

申請日期	88.10.15
案號	88117836
類別	C09B 7/20, C09D 7/12 1/2

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

562840

發 明 專 利 說 明 書

~~新 型~~

一、發明 名稱	中 文	偶氮化合物及其製造方法
	英 文	AZO COMPOUND AND A PROCESS FOR PREPARING THE SAME
二、發明人 創作	姓 名	1. 上野隆三 2. 北山雅也 3. 南憲次 4. 若森浩之
	國 籍	日本國
三、申請人	住、居所	1. 日本國兵庫縣西宮市南鄉町 10-27 2. 日本國兵庫縣寶塚市山本東 3-76 3. 日本國大阪府泉南市男里 3-15-2 4. 日本國兵庫縣冰上郡山南町北太田 50
	姓 名 (名稱)	上野製藥應用研究所股份有限公司
代 表 人 姓 名	國 籍	日本國
	住、居所 (事務所)	日本國大阪府大阪市中央區高麗橋 2 丁目 4 番 8 號
代 表 人 姓 名	姓 名	上野隆三
	姓 名	

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
IPC分類：

A6

B6

本案已向：

日本 國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ，有 無主張優先權

1998年10月16日 特願平 10-295215(主張優先權)

1999年4月13日 特願平 11-105206(主張優先權)

1999年6月23日 特願平 11-176626(主張優先權)

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

[技術領域]

本發明係有關新穎之偶氮化合物、其製法及用途。又，本發明係有關作為上述新穎偶氮化合物原料之新穎萘酚衍生物及其製造方法。

[技術背景]

近年來，為改良並賦與油漆、油墨、感光材料等更高之附加價值及更佳之特性，尤其是耐光性、耐溶劑性、耐水性、耐藥品性等，積極的進行新穎顏料及染料等之開發。其具體例為，本發明人等已揭示之有關以 2-羥基萘-3,6-二羧酸、酯、醯胺或醯脲衍生物作為偶合劑而得之偶氮化合物(WO98/16587 號公報)。

[發明之揭示]

本發明係提供耐水性、耐藥品性、耐溶劑性、耐熱性，特別是耐光性優越，且具有良好分散性、著色性，此外在橙色至紫色之寬廣範圍內其鮮艷色澤及透明性兼而有之的偶氮化合物。

本發明之特徵係以 2-羥基萘-3,6-二羧酸為原料，藉著以烷基醯胺衍生物修飾其 3 位及/或 6 位之羧基，而獲得特別是耐光性優越之新穎偶氮系著色劑。

亦即，本發明係有關下式[I]所示之新穎偶氮化合物，其製造方法及含該偶氮化合物之色料：

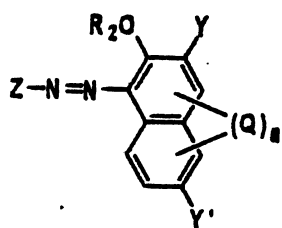
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(2)



[I]

[式中， Y 示 $-(CONH)_n-X$ 、或可經酯化之羧基、

Y' 示 $-(CONH)_n-X'$ 、或可經酯化之羧基、

(X 及 X' 示可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基、可具有取代基之芳基或可具有取代基且具有共軛雙鍵之雜環基、

n 示 1 或 2 之整數、

但是，當 Y 或 Y' 之任一方為羧基時，亦可形成容許之鹽類)、

R_2 示氫原子、碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷基、碳數 1 至 6 之醯基或苯基烷基、

Q 示碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷基、碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷氧基、鹵原子、磺基、硝基、亞硝基或胺基、

m 示 0 至 3 之整數(m 為 1 時 Q 可與 2 個稠環之任一個相結合， m 為 2 或 3 時 Q 可與 1 個或 2 個稠環結合或亦可與 2 個稠環共同形成環)以及

Z 示可具有取代基之單價芳族基；

但是， Y 及 Y' 之中至少有一個之 X 或 X' 為可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基者]。本說明

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

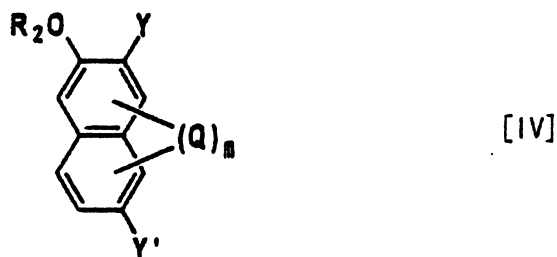
訂

線

五、發明說明(3)

中之色料係指顏料、油墨、油漆、染料、高分子材料用之混合著色料、電荷發生材料等。

又，本發明係有關下式[IV]所示之新穎萘酚衍生物及其製造方法：



[式中，Y 示 $-(\text{CONH})_n-X$ 、或可經酯化之羧基、

Y' 示 $-(\text{CONH})_n-X'$ 、或可經酯化之羧基、

(X 及 X' 示可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基、可具有取代基之芳基或可具有取代基且具有共軛雙鍵之雜環基、

n 示 1 或 2 之整數、

但是，當 Y 或 Y' 之任一方為羧基時，亦可形成容許之鹽類)、

R₂ 示氫原子、碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷基、碳數 1 至 6 之醯基或苯基烷基、

Q 示碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷基、碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷氧基、鹵原子、磺基、硝基、亞硝基或胺基、

m 示 0 至 3 之整數(m 為 1 時 Q 可與 2 個稠環之任一個相結合，m 為 2 或 3 時 Q 可與 1 個或 2 個稠環結

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明(4)

合或亦可與2個稠環共同形成環)

但是，Y及Y'之中至少有一個之X或X'為可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基者。]

如上述，本發明中之偶合劑(式[IV]所示之化合物)係以2-羥基萘-3,6-二羧醯胺、醯脲或羧酸衍生物做為原料。做為原料之2-羥基萘-3,6-二羧酸，依據科爾比-施米特(Kolbe-Schmitt)法於苯酚鉀等鉀鹽之存在下於高溫高壓下使二氧化碳與2-羥基萘鉀反應即可獲得。

本發明之醯胺或醯脲可依據常法，於二甲苯、𠵼環戊烷等溶劑中由亞硫醯氯等而得醯基氯，使該醯基氯與胺類及尿素類反應即可獲得。或者使三氯化磷或二環己基碳二亞胺等與胺類及尿素類直接反應亦可獲得。

胺類或尿素類，亦即Y及Y'中由X或X'基所形成之原料化合物，為可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂肪胺類、可具有取代基之芳族胺化合物，例如苯胺(X或X'為苯基)、胺基萘(X或X'為萘基)、胺基蔥(X或X'為蔥基)、胺基芘(X或X'為芘基)、胺基苈(X或X'為苈基)、胺基蔥醌(X或X'為蔥醌基)等具有可含有取代基之共軛雙鍵的雜環化合物，例如胺基苯并咪唑酮(X或X'為苯并咪唑酮基)、胺基咪唑(X或X'為咪唑基)、胺基吡啶(X或X'為吡啶基)、胺基噻唑(X或X'為噻唑基)、胺基苯并噻唑(X或X'為苯并噻唑基)、胺基咪唑(X或X'為咪唑基)、特別是胺基吡啶(X或X'為吡啶基)、胺基噻吩(X或X'為硫代呋喃基)、胺基吩噻嗪(X或X'為吩噻嗪基)，胺基吡啶(X

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(5)

或 X' 為吡啶基)、胺基喹啉(X 或 X' 為喹啉基)等。上述化合物之取代基可例示如鹵素、硝基、低級烷基、低級烷氧基、氰基、苯基、嗎啉基、苯氧基、磺基、羧基、醯胺基(例如苯胺基羰基)等，此外上述之苯氧基及醯胺基亦可分別具有其他取代基例如鹵素、低級烷基、低級烷氧基、烷胺基磺醯基、硝醯基等。

本發明中，式[I]及[IV]中之 Y 及 Y' 至少有一個之 X 或 X' 係表示可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基之基者。

尿素類可使上述胺化合物與氰酸鉀反應而得。亦即，可由苯胺獲得苯基尿素。

Y 及 Y' 可表示可經酯化之羧基，例如可為式 -COR 或 -COR' 所示者。R 或 R' 之任一者為烴基時可形成容許之鹽。容許之鹽意指該鹽本身不會阻礙重氮化反應，且對顯色及耐光性無不良影響之物。具體而言為鹼金屬鹽、鹼土金屬鹽等，特別是鹼金屬鹽為佳。鹼金屬可例舉如鈉、鉀、鋰等。Y 或 Y' 為可經酯化之羧基時，R 及 R' 可例舉如碳數 1 至 6，較好為 1 至 4 之可具有支鏈之烷氧基、苯氧基、苄氧基或萘氧基等，此等基亦可具有取代基。

R₂ 為氫原子、碳數 1 至 6，較好為 1 至 4 之可具有支鏈之烷基，特別是甲基、乙基；碳數 1 至 6，較好為 1 至 4 之醯基，特別是乙醯基；或苯基烷基，而苯基烷基亦可具有取代基，例如鹵原子、低級烷基等。

如前所述本發明之特徵為 X 及 X' 基之中至少一個係

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明(6)

可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基者。脂族烴基之碳數較好為1至30，更好為1至20。脂族烴基可為直鏈或具有支鏈，亦可形成環，但以直鏈為佳。又，亦可具有不飽和鍵及取代基。取代基可例示如脂環式脂族基，例如環戊基、環己基等，芳基例如苯基、萘基等，雜環基例如呋喃基、矽烷基、六氫吡啶基、吡啶基、嗎啉基、硫代呋喃基、吡啶基、吡嗪基等，鹵素例如氟、氯、溴、碘等，烷氧基、環烷胺基、烷胺基、硝基、羥基、羧基等。取代基為含有脂環式脂族基及芳基等之烴基時之碳數係指烷基之碳數，具支鏈之烷基其碳數係表示包括支鏈之碳數。可具有取代基之烷基其具體例可例示如甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、異丁基、第三丁基、乙基己基、戊基、己基、辛基、二甲基己基、十二烷基、十六烷基、十八烷基、二十烷基、三十烷基、十八烯基、苄基、苯基乙基、苯基丁基、環己基胺基丙基、嗎啉基丙基、吡啶基甲基、糠基、三甲氧基矽烷基丙胺基乙基、三乙氧基矽烷基丙基等，此外上述基亦可具有其他取代基，例如鹵素、低級烷基、低級烷氧基、硝基、胺基等。

本發明中特佳之偶氮化合物為X(式IV之3位)係芳基，特別是萘基，X'(式IV之6位)係可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基之化合物。

與本發明式[IV]所示之萘酚衍生物反應而形成乙基之芳族胺類，可例示如苯胺、萘胺、單胺基蒽、單胺基茛、單胺基芴酮等單胺基稠合多環式烴類，單胺基吡啶、單胺

五、發明說明(7)

基苯并噻吩、單胺基喹啉、單胺基吡啶等。此等芳族胺類亦可具有取代基，取代基可例示如鹵素、低級烷基、特別是甲基，鹵化低級烷基、氟基、硝基、低級烷氧基、醯胺基、磺基、烷胺基磺醯基、胺基羰基、苯胺基羰基、苯氧基、烷氧羰基、羥基、苯甲醯胺基、甲苯二胺基、三吡啶基、嘧啶基胺基、硫化低級烷磺醯基、硫化低級烷羰基、硫化低級烷磺醯胺基、硫化低級烷羰基胺基等。此等取代基中若為具有芳香環或雜環者可另具有取代基。取代可例示如鹵素、低級烷基、或可具有磺基、硫化低級烷基磺醯基等取代基之萘胺基、苯胺基等。

形成 Z 基之芳香族胺類較好為苯胺或萘胺。

本發明之偶氮化合物係由以亞硝酸鈉將芳族化合物重氮化所得之重氮鎗化合物與上述式 [IV] 所示之萘酚衍生物進行偶合而得者。該方法並無特別限定，偶氮化合物之合成法亦可採用習知方法，通常於 0 至 100°C 範圍之溫度下進行約 1 至 24 小時之反應。

依據本發明方法所得之偶氮顏料可視希望加以色澱化。色澱化劑可使用鈣鹽、鋇鹽、鋇鹽、錳鹽等，色澱化亦可依常法進行。

本發明之偶氮化合物亦可由使用本發明特定之一種偶合劑與含有一種以上任一種與前者不同之本發明偶合劑之混合偶合劑而合成者。

本發明之偶氮化合物可使用於顏料、油墨、油漆、染料、高分子材料混練用色料等。

五、發明說明(8)

顏料方面，係將本發明之偶氮化合物於甲苯、二甲苯、乙醇、正丁醇、異丁醇、苜醇、丁基溶纖劑、乙酸乙酯、礦質松節油、石油揮發油等溶劑中，以球磨機研磨而得具有良好分散性之物。研磨之際，可另外添加分散劑。分散劑可例示如脂族系多元羧酸、高分子聚酯之胺鹽、聚醚、酯型表面活性劑、高分子量聚羧酸之長鏈胺鹽、高分子量聚酯酸之醯胺胺鹽、長鏈聚胺基醯胺與高分子酸聚酯之鹽、長鏈聚胺基醯胺與磷酸之鹽、聚醯胺系、磷酸酯系表面活性劑等。

油墨方面，可使用畢氏磨(Bismill)或三輓滾筒等將本發明之偶氮化合物，分散於清漆中等，並於載體中混練，亦可添加其他輔助劑而得。例如，有關印刷油墨方面，可依據版式、用途、乾燥方式、被印刷物而改變載體以獲得平版印刷油墨、輪轉凹凸油墨、水性油墨、UV油墨等各種油墨。亦即，載體方面可例示如松香變性酚醛樹脂、松香酯樹脂、石油樹脂、醇酸樹脂、松香酸鈣、聚醯胺樹脂、硝化棉、丙烯酸樹脂、聚胺基甲酸酯樹脂、氯化乙烯、膠系樹脂、苯乙烯馬來酸樹脂、聚醇樹脂、環氧樹脂、胺基甲酸酯丙烯酸酯等。此等溶劑亦可與溶劑或烯釋劑共同混合、混練成各種油墨。溶劑或稀釋劑可例示如植物油、石油系烴類溶劑、芳族烴、醇、酮、酯芳香族烴、水、光聚合性丙烯酸單體等。輔助劑可例示如乾燥控制劑、黏度控制劑、分散劑、顏色調整劑、反應劑、其他消泡劑等。

油漆方面，係於二甲苯等揮發性溶劑中，將本發明之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明（ 9 ）

偶氮化合物與三聚氰胺樹脂、醇酸樹脂、環氧樹脂等熱硬化性樹脂共同研磨而得具良好分散性之物。塗佈於鋼板等之後，於適當溫度下烘乾，即可得具有良好光澤之塗膜。又，研磨時亦可添加如下述之添加劑。添加劑可例示如植物聚合油系、聚醚·酯型表面活性劑、磷酸酯表面活性劑、硫酸酯型·陰離子系表面活性劑、含水蓖麻油系、醃胺系、脂肪酸醃胺蠟系、脂族系多元羧酸、高分子量聚羧酸之長鏈胺鹽、長鏈聚胺基醃胺與高分子酸聚酯之鹽、長鏈聚胺基醃胺與磷酸之鹽、高分子聚酯之胺鹽、聚氧化乙烯系等。

本發明之偶氮化合物其分散性、著色性優越，而且具備金屬塗料所欠缺之透明性、因此可適用於汽車或建材用塗料。

染料方面，由於本發明之偶氮化合物中其構造中具有硫化乙基磺基等官能基者，於鹼性浴中可成為乙烯磺基並與被染色纖維之羥基進行加成反應而染色，故可得具良好纖維反應性之染料。被染色之纖維可例示如纖維素纖維材料（例如棉、麻、人造絲、彭帛(Bemberg)人造絲等）。

高分子材料混練著色料方面，可使用擠出混練機等將本發明之偶氮化合物與經粉碎之高分子材料混合後，使熔融膠化，即可著色。經著色之高分子材料可依據各種適當配方成形加工。高分子材料可例示如軟質及硬質氯化乙烯樹脂、偏氯化乙烯樹脂、低密度及高密度聚乙烯、乙烯-乙酸乙烯酯共聚物、聚丙烯、聚丁烯、成形用及發泡用聚苯乙烯、丙烯腈-苯乙烯共聚物、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯

五、發明說明 (10)

共聚物、石油樹脂、甲基丙烯酸樹脂、聚乙烯醇、聚醯胺系樹脂、氟樹脂、聚碳酸酯、聚乙縮醛、聚對酞酸乙二醇酯聚酞酸丁二醇酯、變性聚苯二醚等熱可塑性樹脂，酚醛樹脂、尿素樹脂、三聚氰胺樹脂、不飽和聚酯樹脂、醇酸樹脂、環氧樹脂、矽樹脂、胺基甲酸型樹脂等熱硬化性樹脂等。又，分成橡膠可例示如天然橡膠等。

含本發明偶氮化合物之顏料，可做為噴墨用油墨之著色劑，特別是全色彩用品紅油墨之著色劑使用。為適用於噴墨用油墨，宜將本發明之顏料分散於液體介質中，此種液體介質，適用為水與水溶性有機溶劑之混合溶劑。水溶性有機溶劑可例舉如醇類(例如，甲醇、乙醇、丙醇、丁醇、異丁醇、第二丁醇、第三丁醇、戊醇、己醇、環己醇、苯甲醇等)，多元醇類(例如，乙二醇、二乙二醇、三乙二醇、聚乙二醇、丙二醇、二丙二醇、聚丙二醇、丁二醇己二醇、戊二醇、甘油、己三醇、硫代二乙二醇等)，多元醇醚類(例如，乙二醇單甲基醚、乙二醇單乙基醚、乙二醇單丁基醚、二乙二醇單乙基醚、二乙二醇單丁基醚、丙二醇單甲基醚、丙二醇單丁基醚、乙二醇單甲基醚乙酸酯、三乙二醇單甲基醚、三乙二醇單乙基醚、三乙二醇單丁基醚、乙二醇單苯基醚、丙二醇單苯基醚等)，醯胺類(例如甲醯胺、N,N-二甲基甲醯胺、N,N-二甲基乙醯胺等)，亞砷類(例如二甲基亞砷類)，砷類(例如砷環戊烷等)，乙腈，丙酮等。

為了維持做為水性介質之特性，該等有機溶劑對水之

訂

線

五、發明說明 (11)

比例，較好為 30 重量%以下，特別是 5 至 20 重量%之範圍為佳。

本發明含偶氮化合物之顏料，亦可與其他顏料或油溶性染料、分散染料等水不溶性染料併用。當顏料與水不溶性染料併用時，與單獨使用任一者之情況相比較，可提高其記錄畫像之畫像濃度。

油墨中顏料之比例雖未特別限定，但以全油墨量之 1 至 15 重量%範圍，特別是 3 至 10 重量%為佳。顏料之比例若未達 1 重量%，則油墨之著色力不夠充分，記錄畫像之畫像濃度亦恐不足。又，反之若顏料之比例超過 15 重量%，則顏料難以在油墨中均勻分散。

又，與油溶性染料併用時，對顏料 100 重量份較好使用 5 至 50 重量份。

由上述各成分所成之本發明油墨，係依與以往相同之方法於作為分散劑之水溶液中添加顏料，採用球磨機等分散工具進行分散處理，此外可視需要進行離心分離處理後，於該分散液中加入添加劑等，並以水性介質稀釋至預定濃度即可製造。又少量時，亦可在不稀釋後加入添加劑，而係在分散系中即加入最初所預定量之水性介質及添加劑以進行分散處理。

噴墨用油墨之黏度，以其飛翔時之黏度為 40cps 以下為佳，30cps 以下者更佳。又油墨之表面張力，以其飛翔時之表面張力為 20dyn/cm 以上為佳，25 至 80dyn/cm 者更佳。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (12)

本發明之噴墨用油墨中，視所欲提高之性能，如噴出安定性、印刷噴嘴、油墨卡匣適合性、保存安定性，畫像保存性或其他諸性能，亦可添加黏度調整劑、表面張力調整劑、電阻率調整劑、皮膜形成劑、分散劑、界面活性劑、紫外線吸收劑、抗氧化劑、pH調整劑、抗褪色劑、防黴劑、防銹劑等。

本發明之噴墨用油墨，有關使用之記錄方式雖無特別限制，但使用於電荷控制型之記錄方式時，以添加導電度調整劑為佳。導電度調整劑可列舉如碘化鉀、硫代氰酸鉍、硫代氰酸鈉、硫代氰酸鉀、硝酸鋰、氯化鋰等，於油墨中其添加量以 0.1 至 2.0 重量%之比例為佳。

本發明之顏料，其分散性及著色性優越，且具有全色彩畫像再現所需之透明性，因此作為噴射用油墨之著色劑時，可獲得鮮艷之畫像。

含本發明偶氮化合物之顏料可作為靜電式影印機、雷射束印表機等電子照相用調色漿之著色劑特別是作為全彩色用品紅色調色漿之著色劑。

調色漿方面，通常可於定影用樹脂中將著色劑等添加劑分散而製得。定影用樹脂可列舉如苯乙烯系聚合物、丙烯酸系聚合物、苯乙烯-丙烯酸系聚合物、氯化聚苯乙烯、聚丙烯、離子鍵共聚物等鏈烯系聚合物，聚氯化乙烯樹脂、聚酯樹脂、聚醯胺樹脂、聚胺基用酸酯樹脂、環氧樹脂、酞酸二烯丙酯樹脂、矽酮樹脂、酮系樹脂、聚乙烯丁醯樹脂、酚系樹脂、松香變性酚系樹脂、二甲苯樹脂、松香變

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明 (13)

性馬來酸樹脂、松香酯等。其中以苯乙烯-丙烯系聚合物、聚酯樹脂更為適用。

本發明之顏料作為著色劑使用時，亦可併用其他原料以達到調整色光之目的。併用之顏料可列舉如酞菁系、偶氮系、蔥醌、環氧酮、茈系、靛藍、硫代靛藍系、二噁吡系、喹吡啶酮系、異吡啶系、苯胺黑系、碳黑系等顏料。

著色劑之添加量，對定影用樹脂 100 重量份較好使用 1 至 20 重量份，特別是 2 至 10 重量份更佳。著色劑以外之代表性添加劑可列舉如電荷控制劑、透印防止劑等。電荷控制劑係為控制調色漿之摩擦帶電性而配合使用之物，視調色漿之帶電特性有正電荷控制用及負電荷控制用 2 種。

正電荷控制用之電荷控制劑可列舉如，具有鹼性氮原子之有機化合物，例如鹼性染料、胺基吡啶、嘧啶化合物、多核聚胺化合物、胺基矽烷類等。負電荷控制用之電荷控制劑可列舉如含金屬偶氮染料、環烷酸金屬鹽、烷基水楊酸之金屬鹽、脂肪酸皂、樹脂酸皂等。

電荷控制劑之添加量，對定影用樹脂 100 重量份使用 0.1 至 10 重量份，特別是 0.5 至 8 重量份為佳。

透印防止劑係於定影時為防止調色漿之透印現象而配合之物，可列舉如脂族系烴、脂族金屬鹽、高級脂肪酸類、脂肪酸酯類或其部分酮化物、矽酮油、各種蠟等。其中，以重量平均分子量為 1000 至 10000 範圍之脂族系烴為佳。具體而言，以低分子量聚丙烯、低分子量聚乙烯、石蠟、

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明 (14)

由碳原子數 4 以上之鏈烯單位所成之低分子量鏈烯聚合物、矽酮油等之 1 種或 2 種以上之組合為宜。

透印防止劑之添加量，對定影用樹脂 100 重量份為 0.1 至 10 重量份，特別是 0.5 至 8 重量份為宜。本發明之電子照相用調色漿，可與週知之各種載體組合作為二成分系之顯影劑使用。調色漿與載體配合比例與以往相同即可，又為提高調色漿之流動性，上述週色漿與載體中可另外配合疏水性矽微粉末、明礬微粉末等流動化劑。又，作為單成分顯影劑用之磁性調色漿時可添加磁性體粉末。代表性磁性體可例舉如鎂、赤鐵礦、鐵酸鹽等氧化鐵，此外亦包括鐵、鈷、鎳類金屬，或上述金屬與鋁、鈷、銅、鉛、鎂、錫、鋅、銻、鉍、鎘、鈣、錳、硒、鈦、鎢、鈳之合金或混合物等。

磁性體粉末之添加量，對定影用樹脂 100 重量份以 20 至 300 重量份為宜，50 至 150 重量份更佳。又使用壓力定影用調色漿時，可視需要添加可塑劑、油脂、低融點蠟、石油樹脂、液狀寡聚物樹脂等可塑化材料。

調色漿粒子之粒徑雖無特別限制，但以 3 至 35 μ m，特別是 5 至 20 μ m 為佳。

本發明之電子照相用調色漿之製造，係將上述各成分以乾式摻合機、韓蘇氏混合機、球磨機等預混練均質化而得之混合物，例如使用班伯里混練機、滾筒、單軸或雙軸擠出混練機等混練裝置均勻溶融混練後，所得之混練物冷卻後粉碎之，並視需要而分級。亦可依據其他聚合法、

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (15)

微膠囊聚合法、噴霧乾燥法等週知方法製造。

又，將含有著色劑與樹脂之著色劑組成物分散於溶劑中亦可製成液體調色漿。溶劑可列舉如高絕緣性(電阻 10^{10} Ω cm 以上)、低衍生率(衍生率 3 以下)之石油系樹脂脂族烴、正己烷、石油醚、正庚烷、正戊烷、異十二烷、異辛烷等之外，亦可列舉此等之鹵衍生物，例如四氯化碳、全氟乙烯等，可單獨使用亦可組合使用。

使用本發明之顏料作為著色劑之調色漿，因為畫像濃度高、顏色再現性優越且具有透明性，因此用於全色彩用之品紅調色漿時，可得鮮艷之畫像。

含本發明偶氮化合物之顏料，可作為濾色片、特別是液晶顯示器等用之具有光學特性之優異濾色片用之紅色顏料使用。

該濾色片之製作，係將已分散有顏料之高分子樹脂組成物圖案化而形成像素之方法或將顏料與高分子樹脂於溶液中分散，並析出於玻璃基板已圖案化之透明電極之方法等而得。

本發明所使用之有機高分子樹脂，其要求為濾色片為無色透明，且耐熱性、耐光性優越之高分子。其具體例為環氧樹脂、三聚氰胺樹脂、丙烯系樹脂、聚亞胺樹脂及其前驅物之聚醯胺樹脂、聚酯樹脂、不飽和聚酯樹脂、聚碳酸樹脂、具有(甲基)丙烯醯基之感光性單體以及寡聚物、其他之樹脂等，特別佳之有機高分子為至少有 1 個以上乙烯性不飽和雙鍵之光聚合性化合物。使用本發明之含偶氮

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (16)

化合物之顏料所製作之濾色片，可於本發明之顏料中併用其他顏料。與本發明之顏料併用之顏料其具體例可例舉如芘系顏料、喹吖啶酮、蔥醌系顏料、雙偶氮系顏料、吡咯并吡咯系顏料、異吡啉系顏料、酞菁系顏、鹵化酞菁系顏料、二噁吡系顏料等。

顏料之添加對高分子樹脂 100 重量份以添加 10 至 50 重量份為宜。

使用本發明顏料之濾色片，可依據顏料內加微影法、電極沈積法、電場微胞法、印刷法等週知方法製作。例如，顏料內加微影法係調製由本發明之顏料組成物、感光性樹脂、光聚合起始劑、溶劑、其他成分所成之樹脂組成物，必要時以超音波處理機、分散機處理，並進行過濾後，以旋轉機等塗佈於玻璃板等基板上並乾燥後，使用超高壓水銀燈等光源經由光罩曝光，經由顯像步驟而獲得 1 像素(紅色)。使用具有不同色相之其他顏料(進行相同操作，通常藉由 3 次重覆操作可獲得具有 R、G、B 三色所成像素之濾色片。又印刷法係將由本發明之顏料與聚醯胺樹脂及環氧樹脂等熱硬化性樹脂及溶劑所成之油墨以印刷機印刷於玻璃板等基板上，並施與熱處理而得 1 像素。亦可依據顏料內加微影法、印刷法以外之常用方法，以調製使用本發明顏料組成物之濾色片。

本發明之顏料分散性優越，因此使用該顏料組成物之濾色片特徵為具有優異分光特性，其消偏轉作用小。

含本發明偶氮化合物之顏料具有優越之電荷發生能，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明 (17)

因此可作為用於電子照相複印機、雷射印表機等用之有機感光體之電荷發生材料使用。感光體已知有經由光照射可發生電荷之電荷發生材料，與將輸送發生電荷的電荷輸送材料分散於黏合樹脂中之機能分離型有機感光體。

該有機感光體有所謂單層型感光層與積層型感光層，本發明之顏料可適用於該任一種感光層。單層型感光層係將電荷發生材料及電荷輸送材料，與黏合樹脂等共同溶解或分散於適當溶劑中，並將所得之塗佈液塗佈於導電性基體上，並加以乾燥而作成。

積層型感光層，係首先將含有電荷發生材料與黏合樹脂之塗佈液塗佈於導電性基體上，而形成含有電荷發生材料之電荷發生層，繼之於該電荷發生層上，塗佈含有電荷輸送材料與黏合樹脂之塗佈液，經乾燥形成電荷輸送層而作成。又與上述相反，亦可在導電性基體上形成電荷輸送層，其上再形成電荷發生層。

電荷發生材料可使用含本發明偶氮化合物之顏料，亦可與其他有機或無機之光導電性材料併用。此類光導電性材料可為例如硒、硒碲礦、硒-砷、硫化鎘、 α -矽等無機光導電材料之粉末，非金屬酞菁、鈦酞菁、茈系顏料、雙偶氮顏料、二硫酮吡咯并吡咯顏料、非金屬萘菁顏料、金屬萘菁原料、斯克蘭(squaline)顏料、三唑顏料、靛藍顏料、天藍錠顏料、花青染料，此外可列舉如安散斯隆(AnSanslon)系顏料、三苯基甲烷系顏料、陰丹士林系顏料、甲苯胺系顏料、吡唑啉系顏料、喹吡啶酮系顏料等。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (18)

此等電荷發生材料，為配合電子照相感光體之感度領域等，亦可 1 種或 2 種以上併用。

電荷輸送材料可列舉如四氫基乙烯；2,4,7-三硝基-9-芴酮等芴酮系化合物；9-吡啶基亞胺基芴等芴系化合物；二硝基蒽等硝基化合物；琥珀酸酐；馬來酸酐；二溴馬來酸酐；三苯基甲烷系化合物；2,5-二(4-二甲胺基苯基)-1,3,4-噁二唑等噁二唑系化合物；9-(4-二乙胺基苯乙烯基)蒽等苯乙烯系化合物；聚-N-乙烯基吡啶等吡啶系化合物；1-苯基-3-(對-二甲胺基苯基)吡啶等吡啶系化合物；4,4',4-三(N,N-二苯胺基)三苯胺、3,3'-二甲基-N,N,N',N'-肆-4-甲基苯基(1,1'-聯苯基)-4,4'-二胺等胺衍生物；1,1-雙(4-二乙胺基苯基)-4,4-二苯基-1,3-丁二烯等共軛不飽和化合物；4-(N,N-二乙胺基)苯甲醛-N,N-二苯基脞等脞系化合物；N,N,N',N'-肆(3-甲苯基)-1,3-苯二胺、N,N'-雙(4-甲苯基)-N,N'-雙(3-甲苯基)-1,3-苯二胺等間-苯二胺系化合物；吡啶系化合物、噁唑系化合物、異噁唑系化合物、噻唑系化合物、噻二唑系化合物、咪唑系化合物、吡啶系化合物、吡啶系化合物、三唑系化合物等含氮雜環化合物；稠合多環族化合物等。此等電荷輸送材料可單獨使用，亦可 2 種以上合併使用。又，當使用聚乙烯吡啶等具有成膜性之電荷輸送材料時，未必需要黏合樹脂。黏合樹脂可列舉如苯乙烯聚合物、苯乙烯-丁二烯共聚物、苯乙烯-丙烯腈共聚物、苯乙烯-馬來酸共聚物、丙烯酸系共聚物、苯乙烯-丙烯酸系共聚物、聚乙烯、乙烯-乙酸乙烯酯共聚

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (19)

物、氯化聚乙烯、聚氯化乙烯、聚丙烯、氯化乙烯-乙酸
 乙烯酯共聚物、聚酯、醇酸樹脂、聚醯胺、聚尿烷、聚羧
 酸酯、聚丙烯酸酯、聚脲、二烯丙基酞酸酯樹脂、酮樹脂、
 聚乙烯丁醯樹脂、聚醚樹脂等熱可塑性樹脂及矽酮樹脂、
 環氧樹脂、苯酚樹脂、尿素樹脂、三聚氰胺樹脂等其他交
 聯性熱硬化性樹脂、此外亦包括環氧-丙烯酸酯、尿烷-丙
 烯酸酯等光硬化性樹脂。此等黏合樹脂可單獨使用，亦可
 2種以上合併使用。

於感光層中，除上述各成份外，尚可添加例如增感劑、
 抗氧化劑、紫外線吸收劑、可塑劑、表面滑性劑、流平劑
 等各種添加劑。增感性可列舉如三聯苯、鹵代萘醌類、茛
 烯。抗氧化劑可列舉如 2,6-二-第三丁基-對甲苯酚、三乙
 二醇-雙[3-(3-第三丁基-5-甲基-4-羥苯基)丙酸酯]、1,6-己
 二醇-雙[3-(3,5-二-第三丁基-4-羥苯基)丙酸酯]、季戊四
 醇-肆[3-(3,5-二第三丁基-4-羥苯基)丙酸酯]、2,2-硫基-二
 乙烯雙[3-(3,5-二-第三丁基-4-羥苯基)丙酸酯]、2,2-硫基
 雙(4-甲基-6-第三丁基酚)、N,N'-六亞甲基雙(3,5-二-第三
 丁基-4-羥基-氫化肉桂醯胺)、1,3,5-三甲基-2,4,6-三(3,5-
 二-第三丁基-4-羥基苯甲基)苯等酚系抗氧化劑。

積層感光體中，構成電荷發生層之電荷發生材料與黏
 合樹脂，可使用各種不同比例，但一般對黏合樹脂 100 重
 量份，以使用電荷發生材料 5 至 1000 重量份，特別是 30
 至 500 重量份之比例為佳。

構成電荷輸送層之電荷發生材料與黏合樹脂，在不妨

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明 (20)

礙電荷輸送之範圍及不發生結晶化之範圍內，可使用各種比例，但為使經光照射在電荷發生層所產生之電荷容易輸送起見，對黏合樹脂 100 重量份以使用總量為 10 至 500 重量份，特別是 25 至 200 重量份比例之電荷輸送材料為佳。

又，積層型感光層之厚度，以形成之電荷發生層為 0.01 至 $5\mu\text{m}$ 範圍，特別是 0.1 至 $3\mu\text{m}$ 範圍為佳，所形成之電荷輸送層為 2 至 $100\mu\text{m}$ ，特別是 5 至 $50\mu\text{m}$ 範圍為佳。單層型感光體中，對黏合樹脂 100 重量份而言，以電荷發生材料為 0.1 至 50 重量份，特別是 0.5 至 30 重量份，電荷輸送材料之總量為 20 至 500 重量份，特別是 30 至 200 重量份為適當。

又，單層型感光層之厚度以形成 5 至 $100\mu\text{m}$ ，特別是 10 至 $50\mu\text{m}$ 範圍為佳。單層型感光體中，導電性基體與感光層之間，又，積層型感光體中，導電性基體與電荷發生層之間及，導電性基體與電荷輸送層之間，或電荷發生層與電荷輸送層之間，在不妨礙感光體特性之範圍內亦可形成屏蔽層，而感光體之表面亦可形成保護層。

上述各層所形成之導電性基體，可使用具有導電性之各種材料，例舉如鋁、銅、錫、鉑、銀、鐵、鈦、鉬、鎳、鈮、鈳、不銹鋼、黃銅等金屬及經上述金屬蒸鍍或層積之塑膠材料、經碘化鋁、氧化錫、氧化鈳等包覆之玻璃等。

為符合所使用之畫像形成裝置之構造導電性基體之形

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明 (21)

狀可為片狀、鼓狀等任何形狀均可。若基體本身具有導電性或基體之表面具有導電性亦可。又，導電性基體以使用之際具有充分機械強度者為佳。藉塗佈而形成構成感光體之各層時，可將以上例示之電荷發生材料、電荷輸送材料、黏合樹脂等，與適當之溶劑共同以週知方法，例如輥磨機、球磨機、立式球磨機、油漆振盪器或超音波分散器等加以分散混合而調製塗佈液，並以週知方法塗佈、乾燥亦可。

調製塗佈液用之溶劑，可使用各種有機溶劑，列舉如甲醇、乙醇、異丙醇、丁醇等醇類，正己烷、辛烷、環己烷等脂族系烴，苯、甲苯、二甲苯等芳香族烴、二氯甲烷、二氯乙烷、四氯化碳、氯苯等鹵化烴，二甲醚、二乙醚、四氫呋喃、乙二醇二甲醚、二乙二醇二甲醚等醚類，丙酮、甲基乙基酮、環己酮等酮類，乙酸乙酯、乙酸甲酯等酯類，二甲基甲醛、二甲基甲醯胺、二甲基亞砷等。此等溶劑可 1 種或 2 種以上混合使用。

使用本發明之顏料做為電荷發生材料之感光體，具有高感度，且殘留電位少等優點。

[圖示之簡單說明]

第 1 圖實施例 1-1 所得化合物之紅外線吸收光譜。

第 2 圖實施例 2-1 所得化合物之紅外線吸收光譜。

第 3 圖實施例 3-1 所得化合物之紅外線吸收光譜。

第 4 圖實施例 3-2 所得化合物之紅外線吸收光譜。

第 5 圖實施例 3-3 所得化合物之紅外線吸收光譜。

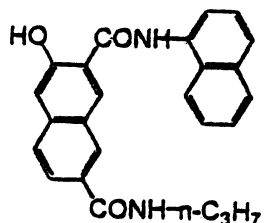
第 6 圖實施例 3-4 所得化合物之紅外線吸收光譜。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明(22)

以下列舉實施例說明之。

實施例 1-1

將 2-羥基-3-羥基羰基-6-甲氧羰基萘 36.9g 懸濁於四氫呋喃 300g 中，添加 N,N-二甲基甲醯胺 0.2g 後，再添加亞硫醯氯 16.0g，50°C 下反應 2 小時。然後同時餾除殘餘之亞硫醯氯與溶劑，於其中添加溶有 α -萘胺 23.2g 之四氫呋喃 100g 之溶液，再添加 1,8-二氮雜雙環[5.4.0]+-碳-7-烯 25.2g，於回流下反應約 15 小時。添加 250g 水並濾取析出之結晶，以甲醇及水充分洗淨。將如上所得之 2-羥基-6-甲氧羰基-3-(萘-1'-基)胺基羰基萘 37.2g 懸濁於甲醇 370g 後，添加溶有氫氧化鈉 10.8g 及碳酸鈉 3.0g 之水 150g 之溶液，70°C 下反應 2 小時後，以碳粉處理，pH 調整至 2。濾取析出之結晶，充分水洗後獲得灰白色粉末 24.2g。

將如上所得之 2-羥基-6-羥基羰基-3-(萘-1'-基)胺基羰基萘 6.0g 懸濁於四氫呋喃 70g，添加 N,N-二甲基甲醯胺 0.2g 後，添加亞硫醯氯 16.0g，50°C 下反應 2 小時。然後餾除殘餘之亞硫醯氯與溶劑，於其中添加溶有正丙胺 3.0g 之四氫呋喃 50g 之溶液後，再添加 1,8-二氮雜雙環[5.4.0]+-

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

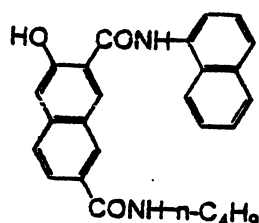
線

五、發明說明 (23)

碳-7-烯 7.6g，回流反應 15 小時。濃縮後於殘渣中添加甲醇 40g，添加鹽酸 5g 並濾取析出之結晶，以水與甲醇充分洗淨後乾燥，獲得灰白色粉末 3.0g(分解點：32.6°C)。

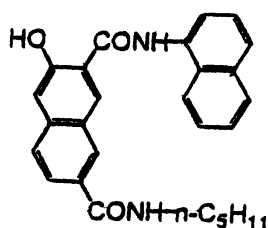
其紅外線吸收光譜(KBr 法)示於第 1 圖。

實施例 1-2



除以正丁基胺 5.4g 替代實施例 1-1 所用之正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得灰白色粉末 3.6g(分解點：336°C)。

實施例 1-3



除以正戊基胺 4.4g 替代實施例 1-1 所用之正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得灰白色粉末 3.5g(分解點：326°C)。

實施例 1-4

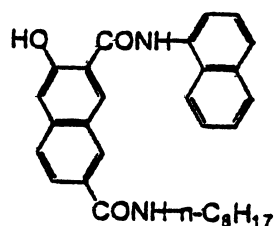
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

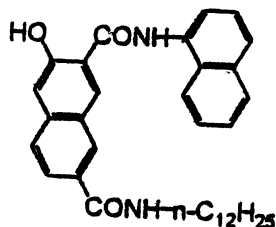
五、發明說明 (24)



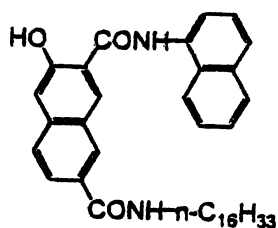
將 2-羥基-6-羥基羰基-3-甲氧羰基萘 36.9g 懸濁於四氫呋喃 300g 中，添加 N,N-二甲基甲醯胺 0.2g 後，再添加亞硫醯氯 16.0g，50°C 下反應 2 小時。然後同時餾除殘餘之亞硫醯氯與溶劑，於其中添加溶有正辛基胺 26.4g 之四氫呋喃 100g 之溶液，再添加 1,8-二氮雜雙環[5.4.0]+-碳-7-烯 25.2g，於回流下反應約 15 小時。添加 250g 水並濾取析出之結晶，以甲醇及水充分洗淨。將如上所得之 2-羥基-3-甲氧羰基-6-正辛基胺基羰基萘 38.7g 懸濁於甲醇 370g 後，添加溶有氫氧化鈉 6.0g 及碳酸鈉 15.0g 之水 200g 之溶液，70°C 下反應 2 小時後，以碳粉處理，pH 調整至 2。濾取析出之結晶，充分水洗後獲得灰白色粉末 22.2g。

將如上所得之 2-羥基-3-羥基羰基-6-正辛基胺基羰基萘 5.9g 懸濁於四氫呋喃 70g，添加 N,N-二甲基甲醯胺 0.2g 後，添加亞硫醯氯 16.0g，50°C 下反應 2 小時。然後餾除殘餘之亞硫醯氯與溶劑，於其中添加溶有 α -萘基胺 5.8g 之四氫呋喃 50g 之溶液後，再添加 1,8-二氮雜雙環[5.4.0]+-碳-7-烯 7.6g，回流反應 15 小時。濃縮後於殘渣中添加甲醇 40g，添加鹽酸 5g 並濾取析出之結晶，以水與甲醇充分洗淨後乾燥，獲得灰白色粉末 4.8g(分解點：342°C)。

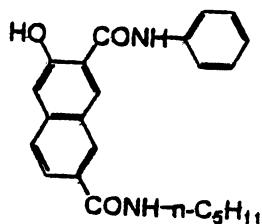
五、發明說明 (25)

實施例 1-5

除以正十二烷胺 9.5g 替代實施例 1-1 所用之正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得灰白色粉末 5.6g(分解點：347°C)。

實施例 1-6

除以正十六烷胺 12.3g 替代實施例 1-1 所用之正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得灰白色粉末 7.7g(分解點：368°C)。

實施例 1-7

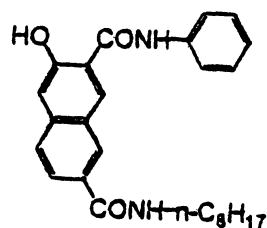
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · · · · · 訂 · · · · · 線

五、發明說明 (26)

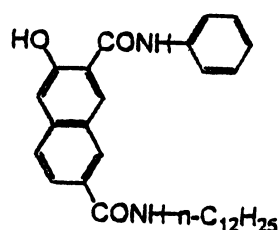
除以苯胺 15.1g 替代實施例 1-1 所用之 α -萘基胺並以正戊基胺 4.4g 替代正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得白色粉末 4.5g(分解點：255°C)。

實施例 1-8



除以苯胺 15.1g 替代實施例 1-1 所用之 α -萘基胺並以正辛基胺 5.2g 替代正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得白色粉末 3.0g(分解點：273°C)。

實施例 1-9



除以苯胺 15.1g 替代實施例 1-1 所用之 α -萘基胺並以正十二烷基胺 7.4g 替代正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得白色粉末 4.1g(分解點：264°C)。

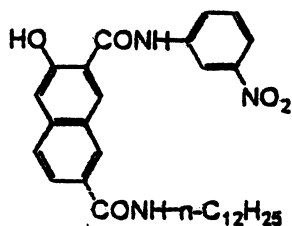
實施例 1-10

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

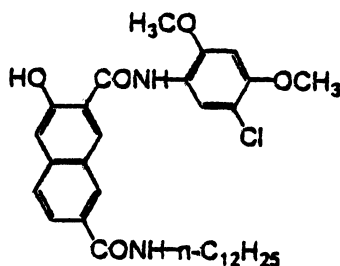
訂

線

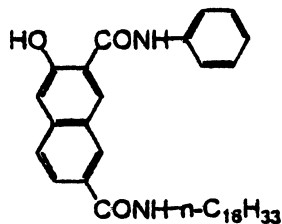
五、發明說明 (27)



除以 3-硝基苯胺 21.6g 替代實施例 1-1 所用之 α -萘基胺並以正十二烷基胺 7.4g 替代正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得白色粉末 6.8g(分解點：302°C)。

實施例 1-11

除以 5-氯-2,4-二甲氧基苯胺 30.4g 替代實施例 1-1 所用之 α -萘基胺，並以正十二烷基胺 7.4g 替代正丙胺外，均與實施例 1 相同操作，獲得白色粉末 6.5g(分解點：247°C)。

實施例 1-12

除以苯胺 15.1g 替代實施例 1-1 所用之 α -萘基胺並

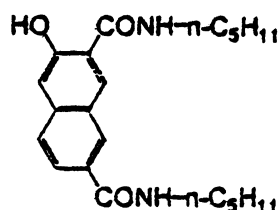
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (28)

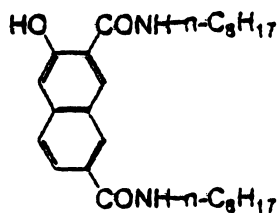
以正十六烷胺 9.2g 替代正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得白色粉末 3.8g(分解點：257°C)。

實施例 1-13



將 2-羥基-3,6-二羥基羰基萘 18.6g 懸濁於四氫呋喃 200g 中，添加 N,N-二甲基甲醯胺 0.2g 後，再添加亞硫酸醯氯 38.0g，50°C 下反應 15 小時。然後同時餾除殘餘之亞硫酸醯氯與溶劑，於其中添加溶有正戊基胺 8.7g 之四氫呋喃 50g 之溶液，再添加 1,8-二氫雜雙環[5.4.0]+-碳-7-烯 15.2g，回流反應 15 小時。濃縮後殘渣中添加 20g 甲醇，添加水 50g 並濾取析出之結晶，以水與甲醇充分洗淨後，乾燥之，獲得灰白色粉末 2.6g(分解點：345°C)。

實施例 1-14



除以正辛基胺 12.9g 替代實施例 1-13 所用之正戊基胺外，均與實施例 1-13 相同操作，獲得灰白色粉末 1.6g(分

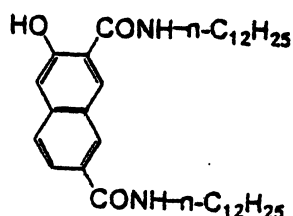
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

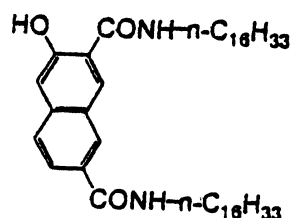
線

五、發明說明 (29)

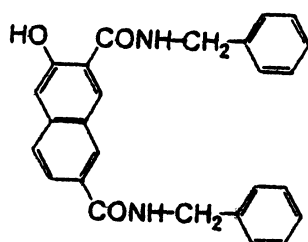
解點：366°C)。

實施例 1-15

除以正十二烷胺 18.5g 替代實施例 1-13 所用之正戊基胺外，均與實施例 1-13 相同操作，獲得灰白色粉末 3.3g(分解點：383°C)。

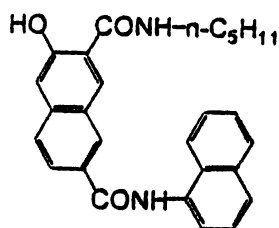
實施例 1-16

除以正十六烷胺 24.1g 替代實施例 1-13 所用之正戊基胺外，均與實施例 1-13 相同操作，獲得灰白色粉末 11.2g(分解點：397°C)。

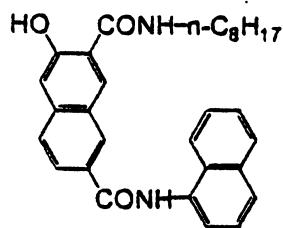
實施例 1-17

五、發明說明 (30)

除以苯甲基胺 10.7g 替代實施例 1-13 所用之正戊基胺外，均與實施例 1-13 相同操作，獲得灰白色粉末 3.0g(融點：237°C)。

實施例 1-18

除以 2-羥基-6-羥基羰基-3-甲氧基羰基萘替代實施例 1-1 所用之 2-羥基-3-羥基羰基-6-甲氧基羰基萘，並使用由此所得之 2-羥基-3-羥基羰基-6-(萘-1'-基)胺基羰基萘，以及使用正戊基胺 4.4g 替代正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得灰白色粉末 3.0g(分解點：345°C)。

實施例 1-19

除以 2-羥基-6-羥基羰基-3-甲氧基羰基萘替代實施例 1-1 所用之 2-羥基-3-羥基羰基-6-甲氧基羰基萘，並使用由此所得之 2-羥基-3-羥基羰基-6-(萘-1'-基)胺基羰基萘，以及使用正辛基胺 6.6g 替代正丙胺外，均與實施例 1-1

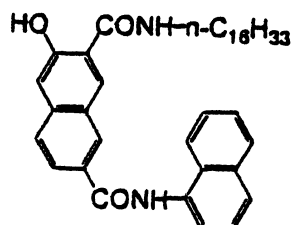
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

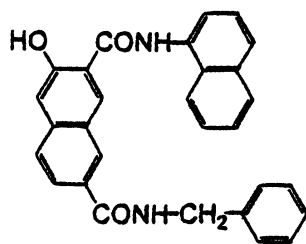
線

五、發明說明 (31)

相同操作，獲得灰白色粉末 4.0g(分解點：346°C)。

實施例 1-20

除以 2-羥基-6-羥基羰基-3-甲氧基羰基萘替代實施例 1-1 所用之 2-羥基-3-羥基羰基-6-甲氧基羰基萘，並使用由此所得之 2-羥基-3-羥基羰基-6-(萘-1'-基)胺基羰基萘，以及使用正十六烷胺 12.3g 替代正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得灰白色粉末 3.6g(分解點：366°C)。

實施例 1-21

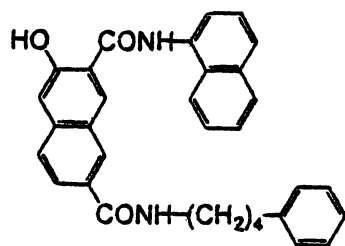
除以苯甲基胺 5.5g 替代實施例 1-1 所用之正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得白色粉末 3.2g(融點：236°C)。

實施例 1-22

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (32)



除以 4-苯基丁胺 7.6g 替代實施例 1-1 所用之正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得灰白色粉末 4.7g(融點：205°C)。

實施例 1-23 至實施例 1-34

除以表 1 至 2 所示之胺替代實施例 1-1 所使用作為胺成分之正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得偶合化合物。所合成之偶合化合物其分解點示於表 1 至表 2。

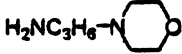
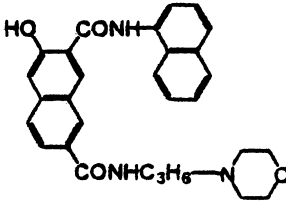
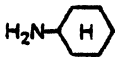
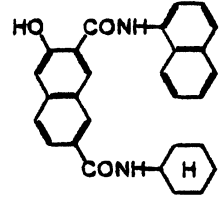
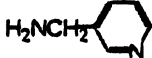
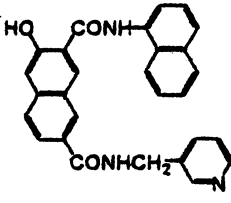
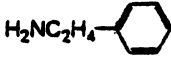
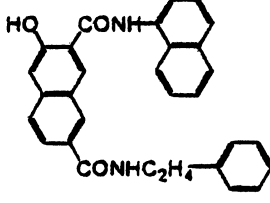
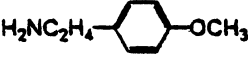
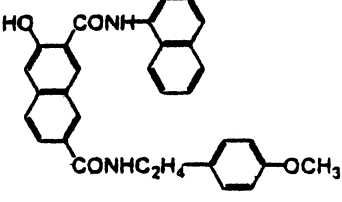
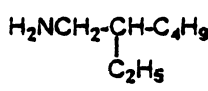
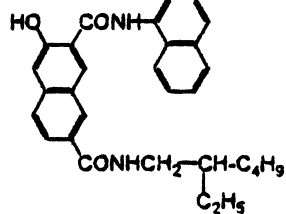
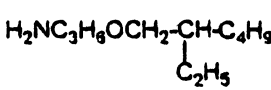
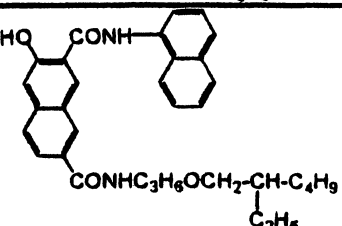
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (33)

表 1

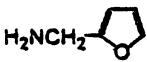
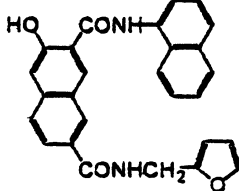
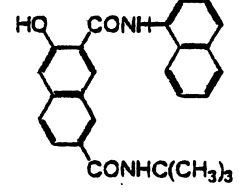
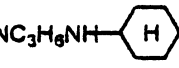
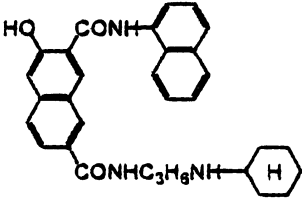
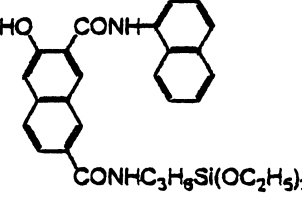
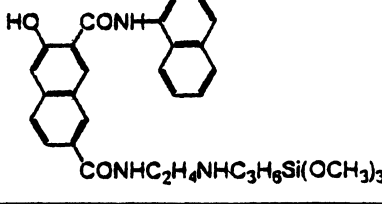
實施例編號	胺成分	偶合化合物之構造	分解點
1-23			301°C
1-24			335°C
1-25			330°C
1-26			343°C
1-27			344°C
1-28			337°C
1-29			335°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

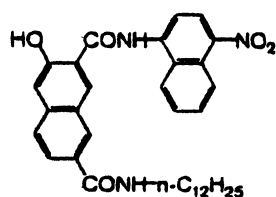
裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (34)

表 2

實施例編號	胺成分	偶合化合物之構造	分解點
1-30			312°C
1-31	$H_2N-C(CH_3)_3$		278°C
1-32			291°C
1-33	$H_2NC_3H_6Si(OC_2H_5)_3$		307°C
1-34	$H_2NC_2H_4NHC_3H_6Si(OCH_3)_3$		258°C

實施例 1-35



(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (35)

將 2-羥基-6-羥基羰基-3-甲氧羰基萘 36.9g 懸濁於四氫呋喃 300g 中，添加 N,N-二甲基甲醯胺 0.2g 後，再添加亞硫醯氯 16.0g，50°C 下反應 2 小時。然後同時餾除殘餘之亞硫醯氯與溶劑，於其中添加溶有正十二烷胺 33.4g 之四氫呋喃 100g 之溶液，於回流下反應約 15 小時。添加 250g 水並濾取析出之結晶，以甲醇及水充分洗淨。將如上所得之 2-羥基-3-甲氧羰基-6-(正十二烷胺基羰基)萘 43.4g 懸濁於甲醇 370g 後，添加溶有氫氧化鈉 10.8g 及碳酸鈉 3.0g 之水 150g 之溶液，70°C 下反應 2 小時後，以碳粉處理，pH 調整至 2。濾取析出之結晶，充分水洗後獲得灰白粉末 37.2g。

將如上所得之 2-羥基-3-羥基羰基-6-(正十二烷胺基羰基)萘 5.0g 懸濁於四氫呋喃 60g，添加 N,N-二甲基甲醯胺 0.1g 後，添加亞硫醯氯 2.5g，50°C 下反應約 1 小時。然後餾除殘餘之亞硫醯氯及溶劑，於其中添加溶有 4-硝基-1-萘胺 5.3g 四氫呋喃 50g 之溶液，回流反應約 15 小時。濃縮後於殘渣中添加甲醇 40g，並濾取析出之結晶，以水與甲醇充分洗淨後乾燥，獲得灰白色粉末 4.8g(分解點：281°C)。

實施例 1-36 至實施例 1-52

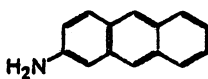
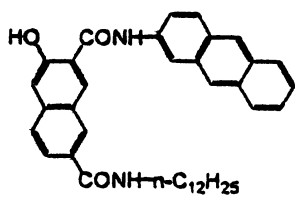
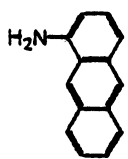
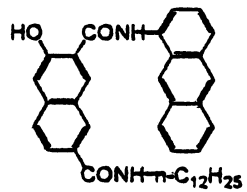
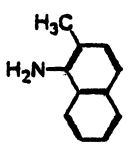
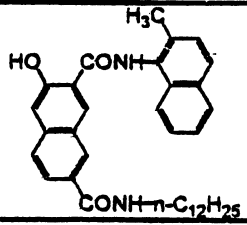
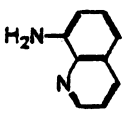
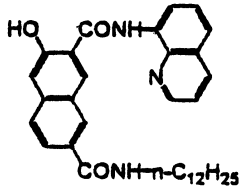
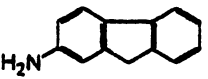
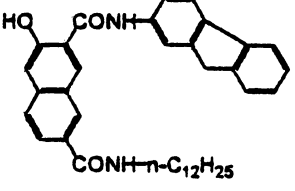
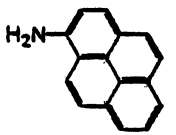
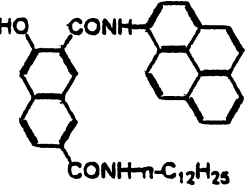
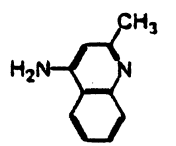
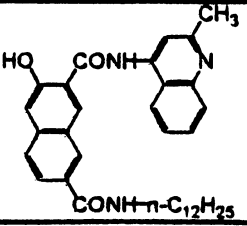
除以表 3 至 5 所示之胺替代實施例 1-35 所使用作為胺成分之 4-硝基-1-萘胺外，與實施例 1-35 進行相同操作而合成偶合化合物。所合成偶合化合物之分解點示於表 3 至表 5。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (36)

表 3

實施例編號	胺成分	偶合化合物之構造	分解點
1-36			229°C
1-37			341°C
1-38			352°C
1-39			340°C
1-40			353°C
1-41			356°C
1-42			346°C

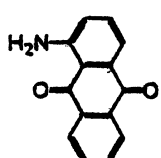
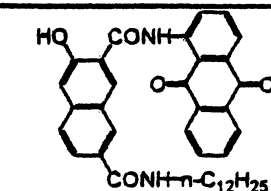
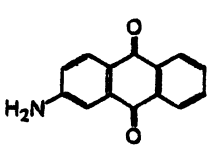
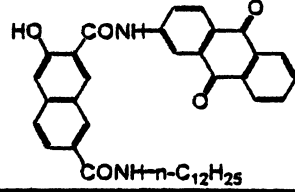
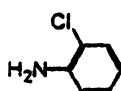
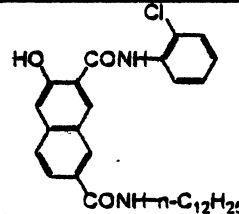
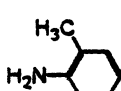
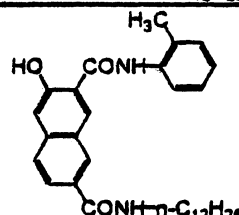
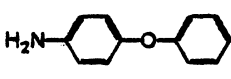
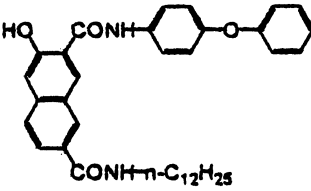
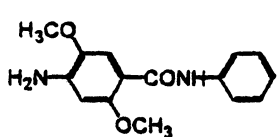
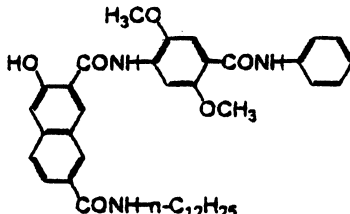
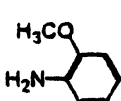
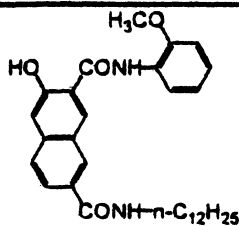
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (37)

表 4

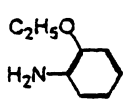
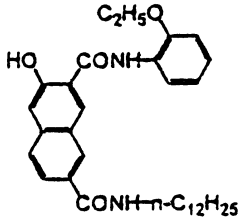
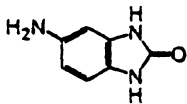
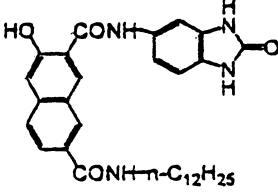
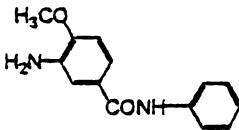
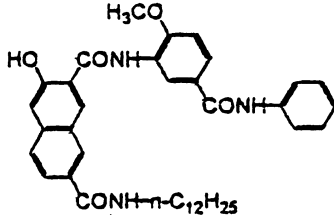
實施例編號	胺成分	偶合化合物之構造	分解點
1-43			346°C
1-44			347°C
1-45			332°C
1-46			343°C
1-47			352°C
1-48			348°C
1-49			353°C

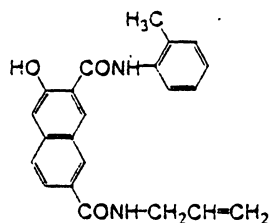
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (38)

表 5

實施例編號	胺成分	偶合化合物之構造	分解點
1-50			349°C
1-51			383°C
1-52			346°C

實施例 1-53

除以鄰-甲苯胺 17.4g 替代實施例 1-1 所用之 α -萘胺，以及以烯丙基胺 2.3g 替代正丙胺外，均與實施例 1-1 相同操作，獲得白色粉末 4.8g (融點：234°C)。

實施例 1-54

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(40)

固體於 120g 甲醇中回流洗淨，過濾之。再於吡啶 60g 中回流洗淨，過濾之，以甲醇充分洗淨後乾燥，獲得紫紅色粉末 4.2g(分解點：330°C)。

其紅外線吸收光譜(KBr 法)示於第 2 圖。

實施例 2-2 至實施例 2-87

除以表 6 至表 27 所示之胺替代實施例 2-1 作為胺成分之 2-甲氧基-5-苯基胺羰基苯胺，以及偶合劑成分係以表 6 至表 27 所示之偶合劑替代實施例 1-1 所得之化合物外，均與實施例 2-1 同樣操作而合成偶氮化合物。合成之偶氮化合物其分解點示於表 6 至表 27。

(請先閱讀背面之注意事項再
為本頁)

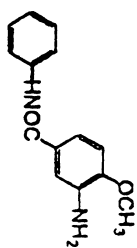
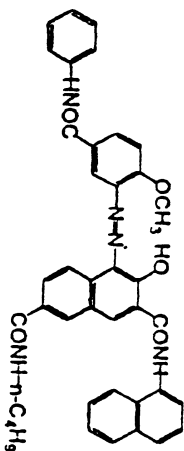
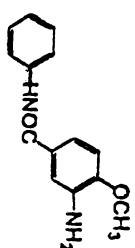
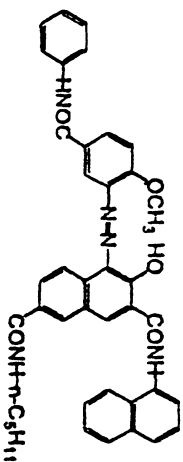
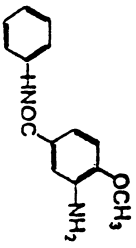
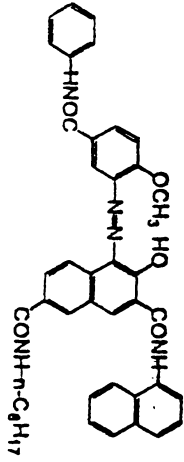
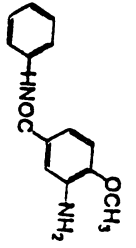
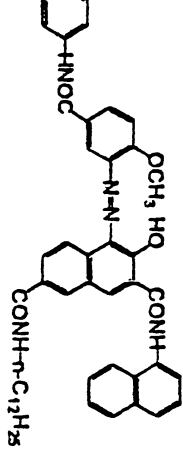
裝

訂

線

五、發明說明 (41)

表 6

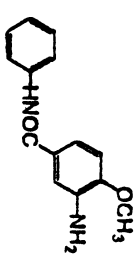
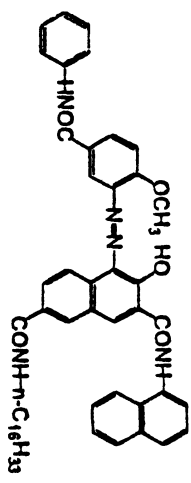
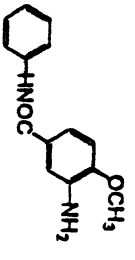
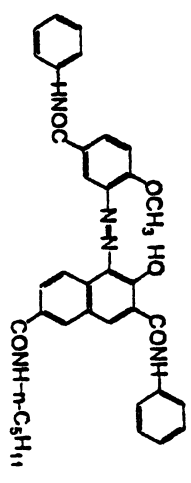
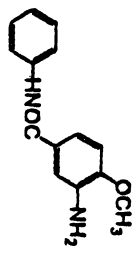
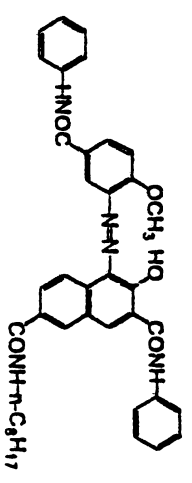
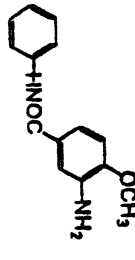
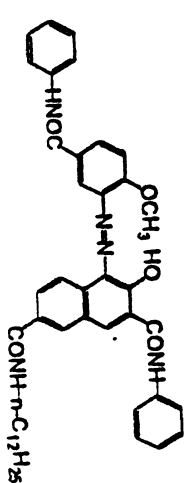
實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-2		實施例 1-2		紫紅	335°C
2-3		實施例 1-3		暗藍紅	325°C
2-4		實施例 1-4		紫紅	326°C
2-5		實施例 1-5		紫紅	317°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (42)

表 7

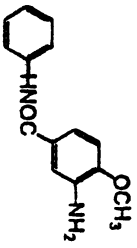
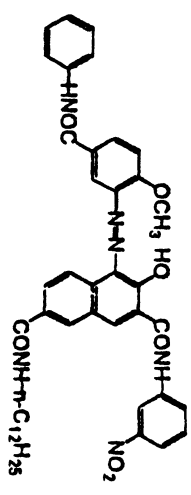
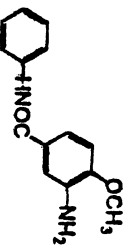
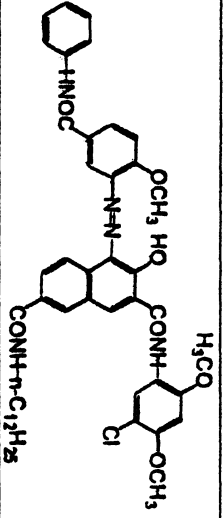
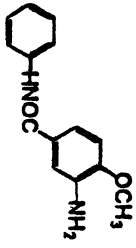
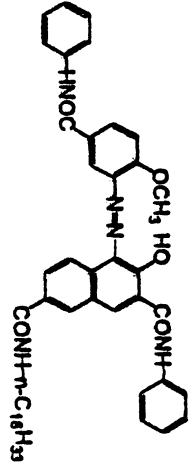
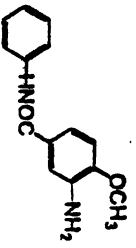
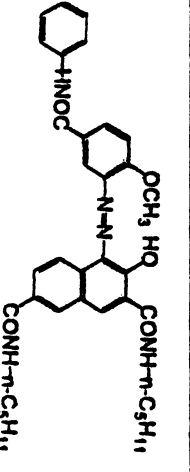
實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-6		實施例 1-6		紫紅	313°C
2-7		實施例 1-7		鮮藍紅	271°C
2-8		實施例 1-8		鮮紅	285°C
2-9		實施例 1-9		鮮紅	284°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂 線

五、發明說明 (43)

表 8

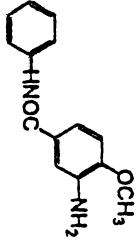
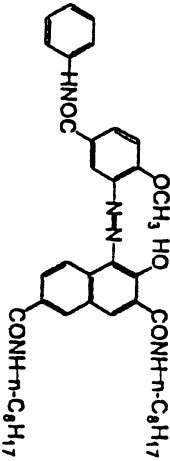
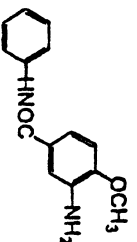
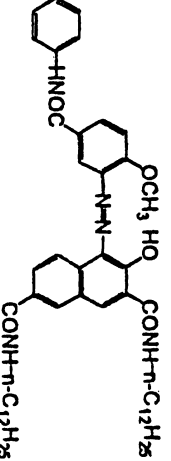
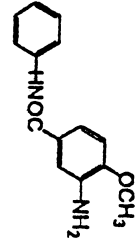
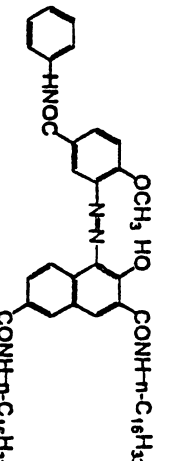
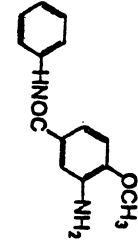
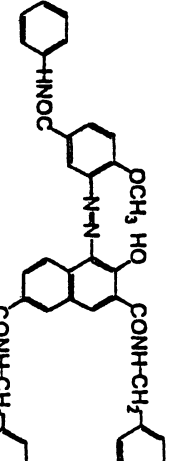
實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-10		實施例 1-10		暗藍紅	301°C
2-11		實施例 1-11		紫紅	328°C
2-12		實施例 1-12		鮮紅	266°C
2-13		實施例 1-13		鮮藍紅	294°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · · · · · 訂 · · · · · 線

五、發明說明 (44)

表 9

實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-14		實施例 1-14	 CONH-n-C ₈ H ₁₇	鮮橙黃	374°C
2-15		實施例 1-15	 CONH-n-C ₁₂ H ₂₅	鮮橙	284°C
2-16		實施例 1-16	 CONH-n-C ₁₆ H ₃₃	鮮橙紅	269°C
2-17		實施例 1-17	 CONH-CH ₂ -C ₆ H ₁₁	橙紅	309°C

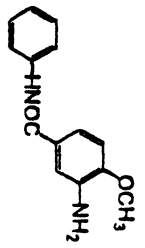
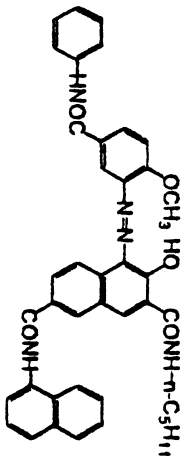
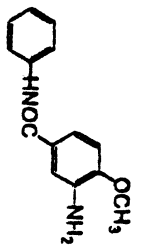
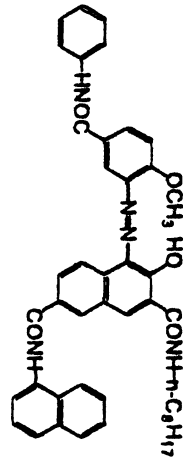
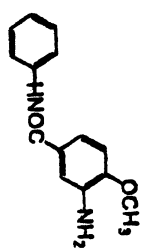
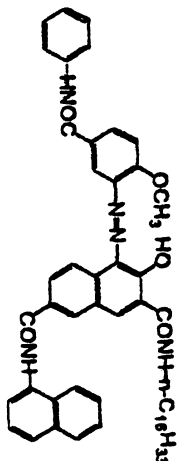
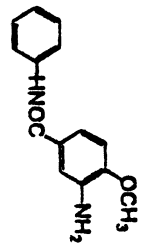
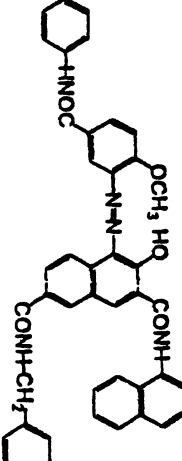
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂 線

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

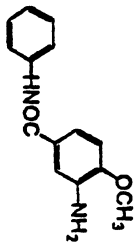
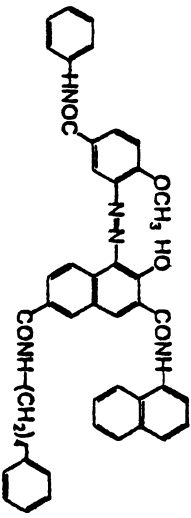
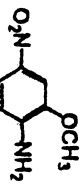
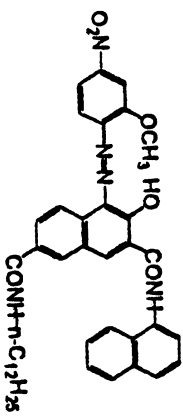
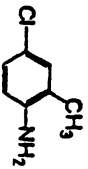
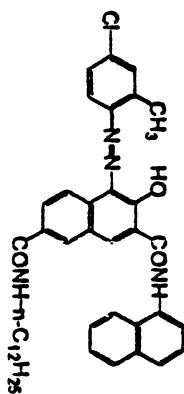
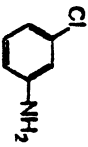
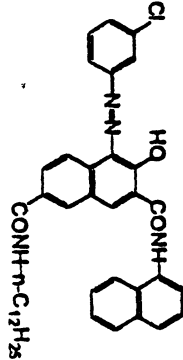
五、發明說明 (45)

表 10

實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-18		實施例 1-18		暗紅棕	308°C
2-19		實施例 1-19		紅棕	301°C
2-20		實施例 1-20		橙紅	289°C
2-21		實施例 1-21		暗藍紅	325°C

五、發明說明 (46)

表 11

實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-22		實施例 1-22		紫紅	322°C
2-23		實施例 1-5		紫紅	304°C
2-24		實施例 1-5		藍紅	292°C
2-25		實施例 1-5		橙紅	287°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (47)

表 12

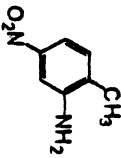
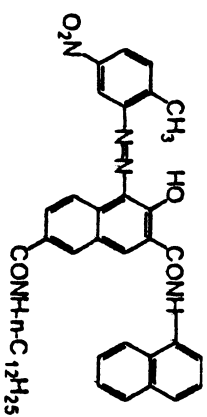
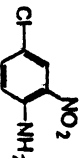
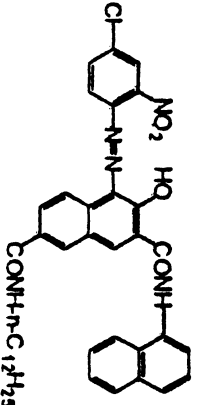
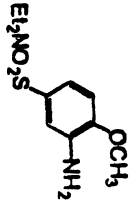
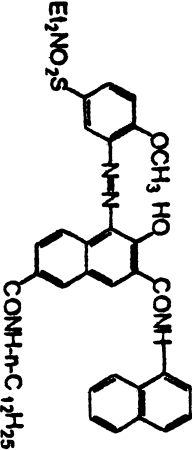
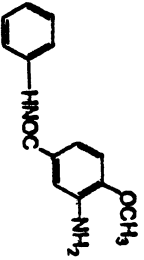
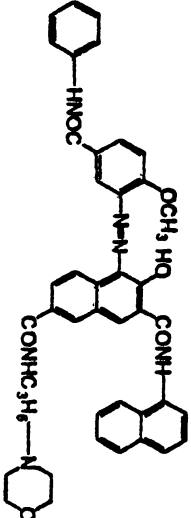
實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-26		實施例 1-5		棕色	309°C
2-27		實施例 1-5		暗棕色	291°C
2-28		實施例 1-5		橙紅	292°C
2-29		實施例 1-5		紅棕色	301°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · · · · · 訂 · · · · · 線

五、發明說明 (48)

表 13

實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-30		實施例 1-5		黃紅	291°C
2-31		實施例 1-5		暗紫	304°C
2-32		實施例 1-5		鮮紅	301°C
2-33		實施例 1-23		紫紅	329°C

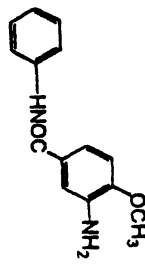
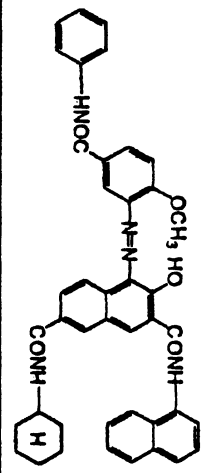
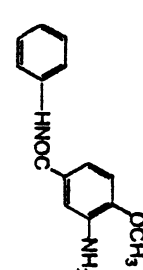
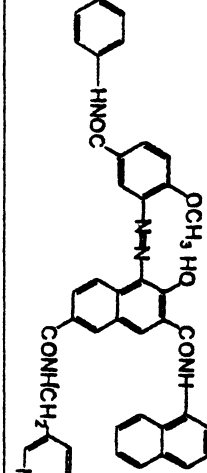
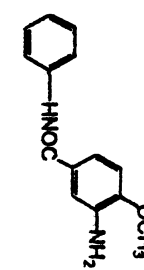
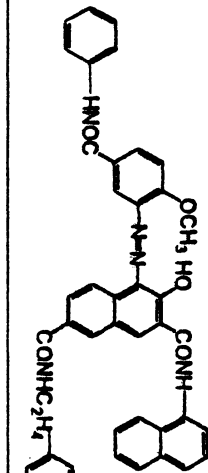
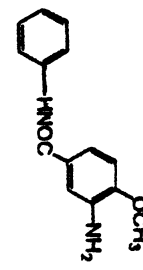
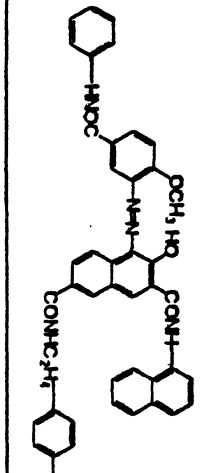
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (49)

表 14

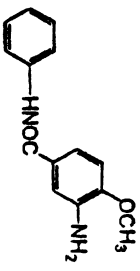
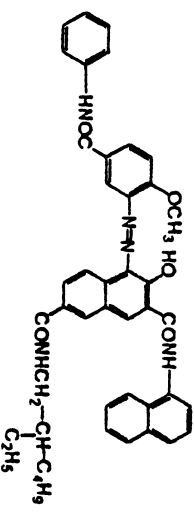
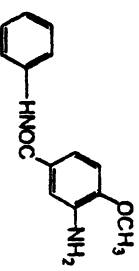
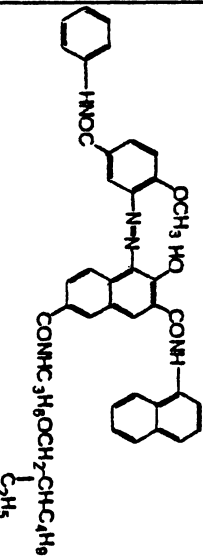
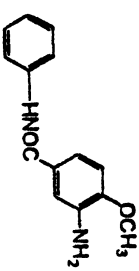
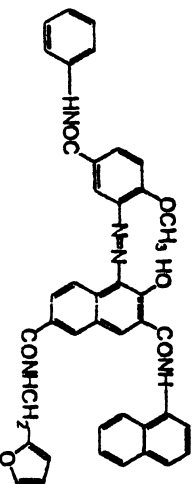
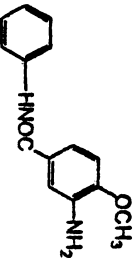
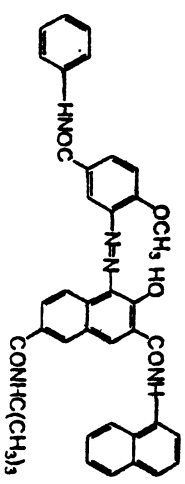
實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-34		實施例 1-24		紫紅	269°C
2-35		實施例 1-25		暗棕色	313°C
2-36		實施例 1-26		暗棕色	315°C
2-37		實施例 1-27		紫紅	279°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · · · · · 訂 · · · · · 線

五、發明說明 (50)

表 15

實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-38		實施例 1-28		藍紅	324°C
2-39		實施例 1-29		藍紅	329°C
2-40		實施例 1-30		暗藍紅	306°C
2-41		實施例 1-31		藍紅	314°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (51)

表 16

實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-42		實施例 1-32		暗藍紅	242°C
2-43		實施例 1-33		紫紅	323°C
2-44		實施例 1-34		暗藍紅	281°C
2-45		實施例 1-35		鮮紅	327°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (52)

表 17

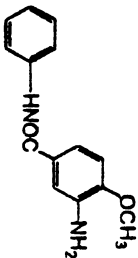
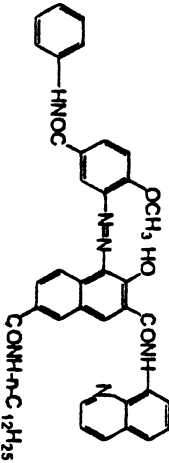
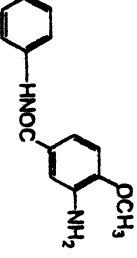
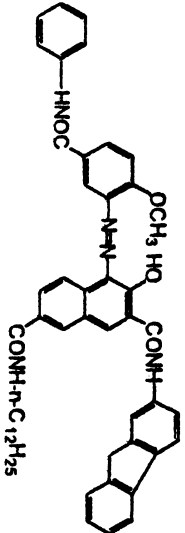
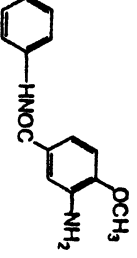
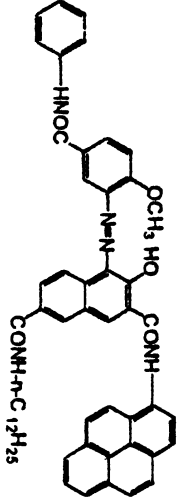
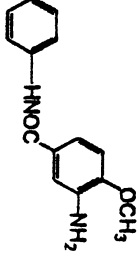
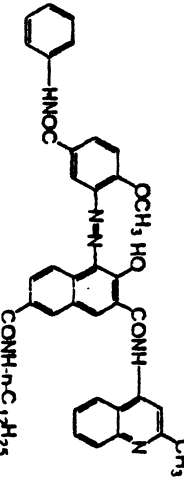
實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-46		實施例 1-36		紫紅	297°C
2-47		實施例 1-37		藍紅	320°C
2-48		實施例 1-38		鮮紅	329°C
2-49		實施例 1-11		暗紫	306°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂 線

五、發明說明 (53)

表 18

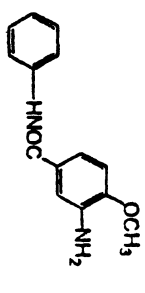
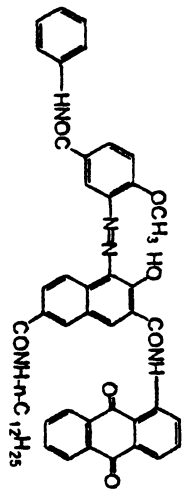
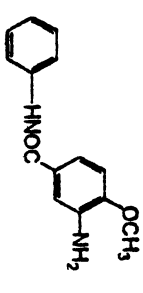
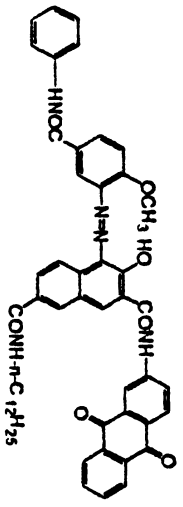
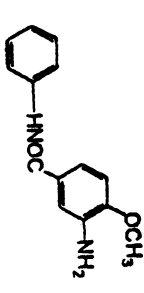
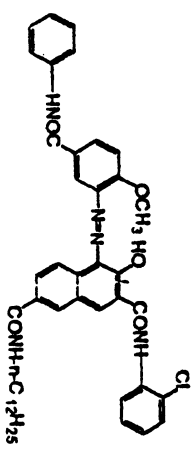
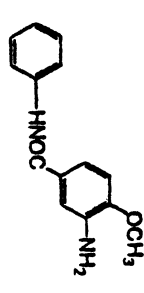
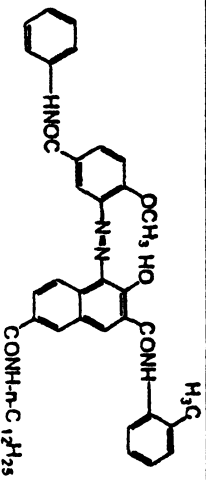
實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-50		實施例 1-39		藍紅	333°C
2-51		實施例 1-40		藍紅	308°C
2-52		實施例 1-41		紫	342°C
2-53		實施例 1-42		紫紅	286°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · · · · · 訂 · · · · · 線

五、發明說明 (54)

表 19

實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-54		實施例 1-43		橙紅	337°C
2-55		實施例 1-44		暗藍紅	335°C
2-56		實施例 1-45		藍紅	333°C
2-57		實施例 1-46		藍紅	325°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

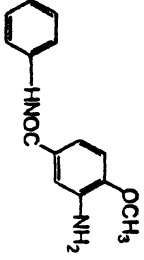
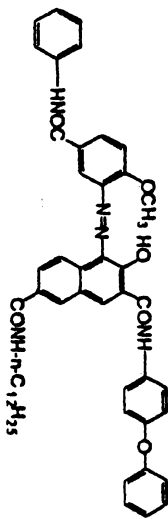
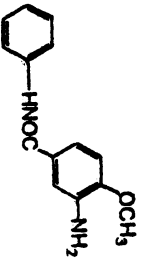
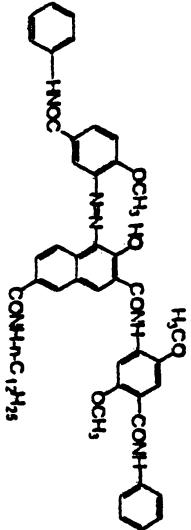
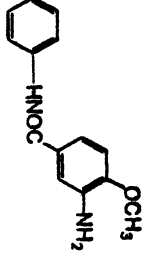
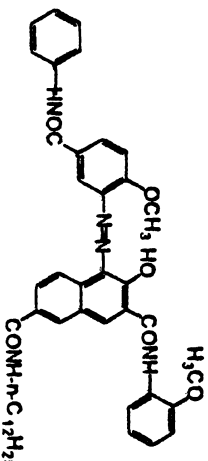
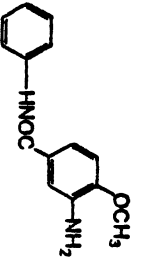
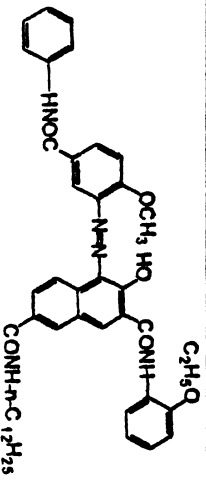
表

訂

繪

五、發明說明 (55)

表 20

實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-58		實施例 1-47		橙紅	309°C
2-59		實施例 1-48		橙紅	321°C
2-60		實施例 1-49		藍紅	335°C
2-61		實施例 1-50		橙紅	323°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · · · · · 訂 · · · · · 線

五、發明說明 (56)

表 21

實施例 編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-62		實施例 1-51		暗藍紅	318°C
2-63		實施例 1-11		橙紅	292°C
2-64		實施例 1-11		紫紅	300°C
2-65		實施例 1-11		藍紅	322°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (57)

表 22

實施例 編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-66		實施例 1-11		橙	289°C
2-67		實施例 1-11		棕色	299°C
2-68		實施例 1-11		橙紅	319°C
2-69		實施例 1-46		紅棕色	302°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (58)

表 23

實施例 編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-70		實施例 1-46		橙紅	289°C
2-71		實施例 1-46		橙	306°C
2-72		實施例 1-46		橙紅	303°C
2-73		實施例 1-46		黃紅	291°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

檢

五、發明說明 (59)

表 24

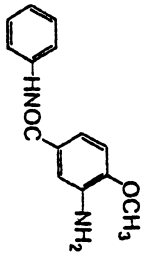
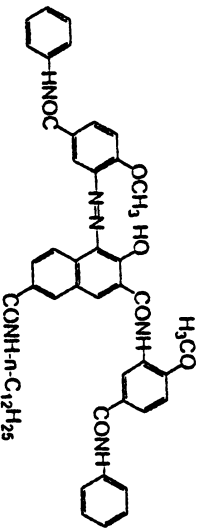

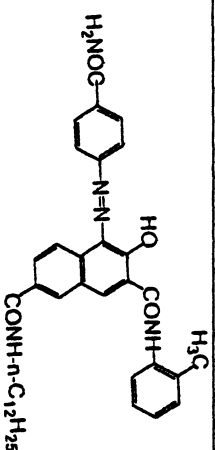
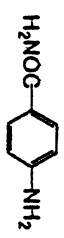
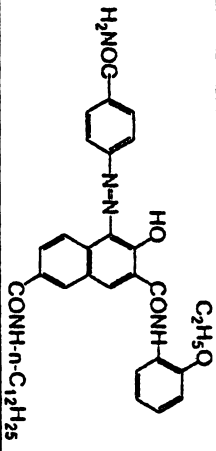
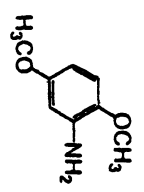
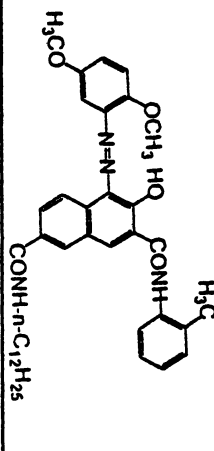
實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-74		實施例 1-46		橙紅	299°C
2-75		實施例 1-46		黃紅	278°C
2-76		實施例 1-46		藍紫	304°C
2-77		實施例 1-46		暗藍紅	280°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 訂 線

五、發明說明 (60)

表 25

實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-78		實施例 1-52		藍紅	307°C
2-79		實施例 1-46		橙	260°C
2-80		實施例 1-50		橙紅	293°C
2-81		實施例 1-46		藍紫	304°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (61)

表 26

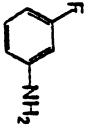
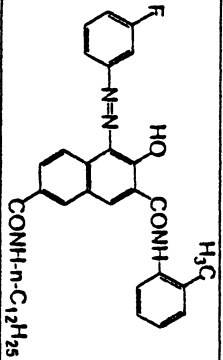

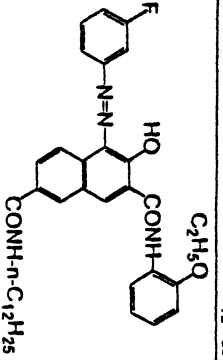
實施例 編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-82		實施例 1-46		黃紅	279°C
2-83		實施例 1-53		藍紅	308°C
2-84		實施例 1-54		黃紅	319°C
2-85		實施例 1-41		紫	318°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · · · · · 訂 · · · · · 線

五、發明說明 (62)

表 27

實施例編號	胺成分	偶合成分	偶氮化合物之構造	色調	分解點
2-86		實施例 1-46		橙紅	290°C
2-87		實施例 1-50		橙紅	285°C

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (63)

試驗例 1

針對實施例 2-3、實施例 2-5 及實施例 2-6 所得之偶氮化合物，依下列配方進行耐光性試驗。

- 1) 試料 0.4 份、酞酸二辛酯 0.7 份、蓖麻油 0.7 份以實驗室用混磨機混練(100 回轉×3 次)。
- 2) 對由軟化聚氯化乙烯 100 份、酞酸二辛酯 50 份、馬來酸錫 2 份、硬脂酸鈣 0.4 份、硬脂酸鋇 0.6 份所成之混合物 70 份，添加 1)之混練物 0.7 份及鈦白 1.3 份，於雙輥軸上，110°C 膠化後混練 3 分鐘。
- 3) 以 100kgf/cm² 對 2)之片狀物 35 份加壓，獲得厚度 1mm 之平面片狀物。
- 4) 將 3)之平面片狀物切成 30mm×70mm，作為耐光性試驗片。
- 5) 將 4)之試驗片之一半遮蔽，以費塞測定器(Feather Meter(島津製作所製：Sunday Star - XF-180 氙燈)照射。每隔 100 小時分別測定遮廠部分與未遮蔽部分之色調，藉二者之色差 ΔE 評估之。

$\Delta E < 2$ A

$\Delta E = 2$ 至 3 B

$\Delta E = 3$ 至 5 C

$\Delta E = 5$ 至 8 D

$\Delta E > 8$ E

色調之測定係使用馬克貝斯(Markbath)公司製，COLOR-EYE 7000，D65 光源，10 度視野以反射光測定之。

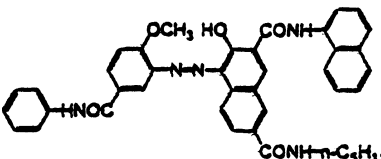
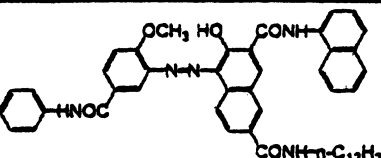
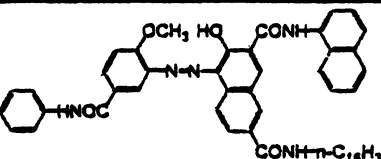
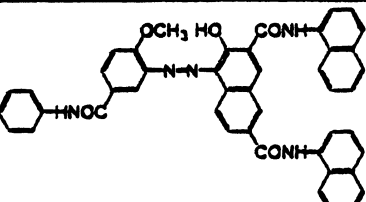
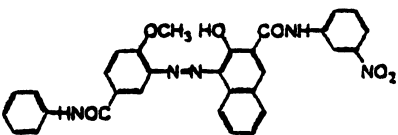
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (64)

有關實施例 2-3，實施例 2-5 及實施例 2-6 所得偶氮化合物之耐光性試驗結果示於表 28。

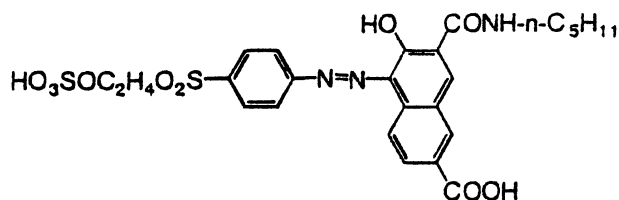
表 28

試驗例	偶氮化合物之構造	耐光性試驗結果				
		100 小時	200 小時	300 小時	400 小時	500 小時
1		A	A	A	A	A
2		A	A	A	A	A
3		A	A	A	A	A
比較例 1		A	E	-	-	-
比較例 2 *		E	-	-	-	-

* 萘酚紅 RN(市售品)

實施例 3-1

五、發明說明 (65)



於由以週知方法所得之 4-(β-硫酸根乙基磺醯基)苯胺 2.66g、 H_2SO_4 6.6g、水 150g 所成之液體中，於冰冷下滴入由亞硝酸鈉 1.04g、水 10g 所成之水溶液，進行重氮化。

於 0 至 5°C 下，將所得之重氮鎗化合物，以 30 分之時間滴至由水 30g、10% 氫氧化鈉水溶液 60g，N-甲基-2-吡咯烷酮 40g 及 2-羥基-6-羥基羰基-3-戊基胺基羰基萘 2.94g 所成之偶合劑水溶液中，係常法進行偶合反應。至偶合反應終了為止，於 15°C 下繼續攪拌數小時。其間使用 10% 碳酸氫鈉水溶液保持 pH 為 4 至 6。該液以氯化鈉鹽析，過濾分離之，獲得含氯化鈉之紅色粉末結晶 5.28g。

本化合物具有良好之纖維反應性染色特性，於纖維素纖維材料，例如棉織品上，以一般染色法即可賦與具有良好耐鹼性、耐光性、耐鹼汗性、耐摩擦性之橙棕色之染色。

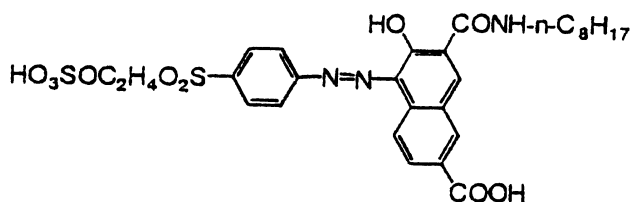
其紅外線吸收光譜(KBr 法)示於第 3 圖。(λ max = 471.5nm)。

實施例 3-2

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

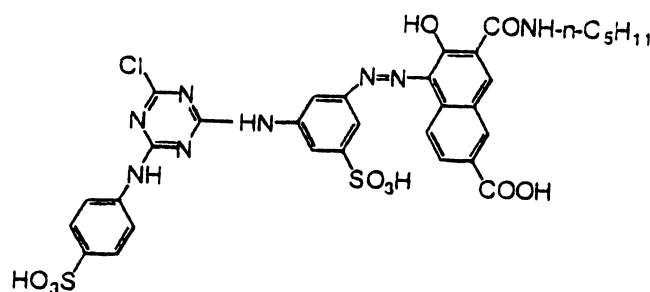
五、發明說明 (66)



除以 2-羥基-6-羥基羧基-3-辛基胺基羧基萘 3.36g 替代實施例 3-1 之 2-羥基-6-羥基羧基-3-戊基胺基羧基萘，以及用以調配偶合劑水溶液之 10% 氫氧化鈉水溶液及 N-甲基-2-吡咯烷酮之量分別改為 20g 及 3g 外，其他均與實施例 3-1 相同操作，獲得含氫化鈉之紅色粉末結晶 4.79g。

本化合物具有良好之纖維反應性染色特性，於纖維素纖維材料，例如棉織品上，以一般染色法即可賦與具有良好耐鹼性、耐光性、耐鹼汗性、耐摩擦性之橙棕色之染色。

其紅外線吸收光譜(KBr 法)示於第 4 圖。(λ max = 479.0nm)。

實施例 3-3

a) 於約 100g 水中添加對基苯磺酸 18.2g，以 10% 碳酸氫鈉水溶液調至 pH 約 6 使對胺基苯磺酸溶解。將該溶液

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (67)

注入含冰水 160g、氯化氫 20g 之懸濁液中，至未檢出的胺基苯磺酸為止，於冰冷下 0 至 5°C 繼續攪拌，其間以 10% 碳酸氫鈉水溶液維持於 pH3.5 至 4.5。

b) 於約 100g 水中添加間苯二胺-4-磺酸 18.8g，以 10% 碳酸氫鈉水溶液調至 pH6 至 7，使間苯二胺-4-磺酸溶解。於該溶液中注入 a) 所得之反應液，昇溫至 40°C，至未能檢出間苯二胺-4-磺酸為止繼續攪拌之。其間以 10% 碳酸氫鈉水溶液維持於 pH5 至 6。

c) 於 b) 所得之縮合反應液中，添加 35% HCL 26.6g 及水 200g 後，於冰冷下滴加亞硝酸鈉 7g 之水溶液，進行重氮化。將該重氮化反應液滴加至由 50% 1-甲基-2-吡咯烷酮水溶液 600g、2-羥基-6-羥基羰基-3-戊基胺基羰基萘 31.2g 及 10% 氫氧化鈉 80g 所成之偶合劑水溶液中，依常法進行偶合反應。至偶合反應終了之為止，繼續攪拌數小時。該液以氯化鈉鹽析，過濾分離之，獲得含氯化鈉之紅色粉末結晶 123.7g。

本化合物具有良好之纖維反應性染色特性，於纖維素纖維材料，例如棉織品上，以一般染色法即可賦與具有良好耐鹼性、耐光性、耐鹼汗性、耐摩擦性之橙黃色染色。

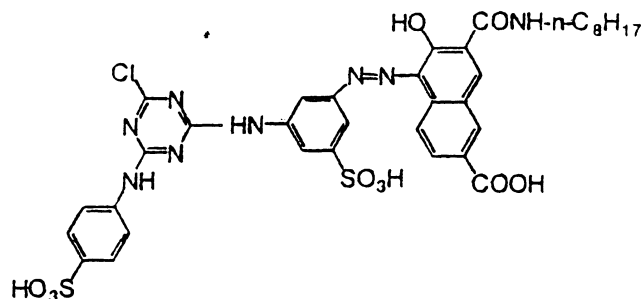
其紅外線吸收光譜 (KBr 法) 示於第 5 圖。(λ max 502.5nm)。

實施例 3-4

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 · 訂 · 線

五、發明說明 (68)



除以 2-羥基-6-羥基羰基-3-辛基胺基羰基萘 34.4g 替代實施例 3-3 c) 之 2-羥基-6-羥基羰基-3-戊基胺基羰基萘，以及用以調配偶合劑水溶液之 50% 1-甲基-2-吡咯烷酮水溶液之量改為 500g 之外其他均與實施例 3-3 相同操作，獲得含氯化鈉之紅色粉末結晶 71.8g。

本化合物具有良好之纖維反應性染色特性，於纖維素纖維材料，例如棉織品上，以一般染色法即可賦與具有良好耐鹼性、耐光性、耐鹼汗性、耐摩擦性之橙黃色之染色。

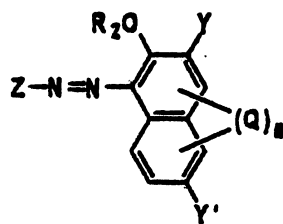
其紅外線吸收光譜(KBr 法)示於第 6 圖。(λ max = 498.5nm)。

[產業上利用之可能性]

本發明之新穎萘酚衍生物經偶合反應所合成之單偶氮化合物乃係新穎且具有優越之耐水性、耐藥品性、耐溶劑性、耐熱性、特別是耐光性等高耐久性，而分散性、著色性亦良好。又含本發明偶氮化合物之顏料具有廣範圍之色相及透明性。

四、中文發明摘要(發明之名稱: 偶氮化合物及其製造方法)

本發明係提供由 2-羥基萘-3,6-二羧酸衍生而得之二醯胺型偶氮化合物, 該化合物係其醯胺至少有一個為脂族醯胺之偶氮化合物, 亦即下式 [I] 所示之化合物, 亦有關於其用途及製造方法。



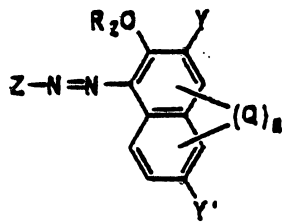
[I]

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

英文發明摘要(發明之名稱: AZO COMPOUND AND A PROCESS FOR PREPARING THE SAME)

The present invention provides a diamide type azo compound derived from 2-hydroxynaphthalene-3,6-dicarboxylic acid, said azo compound is an azo compound in which at least one amide is an aliphatic amide, i.e. the compound of the following formula [I] :



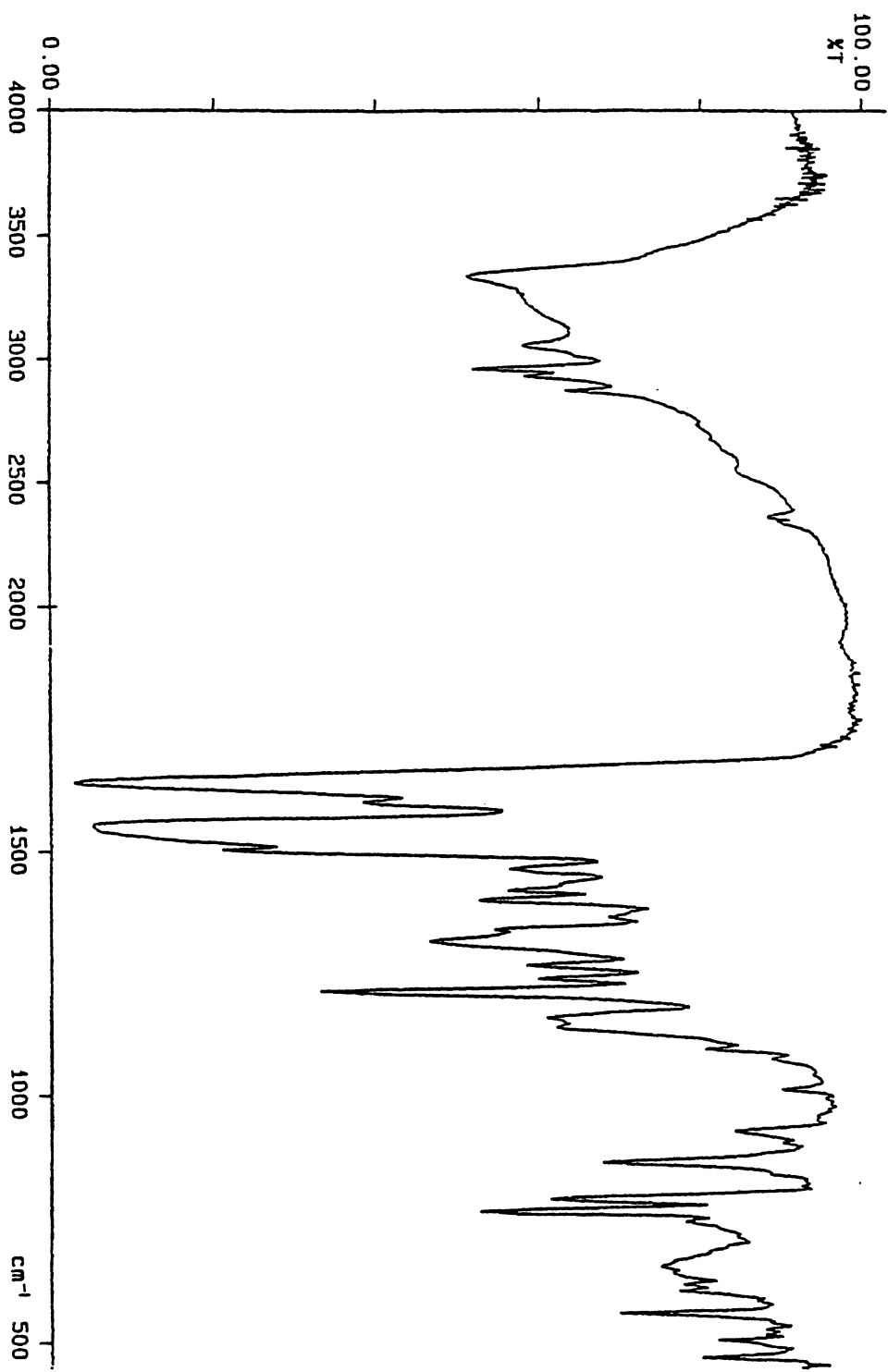
[I]

The present invention also provides an use of the azo compound and a process for preparing the same.

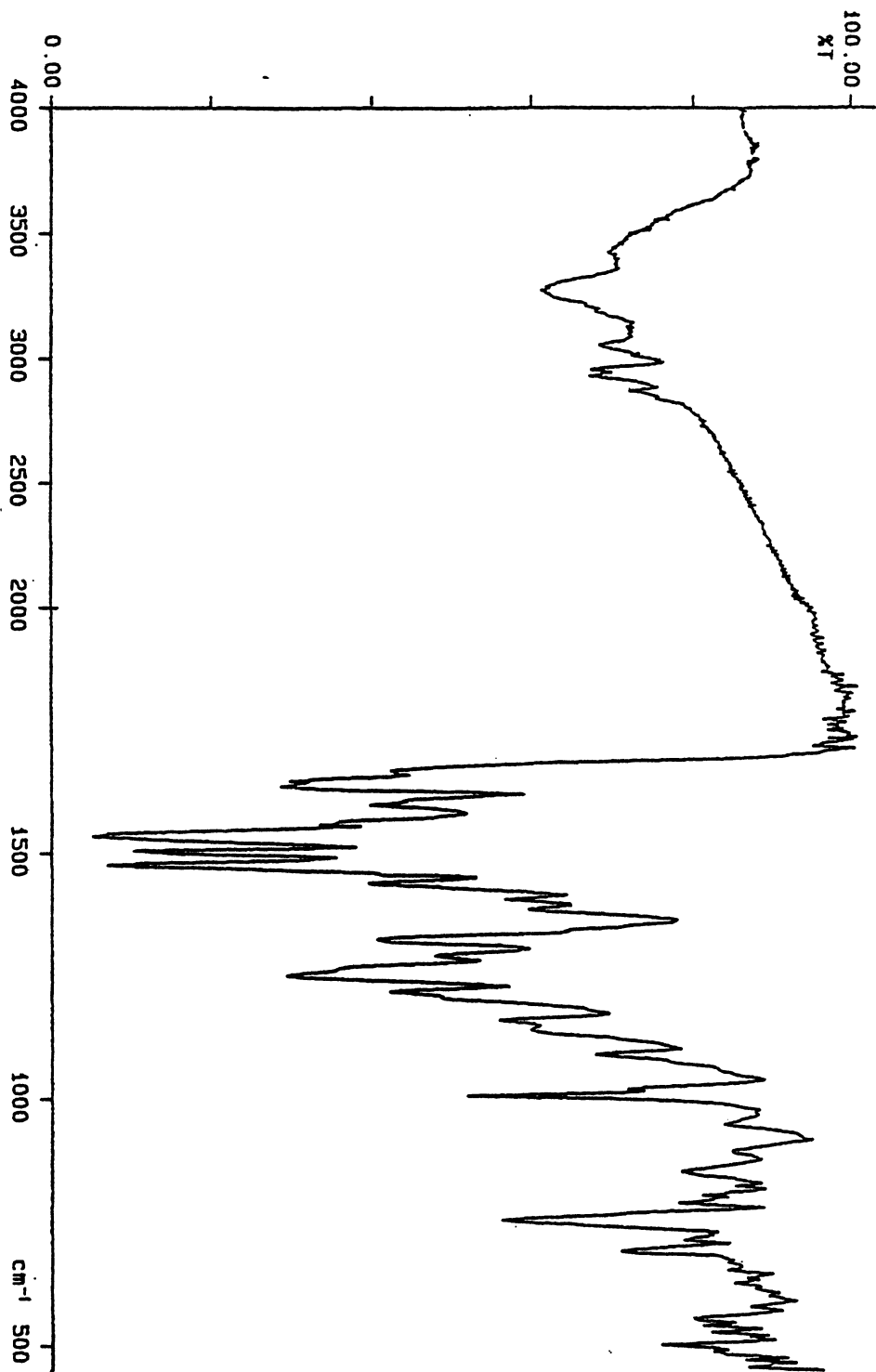
訂

線

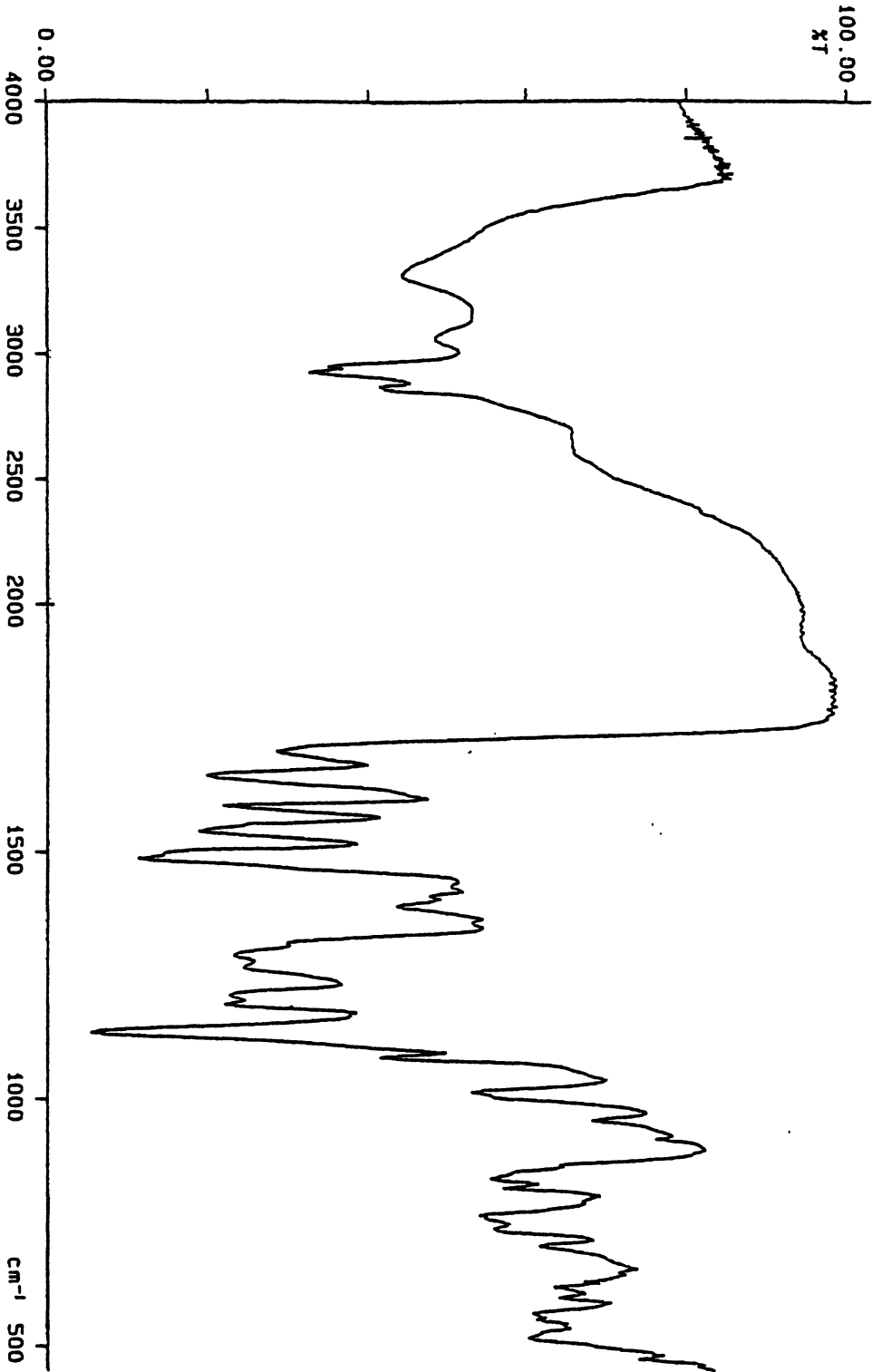
本 告 公



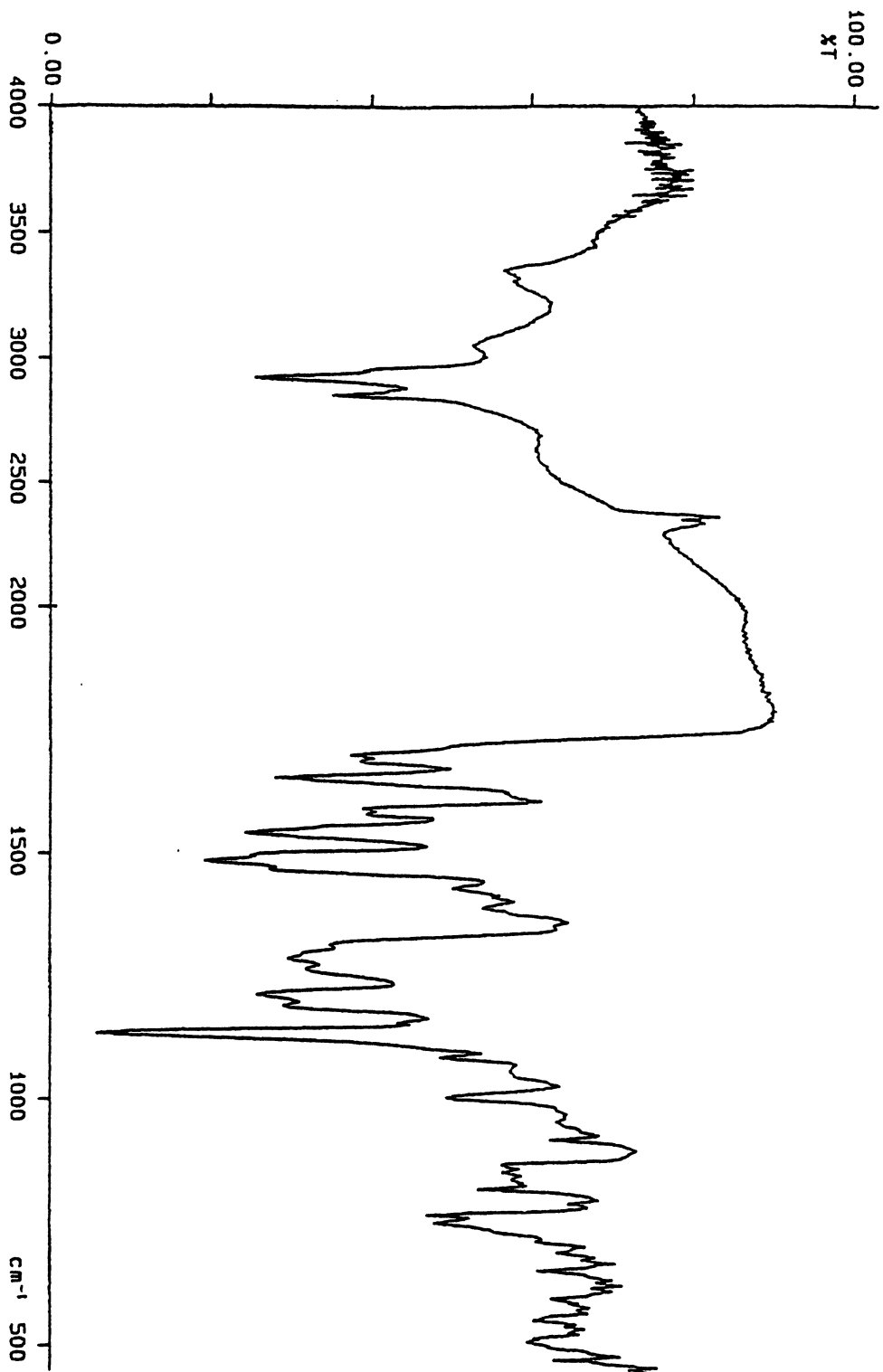
第 1 圖



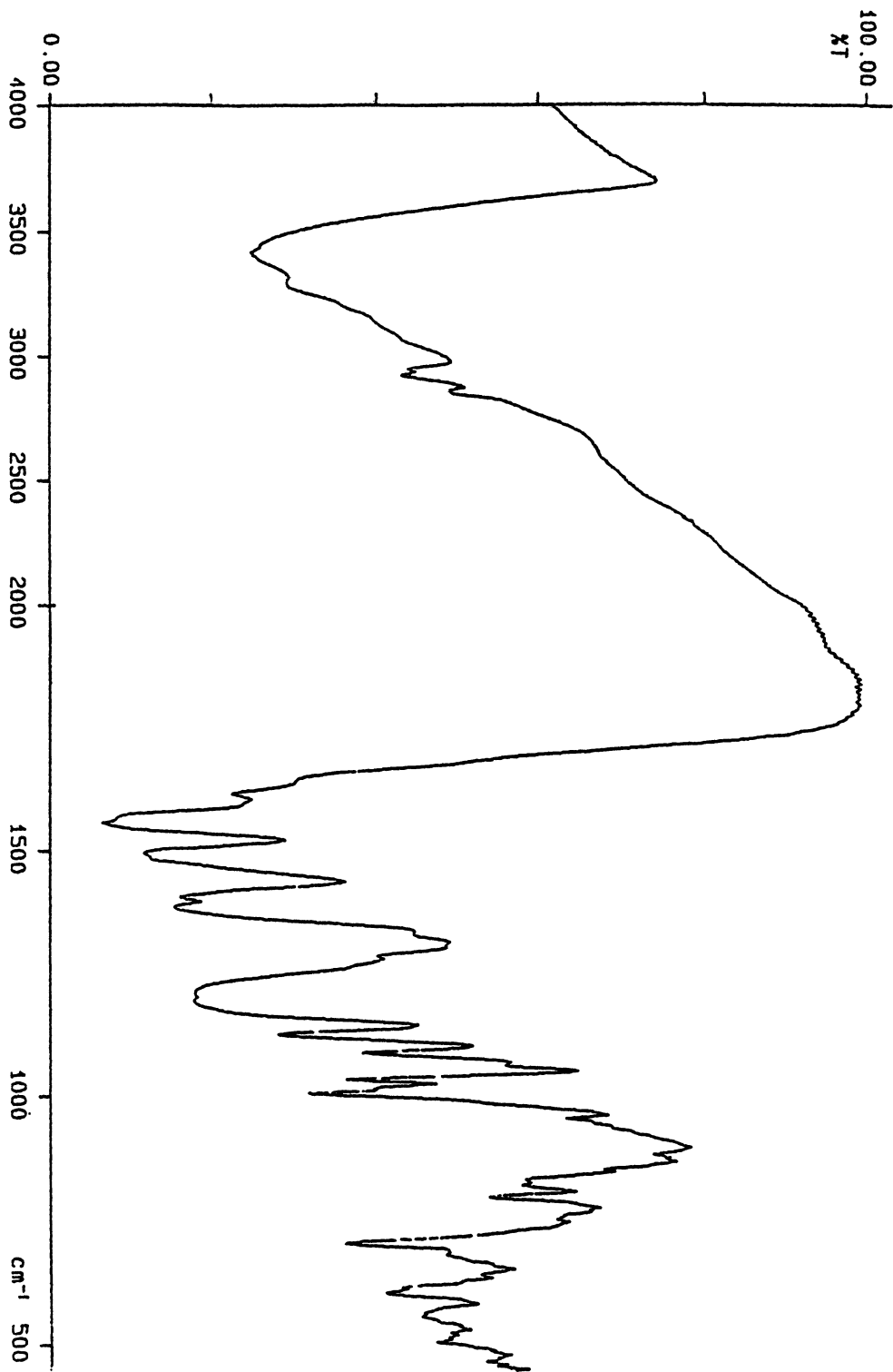
第2圖



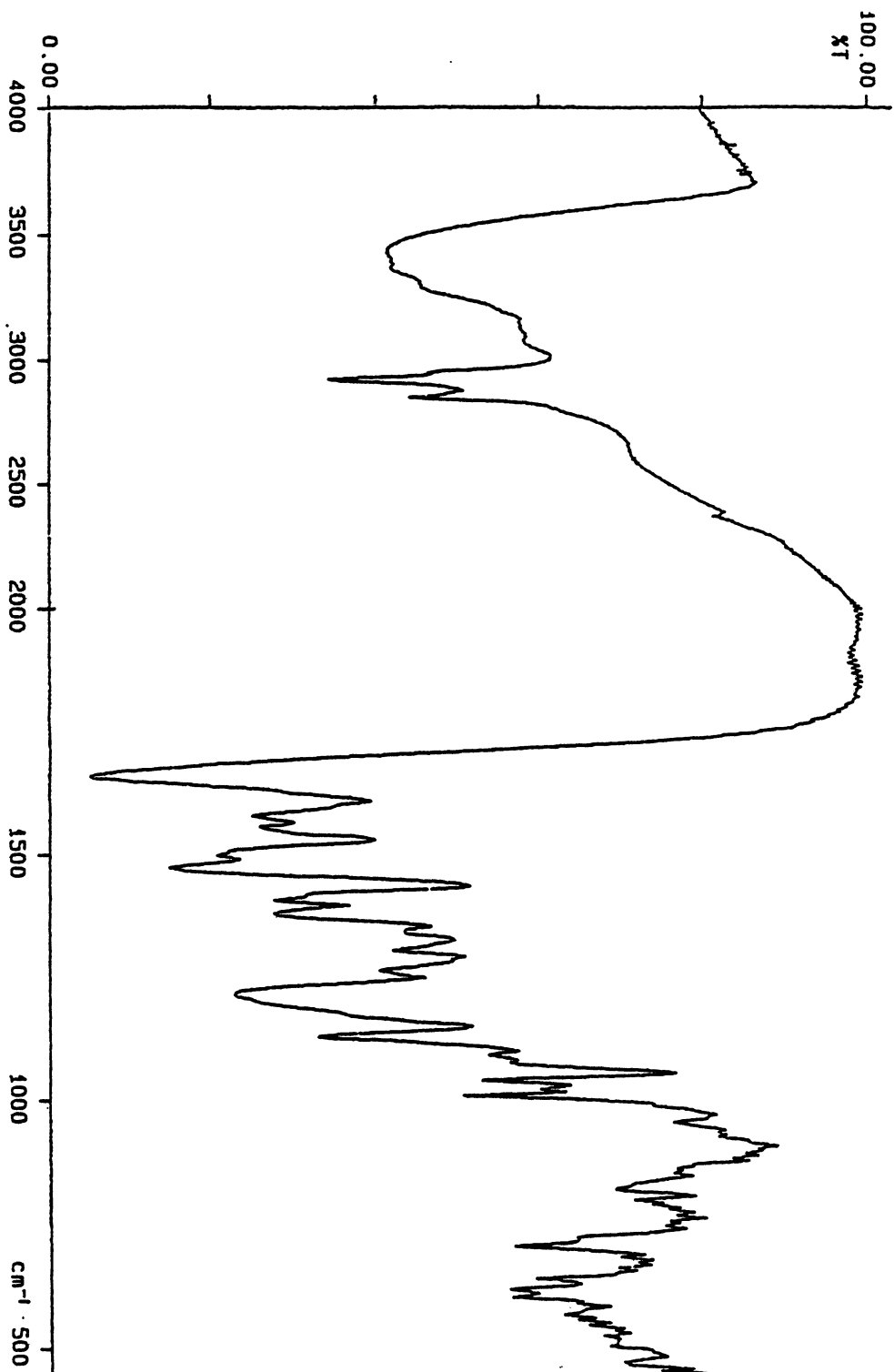
第3圖



第4圖

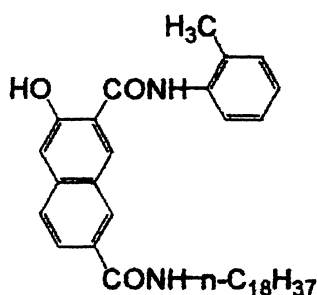


第5圖

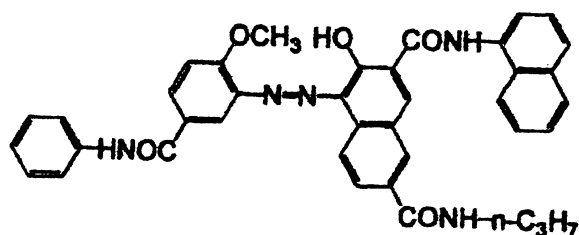


第6圖

五、發明說明 (39)



除以鄰-甲苯胺 17.4g 替代實施例 1-1 所用之 α -萘胺，以及以正十八烷胺(硬脂醯胺)10.8g 替代正丙胺外，與實施例 1-1 相同操作，獲得白色粉末 5.1g(融點：186°C)。

實施例 2-1

將作為胺成分之 2-甲氧基-5-苯基胺羰基苯胺 2.9g 分散於水 45g 中，添加 35% 鹽酸 4.3g。然後維持於 0 至 5°C 並同時滴加亞硝酸鈉 1.0g 溶解於水 10g 之溶液，使進行重氮化。繼之，添加乙酸 0.8g，助濾劑 0.15g 及活性碳 0.15g，過濾該混合物。此時之溫度維持於 10°C 以下。然後添加 42% 氫氟硼酸，過濾析出之重氮鎊鹽。另一方面，將作為偶合劑成分之實施例 1-1 所得化合物 3.4g 懸濁於 N-甲基-2-吡咯烷酮 60g 中，添加甲醇鈉 0.9g，溶解後，保存於 15°C。於其中添加上述重氮鎊鹽 4.1g 溶於 N-甲基-2-吡咯烷酮 15g 之溶液，約攪拌 15 小時。然後，添加乙酸 1.2g 並攪拌 1 小時，添加水 40g，以過濾回收析出之結晶。所得

(請先閱讀背面之注意事項再
寫本頁)

裝

訂

線

90.6.22 修正
H3 補充

第 88117836 號專利申請案

追加實施例

P0
(89年8月22日)

【追加實施例】

追加實施例 1(相當於本發明實施例 2-11)

將作為胺成分之 2-甲氧基-5-苯基胺基羰基苯胺 2.9 g 分散於水 45 g 中，添加 35% 鹽酸 4.3 g。然後維持於 0 至 5°C 並同時滴加亞硝酸鈉 1.0 g 溶解於水 10 g 之溶液，使進行重氮化。繼之，添加乙酸 0.8 g，助濾劑 0.15 g 及活性碳 0.15 g，過濾該混合物。此時之溫度維持於 10°C 以下。然後添加 42% 氫氟硼酸，過濾析出之重氮鎊鹽。

另一方面，將作為偶合劑成分之本發明實施例 1-11 所得化合物 3.4 g 懸濁於 N-甲基-2-吡咯烷酮 60 g 中，添加甲醇鈉 0.9 g，溶解後保存於 15°C。於其中上述重氮鎊鹽 3.8 g 溶解於 N-甲基-2-吡咯烷酮 15 g 之溶液，約攪拌 15 小時。然後，添加乙酸 1.2 g 並攪拌 1 小時，添加水 40 g，以過濾回收析出之結晶。所得固體於 120 g 甲醇中回流洗淨，過濾之。再於吡啶 60 g 中回流洗淨，過濾之，以甲醇充分洗淨後乾燥，獲得紫紅色粉末 4.2 g (分解點：328°C)。

追加實施例 2

除使用以 2-甲氧基-5-二乙胺基磺醯苯胺 3.1 g 替代追加實施例 1 中用作為胺成分之 2-甲氧基-5-苯基胺基羰基苯胺所得之重氮鎊鹽 3.9 g 外，均與追加實施例 1 同樣操作而得到深紫色粉末 4.2 g (分解點：306°C)。

追加實施例 3(比較例)

除使用以 2-甲氧基-5-二乙胺基磺醯苯胺 3.1 g 替代追加實施例 1 中用作為胺成分之 2-甲氧基-5-苯基胺基羰基苯胺所得之重氮鎊鹽 3.9 g，及偶合劑成分係以 2-羥基-3,6-雙(5'氣-2,4-二甲氧基苯基胺基羰基)萘 4.8 g 替代本發明實施例 1-11 所得化合物外，均與追加實施例 1 同樣操作而得到青紅色粉末 5.5 g (分解點：304°C)。

追加實施例 4 (比較例)

使用市售之蒽醌胭脂紅 FB (紅色粉末, 分解點: 567°C)。

追加實施例 5

除以 2-羥基-6-正-十二烷胺基羰基-3-鄰-甲苯醯胺基羰基蒽 2.8 g 替代追加實施例 1 中所用之本發明實施例 1-11 所得化合物外, 均與追加實施例 1 同樣操作而得到青紅色粉末 3.7 g (分解點: 325°C)。

追加實施例 6 (比較例)

除以 2-羥基-3,6-雙(鄰-甲苯醯胺基羰基)蒽 3.5 g 替代追加實施例 1 中所用之本發明實施例 1-11 所得化合物外, 均與追加實施例 1 同樣操作而得到紅色粉末 4.2 g (分解點: 334°C)。

追加實施例 7

除以 2-羥基-6-正-十二烷胺基羰基-3-(1'-萘基胺基羰基)蒽 3.6 g 替代追加實施例 1 中所用之本發明實施例 1-11 所得化合物外, 均與追加實施例 1 同樣操作而得到紫紅色粉末 4.3 g (分解點: 342°C)。

追加實施例 8 (比較例)

除以 2-羥基-3,6-雙(1'-萘基胺基羰基)蒽 5.2 g 替代追加實施例 1 中所用之本發明實施例 1-11 所得化合物外, 均與追加實施例 1 同樣操作而得到深紫紅色粉末 5.4 g (分解點: 344°C)。

追加實施例 9

除使用以 3-苯基胺基羰基苯胺 2.7 g 替代追加實施例 1 中用作為胺成分之 2-甲氧基-5-苯基胺基羰基苯胺所得之重氮鎘鹽 3.9 g, 及偶合劑成分係以 2-羥基-6-正-十二烷胺基羰基-3-(1'-萘基胺基羰基)蒽 3.6 g 替代追加實施例 1 中所用之本發明實施例 1-11 所得化合物外, 均與追加實施例 1 同樣操作而得到深褐紅色粉末 4.1 g (分解點: 324°C)。

追加實施例 10 (比較例)

除使用以 3-苯基胺基羰基苯胺 2.7 g 替代追加實施例 1 中用作為胺成分之 2-甲氧基-5-苯基胺基羰基苯胺所得之重氮鎘鹽 3.6 g, 及偶合劑成分係以 2-羥基-3,6-雙(1'-萘基胺基羰基)蒽 5.2 g 替代追加實施

例 1 中所用之本發明實施例 1-11 所得化合物外，均與追加實施例 1 同樣操作而得到深褐紅色粉末 5.3 g (分解點：343°C)。

【評估(耐光性試驗)】

追加實施例 1 至 10 所得各偶氮化合物，與本發明說明書試驗例 1 同樣以下述方法進行耐光性試驗。

- 1) 試料 0.4 份、酞酸二辛酯 0.7 份、蓖麻油 0.7 份以實驗室用混磨機混練(100 回轉× 3 次)。
- 2) 對由軟化聚氯化乙烯 100 份、酞酸二辛酯 50 份、馬來酸錫 2 份、硬脂酸鈣 0.4 份、硬脂酸鋇 0.6 份所成之混合物 70 份，添加 1) 之混練物 0.7 份及鈦白 1.3 份，於雙輥軸上，110°C 膠化後混練 3 分鐘。
- 3) 以 100kgf/cm² 對 2) 之片狀物 35 份加壓，獲得厚度 1mm 之平面片狀物。
- 4) 將 3) 之平面片狀物切成 30mm× 70mm，作為耐光性試驗片。
- 5) 將 4) 之試驗片之一半遮蔽，以費塞測定器(Feather Meter(島津製作所製：Sunday Star - XF-180 氙燈)照射。每隔 100 小時分別測定遮廠部分與未遮蔽部分之色調，藉二者之色差 ΔE 評估之。

$\Delta E < 2$ A

$\Delta E = 2$ 至 3 B

$\Delta E = 3$ 至 5 C

$\Delta E = 5$ 至 8 D

$\Delta E > 8$ E

色調之測定係使用馬克貝斯(Markbath)公司製，COLOR-EYE 7000，D65 光源，10 度視野以反射光測定之。

追加實施例 1 至 10 所得各偶氮化合物及耐光性試驗之結果示於表 1 及表 2。

由表中可明白，Y 及 Y' 之 X 或 X' 中至少一者為脂族烴基之本發明化合物(追加例 1、2、5、7 及 9)，與 Y 及 Y' 之 X 或 X' 中二者皆非

脂族煙基之比較例化合物(追加例 3、4、6、8 及 10)相較，其耐光性優異。

表 1

試驗例	偶氮化合物之構造	耐光性試驗結果				
		100 小時	200 小時	300 小時	400 小時	500 小時
追加例 1 實施例 2-11		A	A	A	A	A
追加例 2		A	A	A	A	B
追加例 3 比較例		A	C	-	-	-
追加例 4 比較例 *)		A	C	-	-	-
追加例 5		A	A	A	A	A
追加例 6 比較例		D	-	-	-	-

*) 萘酚胭脂紅 FB (市售品)

表 2

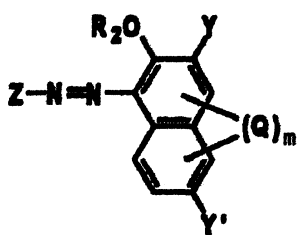
試驗例	偶氮化合物之構造	耐光性試驗結果				
		100 小時	200 小時	300 小時	400 小時	500 小時
追加例 7		A	A	A	A	A
追加例 8 比較例		A	A	A	B	C
追加例 9		A	A	A	A	A
追加例 10 比較例		A	A	B	B	C

第 88117836 號專利申請案

申請專利範圍修正本

(90 年 6 月 22 日)

1. 一種下列式 [I] 所示之偶氮化合物：



[I]

[式中， Y 示 $-(CONH)_n-X$ 或可經酯化之羧基、

Y' 示 $-(CONH)_n-X'$ 或可經酯化之羧基、

(X 及 X' 示可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基、可具有取代基之芳基或可具有取代基且具有共軛雙鍵之雜環基、

n 示 1 或 2 之整數、

但是，當 Y 或 Y' 之任一方為羧基時，亦可形成容許之鹽類)、

R_2 示氫原子、碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷基、碳數 1 至 6 之醯基或苯基烷基、

Q 示碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷基、碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷氧基、鹵原子、磺基、硝基、亞硝基或胺基、

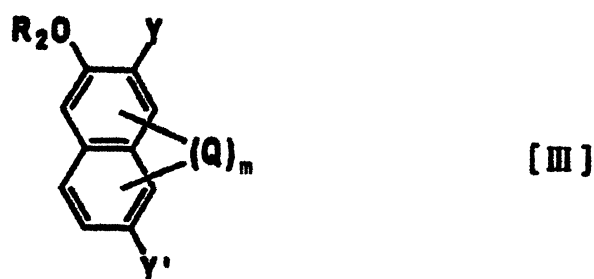
m 示 0 至 3 之整數(m 為 1 時 Q 可與 2 個稠環之任一個相結合， m 為 2 或 3 時 Q 可與 1 個或 2 個稠環結合或亦可與 2 個稠環共同形成環)以及

- Z 示可具有取代基之具有 1 至 4 個稠環之芳基；
但是，Y 及 Y' 之中至少有一個之 X 或 X' 為可具有取代基及 / 或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基者]。
2. 如申請專利範圍第 1 項之偶氮化合物，其中 Y 為 $(\text{CONH})_n\text{-X}$ 及 Y' 為 $(\text{CONH})_n\text{-X}'$ (n、X 及 X' 與前述同義)，X 及 X' 之任一方為可具有取代基及 / 或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基者。
 3. 如申請專利範圍第 2 項之偶氮化合物，其中 X 及 X' 之中，有一方為可具有取代基及 / 或支鏈之碳原子數 1 至 20 之飽和或不飽和脂族烴基者。
 4. 如申請專利範圍第 1 項之偶氮化合物，其中 Z 為可具有取代基之苯基或萘基者。
 5. 一種顏料，係含有申請專利範圍第 1 項之偶氮化合物。
 6. 一種油墨，係含有申請專利範圍第 1 項之偶氮化合物。
 7. 一種油漆，係含有申請專利範圍第 1 項之偶氮化合物。
 8. 一種染料，係含有申請專利範圍第 1 項之偶氮化合物。
 9. 一種高分子材料用混練著色料，係含有申請專利範圍第 1 項之偶氮化合物。
 10. 一種製造申請專利範圍第 1 項之偶氮化合物之方法，其特徵為：

將一般式 [II] 所示之芳族胺類重氮化：



[式中，Z 示可具有取代基之具有 1 至 4 個稠環之芳基]，所得之重氮鎊鹽化合物與一般式 [III] 所示之化合物進行偶合反應，



[式中，Y 示 $-(CONH)_n-X$ 或可經酯化之羧基、

Y' 示 $-(CONH)_n-X'$ 或可經酯化之羧基、

(X 及 X' 示可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基、可具有取代基之芳基或可具有取代基且具有共軛雙鍵之雜環基、

n 示 1 或 2 之整數、

但是，當 Y 或 Y' 之任一方為羧基時，亦可形成容許之鹽類)、

R₂ 示氫原子、碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷基、碳數 1 至 6 之醯基或苯基烷基、

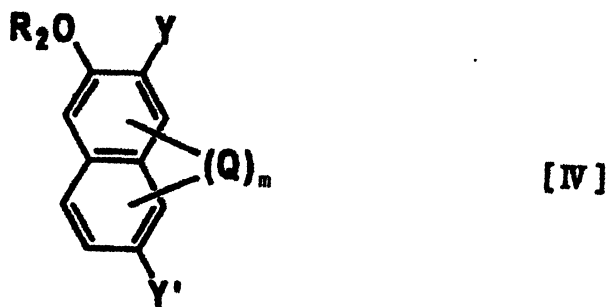
Q 示碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷基、碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷氧基、鹵原子、磺基、硝基、亞硝基或胺基、

m 示 0 至 3 之整數(m 為 1 時 Q 可與 2 個稠環之

任一個相結合， m 為 2 或 3 時 Q 可與 1 個或 2 個稠環結合或亦可與 2 個稠環共同形成環)；

但是， Y 及 Y' 之中至少有一個之 X 或 X' 為可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基] (但是，當 Y 或 Y' 之任一方為羧基時，亦可使用所希望之金屬鹽將其色澱化)。

11. 一種下列一般式 [IV] 所示之萘酚衍生物：



[式中， Y 示 $-(CONH)_n-X$ 或可經酯化之羧基、

Y' 示 $-(CONH)_n-X'$ 或可經酯化之羧基、

(X 及 X' 示可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基、可具有取代基之芳基或可具有取代基且具有共軛雙鍵之雜環基、

n 示 1 或 2 之整數、

但是，當 Y 或 Y' 之任一方為羧基時，亦可形成容許之鹽類)、

R_2 示氫原子、碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷基、碳數 1 至 6 之醯基或苯基烷基、

Q 示碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷基、碳數 1 至 6 之可具有支鏈之烷氧基、鹵原子、磺基、硝基、亞

硝基或胺基、

m 示 0 至 3 之整數(m 為 1 時 Q 可與 2 個稠環之任一個相結合, m 為 2 或 3 時 Q 可與 1 個或 2 個稠環結合或亦可與 2 個稠環共同形成環);

但是, Y 及 Y' 之中至少有一個之 X 或 X' 為可具有取代基及/或支鏈之飽和或不飽和脂族烴基者]。

12. 一種噴墨用油墨, 係含有申請專利範圍第 5 項之顏料。
13. 一種電子照相用調色漿, 係含有申請專利範圍第 5 項之顏料。
14. 一種液晶濾光片, 係含有申請專利範圍第 5 項之顏料。
15. 一種電子照相用有機感光體, 係含有申請專利範圍第 5 項之顏料。