

【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6部門第2区分

【発行日】平成30年9月13日(2018.9.13)

【公開番号】特開2017-58652(P2017-58652A)

【公開日】平成29年3月23日(2017.3.23)

【年通号数】公開・登録公報2017-012

【出願番号】特願2015-239693(P2015-239693)

【国際特許分類】

G 02 B 5/20 (2006.01)

G 03 F 7/004 (2006.01)

G 03 F 7/031 (2006.01)

C 08 J 3/24 (2006.01)

C 09 B 67/20 (2006.01)

【F I】

G 02 B 5/20 1 0 1

G 03 F 7/004 5 0 5

G 03 F 7/004 5 0 4

G 03 F 7/031

C 08 J 3/24 C E Y Z

C 09 B 67/20 G

C 09 B 67/20 F

C 09 B 67/20 L

【手続補正書】

【提出日】平成30年8月1日(2018.8.1)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0385

【補正方法】変更

【補正の内容】

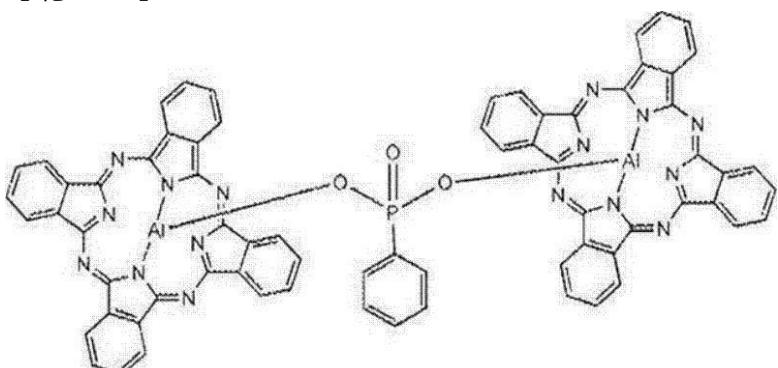
【0385】

(微細化顔料(PB-6))

式(53)で表されるアルミニウムフタロシアニン顔料を100部に、ピリジン200部、キシレン800部、およびフェニルホスホン酸54.6部を加え、8時間加熱還流を続けた。ろ過して、メタノールで洗浄後、乾燥して、110部の下記式(57)で表わされるアルミニウムフタロシアニン顔料を得た。

式(57)

【化30】



続けて、青色着色剤（P B - 2）と同様の方法でソルトミリング処理を行い、微細化顔料（P B - 6）を製造した。得られた着色剤の体積平均一次粒子径は37nmであった。

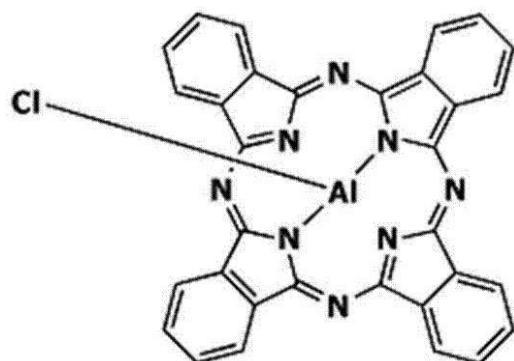
（微細化顔料（P B - 7））

三つ口フラスコに、9.8%硫酸500部、下記式（58）で表されるフタロシアニン顔料50部、1,2-ジブロモ-5,5-ジメチルヒダントイン（DBDMH）104.4部を加え攪拌し、20、4時間、反応させた。その後、3の氷水5000部に上記反応混合物を注入し、析出した固体をろ取し、水洗した。ビーカーに2.5%水酸化ナトリウム水溶液500部、ろ取した残渣を加え、80、1時間攪拌した。その後、この混合物をろ取、水洗、乾燥して、フタロシアニン環に臭素原子が平均で8.0個置換された顔料を得た。

次に、3口フラスコに、N-メチルピロリドンを500部、得られたフタロシアニン環に臭素原子が平均で8.0個置換された顔料を50部およびリン酸ジフェニル18.2部を加え、90に加熱し、8時間反応させた。これを室温まで冷却後、生成物をろ過し、メタノールで洗浄後、乾燥させて、下記式（59）で表されるフタロシアニン顔料（P B - 7）を得た。得られた着色剤の体積平均一次粒子径は27nmであった。

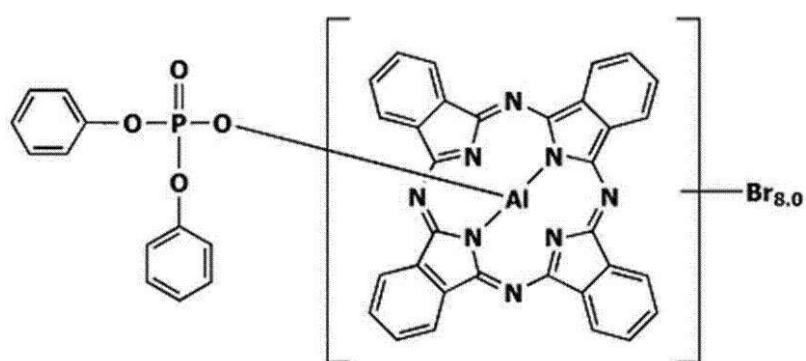
式（58）

【化31】



式（59）

【化32】



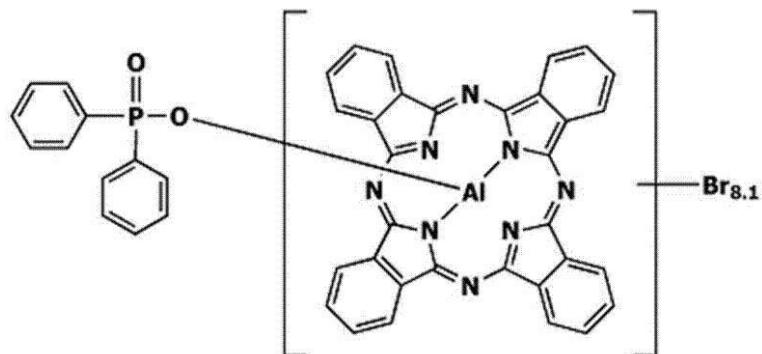
（微細化顔料（P B - 8））

次に、3口フラスコに、N-メチルピロリドンを500部、（P B - 7）で作製したフタロシアニン環に臭素原子が平均で8.1個置換された顔料を50部およびジフェニルホスフィン酸13.8部を加え、90に加熱し、8時間反応させた。これを室温まで冷却後、生成物をろ過し、メタノールで洗浄後、乾燥させて、下記式（60）で表されるフタロ

シアニン顔料 (P B - 8) を得た。得られた着色剤の体積平均一次粒子径は 31 nm であった。

式 (60)

【化33】

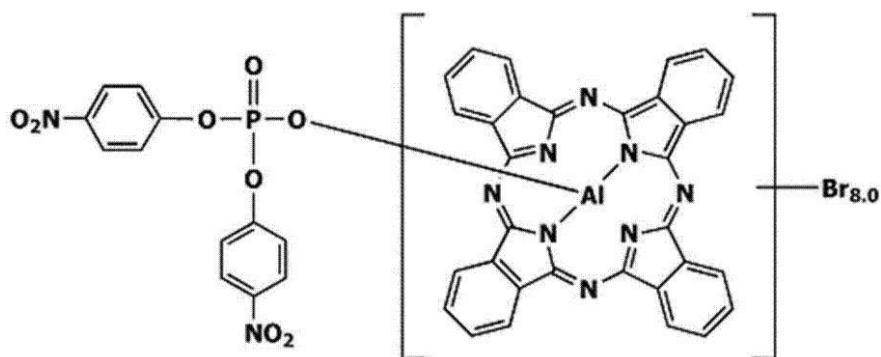


(微細化顔料 (P B - 9))

次に、3口フラスコに、N-メチルピロリドンを500部、(P B - 7)で作製したフタロシアニン環に臭素原子が平均で8.0個置換された顔料を50部およびリン酸ビス(4-ニトロフェニル)21.5部を加え、90℃に加熱し、8時間反応させた。これを室温まで冷却後、生成物をろ過し、メタノールで洗浄後、乾燥させて、下記式(61)で表されるフタロシアニン顔料 (P B - 9)を得た。得られた着色剤の体積平均一次粒子径は32 nm であった。

式 (61)

【化34】



(微細化顔料 (P B - 10))

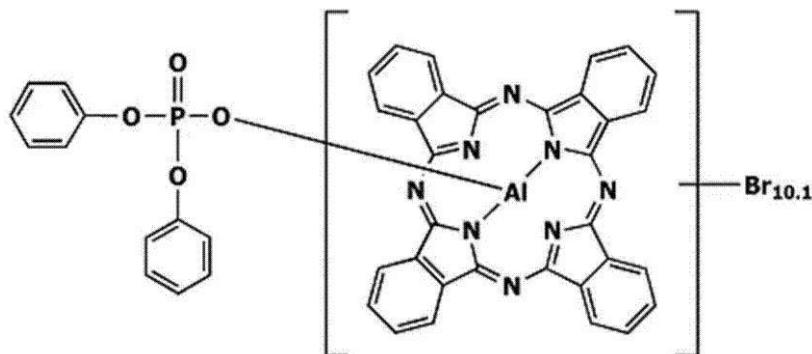
三つ口フラスコに、98%硫酸500部、式(58)で表されるフタロシアニン顔料50部、1,2-ジブロモ-5,5-ジメチルヒダントイン(DBDMH)129.3部を加え攪拌し、20℃、6時間、反応させた。その後、3の氷水5000部に上記反応混合物を注入し、析出した固体をろ取し、水洗した。ビーカーに2.5%水酸化ナトリウム水溶液500部、ろ取した残渣を加え、80℃、1時間攪拌した。その後、この混合物をろ取、水洗、乾燥して、フタロシアニン環に臭素原子が平均で10.1個置換された顔料を得た。

次に、3口フラスコに、N-メチルピロリドンを500部、得られたフタロシアニン環に臭素原子が平均で10.1個置換された顔料を50部およびリン酸ジフェニル13.9部を加え、90℃に加熱し、8時間反応させた。これを室温まで冷却後、生成物をろ過し、

メタノールで洗浄後、乾燥させて、下記式(62)で表されるフタロシアニン顔料(PB-10)を得た。得られた着色剤の体積平均一次粒子径は27nmであった。

式(62)

【化35】



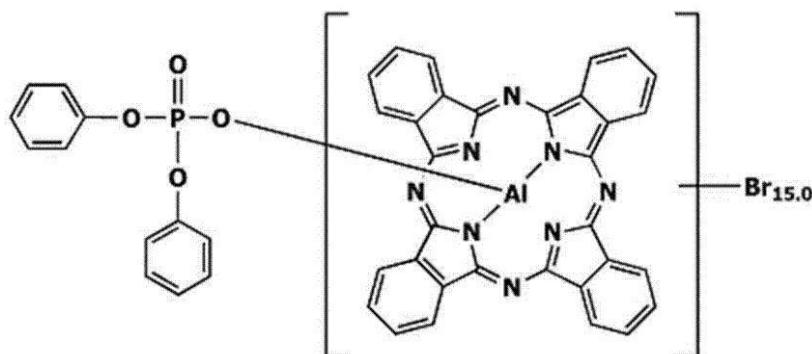
(微細化顔料(PB-11))

臭化アルミニウム203部、臭化ナトリウム47部および臭化第二鉄5部を加温して溶融し、140で式(58)で表されるフタロシアニン顔料50部を加えた。160に昇温して臭素215.4部を吹き込みながら、160にて7時間反応させた。3の氷水2500部に上記反応混合物を注入し、析出した固体をろ取し、水洗した。残渣を1%塩酸水溶液、温水、1%水酸化ナトリウム水溶液洗、温水の順で洗浄し、その後、乾燥して臭素化アルミニウムフタロシアニン98部を得た。得られた粗製臭素化アルミニウムフタロシアニンを濃硫酸980部に溶解し、50で3時間攪拌した。その後、3の氷水980部に上記硫酸溶液を注入し、析出した固体をろ取、水洗し、乾燥させた。次いでビーカーに2.5%水酸化ナトリウム水溶液500部、ろ取した残渣を加え、80、1時間攪拌した。その後、この混合物をろ取、水洗、乾燥して、フタロシアニン環に臭素原子が平均で15.0個置換された顔料を得た。

次に、3口フラスコに、N-メチルピロリドンを500部、得られたフタロシアニン環に臭素原子が平均で15.0個置換された顔料を50部およびリン酸ジフェニル10.8部を加え、90に加熱し、8時間反応させた。これを室温まで冷却後、生成物をろ過し、メタノールで洗浄後、乾燥させて、下記式(63)で表されるフタロシアニン顔料(PB-11)を得た。得られた着色剤の体積平均一次粒子径は31nmであった。

式(63)

【化36】



(微細化顔料(PB-12))

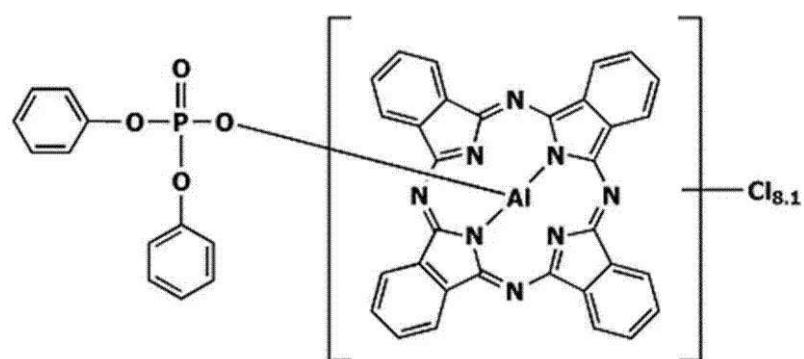
三つ口フラスコに、塩化アルミニウム250部、塩化ナトリウム60部、ヨウ素2.25

部加え 150 、 30 分間攪拌した。そこへ、式(53)で表されるアルミニウムフタロシアニン顔料 50 部加え、 155 、 30 分間攪拌し、溶解させた。さらにトリクロロイソシアヌル酸 58.5 部加え、 190 、 5 時間攪拌した。その後、 3 の氷水 5000 部に上記反応混合物を注入し、析出した固体をろ取し、水洗した。ビーカーに 2.5% 水酸化ナトリウム水溶液 500 部、ろ取した残渣を加え、 80 、 1 時間攪拌した。その後、この混合物をろ取、水洗、乾燥して、フタロシアニン環に塩素原子が平均で 8.1 個置換された顔料を得た。

次に、 3 口フラスコに、 N- メチルピロリドンを 500 部、得られたフタロシアニン環に臭素原子が平均で 11.9 個置換された顔料を 50 部およびリン酸ジフェニル 22.6 部を加え、 90 に加熱し、 8 時間反応させた。これを室温まで冷却後、生成物をろ過し、メタノールで洗浄後、乾燥させて、下記式(64)で表されるフタロシアニン顔料(PR - 12)を得た。得られた着色剤の体積平均一次粒子径は 29 nm であった。

式(64)

【化 37】



(微細化顔料(PR - 1))

C. I. ピグメントレッド 254 (BASF 社製「 B - CF 」) 200 部、塩化ナトリウム 1400 部、およびジエチレングリコール 360 部をステンレス製 1 ガロンニーダー(井上製作所製)に仕込み、 80 で 6 時間混練した。次にこの混練物を 8000 部の温水に投入し、 80 に加熱しながら 2 時間攪拌してスラリー状とし、濾過、水洗を繰り返して塩化ナトリウムおよびジエチレングリコールを除いた後、 85 で一昼夜乾燥し、 190 部の微細化顔料(PR - 1)を得た。平均一次粒子径は 27.6 nm であった。