(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)特許出願公表番号
特表2006-525415
(P2006-525415A)
(43)公表日　平成18年11月9日(2006.11.9)

(51)Int.Cl.		F I			テーマコード（参考）
C09D 17/00	(2006.01)	C09D	17/00		2C056
C09B 67/46	(2006.01)	C09B	67/46	B	2H186
C09B 67/04	(2006.01)	C09B	67/04		4J037
C09B 67/08	(2006.01)	C09B	67/08	Z	4J039
C09B 67/10	(2006.01)	C09B	67/10		

審査請求 未請求　予備審査請求 未請求　（全 20 頁）　最終頁に続く

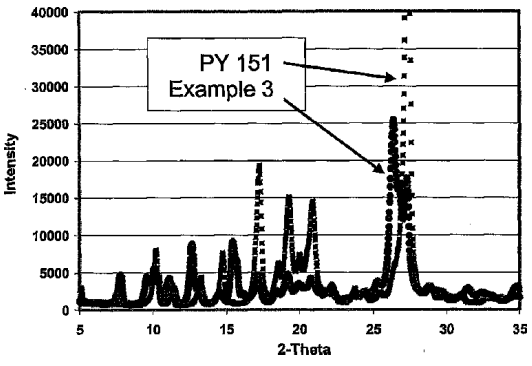
(21)出願番号　特願2006-509743 (P2006-509743)
(86)(22)出願日　平成16年4月7日 (2004.4.7)
(85)翻訳文提出日　平成17年12月14日 (2005.12.14)
(86)国際出願番号　PCT/US2004/010579
(87)国際公開番号　WO2004/094533
(87)国際公開日　平成16年11月4日 (2004.11.4)
(31)優先権主張番号　10/414,589
(32)優先日　平成15年4月16日 (2003.4.16)
(33)優先権主張国　米国 (US)

(71)出願人　391010758
キャボット　コーポレイション
ＣＡＢＯＴ　ＣＯＲＰＯＲＡＴＩＯＮ
アメリカ合衆国，マサチューセッツ　０２２１０－２０１９，ボストン，トゥー　シーポート　レーン，スイート　１３００
(74)代理人　100099759
弁理士　青木　篤
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100087413
弁理士　古賀　哲次
(74)代理人　100111903
弁理士　永坂　友康

最終頁に続く

(54)【発明の名称】改質有機着色剤および分散液、およびそれらの製造方法

(57)【要約】
本発明は、いかなる順序であれ、i)有機着色剤、ii)水酸化物試薬、およびiii)水性媒体を混合して改質有機着色剤分散液を形成する工程を含む、改質有機着色剤分散液を調製する方法に関する。本方法は、さらに、粒径低減工程を含む。これらの工程はいずれの順序において行ってよい。有機着色剤は、少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む。改質有機着色剤、およびインクジェットインク組成物を含むこれら改質有機着色剤の用法も、また、開示される。



【特許請求の範囲】
【請求項１】
いかなる順序であれ、
ａ）いかなる順序であれ、i)少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む有機着色剤、ii)水酸化物試薬、およびiii)水性媒体、を混合して改質有機着色剤分散液を形成すること、および
ｂ）分散液中の改質有機着色剤の粒径を５００ｎｍ以下の粒径に低減すること、
の工程を含む、改質有機着色剤分散液を製造する方法。
【請求項２】
ａ）少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む有機着色剤の粒径を５００ｎｍ以下の粒径に低減すること、および
ｂ）いかなる順序であれ、i)粒径を低減させた有機着色剤、ii)水酸化物試薬、およびiii)水性媒体、を混合して改質有機着色剤分散液を形成すること、
の工程を含む改質有機着色剤分散液を調製する方法。
【請求項３】
有機着色剤が工程ａ）の前に高剪断混合条件に置かれる、請求項１に記載の方法。
【請求項４】
高剪断混合条件が、水平媒体ミル、垂直媒体ミル、磨砕機、ボールミル、ハンマー・ミル、ピンディスクミル、流体エネルギーミル、ジェットミル、流体ジェットミル、衝撃ジェットミル、ローター・ステータ、ペレタイザー、ホモジナイザー、ソニケータ、またはキャビテータ中で起こる、請求項３に記載の方法。
【請求項５】
有機着色剤、水酸化物試薬、および水性媒体が、高剪断条件下で混合される、請求項１に記載の方法。
【請求項６】
高剪断混合条件が、水平媒体ミル、垂直媒体ミル、磨砕機、ボールミル、ハンマー・ミル、ピンディスクミル、流体エネルギーミル、ジェットミル、流体ジェットミル、衝撃ジェットミル、ローター・ステータ、ペレタイザー、ホモジナイザー、ソニケータ、またはキャビテータ中で起こる、請求項５に記載の方法。
【請求項７】
工程ａ）およびｂ）が同時に行われる、請求項１に記載の方法。
【請求項８】
改質有機着色剤の粒径が超音波処理により低減される、請求項１に記載の方法。
【請求項９】
有機着色剤が着色顔料である、請求項１に記載の方法。
【請求項１０】
着色顔料が、ブルー顔料、ブラック顔料、ブラウン顔料、シアン顔料、グリーン顔料、ホワイト顔料、バイオレット顔料、マゼンタ顔料、レッド顔料、オレンジ顔料、イエロー顔料、またはそれらの混合物を含む、請求項９に記載の方法。
【請求項１１】
着色顔料が、アントラキノン、フタロシアニン・ブルー、フタロシアニン・グリーン、ジアゾ、モノアゾ、ピラントロン、ペリレン、ヘテロ環式イエロー、キナクリドン、および（チオ）インジゴイドからなる群から選択される、請求項９に記載の方法。
【請求項１２】
水酸化物試薬が水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、水酸化アンモニウムまたはそれらの混合物である、請求項１に記載の方法。
【請求項１３】
水性媒体が水である、請求項１に記載の方法。
【請求項１４】
分散液中の改質有機着色剤の粒径が４００ｎｍ以下である、請求項１に記載の方法。

【請求項１５】
分散液中の改質有機着色剤の粒径が２００ｎｍ以下である、請求項１に記載の方法。
【請求項１６】
さらに改質有機着色剤分散液を乾燥する段階を含んで乾燥形態の改質有機着色剤を形成する、請求項１に記載の方法。
【請求項１７】
ａ）少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む有機着色剤、およびｂ）水酸化物試薬の反応生成物を含む改質有機着色剤。
【請求項１８】
改質有機着色剤が、i)少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種、およびii)少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む、請求項１７に記載の改質有機着色剤。
【請求項１９】
有機着色剤が一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含むと共に、改質有機着色剤が一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む、請求項１７に記載の改質有機着色剤。
【請求項２０】
改質有機着色剤がさらに一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む、請求項１９に記載の改質有機着色剤。
【請求項２１】
改質有機着色剤の少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種が量Ｘで存在し、
改質有機着色剤の少なくとも一つのカルボン酸基を有する有機化学種が量Ｙで存在し、および
有機着色剤の少なくとも一つのカルボン酸基を有する有機化学種が量Ｚで存在する、
と共に、Ｘ＋Ｙ＝Ｚである、請求項２０に記載の改質有機着色剤。
【請求項２２】
Ｘ＝Ｚである、請求項２１に記載の改質有機着色剤。
【請求項２３】
Ｘ＜（０．５）ｘＺである、請求項２１に記載の改質有機着色剤。
【請求項２４】
Ｘ＜（０．１）ｘＺである、請求項２１に記載の改質有機着色剤。
【請求項２５】
Ｘ＜（０．０２）ｘＺである、請求項２１に記載の改質有機着色剤。
【請求項２６】
Ｘ＜Ｙである、請求項２１に記載の改質有機着色剤。
【請求項２７】
有機着色剤が少なくとも二つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含むと共に、改質有機着色剤が、i)少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種、ii)少なくとも二つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種、およびiii)少なくとも一つのカルボン酸基および少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む、請求項１７に記載の改質有機着色剤。
【請求項２８】
改質有機着色剤の少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種が量Ｘで存在し、
改質有機着色剤の少なくとも二つのカルボン酸基を有する有機化学種が量Ｙで存在し、
改質有機着色剤の少なくとも一つのカルボン酸基および少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種が量Ａで存在し、および
有機着色剤の少なくとも二つのカルボン酸基を有する有機化学種が量Ｚで存在する、
と共に、Ｘ＋Ｙ＋Ａ＝Ｚである、請求項２７に記載の改質有機着色剤。

【請求項２９】
（Ｘ＋Ａ）＝Ｚである、請求項２８に記載の改質有機着色剤。
【請求項３０】
（Ｘ＋Ａ）＜（０．５）ｘＺである、請求項２８に記載の改質有機着色剤。
【請求項３１】
（Ｘ＋Ａ）＜（０．１）ｘＺである、請求項２８に記載の改質有機着色剤。
【請求項３２】
（Ｘ＋Ａ）＜（０．０２）ｘＺである、請求項２８に記載の改質有機着色剤。
【請求項３３】
Ｘ＜Ｙである、請求項２８に記載の改質有機着色剤。
【請求項３４】
少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種が改質有機着色剤の表面に存在する、請求項１８に記載の改質有機着色剤。
【請求項３５】
有機着色剤が着色顔料である、請求項１７に記載の改質有機着色剤。
【請求項３６】
着色顔料が、ブルー顔料、ブラック顔料、ブラウン顔料、シアン顔料、グリーン顔料、ホワイト顔料、バイオレット顔料、マゼンタ顔料、レッド顔料、オレンジ顔料、イエロー顔料、またはそれらの混合物を含む、請求項３５に記載の改質有機着色剤。
【請求項３７】
着色顔料が、アントラキノン、フタロシアニン・ブルー、フタロシアニン・グリーン、ジアゾ、モノアゾ、ピラントロン、ペリレン、ヘテロ環式イエロー、キナクリドン、および（チオ）インジゴイドからなる群から選択される、請求項３５に記載の改質有機着色剤。
【請求項３８】
改質有機着色剤が分散液形態にある、請求項１７に記載の改質有機着色剤。
【請求項３９】
改質有機着色剤が固相ｐＨ緩衝剤である、請求項１７に記載の改質有機着色剤。
【請求項４０】
改質有機着色剤がイオン保存デバイスにおいて用いられる、請求項１７に記載の改質有機着色剤。
【請求項４１】
液体媒剤、およびａ）少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む有機着色剤、およびｂ）水酸化物試薬の反応生成物を含む改質有機着色剤を含むインクジェットインク組成物。
【請求項４２】
改質有機着色剤が、i)少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種、およびii)少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む、請求項４１に記載のインクジェットインク組成物。
【請求項４３】
有機着色剤が、一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含むと共に、改質有機着色剤が一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む、請求項４１に記載のインクジェットインク組成物。
【請求項４４】
改質有機着色剤が、さらに、一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む、請求項４３に記載のインクジェットインク組成物。
【請求項４５】
有機着色剤が少なくとも二つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含むと共に、改質有機着色剤が、i)少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種、ii)少なくとも二つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学

種、およびiii)少なくとも一つのカルボン酸基および少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む、請求項４１に記載のインクジェットインク組成物。

【請求項４６】

液体媒剤が水性媒剤である、請求項４１に記載のインクジェットインク組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、改質有機着色剤およびその分散液を調製する方法に関する。改質有機着色剤、およびインクジェットインク組成物を含むこれら着色剤の用法も、また、開示される。

【背景技術】

【０００２】

一般に、顔料単独では液体媒剤中に簡単には分散できない。安定な顔料分散液を提供することができる多様な技術が開発されてきた。例えば、分散剤は、特定媒体中へのその分散性を改善するために顔料に添加することができる。水性媒体用の分散剤の例には、水溶性ポリマーおよび界面活性剤が挙げられる。加えて、米国特許第６，４５１，１０３号に記載されているものなどの酸性官能基または塩により置換される水溶性顔料誘導体は、また、顔料の水性分散液を調製するために用いられてきた。

【０００３】

着色顔料分散液は、着色顔料の化学単位に同一でない場合類似の構造単位を有する分散剤を用いて調製されてきた。例えば、ＧＢ第２３５６８６６号には、ジアゾ化（カルボキシ／スルホ）－アニリンと１，４－ビス（アセトアセタミド）フェニレンから誘導されるビス－アゾ化合物、および顔料およびインク組成物におけるそれらの用法が記載されている。これらの材料は、ほぼ同一の構造を有する黄またはオレンジの顔料と組み合わせると特に有用であることが見出された。ＧＢ第２３５６６３４号には、同じ用途のための極めて類似したモノ－アゾ化合物が記載されている。ＧＢ第２３６４３２２号には、モノアゾ顔料、特に黄顔料と共に使用するためのＮ－（スルホフェニル）－アルファ－（２－メトキシ－４－ニトロフェニルアゾ）・アセタセタミドが記載されている。

【０００４】

着色顔料の分散性を制御する他の方法も、また、公知である。例えば、国際特許出願第ＷＯ００／２６３０４号には、着色顔料を調製する工程の間に発生する結晶の量を制御し、分散化顔料の再晶出を防ぐ結晶成長阻害剤の調製が記載されている。結晶成長阻害剤は、顔料を調製するための公知の方法に類似の方法を用いて調製され（例えば、ジアゾニウム塩のアゾカップリング剤との反応により）、着色顔料の調製の間に原位置で調製することができる。

【０００５】

分散性などの改善された特性を有するインク組成物を提供する改質着色顔料も、また、開発されてきた。例えば、米国特許第５，８５１，２８０号には、例えば有機基がジアゾニウム塩の一部であるジアゾニウム反応を介する結合を含む、顔料上への有機基の結合のための方法が記載されている。得られる表面改質顔料は、インク、インクジェットインク、塗料、トナー、プラスチック、およびゴムなどの多様な用途に用いることができる。

【０００６】

ＰＣＴ国際特許公報第ＷＯ０１／５１５６６号には、第１化学基と第２化学基を反応させて第３の化学基を結合した顔料を形成することにより改質顔料を製造する方法が記載されている。第１化学基は少なくとも一つの求核原子を含み、第２化学基は少なくとも一つの求電子物質を含むが、逆の場合も同じである。これらの顔料は、インク組成物および特にインクジェット組成物において用いられる。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００７】

これらの努力が望ましい全体特性を有する改質顔料を提供するが、一方で、着色剤市場で絶えず要求されている必要性に対処するための、改善された改質有機着色剤および分散液、ならびに改質有機着色剤を調製するための改善された方法に対する必要性が残ったままである。

【課題を解決するための手段】

【０００８】

本発明は、i)有機着色剤、ii)水酸化物試薬、およびiii)水性媒体を、いかなる順序であれ、混合して改質有機着色剤分散液を形成し、分散液中の改質有機着色剤の粒径を５００ｎｍ以下の粒径に低減する工程を含む、改質有機着色剤分散液を調製する方法に関する。有機着色剤は、少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む。これらの工程はいかなる順序で行ってよい。従って、別の実施形態において、本発明は、上述のように有機着色剤の粒径を５００ｎｍ以下の粒径に低減させると共に、こうした粉砕有機着色剤を、いかなる順序であれ、i)水酸化物試薬およびii)水性媒体と混合して改質有機着色剤分散液を形成する工程を含む改質有機着色剤分散液を調製する方法に関する。

【０００９】

本発明は、さらに、ａ）少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む有機着色剤、およびｂ）水酸化物試薬の反応生成物を含む改質有機着色剤に関する。改質有機着色剤は、i)少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種、およびii)少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含むことが可能である。有機着色剤が一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む一つの実施形態において、改質有機着色剤は、一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む。この実施形態に対して、改質有機着色剤は、さらに、一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含むことが可能である。有機着色剤が少なくとも二つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む別の実施形態において、改質有機着色剤は、i)少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種、ii)少なくとも二つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種、およびiii)少なくとも一つのカルボン酸基および少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む。好ましくは、少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する有機種は、改質有機着色剤の表面にある。

【００１０】

本発明は、さらに、ａ）液体媒剤およびｂ）本明細書において記載される改質有機着色剤を含むインクジェットインク組成物に関する。好ましくは、液体媒剤は水性媒剤であり、得られるインクジェットインク組成物は水性インクジェットインク組成物である。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１１】

本発明は、改質有機着色剤分散液を調製する方法に関する。分散液およびドライ形態における改質有機着色剤、およびそれらの用法も、また、開示される。

【００１２】

一つの実施形態において、本発明の方法は、少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種、水酸化物試薬、および水性媒体を混合して改質有機着色剤分散液を形成する工程、および粒径低減工程を含む。これらの各成分は以下にさらに詳細に記載される。これらの工程はいかなる順序で行ってよいが、しかし、好ましくは、成分を混合する工程に続いて粒径低減工程を行う。有機着色剤、水酸化物試薬、および水性媒体は、いかなる順序であれ混合することができる。しかし、有機着色剤または水酸化物試薬のいずれかが、他の成分の添加の前に水性媒体と混合することが好ましい。従って、有機着色剤は、既に水性媒体と混合された水酸化物試薬に添加することが可能であるか、または、あるいは、水酸化物試薬は、既に水性媒体と混合された有機着色剤に添加することが可能である。加えて、両方が水性媒体と混合された後に有機着色剤および水酸化物試薬を一緒に混合することは望ましくあることが可能である。

【００１３】
成分を混合する工程は、あらゆる適する容器中で起こることが可能であり、成分は数回に分けるか、１回か、または連続かのいずれかで容器に添加することが可能である。本発明の方法の好ましい実施形態において、有機着色剤、水酸化物試薬、および水性媒体は、高剪断混合条件を提供することができる装置中で混合される。こうした装置は技術上公知であり、例えば、水平媒体ミル、磨砕機などの垂直媒体ミル、ボールミル、ハンマー・ミル、ピンディスクミル、流体エネルギーミル、ジェットミル、流体ジェットミル、衝撃ジェットミル、ローター・ステータ、ペレタイザー、ホモジナイザー、ソニケータ、およびキャビテータなどの研磨、衝突、または類似の衝撃作用を提供することができる装置を含む。従って、この好ましい実施形態の目的のため、成分を混合する工程を指す場合に「高剪断混合条件」は、成分の密接な混合を生みだすための十分なエネルギーを有する混合条件を意味する。高剪断混合は、有機着色剤が着色顔料である場合のように、成分の一つが水性媒体中に不溶である場合に特に好ましい。高剪断混合機は、バッチ、半連続、または連続混合機のいずれかであることが可能である。連続混合機は、バッチ処理装置に対して経済的および実用面両方の利点を提供し、一般的に、好ましくあるであろう。

【００１４】
成分を混合する工程は、改質有機着色剤分散液を作りだすために十分なあらゆる温度でおよびあらゆる時間帯にわたり行うことができる。温度および時間は、例えば、有機着色剤のタイプ、各成分の相対量、およびそれらの濃度を含む多様な因子に応じて決まる。一般的に、成分は約０℃～９０℃の範囲にある温度で混合される。温度は、好ましくは約０℃～７０℃、最も好ましくは約１０℃～５０℃である。温度は技術上公知のあらゆる方法により制御することが可能である。加えて、高剪断混合条件が用いられる場合に、温度は剪断により生み出されるかおよび／または保持することが可能である。時間帯は、一般的に、５分～４８時間の間であり、好ましくは３０分～２４時間、最も好ましくは１時間～１２時間の間である。

【００１５】
上述のように、本発明の方法は、成分を混合する工程および粒径低減工程を含むと共に、これらの工程はいずれの順番で行ってよい。従って、一つの実施形態において、本発明の方法は有機着色剤の粒径を下げる工程、および、次に、この粒径低減有機着色剤を本明細書において記載される成分と混合する工程を含む。さらなる粒径低減工程は、また、用いることが可能である。別の実施形態において、本発明の方法は本明細書において記載される成分を混合して分散液形態の改質有機着色剤を形成し、次に、分散液を粒径低減工程に通す工程を含み、それによって改質有機着色剤は粒径低減される。従って、粒径低減に通した分散液は、少なくとも一つの不溶性またはほんの僅かの可溶性の成分を含む。これは、例えば、本方法において用いられる有機着色剤または本方法により製造される改質有機着色剤であることが可能である。他の可能性もまた存在し、当業者には周知である。

【００１６】
粒径を低減させる工程は、成分を混合する工程とは別の容器中で起こるか、または、あるいは同じ容器中で起こるかのいずれかであることが可能である。前述のように、この工程は、好ましくは、成分を混合する工程の後に続く。加えて、これら二つの工程は同時に行うことが可能である。上述の高剪断混合装置を含む粒径を下げるための技術上公知のあらゆる装置は、本明細書において用いることが可能である。粒径を下げるための特に好ましい技術は超音波処理である。

【００１７】
粒径低減工程の前の有機着色剤または改質有機着色剤の粒径は、一般に、限定的でないが、しかし、一般的に約５００ｎｍである。粒径低減の工程後、改質有機着色剤分散液は、結果として、それが分散液媒体中で安定であることを可能とする粒径を有する。一般的に、着色剤の粒径は５００ｎｍ以下である。粒径は、好ましくは４００ｎｍ以下、さらに好ましくは３００ｎｍ以下、最も好ましくは２００ｎｍ以下である。

【００１８】

本方法はさらに乾燥工程を含むことが可能である。着色剤分散液を乾燥するために有用な当業者に公知のあらゆる装置は、また、本明細書において用いることができる。これは、粉末、ペレット、顆粒、またはケーキなどのドライ形態にある改質有機着色剤をもたらす。

【００１９】

本発明の方法において用いられる有機着色剤は、当業者に公知のあらゆる着色剤であることが可能である。上述のように、有機着色剤が水性媒体中に不溶であることは好ましい。従って、好ましくは、有機着色剤は、着色顔料または分散染料（溶媒中に可溶であるがしかし水不溶性である）のいずれかである。最も好ましいのは着色顔料である。本発明の方法において用いられる有機着色剤が、特定官能基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む有機材料であるので、二酸化チタンおよびシリカ（これらは無機着色剤である）ならびにカーボンブラックなどの顔料、および他の炭質材料（これらは無機着色剤のように本明細書において定義される有機種からは構成されない）は、一般的に、本発明のための有機着色剤として適さない。

【００２０】

有機着色剤は、広範囲の従来型着色顔料または分散染料から選択することが可能である。有機着色剤は、ブルー、ブラック、ブラウン、シアン、グリーン、ホワイト、バイオレット、マゼンタ、レッド、オレンジ、またはイエロー顔料、またはそれらの混合物を含むことができる。着色顔料の適する部類には、例えば、アントラキノン、フタロシアニン・ブルー、フタロシアニン・グリーン、ジアゾ、モノアゾ、ピラントロン、ペリレン、ヘテロ環式イエロー、キナクリドン、および（チオ）インジゴイドが挙げられる。こうした顔料は、ＢＡＳＦ、エンゲルハード（Ｅｎｇｅｌｈａｒｄ　Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ）およびサン・ケミカル（Ｓｕｎ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ）を含む多くの供給源から、粉末またはプレスケーキいずれかの形態で市販されている。適する有機着色剤の例は、Ｃｏｌｏｕｒ　Ｉｎｄｅｘ，３ｒｄ　ｅｄｉｔｉｏｎ（Ｔｈｅ　Ｓｏｃｉｅｔｙ　ｏｆ　Ｄｙｅｒｓ　ａｎｄ　Ｃｏｌｏｕｒｉｓｔｓ，１９８２）に記載されている。好ましい着色顔料は、以下にさらに詳細に記載されるピグメント・イエロー１５１である。

【００２１】

有機着色剤として用いられる着色顔料または分散染料は、窒素吸着により測定される通りに広範囲のＢＥＴ表面積、従って広範囲の粒径を有することができる。こうした有機着色剤が、安定性などの望ましい全体特性を有する改質有機着色剤分散液を調製するために小粒径を有することは好ましい。好ましいより小さな粒径（従ってより高い表面積）の有機着色剤が容易に入手することができない場合、有機着色剤は粒径細分または低減技術にかけられて着色剤の出発粒径を下げることが可能である。例えば、予備工程において、有機着色剤は、成分を混合する工程の前に、必要または望ましいならば、高剪断混合条件にかけることが可能である。この予備工程のため、「高剪断」は水性媒体中の有機着色剤の粒径を下げるために十分な条件を指す。成分を混合する工程のための上述の装置は、またこの予備工程において用いることが可能である。

【００２２】

着色顔料および分散染料などの不溶性有機着色剤が、確定した化学構造を有する不溶性有機化学種（多くの場合染料分子と呼ばれる）からなることは技術上公知である。有機化学種は、多くの場合、多様な官能基を含む。有機化学種の化学構造および官能基の位置は、有機化学種の色ならびに顔料または染料の化学活性を決定する。

【００２３】

本発明の方法において用いられる有機着色剤は、少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む。このタイプの有機着色剤の例はピグメント・イエロー１５１である。加えて、カルボン酸基は、少なくとも一つのエステル基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む有機着色剤の加水分解から得ることが可能である。有機着色剤を含有するエステル基の例には、ピグメント・イエロー１２０、ピグメント・イエロ

ー１５５、ピグメント・イエロー１７５、ピグメント・イエロー２１３、ピグメント・レッド２２０、およびピグメント・レッド２２１が挙げられる。カルボン酸基は、有機化学種の化学構造中のどこにあってもよい。有機化学種は、さらに、例えば、アゾ基、アミド基、およびニトロ基などの多様な追加の官能基を含むことが可能である。

【００２４】

有機化学種のカルボン酸基は、一般式Ｒ－ＣＯＯＨを有するあらゆる基であることが可能である。Ｒはアリールまたはアルキル基であることができる。従って、カルボン酸基は有機酸基または安息香酸基などの芳香族酸基であることができる。

【００２５】

水酸化物試薬は、また、本発明の方法において混合される。水酸化物試薬は、水酸化物対イオンを有する塩などのOH^-イオンを含むあらゆる試薬である。例には、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、および水酸化アンモニウムが挙げられる。他の水酸化物塩、ならびに水酸化物試薬の混合物も、また、用いることができる。さらに、水性媒体中にOH^-イオンを生成する他のアルカリ試薬も、また、用いることが可能である。例には、炭酸ナトリウムなどの炭酸塩、重炭酸ナトリウムなどの重炭酸塩、およびナトリウム・メトキシドおよびナトリウム・エトキシドなどのアルコキシドが挙げられる。

【００２６】

本発明の方法において用いられる水性媒体は水を含有するあらゆる媒体であることができる。従って、水性媒体は、例えば、水または水のアルコールなどの水混和性溶媒との混合物であることができる。好ましくは、水性媒剤は水である。例えば、界面活性剤、安定剤、および相間移動触媒などの他の添加剤も、また、存在することが可能である。

【００２７】

各成分の量は改質有機着色剤分散液を得るために変えることが可能である。量は、有機着色剤のタイプおよび有機化学種のカルボン酸基の数を含む多様な因子に応じて決まる。一般的に、有機着色剤対水性媒体の比は約１：１～１：１００である。比は好ましくは約１：１～１：５０、さらに好ましくは１：２～１：２０、最も好ましくは約１：２～１：１０である。

【００２８】

水酸化物試薬の量は、用いられる有機着色剤の全体重量から決められるカルボン酸基の全体モル量、有機着色剤を含む有機化学種の分子量、および有機化学種当りのカルボン酸基の数に基づき計算することができる。水酸化物のあらゆる量は、得ようとするカルボン酸塩基の所期のレベルに応じて用いることができる。好ましくは、水酸化物の量はカルボン酸基全体モル量に対して約５％～２００％間、さらに好ましくは約５％～１００％間、最も好ましくはカルボン酸基全体モル量に対して約５％～２０％間にある。

【００２９】

本発明は、さらに、特定タイプの有機化学種を含む改質有機着色剤に関する。本明細書において用いられる用語「改質」は有機着色剤の化学変換または反応を指す。従って、本発明の改質有機着色剤は、有機着色剤および水酸化物試薬の反応生成物を含む。有機着色剤は、少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む。改質有機着色剤は少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種を含むことが可能であり、さらに、少なくとも一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含むことが可能である。有機着色剤は上述のあらゆるものであることができ、好ましくは、着色顔料である。カルボン酸基および水酸化物試薬は、また、上述のあらゆるものであることができる。カルボン酸塩基は、上述のあらゆるカルボン酸基と金属対イオン（M^+）を有する塩基の反応から得られる一般式－ＣＯＯ$^-M^+$を有するあらゆる基であることができる。対イオンの例には上で水酸化物試薬用に記載されるものが挙げられる。

【００３０】

第１実施形態において、本発明の改質有機着色剤は、一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む有機着色剤と水酸化物試薬の反応生成物を含む。この第１

実施形態に対して、改質有機着色剤は一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む。改質有機着色剤は、さらに、一つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含むことが可能である。

【００３１】

この第１実施形態の改質有機着色剤の組成物は、以下のように記載することができる。有機着色剤の一つのカルボン酸基を有する有機化学種の量がＺにより表される場合、および改質有機着色剤に対して、一つのカルボン酸基を有する有機化学種の量はＹにより表され、一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種の量はＸにより表され、次に、本発明の改質有機着色剤組成物は関係式：Ｘ＋Ｙ＝Ｚを満たす。

【００３２】

各有機化学種の量は、改善された全体特性を有する改質有機着色剤を生成するために変えることができる。例えば、上述の記号表示を用いて、Ｘ（一つのカルボン酸塩基を有する改質有機着色剤の有機化学種の量）は、Ｚ（有機着色剤の少なくとも一つのカルボン酸基を有する有機化学種の量）に等しくあることができる。好ましくは、ＸはＺよりも少ない値である。例えば、ＸはＺの５０％未満、さらに好ましくはＺの１０％未満、最も好ましくはＺの２％未満であることが可能である。さらに、ＸがＹより少ないことは好ましい。従って、本発明の第１実施形態の改質有機着色剤は、好ましくは、一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種よりも多くの一つのカルボン酸基を有する有機化学種を含む。一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種が改質有機着色剤の表面にまたはその近くにあることは、この改質有機着色剤の安定な分散液を形成するために最も好ましい。

【００３３】

第２実施形態において、本発明の改質有機着色剤は、少なくとも二つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む有機着色剤と水酸化物試薬の反応生成物を含む。この実施形態に対して、改質有機着色剤は、i)少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種、ii)少なくとも二つのカルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種、およびiii)少なくとも一つのカルボン酸基および少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む。有機着色剤、水酸化物試薬、および基は上述の通りである。

【００３４】

この第２の好ましい実施形態の改質有機着色剤の組成物は、第１の好ましい実施形態用と類似のやり方で定義することができる。従って、有機着色剤に対して、少なくとも二つのカルボン酸基を有する有機化学種の量がＺにより表され、および、改質有機着色剤に対して、少なくとも二つのカルボン酸基を有する有機化学種の量がＹにより表され、少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種の量がＸにより表され、少なくとも一つのカルボン酸基および少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種の量がＡにより表される場合、次に、本発明の改質有機着色剤は関係式：Ｘ＋Ｙ＋Ａ＝Ｚを満たす。

【００３５】

第１実施形態に関して、各有機化学種の量は、改善された全体特性を有する改質有機着色剤を製造するために変えることができる。例えば、上述の記号表示を用いて、Ｘ＋Ａ（カルボン酸塩基を有する改質有機着色剤の有機化学種の量）は、Ｚ（少なくとも二つのカルボン酸基を有する有機着色剤の有機化学種の量）に等しくあることができる。好ましくは、（Ｘ＋Ａ）の値はＺ未満である。例えば、（Ｘ＋Ａ）は、Ｚの５０％未満、さらに好ましくはＺの１０％未満、最も好ましくはＺの２％未満であることができる。さらに、（Ｘ＋Ａ）がＹよりも少ないことは好ましい。従って、本発明の第２実施形態の改質有機着色剤は、好ましくは、カルボン酸塩基を有する有機化学種よりも多くのカルボン酸基を有する有機化学種を含む。カルボン酸塩基を有する有機化学種が改質有機着色剤の表面にまたはその近くにあることは、この改質有機着色剤の安定な分散液を形成するために最も好ましい。

【００３６】

両方の実施形態のため、改質有機着色剤は技術上公知のあらゆる方法により調製するこ

とができる。特に、本発明の改質有機着色剤は、上述のように、本発明の方法を用いて調製することができる。従って、本発明の方法が用いられる場合に、改質有機着色剤中のカルボン酸塩基を有する有機化学種および有機着色剤の有機化学種の量の間の関係は、転化率％として見ることができる。例えば、第１実施形態に対して、Ｘ＝Ｚは１００％転化率として解釈されるであろう。ＸがＺの５０％未満は５０％未満の転化率を意味するであろう、以下同様。第２実施形態に対しても同様に、（Ｘ＋Ａ）＝Ｚは１００％転化率であるであろうし（すなわち、少なくとも二つのカルボン酸基を有する有機化学種の１００％が少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種に転化された）、（Ｘ＋Ａ）がＺの５０％未満は５０％未満の転化率であろう、など。各有機化学種の量は、例えば、水酸化物試薬の量、反応物濃度、有機着色剤のタイプ、および反応条件（反応時間、温度、および用いられる場合に剪断の量を含む）を変えることにより変動させることができる。

【００３７】

本発明の方法を利用して、改質有機着色剤は分散液形態をとる。前述のように、分散液は乾燥されて改質有機着色剤を形成することが可能である。本発明の改質有機着色剤、ならびに本発明の方法により調製される分散液は、濾過、遠心分離、または二つの方法の組合せなどの洗浄により精製して未反応原料、副生塩および他の反応不純物を除去することが可能である。製品は、また、例えば蒸発により単離することが可能であるか、または、それは当業者に公知の技術を用いる濾過および乾燥により回収することが可能である。

【００３８】

改質有機着色剤および分散液は、また、製造処理の結果として分散液中に共存することができる不純物および他の望ましくない遊離化学種を除去するために精製または区分することが可能である。膜またはイオン交換を用いる限外濾過／ダイアフィルトレーションの公知の技術は、分散液を精製し遊離イオン性および望ましくない化学種の実質的な量を除去するために用いることが可能である。任意の対イオン交換段階は、また、精製工程において起こることが可能であり、それによって改質顔料の一部を形成する対イオンは、限外濾過、逆浸透、およびイオン交換カラムなどの公知のイオン交換技術を用いて代替対イオン（例えば、両性イオンを含む）により交換されるか、または置換される。交換することができる対イオンの特定例には、Na^+、K^+、Li^+、NH_4^+、Ca^{2+}、およびMg^{2+}が挙げられるがそれらに限定されない。

【００３９】

本発明の改質有機着色剤および分散液は、インク、塗料、プラスチック、紙、繊維、およびゴム製品に限定されないがそれらを含む多様な用途において有用であることが可能である。特に、改質有機着色剤分散液は、インクジェットインク組成物において有効であることが見出されてきた。従って、本発明は、また、ａ）液体媒剤、ｂ）改質有機着色剤を含むインクジェットインク組成物に関する。

【００４０】

一般に、インクジェットインク組成物は、担体として機能する媒剤、および染料または顔料などの着色剤からなる。添加剤および／または共溶媒は、インクを調整して望ましい性能を得るために組み込むことができる。好ましくは、本発明のインクジェットインク組成物用の液体媒剤は水性媒剤であり、インクジェットインク組成物は、従って、水性インクジェットインク組成物である。水性媒剤は、改質有機着色剤分散液を調製する方法に関連して上述したものと同じであることができる。

【００４１】

本発明のインクジェットインク組成物中に用いられる改質有機着色剤は、上述のものと同じであると共に、インクジェットインクの性能に悪影響を与えることなく望ましい画像品質（例えば、光学密度）を提供するために有効な量で存在する。例えば、一般的に、改質有機着色剤はインク重量に対して約０．１％～約２０％の範囲にある量で存在する。着色剤の混合物は、また、用いることが可能である。加えて、例えば、それらの全体が参考のため本明細書において包含される米国特許第５，６３０，８６８号、第５，８０３，９５９号、第５，８３７，０４５号、および第５，９２２，１１８号に記載されているよう

な改質顔料製品を含有する配合物を用いることは、また、本発明の範囲内である。

【００４２】

本発明のインクジェットインク組成物は、最小の追加成分（添加剤および／または共溶媒）および処理段階により形成することができる。しかし、適する添加剤は、また、これらのインクジェットインク組成物中に組み込んで組成物の安定性を保ちながら多くの望ましい特性を付与することが可能である。例えば、界面活性剤は組成物のコロイド安定性をさらに増進するために添加することが可能である。他の添加剤は技術上周知であり、湿潤剤、殺生剤、結合剤、乾燥促進剤、および浸透剤などが挙げられる。特定添加剤の量は、多様な因子に応じて変わるが、しかし、一般に、０％～４０％間の範囲の量で存在する。

【００４３】

加えて、本発明のインクジェットインク組成物は、さらに、色のバランスを修正し光学密度を調整するために染料を組み込むことが可能である。こうした染料には、食用色素、ＦＤ＆Ｃ染料、酸性染料、直接染料、反応染料、銅フタロシアニン誘導体を含むフタロシアニンスルホン酸の誘導体、ナトリウム塩、アンモニウム塩、カリウム塩、およびリチウム塩などが挙げられる。

【００４４】

インクジェットインク組成物は、上述の着色顔料分散液用に上で記載されたものなどの方法を用いて精製しおよび／または区分することができる。このようにして、望ましくない不純物または望ましくない大きな粒子は除去されて良好な全体特性を有するインクジェットインクを製造することができる。

【００４５】

本発明の改質有機着色剤は、また、カルボン酸基を有する少なくとも一つの有機化学種を含む対応有機着色剤のそれらとは有意に異なる結晶を形成することが見出されてきた。例えば、ｘ線結晶学により、本発明の改質有機顔料の結晶構造は対応酸含有顔料のそれらよりも一層空隙が多いことが示される。従って、改質有機着色剤は、また、この空隙の多い結晶構造の発生を利用することができる用途において用いることが可能である。例には、不溶性材料が中で水系のｐＨを制御するかまたは保持するために用いられる固相ｐＨ緩衝剤を利用する用途が挙げられる。加えて、空隙の多い結晶中のイオンは簡単に置き換えることができるので、これらの材料は、特定イオンの送達が必要とされる用途において用いることが可能である。例には、バッテリーおよび電極、および薬物送達システムなどのイオン保存デバイスが挙げられる。

【実施例】

【００４６】

本発明は、本来単なる代表例であると意図される以下の実施例によりさらに明確にされる。

【００４７】

実施例１

２５０ｍＬビーカーに、０．１Ｎ・ＮａＯＨ溶液９５グラム、続いてピグメント・イエロー１５１（クラリアント（Ｃｌａｒｉａｎｔ　Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ）から市販されているホスタパーム・イエロー（Ｈｏｓｔａｐｅｒｍ　Ｙｅｌｌｏｗ）４Ｇ）５グラムを添加した。次に、混合物をソニケータ（Ｓｏｎｉｃａｔｏｒ）（登録商標）３０００（ミソニック（Ｍｉｓｏｎｉｃ　Ｉｎｃｏｒｐｏｒａｔｅｄ）から市販されている）を用いて３０分間にわたり超音波処理した。得られた製品は、ｐＨ１０および平均体積粒径３４９ｎｍ（マイクロトラック（Ｍｉｃｒｏｔｒａｃ）からのＵＰＡ１５０により測定した）を有する改質黄着色剤分散液であった。

【００４８】

この実施例は、成分を混合する段階および粒径低減段階の両方が、高剪断条件下で同時に行われると共に超音波処理が用いられる本発明の方法の実施形態を示す。

【００４９】

実施例２

実施例１の改質黄着色剤分散液をさらに６０分間にわたり超音波処理にかけた。平均体積粒径は２６０ｎｍであることが見出された。この分散液を、透過水の伝導率が３０μｓ／ｃｍに落ちるまで、限外濾過膜（０．０５μｍレーティングで、スペクトル・ラボ（Ｓｐｅｃｔｒｕｍ　Ｌａｂ　Ｉｎｃ．）から市販されている）により精製した。平均粒径は２６０ｎｍであることが見出され、ナトリウムレベルは燃焼分析で測定し４．２重量％であった。

【００５０】

分散液のゼータ電位をゼータ・プラス（Ｚｅｔａ　Ｐｌｕｓ）（ブルックハーベン・インスツルメント（Ｂｒｏｏｋｈａｖｅｎ　Ｉｎｓｔｒｕｍｅｎｔ　Ｃｏｒｐ．）からの）を用いて測定した。結果を以下の表１に示す。

【００５１】

【表１】

表１

1mMHCl中	1mMKCl中	1mMKOH中
-6mV	-36mV	-32mV

【００５２】

結果は、改質黄着色剤分散液がナトリウム分析と一致する負荷電表面を有することを示す。さらに、上記分散液の表面張力も測定し（クリュス（Ｋｒｕｓｓ）ＵＳＡからのクリュス・ディジタル・テンショマート（Ｋｒｕｓｓ　Ｄｉｇｉｔａｌ　Ｔｅｎｓｉｏｍｅｒｔ）Ｋ－１０を用いて）、７１ダイン／ｃｍであることが見出されたが、これはこの黄分散液の安定性が界面活性剤または他の表面活性剤の存在から来るものではないことを示す。

【００５３】

実施例３

実施例２の改質黄着色剤分散液をさらに９０分間にわたり超音波処理にかけ、１時間にわたり５０００ｒｐｍで遠心分離機にかけた（ベッカマン（Ｂｅｃｋａｍａｎ）Ｌ－８０超遠心分離機およびタイプ－１９ローターを用いて）。得られた黄分散液の物理的特性を以下の表２に一覧する。

【００５４】

【表２】

表２

pH	10
表面張力	67ダイン／cm
粘度	1.98cP
平均体積粒径	141nm
70℃での５週間の保存後の平均体積粒径	149nm
ナトリウムレベル（重量%）	4.4%

【００５５】

表２に示すように、得られる改質黄着色剤分散液は高温での５週間の保存後でさえもコロイド的に安定であった。

【００５６】

実施例４Ａおよび４Ｂ

サン・ケミカル（Ｓｕｎ－Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ）からのピグメント・イエロー１５１（Ｓｙｍｕｌｅｒ　Ｆａｓｔ　Ｙｅｌｌｏｗ　Ｇｏ）を用いることを除いて、実施例１に記載される手順に従った。実施例４Ａに関して、顔料は粉末形態であり、実施例４Ｂに関して、顔料はプレスケーキの形態であった。表３に得られた改質黄着色剤分散液の特性を要約する。

【００５７】

【表３】

表３

実施例	pH	平均体積粒径
4A	10.25	444nm
4B	10.4	449nm

【００５８】

実施例５Ａ～５Ｄ

０．１Ｍ・ＮａＯＨ溶液を０．１Ｍ・ＬｉＯＨ溶液（実施例５Ａに対して）、０．１Ｍ・ＫＯＨ溶液（実施例５Ｂに対して）、０．１Ｍ・$(Me)_4NOH$溶液（実施例５Ｃに対して）、または０．１Ｍ・水酸化アンモニウム溶液（実施例５Ｄに対して）に置き換えることを除いて、実施例１に記載される手順に従った。各ケースにおいて、安定な黄分散液を得た。表４に得られた改質黄着色剤分散液の特性を要約する。

【００５９】

【表４】

表４

実施例	水酸化物試薬	pH	平均体積粒径
5A	LiOH	10.2	447
5B	KOH	10.1	410
5C	$(Me)_4NOH$	10.1	450
5D	水酸化アンモニウム	10.8	390

【００６０】

これらの実施例は、各種タイプの水酸化物試薬が本発明の方法に用いられて、少なくとも一つのカルボン酸塩基に結合した少なくとも一つの有機化学種を含む改質有機着色剤を製造することができることを示す。塩は水酸化物試薬の対イオンに相当するであろう。

【００６１】

実施例６Ａおよび６Ｂ

ピグメント・イエロー１５１を溶媒で前洗浄する（溶媒９５グラムに対して顔料５グラム）ことを除いて、実施例１に記載される手順に従った。実施例６Ａに関して、溶媒はアセトンであり、実施例６Ｂに関して、溶媒はイソプロピルアルコール（ＩＰＡ）であった。表５に得られた改質黄着色剤分散液の特性を要約する。

【００６２】

【表５】

表５

実施例	pH	平均体積粒径
6A	10.1	362nm
6B	10.4	486nm

【００６３】

比較実施例１および２

０．１Ｍ・ＮａＯＨ溶液９５グラムを、ＤＩ水９５グラム（比較実施例１に対して）または０．１Ｎ・ＨＣｌ９５グラム（比較実施例２に対して）に置き換えることを除いて、実施例１に記載される手順に従った。水酸化物試薬なしでは、改質黄着色剤分散液は全く得られなかった。その代わりに、室温で1時間内に落ちつく不安定な懸濁液のみを形成した。

【００６４】

実施例７

実施例３の改質黄着色剤分散液を乾燥し、図１に示すそのｘ線粉末回折パターンを検討した（Ｃｕターゲット、λ＝１．５４オングストロームを用いるリガク（理学）／ＭＳＣ製ｘ線回折装置（ＧｅｉｇｅｒｆｌｅｘＤ／ＭａｘＢ）を用いて）。示されるように、ピグメント・イエロー１５１に較べて、改質着色顔料は、結晶中へのＮａ$^{+}$イオンの挿入に合致する結晶間隔の増大を示した。

【００６５】

実施例３の分散液を酸性化しＤＩ水で洗浄し、得られるＸ線粉末回折パターンを図２に示す。見ることができるように、パターンは、改質黄着色剤がそれから調製されたピグメント・イエロー１５１のそれと同じものである。結果は、ナトリウムイオンの挿入が可逆的であることを実証し、改質着色剤が固相緩衝剤として、またはイオン保存および送達デバイスにおいてのいずれかで有用であることが可能であることを示す。

【００６６】

実施例８

実施例３の改質黄着色剤分散液における改質の量を、メトローム（Ｍｅｔｒｏｈｍ Ｌｔｄ．）からの自動滴定器を用いる滴定により吟味した。最初に改質黄分散液のｐＨを１Ｍ・ＮａＯＨを用いて１２に調整し、次に、０．１Ｎ・ＨＣｌにより滴定した。滴定曲線を図３に示す。滴定カルボン酸基の全体量は、用いる滴定液の量に対して計算することができる。従って、改質有機着色剤の滴定基の全体量を、図３のプラトー領域により示されるように約６．２の有効ｐＫａを伴う２．４ｍモル／ｇであると決定した。有機着色剤（ピグメント・イエロー１５１、ＭＷ＝３８１）の全体カルボン酸基含量を、２．６ｍモル／ｇであると決定した。従って、これらの結果は、一つのカルボン酸基を有する有機着色剤の有機化学種の９０％超が一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種に変換されたことを示す。

【００６７】

これは対応するナトリウム分析結果により支持される。実施例３における分散液の改質黄着色剤のナトリウムレベルを燃焼法により測定し、１．９ｍモル／ナトリウムｇであることが見出された。このレベルは滴定法により測定される値よりも僅かに少ないが、一方で、この差は、滴定の間、より多い酸性塩基を生みだすことが可能である滴定前にｐＨを１２に予備調整したという事実の結果だと考えることができる。従って、ナトリウム分析に基づくと、転化率は約７０～７５％であるであろう。

【００６８】

これは、改質有機顔料が一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種の極めて高い百分率を含む本発明の実施形態を示す。さらに、実施例３の分散液が０．０５μｍ膜を用いて限

外濾過をすることができ、水溶性染料が全く透過水中には見られないことが測定された。従って、得られた改質有機着色剤は染料よりはむしろ顔料であることが見出された。

【００６９】

実施例９

ＮａＯＨの０．１Ｎの代わりにＮａＯＨの１ｍＮを用いることを除いて、実施例１に記載される手順に従った。得られた改質有機着色剤分散液を、さらに、実施例３に記載される手順により処理した。得られた最終分散液は、平均体積粒径１５０ｎｍを有することが見いだされ、７０℃での５週間の保存後も安定であった。全体滴定基は、分散液のｐＨを滴定前に１２に予備調整しないことを除いて、実施例８に示されるそれに類似の方法を用いて０．４ｍモル／ｇであることが測定された。これは、少なくとも一つのカルボン酸基を有する有機化学種の少なくとも一つのカルボン酸塩基を有する有機化学種への転化率、約１５％に相当する。

【００７０】

これらの結果は、少なくとも一つのカルボン酸塩基を結合した有機化学種の量が、用いられる水酸化物試薬の量を変えることにより変更することができることを示す。この改質有機着色剤の転化率％は実施例３のそれよりも一段と低くあり、この実施例は、達成することができる広範囲のレベルの表示を与える。

【００７１】

実施例１０

実施例３の改質黄着色剤分散液５ｍＬ、および２－ピロリドン３７．６％、ペンタン－１，５－ジオール５．４％、イソプロパノール６．０％、０．１％のサーフィノール（Ｓｕｒｆｙｎｏｌ）（登録商標）４６５、およびバランス分の水を含有するインク媒剤５ｍＬを用いて、黄インクを配合した。４５０ｎｍシリンジ濾過器を通してインクを濾過し、ヒューレット・パッカード（Ｈｅｗｌｅｔｔ－Ｐａｃｋａｒｄ）２０００Ｃ印字ヘッド中に入れた。黄の四角パターンを、ＨＰ２０００Ｃプリンタを用いてＨＰブライト・ホワイト・インクジェット紙、および１．２～１．３に等しい４００ｎｍで優れた視覚印刷品質および最大の光学密度を有するＨＰプレミアム・プラス・フォト紙上に印刷した。

【００７２】

上述のように、本発明の方法は、改善された全体特性を有する改質有機着色剤および分散液を製造する。着色剤および分散液は、優れた印刷品質および光学密度を有する印刷物および画像を調製するためのインクジェットインク組成物において特に有用であることが可能である。

【００７３】

本発明の好ましい実施形態のこれまでの説明は、例示および説明の目的のために提供されてきた。それは、本発明を網羅的であるとも、または本発明を開示された正確な形態に限定しようとも意図されていない。修正および変形は上記教示に照らして可能であるか、または本発明の実行から得ることが可能である。実施形態は、本発明の原理およびその実施適用を説明して、当業者が本発明を種々の実施形態において、および考慮された特定用途に適するような種々の修正を伴って本発明を利用することを可能とするために、選択され記載された。本発明の範囲は本明細書に添付されるクレーム、およびそれらの同等物により定義されることが意図されている。

【図面の簡単な説明】

【００７４】

【図１】本発明の改質有機着色剤に対する、およびそれが調製された元の有機着色剤に対するｘ線粉末回折像を示す。

【図２】酸性化の前および後両方の本発明の改質有機着色剤に対するｘ線粉末回折像を示す。

【図３】改質レベルの標識として本発明の改質有機着色剤に対する滴定結果のプロットを示す。

【図１】

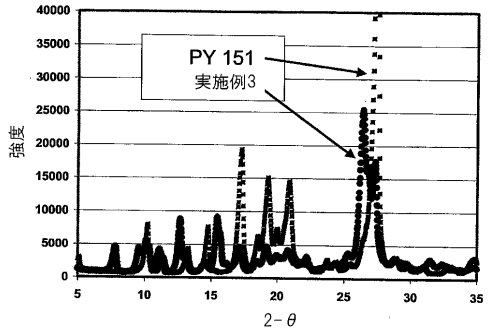


FIG. 1

【図２】

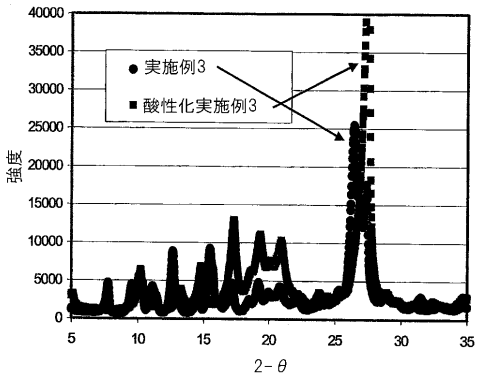


FIG. 2

【図３】

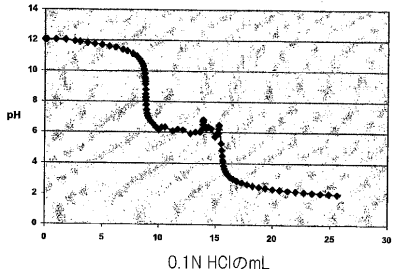


FIG. 3

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/US2004/010579

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C09B67/04 C09B67/10 C09D11/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C09B C09D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 03/008510 A (MENZEL HEIDEMARIE ; CLARIANT GMBH (DE); HARZ ANDREAS (DE); MUELLER MIC) 30 January 2003 (2003-01-30) examples 1,6 page 12, line 24 - line 25 page 5, line 28 - line 30 page 6, line 8 - line 17	1,4-46
X	EP 1 146 094 A (TOYO INK MFG CO) 17 October 2001 (2001-10-17) * example 22; comparitive examples 1,13 *	1,3, 17-40
X	US 6 451 103 B1 (KATO MIKIYA ET AL) 17 September 2002 (2002-09-17) cited in the application claims 1,2,8	17-46

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
24 August 2004	02/09/2004

Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Ketterer, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
[redacted]/US2004/010579

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
WO 03008510	A	30-01-2003	DE	10135140 A1	30-01-2003
			BR	0211138 A	29-06-2004
			CA	2453981 A1	30-01-2003
			CZ	20040068 A3	12-05-2004
			WO	03008510 A1	30-01-2003
			EP	1414917 A1	06-05-2004
EP 1146094	A	17-10-2001	JP	2002121460 A	23-04-2002
			JP	2002121419 A	23-04-2002
			EP	1146094 A2	17-10-2001
			JP	2002241638 A	28-08-2002
			US	2001029870 A1	18-10-2001
US 6451103	B1	17-09-2002	NONE		

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		ＦＩ		テーマコード（参考）
Ｃ０９Ｂ 67/20	***(2006.01)***	Ｃ０９Ｂ 67/20	Ａ	
Ｃ０９Ｄ 11/00	***(2006.01)***	Ｃ０９Ｂ 67/20	Ｌ	
Ｂ４１Ｍ 5/00	***(2006.01)***	Ｃ０９Ｄ 11/00		
Ｂ４１Ｊ 2/01	***(2006.01)***	Ｂ４１Ｍ 5/00	Ｅ	
		Ｂ４１Ｊ 3/04	１０１Ｙ	

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IT,LU,MC,NL,PL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NA,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100082898
弁理士 西山 雅也
(72)発明者 ユ，ユアン
アメリカ合衆国，ニューハンプシャー ０３０６２，ナシュア，スモーキー レーン ３

Ｆターム(参考) 2C056 FC01
2H186 BA11 DA12 FB11 FB16 FB17 FB25 FB29 FB30 FB54
4J037 AA30 CA10 CA18 CB09 DD05 EE08 EE28 EE29 EE35 EE43
FF04 FF05 FF06 FF07 FF08 FF15 FF23
4J039 BA17 BA29 BE01 CA06 DA02 EA15 EA16 EA17 EA18 EA19
EA20 GA24