(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 1977000 B
(45)授权公告日 2010.09.08

(21)申请号 200580022106.0

(22)申请日 2005.06.20

(30)优先权数据
04103060.2 2004.06.30 EP

(85)PCT申请进入国家阶段日
2006.12.29

(86)PCT申请的申请数据
PCT/EP2005/052844 2005.06.20

(87)PCT申请的公布数据
WO2006/003093 EN 2006.01.12

(73)专利权人 西巴特殊化学品控股有限公司
地址 瑞士巴塞尔

(72)发明人 P·布格农 K·卡勒 M·蛤恩 W·西伯

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001
代理人 刘维升 邹雪梅

(51)Int.Cl.
C09B 57/00(2006.01)
C09B 17/00(2006.01)
C09D 11/02(2006.01)

(56)对比文件
CN 1396198 A,2003.02.12, 说明书第1页第5行至第13页最后1行.
CN 1298405 A,2001.06.06, 说明书第1页第4行至第18页第9行.
CN 1379778 A,2002.11.13, 说明书第1页第5行至第18页第15行.
WO 00/31079 A1,2000.06.02, 说明书第1页第1段至第16页最后1段.

审查员 蒋世超

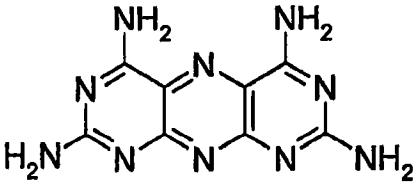
权利要求书 2 页 说明书 7 页

(54)发明名称

蝶啶颜料的制备

(57)摘要

本发明涉及一种颜料制品，包括以下化学式的2,4,5,7-四氨基嘧啶并[5,4g]蝶啶作为组分(A),

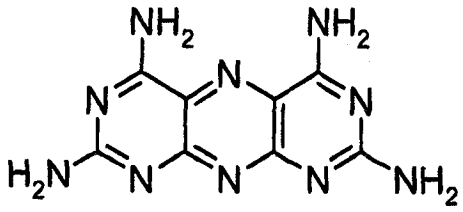


(I)磷酸盐化合物作为组分(B),以及任选其它添加剂作为组分(C),涉及生产其的方法,以及涉及其用于染色高分子量有机材料的用途,和在生产印刷色料、印刷浆料或印刷油墨中的用途。

CN 1977000 B

1. 一种颜料制品，包括

以下化学式的 2,4,5,7- 四氨基嘧啶并 [5,4g] 蝶啶作为组分 (A)



(1),

多磷酸盐作为组分 (B)，以及失水山梨醇衍生物作为组分 (C)。

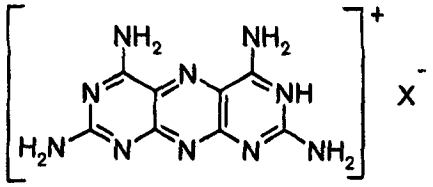
2. 根据权利要求 1 的颜料制品，其中所述多磷酸盐为有机环状偏磷酸盐，或线性偏磷酸盐。

3. 根据权利要求 2 的颜料制品，其中所述偏磷酸盐为六偏磷酸盐。

4. 根据权利要求 3 的颜料制品，其中所述六偏磷酸盐为钠或铵盐形式。

5. 权利要求 1 的颜料制品，其中所述失水山梨醇衍生物为失水山梨醇单月桂酸酯。

6. 一种生产权利要求 1 的颜料制品的方法，包括向以下化学式的化合物中添加组分 (B) 多磷酸盐，

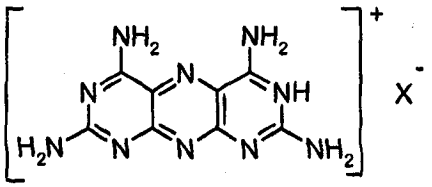


(2),

其中 X^- 为酸阴离子，

在室温下向该混合物中添加 NaOH，并随后加入组分 (C) 失水山梨醇衍生物，进行加热并在过滤和干燥之后分离得到的颜料制品。

7. 一种生产权利要求 1 的颜料制品的方法，包括以任何顺序向以下化学式的化合物中添加组分 (B) 多磷酸盐，和组分 (C) 失水山梨醇衍生物，



(2),

其中 X^- 为酸阴离子，

在室温下向该混合物中添加 NaOH，进行加热并在过滤和干燥之后分离得到的颜料制品。

8. 权利要求 6-7 中任一项的方法，其中所述多磷酸盐为六偏磷酸钠。

9. 权利要求 6-7 中任一项的方法，其中所述失水山梨醇衍生物为失水山梨醇单月桂酯。

10. 根据权利要求 1 到 5 中任一项的颜料制品用于本体染色高分子量有机材料的用途。

11. 一种本体染色高分子量有机材料的方法，包括将权利要求 1 到 5 任一项的颜料制品引入高分子量有机材料。

12. 权利要求 1 到 5 中任一项的颜料制品在生产印刷色料、印刷浆料或印刷油墨中的用途。

13. 一种印刷色料或印刷浆料，包括权利要求 1 到 5 中任一项的颜料制品。

14. 一种印刷油墨，包括权利要求 1 到 5 中任一项的颜料制品。

蝶啶颜料的制备

[0001] 本发明涉及一种2,4,5,7-四氨基嘧啶并[5,4g]蝶啶的新颖制品(preparation),涉及其生产方法,以及涉及其用于染色高分子量有机材料的用途,和在生产印刷色料、印刷浆料或印刷油墨中的用途。

[0002] 蝶啶,例如包括2,4,5,7-四氨基嘧啶并[5,4g]蝶啶,以及它们作为颜料的用途是已知的。但是,对于某些应用,特别是染色特定塑料,例如聚烯烃或PVC,或者使用此类颜料作为可用于印刷工艺和喷墨印刷工艺的印刷色料或油墨中的颜色组分,现已发现现有可用的商业制品不能完全满足所有需求,特别是就所需分散性以及与之相关的迄今不能令人满意的色强度而言。

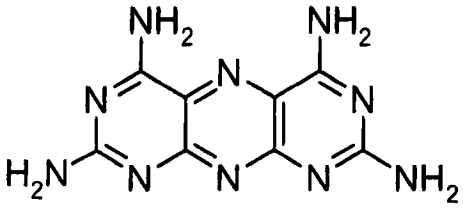
[0003] 因此需要蝶啶颜料的新形成物或制品,其形成适用于印刷色料、印刷浆料和印刷油墨或喷墨油墨的稳定分散体,产生牢固染色的色彩并显示优良的全面牢固性能,以及需要产生那些形成物或制品的生产方法。

[0004] 令人惊讶地,现已发现本发明的2,4,5,7-四氨基嘧啶并[5,4g]蝶啶的制品基本满足以上标准。

[0005] 本发明因此涉及一种颜料制品,包括,

[0006] 以下化学式的2,4,5,7-四氨基嘧啶并[5,4g]蝶啶作为组分(A)

[0007]



(1),

[0008] 磷酸盐化合物作为组分(B),以及任选其它添加剂作为组分(C)。

[0009] 适合作为本发明颜料制品的组分(B)的磷酸盐化合物为例如无机磷酸盐和多磷酸盐,优选有机环状偏磷酸盐,或者线性偏磷酸盐,特别是六偏磷酸盐(hexametaphosphate)。

[0010] 上述磷酸盐可以为游离酸形式,或者优选为盐形式,例如,Na^+、NH_4^+、K^+或$N(R,R_1R_2R_3)^+$盐,R到R_3彼此独立,为氢或C_1-C_{12}烷基,特别是C_1-C_4烷基。

[0011] 优选,本发明的颜料制品包括以下作为组分(C),

[0012] a)蜡,例如聚乙烯蜡、聚丙烯蜡、乙二醇酯、聚乙二醇(PEG),特别是PEG 900到1800,和/或

[0013] b)表面活性剂,例如脱水山梨糖醇衍生物,特别是失水山梨醇单月桂酸酯、丙三醇酯或羊毛脂基衍生物,和/或

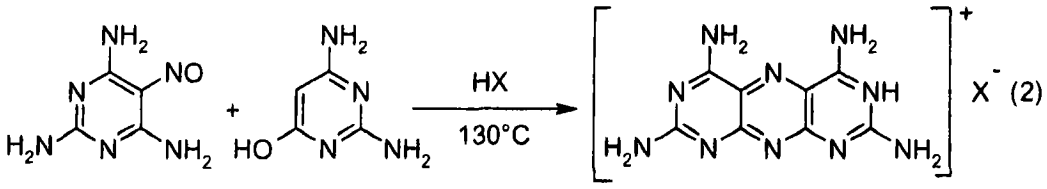
[0014] c)分散剂,特别是含有对颜料具有亲合性的基团的聚合物分散剂,其中聚合物分散剂可以为均聚物或共聚物形式,以及特别为含有对颜料具有亲合性的基团的高分子量共聚物,和/或

[0015] d)作为粘合剂的聚合物树脂。

[0016] 根据本发明,颜料制品的生产根据以下反应历程,在多个步骤中进行:

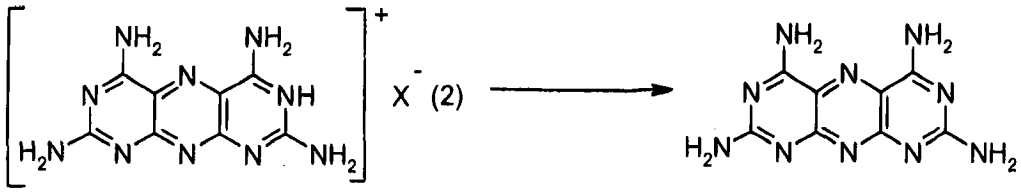
[0017] 第一步:

[0018]



[0019] 第二步：

[0020]

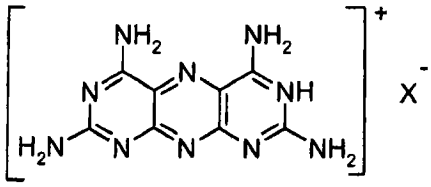


[0021] 其中 HX 为酸以及 X^- 为酸阴离子。

[0022] 第一步例如由 WO/2001029040 已知；同样由该文件已知的第二步根据本发明，以下述方式加以改进：

[0023] 为了生产适用于染色天然或合成源的高分子量有机材料的颜料制品，特别是适用于染色纯或取代聚烯烃的颜料制品，首先，将组分 (B)，例如六偏磷酸盐加入到由第一步得到的以下化学式的化合物的湿润滤饼中，

[0024]



(2),

[0025] 其中 X^- 为酸阴离子，

[0026] 在室温下添加 NaOH，以及任选组分 (C)，例如失水山梨醇单月桂酸酯，至混合物中，进行加热并在过滤和干燥之后分离得到的颜料制品。

[0027] 为了生产适用于印刷色料、印刷浆料或印刷油墨的颜料制品，首先以任何顺序将组分 (B)，例如六偏磷酸盐，以及任选组分 (C)，例如失水山梨醇单月桂酸酯加入到由第一步得到的化学式 (2) 的化合物的湿润滤饼中，在室温下将 NaOH 加入该混合物，进行加热并在过滤并干燥之后分离得到的颜料制品。

[0028] 为了生产适用于喷墨油墨的颜料制品，首先借助于分散剂将由第一步得到的化学式 (2) 的化合物的湿润滤饼分散在水中，然后在略微高温下以任何顺序添加组分 (B)，例如六偏磷酸盐，以及 NaOH。

[0029] 为了生产本发明的颜料制品，化学式 (2) 的化合物可以为固态，例如粉末或颗粒形式，或者为由合成直接得到的粗颜料形式。

[0030] 优选使用的原材料是还未干燥的粗颜料。颜料可以例如以湿润滤饼的形式使用，例如残留含水量为 5 到 60wt％，优选残留含水量为 20 到 40wt％的湿润滤饼。也可以进一步直接使用在生产颜料的反应中得到的混合物。

[0031] 根据本发明，将要染色的高分子量有机材料可以是天然或合成源的原料。此类材料可以是例如天然树脂或干性油，橡胶或酪蛋白，或者可以是改性的天然材料，例如氯化橡

胶、油改性醇酸树脂、粘胶纤维或纤维素醚或酯，例如醋酸纤维素、纤维素丙酸酯、乙酰丁酸纤维素或硝化纤维，但尤其是完全合成的有机聚合物（热固性塑料和热塑性塑料），例如由聚合、缩聚或加聚得到的。从聚合树脂种类可以特别提及纯聚烯烃，例如聚乙烯、聚丙烯或聚异丁烯，和取代聚烯烃，例如氯乙烯、醋酸乙烯酯、苯乙烯、丙烯腈、丙烯酸和 / 或甲基丙烯酸酯，或丁二烯的聚合产物，以及所述单体的共聚产物，特别是 ABS（丙烯腈 / 丁二烯 / 苯乙烯）或 EVA（乙烯 / 醋酸乙烯酯）。

[0032] 本发明的颜料制品特别适合于染色纯聚烯烃或取代聚烯烃。

[0033] 从一系列加聚树脂和缩聚树脂中可提及甲醛与酚类的缩合产物，称为酚醛塑料，和甲醛与脲、硫脲和三聚氰胺的缩合产物，称为氨基塑料，用作表面涂布树脂的聚酯，其是饱和的，例如醇酸树脂，或者是不饱和的，例如马来树脂，以及线性聚酯和聚酰胺或硅氧烷。

[0034] 本发明的颜料制品特别适合于染色塑料，优选聚氯乙烯和聚烯烃，特别是聚丙烯。更特别地，本发明的颜料制品适合于染色合成纤维，特别是聚丙烯纤维。

[0035] 例如聚氯乙烯或聚烯烃的染色产品中，本发明的颜料制品以优良的全面颜料性能著称，所述颜料性能例如对迁移、热、光和气候的优良牢固性，以及优良的遮盖力和高着色强度，但特别以优良的分散性，以及特别是低的擦拭后影响 (after-wiping effect) 著称。

[0036] 本发明因此还涉及一种本体染色 (mass-colouring) 高分子量材料的方法，包括将 0.01 到 30 重量％的本发明颜料制品与高分子量有机材料混合。有利地，颜料在成型高分子量有机材料之前混合。对方法加以特别优选，其中当成型时，高分子量有机材料例如在 100 到 350℃，优选 150 到 330℃下为塑性体 (plastic mass) 或熔体形式，特别地，就塑性体而言，为 150 到 300℃，就熔体而言，为 250 到 330℃。

[0037] 所述高分子量化合物可以以单一化合物形式或者以混合物形式存在，作为塑性体或熔体，任选可以纺丝形成纤维。

[0038] 它们也可以其单体形式或以溶解形式的聚合状态，作为表面涂布组合物或印刷油墨的成膜剂或粘合剂存在，例如熟亚麻籽油、硝化纤维、醇酸树脂、三聚氰胺树脂、脲醛树脂或丙烯酸树脂。

[0039] 使用本发明颜料制品的高分子量有机材料的染色例如受到使用例如辊轧机或者混合或研磨设备，将此类颜料制品，任选以母料形式与此类基材混合的影响。染色的材料然后通常根据本身已知的方法，例如流延、压模、挤出、涂布、浇铸或注模，制成所需最终形状。为了生产非硬质模制品或降低它们的脆性，常常希望在成型之前将所谓的增塑剂引入到高分子量化合物中。作为增塑剂，例如可以使用磷酸、邻苯二甲酸或癸二酸的酯。在根据本发明的方法中，增塑剂可以在引入颜料制品之前或之后引入聚合物中。除了将本发明颜料制品加入到高分子量有机材料之外，也可能以相应的所需量添加填料和其它赋予颜色成分，例如白色、有色或黑色颜料以及效果颜料，以便得到不同的色相 (shades)。

[0040] 因此，另一个实施方案还涉及本发明颜料制品的用途，以本身已知的方式，例如通过将本发明的颜料制品与高分子量有机材料混合在一起，用于本体染色高分子量有机材料。

[0041] 例如在塑料、纤维、表面涂层或印刷物中得到的颜色以黄 - 绿色相、极高着色强度、高饱和度、极好分散性、优良的对过度喷涂、迁移和热以及光和气候的牢固性著称。

[0042] 为了染色塑料，特别是基于纯聚烯烃或取代聚烯烃的塑料，优选使用包括化学式

(1) 的 2,4,5,7- 四氨基嘧啶并 [5,4g] 蝶啶、六偏磷酸钠和失水山梨醇单月桂酸酯的颜料制品。

[0043] 为了染色表面涂层组合物和印刷油墨，本发明的颜料制品通常任选与常用添加剂，例如填料、其它颜料、干燥剂或增塑剂一起精细分散或溶解在有机和 / 或含水溶剂或溶剂混合物中。也可能使用一种步骤，其中独立的组分分别分散或溶解，或者其中多个组分同时分散或溶解，以及然后混合所有组分。

[0044] 因此，另一个实施方案还涉及本发明的颜料制品在生产印刷色料、印刷浆料或印刷油墨中的用途。

[0045] 本发明还涉及本发明的颜料制品任选还连同其它色料在生产印刷色料、印刷浆料或印刷油墨中的用途，以及涉及得到的印刷色料、印刷浆料和印刷油墨。

[0046] 要加入到印刷浆料的本发明颜料制品的量取决于所需着色强度；通常，已经证明基于要印刷的材料，0.01 到 15 重量%，特别是 0.02 到 10 重量%的量是适合的。

[0047] 对于印刷，将使用常用增稠剂，例如改性或未改性天然产物，例如藻酸盐、糊精、阿拉伯树胶、结晶树胶、槐豆粉 (locust bean flour)、黄蓍胶、羧甲基纤维素、羟乙基纤维素、淀粉，或者合成产物，例如聚丙烯酰胺、聚丙烯酸或其共聚物，或聚乙烯醇。

[0048] 如果希望，印刷浆料还包括酸给体，例如丁内酯或磷酸氢二钠，防腐剂，多价螯合剂，乳化剂，有机溶剂，例如醇、酯、甲苯和二甲苯，粘合剂，例如硝化纤维和乙烯共聚物，增塑剂，例如柠檬酸，氧化剂，脱气剂，光稳定剂和 UV 稳定剂。

[0049] 对于印刷，印刷浆料直接施加到要印刷的材料的整个表面或其部分，方便使用的常用类型印刷机例如苯胺 / 凹版印刷、胶版印刷、轮转或平面膜印刷机。本发明的印刷浆料还适合于转印。

[0050] 本发明的颜料制品赋予所述材料，特别是聚酯材料，具有极好使用牢固性能的均匀色相。

[0051] 本发明还涉及本发明的制品在生产油墨中的用途，所述油墨例如用于喷墨工艺的油墨。

[0052] 存在于油墨中的本发明颜料制品的总量优选为 0.5 到 35 重量%，特别为 1 到 30 重量%，以及更特别为 1 到 20 重量%，基于油墨总重量。特别优选的下限为 1.2 重量%，特别为 1.5 重量%。特别优选的上限为 15 重量%，特别为 10 重量%。

[0053] 油墨通常还包括增溶剂或润湿剂，例如水混溶性有机溶剂，例如 C_1-C_4 醇，例如甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、正丁醇、仲丁醇、叔丁醇或异丁醇；酰胺，例如二甲基甲酰胺或二甲基乙酰胺；酮或酮醇，例如丙酮、甲基异丁基酮、二丙酮醇；醚，例如四氢呋喃或二噁烷；含氮杂环化合物，例如 N- 甲基 -2- 吡咯烷酮或 1,3- 二甲基 -2- 咪唑烷酮；聚亚烷基二醇，优选分子量为 100 到 800，特别为 150 到 400 的低分子量聚乙二醇，例如二乙二醇、三乙二醇、四乙二醇、聚乙二醇 200、聚乙二醇 300、聚乙二醇 400 或聚乙二醇 600，或低分子量聚丙二醇，例如二丙二醇、三丙二醇、聚丙二醇 P400 或聚丙二醇 P425；聚亚烷基二醇的烷基醚，例如二乙二醇一丁醚、2-(2- 甲氧基乙氧基）乙醇、2-(2- 乙氧基乙氧基）乙醇、2-[2-(2- 甲氧基乙氧基）乙氧基］乙醇或 2-[2-(2- 乙氧基乙氧基）乙氧基］乙醇；C_2-C_6 亚烷基二醇或硫甘醇，例如乙二醇、丙二醇、丁二醇、1,5- 戊二醇、硫二甘醇、己二醇；或其它多元醇，例如丙三醇或 1,2,6- 己烷三醇；或多元醇的 C_1-C_4 烷基醚，例如 2- 甲氧基乙醇或 1- 甲氧基 -2- 丙

醇。油墨可以进一步包括 ε - 己内酰胺作为增溶剂。

[0054] 作为本发明油墨中的润湿剂，也可以考虑例如尿素或乳酸钠（有利地为50到60％水溶液形式）与丙三醇和 / 或丙二醇的混合物，量优选为 0.1 到 30 重量％，特别为 2 到 30 重量％。

[0055] 优选，油墨包括至少一种增溶剂或一种润湿剂，选自分子量为 150 到 400 的聚乙二醇、二乙二醇一丁醚、N- 甲基 -2- 吡咯烷酮和丙三醇，以及特别为四乙二醇、聚乙二醇 400、二乙二醇一丁醚和丙三醇，通常量为 2 到 30 重量％，特别为 5 到 25 重量％，以及更特别为 20 到 25 重量％，基于油墨总重量。

[0056] 油墨可以包括天然或合成源的增稠剂，尤其为了调整粘度的目的。

[0057] 可以提及的增稠剂的实例包括可商购的海藻酸盐增稠剂、淀粉醚和槐豆粉醚，特别是纯海藻酸钠或其与改性纤维素的混合物，所述改性纤维素例如甲基、乙基、羧甲基、羟乙基、甲基羟乙基、羟丙基或羟丙基甲基纤维素，特别是优选 20 到 25 重量％羧甲基纤维素。还可以提及合成增稠剂，例如基于聚（甲基）丙烯酸或聚（甲基）丙烯酰胺的那些增稠剂。

[0058] 油墨例如以 0.01 到 2 重量％，特别为 0.01 到 1 重量％，以及优选 0.01 到 0.5 重量％的量包含这种增稠剂，基于油墨总重量。

[0059] 油墨也可以包括缓冲物质，例如硼砂、硼酸盐、磷酸盐、多磷酸盐或柠檬酸盐。可以提及的实例包括硼砂、硼酸钠、四硼酸钠、磷酸二氢钠、磷酸氢二钠、三磷酸钠、五聚磷酸钠和柠檬酸钠。特别以 0.1 到 3 重量％，优选 0.1 到 1 重量％的量使用缓冲剂，基于油墨总重量，以便产生例如 4 到 9，特别为 5 到 8.5 的 pH 值。

[0060] 油墨可以包括表面活性剂或润湿剂作为其它添加剂。

[0061] 适合的表面活性剂或润湿剂包括可商购的阴离子或非离子表面活性剂。

[0062] 此外，油墨可以另外包括常用添加剂，例如防沫剂或特别是抑制真菌和 / 或细菌繁殖的材料。此类添加剂通常以 0.01 到 1 重量％的量使用，基于油墨总重量。

[0063] 加以考虑的防腐剂包括产生甲醛试剂，例如仲甲醛和三噁烷，特别是大约 30 到 40 重量％的甲醛水溶液，咪唑化合物，例如 2-(4- 噻唑基）苯并咪唑，噻唑化合物，例如 1，2- 苯基异噻唑啉 -3- 酮或 2- 正辛基 - 异噻唑啉 -3- 酮，碘化物，腈，酚，卤代烷硫代化合物或吡啶衍生物，特别是 1，2- 苯基异噻唑啉 -3- 酮或 2- 正辛基 - 异噻唑啉 -3- 酮。

[0064] 油墨可以以常规方式，通过将独立组成例如以所需水量混合在一起制备。存在于油墨中的悬浮物和不溶组分例如通过经由孔径为 0.2 到 0.5μm 的过滤器过滤除去。

[0065] 优选粘度为 1 到 40mPa·s，特别为 1 到 20mPa·s，以及优选为 1 到 10mPa·s 的油墨。

[0066] 优选用于生产油墨的颜料制品为包括化学式 (1) 的 2，4，5，7- 四氨基嘧啶并 [5，4g] 蝶啶、六偏磷酸钠、失水山梨醇单月桂酸酯以及含有对颜料具有亲合性的基团的分散剂的那些颜料制品。

[0067] 本发明的油墨适合用于记录系统，其中油墨从小孔口以液滴形式挤出并引导到在其上形成图像的平坦基材上。适合的基材包括例如纸、塑料薄膜或纺织纤维材料，特别为纸或塑料薄膜以及更特别为纸。适合的记录系统包括例如用于纸张印刷或织物印刷的可商购的喷墨打印机。

[0068] 作为可以用本发明的油墨印刷的纸张实例，可以提及可商购的喷墨纸、相纸、光泽

纸、覆塑纸，例如 Epson 喷墨纸、Epson 相纸、Epson 光泽纸、Epson 光泽薄膜、HP 特殊喷墨纸、Encad 照相光泽纸和 Ilford 相纸。可以用本发明的油墨印刷的塑料薄膜为例如透明的或模糊 / 不透明的。适合的塑料薄膜为例如 3M 透明薄膜。对光泽纸加以优选，例如 Epson 光泽纸。

[0069] 作为纺织纤维材料，在此特别考虑含氮或含羟基纤维材料，例如由纤维素、丝绸、羊毛或合成聚酰胺，特别是丝绸制成的机织织物。

[0070] 在喷墨印刷方法的情况下，油墨的独立液滴从喷嘴以受控方式喷洒到基材上。用于该目的的主要是连续喷墨法和按需滴液法。在连续喷墨法的情况下，液滴连续地产生，印刷操作不需要的液滴排入容器并再循环。另一方面，在按需滴液法的情况下，液滴根据需要产生并用于印刷；也即只有当印刷操作需要时才产生液滴。液滴的产生可以例如借助于压电喷墨头或者通过热能（鼓泡喷射）完成。对于本发明的方法，借助于压电喷墨头的印刷是优选的，但是同样对按照连续喷墨法的印刷给以优选。

[0071] 本发明的油墨特别适合作为彩印或影印的黄色成分，以及产生中性照相黄色。

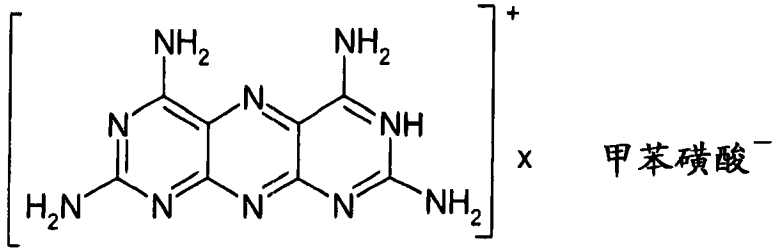
[0072] 根据本发明生产的印刷显示优良的耐光性和优良的耐水性能。它们特别以高颜色亮度和高着色强度著称。本发明的油墨存储稳定，当长时间存储时不显示任何沉淀或沉降。

[0073] 以下实施例用于说明本发明。除非另有说明，温度以摄氏温度给出，份数为重量份数，以及百分比为重量百分比。重量份数涉及比率为千克比升的体积份数。

[0074] 实施例 1：

[0075] 在 113℃将 6.20g 商购 2,4,6- 三氨基 -5- 亚硝基嘧啶 (ChemieUetikon，德国)，5.15g 商购 2,4- 二氨基 -6- 羟基嘧啶 (Fluka，瑞士) 和 11.52g 商购甲苯 -4- 磺酸一水合物在 110ml 冰醋酸 (100％) 中搅拌 20 小时。在反应混合物仍然热时，将其经由硬纸过滤器过滤。湿滤饼，其含有大约 31.5 重量％的化学式 VI 的嘧啶并 [5,4-g] 蝶啶盐

[0076]



VI

[0077] 进一步按以下实施例中的指示加工。

[0078] 实施例 2：

[0079] 用水洗涤 200.0g 来自实施例 1 的 31.5％滤饼，然后分散在 465g 水中，以及向其中添加 2.92g 六偏磷酸钠 (Fluka，瑞士) 和 36.5g 失水山梨醇单月桂酸酯 (Span 20，Fluka，瑞士)。通过添加 67ml 2M NaOH 水溶液 (pH 为约 12) 完成向颜料形式的转变，首先在室温下将所有混合物搅拌 30 分钟，然后在 90℃下搅拌 18 小时。冷却之后，过滤悬浮物，用水洗涤直至中性，并在 60℃下真空中干燥。

[0080] 在硝化纤维印刷油墨中，得到的颜料产生强烈的亮黄颜色。

[0081] 实施例 3：(对比例)

[0082] 用水洗涤 24.2g 来自实施例 1 的 31.5％滤饼，然后分散在 50g 水中，以及向其中

添加 2.92g 六偏磷酸钠 (Fluka,瑞士)。通过添加 10ml2M NaOH 水溶液 (pH 为约 12) 完成向颜料形式的转变,首先在室温下将所有混合物搅拌 30 分钟,然后在 90℃下搅拌 18 小时。冷却之后,过滤悬浮物,用水洗涤直至中性,并在 60℃下真空中干燥。

[0083] 在硝化纤维印刷油墨中,得到的颜料仅产生浅色颜色以及强烈的沉降倾向。

[0084] 实施例 4 :(对比例)

[0085] 用水洗涤 17.7g 来自实施例 1 的 31.5％滤饼,然后分散在 50g 水中,以及向其中添加 36.5g 失水山梨醇单月桂酸酯 (Span 20,Fluka,瑞士)。通过添加 10ml 2M NaOH 水溶液 (pH 为约 12) 完成向颜料形式的转变,首先在室温下将所有混合物搅拌 30 分钟,然后在 90℃下搅拌 18 小时。冷却之后,过滤悬浮物,用水洗涤直至中性,并在 60℃下真空中干燥。

[0086] 在硝化纤维印刷油墨中,得到的颜料仅产生浅色颜色以及强烈的沉降倾向。

[0087] 实施例 5 :

[0088] 用水洗涤 141.0g 来自实施例 1 的 31.5％滤饼,然后分散在 300g 水中,以及向其中添加 37.4g 失水山梨醇单月桂酸酯 (Span 20,Fluka,瑞士)。通过添加 51.3ml 的 2M NaOH 水溶液 (pH 为约 12) 引发向颜料形式的转变。60 分钟之后,添加 2.1g 六偏磷酸钠 (Fluka,瑞士),以及将混合物加热到 90℃并搅拌 2 小时。冷却之后,过滤悬浮物,用水洗涤直至中性,并在 60℃下真空中干燥。

[0089] 在聚烯烃以及在 PVC 中,得到的颜料产生强烈的明亮颜色以及优异的分散性。

[0090] 实施例 6 :

[0091] 将 200g 含有对颜料具有亲合性的基团的高分子量嵌段共聚物和 290g 水加入到 466.3g 来自实施例 1 的 31.5％滤饼中,并借助于 Dynomill 分散 24 小时。将 221g 得到的分散体伴随搅拌加热到 40℃,并添加 22ml 含有 16 重量％ NaOH 和 4 重量％六偏磷酸钠 (Fluka,瑞士) 的碱性溶液。过滤该悬浮物,引入到 220ml 水中,以及在 40℃进一步搅拌 80 分钟。随后,进一步添加 5ml 上述碱性溶液,并持续搅拌另外 20 分钟。随后添加 100g Amberlite MB 150(基于苯乙烯 / 二乙烯基苯共聚物的离子交换树脂,Rohm and Haas),并将混合物搅拌另外 2 小时。然后滤出 Amberlite MB 150。

[0092] 得到 430g 在 460nm 处具有最大吸收的颜料浓缩物。

[0093] 向 150g 颜料浓缩物中添加 68.5g 水,36g 1,2- 丙二醇,18g 丙三醇,0.5g 聚氧化乙烯 (10) 月桂基醚,6g 己内酰胺和 21g N- 甲基吡咯烷酮。将混合物以 8000rpm 离心处理 30 分钟,然后使用 0.7 微米纤维 - 玻璃过滤器进行过滤,得到粘度为 4.6mPa·s 的油墨。