

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-60716

(P2005-60716A)

(43) 公開日 平成17年3月10日(2005.3.10)

(51) Int.Cl.⁷
C09D 11/00F I
C O 9 D 11/00テーマコード (参考)
4 J O 3 9

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 22 頁)

(21) 出願番号	特願2004-316000 (P2004-316000)	(71) 出願人	000005810
(22) 出願日	平成16年10月29日 (2004.10.29)		日立マクセル株式会社
(62) 分割の表示	特願2004-116287 (P2004-116287) の分割		大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号
原出願日	平成16年4月12日 (2004.4.12)	(74) 代理人	100079153
(31) 優先権主張番号	特願2003-167331 (P2003-167331)		弁理士 祢▲ぎ▼元 邦夫
(32) 優先日	平成15年6月12日 (2003.6.12)	(72) 発明者	水谷 拓雄
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		大阪府茨木市丑寅一丁目1番88号 日立マクセル株式会社内
		(72) 発明者	古谷 隆博
			大阪府茨木市丑寅一丁目1番88号 日立マクセル株式会社内
		Fターム(参考)	4J039 BC12 BC49 BE01 BE12 CA04

(54) 【発明の名称】 油性顔料インク組成物

(57) 【要約】

【課題】 有機溶媒を用いたインク組成物に問題とされる安全性や臭気にすぐれ、受容層のない塩ビなどの低コストフィルムの印字媒体に対して印字可能であり、屋外の使用の環境に堪えられる油性顔料インク組成物を提供する。

【解決手段】 顔料と、水およびエタノールに対する溶解度が25で3重量%未満である高分子化合物と、有機溶媒とを少なくとも含む油性顔料インク組成物において、有機溶媒として、(ポリ)アルキレングリコール誘導体を全インク組成物中30～90重量%、含窒素複素環化合物を全インク組成物中1～30重量%含有し、インク組成物全体の引火点が63以上であることを特徴とする油性顔料インク組成物。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

顔料と、水およびエタノールに対する溶解度が 25 で 3 重量 % 未満である高分子化合物と、有機溶媒とを少なくとも含む油性顔料インク組成物において、有機溶媒として、（ポリ）アルキレングリコール誘導体を全インク組成物中 30 ~ 90 重量 %、含窒素複素環化合物を全インク組成物中 1 ~ 30 重量 % 含有し、インク組成物全体の引火点が 63 以上であることを特徴とする油性顔料インク組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、顔料、高分子化合物（顔料分散剤またはノおよび定着性樹脂）および有機溶媒を少なくとも含む油性顔料インク組成物、とくにインクジェット記録方式用の油性顔料インク組成物に関する。

10

【背景技術】

【0002】

インクジェット記録方式は、圧力、熱、電界などを駆動源として液状のインクをノズルから記録媒体に向けて吐出させ、印刷するものである。このような記録方式は、ランニングコストが低く、高画質化が可能であり、また水性や油性などの各種のインクを印字できることから、近年、市場を拡大している。

20

【0003】

このような状況下、水性顔料インクを用いた A - O サイズに対応できる大型のインクジェットプリンターが開発され、屋内用のポスター、CAD の図面の出力、印刷の色あわせのためのブルーミング用の出力に用いられてきている。またラミネートをすることにより、屋外用途にも用いられている。

【0004】

さらに、屋外用途の需要が高まり、ラミネートせずに使用可能であり、ポリ塩化ビニル（以下、単に塩ビという）などのフィルムに直接印字できるとともに、耐水性や耐候性にすぐれた油性顔料インクの開発が行われている。

30

油性顔料インクは、水性顔料インクに比べて、溶媒に有機溶媒を使用しているため、紙がコックリングすることなく、受容層を用いたフィルムにラミネートを処理することも不要であり、低コストで印刷可能である。

【0005】

たとえば、沸点が 150 以上のグリコール系溶媒と特定のポリエステル樹脂を使用した油性顔料インクが提案されている（特許文献 1 参照）。しかし、このインクでは、塩ビを溶解する溶媒が添加されていないため、塩ビなどのフィルムに印刷した場合、定着性に劣るという問題がある。

40

また、沸点が 200 以上の溶媒と特定の樹脂を使用した油性顔料インクが提案されている（特許文献 2 参照）。しかし、上記溶媒として沸点が 200 以上のグリコール系溶媒を単独で用いると、塩ビへの定着性に劣り、ケトン系溶媒を用いると、引火や臭気という問題がある。

【0006】

これらの油性顔料インクとは異なる、水系溶媒を使用した水性顔料インクとして、N - メチル - 2 - ピロリドンを保湿剤として含ませた水性顔料インクが提案されている（特許

50

文献 3 参照)。しかし、このインクでは、塩ビなどのフィルムに印字した場合、すぐれた定着性を得ることは難しい。

【特許文献 1】特開平 8 - 2 3 3 1 4 4 号公報 (第 3 ~ 5 頁)

【特許文献 2】特開 2 0 0 2 - 3 0 2 6 2 9 号公報 (第 4 ~ 6 頁)

【特許文献 3】特開 2 0 0 1 - 1 4 8 3 5 号公報 (第 2 ~ 4 頁)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、上記従来の事情に照らし、有機溶媒を用いたインク組成物において問題とされる安全性や臭気にすぐれ、受容層のない塩ビなどの低コストフィルムの印字媒体に対して印字可能であり、屋外の使用の環境に堪えられる油性顔料インク組成物を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは、上記の目的を達成するために、鋭意検討した結果、有機溶媒として、(ポリ)アルキレングリコール誘導体と、N - メチル - 2 - ピロリドン、N - エチル - 2 - ピロリドンを代表例とする含窒素複素環化合物を併用することにより、臭気や安全性にすぐれるとともに、受容層のない塩ビなどの低コストフィルムなどの印字媒体に対して印字可能であり、屋外の使用の環境に十分に堪えられる油性顔料インク組成物、とくにインクジェット記録方式用に適した上記油性顔料インク組成物が得られることを見出し、本発明を完成するに至ったものである。

【0009】

すなわち、本発明は、顔料と、水およびエタノールに対する溶解度が 25 で 3 重量 % 未満である高分子化合物と、さらに有機溶媒とを少なくとも含む油性顔料インク組成物において、有機溶媒として、(ポリ)アルキレングリコール誘導体を全インク組成物中 30 ~ 90 重量 %、含窒素複素環化合物を全インク組成物中 1 ~ 30 重量 % 含有し、インク組成物全体の引火点が 63 以上であることを特徴とする油性顔料インク組成物に係るものである。

【発明の効果】

【0010】

このように、本発明は、顔料と、水およびエタノールに対する溶解度が 25 で 3 重量 % 未満である高分子化合物と、有機溶媒とを少なくとも含む油性顔料インク組成物において、有機溶媒として(ポリ)アルキレングリコール誘導体と N - メチル - 2 - ピロリドン、N - エチル - 2 - ピロリドンのような含窒素複素環化合物を併用したことにより、従来の油性顔料インク組成物で問題とされていた臭気を改善でき、またインク受容層を有さない塩ビなどのフィルムに対しても定着性、乾燥性良く印字でき、さらに印字物の耐水性、耐アルコール性にすぐれた油性顔料インク組成物、とくにインクジェット記録方式用として適した油性顔料インク組成物を提供することができる。また、このインク組成物の引火点を 63 以上にしたことにより、運搬、取り扱いなどに対する危険性を低減できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明の油性顔料インク組成物における有機溶媒は、(ポリ)アルキレングリコール誘導体と含窒素複素環化合物を含むことを必須とする。

上記ふたつの有機溶媒を併用することにより、インク受容層を有さない印字媒体、とりわけ塩ビなどに印字する場合に、塩ビを一部溶解させてインクの定着性を向上させること

ができる。また、含窒素複素環化合物は、労働安全衛生法の有機溶剤中毒予防則に該当しない化合物が多く、安全にすぐれており、かつ臭気も少ないため、インクに使用した場合に、安全性や臭気の点ですぐれている。

【 0 0 1 2 】

塩ビを溶解する溶媒には、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノンなどのケトン系化合物、テトラヒドロフランなどの含酸素複素環化合物、ピロリドンなどの含窒素複素環化合物などがある。

このうち、ケトン系化合物やテトラヒドロフランなどは、塩ビの溶解力にすぐれるが、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、メチルノルマルブチルケトン、シクロヘキサノン、メチルシクロヘキサノン、テトラヒドロフランなどは、労働安全基準法の有機溶剤に指定され、これらの化合物を5重量%以上含有するものは特定の資格を有するものしか取り扱いえない、健康診断を受ける義務がある、などの制約があり、取り扱い上難がある。

10

【 0 0 1 3 】

上記した以外のケトン系化合物やテトラヒドロフラン誘導体などに関しても、分子量の低いものは塩ビの溶解性にすぐれるものもあるが、引火点が低いものが多く、インク組成物としたときに引火点が63未満になる可能性が高く、またこれらの化合物は臭気がきつく、少量添加しただけでも臭気を発するおそれがある。また、分子量の高いものは引火点が高く、臭気も少ないものが多いが、塩ビの溶解力に欠け、十分に基材に定着できないおそれがある。

20

【 0 0 1 4 】

これに対し、含窒素複素環化合物は、窒素原子を構成元素のひとつとした複素環化合物であって、既述したとおり、労働安全衛生法の有機溶剤中毒予防則に該当しない化合物が多く、安全にすぐれ、しかも臭気も少ないため、インクに使用した場合に、安全性や臭気の点ですぐれている。すなわち、含窒素複素環化合物は、上記のようなケトン系化合物、テトラヒドロフランなどの含酸素複素環化合物に比べて、インクの有機溶媒として非常に適した性能を備えている。

30

【 0 0 1 5 】

このような含窒素複素環化合物としては、2 - ピロリドンまたはその誘導体、とくに、N - アルキル - 2 - ピロリドンである、N - メチル - 2 - ピロリドン、N - エチル - 2 - ピロリドン、N - (2 - ヒドロキシエチル) - 2 - ピロリドン、N - シクロヘキシル - 2 - ピロリドン、N - オクチル - 2 - ピロリドン、N - ドデシル - 2 - ピロリドン、N - ビニル - 2 - ピロリドンなどが好ましい。

とりわけ、N - メチル - 2 - ピロリドン、N - エチル - 2 - ピロリドンは、低臭でかつ定着性に最もすぐれているため、最も好ましい。

40

【 0 0 1 6 】

このような含窒素複素環化合物は、インク組成物中、1 ~ 30重量%、好ましくは5 ~ 28重量%、より好ましくは15 ~ 25重量%の割合で用いられる。含窒素複素環化合物の上記割合が1重量%未満では、十分な塩ビ溶解力が得られず、また30重量%を超えると、塩ビ溶解力の効果が飽和するとともに、インクの揮発性が不十分になり、印字した際にたれ、にじみなどを生じやすい。

インク組成物中から含窒素複素環化合物の定性、定量を行うには、GCMS (ガスクロ

50

マトグラフィー質量分析装置)が有効である。

【0017】

本発明において、有機溶媒のもうひとつの必須成分である(ポリ)アルキレングリコール誘導体は、分子内に極性基(エステル基、エーテル基)と疎水基(アルキル基)を併せ持つものであり、このため、これを主溶媒として使用すると、塩ビのみならず、普通紙、マット紙、光沢紙などのあらゆる印字媒体に対して、すぐれた定着性および耐水性を発揮させることができる。また、上記の定着性および耐水性と、さらに臭気や引火点などは、エステル基、エーテル基数およびアルキル基の炭素数で、容易に調整することが可能である。

10

【0018】

このような(ポリ)アルキレングリコール誘導体は、インク組成物の安全性や臭気の点から、引火点が70～120の範囲、とくに80～100の範囲にあり、沸点が170～250の範囲にあるのが望ましい。

このような(ポリ)アルキレングリコール誘導体と前記の含窒素複素環化合物とを併用することにより、インク組成物全体の引火点を63以上に設定することが容易となり、輸送時の引火などの安全性などにおいて、非常にすぐれたものとなる。

20

【0019】

(ポリ)アルキレングリコール誘導体には、(ポリ)アルキレングリコールのモノアルキルエーテル化合物またはモノアルキルエステル化合物などの遊離の水酸基をひとつ有する化合物、(ポリ)アルキレングリコールのモノアルキルエーテルモノアルキルエステル化合物、ジアルキルエーテル化合物、ジアルキルエステル化合物などの遊離の水酸基を持たない化合物などがある。

これらの中でも、インクの粘度を低くし、また耐水性を向上させる上で、水酸基を持たないモノアルキルエーテルモノアルキルエステル化合物、ジアルキルエーテル化合物またはジアルキルエステル化合物が好ましく、またアルキルエステル化合物では、エステル基がメチルエステル基であるものがとくに好ましい。

30

【0020】

(ポリ)アルキレングリコールのモノアルキルエーテルモノアルキルエステル化合物としては、エチレングリコールモノアルキルエーテルモノアルキルエステル、ジエチレングリコールモノアルキルエーテルモノアルキルエステル、トリエチレングリコールモノアルキルエーテルモノアルキルエステル、プロピレングリコールモノアルキルエーテルモノアルキルエステル、ジプロピレングリコールモノアルキルエーテルモノアルキルエステル、トリプロピレングリコールモノアルキルエーテルモノアルキルエステルなどがある。

40

【0021】

これらの中でも、ジまたはトリアルキレングリコールモノアルキルエーテルモノアルキルエステルは、モノアルキレングリコールモノアルキルエーテルモノアルキルエステルに比べて、分子量が大きく、引火点、沸点が高く、低臭のものが多いため、好ましい。

とくに、ジエチレングリコールモノアルキルエーテルモノアルキルエステル、ジプロピレングリコールモノアルキルエーテルモノアルキルエステルから選ばれる1種または2種以上の混合物を使用するのが好ましい。

これらの化合物は、分子量が小さくも大きくもないため、安全性とヘッドでのインクの

50

乾燥性による目づまり防止の両立がしやすい。また、これら化合物は、不快な臭気も少なく、インク組成物に使用したときに不快な臭気も少ない。

さらに、ジエチレングリコール誘導体に比べて、ジプロピレングリコール誘導体の方がより安全性が高く、インク溶媒として用いるのにより適している。

【 0 0 2 2 】

このような化合物としては、ジエチレングリコールモノエチルエーテルモノメチルエステル、ジエチレングリコールモノブチルエーテルモノメチルエステル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテルモノメチルエステルなどがある。

10

これらの化合物はとくに高引火点であり、好ましく用いられる。とりわけ、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルが高引火点でかつ低臭であるため、インク溶媒として用いるのに適している。

【 0 0 2 3 】

また、(ポリ)アルキレングリコールのジアルキルエーテル化合物としては、エチレングリコールジアルキルエーテル、ジエチレングリコールジアルキルエーテル、トリエチレングリコールジアルキルエーテル、プロピレングリコールジアルキルエーテル、ジプロピレングリコールジアルキルエーテル、トリプロピレングリコールジアルキルエーテルなどが挙げられる。これらの中から、その1種を単独でまたは2種以上を混合して、使用するのが好ましい。

20

【 0 0 2 4 】

このような化合物としては、エチレングリコールジブチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールジブチルエーテル、プロピレングリコールジメチルエーテル、プロピレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコールジブチルエーテル、ジプロピレングリコールジメチルエーテル、ジプロピレングリコールジエチルエーテルなどがある。これらの化合物は、とくに低臭であり、好ましく用いられる。

30

とりわけ、(ポリ)プロピレングリコールジアルキルエーテルが比較的低臭でかつ低粘度であり、インクの溶媒として用いるのに適している。

【 0 0 2 5 】

さらに、(ポリ)アルキレングリコールのジアルキルエステル化合物としては、エチレングリコールジアルキルエステル、ジエチレングリコールジアルキルエステル、トリエチレングリコールジアルキルエステル、プロピレングリコールジアルキルエステル、ジプロピレングリコールジアルキルエステル、トリプロピレングリコールジアルキルエステルなどが挙げられる。これらの化合物の中から、その1種を単独でまたは2種以上を混合して、使用するのが好ましい。

40

【 0 0 2 6 】

このような化合物としては、エチレングリコールジメチルエステル、ジエチレングリコールジメチルエステル、プロピレングリコールジメチルエステル、ジプロピレングリコールジメチルエステルなどが低臭であり、好ましく用いられる。

とりわけ、プロピレングリコールジメチルエステルは、比較的低臭でかつ低粘度であり、インク溶媒として用いるのにとくに適している。

50

【0027】

このような（ポリ）アルキレングリコール誘導体は、1種であっても2種以上であってもよく、その合計量が、インク組成物中、30～90重量%、好ましくは50～90重量%となる割合で用いられる。

インク組成物中から（ポリ）アルキレングリコール誘導体の定性、定量を行うには、GCMS（ガスクロマトグラフィー質量分析装置）が有効である。

引火点が63未満の（ポリ）アルキレングリコール誘導体を使用することもできるが、その使用量は、他の（ポリ）アルキレングリコール誘導体との組み合わせにより、インク組成物全体の引火点が63以上となるような割合とする。たとえば、引火点が50～63の（ポリ）アルキレングリコール誘導体を使用する場合、その使用量は、全インク組成物中、35重量%以下、好ましくは30重量%以下の範囲とするのが好ましい。

【0028】

本発明においては、有機溶媒として、上記の（ポリ）アルキレングリコール誘導体と前記の含窒素複素環化合物とを必須成分として使用するほか、必要によりアルコール系化合物、ケトン系化合物、エステル系化合物、アミン系化合物、グリコール系化合物、グリコールエーテル系化合物、芳香族系化合物などの一般的な有機溶剤を併用することもできる。ただし、これらの有機溶剤は、本発明の特徴を損なうことのない、種類および量を選択すべきである。

とくに、ケトン系化合物、エステル系化合物、芳香族化合物などは、少量でも臭気を発するものが多いため、これらを添加する場合、沸点が150以上で、かつ引火点が70以上を用いるのが好ましい。引火点が150未満の有機溶剤は、とくに臭いなどの原因となるため、その使用量は、全インク組成物中、1重量%未満、好ましくは0.5重量%未満、最も好ましくは0.1重量%未満とするのがよい。

【0029】

本発明の油性顔料インク組成物は、このような有機溶媒の使用により、インク組成物全体の引火点が63以上、好ましくは70以上となるようにしたことを特徴とする。つまり、引火点が62未満となると、国際的輸送関係法規における、船舶輸送の場合の危険物において高引火点引火性液体に分類され、輸送、運搬などに際しての制約上、取り扱いにくくなるだけでなく、漏洩などのトラブルの際、引火などの危険性を伴いやすいのに対し、引火点が63以上となるようにすると、このような問題をすべて回避することができる。とくに、引火点が70以上となるようにすると、消防法の法別表に掲げられる危険物第四類、第三石油類に分類され、製造、貯蔵、運搬などに際しての制約上、取り扱いやすくなり、また引火などの危険性が少なくなり、好ましい。

【0030】

本発明の油性顔料インク組成物において、色材には、耐光性の点より、顔料が用いられるが、これには無機顔料や有機顔料などがある。また、顔料の分散性を向上させるため、適宜の顔料誘導体を併用してもよい。たとえば、ジアルキルアミノメチル基を有する顔料誘導体、ジアルキルアミノエチルスルホン酸アミド基を有する顔料誘導体などが、好ましく用いられる。

【0031】

無機顔料としては、酸化チタン、亜鉛華、酸化亜鉛、トリポン、酸化鉄、酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、カオリナイト、モンモリロナイト、タルク、硫酸バリウム、炭酸カ

10

20

30

40

50

ルシウム、シリカ、アルミナ、カドミウムレッド、ベンガラ、モリブデンレッド、クロムバーミリオン、モリブデートオレンジ、黄鉛、クロムイエロー、カドミウムイエロー、黄色酸化鉄、チタンイエロー、酸化クロム、ピリジアン、コバルトグリーン、チタンコバルトグリーン、コバルトクロムグリーン、群青、ウルトラマリンブルー、紺青、コバルトブルー、セルリアンブルー、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット、マイカなどがある。

【 0 0 3 2 】

有機顔料としては、アゾ系、アゾメチン系、ポリアゾ系、フタロシアニン系、キナクリドン系、アンスラキノ系、インジゴ系、チオインジゴ系、キノフタロン系、ベンツイミダゾロン系、イソインドリン系、イソインドリノン系の顔料などが用いられる。有機顔料としては、酸性、中性または塩基性カーボンからなるカーボンブラックも用いられる。また、架橋したアクリル樹脂の中空粒子なども顔料として使用することができる。

10

【 0 0 3 3 】

シアンインク組成物における顔料としては、C . I . ピグメントブルー 1、2、3、15 : 3、15 : 4、15 : 34、16、22、60などが挙げられる。とくに、耐候性、着色力などの点から、C . I . ピグメントブルー 15 : 3、15 : 4から選択される1種または2種以上の混合物が好ましい。

20

【 0 0 3 4 】

マゼンタインク組成物における顔料としては、C . I . ピグメントレッド 5、7、12、48 (Ca)、48 (Mn)、57 (Ca)、57 : 1、112、122、123、168、184、202、209、254、C . I . ピグメントバイオレット 19などが挙げられる。とくに、耐候性、着色力などの点から、C . I . ピグメントレッド 122、202、209、254、C . I . ピグメントバイオレット 19から選択される1種または2種以上の混合物が好ましい。

【 0 0 3 5 】

イエローインク組成物における顔料としては、C . I . ピグメントイエロー 1、2、3、12、13、14C、16、17、73、74、75、83、93、95、97、98、109、110、114、120、128、129、130、138、139、147、150、151、154、155、180、185、213、214などが挙げられる。とくに、耐候性などの点から、C . I . ピグメントイエロー 74、83、109、110、120、128、138、139、150、151、154、155、213、214から選択される1種または2種以上の混合物が好ましい。

30

【 0 0 3 6 】

ブラックインク組成物における顔料としては、三菱化学社製のHCF、MCF、RCF、LFF、SCF、キャボット社製のモナーク、リーガル、デグサ・ヒュルス社製のカラーブラック、スペシャルブラック、プリンテックス、東海カーボン社製のトーカブラック、コロンビア社製のラヴェンなどがある。

40

とくに、三菱化学社製のHCF # 2650、# 2600、# 2350、# 2300、MCF # 1000、# 980、# 970、# 960、MCF 88、LFFMA 7、MA 8、MA 11、MA 77、MA 100、デグサ・ヒュルス社製のプリンテックス 95、85、75、55、45などから選択される1種または2種以上の混合物が好ましい。

【 0 0 3 7 】

本発明の油性顔料インク組成物において、高分子化合物は、顔料分散剤またはノおよび

50

定着性樹脂として用いられる。顔料分散剤は顔料との親和性にすぐれ、分散安定化させる働きを持つものである。定着性樹脂は基材に対する密着性にすぐれ、印字物の耐久性を付与させる働きを持つものである。

顔料、有機溶媒、印字媒体などの種類により、顔料分散剤や定着性樹脂を適宜選択することにより、インクとして効果が発揮される。高分子化合物の種類により、1種類で上記両方の働きを持つものもある。

【0038】

このような高分子化合物は、水およびエタノールに対する溶解度が3重量%未満、とくに1重量%未満であるのが好ましい。 10

顔料分散剤および定着性樹脂は、インクジェット記録方式による印字後、基材の表面または表層部に残り、乾燥して定着する。このため、樹脂成分が水に易溶であると、印字物の耐水性に欠け、屋外で使用する際に雨などで印字物が流れるおそれがある。また、印字物をポスターなどとして使用する際、表面にコート剤などを吹き付けて使用する場合があり、このコート剤にはアルコール成分を主溶媒とするものが多いため、高分子化合物がアルコール溶剤に易溶であると、印字物がコート剤により垂れ落ちるおそれがある。

これに対し、水およびエタノールに対する溶解度が前記範囲内にある高分子化合物では、このような問題を生じるおそれはない。 20

【0039】

顔料分散剤には、イオン性または非イオン性の界面活性剤や、アニオン性、カチオン性またはノニオン性の高分子化合物が用いられているが、分散安定性、耐水性、耐擦過性などの印字物の強度の面で、高分子化合物が好ましく、とくに、カチオン性基またはアニオン性基を含む高分子化合物が好ましい。

顔料分散剤は、有機溶媒中で顔料と分散剤との酸塩基相互作用にて分散安定化しているため、顔料吸着サイトであるカチオン性基かアニオン性基の少なくとも一方を含むことが必須であり、顔料の種類などにより分散剤中のカチオン性基やアニオン性基の種類と量をコントロールすることが重要である。 30

【0040】

高分子化合物である顔料分散剤としては、ゼネカ社製のSOLSPERSE、ビックケミー社製のDISPERBYK、エフカアディティブズ社製のEFKAなどが好ましい。その中でも、DISPERBYK 161、162、168、EFKA 4050、4055、4060がより好ましい。これらを顔料、溶媒の種類にあわせて用いることにより、インク組成物として、効果が発揮される場合が多い。 40

【0041】

なお、これらの顔料分散剤は、樹脂溶液として市販されていることが多く、溶媒にはトルエン、キシレン、酢酸エチル、酢酸ブチル、メチルエチルケトンなどの低沸点のものが用いられている場合がある。これらをそのまま使用したときは、これらの溶媒に由来する臭気が残るおそれがある。

このため、これらの顔料分散剤では、その溶媒などを考慮して、必要により、臭気、安全性などに影響を及ぼすおそれのある低沸点溶媒をあらかじめ取り除く必要がある。低沸点溶媒を取り除く方法には、減圧蒸留法、再沈法などが用いられる。

これらの方法を用いて、分散剤溶液中の低沸点成分、具体的には沸点が170未満の成分を1重量%未満、好ましくは0.5重量%未満、最も好ましくは0.1重量%未満にすることにより、インク組成物にした際の臭いを制御できる。

【0042】

定着性樹脂としては、アクリル系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリウレタン系樹脂、塩化ビニル系樹脂、ニトロセルロースよりなる群より選ばれる少なくとも1種の樹脂が好ましく用いられる。これらの樹脂は、塩ビに対する定着性にすぐれるものが多く、樹脂中の官能基、構造などを変えることにより、耐水性、分散安定性、印字性などをコントロールすることができる。

10

【0043】

アクリル系樹脂としては、ジョンソンポリマー社製のジョンクリル、積水化学社製のエスレックPが好ましい。

ポリエステル系樹脂としては、ユニチカ社製のエリーテル、東洋紡社製のバイロンが好ましい。

ポリウレタン系樹脂としては、東洋紡社製のバイロンUR、大日精化社製のNT-ハイラミック、大日本インキ化学工業社製のクリスポン、日本ポリウレタン社製のニッポランが好ましい。

20

塩化ビニル系樹脂としては、日信化学工業社製のSOLBIN、積水化学社製のセキスイPVC-TG、セキスイPVC-HA、ダウ・ケミカル社製のUCARシリーズが好ましい。

ニトロセルロースとしては、旭化成社製のHIG、LIG、SL、VX、ダイセル化学社製の工業用ニトロセルロースRS、SSなどが好ましい。

これらの中でも、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、塩化ビニル系樹脂、ニトロセルロース樹脂が好ましい。

30

【0044】

このような定着性樹脂は、重量平均分子量が2,000~100,000であるのが好ましく、5,000~80,000であるのがより好ましく、10,000~50,000であるのが最も好ましい。

重量平均分子量が2,000未満では、インク組成物中で顔料粒子にアニオン性樹脂が吸着した際に立体反発の効果が得られにくく、保存性を向上させる効果が少なく、また媒体と顔料粒子との定着性を高める効果が得られにくく、塗膜強度が十分に得られないおそれがある。また、100,000を超えると、効果が飽和するとともに、インクの粘度が高くなり、流動性が十分に発揮されないおそれがある。

40

なお、この明細書において、高分子化合物の重量平均分子量とは、ゲルパーミネーションクロマトグラフィーによりポリスチレン換算分子量として求められる値を意味するものである。

【0045】

本発明において、高分子化合物からなる顔料分散剤を使用する場合、この顔料分散剤の使用量としては、顔料の種類や分散に用いる溶媒、分散条件などにより異なるが、通常は

50

、顔料に対して、5～150重量%とするのが好ましく、とくに有機顔料を用いる場合は、40～150重量%とするのがより好ましく、無機顔料を用いる場合は、5～60重量%とするのがより好ましい。

また、高分子化合物からなる定着性樹脂を使用する場合、この定着性樹脂の使用量としては、その種類や分子量、顔料や溶媒の種類などにより異なるが、通常は、顔料に対して、5～200重量%とするのが好ましい。

【0046】

本発明の油性顔料インク組成物は、通常、顔料、高分子化合物（顔料分散剤）および有機溶媒の一部として（ポリ）アルキレングリコール誘導体を、プレミックス後分散し、得られた分散体に、さらに高分子化合物（定着性樹脂）と残りの有機溶媒である（ポリ）アルキレングリコール誘導体および含窒素複素環化合物を添加し、混合分散することにより、調製することができる。

10

【0047】

上記分散体を得る際には、上記の各成分を、ボールミル、遠心ミル、遊星ボールミルなどの容器駆動媒体ミル、サンドミルなどの高速回転ミル、攪拌槽型ミルなどの媒体攪拌ミル、ディスパーなどの簡単な分散機により、よく攪拌混合し、分散させればよい。

20

また、この分散体に上記の各成分を添加したのち、スリーワンモーター、マグネチックスターラー、ディスパー、ホモジナイザーなどの簡単な攪拌機を用い、均一に混合する。ラインミキサーなどの混合機を用いて、混合してもよい。さらに、析出粒子をより微細化する目的で、ビーズミルや高圧噴射ミルなどの分散機を用いて、混合してもよい。

【0048】

本発明においては、このような油性顔料インク組成物の調製にあたり、顔料、高分子化合物および有機溶媒のほかに、必要により、任意成分として、界面活性剤、表面調整剤、レベリング剤、消泡剤、酸化防止剤、pH調整剤、電荷付与剤、殺菌剤、防腐剤、防臭剤、電荷調整剤、湿潤剤、皮はり防止剤、紫外線吸収剤、香料、顔料誘導体など、公知の一般的な添加剤を、配合してもよい。

30

【0049】

このように調製される本発明の油性顔料インク組成物、とくにインクジェット記録方式用の油性顔料インク組成物は、25における表面張力が20～40mN/mであるのが好ましく、また粘度が2～15cPであるのが好ましく、3～13cPであるのがより好ましく、4～12cPであるのが最も好ましい。

表面張力および粘度を上記範囲内に設定すると、インクジェット用として用いた場合、ジェット曲がりなどが少なく噴射性にすぐれ、また普通紙、マット紙などに印字した際にじみが少なくなるという特性が得られやすい。

40

【0050】

また、本発明の油性顔料インク組成物は、顔料粒子の分散平均粒子径が20～200nmであるのが好ましく、50～160nmであるのがより好ましい。分散平均粒子径が20nm未満となると、粒子が細かいために、印字物の耐光性に欠けるおそれがあり、また200nmを超えると、印字物の精細さに欠ける場合がある。

さらに、ヘッドでの目詰まりなどを避けるため、顔料粒子の最大分散粒子径は、1,000nm以下であるのが好ましい。

50

【0051】

なお、本発明の油性顔料インク組成物において、上記した25における表面張力と粘度、顔料粒子の分散平均粒子径と最大分散粒子径の各設定は、有機溶媒として前記した特定の成分を使用したことにより、他の構成成分の種類や使用量を適宜調整することによって、容易に行うことができる。

【0052】

本発明の油性顔料インク組成物は、臭気や安全性にすぐれ、かつ受容層のない塩ビなどの低コストフィルムなどの印字媒体に対して印字可能で、屋外での使用環境にも十分に堪えることができ、とくにインクジェット記録方式用として有利に使用することができる。その際、たとえば、シアン、マゼンタ、イエローおよびブラックを少なくとも含む4色以上の油性顔料インク組成物を同時に用いて、画像形成するなどの使用形態を任意にとることができる。

10

【0053】

以下、本発明の実施例を記載して、より具体的に説明する。なお、以下において、部とあるのは重量部を意味するものとする。

なお、以下に記載の顔料分散剤「BYK161」、定着性樹脂「バイロンUR-8300」は、減圧蒸留にて低沸点溶媒を留去し、分散で用いる有機溶媒で固形分濃度が20重量%となるよう希釈して使用した。

20

また、以下に記載の顔料分散剤「BYK161」、「SOLSPERSE13940」、定着性樹脂「バイロンUR-8300」の使用量は、有機溶媒で希釈後の重量換算で記載したものである。

【実施例1】

【0054】

100ccのプラスチック製ビンに、顔料として「FASTOGEN BLUE 5430SD」（大日本インキ化学工業社製の銅フタロシアニンブルー顔料）4部、顔料分散剤としてビックケミー社のアミン系高分子分散剤である「BYK161」10部、有機溶媒としてジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル（ダウ・ケミカル社製、引火点96）6部、直径0.3mmのジルコニアビーズ100部を計り取り、ペイントコンディショナー（東洋精機社製）により、2時間分散した。

30

つぎに、このように分散して得られた分散体7.5部に、東洋紡社製のポリウレタン樹脂「バイロンUR8300」（重量平均分子量30,000）3.8部、N-メチル-2-ピロリドン10部、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル18.7部、ジプロピレングリコールジメチルエーテル（ダウ・ケミカル社製、引火点60）10部を加え、マグネチックスターラーにより、30分攪拌後、グラスフィルター（桐山製作所製）を用いて、吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物Aを調製した。

40

【実施例2】

【0055】

顔料として、「FASTOGEN BLUE 5430SD」に代えて、「HOSTA PERM PINK EB trans」（クラリアント社製のキナクリドン顔料）を同量使用し、顔料分散剤である「BYK161」を20部、有機溶媒であるジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルを6部使用し、実施例1と同様に分散して、分散体を得た。この分散体を用い、以下、実施例1と同様にして、油性顔料インク組

50

成物 B を調製した。

【実施例 3】

【0056】

顔料として、「FASTOGEN BLUE 5430SD」に代えて、「NOVO PERM Yellow H2G」（クラリアント社製のアゾ顔料）を同量使用した以外は、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。この分散体を用い、以下、実施例 1 と同様に、油性顔料インク組成物 C を調製した。

【実施例 4】

【0057】

顔料として、「FASTOGEN BLUE 5430SD」に代えて、「MA8」（三菱化学社製の酸性カーボンブラック顔料）を同量使用した以外は、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。この分散体を用い、以下、実施例 1 と同様に、油性顔料インク組成物 D を調製した。

【実施例 5】

【0058】

顔料として、「HOSTAPERM PINK EB trans」に代えて、「クロモファインマゼンタ 6887」（大日精化工業社製のキナクリドン顔料）を同量使用した以外は、実施例 2 と同様に分散して、分散体を得た。

つぎに、この分散体 7.5 部に、ダイセル化学社製のニトロセルロース「RS1/4」0.6 部、N-メチル-2-ピロリドン 10 部、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル 21.9 部、ジプロピレングリコールジメチルエーテル 10 部を加え、マグネチックスターラーにて 30 分攪拌後、グラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 E を調製した。

【実施例 6】

【0059】

顔料として、「FASTOGEN BLUE 5430SD」に代えて、「YELLOW PIGMENT E4GN-GT」（バイエル社製のアゾ顔料）を同量使用し、顔料分散剤である「BYK161」を 20 部、有機溶媒であるジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルを 6 部使用し、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。

つぎに、この分散体 7.5 部に、ユニチカ社製のポリエステル樹脂「エリーテル UE-9800」（重量平均分子量 13,000）0.8 部、N-メチル-2-ピロリドン 10 部、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル 21.7 部、ジプロピレングリコールジメチルエーテル 10 部を加え、マグネチックスターラーで 30 分攪拌後、グラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 F を調製した。

【実施例 7】

【0060】

顔料として、「FASTOGEN BLUE 5430SD」に代えて、「Printex 85」（デグサ・ヒュルス社製の塩基性カーボンブラック顔料）を同量使用し、有機溶剤として、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルに代えて、プロピレングリコールジメチルエステル（ダウ・ケミカル社製、引火点 93）を同量使用した以外は、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。

10

20

30

40

50

つぎに、この分散体 7.5 部に、東洋紡社製のポリエステル樹脂「バイロン 296」（重量平均分子量 14,000）0.5 部、N-メチル-2-ピロリドン 10 部、ジエチレングリコールジブチルエーテル（協和発酵社製、引火点 122）32 部を加え、マグネチックスターラーにて 30 分攪拌後、ガラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 G を調製した。

【実施例 8】

【0061】

顔料分散剤として、「BYK 161」に代えて、ビックケミー社のアミン系高分子分散剤である「BYK 168」を同量使用した以外は、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。

10

つぎに、この分散体 7.5 部に、ダウ・ケミカル社製の塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂「VMCA」（重量平均分子量 15,000）1.1 部、N-エチル-2-ピロリドン 10 部、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル 19.4 部、ジプロピレングリコールジメチルエーテル（ダウ・ケミカル社製、引火点 60）12 部を加え、マグネチックスターラーにより、60 分攪拌後、ガラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 H を調製した。

【実施例 9】

【0062】

有機溶媒として、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルに代えて、エチレングリコールモノブチルエーテルモノメチルエステル（協和発酵社製、引火点 87.5、沸点 192）を同量使用した以外は、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。

20

つぎに、この分散体 7.5 部に、東洋紡社製のポリウレタン樹脂「バイロン UR 8300」3.8 部、N-メチル-2-ピロリドン 10 部、エチレングリコールモノブチルエーテルモノメチルエステル 23.7 部、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル 5 部を加え、マグネチックスターラーにて 30 分攪拌後、ガラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 I を調製した。

30

【実施例 10】

【0063】

顔料として、「FASTOGEN BLUE 5430SD」に代えて、「YELLOW PIGMENT E4GN-GT」（バイエル社製のアゾ顔料）を同量使用し、顔料分散剤として、「BYK 161」に代えて、「BYK 168」を 10 部使用し、有機溶媒であるジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルを 6.0 部使用し、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。

40

つぎに、この分散体 7.5 部に、日信化学社製の塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂「ソルバイン M」（重量平均分子量 32,000）0.8 部、N-エチル-2-ピロリドン 10 部、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル 19.7 部、ジプロピレングリコールジメチルエーテル 12 部を加え、マグネチックスターラーにて 30 分攪拌後、ガラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 J を調製した。

【実施例 11】

【0064】

実施例 1 で分散した分散体 7.5 部に、「バイロン UR 8300」3.8 部、N-メ

50

チル - 2 - ピロリドン 5 部、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル 23 . 7 部、ジプロピレングリコールジメチルエーテル 10 部を加え、マグネチックスターラーにより、30 分攪拌後、ガラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 K を調製した。

【実施例 12】

【0065】

実施例 1 で分散した分散体 7 . 5 部に、「バイロン UR 8300」3 . 8 部、N - メチル - 2 - ピロリドン 15 部、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル 13 . 7 部、ジプロピレングリコールジメチルエーテル 10 部を加え、マグネチックスターラーにより、30 分攪拌後、ガラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 L を調製した。

10

【0066】

比較例 1

< 引火点が 50 未満の (ポリ) アルキレングリコール誘導体を 50 重量 % 以上使用した油性顔料インク組成物 >

有機溶媒として、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルに代えて、プロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル (協和発酵社製、引火点 46 . 5) を同量使用した以外は、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。

20

つぎに、この分散体 7 . 5 部に、東洋紡社製のポリウレタン樹脂「バイロン UR 8300」3 . 8 部、N - メチル - 2 - ピロリドン 10 部、プロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル 18 . 7 部、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル 10 部を加え、マグネチックスターラーにて 30 分攪拌後、ガラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 M を調製した。

【0067】

比較例 2

< 主溶媒が炭化水素系溶媒である油性顔料インク組成物 >

30

有機溶媒として、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルに代えて、脂肪族炭化水素溶剤 (エクソン化学社製の「アイソパー G」) を同量使用し、顔料分散剤として、ゼネカ社製のアミン系高分子分散剤である「SOLSPERSE 13940」を同量使用した以外は、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。

つぎに、この分散体 10 部に、有機溶媒として、N - メチル - 2 - ピロリドン 10 部、「アイソパー G」28 部を加え、実施例 1 と同様にして、油性顔料インク組成物 N を調製した。

40

【0068】

比較例 3

< N - アルキル - 2 - ピロリドンを含まない油性顔料インク組成物 1 >

実施例 1 と同様にして得られた分散体 7 . 5 部に、ダイセル化学社製のニトロセルロース「RS 1 / 4」0 . 8 部、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステル 31 . 7 部、ジプロピレングリコールジメチルエーテル 10 部を加え、マグネチックスターラーにて 30 分攪拌後、ガラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 O を調製した。

50

【 0 0 6 9 】

比較例 4

< N - アルキル - 2 - ピロリドンを含まない油性顔料インク組成物 2 >

有機溶媒として、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルに代えて、エチレングリコールモノブチルエーテルモノメチルエステル同量使用した以外は、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。

つぎに、この分散体 7 . 5 部に、東洋紡社製のポリエステル樹脂「バイロン 2 0 0 」(重量平均分子量 1 7 , 0 0 0) 1 部、エチレングリコールモノブチルエーテルモノメチルエステル 4 1 . 5 部を加え、マグネチックスターラーにて 6 0 分攪拌後、ガラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、油性顔料インク組成物 P を調製した。 10

【 0 0 7 0 】

比較例 5

< N - アルキル - 2 - ピロリドンを含まない油性顔料インク組成物 3 >

顔料として、「FASTOGEN BLUE 5 4 3 0 S D」に代えて、三菱化学社製の酸性カーボンブラック「MA 1 0 0」を同量使用し、有機溶媒として、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルに代えて、ジエチレングリコールモノブチルエーテルモノメチルエステル(引火点 1 2 4 、沸点 2 4 7)を同量使用し、顔料分散剤として花王社製の陰イオン性界面活性剤である「ホモゲノール L - 9 5」を 2 . 0 部使用した以外は、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。 20

つぎに、この分散体 1 6 . 2 5 部に、日本製紙社製の塩素化ポリエチレン「HE - 5 1 0」4 . 2 5 部、有機溶媒として、ジエチレングリコールモノブチルエーテルモノメチルエステル 2 9 . 5 部を加え、以下、実施例 1 と同様にして、油性顔料インク組成物 Q を調製した。 30

【 0 0 7 1 】

比較例 6

< (ポリ) アルキレングリコール誘導体を使用していない油性顔料インク組成物 1 >

顔料として、「FASTOGEN BLUE 5 4 3 0 S D」に代えて、クラリアント社製のキナクリトン顔料「PV Fast Red E 5 B」を同量使用し、有機溶媒として、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルモノメチルエステルに代えて、プロピレンカーボネート(引火点 1 3 2 、沸点 2 4 2)を同量使用し、顔料分散剤として、「ホモゲノール L - 9 5」を 2 . 0 部使用した以外は、実施例 1 と同様に分散して、分散体を得た。 40

つぎに、この分散体 1 6 . 2 5 部に、旭化成社製のニトロセルロース「SL - 1」4 . 2 5 部、有機溶媒として、プロピレンカーボネート 2 9 . 5 部を加え、以下、実施例 1 と同様にして、油性顔料インク組成物 R を調製した。

【 0 0 7 2 】

比較例 7

< (ポリ) アルキレングリコール誘導体を使用していない油性顔料インク組成物 2 >

有機溶媒として、プロピレンカーボネートに代えて、シクロヘキサノン(引火点 4 4 50

、沸点 156) を同量使用した以外は、比較例 6 と同様に分散して、分散体を得た。

つぎに、この分散体 16 . 25 部に、「バイロン 200」8 . 5 部、有機溶媒として、シクロヘキサノン 29 . 5 部を加え、以下、実施例 1 と同様に、油性顔料インク組成物 S を調製した。

【0073】

比較例 8

< 水および N - メチル - 2 - ピロリドン を溶媒とした水性顔料インク組成物 >

100 cc のプラスチック製ビンに、顔料として「FASTOGEN BLUE 5430SD」(大日本インキ化学工業社製の銅フタロシアニンブルー顔料)4 部、顔料分散剤としてジョンソンポリマー社製の「ジョンクリル 62」6 部、溶媒としてイオン交換水 / トリエチレングリコール (重量比 90 / 10) の混合溶媒 10 部、直径 3 mm のジルコニアビーズ 100 部を計り取り、ペイントコンディショナー (東洋精機社製) で 2 時間分散した。

つぎに、このようにして得られた分散体 7 . 5 部に、N - メチル - 2 - ピロリドン 10 部、トリエチレングリコールモノブチルエーテル 10 部、イオン交換水 22 . 5 部を加え、マグネチックスターラーにて 30 分攪拌後、ガラスフィルターを用いて吸引ろ過を行い、水性顔料インク組成物 T を調製した。

【0074】

上記の実施例 1 ~ 12 の油性顔料インク組成物 A ~ L、比較例 1 ~ 7 の油性顔料インク組成物 M ~ S および比較例 8 の水性顔料インク組成物 T について、下記の方法により、粘度、表面張力、分散平均粒子径および引火点を測定した。これらの結果は、表 1 に示されるとおりであった。

なお、表 1 中、各インク組成物の種類に関して、油性顔料 (または水性顔料) の表記を省き、ただ単に「インク組成物 A」のように記載した。

【0075】

< 粘度 >

R 100 型粘度計 (東機産業社製) により、25 、コーンの回転数 20 rpm の条件により、粘度を測定した。

【0076】

< 表面張力 >

全自動平衡式エレクトロ表面張力計 ESB - V (協和科学社製) により、インクの温度を 25 にして、表面張力を測定した。

【0077】

< 分散平均粒子径 >

粒度分布測定装置 N4 - PLUS (コールター社製のレーザードップラー方式の粒度分布計) により、顔料粒子の分散平均粒子径を測定した。

【0078】

< 引火点 >

セタ密閉式引火点測定器により、引火点を測定した。

10

20

30

40

50

10

20

30

40

50

【 0 0 7 9 】

表 1

インク組成物		粘度 (c p)	表面張力 (m N / m)	分散平均粒 子径 (nm)	引火点 ()
実施例 1	インク組成物 A	4 . 5	2 9 . 0	9 8	7 4
実施例 2	インク組成物 B	5 . 0	2 8 . 8	1 2 8	7 5
実施例 3	インク組成物 C	4 . 3	2 9 . 1	1 3 5	7 4
実施例 4	インク組成物 D	4 . 2	2 8 . 8	1 0 5	7 5
実施例 5	インク組成物 E	5 . 2	2 8 . 8	1 1 0	7 4
実施例 6	インク組成物 F	4 . 9	2 9 . 3	1 5 8	7 5
実施例 7	インク組成物 G	5 . 6	2 9 . 5	1 3 9	1 0 2

実施例 8	インク組成物 H	4 . 7	2 8 . 8	1 1 8	7 1
実施例 9	インク組成物 I	4 . 2	2 8 . 2	1 0 4	7 2
実施例 10	インク組成物 J	5 . 2	2 8 . 9	1 4 8	7 1
実施例 11	インク組成物 K	4 . 4	2 8 . 7	9 9	7 3
実施例 12	インク組成物 L	4 . 7	2 9 . 3	1 0 1	7 5
比較例 1	インク組成物 M	3 . 8	2 6 . 9	1 0 4	5 5
比較例 2	インク組成物 N	4 . 0	2 3 . 2	1 3 5	4 3
比較例 3	インク組成物 O	4 . 1	2 8 . 4	1 1 6	7 5
比較例 4	インク組成物 P	3 . 2	2 9 . 5	1 1 5	4 8
比較例 5	インク組成物 Q	1 1 . 8	2 9 . 0	1 8 7	1 2 4
比較例 6	インク組成物 R	1 1 . 5	3 5 . 0	1 9 5	1 3 2
比較例 7	インク組成物 S	3 . 5	3 6 . 5	1 3 8	4 3
比較例 8	インク組成物 T	3 . 1	3 6 . 5	1 2 8	なし

10

20

30

40

50

【 0 0 8 0 】

上記表 1 の結果から明らかなように、実施例 1 ~ 1 2 の油性顔料インク組成物 A ~ L は、適正な粘度、表面張力および分散平均粒子径を有しており、しかも引火点が 7 0 以上で、消防法別表に掲げられる危険物第四類、第三石油類非水溶性液体に分類され、比較的安全に取り扱える。

これに対し、比較例 1 , 2 , 4 , 7 の油性顔料インク組成物 M , N , P , S は、インク組成物の引火点が 7 0 未満となり、危険物第四類、第二石油類非水溶性液体に分類され、取り扱いの際注意を要し、また貯蔵、運搬などに関しても制約がかかる。

【 0 0 8 1 】

つぎに、上記の実施例 1 ~ 1 2 の油性顔料インク組成物 A ~ L 、比較例 1 ~ 7 の油性顔料インク組成物 M ~ S および比較例 8 の水性顔料インク組成物 T について、下記の方法により、乾燥性、定着性、耐アルコール性および臭気を評価した。これらの結果は、表 2 に示されるとおりであった。

なお、表 2 中、各インク組成物の種類に関して、油性顔料（または水性顔料）の表記を省き、ただ単に「インク組成物 A」のように記載した。

【 0 0 8 2 】

< 乾燥性 >

インク組成物を、2 5 、湿度 3 0 % の恒温室内で、No . 6 ワイヤーパー（東洋精機社

製)を用いて光沢塩ビ(リンテック社製、P-224RW)に塗布し、指で触れたときに付かなくなった時間が1分以内のものを、5分以内のものを、5分以上経っても指に付くものを×、と評価した。

【0083】

< 定着性 >

インク組成物を、25、湿度30%の恒温室で、No.6ワイヤーバー(東洋精機社製)を用いて光沢塩ビ(リンテック社製、P-224RW)に塗布し、1時間後、指によるスクラブ試験を30秒間行った。試験後、スクラブ痕がなかったものを、スクラブ痕が若干発生したものを、スクラブ痕が発生し、基材が見えるものを×、と評価した。

【0084】

< 耐アルコール性 >

インク組成物を、25、湿度30%の恒温室で、No.6ワイヤーバー(東洋精機社製)を用いて光沢塩ビ(リンテック社製、P-224RW)に塗布し、1時間後、水/エタノール混合溶液(重量比1/1)を染み込ませた布(旭化成社製、ベンコットン)で塗布面を拭き取った。これにより、塗布面が全く拭き取られなかったものを、強く擦ると若干色が落ちたものを、すぐに拭き取られ基材が見えたものを×、と評価した。

【0085】

< 臭気 >

インク組成物を、25、湿度30%の恒温室で、No.6ワイヤーバー(東洋精機社製)を用いて光沢塩ビ(リンテック社製、P-224RW)に塗布し、10分後、ほとんど臭いのしなかったものを、若干臭いが気になるものを、不快臭がするものを×、と評価した。

【0086】

表 2

	インク組成物	乾燥性	定着性	耐アルコール性	臭気
実施例 1	インク組成物 A				
実施例 2	インク組成物 B				
実施例 3	インク組成物 C				
実施例 4	インク組成物 D				
実施例 5	インク組成物 E				
実施例 6	インク組成物 F				
実施例 7	インク組成物 G				
実施例 8	インク組成物 H				
実施例 9	インク組成物 I				
実施例 10	インク組成物 J				
実施例 11	インク組成物 K				

10

20

30

40

50

実施例 12 インク組成物 L

比較例 1	インク組成物 M				×
比較例 2	インク組成物 N	×	×	×	
比較例 3	インク組成物 O				
比較例 4	インク組成物 P			×	
比較例 5	インク組成物 Q	×	×	×	
比較例 6	インク組成物 R	×	×	×	
比較例 7	インク組成物 S				×
比較例 8	インク組成物 T	×	×	×	

10

20

【0087】

上記の表 2 の結果から明かなように、実施例 1 ~ 12 の油性顔料インク組成物 A ~ L は、すぐれた乾燥性、定着性および耐アルコール性を示し、塩ビに対する印字性に関して問題はなく、すべての評価項目において、すぐれていた。

また、実施例 1 ~ 12 の中で、主溶媒としてエチレングリコールモノブチルエーテルモノメチルエステルを使用した実施例 9 の油性顔料インク組成物 I では、若干の臭気を感じられ、プリンタなどで使う場合にやや問題を生じるおそれがあったが、実施例 1 ~ 8 および実施例 10 ~ 12 の油性顔料インク組成物 A ~ H および J ~ L では、ほとんど臭気を感じることがなく、上記問題を生じるおそれはなかった。

30

さらに、実施例 11 の油性顔料インク組成物 K は、N - メチル - 2 - ピロリドンの含有量が少ないために、塩ビへの浸透が遅く、乾燥性にやや欠け、また塩ビをあまり溶解しないために、耐アルコール性も若干悪い結果となった。また、N - メチル - 2 - ピロリドンの含有量が多い実施例 12 の油性顔料インク組成物 L は、塩ビへの定着性は問題ないが、塩ビに浸透する N - メチル - 2 - ピロリドンの量が飽和して塩ビ表面に残り、乾燥性にやや欠ける結果となった。

40

【0088】

これに対して、比較例 1 , 7 の油性顔料インク組成物 M , S は、塩ビに対する印字性に関しては問題ない結果となっていたが、沸点の低い溶媒を用いているため臭気に関しては若干問題があり、プリンタなどで使う場合に問題を生じるおそれがあり、またこの油性顔料インク組成物は、既述のとおり、引火点が 62 未満であり、輸送、運搬などに対する安全性についての制約がある。

また、炭化水素系溶剤を主溶媒とした比較例 2 の油性顔料インク組成物 N、比較例 8 の水性顔料インク組成物 T は、臭いは少ないものの、塩ビに対しての定着性はなく、基材上でインクがはじいてしまう結果となった。

50

【 0 0 8 9 】

さらに、N - アルキル - 2 - ピロリドンを含まない比較例 3 , 4 の油性顔料インク組成物 O , P は、基材を溶解する溶媒が入っていないために乾燥性が若干遅く、また定着性や耐アルコール性も実施例 1 ~ 1 2 の油性顔料インク組成物に比べて、劣っていた。

また、N - アルキル - 2 - ピロリドンに溶媒として使用していない比較例 5 の油性顔料インク組成物 Q、さらに、N - アルキル - 2 - ピロリドンおよび（ポリ）アルキレングリコール誘導体を溶媒として使用していない比較例 6 の油性顔料インク組成物 R は、いずれも、高沸点の溶剤を使用しており、臭いに関しては問題なかったが、乾燥性が遅く、塩ビに浸透もしないためにいつまでも塩ビ表面に溶剤が残り、定着性、耐アルコール性は良くなかった。