

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成 27 年 11 月 19 日 (2015.11.19)

【公表番号】特表 2012-528917 (P2012-528917A)

【公表日】平成 24 年 11 月 15 日 (2012.11.15)

【年通号数】公開・登録公報 2012-048

【出願番号】特願 2012-513929 (P2012-513929)

【国際特許分類】

C 0 9 D 11/00 (2014.01)

C 0 9 C 1/48 (2006.01)

C 0 9 C 3/08 (2006.01)

C 0 9 C 3/10 (2006.01)

B 4 1 M 5/00 (2006.01)

B 4 1 J 2/01 (2006.01)

【 F I 】

C 0 9 D 11/00

C 0 9 C 1/48

C 0 9 C 3/08

C 0 9 C 3/10

B 4 1 M 5/00 E

B 4 1 J 3/04 1 0 1 Y

【誤訳訂正書】

【提出日】平成 27 年 9 月 18 日 (2015.9.18)

【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 0 4

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【 0 0 0 4 】

顔料の表面は各種の異なる官能基を含み、存在する官能基の種類は顔料の特定のクラスによって変化する。材料を移植する、又特に詳しくはポリマーをこれらの顔料の表面に移植するための幾つかの方法が開発されて来た。例えば、ポリマーは表面にフェノール基やカルボニル基といった基を含むカーボンブラックに付着することが示されている。しかし、顔料の表面にある固有の官能性に依存する方法は一般に応用できず、これは顔料全部が同一の特定の官能基を有していないためである。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 0 5

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【 0 0 0 5 】

外分散剤を必要とせず分散性等の特性が改善されたインク組成を提供する顔料の改質もまた開発されて来た。代表的にはこれらの改質顔料の調整方法はベヒクル中に顔料の分散を調製しこの顔料の表面と各種の試薬とを反応させることによる。こうして得られた反応物は少なくとも一つの有機基、例えば少なくとも一つのイオン基、イオン化可能基、又はこれらの混合物等から構成される有機基に付着した顔料を含む改質顔料である。例えば、改質顔料は米国特許第 5, 554, 739 号、5, 707, 432 号、5, 837, 045 号、5, 851, 280 号、5, 885, 335 号、5, 895, 522 号、5, 90

0, 029号、5, 922, 118号、6, 042, 643号、PCT公開WO99/23174号に記載された方法を使用して調製することができる。これらの方法は例えばポリマーおよび/または界面活性剤を使用する分散剤方式と比較して顔料に基の一層安定した付着を提供する。

【誤訳訂正3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0007

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0007】

炭素性材料例えばカーボンブラックは、これも特定の種類の条件下でヒドラジン試薬と反応することが示されている。例えば、米国特許第6, 723, 783号、7, 173, 078号、ならびに米国特許出願公開2004/0171725号はそれぞれが、付着した官能基を有する顔料を含む各種の改質顔料と、ヒドラジン試薬を含む特定の試薬との反応に関連する。しかし、これらの方法では前駆体としての改質顔料の初期生成が必要で、この前駆体を、ヒドラジン試薬を使用して更に改質する。さらに、ヒドラジンは、酸化カーボンブラックや酸化グラファイトに対して還元剤として使用することができることが知られており、酸化カーボンブラックや酸化グラファイトは酸化剤で前処理して高レベルの酸素を含有する基を導入した炭素性材料である。また、この方法はあらかじめ改質したカーボンブラックを使用する必要がある。また、米国特許第4, 835, 074号では酸素反応性を付与する又は付与しないアセチレンブラックの化学的改質について記述している。これらの改質アセチレンブラックは電気化学的セルで使用される。

【誤訳訂正4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0013

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0013】

本発明のインクジェット用インク組成の改質顔料は、顔料と、詳細には後述する特定の試薬との反応生成物を含む。従来技術で既知の何らかの顔料、これには例えば酸化炭素性顔料（これは炭素性顔料例えばカーボンブラックであり、酸化剤により処理されてイオン化又はイオン化可能な基を表面に導入されたもので、一般に7.0未満のpH値を有する）、非酸化炭素性顔料（一般に7.0以上のpHを有するカーボンブラックを含む）、また非改質顔料（付着した有機基を有するような処理をしていない顔料である）を含めて使用することができる。例えば、顔料はカーボンブラックを酸素ガスやオゾン等の酸化剤、過酸化水素などの過酸化物、過硫酸ナトリウムや過硫酸カリウムなどの過硫酸塩、次亜塩素酸ナトリウムなどの次亜ハロゲン酸、酸化性酸たとえば硝酸など、また過マンガン酸塩、四酸化オスミウム、酸化クロム、又は硝酸アンモニウムセリウムなどの酸化物を含む遷移金属で処理することにより調製した酸化カーボンブラックであり得る。酸化物の混合物も使用可能で、これには特にガス性酸化物たとえば酸素やオゾンの混合物が含まれる。その他の表面改質方法たとえば塩素化やスルホニル化も酸化剤との組み合わせにおいて更なる種類のイオン基又はイオン化可能基の導入のために使用できる。更には、非酸化カーボンブラックも、酸化カーボンブラックを調製するために使用されるカーボンブラックを含め、使用することが出来る。

【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0017

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0017】

前述したように、本発明に係るインクジェット用インク組成の改質顔料は、顔料と、化学式 H_2N-A-Y を有する少なくとも１種類の試薬との反応生成物を含む。この式において、A は、利用可能な電子の孤立電子対を少なくとも１つ有するヘテロ原子又は基、例えば O、NH、又は S である。また Y は H、C₁-C₁₂ アルキル基、芳香族基、又はポリマー基である。Y はまた -C(O)A-NH₂ 基を含むことが出来る。望ましくは、A は NH である。例えば、A が NH で Y が芳香族基であることもあり、そのときの試薬はアリルヒドラジンである。また、A が NH で Y が C₁-C₁₂ アルキル基であることもあり、そのときの試薬はアルキルヒドラジンである。更に、A が NH で Y が H であることもあり、そのときの試薬は、従って、ヒドラジンである。さらに、A は NH Y は -C(O)NH-NH₂ 基であることもあり（すなわちジヒドラジド）とすることができる。特定の例としては、 $H_2NNH-C(O)-NH-NH_2$ （カルボヒドラジド）、 $H_2NNH-C(O)-C(O)-NH-NH_2$ （オキサリルジヒドラジド）、 $H_2NNH-C(O)-C_6H_4-C(O)-NH-NH_2$ （テレフタル酸ジヒドラジド）が挙げられる。

【誤訳訂正 6】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0018

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0018】

望ましくは、試薬の Y 基は少なくとも１種類のイオン基、少なくとも１種類のイオン化基、又は少なくとも１種類のイオン基と少なくとも１種類のイオン化基の混合物を含む。イオン基はアニオン性又はカチオン性で対向する荷電の対イオンに関連するもので、対イオンは例えば Na^+ 、 K^+ 、 Li^+ 、 NH_4^+ 、 NR_4^+ 、アセテート、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 RSO_3^- 、 $ROSO_3^-$ 、 OH^- 、 Cl^- などを含む。ここでこれらの対イオンの R は水素又は置換又は非置換アリルおよび / またはアルキル基を表わす。イオン化基はイオン基を使用するベヒクル中に形成することが出来るものである。アニオン化基はアニオンを形成しカチオン化基はカチオンを形成する。イオン基は米国特許第 5,698,016 号に記載されているイオン基を含み、これの説明は全体が本明細書で参照に含まれる。

【誤訳訂正 7】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0029

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0029】

上述したように、本発明に係るインクジェット用インク組成は特定の種類の顔料（少なくとも１種類のカルボニル基を有する）と特定の種類の試薬（式 H_2N-A-Y 構造を有する）との間の反応生成物である改質顔料を含む。理論によって制約を受けることを希望することなく、試薬のアミン基が顔料、主に顔料の表面上にある特定の基と反応すると信じられる。このアミン基は典型的なアミンと比較して高い反応性を有しており、これは隣接するヘテロ原子団（heteroatom group：ヘテロ原子から成る原子団）、つまり A が存在しており、このヘテロ原子団（つまり A）が共有されない電子対を少なくとも１つ有する（時として 効果と呼ばれることがある）ためである。例えば、顔料が有機色素顔料であって少なくとも１種類のエステル基を有する有機色素を含む場合、試薬のアミンがエステル基と反応し、アミドを形成すると信じられる。このようにして、得られた反応生成物は改質顔料であり、この場合の改質顔料は化学式 -NH-A-Y を有する基を少なくとも１種類有する顔料を含む発色剤であると信じられる。例えば、試薬組成の A が NH で Y が H ではない場合、改質顔料は有機基が少なくとも１種類付着した顔料を含むと考えられ、この場合の有機基はヒドラジド基を少なくとも１種類、またはヒドラゾン基を少なくとも１種類含む。

【誤訳訂正 8】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0030

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0030】

また、顔料の表面官能基がポリマー等の試薬と反応し得ることは従来技術で公知となっているが驚くべきことに後述する組成式を有する試薬が顔料と反応し得ること、特に改質していない顔料と（すなわち有機基が付着していない顔料と）反応し得ることが判明した。これにより特に分散安定性といった機能特性が向上した改質顔料の形成が可能になり、更にはこのような改質顔料は、インクジェット用インク組成として使用した場合、印刷性能特性が向上した印刷画像を作成することが分かった。更に、少なくとも1種類の有機基が付着した顔料を含む改質顔料は少なくとも1種類の官能基を付着させた顔料と有機基を含むヒドラジン試薬と反応させることにより調製し得ることも公知となっているが、（有機基は例えば米国特許第6,723,783号、6,911,073号、並びに7,173,078号に記載されているもの等）、驚くべきことに有機基の付着を含まない顔料（すなわち非改質顔料）もまたこのような試薬と反応することが出来、特にインクジェット用インク組成として全体に良好な特性を有する改質顔料を生成しうることが判明した。つまり、本発明に係るインクジェット用インク組成は改質顔料ではない顔料と、前述した化学式を有する試薬との反応生成物を含む。改質されていない顔料（すなわちカルボニル基の付着を有していない顔料）を、インクジェット用インクに要求される条件を満たすために使用し得る程安定した顔料分散性を形成するのに十分な範囲で反応させるのが困難であることが想定されて来たと思われる。

【誤訳訂正 9】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0036

【訂正方法】変更

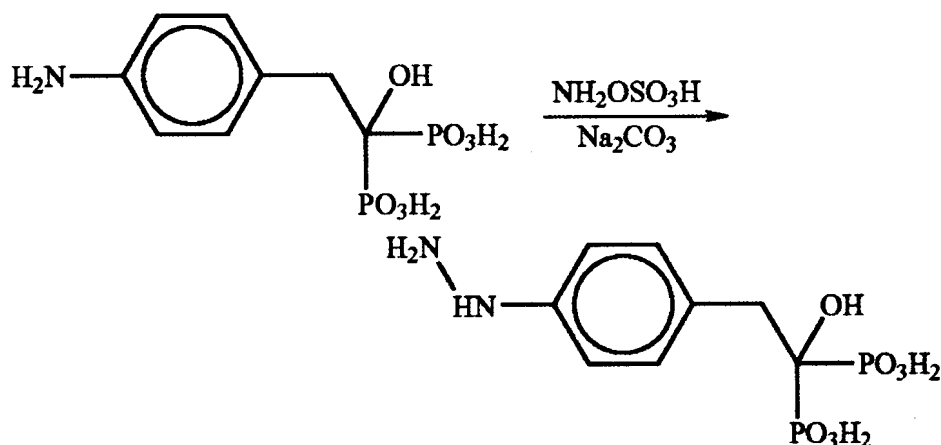
【訂正の内容】

【0036】

本発明に係る改質顔料を調製するために使用される試薬は以下のスキーム1に図示したように調製した。

スキーム1

スキーム1



【誤訳訂正 10】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0038

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0038】

次に、反応混合物を濾過して沈澱性不純物を除去し、5 N 塩酸溶液 (600 ml) を添加することで濾液の pH を 2.4 に調節し、一方で温度は 15℃ 以下に維持した。この溶液を 1 時間の間 5℃ に冷却し、得られた沈澱反応生成物を濾過により除去し、2:1 水/メタノール混合物 (250 ml)、メタノール (200 ml)、最後にアセトン (200 ml) で水洗し、次に減圧下環境温度で乾燥し、140 ~ 160 g (67 ~ 76% 収量) の 2 - (4 - (ヒドラジノフェニル) - 1 - ハイドロキシエタン - 1, 1 - ジイル) ビスホスホン酸を薄黄色の固体として得た。この化合物の ^1H - NMR (400 MHz, $\text{D}_2\text{O} + \text{NaOH}$) データは以下の通りである: 7.32 (2H, d, 7.6 Hz)、6.83 (2H, d, 7.6 Hz)、3.2 (2.9H, m)、更に他のピークは 7.22 (0.9H, d, 7.6 Hz)、6.69 (0.8H, d, 7.6 Hz) で、試料は未反応の開始材料を含んでおり約 75% の純度だった。この化合物についての ^{13}C - NMR (100 MHz, $\text{D}_2\text{O} + \text{NaOH}$) データは以下の通りである: 147.8, 143.4, 132.4, 132.2, 115.4, 113.1, 75.8 (t), 38.9, 38.8。この化合物についての LC - MS データは以下の通りである: 311 (M - 23) +。本発明の改質顔料を調製する試薬として更に純化することなく使用した。

実施例 2 ~ 30

【誤訳訂正 11】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0056

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0056】

実施例 31 に記載した手順を用いて、カーボンブラック (20 g、ブラックパール (登録商標) 700 カーボンブラック (BP 700)、キャボット社から入手可能) を 2 - (4 - (アミノフェニル) - 1 - ハイドロキシエタン - 1, 1 - ジイル) ビスホスホン酸 1 ナトリウム塩 (カーボンブラックに対して 1.0 ミリモル/g) と混和したが、後者は開始材料として実施例 1 の試薬を調製するために使用したものである。これは A が O、NH、又は S である化学式 $\text{H}_2\text{N}-\text{A}-\text{Y}$ を有する基を含まないが、アミン基は含んでいる。以下実施例 31 の手順を用いると改質カーボンブラックの分散は形成されなかった。

比較実施例 2

【誤訳訂正 12】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0057

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0057】

実施例 31 に記載した手順を用いて、グラファイト (20 g、粒状径 20 ミクロン以下の粉体、アルドリッチ社から入手可能) を 2 - (4 - (アミノフェニル) - 1 - ハイドロキ

シエタン - 1 , 1 - ジイル)ビスホスホン酸 1 ナトリウム塩 (6 . 9 g) と混合したが、後者は開始材料として実施例 1 の試薬を調製するために使用したものである。これは A が O、NH、又は S である化学式 $H_2N - A - Y$ を有する基を含まないが、アミン基は含んでいる。以下実施例 3 1 の手順を用いると改質カーボンブラックの分散は形成されなかった。

比較実施例 3

【誤訳訂正 1 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 5 8

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 5 8】

カーボンブラック (2 0 g、ブラックパール (登録商標) 7 0 0 カーボンブラック (B P 7 0 0)、キャボット社から入手可能) をアレンドロン酸一ナトリウム塩 (6 . 4 g、カーボンブラック処理レベルに対して 1 . 0 ミリモル / g) を 1 0 0 g の D I 水で混合し、分散の pH は水酸化アンモニウムを用いて 1 0 に調節した。アレンドロン酸一ナトリウム塩は アミン基を含むものであるが、A が O、NH、又は S である化学式 $H_2N - A - Y$ を有する基を含む試薬ではない。混合物をバイレックス (登録商標) 皿に入れてオープンで 1 2 0 に加温した。2 時間後、液体全部が蒸発し、得られた乾燥固形カーボンブラックに 2 0 0 m l の D I 水を加えてから希釈 N a O H 水溶液で pH が 9 になるように調節した。シルバーソン・ミキサーで 6 0 0 0 r p m 3 0 分間混和しミソニックス超音波プローブで超音波処理した後でも分散は形成されなかった。

実施例 3 7 ~ 4 7

【誤訳訂正 1 4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 6 2

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 6 2】

各々の分散のナトリウム顔料を、オリオン・イオン選択電極見より測定し、固形分として表現される結果も上記表 3 に記載した。これらの値は付着ビスホスホン酸塩基の存在を示している。更に、各々の分散の平均容積粒状寸法 (m V) についても、ナノトラック (登録商標) パーティクル・サイズ・アナライザーを用いて測定し、これについても上記表 3 に図示してある。これらの値は、これらの分散が安定したインクジェット用インク組成を形成するために使用可能であることを示している。