



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本 (11)證書號數：TW I510562 B

(45)公告日：中華民國 104 (2015) 年 12 月 01 日

(21)申請案號：101150893

(22)申請日：中華民國 101 (2012) 年 12 月 28 日

(51)Int. Cl. : C09B67/04 (2006.01)

C09D11/02 (2014.01)

B41J2/01 (2006.01)

(30)優先權：2011/12/28 日本

2011-288579

(71)申請人：大日精化工業股份有限公司(日本)DAINICHISEIKA COLOR & CHEMICALS MFG.
CO., LTD. (JP)

日本

(72)發明人：星野亮 HOSHINO, RYO (JP)；長鄉繁幸 NAGASATO, SHIGEYUKI (JP)；高山雅
裕 TAKAYAMA, MASAHIRO (JP)；井上繁 INOUE, SHIGERU (JP)；松崎悟
MATSUZAKI, SATORU (JP)

(74)代理人：賴經臣；宿希成

(56)參考文獻：

JP 2002-138233A

JP 2004-26930A

審查人員：陳依微

申請專利範圍項數：5 項 圖式數：7 共 32 頁

(54)名稱

屬於不溶性偶氮顏料之 C. I. 顏料黃 74 及使用其之著色組成物

(57)摘要

本發明提供一種屬於不溶性偶氮顏料之 C.I. 顏料黃 74，其特徵在於：其係藉由使用 CuK α 射線之粉末 X 射線繞射所測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中， 26.6° 之波峰之繞射強度相對於 11.7° 之波峰之繞射強度之比($26.6^\circ/11.7^\circ$)為 0.85~1.12、且平均一次粒徑為 20~130 nm 的結晶粒子，藉此，與先前之顏料相比，於用作著色組成物之著色劑之情形時之分散性優異，可提供粒徑穩定性及保存穩定性良好之著色組成物，並且藉由使用該著色組成物，可實現利用先前技術無法達成之高等級之鮮明性及透明性優異之圖像形成(記錄)。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：101150893

C09B 67/04 (2006.01)

※申請日：101/12/28

※IPC 分類：C09D 11/02 (2006.01)

B41J 7/01 (2006.01)

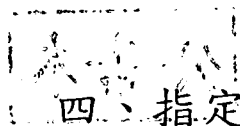
一、發明名稱：(中文/英文)

屬於不溶性偶氮顏料之 C.I. 顏料黃 74 及使用其之著色組成物

二、中文發明摘要：

本發明提供一種屬於不溶性偶氮顏料之 C.I. 顏料黃 74，其特徵在於：其係藉由使用 $\text{CuK}\alpha$ 射線之粉末 X 射線繞射所測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中， 26.6° 之波峰之繞射強度相對於 11.7° 之波峰之繞射強度之比($26.6^\circ/11.7^\circ$)為 0.85~1.12、且平均一次粒徑為 20~130 nm 的結晶粒子，藉此，與先前之顏料相比，於用作著色組成物之著色劑之情形時之分散性優異，可提供粒徑穩定性及保存穩定性良好之著色組成物，並且藉由使用該著色組成物，可實現利用先前技術無法達成之高等級之鮮明性及透明性優異之圖像形成(記錄)。

三、英文發明摘要：



四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：無

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種耐候(光)性等優異之屬於不溶性偶氮顏料之 C.I.顏料黃 74 及使用其之著色組成物。

【先前技術】

例如作為對噴墨記錄用之油墨(噴墨油墨)之要求性能之一，可列舉能夠實現透明性或鮮明性等優異之圖像形成。因此，自先前以來，於辦公自動化(OA，Office Automation)用噴墨列印機所使用之油墨中，使用可實現透明性或鮮明性等優異之圖像形成之染料作為色料。相對於此，由於近年來噴墨方式之多種多樣之印刷機之普及，逐漸使用噴墨油墨以獲得室外展示用海報或建築材料用印刷物等設置於室外之印刷物。然而，使用含有染料作為色料之染料油墨而記錄之圖像於設置於室外之情形時，存在尤其是容易產生掉色或褪色之課題。根據上述情況，於噴墨記錄用中，調配有耐候(光)性優異之顏料作為色料之顏料油墨之需求亦正變高。

作為噴墨油墨用之著色劑，使用如下述所列舉之黃色、洋紅色及青色等顏料。作為洋紅色顏料及青色顏料，主要使用喹吡酮系顏料或酞菁系顏料等耐候(光)性優異之中高級顏料。另一方面，作為黃色顏料，就製造成本、易製造性、以及透明性及鮮明性等方面而言，主要使用屬於不溶性偶氮黃色顏料之 C.I.顏料黃 74。然而，屬於偶氮系顏料之 C.I.顏料

黃 74 與用作洋紅色顏料或青色顏料之中高級顏料相比，存在耐候(光)性不充分之課題。

上述 C.I.顏料黃 74 例如可藉由使將芳香族胺化合物重氮化而成之重氮鹽與偶合成分進行反應之偶合反應而合成。例如作為 C.I.顏料黃 74 之合成方法，已知有與先前公知之偶氮系顏料之合成方法同樣地，於重氮鹽溶液或偶合反應時之基底溶液中添加與主原料(芳香族胺化合物(重氮鹽)或偶合成分)結構近似之成分作為輔助物而進行反應的輔助偶合方法。又，已知有於偶合反應後進行加熱處理而使結晶成長、提高顏料粒子之堅牢性的方法。然而，實際情況為任一方法均未能獲得充分滿足噴墨油墨用之顏料所要求之各性能之 C.I.顏料黃 74。

作為有關 C.I.顏料黃 74 之技術，本申請人已提出有平均粒徑為 30~150 nm、X 射線繞射光譜中之最大波峰或依據其之波峰之半值寬為 0.3~0.7°、粒子之長軸與短軸之長度比(平均值)為 1~1.5 的 C.I.顏料黃 74(參照專利文獻 1)。該 C.I.顏料黃 74 之耐光性優異，可實現透明性及鮮明性良好之圖像記錄。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

[專利文獻 1]日本專利第 4190218 號公報

【發明內容】

(發明所欲解決之問題)

然而，根據本發明者等人之研究，對於近年來日益升高之對各種印刷物之要求性能，即便於使用含有專利文獻 1 所記載之 C.I.顏料黃 74 之油墨之情形時，亦不可謂所記錄之圖像之鮮明性及透明性必定良好，尤其是用來設置於室外之印刷物於其耐候(光)性方面存在進一步改善之餘地。又，根據本發明者等人之研究，含有先前之 C.I.顏料黃 74 之著色組成物於其粒徑穩定性及保存穩定性方面亦存在改善之餘地。本發明中所謂「粒徑穩定性及保存穩定性」，意指即便對其分散液進行熱促進實驗，黏度及粒度之變化亦較少。

本發明係鑒於上述先前技術所存在之課題而成者，其目的在於提供一種耐候(光)性優異之屬於不溶性偶氮顏料之 C.I.顏料黃 74，其與先前之顏料相比，用作著色組成物之著色劑之情形時之分散性優異，可提供粒徑穩定性及保存穩定性良好之著色組成物，並且藉由使用該著色組成物，可實現利用先前技術無法達成之高等級之鮮明性及透明性優異之圖像形成(記錄)。

(解決問題之手段)

本發明者等人為了達成上述目的而進行銳意研究，結果發現：於經顏料化之 C.I.顏料黃 74 係藉由使用 $\text{CuK}\alpha$ 射線之粉末 X 射線繞射所測定之波峰中， 11.7° 之波峰與 26.6° 之波峰之繞射強度之比($26.6^\circ/11.7^\circ$)處於特定之範圍內，進而其

平均一次粒徑處於特定之範圍內者之情形時，可解決上述先前技術之課題，從而完成本發明。

即，本發明係提供以下之屬於不溶性偶氮顏料之 C.I.顏料黃 74。

[1]一種屬於不溶性偶氮顏料之 C.I.顏料黃 74，其特徵在於：其係藉由使用 CuK α 射線之粉末 X 射線繞射所測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中之 26.6° 之波峰之繞射強度相對於 11.7° 之波峰之繞射強度的比($26.6^\circ/11.7^\circ$)為 $0.85 \sim 1.12$ 、且平均一次粒徑為 $20 \sim 130$ nm 的結晶粒子。

[2]如上述[1]之 C.I.顏料黃 74，其中，上述 11.7° 之波峰之半值寬與上述 26.6° 之波峰之半值寬均處於 $0.10 \sim 0.60^\circ$ 之範圍內。

[3]如上述[1]或[2]之 C.I.顏料黃 74，其中，上述結晶粒子之長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值為 $1 \sim 1.50$ 。

又，於本發明中，作為其他實施形態，提供以下之著色組成物。

[4]一種著色組成物，其係含有如上述[1]至[3]中任一項之 C.I.顏料黃 74 作為著色劑而成。

[5]如上述[4]之著色組成物，其係圖像記錄用組成物或噴墨記錄用組成物。

(發明效果)

根據本發明，提供一種屬於不溶性偶氮顏料之 C.I.顏料黃

74，其於用作著色組成物之著色劑之情形時，與藉由先前技術所提供之屬於不溶性偶氮顏料之 C.I.顏料黃 74 相比，明顯分散性優異、顏料之粒徑穩定性及著色組成物之保存穩定性更良好。又，若使用含有本發明所提供之上述優異之 C.I.顏料黃 74 而成之著色組成物，則可實現利用先前技術無法達成之高等級之鮮明性及透明性優異之圖像形成(記錄)，進而所獲得之圖像成為耐候(光)性更優異者。

【實施方式】

(C.I.顏料黃 74(不溶性偶氮顏料))

本發明者等人為了解決上述先前技術之課題，對 C.I.顏料黃 74(以下亦記為「P.Y.74」)之顏料化之條件進行各種變更，對各條件下經顏料化之 P.Y.74(亦稱為 P.Y.74 顏料)測定其結晶性，對該等值及將所獲得之各顏料用作著色組成物之著色劑之情形時之特性之差異進行詳細研究，達成本發明。即，本發明之 P.Y.74 顏料於用作著色組成物之著色劑之情形時，與使用先前之 P.Y.74 顏料之著色組成物相比，表現出更優異之粒徑穩定性及保存穩定性。並且，藉由使用本發明之 P.Y.74 顏料，可實現利用先前之 P.Y.74 顏料無法達成之表現出高等級之鮮明性及透明性之優異之圖像形成(記錄)。進而，所獲得之印刷物成為於設置於室外之情形時顏色變化較少、耐候(光)性更優異者。根據本發明者等人之研究，於經顏料化之 P.Y.74 係滿足下述必要條件者之情形時，

可穩定地獲得上述優異之效果。具體而言，本發明之 P.Y.74 顏料需為如下結晶粒子，其具有藉由使用 CuK α 射線之粉末 X 射線繞射所測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中之 26.6° 之波峰之繞射強度相對於 11.7° 之波峰之繞射強度的比($26.6^\circ/11.7^\circ$)處於 $0.85 \sim 1.12$ 之範圍內的結晶性，進而，其平均一次粒徑為 $20 \sim 130$ nm。以下列舉較佳之實施形態，更詳細地說明本發明。

如上所述，本發明之優異之效果尤其是取決於經顏料化之 P.Y.74 之結晶性，且可於 P.Y.74 顏料為本發明所規定之特定之結晶粒子之情形時穩定地獲得。具體而言，本發明之 P.Y.74 顏料需為如下結晶粒子，關於其結晶性，藉由使用 CuK α 射線之粉末 X 射線繞射所測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中之 26.6° 之波峰之繞射強度相對於 11.7° 之波峰之繞射強度的比($26.6^\circ/11.7^\circ$)為 $0.85 \sim 1.12$ 。上述值之範圍較佳為 $0.87 \sim 1.10$ ，進而較佳為 $0.89 \sim 1.00$ 。根據本發明者等人之研究，P.Y.74 顏料若為 26.6° 之波峰之繞射強度相對於 11.7° 之波峰之繞射強度之比(以下亦簡記為「繞射強度比」)處於上述數值範圍內的結晶粒子，則將其用作著色劑而形成之圖像之耐候(光)性明顯提高。又，其分散性優異，於作為著色劑而含有於著色組成物中之情形時，成為粒徑穩定性及保存穩定性良好、並且可形成(記錄)鮮明性及透明性優異之圖像的著色組成物。

關於 P.Y.74 顏料之上述繞射強度比處於上述特定之數值範圍內之情形時可獲得如上所述之效果的機制尚未明確。然而，推測於本發明所規定之繞射強度比與 P.Y.74 之粒子之形狀之間存在相關關係，認為此情況係產生上述優異之效果之一個原因。即，認為上述繞射強度比處於上述數值範圍內之 P.Y.74 顏料之結晶粒子之形狀更接近球狀，藉此，對分散介質之分散性提高，可製備粒徑穩定性及保存穩定性良好之著色組成物。又，認為若本發明所規定之繞射強度比處於上述數值範圍內，則 P.Y.74 之結晶粒子之結晶性提高，藉此圖像之耐候(光)性提高。

P.Y.74 顏料之粉末 X 射線繞射例如可使用粉末 X 射線繞射裝置(商品名「RINT2000」，RIGAKU 公司製造)，依據日本工業規格 JIS K0131(X 射線繞射分析通則)進行測定。

進而，本發明之 P.Y.74 顏料較佳為藉由使用 CuK α 射線之粉末 X 射線繞射所測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中之 11.7° 之波峰之半值寬與 26.6° 之波峰之半值寬均處於 $0.10 \sim 0.60^\circ$ 之範圍內的結晶粒子，進而較佳為上述半值寬為 $0.10 \sim 0.58^\circ$ 。尤佳為該等半值寬處於 $0.10 \sim 0.56^\circ$ 之範圍內。再者，所謂「波峰之半值寬」，意指於粉末 X 射線繞射光譜中，各波峰距離基線之高度之 $1/2$ (X 射線繞射強度)上之波峰寬度(角度)。根據本發明者等人之研究， 11.7° 之波峰之半值寬與 26.6° 之波峰之半值寬均處於上述數值範圍內的 P.Y.74 顏料

之結晶性非常高。即，此種具有高結晶性之 P.Y.74 儘管其平均一次粒徑如下所述般非常小，但亦表現出更優異之耐候(光)性。

本發明之 P.Y.74 必需為平均一次粒徑為 20~130 nm 且具有如上所述之特定之結晶性的顏料粒子(結晶粒子)，該粒徑較佳為 50~120 nm，更佳為 70~110 nm。根據本發明者等人之研究，若 P.Y.74 之顏料粒子之平均一次粒徑處於上述數值範圍內，則於將其用作著色劑之情形時，可獲得能夠記錄透明性及鮮明性更優異之圖像之著色組成物(油墨)。再者，若 P.Y.74 顏料之平均一次粒徑超過 130 nm，則無法獲得能夠記錄透明性及鮮明性優異之圖像之著色組成物(油墨)。另一方面，若 P.Y.74 之平均一次粒徑未滿 20 nm，則顏料彼此之凝集增強，有損分散性。

本發明之 P.Y.74 顏料之平均一次粒徑例如可使用穿透式電子顯微鏡(商品名「H7100」，日立製作所公司製造)對顏料粒子進行拍攝，以任意選擇之 10 個左右之顏料之一次粒子之粒徑之平均值進行測定及計算。

本發明之 P.Y.74 顏料之結晶粒子之形狀較佳為不為針狀而為橢圓球狀或圓球狀。並且，P.Y.74 之結晶粒子之粒子狀態較佳為統一為一致。關於更具體之 P.Y.74 之結晶粒子之形狀，長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值較佳為 1~1.50，更佳為 1~1.30。根據本發明者等人之研究，藉由將

P.Y.74 之結晶粒子之長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值設為上述數值範圍內，而於將其用於著色組成物中之情形時，可進一步提高對分散介質之分散性。

P.Y.74 之結晶粒子之長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值可以與上述測定平均一次粒徑之情形相同之方式進行測定。具體而言，例如使用穿透式電子顯微鏡(商品名「H7100」，日立製作所公司製造)對顏料粒子進行拍攝。繼而，測定顏料之一次粒子之短軸與長軸，算出長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)。可將對任意選擇之 10 個左右之顏料之一次粒子算出之「長軸/短軸」之平均值設為 P.Y.74 之長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值。

作為製造經顏料化而成之具有本發明所規定之特定之結晶性與平均粒徑之顏料粒子(結晶粒子)即本發明之 P.Y.74 之方法，例如可列舉先前公知之藉由對顏料化處理前之 P.Y.74(以下為方便起見記為「處理前顏料」)之粒子進行濕式研磨之方法等而顏料化的方法。又，作為本發明之 P.Y.74 顏料之製造方法，機械性地粉碎乾燥狀態之處理前顏料，進而對所獲得之粉碎物進行濕式研磨亦為較佳之形態。處理前顏料之濕式研磨例如可依據先前公知之方法而實施。

作為上述濕式研磨時所使用之裝置，例如可列舉：球磨機、砂磨機、磨碎機、振磨機等進行碰撞粉碎者；橫型連續介質分散機、捏合機、三輥研磨機、班伯裏混合機等藉由剪

切力進行粉碎者等。又，亦可使用分散介質進行濕式研磨。作為分散介質之具體例，可列舉：玻璃珠、鋼珠、氧化鋯珠、氧化鈦珠、氧化鋁珠、鋼棒等。又，可視需要使用食鹽、無水芒硝、硫酸鋁等研磨助劑。

又，於製備本發明之 P.Y.74 顏料時之上述濕式研磨中，可視需要使用先前公知之添加物。例如將氫化松香等松香類之分散劑、以及界面活性劑等高分子系分散劑、顏料衍生物、體質顏料等單獨使用或併用並加以混合而實施濕式研磨亦為較佳之方法。藉由如此，可用於考慮到顏料之分散性，並對凝集或附著抑制等亦有效之製備。作為此時可使用之添加劑，可列舉下述者。例如作為界面活性劑，可列舉並較佳地使用：聚氧乙烯月桂醚、聚氧乙烯硬脂醚等聚氧伸烷基烷基醚、或聚氧伸烷基烷基苯醚、聚氧伸烷基烷基胺基醚、去水山梨醇脂肪酸酯、甘油脂肪酸酯等非離子性界面活性劑；或聚氧乙烯月桂醚硫酸鈉、月桂基硫酸鈉等磺酸鹽，或烷基磷酸鉀等磷酸酯鹽等陰離子性界面活性劑；或以月桂基三甲基氯化銨、硬脂基三甲基氯化銨等四級銨鹽為代表之陽離子性界面活性劑等。

作為製備本發明之 P.Y.74 顏料時可使用之顏料衍生物，例如可列舉：使蔥醌、喹吖酮、酞菁、芘等顏料經烷基、磺酸基、磺醯胺基、磺酸金屬鹽基、鹵基、鄰苯二甲醯亞胺基等取代而成者。又，作為可使用之體質顏料，可列舉：二氧

化矽、滑石、碳酸鈣、硫酸鋇、氧化鈦等。該等並無特別限定，可根據目的而適當使用。

於製備本發明之 P.Y.74 顏料時，作為對處理前顏料進行濕式研磨之情形時之溶劑，較佳為適度促進顏料之結晶成長之水溶性有機溶劑。作為具有此種效果之水溶性有機溶劑之具體例，可列舉：二乙二醇、乙二醇單丁醚、三乙二醇單丁醚、丙二醇、聚乙二醇(#200、#300 等)、甘油、甲醯胺等。若利用增強顏料之結晶成長之溶劑(例如 N-甲基-2-吡咯啉酮等)，則與濕式研磨之效果相比，更為促進結晶成長，因此存在難以獲得調整為本發明所規定之特定之繞射強度比之顏料的情況，故而欠佳。處理前顏料之濕式研磨較佳為於保溫或加熱條件下實施。藉由於保溫或加熱條件下進行濕式研磨，可容易地製備可滿足本發明所規定之繞射強度比及平均一次粒徑之 P.Y.74 顏料之結晶粒子。濕式研磨較佳為一面以處理之對象物(處理前顏料)之溫度成為 50~100°C 之方式進行管理一面實施，進而較佳為一面以成為 60~95°C 之方式進行管理一面實施。又，濕式研磨所需之時間並無特別限定，通常為 3~24 小時左右。

用以進行如上所述之顏料化處理而獲得本發明之 P.Y.74 顏料所必需之處理前顏料可使用市售品，亦可使用合成者。處理前顏料例如可藉由日本專利特公昭 60-36224 號公報及日本專利第 3055673 號公報等所記載之先前公知之偶氮合

成方法進行合成。又，於該情形時，為了防止所獲得之處理前顏料之粒子之凝集，較佳為併用如上所列舉之公知之松香、高分子系分散劑、界面活性劑、或導入有極性基之顏料衍生物等而進行合成。進而，較佳為視需要併用輔助偶合方法、進行加熱處理之方法、或者於加熱處理時添加水溶性之有機溶劑或疏水性之有機溶劑之方法而使所獲得之處理前顏料之結晶成長。

(著色組成物)

本發明之著色組成物係含有上述本發明之 P.Y.74 之結晶粒子作為著色劑而成。本發明之著色組成物例如可用作各種印刷油墨、上漿顏料、黏合劑顏料、塗佈劑、各種塗料、電子影印機用乾式或濕式碳粉等圖像記錄用組成物、熱轉印記錄用油墨、筆具用油墨、噴墨油墨等。該等之中，尤其可用作以高等級要求優異之粒徑穩定性及保存穩定性，以及可形成(記錄)耐候(光)性、鮮明性、及透明性優異之圖像等的圖像記錄用組成物(碳粉)及噴墨油墨。

於本發明之著色組成物中，作為除作為著色劑而含有之 P.Y.74 以外之成分，可使用以噴墨油墨為代表之著色組成物通常所含有者。作為製備噴墨油墨之情形時所使用之除 P.Y.74 顏料以外之成分，例如可列舉：水、水溶性樹脂、界面活性劑、水溶性溶劑等。

作為上述所使用之水溶性樹脂之具體例，可列舉：丙烯酸

系樹脂、丙烯酸-苯乙烯系樹脂、聚酯系樹脂、聚醯胺系樹脂、聚胺基甲酸乙酯系樹脂等。作為界面活性劑之具體例，可列舉：陰離子系界面活性劑、非離子系界面活性劑、兩性界面活性劑、陽離子系界面活性劑等。又，作為水溶性溶劑之具體例，可列舉：甲醇、乙醇、異丙醇等醇；乙二醇、二乙二醇、聚乙二醇、甘油等多元醇；乙二醇單甲醚、乙二醇單丁醚等多元醇醚；二乙醇胺、乙醇胺等胺系溶劑；N-甲基吡咯啉酮等雜環化合物系溶劑；亞砒系溶劑；砒系溶劑；乙腈等。

又，於本發明之著色組成物為圖像記錄用組成物(碳粉)之情形時，作為除 P.Y.74 顏料以外之成分，通常含有用以使 P.Y.74 顏料粒子融著之融合樹脂。作為上述樹脂之具體例，可列舉：聚苯乙烯、苯乙烯-(甲基)丙烯酸酯共聚合體、苯乙烯-丁二烯共聚合體、聚酯、環氧樹脂等。

於本發明之著色組成物為使作為著色劑之 P.Y.74 顏料分散於分散介質中而成者之情形時，作為分散介質，可使用對應各種用途之分散介質中之任一者。又，著色組成物中之 P.Y.74 顏料之含量根據其用途而有所不同，相對於著色組成物整體，通常為 1~60 質量%左右即可。

於本發明之著色劑組成物中，為了提高著色組成物之保存性或噴出穩定性等物性，亦可任意添加表面張力調整劑、黏度調整劑、比阻率調整劑、消泡劑、防黴劑等成分。本發明

之著色組成物例如可藉由將作為其必需成分之本發明之 P.Y.74 顏料與其以外之各種成分加以混合後依據慣例進行高分散而製造。

[實施例]

以下，基於實施例具體說明本發明，但本發明並不限定於該等實施例。再者，實施例、比較例中之「份」及「%」只要未特別說明則為質量基準。

(1)處理前顏料之合成

(合成例)

使用 2-甲氧基-4-硝基苯胺 910 份與 2-甲氧基乙醯基乙醯苯胺 1220 份，藉由先前公知之方法進行輔助偶合反應。進而，進行加熱熟成處理後，進行水洗及乾燥，獲得處理前顏料(2-[(2-甲氧基-4-硝基苯基)偶氮]-N-(2-甲氧基苯基)-3-側氧丁醯胺)2100 份。

將上述所獲得之處理前顏料作為測定用試樣，使用粉末 X 射線繞射裝置(商品名「RINT2000」，RIGAKU 公司製造)，進行粉末 X 射線繞射，將測定結果示於圖 1。上述所獲得之處理前顏料於藉由粉末 X 射線繞射而測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中， 26.6° 之波峰之繞射強度相對於 11.7° 之波峰之繞射強度的比($26.6^\circ/11.7^\circ$)為 1.20。又， 11.7° 之波峰之半值寬為 0.45° ， 26.6° 之波峰之半值寬為 0.53° 。進而，使用穿透式電子顯微鏡(商品名「H7100」，日立製作所公司製造)，於 6 萬

倍之拍攝條件下對處理前顏料(粒子)進行拍攝。藉由目視觀察而對所拍攝者進行測定，結果上述所獲得之處理前顏料(粒子)之平均一次粒徑為 160 nm。又，處理前顏料(粒子)之形狀為針狀，長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值為 2.03。再者，其他例中之 X 射線繞射中亦使用上述粉末 X 射線繞射裝置。又，以下將以與上述相同之方式所測定之波峰之繞射強度之比($26.6^\circ/11.7^\circ$)簡稱為「($26.6^\circ/11.7^\circ$)繞射強度比」。

(2)顏料之製備

(實施例 1)

將合成例中所製作之處理前顏料 400 份、氯化鈉 2400 份、及丙二醇 700 份添加至捏合機中，製成內容物均勻地濕潤之塊。一面調整冷卻裝置及熱媒裝置而以內容物之溫度成為 $60\sim 90^\circ\text{C}$ 之方式進行管理，一面進行混練研磨處理 6 小時，獲得研磨物。繼而，於自捏合機所取出之研磨物中添加水 40000 份，放置一晚。將其加熱至 60°C 後，進行過濾及水洗而去除氯化鈉與丙二醇。其後，於 100°C 下乾燥 24 小時後進行粉碎，而獲得 385 份之顏料 A。

使用粉末 X 射線繞射裝置，對上述所獲得之顏料 A 進行粉末 X 射線繞射，將其測定結果示於圖 2。於藉由粉末 X 射線繞射而測定之布拉格角($2\theta\pm 0.2^\circ$)中，($26.6^\circ/11.7^\circ$)繞射強度比為 0.94。又， 11.7° 之波峰之半值寬為 0.39° ， 26.6°

之波峰之半值寬為 0.52° 。進而，使用穿透式電子顯微鏡，於 6 萬倍之拍攝條件下對顏料 A(粒子)進行拍攝。藉由目視觀察而對所拍攝者進行測定，結果顏料 A(粒子)之平均一次粒徑為 85 nm。又，顏料 A(粒子)之形狀為相對接近球狀者，長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值為 1.05。

(實施例 2)

將合成例中所製作之處理前顏料 400 份、氯化鈉 3600 份、及丙二醇 900 份添加至捏合機中，製成內容物均勻地濕潤之塊。一面調整冷卻裝置及熱媒裝置而以內容物之溫度成為 $60\sim 90^\circ\text{C}$ 之方式進行管理，一面進行混練研磨處理 6 小時，獲得研磨物。繼而，於自捏合機所取出之研磨物中添加水 40000 份，放置一晚。將其加熱至 60°C 後，進行過濾及水洗而去除氯化鈉與丙二醇。其後，於 100°C 下乾燥 24 小時後進行粉碎，獲得 385 份之顏料 B。

使用粉末 X 射線繞射裝置，對上述所獲得之顏料 B 進行粉末 X 射線繞射，將其測定結果示於圖 3。於藉由粉末 X 射線繞射而測定之布拉格角($2\theta\pm 0.2^\circ$)中，($26.6^\circ/11.7^\circ$)繞射強度比為 1.12。又， 11.7° 之波峰之半值寬為 0.40° ， 26.6° 之波峰之半值寬為 0.52° 。進而，使用穿透式電子顯微鏡，於 6 萬倍之拍攝條件下對顏料 B(粒子)進行拍攝。藉由目視觀察而對所拍攝者進行測定，結果顏料 B(粒子)之平均一次粒徑為 105 nm。又，顏料 B(粒子)之形狀為相對接近球狀

者，長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值為 1.10。

(比較例 1)

將合成例中所製作之處理前顏料 400 份、氯化鈉 1200 份、及丙二醇 1000 份添加至捏合機中，製成內容物均勻地濕潤之塊。一面調整冷卻裝置及熱媒裝置而以內容物之溫度成為 40~50℃之方式進行管理，一面進行混練研磨處理 6 小時，獲得研磨物。繼而，於自捏合機所取出之研磨物中添加水 40000 份，放置一晚。將其加熱至 60℃後，進行過濾及水洗而去除氯化鈉與丙二醇。於 100℃下乾燥 24 小時後進行粉碎，獲得 385 份之顏料 C。

使用粉末 X 射線繞射裝置，對上述所獲得之顏料 C 進行粉末 X 射線繞射，將其測定結果示於圖 4。於藉由粉末 X 射線繞射而測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中，($26.6^\circ/11.7^\circ$)繞射強度比為 1.05。又， 11.7° 之波峰之半值寬為 0.40° ， 26.6° 之波峰之半值寬為 0.52° 。進而，使用穿透式電子顯微鏡，於 6 萬倍之拍攝條件下對顏料 C(粒子)進行拍攝。藉由目視觀察而對所拍攝者進行測定，結果顏料 C(粒子)之平均一次粒徑為 135 nm。又，顏料 C(粒子)之形狀為相對接近針狀者，長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值為 1.40。

(實施例 3)

將合成例中所製作之處理前顏料 300 份、三乙二醇單丁醚 26 份、及直徑 3 mm 之氧化鋇珠 6000 份添加至球磨機中，

製成將內容物均勻地濕潤之塊。以 60 rpm 運轉 20 小時而進行濕式粉碎。繼而，添加水 2000 份並運轉 10 小時後，取出內容物(漿體)。對取出之漿體進行過濾及水洗，於 90℃ 下乾燥 24 小時後進行粉碎處理，獲得 290 份之目標顏料 D。

使用粉末 X 射線繞射裝置，對上述所獲得之顏料 D 進行粉末 X 射線繞射，將其測定結果示於圖 5。於藉由粉末 X 射線繞射而測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中，($26.6^\circ/11.7^\circ$)繞射強度比為 0.98。又， 11.7° 之波峰之半值寬為 0.40° ， 26.6° 之波峰之半值寬為 0.52° 。進而，使用穿透式電子顯微鏡，於 6 萬倍之拍攝條件下對顏料 D(粒子)進行拍攝。藉由目視觀察而對所拍攝者進行測定，結果顏料 D(粒子)之平均一次粒徑為 110 nm。又，顏料 D(粒子)之形狀為相對接近柱狀者，長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值為 1.25。

(比較例 2)

將合成例中所製作之處理前顏料 300 份、N-甲基-2-吡咯啉酮 39 份、及直徑 3 mm 之氧化鋁珠 6000 份添加至球磨機中，製成內容物均勻地濕潤之塊。以 60 rpm 運轉 20 小時而進行濕式粉碎。繼而，添加水 2000 份並運轉 10 小時後，取出內容物(漿體)。對取出之漿體進行過濾及水洗，於 90℃ 下乾燥 24 小時後進行粉碎處理，獲得 290 份之目標顏料 E。

使用粉末 X 射線繞射裝置，對上述所獲得之顏料 E 進行粉末 X 射線繞射，將其測定結果示於圖 6。於藉由粉末 X

射線繞射而測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中，($26.6^\circ/11.7^\circ$)繞射強度比為 1.08。又， 11.7° 之波峰之半值寬為 0.41° ， 26.6° 之波峰之半值寬為 0.52° 。進而，使用穿透式電子顯微鏡，於 6 萬倍之拍攝條件下對顏料 E(粒子)進行拍攝。藉由目視觀察而對所拍攝者進行測定，結果顏料 E(粒子)之平均一次粒徑為 150 nm。又，顏料 E(粒子)之形狀為相對接近針狀者，長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值為 2.01。

● (實施例 4)

將合成例中所製作之處理前顏料 100 份、及三乙二醇單丁醚 75 份添加至燒杯中，使用玻璃棒充分混練直至處理前顏料均勻地濕潤而獲得混練物。利用三輥研磨機使所獲得之混練物進行 4 次分散，將分散物放置於 4000 份之水中一晚而製成漿體。攪拌該漿體，進行過濾及水洗後，於 90°C 下乾燥 24 小時，然後進行粉碎處理，獲得 90 份之目標顏料 F。

● 使用粉末 X 射線繞射裝置，對上述所獲得之顏料 F 進行粉末 X 射線繞射，將其測定結果示於圖 7。於藉由粉末 X 射線繞射而測定之布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)中，($26.6^\circ/11.7^\circ$)繞射強度比為 0.99。又， 11.7° 之波峰之半值寬為 0.40° ， 26.6° 之波峰之半值寬為 0.52° 。進而，使用穿透式電子顯微鏡，於 6 萬倍之拍攝條件下對顏料 F(粒子)進行拍攝。藉由目視觀察而對所拍攝者進行測定，結果顏料 F(粒子)之平均一次粒徑為 120 nm。又，顏料 F(粒子)之形狀為相對接近針狀者，

長軸相對於短軸之比(長軸/短軸)之平均值為 1.29。

將以上述方式製備之顏料之物性值匯總示於表 1。

表 1：P.Y.74 顏料之性狀

		繞射強度比	半值寬(°)		平均一次粒徑 (nm)	長軸/短軸
			11.7°之波峰	26.6°之波峰		
實施例 1	顏料 A	0.94	0.39	0.52	85	1.05
實施例 2	顏料 B	1.12	0.40	0.52	105	1.10
實施例 3	顏料 D	0.98	0.40	0.52	110	1.25
實施例 4	顏料 F	0.99	0.40	0.52	120	1.29
比較例 1	顏料 C	1.05	0.40	0.52	135	1.40
比較例 2	顏料 E	1.08	0.41	0.52	150	2.01
合成例	處理前顏料	1.20	0.45	0.53	160	2.03

(3) 噴墨油墨之製備

(實施例 5)

於裝有氧化鋯珠 120 份之 250 mL 玻璃瓶中添加 10.0 份之實施例 1 中所製備之顏料 A、5.0 份之水溶性苯乙烯-丙烯酸系樹脂(固形份 45%)、及 45.0 份之離子交換水，進行預混。繼而，使用塗料調節器進行分散處理，獲得分散有體積平均粒徑為 110 nm 左右之顏料粒子而成之分散液 60.0 份。此時之分散處理所需之時間為 240 分鐘。再者，上述體積平均粒徑係使用雷射散射方式粒度分佈計(商品名「N5 Submicron Particle Size Analyzer」，Beckman Coulter 公司製造)於分散處理中進行測定。

將上述所獲得之分散液 40.0 份、三乙二醇單丁醚 5.0 份、甘油 5.0 份、乙炔乙二醇(商品名「Surfynol(註冊商標)」，日信化學工業公司製造)0.5 份、甲醇 0.5 份、10%甘油化聚葡

萄胺糖(脫乙醯化度：80%，甘油取代度：1.1)水溶液 8.0 份、及離子交換水 41.0 份添加至 250 mL 玻璃瓶中。繼而，充分攪拌內容物後，利用孔徑 5 μm 之薄膜過濾器進行過濾而去除粗大粒子，獲得噴墨油墨 100.0 份。

(實施例 6 及 7、8、比較例 3 及 4、參考例)

分別使用實施例 2 及 3、4、比較例 1 及 2、以及合成例中所製備之顏料代替顏料 A，除此以外以與上述實施例 5 相同之方式獲得各噴墨油墨。

(4)評價

(耐候(光)性)

使用棒式塗佈機規格 3 號使上述所製備之各噴墨油墨於市售之噴墨用光澤紙上展色。將展色後之光澤紙於室溫下放置一天後，使用促進耐候性試驗裝置，以照射強度 100 mW/cm^2 (照射波長為 295~450 nm 之紫外光)於室溫下照射 50 小時。繼而，使用分光濃度計(商品名「500 系列」，X-Rite 公司製造)測定照射前後之反射濃度，依據以下所示之 5 等級之基準，分別評價耐候(光)性。將結果匯總示於表 2。

[評價基準]

5：反射濃度為 85%以上

4：反射濃度為 70%以上且未滿 85%

3：反射濃度為 55%以上且未滿 70%

2：反射濃度為 40%以上且未滿 55%

1：反射濃度未滿 40%

(粒徑穩定性)

將先前製備之各噴墨油墨分別於 25℃ 下靜置 1 小時。其後，使用與先前使用之雷射散射方式粒度分佈計相同之粒度分佈計，測定各噴墨油墨中之顏料之體積平均粒徑(初始分散粒徑 $\phi 1$)。繼而，將各噴墨油墨於 50℃ 下保持 10 天後，以與上述相同之方式分別測定噴墨油墨中之顏料之體積平均粒徑(經時分散粒徑 $\phi 2$)。繼而，算出經時分散粒徑 $\phi 2$ 相對於初始分散粒徑 $\phi 1$ 之比($\phi 2/\phi 1$)，依據以下所示之 5 等級之基準，評價各油墨之粒徑穩定性。將結果匯總示於表 2。

[評價基準]

5：「 $\phi 2/\phi 1$ 」為 1.3 以下

4：「 $\phi 2/\phi 1$ 」超過 1.3 且為 1.5 以下

3：「 $\phi 2/\phi 1$ 」超過 1.5 且為 1.7 以下

2：「 $\phi 2/\phi 1$ 」超過 1.7 且為 1.9 以下

1：「 $\phi 2/\phi 1$ 」超過 1.9

(保存穩定性)

將先前所製備之各噴墨油墨分別於 25℃ 下靜置 1 小時。其後，使用 E 型黏度計(商品名「RE80 型」，東京產業公司製造，50 rpm 值)，測定各噴墨油墨之黏度(初始黏度 $\eta 1$)。繼而，將各噴墨油墨於 50℃ 下保持 10 天後，以與上述相同之方式分別測定噴墨油墨之黏度(經時黏度 $\eta 2$)。繼而，算出

經時黏度(η_2)相對於初始黏度(η_1)之比(η_2/η_1)，依據以下所示之 5 等級之基準，評價各油墨之保存穩定性。將結果匯總示於表 2。

[評價基準]

5 : 「 η_2/η_1 」 為 1.1 以下

4 : 「 η_2/η_1 」 超過 1.1 且為 1.3 以下

3 : 「 η_2/η_1 」 超過 1.3 且為 1.5 以下

2 : 「 η_2/η_1 」 超過 1.5 且為 1.7 以下

1 : 「 η_2/η_1 」 超過 1.7

(鮮明性)

分別使用先前所製備之各噴墨油墨，利用具有壓電振動器之即需即印(on-demand)型噴墨列印機印刷圖像。目視觀察所獲得之圖像，依據以下所示之基準，評價各圖像之鮮明性。將結果匯總示於表 2。

[評價基準]

◎：良好

○：實用級別

△：不清晰

(透明性)

使用棒式塗佈機規格 3 號使上述所製備之各噴墨油墨於市售之噴墨用透明片投影機(OHP, Overhead Projector)膜上展色。目視觀察展色後之膜，依據以下所示之基準，評價各

圖像之透明性。將結果一併示於表 2。

[評價基準]

○：良好

△：半透明

×：無透明性

表 2：噴墨油墨

	顏料之種類	評價結果				
		耐候(光)性	粒徑穩定性	保存穩定性	鮮明性	透明性
實施例 5	顏料 A	5	5	5	◎	○
實施例 6	顏料 B	4	5	5	◎	○
實施例 7	顏料 D	4	4	5	◎	○
實施例 8	顏料 F	4	4	5	○	○
比較例 3	顏料 C	3	3	4	○	○
比較例 4	顏料 E	2	3	4	△	△
參考例	處理前顏料	1	2	2	△	×

(產業上之可利用性)

若使用本發明之 P.Y.74(不溶性偶氮顏料)，則可提供粒徑穩定性及保存穩定性良好、並且可形成(記錄)鮮明性及透明性優異之圖像的著色組成物。並且，本發明之著色組成物例如可用作各種印刷油墨、上漿顏料、黏合劑顏料、塗佈劑、各種塗料、電子照相用乾式或濕式碳粉、熱轉印記錄用油墨、筆具用油墨、彩色濾光片像素形成用塗佈液、噴墨油墨等，期待其之使用。

【圖式簡單說明】

圖 1 係表示合成例中所製備之處理前顏料之粉末 X 射線繞射之測定結果的圖表。

圖 2 係表示實施例 1 中所製備之顏料 A 之粉末 X 射線繞射之測定結果的圖表。

圖 3 係表示實施例 2 中所製備之顏料 B 之粉末 X 射線繞射之測定結果的圖表。

圖 4 係表示比較例 1 中所製備之顏料 C 之粉末 X 射線繞射之測定結果的圖表。

圖 5 係表示實施例 3 中所製備之顏料 D 之粉末 X 射線繞射之測定結果的圖表。

圖 6 係表示比較例 2 中所製備之顏料 E 之粉末 X 射線繞射之測定結果的圖表。

圖 7 係表示實施例 4 中所製備之顏料 F 之粉末 X 射線繞射之測定結果的圖表。

七、申請專利範圍：

1.一種屬於不溶性偶氮顏料之 C.I.顏料黃 74，其特徵在於：其係藉由使用 $\text{CuK}\alpha$ 射線之粉末 X 射線繞射所測定之布拉格角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) 中， 26.6° 之波峰之繞射強度相對於 11.7° 之波峰之繞射強度之比 ($26.6^\circ/11.7^\circ$) 為 $0.85 \sim 0.99$ 、且平均一次粒徑為 $20 \sim 130 \text{ nm}$ 的結晶粒子。

2.如申請專利範圍第 1 項之 C.I.顏料黃 74，其中，上述 11.7° 之波峰之半值寬與上述 26.6° 之波峰之半值寬均處於 $0.10 \sim 0.60^\circ$ 之範圍內。

3.如申請專利範圍第 1 或 2 項之 C.I.顏料黃 74，其中，上述結晶粒子之長軸相對於短軸之比 (長軸/短軸) 之平均值為 $1.00 \sim 1.50$ 。

4.一種著色組成物，其係含有申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之 C.I.顏料黃 74 作為著色劑而成。

5.如申請專利範圍第 4 項之著色組成物，其係圖像記錄用組成物或噴墨記錄用組成物。

八、圖式：

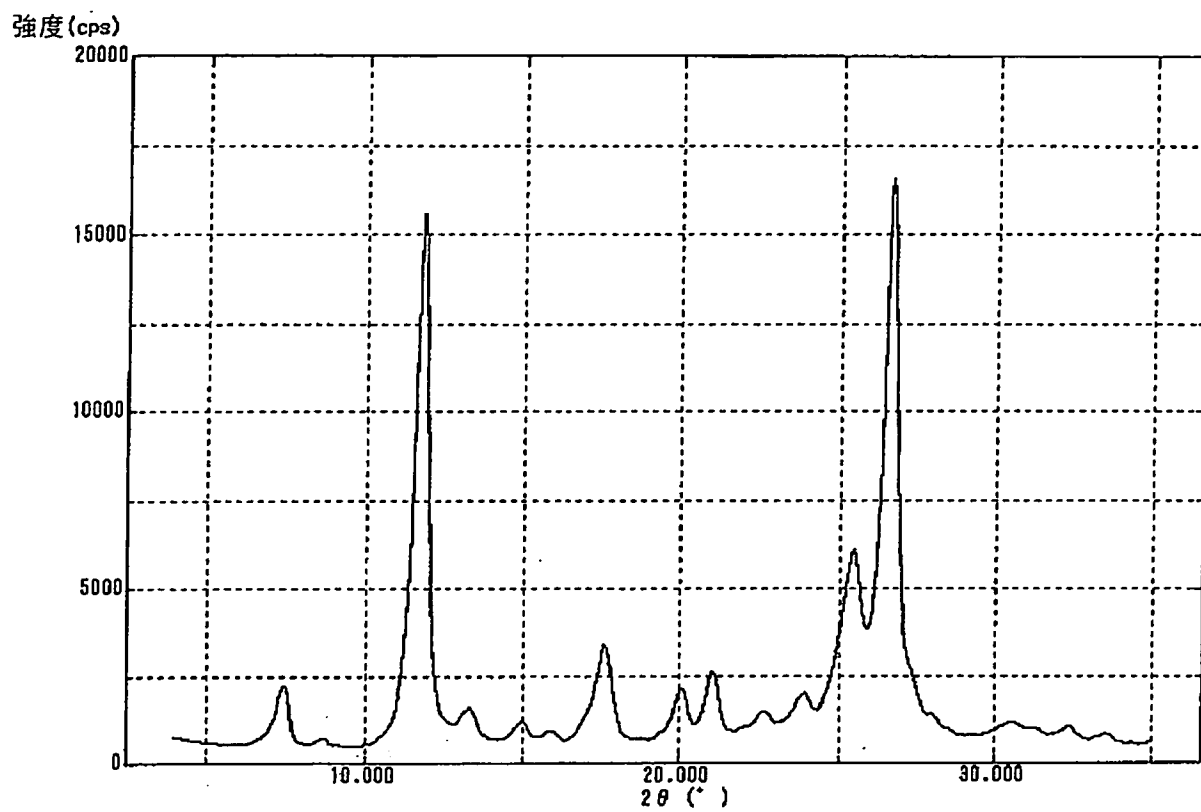


圖1

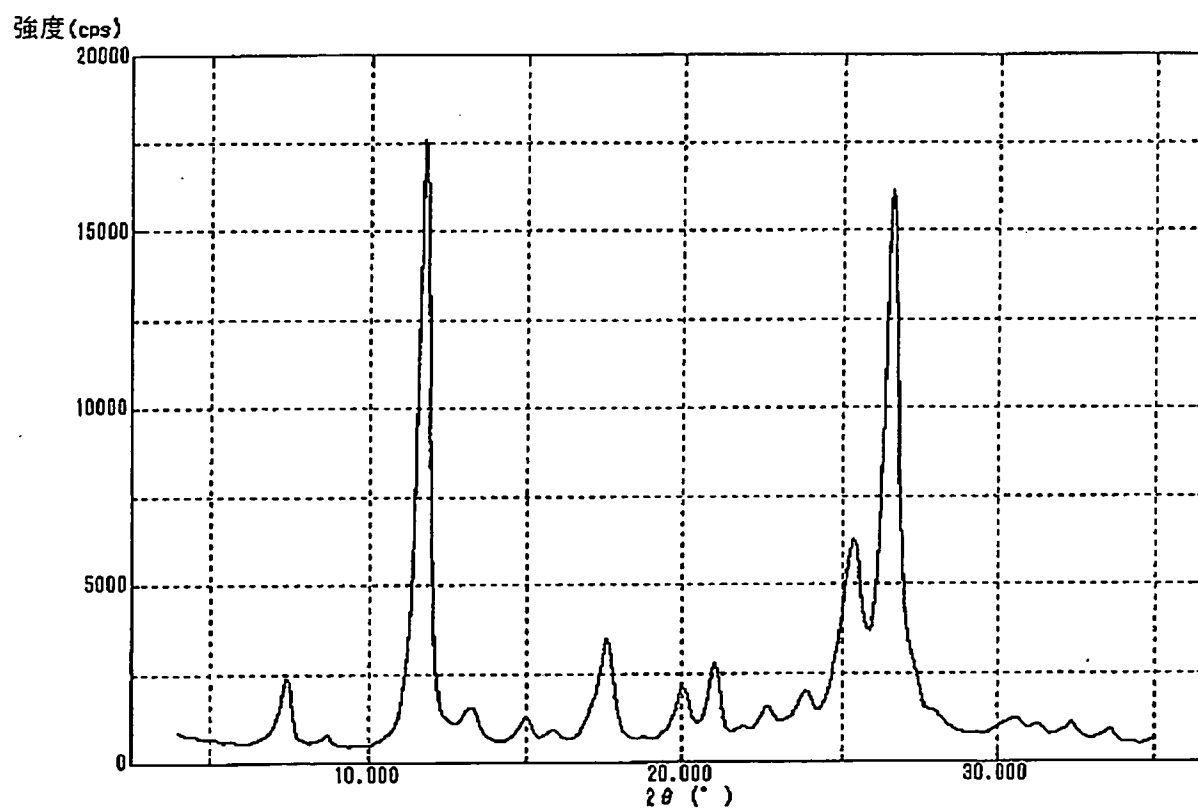


圖2

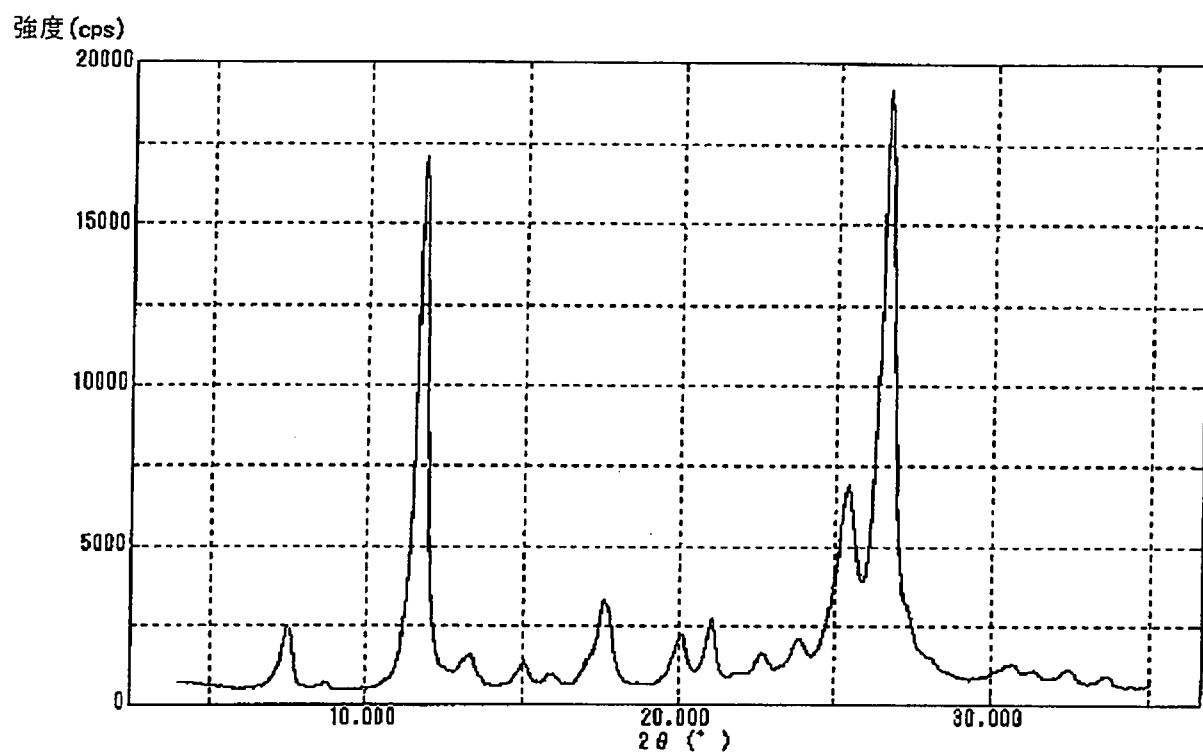


圖3

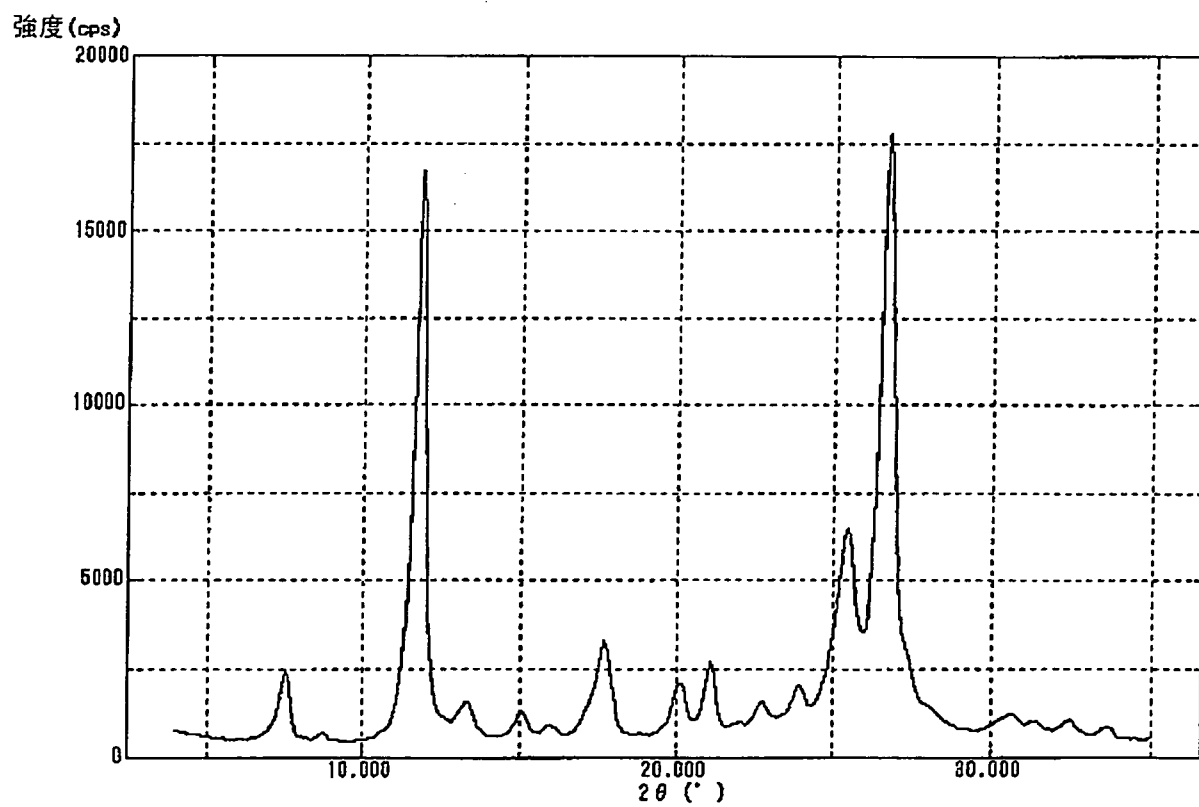


圖4

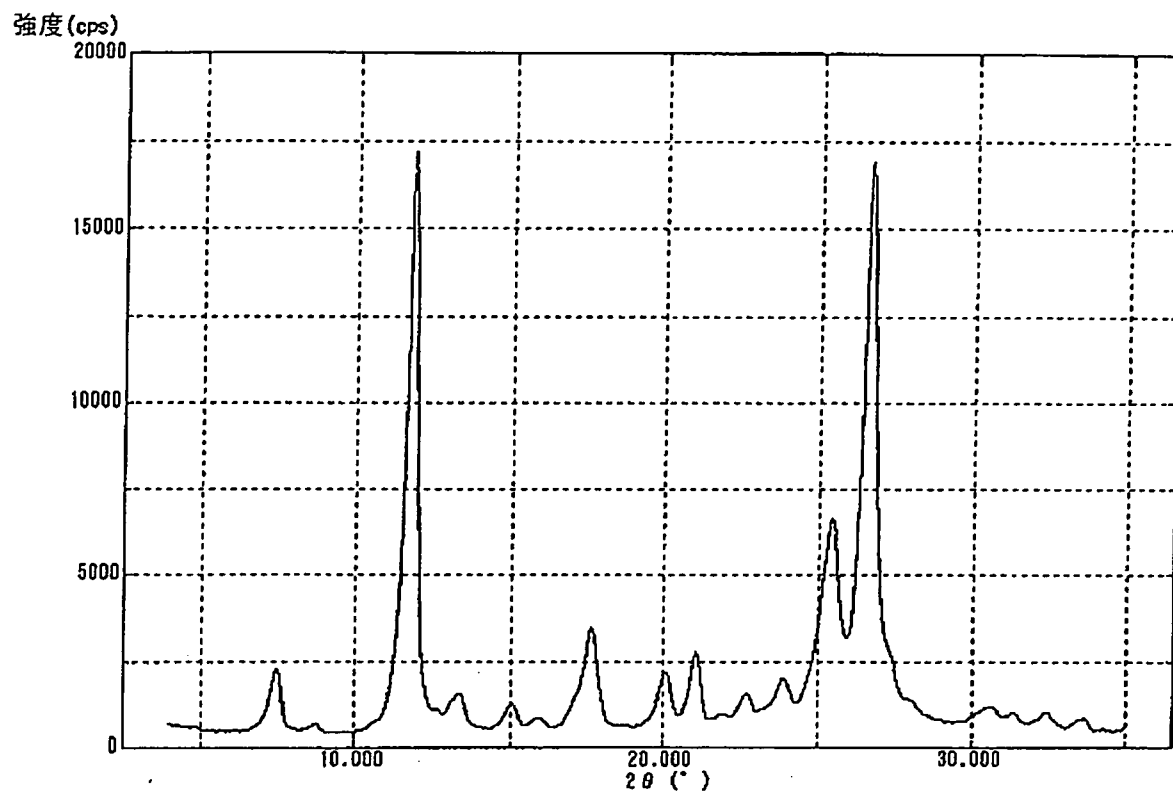


圖5

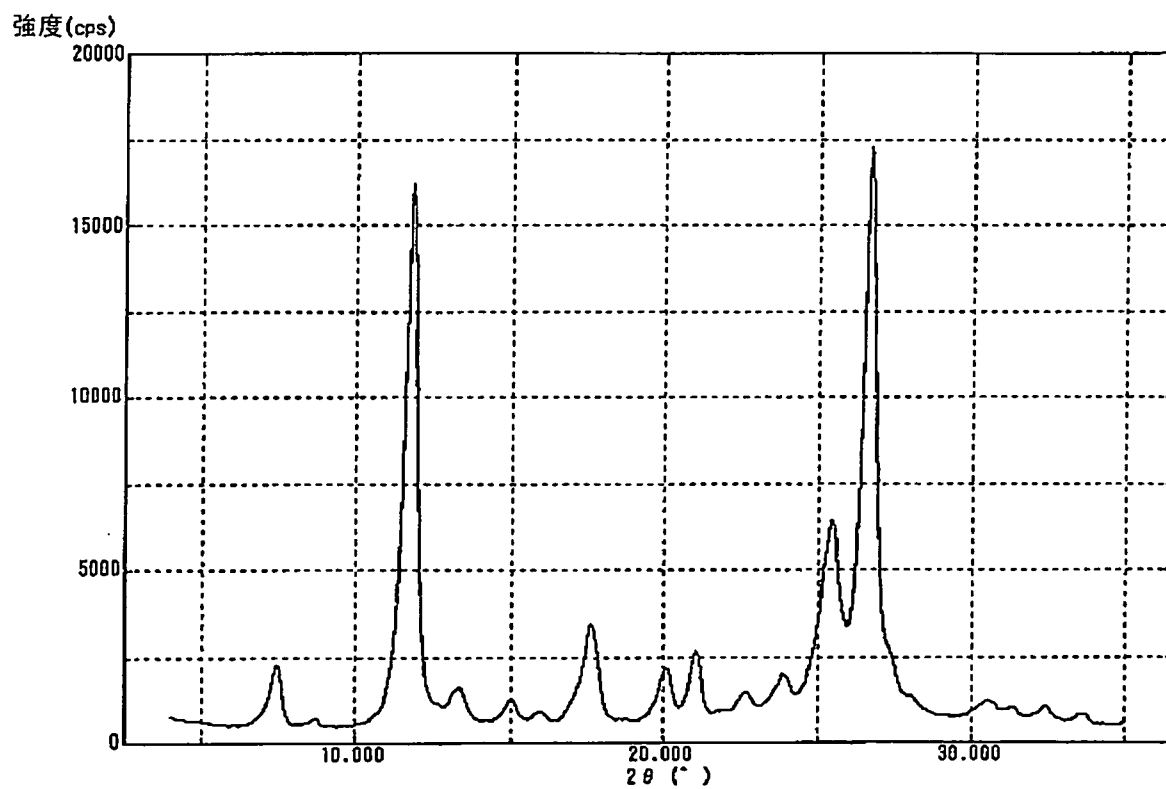


圖6

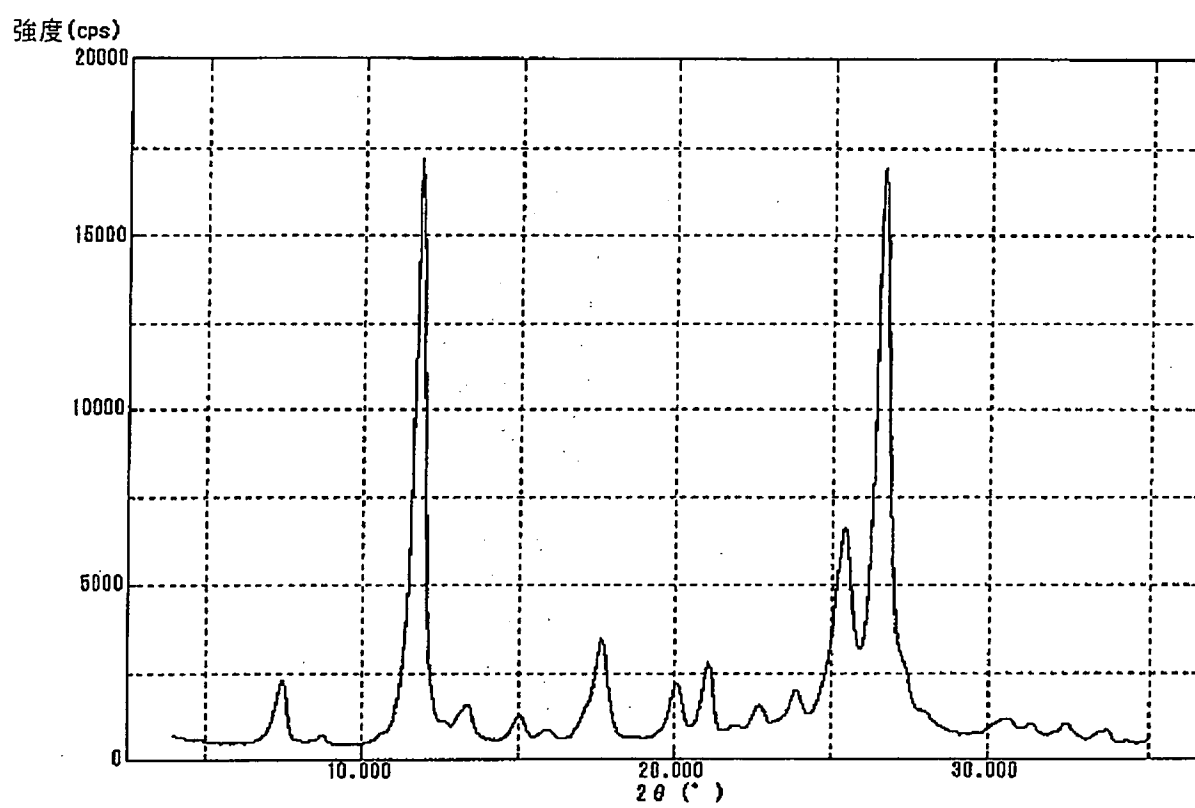


圖 7