

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4265870号
(P4265870)

(45) 発行日 平成21年5月20日(2009.5.20)

(24) 登録日 平成21年2月27日(2009.2.27)

(51) Int.Cl.	F 1
C09D 17/00 (2006.01)	C09D 17/00
C08J 5/00 (2006.01)	C08J 5/00 C E R
C08K 5/103 (2006.01)	C08K 5/103
C08K 5/3462 (2006.01)	C08K 5/3462
C08L 23/10 (2006.01)	C08L 23/10

請求項の数 9 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2000-529384 (P2000-529384)	(73) 特許権者	396023948 チバ ホールディング インコーポレーテ ッド C i b a H o l d i n g I n c . スイス国, 4057 バーゼル, クリベツ クシュトラーセ 141
(86) (22) 出願日	平成11年1月19日(1999.1.19)	(74) 代理人	100078662 弁理士 津国 肇
(65) 公表番号	特表2002-501964 (P2002-501964A)	(74) 代理人	100075225 弁理士 篠田 文雄
(43) 公表日	平成14年1月22日(2002.1.22)	(72) 発明者	ビュニヨン, フィリップ スイス国 ツェーハー-1724 エセル ト アンパス デ ロズィエ 4
(86) 國際出願番号	PCT/EP1999/000282		
(87) 國際公開番号	W01999/038920		
(87) 國際公開日	平成11年8月5日(1999.8.5)		
審査請求日	平成18年1月18日(2006.1.18)		
(31) 優先権主張番号	0203/98		
(32) 優先日	平成10年1月28日(1998.1.28)		
(33) 優先権主張国	スイス(CH)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 改良された低せん断分散性を有するイソインドリン顔料

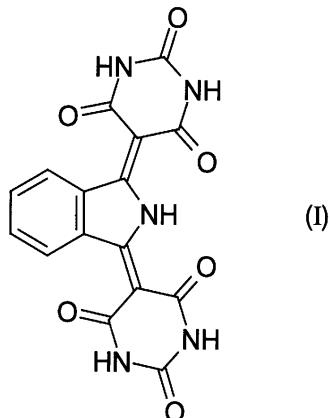
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

顔料組成物の全重量を基準にして、それぞれ、

式(I)：

【化1】



10

の顔料 70 ~ 95 重量 % ;

少なくとも 1 種の C₂ ~ C₁₆ アルキレンジカルボン酸ジ - C₁ ~ C₁₂ アルキルエステル 5

20

~ 15 重量% ; および

少なくとも 1 種の、ポリヒドロキシ - C₂ ~ C₁₂ アルカンの C₁₂ ~ C₂₄ 脂肪酸エステル 0 ~ 15 重量% を含む顔料組成物。

【請求項 2】

C₂ ~ C₁₆ アルキレンジカルボン酸ジ - C₁ ~ C₁₂ アルキルエステルの、ポリヒドロキシ - C₂ ~ C₁₂ アルカンの C₁₂ ~ C₂₄ 脂肪酸エステルに対する比が、2 : 3 ~ 3 : 2 である、請求項 1 記載の顔料組成物。

【請求項 3】

顔料組成物の全重量を基準にして、それぞれ、

式 (I) の顔料 70 ~ 90 重量% ;

C₂ ~ C₁₆ アルキレンジカルボン酸ジ - C₁ ~ C₁₂ アルキルエステル 5 ~ 15 重量% ; および

ポリヒドロキシ - C₂ ~ C₁₂ アルカンの C₁₂ ~ C₂₄ 脂肪酸エステル 5 ~ 15 重量% を含む、請求項 1 記載の顔料組成物。

【請求項 4】

不活性な親水性溶媒中で、式 (I) の顔料の分散体を熱処理することによる、新規な顔料組成物の製造方法であって、

1) 少なくとも 1 種の C₂ ~ C₁₆ アルキレンジカルボン酸ジ - C₁ ~ C₁₂ アルキルエステルを、遅くとも熱処理の終点の前に；そして

2) 少なくとも 1 種の、ポリヒドロキシ - C₂ ~ C₁₂ アルカンの C₁₂ ~ C₂₄ 脂肪酸エステルを、早くとも C₂ ~ C₁₆ アルキレンジカルボン酸ジ - C₁ ~ C₁₂ アルキルエステルの添加が開始された後で、熱処理の開始の後に

添加することを含む、顔料組成物の製造方法。

【請求項 5】

用いられる不活性な親水性溶媒の量が、顔料の乾燥重量を基準にして、50 ~ 2,000 重量% である、請求項 4 記載の製造方法。

【請求項 6】

請求項 1 記載の顔料組成物または請求項 4 記載の方法で得られた顔料組成物の、高分子量有機材料の原液着色への使用。

【請求項 7】

高分子量有機材料に、請求項 1 記載の顔料組成物または請求項 4 記載の方法で得られた顔料組成物 0.01 ~ 30 重量% を混合することを含む、高分子量有機材料を原液着色する方法。

【請求項 8】

請求項 1 記載の顔料組成物または請求項 4 記載の方法で得られた顔料組成物を、0.01 ~ 30 重量% 含む、高分子量有機材料。

【請求項 9】

ポリ塩化ビニルまたはポリオレフィンである、請求項 8 記載の高分子量有機材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、アルキレンジカルボン酸ジアルキルエステルおよびポリヒドロキシ - C₂ ~ C₁₂ アルカンの脂肪酸エステルで被覆されたイソインドリン顔料に関し、その使用およびその製造に関する。得られた生成物は、高い着色強度において、改良された低せん断分散性によって特徴づけられる。

【0002】

粗キナクリドン類が、ジカルボン酸エステルの存在下で磨碎できることは、U.S. 5,084,100 から知られている。これらのジカルボン酸エステル、たとえばスクシン酸ジイソプロピルは、キナクリドン類を、より不安定な - 相に転換することを防ぐ結晶化剤として用いられる。

10

20

30

40

50

【0003】

E P 1 3 5 0 5 4 は、少なくとも 5 重量 % のカルボキシル基を含有する樹脂、たとえばロジンを添加すると、分散性のイソインドリン顔料が容易に得られることを教示している。得られた顔料は、オフセット印刷インキの高い着色強度で著しく特徴づけられる。しかしながら、このような添加剤を含有する顔料の低せん断分散効果は、高分子量材料中では、満足すべき高さではないことが見出されている。

【0004】

可能なかぎり低せん断による分散効果を有する、着色強度の高いイソインドリノン顔料を提供することが、本発明の目的である。予期しなかったことに、以下に記載する組成物によって、この目的を達成することが可能になった。

10

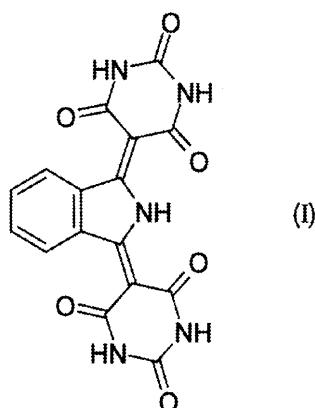
【0005】

本発明は、顔料組成物の全重量を基準にして、それぞれ、

式 :

【0006】

【化2】



20

【0007】

の顔料 70 ~ 95 重量 % ;

少なくとも 1 種の C₂ ~ C₁₆ アルキレンジカルボン酸ジ - C₁ ~ C₁₂ アルキルエステル 5 ~ 30 15 重量 % ; および

少なくとも 1 種の、ポリヒドロキシ - C₂ ~ C₁₂ アルカンの C₁₂ ~ C₂₄ 脂肪酸エステル 0 ~ 15 重量 %

を含む顔料組成物に関する。

【0008】

新規な顔料組成物は、それ自体が知られている慣用の添加剤、たとえば分散剤および / または天然樹脂もしくは合成樹脂を、さらなる成分として含むことができる。これらの添加剤は、好ましくは、顔料組成物の全重量を基準にして、10 重量 % を越えない量で用いられる。

【0009】

ポリヒドロキシ - C₂ ~ C₁₂ アルカンの C₁₂ ~ C₂₄ 脂肪酸エステルは、新規な顔料組成物に存在することが必須ではないが、その存在は、通常、非常に有利である。顔料組成物の全重量を基準にして、少なくとも 1 重量 % 存在することが好ましく、少なくとも 2.5 重量 % 存在することが特に好ましい。

40

【0010】

式 (I) の顔料は、たとえば D E 2 0 4 1 9 9 9 によって知られており、知られている方法、たとえば D E 1 0 1 2 4 0 4 、 D E 1 0 2 5 0 8 0 、 U S 4 , 1 6 6 , 1 7 9 、 D E 3 0 2 2 8 3 9 または E P 4 2 4 7 5 9 に示された方法の一つによつて製造できる。 D E 2 8 0 0 8 1 5 、 E P 3 8 5 4 8 、 D E 3 5 2 2 6 8 0 および D E 3 6 2 2 3 6 6 によれば、粗顔料は、水、ベンゾアートまたはそれらの混合

50

物中で、再結晶することができる。

【0011】

式(I)の顔料は、好ましくは熱処理によって再結晶された粗顔料である。熱処理は、合成の間もしくは直後に合成懸濁液の加熱によって、または熱処理されていないか、もしくはすでに部分的に処理された粗顔料の中間単離後の分離工程として、部分的にまたは完全に実施される。熱処理の期間または種類により、顔料は、不透明かまたは透明であって、着色は強く、新規な顔料組成物の改良された分散性は、透明で着色が強い顔料の場合に、特に著しい。

【0012】

$C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸は、たとえば、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スペリン酸、シス-もしくはトランス-シクロヘキサン-1,2-ジカルボン酸、シス-もしくはトランス-シクロヘキサン-1,4-ジカルボン酸、アゼライン酸またはセバシン酸である。 $C_6 \sim C_{12}$ アルキレンジカルボン酸が好ましい。エステルの $C_1 \sim C_{12}$ アルキルは、たとえば、メチル、エチル、n-プロピル、イソプロピル、n-ブチル、イソブチル、2-ブチル、t-ブチルまたはペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、デシルもしくはドデシルであり、好ましくはn- $C_2 \sim C_8$ アルキル、特に好ましくはn- $C_2 \sim C_4$ アルキル、最も好ましくはエチルまたはn-ブチルである。 $C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸ジ- $C_1 \sim C_{12}$ アルキルエステルは、純粋な物質としても、それらの混合物としても、いずれも使用できる。非常に特に好ましい $C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸ジ- $C_1 \sim C_{12}$ アルキルエステルは、セバシン酸ジエチルおよび/またはセバシン酸ジ-n-ブチルである。

【0013】

ポリヒドロキシ- $C_2 \sim C_{12}$ アルカンは、2~12個のヒドロキシル基を、しかし好ましくは各炭素原子に多くとも1個の基を含有する。それらはさらに1個または1個を越える数のエーテル基で中断されていてもよい。ヒドロキシル基の数は、好ましくは2~5個であり、特に好ましくは2個または3個である。ポリヒドロキシ- $C_2 \sim C_{12}$ アルカンは、代表的には、エチレンギリコール、プロピレンギリコール、1,3-プロパンジオール、1,2-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、2,3-ブタンジオール、1,2-ペンタンジオール、1,3-ペンタンジオール、1,5-ペンタンジオール、2,3-ペンタンジオール、1,2-ヘキサンジオール、1,6-ヘキサンジオール、2,5-ヘキサンジオール、1,2-シクロヘキサンジオール、1,4-シクロヘキサンジオール、1,7-ヘプタンジオール、1,2,3-ヘプタントリオール、1,8-オクタンジオール、1,9-ノナンジオール、1,10-デカンジオールまたは1,12-ドデカンジオールである。1個または1個を越える数のエーテル基で中断されているポリヒドロキシ- $C_2 \sim C_{12}$ アルカンは、たとえば、ジエチレンギリコール(3-オキサ-1,5-ジヒドロキシペンタン)、ジプロピレンギリコール、グルコース、トリエチレンギリコール、トリプロピレンギリコールまたはポリエチレンギリコール200($M_r = 190 \sim 210$)である。ポリヒドロキシ- $C_2 \sim C_6$ アルカンを用いることが好ましく、特に好ましくはエチレンギリコール、プロピレンギリコール、1,3-プロパンジオールまたはグリセリンであり、非常に特に好ましくはグリセリンである。

【0014】

ポリヒドロキシ- $C_2 \sim C_{12}$ アルカンの $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸エステルは、知られた物質であるか、またはそれらと類似の方法で製造できる物質であり、そのいくつかは市販されていて、顔料や充填剤の分散剤として知られている。中性の部分エステルが好ましい。ポリヒドロキシ- $C_2 \sim C_{12}$ アルカンの $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸エステルは、純粋な物質としても、それらの混合物としても、いずれも使用でき、エステル化されないポリヒドロキシ- $C_2 \sim C_{12}$ アルカンをも、第2成分として含有していてもよい。ポリヒドロキシ- $C_2 \sim C_{12}$ アルカンの $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸エステルは、特に好ましくは、けん化価100~200を有し、そして遊離ポリヒドロキシ- $C_2 \sim C_{12}$ アルカン成分が多くとも12重量%であり、非常に特に好ましくは、けん化価が140~180であり、そして遊離ポリヒドロキシ- C

10

20

30

40

50

$C_2 \sim C_{12}$ アルカン成分が多くとも 10 重量 % である。

【0015】

好みしくは、 $C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸ジ - $C_1 \sim C_{12}$ アルキルエステルまたはそれらの混合物と、ポリヒドロキシ - $C_2 \sim C_{12}$ アルカンの $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸エステルまたはそれらの混合物は、それぞれ高くとも 40 の融点を有する。 $C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸ジ - $C_1 \sim C_{12}$ アルキルエステルは、特に好みしくは、主として顔料の表面に吸着されている。 $C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸ジ - $C_1 \sim C_{12}$ アルキルエステルの、ポリヒドロキシ - $C_2 \sim C_{12}$ アルカンの $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸エステルに対する比は、非常に特に好みしくは 2 : 3 ~ 3 : 2 である。

【0016】

10

好みしい顔料組成物は、顔料組成物の全重量を基準にして、それぞれ、

式 (I) の顔料 70 ~ 90 重量 % ;

$C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸ジ - $C_1 \sim C_{12}$ アルキルエステル 5 ~ 15 重量 % ; および

ポリヒドロキシ - $C_2 \sim C_{12}$ アルカンの $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸エステル 5 ~ 15 重量 % を含むものである。

【0017】

特に好みしい顔料組成物は、顔料組成物の全重量を基準にして、それぞれ、

式 (I) の顔料 80 ~ 90 重量 % ;

$C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸ジ - $C_1 \sim C_{12}$ アルキルエステル 5 ~ 10 重量 % ; および

20

ポリヒドロキシ - $C_2 \sim C_{12}$ アルカンの $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸エステル 5 ~ 10 重量 % を含むものである。

【0018】

非常に特に好みしい顔料組成物は、本質的に、顔料組成物の全重量を基準にして、それぞれ、

式 (I) の顔料 80 ~ 90 重量 % ;

$C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸ジ - $C_1 \sim C_{12}$ アルキルエステル 5 ~ 10 重量 % ; および

ポリヒドロキシ - $C_2 \sim C_{12}$ アルカンの $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸エステル 5 ~ 10 重量 % を含むものである。

30

【0019】

上述の新規な顔料組成物は、たとえば、それ自体が知られている方法、不活性の希釈剤または溶媒中の適切な成分の一つを混合することによって得られる。しかしながら、予期しなかったことに、新規な顔料組成物を製造するのに、以下に記す方法を用いると、特に有利であることが見出された。

【0020】

それゆえ、本発明はまた、不活性な親水性溶媒中で、式 (I) の顔料の分散体を熱処理することによる、新規な顔料組成物の製造方法であって、

1) 少なくとも 1 種の $C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸ジ - $C_1 \sim C_{12}$ アルキルエステルを、遅くとも熱処理の終点の前に ; そして

40

2) 適切ならば、少なくとも 1 種の、ポリヒドロキシ - $C_2 \sim C_{12}$ アルカンの $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸エステルを、早くとも $C_2 \sim C_{16}$ アルキレンジカルボン酸ジ - $C_1 \sim C_{12}$ アルキルエステルの添加が開始された後で、熱処理の開始の後に添加することを含む、顔料組成物の製造方法に関する。

【0021】

この方法は、新規な顔料組成物の製造に、特に適している。

【0022】

親水性溶媒中の顔料分散体を製造するための、一般的に使用できる方法および装置は、当業者に知られている。出発物質は、好みしくは乾燥していない粗顔料である。この顔料は

50

、たとえば湿潤なプレスケークの形状で、たとえば残存湿分が5～60重量%、好ましくは20～40重量%のものを用いてもよい。さらに、顔料の製造の過程で起こる反応の結果として生じる混合物もまた、直接に用いることができる。

【0023】

不活性な親水性溶媒は、水か、またはその100ml中にH₂Oの10gを完全に溶解する、どのような溶媒であってもよく、たとえば、ジ-C₁～C₄アルキルホルムアミド、ジ-C₁～C₄アルキルアセトアミドまたはC₁～C₄アルコールであり、好ましくは水、エタノール、イソプロパノールもしくはn-ブタノールまたはそれらの混合物であり、非常に特に好ましくは水である。不活性希釈剤の量は、顔料の乾燥重量を基準にして、50～2,000重量%が好都合であり、200～800重量%が好ましい。

10

【0024】

熱処理は、好ましくは、加圧下または非加圧下で、60～140の範囲の温度で実施される。処理時間は、希釈剤、温度、所望の着色性質およびバッチサイズに依存して、好ましくは10分から100時間の範囲であり、該処理時間は、通常、より高い温度、より極性の希釈剤および/またはより高い透明性の要求によって短縮される。処理は、特に好ましくは、80～100、1～20時間で実施される。

【0025】

熱処理は、中性または酸性の媒体中で実施してもよい。pHが2～5の範囲で実施することが好ましい。顔料組成物は、ついでさらに、習慣的な方法、たとえばろ過、必要であれば洗浄、乾燥、および必要な際はふるい分けの処理を行うことができる。

20

【0026】

C₂～C₁₆アルキレンジカルボン酸ジ-C₁～C₁₂アルキルエステルおよびポリヒドロキシ-C₂～C₁₂アルカンのC₁₂～C₂₄脂肪酸エステルの両方とも、たとえば液状の形態で、または分散体として、好ましくは水性分散体の形態で、添加することができる。

【0027】

好ましくは、C₂～C₁₆アルキレンジカルボン酸ジ-C₁～C₁₂アルキルエステルの全量は、遅くとも熱処理の全時間の90%に相当する時間までに添加される。ポリヒドロキシ-C₂～C₁₂アルカンのC₁₂～C₂₄脂肪酸エステルは、好ましくは、早くともC₂～C₁₆アルキレンジカルボン酸ジ-C₁～C₁₂アルキルエステルの少なくとも5重量%が添加された時点で、好ましくはその完全に添加された後に添加される。ポリヒドロキシ-C₂～C₁₂アルカンのC₁₂～C₂₄脂肪酸エステルは、特に好ましくは、熱処理の全時間の少なくとも10%に達したときにのみ添加され、非常に特に好ましくは、熱処理の終点でのみ添加される。

30

【0028】

新規な顔料組成物は、高分子量有機物質の原液着色に、優れて適している。

【0029】

新規な顔料組成物で着色し、または顔料組成物を配合することができる高分子量有機物質は、たとえば、セルロースエーテル類およびエステル類、代表的にはエチルセルロース、ニトロセルロース、酢酸セルロース、酪酸セルロース；天然樹脂または合成樹脂、たとえば重合樹脂または縮合樹脂、代表的にはアミノプラスチック、フェノール系プラスチック、ポリカーボネート類、ポリオレフィン類、ポリスチレン、ポリ塩化ビニル、ポリアミド類、ポリウレタン類、ポリエステル、ABS、ポリフェニレンオキシド類、ゴム、カゼイン、シリコーンおよびシリコーン樹脂の、単独または混合物である。

40

【0030】

示された高分子量有機物質は、単独で、または混合物として、プラスチックの形態、溶融物、または紡糸溶液の形態で用いることができる。低せん断における分散効果から、新規な顔料組成物は、好ましくは、高温でプラスチックまたは溶融物として型成形される（機械的に加工される）高分子量有機物質に用いられる。

【0031】

最終用途の要求によって、新規な顔料組成物を、トナーとして、または調合物の形態で

50

、たとえばマスターバッチとして用いることが適切である。

【0032】

新規な顔料組成物は、顔料を配合する高分子量有機物質を基準として、0.01~30重量%、好ましくは0.1~10重量%の量を用いることができる。

【0033】

新規な顔料組成物による高分子量有機物質の顔料配合は、たとえば、このような顔料組成物を、それ自体でか、またはマスターバッチの形状で、ロールミル、混合装置または混練装置を用いて、これらの基材と混合することによって実施される。顔料を配合された材料は、ついで、それ自体が知られた方法、たとえばカレンダー加工、型成形、押出しままたは射出成形によって、所望の最終の形状にする。もろくない成形品を製造し、またはそのもろさを減少させるために、成形の前に、高分子量化合物に、いわゆる可塑剤を組み合わせることが、しばしば望ましい。好適な可塑剤は、代表的には、リン酸、フタル酸またはセバシン酸のエステル類である。可塑剤は、顔料をポリマーに混ぜる前または後に、新規な顔料組成物に組み合わせてもよい。異なる明度を得るために、高分子量有機物質の充填剤または他の発色性成分、たとえば、いかなる量の白色、有彩色または黒色の顔料を、新規な顔料組成物に添加することもできる。

【0034】

新規な顔料組成物は、プラスチック、好ましくはポリ塩化ビニルおよびポリオレフィン、特にポリプロピレンの着色に、特に適している。新規な顔料組成物は、合成纖維、特にポリプロピレン纖維の着色に、非常に特に適している。

【0035】

たとえばポリ塩化ビニルまたはポリオレフィンの着色に用いるとき、新規な顔料組成物は、良好な多方面の堅牢度、たとえば移染、熱、光および屋外暴露に対する良好な堅牢度、ならびにまた良好な隠ぺい力および高い着色強度、そして特に、特に低せん断における分散効果によって特徴づけられる。

【0036】

したがって、本発明はまた、高分子量有機物質を原液着色する方法であって、高分子量有機物質に、新規な顔料組成物0.01~30重量%を混合することを含む方法に関する。顔料組成物は、高分子量有機物質が型成形される前に混合するのが好都合である。特に好ましい方法は、高分子量有機物質が、たとえば100~350、好ましくは150~330、特に好ましくは、プラスチックには150~300、溶融物には250~330の範囲の温度で、型成形されて可塑性または溶融した形態である。

【0037】

以下の、限定的でない実施例が、本発明をより詳細に説明する。

【0038】

例1

バルビツル酸62g、1,3-ジイミノイソインドリン33.5gおよび冰酢酸55mlの、水1,100ml中の混合物を、25で1時間攪拌した。結果として得られた顔料懸濁液を、ついで90に加熱し、10時間攪拌し、ろ過して、水で洗浄した。この水分31%の湿潤プレスケーク状のイソインドリン顔料(C.I. Pigment Yellow 139)275gを、高速攪拌機(IKA-Ultra-Turrax(登録商標)T45、3枚プロペラ、直径35mm; Janke & Kunkel GmbH, Staufen)を用いて、5,000~6,000rpmで2時間、水800g中に分散させた。続いて、セバシン酸ジエチルの水中6%エマルション(補助剤としてノニオン性界面活性剤)142gを、1分かけて添加した。2M-HClでpHを2に調製した。2時間後、懸濁液を90に加熱し、その温度を、ついでさらに5時間保った。混合物を50に冷却し、ついでLoxiol(登録商標)EP 10(けん化価158~170および遊離のグリセリン<8%を有する中性のポリヒドロキシC₂~C₁₂アルカンの部分エステル/Henkel)8.5gを加えて、混合物を50でさらに5時間攪拌した。残留物を水で洗浄し、80/160mbarで乾燥して、粉碎した。

【0039】

10

20

30

40

50

例 2

水 4 0 0 ml、氷酢酸 2 0 ml、バルビツル酸 2 2 . 5 4 g、1 , 3 - ジイミノイソインドリン 1 2 . 2 g およびセバシン酸ジエチル 3 g を、1 , 5 0 0 ml の容器中で、2 5 で 1 時間攪拌した。結果として得られた顔料懸濁液を、ついで 9 0 に加熱し、1 5 時間攪拌した。続いて、加熱を止めて、Loxiol (登録商標) EP 10 の 3 . 0 g を加えた後、懸濁液をさらに 2 時間攪拌して、温度を 5 0 に下げた。ついで懸濁液をろ過し、残留物を水で洗浄し、8 0 / 1 6 0 mbar で乾燥して、粉碎した。

【 0 0 4 0 】

例 3

水 4 0 0 ml、氷酢酸 2 0 ml、バルビツル酸 2 2 . 5 4 g、1 , 3 - ジイミノイソインドリン 1 2 . 2 g およびセバシン酸ジエチル 3 g を、1 , 5 0 0 ml の容器中で、2 5 で 1 時間攪拌した。結果として得られた顔料懸濁液を、ついで 9 0 に加熱し、1 5 時間攪拌した。続いて、加熱を止めて、懸濁液をさらに 2 時間攪拌して、温度を 5 0 に下げた。ついで懸濁液をろ過し、残留物を水で洗浄し、8 0 / 1 6 0 mbar で乾燥して、粉碎した。

【 0 0 4 1 】

例 4

例 2 の一般的な手順を繰り返したが、セバシン酸ジエチルを、同量のセバシン酸ジ - n - プチルで置き換えた。

【 0 0 4 2 】

例 5

例 4 の一般的な手順を繰り返したが、セバシン酸ジ - n - プチルを 4 g 用いた。

【 0 0 4 3 】

例 6

例 2 の一般的な手順を繰り返したが、セバシン酸ジエチルを 2 g 用いた。

【 0 0 4 4 】

例 7 ~ 1 0

例 2 、4 、5 および 6 の一般的な手順を繰り返したが、それぞれの場合、Loxiol (登録商標) EP 10 を 2 . 0 g 用いた。

【 0 0 4 5 】

例 1 1 ~ 1 4

例 2 、4 、5 および 6 の一般的な手順を繰り返したが、それぞれの場合、Loxiol (登録商標) EP 10 を 4 . 0 g 用いた。

【 0 0 4 6 】

例 1 5

例 1 の顔料組成物 0 . 0 4 g を、ポリ塩化ビニル (PVC Eviol (登録商標) SH 7020, EVC GmbH, Frankfurt a.M.) 1 3 . 3 g、TiO₂ 1 g、ならびに
フタル酸ジイソデシル (vestinol (登録商標) , Huels Chemie)

9 2 . 2 1 重量 %

炭酸バリウム亜鉛をベースにする熱安定剤 (Irgastab (登録商標) BZ 561, Ciba Spezialitaetenchemie AG) 3 . 6 0 重量 %、および

エポキシ化大豆油 (Rheoplast (登録商標) 39, Ciba Spezialitaetenchemie AG)
4 . 1 9 重量 %

からなるマスター バッチ 7 . 3 ml と混合した。3 0 分の湿潤時間の後、混合物を、ロール温度 1 6 5 で 8 分間、ロールミルで、薄い、着色の強い黄色フィルムに加工した。

【 0 0 4 7 】

例 1 6

例 1 5 の一般的な手順を繰り返したが、混合物を、まずロール温度 1 0 0 で 8 分間、ロールミルで加工し、ついでロール温度 1 6 5 で 8 分間、ロールミルで、色が例 1 5 の色に非常に類似した、薄いフィルムに加工した (低せん断分散効果小)。

【 0 0 4 8 】

10

20

30

40

50

例 1 8 ~ 4 3

例 1 5 および 1 6 の一般的な手順を繰り返したが、例 1 の生成物を、例 2 ~ 1 4 の生成物で置き換えた。これらのすべての製品の低せん断分散効果は、満足なものであった。

【 0 0 4 9 】

例 4 4

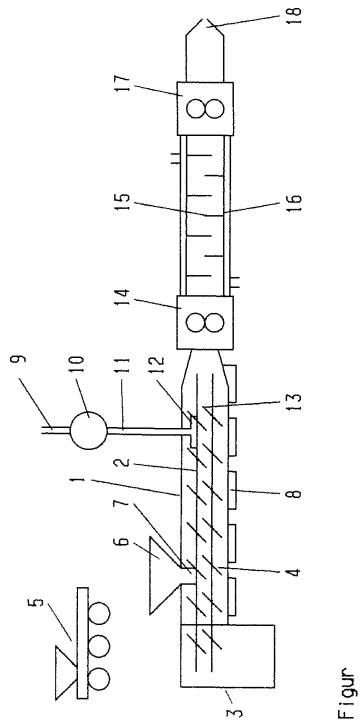
ポリプロピレン粒剤 (Dapren (登録商標) PT-55, Chemie LINZ) 4 0 0 g および例 4 によって得られた顔料 4 g を、ミキサー ドラム中で激しく混合した。このようにして処理された粒剤を、ついで 2 6 0 ~ 2 8 5 の紡糸工程によって紡糸し、結果として、良好な纖維的性質を有する黄色の纖維を得た。

【 0 0 5 0 】

10

例 4 5 ~ 5 7

例 4 4 の一般的な手順を繰り返したが、例 4 の生成物を、それぞれ例 1 ~ 3 および例 5 ~ 1 4 の生成物で置き換えた。



フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I
C 0 8 L	27/06	(2006.01) C 0 8 L 27/06
C 0 8 L	101/00	(2006.01) C 0 8 L 101/00
C 0 9 B	67/10	(2006.01) C 0 9 B 67/10
C 0 9 B	67/20	(2006.01) C 0 9 B 67/20 D
D 0 1 F	1/04	(2006.01) D 0 1 F 1/04
D 0 6 P	1/00	(2006.01) D 0 6 P 1/00 A
D 0 6 P	1/44	(2006.01) D 0 6 P 1/44 E
D 0 6 P	1/651	(2006.01) D 0 6 P 1/651

(72)発明者 ヘレン, フリッツ
スイス国 ツェーハー - 3186 デューディングン シャッセラルシュトラーセ 3

(72)発明者 フランソワ, ミッシェル
スイス国 ツェーハー - 1782 ベルフォー ルート デュ シャノー 45

(72)発明者 マー, アラステア マッカルビン
イギリス国 レンフリューシャー ピーエー2 7エーダブリュ ペイズリー ホーソーン グローブ ストラスカロン ドライブ 12

審査官 山田 泰之

(56)参考文献 特開昭60-069165(JP, A)
特開昭62-010169(JP, A)
特公昭42-005423(JP, B1)
特開昭51-054620(JP, A)
特開昭62-184063(JP, A)
特開平04-249586(JP, A)
特開平04-277564(JP, A)
特開平06-329939(JP, A)
特開平01-188569(JP, A)
特開昭56-129260(JP, A)
特開平04-298572(JP, A)
特開平04-020579(JP, A)
特開昭56-057888(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09D 17/00
C08J 5/00
C08K 5/103
C08K 5/3462
C08L 23/10
C08L 27/06
C08L 101/00
C09B 67/10
C09B 67/20
D01F 1/04
D06P 1/00
D06P 1/44
D06P 1/651