



(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 I496839 B

(45)公告日：中華民國 104 (2015) 年 08 月 21 日

(21)申請案號：099135760

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 10 月 20 日

(51)Int. Cl. : C09B15/00 (2006.01)

C09B67/24 (2006.01)

C09D11/02 (2014.01)

(30)優先權：2010/04/09 歐洲專利局

10003801.7

(71)申請人：克萊瑞特金融 (B V I) 有限公司 (英屬維爾京群島) CLARIANT FINANCE (BVI) LIMITED (VG)

英屬維爾京群島

(72)發明人：索度格倫茲 吉瑪 SOLDUGA RAMIREZ, GEMMA (ES) ; 歐曼 珍尼納 OHNSMANN, JANINA (DE) ; 皮拉格 卡斯坦 PLUEG, CARSTEN (DE)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

US 6312512B1

審查人員：陳依微

申請專利範圍項數：12 項 圖式數：0 共 20 頁

(54)名稱

新穎之洋紅色喹吡酮顏料

NEW MAGENTA QUINACRIDONE PIGMENTS

(57)摘要

本發明關於單相固體溶液，其含有相對於該單相固體溶液總重量，65 至 98 重量%未經取代之喹吡酮、1 至 34 重量% 2,9-二甲基喹吡酮及 1 至 10 重量% 2,9-二氯喹吡酮。

The invention relates to single phase solid solutions containing 65 to 98 wt.-% unsubstituted quinacridone, 1 to 34 wt.-% 2,9-dimethylquinacridone and 1 to 10 wt.-% 2,9-dichloroquinacridone, relative to the total weight of the single phase solid solution.

公告本

862703

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：099135760

※申請日：099年10月20日

※IPC分類：

C01B 15/50 (2006.01)

67/24 (2006.01)

C01D 11/52 (2014.01)

一、發明名稱：(中文／英文)

新穎之洋紅色喹吡酮顏料

New magenta quinacridone pigments

二、中文發明摘要：

本發明關於單相固體溶液，其含有相對於該單相固體溶液總重量，65至98重量%未經取代之喹吡酮、1至34重量% 2,9-二甲基喹吡酮及1至10重量% 2,9-二氫喹吡酮。

三、英文發明摘要：

The invention relates to single phase solid solutions containing 65 to 98 wt.-% unsubstituted quinacridone, 1 to 34 wt.-% 2,9-dimethylquinacridone and 1 to 10 wt.-% 2,9-dichloroquinacridone, relative to the total weight of the single phase solid solution.

四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：無。

(二) 本代表圖之元件符號簡單說明：無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明關於以單晶相固體溶液為底之新穎的洋紅色喹吡酮顏料。

【先前技術】

越來越多顏料正在取代噴墨油墨配方中之染料，因為該顏料顯露好很多之耐光牢度、溶劑安定性及溫度安定性。儘管有幾種用於噴墨應用之洋紅色顏料係商業上可購得，但是仍需要具有高色度之帶藍色的洋紅色以擴大色域。

相對於顏色通常為二或多種組分之累加效應的直接函數之物理混合物，固體溶液提供不可預期且新穎之色調，在尋找新顏料時其使得固體溶液變得令人非常感興趣。

至於單晶顏料，固體溶液之晶相決定該顏料之色彩及流變性質。若該固體溶液係藉由單晶修飾賦予特性才可再現地獲得這些性質。然而，利用固體溶液形成單晶相並不簡單，因為其含有至少 2 種顏料，該至少 2 種顏料可能傾向於形成其特定晶相及因而形成晶相混合物。

本發明的目的在於尋找具有單晶相之新穎帶藍色的洋紅色喹吡酮顏料。

US-A-3 160 510 描述藉由對應之喹吡酮混合物在濃硫酸中進行酸溶（acid pasting）及進一步在高溫下於二甲基甲醯胺中進行潤飾而製備喹吡酮固體溶液。此引證案之發明人描述在特定條件之下形成單晶相。

然而，此方法也與由於需要大量硫酸，形成不想要之磺化喹吖酮副產物，及使用毒性溶劑二甲基甲醯胺而造成高度生態衝擊。

或者，喹吖酮固體溶液可藉由在對應苯胺基對苯二甲酸類（aniloterephthalic acids）混合物之多磷酸的閉環反應，接著在選擇性有機溶劑如醇類中之潤飾程序獲得。不幸地，我們發現若由該多磷酸法替代該酸溶法，將以晶相混合物之形式獲得 US-A-3 160 510 中所述之固體溶液，該多磷酸法如上所示將妨礙該方法之再現性並不利於色彩性質。

令人驚訝的是，當該固體溶液包括相對量超出 US-A-3 160 510 所建議的範圍之未經取代的喹吖酮、2,9-二甲基喹吖酮及 2,9-二氯喹吖酮時，可藉由該多磷酸法獲得後文所述之單晶相喹吖酮固體溶液。

【發明內容】

因此本發明提供新穎之單相固體溶液，其含有相對於該單相固體溶液總重量，65 至 98 重量%未經取代之喹吖酮、1 至 34 重量% 2,9-二甲基喹吖酮及 1 至 10 重量% 2,9-二氯喹吖酮。

較佳地，本發明之固體溶液含有相對於該單相固體溶液總重量，69 至 90 重量%未經取代之喹吖酮、2 至 25 重量% 2,9-二甲基喹吖酮及 5 至 10 重量% 2,9-二氯喹吖酮。

更佳地，本發明之固體溶液含有相對於該單相固體溶

液總重量，69 至 85 重量%未經取代之喹吡酮、5 至 25 重量% 2,9-二甲基喹吡酮及 5 至 10 重量% 2,9-二氯喹吡酮。

特別是，本發明之固體溶液包括相對於該喹吡酮單相固體溶液總重量，65 至 98 重量%，較佳 69 至 90 重量%，更佳 69 至 85 重量%的未經取代之喹吡酮；1 至 34 重量%，較佳 2 至 25 重量%，更佳 5 至 25 重量%的 2,9-二甲基喹吡酮；及 1 至 10 重量%，較佳 5 至 10 重量%的 2,9-二氯喹吡酮。

本發明之固體溶液可藉由 X-射線圖案識別，該 X-射線圖案與各組分之 X-射線圖案的加成不同，並特別呈現下列主要譜線（Cu-K α_1 -輻射，以度表示之 2θ 數據，以 $\text{\AA}^{-1}$ 表示之 d 數據，於室溫下測量透射率）：

2θ	d	相對強度
6.00	14.7	100
12.15	7.3	12
13.72	6.4	43
14.55	6.1	12（肩峰）
24.80	3.6	15（肩峰）
26.41	3.4	25
27.58	3.2	35

依據固體溶液及測量精確度，譜線位置可變化於 $\pm 0.2^\circ$ 。再者，依據該製法之精確度，可在該 X-射線圖案中發現小量其他喹吡酮晶相。在該混合物中有 P.R. 202 之 α -相的情況中，於 11.03 2θ -之峰與於 12.15 2θ -之峰之間的相對強度可高達 15%。

本發明之固體溶液的特徵為帶藍色之洋紅色色調。根據 CIELAB，該色度較佳為 $74 > C > 60$ ，更佳 $70 > C > 64$ 。該色調較佳為 $34 > h > 20$ ，更佳 $32 > h > 23$ 。這些值係以醇酸-三聚氰胺烘漆（AM）之主色（mass tone）測定；C（色度）及 h（色調）值係使用 D65 發光體及 10° 觀測器，例如 Minolta 3700，根據 DIN 5033-7，ISO 7724-2 測量。

本發明之固體溶液可藉由在多磷酸或酯中縮合對應量之各別的苯胺基對苯二甲酸類之混合物，並在高溫下對粗製顏料進行潤飾程序而製備。

為了獲得本發明之固體溶液，於 100 至 150°C ，更佳於 110 至 135°C ，在多磷酸或其酯（ 83.5 至 $86.0\% \text{P}_2\text{O}_5$ ）中縮合 65 至 98 重量%，較佳 69 至 90 重量%，更佳 69 至 85 重量%之 2,5-雙-苯胺基-對苯二甲酸； 1 至 34 重量%，較佳 2 至 25 重量%，更佳 5 至 25 重量%之 2,5-雙（對-甲苯胺基）對苯二甲酸；及 1 至 10 重量%，較佳 5 至 10 重量%之 2,5-雙（4-氯苯胺基）對苯二甲酸，以水或含水之正磷酸於 0 至 150°C ，較佳於 10 至 99°C 的溫度使所得的熔融物水解。過濾及清洗之後，以有機溶劑及/或水於 80 至 180°C ，更佳於 90 至 150°C ，任意在加壓下，處理粗製顏料，宜歷經 0.5 至 24h ，更佳 1 至 10h 。

供該有機溶劑處理用之習用溶劑為，舉例來說：非環狀烴類，如環己烷； C_1 - C_8 -烷醇類，如甲醇、乙醇、正-或異-丙醇、正-或異-丁醇、第三丁醇、戊醇類、己醇類、環己醇；多羥醇類，如乙二醇、丙二醇、丙三醇； C_1 -

C₅-二烷基酮類或環狀酮類，如丙酮、二乙酮、甲基異丁酮、甲乙酮或環己酮；醚類及二醇醚類，如乙二醇或丙二醇之單甲醚或單乙醚、乙二醇丁醚、二乙二醇乙醚或甲氧基丁醇；芳烴類，如甲苯、鄰-、間-或對-二甲苯或乙基苯；環狀醚類，如四氫呋喃；氯化芳烴類，如氯苯、鄰-二氯苯、1,2,4-三氯苯或溴苯；苯甲酸；硝基苯；酚；羧酸 C₁-C₄-烷酯類，如甲酸丁酯、醋酸乙酯或丙酸丙酯；羧酸 C₁-C₄-甘醇酯類、苯二甲酸 C₁-C₄-烷酯類及苯甲酸 C₁-C₄-烷酯類，如苯甲酸乙酯；雜環族基溶劑，如吡啶、喹啉、嗎啉或甲吡啶；及二甲基亞砷及砷。

原則上，可使用脂族碳醯胺類，如甲醯胺或二甲基甲醯胺；環狀甲醯胺類，如 N-甲基吡咯烷酮，但是由於生態原因應該予以避免。

較佳溶劑為醇類，尤其是乙醇、丙醇類、丁醇類及戊醇類；芳烴類，如甲苯、鄰-、間-或對-二甲苯或乙基苯；氯化芳烴類，如氯苯、鄰-二氯苯。

尤其佳為丁醇類，如異丁醇、戊醇類及氯苯。

為了改善顏色性質並獲得特定顏色效果，可於該方法中的任何點添加溶劑、增效劑、表面活性劑、消泡劑、增量劑、無機鹽類，如硫酸鈉或其他添加物。也可使用這些添加物之混合物。該添加物可全部一次或分二或三份添加。添加可在閉環之前、期間或之後、水解期間或潤飾處理期間或單離期間或之後進行。

適合之表面活性劑為陰離子型、陽離子型或非離子型

表面活性劑。適合之陰離子型表面活性劑的實例為脂肪酸牛磺酸酯鹽類、脂肪酸 N-甲基牛磺酸酯鹽類、脂肪酸羥乙磺酸酯鹽類、烷基苯磺酸酯鹽類、烷基萘磺酸酯鹽類、烷基酚聚乙二醇醚硫酸酯鹽類及脂肪醇聚乙二醇醚硫酸酯鹽類、脂肪酸類（舉例來說，棕櫚酸、硬脂酸及油酸）、皂類（例如，脂肪酸、環烷酸及樹脂酸，例如松香酸，之鹼金屬鹽類）及鹼溶性樹脂（例如，經松香改質之順丁烯二酸酯樹脂）。

適合之陽離子型表面活性劑的實例為四價銨鹽類、乙氧基化脂肪胺類、脂肪胺聚乙二醇醚類及脂肪胺類。非離子型表面活性劑之實例為脂肪醇聚乙二醇醚類、脂肪酸聚乙二醇酯類及烷基酚聚乙二醇醚類。

在一些應用介質中，必須使用增效劑以改善所用之顏料的流變性。

因此，本發明之固體溶液，必要的話，可結合通式 $Q-[A-Y]_n$ 之增效劑，其中 Q 可為未經取代之喹吡酮或脛鹵素、烷基、烷氧基、 H_2N-CO- 、烷基-NH-CO-或（烷基） $_2-N-CO-$ 取代之喹吡酮；A 表示直接鍵或 $-CR^1R^2-$ 、 $-CO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-O-$ 、 $-S-$ 、 NR^1- 或芳基，例如苯基，其中 R^1 及 R^2 為氫或 C_1-C_4 -烷基，且 Y 表示氫、 $-NR^3R^4$ 、 $-OH$ 、 C_1-C_4 -烷基、 C_1-C_4 -烷氧基、芳基，例如苯基，其餘的 5-、6-或 7-員雜環、 $-SO_3-$ 銨或 $-SO_3M$ ，其中 M 為金屬，其中 R^3 及 R^4 為氫或可以雜環類、胺類或醯胺類取代之 C_1-C_4 -烷基剩餘基團，及 n 為 1 至 4 之數字。該固體溶液及該增

效劑之混合可於該固體溶液之製備中的任何步驟進行。

通常該增效劑並非該固體溶液之晶格的一部分。必要的話，該增效劑係以相對於該固體溶液及增效劑之總重量，計為 0.01 至 10 重量%，較佳 0.1 至 5 重量%之量添加。

關於預定應用領域，像是噴墨油墨，可能必須由二價及三價陽離子中純化出該顏料，其可藉由普通方法完成。

為了遮蔽色調並使其適於特定應用之需求，本發明之固體溶液可與其他有機彩色顏料、無機顏料及染料合併。可用以遮蔽該色調之有機彩色顏料可選自由下列所組成的群組：偶氮顏料或多環顏料；黃色顏料，如 C.I. 顏料黃 155、P.Y. 139、P.Y. 83、P.Y. 181、P.Y. 191、P.Y. 75、P.Y. 180 或 P.Y. 97；橙色顏料，如 P.O. 62、P.O. 36、P.O. 34、P.O. 13、P.O. 36、P.O. 13、P.O. 43 或 P.O. 5；紅色/洋紅色顏料，如 P.R. 57、P.R. 48、P.R. 122、P.R. 146、P.R. 154、P.R. 185、P.R. 184、P.R. 192、P.R. 202、P.R. 207、P.R. 206 或 P.R. 209；及紫色顏料，如 P.V. 19、P.V.23、P.V.29、P.V.35、P.V.37、P.V.57；還有藍色顏料，如 P.B. 15、P.B.60 或 P.B.80。

遮蔽本發明之固體溶液的色調之較佳染料為水溶性染料，如直接染料、反應性染料及酸性染料，還有溶劑可溶性染料，如溶劑染料、分散染料及甕染料。可述及之具體實例為 C.I. 反應黃 37、酸性黃 23、反應紅 23、180、酸性紅 52、反應藍 19、21、酸性藍 9、直接藍 199、溶劑黃 14、16、25、56、64、79、81、82、83:1、93、98、133

、 162、174、溶劑紅 8、19、24、49、89、90、91、109、118、119、122、127、135、160、195、212、215、溶劑藍 44、45、溶劑橙 60、63、分散黃 64、甕紅 41。

本發明之固體溶液可用以染色天然或合成來源之高分子量有機材料，如塑膠、樹脂、塗佈材料及印刷油墨。高分子量有機材料之實例為纖維素醚類及纖維素酯類，如乙基纖維素、硝基纖維素、纖維素醋酸酯或纖維素丁酸酯、天然樹脂類或合成樹脂類，如加成聚合樹脂類或縮合樹脂類，實例為胺基樹脂類，尤其是尿素-及三聚氰胺-甲醛樹脂類、醇酸樹脂類、丙烯酸系樹脂類、酚樹脂類、聚碳酸酯、聚烯烴，如聚苯乙烯、聚氯乙烯、聚乙烯、聚丙烯、聚丙烯腈、聚丙烯酸酯類、聚醯胺類、聚胺基甲酸酯類或聚酯類、橡膠、酪蛋白、聚矽氧及聚矽氧樹脂類，個別或混合物。

在本文中無論該高分子量有機材料表示呈塑膠、熔融物之形式或呈紡絲溶液、清漆、塗料或印刷油墨之形式都沒有關係。依據預期應用之用途，有利的是利用呈摻和物之形式或呈調配劑或分散物之形式的本發明之固體溶液。根據待染色之高分子量有機材料，本發明之固體溶液係以相對於該被染色之材料總量，較佳 0.1 至 10 重量 % 之量使用。

本發明之固體溶液適用於作為電子照像感光調色劑及顯色劑中之著色劑，如單-或二-組分粉末調色劑（所謂之單-或二-組分顯色劑）、磁性調色劑、液態調色劑、乳液

調色劑、聚合調色劑及特製調色劑。典型之調色劑黏合劑為加成聚合樹脂、聚加成樹脂及縮聚樹脂，如苯乙烯樹脂、苯乙烯-丙烯酸酯樹脂、苯乙烯-丁二烯樹脂、丙烯酸酯樹脂、聚酯樹脂、酚-環氧樹脂、聚砜、聚胺基甲酸酯，個別或組合，還有聚乙烯及聚丙烯，其也可含有其他成分，如電荷控制劑、石蠟或流動助劑，或可於其後以這些添加物加以改質。

再者，本發明之固體溶液為粉末及粉末塗佈材料中之適合的著色劑，尤其是在用以塗佈，舉例來說，由金屬、木料、塑膠、玻璃、陶瓷、水泥、紡織材料、紙張或橡膠所製造的物品表面之可以摩擦電或電動力學噴灑之粉末塗佈材料中。

再者，本發明之固體溶液可作為含水或非水基底之噴墨油墨中及那些依據熱熔融程序運作之油墨中的著色劑。

噴墨油墨一般包括總共 0.5 至 15 重量%，較佳 1.5 至 8 重量%（以乾重計）之一或多種根據本發明之固體溶液。微乳化油墨係基於有機溶劑及水，可能有或沒有其他親水性（hydrotropic）物質（界面媒介）。微乳化油墨包括 0.5 至 15 重量%，較佳 1.5 至 8 重量%，之一或多種根據本發明之固體溶液；5 至 99 重量%之水；及 0.5 至 94.5 重量%之有機溶劑及/或親水性化合物。

以溶劑為底之噴墨油墨較佳包括 0.5 至 15 重量%之一或多種根據本發明之固體溶液；85 至 99.5 重量%之有機溶劑及/或親水性化合物。

熱熔性油墨大部份是基於室溫下為固體且加熱時為液體之石蠟、脂肪酸類、脂肪醇類或磺醯胺類，較佳之熔點範圍是介於約 60℃ 與約 140℃ 之間。熱熔性噴墨油墨基本上包括例如 20 至 90 重量%之石蠟及 1 至 10 重量%之一或多種根據本發明之固體溶液。其可另包括 0 至 20 重量%之其他聚合物（作為“染料溶劑”）、0 至 5 重量%之分散劑、0 至 20 重量%之黏度改質劑、0 至 20 重量%之塑化劑、0 至 10 重量%之黏性添加劑、0 至 10 重量%之透明度安定劑（防止石蠟結晶化，舉例來說）及 0 至 2 重量%之抗氧化劑。

本發明之固體溶液也可在加法混色（additive mixture）及減法混色（subtractive mixture）中作為彩色濾光劑之著色劑。

【實施方式】

除非另行指明，否則在下列實施例中份數表示重量份且百分比表示重量百分比。

主色醇酸-三聚氰胺烘漆之製備：

在 150ml 塑膠燒杯中藉由分散器利用 85g 之 3mm 直徑的玻璃珠，以 660rpm 分散 3.6g 固體溶液及 26.4g 醇酸-三聚氰胺研磨介質（50% Vialkyd® AC 451n/70SNB 及 50% Solventnaphtha, 1e），歷時 30 分鐘。緩慢混合此經染色之清漆，以玻璃棒在 60g 澄清清漆（26.4% Vialkyd

AC 451n/70SNB、29.4% Vialkyd AC 451/60X、35.8% Maprenal MF600/55BIB、2.2% Solventnaphtha, 1e、2.2% 正丁醇、2.2% Depanol I、1.8% 二乙二醇丁醚) 中攪拌。以受控的塗佈器將所獲得之塗料在測試卡上塗出均勻又規則的 200 μm 塗膜，於室溫乾燥該塗膜至少 15 分鐘及於 140°C 乾燥 20 分鐘。使用 Minolta 3700，D65 發光體及 10° 觀測器，根據 DIN 5033-7，ISO 7724-2 測量顏色性質。

實施例 1：

在 1L 反應器中將 300 份多磷酸 (85.3 至 85.5% P_2O_5) 加熱至 110°C。於此溫度添加 85 份 2,5-雙-苯胺基-對苯二甲酸、10 份 2,5-雙-對-甲苯胺基對苯二甲酸及 5 份 2,5-雙-(4-氯苯胺基)-對苯二甲酸，並於 145°C 攪拌 4h，此時進行閉環反應。將該熔融物倒入 900 份 85°C 之正-磷酸 (20 重量%) 中並攪拌 1h。於室溫下過濾該粗製顏料並以水清洗壓濾餅至 pH 中性。將該壓濾餅 (相當於 1 份乾燥顏料) 懸浮於 10 份水及 4 份異丁醇中並於 150°C 加壓攪拌 5h。於室溫過濾該顏料，以無溶劑水清洗，並於 80°C 乾燥。所獲得之固體溶液具有下列 X-射線繞射角 2θ ：6.0、12.2、13.7、14.5、25.0、26.5、27.6。

所獲得之帶藍色的洋紅色顏料在醇酸-三聚氰胺烘漆 (AM) 之主色中根據 CIELAB 之主色色調為 $C=67$ 及 $h=32$ 。

實施例 2：

在 1L 反應器中將 500 份多磷酸（85.8 至 86% P_2O_5 ）加熱至 100℃。於此溫度添加 90 份 2,5-雙-苯胺基-對苯二甲酸、2 份 2,5-雙-對-甲苯胺基對苯二甲酸及 8 份 2,5-雙-（4-氯苯胺基）-對苯二甲酸，並於 125℃ 攪拌 5h，此時進行閉環反應。將該熔融物倒入 1500 份 0℃ 之正-磷酸（20 重量%）中並攪拌 1h。於室溫下過濾該粗製顏料並以水清洗壓濾餅至 pH 中性。將該壓濾餅（相當於 1 份乾燥顏料）懸浮於 5 份異丁醇及 4 份水中，將 pH 調整至 8 至 9，並於迴流下攪拌 5h。藉由蒸氣蒸餾移除異丁醇並於室溫過濾該顏料，清洗至中性，並於 80℃ 乾燥。所獲得之固體溶液具有下列 X-射線繞射角 2θ ：6.11、12.37、13.82、14.34、25.00、26.24、27.67。

所獲得之帶藍色的洋紅色顏料在 AM 之主色中根據 CIELAB 之主色色調為 $C=67$ 及 $h=29$ 。

實施例 3：

在 1L 反應器中將 500 份多磷酸（85.8 至 86% P_2O_5 ）加熱至 100℃。於此溫度添加 80 份 2,5-雙-苯胺基-對苯二甲酸、10 份 2,5-雙-對-甲苯胺基對苯二甲酸及 10 份 2,5-雙-（4-氯苯胺基）-對苯二甲酸，並於 120℃ 攪拌 5h，此時進行閉環反應。將該熔融物倒入 1500 份 0℃ 之正-磷酸（20 重量%）中並攪拌 1h。於室溫下過濾該粗製顏料並以水清洗壓濾餅至 pH 中性。將該壓濾餅（相當於 1 份乾

燥顏料)懸浮於5份異丁醇及4份水中，並於150℃加壓攪拌5h。藉由蒸氣蒸餾移除異丁醇並於室溫過濾該顏料，清洗，並於80℃乾燥。所獲得之固體溶液具有下列X-射線繞射角 2θ ：5.98、12.14、13.69、14.44、24.86、26.45、27.60。

所獲得之帶藍色的洋紅色顏料在AM之主色中根據CIELAB之主色色調為 $C=66$ 及 $h=31$ 。

比較例：

在1L反應器中將500份多磷酸(85.8至86% P_2O_5)加熱至100℃。於此溫度添加60份2,5-雙-苯胺基-對苯二甲酸、25份2,5-雙-對-甲苯胺基對苯二甲酸及15份2,5-雙-(4-氯苯胺基)-對苯二甲酸，並於120℃攪拌5h，此時進行閉環反應。將該熔融物倒入1500份0℃之正-磷酸(20重量%)中並攪拌1h。於室溫下過濾該粗製顏料並用水清洗壓濾餅至pH中性。將該壓濾餅(相當於1份乾燥顏料)懸浮於5份異丁醇及4份水中，並於120℃加壓攪拌5h。藉由蒸氣蒸餾移除異丁醇並於室溫過濾該顏料，清洗，並於80℃乾燥。所獲得之顏料的X-射線圖案顯示形成二晶相的混合物：

固體溶液晶相及P.R. 202之 α 相；

X-射線繞射角 2θ ：5.55、5.94、11.05、12.08、13.75、14.67、24.85、25.80、26.54、27.53、30.26。

所獲得之顏料在AM之主色中根據CIELAB之主色色

調 爲 $C=59$ 。

七、申請專利範圍：

1.一種單相固體溶液，其含有相對於該單相固體溶液之總重量，65 至 98 重量%未經取代之喹吡酮、1 至 34 重量% 2,9-二甲基喹吡酮及 1 至 10 重量% 2,9-二氯喹吡酮。

2.如申請專利範圍第 1 項之固體溶液，其含有相對於該單相固體溶液總重量，69 至 85 重量%未經取代之喹吡酮、5 至 25 重量% 2,9-二甲基喹吡酮及 5 至 10 重量% 2,9-二氯喹吡酮。

3.如申請專利範圍第 1 項之固體溶液，其包括相對於該喹吡酮單相固體溶液總重量，65 至 98 重量%的未經取代之喹吡酮；1 至 34 重量%的 2,9-二甲基喹吡酮；及 1 至 10 重量%的 2,9-二氯喹吡酮。

4.如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之固體溶液，其中以醇酸-三聚氰胺烘漆之主色 (mass tone) 測得的色度(chroma)為 $74 > C > 60$ 。

5.一種製造如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之固體溶液之方法，其中於 100 至 150℃ 在多磷酸或其酯中縮合 65 至 98 重量%之 2,5-雙-苯胺基-對苯二甲酸、1 至 34 重量%之 2,5-雙(對-甲苯胺基)對苯二甲酸及 1 至 10 重量% 2,5-雙(4-氯苯胺基)對苯二甲酸，於 0 至 150℃ 以水或含水之正磷酸使所得的熔融物水解，及單離該固體溶液。

6.如申請專利範圍第 5 項之方法，其包含於 80 至 180℃ 之溫度以有機溶劑及/或水進行溶劑處理。

7.如申請專利範圍第 6 項之方法，其中該有機溶劑為

丁醇。

8.一種如申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項之固體溶液的用途，其係用於染色天然或合成來源的高分子量有機材料。

9.如申請專利範圍第 8 項之用途，其中該高分子量有機材料為塑膠、樹脂或塗佈材料。

10.如申請專利範圍第 9 項之用途，其中該材料為電子照相調色劑或顯色劑，或彩色濾光劑。

11.一種如申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項之固體溶液的用途，其係用於使油墨染色。

12.如申請專利範圍第 11 項之用途，其中該油墨為噴墨油墨。