約 100 である。】；

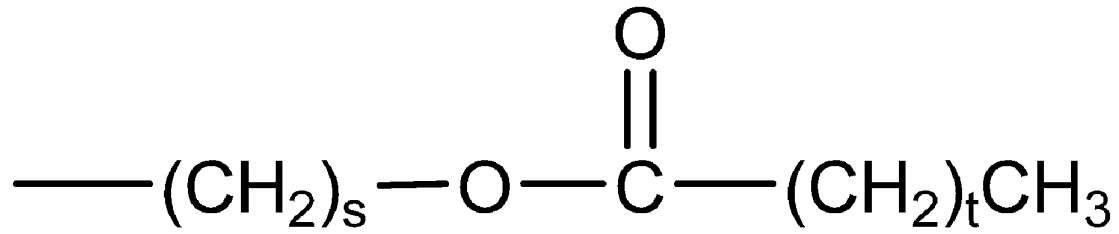
【化 12】



40

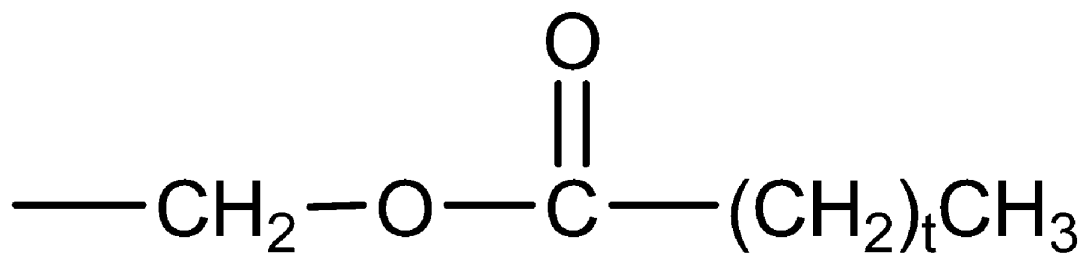
【式中、 $q + r$  は約 8 から約 100 である。】、

【化 1 3】



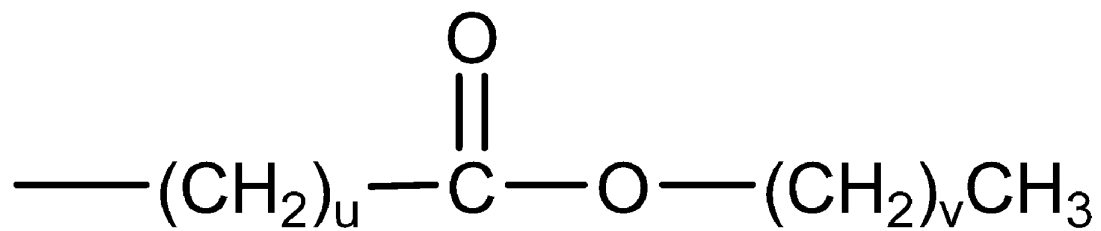
10

[ 式中、s + t は  
【化 1 4】



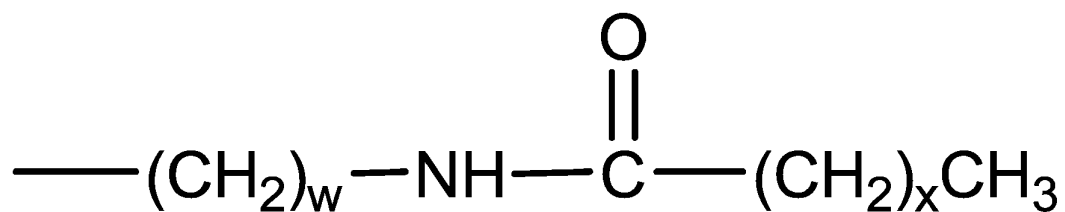
20

などの約 8 から約 100 であり、ここで、t は 11、17、21、27、37 または 47 である ] ;  
【化 1 5】



30

[ 式中、u + v は約 8 から約 100 である。 ]、  
【化 1 6】

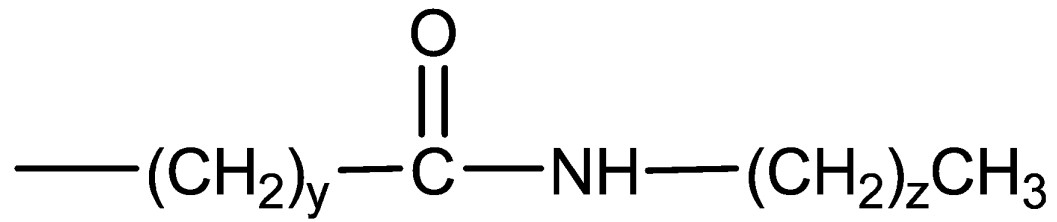


40

[ 式中、w + x は約 8 から約 100 である。 ]、

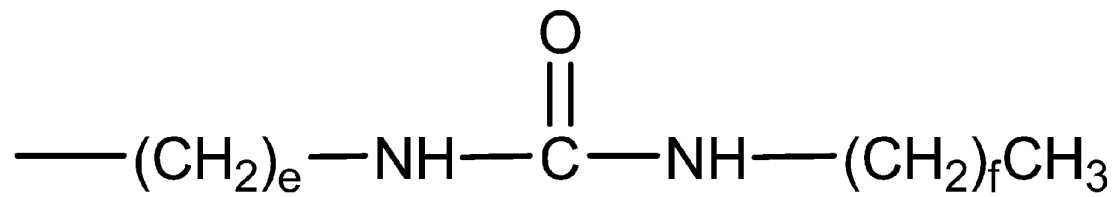


【化 1 7】



10

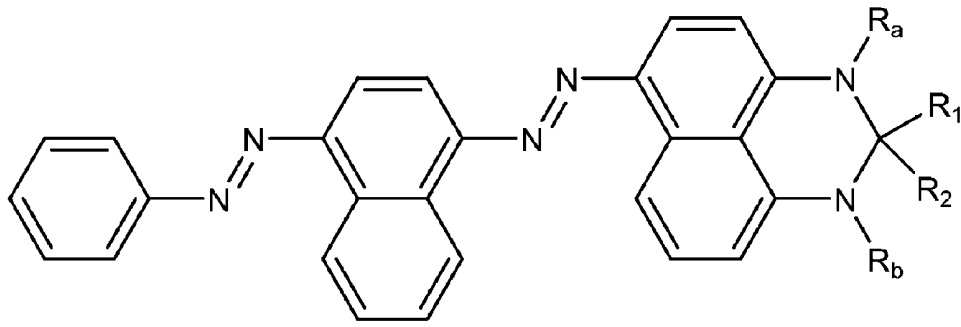
[ 式中、 $y + z$  は約 8 から約 100 である。 ]、  
【化 1 8】



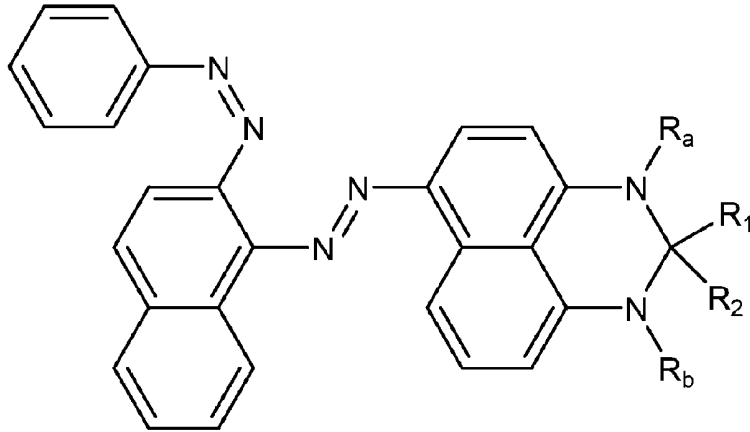
20

[ 式中、 $e + f$  は約 8 から約 100 である。 ] など、ならびにその組み合わせまたは混合物を含む。  
【 0 0 0 8 】

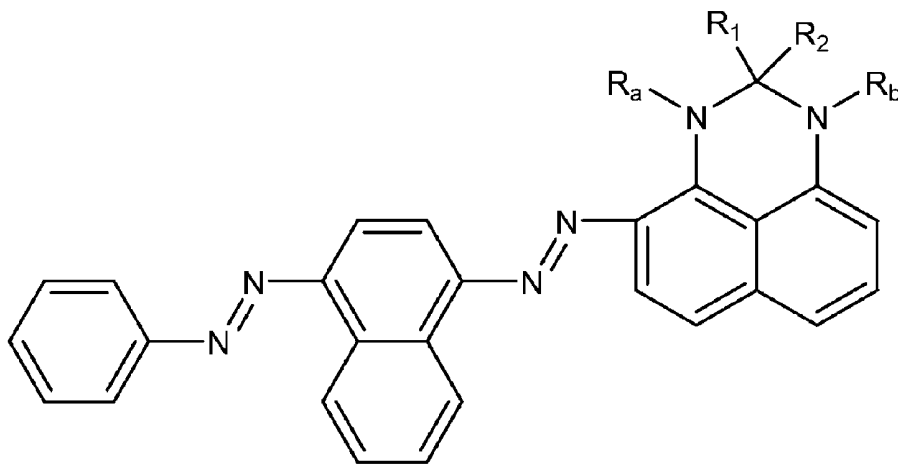
【化19】



10

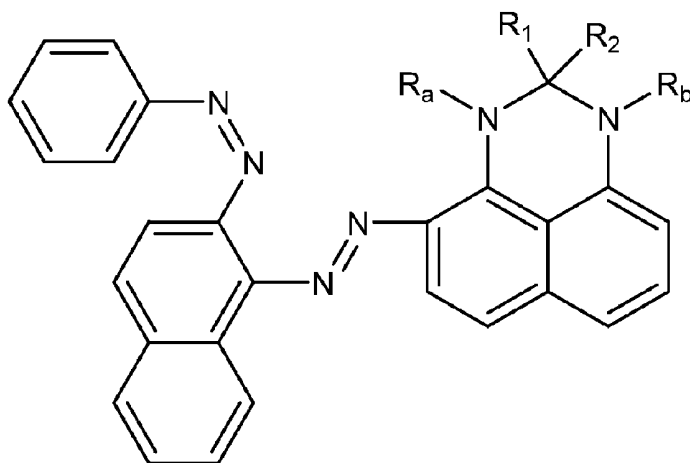


20



30

および



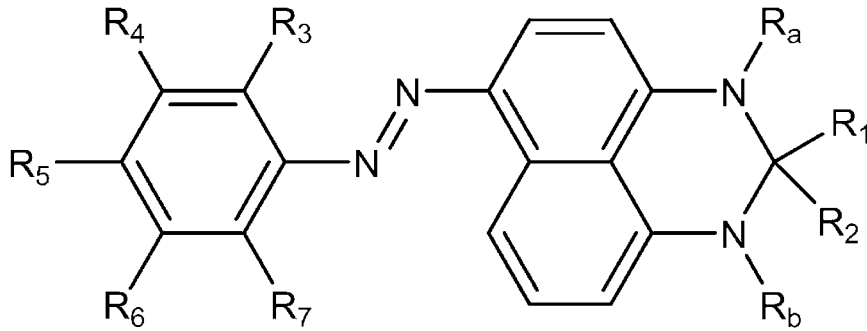
40

の基本構造を有する化合物は、例えば、U. Pfuller、H. Franz、

50

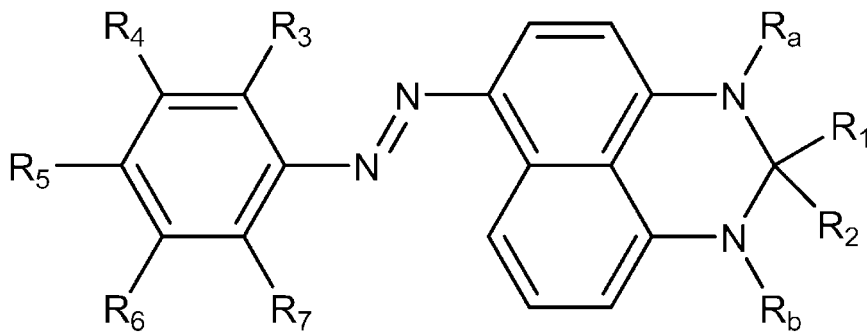
and A. Preiss, *Histochemistry* 54, 237-250 (1977) に開示されたものと類似した方法によって調製することができる。この方法はまた、全体として一般的な式

【化 20】



10

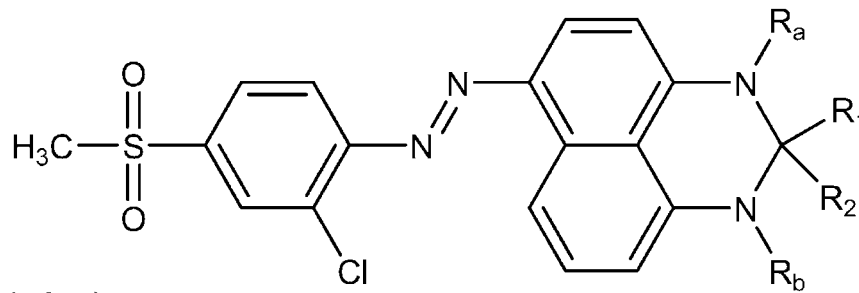
および



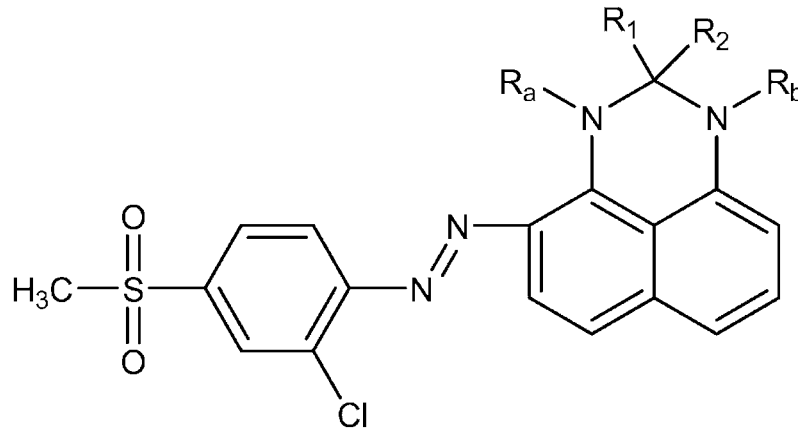
20

の類似した化合物、例えば、式

【化 2 1】



および



10

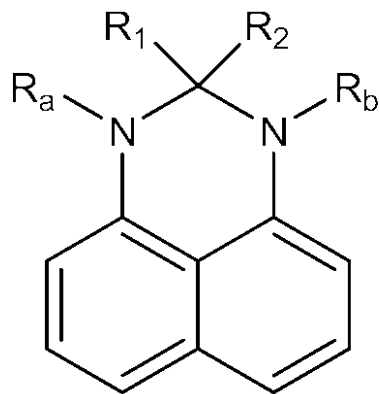
20

の化合物を調製するために使用することができる。

【0009】

代替として、本化合物は、以下のように式

【化 2 2】

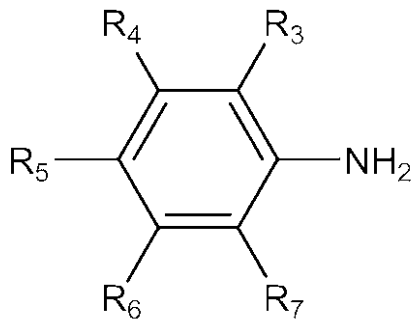


30

40

の「カブラー」をまず得て、それを、亜硝酸またはインサイチューで亜硝酸を生じる別の試薬（ニトロシル硫酸、 $\text{NO}_2$  塩（ $\text{NaNO}_2$  または  $\text{KNO}_2$  など）など）の存在下で、強い無機酸（例えば  $\text{HCl}$  など）などと組み合わせて、式

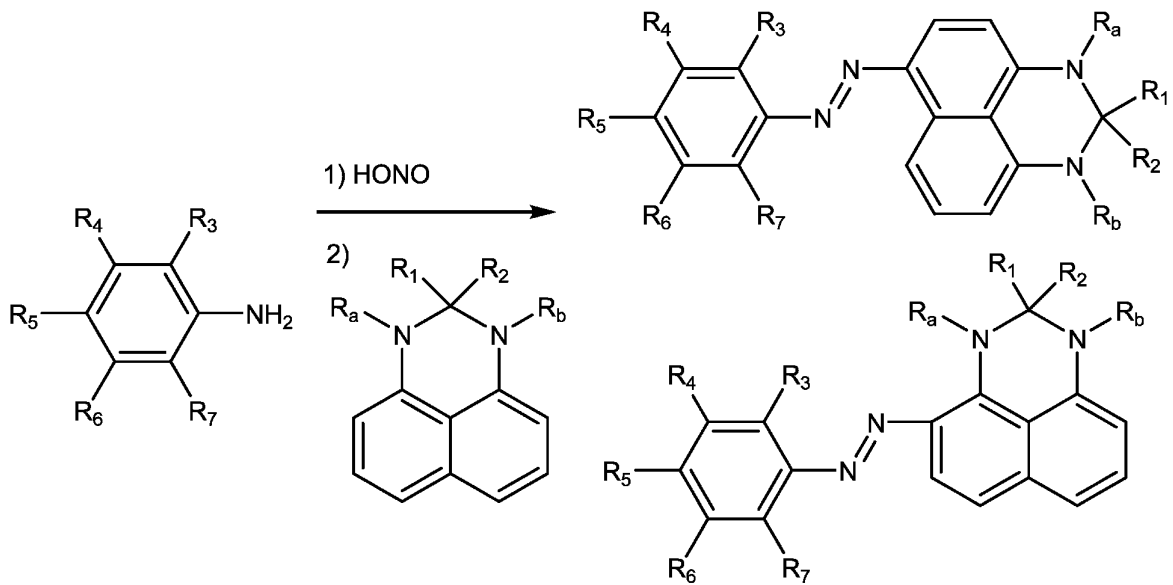
## 【化 2 3】



10

の芳香族アミンと反応させることによって調製することができる。

## 【化 2 4】

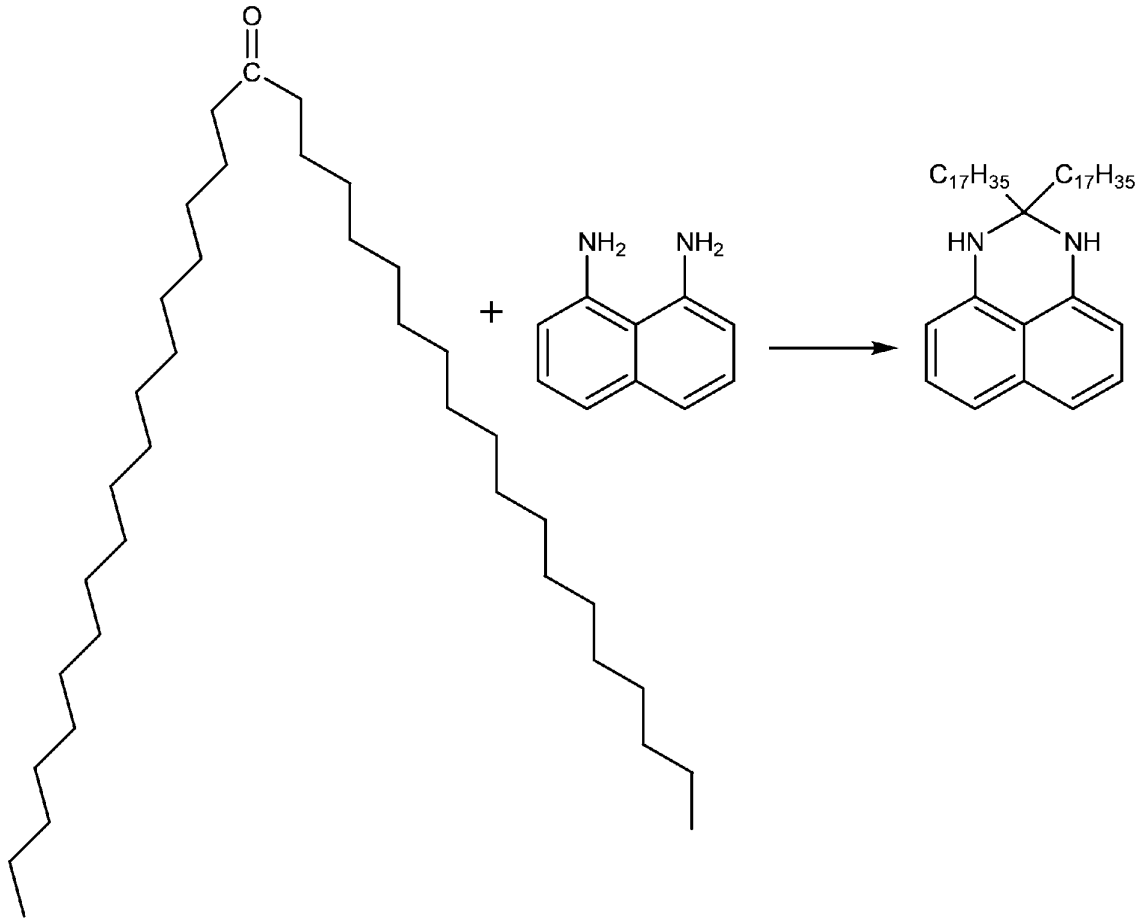


20

30

所望の  $\text{R}_1$  および  $\text{R}_2$  基を有するカプラー化合物は、1、8 - ジアミノナフタレンを好適なケトンと反応させることによって調製することができる。例えば、ステアロンとの反応は、どちらも  $(\text{CH}_2)_{17}\text{CH}_3$  である  $\text{R}_1$  および  $\text{R}_2$  を与える。

## 【化 2 5】

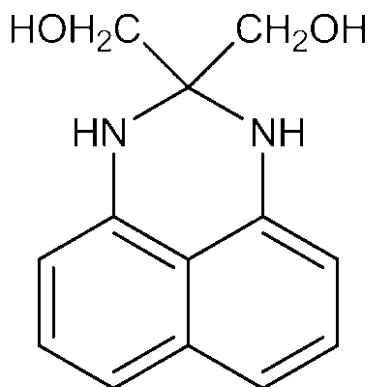


10

20

このケトンに官能基を組み込むことによって、カブラーの形成に続く R<sub>1</sub> および R<sub>2</sub> 基のさらなる反応を可能にする。例えば、ケトンがジヒドロキシアセトンである場合、カブラーは次式のものである。

## 【化 2 6】



30

40

この化合物のさらなる反応で、既知方法によって、酸、エステル、アミド、カルバマート、または類似の化合物を作ることができる。

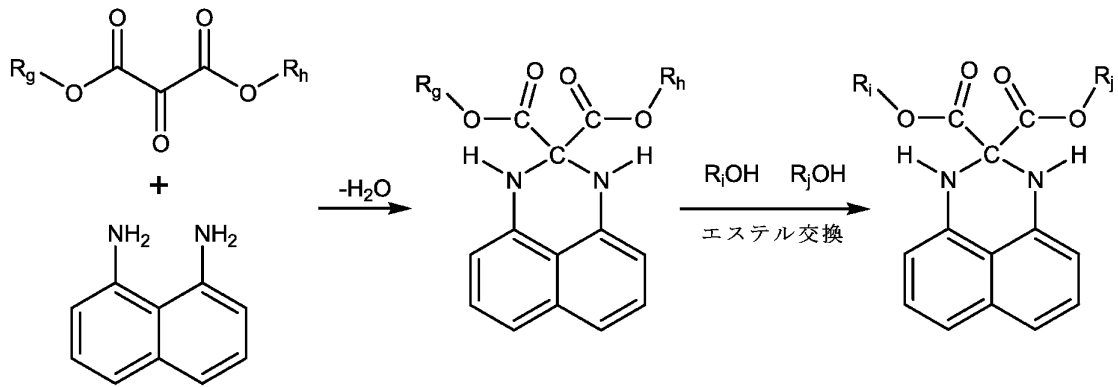
## 【0010】

代替として、カブラー化合物は、以下のように、アルドリッチ・ケミカル社 (Aldrich Chemical Co.) (ミルウォーキー、ワイオミング州 (Milwaukee, WI)) から入手可能なメソシュウ酸ジエチルなどの単純な開始物質を使用して

50

エステル交換反応プロセスによって調製することができる。

【化 27】



10

【0011】

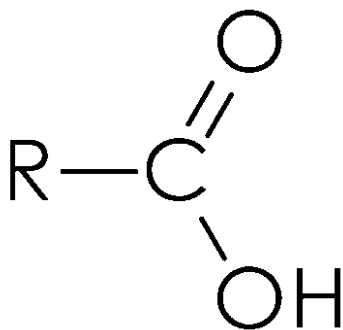
所望の色度または色相を得るために、着色剤は、一実施形態においてインクの少なくとも約 0.1 重量%、別の実施形態においてインクの少なくとも約 0.5 重量%、少なくとも約 1 重量%、少なくとも約 2 重量%、少なくとも約 3 重量%の、約 20 重量%以下、約 13 重量%以下、約 10 重量%以下の所望のまたは効果的な量でインク中に存在する。

20

【0012】

適切なインク担体物質の例は、例えばモノアミド、トリアミド、テトラアミド、その混合物などの脂肪アミドを含む。適切な脂肪アミドインク担体物質の特定の例は、ステアリンステアリン酸アミド、ダイマー酸、エチレンジアミンの反応生成物であるダイマー酸系テトラアミド、ならびにダイマー酸、エチレンジアミンおよび少なくとも約 36 個の炭素原子を有するカルボン酸の反応生成物であるステアリン酸 - ダイマー酸系テトラアミド、ならびにその混合物を含む。脂肪アミドインク担体が、ダイマー酸、エチレンジアミン、および少なくとも約 36 個の炭素原子を有するカルボン酸の反応生成物であるダイマー酸系テトラアミドである場合、カルボン酸は一般式

【化 28】

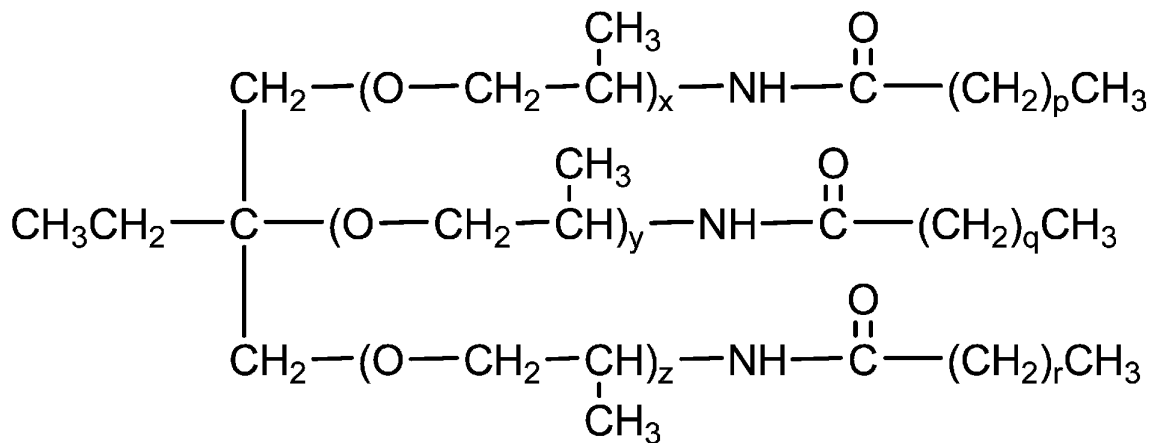


30

40

のものである [ 式中、R は、直鎖、分岐、飽和、不飽和および環式のアルキル基を含むアルキル基であり、一実施形態において前記アルキル基は、少なくとも約 36 個の炭素原子、少なくとも約 40 個の炭素原子、約 200 個以下の炭素原子、約 150 個以下の炭素原子、約 100 個以下の炭素原子を有する。 ]。この式のカルボン酸は、例えば、ベーカー・ペトロライト (タルサ、オクラホマ州) ( Baker Petrolite, Tulsa, OK ) から市販されている。特定の一実施形態において、分岐トリアミドは次式のものである

【化 2 9】



10

【式中、 $x$ 、 $y$ および $z$ は、それぞれ独立してプロピレンオキシ繰り返し単位の数を表し、 $x + y + z$ は約5から約6であり、ここで、 $p$ 、 $q$ および $r$ は繰り返し( $\text{CH}_2$ )単位の数を表す整数であり、ここで、 $p$ 、 $q$ および $r$ はそれぞれ、他方から独立して約34から約40である】。

【0013】

20

また相変化インク担体物質として適切なものは、例えばウレタンイソシアナート由来物質、ウレアイソシアナート由来物質、ウレタン/ウレアイソシアナート由来物質、またはその混合物などのイソシアナート由来の樹脂およびワックスである。追加の適切な相変化インク担体物質は、パラフィン、微晶質ワックス、ポリエチレンワックス、エステルワックス、アミドワックス、脂肪酸、脂肪族アルコール、脂肪アミドおよび他のワックス状物質、スルホンアミド物質、種々の天然供給源（例えば、トール油ロジンおよびロジンエステルなど）から作製された樹脂質の物質、および多くの合成樹脂、オリゴマー、ポリマーおよびコポリマー（例えばエチレン/酢酸ビニルコポリマー、エチレン/アクリル酸コポリマー、エチレン/酢酸ビニル/アクリル酸コポリマー、ポリアミドとのアクリル酸のコポリマーなど、アイオノマーなど）、ならびにその混合物を含む。

30

【0014】

適切なワックスの特定の例は、ベーカー・ペトロライト社（タルサ、オクラホマ州）から入手可能なPE500およびPE655、サゾール（Sasol）ワックス・アメリカ社（シェルトン、コネティカット州）から入手可能なフィッシャー・トロプシュワックスなどのポリエチレンワックスを含む。適切な非晶性物質の例は、オキサゾリンおよびオキサゾリン誘導体、クエン酸のエステル、イソソルピドオリゴマー、ポリテルペン樹脂、非晶性ロジンおよびロジンエステルなど、ならびにその混合物を含む。適切な結晶性物質の例は、酒石酸の結晶性芳香族モノエステル、結晶性ジエステル、結晶性エステル、結晶性芳香族アミド、結晶性オキサゾリン、trans-ケイ皮ジエステルなど、ならびにその混合物を含む。

40

【0015】

インク担体（着色剤以外のインク成分すべてとして定義する）は、一実施形態においてインクの少なくとも約0.1重量%、または少なくとも約50重量%、または少なくとも約90重量%、または約99重量%以下、または約98重量%以下、または約95重量%以下の所望のまたは効果的な量で相変化インク中に存在する。

【0016】

インクはまた抗酸化剤を含むことができる。インク組成物の任意選択の抗酸化剤は、酸化から画像を保護し、またインク調製プロセスの加熱段階の間の酸化からインク成分を保護する。適切な抗酸化剤の例は、NAUGUARD（登録商標）524、NAUGUARD（登録商標）76およびNAUGUARD（登録商標）512（ユニロイヤル・ケミカ

50



ル社（オクスフォード、コネティカット州）（Uniroyal Chemical Company、Oxford、CT）から市販）、IRGANOX（登録商標）1010（チバガイギー社（Ciba Geigy）から市販）などを含む。任意選択の抗酸化剤が存在する場合、一実施形態においてインクの少なくとも約0.01重量%、または少なくとも約0.1重量%、または少なくとも約1重量%、または約20%以下、または約5重量%以下、および約3重量%以下の抗酸化剤がインク中に存在する。

【0017】

他の任意選択のインク添加物には、一実施形態においてインクの少なくとも約0.01重量%、少なくとも約0.1重量%、少なくとも約5重量%、インクの約98重量%以下、約50重量%以下、約10重量%以下の量のUNION CAMP（登録商標）X37-523-235（Union Campから市販）などの清澄剤、一実施形態においてインクの少なくとも約0.1重量%、インクの少なくとも約5重量%、また別の実施形態においてインクの少なくとも約10重量%、インクの約98重量%以下、約75重量%以下、約50重量%以下の量の、水素化アピエチン（ロジン）酸のグリセリンエステルであるFORAL（登録商標）85（ハーキュリーズ社（Hercules）から市販）、ヒドロアピエチン（ロジン）酸のペンタエリトリールエステルであるFORAL（登録商標）105（ハーキュリーズ社から市販）、フタル酸のヒドロアピエチン（ロジン）アルコールエステルであるCELLOLYN（登録商標）21（ハーキュリーズ社から市販）、水素化アピエチン（ロジン）酸のトリグリセリドであるアラカワKE-311およびKE-100レジン（荒川化学工業株式会社から市販）、NEVTAC（登録商標）2300、NEVTAC（登録商標）100およびNEVTAC（登録商標）80などの合成ポリテルペン樹脂（ネヴィル・ケミカル社（Neville Chemical Company）から市販）、変性合成ポリテルペン樹脂であるWINGTACK（登録商標）86（グッドイヤー社から市販）などの粘着性付与剤、一実施形態においてインクの少なくとも約0.1重量%、少なくとも約1重量%、少なくとも約5重量%、インクの約98重量%以下、約50重量%以下、約10重量%以下の量の、VERSAMID（登録商標）757、759または744（ヘンケルから市販）などの接着剤、一実施形態においてインクの少なくとも約0.1重量%、少なくとも約1重量%、少なくとも約2重量%、インクの約50重量%以下、約30重量%以下、約10重量%以下の量の、UNIPLIX（登録商標）250（ユニプレックス社（Uniplex）から市販）、SANTICIZER（登録商標）の商品名でモンサント社（Monsanto）から市販されているフタル酸エステル可塑剤（フタル酸ジオクチル、フタル酸ジウンデシル、フタル酸アルキルベンジル（SANTICIZER（登録商標）278）、リン酸トリフェニル（モンサント社から市販）など）、リン酸トリブトキシエチルであるKP-140（登録商標）（FMC社から市販）、フタル酸ジシクロヘキシルであるMORFLEX（登録商標）150（Morflex Chemical社から市販）、トリメリット酸トリオクチル（イーストマン・コダック社（Eastman Kodak）から市販）などの可塑剤が含まれる。

【0018】

本明細書において開示されるインクは相変化インクである。これは、これらが約25の温度で固体であり、少なくとも約40以上の温度で熔融したとき液体であることを意味する。

【0019】

本インク組成物は、一実施形態において約50以上、別の実施形態において約60以上、また別の実施形態において約70以上のピーク融点を有し、一実施形態において約160以下、約140以下、約100以下のピーク融点を有する。

【0020】

本インク組成物は、一実施形態において約50以上、約52以上、約55以上の開始融点を有し、一実施形態において約75以下、約72以下、約69以下の開始融点を有する。

## 【 0 0 2 1 】

本インク組成物は、一般に、吐出温度（一実施形態において約75以上、約85以上、約95以上、約150以下、約120以下の）で約30センチポイズ（cps）以下、約20cps以下、約15cps以下、約2cps以上、約5cps以上、約7cps以上の熔融粘度を有する。別の実施形態において、本インクは、約110、115および/または120の温度で約7cpsから約15cpsの粘度を有する。

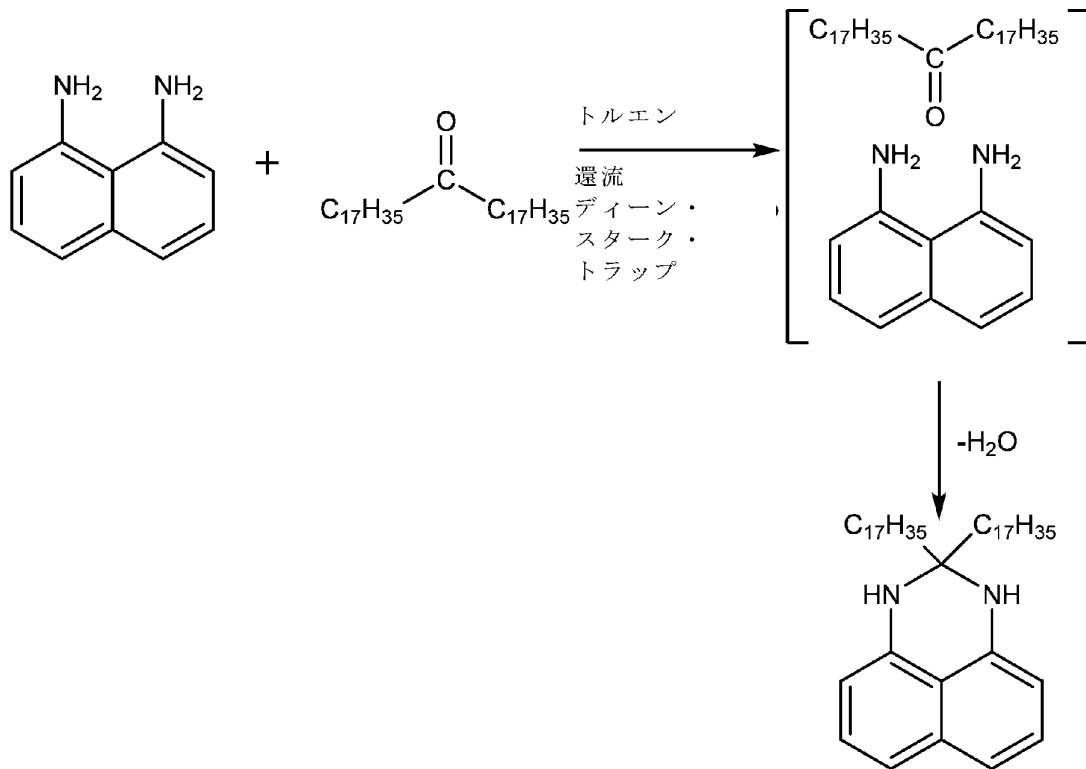
## 【実施例】

## 【 0 0 2 2 】

## 実施例 I

A. 2、3 - ジヒドロ - 2、2 - ジステアリルペリミジンの調製

## 【化30】



2本の首に栓と、中央の首に凝縮器付きディーン・スターク・トラップとテフロン被覆攪拌磁石を付けた1、000mLの三首24/40丸底フラスコに、80gステアロン（ウイトコ・ケミカル社（Witco Chemical Co.）から入手）、少し過剰の27.5gの1、8 - ジアミノナフタレン（H.O. House et al., J. Org Chem. 1972, 37, p. 1003の手順に従って精製した）、p - トルエンスルホン酸（アルドリッチ・ケミカル社から入手）0.1g、およびトルエン170gを装填した。反応容器は130のシリコーン油浴に入れ、16時間還流した。水はDSTラップでトルエンと共に収集した。次いで、薄層クロマトグラフィ（移動相としてトルエンを用いる順相シリカ）を、この反応生成物に実施した。出発のステアロンは観察されなかったが、過剰に用いた若干の1、8 - ジアミノナフタレンが観察された。次いで、反応混合物をメタノール400mLを含む1Lのピーカーへ注ぎ攪拌した。次いで、固体生成物を真空濾過およびブフナー漏斗によって収集し、収集した固体を乾燥した。次いで、TLC（移動相としてトルエンを用いる順相シリカ）を精製した生成物に実施したが、ステアロンも1、8 - ジアミノナフタレンも観察されなかった。生成物のIRスペクトルを実施し、ピークは2、3 - ジヒドロ - 2、2 - ジステアリルペリミジンに対応した。

10

20

30

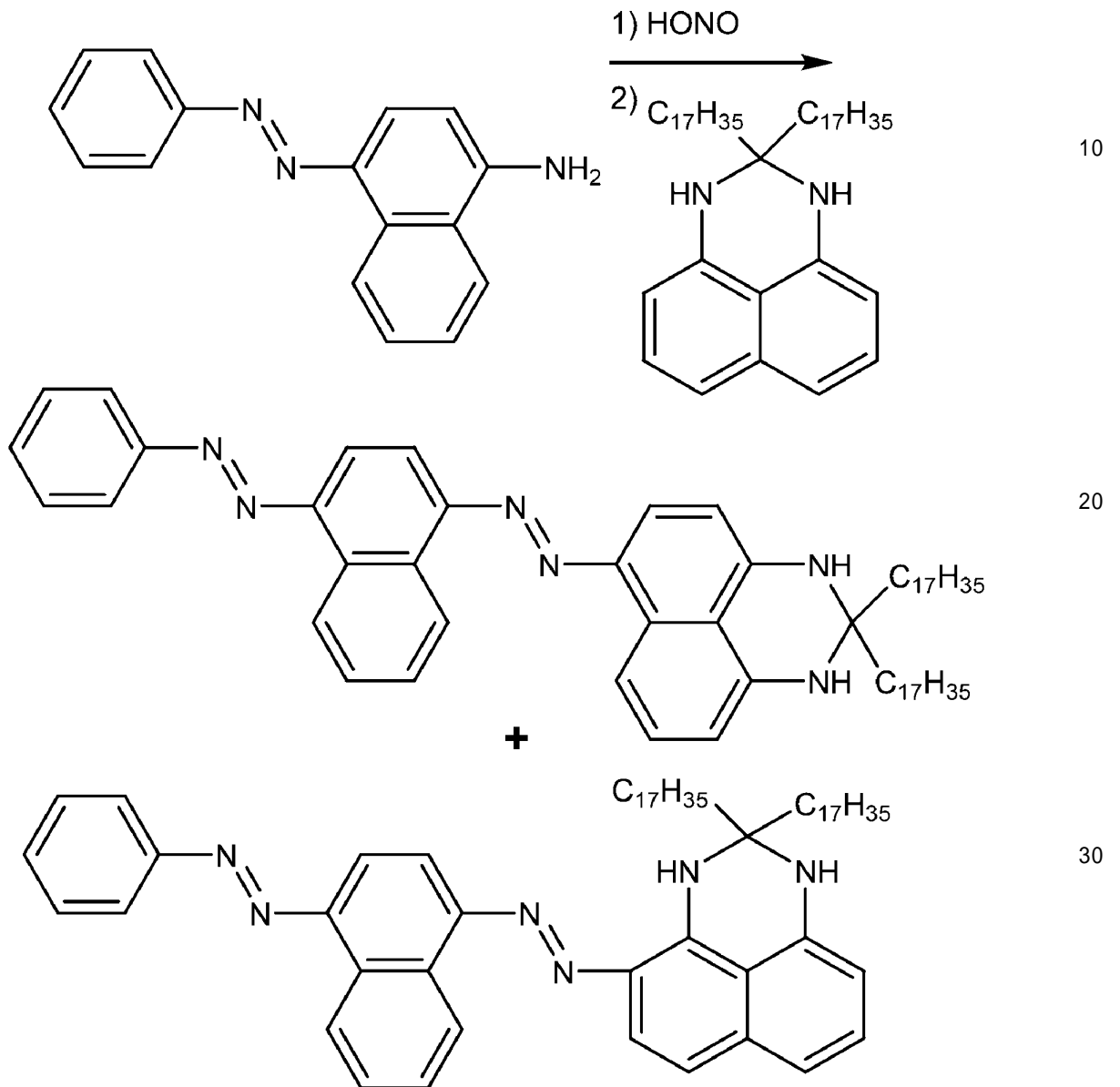
40

50

【 0 0 2 3 】

B . 染料調製

【 化 3 1 】



テフロン被覆攪拌磁石を装備した250 mLのビーカーに、5部の酢酸および1部のプロピオン酸の混合物130 g、濃HCl 1.74 g、および4-フェニルアゾ-1-ナフチルアミンHCl (アルドリッチ・ケミカル社から入手) 5 gを装填した。反応混合物を20分間室温で攪拌した。中味は紫色になり、固体は完全には溶解しなかった。次いで、ビーカーは0~5 に氷/塩浴で冷やした。冷却するとさらなる固体が現われ、中味は高粘度になった。手攪拌しながら、1.33 g 亜硝酸ナトリウム (15 mL 水溶液) を滴下添加した。発熱は観察されなかったが、中味は黄色になり固体はすべて溶解した。0~5

で攪拌1時間後、過剰のNO+がカップリング前に死滅したかを判定するPMA試験 (その開示全体が参照によって本明細書に組み込まれる、米国特許第7、812、140号明細書に記載されているように) を行い、結果は合格であった。次いで、低温のジアソニウム塩溶液を、上記パートAで記載したように調製したワックス状ペリミジンカプラー1.2 gおよびTHF 90 gを含む250 mLのビーカーへ徐々に注いだ。暗青色の沈殿

40

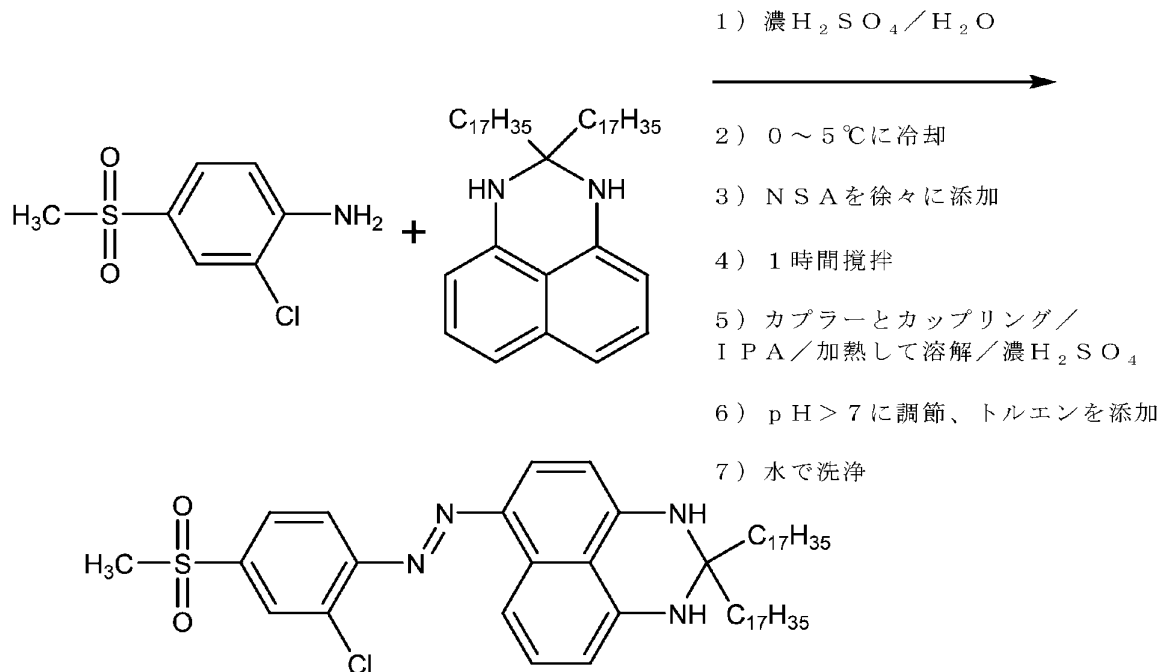
50

物が形成し始め、最終的に粘着性の塊が得られた。褐色の液体は傾瀉し廃棄した。塊状の固体をトルエン200 mLに溶解し、分液漏斗に移し、水で3回洗浄し、続いて単回の150 mLの水/100 mLのメタノールで洗浄した。最上層のトルエンは蒸発させ、固体を真空オープン中で乾燥した。トルエン中の回収生成物のスペクトル強度は、576 nmで24311 ml A/g、423 nmで12019 ml A/gであった。パーキン・エルマーラムダ2S (Perkin Elmer Lambda 2S) 紫外可視分光光度計で得た、この物質の紫外可視スペクトルを図1に示す。

【0024】

実施例 I I

【化32】



10

20

30

テフロン被覆攪拌磁石を装備した50 mLのフラスコに、水10.6 gおよび濃 $H_2SO_4$  8.04 gを装填した。攪拌しながら、2-クロロ-4-(メチルスルホニルベンズアミン(CAMSU)) (MW = 205.5、クラリアント・ケミカル社(Clariant Chemical Corp.)から入手) 3 gを添加し白色のスラリーが形成された。次いで、この瓶を氷浴に入れ0 °Cに冷却し、その後、ニトロシル硫酸4.87 g ( $H_2SO_4$  中40%、MW = 127、アルドリッチ・ケミカル社から入手)を徐々に添加して $T < 0$  °Cを維持した。中味は透明な黄色溶液になった。別の500 mLのビーカーに、実施例 I のパート A に記載したように調製したペリミジンカプラー9.4 gおよびイソプロパノール70 gを装填した。中味は加熱して溶解した。その後、濃 $H_2SO_4$  3 gを添加した。瓶の透明溶液をペリミジンカプラー溶液に注いだ。暗黄色の非常に粘着性の固体が形成された。40%のNaOH溶液を添加することによってpHを> 7に調節した。次いで、中味は分液漏斗へ注いだ。下側の水層は廃棄した。トルエンを添加して上層の粘着性固体を溶解した。次いで、赤紫色のトルエン層を水で2回洗浄した。次いで、溶媒は蒸発させ、固体を収集した。この試料のスペクトル強度(紫外可視スペクトル)を調べた。図2に示す。試料の構造は上に示したアゾペリミジンのそれであると考えられた。

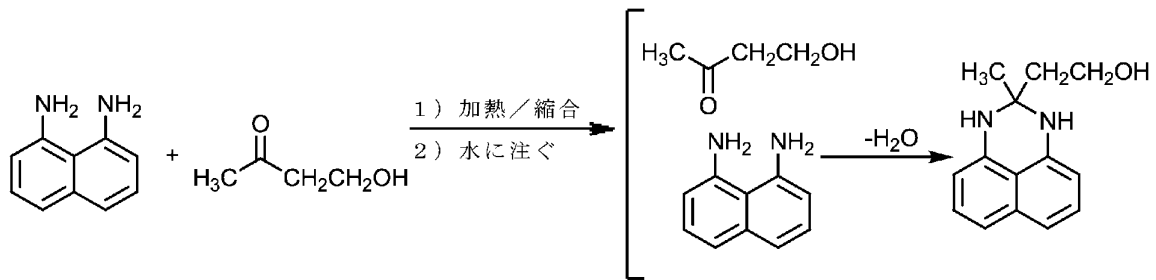
40

【0025】

実施例 I I I

パート A : 2、3-ジヒドロ-2、2-ジステアリルペリミジンの調製

## 【化 3 3】



10

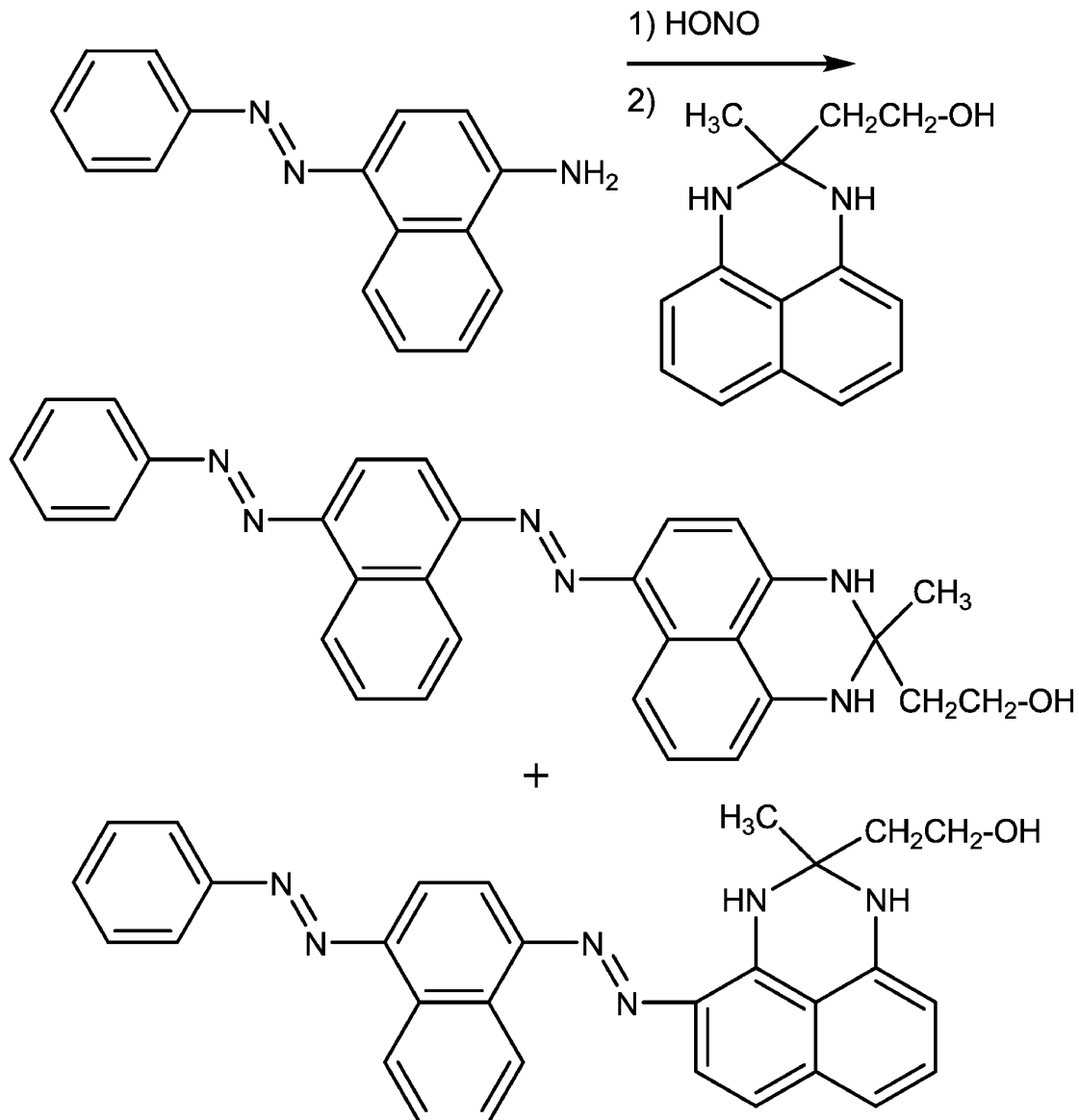
テフロン被覆攪拌磁石を入れた 100 mL のフラスコに、4 - ヒドロキシ - 2 - ブタノン 33.4 g および 1,8 - ジアミノナフタレン 20 g を添加した。反応容器は 70 のシリコン油浴に入れ、攪拌を開始した。3 時間後、試料を取り、次いで薄層クロマトグラフィー (90 / 10 の MeOH / トルエン移動相を用いる順相シリカ) を反応生成物に実施したが、出発反応体は観察されなかった。反応生成物は、300 mL の脱イオン水を入れた 1 L のビーカーへ注いだ。固体は析出し、ブフナー漏斗に真空濾過によって収集し、真空オーブンで乾燥した。生成物の IR スペクトルを実施し、ピークは予想される生成物 2,3 - ジヒドロ - 2 - メチル - 2 - ヒドロキシエチルペリミジンに対応した。約 24.9 g の生成物が 86 % の収率で得られた。

20

## 【 0 0 2 6】

パート B : 染料調製

## 【化34】



テフロン被覆攪拌磁石を装備した250 mLのビーカーに、5部の酢酸と1部のプロピオン酸の混合物130 gを濃HCl 1.74 g、および4-フェニルアゾ-1-ナフチルアミンHCl（アルドリッチ・ケミカル社から入手）5 gを装填した。反応混合物は20分間室温で攪拌する。中味は紫色になり、固体は完全には溶解しない。次いで、ビーカーを0～5℃に氷/塩浴で冷やす。冷却してさらなる固体が現われ、中味は高粘度になる。手攪拌しながら、亜硝酸ナトリウム1.33 g（15 mL水溶液）を滴下添加する。発熱は観察されないが、中味が黄色になり、固体はすべて溶解する。0～5℃での攪拌1時間後、低温のジアゾニウム塩溶液を、上記パートAで記載したように調製したヒドロキシル含有ペリミジンプラマー11.2 gおよびTHF 90 gを含有する250 mLのビーカーへ徐々に注いだ。形成した沈殿物を収集し、 $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  200 mLに溶解し、分液漏斗に移し、水で3回洗浄した。最下層からの $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ を蒸発させ、固体は真空オープンで乾燥する。

## 【0027】

パートC：ウレタン調製

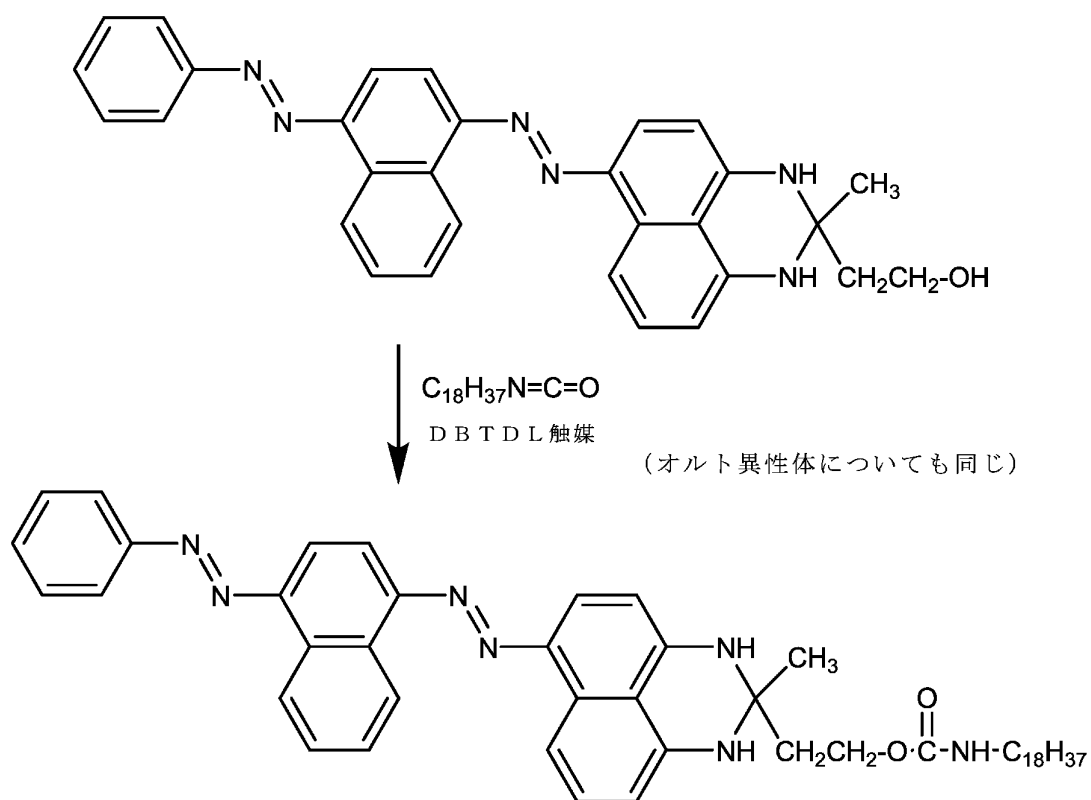
10

20

30

40

## 【化35】



10

20

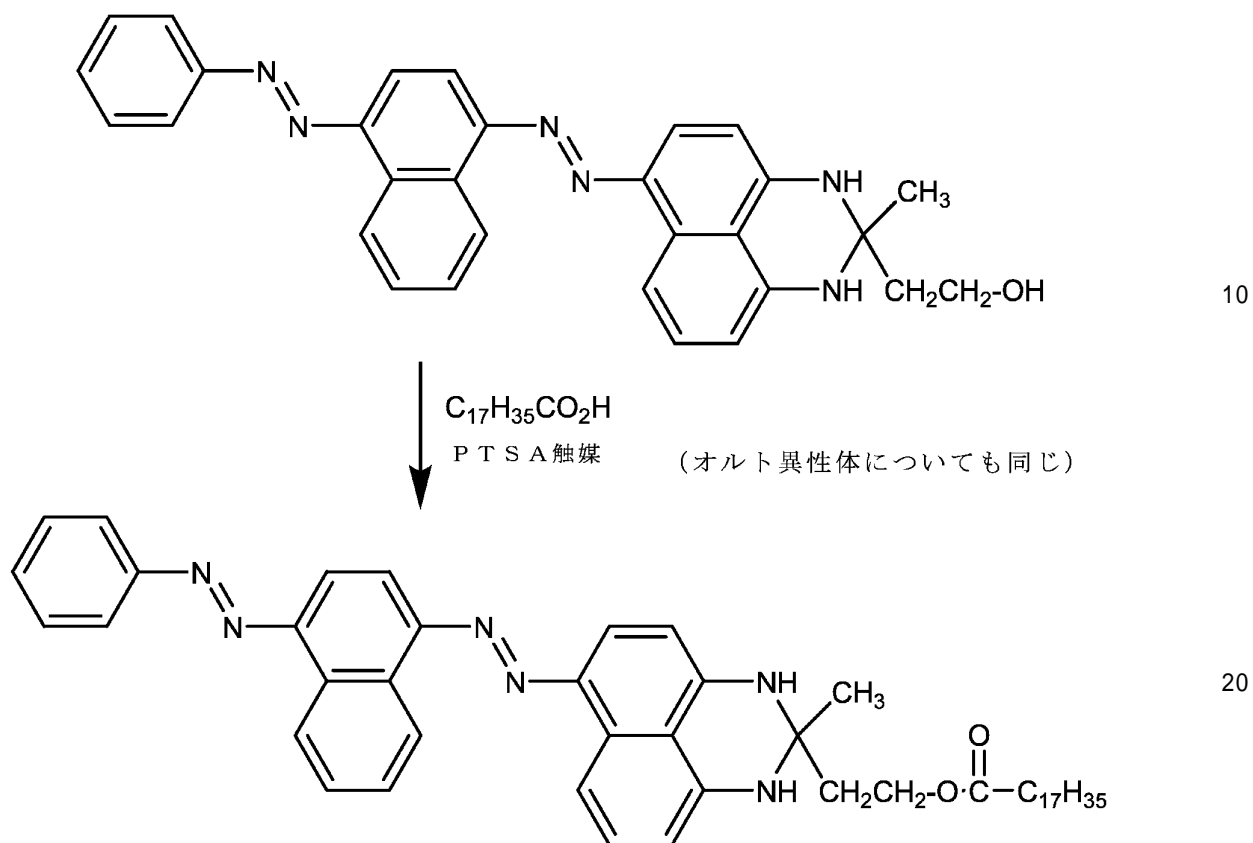
テフロン被覆攪拌磁石、凝縮器および130の油浴を装備した250mLの一首丸底フラスコにトルエン（J.T.ベーカー・ケミカル社（J.T. Baker Chemical Co.）から入手）150g、上記パートBからのヒドロキシ-エチルピリミジンビスアゾ染料10.0gおよびオクタデシルイソシアナート（アルドリッチ・ケミカル社）6.1gを装填する。油浴に入れて反応混合物を攪拌し、ジブチルスズジラウラート（触媒）2滴を添加する。反応フラスコは6時間還流する。試料を取り出し、FTIRスペクトルを実施してイソシアナートピーク（約2230 $cm^{-1}$ に見られる）の消失を追跡する。イソシアナートピークが観察されなくなると、トルエンを留去すると、ワックス状溶融固体が残る。溶融固体生成物はアルミニウムスズ容器へ傾瀉し、固化させる。

30

## 【0028】

パートD：エステル調製

## 【化 3 6】



テフロン被覆攪拌磁石、ディーン・スターク・トラップ付き凝縮器および150 油浴を装備した250 mLの一首丸底フラスコに、トルエン150 g、上記パートBからのヒドロキシエチルピリミジン10.0 gおよびオクタデカン酸（アルドリッチ・ケミカル社）6.0 gを装填する。反応混合物を攪拌し、油浴に入れ、スパチュラ先端量のp-トルエンスルホン酸（触媒）を添加する。反応フラスコは16時間還流する。試料を取り出し、FTIRスペクトルを実施してカルボニルピーク（約 $1700\text{ cm}^{-1}$ に見られる）の出現を追跡する。反応が完了したら、トルエンは留去しワックス状溶融固体が残る。溶融した固体生成物は、アルミニウムスズ容器へ傾瀉し固化させる。

30

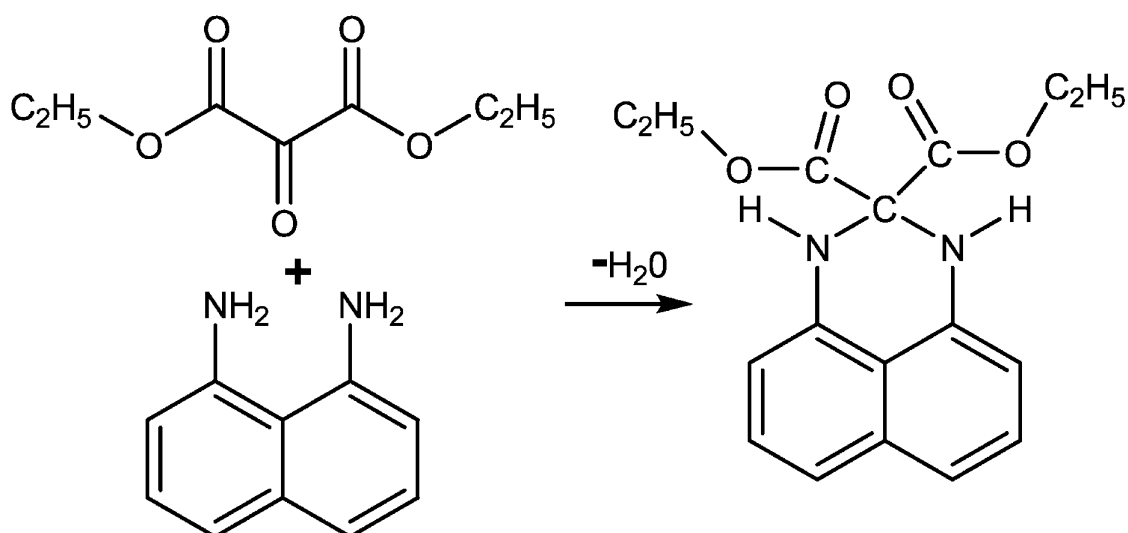
## 【0029】

## 実施例IV

パートA：2、3-ジヒドロ-2、2-カルボキシエチルピリミジンの調製



## 【化37】



10

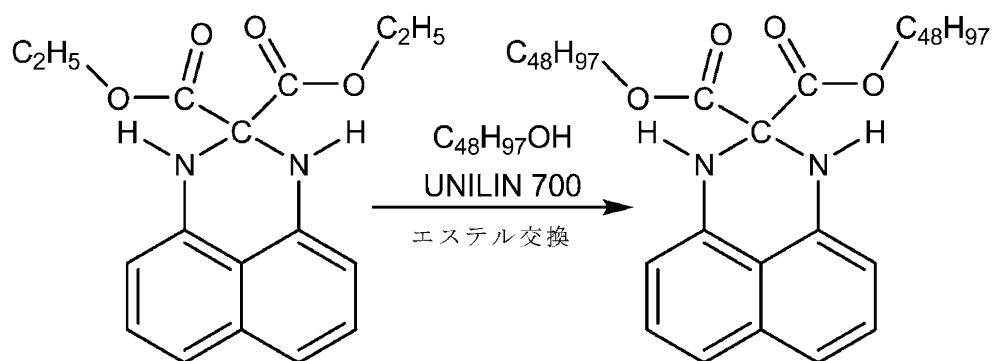
テフロン被覆攪拌磁石および凝縮器を装備した250 mLの一首丸底フラスコに、メソシュウ酸ジエチル17.4 g、1、8-ジアミノナフタレン15.8 gおよびトルエン125 mLを添加した。反応容器を70 のシリコン油浴に入れ、攪拌を開始する。約3時間後、試料を取り、次いでTLC（移動相として90/10 MeOH/トルエンを用いる順相シリカ）を反応生成物で実施して出発反応体が残存しないことを判断する。反応が完了したら、トルエンは留去しワックス状溶融固体が残る。溶融した固体はアルミニウムスズ容器へ傾瀉し固化させる。

20

## 【0030】

パートB：2、3-ジヒドロ-2、2-ビスカルボキシユニリン（700）ペリミジンの調製

## 【化38】



30

40

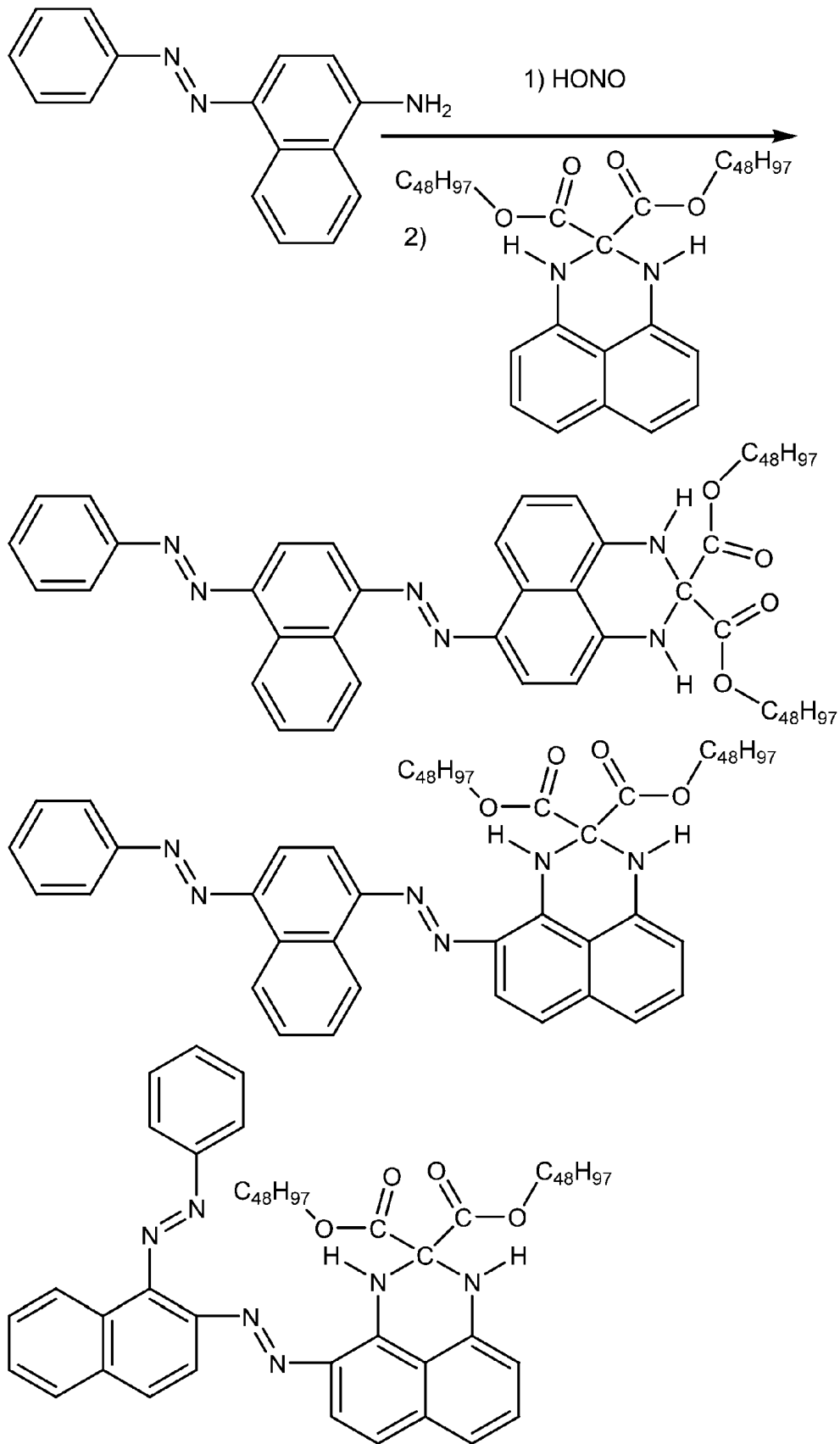
テフロン被覆攪拌磁石およびディーン・スターク・トラップ付き凝縮器を装備した500 mLの一首丸底フラスコに、2、3-ジヒドロ-2、2-カルボキシエチルペリミジン（この実施例のパートAで調製した）31.4 g、オクタデシルアミン（アルドリッチ・ケミカル社）54 g、およびトルエン250 mLを添加した。フラスコは150 の油浴に入れ、TLC（移動相として90/10のMeOH/トルエンを用いる順相シリカ）で出発反応体が残存しないことを示すまで還流する。反応が完了したら、トルエンを留去すると、ワックス状溶融固体が残る。溶融した固体はアルミニウムスズへ注ぎ固化させる。

## 【0031】

パートC：染料調製

50

【化 3 9 - 1】



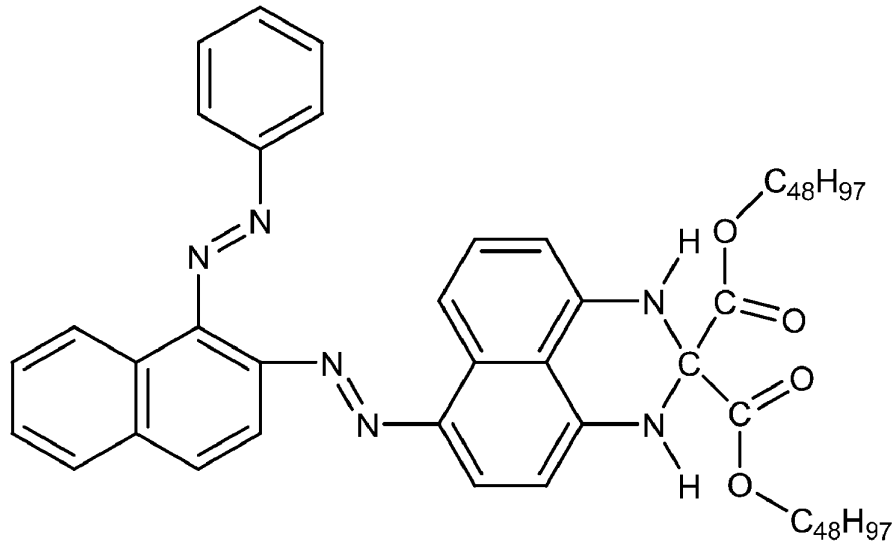
10

20

30

40

## 【化39-2】



10

テフロン被覆攪拌磁石を装備した250 mLのビーカーに、5部の酢酸と1部のプロピオン酸の混合物130 g、濃HCl 1.74 g、および4-フェニルアゾ-1-ナフチルアミンHCl 5 gを装填する。反応混合物は20分間室温で攪拌する。中味は紫色になり、固体は完全には溶解しない。次いで、ビーカーは0~5℃に氷/塩浴で冷やす。冷却するとさらなる固体が現われ、中味は高粘度になる。手攪拌しながら、亜硝酸ナトリウム1.33 g (15 mL水溶液)を滴下添加した。発熱は観察されないが、中味は黄色になり、固体はすべて溶解する。0~5℃で攪拌1時間後に、低温のジアゾニウム塩溶液を、この実施例のパートBに記載したように調製したペリミジンカプラーを含有するジエステル34.7 gおよびテトラヒドロフラン90 gを含有する250 mLのビーカーへ徐々に注ぐ。形成された沈殿物を収集しトルエン200 mLに溶解し、分液漏斗に移し、水で3回洗浄した。トルエン層を収集し、テフロン被覆磁石を入れ蒸留塔を付けた500 mLの丸底フラスコに移し、トルエンは留去し、溶融した黒色の染料をアルミニウムスズに収集し、低温で固化させる。

20

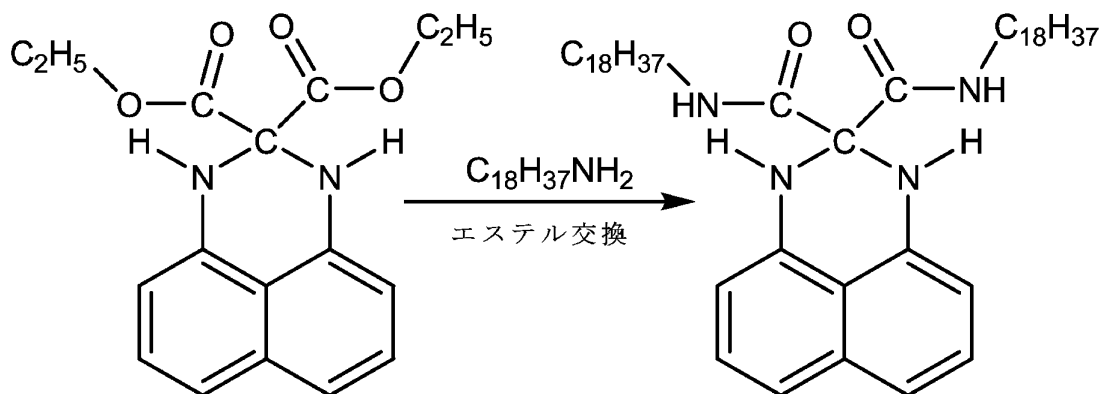
30

## 【0032】

## 実施例V

パートA：2、3-ジヒドロ-2,2-ビスカルボキシステアリルアミドペリミジンの調製

## 【化40】



40

テフロン被覆攪拌磁石およびディーン・スターク・トラップ付き凝縮器を装備した50

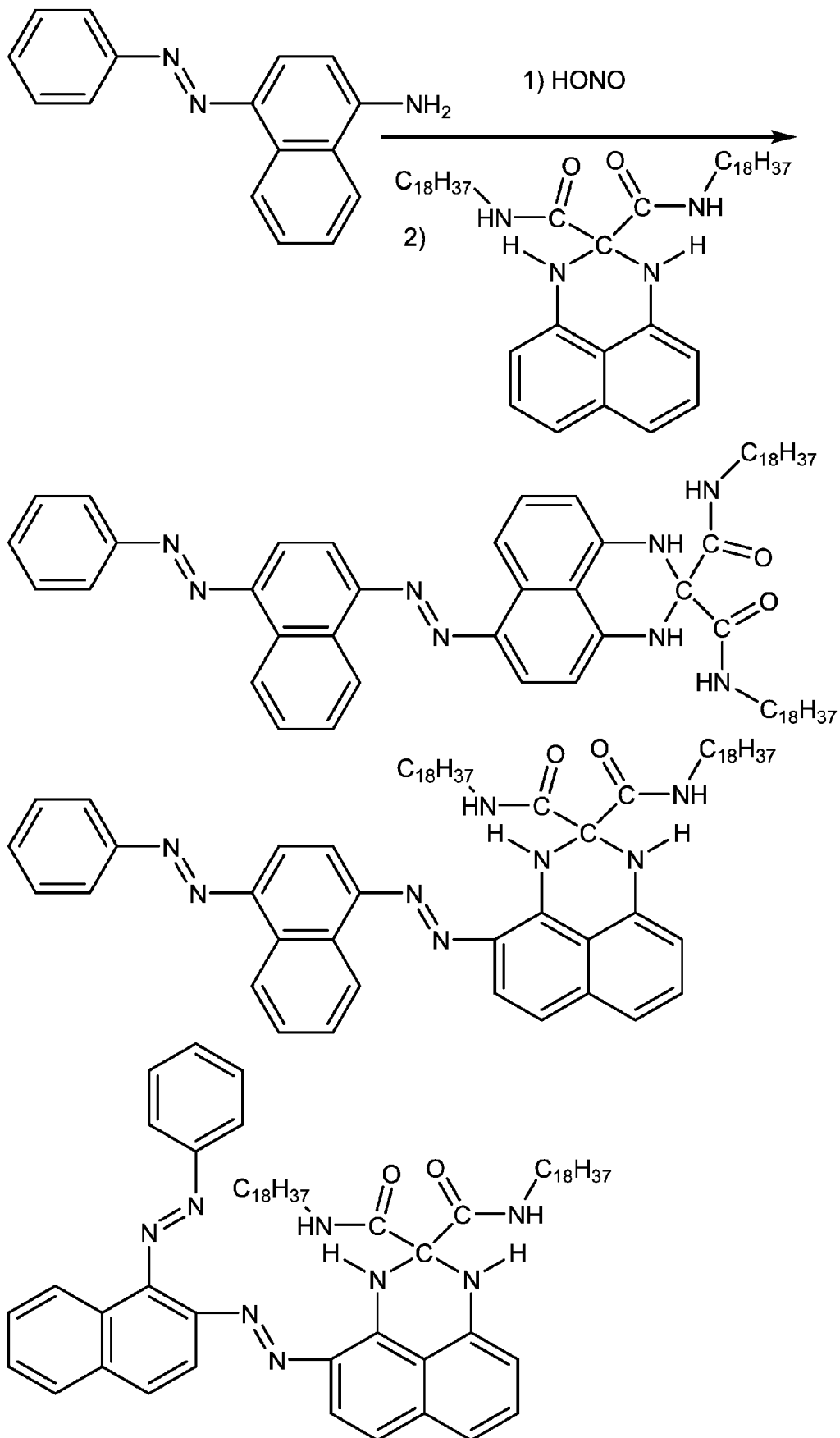
50

0 mLの一首丸底フラスコに、2、3 - ジヒドロ - 2、2 - カルボキシエチルペリミジン（実施例IV、パートAに記載したように調製した）31.4 g、オクタデシルアミン（アルドリッチ・ケミカル社）54 g、およびトルエン250 mLを添加した。フラスコを150の油浴に入れ、TLC（移動相として90/10のMeOH/トルエンを用いる順相シリカ）で出発反応体が残存しないことを示すまで還流する。反応が完了したら、トルエンを留去するとワックス状溶融固体が残る。溶融固体はアルミニウムスズへ傾瀉し固化させる。

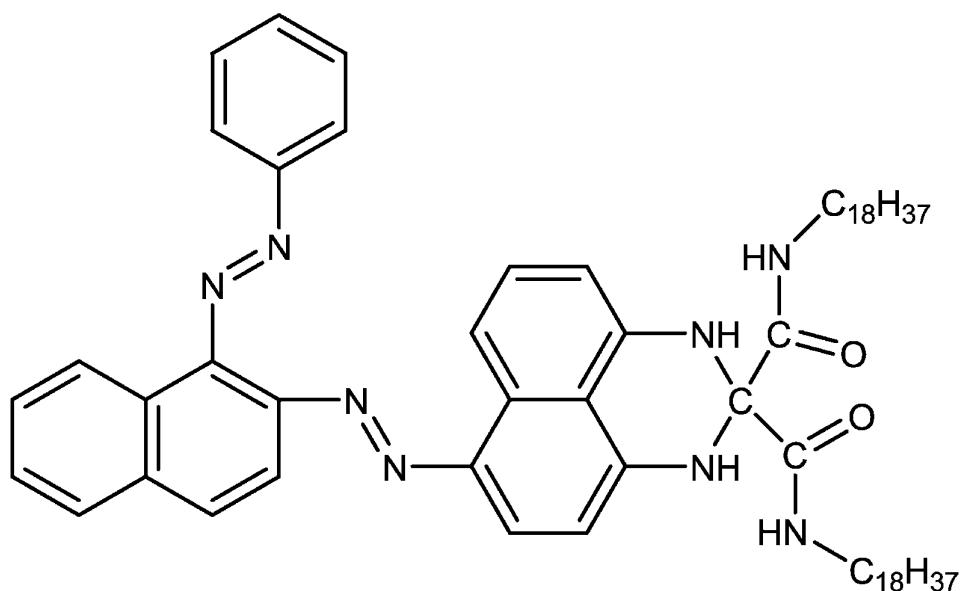
【0033】

パートB：染料調製

【化 4 1 - 1】



## 【化 4 1 - 2】



10

20

テフロン被覆攪拌磁石を装備した250 mLのビーカーに、5部の酢酸と1部のプロピオン酸の混合物130 g、濃HCl 11.74 g、および4-フェニルアゾ-1-ナフチルアミンHCl（アルドリッチ・ケミカル社から入手）5 gを装填する。反応混合物は20分間室温で攪拌する。中味は紫色になり、固体は完全には溶解しない。次いで、ビーカーは0～5℃に氷/塩浴で冷やす。冷却するとさらなる固体が現われ、中味は高粘度になる。手攪拌しながら、亜硝酸ナトリウム1.33 g（15 mL水溶液）を滴下添加する。発熱は観察されないが、中味は黄色になり、固体はすべて溶解する。0～5℃で攪拌1時間後に、低温のジアゾニウム塩溶液は、この実施例のパートAに記載したように調製したペリミジンカプラーを含有するジアミド15.4 gおよびテトラヒドロフラン90 gを含有する250 mLのビーカーへ徐々に注ぐ。形成された沈殿物を収集しトルエン200 mLに溶解し、分液漏斗に移し、水で3回洗浄した。トルエン層を収集し、テフロン被覆磁石を入れ蒸留塔を付けた500 mLの丸底フラスコに移し、トルエンは留去し、溶融した黒色の染料をアルミニウムスズに収集し、低温で固化させる。

30

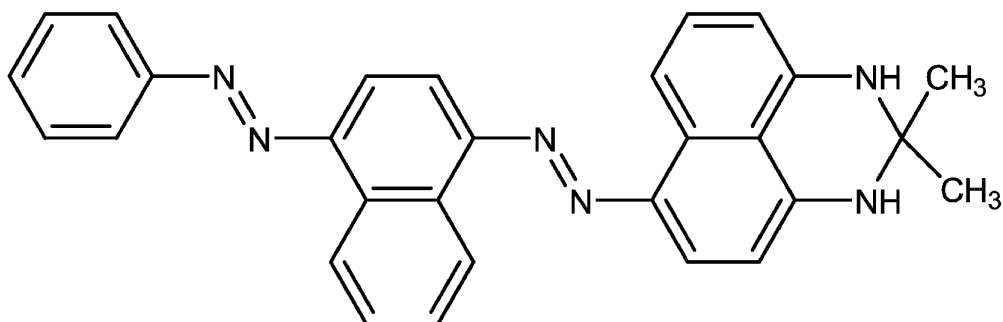
## 【0034】

実施例VI

溶解性試験

分子量456の式

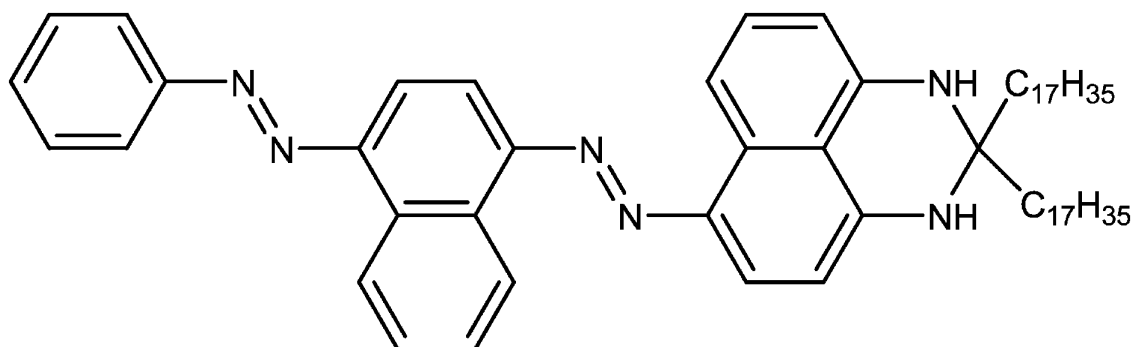
## 【化 4 2】



10

のソルベントブラック 3、および式

## 【化 4 3】



20

30

の本明細書に開示される化合物である分子量 892 のジステアリル誘導体を、相変化インクの主な成分であるポリエチレンワックス中での溶解性について比較した。1 g のソルベントブラック 3 および 2 g のジステアリル誘導体（その分子量がソルベントブラック 3 のその約 2 倍であるので）をそれぞれ、磁石攪拌棒を装備した 100 mL のビーカー中で POLYWAX 655（ベーカー・ペトロライト社）の 50 g の部分に溶解した。溶液は 120 の油浴に入れ、3 時間攪拌し、続いて攪拌を 1 時間停止し、その後、溶液をアルミニウムスズに注いだ。この時、相当量のソルベントブラック 3 がビーカーの底に現われたが、ビーカーの底にジステアリル誘導体を含む固体はほとんど現われなかった。

## 【0035】

2 種の組成物（「インク」）は、RK Print-Coat Instruments 社の Kブルーファを使用して適用した。固体すべてがポリエチレンワックスの両方の部分に溶解したら、同一の光学濃度が予想されよう。しかしながら、ジステアリル誘導体を含む組成物は、ソルベントブラック 3 を含む組成物に生じるものより相当暗色な画像を与えた。

40

## 【0036】

## インク実施例 1

インクベースは、以下の成分を溶融、混合、濾過することにより調製した：ポリエチレンワックス（PE500、ベーカー・ペトロライト社、タルサ、オクラホマ州、 $\text{C}_3\text{H}_7(\text{C}_2\text{H}_4)_6\text{CH}_3$ ）、50 重量部；ステアリルステアリン酸アミドワックス（KEMAMIDE（登録商標）S-180、クロプトン社、グリニッジ、コネティカット州（Cr

50

ompton Corporation、Greenwich、CT))、15重量部；3当量のUNICID(登録商標)700の(末端カルボン酸基を有する長鎖炭化水素；ペイカー・ペトロライト、タルサ、オクラホマ州)1当量のJEFFAMINE T-403(ハンツマン社(Huntsman Corp.))との反応から得られたトリアミド樹脂(米国特許第6、860、930号明細書の実施例2に記載されているように調製したトリアミド)、15重量部；3当量のアピエチン酸と1モルのグリセリン(荒川化学)の反応から得られたロジンエステル樹脂、15重量部；ウレタン樹脂(3当量のステアリルイソシアナートとグリセリン系プロポキシ化アルコールの付加物)(米国特許第6、309、453号明細書の実施例4に記載されているように調製した)、5重量部；NAUGUARD(登録商標)445抗酸化剤(ユニロイヤル・ケミカル社、ミドルベリー、コネティカット州(Uniroyal Chemical Co.、Middlebury、CT))、0.20重量部。その後、これらの成分600gを1Lのビーカーに添加し、溶融するまでオーブンで135で加熱した。続いてビーカーを135の加熱マントルー式に挿入し、ビーカーの中味は45分間攪拌した。次いで、結果として得られたインクは、ワットマン#3および0.2µmNAEフィルターの組み合わせに通して濾過し、Mottフィルターアセンブリに入れた。濾過は1重量%のFILTER AID(Fluka Chemika社、スイス)の添加によって担持し、6時間後完了するまで135で続けた。インクベースを31gの無色のインクベースを含有する型へ注ぎ冷却させた。

10

**【0037】**

20

このように調製した約30gの無色のインクベースを攪拌磁石棒を入れた100mLのビーカーに入れ、続いて溶融するまで135の油浴に入れた。次いで、実施例Iからの約0.5gの染料を添加し約3時間攪拌した。次いで、得られた黒色に着色したインクをアルミニウム型へ注いだ。

**【0038】**

## インク実施例2

インク実施例1で調製した約30gの無色のインクベースを、磁石攪拌棒を入れた100mLのビーカーに入れ、続いて、溶融するまで135の油浴に入れた。次いで、実施例IIからの約0.5gの染料を添加し約3時間攪拌した。次いで、結果として得られた青みを帯びた黒色に着色したインクをアルミニウム型へ注いだ。

30

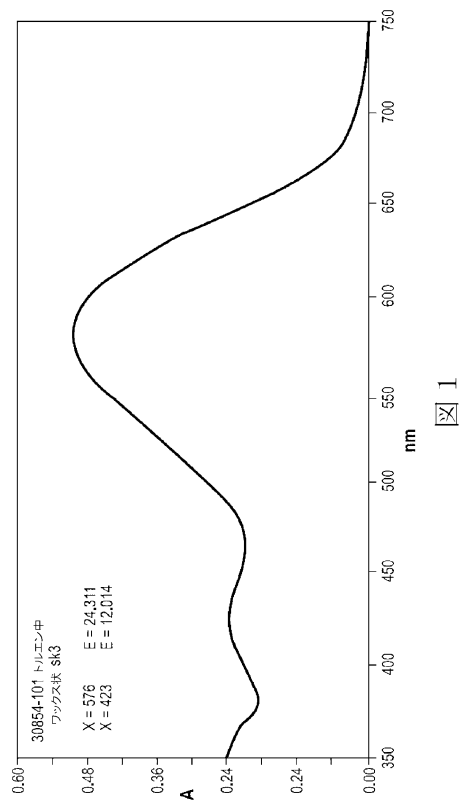
**【0039】**

## インク試験

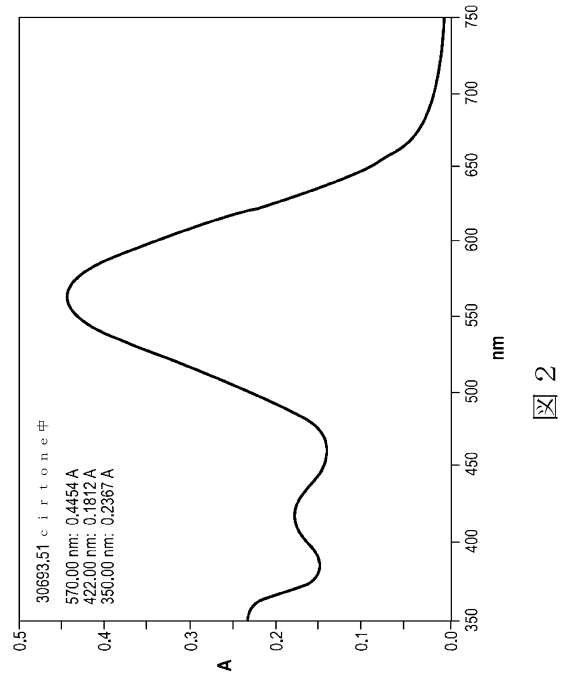
RK Print-Coat Instruments社のKブルーファを使用して、インク実施例1および実施例2からのインクの印刷試料を、130でXEROX(登録商標)4200紙に作製した。これらの校正刷りは、各インクの紙上のインク被覆率の3つの異なる強度を示し、その強度は、Kブルーファで使用するグラビア活字板上のグラビア凹みの3つの異なる深さに対応していた。実施例1のインクを用いる印刷により黒色の印刷が得られた。実施例2のインクを用いる印刷により青みを帯びた印刷が得られた。



【図1】



【図2】



## フロントページの続き

- (72)発明者 ボー・ウー  
アメリカ合衆国 オレゴン州 97070 ウィルソンビル サウス・ウエスト・モーニングサイ  
ド・アベニュー 28608
- (72)発明者 ネイサン・ジー・スター  
アメリカ合衆国 オレゴン州 97520 アシュランド オーク・ノール・ドライブ 670
- (72)発明者 スティーブン・ヴィ・ドラッペル  
カナダ国 オンタリオ州 エム5アール 2ジー3 トロント アベニュー・ロード 55エイ  
スイート 308

審査官 上條 のぶよ

- (56)参考文献 特開2015-044993(JP,A)  
特開平9-003382(JP,A)  
特開平5-345873(JP,A)  
特開昭62-295973(JP,A)  
特開昭46-078802(JP,A)  
特開2005-015799(JP,A)  
特開2012-233154(JP,A)

## (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09D 11/00  
C09B 31/14  
C09D 11/328  
CAplus/REGISTRY(STN)