(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3817790号
(P3817790)
(45)発行日　平成18年9月6日(2006.9.6)　(24)登録日　平成18年6月23日(2006.6.23)

(51)Int.Cl.　F I
C09D 11/10 (2006.01)　C09D 11/10

請求項の数 5　(全 20 頁)

(21)出願番号　特願平8-251219
(22)出願日　平成8年9月24日(1996.9.24)
(65)公開番号　特開平10-95946
(43)公開日　平成10年4月14日(1998.4.14)
審査請求日　平成15年6月6日(2003.6.6)

(73)特許権者　000222118
東洋インキ製造株式会社
東京都中央区京橋２丁目３番１３号
(72)発明者　上野　嘉睦
東京都中央区京橋二丁目３番１３号　東洋インキ製造株式会社内
(72)発明者　間　清二
東京都中央区京橋二丁目３番１３号　東洋インキ製造株式会社内
(72)発明者　藤ヶ森　勉
東京都中央区京橋二丁目３番１３号　東洋インキ製造株式会社内
(72)発明者　飯田　保春
東京都中央区京橋二丁目３番１３号　東洋インキ製造株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】インクジェット用記録液

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

顔料、水、分散剤、および水性樹脂を必須成分とする記録液において、分散剤として下記一般式（１）で示される化合物および下記一般式（２）で示される化合物を含有することを特徴とするインクジェット用記録液。

一般式（１）　$(R_1)_k-Q-O-(CH_2CH_2O)_n H$

（式中、Ｑは置換（但し、置換基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子である。）または未置換のベンゼン環残基、$R_1$ は置換（但し、置換基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子である。）または未置換のベンジル基、置換（但し、置換基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子である。）または未置換のスチリル基、ｋは１～３、ｎは２～１００の範囲にある任意の数を表す。）

一般式（２）　$(R_2)_m-P-X-SO_3 M$

（式中、Ｐはベンゼン環残基、ナフタレン環残基、有機色素残基またはアントラキノン残基であって、これらの基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子で置換されていても良く、$R_2$ は置換（但し、置換基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子である。）または未置換のベンジル基、置換（但し、置換基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子である。）または未置換のスチリ

ル基、mは、Pがベンゼン環残基のとき１～３の範囲にある任意の数、Pがベンゼン環残基以外のとき０であり、Xは直接結合または－O－（$CH_2$ $CH_2$ O）$_y$－（yは１～１００の範囲にある任意の数を表す。）、Mはアルカリ金属、アンモニウムまたはアルカノールアミンを示す。）

【請求項２】

一般式（１）で示される化合物および（２）で示される化合物の含有量の合計が記録液に対して０．１～１０重量％である請求項１記載のインクジェット用記録液。

【請求項３】

一般式（１）で示される化合物と一般式（２）で示される化合物の含有比が重量比で１０：１～１：１０である請求項１または２記載のインクジェット用記録液。

【請求項４】

顔料の平均粒子径が２０～２００ｎｍである請求項１ないし３いずれか記載のインクジェット用記録液。

【請求項５】

粘度が０．８～１５ｍＰａ・ｓ（２５℃）である請求項１ないし４いずれか記載のインクジェット用記録液。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明は、耐水性、保存安定性に優れたインクジェット用水性顔料タイプ記録液に関する。

【０００２】

【従来の技術】

従来よりインクジェット用記録液としては、酸性染料、直接染料、塩基性染料等の水溶性染料をグリコール系溶剤と水に溶解したものがよく用いられている（例えば特開昭５３―６１４１２、特開昭５４―８９８１１、特開昭５５―６５２６９）。

水溶性染料としては、記録液の安定性を得るため水に対する溶解性の高いものが一般的に用いられる。したがって、インクジェット記録物は一般的に耐水性が悪く、水をこぼしたりすると容易に記録部分の染料のにじみを生じるという問題があった。

【０００３】

このような耐水性の不良を改良するため、染料の構造を変えたり、塩基性の強い記録液を調製することが試みられている（特開昭５６―５７８６２）。また、記録紙と記録液との反応をうまく利用して耐水性の向上を図ることも行われている（特開昭５０―４９００４、特開昭５７―３６６９２、特開昭５９―２０６９６、特開昭５９―１４６８８９）。

これらの方法は、特定の記録紙については著しい効果をあげているが、記録紙の制約を受けるという点で汎用性にかけ、また特定の記録紙以外を用いた場合には、水溶性染料を使用する記録液では記録物の十分な耐水性が得られないことが多い。

【０００４】

また、耐水性の良好な記録液としては、油溶性染料を高沸点溶剤に分散ないし溶解したもの、油溶性染料を揮発性の溶剤に溶解したものがあるが、溶剤の臭気や溶剤の排出の問題があり、環境上好ましくない。また、大量の記録を行う場合や装置の設置場所によっては、溶剤回収等が必要になる等の問題がある。

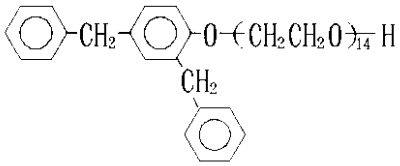
そこで、記録物の耐水性をよくするために、水系媒体に顔料を分散した記録液の開発が行われている。インクジェット用の記録液においては、プリンターに高解像度が望まれるにつれノズルの径が細くなってきており、これに伴い着色剤の粒子径も微細化してきている。しかしながら、微細化することによりオーバーヘッドプロジェクター等の透明基材への画像形成においては、染料並の透明性が可能になるが、微細化した粒子の安定性が損なわれ、記録液を長期間保存した際に凝集した粗大粒子により、ノズルからの吐出不良をおこす問題が発生している。この問題は顔料の微細化と共に顕著になってきている。

【０００５】

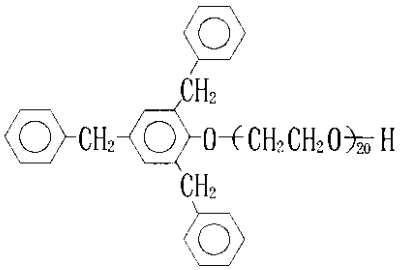
【発明が解決しようとする課題】
本発明の目的は従来の方法の問題点を解決し、透明な画像が得られかつ保存安定性に優れたインクジェット記録液に関する。
【０００６】
【課題を解決するための手段】
本発明者らはインクジェット用記録液の顔料の分散に関し、種々の分散剤について検討を行った結果、ポリオキシエチレンアリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアリルナフチルエーテル系化合物および芳香族スルホン酸塩系化合物のように疎水部が芳香族系の化合物を共に添加することが各種顔料の分散に適し、特に有機系顔料の分散剤として優れた適性を有することを見出した。
【０００７】
本発明は、顔料、水、分散剤、および水性樹脂を必須成分とする記録液において、分散剤として下記一般式（１）で示される化合物および下記一般式（２）で示される化合物を含有することを特徴とするインクジェット用記録液。
一般式（１）　$(R_1)_k-Q-O-(CH_2CH_2O)_n-H$
（式中、Ｑは置換（但し、置換基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子である。）または未置換のベンゼン環残基、$R_1$ は置換（但し、置換基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子である。）または未置換のベンジル基、置換（但し、置換基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子である。）または未置換のスチリル基、ｋは１～３、ｎは２～１００の範囲にある任意の数を表す。）
一般式（２）　$(R_2)_m-P-X-SO_3M$
（式中、Ｐはベンゼン環残基、ナフタレン環残基、有機色素残基またはアントラキノン残基であって、これらの基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子で置換されていても良く、$R_2$ は置換（但し、置換基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子である。）または未置換のベンジル基、置換（但し、置換基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子である。）または未置換のスチリル基、ｍは、Ｐがベンゼン環残基のとき１～３の範囲にある任意の数、Ｐがベンゼン環残基以外のとき０であり、Ｘは直接結合または$-O-(CH_2CH_2O)_y-$（ｙは１～１００の範囲にある任意の数を表す。）、Ｍはアルカリ金属、アンモニウムまたはアルカノールアミンを示す。）
【０００８】
更に本発明は、一般式（１）で示される化合物および（２）で示される化合物の含有量の合計が記録液に対して０．１～１０重量％である上記インクジェット用記録液に関する。
更に本発明は、一般式（１）で示される化合物と一般式（２）で示される化合物の含有比が重量比で１０：１～１：１０であることを特徴とする上記インクジェット用記録液に関する。
【０００９】
更に本発明は、顔料の平均粒子径が２０～２００ｎｍである上記インクジェット用記録液に関する。
更に本発明は、粘度が０．８～１５ｍＰａ・ｓ（２５℃）である上記インクジェット用記録液に関する。
【００１０】
【発明の実施の形態】
本発明の一般式（１）中のＱとしては、ベンゼン環の残基であり、$R_1$ は、フェニル基、ベンジル基またはスチリル基であり、これらの基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基、フェニル基、ハロゲン原子等で置換されていても良い。一般式（１）中のｋは１～３の整数、ｎは２～１００、好ましくは５～５０の整数である。

【００１１】
一般式（２）中のＰは、ベンゼン環またはナフタレン環の残基、有機色素残基またはアントラキノン残基、$R_2$ は、フェニル基、ベンジル基またはスチリル基であり、これらの基は、炭素数１～４のアルキル基、炭素数１～４のアルコキシ基，フェニル基、ハロゲン原子等で置換されていても良い。
【００１２】
一般式（２）中のＰで表される有機色素残基を構成する有機色素としてはフタロシアニン系、不溶性アゾ系、アゾレーキ系、アントラキノン系、キナクリドン系、ジオキサジン系、ジケトピロロピロール系、アントラピリミジン系、アンサンスロン系、インダンスロン系、フラバンスロン系、ペリノン系、ペリレン系、チオインジゴ系等がある。これらの色素は任意に選択することができるが使用する顔料に近い色相を有するものを使用した方が工業的に有利である。
【００１４】
一般式（２）中のｍは０～３の整数、Ｘは直接結合するか、付加モル数１～１００のポリオキシエチレン基であり、好ましくは０～５０モルの整数であり、Ｍはナトリウム、カルシウム等のアルカリ金属、アンモニウムまたはアルカノールアミン、好ましくはアルカリ金属である。
【００１５】
本発明の記録液は、顔料、水、上記分散剤、水性樹脂の他に浸透剤、防腐剤等からなり、必要に応じ、染料等の着色補助剤、キレート剤、ＰＨ調整剤、消泡剤等を添加することができる。
【００１６】
本発明の顔料としては、印刷インキおよび塗料等に使用される種々の顔料が使用可能である。例えば、フタロシアニン顔料、不溶性アゾ顔料、アゾレーキ顔料、アントラキノン顔料、キナクリドン顔料、ジオキサジン顔料、ジケトピロロピロール顔料、アントラピリミジン顔料、アンサンスロン顔料、インダンスロン顔料、フラバンスロン顔料、ペリノン顔料、ペリレン顔料、イソインドリノン顔料、チオインジゴ顔料、カーボンブラック等を挙げることができる。
このような顔料は，顔料生成後の水性スラリー、ウェットケーキの状態にて用いてもよく，また、このスラリーをスプレードライ等の乾燥により粉末化したものでもよい。
【００１７】
顔料の粒子径は小さいほうが記録液としての飛翔安定性が良好なため、粒子径を微細化したものが好ましい。あるいは，分散の工程にて微細化できる顔料を選択することが好ましい。
好ましい顔料の粒子径としては，レーザー散乱法による平均粒径において０．２μｍ以下、さらに好ましくは、０．１μｍ以下であり、このような粒径であると、記録液の製造においての濾過操作が容易であり，記録液の貯蔵における凝集、沈殿も少なくなる。
顔料の含有量は記録液中０．１～１０重量％が好ましい。
【００１８】
本発明にて一般式（１）および（２）の顔料分散剤は、記録液の顔料分散をより微細化、安定化し、ノズルからの吐出安定性、保存安定性を良好にする。
一般式（１）で示される化合物の代表例を下記に示す。
【００１９】
【化１】

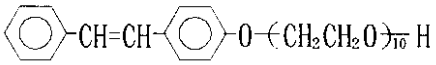
化合物Ａ



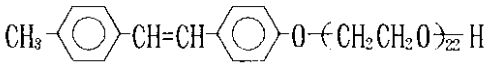
化合物Ｂ



化合物Ｃ

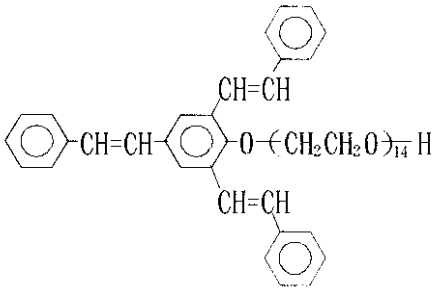


化合物Ｄ

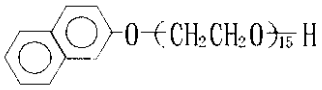


【００２０】
【化２】

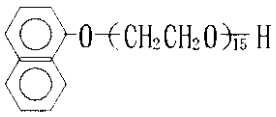
化合物Ｅ



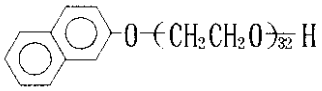
化合物Ｆ



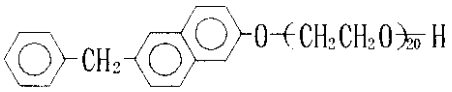
化合物Ｇ



化合物Ｈ

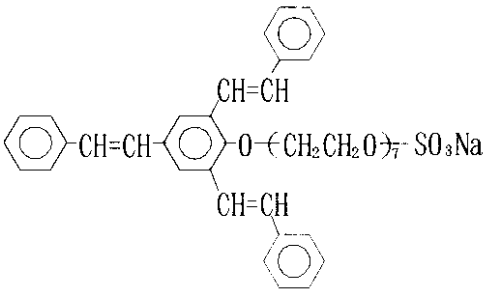


化合物Ｉ

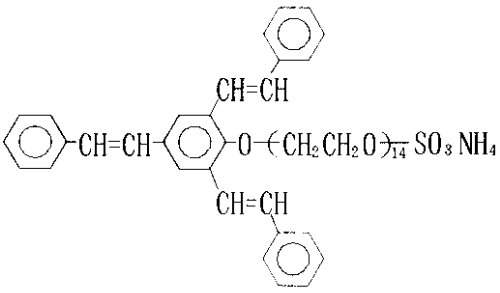


【００２１】
一般式（２）で示される化合物の代表例を下記に示す。
【００２２】
【化３】

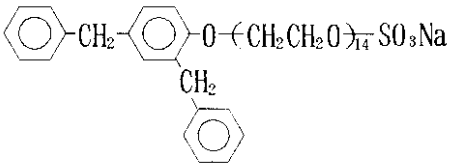
化合物Ｊ



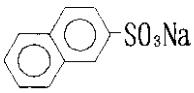
化合物Ｋ



化合物Ｌ

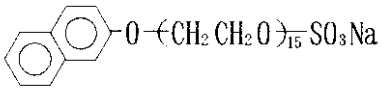


化合物Ｍ

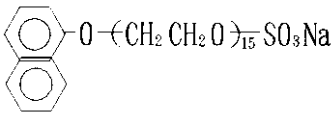


【００２３】
【化４】

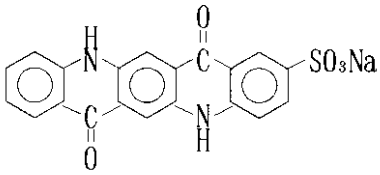
化合物Ｎ



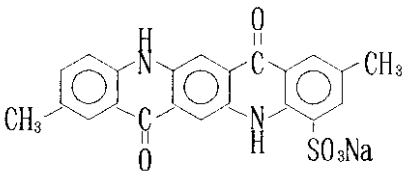
化合物Ｏ



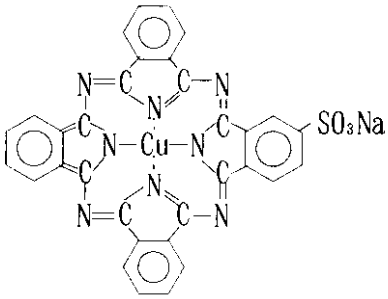
化合物Ｐ



化合物Ｑ



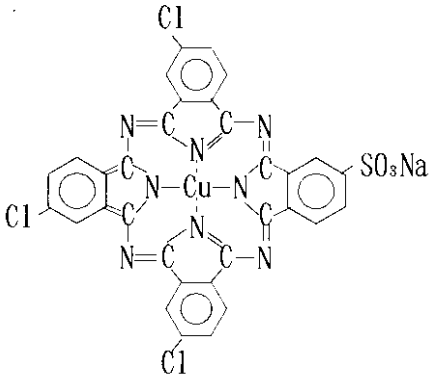
化合物Ｒ



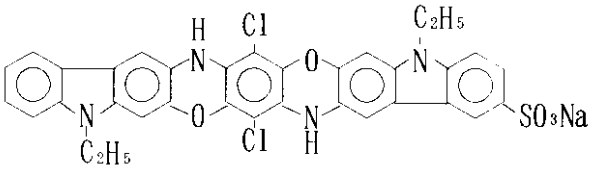
【００２４】
【化５】

【化５】

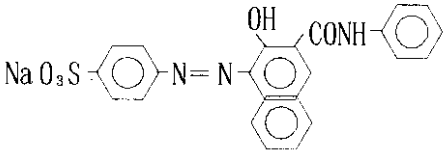
化合物Ｓ



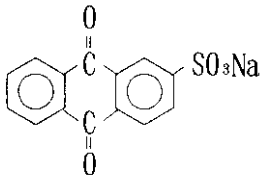
化合物Ｔ



化合物Ｕ



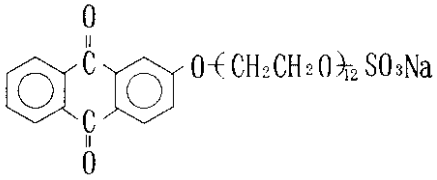
化合物Ｖ



【００２５】

【化６】

化合物W



【００２６】
一般式（１）の化合物と一般式（２）の化合物の添加量は、その合計量が記録液の全量に対して、０．１～１０重量％となるようにする。また、それぞれの含有割合は、重量比で１０：１～１：１０であり、この比率から外れると記録液中の顔料が凝集し、記録液が増粘する傾向が避けられない。この理由は、アニオン系の活性剤である一般式（２）の化合物が、顔料粒子表面との電荷の調整に寄与し、ノニオン系活性剤である一般式（１）の化合物と共同して顔料の分散を行なうためと考えられる。
本発明の分散剤は顔料の分散時に使用してもよいし、顔料の製造工程であらかじめ混合してもよい。
【００２７】
本発明においては、必要に応じ染料を併用することもできる。染料としては、顔料の色相の調整、濃度の付与等を目的として耐水性、耐光性に問題の無いような形にて使用できる。染料の使用によっては、顔料の分散の安定性を悪くすることもあるので、顔料の４０重量％以下、好ましくは２５重量％以下の使用に止める必要がある。染料としては、酸性染料、塩基性染料、直接染料、反応性染料、分散染料、含金属染料等があげられる。これらの染料は、無機塩の除去された精製染料が好ましい。
【００２８】
本発明において水性樹脂は、顔料の定着性を高めるために用いる。
水性樹脂としては、水に溶解する水溶解性の樹脂および水に分散性の樹脂を単独ないし混合して用いることができる。
このような樹脂としては、アクリル共重合体系、ポリエステル系、ポリアミド系、ポリウレタン系等の水に溶解する水溶解性の樹脂および水に分散性の樹脂が挙げられる。
これらの樹脂は、必要に応じ、アンモニウム、アミン、無機アルカリ等の中和剤を適宜調整して加えることができる。
【００２９】
アクリル共重合体系樹脂は（メタ）アクリル酸アルキルエステル５０～８０重量％、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、イタコン酸等のカルボン酸含有単量体５～３０重量％およびその他の単量体０～２０重量％を乳化重合または水溶性溶媒中で溶液重合して得られる、重量平均分子量５０００～３０００００、酸価が１～２００の樹脂である。
上記（メタ）アクリル酸アルキルエステルとしては、（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル、（メタ）アクリル酸プロピル、（メタ）アクリル酸ｎ－ブチル、（メタ）アクリル酸イソプロピル、（メタ）アクリル酸イソブチル、（メタ）アクリル酸２－エチルヘキシル、（メタ）アクリル酸ｎ－ヘキシル、（メタ）アクリル酸ラウリル等がある。上記その他のモノマーとしては、（メタ）アクリル酸２－ヒドロキシエチル、（メタ）アクリル酸２－ヒドロキシプロピル、アクリルアミド、Ｎ－メチロールアクリルアミド、ジアセトンアクリルアミド、グリシジル（メタ）アクリレート、スチレン、ビニルトルエン、酢酸ビニル、アクリロニトリル、ビニルアルコール、エチレン等を例示できる。
水性樹脂としては水分散型のもので、平均粒子径が１５０ｎｍ以下のものが好ましい。水性樹脂の含有量は記録液中０．１～１０重量％が好ましい。
【００３０】
水性溶剤としては、記録液のノズル部分での乾燥，記録液の固化を防止し、安定な記録液

の噴射およびノズルの経時での乾燥を防止するものである。このような水性溶剤としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ケトンアルコール、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテルエチレングリコールモノエチルエーテル、１，２―ヘキサンジオール、Ｎ－メチル―２―ピロリドン、置換ピロリドン、２，４，６―ヘキサントリオール、テトラフルフリルアルコール、４―メトキシ―４メチルペンタノン等を挙げることができる。

【００３１】

また、記録液の紙での乾燥を速める目的においては、メタノール，エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール類も用いることができる。

これらの水性溶剤は、単独ないし混合して記録液の２～３０重量％の範囲にて用いことが好ましい。記録液の媒体である水は、金属イオン等を除去したイオン交換水ないし蒸留水を用いる。

その他の添加剤として、尿素、ジメチル尿素等を加えることもできる。

【００３２】

記録液の被印刷体が紙のようなときには、紙への記録液の浸透を速め見掛けの乾燥性を速くするため浸透剤を加えることができる。

このような浸透剤としては、水性溶剤として記述したジエチレングリコールモノブチルエーテル等のグリコールエーテル、アルキレングリコール、ポリエチレングリコールモノラウリルエーテル、ラウリル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、ジオクチルスルホコハク酸ナトリウム等を用いることができる。これらは、記録液の５重量％以下の使用量で十分な効果があり、これよりも多いと印字の滲み、紙抜け（プリントスルー）を起こし好ましくない。

【００３３】

本発明の記録液の腐敗、黴の発生を防止するために、防腐、防黴剤を添加することもできる。具体的には、デヒドロ酢酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、ソジウムピリジンチオン―１―オキサイド、ジンクピリジンチオン―１―オキサイド、１，２―ベンズイソチアゾリン―３―オン、１―ベンズイソチアゾリン―３―オンのアミン塩等が用いられる。これらは，記録液の０．０５～１．０重量％程度用いる。

【００３４】

また、ノズル部での金属の析出や記録液中で不溶解性物の析出等を防止するためにキレート剤を加えることができる。

キレート剤は、記録液中の金属イオンを封鎖するものであり、具体的にはエチレンジアミンテトラアセティックアシド、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのナトリウム塩、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのジアンモニウム塩、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのテトラアンモニウム塩等を０．００５～０．５重量％程度用いることができる。

【００３５】

また，記録液のｐＨを所望のｐＨに調整し、記録液の安定ないし、記録装置中の記録液配管との安定性を得るため、アミン、無機塩、アンモニア等の調整剤、リン酸等の緩衝液を用いることができる。

また，記録液の循環、あるいは、移動、また、記録液の製造時の泡の発生を防止するため消泡剤を添加することもできる。

【００３６】

本発明の記録液の成分は、顔料、分散剤と水からなる顔料分散液に水性樹脂の他に水性溶剤、防黴剤、防腐剤、ｐＨ調整剤、尿素等を必要に応じ添加してもよい。

【００３７】

本発明のインクジェット用記録液は、顔料、分散剤および水、必要ならば水性溶剤、防黴剤、防腐剤、ｐＨ調整剤、尿素等を混合し、サンドミル、アトライター、ボールミル、ペ

イントシェーカー、ナノマイザー等の分散機にて顔料分が１０～５０重量％の濃縮された状態で分散処理を行なう。あるいは、二本ロールミルにてあらかじめ良く混練したのち、サンドミル等の分散機によりさらに分散することもできる。濃縮状態の記録液は適宜水にて希釈、他の添加剤を混合したのち、顔料分１～１０重量％の記録液とし、孔径１．０μｍ以下のフィルターにて濾過する。好ましく、０．４５μｍ以下のフィルターにて濾過する。

水性樹脂は濃縮状態の記録液の調製時または希釈時に加える。

フィルターの濾過に先立って、遠心分離によって、大きな粒径のものを除くこともでき、これによってフィルターによる濾過における目詰まりを少なくし、フィルターの使用期間が長くなる。

混合攪拌は、通常の羽根を用いた攪拌機による攪拌のほか、高速の分散機，乳化機等により行うことができる。

【００３８】

記録液は、記録装置の方式にもよるが、粘度０．８～１５ｍＰａ・ｓ（２５℃）の液体として調整することが望ましい。。表面張力は、２５～６０ｍＮ／ｍが好ましく、ｐＨは、特に制約されないが４～１２の範囲であり、７～９の弱アルカリ性が好ましい。

【００３９】

本発明により製造される記録液は、水性でありながら耐水性が良く、保存安定性が極めて優れたインクジェット印刷用記録液として好適に用いられ、オフィスにおける書類の作成をはじめ、郵便物の宛名書き、ダンボールのマーキング、ナンバリング、バーコード等の分野にて利用することができる。また、染料によって製造された記録液に較べ耐光性も良好であり、記録物の保存性の優位なカラー画像を形成することができる。

【００４０】

【実施例】

以下実施例に基づいて本発明を説明する。例中部とあるのは、重量部を示す。なお、実施例３，４、７、８、１０は参考例である。

〔実施例１〕下記の原料を混合し、サンドミルにて２時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

青顔料（東洋インキ社製 リオノールブルーＦＧ－７３５１ ２０．０部
：β型銅フタロシアニン）
化合物 Ｂ ５．０部
化合物 Ｋ ５．０部
精製水 ６５．０部
グリセリン ５．０部

上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。

上記濃縮液 １５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製 Ｗ－２６５、固形分 ４５％） ２．５部
エチレングリコール １０．０部
レバナックス ＢＡ－２００（昌栄化学社製） ０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩 ０．０２部
精製水 ７２．３８部

【００４１】

〔実施例２〕

下記の原料を混合し、サンドミルにて２時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

青顔料（東洋インキ社製 リオノールブルーＦＧ－７３５１ ２０．０部
：β型銅フタロシアニン）
化合物 Ｅ ７．０部
化合物 Ｒ ３．０部

精製水　６５．０部
グリセリン　５．０部
上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。
上記濃縮液　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部
エチレングリコール　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　０．０２部
精製水　７２．３８部

【００４２】
〔実施例３〕
下記の原料を混合し、サンドミルにて２時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。
赤顔料（ヘキスト社製　ホスタパーム　ピンク　Ｅ　２０．０部
：ジメチルキナクリドン）
化合物　Ｆ　４．０部
化合物　Ｊ　２．０部
精製水　６９．０部
グリセリン　５．０部
上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。
上記濃縮液　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部
ジエチレングコール　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　０．０２部
精製水　７２．３８部

【００４３】
〔実施例４〕
下記の原料を混合し、サンドミルにて２時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。
赤顔料（ヘキスト社製　ホスタパーム　ピンク　Ｅ　２０．０部
：ジメチルキナクリドン）
化合物　Ｈ　４．０部
化合物　Ｐ　２．０部
精製水　６９．０部
グリセリン　５．０部
上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。
上記濃縮液　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部
ジエチレングコール　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　０．０２部
精製水　７２．３８部

【００４４】
〔実施例５〕
下記の原料を混合し、サンドミルにて３時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

赤顔料（山水色素工業製　スイメイファーストピンク　７Ｂ　　２０．０部
：ナフトールレッド）
化合物　Ａ　　６．０部
化合物　Ｌ　　４．０部
精製水　　６５．０部
グリセリン　　５．０部
上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。
上記濃縮液　　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部
ジエチレングコール　　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　　０．０２部
精製水　　７２．３８部

【００４５】

〔実施例６〕

下記の原料を混合し、サンドミルにて３時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。
赤顔料（山水色素工業社製　スイメイファーストピンク　７Ｂ　　２０．０部
：ナフトールレッド）
化合物　Ｅ　　７．０部
化合物　Ｋ　　３．０部
精製水　　６５．０部
グリセリン　　５．０部
上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。
上記濃縮液　　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部
ジエチレングコール　　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　　０．０２部
精製水　　７２．３８部

【００４６】

〔実施例７〕

下記の原料を混合し、サンドミルにて３時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。
赤顔料（山水色素工業社製　スイメイファーストピンク　７Ｂ　　２０．０部
：ナフトールレッド）
化合物　Ｆ　　７．０部
化合物　Ｕ　　３．０部
精製水　　６５．０部
グリセリン　　５．０部
上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。
上記濃縮液　　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部
ジエチレングコール　　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　　０．０２部
精製水　　７２．３８部

【００４７】
〔実施例８〕
下記の原料を混合し、サンドミルにて３時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。
黄顔料（ＣＩＢＡ社製　イルガジンエロー２ＧＬＴＥ　　２０．０部
：イソインドリノン）
化合物　Ｈ　　６．０部
化合物　Ｎ　　３．０部
精製水　　６６．０部
グリセリン　　５．０部
上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。
上記濃縮液　　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部
ジエチレングコール　　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　　０．０２部
精製水　　７２．３８部
【００４８】
〔実施例９〕
下記の原料を混合し、サンドミルにて３時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。
黄顔料（ＣＩＢＡ社製　イルガジンエロー２ＧＬＴＥ　　２０．０部
：イソインドリノン）
化合物　Ｃ　　５．０部
化合物　Ｖ　　３．０部
精製水　　６７．０部
グリセリン　　５．０部
上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。
上記濃縮液　　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部
ジエチレングコール　　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　　０．０２部
精製水　　７２．３８部
【００４９】
〔実施例１０〕
下記の原料を混合し、サンドミルにて３時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。
黒顔料（キャボット社製　モナーク　８００　　２０．０部
：カーボンブラック）
化合物　Ｇ　　７．０部
化合物　Ｏ　　３．０部
精製水　　６５．０部
グリセリン　　５．０部
上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。
上記濃縮液　　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部

ジエチレングコール　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　０．０２部
精製水　７２．３８部

【００５０】

〔実施例１１〕

下記の原料を混合し、サンドミルにて３時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

黒顔料（キャボット社製　モナーク　８００：カーボンブラック）　２０．０部
化合物　Ｉ　６．０部
化合物　Ｒ　４．０部
精製水　６５．０部
グリセリン　５．０部

上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。

上記濃縮液　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部
ジエチレングコール　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　０．０２部
精製水　７２．３８部

【００５１】

〔比較例１〕

下記の原料を混合し、サンドミルにて２時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

青顔料（東洋インキ社製　リオノールブルーＦＧ－７３５１：β型銅フタロシアニン）　２０．０部
ポリオキシエチレンオレイルエーテル　５．０部
ポリオキシエチレンラウリルエーテルスルホン酸ナトリウム　５．０部
精製水　６５．０部
グリセリン　５．０部

上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。

上記濃縮液　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％）　２．５部
エチレングリコール　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製）　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　０．０２部
精製水　７２．３８部

【００５２】

〔比較例２〕

下記の原料を混合し、サンドミルにて２時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

赤顔料（ヘキスト社製　ホスタパーム　ピンク　Ｅ：ジメチルキナクリドン）　２０．０部
ポリオキシエチレンステアリルエーテル　７．０部
ポリオキシエチレンラウリルエーテルスルホン酸ナトリウム　３．０部
精製水　６５．０部
グリセリン　５．０部

上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。

| | |
|---|---|
| 上記濃縮液 | １５．０部 |
| アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％） | ２．５部 |
| エチレングリコール | １０．０部 |
| レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製） | ０．１部 |
| エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩 | ０．０２部 |
| 精製水 | ７２．３８部 |

【００５３】

〔比較例３〕

下記の原料を混合し、サンドミルにて３時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

| | |
|---|---|
| 赤顔料（山水色素工業製　スイメイファーストピンク　７Ｂ：ナフトールレッド） | ２０．０部 |
| ポリオキシエチレンセチルエーテル | ７．０部 |
| ポリオキシエチレンオレイルエーテルスルホン酸ナトリウム | ３．０部 |
| 精製水 | ６５．０部 |
| グリセリン | ５．０部 |

上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。

| | |
|---|---|
| 上記濃縮液 | １５．０部 |
| アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％） | ２．５部 |
| ジエチレングコール | １０．０部 |
| レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製） | ０．１部 |
| エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩 | ０．０２部 |
| 精製水 | ７２．３８部 |

【００５４】

〔比較例４〕

下記の原料を混合し、サンドミルにて３時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

| | |
|---|---|
| 黄顔料（ＣＩＢＡ社製　イルガジンエロー２ＧＬＴＥ：イソインドリノン） | ２０．０部 |
| ポリオキシエチレンラウリルエーテル | ７．０部 |
| ポリオキシエチレンオレイルエーテルスルホン酸ナトリウム | ３．０部 |
| 精製水 | ６５．０部 |
| グリセリン | ５．０部 |

上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。

| | |
|---|---|
| 上記濃縮液 | １５．０部 |
| アクリル樹脂（日本ポリマー社製　Ｗ－２６５、固形分　４５％） | ２．５部 |
| ジエチレングコール | １０．０部 |
| レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学社製） | ０．１部 |
| エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩 | ０．０２部 |
| 精製水 | ７２．３８部 |

【００５５】

〔比較例５〕

下記の原料を混合し、サンドミルにて３時間分散し、インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

| | |
|---|---|
| 黒顔料（キャボット社製　モナーク　８００：カーボンブラック） | ２０．０部 |
| ポリオキシエチレンステアリルエーテル | ６．０部 |

ポリオキシエチレンラウリルエーテルスルホン酸ナトリウム　３．０部
精製水　６６．０部
グリセリン　５．０部
上記濃縮液と下記のものとを混合した。混合後、１．０μｍメンブランフィルターにて濾過、続いて０．４５μｍメンブランフィルターにて濾過し、記録液を作製した。
上記濃縮液　１５．０部
アクリル樹脂（日本ポリマー製　Ｗ－２１５）　１．０部
ジエチレングリコール　１０．０部
レバナックス　ＢＡ－２００（昌栄化学製）　０．１部
エチレンジアミンテトラアセティックアシドナトリウム塩　０．０２部
精製水　７３．８８部

【００５６】
得られた記録液について下記のようにして粘度、平均粒径、さらに該記録液を用いた噴射特性を、調製直後と６０℃で１ケ月保存後で評価した。結果を表１に示す。

【００５７】
〔粘度〕Ｂ型回転粘度計を用いて２５℃にて測定した。
〔平均粒径〕レーザー回折方式の粒度分布計（島津製作所社製「ＳＡＬＤ－１１００」で測定した。
〔噴射特性〕この記録液をエプソン社製ＨＧ５１３０のカートリッジに入れて普通紙（ゼロックス社製　Ｋ）に記録を行った。記録物の印字状態を目視評価した。〔保存安定性〕この記録液を１００ｃｃねじ口瓶（日電理化硝子社製）にとり、６０℃にて１ケ月間放置した後、粘度、平均粒径、噴射特性を初期と比較した。

【００５８】
【表１】

| | 粘度(mPa・s) | | 平均粒径（nm） | | 噴射特性 | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | 初期 | 経時 | 初期 | 経時 | 初期 | 経時 |
| 実施例１ | 1.9 | 2.0 | 95 | 96 | 良 | 良 |
| 実施例２ | 2.0 | 2.0 | 90 | 90 | 良 | 良 |
| 実施例３ | 1.8 | 1.7 | 100 | 101 | 良 | 良 |
| 実施例４ | 1.9 | 1.9 | 98 | 100 | 良 | 良 |
| 実施例５ | 2.3 | 2.3 | 98 | 97 | 良 | 良 |
| 実施例６ | 2.2 | 2.1 | 100 | 102 | 良 | 良 |
| 実施例７ | 2.1 | 2.1 | 101 | 100 | 良 | 良 |
| 実施例８ | 2.2 | 2.3 | 105 | 104 | 良 | 良 |
| 実施例９ | 2.0 | 2.1 | 102 | 103 | 良 | 良 |
| 実施例１０ | 1.8 | 1.7 | 85 | 83 | 良 | 良 |
| 実施例１１ | 1.9 | 1.8 | 90 | 88 | 良 | 良 |
| 比較例１ | 2.0 | 2.7 | 94 | 136 | 良 | ややや不良 |
| 比較例２ | 2.1 | 2.8 | 92 | 139 | 良 | ややや不良 |
| 比較例３ | 2.1 | 3.8 | 101 | 273 | 良 | 不良 |
| 比較例４ | 2.2 | 4.6 | 118 | 282 | 良 | 不良 |
| 比較例５ | 2.4 | 3.6 | 108 | 211 | 良 | 不良 |

【００５９】

【発明の効果】

本発明では一般式（１）で示される化合物と一般式（２）で示される化合物を分散剤として使用したので、調製した記録液は安定性に優れ、長期および高温（７０℃）での保存においても分散した顔料の凝集沈澱を生じることがなく、記録液の粘度変化も極めて小さい。

又、本発明により、水を媒体としながら、耐水性の良好な記録物を与える記録液が得られるようになった。これにより、被記録体の制約が非常に少なくなり、従来の被記録体の影響により耐水性の不足を生じることの多かった水性記録液の用途への拡大が可能になった。

フロントページの続き

審査官　小川　知宏

(56)参考文献　特開平０８－０７３７８８（ＪＰ，Ａ）
特開平０８－２１８０２０（ＪＰ，Ａ）
特開平０６－１２２８３５（ＪＰ，Ａ）
特開昭５６－０５８０７８（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C09D 11/02-11/14