



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0108545
(43) 공개일자 2013년10월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09D 11/00 (2006.01) C07D 275/02 (2006.01)
C09B 29/36 (2006.01) C09B 67/20 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-7005644
(22) 출원일자(국제) 2011년09월08일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2013년03월05일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2011/070526
(87) 국제공개번호 WO 2012/033177
국제공개일자 2012년03월15일
(30) 우선권주장
JP-P-2010-203335 2010년09월10일 일본(JP)
(뒷면에 계속)

(71) 출원인
미쓰비시 가가꾸 가부시키가이샤
일본 도쿄도 지요다구 마루노우치 1초메 1방 1고
(72) 발명자
시가 야스시
일본 가나가와켄 요코하마시 아오바쿠 가모시다쵸
1000반치 가부시키가이샤 미쓰비시 가가꾸가가꾸
기류즈겐큐센타 나이
다케다 우타코
일본 가나가와켄 요코하마시 아오바쿠 가모시다쵸
1000반치 가부시키가이샤 미쓰비시 가가꾸가가꾸
기류즈겐큐센타 나이
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 12 항

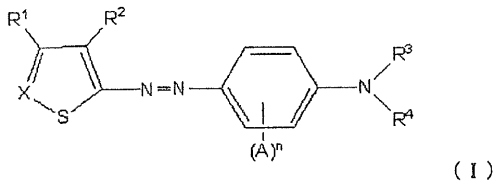
(54) 발명의 명칭 헤테로 고리 아조계 색소를 포함하는 잉크 및 그 잉크에 사용되는 색소

(57) 요약

본 발명의 과제는 저극성 용매에 대한 용해성이 우수하고, 높은 흡광 계수, 높은 내광성을 갖는 헤테로 고리 아조계 색소를 포함하는 잉크 및 색소를 제공하는 것이다. 본 발명은 특정 주파수 1 kHz 에 있어서의 비유전률이 3 이하의 저극성 용매와 하기 일반식 (I) 로 나타내는 헤테로 고리 아조계 색소를 포함하는 잉크를 사용함으로써 상기 과제를 해결한다.

[일반식 (I) 중, A 는 수소 원자, 할로젠 원자, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 NHCOR⁶ 기를 나타내고, X 는 질소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 메틴기를 나타낸다.]

[화학식 1]



(72) 발명자

이치노사와 쇼코

일본 가나가와켄 요코하마시 아오바쿠 가모시다쵸
1000반치 가부시키가이샤 미쓰비시 가가꾸가가쿠기
쥬츠켄큐센타 나이

이시다 미오

일본 가나가와켄 요코하마시 아오바쿠 가모시다쵸
1000반치 가부시키가이샤 미쓰비시 가가꾸가가쿠기
쥬츠켄큐센타 나이

(30) 우선권주장

JP-P-2011-002372 2011년01월07일 일본(JP)

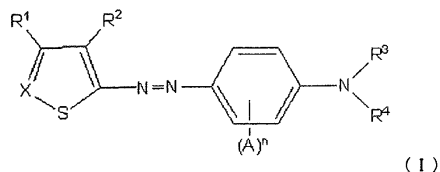
JP-P-2011-102267 2011년04월28일 일본(JP)

특허청구의 범위

청구항 1

측정 주파수 1 kHz 에 있어서의 비유전율이 3 이하의 저극성 용매와, 헤테로 고리 아조계 색소를 포함하는 잉크로서, 그 헤테로 고리 아조계 색소가 하기 일반식 (I) :

[화학식 1]



[일반식 (I) 중,

R^1 은 수소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

R^2 는 시아노기 또는 COOR^5 기를 나타내고,

R^5 는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

R^3 및 R^4 는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

A 는 수소 원자, 할로젠 원자, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 NHCOR^6 기를 나타내고,

n 은 1 ~ 4 의 정수를 나타내고, n 이 2 이상인 경우에는, A 는 동일하거나 상이해도 되고,

R^6 은 수소 원자, 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 아릴기를 나타내고,

X 는 질소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 메틴기를 나타내고,

R^3 과 R^4 는 서로 결합하여 고리 구조를 형성하고 있어도 된다.]

로 나타내는 색소인 잉크.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

저극성 용매가 탄화수소계 용매, 실리콘 오일, 및 플루오로카본계 용매에서 선택된 적어도 1 개를 포함하고 있는 잉크.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

헤테로 고리 아조계 색소가, 그 색소를 n-데칸에 용해시켰을 때, 350 ~ 750 nm 파장역에 있어서의 흡수 극대 파장이 450 ~ 600 nm 의 범위 내에 있고, 흡수 극대 파장에 있어서의 몰 흡광 계수 ϵ ($\text{Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1}$) 와 실온 (25 °C) 에 있어서의 동용매에서의 포화 용액의 농도 C (molL^{-1}) 의 곱 ϵC 가 500 cm^{-1} 이상의 값을 나타내는 색소인 잉크.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

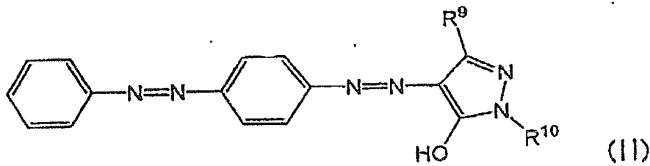
피라졸계 색소 및 알킬아민 치환 안트라퀴논계 색소 중 적어도 일방을 포함하는 잉크.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

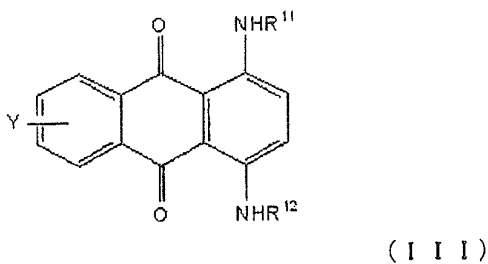
피라졸계 색소가 하기 일반식 (II) 로 나타나고, 알킬아민 치환 안트라퀴논계 색소가 하기 일반식 (III) 으로 나타나는 잉크.

[화학식 2]



[일반식 (II) 중, R^9 는 탄소수가 2 ~ 10 의 알킬기를 나타내고, R^{10} 은 탄소수가 3 ~ 10 의 알킬기를 나타낸다. 또, 페닐기, 페닐렌기는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 된다.]

[화학식 3]



[일반식 (III) 중, Y 는 수소 원자 또는 COOR^{13} 기를 나타내고, $R^{11} \sim R^{13}$ 은 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내는데, $R^{11} \sim R^{13}$ 중 적어도 1 개는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 4 ~ 20 의 분기 알킬기이다. 또, 안트라퀴논 고리는 Y, NHR^{11} 및 NHR^{12} 이외에 임의의 치환기를 가져도 된다.]

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서,

디스플레이용 또는 광 서터용인 잉크.

청구항 7

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 기재된 잉크를 포함하는 표시 부위를 가지며, 표시 부위의 전압 인가를 제어함으로써 화상을 표시하는 디스플레이.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

표시 부위가 전기 영동 입자 또는 수성 매체를 포함하는 디스플레이.

청구항 9

제 7 항 또는 제 8 항에 있어서,

전압 인가에 의해 착색 상태를 변화시킴으로써 화상을 표시하는 디스플레이.

청구항 10

제 7 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 있어서,
일렉트로 웨팅 방식 또는 전기 영동 방식에 의해 화상을 표시하는 디스플레이.

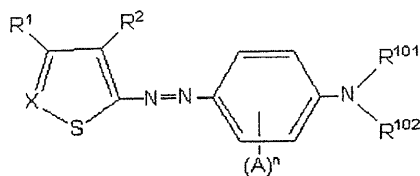
청구항 11

제 7 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 기재된 디스플레이를 갖는 전자 페이퍼.

청구항 12

하기 일반식 (IV) :

[화학식 4]



(I V)

[일반식 (IV) 중,

R¹ 은 수소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

R² 는 시아노기 또는 COOR⁵ 기를 나타내고,

R⁵ 는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

R¹⁰¹ 및 R¹⁰² 는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수가 5 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

A 는 수소 원자, 할로젠 원자, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 NHCOR⁶ 기를 나타내고,

n 은 1 ~ 4 의 정수를 나타내고, n 이 2 이상인 경우에는, A 는 동일하거나 상이해도 되고,

R⁶ 은 수소 원자, 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 아릴기를 나타내고,

X 는 질소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 메틴기를 나타내고,

R¹⁰¹ 과 R¹⁰² 는 서로 결합하여 고리 구조를 형성하고 있어도 된다.]

로 나타내는 헤테로 고리 아조계 색소.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 저극성 용매와 헤테로 고리 아조계 색소를 포함하는 잉크 및 그 잉크에 바람직한 아조계 색소에 관한 것으로, 더욱 상세하게는, 저극성 용매와 특정한 화학 구조를 갖는 헤테로 고리 아조계 색소를 포함하며 디스플레이 재료로서 유용한 잉크 및 그 잉크에 바람직하게 사용되는 특정한 화학 구조를 갖는 헤테로 고리 아조계 색소에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 일렉트로 웨팅 디스플레이는 기관 상에 수성 매체와 유성 착색 잉크의 2 상으로 채워진 복수의 픽셀을 배치하고, 픽셀마다 전압 인가의 on-off 에 의해 수성 매체/유성 착색 잉크의 계면의 친화성을 제어하고, 유성 착색 잉크를 기관 상에 전개/응집시킴으로써 실시하는 화상 표시 형식이다 (비특허문헌 1). 일렉트로 웨팅 디스플레이에 사용되는 색소에는, 저극성 용매에 대한 높은 용해성 및 내광성 등의 높은 내구성이 요구된다 (특

허문헌 1, 특허문헌 2).

- [0003] 특허문헌 2 에는, 일렉트로 웨팅에 사용되는 고내광성의 안트라퀴논계 색소의 기재가 있다. 일반적으로 안트라퀴논계 색소는 물 흡광 계수가 작고, 헥테로 고리 아조계 색소와 동일한 정도의 흡광도를 달성하기 위해서는, 보다 고농도로 사용할 필요가 있고, 그 결과, 보다 높은 용해도가 필요하게 된다. 또, 고농도로 사용하면, 일렉트로 웨팅의 점도가 상승하거나 전기 특성이 변화되거나 하기 때문에, 일렉트로 웨팅 용도로 사용하는 경우에 문제가 될 우려가 있다.
- [0004] 특허문헌 3 에는, 탄화수소계 용매에 높은 용해성을 나타내는 피라졸디스아조계 색소의 기재가 있는데, 그 색소의 n-데칸 용액은 황색이며, 다른 색조에는 대응하고 있지 않다.
- [0005] 특허문헌 4 및 특허문헌 5 에는, 감열 전사용 색소로서 본 발명에 유사한 헥테로 고리 아조계의 적색 색소의 기재가 있지만, 저극성 용매에 대한 용해성에 대해서는 전혀 기재도 시사도 되어 있지 않다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0006] (특허문헌 0001) 일본 공표특허공보 2007-531917호
(특허문헌 0002) 국제 공개 제2010/031860호
(특허문헌 0003) 국제 공개 제2009/063880호
(특허문헌 0004) 일본 공개특허공보 소62-294593호
(특허문헌 0005) 일본 공표특허공보 평8-505820호

비특허문헌

- [0007] (비특허문헌 0001) "Nature", (영국), 2003 년, Vol.425, p.383-385

발명의 내용

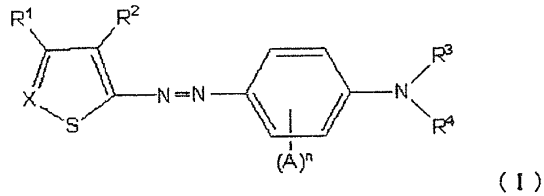
해결하려는 과제

- [0008] 본 발명은 저극성 용매에 대한 용해성이 우수하고, 높은 흡광 계수, 높은 내광성을 갖는 헥테로 고리 아조계 색소를 포함하는 디스플레이 및 조광 재료로서 유용한 잉크 및 그 잉크에 바람직하게 사용되는 헥테로 고리 아조계 색소의 제공을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0009] 본 발명자들은 상기 과제를 해결하기 위해 예의 검토한 결과, 어느 종의 화학 구조를 갖는 헥테로 고리 아조계 색소가 탄화수소계 용매 등의 저극성 용매에 대한 용해성이 우수하고, 게다가 높은 물 흡광 계수 및 높은 내광성을 갖는 것을 알아냈다. 본 발명은 이들의 지견에 기초하여 달성된 것이다.
- [0010] 즉, 본 발명의 요지는 이하의 (1) ~ (12) 와 같다.
- [0011] (1) 측정 주파수 1 μm 에 있어서의 비유전률이 3 이하의 저극성 용매와, 헥테로 고리 아조계 색소를 포함하는 잉크로서, 그 헥테로 고리 아조계 색소가 하기 일반식 (I) :

[0012] [화학식 1]



[0013]

[0014] [일반식 (I) 중,

[0015] R^1 은 수소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고, R^2 는 시아노기 또는 COOR^5 기를 나타내고,

[0016] R^5 는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

[0017] R^3 및 R^4 는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

[0018] A 는 수소 원자, 할로젠 원자, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 NHCOR^6 기를 나타내고,

[0019] n 은 1 ~ 4 의 정수를 나타내고, n 이 2 이상인 경우에는, A 는 동일하거나 상이해도 되고,

[0020] R^6 은 수소 원자, 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 아릴기를 나타내고,

[0021] X 는 질소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 메틴기를 나타내고,

[0022] R^3 과 R^4 는 서로 결합하여 고리 구조를 형성하고 있어도 된다.]

[0023] 로 나타내는 색소인 잉크.

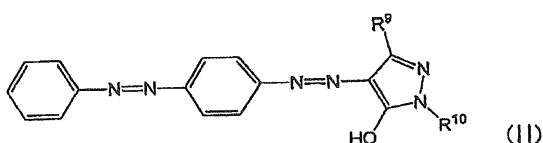
[0024] (2) 저극성 용매가 탄화수소계 용매, 실리콘 오일, 및 플루오로카본계 용매에서 선택된 적어도 1 개를 포함하고 있는 상기 (1) 에 기재된 잉크.

[0025] (3) 헤테로 고리 아조계 색소가, 그 색소를 n-헵탄에 용해시켰을 때, 350 ~ 750 nm 파장역에 있어서의 흡수 극대 파장이 450 ~ 600 nm 의 범위 내에 있고, 흡수 극대 파장에 있어서의 몰 흡광 계수 ϵ ($\text{Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1}$) 와 실온 (25 °C) 에 있어서의 동용매에서의 포화 용액의 농도 C (molL^{-1}) 의 곱 ϵC 가 500 cm^{-1} 이상의 값을 나타내는 색소인 상기 (1) 또는 (2) 에 기재된 잉크.

[0026] (4) 피라졸계 색소 및 알킬아민 치환 안트라퀴논계 색소 중 적어도 일방을 포함하는 상기 (1) ~ (3) 중 어느 하나에 기재된 잉크.

[0027] (5) 피라졸계 색소가 하기 일반식 (II) 로 나타나고, 알킬아민 치환 안트라퀴논계 색소가 하기 일반식 (III) 으로 나타나는 상기 (4) 에 기재된 잉크.

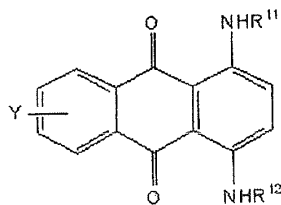
[0028] [화학식 2]



[0029]

[0030] [일반식 (II) 중, R^9 는 탄소수가 2 ~ 10 의 알킬기를 나타내고, R^{10} 은 탄소수가 3 ~ 10 의 알킬기를 나타낸다. 또, 페닐기, 페닐렌기는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 된다.]

[0031] [화학식 3]



(I I I)

[0032]

[일반식 (III) 중, Y 는 수소 원자 또는 COOR¹³ 기를 나타내고, R¹¹ ~ R¹³ 은 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내는데, R¹¹ ~ R¹³ 중 적어도 1 개는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 4 ~ 20 의 분기 알킬기이다. 또,

[0034] 안트라퀴논 고리는 Y, NHR¹¹ 및 NHR¹² 이외에 임의의 치환기를 가져도 된다.]

[0035] (6) 디스플레이용 또는 광 서터용인 상기 (1) ~ (5) 중 어느 하나에 기재된 잉크.

[0036] (7) 상기 (1) ~ (5) 중 어느 하나에 기재된 잉크를 포함하는 표시 부위를 가지며, 표시 부위의 전압 인가를 제어함으로써 화상을 표시하는 디스플레이.

[0037] (8) 표시 부위가 전기 영동 입자 또는 수성 매체를 포함하는 상기 (7) 에 기재된 디스플레이.

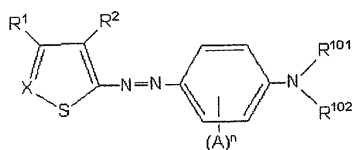
[0038] (9) 전압 인가에 의해 착색 상태를 변화시킴으로써 화상을 표시하는 상기 (7) 또는 (8) 에 기재된 디스플레이.

[0039] (10) 일렉트로 웨팅 방식 또는 전기 영동 방식에 의해 화상을 표시하는 상기 (7) ~ (9) 중 어느 하나에 기재된 디스플레이.

[0040] (11) 상기 (7) ~ (10) 중 어느 하나에 기재된 디스플레이를 갖는 전자 페이지.

[0041] (12) 하기 일반식 (IV) :

[0042] [화학식 4]



(I V)

[0043]

[일반식 (IV) 중,

[0045] R¹ 은 수소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

[0046] R² 는 시아노기 또는 COOR⁵ 기를 나타내고,

[0047] R⁵ 는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

[0048] R¹⁰¹ 및 R¹⁰² 는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수가 5 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

[0049] A 는 수소 원자, 할로젠 원자, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 NHCOR⁶ 기를 나타내고,

[0050] n 은 1 ~ 4 의 정수를 나타내고, n 이 2 이상인 경우에는, A 는 동일하거나 상이해도 되고,

[0051] R⁶ 은 수소 원자, 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 아릴기를 나타내고,

[0052] X 는 질소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 메틴기를 나타내고,

[0053] R^{101} 과 R^{102} 는 서로 결합하여 고리 구조를 형성하고 있어도 된다.]

[0054] 로 나타내는 헤테로 고리 아조계 색소.

발명의 효과

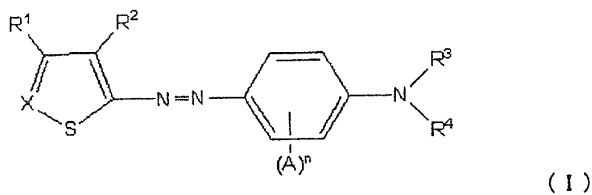
[0055] 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소는 유용성 용매에 대한 높은 용해성을 갖기 때문에 잉크로서 폭넓게 사용할 수 있다. 또한 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소는 저극성 용매에 대한 높은 용해성과, 그 색소를 포함하는 잉크는 높은 물 흡광 계수 및 높은 내광성을 겸비하기 때문에, 디스플레이 및 광 서터용으로 사용되는 잉크에 유용하다

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0056] 이하에 본 발명을 실시하기 위한 대표적인 양태를 구체적으로 설명하는데, 본 발명은, 그 요지를 일탈하지 않는 한, 이하의 양태에 한정되는 것이 아니고, 여러 가지로 변형하여 실시할 수 있다.

[0057] 본 발명의 잉크는 측정 주파수 1 kHz 에 있어서의 비유전률이 3 이하의 저극성 용매와 헤테로 고리 아조계 색소를 포함하는 잉크로서, 그 헤테로 고리 아조계 색소가 하기 일반식 (I) :

[0058] [화학식 5]



[0059]

[0060] [일반식 (I) 중,

[0061] R^1 은 수소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

[0062] R^2 는 시아노기 또는 COOR^5 기를 나타내고,

[0063] R^5 는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

[0064] R^3 및 R^4 는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,

[0065] A 는 수소 원자, 할로젠 원자, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 NHCOR^6 기를 나타내고,

[0066] n 은 1 ~ 4 의 정수를 나타내고, n 이 2 이상인 경우에는 A 는 동일하거나 상이해도 되고,

[0067] R^6 은 수소 원자, 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 아릴기를 나타내고,

[0068] X 는 질소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 메틴기를 나타내고,

[0069] R^3 과 R^4 는 서로 결합하여 고리 구조를 형성하고 있어도 된다.]

[0070] 로 나타내는 색소인 것을 특징으로 하는 잉크이다.

[0071] (저극성 용매)

[0072] 본 발명에 있어서, 저극성 용매를 잉크의 용매로서 사용한다. 본 발명의 잉크는, 예를 들어, 수층, 유층 등의 층을 가지며, 층의 분열 (break up) 또는 층의 이동 (move aside) 에 의거한 표시 장치에 사용할 수 있다.

표시를 선명하게 하기 위해서는, 잉크가 포함되는 층과 다른 층이 혼합되지 않고, 안정적으로 분열 또는 이동하는 것이 필요하고, 용매는 다른 층과의 상용성이 낮고, 저극성인 것 등이 요구된다. 본 발명은 특정한 저극성 용매와 헤테로 고리 아조계 화합물을 잉크에 포함함으로써, 층이 안정적으로 분열 또는 이동하는 것이 가능해진다.

- [0073] 또, 용매 중에서 전하를 띤 입자 (전기 영동 입자) 가 전계에 의해 이동하는 전기 영동을 사용한 표시 장치에 있어서, 용액의 유전률이 크면 구동의 저해가 되는 경우가 있다. 본 발명의 저극성 용매와 특정한 헤테로 고리 아조계 화합물을 사용함으로써, 입자의 이동을 저해하는 일 없이 용액의 착색이 가능하게 된다.
- [0074] 또, 본 발명의 잉크를 일렉트로 웨팅 방식에 사용하는 경우, 저극성 용매의 접촉각 및 표면 장력이 표시 장치의 구동에 영향을 주는 경우가 있다.
- [0075] 본 발명에서 사용하는 저극성 용매의 비유전률은 측정 주파수가 1 kHz 에 있어서 3 이하이다. 더욱 바람직하게는 2.5 이하, 보다 바람직하게는 2.2 이하이다. 비유전률의 하한은 특별히 제한되지 않지만, 통상적으로 1.5 이상, 바람직하게는 1.7 이상이 적당하다. 저극성 용매의 비유전률의 측정 방법은 실시예에 나타난다.
- [0076] 잉크가 포함되는 층의 비유전률이 너무 크면, 표시 장치의 구동에 지장을 초래하는 경우가 있다. 예를 들어, 잉크가 포함되지 않은 다른 층이 물, 염류 용액 등 전기 도전성 또는 유극성 등의 액체인 경우, 잉크가 포함되는 층에 사용되는 저극성 용매의 비유전률이 너무 크면, 층이 혼합되는 경우가 있다.
- [0077] 본 발명에서 사용하는 저극성 용매의 점도는 특별히 한정되지 않지만, 용매 온도가 25 ℃ 일 때의 점도가 0.1 m²s⁻¹ 이상인 것이 바람직하다. 또, 10000 m²s⁻¹ 이하인 것이 바람직하고, 2000 m²s⁻¹ 이하인 것이 더욱 바람직하고, 1000 m²s⁻¹ 이하인 것이 특히 바람직하다. 용매의 점도가 적당한 범위에 있음으로써, 색소 등이 용해되기 쉬워, 표시 장치에 지장을 초래하지 않고 구동할 수 있는 경우가 있다. 본 발명의 잉크 점도의 측정 방법은 실시예에 나타난다.
- [0078] 본 발명의 저극성 용매의 비점은 특별히 한정되지 않지만, 120 ℃ 이상인 것이 바람직하고, 150 ℃ 이상인 것이 더욱 바람직하다. 또, 300 ℃ 이하인 것이 바람직하다. 비점이 너무 높지 않음으로써, 용매의 융점 및 점도가 너무 높아 지지 않아, 표시 장치에 지장을 초래하지 않고 구동할 수 있는 경우가 있고, 또, 비점이 너무 낮지 않음으로써, 휘발성이 억제되어 안정성 및 안전성이 얻어지는 경우가 있다.
- [0079] 저극성 용매는 단독 혹은 혼합하여 사용할 수 있다. 구체예로서는, 탄화수소계 용매, 플루오로카본계 용매, 실리콘 오일, 고급 지방산 에스테르 등을 들 수 있다. 탄화수소계 용매로서는, 직사슬형 또는 분기형의 지방족 탄화수소, 지환식 탄화수소, 방향족 탄화수소, 석유 나프타 등을 들 수 있다. 지방족 탄화수소계 용매로서는, 예를 들어 n-데칸, 이소데칸, 데칼린, 노난, 도데칸, 이소도데칸, 테트라데칸, 헥사데칸, 이소알칸류 등의 지방족 탄화수소계 용매를 들 수 있고, 시판품으로는, 아이소파 E, 아이소파 G, 아이소파 H, 아이소파 L, 아이소파 M (엑손·모빌 주식회사 제조), IP 솔벤트 (이데미즈 석유화학 주식회사 제조), 소루톨 (필립스 석유 주식회사 제조) 등을 들 수 있다. 방향족 탄화수소계 용매로서는, 예를 들어, 하이소졸 (일본 석유 주식회사 제조) 등을 들 수 있고, 석유 나프타계 용매로서는, 쉘 S.B.R., 쉘졸 70, 쉘졸 71 (쉘 석유화학 주식회사 제조), 페가졸 (엑손·모빌사 제조) 등을 들 수 있다.
- [0080] 플루오로카본계 용매는 주로 불소 치환된 탄화수소이며, 예를 들어, C₇F₁₆, C₈F₁₈ 등의 C_nF_{2n+2} 로 나타내는 퍼플루오로알칸류를 들 수 있고, 시판품으로는, 플루오리너트 PF5080, 플루오리너트 PF5070 (스미토모 3M 사 제조) 등을 들 수 있다. 불소계 불활성 액체로서는, 플루오리너트 FC 시리즈 (스미토모 3M 사 제조) 등, 플루오로카본류로서는, 클라이록스 GPL 시리즈 (듀폰제팬 리미티드사 제조), 프론류로서는, HCFC-141b (다이킨 공업 주식회사 제조), F(CF₂)₄CH₂CH₂I, F(CF₂)₆I 등의 요오드화플루오로카본류로서는, I-1420, I-1600 (다이킨 파인 케미컬 연구소 제조) 등을 들 수 있다.
- [0081] 실리콘 오일로서는, 예를 들어, 저점도의 합성 디메틸폴리실록산을 들 수 있고, 시판품으로는, KF96L (신에츠 실리콘 제조), SH200 (토오레·다우코닝·실리콘 제조) 등을 들 수 있다.
- [0082] 본 발명에 있어서, 저극성 용매가 탄화수소계 용매, 플루오로카본계 용매, 및 실리콘 오일에서 선택된 적어도 1 개를 포함하는 것이 바람직하다. 함유량은 통상적으로 저극성 용매의 50 질량% 이상이며, 바람직하게는 70 질량% 이상이며, 보다 바람직하게는 90 질량% 이상이다.
- [0083] 본 발명의 잉크는 저극성 용매와 헤테로 고리 아조계 색소를 포함하는 것이며, 헤테로 고리 아조계 색소 및 필요에 따라 사용하는 그 밖의 색소나 첨가제 등을 저극성 용매에 용해함으로써 얻어진다.
- [0084] 여기서, 용해란, 헤테로 고리 아조계 색소가 저극성 용매에 완전하게 용해되어 있을 필요는 없고, 저극성 용매에 용해시킨 용액이 0.1 마이크론 정도의 필터를 통과하고, 또한 흡광 계수가 측정 가능한 정도의 상태이면 되고,

색소의 미립자가 분산되어 있는 상태이어도 된다.

[0085] (헤테로 고리 아조계 색소)

[0086] 본 발명의 잉크에 사용되는 헤테로 고리 아조계 색소로서는, 상기 일반식 (I) 로 나타내는 화학 구조를 갖는 것이다.

[0087] 상기 일반식 (I) 중,

[0088] R^1 은 수소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기를 나타낸다. R^1 은 X 와 결합하여 고리형 구조를 형성해도 된다. R^1 은 그램 흡광 계수의 관점에서는 분자량이 작은 치환기인 것이 바람직하고, 수소 원자 또는 탄소수 1 ~ 10 의 알킬기인 것이 보다 바람직하다. 또, R^1 은 제조상의 관점에서는 비치환의 알킬기인 것이 바람직하고, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 부틸기 등의 비치환의 탄소수 1 ~ 4 의 알킬기인 것이 보다 바람직하다.

[0089] R^2 는 시아노기 또는 $COOR^5$ 기를 나타내고, R^5 는 치환기를 가져도 되는 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기를 나타낸다. R^5 로서는, 제조상 또는 그램 흡광 계수의 관점에서 탄소수 1 ~ 10 의 알킬기가 바람직하다.

[0090] R^3 및 R^4 는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기를 나타낸다. R^3 및 R^4 는 결합하여 고리형 구조를 형성해도 된다. 또, R^3 또는 R^4 는 $(A)^n$ 과 결합하여 고리형 구조를 형성해도 된다.

[0091] 또한, R^3 및 R^4 는, 저극성 용매에 대한 용해성을 고려하면, 적어도 일방이 탄소수 2 이상의 알킬기인 것이 바람직하고, 탄소수 3 이상의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 4 이상의 알킬기가 더욱 바람직하다. 또, R^3 및 R^4 의 적어도 일방이 이소부틸기, 이소옥틸기, 이소노닐기 등의 분기 알킬기인 것이 바람직하고, 그 양방이 분기 알킬기인 것이 특히 바람직하다.

[0092] $(A)^n$ 에 있어서의 A 는 수소 원자, 할로젠 원자, 치환기를 가져도 되는 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기, 치환기를 가져도 되는 탄소수 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 치환기를 가져도 되는 $NHCOR^6$ 기를 나타낸다.

[0093] 또, n 은 1 ~ 4 의 정수를 나타내고, n 이 2 이상인 경우에는, A 는 동일하거나 상이해도 된다.

[0094] 또한 A 는 수소 원자, 할로젠 원자, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 시클로프로필기, 부틸기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기 등의 탄소수 1 ~ 4 의 알킬기, 알콕시기, 아세틸아미노기 등의 $NHCOR^6$ 기가 바람직하고, 수소 원자, 메틸기 또는 아세틸아미노기가 특히 바람직하다.

[0095] R^6 은 수소 원자, 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기, 탄소수 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 아릴기를 나타낸다. 아릴기로서는, 5 또는 6 원자 고리의 단고리거나, 혹은 이것이 2 ~ 4 개 축합하여 이루어지는 축합 고리로부터, 수소 원자를 1 개 제거하고 얻어지는 기이며, 구체예로서는, 페닐기, 나프틸기, 티에닐기, 피리딜기 등의 방향족 탄화수소 고리기 또는 방향족 복소 고리기를 들 수 있다. R^6 으로서는, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 시클로프로필기, 부틸기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, 펜틸기, 이소펜틸기, 네오펜틸기, tert-펜틸기, 2-메틸부틸기, 1-메틸부틸기, 1,2-디메틸프로필기, 1,1-디메틸프로필기, 시클로펜틸기, 헥실기, 4-메틸펜틸기, 3-메틸펜틸기, 2-메틸펜틸기, 1-메틸펜틸기, 3,3-디메틸부틸기, 2,3-디메틸부틸기, 1,3-디메틸부틸기, 2,2-디메틸부틸기, 3,3-디메틸부틸기, 1,2-디메틸부틸기, 1,1-디메틸부틸기, 3-에틸부틸기, 2-에틸부틸기, 1-에틸부틸기, 1,2,2-트리메틸부틸기, 1,1,2-트리메틸부틸기, 1-에틸-2메틸프로필기헥실기, 시클로헥실기, 2-메틸헥실기, 3-메틸헥실기, 4-메틸헥실기, 5-메틸헥실기, 2,4-디메틸펜틸기, 옥틸기, 2-에틸헥실기, 2,5-디메틸헥실기, 2,4-디메틸헥실기, 2,5,5-트리메틸펜틸기, 2,2,4-트리메틸펜틸기 등의 탄소수 1 ~ 8 의 알킬기가 바람직하다.

[0096] X 는 질소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 메틴기를 나타낸다. X 가 메틴기인 경우, X 는 비치환이거나 치환기를 가져도 되는데, X 가 가져도 되는 치환기로서는, 치환기를 가져도 되는 탄소수 1 ~ 10 의 알킬기, $COOR^7$ 기, 시아노기 등을 들 수 있다. R^7 은 치환기를 가져도 되는 탄소수 1 ~ 20 의 알킬기를 나타낸다.

[0097] X 는 질소 원자, 메틴기, 탄소수 1 ~ 4 의 알킬기로 치환된 메틴기, 또는 탄소수 2 ~ 5 의 알콕시카르보닐기

로 치환된 메틴기가 바람직하다.

[0098] 또한, 상기 R^1 , $R^3 \sim R^7$ 의 알킬기의 구체예로서는, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기, 펜틸기, 헥실기, 헵틸기, 옥틸기, 노닐기, 데실기, 도데실기 등의 직사슬의 알킬기 ; 이소프로필기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, 이소옥틸기, 이소노닐기 등의 분기 알킬기 ; 시클로프로필기, 시클로펜틸기, 시클로헥실기, 시클로프로필메틸기 등의 고리형 알킬기 등을 들 수 있다.

[0099] 또, 상기 R^1 , $R^3 \sim R^7$ 의 알킬기는 임의의 치환기를 가져도 된다. 임의의 치환기로서는, 저극성 용매에 대한 용해성에서 저극성의 치환기가 바람직하고, 예를 들어, 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자 등의 할로겐 원자 ; 메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기, 부톡시기, 이소부톡시기, sec-부톡시기, tert-부톡시기 등의 탄소수 1 ~ 10의 알콕시기 등을 들 수 있다.

[0100] 본 발명의 헤테로 고리 아조 색소는, 저극성 용매에 대한 용해성의 관점에서, 이소부틸기, 이소옥틸기 등의 분기 탄화수소 사슬을 1개 이상 갖는 것이 바람직하다.

[0101] 본 발명의 상기 일반식 (I) 중의 R^1 , R^2 , R^3 및 R^4 의 탄소수는 상기 조건 이외에 특별히 한정되지 않지만, R^1 , R^2 , R^3 및 R^4 의 탄소수의 합계가 10 이상인 것이 바람직하고, 12 이상인 것이 더욱 바람직하다. 또, 30 이하인 것이 바람직하다. 탄소수의 합계가 10 이상임으로써, 용매에 대한 용해성이 향상되는 경우가 많고, 또, 30 이하로 함으로써 그림 흡광 계수를 실현하기 쉬운 경우가 있다.

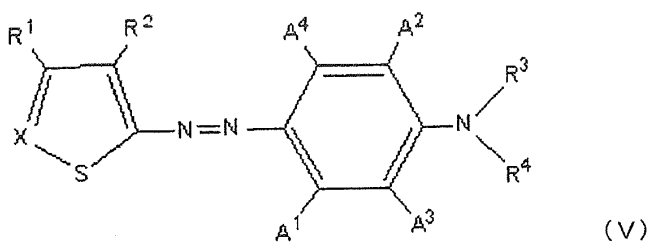
[0102] 본 발명의 색소는, 공업 제조상, 결정성이 양호하고, 정제하기 쉽고, 제조 공정수가 적고, 원료를 입수하기 쉬운 등의 조건을 만족하는 것이 바람직하다.

[0103] 예를 들어, 상기 일반식 (I) 중의 R^3 , R^4 가 동일한 치환기인 경우, 제조 공정수가 적어지는 경우가 있어 바람직하다. 또, 색소의 용점이 높으면 결정성이 양호해지는 경우가 있다.

[0104] 일반식 (I)로 나타내는 헤테로 고리 아조 색소의 구체예를 표 1 및 표 2에 예시한다. 본 발명은 그 요지를 일탈하지 않는 한 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0105] 또한, 표 1 및 표 2에 있어서, 일반식 (I) 중의 $(A)^n$ (n 은 1 ~ 4의 정수)을 $A^1 \sim A^4$ 로 나타낸다 (일반식 (V)).

[0106] [화학식 6]



[0107]

표 1

No.	X	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	A ¹	A ²	A ³	A ⁴
1	N	CH ₂ CH ₃	CN	i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	NHCOCH ₃	H	H	H
2	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
3	C-CO ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	CO ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
4	N	CH ₂ CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	H	H	H
5	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	n-C ₈ H ₁₇	CH ₃	H	H	H
6	C-CO ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	CO ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	H	H	H
7	C-CO ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	CO ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₂ CH ₃	H	H	H
8	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	H	H
9	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₂ CH ₃	H	H	H
10	N	CH ₂ CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
11	N	CH ₂ CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
12	N	n-C ₄ H ₉	CN	i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	NHCOCH ₃	H	H	H
13	N	n-C ₄ H ₉	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	H	H	H
14	N	i-C ₃ H ₇	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	H	H	H
15	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H	H
16	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	H
17	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	H	H	H
18	C-CO ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	CO ₂ CH ₂ CH ₃	i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	CH ₃	H	H	H
19	C-CO ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	H
20	C-CO ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH ₃	H	H	H

[0108]

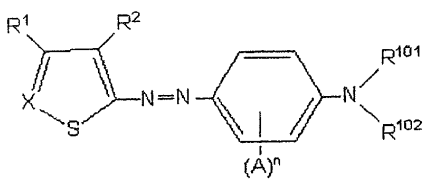
표 2

No.	X	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	A ¹	A ²	A ³	A ⁴
21	N	i-C ₃ H ₇	CN	i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	H	H	H	H
22	N	CH ₃	CO ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
23	N	CH ₃	CO ₂ -n-C ₃ H ₇	i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
24	N	CH ₃	CN	(CF ₂) ₆ CF ₃	(CF ₂) ₆ CF ₃	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
25	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
26	N	CH ₃	CN	i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
27	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
28	O-CO ₂ CH ₃	CH ₃	CO ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	Cl	Cl	H	CH ₃	H
29	O-CO ₂ -n-C ₄ H ₉	CH ₃	CO ₂ -n-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	CH ₃	H	H
30	O-CH ₃	CH ₃	CO ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	OCH ₃	H
31	O-n-C ₄ H ₉	CH ₃	CO ₂ CH ₃	i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
32	O-CO ₂ -CH ₂ CH ₃	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
33	O-CO ₂ -CH ₂ CH ₃	CH ₃	CO ₂ -CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	OCH ₃	H	H
34	O-CO ₂ -CH ₂ CH ₃	CH ₃	CO ₂ -CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	CH ₃	OCH ₃	H	H
35	O-CO ₂ -CH ₂ CH ₃	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	H	H
36	O-CN	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	H	H	H
37	O-CN	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	H	H
38	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	NHCOCH ₃	NHCOCH ₃	Cl	H	H
39	N	CH ₃	CN	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	F	F	H	H	H
40	O-CO ₂ CH ₃	CH ₃	CO ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	CH ₂ CH(CH ₂ CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	Cl	Cl	OCH ₃	H	H

[0109]

[0110] 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소 중에서도, 일반식 (IV) 로 나타내는 색소가 바람직하다.

[0111] [화학식 7]



(IV)

[0112]

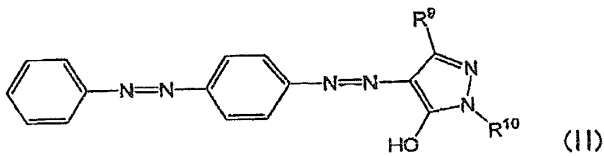
[0113] [일반식 (IV) 중,

- [0114] R^1 은 수소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,
- [0115] R^2 는 시아노기 또는 $COOR^5$ 기를 나타내고,
- [0116] R^5 는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,
- [0117] R^{101} 및 R^{102} 는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수가 5 ~ 20 의 알킬기를 나타내고,
- [0118] A 는 수소 원자, 할로젠 원자, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 $NHCOR^6$ 기를 나타내고,
- [0119] n 은 1 ~ 4 의 정수를 나타내고, n 이 2 이상인 경우에는, A 는 동일하거나 상이해도 되고,
- [0120] R^6 은 수소 원자, 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기, 탄소수가 1 ~ 20 의 알콕시기 또는 아릴기를 나타내고,
- [0121] X 는 질소 원자 또는 치환기를 가져도 되는 메틴기를 나타내고,
- [0122] R^{101} 과 R^{102} 는 서로 결합하여 고리 구조를 형성하고 있어도 된다.]
- [0123] 일반식 (IV) 중의 R^{101} 및 R^{102} 이외의 치환기는 상기 일반식 (I) 과 동일하다. 일반식 (IV) 중의 R^{101} 및 R^{102} 는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수 5 ~ 20 의 알킬기를 나타낸다. R^{101} 및 R^{102} 의 알킬기의 탄소수는 5 이상이 바람직하고, 6 이상이 더욱 바람직하다. 또, 20 이하가 바람직하다.
- [0124] 탄소수가 5 이상임으로써, 저극성 용매에 대한 용해성이 양호해지는 경우가 있고, 또, 20 이하임으로써 적절한 그림 흡광 계수를 실현하기 쉬운 경우가 있다.
- [0125] R^{101} 및 R^{102} 는 분기되어 있는 것이 바람직하고, 양방이 분기되어 있는 것이 더욱 바람직하다. 또, R^{101} 및 R^{102} 는 결합하여 고리형 구조를 형성해도 되고, $(A)^n$ 과 결합하여 고리 구조를 형성해도 된다.
- [0126] 일반식 (IV) 중의 R^{101} 및 R^{102} 의 일방이 탄소수 5 이하의 알킬기이어도, 다른 일방의 탄소수가 5 이상이고, R^1 의 탄소수가 2 이상인 경우와, R^{101} 및 R^{102} 의 양방이 탄소수 5 이하이어도 R^1 의 탄소수가 4 이상인 경우에는, 저극성 용매에 대한 용해성이 양호한 경우나 ϵC 값이 높은 경우가 있다.
- [0127] 또, R^{101} 및 R^{102} 의 일방 및 양방이 탄소수 5 이하의 알킬기이어도, R^2 의 탄소수나 $(A)^n$ 의 탄소수가 크면 저극성 용매에 대한 용해성이 양호한 경우나, ϵC 값이 높은 경우가 있다.
- [0128] 본 발명의 상기 일반식 (IV) 중, R^1 , R^2 , R^{101} 및 R^{102} 의 탄소수의 합계가 10 이상인 것이 바람직하고, 12 이상인 것이 더욱 바람직하다. 또, 30 이하인 것이 바람직하다. 탄소수의 합계가 10 이상임으로써, 용매에 대한 용해성이 향상되는 경우가 많고, 또, 30 이하로 함으로써 적절한 그림 흡광 계수를 실현하기 쉬운 경우가 있다.
- [0129] 본 발명의 헤테로 고리 아조 색소는 그림 흡광 계수의 점에서, 치환기를 갖는 경우에는 치환기를 포함하여, 그 분자량이 통상적으로 3000 이하, 바람직하게는 1500 이하이며, 또 통상적으로 300 이상이다.
- [0130] 상기 일반식 (I) 및 (IV) 로 나타내는 색소는, 예를 들어, 실시예에 기재된 방법으로 합성할 수 있는데, 적절한 공지된 방법으로 합성할 수 있다.
- [0131] 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소는 저극성 용매에 대한 용해성, 특히 탄화수소계 용매에 대한 용해성이 우수한 것을 특징으로 한다. 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소는 실온 (25 ℃) 에 있어서의 n-데칸에 대한 용해도가 통상적으로 1 질량% 이상, 바람직하게는 3 질량% 이상, 더욱 바람직하게는 5 질량% 이상이다. 용해도가 높으면 높을수록 바람직하데, 통상적으로 80 질량% 이하 정도이다.
- [0132] 또한, 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소는, 일렉트로 웨팅 디스플레이에 사용하는 경우, 그 원리에서 말하면 수불용성인 것이 바람직하다. 여기서 「수불용성」이란, 25 ℃, 1 기압의 조건하에 있어서의 물에 대한 용해도가 0.1 질량% 이하, 바람직하게는 0.01 질량% 이하인 것을 말한다.

- [0133] 또, 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소는 적색계의 색조를 띤다. 그 색소를 저극성 용매에 용해한 경우에 350 ~ 750 nm 파장역에 있어서의 흡수 극대 파장이 450 ~ 600 nm 의 범위 내에 있는 것이 바람직하고, n-데칸, 테트라데칸, 아이소파 G, 아이소파 M, 데칼린의 각 용매에 용해한 경우에 350 ~ 750 nm 파장역에 있어서의 흡수 극대 파장이 각각 450 ~ 600 nm 의 범위에 있는 것이 바람직하다. 몰 흡광 계수는 각각 $40000 \text{ (Lmol}^{-1} \text{cm}^{-1})$ 이상인 것이 바람직하다.
- [0134] 또한, 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소는, n-데칸, 테트라데칸, 아이소파 G, 아이소파 M, 데칼린의 각 용매에 용해했을 때의 흡수 극대 파장에 있어서의 몰 흡광 계수 ϵ ($\text{Lmol}^{-1} \text{cm}^{-1}$) 와, 상기 각 용매에서의 실온 (25 ℃) 에 있어서의 포화 용액의 농도 C (molL^{-1}) 의 곱 ϵC 의 값이, 모두 통상적으로 500 cm^{-1} 이상, 바람직하게는 1000 cm^{-1} 이상, 보다 바람직하게는 2000 cm^{-1} 이상이다. ϵC 값은 높을수록 바람직하고, 상한은 특별히 없지만, 통상적으로 40000 cm^{-1} 이하이다.
- [0135] 본 발명의 잉크 중에 있어서의 헤테로 고리 아조계의 색소의 농도에 대해서는, 그 목적에 따라 임의의 농도로 조제된다. 예를 들어, 일렉트로 웨팅 디스플레이용의 적색 색소로서 사용하는 경우, 통상적으로 1 질량% 이상의 농도로, 필요하게 되는 ϵC 값에 따라 용매에 희석하여 사용되는데, 바람직하게는 1 질량% 이상, 더욱 바람직하게는 1.5 질량% 이상이다. 농도는 높은 것이 바람직하지만 통상적으로 80 질량% 이하 정도이다.
- [0136] 본 발명의 잉크는 상기 헤테로 고리 아조계 색소를 적어도 1 종 포함하고, 2 종 이상을 임의의 조합 및 비율로 포함하고 있어도 된다.
- [0137] 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소는 저극성 용매에 대한 용해성이 우수하고, 높은 흡광 계수, 높은 내광성을 갖는 점에서, 디스플레이 재료, 특히 일렉트로 웨팅 디스플레이 재료로서 유용하다.
- [0138] 본 발명의 잉크 온도가 25 ℃ 일 때의 잉크 점도의 하한은 특별히 한정되지 않지만, 통상적으로 $0.1 \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$ 이상인 것이 바람직하다. 또, 상한은 $10000 \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$ 이하인 것이 바람직하고, $2000 \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$ 이하가 더욱 바람직하고, $1000 \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$ 이하인 것이 특히 바람직하다. 잉크의 점도가 너무 크면, 표시 장치의 구동에 지장을 초래하는 경우가 있다. 본 발명의 잉크 점도의 측정 방법은 실시예에 나타난다.
- [0139] 본 발명의 용매와, 그 용매와 색소 등을 포함하는 잉크의 비유전율이나 점도는, 용매와 잉크 값의 차이가 작은 것이, 표시 장치 등에서 사용할 때의 구동 특성에 대한 영향이 작아져 바람직하다. 따라서, 본 발명의 잉크는, 본 발명의 효과를 저해하지 않는 범위에서 필요에 따라, 또 각 용도에 적합한 임의의 첨가제를 포함하고 있어도 되는데, 용매의 특성을 변화시키지 않도록 하는 것이 바람직하다.
- [0140] (다른 색소)
- [0141] 본 발명의 잉크는, 상기 헤테로 고리 아조계 색소 외에, 원하는 색조로 하기 위해서 다른 색소를 포함하고 있어도 된다. 예를 들어, 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소에, 황색, 청색의 색소를 혼합하여 흑색으로 할 수도 있다.
- [0142] 본 발명의 잉크가 포함되어 있어도 되는 다른 색소로서는, 사용하는 용매에 대해 용해성·분산성을 갖는 색소 중에서, 본 발명의 효과를 저해하지 않는 범위에서 임의로 선택하는 것이 가능하다.
- [0143] 본 발명의 잉크를 일렉트로 웨팅 디스플레이용으로 사용하는 경우, 다른 색소로서는, 지방족 탄화수소계 용매 등의 저극성 용매에 용해되는 것 중에서, 임의의 색소를 선택하여 사용할 수 있다. 구체적으로는, 예를 들어, Oil Blue N (알킬아민 치환 안트라퀴논), Solvent Green, Solvent Blue, Sudan Blue, Sudan Red, Sudan Yellow, Sudan Black ; 국제 공개 제2009/063880호에 기재된 색소 ; 국제 공개 제2010/031860호에 기재된 색소 등을 들 수 있다. 이들 색소는 그 자체 이미 알려진 것으로, 시판품으로서 입수할 수 있다.
- [0144] 또, 본 발명의 잉크가 포함하고 있어도 되는 다른 색소로서는 피라졸디스아조계 색소, 알킬아민 치환 안트라퀴논계 색소, 본 발명에 규정된 이외의 헤테로 고리 아조계 색소가 바람직하고, 이들을 임의로 조합함으로써, 바람직한 흑색 잉크를 실현할 수 있다. 특히, 다른 색소로서 피라졸계 색소 및 알킬아민 치환 안트라퀴논계 색소 중 적어도 일방을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0145] 피라졸디스아조계 색소의 구체예로서는 특별히 한정은 없지만, 하기 일반식 (II) 로 나타내는 색소가 바람직하

다.

[화학식 8]



[일반식 (II) 중, R^9 는 탄소수 2 ~ 10 의 알킬기를 나타내고, R^{10} 은 탄소수 3 ~ 10 의 알킬기를 나타낸다. 또, 페닐기, 페닐렌기는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 된다.]

R^9 의 탄소수 2 ~ 10 의 알킬기로서는, 에틸기, 프로필기, 부틸기, 펜틸기, 헥실기, 헵틸기, 옥틸기, 노닐기, 데실기 등의 탄소수 2 ~ 10 의 직사슬 알킬기 ; 이소프로필기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, 2-에틸헥실기, 이소노닐기 등의 탄소수 3 ~ 10 의 분기 알킬기 ; 시클로프로필기, 시클로부틸기, 시클로펜틸기, 시클로헥실기, 시클로프로필메틸기, 시클로헥실메틸기, 4-부틸메틸시클로헥실기 등의 탄소수 3 ~ 10 의 고리형 알킬기 등을 들 수 있다.

R^9 로서는 에틸기, 프로필기, 부틸기, 펜틸기, 헥실기의 탄소수 2 ~ 5 의 직사슬의 알킬기가 특히 바람직하다.

R^{10} 은 R^9 에서 예시한 탄소수가 2 ~ 10 의 알킬기 중 탄소수가 3 ~ 10 의 알킬기와 동일한 의미이다. R^{10} 은 높은 그램 흡광 계수, 및 원료의 입수의 용이함의 점에서 탄소수가 3 ~ 6 의 알킬기가 바람직하다. 또 비극성 용매에 대한 용해성의 점에서 분기 알킬기가 바람직하고, R^{10} 으로서는 tert-부틸기가 가장 바람직하다.

R^9 및 R^{10} 은 임의의 치환기를 가져도 된다. 임의의 치환기의 예로서는, 저극성 용매에 대한 용해성을 저해하지 않는 치환기가 바람직하고, 예를 들어, 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자 등의 할로젠 원자 등을 들 수 있다.

일반식 (II) 중, 페닐기, 페닐렌기는 각각 독립적으로 치환기를 가져도 된다.

페닐기가 가지고 있어도 되는 치환기로서는, 탄화수소계 용매 등의 저극성 용매에 대한 용해성의 관점에서 비극성 치환기가 바람직하고, 탄소수가 1 ~ 10 의 알킬기, 탄소수가 1 ~ 10 의 알콕시기, 탄소수가 1 ~ 10 의 할로알킬기, 탄소수가 1 ~ 10 의 할로알콕시기 등을 들 수 있고, 그 중에서도, 탄소수가 1 ~ 10 의 알킬기 및/또는 탄소수가 1 ~ 10 의 알콕시기가 바람직하다.

탄소수가 1 ~ 10 의 알킬기로서는, 프로필기, 부틸기, 펜틸기, 헥실기, 헵틸기, 옥틸기, 노닐기, 데실기 등의 직사슬의 알킬기 ; 이소프로필기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, 이소옥틸기 등의 분기 사슬 알킬기, 시클로프로필기, 시클로펜틸기, 시클로헥실기, 시클로프로필메틸기 등의 시클로알칸 구조를 갖는 알킬기 등을 들 수 있다.

탄소수가 1 ~ 10 의 알콕시기로서는, 메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기, 부톡시기, 펜틸옥시기, 헥실옥시기, 헵틸옥시기, 옥틸옥시기, 노닐옥시기, 데실옥시기 등의 직사슬의 알콕시기 ; 이소프로폭시기, 이소부톡시기, sec-부톡시기, tert-부톡시기, 이소옥틸옥시기 등의 분기 사슬 알콕시기 ; 시클로프로폭시기, 시클로펜틸옥시기, 시클로헥실옥시기, 시클로프로필메틸옥시기 등의 시클로알칸 구조를 갖는 알콕시기 등을 들 수 있다.

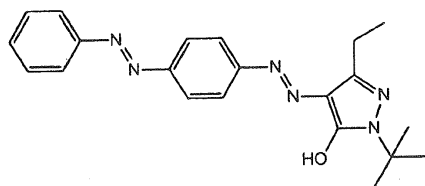
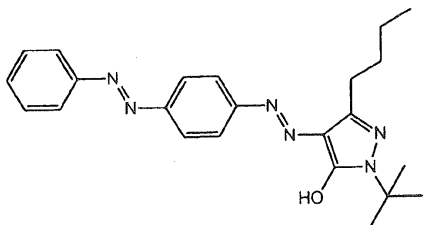
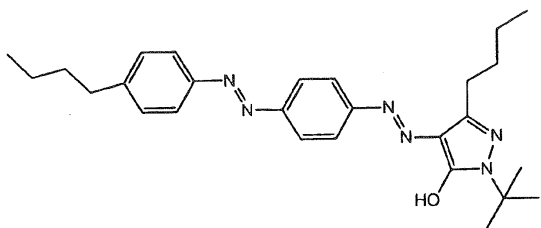
할로알킬기 및 할로알콕시기로서는, 상기의 알킬기 및 알콕시기가 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자 등의 할로젠 원자로 치환된 기이며, 구체적으로는, 트리플루오로메틸기, 펜타플루오로에틸기, 노나플루오로부틸기, 트리플루오로메톡시기 등을 들 수 있다.

페닐렌기가 가지고 있어도 되는 치환기로서는, 페닐기의 치환기로서 열거한 것과 동일한 기를 들 수 있고, 그 중에서도 탄소수가 1 ~ 10 의 알킬기 및/또는 탄소수가 1 ~ 10 의 알콕시기가 바람직하고, 특히 바람직한 치환기로서는, 예를 들어, 메틸기, 에틸기 등의 탄소수가 1 ~ 4 알킬기, 메톡시기, 에톡시기 등의 탄소수가 1 ~ 4 알콕시기를 들 수 있다.

이하에, 상기 일반식 (II) 로 나타내는 색소의 구체예를 나타내는데, 본 발명은 그 취지를 일탈하지 않는 한, 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0160] 상기 일반식 (Ⅱ) 로 나타내는 색소 중에서, 특히 바람직한 화합물로서는, 하기의 화합물을 들 수 있다.

[화학식 9]



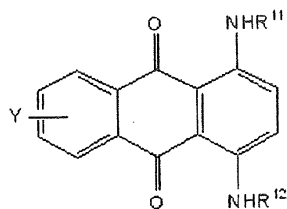
[0162]

[0163] 상기 일반식 (Ⅱ) 로 나타내는 색소는, 예를 들어, 국제 공개 제2009/063880호에 기재된 방법에 준거하여 합성할 수 있다.

[0164] 피라졸디스아조계 색소는 그램 흡광 계수의 점에서, 치환기를 갖는 경우에는 치환기도 포함하여, 그 분자량이 통상적으로 2000 이하, 바람직하게는 1000 이하이다.

[0165] 알킬아민 치환 안트라퀴논계 색소는 특별히 한정은 없지만, 하기 일반식 (Ⅲ) 으로 나타내는 색소가 바람직하다.

[화학식 10]



(I I I)

[0167]

[0168] [일반식 (Ⅲ) 중, Y 는 수소 원자 또는 COOR¹³ 기를 나타내고, R¹¹ ~ R¹³ 은 각각 독립적으로 치환기를 가져도 되는 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기를 나타내는데, R¹¹ ~ R¹³ 중 적어도 1 개는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 4 ~ 20 의 분기 알킬기이다. 또, 안트라퀴논 고리는 Y, NHR¹¹ 및 NHR¹² 이외에 임의의 치환기를 가져도 된다.]

[0169] R¹¹ ~ R¹³ 의, 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기로서는, 예를 들어, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기, 펜틸기, 헥실기, 헵틸기, 옥틸기, 노닐기, 데실기 등의 탄소수가 1 ~ 20, 바람직하게는 탄소수가 1 ~ 10 의 직사슬 알킬기 ; 이소프로필기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, 이소옥틸기 등의 탄소수가 3 ~ 20, 바람직하게는 탄소수가 3 ~ 10 의 분기 알킬기 ; 시클로프로필기, 시클로부틸기, 시클로펜틸기, 시클로헥실기, 시클로프로필메틸

기, 시클로헥실메틸기, 4-부틸메틸시클로헥실기 등의 탄소수가 3 ~ 20, 바람직하게는 탄소수가 3 ~ 10 의 고리형 알킬기 등을 들 수 있다.

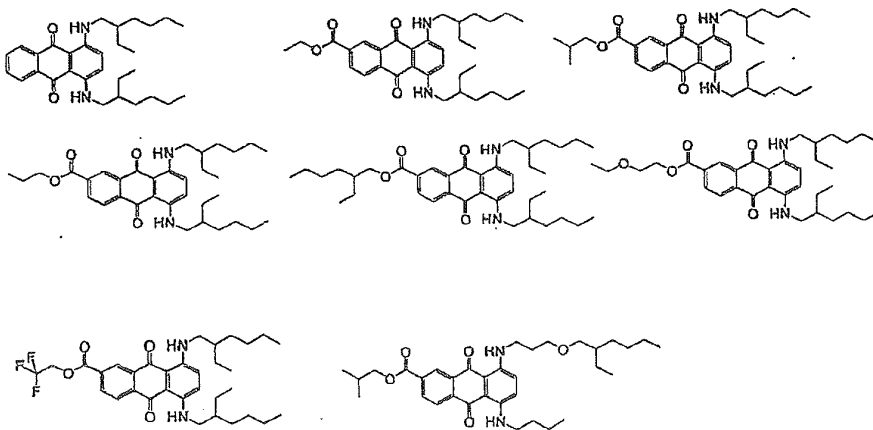
[0170] $R^{11} \sim R^{13}$ 중 적어도 하나는 치환기를 가져도 되는 탄소수가 4 ~ 20 의 분기 알킬기이다. 구체적으로는, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, 이소옥틸기를 들 수 있다. 바람직하게는, sec-부틸기, tert-부틸기, 이소옥틸기 등의 탄소수가 4 ~ 10 의 분기 알킬기를 들 수 있다.

[0171] $R^{11} \sim R^{13}$ 의 탄소수가 1 ~ 20 의 알킬기 및 탄소수가 4 ~ 20 의 분기 알킬기는 추가로 치환기를 가지고 있어도 된다. 이와 같은 치환기로서는, 저극성 용매에 대한 용해성에서 저극성의 치환기가 바람직하고, 보다 구체적으로는, 예를 들어, 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자 등의 할로겐 원자 ; 메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기, 부톡시기, 이소부톡시기, sec-부톡시기, tert-부톡시기 등의 탄소수가 1 ~ 10 의 알콕시기 등을 들 수 있다.

[0172] 또한, 일반식 (III) 에 있어서의 안트라퀴논 고리는 Y, NHR^{11} 및 NHR^{12} 이외에 임의의 치환기를 가지고 있어도 된다. 이러한 치환기로서는, 예를 들어, 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자 등의 할로겐 원자 ; 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 부틸기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기 등의 탄소수가 1 ~ 10 의 알킬기 등을 들 수 있다.

[0173] 이하에, 상기 일반식 (III) 으로 나타내는 색소의 바람직한 구체예를 나타내는데, 본 발명은 그 취지를 일탈하지 않는 한, 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0174] [화학적 11]



[0175] 상기 일반식 (III) 으로 나타내는 색소는, 예를 들어, 일본 공개특허공보 2000-313174호에 기재된 방법에 준거하여 합성할 수 있다.

[0177] 이상으로 설명한 본 발명의 알킬아민 치환 안트라퀴논계 색소는, 그램 흡광 계수의 점에서, 치환기를 갖는 경우에는 치환기도 포함하여, 그 분자량이 통상적으로 2000 이하, 바람직하게는 1000 이하이며, 또, 통상적으로 300 이상, 바람직하게는 400 이상이다.

[0178] 일반식 (II) 및 (III) 을 포함하는 잉크 중에 있어서의 색소의 농도에 대해서는, 그 목적에 따라 임의의 농도로 조제된다. 일렉트로 웨팅 디스플레이용의 색소로서 사용하는 경우, 통상적으로 0.2 질량% 이상의 농도로, 필요하게 되는 εC 값에 따라 저극성 용매에 희석하여 사용되는데, 바람직하게는 1 질량% 이상, 더욱 바람직하게는 5 질량% 이상이다. 농도는 높은 것이 바람직하지만 통상적으로 40 질량% 이하 정도이다.

[0179] 본 발명에 있어서, 바람직한 흑색 잉크를 실현하기 위해서, 상기 일반식 (I), (II) 및 (III) 의 색소를 포함하는 것이 바람직하다. 이들 색소를 포함함으로써, 가시광 영역 내의 넓은 파장 범위에 있어서 높은 광 흡수를 실현할 수 있다. 또, 이들 색소를 혼합하여 사용한 경우에도, 용매에 대한 용해성이 저하되지 않고 높은 용해성을 나타내는 점에서 우수하다. 또한, 이들 색소를 혼합하여 사용한 경우에도 내광성이 악화되지 않고, 높은 내광성을 나타내는 점에서 우수하다.

[0180] 또한, 본 발명의 잉크는, 본 발명의 효과를 저해하지 않는 범위에서, 필요에 따라, 또 각 용도에 적합한 임의의

첨가제를 포함하고 있어도 된다.

[0181] (용도)

[0182] 본 발명의 잉크는 디스플레이용 잉크에 바람직하게 사용된다. 디스플레이로서는, 잉크를 포함하는 표시 부위를 가지며, 표시 부위의 전압 인가를 제어함으로써 화상을 표시하는 디스플레이, 전압 인가에 의해 착색 상태를 변화시킴으로써 화상을 표시하는 디스플레이, 표시 부위에 전기 영동 입자 또는 수성 매체를 사용하여 표시를 하게 하는 디스플레이에 특히 유용하다.

[0183] 여기서, 전기 영동 입자란 전하를 띤 입자이며, 색을 가지고 있어도 되고, 표시 부위에 복수 종류의 전기 영동 입자를 포함하고 있어도 된다. 또, 수성 매체는 색을 가지고 있어도 되는 유체이며, 표시 부위에 복수 종류의 수성 매체를 가지고 있어도 된다. 수성 매체란, 물, 비대전성 (non-charged) 의 액체, 물과 친화성이 있는 액체, 물과 표면 장력이 유사한 액체를 들 수 있고, 예를 들어 디올, 트리올 등의 알코올류, 알칼리 금속 할로겐화물 등의 무기 염을 함유하는 액체 등을 들 수 있다.

[0184] 또, 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소 및 잉크는 일렉트로 웨팅 방식의 디스플레이 또는 전기 영동 방식의 디스플레이에 사용되는 잉크로서 특히 유용하다.

[0185] 또, 본 발명의 헤테로 고리 아조계 색소와 다른 색소와 조합함으로써, 흑색의 색상이 우수한 양호한 흑색 잉크를 제공하는 것도 가능하고, 광 서터로서 기능하는 부제로서도 유용하다.

[0186] 본 발명의 잉크는, 디스플레이를 갖는 표시 장치이면, 어떠한 장치에도 사용하는 것이 가능하지만, 전자 페이퍼 용으로 사용하는 것이 특히 유용하다.

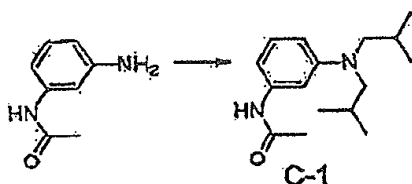
[0187] 디스플레이의 방식으로서, 일렉트로 웨팅법, 전기 영동법 등이 예시된다. 디스플레이의 용도로서는, 컴퓨터용, 전자 페이퍼용, 전자 잉크용 등 여러 가지의 것을 들 수 있고, 기존의 액정 표시 디스플레이의 용도의 대부분을 대체할 수 있는 가능성이 있다. 본 발명의 잉크는 그 중에서도, 일렉트로 웨팅 디스플레이용의 잉크로서 특히 바람직하다.

[0188] 실시예

[0189] 이하에 실시예, 비교예를 들어 본 발명을 보다 구체적으로 설명하는데, 본 발명은 이하의 실시예에 전혀 한정되는 것은 아니다.

[0190] <중간체 C-1 의 합성>

[0191] [화학식 12]

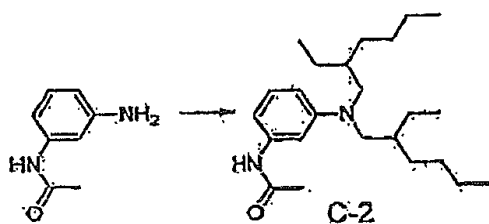


[0192]

[0193] m-아미노아세트아닐리드 (8.4 g, 56 mmol), N-메틸-2-피롤리돈 (70 ml), 요오드화이소부틸 (25.7 g, 139 mmol), 탄산칼륨 (23.0 g, 166 mmol) 의 혼합물을 140 ℃ 에서 13 시간 교반했다. 방랭 후, 탈염수를 첨가하여 생긴 결정을 여과 채취하고, 메탄올로부터 재결정하여 C-1 (5.2 g, 수율 35 %) 을 얻었다.

[0194] <중간체 C-2 의 합성>

[0195] [화학식 13]

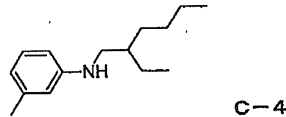
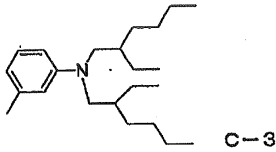


[0196]

[0197] m-아미노아세트아닐리드 (13.0 g, 87 mmol), N,N-디메틸포름아미드 (60 ml), 1-브로모-2-에틸헥산 (50.4 g, 261 mmol), 탄산칼륨 (49.5 g, 358 mmol) 의 혼합물을 140 °C 에서 14 시간 교반했다. 방랭 후, 여과하고, 여과액에 물을 첨가하여 톨루엔으로 추출했다. 얻어진 유기층을 농축한 후 실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, C-2 (17.4 g, 수율 54 %) 를 얻었다.

[0198] <중간체 C-3, C-4 의 합성>

[0199] [화학식 14]

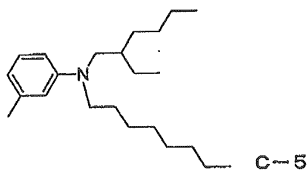


[0200]

[0201] m-아미노톨루이딘 (10.0 g, 93 mmol), N,N-디메틸포름아미드 (50 ml), 1-브로모-2-에틸헥산 (54.1 g, 280 mmol), 탄산칼륨 (51.6 g, 373 mmol) 의 혼합물을 110 °C 에서 15 시간 교반했다. 방랭 후, 여과하고, 여과액에 물을 첨가하여 톨루엔으로 추출했다. 얻어진 유기층을 농축한 후 실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, C-3 (24.8 g, 수율 80 %), C-4 (5.0 g, 수율 20 %) 를 얻었다.

[0202] <중간체 C-5 의 합성>

[0203] [화학식 15]

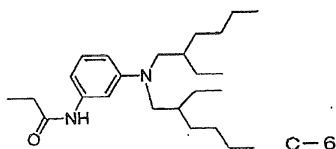


[0204]

[0205] C-4 (5.0 g, 23 mmol), N,N-디메틸포름아미드 (28 ml), 1-브로모-옥탄 (6.6 g, 34 mmol), 탄산칼륨 (6.3 g, 46 mmol) 의 혼합물을 120 °C 에서 12 시간 교반했다. 방랭 후, 여과하고, 여과액에 물을 첨가하여 톨루엔으로 추출했다. 얻어진 유기층을 농축한 후 실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, C-5 (2.2 g, 수율 29.1 %) 를 얻었다.

[0206] <중간체 C-6 의 합성>

[0207] [화학식 16]

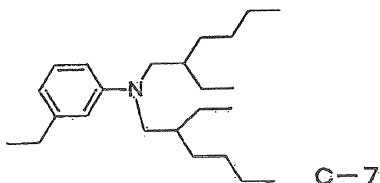


[0208]

[0209] N-(3-아미노페닐)프로판아미드 (10.0 g, 61 mmol), N,N-디메틸포름아미드 (50 ml), 1-브로모-2-에틸헥산 (35.3 g, 183 mmol), 탄산칼륨 (33.7 g, 244 mmol) 의 혼합물을 110 °C 에서 24 시간 교반했다. 방랭 후, 여과하고, 여과액에 물을 첨가하여 톨루엔으로 추출했다. 얻어진 유기층을 농축한 후 실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, C-6 (7.6 g, 수율 32 %) 을 얻었다.

[0210] <중간체 C-7 의 합성>

[0211] [화학식 17]

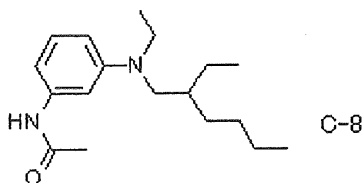


[0212]

[0213] 3-에틸아닐린 (10.0 g, 83 mmol), N,N-디메틸포름아미드 (50 ml), 1-브로모-2-에틸헥산 (47.8 g, 248 mmol), 탄산칼륨 (45.6 g, 330 mmol) 의 혼합물을 110 °C 에서 24 시간 교반했다. 방랭 후, 여과하고, 여과액에 물을 첨가하여 톨루엔으로 추출했다. 얻어진 유기층을 농축한 후 실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, C-7 (6.3 g, 수율 22 %) 을 얻었다.

[0214] <중간체 C-8 의 합성>

[0215] [화학식 18]

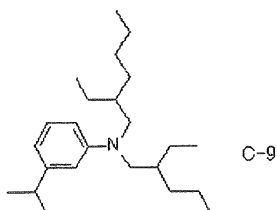


[0216]

[0217] 상기에서 얻은 C-4 (9.7 g, 37 mmol), N-메틸피롤리돈 37 ml, 요오도에탄 11.8 g (76 mmol), 탄산나트륨 8.0 g (75 mmol) 의 혼합물을 70 °C 에서 3.5 시간 교반했다. 방랭 후, 여과하고, 여과액에 물을 첨가하여 톨루엔으로 추출했다. 얻어진 유기층을 농축한 후 실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, C-8 (8.6 g, 수율 80 %) 을 얻었다.

[0218] <중간체 C-9 의 합성>

[0219] [화학식 19]

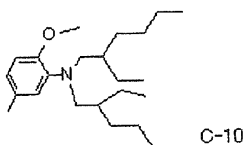


[0220]

[0221] 3-이소프로필아닐린 (10.0 g, 74 mmol), N,N-디메틸포름아미드 (50 ml), 1-브로모-2-에틸헥산 (42.8 g, 220 mmol), 탄산칼륨 (40.9 g, 300 mmol) 의 혼합물을 140 °C 에서 20 시간 교반했다. 방랭 후, 여과하고, 여과액에 물을 첨가하여 톨루엔으로 추출했다. 얻어진 유기층을 농축한 후 실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, C-9 (8.56 g, 수율 32 %) 를 얻었다.

[0222] <중간체 C-10 의 합성>

[0223] [화학식 20]



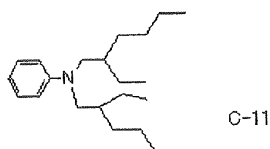
[0224]

[0225] 2-메틸-5-메톡시아닐린 (25.3 g, 184.5 mmol), N,N-디메틸포름아미드 (100 ml), 1-브로모-2-에틸헥산 (145 g, 752 mmol), 탄산칼륨 (90.1 g, 652 mmol), 요오드화칼륨 (9.3 g, 56 mmol) 의 혼합물을 6 시간 가열 환류 교반했다. 방랭 후, 여과하고, 여과액에 물을 첨가하여 톨루엔으로 추출했다. 얻어진 유기층을 농축한 후

실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, C-10 (11.7 g, 수율 18 %) 을 얻었다.

[0226] <중간체 C-11 의 합성>

[0227] [화학식 21]

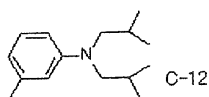


[0228]

[0229] 아닐린 (25.0 g, 270 mmol), N,N-디메틸포름아미드 (50 ml), 1-브로모-2-에틸헥산 (156 g, 805 mmol), 탄산칼륨 (148 g, 1.1 mol) 의 혼합물을 140 °C 에서 18 시간 교반했다. 방랭 후, 여과하고, 여과액에 물을 첨가하여 톨루엔으로 추출했다. 얻어진 유기층을 농축한 후 실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, C-11 (36.2 g, 수율 42 %) 을 얻었다.

[0230] <중간체 C-12 의 합성>

[0231] [화학식 22]



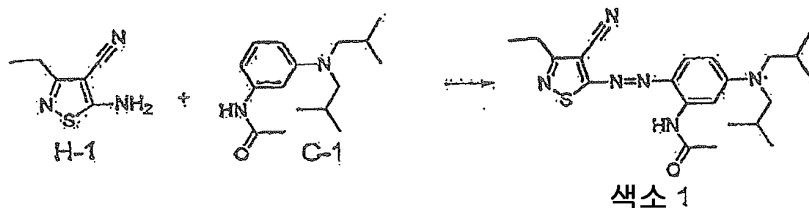
[0232]

[0233] m-톨루이딘 (10.0 g, 93 mmol), N,N-디메틸포름아미드 (50 ml), 1-브로모-2-메틸프로판 (38.4 g, 280 mmol), 탄산칼륨 (51.6 g, 373 mmol) 의 혼합물을 110 °C 에서 16 시간 교반했다. 방랭 후, 여과하고, 여과액에 물을 첨가하여 톨루엔으로 추출했다. 얻어진 유기층을 농축한 후 실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, C-12 (8.90 g, 수율 43 %) 를 얻었다.

[0234] [실시예 1]

[0235] <색소 1 의 합성>

[0236] [화학식 23]

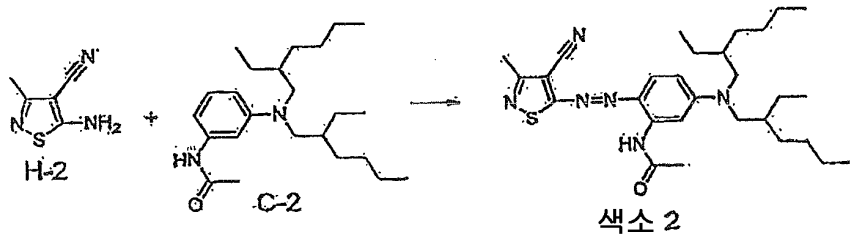


[0237]

[0238] H-1 (0.50 g, 3.3 mmol), 빙초산 (3 ml), 프로피온산 (0.7 ml), 황산 (2.7 ml), 탈염수 (0.3 ml) 의 혼합물을 빙욕으로 냉각시키고, 계내 1 °C 에서 44 wt% 니트로실황산 (1.0 g, 3.6 mmol) 을 적하한 후, 계내 0 ± 5 °C 를 유지하여 1 시간 교반하여 디아조액을 얻었다. 별도의 용기에 C-1 (0.81 g, 3.1 mmol), 테트라하이드로푸란 (40 ml), 숯판산 (0.06 g, 0.6 mmol), 아세트산나트륨 (5.7 g) 을 취하고, 빙랭하에서 디아조액을 계내 0 ± 5 °C 를 유지하면서 적하했다. 도중 얼음과 테트라하이드로푸란 (40 ml) 을 추가했다. 적하 종료 후, 아세트산나트륨 수용액을 첨가하여 pH 4 로 조정했다. 톨루엔으로 추출 후, 감압 농축하고, 실리카겔 칼럼 크로마토그래피로 정제하여, 색소 1 (0.45 g, 수율 32 %) 을 얻었다.

[0239] <색소 2 의 합성>

[0240] [화학식 24]

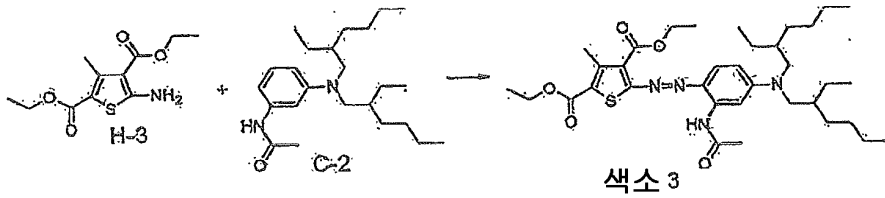


[0241]

[0242] H-2 와 C-2 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 2 를 합성했다.

[0243] <색소 3 의 합성>

[0244] [화학식 25]

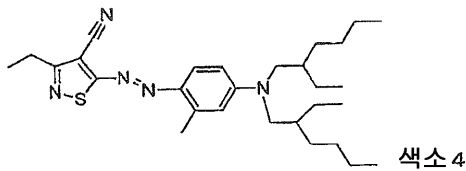


[0245]

[0246] H-3 과 C-2 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 3 을 합성했다.

[0247] <색소 4 의 합성>

[0248] [화학식 26]

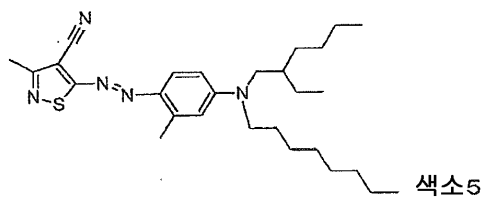


[0249]

[0250] H-1 과 C-3 으로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 4 를 합성했다.

[0251] <색소 5 의 합성>

[0252] [화학식 27]

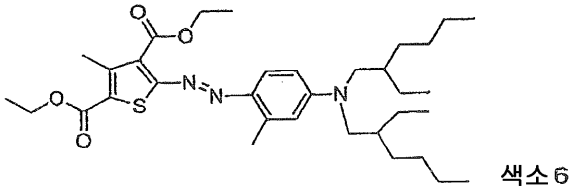


[0253]

[0254] H-2 와 C-5 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 5 를 합성했다.

[0255] <색소 6 의 합성>

[0256] [화학식 28]

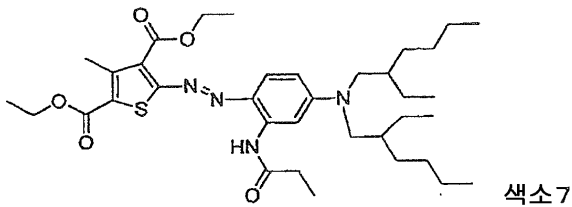


[0257]

[0258] H-3 과 C-3 으로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 6 을 합성했다.

[0259] <색소 7 의 합성>

[0260] [화학식 29]

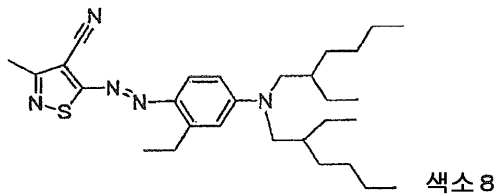


[0261]

[0262] H-3 과 C-6 으로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 7 을 합성했다.

[0263] <색소 8 의 합성>

[0264] [화학식 30]

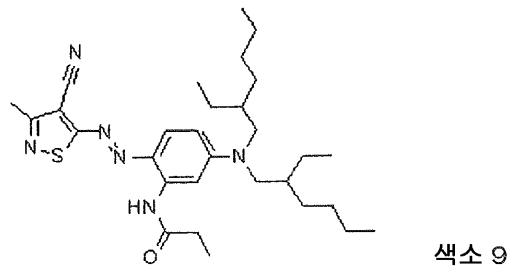


[0265]

[0266] H-2 와 C-7 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 8 을 합성했다.

[0267] <색소 9 의 합성>

[0268] [화학식 31]

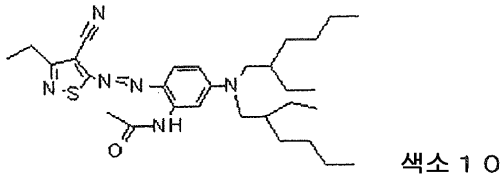


[0269]

[0270] H-2 와 C-6 으로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 9 를 합성했다.

[0271] <색소 10 의 합성>

[0272] [화학식 32]

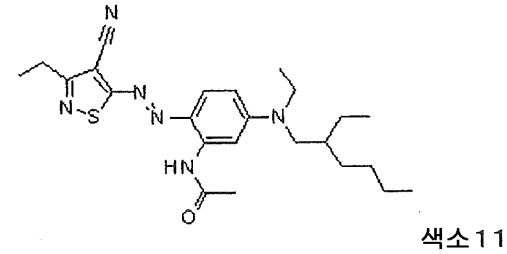


[0273]

[0274] H-1 과 C-2 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 10 을 합성했다.

[0275] <색소 11 의 합성>

[0276] [화학식 33]

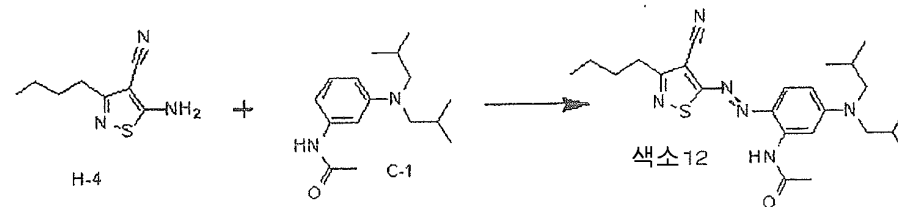


[0277]

[0278] H-1 과 C-8 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 11 을 합성했다.

[0279] <색소 12 의 합성>

[0280] [화학식 34]

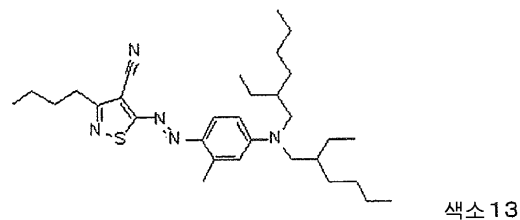


[0281]

[0282] H-4 와 C-1 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 12 를 합성했다.

[0283] <색소 13 의 합성>

[0284] [화학식 35]

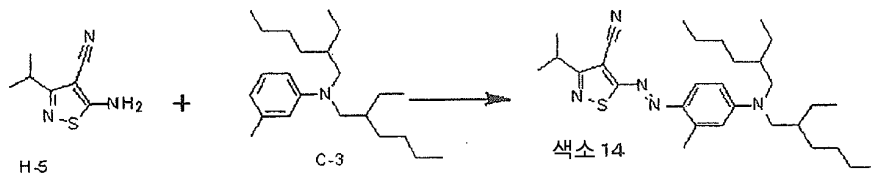


[0285]

[0286] H-4 와 C-3 으로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 13 을 합성했다.

[0287] <색소 14 의 합성>

[0288] [화학식 36]

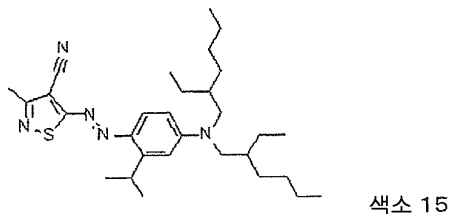


[0289]

[0290] H-5 와 C-3 으로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 14 를 합성했다.

[0291] <색소 15 의 합성>

[0292] [화학식 37]

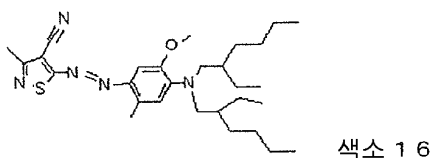


[0293]

[0294] H-2 와 C-9 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 15 를 합성했다.

[0295] <색소 16 의 합성>

[0296] [화학식 38]

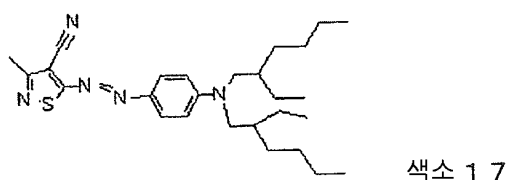


[0297]

[0298] H-2 와 C-10 으로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 16 을 합성했다.

[0299] <색소 17 의 합성>

[0300] [화학식 39]

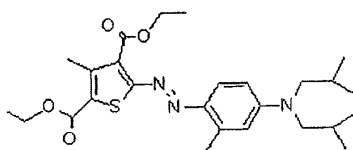


[0301]

[0302] H-2 와 C-11 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 17 을 합성했다.

[0303] <색소 18 의 합성>

[0304] [화학식 40]

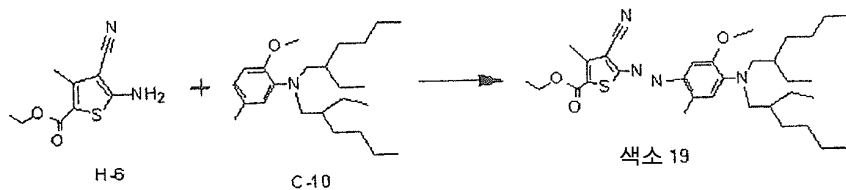


[0305]

[0306] H-3 과 C-12 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 18 을 합성했다.

[0307] <색소 19 의 합성>

[0308] [화학식 41]

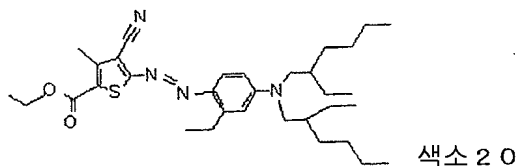


[0309]

[0310] H-6 과 C-10 으로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 19 를 합성했다.

[0311] <색소 20 의 합성>

[0312] [화학식 42]



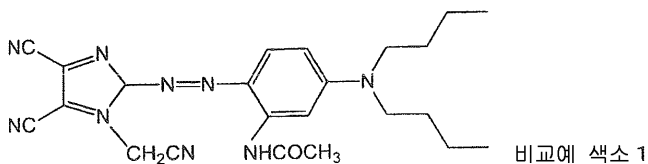
[0313]

[0314] H-6 과 C-7 로부터, 색소 1 의 합성과 동일한 조작으로 색소 20 을 합성했다.

[0315] <비교예 색소 1>

[0316] 일본 공개특허공보 평02-241784호에 기재된 화합물 No. 28 을 비교예 색소 1 로서 합성했다.

[0317] [화학식 43]

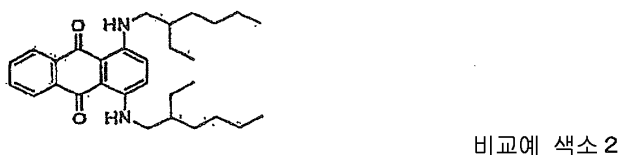


[0318]

[0319] <비교예 색소 2>

[0320] 국제 공개 2010/031860호 및 일본 공개특허공보 평11-124510호의 실시예 1 을 준용하여 비교예 색소 2 를 합성했다.

[0321] [화학식 44]

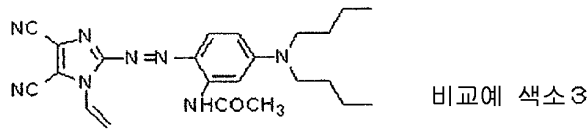


[0322]

[0323] <비교예 색소 3>

[0324] 일본 공개특허공보 평01-136787호의 화합물 M-2 를 비교예 색소 3 으로서 합성했다.

[0325] [화학식 45]



[0326]

[0327] <시험 결과>

[0328] 색소 1 ~ 20, 비교예 색소 1 ~ 3 에 대해, n-데칸, 테트라데칸, 아이소파 M, 아이소파 G, 및 데칼린에 대한 용해성 시험, 그리고 내광성 시험을 실시했다.

[0329] n-데칸에서의 용액의 색, 흡수 극대 파장 (λ_{max}), 용해도 및 ϵC 를 표 3 에, 동일하게 테트라데칸에서의 시험 결과를 표 4 에, 아이소파 M 에서의 시험 결과를 표 5 에, 아이소파 G 에서의 시험 결과를 표 6 에, 데칼린에서의 시험 결과를 표 7 에, 추가로 각 용매에 대한 내광성 시험 결과를 표 8 에 정리했다.

[0330] <용해성 시험>

[0331] 각 색소의 n-데칸, 테트라데칸, 아이소파 M, 아이소파 G, 데칼린에 대한 용해성을 다음과 같이 측정했다. 각 용매에 색소를 각각 용해 잔존분이 생길 때까지 첨가하고, 30 도에서 30 분간 초음파 처리를 했다. 5 ℃ 에서 24 시간 방치 후, 초소형 원심기를 사용하여, 0.1 미크론의 필터로 원심 여과했다 (원심력 5200 xg). 얻어진 포화 용액을 적당한 농도로 희석하고, 미리 측정한 흡광 계수와의 관계로부터 각 색소의 용해도를 계산하고, 또 물 흡광 계수 ϵ ($Lmol^{-1}cm^{-1}$) 와 포화 용액의 농도 C ($molL^{-1}$) 의 곱 ϵC 의 값을 구했다.

[0332] <내광성 시험>

[0333] 각 색소의 내광성을 다음과 같이 측정했다. 색소 각각 1 mg 을 n-데칸, 테트라데칸, 아이소파 M, 아이소파 G, 각각 250 ml 에 용해하고, 이공 과학 산업 주식회사 제조의 광 반응 장치 UVL-400HA (400 W 고압 수은 램프) 를 사용하여 2 시간 광 조사했다. 이러한 동안, 용기를 냉매로 냉각시켜 내부 온도를 10 ~ 30 ℃ 로 유지했다. 하기 식에 의한 계산으로 색소의 잔존률을 결정하여, 내광성을 평가했다.

[0334] * 색소의 잔존률 = (조사 후의 흡수 극대 파장에 있어서의 흡광도)/(조사 전의 흡수 극대 파장에 있어서의 흡광도)

표 3

n-데칸에 대한 용해성 시험 결과

색소	색조	λ max	용해도	ϵ C(cm ⁻¹)
색소 1	적	538nm	1. 1%	1000
색소 2	적	543nm	7. 9%	6600
색소 3	적	537nm	2. 4%	1300
색소 4	적	527nm	6. 6%	5700
색소 5	적	523nm	2. 1%	1300
색소 6	적	504nm	8. 4%	3200
색소 7	적	536nm	10. 3%	5700
색소 8	적	533nm	10%	6500
색소 9	적	543nm	13%	11000
색소 10	적	543nm	20%	17000
색소 11	적	535nm	4. 2%	4300
색소 12	적	543nm	5. 7%	4100
색소 13	적	527nm	5. 9%	3700
색소 14	적	527nm	4. 8%	2800
색소 15	적	535nm	9. 7%	8300
색소 16	적	563nm	3. 7%	2300
색소 17	적	523nm	9. 2%	12000
색소 18	적	498nm	1. 7%	1000
색소 19	적	579nm	8. 2%	7900
색소 20	적	546nm	9. 7%	6000
비교예 색소 1	적	525nm	0. 01%이하	10 이하
비교예 색소 2	청	652nm	6. 6%	2000
비교예 색소 3	무색	측정 불가능	0. 01%이하	10 이하

[0335]

표 4

테트라데칸에 대한 용해성 시험 결과

색소	색조	λ max	용해도	ϵ C(cm ⁻¹)
색소 2	적	545nm	5. 4%	4900
색소 4	적	530nm	6. 8%	5200
색소 7	적	538nm	9. 7%	5400
색소 8	적	534nm	3. 9%	2800
색소 9	적	544nm	8. 5%	7400
색소 10	적	544nm	19%	16700
비교예 색소 2	청	651nm	5. 7%	1600
비교예 색소 3	무색	측정 불가능	0. 01% 이하	10 이하

[0336]

표 5

아이소파 M 에 대한 용해성 시험 결과

색소	색조	λ max	용해도	ϵ C(cm ⁻¹)
색소 2	적	544nm	4. 32%	4000
색소 4	적	530nm	8. 51%	6000
색소 7	적	536nm	10%	6300
색소 8	적	534nm	3. 4%	2500
색소 9	적	544nm	9. 8%	8900
색소 10	적	542nm	20%	18600
비교예 색소 2	청	650nm	3. 6%	1000
비교예 색소 3	무색	측정 불가능	0. 01% 이하	10 이하

[0337]

표 6

아이소파 G 에 대한 용해성 시험 결과

색소	색조	λ max	용해도	ϵ C(cm ⁻¹)
색소 2	적	542nm	5. 7%	5000
색소 4	적	526nm	7. 4%	4900
색소 7	적	535nm	10%	6000
색소 8	적	533nm	5. 17%	3600
색소 9	적	543nm	13. 3%	11500
색소 10	적	542nm	20%	18600
비교예 색소 2	청	649nm	4. 3%	1200
비교예 색소 3	무색	측정 불가능	0. 01% 이하	10 이하

[0338]

표 7

데칼린에 대한 용해성 시험 결과

색소	색조	λ max	용해도	ϵ C(cm ⁻¹)
색소 2	적	547nm	24. 5%	24000
색소 4	적	534nm	6. 5%	5200
색소 9	적	547nm	9. 1%	8500
색소 10	적	546nm	6. 7%	6600
비교예 색소 2	청	645nm	9. 98%	3400
비교예 색소 3	적	520nm	0. 01% 이하	10 이하

[0339]

표 8

내광성 시험 결과

색소	용매			
	n-데칸	테트라데칸	아이소파 M	아이소파 G
색소 1	97%			
색소 2	97%	94%	100%	100%
색소 3	92%			
색소 4	96%	82%	95%	98%
색소 7	98%	81%	87%	98%
색소 10	99%			
비교예 색소 1	45%			
비교예 색소 2	92%	99%	90%	85%
비교예 색소 3	76%			

[0340]

[0341] 시험 결과로부터, 색소 1 ~ 20 은, 동등한 색조를 나타내는 비교예 색소 1, 3 과 비교하여, 저극성 용매에 대해 매우 높은 용해도와 높은 ϵC 를 나타내고, 양호한 내광성을 갖는 것을 알 수 있었다. 또한, 안트라퀴논계 색소인 비교예 색소 2 는, λ_{max} 가 크고, ϵC 의 값이 낮았다.

[0342] [실시예 2]

[0343] <잉크 1 의 조제>

[0344] 색소 4 그리고 하기에 기재한, 황색 색소 2, 청색 색소 1 및 청색 색소 2 로 이루어지는 하기 배합의 색소 조성물-1 을, n-데칸 (토요 화성 공업사 제조) 1.28 g 에 용해시켜 흑색의 잉크 1 을 조제했다. 배합은 표 9 와 같이 했다.

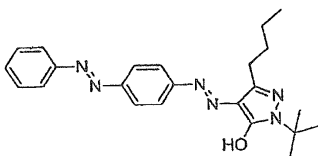
[0345] <잉크 2 의 조제>

[0346] 색소 2 그리고 하기에 기재한, 황색 색소 1 및 청색 색소 2 로 이루어지는 하기 배합의 색소 조성물-2 를, n-데칸 (토요 화성 공업사 제조) 30.0 g 에 용해시켜 흑색의 잉크 2 를 조제했다. 배합은 표 9 와 같이 했다.

[0347] <황색 색소 1>

[0348] 국제 공개 제2009/063880호의 실시예 1 에 준거하여, 이하 화합물을 합성했다.

[0349] [화학식 46]

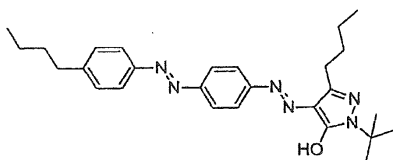


[0350]

[0351] <황색 색소 2>

[0352] 국제 공개 제2009/063880호의 실시예 2 에 준거하여, 이하 화합물을 합성했다.

[0353] [화학식 47]

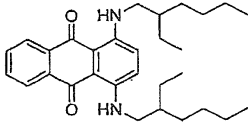


[0354]

[0355] <청색 색소 1>

[0356] 국제 공개 2010/031860호의 실시예 1 에 준거하여, 이하 화합물을 합성했다.

[0357] [화학식 48]

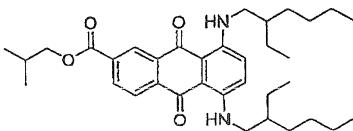


[0358]

[0359] <청색 색소 2>

[0360] 일본 공개특허공보 2000-313174호의 실시예 3 에 준거하여, 이하 화합물을 합성했다.

[0361] [화학식 49]



[0362]

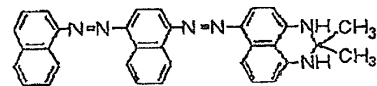
[0363] <비교예 잉크>

[0364] n-데칸에 시판되는 유용성 흑색 염료인 Sudan Black B (토쿄 화성 공업사 제조) 를 용해 잔존분이 생길 때까지 첨가하여, 30 도에서 30 분간 초음파 처리를 했다. 5 °C 에서 24 시간 방치 후, 초소형 원심기를 사용하여, 0.1 마이크론의 필터로 원심 여과했다 (원심력 5200 xg). 얻어진 n-데칸 포화 용액을 적당한 농도로 희석하고, 미리 측정된 흡광 계수와와의 관계로부터 색소의 용해도를 계산한 결과, 0.13 % 가 되었다.

[0365] Sudan Black B 의 데칸 포화 용액을 조제하여, 비교예 잉크로 했다.

[0366] * Sudan Black B

[0367] [화학식 50]



[0368]

표 9

	용매	적색 색소	황색 색소	청색 색소		흑색 염료
잉크 1	n- 데칸 1.28g	색소 4 153mg	황색색소2 93mg	청색색소1 122mg	청색색소2 360mg	-
잉크 2	n- 데칸 30.0g	색소 2 1.21g	황색색소1 1.93g	청색색소2 7.20g	-	-
비교예 잉크	n- 데칸 10.0g	-	-	-	-	Sudan Black B 13.0mg

[0369]

[0370] <색상 평가>

[0371] 흑색 잉크 1, 2 및 비교예 잉크를 광로장 0.01 mm 의 셀을 사용하여 스펙트럼을 측정하고, 히타치 분광 광도계 U-4100 부속의 색채 계산 프로그램을 이용하여 D65 광원, 시야각 2 도의 조건에서 측색을 실시함으로써, 색상을 정량적으로 평가했다. 또한, CIE 표색계 색도 $L^*a^*b^*$ 에 있어서, L^* 는 명도를 나타내고, $L^* = 0$ 은 흑, $L^* = 100$ 은 백의 확산색을 나타낸다. 따라서, L^* 의 값이 0 에 가까울수록, 흑색으로서는 바람직하다.

[0372] 잉크 1, 2 및 비교예 잉크의 색채 계산 결과를 표 10 에 나타낸다.

표 10

	용매	색채 계산 결과		
		L*	a*	b*
잉크 1	n-데칸	0.088	0.40	0.092
잉크 2	n-데칸	1.18	2.58	1.36
비교예 잉크	n-데칸	95.2	1.13	-1.04

[0373]

[0374] 표 10 으로부터 잉크 1, 2 는, 비교예 잉크와 비교하여 L* 의 값이 0 에 가깝고, 흑색의 색상이 우수한 양호한 흑색 잉크인 것을 알 수 있다.

[0375] [실시예 3]

[0376] <적색 잉크의 조제>

[0377] 표 11 에 나타낸 조성으로 색소를 용매에 용해하여, 적색의 잉크 3 ~ 9 를 조제했다. 어느 조성에서도 색소는 용매에 완전하게 용해되었다.

표 11

	색소	용매	용매량	색소량	농도
잉크 3	색소 2	테트라데칸	19.6g	0.40g	2%
잉크 4	색소 2	자일렌	19.6g	0.40g	2%
잉크 5	색소 4	아이소파 M	19.9g	0.40g	2%
잉크 6	색소 8	아이소파 G	19.6g	0.40g	2%
잉크 7	색소 9	데칼린	19.7g	0.40g	2%
잉크 8	색소 10	n-데칸	19.6g	0.40g	2%
잉크 9	색소 10	n-데칸	18.1g	1.00g	5%

[0378]

[0379] <점도 측정>

[0380] 잉크 3 ~ 9 및 그 잉크의 용매의 점도를, CAC MATERIALS CO. Ltd 제조의 점도계 VISCOMATE MODEL VM-10A 를 이용하여 측정했다. 측정은 용매 및 잉크의 액온 25 °C 를 목표로 실시하고, 표 12 중 기재된 온도는 실제의 측정시의 액온을 나타낸다.

표 12

	용매		잉크	
	점도 / m ² s ⁻¹	온도 / °C	점도 / m ² s ⁻¹	온도 / °C
잉크 3	2.90	27.4	1.87	24.5
잉크 4	1.03	27.6	0.74	26.1
잉크 5	2.05	27.5	2.97	25.9
잉크 6	0.87	27.5	1.04	26.4
잉크 7	2.97	27.4	2.57	26.7
잉크 8	1.11	28.1	0.87	27.4
잉크 9	1.11	28.1	1.02	27.3

[0381]

[0382] <비유전률 측정>

[0383] 잉크 3 ~ 9 및 그 잉크의 용매의 비유전률을, 아지렌트·테크놀로지 주식회사 제조의 프레스존 LCR 미터 4284A를 사용하여 임피던스 미터법에 의해 실온 (25 ℃) 에서 측정했다. 각 잉크 및 용매를 전극 간격 30 μm 에 대향, 병행 평판의 ITO 전극이 부착된 유리 기판으로 사이에 끼운 후, 측정 주파수 1 kHz, 테스트 신호 전압 0.1 V 인가시의 등가 병렬 용량을 측정하고, 하기 식에 의한 계산으로 비유전률을 결정하여, 평가했다.

[0384] 비유전률 = 등가 병렬 용량 $\times$ 전극 간격/전극 면적/진공의 유전률 (ϵ_0)

표 13

	1kHz 에 있어서의 유전률	
	용매	잉크
잉크 3	2. 20	1. 87
잉크 4	1. 97	2. 57
잉크 5	2. 02	2. 23
잉크 6	2. 40	2. 18
잉크 7	2. 06	2. 23
잉크 8	2. 03	2. 06
잉크 9	2. 03	2. 24

[0385]

[0386] 본 발명을 상세하게 또 특정한 실시양태를 참조하여 설명했는데, 본 발명의 정신과 범위를 이탈하지 않고 여러 가지 변경이나 수정을 가할 수 있는 것은 당업자에게 있어 자명하다. 본 출원은 2010 년 9 월 10 일 출원된 일본 특허 출원 (특허출원 2010-203335), 2011 년 1 월 7 일 출원된 일본 특허 출원 (특허출원 2011-002372), 및 2011 년 4 월 28 일 출원된 일본 특허 출원 (특허출원 2011-102267) 에 의거하는 것으로, 그 내용은 여기에 참조로서 받아들여진다.

[0387] 산업상 이용가능성

[0388] 본 발명의 잉크 및 헤테로 고리 아조계 색소는, 예를 들어, 전자 페이퍼 등의 일렉트로 웨팅 디스플레이용으로 서 특히 바람직하게 사용할 수 있다.