

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5633894号
(P5633894)

(45) 発行日 平成26年12月3日 (2014. 12. 3)

(24) 登録日 平成26年10月24日 (2014. 10. 24)

(51) Int. Cl.

C 0 9 B 35/035 (2006.01)

F I

C 0 9 B 35/035 C S P

請求項の数 4 (全 35 頁)

(21) 出願番号	特願2008-85915 (P2008-85915)	(73) 特許権者	596170170
(22) 出願日	平成20年3月28日 (2008. 3. 28)		ゼロックス コーポレーション
(65) 公開番号	特開2008-255357 (P2008-255357A)		XEROX CORPORATION
(43) 公開日	平成20年10月23日 (2008. 10. 23)		アメリカ合衆国、コネチカット州 068
審査請求日	平成23年3月25日 (2011. 3. 25)		56、ノーウォーク、ビーオーボックス
(31) 優先権主張番号	11/732, 745		4505、グローバー・アヴェニュー 4
(32) 優先日	平成19年4月4日 (2007. 4. 4)		5
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100082005
			弁理士 熊倉 禎男
		(74) 代理人	100067013
			弁理士 大塚 文昭
		(74) 代理人	100086771
			弁理士 西島 孝喜
		(74) 代理人	100109070
			弁理士 須田 洋之

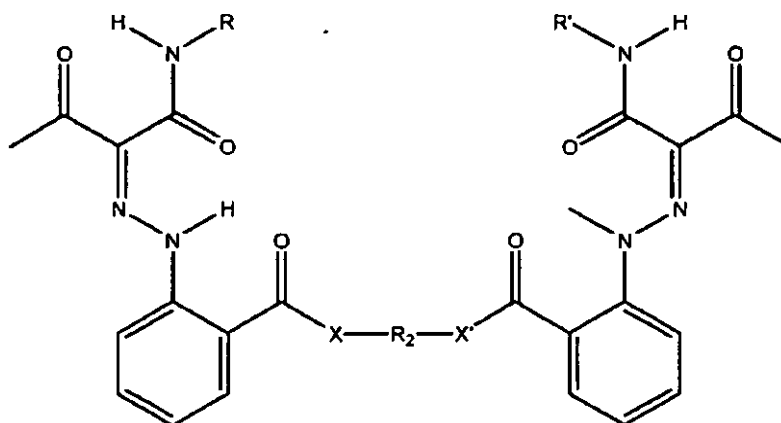
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 着色剤化合物

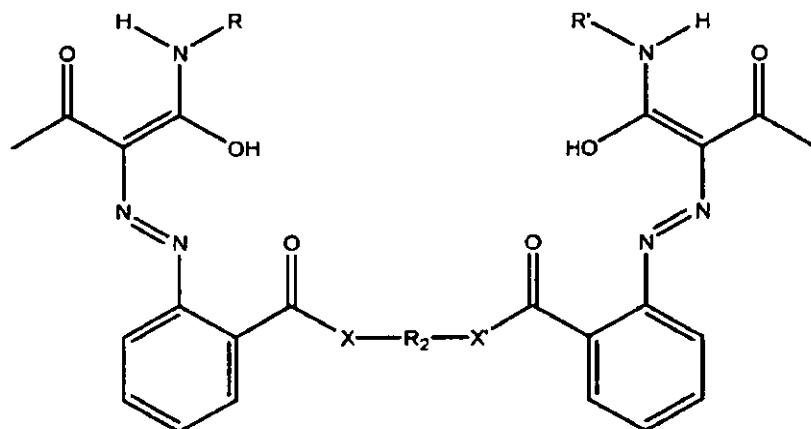
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

式



又は



10

で表される化合物であって、式中、

R 及び R' は、2-エチルヘキシル、ゲルベ、又は p-ヒドロキシエチルアニリンであり、

R₂ は、(i) 置換及び非置換アルキレン基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアルキレン基、(ii) 置換及び非置換アリーレン基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアリーレン基、(iii) 置換及び非置換アリールアルキレン基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアリールアルキレン基、又は (iv) 置換及び非置換アルキルアリーレン基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアルキルアリーレン基であり、

20

X 及び X' は、(i) 直接結合、(ii) 酸素原子、(iii) 硫黄原子、(iv) 式 -NR₄₀- の基であり、式中、R₄₀ は、水素原子、置換及び非置換アルキル基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアルキル基、置換及び非置換アリール基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアリール基、置換及び非置換アリールアルキル基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアリールアルキル基、若しくは置換及び非置換アルキルアリーレン基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアルキルアリーレン基であり、又は (v) 式 -CR₅₀R₆₀- の基であり、

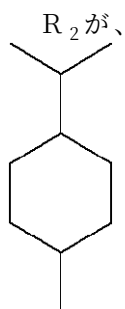
30

式中、R₅₀ 及び R₆₀ は、各々互いに独立して、水素原子、置換及び非置換アルキル基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアルキル基、置換及び非置換アリール基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアリール基、置換及び非置換アリールアルキル基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアリールアルキル基、若しくは置換及び非置換アルキルアリーレン基を含み、その中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアルキルアリーレン基であり、ここで、2つ又はそれ以上の置換基は一緒に結合して環を形成することができ、X 及び X' は互いに同じか、又は互いに異なることができる、

ことを特徴とする化合物。

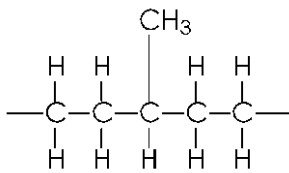
【請求項 2】

40

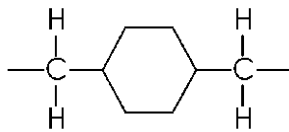


、- (CH₂)₆-、- (CH₂)₈-、- (CH₂)₁₀-、- (CH₂)₁₂-、

50

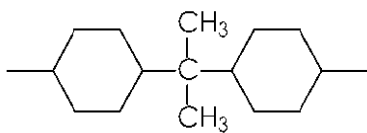


、

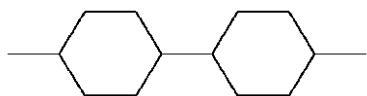


10

、

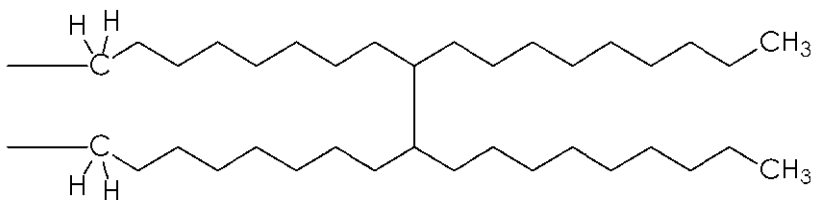


、



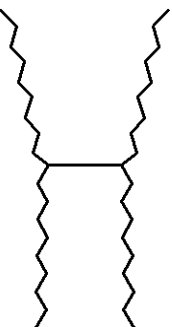
20

、



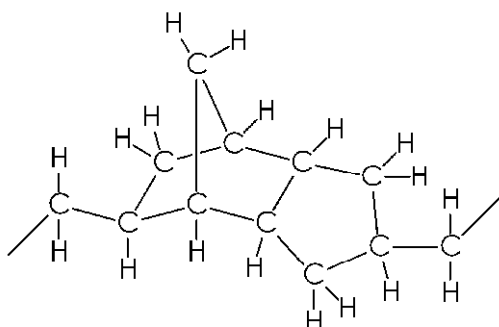
30

、



又は

40

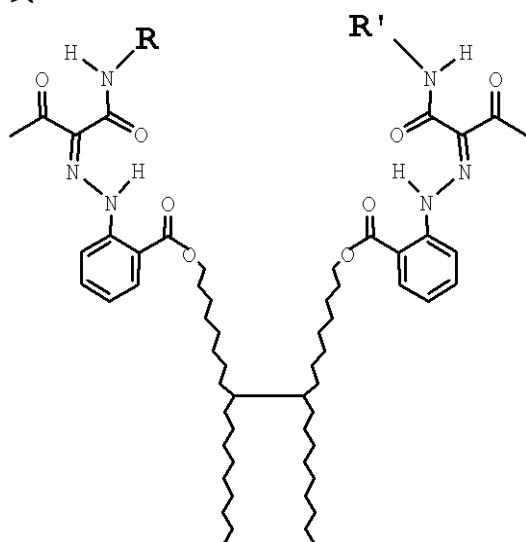


50

であることを特徴とする請求項 1 に記載の化合物。

【請求項 3】

式

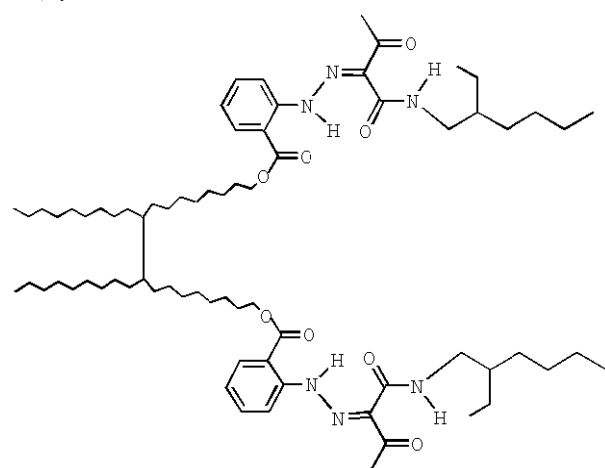


10

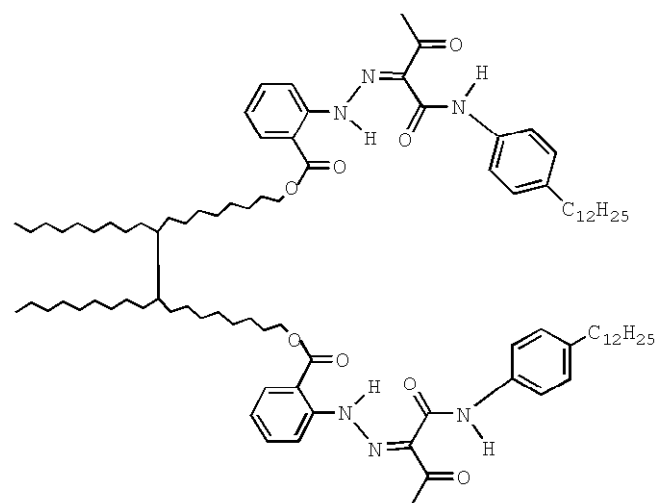
で表されることを特徴とする請求項 1 に記載の化合物。

【請求項 4】

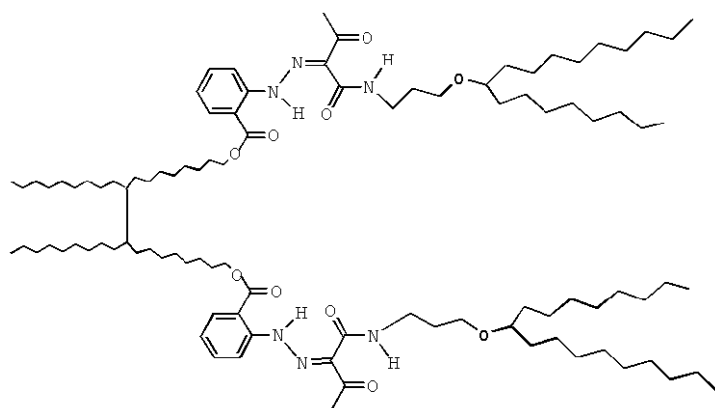
式



20

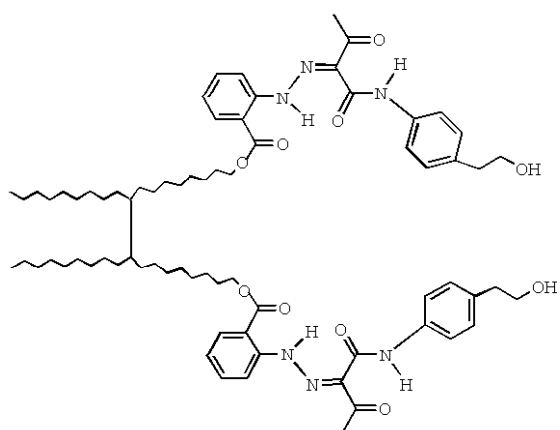


40



10

、又は



20

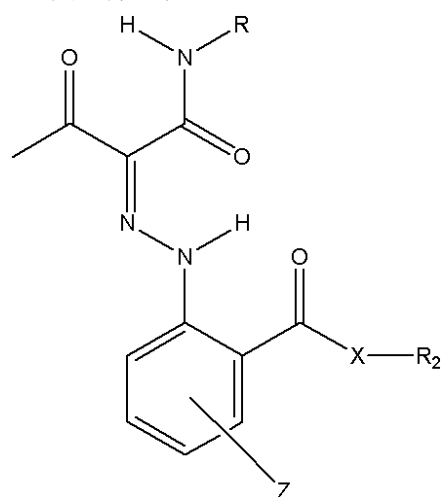
で表されることを特徴とする請求項1に記載の化合物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

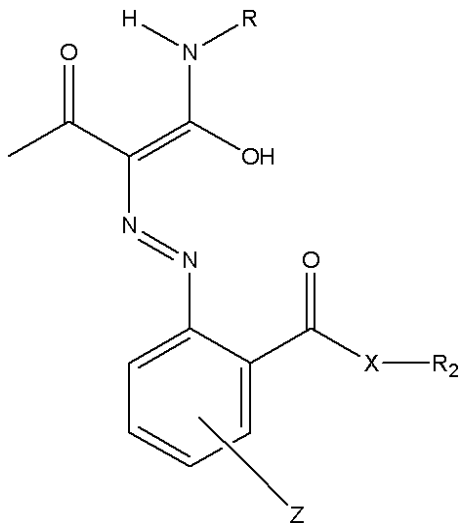
本発明は、式



30

又は

40



10

で表されるホットメルト又は相変化インクでの使用に特に適した二量体アゾアセトアセトアミド着色剤化合物に関連する。

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

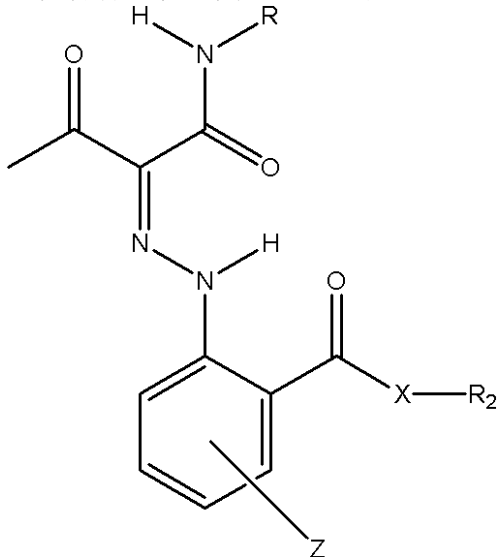
【0002】

アセトアセトアミド染料は、合成後は主としてヒドラゾン体で存在する。アセトアセトアミド染料は、カップリング反応が生じたとき最初はエノール（ジアゾ体と呼ばれる）を形成し、次に互変異性化してケト体（ヒドラゾン体と呼ばれる）となる。しかしながら、アセトアセトアミド化合物は、両方の形で存在することができる。例えば、特定の環境条件下（例えば、特定の溶媒中）では、アセトアセトアミド染料は、ジアゾ体に戻ることができる。

20

【0003】

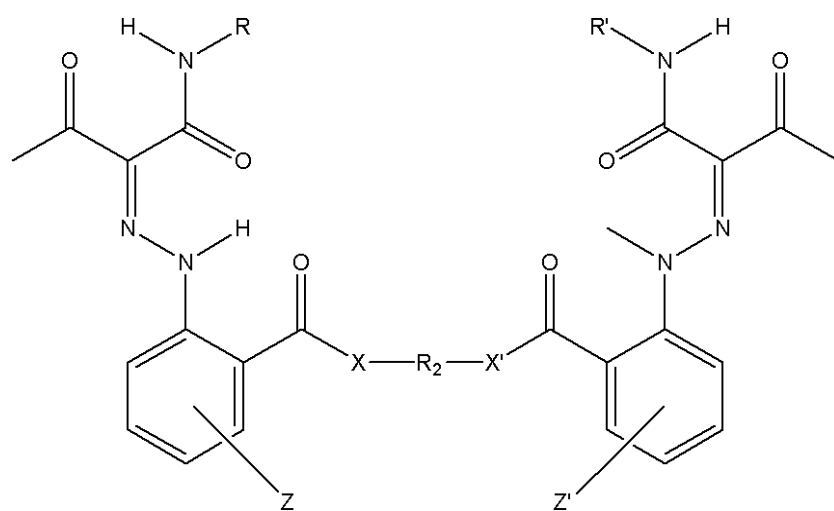
化合物は、R又はR'を通じて二量体化することができる。例えば、ケト体



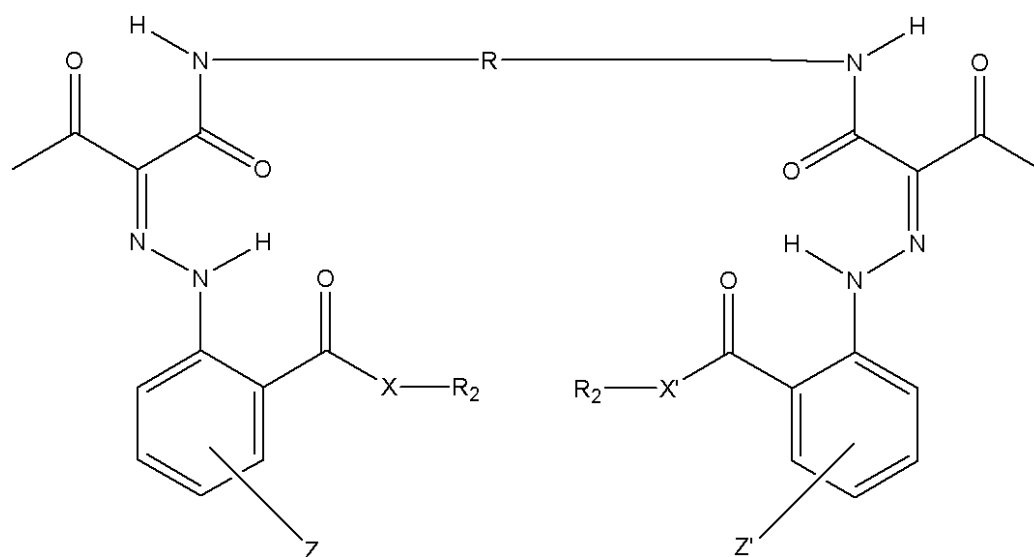
30

40

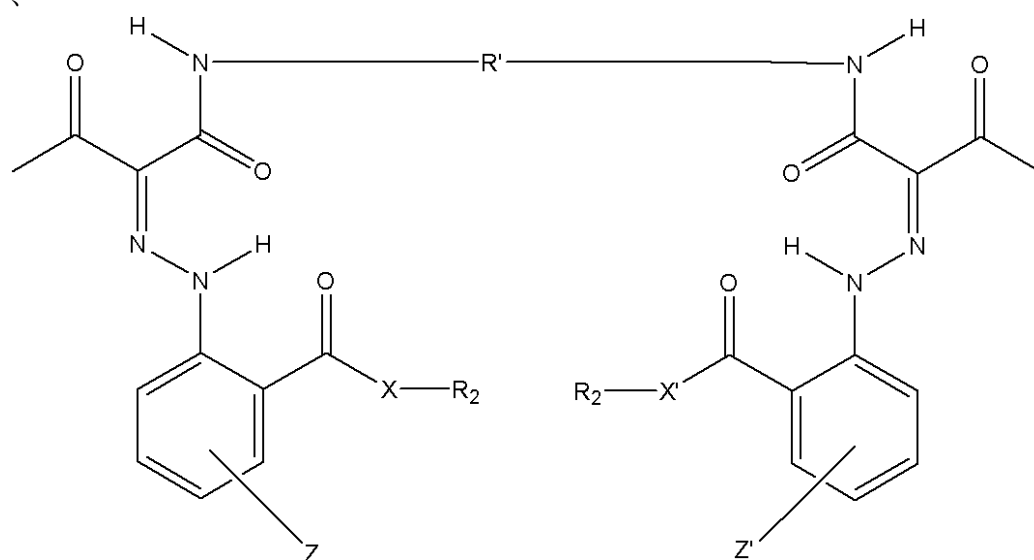
の二量体は、



10



20



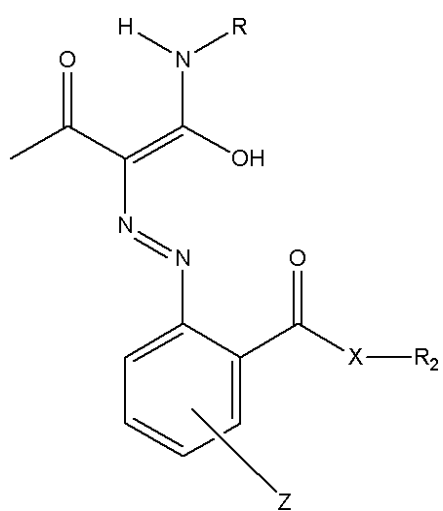
30

40

を含む。

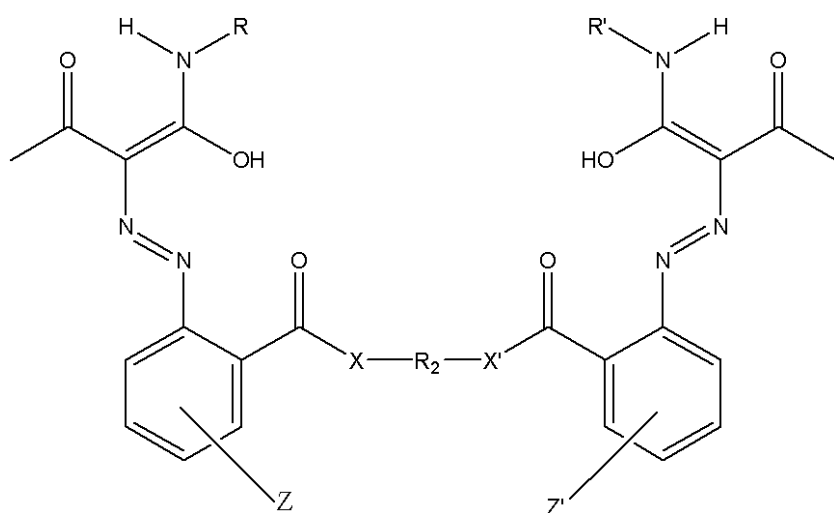
【0004】

例えば、エノール体



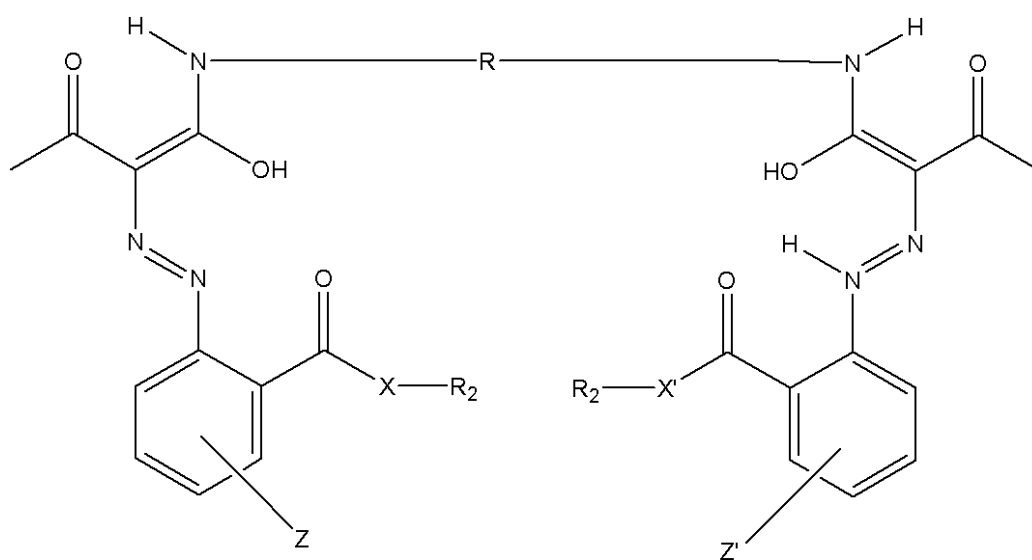
10

の二量体は、



20

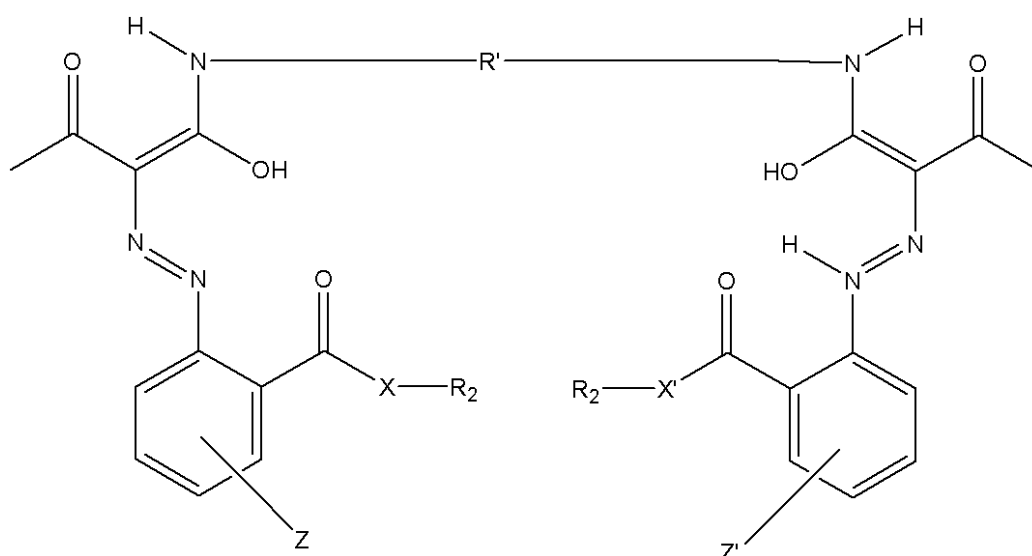
又は



30

又は

40



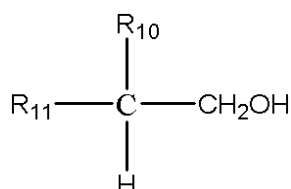
10

を含み、式中、R、及びR'が存在する場合R'は、N置換アセトアセトアミド、例えば、2-エチルヘキシルアセトアセトアミド、ドデシルアニリンアセトアセトアミド、ゲルベ（Guerbet）-アセトアセトアミド、又はp-ヒドロキシエチルアニリノ-アセトアセトアミドである。

【0005】

20

ゲルベアルコールは、一般式



のベータ分枝第一アルコールを表し、式中、R₁₀及びR₁₁は互いに独立して、1個から22個、1個から12個、又は1個から7個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキル基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、及び置換アルキル基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルキル基中に存在することができる）、6個から30個、6個から15個、又は6個から12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリール基（置換アリール基を含む）、7個から30個、7個から15個、又は7個から12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばベンジル基のようなアリールアルキル基（置換アリールアルキル基を含む）、7個から30個、7個から15個、又は7個から12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリール基（置換アルキルアリール基を含む）、1個から22個までの炭素、1個から12個、又は1個から7個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルコキシ基（置換アルコキシ基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルコキシ基の中に存在することができる）、3個から60個、3個から30個、又は3個から20個までの反復アルキレンオキシ単位を有するが、反復単位の数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリエチレンオキシ基、ポリプロピレンオキシ基、ポリブチレンオキシ基のようなポリアルキレンオキシ基（置換ポリアルキレンオキシ基を含む）であり、R₁₀及びR₁₁は一緒に結合して環を形成してもよく、置換アルキル、アリール、アリールアルキル、アルキルアリール、アルコキシ、及びポリアルキレンオキシ基上の置換基は、ヒドロキシ基、アミン基、アンモニウム基、ピリジン基、ピリジニウム基、エーテル基、エステル基、アミド基、カルボニル基、それらの混合物であってよく、2つ又はそれ以上の置換基と一緒に結合して環を形成することができ、

30

40

ゲルベアセトアセトアミドは、ゲルベアミン（ゲルベアミンはゲルベアルコールから誘導される）とアセトニトリルとから誘導されるアセトアセトアミドのことを表し、

50

【0006】

RとR₂を合わせた炭素原子の数は少なくとも約12個であり、

R₂は、(i) 1個から約50個、2個から約20個、若しくは4個から約12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキル基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び置換アルキル基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルキル基中に存在することができる）、

【0007】

(ii) 1個から少なくとも10個、20個、若しくは36個の炭素原子、又は200個、100個、60個、若しくは40個を超えない炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキレン基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、脂肪族環式部分を含むアルキレン基、非置換及び置換アルキレン基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルキレン基中に存在することができる）であり、R₂は36個の炭素原子を有し、随意に不飽和及び環式基を含む分枝アルケニル基であり、

10

【0008】

(iii) 6個、13個、18個、若しくは23個の炭素原子を有し、又は100個、75個、若しくは50個を超えない炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリーレン基（非置換及び置換アリーレン基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアリーレン基中に存在することができる）、

【0009】

20

(iv) 少なくとも7個、18個、30個、若しくは42個の炭素原子を有し、又は200個、100個、若しくは44個を超えない炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールアルキレン基（非置換及び置換アリールアルキレン基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアリールアルキレン基のアリール又はアルキル部分のいずれかの中に存在することができる）、

【0010】

(v) 少なくとも7個、18個、30個、若しくは42個の炭素原子を有し、又は200個、100個、若しくは44個を超えない炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリーレン基（非置換及び置換アルキルアリーレン基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルキルアリーレン基のアルキル又はアリーレン部分のいずれかの中に存在することができる）、

30

【0011】

(vi) 少なくとも1個、10個、若しくは20個の炭素原子を有し、又は200個、100個、又は60個を超えない炭素原子を有するアルキレンオキシ基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び置換アルキレンオキシ基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルキレンオキシ基のアルキル部分中に存在することができる）、

【0012】

(vii) 少なくとも6個、13個、若しくは18個の炭素原子を有し、又は100個、75個、若しくは50個を超えない炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリーレンオキシ基（非置換及び置換アリーレンオキシ基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリーレンオキシ基のアリール部分中に存在することができる）、

40

【0013】

(viii) 少なくとも7個、18個、30個、若しくは42個の炭素原子を有し、又は200個、100個、若しくは44個を超えない炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールアルキレンオキシ基（非置換及び置換アリールアルキレンオキシ基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリールアルキレンオキシ基のアリール又はアルキル部分のいずれかの中に存在することができる）、

50

【0014】

(ix) 7個、18個、30個、若しくは42個の炭素原子を有し、又は200個、100個、若しくは44個を超えない炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリーレンオキシ基（非置換及び置換アルキルアリーレンオキシ基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルキルアリーレンオキシ基のアルキル又はアリール部分の中に存在することができる）、

【0015】

(x) 反復アルキレンオキシ基のアルキル部分が1個から12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリエチレンオキシ基、ポリプロピレンオキシ基、ポリブチレンオキシ基のようなポリアルキレンオキシ基であって、反復アルキレンオキシ基の数は典型的には2個から50個までであるが、反復単位の数はいくらの範囲外であってもよい、ポリアルキレンオキシ基、

10

【0016】

(xi) 反復アリーレンオキシ基のアリール部分が6個から14個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリフェニレンオキシ基、ポリナフタレンオキシ基、ポリフェナントレンオキシ基のようなポリアリーレンオキシ基であって、反復アリーレンオキシ基の数は2個から20個までであるが、その数はこれらの範囲外であってもよい、ポリアリーレンオキシ基、

【0017】

(xii) 反復アリールアルキレン基のアリールアルキル部分が7個から50個までの炭素原子を有する、例えばポリベンジレンオキシ基、ポリフェニルエチレンオキシ基のようなポリアリールアルキレンオキシ基であって、反復アリールアルキレンオキシ基の数は2個から20個までであるが、その数はこれらの範囲外であってもよい、ポリアリールアルキレンオキシ基、

20

【0018】

(xiii) 反復アルキルアリーレンオキシ基のアルキルアリール部分が7個から50個までの炭素原子を有する、例えばポリトルエンオキシ基のようなポリアルキルアリーレンオキシ基であって、反復アルキルアリーレンオキシ基の数は2個から20個までであるが、その数はこれらの範囲外であってもよい、ポリアルキルアリーレンオキシ基、

【0019】

(xiv) 2個から12個までの炭素原子、及び4個から18個までの環原子を有するが、炭素原子の数及び環原子の数はこれらの範囲外であってもよい複素環式基（非置換及び置換複素環式基）であって、複素環式基中のヘテロ原子が（これらに限定されないが）窒素、酸素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素、並びにこれらの混合物であってもよい、複素環式基、

30

【0020】

(xv) シリレン基（非置換及び置換シリレン基）、

(xvi) シロキサン基（非置換及び置換シロキサン基）、

(xvii) 2個から100個までの反復シリレン単位を有するポリシリレン基（非置換及び置換ポリシリレン基）、或いは

40

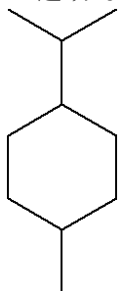
(xviii) 2個から200個までの反復シロキサン単位を有するが、その数はこの範囲外であってもよいポリシロキサン基（非置換及び置換ポリシロキサン基）であり、ここで、置換アルキレン、アリーレン、アリールアルキレン、アルキルアリーレン、アルキレンオキシ、アリーレンオキシ、アリールアルキレンオキシ、アルキルアリーレンオキシ、ポリアルキレンオキシ、ポリアリーレンオキシ、ポリアリールアルキレンオキシ、ポリアルキルアリーレンオキシ、複素環、シリレン、シロキシ、ポリシリレン、及びポリシロキシ基上の置換基は、ヒドロキシ基、ハロゲン原子、シアノ基、エーテル基、アルデヒド基、ケトン基、カルボン酸基、エステル基、アミド基、カルボニル基、チオカルボニル基、硫酸基、スルホン酸基、スルフィド基、スルホキシド基、リン酸基、ニトリル基、メルカプト基、ニトロ基、ニトロソ基、スルホン基、アシル基、酸無水物基、アジド基、シア

50

ナト基、イソシアナト基、チオシアナト基、イソチオシアナト基、これらの混合物であり、シリレン、シロキシ、ポリシリレン、及びポリシロキシ基上の置換基は、アルキル基、アリール基、アリールアルキル基、及びアルキルアリール基とすることもでき、2つ又はそれ以上の置換基は一緒に結合して環を形成することができる。

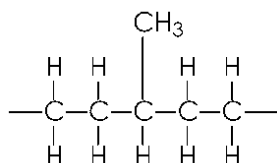
【0021】

適切な R_2 基の例は、（これらに限定されないが）式



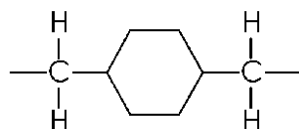
10

のメンチル基、式 $-(CH_2)_6-$ の n -ヘキサンジイル、式 $-(CH_2)_8-$ の n -オクタンジイル、式 $-(CH_2)_{10}-$ の n -デカンジイル、式 $-(CH_2)_{12}-$ の n -ドデカンジイル、式



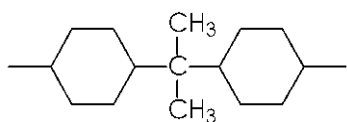
20

の3-メチル-1,5-ペンタンジイル、式（これは、いかなる特定の立体化学に限定することを意図するものではなく、全てのシス及びトランス異性体を含む）

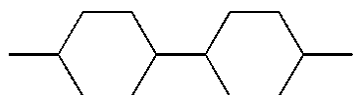


の1,4-シクロヘキサンジメチレン、式（これは、いかなる特定の立体化学に限定することを意図するものではなく、全てのシス及びトランス異性体を含む）

30



の4,4'-イソプロピリデンジシクロヘキサンジイル、式（これは、いかなる特定の立体化学に限定することを意図するものではなく、全てのシス及びトランス異性体を含む）

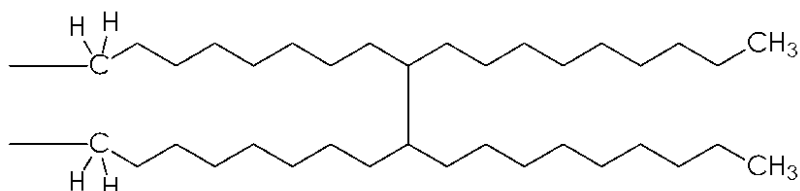


40

の4,4'-ビスシクロヘキサンジイル、

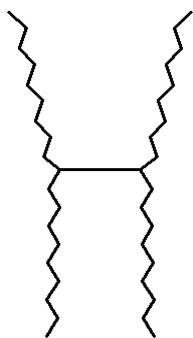
【0022】

式



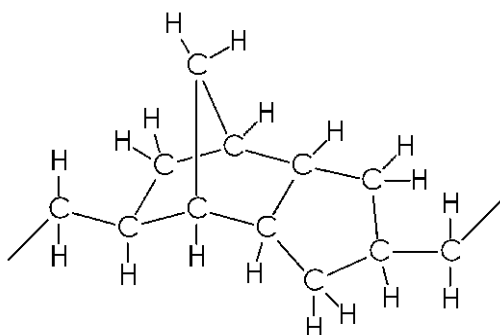
の異性体を含む、36個の炭素原子を有する分枝アルキレン基、式

50



の異性体を含む、36個の炭素原子を有する分枝アルキレン基、及び他の分枝アルキレン異性体（これは、不飽和及び環式基を含んでもよい）、式（これは、いかなる特定の立体化学に限定することを意図するものではなく、全てのシス及びトランス異性体を含む）

10



20

の4,8-ビス(メチレン)トリシクロ[5.2.1.0^{2,6}]デカンジイルを含む。

【0023】

X、及びX'が存在する場合X'は、各々互いに独立して、(i)直接結合、(ii)酸素原子、(iii)硫黄原子、(iv)式 $-NR_{40}-$ の基であり、ここで R_{40} は、水素原子、1個から50個、2個から20個、若しくは4個から12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキル基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び置換アルキル基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルキル基中に存在することができる）、6個から50個、6個から20個、若しくは6個から10個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリール基（置換アリール基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアリール基中に存在することができる）、7個から100個、7個から50個、若しくは7個から20個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールアルキル基（置換アリールアルキル基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアリールアルキル基のアリール又はアルキル部分のいずれかの中に存在することができる）、又は7個から100個、7個から50個、若しくは7個から20個までの炭素原子を有するが、炭素原子の数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリール基（置換アルキルアリール基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルキルアリール基のアルキル又はアリール部分の中に存在することができる）であり、或いは(v)式 $-CR_{50}R_{60}-$ の基であり、ここで R_{50} 及び R_{60} は、各々互いに独立して、水素原子、1個から50個、2個から20個、若しくは4個から12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキル基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び置換アルキル基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルキル基中に存在することができる）、6個から50個、6個から20個、若しくは6個から10個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリール基（置換アリール基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアリール基中に存在することができる）、7個から100個、7個から50個、若しくは7個から20個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリ

30

40

50

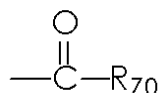
ールアルキル基（置換アリールアルキル基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアリールアルキル基のアリール又はアルキル部分のいずれかの中に存在することができる）、又は7個から100個、7個から50個、若しくは7個から20個の炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリール基（置換アルキルアリール基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルキルアリール基のアルキル又はアリール部分の中に存在することができる）であり、ここで、置換アルキル、アリール、アリールアルキル、及びアルキルアリール基上の置換基は、（これらに限定されないが）ヒドロキシ基、ハロゲン原子、アミン基、イミン基、アンモニウム基、ピリジン基、ピリジニウム基、エーテル基、アルデヒド基、エステル基、アミド基、カルボニル基、チオカルボニル基、硫酸基、スルホン酸基、スルフィド基、スルホキシド基、ホスフィン基、ホスホニウム基、リン酸基、ニトリル基、メルカプト基、ニトロ基、ニトロソ基、スルホネート基、アシル基、酸無水物基、アジド基、シアナト基、イソシアナト基、チオシアナト基、イソチオシアナト基、これらの混合物とすることができ、2つ又はそれ以上の置換基は一緒に結合して環を形成することができ、X及びX'は、互いに同じか、又は異なることができる。

【0024】

Z及びZ'は、各々、随意に存在し、存在する場合には、各々互いに独立して、(i) 水素原子、(ii) フッ素、塩素、ホウ素、及びヨウ素を含む、ハロゲン原子、(iii) ニトロ基、(iv) 1個から50個、1個から20個、若しくは1個から10個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキル基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び置換アルキル基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルキル基中に存在することができる）、(v) 6個から50個、若しくは6個から14個、若しくは6個から10個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリール基（置換アリール基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアリール基中に存在することができる）、(vi) 7個から50個、7個から25個、若しくは7個から15個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールアルキル基（置換アリールアルキル基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリールアルキル基のアリール又はアルキル部分の中に存在することができる）、(vii) 7個から50個、7個から25個、若しくは7個から15個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリール基（置換アルキルアリール基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルキルアリール基のアルキル又はアリール部分の中に存在することができる）、

【0025】

(viii) 式



の基であり、式中、R₇₀は、1個から50個、1個から20個、若しくは1個から10個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキル基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び置換アルキル基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルキル基中に存在することができる）、6個から50個、若しくは6個から20個、若しくは6個から14個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリール基（置換アリール基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアリール基の中に存在することができる）、7個から50個、7個から25個、若しくは7個から15個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールアルキル基（置換アリールアルキル基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリールアルキル基のアリール又はアルキル部分の中に存在することができる）、7個から

50個、7個から25個、若しくは7個から15個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリール基（置換アルキルアリール基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルキルアリール基のアルキル又はアリール部分の中に存在することができる）、

【0026】

1個から50個、4個から20個、若しくは8個から12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルコキシ基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び置換アルコキシ基であって、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルコキシ基のアルキル部分の中に存在することができる）、6個から50個、6個から20個、若しくは6個から14個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールオキシ基（置換アリールオキシ基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリールオキシ基のアリール部分中に存在することができる）、7個から50個、7個から25個、若しくは7個から15個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールアルキルオキシ基（置換アリールアルキルオキシ基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリールアルキルオキシ基のアリール又はアルキル部分の中に存在することができる）、7個から50個、7個から25個、若しくは7個から15個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリールオキシ基（置換アルキルアリールオキシ基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルキルアリールオキシ基のアルキル又はアリール部分の中に存在することができる）、

【0027】

反復アルキレンオキシ基のアルキル部分が1個から12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリエチレンオキシ基、ポリプロピレンオキシ基、ポリブチレンオキシ基のようなポリアルキレンオキシ基であって、反復アルキレンオキシ基の数は2個から50個までであるが、その数はこれらの範囲外であってもよいポリアルキレンオキシ基、反復アリーレンオキシ基のアリール部分が6個から14個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリフェニレンオキシ基、ポリナフタレンオキシ基、ポリフェナントレンオキシ基のようなポリアリーレンオキシ基であって、反復アリーレンオキシ基の数は2個から20個までであるが、反復単位の数はいくつかの範囲外であってもよいポリアリーレンオキシ基、反復アリールアルキレンオキシ基のアリールアルキル部分が7個から50個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリベンジレンオキシ基、ポリフェニルエチレンオキシ基のようなポリアリーールアルキレンオキシ基であって、反復アリールアルキレンオキシ基の数は2個から20個までであるが、反復単位の数はいくつかの範囲外であってもよいポリアリーールアルキレンオキシ基、反復アルキルアリーレンオキシ基のアルキルアリール部分が7個から50個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリトルエンオキシ基のようなポリアルキルアリーレンオキシ基であって、反復アルキルアリーレンオキシ基の数は典型的には2個から20個までであるが、反復単位の数はいくつかの範囲外であってもよいポリアルキルアリーレンオキシ基、2個から12個までの炭素原子、及び4個から18個までの環原子を有するが、炭素原子の数及び環原子の数はこれらの範囲外であってもよい複素環式基（非置換及び置換複素環式基を含む）であって、複素環式基中のヘテロ原子が（これらに限定されないが）窒素、酸素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素、並びにこれらの混合物であってもよい複素環式基、シリル基（非置換及び置換シリル基を含む）、シロキサン基（非置換及び置換シロキサン基を含む）、2個から100個までの反復シリレン単位を有するポリシリレン基（非置換及び置換ポリシリレン基を含む）、又は2個から200個までの反復シロキサン単位を有するが、反復シロキサン単位の数はいくつかの範囲外であってもよいポリシロキサン基（非置換及び置換ポリシロキサン基を含む）であり、

【0028】

(ix) 式 SO_2R_{80} のスルホニル基であり、式中、 R_{80} は、水素原子、1 個から 50 個、1 個から 20 個、若しくは 1 個から 10 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキル基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び置換アルキル基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルキル基中に存在することができる）、典型的には 6 個から 50 個、6 個から 20 個、若しくは 6 個から 14 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリール基（置換アリール基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアリール基中に存在することができる）、7 個から 50 個、7 個から 25 個、若しくは 7 個から 15 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールアルキル基（置換アリールアルキル基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリールアルキル基のアリール又はアルキル部分の中に存在することができる）、7 個から 50 個、7 個から 25 個、若しくは 7 個から 15 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリール基（置換アルキルアリール基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルキルアリール基のアルキル又はアリール部分の中に存在することができる）、

【0029】

1 個から 50 個、4 個から 20 個、若しくは 8 個から 12 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルコキシ基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び置換アルコキシ基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルコキシ基のアルキル部分の中に存在することができる）、6 個から 50 個、6 個から 20 個、若しくは 6 個から 14 個の炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールオキシ基（置換アリールオキシ基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリールオキシ基のアリール部分の中に存在することができる）、7 個から 50 個、7 個から 25 個、若しくは 7 個から 15 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールアルキルオキシ基（置換アリールアルキルオキシ基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリールアルキルオキシ基のアリール又はアルキル部分の中に存在することができる）、7 個から 50 個、7 個から 25 個、若しくは 7 個から 15 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリールオキシ基（置換アルキルアリールオキシ基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルキルアリールオキシ基のアルキル又はアリール部分の中に存在することができる）、

【0030】

反復アルキレンオキシ基のアルキル部分が 1 個から 12 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリエチレンオキシ基、ポリプロピレンオキシ基、ポリブチレンオキシ基のようなポリアルキレンオキシ基であって、反復アルキレンオキシ基の数は 2 個から 50 個までであるが、反復単位の数はいくつかの範囲外であってもよいポリアルキレンオキシ基、反復アリーレンオキシ基のアリール部分が 6 個から 14 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリフェニレンオキシ基、ポリナフタレンオキシ基、ポリフェナントレンオキシ基のようなポリアリーレンオキシ基であって、反復アリーレンオキシ基の数は 2 個から 20 個までであるが、反復単位の数はいくつかの範囲外であってもよいポリアリーレンオキシ基、反復アリールアルキレンオキシ基のアリールアルキル部分が 7 個から 50 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリベンジレンオキシ基、ポリフェニルエチレンオキシ基のようなポリアリーールアルキレンオキシ基であって、反復アリールアルキレンオキシ基の数は 2 個から 20 個までであるが、反復単位の数はいくつかの範囲外であってもよいポリアリーールアルキレンオキシ基、反復アルキルアリーレンオキシ基のアルキルアリーレン部分が 7 個から 50 個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリトルエンオキシ基のようなポリアルキルアリーレンオキシ

基であって、反復アルキルアリーレンオキシ基の数は2個から20個であるが、反復単位
 の数はこれらの範囲外であってもよいポリアルキルアリーレンオキシ基、2個から12個
 までの炭素原子、及び4個から18個までの環原子を有するが、炭素原子の数及び環原子
 の数はこれらの範囲外であってもよい複素環式基（非置換及び置換複素環式基を含む）で
 あって、複素環式基中のヘテロ原子が（これらに限定されないが）窒素、酸素、硫黄、ケ
 イ素、リン、ホウ素、並びにこれらの混合物であってもよい複素環式基、シリル基（非置
 換及び置換シリル基を含む）、シロキサン基（非置換及び置換シロキサン基を含む）、2
 個から100個までの反復シリレン単位を有するポリシリレン基（非置換及び置換ポリシ
 リレン基を含む）、又は2個から200個までの反復シロキサン単位を有するが、反復シ
 ロキサン単位の数はこの範囲外であってもよいポリシロキサン基（非置換及び置換ポリシ
 ロキサン基を含む）であり、或いは

10

【0031】

(x) 式 $\text{-PO}_3\text{R}_{90}$ のホスホリル基であり、式中、 R_{90} は、水素原子、1個から50
 個、1個から20個、若しくは1個から10個までの炭素原子を有するが、その数はこれ
 らの範囲外であってもよいアルキル基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び
 置換アルキル基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が
 アルキル基中に存在することができる）、6個から50個、6個から20個の炭素原子、
 若しくは6個から14個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であっても
 よいアリール基（置換アリール基を含む）、7個から50個、7個から25個、若しくは
 7個から15個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアリ
 ールアルキル基（置換アリールアルキル基を含む）、7個から50個、7個から25個、
 若しくは7個から15個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であっても
 よいアルキルアリール基（置換アルキルアリール基を含む）、1個から50個、4個から
 20個、若しくは8個から12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外で
 あってもよいアルコキシ基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、非置換、及び置換アルコ
 キシ基であり、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルコ
 キシ基のアルキル部分の中に存在することができる）、

20

【0032】

6個から50個、6個から20個、若しくは6個から14個の炭素原子を有するが、そ
 の数はこれらの範囲外であってもよいアリールオキシ基（置換アリールオキシ基を含む）
 、7個から50個、7個から25個、若しくは7個から15個までの炭素原子を有するが
 、その数はこれらの範囲外であってもよいアリールアルキルオキシ基（置換アリールアル
 キルオキシ基を含む）、7個から50個、7個から25個、若しくは7個から15個まで
 の炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよいアルキルアリールオキシ
 基（置換アルキルアリールオキシ基を含む）、反復アルキレンオキシ基のアルキル部分が
 1個から12個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例
 えばポリエチレンオキシ基、ポリプロピレンオキシ基、ポリブチレンオキシ基のようなポ
 リアルキレンオキシ基であって、反復アルキレンオキシ基の数は典型的には2個から50
 個までであるが、反復単位の数はいくつかの範囲外であってもよいポリアルキレンオキシ基
 、反復アリーレンオキシ基のアリール部分が6個から14個までの炭素原子を有するが、
 その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリフェニレンオキシ基、ポリナフタレ
 ンオキシ基、ポリフェナントレンオキシ基のようなポリアリーレンオキシ基であって、反
 復アリーレンオキシ基の数は2個から20個までであるが、反復単位の数はいくつかの範囲
 外であってもよいポリアリーレンオキシ基、反復アリールアルキレンオキシ基のアリール
 アルキル部分が7個から50個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であ
 ってもよい、例えばポリベンジレンオキシ基、ポリフェニルエチレンオキシ基のようなポ
 リアリーールアルキレンオキシ基であって、反復アリールアルキレンオキシ基の数は2個
 から20個までであるが、反復単位の数はいくつかの範囲外であってもよいポリアリーール
 アルキレンオキシ基、反復アルキルアリーレンオキシ基のアルキルアリール部分が7個から
 50個までの炭素原子を有するが、その数はこれらの範囲外であってもよい、例えばポリト

30

40

50

ルエンオキシ基のようなポリアルキルアリーレンオキシ基であって、反復アルキルアリーレンオキシ基の数は典型的には2個から20個であるが、反復単位の数はいくらの範囲外であってもよいポリアルキルアリーレンオキシ基、2個から12個までの炭素原子、及び4個から18個までの環原子を有するが、炭素原子の数及び環原子の数はこれらの範囲外であってもよい複素環式基（非置換及び置換複素環式基を含む）であって、複素環式基中のヘテロ原子が（これらに限定されないが）窒素、酸素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素、並びにこれらの混合物であってもよい複素環式基、シリル基（非置換及び置換シリル基を含む）、シロキサン基（非置換及び置換シロキサン基を含む）、2個から100個までの反復シリレン単位を有するポリシリレン基（非置換及び置換ポリシリレン基を含む）、又は2個から200個までの反復シロキサン単位を有するが、反復シロキサン単位の数はいくらの範囲外であってもよいポリシロキサン基（非置換及び置換ポリシロキサン基を含む）であり、

10

【0033】

ここで、置換アルキル、アリール、アリールアルキル、アルキルアリール、アルコキシ、アリールオキシ、アリールアルキルオキシ、アルキルアリールオキシ、ポリアルキレンオキシ、ポリアリーレンオキシ、ポリアリールアルキレンオキシ、ポリアルキルアリーレンオキシ、複素環、シリル、シロキシ、ポリシリレン、及びポリシロキシ基上の置換基は、ヒドロキシ基、ハロゲン原子、シアノ基、エーテル基、アルデヒド基、ケトン基、カルボン酸基、エステル基、アミド基、カルボニル基、チオカルボニル基、硫酸基、スルホン酸基、スルフィド基、スルホキシド基、リン酸基、ニトリル基、メルカプト基、ニトロ基、ニトロソ基、スルホン基、アシル基、酸無水物基、アジド基、シアナト基、イソシアナト基、チオシアナト基、イソチオシアナト基、これらの混合物であり、シリレン、シロキシ、ポリシリレン、及びポリシロキシ基上の置換基は、アルキル基、アリール基、アリールアルキル基、及びアルキルアリール基とすることもでき、2つ又はそれ以上の置換基は一緒に結合して環を形成することができ、Z及びZ'は、互いに同じか、又は互いに異なることができる。分子上に4個までのZ基が存在することができる。分子上に4個までのZ'基が存在することができる。

20

【0034】

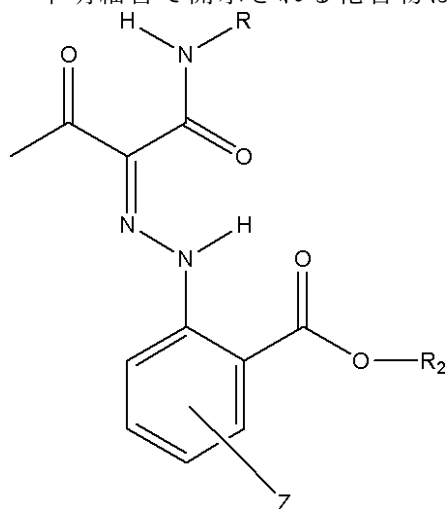
基Z及びXは一緒に結合して環を形成することができ、基Z'及びX'は一緒に結合して環を形成することができる。

30

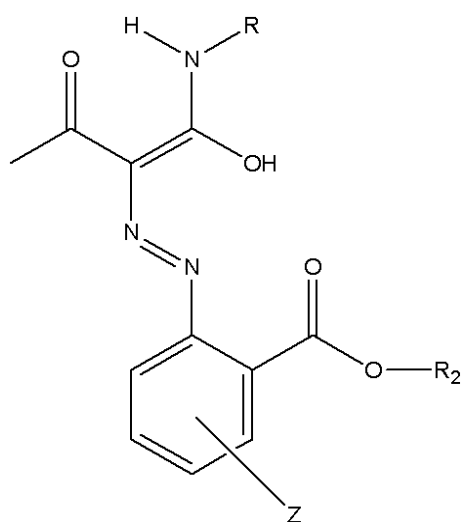
【発明を実施するための最良の形態】

【0035】

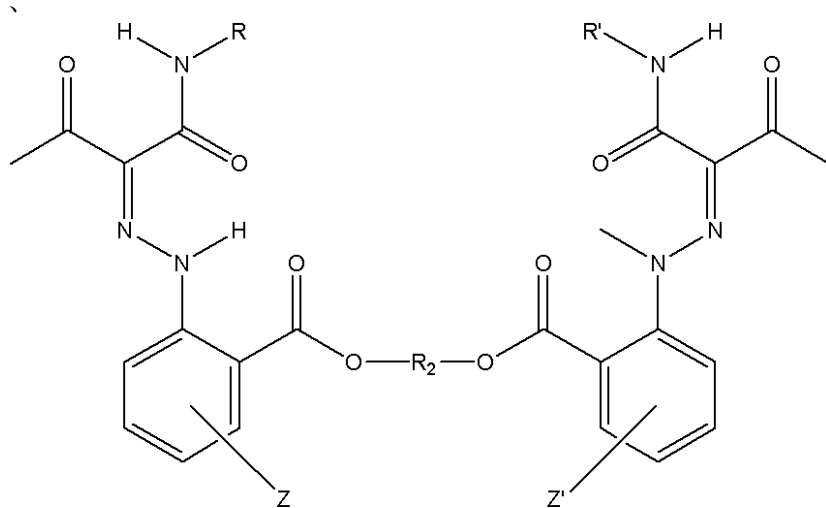
本明細書で開示される化合物は、式



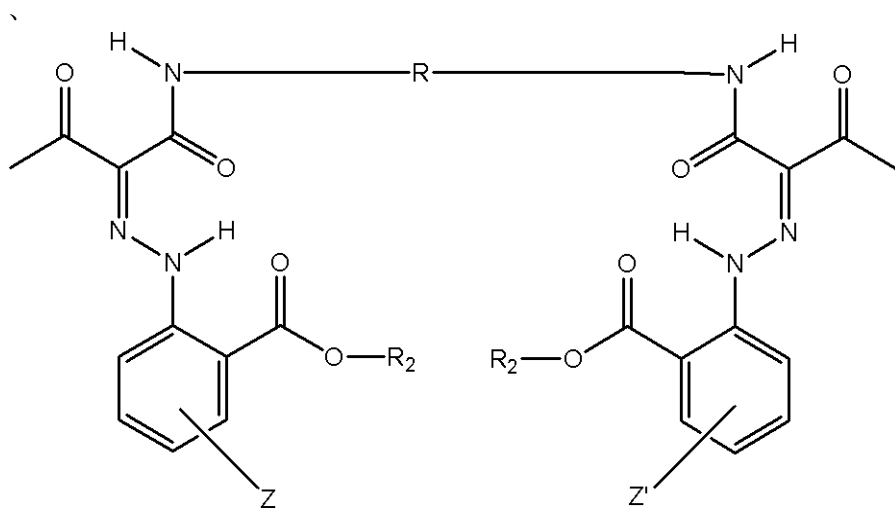
40



10

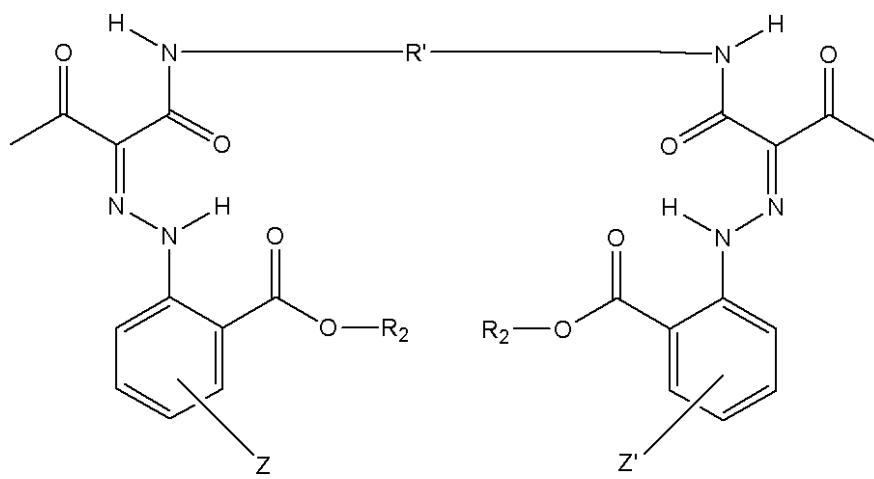


20

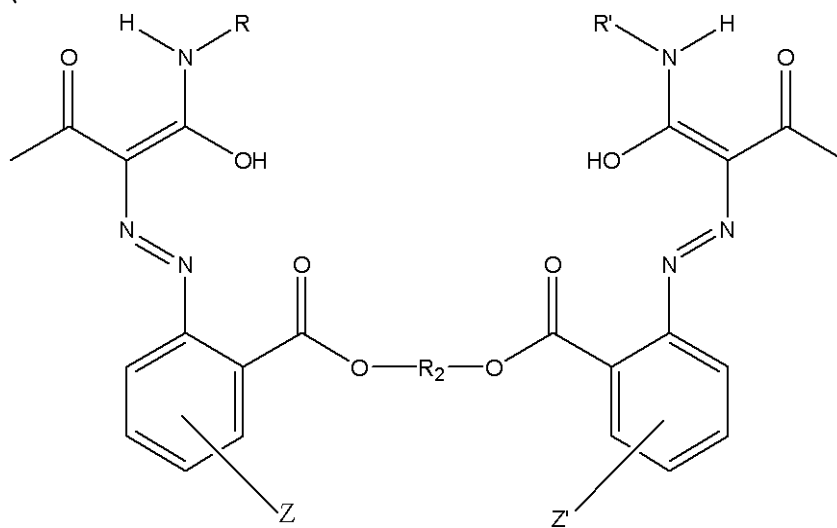


30

40

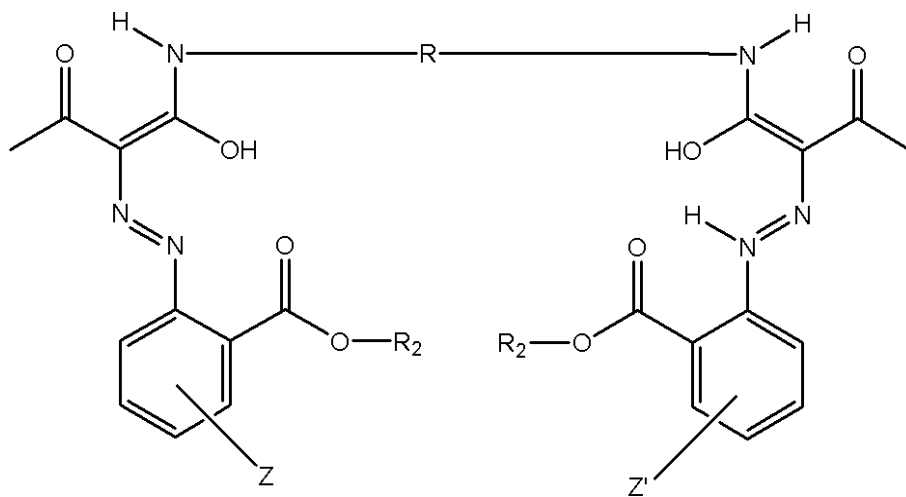


10



20

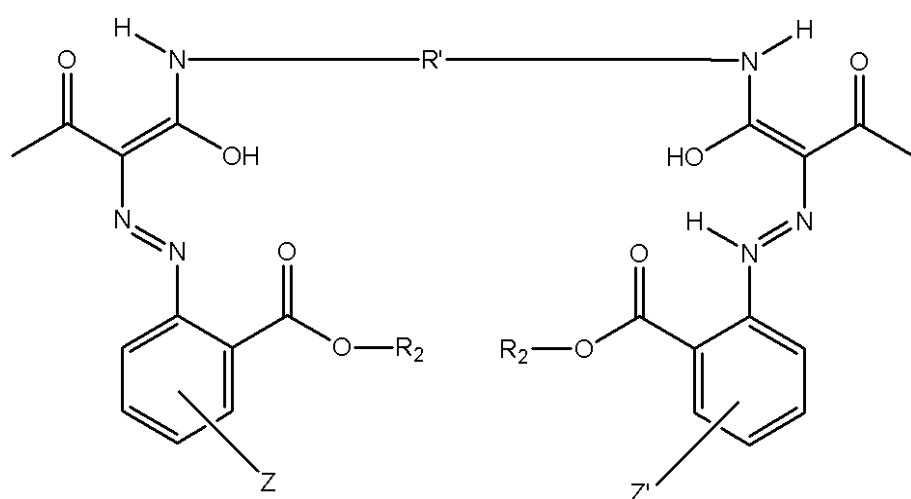
、又は



30

、又は

40

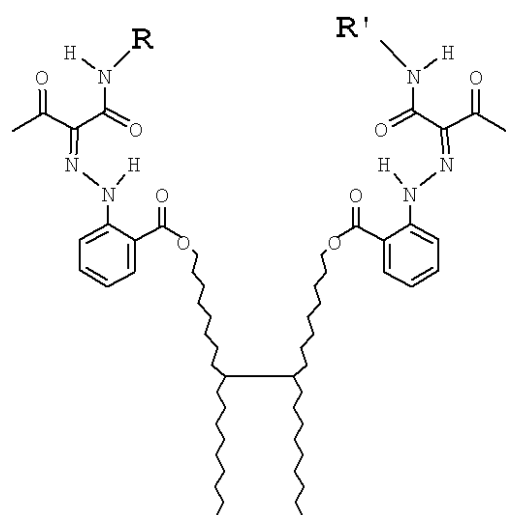


10

で表される化合物を含む。

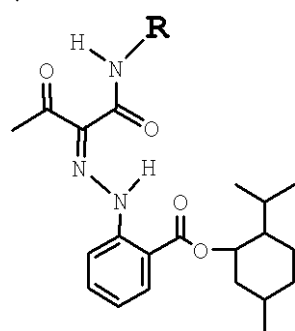
【0036】

具体的な例は、これらに限定されないが、

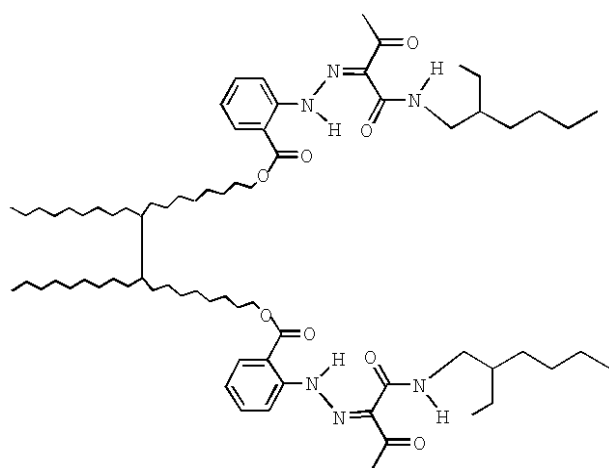


20

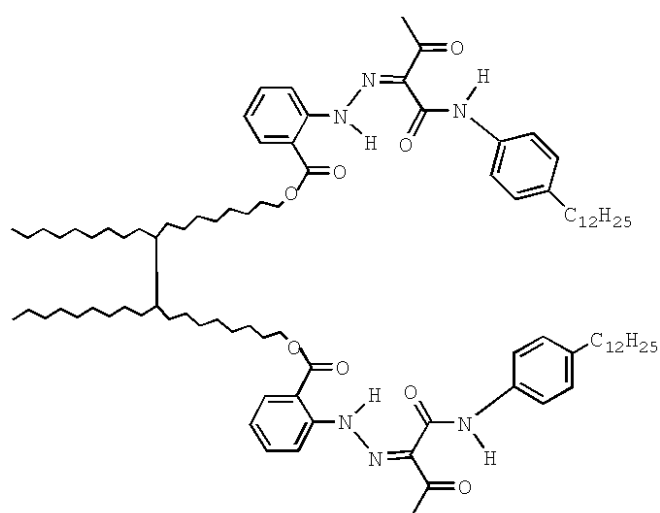
30



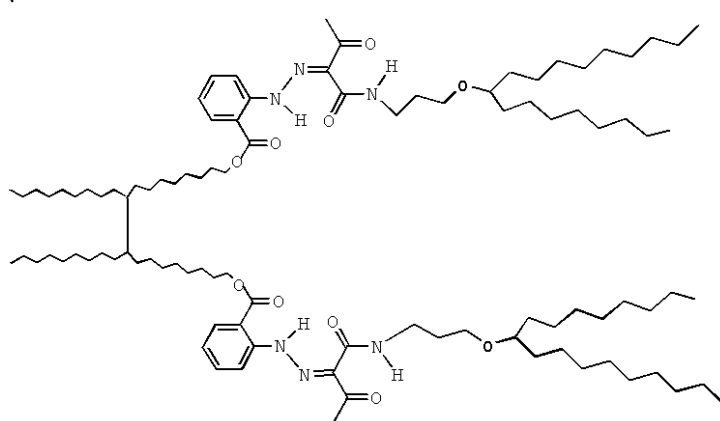
40



10

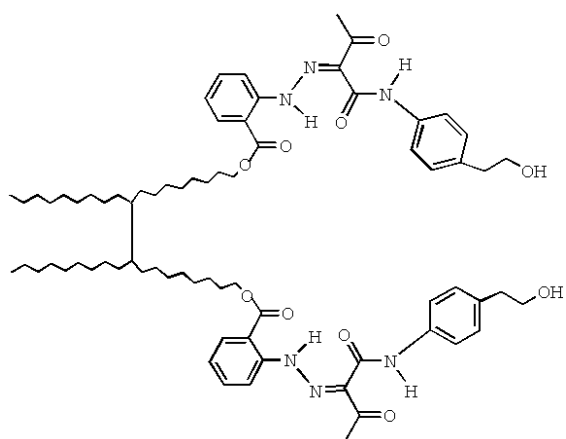


20

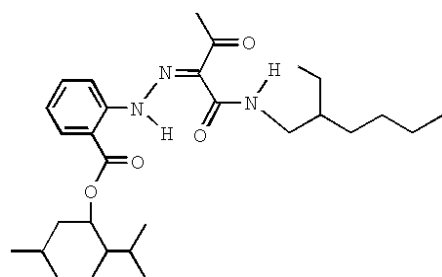


30

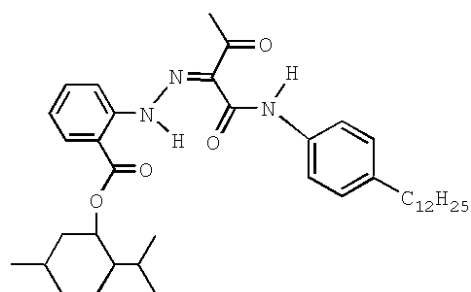
40



10



20

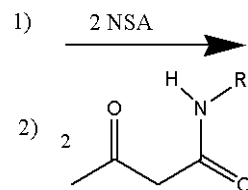
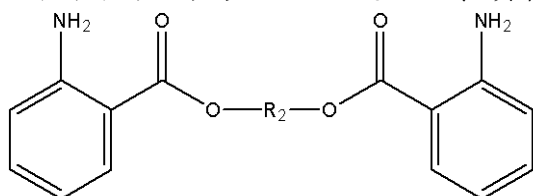


30

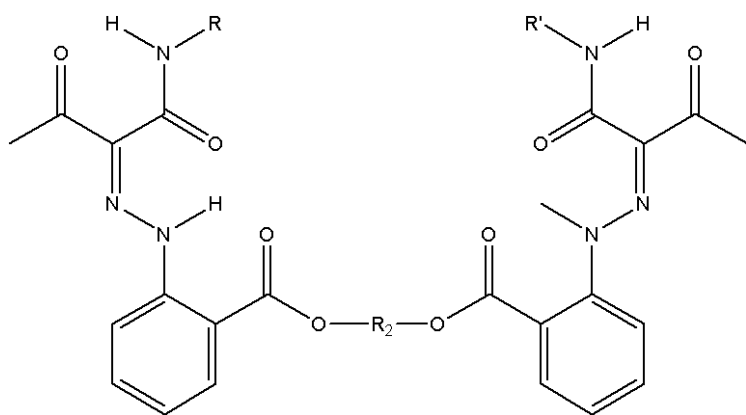
を含む。

【0037】

本開示の着色剤は、任意の有効な手順で調製することができ、例えば、対応して置換された二量体アントラニレート化合物を低温条件下でニトロシル硫酸でジアゾ化し、その後、低温条件下で、緩衝化アルカリ性水溶液中で、対応して置換されたアセトアセトアミドとカップリングすることによって、以下のように調製することができる。



40



10

【0038】

KNO_2 又は NaNO_2 、及び HCl 又は H_2SO_4 のような鉱酸の使用を含むその他の方法を利用することができる。対応して置換されたジアントラニレートは、最初に、溶媒で希釈された酢酸、及び随意に、硫酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、プロピオン酸、塩酸、リン酸、ジアゾ化反応に有用な任意のその他の酸、並びにそれらの混合物のような第2の酸に溶解することによって、ジアゾ化反応に供される。溶媒は、ジアゾ化反応において有用ないかなる溶媒であってもよく、例えば、水、アセトン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、テトラヒドロフラン、ジメトキシエタン、類似の高沸点エーテル溶媒、並びにそれらの混合物である。

20

【0039】

溶媒とジアントラニレートは任意の有効な相対量で存在し、相対量を決定する目的で、「溶媒」が、選択された溶媒すべてに加えていかなる量の酢酸及び第2の酸を含むものとして定義される場合には、反応物は、この複合溶媒中に、溶媒1リットル当たり少なくとも100、200、若しくは230グラムの置換ジアントラニレートの相対量で、又は溶媒1リットル当たり400、300、若しくは270グラムを超えない置換ジアントラニレートの相対量で存在するが、この相対量はこれらの範囲外であってもよい。

【0040】

酢酸は、置換ジアントラニレート1グラム当たり少なくとも1、2、若しくは3グラムの酢酸、又は置換ジアントラニレート1グラム当たり10、7、又は5グラムを超えない酢酸のような、任意の有効量で存在するが、その相対量はこれらの範囲外であってもよい。

30

【0041】

随意の第2の酸は、置換ジアントラニレート1グラム当たり少なくとも0.05、若しくは0.1グラムの酸、又は置換ジアントラニレート1グラム当たり0.5、0.3、若しくは0.2グラムを超えない酸のような、有効量で存在するが、その相対量はこれらの範囲外であってもよい。

【0042】

選択された溶媒と任意の随意の第2の酸と酢酸とを含む混合物中に、酢酸は、混合物対して少なくとも50、70、75、または95容量パーセントのような、任意の有効量で存在するが、その相対量はこれらの範囲外であってもよい。

40

【0043】

成分が完全に溶解したら、混合物は+15℃、+10℃、+5℃、若しくは+3℃を超えない温度、又は−5℃若しくは−10℃を下回らない温度まで冷却されるが、この温度はこれらの範囲外であってもよい。

【0044】

その後、ニトロシル硫酸、又は他の方法を用いる場合には他の酸が、置換ジアントラニレート1モル当たり少なくとも2若しくは少なくとも2.1モルのニトロシル硫酸（ジアントラニレートのアニリン部分1モル当たり少なくとも約1モルのニトロシル硫酸）、又は置換ジアントラニレート1モル当たり3、2.4、若しくは2.25モルを超えないニ

50

トロシル硫酸のような、任意の有効量で混合物に添加されるが、その相対量はこれらの範囲外であってもよい。ニトロシル硫酸は、反応混合物の温度が15℃を超えないような速度で一滴ずつ添加される。

【0045】

ジアゾニウム塩を形成する反応は本質的に瞬時であり、ニトロシル硫酸の添加が完了したときには、反応は本質的には完了している。ときには、反応は、完了までに、瞬時から約6時間までの時間がかかることがある。所望であれば、反応の完了を確認するために定性試験を行うことができる。

【0046】

反応混合物中に存在する残留の過剰なニトロシル硫酸は、スルファミン酸、尿素、並びにそれらの混合物のようなクエンチング剤を、ニトロシル硫酸1モル当たり（反応混合物に元々添加したニトロシル硫酸1モル当たり）少なくとも約0.01、0.05、若しくは0.1モルのクエンチング剤、又はニトロシル硫酸1モル当たり0.5、0.3、若しくは0.2モルを超えないクエンチング剤のような、任意の有効量で添加することによって、クエンチングすることができるが、その量はこれらの範囲外であってもよい。反応が完了したとき、反応混合物は対応のジアゾニウム塩を含む。

10

【0047】

所望の置換基を有するアセトアセトアミドの前駆体溶液は、無溶媒（neat）で、又は適切な溶媒、例えば、水と、メタノール、エタノール、イソプロパノールのような低級アルコール、テトラヒドロフラン、アセトン、ジメトキシエタン、N，N-ジメチルホルムアミド、N，N-ジメチルアセトアミド、アセトニトリルのような水混和性非塩基性有機溶媒、並びにそれらの混合物を含む有機溶媒との混合物中で調製される。水と有機溶媒との混合物は、反応副生成物である無機又は有機塩の溶媒和を容易にするために役立つことができる。この場合には、水及び有機溶媒は、水1グラム当たり少なくとも0.25、0.3、若しくは0.4グラムの有機溶媒、又は水1グラム当たり4、3、若しくは2グラムを超えない有機溶媒のような、任意の有効相対量で存在するが、その相対量は、これらの範囲外であってもよい。

20

【0048】

アセトアセトアミドは、前駆体溶液中に、溶媒1リットル当たり少なくとも10、30、若しくは50グラムのアセトアセトアミド、又は溶媒1リットル当たり200、100、若しくは70グラムを超えないアセトアセトアミドのような、任意の有効量で存在するが、その相対量はこれらの範囲外であってもよい。

30

【0049】

アセトアセトアミド前駆体溶液が調製され、アセトニトリルが留去され、生成物は広口瓶の中に貯蔵される。所望であれば、アセトアセトアミド前駆体溶液は、pH10、pH14を超えない、又はpH12を超えないアルカリ性のpHで維持することができるが、そのpHはこれらの範囲外であってもよい。アセトアセトアミド前駆体溶液は、塩基と随意の緩衝塩との混合物を含むことができる。

【0050】

適切な塩基の例は、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムのような無機塩基、並びに、トリエタノールアミン、N，N-ジエチルエタノールアミンのような水混和性有機第三アミン、それらの混合物を含み、アセトアセトアミド1モル当たり少なくとも1、2、3、若しくは5モルの塩基、又はアセトアセトアミド1モル当たり10、7、若しくは5グラムを超えない塩基のような任意の有効量で存在するが、その相対量はこれらの範囲外であってもよい。

40

【0051】

適切な随意的緩衝塩の例は、主要な酸溶媒に対応する塩を含み、例えば、主要な酸溶媒が酢酸の場合、適切な緩衝剤は、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、リン酸水素ナトリウム、クエン酸、並びにそれらの混合物を含む。存在する場合、随意的緩衝塩は、アセトアセトアミド1モル当たり少なくとも1、2、3、若しくは5モルの緩衝剤、又はアセトアセ

50

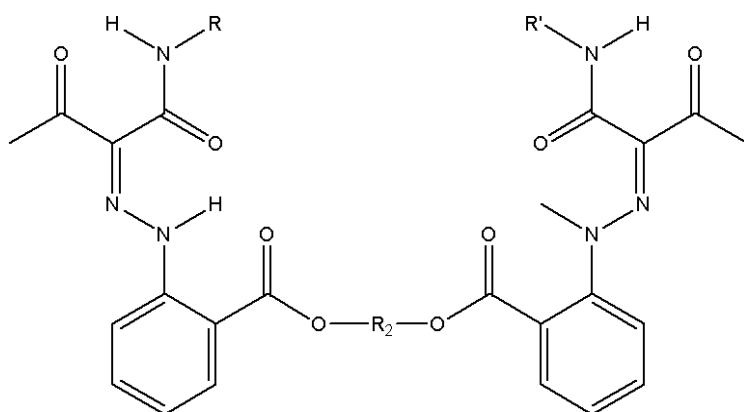
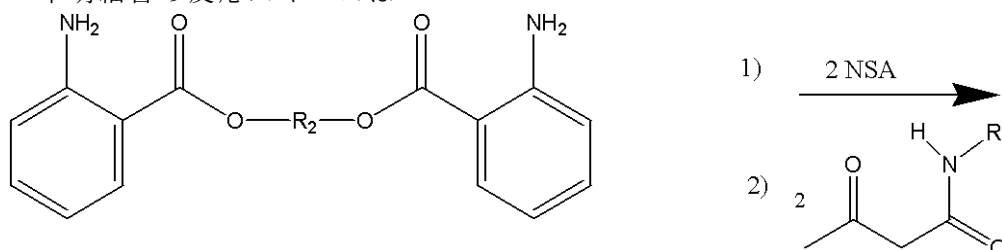
トアミド1モル当たり10、7、若しくは5モルを超えない緩衝剤のような、任意の有効量で存在するが、その相対量はこれらの範囲外であってもよい。アセトアセトアミドが溶解したら、不溶性の固体をいずれも除去するために、そのように形成された前駆体アセトアセトアミド溶液を濾過することができる。

【0052】

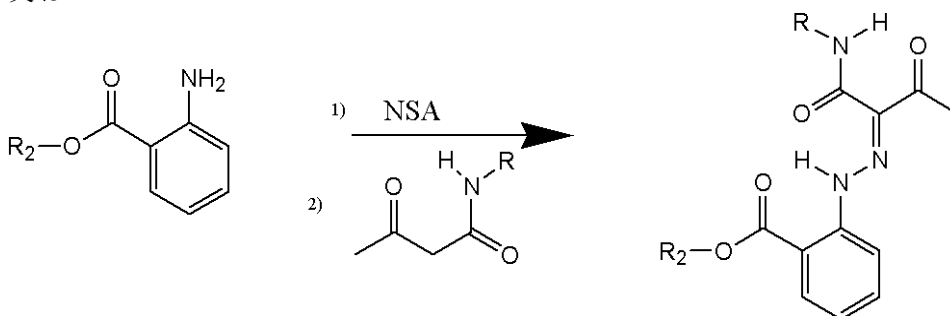
次いで、ジアゾニウム塩を含む低温で維持された溶液を、任意の有効相対量でアセトアセトアミド溶液にゆっくりと加える。ジアゾニウム塩が二量体種（ビスージアゾニウム塩）である場合、ジアゾニウム塩1モル当たり少なくとも2、2.1、若しくは2.25モルのアセトアセトアミド、又はジアゾニウム塩1モル当たり4、3、若しくは2.5モルを超えないアセトアセトアミドであり、単量体ジアゾニウム塩が選択される場合、アセトアセトアミドのモルは半分にすべきであるが、その相対量はこれらの範囲外であってもよく、その結果、鮮黄色の沈殿が瞬時に形成される。その後、黄色沈殿を濾過によって採取して、所望であれば洗浄する。

【0053】

本明細書の反応スキームは



又は



を含む。

【0054】

前駆体ジアントラニレートは、例えば、米国特許第6,713,614号及び米国特許第6,576,747号に開示されているようないかなる有効な方法によっても調製されることができる。

【0055】

前駆体アセトアセトアミドは、例えば、Robert Clemensによる、Che

m i c a l R e v i e w s、1986年、第86巻、第2号、241-258頁に開示されているような、いかなる所望の又は有効な方法によっても調製されることができる。

【0056】

本発明の化合物の構造は、改善された移動特性及び拡散特性を提供し、両端の発色団から突き出したワックス様 (waxy) の付属物 (すなわち長鎖) が相変化インク基材に対して相溶性及び可溶性の化合物を提供し、この構造的特徴はまた、着色剤分子に対して熱的安定性及び化学的安定性を与えると考えられる。さらに、少なくとも12個の炭素原子を有するアルキル又はアルキレン基、特に (必須ではないが) このタイプの分枝アルキル基を着色剤分子中に含むことによって、相変化インクの展色剤のような媒体から隣接の別の色のインク (色間のブリードへと至る)、隣接の非印刷領域 (縁の不揃い (edge raggedness) へと至る)、テープの接着剤 (縁の不揃い及び判読不能の可能性へと至る) への、着色剤分子の拡散又は浸出がさらに低減されることが考えられる。

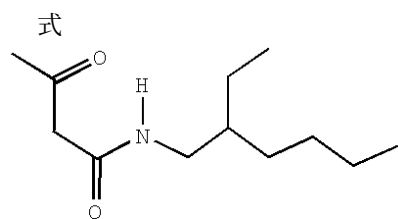
10

【0057】

相変化インクにおける使用に適していることに加えて、本開示の着色剤は、織物の染色、スペクトル強度の高い発色団に依存する生物学的染色用途、有機光伝導体のような電子的用途、光学フィルタ、液晶ディスプレイシステムのためのカラーフィルタといった用途で用いることができる。

【実施例1】

【0058】



20

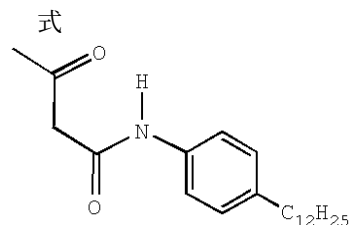
のアセトアセトアミド化合物を以下のように調製した。

マグネチックスターラ、シリコーン油浴、及び凝縮器を備えた250ミリリットルの3口丸底フラスコの中に、38.4グラムの2-エチルヘキシルアミン (MW=129) 及び100グラムのアセトニトリルを仕込んだ。室温で攪拌しながら、25.0グラムのジケテン (MW=84) を添加した。発熱が観測された。丸底フラスコを80℃の油浴中に入れ、3時間還流させた。アセトニトリルが留去され、反応温度は2時間かけて120℃まで上昇した。生成物を広口瓶に注ぎ入れた。

30

【実施例2】

【0059】



40

のアセトアセトアミド化合物を以下のように調製した。

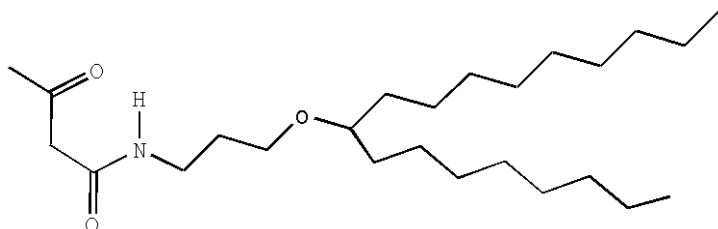
マグネチックスターラ、シリコーン油浴、及び凝縮器を備えた500ミリリットルの3口丸底フラスコに、77.7グラムのドデシルアニリン (MW=261、EMF-Dot tikonから入手可能)、25.0グラムのジケテン (MW=84)、及び150グラムのアセトニトリルを仕込んだ。室温で攪拌しながら、25.0グラムのジケテン (MW=84) を添加した。発熱が観測された。丸底フラスコを80℃の油浴中に入れ、3時間還流させた。アセトニトリルが留去され、反応温度は2時間かけて120℃まで上昇した。生成物を広口瓶に注ぎ入れた。

【実施例3】

【0060】

50

式



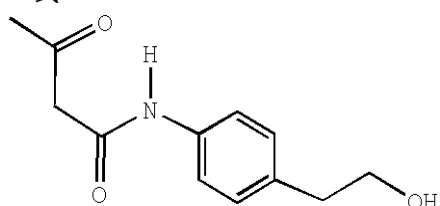
のアセトアセトアミド化合物を以下のように調製した。

マグネチックスターラ、シリコン油浴、及び凝縮器を備えた250ミリリットルの3口丸底フラスコに、42.3グラムのPA-24 (MW=355、Tomah Chemical Co. から入手可能なゲルベアミン) 及び75グラムのアセトニトリルを仕込んだ。この2つの化合物は混和性ではなかった。10.0グラムのジケテン (MW=84) を添加したとき、発熱が観測され、すべての化合物は混和性となった。丸底フラスコを80℃の油浴中に入れ、1時間還流させた。アセトニトリルが留去され、反応温度は1時間かけて120℃まで上昇した。生成物を広口瓶に注ぎ入れた。

【実施例4】

【0061】

式



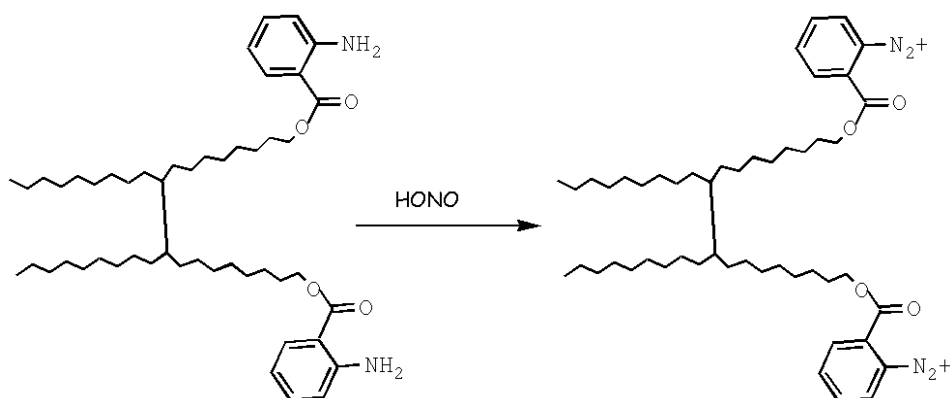
のアセトアセトアミド化合物を以下のように調製した。

マグネチックスターラ、シリコン油浴、及び凝縮器を備えた100ミリリットルの3口丸底フラスコに、16.3グラムの4-アミノフェネチルアルコール (Aceto Corporationから入手可能、MW=137) 及び75グラムのアセトニトリルを仕込んだ。これは完全に溶解しなかった。10.0グラムのジケテン (MW=84) を添加した。丸底フラスコを80℃の油浴中に入れ、1時間還流させた。すべて溶解した。アセトニトリルが留去され、反応温度は2時間かけて120℃まで上昇した。生成物を広口瓶に注ぎ入れた。

【実施例5】

【0062】

「パートA」



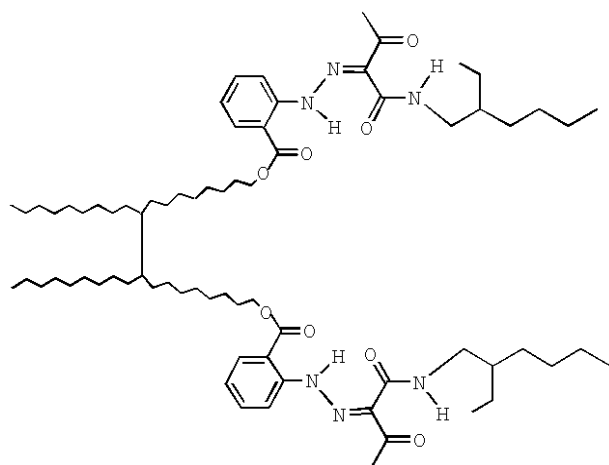
機械式スターラ、シリコン油浴、及び温度計を備えた1リットルの3口丸底フラスコに、21.6グラム (MW=776) の二量体エステルアントラニレート (DEA) 前駆体 (この調製は米国特許第6,713,614号の実施例1に見いだされる) を仕込み、

その後、4.2ミリリットルの氷酢酸、3.6ミリリットルの濃硫酸、4.0ミリリットルの脱イオン水、及び4.4ミリリットルのプロピオン酸を順次仕込んだ。すべて溶解した。丸底フラスコを氷浴中に入れ、温度が3℃から5℃になるまで攪拌した。定圧滴下漏斗に11.2ミリリットル(0.057モル)のニトロシル硫酸(NSA、MW=127、硫酸中40重量%)を仕込んだ。NSA溶液を褐色のDEA溶液中にゆっくりと添加し、反応温度を3℃から10℃の間に維持した。2時間後、添加は完了し、内容物をさらに半時間攪拌した。リンモリブデン酸試験(PMA試験)を行って、反応が完了したかどうかを判定した。結果は陰性であり、これは反応が完了していないこと、及びさらなるNSAが必要であることを示唆していた。1.0gの追加のNSAを添加した。15分後、PMA試験を行い、結果はまだ陰性であった。0.4gのNSAを添加した。15分後、もう一度PMA試験を行い、結果は陰性であった。さらに0.4グラムのNSAを添加し、もう一度PMA試験を行った。今回は、結果は陽性であった。0.6グラムのスルファミン酸を添加して、過剰のNSAと反応させた。PMA試験を15分後に行い、これは、全てのNSAが反応したことを示した。この時点で、アゾをカップリング剤(coupler)に加える準備ができた。

【0063】

「パートB」

式



の化合物を以下のように調製した。

マグネチック攪拌子を備えた2リットルのビーカに、700グラムの脱イオン水、16.0グラムの酢酸、及び22.2グラムの水酸化ナトリウムを仕込んだ。内容物を完全に溶解するまで攪拌した。700ミリリットルのイソプロピルアルコール及び上記の実施例1の11.8グラムの2-エチルヘキシルアセトアセトアミドを次に加え、すべてが溶解するまで攪拌した。

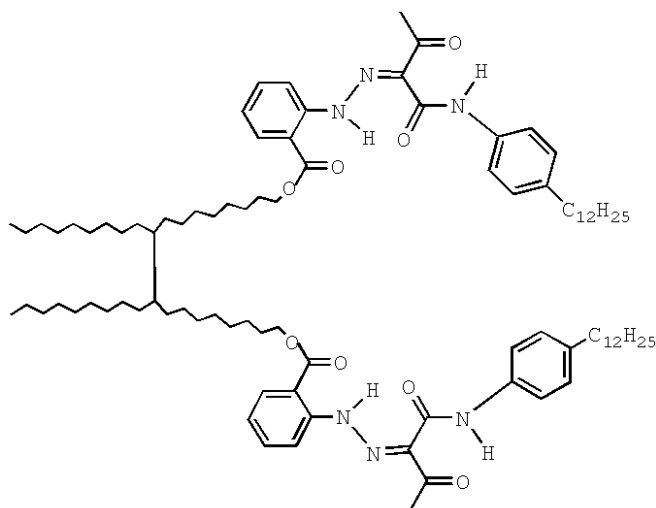
【0064】

実施例5のパートAの冷却された内容物を2-エチルヘキシルアセトアセトアミド溶液を入れたビーカにゆっくりと加えた。カップリングの初期には黄色の沈殿が形成され、次にその固体は非常に粘稠な液体に変化した。1時間攪拌した後、内容物を終夜静置した。上部の液体をデカントした。底部の粘稠な液体は白色の塩及び黄色の生成物を含んでいた。700ミリリットルの脱イオン水を固体に加え、約1時間攪拌した。次に水層を捨てた。底部の黄色の粘稠な液体生成物を300ミリリットルのトルエンに溶解し、分液漏斗の中で水で洗浄した。下の水層を捨て、上のトルエン層をシリカのプラグに通した。次にトルエンを蒸発させて、粘稠な非常に暗い黄色染料を得た。この黄色着色剤のスペクトル強度を、着色剤をトルエンに溶解し、吸光度をPerkin Elmer Lambda 2S UV/VIS吸光度計を用いて測定することによる溶液中の着色剤の測定に基づいた、分光光度の手法を用いて決定した。トルエン中で測定された着色剤のスペクトル強度は、吸収 λ_{max} において1グラム当たり35,330mL*吸光度単位であった。

【実施例 6】

【0065】

式



10

の化合物を以下のように調製した。

マグネチック攪拌子を入れた4リットルのビーカーに、700グラムの脱イオン水、16.0グラムの酢酸、及び22.2グラムの水酸化ナトリウムを仕込んだ。内容物を完全に溶解するまで攪拌した。1700ミリリットルのイソプロピルアルコール及び上記の実施例2の18.8グラムのドデシルアニリノアセトアセトアミドを次に加え、溶解するまで攪拌した。

20

【0066】

上記の実施例5のパートAの冷却された内容物をドデシルアニリノアセトアセトアミド溶液を入れたビーカーにゆっくりと加えた。カップリングの初期には黄色の沈殿が形成され、次にその固体は非常に粘稠な液体に変化した。カップリングの最後には2種類の固体が形成された。一方は黄色の粘着性の固体であり、他方は微細な固体であった。1時間攪拌した後、内容物を終夜静置した。上部の液体をデカントした。粘着性固体は微細な固体から容易に分離され、微細な固体は塩になり、水に溶解することによって除去された。粘着性の黄色固体を300ミリリットルのトルエンに溶解し、分液漏斗の中で水で洗浄した。下の水層を捨て、上のトルエン層をシリカのプラグに通した。次に溶媒を蒸発させて、粘稠な非常に暗い黄色の染料を得た。この黄色着色剤のスペクトル強度を、着色剤をトルエンに溶解し、吸光度をPerkin Elmer Lambda 2S UV/VIS吸光度計を用いて測定することによる溶液中の着色剤の測定に基づいた、分光光度的手法を用いて決定した。トルエン中で測定された着色剤のスペクトル強度は、吸収 $\lambda_{\max}$ において1グラム当たり30, 285mL*吸光度単位であった。

30

【実施例 7】

【0067】

式

40



マグネチック攪拌子を入れた４リットルのビーカに、７００グラムの脱イオン水、１６．０グラムの酢酸、及び２２．２グラムの水酸化ナトリウムを仕込んだ。内容物を完全に溶解するまで攪拌した。２３００ミリリットルのイソプロピルアルコール及び上記の実施例３の２４．０グラムのゲルベアセトアセトアミドを次に加え、溶解するまで攪拌した。

20

【实施例 8】

30

式



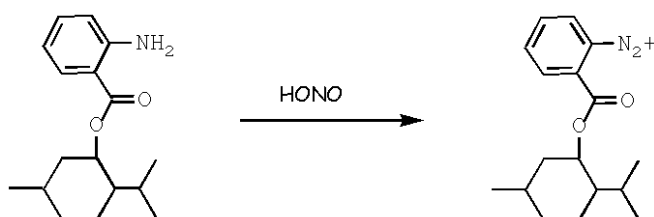
マグネチック攪拌子を入れた４リットルのビーカーに、７００グラムの脱イオン水、１６．０グラムの酢酸、及び２２．２グラムの水酸化ナトリウムを仕込んだ。内容物を完全に溶解するまで攪拌した。７００ミリリットルのイソプロピルアルコール及び上記の実施例４の１２．１グラムのｐ－ヒドロキシエチルアニリノーアセトアセトアミドを次に加え、溶解するまで攪拌した。

50

上記の実施例 5 のパート A の冷却された内容物を p-ヒドロキシエチルアニリノーアセトアセトアミド溶液を入れたビーカーにゆっくりと加えた。カップリングの初期には黄色の沈殿が形成され、次にその固体は非常に粘稠な液体に変化した。1 時間攪拌した後、内容物を終夜静置した。上部の液体をデカントした。底部の粘稠な液体は白色の塩及び黄色の生成物を含んでいた。700 ミリリットルの脱イオン水を固体に加え、1 時間攪拌した。次に水層を捨てた。底部の黄色の粘稠な液体生成物を 300 ミリリットルのトルエンに溶解し、分液漏斗の中で水で洗浄した。下の水層を捨て、上のトルエン層をシリカのプラグに通した。次にトルエンを蒸発させて、粘稠な非常に暗い黄色の染料を得た。この黄色着色剤のスペクトル強度を、着色剤をトルエンに溶解し、吸光度を Perkin Elmer Lambda 2 S UV/VIS 吸光度計を用いて測定することによる溶液中の着色剤の測定に基づいた、分光光度的手法を用いて決定した。測定された着色剤のスペクトル強度は、吸収 $\lambda_{\max}$ において 1 グラム当たり 32, 363 mL^{*} 吸光度単位であった。

【実施例 9】

【0071】

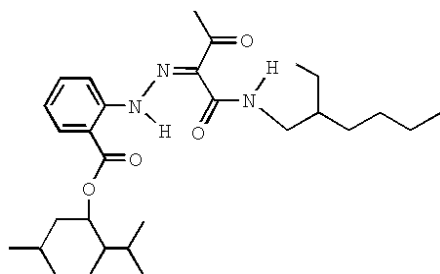


機械式スターラ、塩／氷浴、及び温度計を備えた 150 ミリリットルの 3 口丸底フラスコに、11.9 グラムのメチルアントラニレート (MW = 275)、29.7 グラムの酢酸、5.9 グラムの水、及び 1.5 グラムの濃 H₂SO₄ を仕込んだ。内容物を溶解するまで攪拌しながら、その間、氷浴の温度を 0℃ に保った。16.5 グラムのニトロシル硫酸 (NSA MW = 127、40 重量%) を滴下漏斗を通じてゆっくりと添加し、反応温度を 3℃ 未満に維持した。添加には 32 分かかった。冷却された反応混合物をさらに 2 時間攪拌し、PMA 試験を (過剰の NO⁺ を判定するために) 行い、結果は陽性であり、反応が完了したことを示していた。1.8 グラムのスルファミン酸を (過剰の NSA と反応させるために) 添加して、20 分間攪拌した。PMA 試験で、すべての過剰 NSA が消えたことを確認した。この時点で、反応混合物はカップリングの準備ができた。

【実施例 10】

【0072】

式



の化合物を以下のように調製した。

マグネチック攪拌子を入れた 1 リットルのビーカーに、100 グラムの水、16 グラムの酢酸、及び 22 グラムの水酸化ナトリウムを仕込み、すべてが溶解するまで攪拌した。次いで 700 ミリリットルのメタノールを攪拌しながら添加すると、内容物は透明なままであった。上記の実施例 1 の 9.3 グラムのアセトアセトアミドを次にビーカーに加えた。溶液は透明なままであった。数分間攪拌した後、溶液は濁ってきた。120 グラムの追加の水を、溶液が再び透明になるまで加えた。

【0073】

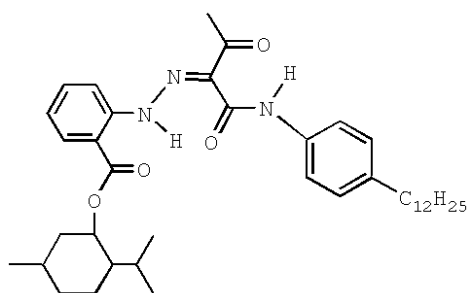
上記の実施例 9 の冷却された内容物をこの溶液にゆっくりと添加し、アゾカップリング

を起こさせた。黄色の固体が即座に溶液から沈殿し始めた。1時間攪拌した後、この固体は、大量の白色塩を伴って、油状物に変化した。塩が溶解するまで、反応内容物にさらに水を加えた。内容物を終夜攪拌したままにした。水層をデカントし、残りの深黄色の油状物をトルエンに溶解し、分液漏斗の中で水で洗浄した。底部の水層を捨て、一方上部のトルエン層をシリカゲルのプラグに通した。溶媒を蒸発させた。この黄色着色剤のスペクトル強度を、着色剤をトルエンに溶解し、吸光度をPerkin Elmer Lambda 2S UV/VIS吸光光度計を用いて測定することによる溶液中の着色剤の測定に基づいた、分光光度的手法を用いて決定した。測定された着色剤のスペクトル強度は、吸収 $\lambda_{\max}$ において1グラム当たり44, 517 mL^{*}吸光度単位であった。

【実施例11】

【0074】

式



の化合物を以下のように調製した。

マグネチック攪拌子を入れた1リットルのビーカーに、100グラムの水、16グラムの酢酸、及び22グラムの水酸化ナトリウムを仕込み、すべてが溶解するまで攪拌した。700ミリリットルのイソプロピルアルコールを添加すると、溶液は濁った。追加の140グラムの水を攪拌しながら加えると、内容物は透明になった。上記の実施例2の14.9グラムのアセトアセトアミドを次にビーカーに加えた。溶液は透明なままであった。

【0075】

上記の実施例9の冷却された内容物を次にこの溶液にゆっくりと添加し、アゾカップリングを起こさせた。油状のねばねばした塊が溶液から沈殿し始めた。内容物を終夜攪拌したままにした。翌日、水をデカントして除き、ねばねばした固体をトルエンに溶解し、分液漏斗に移した。トルエンに溶解した生成物を水で洗浄し、分離し、トルエン層をシリカのプラグに通した。溶媒を蒸発させると、粘稠な油状の黄色生成物が残った。この黄色着色剤のスペクトル強度を、着色剤をトルエンに溶解し、吸光度をPerkin Elmer Lambda 2S UV/VIS吸光光度計を用いて測定することによる溶液中の着色剤の測定に基づいた、分光光度的手法を用いて決定した。測定された着色剤のスペクトル強度は、吸収 $\lambda_{\max}$ において1グラム当たり37, 949 mL^{*}吸光度単位であった。

【実施例12】

【0076】

インク基剤を、以下の成分を融解し、混合し、濾過することによって調製した。

式 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{50}\text{CH}_3$ のポリエチレンワックス (PE 655 (登録商標)、Baker Petroleumから入手) 43.59重量部、

ステアリルステアルアミドワックス (KEMAMIDE (登録商標) S-180、Crompton Corporationから入手) 19.08重量部、

1当量のC-36二量体酸 (Uniqema、New Castle、DEから入手) と2当量のエチレンジアミン、及び末端カルボン酸基を有する長鎖炭化水素であるUNICID (登録商標) 700 (Baker Petroleumから入手) の反応から得られ、米国特許第6, 174, 937号の実施例1に記載のように調製されたテトラアミド樹脂 18.94重量部

2当量のABITOL (登録商標) Eヒドロアビエチルアルコール (Hercules Inc. から入手) と1当量のイソホロンジイソシアネートとの反応から得られ、米国

10

20

30

40

50

特許第 5, 782, 966 号の実施例 1 に記載のように調製されたウレタン樹脂 11.7 重量部、

3 当量のステアリルイソシアネートとグリセロールベースのアルコールとの付加物であり、米国特許第 6, 309, 453 号の実施例 4 に記載のように調製されたウレタン樹脂 6.48 重量部、

NAUGUARD (登録商標) 445 抗酸化剤 (Uniroyal Chemical Co. から入手) 0.20 重量部。

【0077】

その後、上記の一覧の通りの 600 グラムのインクキャリア成分を上記の一覧の通りのパーセンテージで 1 リットルのビーカに加え、オープン中で溶融するまで 135℃で加熱した。引き続き、ビーカを 135℃に設定した加熱マントル内に挿入し、ビーカの内容物を 45 分間攪拌した。得られたインクを、次に、Whatman #3 及び 0.2 ミクロン NAE フィルタの組み合わせを通して濾過し、Mott フィルタ組立体の中に置いた。濾過は、Fluka Chemika から入手された FILTER-AID を 1 重量パーセント添加することによって支援され、温度 135℃で、完了するまで 6 時間続けられた。このインク基剤を、約 31 グラムの無色のインク基剤を含む型の中に注ぎ入れ、冷却させた。

10

【実施例 13】

【0078】

実施例 12 のインク基剤 29.9 グラムをマグネチック攪拌子を入れた 100 ミリリットルのビーカの中に入れ、その後、135℃の油浴中に溶融するまで置いた。上記の実施例 6 の生成物 2.0 グラムを次に加え、3 時間攪拌した。この黄色のインクを次にアルミニウムの型に注ぎ入れた。

20

【実施例 14】

【0079】

実施例 13 で調製したインクの印刷サンプルを、K Printing Proofer (RK Print Coat Instrument Ltd., Litlington, Royston, Heris, SG8 0OZ, U.K.) を用いて、HAMMERMILL LASERPRINT (登録商標) 用紙の上に生成した。この方法において、試験されたインクは、温度 150℃に設定された印刷プレート上で溶融された。次いで、用紙を取り付けたローラ・バーを、表面に溶融したインクを含むプレート上で転がした。用紙上のインクを冷却し、矩形ブロックの 3 つの分離した画像を得た。もっとも鮮やかな色のブロックが、用紙上に堆積したインクをもっとも多く含んでおり、従って、これを明度 (color value) 測定値を得るために用いた。印刷されたサンプルは目視評価された。

30

フロントページの続き

- (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 ヒルズボロー ノースイースト シックスティーンズ
アベニュー 484
- (72)発明者 リナ カルリーニ
カナダ エル6エイチ 0ビー9 オンタリオ オークヴィル ロブマー クレッセント 243
3
- (72)発明者 ジェイムズ ディー メイヨー
カナダ エル4ワイ 1ヴィー1 オンタリオ ミシソーガ コートランド クレッセント 20
33

審査官 天野 宏樹

- (56)参考文献 英国特許出願公開第02356634 (GB, A)
特開平11-100519 (JP, A)
特表2002-514263 (JP, A)
特表2006-503928 (JP, A)
国際公開第2005/056694 (WO, A1)
特開2002-146227 (JP, A)
特開昭50-002747 (JP, A)
特開昭62-116669 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C09B
CA/REGISTRY (STN)