

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5449692号
(P5449692)

(45) 発行日 平成26年3月19日 (2014.3.19)

(24) 登録日 平成26年1月10日 (2014.1.10)

(51) Int. Cl. F I
C09D 11/00 (2014.01) C O 9 D 11/00
C09B 35/035 (2006.01) C O 9 B 35/035
C09B 29/33 (2006.01) C O 9 B 29/33 A
B41M 5/00 (2006.01) B 4 1 M 5/00 E
B41J 2/01 (2006.01) B 4 1 J 3/04 I O 1 Y

請求項の数 4 (全 38 頁)

(21) 出願番号 特願2008-85916 (P2008-85916)
 (22) 出願日 平成20年3月28日 (2008.3.28)
 (65) 公開番号 特開2008-266638 (P2008-266638A)
 (43) 公開日 平成20年11月6日 (2008.11.6)
 審査請求日 平成23年3月25日 (2011.3.25)
 (31) 優先権主張番号 11/732, 811
 (32) 優先日 平成19年4月4日 (2007.4.4)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(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 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

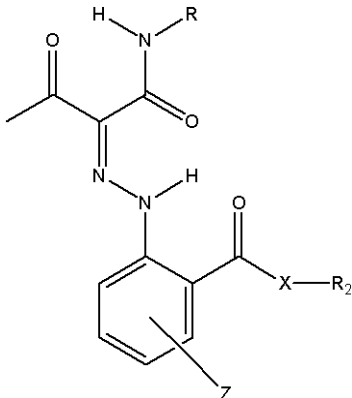
最終頁に続く

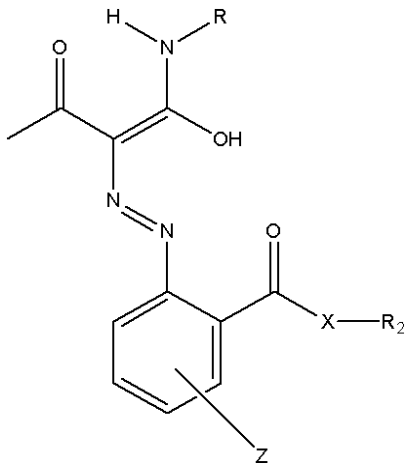
(54) 【発明の名称】 着色剤化合物を含む相変化インク

(57) 【特許請求の範囲】

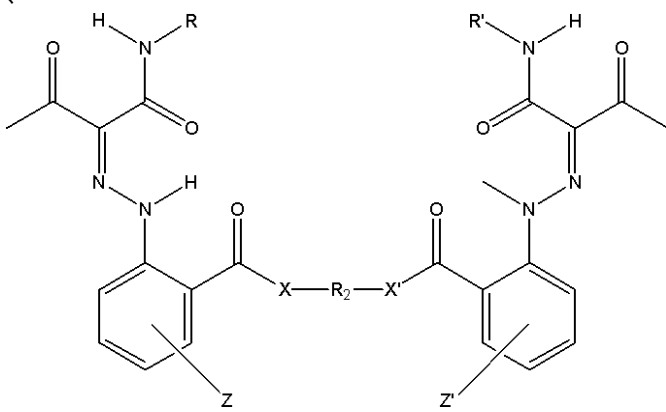
【請求項1】

相変化インクキャリアと式

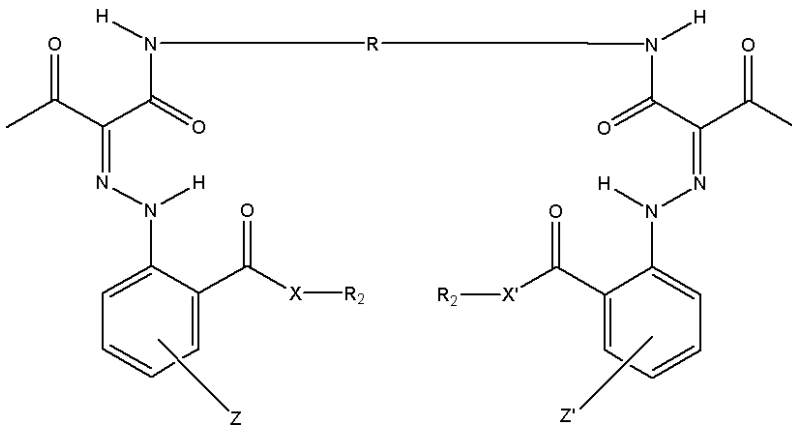




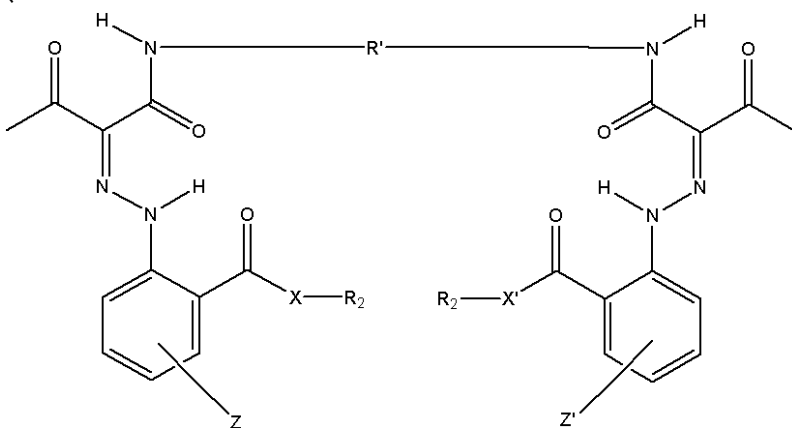
10



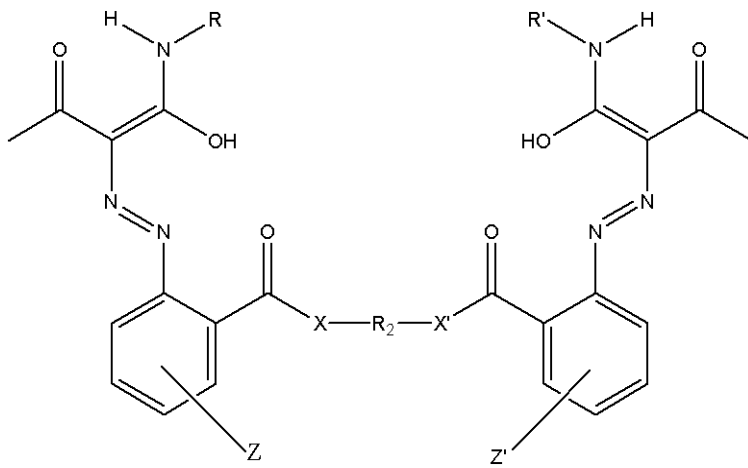
20



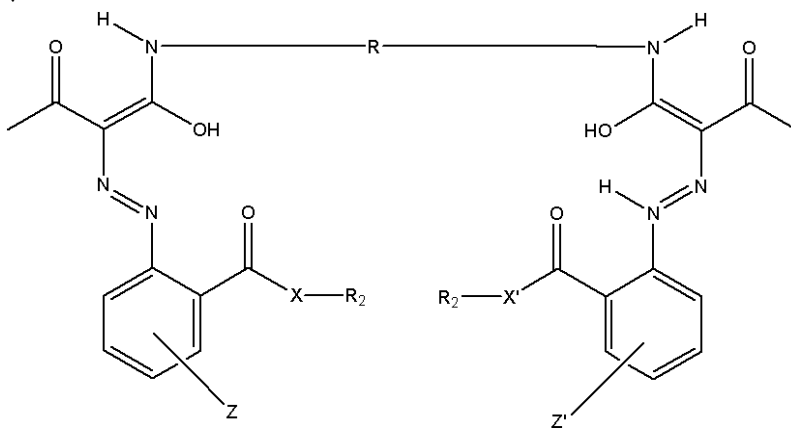
30



40

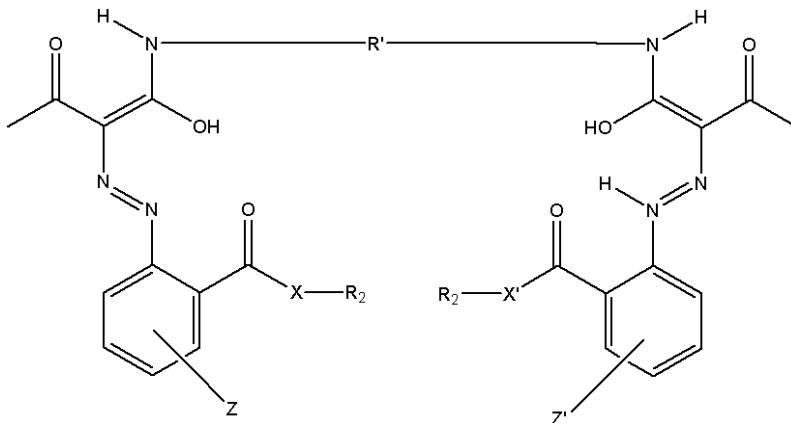


10



20

又は



30

で表される化合物とを含む相変化インク組成物であって、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であり、

R_2 は、(i) 置換及び非置換アルキル基を含み、前記アルキル基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、(ii) 置換及び非置換アルキレン基を含み、前記アルキレン基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、(iii) 置換及び非置換アリーレン基を含み、前記アリーレン基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、(iv) 置換及び非置換アリールアルキレン基を含み、前記アリールアルキレン基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、(v) 置換及び非置換アルキルアリーレン基を含み、前記アルキルアリーレン基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、(vi) 置換及び非置換アルキレンオキシ基を含み、前記アルキレンオキシ基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オキシ基、(vii) 置換及び非置換アリーレンオキシ基を含み、前記アリーレンオキシ基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オキシ基、(viii) 置換及び非置換アリールアルキレンオキシ基を含み、前記アリールアルキレンオキシ基

40

50

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オキシ基、(ix)置換及び非置換アルキルアリーレンオキシ基を含み、前記アルキルアリーレンオキシ基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オキシ基、(x)ポリアルキレンオキシ基、(xi)ポリアアリーレンオキシ基、(xii)ポリアアリールアルキレンオキシ基、(xiii)ポリアルキルアリーレンオキシ基、(xiv)複素環式基、(xv)シリレン基、(xvi)シロキササン基、(xvii)ポリシリレン基、又は(xviii)ポリシロキササン基であり、

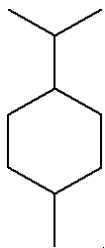
X、及びX'が存在する場合X'は、(i)直接結合、(ii)酸素原子、(iii)窒素原子、(iv)硫黄原子、(v)式-NR₄₀-の基であり、式中、R₄₀は、水素原子、置換及び非置換アルキル基を含み、前記アルキル基中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアルキル基、置換及び非置換アリール基を含み、前記アリール基中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアリール基、置換及び非置換アリールアルキル基を含み、前記アリールアルキル基中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアリールアルキル基、若しくは置換及び非置換アルキルアリール基を含み、前記アルキルアリール基中にヘテロ原子が存在してもしなくてもよいアルキル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

RとR₂を合わせた炭素原子の数は少なくとも12個であり、

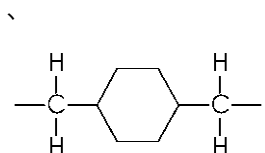
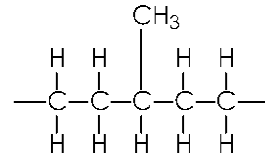
Z及びZ'は、各々水素原子である、
ことを特徴とする相変化インク組成物。

【請求項2】

R₂が、



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



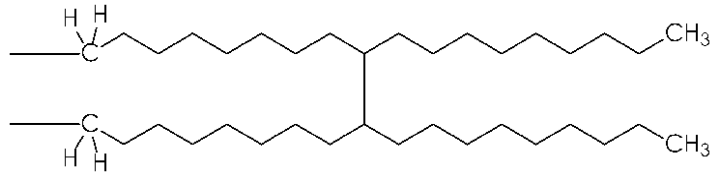
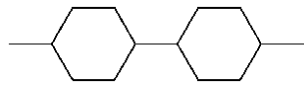
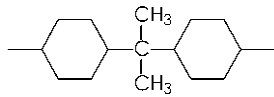
、

10

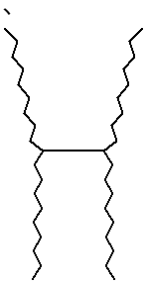
20

30

40

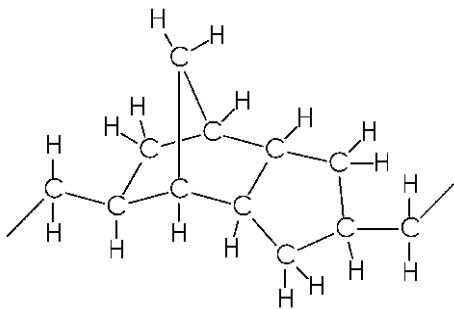


10



20

又は

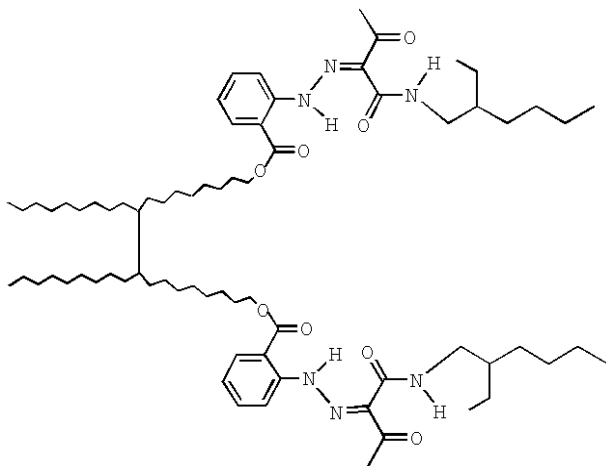


30

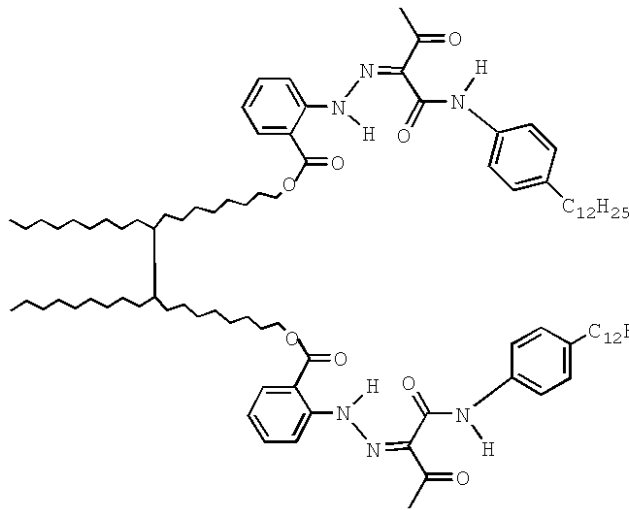
であることを特徴とする請求項 1 に記載の相変化インク組成物。

【請求項 3】

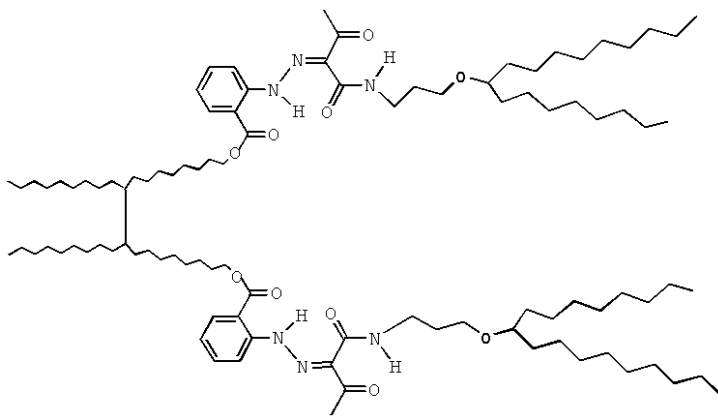
前記着色剤化合物が、式



40

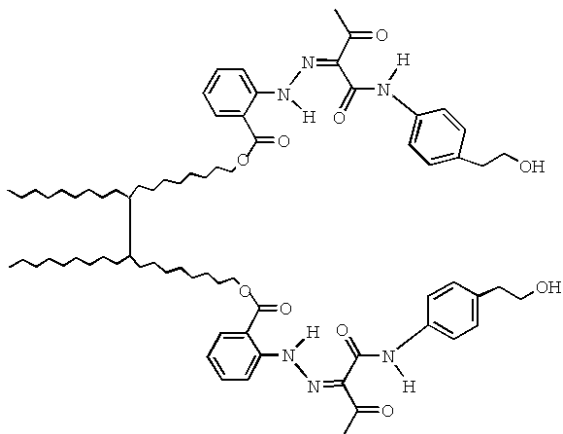


10



20

又は



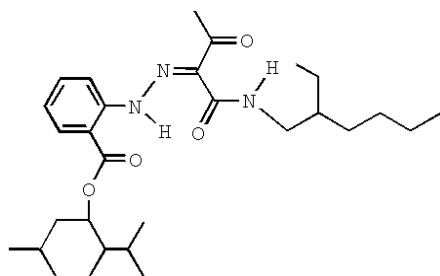
30

で表されることを特徴とする請求項 1 に記載の相変化インク組成物。

40

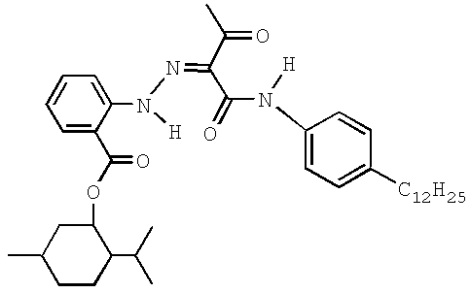
【請求項 4】

前記着色剤化合物が、式



50

又は



で表されることを特徴とする請求項 1 に記載の相変化インク組成物。

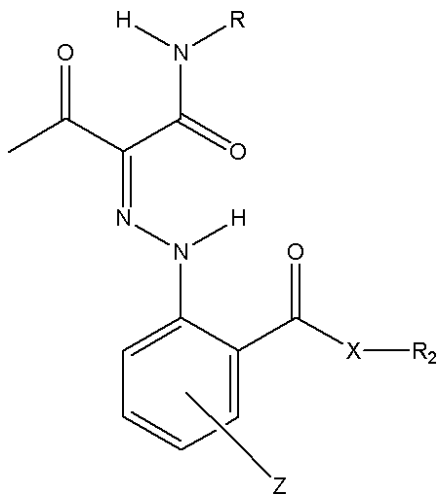
10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

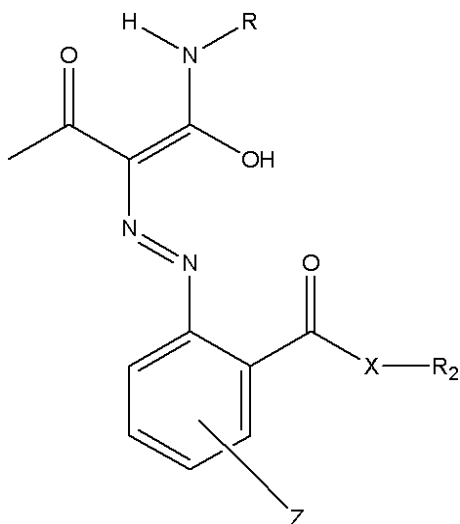
【0001】

本発明は、式



20

又は



30

40

のアゾアセトアセトアミド着色剤化合物及び二量体化された着色剤化合物を含む相変化インクに関する。

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

【0002】

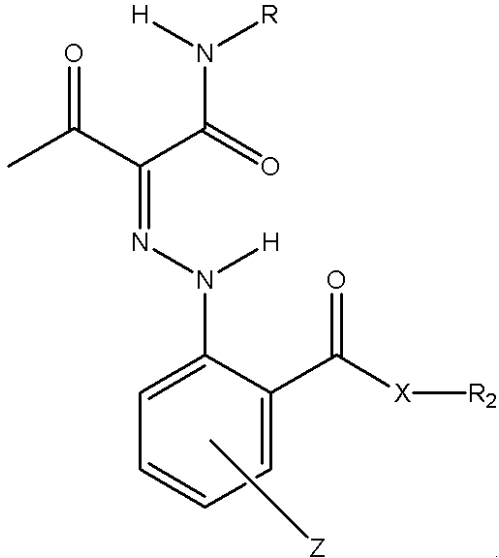
アセトアセトアミド染料は、合成後は主としてヒドラゾン体で存在する。アセトアセトアミド染料は、カップリング反応が生じたとき最初はエノール（ジアゾ体と呼ばれる）を形成し、次に互変異性化してケト体（ヒドラゾン体と呼ばれる）となる。しかしながら、

50

ピラゾロン及びアゾピリドン染料のように、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、ジアゾ体に戻るることができる。

【 0 0 0 3 】

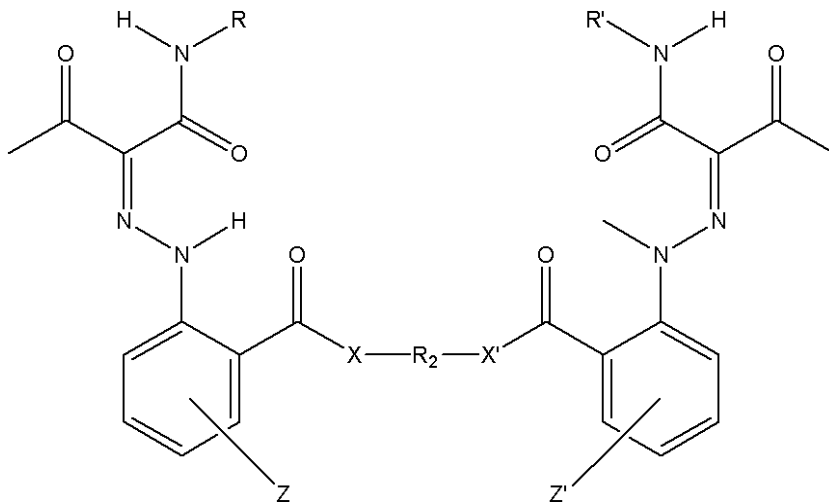
化合物は、R 又は R ' を通じて二量体化することができる。例えば、ケト体



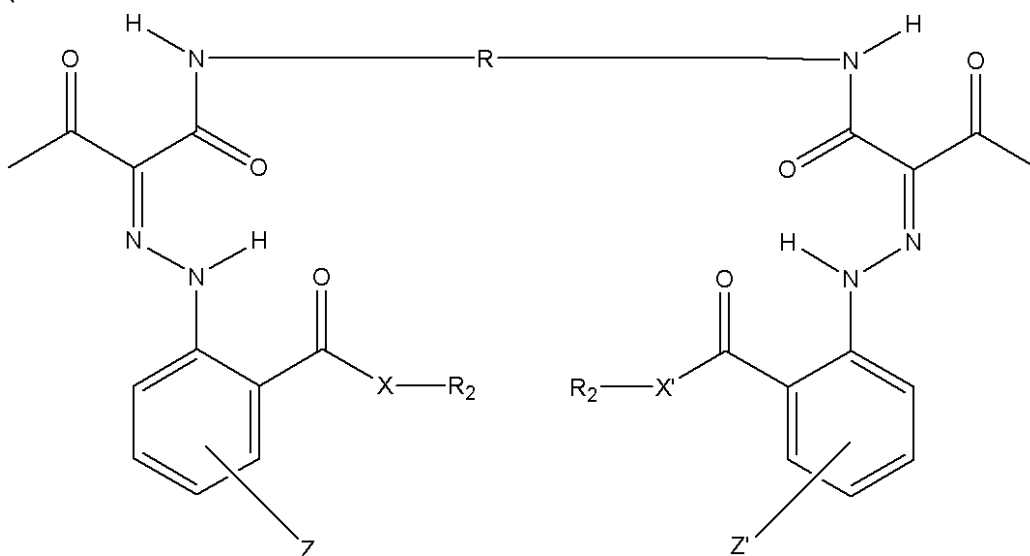
10

20

の二量体は、

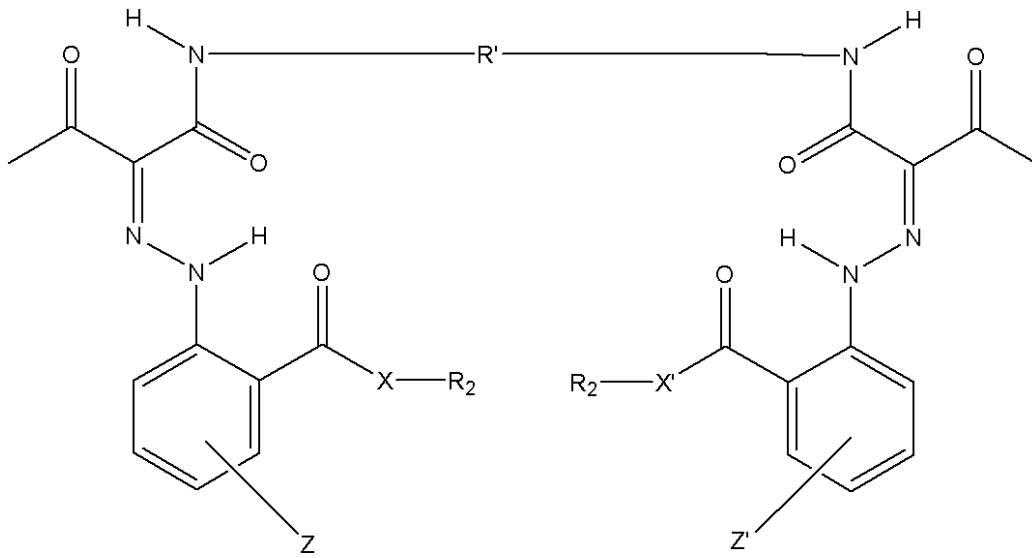


30



40

50

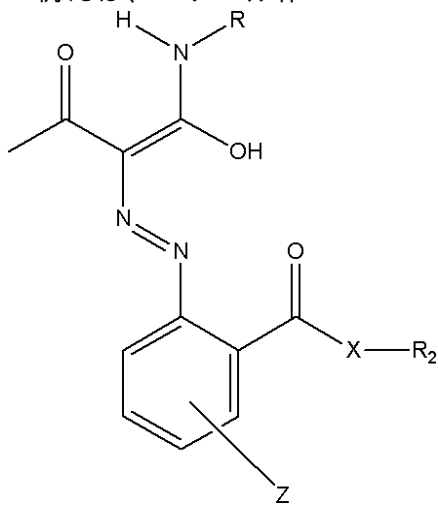


10

を含む。

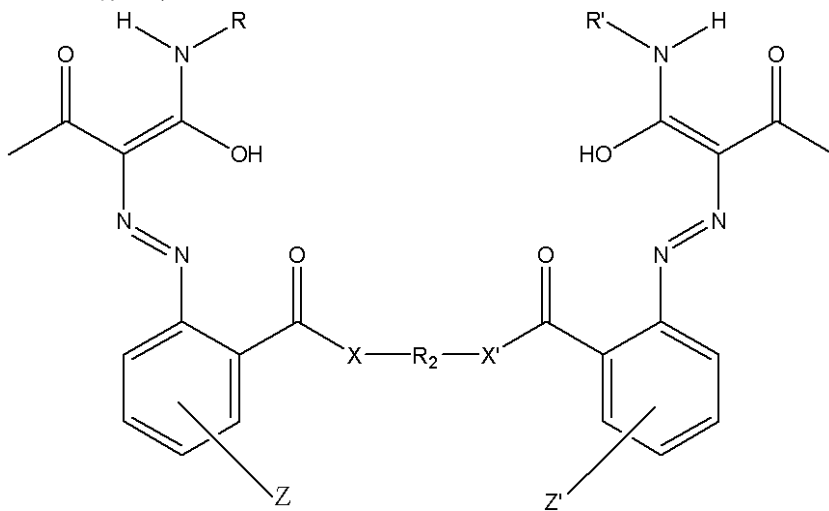
【0004】

例えば、エノール体

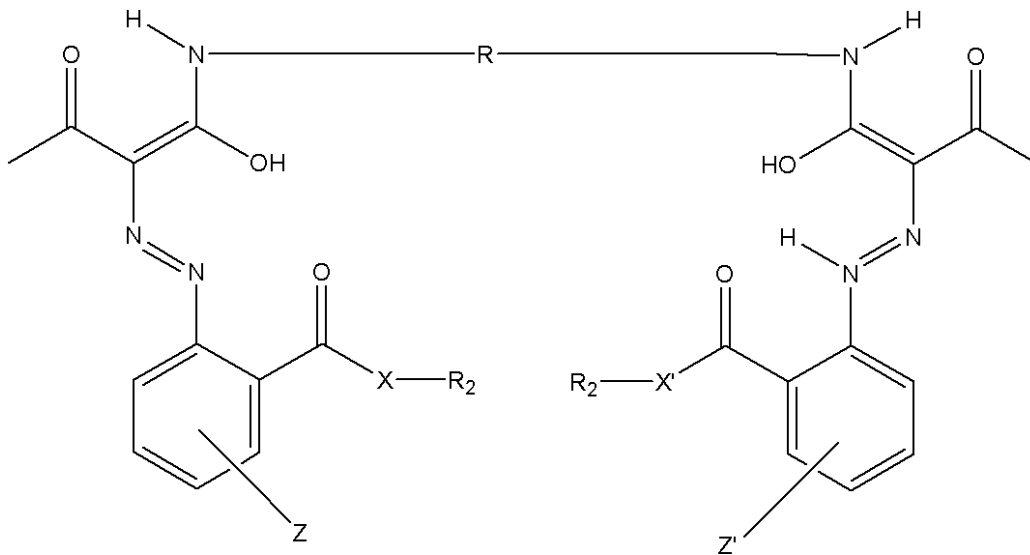


20

の二量体は、

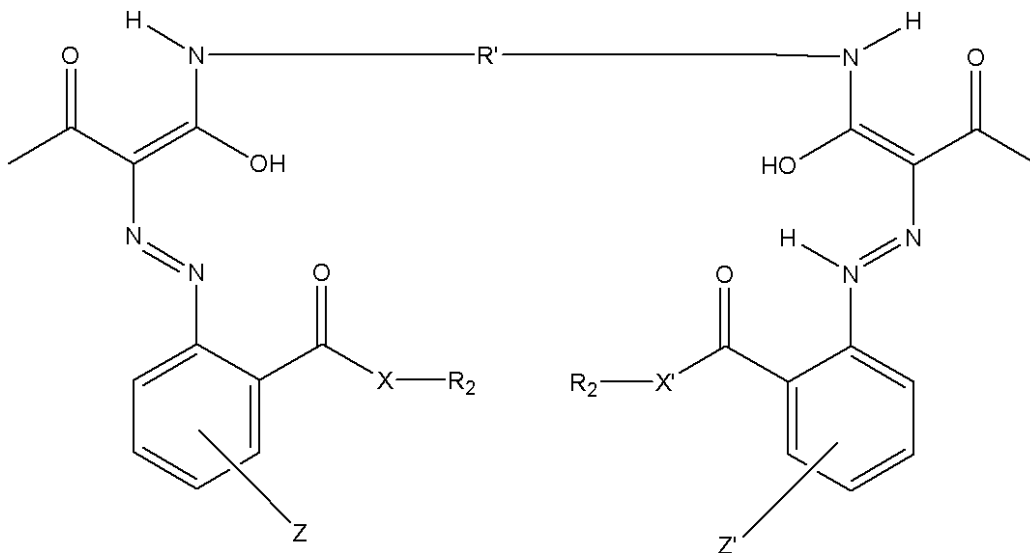


40



10

又は



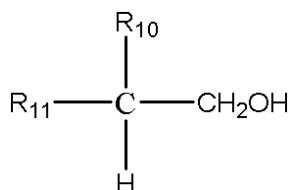
20

30

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】

ゲルベアルコールは、一般式



40

のベータ分枝第一アルコールを表し、式中、 R_{10} 及び R_{11} は互いに独立して、1個から22個、又は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基中に存在することができる)、6個から30個、又は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アリール基(置換アリール基を含む)、7個から30個、又は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、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、又は7個から15個、又は7個から12個までの炭素

50

原子を有するアルキルアリーール基（置換アルキルアリーール基を含む）、1個から22個、又は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、又は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、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）であるが、これらの数はこれらの範囲外であってもよく、 R_{10} 及び R_{11} は一緒に結合して環を形成してもよく、置換アルキル、アリーール、アリーールアルキル、アルキルアリーール、アルコキシ、及びポリアルキレンオキシ基上の置換基は、これらに限定されないが、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つてよく、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、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、

【0006】

R と R_2 を合わせた炭素原子の数は少なくとも約12個であり、

R_2 は、(i) 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基の中に存在することができる）、(ii) 1個、10個、20個、36個の炭素原子を有し、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、脂肪族環式部分をその中に含むアルキレン基、非置換及び置換アルキレン基を含み、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レン基の中に存在することができる）であり、他の実施形態において、 R_2 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、(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アリーレン基（非置換及び置換アリーレン基を含み、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レン基の中に存在することができる）、(iv) 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アリーールアルキレン基（非置換及び置換アリーールアルキレン基を含み、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ールアルキレン基のアリー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）、(v) 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、アルキルアリーレン基のアルキル又はアリーール部分のいずれかの中に存在することができる）、(vi) 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）、(vii) 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、アリーレンオキシ基のアリーール部分中に存在することができる）、(viii) 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アリーールアルキレンオキシ基（非置換及び置換アリーールアルキレンオキシ基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリーールアルキレンオキシ基のアリー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）、(ix) 7個、18個、30個、若しくは42個の炭素原子、又は200個、10

10

20

30

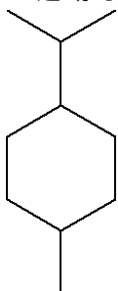
40

50

0 個、若しくは 4 4 個を超えない炭素原子を有する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）、(x) 反復アルキレンオキシ基のアルキル部分が 1 個から 1 2 個までの炭素原子を有する、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 5 0 個までの反復アルキレンオキシ基であるポリアルキレンオキシ基、(xi) 反復アリーレンオキシ基のアリール部分が典型的には 6 個から 1 4 個までの炭素原子を有する、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 2 0 個までの反復アリーレンオキシ基であるポリアリーレンオキシ基、(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 5 0 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 2 0 個までの反復アリールアルキレンオキシ基であるポリアリールアルキレンオキシ基、(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 5 0 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 2 0 個までの反復アルキルアリーレンオキシ基であるポリアルキルアリーレンオキシ基、(xiv) 2 個から 1 2 個まで、又は 4 個から 1 8 個までの環原子を有する複素環式基（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よい、複素環式基、(xv) シリレン基（非置換及び置換シリレン基を含む）、(xvi) シロキサニル基（非置換及び置換シロキサニル基を含む）、(xvii) 2 個から 1 0 0 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）、或いは (xviii) 2 個から 2 0 0 個までの反復シロキサニル単位を有するポリシロキサニル基（非置換及び置換ポリシロキサニル基を含む）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が、炭素原子の数及び反復単位の数はこれらの範囲外であってもよい。

【0007】

適切な R₂ 基の例は、式



のメンチル基、式 - (CH₂)₆ - の n - ヘキサンジイル、式 - (CH₂)₈ - の n - オクタ

10

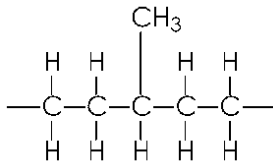
20

30

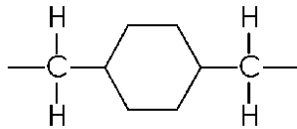
40

50

ンジイル、式 - (CH₂)₁₀ - の n - デカンジイル、式 - (CH₂)₁₂ - の n - ドデカンジイル、式

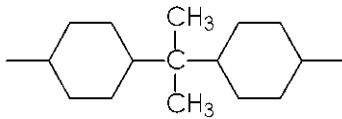


の 3 - メチル - 1 , 5 - ペンタンジイル、式 (これは、いかなる特定の立体化学に限定することを意図するものではなく、全てのシス及びトランス異性体を含む)



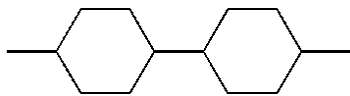
10

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)



20

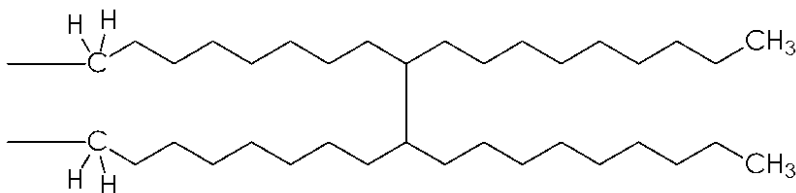
の 4 , 4 ' - イソプロピリデンジシクロヘキサンジイル、式 (これは、いかなる特定の立体化学に限定することを意図するものではなく、全てのシス及びトランス異性体を含む)



の 4 , 4 ' - ビシクロヘキサンジイル、

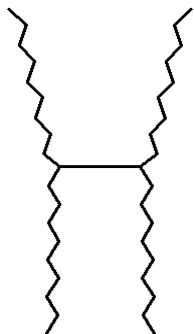
【 0 0 0 8 】

式



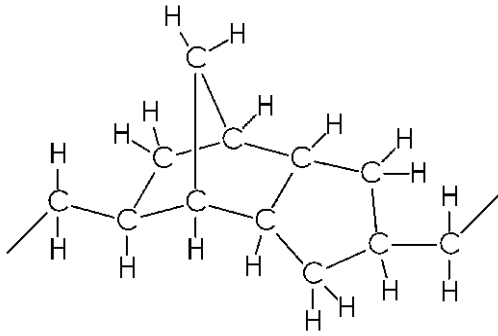
30

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



40

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

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。

【0009】

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-NR₄₀-の基であり、ここでR₄₀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10個までの炭素原子を有するアリール基(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個の炭素原子を有する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部分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-CR₅₀R₆₀-の基であり、ここでR₅₀及びR₆₀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部分又はアルキル部分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部分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、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、又は互いに異なることができるが、炭素原子及び基の数はこれらの範囲外であってもよい。

20

30

40

50

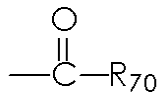
【 0 0 1 0 】

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個までの炭素原子、若しくは1個から10個までの炭素原子を有するアルキル基(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基中に存在することができる)、(v)6個から50個、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部分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部分又はアリール部分の中に存在することができる)、

10

【 0 0 1 1 】

(viii)式



20

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部分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部分又はアリール部分の中に存在することができる)、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個の炭素原子、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)、

30

40

【 0 0 1 2 】

50

反復アルキレンオキシ基のアルキル部分が典型的には1個から12個までの炭素原子を有する、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個までの反復アルキレンオキシ基である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、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個までの反復アリーレンオキシ基であるポリアリーレンオキシ基、反復アリーラ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、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ラルアルキレンオキシ基であって、反復アリーラルアルキレンオキシ基の数は2個から20個までの反復アリーラルアルキレンオキシ基であるポリアリーラ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、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個までの反復アルキルアリーレンオキシ基であるポリアルキルアリーレンオキシ基、2個から12個まで、又は4個から18個までの環原子を有する複素環式基（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、

【0013】

(ix)式 -SO₂R₈₀のスルホニル基であり、式中、R₈₀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14個までの炭素原子を有するアリーレン基（置換アリーレン基を含み、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レン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アリーラルアルキル基（置換アリーラ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、アリーラルアルキル基のアリール部分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アルキルアリーレン基（置換アルキルアリーレン基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アルキルアリーレン基のアルキル部分又はアリーレン部分の中に存在することができる）、

【0014】

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アリーレンオキシ基（置換アリーレンオキシ基を含み、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子が、アリーレン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アリーラルアルキルオキシ基（置換アリーラ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、アリーラ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アルキル

10

20

30

40

50

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）、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、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、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、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典型的には2個から20個までであるポリアリ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、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個までであるポリアルキルアリーレンオキシ基、2個から12個まで、又は4個から18個までの環原子を有する複素環式基（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）、シロキサニル基（非置換及び置換シロキサニル基を含む）、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ニル単位を有するポリシロキサニル基（非置換及び置換ポリシロキサニル基を含む）であり、或いは

【0015】

(x)式 - PO_3R_{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14個までの炭素原子を有するアリール基（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、アルコキシ基のアルキル部分の中に存在することができる）、

【0016】

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、若しくは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、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個までの反復アルキレンオキシ基である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、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個までの反復アリーレンオキシ基である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

10

20

30

40

50

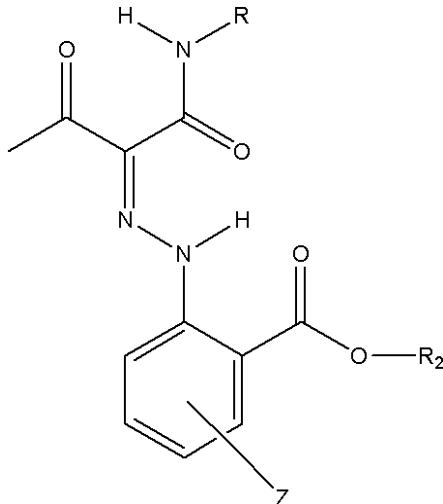
ル部分が7個から50個までの炭素原子を有する、例えばポリベンジレンオキシ基、ポリフェニルエチレンオキシ基のようなポリアリーラルアルキレンオキシ基であって、反復アリーラルアルキレンオキシ基の数は2個から20個までであるポリアリーラルアルキレンオキシ基、反復アルキルアリーレンオキシ基のアルキルアリーラル部分が7個から50個までの炭素原子を有する、例えばポリトルエンオキシ基のようなポリアルキルアリーレンオキシ基であって、反復アルキルアリーレンオキシ基の数は2個から20個であるポリアルキルアリーレンオキシ基、2個から12個までの炭素原子、及び4個から18個までの環原子を有する複素環式基（非置換及び置換複素環式基を含む）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、
【0017】

ここで、置換アルキル、アリーラル、アリーラルアルキル、アルキルアリーラル、アルコキシ、アリーラルオキシ、アリーラルアルキルオキシ、アルキルアリーラルオキシ、ポリアルキレンオキシ、ポリアリーレンオキシ、ポリアリーラ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、アリーラル基、アリーラルアルキル基、及びアルキルアリーラ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が、炭素原子の数、反復単位及び環単位の数は、これらの範囲外であってもよい。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。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。

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

X又はX及びX'が酸素の場合、本明細書で開示される化合物は、式

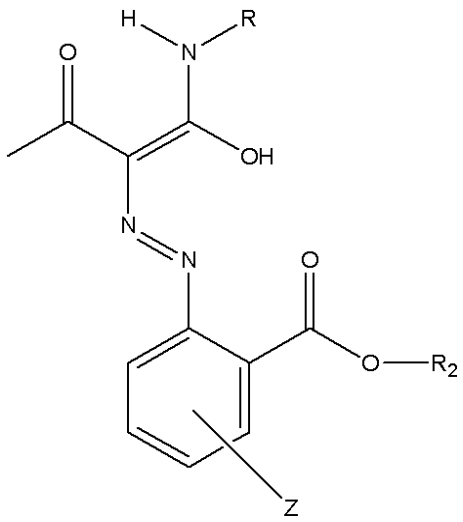


10

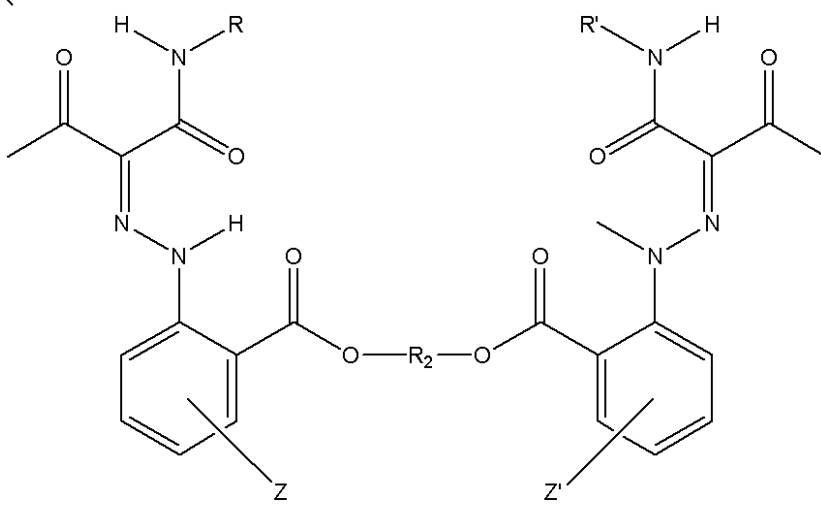
20

30

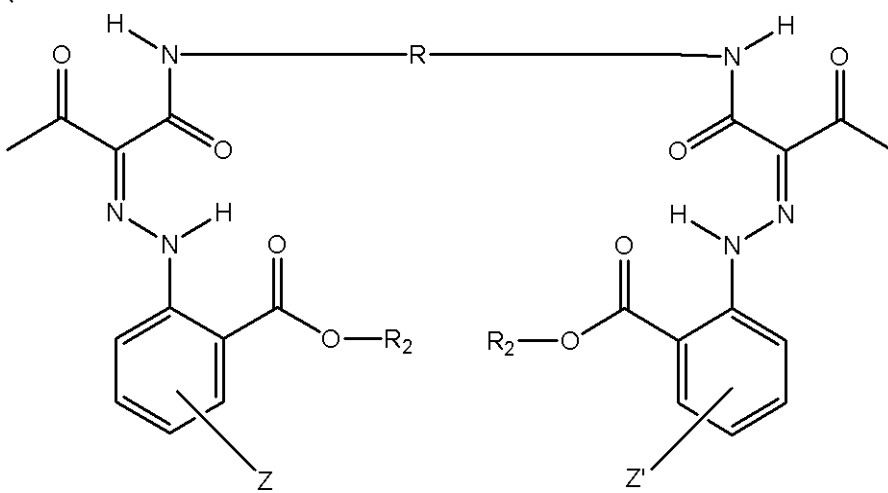
40



10

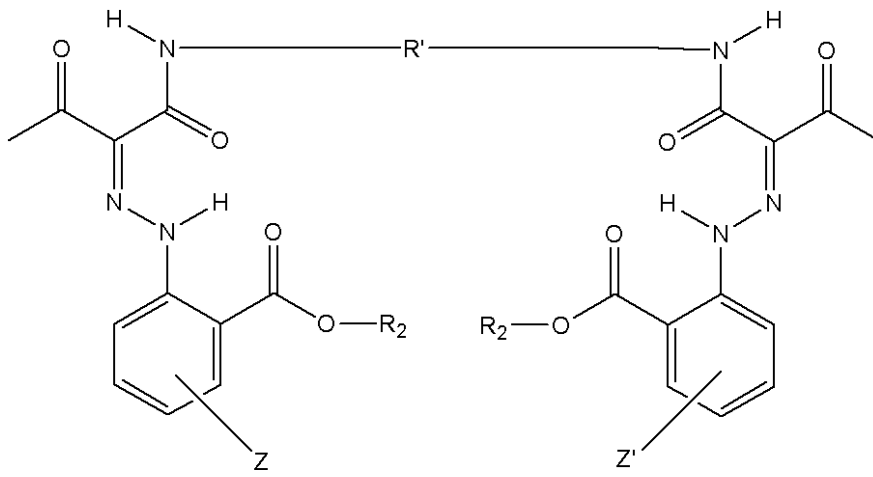


20

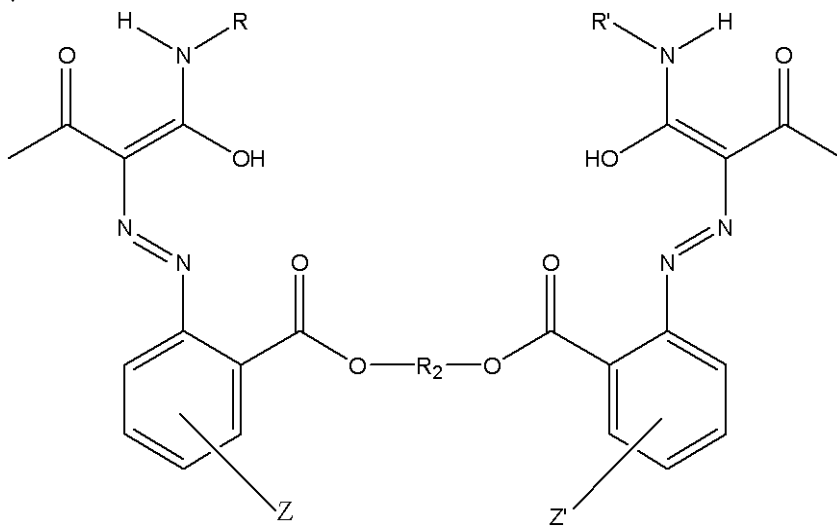


30

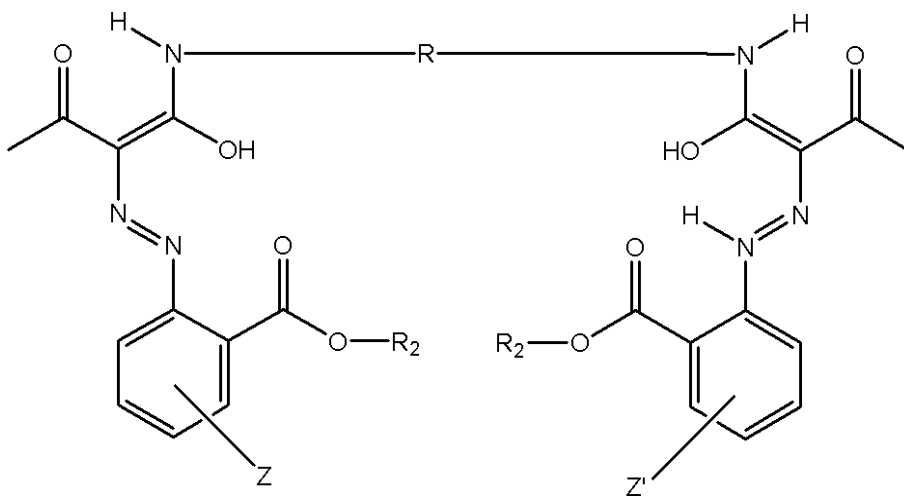
40



10



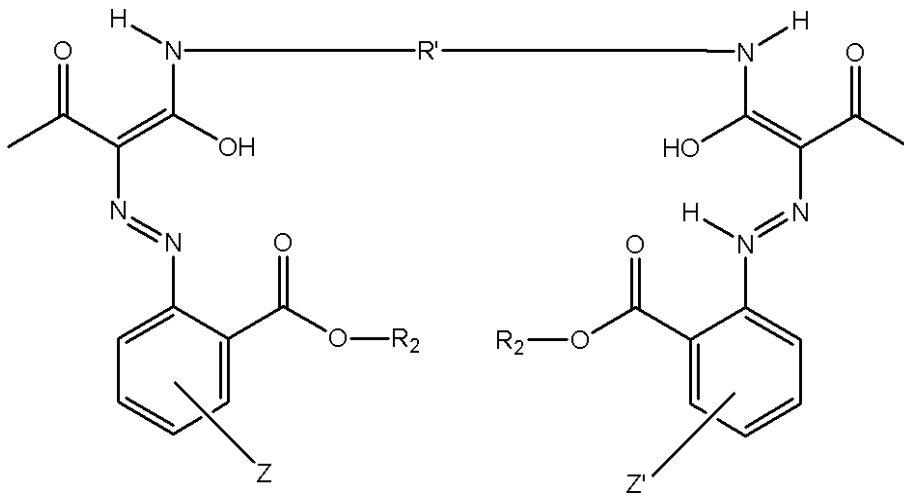
20



30

40

、又は

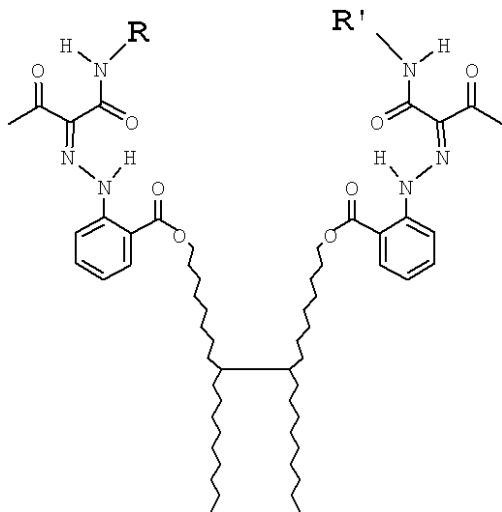


10

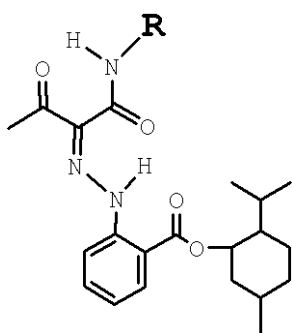
の化合物を含む。

【0019】

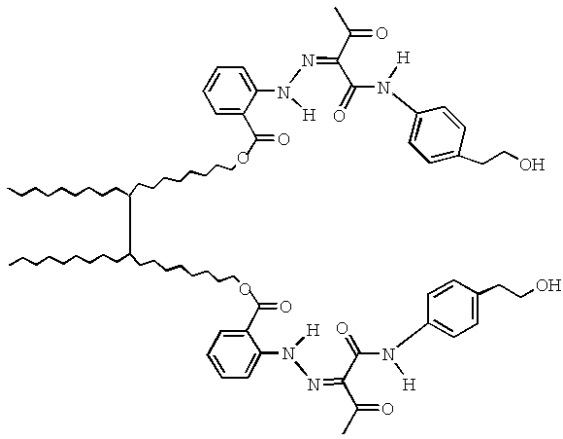
例として、



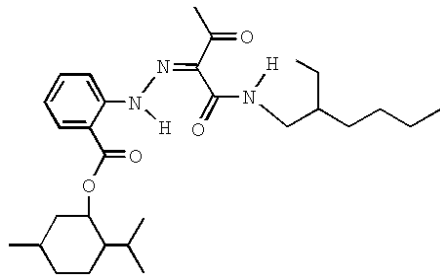
20



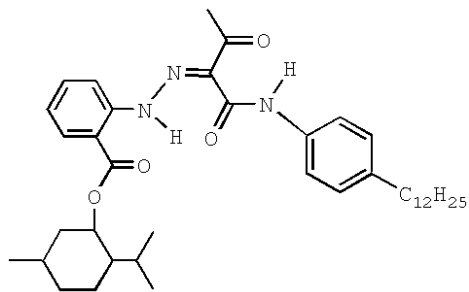
40



10



20

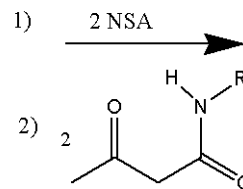
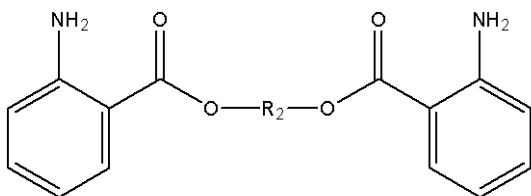


30

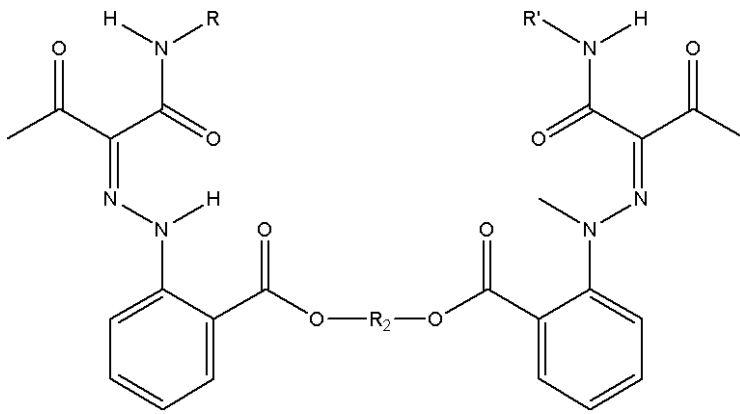
が含まれる。

【 0 0 2 0 】

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る。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

【0021】

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。より詳細には、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

【0022】

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の酸も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100グラムの置換ジアントラニレート、溶媒1リットル当たり200グラムの置換ジアントラニレート、若しくは溶媒1リットル当たり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グラムを超えない、300グラムを超えない、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。

【0023】

酢酸は、例えば、置換ジアントラニレート1グラム当たり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

【0024】

随意の第2の酸は、例えば、置換ジアントラニレート1グラム当たり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。

【0025】

選択された溶媒と任意の随意的第2の酸と酢酸とを含む混合物中に、酢酸は、例えば、混合物対して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

【0026】

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。

【0027】

その後、ニトロシル硫酸、又は他の酸が、例えば、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（すなわち、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1モルのニトロシル硫酸）、又は置換ジ

50

アントラニレート 1 モル当たり 3 モルを超えない、2.5 モルを超えない、若しくは 2.25 モルを超えないニ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。特定の実施形態において、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。

【0028】

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 6 時間までの時間がかかることがある。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。

【0029】

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、1つの実施形態においてはニトロシル硫酸 1 モル当たり (すなわち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 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。

【0030】

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、1つの実施形態においては水 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。

【0031】

アセトアセトアミドは、前駆体溶液中に、1つの実施形態においては溶媒 1 リットル当たり 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。

【0032】

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、典型的には少なくとも pH 10、又は pH 14、若しくは pH 12 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、塩基と随意的緩衝塩との混合物を含むことができる。

【0033】

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、並びに、それらの混合物を含み、1つの実施形態において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 モルを超えない塩基のような、いかなる所望の又は任意の有効量でも存在するが、その相対量はこれらの範囲外であってもよい。

【0034】

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

10

20

30

40

50

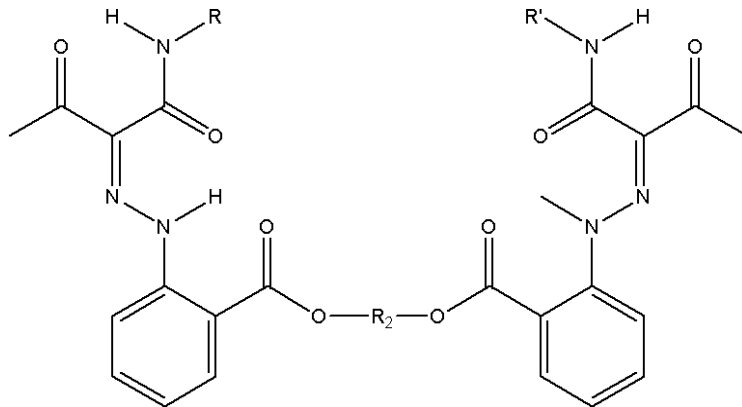
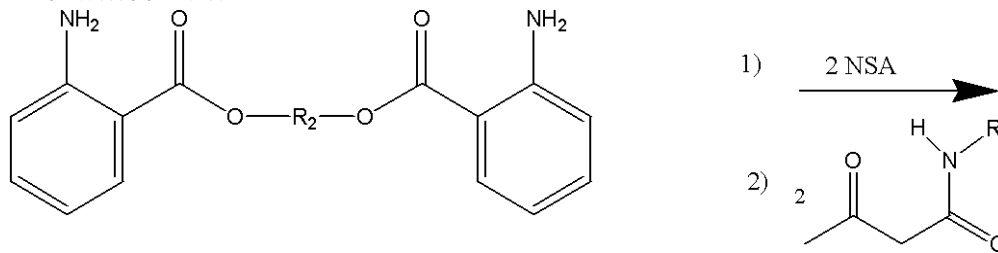
、クエン酸、並びにそれらの混合物を含む。存在する場合、随意の緩衝塩は、アセトアセトアミド 1 モル当たり 1、2、3、若しくは 5 モルの緩衝剤、又はアセトアセトアミド 1 モル当たり 10、7、若しくは 5 モルを超えない緩衝剤のような、任意の有効量で存在するが、その相対量はこれらの範囲外であってもよい。アセトアセトアミドが溶解したら、不溶性の固体をいずれも除去するために、そのように形成された前駆体アセトアセトアミド溶液を濾過することができる。

【0035】

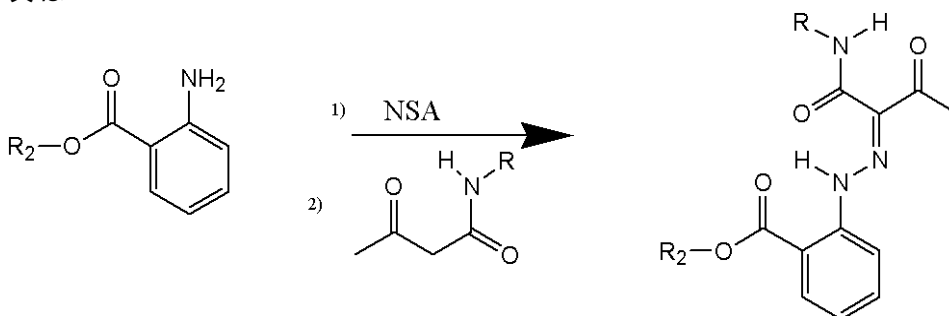
次いで、ジアゾニウム塩を含む低温で維持された溶液を、任意の有効相対量でアセトアセトアミド溶液にゆっくりと加える。ジアゾニウム塩が二量体種（すなわち、ビス-ジアゾニウム塩）である場合、ジアゾニウム塩 1 モル当たり少なくとも 2、2.1、若しくは 2.25 モルのアセトアセトアミド、又はジアゾニウム塩 1 モル当たり 4、3、若しくは 2.25 モルを超えないアセトアセトアミドであり、単量体ジアゾニウム塩が選択される場合、アセトアセトアミドのモルは半分にすべきであるが、その相対量はこれらの範囲外であってもよく、その結果、鮮黄色の沈殿が瞬時に形成される。その後、黄色沈殿を濾過によって採取して、所望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

【0036】

本明細書の反応スキームは



又は



を含む。

【0037】

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。

【 0 0 3 8 】

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

【 0 0 3 9 】

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すると考えられる。さらに、いくつかの実施形態においては、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すると考えられる。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と考えられる。

【 0 0 4 0 】

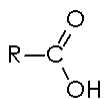
この着色剤はまた、織物の染色、スペクトル強度の高い発色団に依存する生物学的染色用途、有機光伝導体のような電子的用途、光学フィルタ、液晶ディスプレイシステムのためのカラーフィルタといった用途でも用いることができる。

【 0 0 4 1 】

相変化インクは、典型的には直接方式又は間接若しくはオフセット印刷転写システムのいずれかにおける使用のために設計された、相変化キャリアシステム又は組成物を含む。直接印刷方式において、相変化キャリア組成物は、1つの実施形態において、相変化インクを(1)記録基材上に直接印刷した後に周囲温度で冷却したときに、最終的な記録基材(例えば、紙、透明材料)上に均一な厚さの薄膜として付与させることができる、(2)基材上に付与された画像が曲げたときに破損しないように十分な可撓性を保持しながら延性に行うことができる、(3)高度の明度、彩度、透明度、及び熱安定性を有するようにすることができる、1つ又はそれ以上の材料を含む。オフセット印刷転写又は間接印刷方式においては、相変化キャリア組成物は、1つの実施形態において、直接印刷様式のインクで所望される性質のみならず、例えば米国特許第5,389,958号に記載されているようなシステムでの使用のために望ましい特定の流体及び機械的特性もまた示す。

【 0 0 4 2 】

適切なインクキャリア材料は、モノアミド、テトラアミド、それらの混合物のような脂肪アミドを含む。適切な脂肪アミドインクキャリア材料の具体的な例は、ステアリルステアルアミド、二量体酸とエチレンジアミンとステアリン酸との反応生成物である二量体酸ベースのテトラアミド、二量体酸とエチレンジアミンと少なくとも36個の炭素原子を有するカルボン酸との反応生成物である二量体酸ベースのテトラアミド、並びにそれらの混合物を含む。脂肪アミドインクキャリアが二量体酸とエチレンジアミンと少なくとも36個の炭素原子を有するカルボン酸との反応生成物である二量体酸ベースのテトラアミドである場合、カルボン酸は次の一般式



であり、ここでRは、直鎖、分枝、飽和、不飽和、及び環式アルキル基を含むアルキル基であり、このアルキル基は少なくとも36個若しくは少なくとも40個の炭素原子を有し、又はこのアルキル基は200個、150個、若しくは100個を超えない炭素原子を有するが、その炭素原子の数はこれらの範囲外であってもよい。この式のカルボン酸は、例えば、Baker Petrolite、Tulsa、OKから市販されており、また、米国特許第6,174,937号の実施例1に記載のようにして調製することもできる。

脂肪アミドキャリア材料に関するさらなる情報は、例えば、米国特許第4,889,560号、米国特許第4,889,761号、米国特許第5,194,638号、米国特許第4,830,671号、米国特許第6,174,937号、米国特許第5,372,852号、米国特許第5,597,856号、及び英国特許GB 2 238 792号に開示されている。

【0043】

相変化インクキャリア材料として適切なものはまた、イソシアネートから誘導される樹脂及びワックスであり、例えば、ウレタンイソシアネート誘導材料、尿素イソシアネート誘導材料、ウレタン/尿素イソシアネート誘導材料、それらの混合物である。脂肪アミド材料とイソシアネート誘導材料との混合物もまた、インクキャリア組成物として使用することができる。

10

【0044】

さらなる適切な相変化インクキャリア材料は、パラフィン、マイクロクリスタリンワックス、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、脂肪アルコール、脂肪アミド及び他のワックス材料、スルホンアミド材料、異なる天然資源（例えば、トール油ロジン及びロジンエステル）由来の樹脂材料、及び多くの合成樹脂、オリゴマー、重合体及び共重合体、例えば、エチレン/酢酸ビニル共重合体、エチレン/アクリル酸共重合体、エチレン/酢酸ビニル/アクリル酸共重合体、アクリル酸とポリアミドとの共重合体、アイオノマー、並びにそれらの混合物を含む。これらの材料の1つ又はそれ以上を、脂肪アミド材料及び/又はイソシアネート誘導材料との混合物中で使用することもできる。

20

【0045】

1つの具体的な実施形態において、相変化インクキャリアは、(a)インク中に、インクの少なくとも25、30、若しくは37重量パーセント、又はインクの60、53、若しくは48重量パーセントを超えない量で存在するが、その量はこれらの範囲外であってもよい、ポリエチレンワックス、(b)インク中に、インクの少なくとも8、10、若しくは12重量パーセント、又はインクの32、28、若しくは25重量パーセントを超えない量で存在するが、その量はこれらの範囲外であってもよい、ステアリルステアルアミドワックス、(c)インク中に、インクの少なくとも10、13、若しくは16重量パーセント、又はインクの32、27、若しくは22重量パーセントを超えない量で存在するが、その量はこれらの範囲外であってもよい、二量体酸と、エチレンジアミンと、36個を超える炭素原子を有する長鎖アルコールのカルボン酸誘導体との反応生成物である、二量体酸ベースのテトラアミド、(d)インク中に、インクの少なくとも6、8、若しくは10重量パーセント、又はインクの16、14、若しくは12重量パーセントを超えない量で存在するが、その量はこれらの範囲外であってもよい、2当量のヒドロアピエチルアルコールと1当量のイソホロンジイソシアネートとの反応から誘導されるウレタン樹脂、(e)インク中に、インクの少なくとも2、3、若しくは4.5重量パーセント、又はインクの13、10、若しくは7.5重量パーセントを超えない量で存在するが、その量はこれらの範囲外であってもよい、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るウレタン樹脂、及び(f)インク中に、インクの少なくとも0.01、0.05、若しくは0.1重量パーセント、又はインクの1、0.5、若しくは0.3重量パーセントを超えない量で存在するが、その量はこれらの範囲外であってもよい、抗酸化剤を含む。

30

40

【0046】

インクキャリアは、相変化インク中に任意の所望の又は有効な量で存在し、1つの実施形態において、インクの少なくとも0.1、50、若しくは90重量パーセント、又はインクの99、98、若しくは95重量パーセントを超えない量で存在するが、その量はこれらの範囲外であってもよい。

【0047】

相変化インクは、本明細書で開示されたような式の着色剤化合物を所望の色又は色相を

50

得るための任意の所望の又は有効な量でインク中に含み、1つの実施形態において、インクの少なくとも1、2、若しくは3重量パーセント、又はインクの20、13、若しくは6重量パーセントを超えない量で含むが、その量はこれらの範囲外であってもよい。着色剤は、インク中の単独の着色剤であってもよく、又は染料、顔料、それらの混合物のような他の着色剤と共に存在してもよい。

【0048】

インクは、随意に抗酸化剤も含むことができる。抗酸化剤は、画像を酸化から保護し、また、インク成分をインク調製プロセスの加熱部分の際の酸化からも保護する。適切な抗酸化剤の具体的な例は、NAUGUARD（登録商標）524、NAUGUARD（登録商標）76、及びNAUGUARD（登録商標）512、IRGANOX（登録商標）1010を含む。存在する場合、抗酸化剤は、インク中に任意の所望の又は有効な量で存在し、1つの実施形態において、インクの少なくとも0.01、0.1、若しくは1重量パーセント、又はインクの20、5、若しくは3重量パーセントを超えない量で存在するが、その量はこれらの範囲外であってもよい。

10

【0049】

インクはまた、随意に粘度調整剤を含むこともできる。適切な粘度調整剤の例は、ステアロン（stearone）のような脂肪族ケトンを含む。存在する場合、粘度調整剤は、インク中に任意の所望の又は有効な量で存在し、1つの実施形態において、インクの少なくとも0.1、1、若しくは10重量パーセント、又はインクの90、30、若しくは15重量パーセントを超えない量で存在するが、その量はこれらの範囲外であってもよい。他の随意のインクに対する添加剤は、インクの少なくとも0.01、0.1、若しくは5重量パーセント、又はインクの98、50、若しくは10重量パーセントを超えない量であるが、その量はこれらの範囲外であってもよい、UNION CAMP（登録商標）X37-523-235のような透明剤、インクの少なくとも0.1、5、若しくは10重量パーセント、又はインクの98、75、若しくは50重量パーセントを超えない量であるが、その量はこれらの範囲外であってもよい、水素化アビエチン（ロジン）酸のグリセロールエステルであるFORAL（登録商標）85、ヒドロアビエチン（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、フタル酸のヒドロアビエチン（ロジン）アルコールエステルであるCELLOLYN（登録商標）21、水素化アビエチン（ロジン）酸のトリグリセリドであるARAKAWA KE-311樹脂、NEVTAC（登録商標）2300、NEVTAC（登録商標）100、及びNEVTAC（登録商標）80といった合成ポリテルペン樹脂、改質された合成ポリテルペン樹脂であるWINGTACK（登録商標）86のような粘着付与剤、インクの少なくとも0.1、1、若しくは5重量パーセント、又はインクの98、50、若しくは10重量パーセントを超えない量であるが、その量はこれらの範囲外であってもよい、VERSAMID（登録商標）757、759、又は744のような接着剤、インクの少なくとも0.1、1、若しくは2重量パーセント、又はインクの50、30、若しくは10重量パーセントを超えない量であるが、その量はこれらの範囲外であってもよい、UNIPLEX（登録商標）250、商品名SANTICIZER（登録商標）として市販されている、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）といったフタル酸エステル可塑剤、リン酸トリフェニル、KP-140（登録商標）、リン酸トリブトキシエチル、MORFLEX（登録商標）150、フタル酸ジシクロヘキシル、トリメリト酸トリオクチルのような可塑剤を含む。

20

30

40

【0050】

インク組成物は、50、70、又は80を下回らない融点を有し、1つの実施形態では160、140、又は100より高くない融点を有するが、融点はこれらの範囲外であってもよい。インク組成物は、一般に、ジェットング温度（1つの実施形態において、75、100、又は120を下回らず、他の実施形態においては140、1つの実施形態では180又は150より高くないが、ジェットング温度はこれらの範囲外であってもよい）において、1つの実施形態では30、20、又は15セン

50

チポアズを超えず、1つの実施形態では1センチポアズ、2センチポアズ、5センチポアズ、又は7センチポアズを下回らない溶融粘度を有するが、溶融粘度はこれらの範囲外であってもよい。

【0051】

インク組成物は、任意の所望の又は適切な方法によって調製することができる。例えば、インク成分を一緒に混合し、次に、少なくとも100、又は140を超えないが、その温度はこれらの範囲外であってもよい温度まで加熱し、均質なインク組成物が得られるまで攪拌し、次にインクを周囲温度（典型的には20から25まで）まで冷却することができる。インクは、周囲温度では固体である。特定の実施形態では、形成プロセスの間に、溶融状態のインクを型に注ぎ入れ、次に、冷却及び固体化させて、インクスティックを形成する。

10

【0052】

インクは、直接印刷インクジェットプロセス用装置、及び間接（オフセット）印刷インクジェット用途において使用することができる。他の実施形態は、インクをインクジェット印刷装置に組み込み、インクを溶融し、溶融したインクの液滴を記録基材上に画像のパターンで射出させるステップを含むプロセスに関する。直接印刷プロセスはまた、例えば、米国特許第5,195,430号にも開示されている。いくつかの実施形態において、基材は、最終記録シートであり、溶融インクの液滴は画像パターンで最終記録シート上に直接射出される。さらに他の実施形態は、インクをインクジェット印刷装置に組み込み、インクを溶融し、溶融したインクの液滴を中間転写部材上に画像のパターンで射出させ、画像パターンのインクを中間転写部材から最終記録基材上に転写するステップを含むプロセスに関する。いくつかの実施形態において、中間転写部材は、最終記録シートの温度よりも高く、かつ印刷装置内の溶融インクの温度より低い温度まで加熱される。オフセット又は間接印刷プロセスは、例えば、米国特許第5,389,958号にも開示されている。1つの特定の実施形態において、印刷装置は、圧電印刷プロセスを利用し、インクの液滴は、圧電振動素子の振動によって画像パターンで射出される。インクはまた、ホットメルト音響インクジェット印刷、ホットメルト熱インクジェット印刷、ホットメルト連続流又は偏向インクジェット印刷といった、他のホットメルト印刷プロセスで使用することもできる。相変化インクは、ホットメルトインクジェット印刷プロセス以外の印刷プロセスでも用いることができる。普通紙、罫線入りノートブック紙、ボンド紙、シリカコート紙、透明材料、布地、織物製品、プラスチック、重合体フィルム、金属及び木材のような無機基材を含む、いかなる適切な基材又は記録シートも使用することができる。

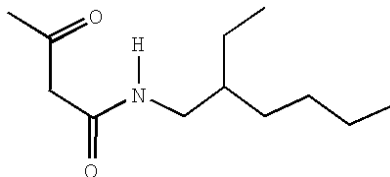
20

30

【実施例1】

【0053】

式



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。

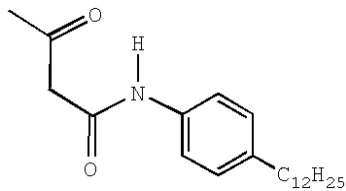
マグネチックスターラ、シリコーン油浴、及び凝縮器を備えた250ミリリットルの3口丸底フラスコの中に、38.4グラムの2-エチルヘキシルアミン（MW = 129）及び100グラムのアセトニトリルを仕込んだ。室温で攪拌しながら、25.0グラムのジケテン（MW = 84）を添加した。発熱が観測された。丸底フラスコを80の油浴中に入れ、3時間還流させた。アセトニトリルが留去され、反応温度は2時間かけて120まで上昇した。生成物を広口瓶に注ぎ入れた。

【実施例2】

【0054】

式

50



のアセトアセトアミド化合物を以下のように調製した。

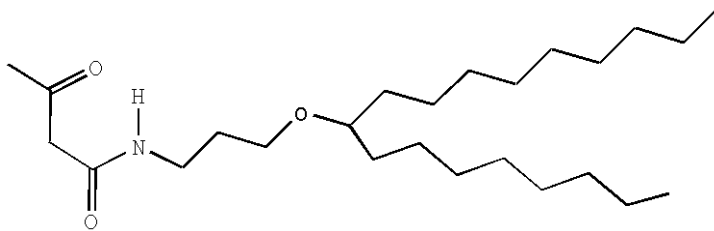
マグネチックスターラ、シリコーン油浴、及び凝縮器を備えた500ミリリットルの3口丸底フラスコに、77.7グラムのドデシルアニリン(MW=261、EMF-Dot tikonから入手可能)、25.0グラムのジケテン(MW=84)、及び150グラムのアセトニトリルを仕込んだ。室温で攪拌しながら、25.0グラムのジケテン(MW=84)を添加した。発熱が観測された。丸底フラスコを80の油浴中に入れ、3時間還流させた。アセトニトリルが留去され、反応温度は2時間かけて120まで上昇した。生成物を広口瓶に注ぎ入れた。

10

【実施例3】

【0055】

式



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。

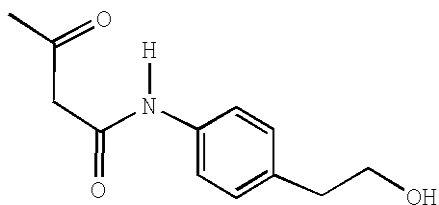
マグネチックスターラ、シリコーン油浴、及び凝縮器を備えた250ミリリットルの3口丸底フラスコに、42.3グラムのPA-24(MW=355、Tomah Chemical Co.から入手可能なゲルベアミン)及び75グラムのアセトニトリルを仕込んだ。この2つの化合物は混和性ではなかった。10.0グラムのジケテン(MW=84)を添加したとき、発熱が観測され、すべての化合物は混和性となった。丸底フラスコを80の油浴中に入れ、1時間還流させた。アセトニトリルが留去され、反応温度は1時間かけて120まで上昇した。生成物を広口瓶に注ぎ入れた。

30

【実施例4】

【0056】

式



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。

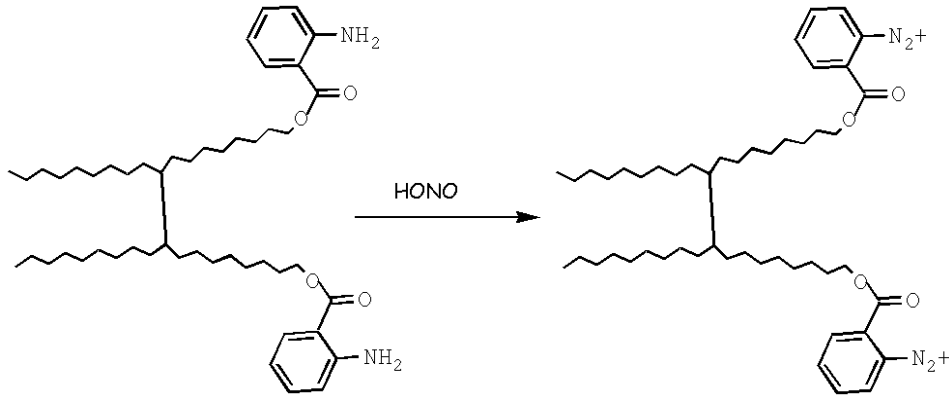
マグネチックスターラ、シリコーン油浴、及び凝縮器を備えた100ミリリットルの3口丸底フラスコに、16.3グラムの4-アミノフェニルアルコール(Aceto Corporationから入手可能、MW=137)及び75グラムのアセトニトリルを仕込んだ。これは完全に溶解しなかった。10.0グラムのジケテン(MW=84)を添加した。丸底フラスコを80の油浴中に入れ、1時間還流させた。すべて溶解した。アセトニトリルが留去され、反応温度は2時間かけて120まで上昇した。生成物を広口瓶に注ぎ入れた。

【実施例5】

【0057】

50

「パートA」



10

【0058】

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、42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 になるまで撹拌した。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撹拌した。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。

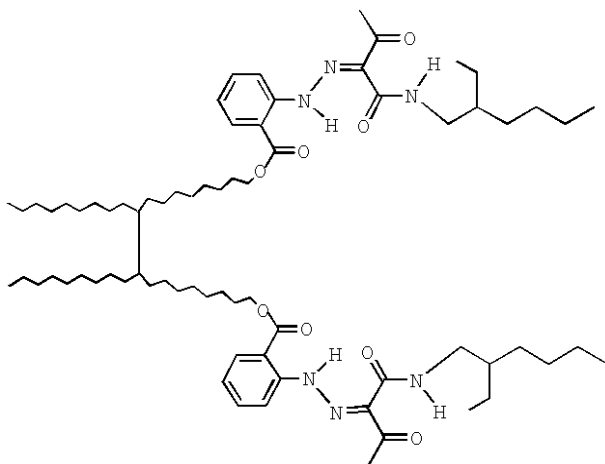
20

30

【0059】

「パートB」

式



40

の化合物を以下のように調製した。2-エチルヘキシルアセトアセトアミドを溶解する。マグネチック撹拌子を備えた2リットルのピーカに、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

50

解するまで撹拌した。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撹拌した。

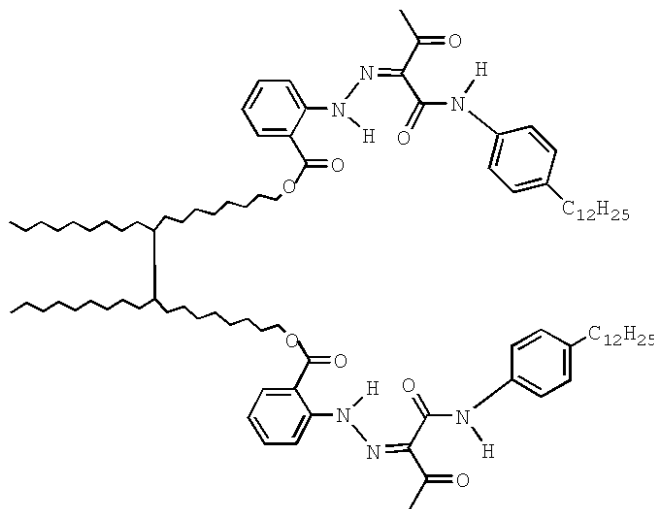
【0060】

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時間撹拌した後、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時間撹拌した。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_{max}において1グラム当たり35, 330 mL⁻¹吸光度単位であった。

【実施例6】

【0061】

式



の化合物を以下のように調製した。ドデシルアニリノアセトアセトアミドを溶解する。マグネチック撹拌子を入れた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撹拌した。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、溶解するまで撹拌した。

【0062】

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時間撹拌した後、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

ウムを仕込んだ。内容物を完全に溶解するまで撹拌した。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アセトアセトアミドを次に加え、溶解するまで撹拌した。

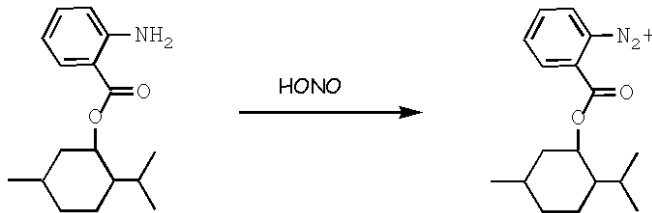
【0066】

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時間撹拌した後、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時間撹拌した。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 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。測定された着色剤のスペクトル強度は、吸収_{max}において1グラム当たり32,363 mL⁻¹吸光度単位であった。

10

【実施例9】

【0067】



20

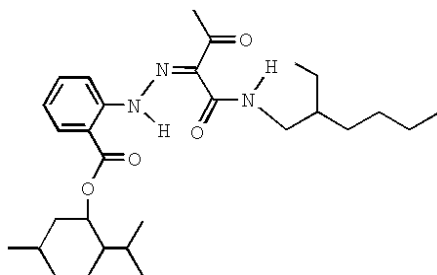
機械式スターラ、塩/氷浴、及び温度計を備えた150ミリリットルの3口丸底フラスコに、11.9グラムのメチルアントラニレート(MW=275)、29.7グラムの酢酸、5.9グラムの水、及び1.5グラムの濃H₂SO₄を仕込んだ。内容物を溶解するまで撹拌しながら、その間、氷浴の温度を0に保った。16.5グラムのニトロシル硫酸(NSA MW=127、40重量%)を滴下漏斗を通じてゆっくりと添加し、反応温度を3未満に維持した。添加には32分かかった。冷却された反応混合物をさらに2時間撹拌し、PMA試験を(過剰のNO⁺を判定するために)行い、結果は陽性であり、反応が完了したことを示していた。1.8グラムのス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

30

【実施例10】

【0068】

式



40

の化合物を以下のように調製した。マグネチック撹拌子を入れた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撹拌した。次いで700ミリリットルのメタノールを撹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。数分間撹拌した後、溶液は濁

50

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。

【0069】

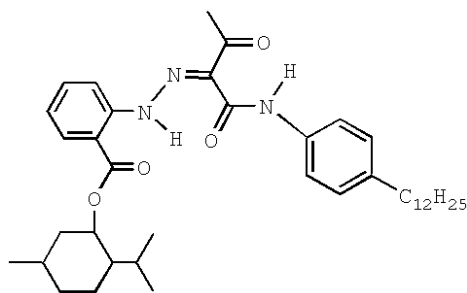
上記の実施例9の冷却された内容物をこの溶液にゆっくりと添加し、アゾカップリングを起こさせた。黄色の固体が即座に溶液から沈殿し始めた。1時間攪拌した後、この固体は、大量の白色塩を伴って、油状物に変化した。塩が溶解するまで、反応内容物にさらに水を加えた。内容物を終夜攪拌したままにした。水層をデカントし、残りの深黄色の油状物をトルエンに溶解し、分液漏斗の中で水で洗浄した。底部の水層を捨て、一方上部のトルエン層をシリカゲルのプラグに通した。溶媒を蒸発させた。この黄色着色剤のスペクトル強度を、着色剤をトルエンに溶解し、吸光度をPerkin Elmer Lambda 2S UV/VIS吸光光度計を用いて測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_{max}において1グラム当たり44,517 mL⁻¹吸光度単位であった。

10

【実施例11】

【0070】

式



20

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に加えた。溶液は透明なままであった。

【0071】

30

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_{max}において1グラム当たり37,949 mL⁻¹吸光度単位であった。

【実施例12】

40

【0072】

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C₃(CH₂)₅₀CH₃のポリエチレンワックス(PE 655(登録商標)、Baker Petrolite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 Petrolite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)

50

Eヒドロアピエチルアルコール (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11.71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。

【0073】

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リットルのピーカに加え、オープン中で溶融するまで135 で加熱した。引き続き、ピーカを135 に設定した加熱マントル内に挿入し、ピーカの内容物を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、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】

【0074】

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ミリリットルのピーカの中に入れ、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】

【0075】

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 吉田 邦久

- (56)参考文献 特表2007-534784(JP, A)
特表2006-503928(JP, A)
英国特許出願公開第02356866(GB, A)
英国特許出願公開第02356634(GB, A)
特開2004-027231(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09D 11/00
B41J 2/01
B41M 5/00
C09B 29/33
C09B 35/035