

(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2017-82182
(P2017-82182A)

(43) 公開日 平成29年5月18日(2017.5.18)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
C09D 11/03 (2014.01)	C09D 11/03	2C056
C09D 17/00 (2006.01)	C09D 17/00	2H186
B41J 2/01 (2006.01)	B41J 2/01	501
C09D 11/328 (2014.01)	C09D 11/328	4J037
B41M 5/00 (2006.01)	B41M 5/00	4J039
	E	
	審査請求 未請求 請求項の数 13 O L (全 24 頁)	

(21) 出願番号	特願2015-215301 (P2015-215301)	(71) 出願人	000004086
(22) 出願日	平成27年10月30日 (2015.10.30)		日本化薬株式会社
			東京都千代田区丸の内二丁目1番1号
		(72) 発明者	佐々木 桂丈
			東京都北区志茂3-31-12 日本化薬
			株式会社 機能化学品研究所内
		F ターム (参考)	2C056 EA04 FC01
			2H186 FB11 FB15 FB16 FB17 FB18
			FB22 FB25 FB29 FB48 FB53
			4J037 AA30 CB04 CB10 CC16 DD04
			DD05 EE08 EE28 EE43 FF23
			4J039 AD03 AD09 BC09 BE01 BE02
			BE07 BE08 BE12 BE16 BE19
			BE22 CA03 CA06 EA44 GA24

(54) 【発明の名称】 インク用分散液組成物及び水性インク

(57) 【要約】

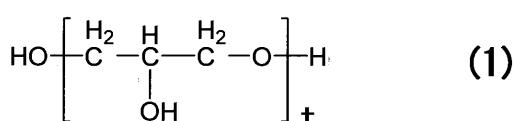
【課題】

保存安定性が良く、インク組成物として利用した場合も、着色剤の高濃度化を実現し、乾燥後の再分散性も良好であり、更に長期に保存した場合にもインクの物性に変化を生じない、インク用分散液組成物を提供する。

【解決手段】

(A) 染料及び／又は顔料、(B) スチレン-(メタ)アクリル共重合体、(C) 下記式(1)で表される化合物、及び(D) 消泡剤を含有するインク用分散液組成物。

【化1】



10

[式(1)中、tは1乃至5を表す。]

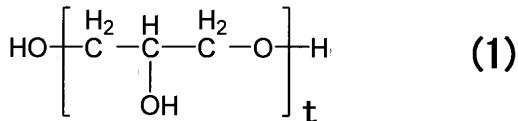
【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(A) 染料及び／又は顔料、(B) スチレン-(メタ)アクリル共重合体、(C) 下記式(1)で表される化合物、及び(D) 消泡剤を含有するインク用分散液組成物。

【化1】



[式(1)中、tは1乃至5を表す。]

10

【請求項 2】

前記成分(A)が、分散染料、油溶性染料、及び建染染料から選ばれる少なくとも1種類の染料である請求項1に記載のインク用分散液組成物。

【請求項 3】

前記成分(A)が、C.I.ディスパースイエロー-42、49、76、83、88、93、99、119、126、160、163、165、180、183、186、198、199、200、224、237、C.I.ディスパースオレンジ25、29、30、31、38、42、44、45、53、54、55、71、73、80、86、96、118、119、C.I.ディスパースレッド73、88、91、92、111、127、131、143、145、146、152、153、154、179、191、192、206、221、258、283、302、323、328、359、C.I.ディスパースバイオレット26、35、48、56、77、97、C.I.ディスパースブルー-27、54、60、73、77、79、79:1、87、143、165、165:1、165:2、181、185、197、225、257、266、267、281、341、353、354、358、360、364、365、368、C.I.ディスパースイエロー-51、54、60、82、C.I.ディスパースオレンジ5、7、20、23、25、C.I.ディスパースレッド4、11、50、53、59、60、239、240、364、C.I.ディスパースバイオレット8、11、17、26、27、28、36、C.I.ディスパースブラウン27、C.I.ディスパースブルー-3、5、26、35、55、56、72、81、91、108、334、359、360、366、C.I.ソルベントイエロー-114、C.I.ソルベントオレンジ60、67、C.I.ソルベントレッド146、C.I.ソルベントブルー-36、63、83、105、111から選ばれる少なくとも1種類の染料である上記1)乃至3)のいずれか一項に記載のインク用エマルション組成物。]

20

30

【請求項 4】

前記成分(B)の重量平均分子量が、1000以上20000以下である請求項1乃至3のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物。

【請求項 5】

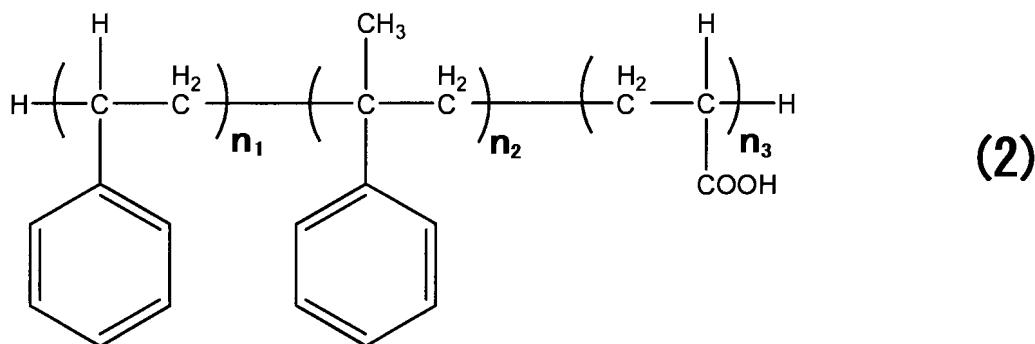
前記成分(B)のガラス転位点が、45以上135以下である請求項1乃至4のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物。

40

【請求項 6】

前記成分(B)が、下記式(1),(2)の骨格を分子内に有するスチレン-アクリル共重合体である請求項1乃至5のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物。

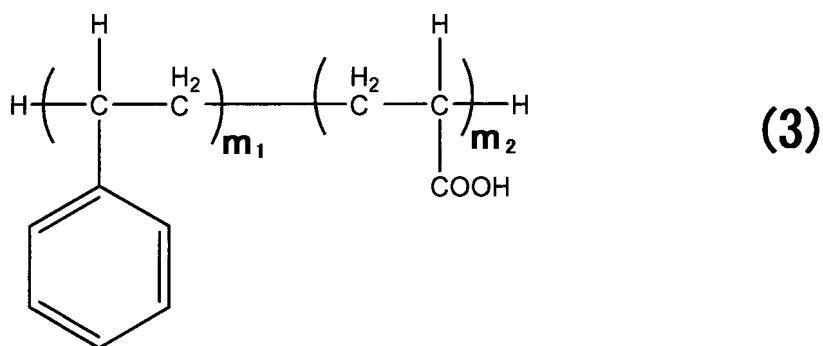
【化2】



10

[式(1)においてn1乃至n3は1~30の整数を表す]

【化3】



20

[(式(2)においてm1及びm2は1~43の整数を表す)]

【請求項7】

前記成分(C)において、tが2である請求項1乃至6のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物。

【請求項8】

前記成分(D)が、ノニオン界面活性剤である請求項1乃至7のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物。

【請求項9】

更に、成分(E)防腐剤を含有する請求項1乃至8のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物。

【請求項10】

さらに(F)水溶性有機溶剤を含有する請求項1乃至9のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物。

【請求項11】

前記成分(F)が、分子内にヒドロキシ基を1以上有する水溶性有機溶剤である請求項1乃至10のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物。

【請求項12】

前記成分(A)の数平均粒子径が10~500nmである請求項1乃至11のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物。

【請求項13】

請求項1乃至12のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物を含有する水性インク。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は非常に保存安定性が高い新規なインク用分散液組成物及びそれを用いた水性イ

30

40

50

ンクに関する。

【背景技術】

【0002】

インクジェットプリントは情報のデジタル化が進む中で、オフィス、家庭用の印刷機として広く普及しているが、近年では更に商業印刷やテキスタイルプリント等への応用展開も数多く進められている。そしてインクジェットのプリントの用途が広がっていくのに伴い、インクに用いる着色材も従来の酸性染料あるいは直接染料などの水溶性染料から、分散染料や顔料等の水不溶性色材など用途に応じて様々な色材が使用されるようになってきた。

【0003】

一方、分散染料はポリエステル等の疎水性纖維の工業染色に広く利用されており、水不溶性の染料を染浴中あるいは色糊中に分散させ、染色に使用される。染料は高温条件下、纖維内部へ分散状態で浸透拡散し、纖維染料間の水素結合や分子間力等により染着する。染料の分散性、特に高温での分散性が劣ると、高温染浴中で染料の凝集が生じ、纖維上でスペックを発生しやすい。この為、従来、纖維染色用には高温分散性の優れる分散剤、例えばリグニンスルホン酸のホルムアルdehyド縮合物類、アルキルナフタレンスルホン酸のホルムアルdehyド縮合物類、クレオソート油スルホン酸のホルムアルdehyド縮合物などのアニオン系分散剤が主に使用されてきた。

【0004】

そして分散染料を用いたポリエステル纖維のインクジェットプリントも行われており（非特許文献1、非特許文献2）、主に纖維へ染料インクを付与（プリント）した後、スチーミング等の熱処理により染料を染着させるダイレクトプリント法と、専用の転写紙に染料インクを付与（プリント）した後、熱により染料を転写紙側から纖維側へ昇華転写させる熱転写プリント法が実用化されている。これらのプリントに用いる分散染料インクの分散化には、従来工業染色用に使用されているアニオン系分散剤が利用されている（特許文献1、特許文献2）。しかし、本発明者らの検討では、これらのアニオン系分散剤では、分散液での沈降安定性に問題があり、更にそれをインク化した後、インクの吐出安定性にも問題がある事が分かった。また特許文献3には式1で示される分散剤が用いられており、吐出安定性は良好であるが、依然沈降安定性（保存安定性）に問題がある事が分かった。

【0005】

今後、インクを用いた印刷方法の使用分野を拡大すべく、インクジェット記録に用いられるインク組成物及びそれによって着色された着色体には、高発色であり、耐光性、耐水性などの各種堅牢性が良いことが求められている。また、インクジェット記録に用いられるインク組成物には、インクとして長期間安定であることや、乾燥した時に再び水に溶解又は分散できることが強く求められている。

【0006】

特に分散染料には、長期において安定であることが求められる。一般にインク中で分子としてではなく、粒子として分散状態で存在している染料は、染料粒子の凝集によって経的に沈降現象が生じることが知られている。そのため、インク中で濃度勾配が生じ、初期の印字特性が得られなかつたり、最悪の場合、凝集した粒子がノズルに詰まり、吐出できない状態となってしまつたりする問題がある。

【0007】

そのためインク組成物として用いた場合に、各種堅牢性が良く、印刷して得られる画像の濃度が高く、保存安定性が良好なインク組成物の開発が求められているが、まだ十分な性能を有するものが少ないので現状である。

【0008】

顔料を用いたインクジェットインク組成物には、特許文献6のインクが挙げられる。これは、高分子分散剤を用いて分散液を調製したインク組成物である。また、特許文献5には、自己分散型の顔料を用いたインク組成物が開示されている。

10

20

30

40

50

【0009】

近年、自己集合型の顔料を用いたマイクロカプセル顔料が広く検討されており、上記課題を解決できる手段として幅広く検討がなされており、特許文献8にはその製造方法が開示されている。しかし、いずれのインク組成物も未だ市場の要求を十分に満足する製品を提供するに至っていない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献1】特開平9-291235号

10

【特許文献2】特開平8-333531号

【特許文献3】特開2003-246954号

【特許文献4】特許第3534395号

【特許文献5】特許第4016483号

【特許文献6】特許第4078679号

【特許文献7】国際公開第2010/013651号

【特許文献8】特許第2675956号

【特許文献9】特許第3839829号

【特許文献10】国際公開第2014/129322

【特許文献11】国際公開第2013/115071号

【非特許文献1】日本画像学会誌第41巻第2号p68~p74(2002)

20

【非特許文献2】染織経済新聞2004年1月28日号18頁~21頁

【非特許文献3】改訂4版 化学工学辞典46頁~47頁

【非特許文献4】D I C Technical Review No. 10 / 2004

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本発明は、従来における上記課題を解決し、分散液の保存安定性が良く、インク組成物として利用した場合も、安定性が良好であり、更に長期に保存した場合にもインクの物性に変化を生じない、インク用分散液組成物を提供する事を目的とする。

【課題を解決するための手段】

30

【0012】

本発明者等は前記課題を解決すべく銳意研究の結果、(A)染料及び/又は顔料、(B)スチレン-(メタ)アクリル共重合体、(C)特定の式で表される化合物、及び(D)消泡剤を含有するインク用分散液組成物が上記課題を解決することを見出し、本発明に至った。

【0013】

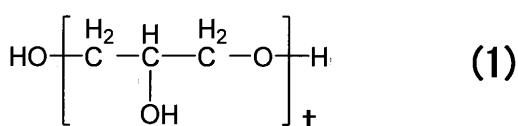
即ち、本発明は、

1)

(A)染料及び/又は顔料、(B)スチレン-(メタ)アクリル共重合体、(C)下記式(1)で表される化合物、及び(D)消泡剤を含有するインク用分散液組成物、

40

【化1】



[式(1)中、tは1乃至5を表す。]

2)

上記成分(A)が、分散染料、油溶性染料、及び建染染料から選ばれる少なくとも1種類の染料である上記1)に記載のインク用分散液組成物、

3)

50

上記成分(A)が、C.I.ディスパースイエロー-42、49、76、83、88、93、99、119、126、160、163、165、180、183、186、198、199、200、224、237、C.I.ディスパースオレンジ25、29、30、31、38、42、44、45、53、54、55、71、73、80、86、96、118、119、C.I.ディスパースレッド73、88、91、92、111、127、131、143、145、146、152、153、154、179、191、192、206、221、258、283、302、323、328、359、C.I.ディスパースバイオレット26、35、48、56、77、97、C.I.ディスパースブルー-27、54、60、73、77、79、79:1、87、143、165、165:1、165:2、181、185、197、225、257、266、267、281、341、353、354、358、360、364、365、368、C.I.ディスパースイエロー-51、54、60、82、C.I.ディスパースオレンジ5、7、20、23、25、C.I.ディスパースレッド4、11、50、53、59、60、239、240、364、C.I.ディスパースバイオレット8、11、17、26、27、28、36、C.I.ディスパースブラウン27、C.I.ディスパースブルー-3、5、26、35、55、56、72、81、91、108、334、359、360、366、C.I.ソルベントイエロー-114、C.I.ソルベントオレンジ60、67、C.I.ソルベントレッド146、C.I.ソルベントブルー-36、63、83、105、111から選ばれる少なくとも1種類の染料である上記1)乃至3)のいずれか一項に記載のインク用エマルション組成物、
10
20

4)

上記成分(B)の重量平均分子量が、1000以上20000以下である上記1)乃至3)のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物、

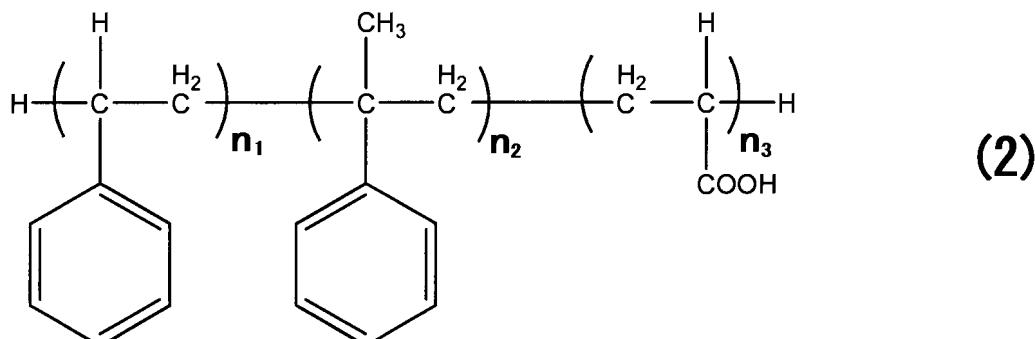
5)

上記成分(B)のガラス転位点が、45以上135以下である上記1)乃至4)のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物、

6)

上記成分(B)が、下記式(1)、(2)の骨格を分子内に有するスチレン-アクリル共重合体である上記1)乃至5)のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物、
30

【化2】

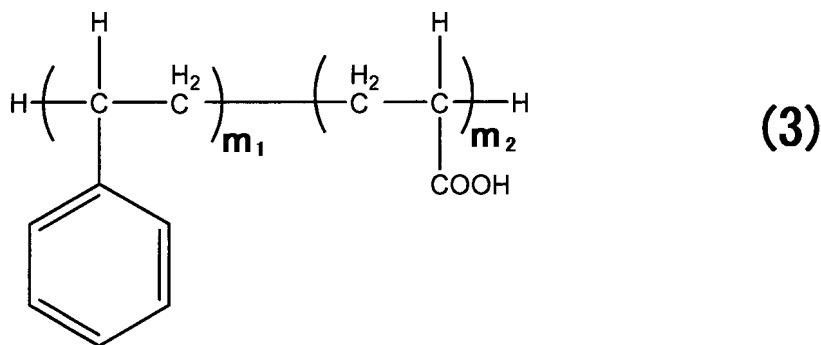


30

40

[式(1)においてn1乃至n3は1~30の整数を表す]

【化3】



10

[(式(2)においてm1及びm2は1~4の整数を表す)

7)

上記成分(C)において、tが2である上記1)乃至6)のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物、

8)

上記成分(D)が、ノニオン界面活性剤である上記1)乃至7)のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物、

9)

更に、成分(E)防腐剤を含有する上記1)乃至8)のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物、

10)

さらに(F)水溶性有機溶剤を含有する上記1)乃至9)のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物、

11)

上記成分(F)が、分子内にヒドロキシ基を1以上有する水溶性有機溶剤である上記1)乃至10)のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物、

12)

上記成分(A)の数平均粒子径が10~500nmである上記1)乃至11)のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物、

13)

上記1)乃至12)のいずれか一項に記載のインク用分散液組成物を含有する水性インク、に関する。

【発明の効果】

【0014】

本発明により、非常に保存安定性にすぐれたインク用分散液組成物が得られ、これを利用することで、水不溶性色材の水性分散液及びインク組成物を実現することができる。

【発明を実施するための形態】

【0015】

本発明のエマルション組成物とは、相互に溶解しない2種の液体を強く攪拌した時に生じる混合物で、例えば水の中に油が乳化したもの、または油の中に水が乳化したものである。

【0016】

[成分(A)について]

本発明における成分(A)は、染料及び/又は顔料である。

上記染料とは、適当な染色法によって纖維に染着する有機色素であり、例えば直接染料、建染染料、硫化染料、分散染料、塩基性染料、ナフトール染料、酸性染料、酸性媒染料、媒染染料、油溶性染料、反応染料、可溶性建染染料、硫化建染染料、酸化染料等である。

20

30

40

50

具体的には、C . I . ディスパースイエローー 3、4、5、7、8、9、13、23、24、30、33、34、39、42、44、49、50、51、54、56、58、60、63、64、66、68、71、74、76、79、82、83、85、86、88、90、91、93、98、99、100、104、114、116、118、119、122、124、126、135、140、141、149、160、162、163、164、165、179、180、182、183、186、192、198、199、200、202、204、210、211、215、216、218、224、237、C . I . ディスパースオレンジ 1、1：1、3、5、7、11、13、17、20、21、23、25、29、30、31、32、33、37、38、42、43、44、45、47、48、49、50、53、54、55、56、57、58、59、60、61、66、71、73、76、78、80、86、89、90、91、93、96、97、118、119、127、130、139、142、C . I . ディスパースレッド 1、4、5、7、11、12、13、15、17、27、43、44、50、52、53、54、55、55：1、56、58、59、60、65、70、72、73、74、75、76、78、81、82、86、88、90、91、92、93、96、103、105、106、107、108、110、111、113、117、118、121、122、126、127、128、131、132、134、135、137、143、145、146、151、152、153、154、157、158、159、164、167、169、177、179、181、183、184、185、188、189、190、191、192、200、201、202、203、205、206、207、210、221、224、225、227、229、239、240、257、258、277、278、279、281、283、288、298、302、303、310、311、312、320、323、324、328、359、C . I . ディスパースバイオレット 1、4、8、11、17、23、26、27、28、29、31、33、35、36、38、40、43、46、48、50、51、52、56、57、59、61、63、69、77、97、C . I . ディスパースグリーン 9、C . I . ディスパースブラウン 1、2、4、9、13、19、C . I . ディスパースブルー 3、5、7、9、14、16、19、20、26、26：1、27、35、43、44、54、55、56、58、60、62、64、64：1、71、72、72：1、73、75、77、79、79：1、82、83、87、91、93、94、95、64：1、96、102、106、108、112、113、115、118、120、122、125、128、130、131、139、141、142、143、145、146、148、149、153、154、158、165、165：1、165：2、167、171、173、174、176、181、183、185、186、187、189、197、198、200、201、205、207、211、214、224、225、257、259、266、267、270、281、284、285、287、288、291、293、295、297、301、315、330、333、341、353、354、358、360、364、365、366、368、C . I . ディスパースブラック 1、3、10、24、C . I . ソルベントイエローー 114、C . I . ソルベントオレンジ 67、C . I . ソルベントレッド 146、C . I . ソルベントブルー 36、63、83、105、111、C . I . リアクティブイエローー 2、3、18、81、84、85、95、99、102、C . I . リアクティブオレンジ 5、9、12、13、35、45、99、C . I . リアクティブブラック 2、8、9、17、33、C . I . リアクティブレッド 3、3：1、4、13、24、29、31、33、125、151、206、218、226、C . I . リアクティブバイオレット 1、24、C . I . リアクティブブルー 2、5、10、13、14、15、15：1、49、63、71、72、75、162、176、C . I . リアクティブグリーン 5、8、19、C . I . リアクティブブラック 1、8、23、39、C . I . アシッドイエローー 1、3、11、17、18、19、23、25、36、38、40、42、44、49、59、61、65、72、73、79、99、104、110、159、169、176、184、193、200、204、207、215、219、220 50

, 230, 232, 235, 241, 242, 246 C. I. アシッドオレンジ、2, 3, 7, 8, 10, 19, 24, 51, 56, 67, 74, 80, 86, 87, 88, 89, 94, 95, 107, 108, 116, 122, 127, 140, 142, 144, 149, 152, 156, 162, 166, 168 C. I. アシッドブラウン、2, 4, 13, 14, 19, 28, 44, 123, 224, 226, 227, 248, 282, 283, 289, 294, 297, 298, 301, 355, 357, 413 C. I. アシッドレッド：1, 6, 8, 9, 13, 18, 27, 35, 37, 52, 54, 57, 73, 82, 88, 97, 106, 111, 114, 118, 119, 127, 131, 138, 143, C. I. アシッドバイオレット17, 19, 21, 42, 43, 47, 48, 49, 54, 66, 78, 90, 97, 102, 109, 126, C. I. アシッドブルー-1, 7, 9, 15, 23, 25, 40, 62, 72, 74, 80, 83, 90, 92, 103, 104, 112, 113, 114, 120, 127, 128, 129, 138, 140, 142, 156, 158, 171, 182, 185, 193, 199, 201, 203, 204, 205, 207, 209, 220, 221, 224, 225, 229, 230, 239, 249, 258, 260, 264, 278, 279, 280, 284, 290, 296, 298, 300, 317, 324, 333, 335, 338, 342, 350, C. I. アシッドグリーン9, 12, 16, 19, 20, 25, 27, 28, 40, 43, 56, 73, 81, 84, 104, 108, 109, C. I. アシッドブラック1, 2, 3, 24, 26, 31, 50, 52, 58, 60, 63, 107, 109, 112, 119, 132, 140, 155, 172, 187, 188, 194, 207, 222, C. I. ダイレクトイエロー、2, 3, 4, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16, 50, 66, 73, 84, 86, 87, 88, 89, 91, 110, 127, 128, 129, 130, 132, 138, 139, 141, 142, 145, C. I. ダイレクトオレンジ、20, 25, 35, 38, 39, 41, C. I. ダイレクトブラウン187, 195, 196, 202, 208, 209, 210, 213 C. I. ダイレクトレッド76, 88, 89, 92, 101, 209, 220, 222, 224, 225, 226, 227, 234, 235, 238, 240, 243, 245, 247, C. I. ダイレクトブルー-52, 55, 57, 76, 80, 84, 86, 87, 92, 102, 105, 106, 108, 110, 112, 197, 199, 200, 202, 205, 220, 231, 233, 235, 237, 238, 240, 245, 248, 250, C. I. ダイレクトグリーン55, 57, 59, 60, 77, 80, 82, 90, C. I. ダイレクトブラック12, 19, 20, 22, 23, 105, 107, 110, 112, 115, 117, 120, 125, 129, 132, 135, 136, C. I. ベーシックイエロー、2, 3, 18, 21, 38, 40, 41, 43, 51, 63, 65, 67, 69, C. I. ベーシックブルー-2, 10, 37, 41, 43, 50, 55, 57, 60, 66, 69, 72, 75, 79, C. I. ベーシックレッド20, 25, 27, 29, 31, 45, 46, 47, 50等を挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

これら染料のうち、好ましくは分散染料、油溶性染料、及び建染染料であり、さらに好ましくは、C. I. ディスパースイエロー-42、49、76、83、88、93、99、119、126、160、163、165、180、183、186、198、199、200、224、237、C. I. ディスパースオレンジ25、29、30、31、38、42、44、45、53、54、55、71、73、80、86、96、118、119、C. I. ディスパースレッド73、88、91、92、111、127、131、143、145、146、152、153、154、179、191、192、206、221、258、283、302、323、328、359、C. I. ディスパースバイオレット26、35、48、56、77、97、C. I. ディスパースブルー-27、54、60、73、77、79、79：1、87、143、165、165：1、165：2、181、185、197、225、257、266、267、281、341、353、354、358、360、364、365、368等が挙げられ、

熱転写適性のある染料としては

C . I . ディスパースイエロー 5 1 、 5 4 、 6 0 、 8 2 、 C . I . ディスパースオレンジ 5 、 7 、 2 0 、 2 3 、 2 5 、 C . I . ディスパースレッド 4 、 1 1 、 5 0 、 5 3 、 5 9 、 6 0 、 2 3 9 、 2 4 0 、 3 6 4 、 C . I . ディスパースバイオレット 8 、 1 1 、 1 7 、 2 6 、 2 7 、 2 8 、 3 6 、 C . I . ディスパースブルー 3 、 5 、 2 6 、 3 5 、 5 5 、 5 6 、 7 2 、 8 1 、 9 1 、 1 0 8 、 3 3 4 、 3 5 9 、 3 6 0 、 3 6 6 、 C . I . ディスパースブルーン 2 7 、 C . I . ソルベントイエロー 1 1 4 、 C . I . ソルベントオレンジ 6 0 、 6 7 、 C . I . ソルベントレッド 1 4 6 、 C . I . ソルベントブルー 3 6 、 6 3 、 8 3 、 1 0 5 、 1 1 1 等である。

このうち好ましくは、 C . I . ディスパースオレンジ 2 5 、 ディスパースイエロー 5 4 、 C . I . ディスパースバイオレット 2 7 、 2 8 、 C . I . ディスパースブルー 7 2 、 3 5 9 、 3 6 0 、 3 6 6 である。

【 0 0 1 7 】

上記顔料とは、水、有機溶剤等に不溶の白色または有色の紺体であり、有機顔料と無機顔料がある。本発明においては、有機顔料であっても無機顔料であっても良いが、有機顔料である場合が好ましい。

具体的には、 C . I . ピグメントイエロー 7 4 、 1 2 0 、 1 2 8 、 1 3 8 、 1 5 1 、 1 8 5 、 2 1 7 、 C . I . ピグメントオレンジ 1 3 、 1 6 、 3 4 、 4 3 、 C . I . ピグメントレッド 1 2 2 、 1 4 6 、 1 4 8 、 C . I . ピグメントバイオレット 1 9 、 2 3 、 C . I . ピグメントブルー 1 5 、 1 5 : 1 、 1 5 : 2 、 1 5 : 3 、 1 5 : 4 、 1 5 : 5 、 1 5 : 6 、 C . I . ピグメントグリーン 7 、 8 等を挙げることができる。

なお、本発明においては、染料がより好ましい。

【 0 0 1 8 】

これらの色材は粉末状あるいは塊状の乾燥色材でも、ウエットケーキやスラリーでも良く、色材合成中や合成後に色材粒子の凝集を抑える目的で界面活性剤等の分散剤が少量含有されたものであっても良い。市販のこれらの色材には、工業染色用、樹脂着色用、インキ用、トナー用、インクジェット用などのグレードがあり、製造方法、純度、顔料の粒径等がそれぞれ異なる。粉碎後の凝集性を抑えるには色材としてはより粒子の小さいものが好ましく、また分散安定性及びインクの吐出精度への影響からできるだけ不純物などの少ないものが好ましい。染料においてはブルー系染料を主体にオレンジ系染料及びレッド系染料を配合する事でブラック用の色材として用いることができる。また色調調製の範囲内で他の水不溶性色材を少量含んでも良い。

【 0 0 1 9 】

前記の染料は配合しても良く、例えばブラックインクの調製においては、ブルー染料を主体にオレンジ染料、及びレッド染料を適宜配合してブラック色に調色し、これをブラック染料として用いることができる。また、例えばブルー、オレンジ、レッド、バイオレット、又はブラック等の色調を、より好みの色調に微調製する目的で複数の染料を配合しても良い。

【 0 0 2 0 】

[成分 (B) について]

本発明における成分 (B)) スチレン - (メタ) アクリル共重合体は、スチレン系モノマーと (メタ) アクリル系モノマーの共重合体である。なお本明細書において、「(メタ) アクリル」とは、「アクリル」及び / 又は「メタクリル」の意味を表す。

これらの共重合体の具体例としては、(メチル) スチレン アクリル酸共重合体、(メチル) スチレン アクリル酸 アクリル酸エステル共重合体、(メチル) スチレン メタクリル酸共重合体、(メチル) スチレン メタクリル酸 アクリル酸エステル共重合体、(メチル) スチレン (無水) マレイン酸共重合体、アクリル酸エステル (無水) マレイン酸共重合体、(メチル) スチレン アクリル酸エステル (無水) マレイン酸マレイン酸共重合体、アクリル酸エステル アリルスルホン酸エステル共重合体、アクリル酸エステル スチレンスルホン酸共重合体、(メチル) スチレ

10

20

30

40

50

ン メタクリルスルホン酸共重合体、ポリエステル アクリル酸共重合体、ポリエステル アクリル酸 アクリル酸エステル共重合体、ポリエステル メタクリル酸共重合体、ポリエステル メタクリル酸 アクリル酸共重合体エステル；等が挙げられる。これらの中では芳香族炭化水素基を含む化合物がスチレンのものが好ましい。

なお（メチル）スチレンとは本明細書において メチルスチレン、及びスチレンを含む意味として用いる。

【0021】

本発明における成分（B）の具体例としては、Joncryl^{RTM} 52J、57J、60J、63J、70J、JDX-6180、HPD-196、HPD96J、PDX-6137A、6610、JDX-6500、JDX-6639、PDX-6102B、PDX-6124（BASF製）等を挙げることができるが、これらに限定されるものではない。なお本明細書において上付きのRTMは登録商標を意味する。
10

【0022】

本発明における成分（B）としては、重量平均分子量が、1000～20000である場合が好ましく、2000～19000が更に好ましく、4000～17000が特に好ましい。重量平均分子量が小さくなりすぎると、昇華性染料に対する分散安定化力が低下し、大きくなりすぎると、昇華性染料を分散する能力が低下し、またインクの粘度が高くなりすぎる場合があり好ましくない。前記スチレン-アクリル酸系共重合体の重量平均分子量は、GPC（ゲルパーミッションクロマトグラフ）法で測定する。

また、（B）として用いられるスチレン-（メタ）アクリル共重合体のガラス転位温度は45～135である場合が好ましく、55～120がさらに好ましく、60～110が特に好ましい。
20

さらに、（B）として用いられるスチレン-（メタ）アクリル共重合体の酸化は50～250mg KOH/gである場合が好ましく、100～250mg KOH/gがさらに好ましく、150～250mg KOH/gである場合が特に好ましい。酸価が小さくなりすぎると、水に対する樹脂の溶解性が悪くなり、また昇華性染料に対する分散安定化力が劣る傾向にあり、酸価が大きくなりすぎると水性媒体との親和性が強くなり、印字後の画像にじみが発生し易い傾向があり好ましくない。樹脂の酸価は、樹脂1gを中和するのに要するKOHのmg数を表し、JIS-K3054に従って測定する。
30

【0023】

本発明における成分（B）スチレン-（メタ）アクリル共重合体としては、上記式（2）及び／又は（3）で表される骨格を分子内に有するものが好ましい。

【0024】

以上から、好ましい成分（B）のスチレン-（メタ）アクリル共重合体の具体例としては、Joncryl 67（重量平均分子量=12,500、酸価=213）、678（重量平均分子量=8,500、酸価=215）、682（重量平均分子量=17,000、酸価=230）、683（重量平均分子量=4,900、酸価=215）、690（重量平均分子量=16,500、酸価=240）等である。

【0025】

本発明のインク用分散液組成物は、色素の分散時に2種類のスチレン-アクリル共重合体分散剤を使用して作成する。
40

【0026】

本発明のエマルション組成物は、例えば以下方法で製造するのが好ましい。スチレン-アクリル共重合体を水溶性有機溶剤に投入し、温度を90～120に昇温して溶解させ、スチレン-アクリル共重合体溶解液を作成する。さらにスチレン-アクリル共重合体を水と懸濁させ、そこへ中和剤を投入し、温度を80～95に昇温して中和溶解液を作成する。そうして作成されたスチレン-アクリル共重合体溶解液と中和溶解液を、着色剤と混合・分散することで着色体を含むスチレン-アクリル共重合体エマルション組成物を製造する事を特徴とする製造方法である。

着色体を含むスチレン-アクリル共重合体エマルション組成物は、例えば以下方法で製
50

造するのが好ましい。

本発明のインク用分散液組成物は、スチレン・アクリル共重合体を水溶性有機溶剤に投入し、温度を90～120℃に昇温してスチレン・アクリル共重合体溶解液を作成する。そこへ中和剤及び水を投入して、温度を下げる乳化（エマルション又はマイクロエマルション）液とし、そして作成されたエマルション液と着色剤を混合・分散することで染料及び/又は顔料を含むスチレン・アクリル共重合体エマルション組成物を製造する事を特徴とする製造方法である。

【0027】

着色体と混合させる前のインク用分散液組成物は中和剤によって中和してから水と混合させて作成する為、中和剤を用いる必要がある。

中和剤としては、例えばアルカリ金属の水酸化物、アルカリ土類金属の水酸化物、脂肪族アミン化合物及びアルコールアミン化合物などが挙げられる。

【0028】

アルカリ金属の水酸化物としては、例えば水酸化リチウム、水酸化ナトリウム及び水酸化カリウムが挙げられる。アルカリ土類金属の水酸化物として、例えば水酸化ベリリウム、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム及び水酸化ストロンチウム等が挙げられるが、好ましくはアルカリ土類金属の水酸化物であり、さらに好ましくは、水酸化リチウム及び水酸化ナトリウムである。

【0029】

アルコールアミン化合物としては、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、モノプロパノールアミン、ジプロパノールアミン、トリプロパノールアミン、メチルエタノールアミン、ジメチルエタノールアミン及びN-メチルジエタノールアミンが挙げられるが、好ましくは3級アミン類であり、さらに好ましくは、トリエタノールアミンである。

【0030】

脂肪族アミン化合物としては、例えばアンモニア、モノメチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、モノエチルアミン、ジメチルアミン及びトリメチルアミンが挙げられるが、好ましくはアンモニア又はトリエチルアミンである。

【0031】

これらの中和剤は1種類を使用しても良く、また複数組み合わせることも出来る。

【0032】

染料及び/又は顔料に対して使用するインク用分散液組成物の量は、色材に対して10%～200%が好ましく、より好ましくは10%～150%であり、20%～100%が特に好ましい。

【0033】

染料及び/又は顔料をエマルション液と混合し、分散を行う工程において、分散する方法としては、サンドミル（ビーズミル）、ロールミル、ボールミル、ペイントシェーカー、超音波分散機、マイクロフルイダイザー等を用いる方法が挙げられるが、これらの中でもサンドミル（ビーズミル）が好ましい。またサンドミル（ビーズミル）における色材の粉碎においては、径の小さいビーズを使用する、ビーズの充填率を大きくすること等により粉碎効率を高めた条件で処理することが好ましく、更に粉碎処理後に濾過、遠心分離などで素粒子を除去することが好ましい。またインク用分散液組成物によっては発泡性を有するものもあるので、粉碎効率を高める点で粉碎時の泡立ち性をできるだけ抑えた粉碎条件とするのが好ましく、場合によってはシリコーン系、アセチレンアルコール系等の消泡剤等を、顔料粉碎時に極微量添加使用しても良い。但し、消泡剤には分散・微粒子化を阻害するものもあり、微粒子化や分散後の安定性に影響を及ぼさないものを使用する必要がある。

【0034】

分散化後あるいは濾過等の後処理後少量の水で分散液を稀釈し所望の色材濃度に調製できる。

10

20

30

40

50

【0035】

本発明のインク用分散液組成物は、成分(A)の数平均粒子径が 10 ~ 500 nm である場合が好ましい。

【0036】

[成分(C)について]

本発明のインク用分散液組成物が含有する上記式(1)で表される化合物はグリセリン系の化合物である。式(1)中、t は 1 ~ 5 の整数を表し、好ましくは 1 ~ 3 の整数、更に好ましくは 1 又は 2 である。

[成分(D)について]

本発明のインク用分散液組成物は、さらに(D)消泡剤を含有する。

10

消泡剤は、溶液の泡を消したり、あるいは起泡を抑制する作用をもつ物質であり、例えば揮発性が小さく拡散力の大きい油状物質(高級アルコール等)やノニオン界面活性剤が挙げられる。

ノニオン界面活性剤としては、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル等のエーテル系；ポリオキシエチレンオレイン酸エステル、ポリオキシエチレンジステアリン酸エステル、ソルビタンラウレート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタンセスキオレエート、ポリオキシエチレンモノオレエート、ポリオキシエチレンステアレート等のエステル系；2, 4, 7, 9 - テトラメチル - 5 - デシン - 4, 7 - ジオール、3, 6 - ジメチル - 4 - オクチン - 3, 6 - ジオール、3, 5 - ジメチル - 1 - ヘキシン - 3 - オール等のアセチレングリコール(アルコール)系；日信化学社製、商品名サーフィノール 104、105、82、465、オルフィン STG 等；ポリグリコールエーテル系(例えば SIGMA - ALDRICH 社製の Tergitol 15-S-7 等)；等が挙げられる。

20

このうち好ましくは、アセチレングリコール系消泡剤であり、更に好ましくは、日信化学社製、商品名サーフィノール 104、105、82、465 である。

[成分(E)について]

本発明のインク用分散液組成物は、さらに(E)防腐剤を含有しても良い。

30

防腐剤の例としては、例えば有機硫黄系、有機窒素硫黄系、有機ハロゲン系、ハロアリールスルホン系、ヨードプロパギル系、ハロアルキルチオ系、ニトリル系、ピリジン系、8 - オキシキノリン系、ベンゾチアゾール系、イソチアゾリン系、ジチオール系、ピリジンオキシド系、ニトロプロパン系、有機スズ系、フェノール系、第 4 アンモニウム塩系、トリアジン系、チアジン系、アニリド系、アダマンタン系、ジチオカーバメイト系、プロム化インダノン系、ベンジルプロムアセテート系又は無機塩系等の化合物が挙げられる。有機ハロゲン系化合物の具体例としては、例えばペンタクロロフェノールナトリウムが挙げられ、ピリジンオキシド系化合物の具体例としては、例えば 2 - ピリジンチオール - 1 - オキサイドナトリウムが挙げられ、イソチアゾリン系化合物としては、例えば 1, 2 - ベンズイソチアゾリン - 3 - オン、2 - n - オクチル - 4 - イソチアゾリン - 3 - オン、5 - クロロ - 2 - メチル - 4 - イソチアゾリン - 3 - オン、5 - クロロ - 2 - メチル - 4 - イソチアゾリン - 3 - オンマグネシウムクロライド、5 - クロロ - 2 - メチル - 4 - イソチアゾリン - 3 - オンカルシウムクロライド、2 - メチル - 4 - イソチアゾリン - 3 - オンカルシウムクロライド等が挙げられる。その他の防腐防黴剤の具体例として、無水酢酸ナトリウム、ソルビン酸ナトリウム又は安息香酸ナトリウム、アーチケミカル社製、商品名プロクセル^{RTM} GXL (S) やプロクセル^{RTM} XL - 2 (S) 等が挙げられる。

40

【0037】

[成分(E)について]

本発明のインク用分散液組成物は、さらに(E)水溶性有機溶剤を含有しても良い。水溶性有機溶剤の具体例としては、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、イソブタノール、第二ブタノール、第三ブタノール等の(C

50

1 ~ C 4) アルコール ; N , N - ジメチルホルムアミド、N , N - ジメチルアセトアミド等のカルボン酸アミド ; 2 - ピロリドン、ヒドロキシエチル - 2 - ピロリドン、N - メチル - 2 - ピロリドン、N - メチルピロリジン - 2 - オン等のラクタム ; 1 , 3 - ジメチルイミダゾリジン - 2 - オン、1 , 3 - ジメチルヘキサヒドロピリミド - 2 - オン等の環式尿素類 ; アセトン、メチルエチルケトン、2 - メチル - 2 - ヒドロキシペンタン - 4 - オン等のケトン又はケトアルコール ; テトラヒドロフラン、ジオキサン等の環状エーテル ; エチレングリコール、1 , 2 - プロピレングリコール、1 , 3 - プロピレングリコール、1 , 2 - ブチレングリコール、1 , 4 - ブチレングリコール、1 , 6 - ヘキシレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、チオジグリコール、ジチオジグリコール等のC 2 - C 6 アルキレン単位を有するモノ、オリゴ、若しくはポリアルキレングリコール又はチオグリコール ; トリメチロールプロパン、グリセリン、ヘキサン - 1 , 2 , 6 - トリオール等のポリオール (好ましくはトリオール) ; エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル (ブチルカルビトール) トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル等の多価アルコールの (C 1 ~ C 4) アルキルエーテル ; - ブチロラクトン ; ジメチルスルホキシド ; 等があげられる。これらの有機溶剤は単独で用いてもよいし、二種以上を併用してもよい。

なお、上記の水溶性有機溶剤にはトリメチロールプロパン等のように、常温で固体の物質も含まれているが、これらは固体であっても水溶性を示し、水に溶解させた場合には水溶性有機溶剤と同じ目的で使用することができるため、便宜上、本明細書においては水溶性有機溶剤の範疇に記載する。

【 0 0 3 8 】

成分 (E) は、分子内にヒドロキシ基を 1 以上有する水溶性有機溶剤である場合が好ましい。

【 0 0 3 9 】

[その他の成分について]

本発明のインク用分散液組成物は、成分 (A) 、 (B) 以外に、防腐防黴剤、pH調整剤、キレート試薬、防錆剤、水溶性紫外線吸収剤、水溶性高分子化合物、色素溶解剤、酸化防止剤、界面活性剤等を含有しても良い。

【 0 0 4 0 】

防腐剤としては、デヒドロ酢酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、ナトリウムピリジンチオン - 1 - オキシド、p - ヒドロキシ安息香酸エチルエステル、1 , 2 - ベンズイソチアゾリン - 3 - オン及びその塩等が挙げられる。防腐剤を用いる場合は、エマルション組成物中に 0 . 0 2 ~ 1 . 0 0 質量 % 使用するのが好ましい。

【 0 0 4 1 】

防腐剤としては、例えば、有機硫黄系、有機窒素硫黄系、有機ハロゲン系、ハロアリルスルホン系、ヨードプロパギル系、N - ハロアルキルチオ系、ニトリル系、ピリジン系、8 - オキシキノリン系、ベンゾチアゾール系、イソチアゾリン系、ジチオール系、ピリジンオキシド系、ニトロプロパン系、有機スズ系、フェノール系、第4アンモニウム塩系、トリアジン系、チアジン系、アニリド系、アダマンタン系、ジチオカーバメイト系、プロム化インダノン系、ベンジルプロムアセテート系、無機塩系等の化合物が挙げられる。

有機ハロゲン系化合物の具体例としては、例えばベンタクロロフェノールナトリウムが挙げられ、ピリジンオキシド系化合物の具体例としては、例えば 2 - ピリジンチオール - 1 - オキサイドナトリウムが挙げられ、イソチアゾリン系化合物の具体例としては、例えば、1 , 2 - ベンズイソチアゾリン - 3 - オン、2 - n - オクチル - 4 - イソチアゾリン - 3 - オン、5 - クロロ - 2 - メチル - 4 - イソチアゾリン - 3 - オンマグネシウムクロライド、5 - クロロ - 2 - メチル - 4 - イソチアゾリン - 3 - オンカルシウムクロライド、2 - メチル - 4 - イソチア

10

20

30

40

50

ゾリン - 3 - オンカルシウムクロライド等が挙げられる。その他の防腐防黴剤の具体例として、無水酢酸ナトリウム、ソルビン酸ナトリウム又は安息香酸ナトリウム、アーチケミカル社製、商品名プロクセル^{RTM} GXL (S) やプロクセル^{RTM} XL - 2 (S) 等が挙げられる。

【0042】

pH調整剤としては、調製されるインクに悪影響を及ぼさずに、インクのpHをおおよそ5~11の範囲に制御できるものであれば任意の物質を使用することができる。その具体例としては、例えば、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、N-メチルジエタノールアミン等のアルカノールアミン；水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属の水酸化物；水酸化アンモニウム（アンモニア水）；、炭酸リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カリウム等のアルカリ金属の炭酸塩；酢酸カリウム等の有機酸のアルカリ金属塩；ケイ酸ナトリウム、リン酸二ナトリウム等の無機塩基等が挙げられる。

10

【0043】

キレート試薬の具体例としては、例えば、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸ナトリウム、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸ナトリウム、ジエチレントリアミン五酢酸ナトリウム、ウラシル二酢酸ナトリウム等があげられる。

【0044】

防錆剤としては、例えば、酸性亜硫酸塩、チオ硫酸ナトリウム、チオグルコール酸アンモニウム、ジイソプロピルアンモニウムナイトライト、四硝酸ペンタエリスリトール又はジシクロヘキシルアンモニウムナイトライト等があげられる。

20

【0045】

水溶性紫外線吸収剤としては、例えばスルホン化したベンゾフェノン系化合物、ベンゾトリアゾ - ル系化合物、サリチル酸系化合物、桂皮酸系化合物、トリアジン系化合物が挙げられる。

【0046】

水溶性高分子化合物としては、ポリビニルアルコール、セルロース誘導体、ポリアミン又はポリイミン等があげられる。

【0047】

酸化防止剤としては、例えば、各種の有機系及び金属錯体系の褪色防止剤を使用することができる。前記有機系の褪色防止剤の例としては、ハイドロキノン類、アルコキシフェノール類、ジアルコキシフェノール類、フェノール類、アニリン類、アミン類、インダン類、クロマン類、アルコキシアニリン類、複素環類等が挙げられる。

30

【0048】

界面活性剤としては、アニオン系、カチオン系、ノニオン系等の公知の界面活性剤が挙げられる。

アニオン界面活性剤としては、アルキルスルホン酸塩、アルキルカルボン酸塩、-オレフィンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル酢酸塩、N-アシルアミノ酸及びその塩、N-アシルメチルタウリン塩、アルキル硫酸塩ポリオキシアルキルエーテル硫酸塩、アルキル硫酸塩ポリオキシエチレンアルキルエーテル磷酸塩、ロジン酸石鹼、ヒマシ油硫酸エステル塩、ラウリルアルコール硫酸エステル塩、アルキルフェノール型磷酸エステル、アルキル型磷酸エステル、アルキルアリールスルホン酸塩、ジエチルスルホ琥珀酸塩、ジエチルヘキルシルスルホ琥珀酸塩、ジオクチルスルホ琥珀酸塩等が挙げられる。

40

【0049】

カチオン界面活性剤としては、2-ビニルピリジン誘導体、ポリ4-ビニルピリジン誘導体等が挙げられる。

【0050】

両性界面活性剤としては、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ヤシ油脂肪酸アミ

50

ドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ポリオクチルポリアミノエチルグリシン、イミダゾリン誘導体等が挙げられる。

【0051】

ノニオン界面活性剤としては、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル等のエーテル系；ポリオキシエチレンオレイン酸エステル、ポリオキシエチレンジステアリン酸エステル、ソルビタンラウレート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタンセスキオレエート、ポリオキシエチレンモノオレエート、ポリオキシエチレンステアレート等のエステル系；2，4，7，9-テトラメチル-5-デシン-4，7-ジオール、3，6-ジメチル-4-オクチン-3，6-ジオール、3，5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール等のアセチレングリコール（アルコール）系；日信化学社製、商品名サーフィノール104、105、82、465、オルフィンSTG等；ポリグリコールエーテル系（例えばSIGMA-ALDRICH社製のTergritol 15-S-7等）；等が挙げられる。10

上記のインク調製剤は、それぞれ単独又は混合して用いられる。

【0052】

本発明のインク用エマルション液は、STEM像上の各粒子に同心の外接円と内接円を適用した時、該内接円の直径が5nm以上、300nm未満であり、かつ該同心の外接円と内接円の半径の差で定義される真円度が20nm以下である粒子を該エマルション組成物中に過半数以上を含む場合が好ましい。20

【0053】

本発明のインク用分散液組成物は、保存安定性に極めて優れる。従って、水性インク、特にインクジェット用水性インクとすると、優れた吐出安定性も実現できる。

水性インクとする場合上記染料及び／又は顔料が、水性インク中へ色材純分として0.3～1.0質量量%の範囲で含有するのが好ましい。

また上記防腐防黴剤、pH調整剤、キレート試薬、防錆剤、水溶性紫外線吸収剤、水溶性高分子化合物、色素溶解剤、酸化防止剤、界面活性剤等を添加して水性インク化しても良い。

【0054】

本発明の水性インクのpHとしては、保存安定性を向上させる目的で、pH5～11が好ましく、pH7～10がより好ましい。本発明のインク組成物のpH、表面張力は後記するようなpH調整剤、界面活性剤で適宜調整することが可能である。30

【0055】

本発明の水性インクは、各種分野において使用することができるが、筆記用水性インク、水性印刷インク、情報記録インク、捺染等に好適であり、インクジェット記録用インクとして用いることが特に好ましい。

【実施例】

【0056】

以下実施例により本発明を更に詳細に説明するが、これらの実施例により本発明が限定されるものではない。実施例において部は質量部を、%は質量%をそれぞれ意味する。40

【0057】

[水溶液1]

Joncryl 690（BASF社製）2.5部、4.8%水酸化ナトリウム（7.1部）、イオン交換水（67.7部），プロクセルGXL（アーチケミカル社製）0.1部，サーフィノール104（日信化学工業株式会社製）0.1部を混合し、70℃に昇温して10時間攪拌することにより、Joncryl 690の25%水溶液（エマルション液1）を得た。

【0058】

[エマルション液1]

10

20

30

40

50

ジョンクリル690(BASF 社製)40部をプロピレングリコール(60部)へ投入し、90120に昇温して5時間攪拌することにより、ジョンクリル690の40%溶解液を得た。

【0059】

[実施例1]

昇華性染料としてC.I.ディスパースオレンジ25(30部)、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液(18部)、[エマルション液1]で得たジョンクリル690のエマルション液(11部)、10%サーフィノール104(日信化学工業株式会社製)0.4部、プロクセルGXL(アーチケミカル社製)0.3部、イオン交換水40.3部からなる混合物を、0.2mm径ガラスピーブーズを用いてサンドミルにて、冷却下、約15時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水78部、プロピレングリコール10部、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液(12部)を加えて染料含有量が15%の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙GC-50(東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径0.5μm)で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去したインク用エマルション液を得た。

C.I.ディスパースオレンジ25	30部
ジョンクリル690 25%中和水溶液	18部
ジョンクリル690 40%PG溶解液	11部
10%サーフィノール104PG	0.4部
プロクセルGXL	0.3部
イオン交換水	40.3部

注1：エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレングリコールで10倍稀釀して添加した。

【0060】

[実施例2]

昇華性染料としてC.I.ディスパースイエロー-54(30部)、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液(18部)、[エマルション液1]で得たジョンクリル690のエマルション液(11部)、10%サーフィノール104(日信化学工業株式会社製)0.4部、プロクセルGXL(アーチケミカル社製)0.3部、イオン交換水40.3部からなる混合物を、0.2mm径ガラスピーブーズを用いてサンドミルにて、冷却下、約15時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水78部、プロピレングリコール10部、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液(12部)を加えて染料含有量が15%の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙GC-50(東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径0.5μm)で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去したインク用エマルション液を得た。

C.I.ディスパースイエロー-54	30部
ジョンクリル690 25%中和水溶液	18部
ジョンクリル690 40%PG溶解液	11部
10%サーフィノール104PG	0.4部
プロクセルGXL	0.3部
イオン交換水	40.3部

注1：エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレングリコールで10倍稀釀して添加した。

【0061】

[実施例3]

昇華性染料としてC.I.ディスパースレッド60(30部)、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液(18部)、[エマルション液1]で得たジョンクリル690のエマルション液(11部)、10%サーフィノール104(日信化学工業株式会

10

20

30

40

50

社製)0.4部、プロクセルGXL(アーチケミカル社製)0.3部、イオン交換水40.3部からなる混合物を、0.2mm径ガラスビーズを用いてサンドミルにて、冷却下、約15時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水78部、プロピレングリコール10部、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液(12部)を加えて染料含有量が15%の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙GC-50(東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径0.5μm)で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去したインク用エマルション液を得た。

C.I.ディスパースレッド60	30部	
ジョンクリル690 25%中和水溶液	18部	
ジョンクリル690 40%PG溶解液	11部	10
10%サーフィノール104PG	0.4部	
プロクセルGXL	0.3部	
イオン交換水	40.3部	

注1：エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレングリコールで10倍稀釀して添加した。

【0062】

[実施例4]

昇華性染料としてC.I.ディスパースブルー360(30部)、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液(18部)、[エマルション液1]で得たジョンクリル690のエマルション液(11部)、10%サーフィノール104(日信化学工業株式会社製)0.4部、プロクセルGXL(アーチケミカル社製)0.3部、イオン交換水40.3部からなる混合物を、0.2mm径ガラスビーズを用いてサンドミルにて、冷却下、約15時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水78部、プロピレングリコール10部、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液(12部)を加えて染料含有量が15%の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙GC-50(東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径0.5μm)で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去したインク用エマルション液を得た。

C.I.ディスパースブルー360	30部	
ジョンクリル690 25%中和水溶液	18部	
ジョンクリル690 40%PG溶解液	11部	30
10%サーフィノール104PG	0.4部	
プロクセルGXL	0.3部	
イオン交換水	40.3部	

注1：エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレングリコールで10倍稀釀して添加した。

【0063】

[実施例5]

昇華性染料としてC.I.ディスパースブルー359(30部)、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液(18部)、[エマルション液1]で得たジョンクリル690のエマルション液(11部)、10%サーフィノール104(日信化学工業株式会社製)0.4部、プロクセルGXL(アーチケミカル社製)0.3部、イオン交換水40.3部からなる混合物を、0.2mm径ガラスビーズを用いてサンドミルにて、冷却下、約15時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水78部、プロピレングリコール10部、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液(12部)を加えて染料含有量が15%の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙GC-50(東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径0.5μm)で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去したインク用エマルション液を得た。

C.I.ディスパースブルー359	30部	
------------------	-----	--

20

30

40

50

ジョンクリル 690 25% 中和水溶液	18 部
ジョンクリル 690 40% PG 溶解液	11 部
10% サーフィノール 104 PG	0.4 部
プロクセル GXL	0.3 部
イオン交換水	40.3 部

注 1 : エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレングリコールで 10 倍稀釀して添加した。

【 0 0 6 4 】

[実施例 6]

10

昇華性染料として C.I. ディスパースブルー 77 (30 部) 、 [水溶液 1] で得たジョンクリル 690 の 25% 中和水溶液 (18 部) 、 [エマルション液 1] で得たジョンクリル 690 のエマルション液 (11 部) 、 10% サーフィノール 104 (日信化学工業株式会社製) 0.4 部、プロクセル GXL (アーチケミカル社製) 0.3 部、イオン交換水 40.3 部からなる混合物を、0.2 mm 径ガラスピーブズを用いてサンドミルにて、冷却下、約 15 時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水 78 部、プロピレングリコール 10 部、 [水溶液 1] で得たジョンクリル 690 の 25% 中和水溶液 (12 部) を加えて染料含有量が 15% の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙 GC-50 (東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径 0.5 μm) で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去したインク用エマルション液を得た。

20

C.I. ディスパースブルー 77	30 部
ジョンクリル 690 25% 中和水溶液	18 部
ジョンクリル 690 40% PG 溶解液	11 部
10% サーフィノール 104 PG	0.4 部
プロクセル GXL	0.3 部
イオン交換水	40.3 部

注 1 : エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレングリコールで 10 倍稀釀して添加した。

【 0 0 6 5 】

[比較例 1]

30

昇華性染料として C.I. ディスパースオレンジ 25 (30 部) 、 [水溶液 1] で得たジョンクリル 690 の 25% 中和水溶液 54 部、 10% サーフィノール 104 (日信化学工業株式会社製) 0.4 部、プロクセル GXL (アーチケミカル社製) 0.3 部、イオン交換水 15.3 部からなる混合物を、0.2 mm 径ガラスピーブズを用いてサンドミルにて、冷却下、約 15 時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水 100 部を加えて染料含有量が 15% の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙 GC-50 (東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径 0.5 μm) で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去した水性分散液を得た。

40

C.I. ディスパースオレンジ 25	30 部
ジョンクリル 690 25% 中和水溶液	54 部
10% サーフィノール 104 PG 注 1	0.4 部
プロクセル GXL	0.3 部
イオン交換水	15.3 部

注 1 : エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレングリコールで 10 倍稀釀して添加した。

【 0 0 6 6 】

[比較例 2]

50

昇華性染料として C.I. ディスパースイエロー 54 (30 部) 、 [水溶液 1] で得た

ジョンクリル690の25%中和水溶液54部、10%サーフィノール104(日信化学工業株式会社製)0.4部、プロクセルGXL(アーチケミカル社製)0.3部イオン交換水15.3部からなる混合物を、0.2mm径ガラスビーズを用いてサンドミルにて、冷却下、約15時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水100部を加えて染料含有量が15%の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙GC-50(東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径0.5μm)で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去した水性分散液を得た。

C . I . ディスパースイエロー-54	30部	
ジョンクリル690 25%中和水溶液	54部	10
10%サーフィノール104PG 注1	0.4部	
プロクセルGXL	0.3部	
イオン交換水	15.3部	

注1：エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレングリコールで10倍稀釀して添加した。

【0067】

[比較例3]

昇華性染料としてC . I . ディスパースレッド60(30部)、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液54部、10%サーフィノール104(日信化学工業株式会社製)0.4部、プロクセルGXL(アーチケミカル社製)0.3部イオン交換水15.3部からなる混合物を、0.2mm径ガラスビーズを用いてサンドミルにて、冷却下、約15時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水100部を加えて染料含有量が15%の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙GC-50(東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径0.5μm)で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去した水性分散液を得た。

C . I . ディスパースレッド60	30部	
ジョンクリル690 25%中和水溶液	54部	
10%サーフィノール104PG 注1	0.4部	30
プロクセルGXL	0.3部	
イオン交換水	15.3部	

注1：エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレングリコールで10倍稀釀して添加した。

【0068】

[比較例4]

昇華性染料としてC . I . ディスパースブルー360(30部)、[水溶液1]で得たジョンクリル690の25%中和水溶液54部、10%サーフィノール104(日信化学工業株式会社製)0.4部、プロクセルGXL(アーチケミカル社製)0.3部イオン交換水15.3部からなる混合物を、0.2mm径ガラスビーズを用いてサンドミルにて、冷却下、約15時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水100部を加えて染料含有量が15%の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙GC-50(東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径0.5μm)で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去した水性分散液を得た。

C . I . ディスパースブルー360	30部	
ジョンクリル690 25%中和水溶液	54部	
10%サーフィノール104PG 注1	0.4部	50
プロクセルGXL	0.3部	

イオン交換水

15.3部

注1：エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレンギリコールで10倍稀釀して添加した。

【0069】

[比較例5]

昇華性染料としてC.I.ディスパースブルー359(30部)、[水溶液1]で得たジヨンクリル690の25%中和水溶液54部、10%サーフィノール104(日信化学工業株式会社製)0.4部、プロクセルGXL(アーチケミカル社製)0.3部イオン交換水15.3部からなる混合物を、0.2mm径ガラスピーブーズを用いてサンドミルにて、冷却下、約15時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水100部を加えて染料含有量が15%の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙GC-50(東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径0.5μm)で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去した水性分散液を得た。

C.I.ディスパースブルー359	30部
ジヨンクリル690 25%中和水溶液	54部
10%サーフィノール104 PG 注1	0.4部
プロクセルGXL	0.3部
イオン交換水	15.3部

注1：エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレンギリコールで10倍稀釀して添加した。

【0070】

[比較例6]

昇華性染料としてC.I.ディスパースブルー77(30部)、[水溶液1]で得たジヨンクリル690の25%中和水溶液54部、10%サーフィノール104(日信化学工業株式会社製)0.4部、プロクセルGXL(アーチケミカル社製)0.3部イオン交換水15.3部からなる混合物を、0.2mm径ガラスピーブーズを用いてサンドミルにて、冷却下、約15時間分散化処理を行った。分散処理後、イオン交換水100部を加えて染料含有量が15%の水性分散液を調製した。次いで、該分散液をガラス纖維濾紙GC-50(東洋濾紙株式会社製、フィルターの孔径0.5μm)で濾過し、粒子サイズの大きい成分を除去した水性分散液を得た。

C.I.ディスパースブルー77	30部
ジヨンクリル690 25%中和水溶液	54部
10%サーフィノール104 PG 注1	0.4部
プロクセルGXL	0.3部
イオン交換水	15.3部

注1：エアープロダクツ社製、アセチレンアルコール系消泡剤をプロピレンギリコールで10倍稀釀して添加した。

【0071】

下記表1中の数字は「部数」であり、略号は、以下の通りである。

- O r 2 5 : ディスパースオレンジ25
- B 3 5 9 : ディスパースブルー359
- B 3 6 0 : ディスパースブルー360
- Y 5 4 : ディスパースイエロー54
- B 7 7 : ディスパースブルー77
- R 6 0 : ディスパースレッド60

10

20

30

40

50

J C 6 9 0 : ジヨンクリル 6 9 0
 J C 6 8 3 : ジヨンクリル 6 8 3
 P G : プロピレングリコール
 SF420: サーフィノール 4 2 0

【 0 0 7 2 】

実施例及び比較例で得られた分散液の組成を表 1 及び 2 に、保存安定性試験の結果を表 3 及び 4 にまとめた。保存安定性については、常温での安定性の加速試験として 60 、 1 週間で保存し、色材の沈降の有無、保存後の粒度変化を評価した。

なお、粒度測定はMICRO TRAC UPA EX150(マイクロトラックベル株式会社製)を用いて行った。測定時には分散液を0.025%になるようにイオン交換水で希釈し、測定した。 10

【 0 0 7 3 】

【表 1 】

組成		実施例					
		1	2	3	4	5	6
染料	Or.25	30	30	30	30	30	30
	Y54						
	R60						
	B360						
	B359						
	B77						
分散剤	水溶液1	18	18	18	18	18	18
	エマルション液1	23	23	23	23	23	23
その他	10%SF104PG	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
	プロクセルGXL	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	PG	10	10	10	10	10	10
イオン交換水		118.3	118.3	118.3	118.3	118.3	118.3
合計		200	200	200	200	200	200

20

30

【 0 0 7 4 】

【表 2 】

組成		比較例					
		1	2	3	4	5	6
染料	Or.25	30	30	30	30	30	30
	Y54						
	R60						
	B360						
	B359						
	B77						
分散剤	水溶液1	54	54	54	54	54	54
	エマルション液1						
その他	10%SF104PG	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
	プロクセルGXL	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	PG	10	10	10	10	10	10
イオン交換水		105.3	105.3	105.3	105.3	105.3	105.3
合計		200	200	200	200	200	200

40

【 0 0 7 5 】

【表3】

実施例		評価試験結果			沈降性
		D10	D50	D90	
1	初期	56	100	190	○
	60°C 1week	71	123	240	○
2	初期	48	91	188	○
	60°C 1week	63	108	188	○
3	初期	52	104	197	○
	60°C 1week	79	120	223	○
4	初期	54	123	233	○
	60°C 1week	76	162	276	○
5	初期	60	112	221	○
	60°C 1week	80	143	255	○
6	初期	55	98	190	○
	60°C 1week	67	122	230	○

10

20

30

40

注) 保存安定性の評価 : 沈降が確認されない、 沈降が僅かに確認される、 × 沈降が相当程度確認される

【0076】

【表4】

比較例		評価試験結果			沈降性
		D10	D50	D90	
1	初期	45	99	199	○
	60°C 1week	120	780	1000	×
2	初期	55	89	198	○
	60°C 1week	90	188	309	×
3	初期	57	110	210	○
	60°C 1week	87	185	330	×
4	初期	60	123	235	○
	60°C 1week	95	188	330	×
5	初期	58	110	223	○
	60°C 1week	98	189	420	×
6	初期	52	100	226	○
	60°C 1week	88	190	350	×

【0077】

上記結果から、実施例はいずれも沈降は確認されず、粒度に大きな変化はなく、保存安定性は非常に優れる水準であった。一方、比較例はいずれも沈降が確認され、更に比較例

50

2 では分散液の分離が確認された。以上より本発明の実施例のインクはいずれも分散安定性に優れている事がわかった。比較例はいずれも分散安定性に劣っていた。

【産業上の利用可能性】

【0078】

本発明のインク用分散液組成物は、保存安定性が高く、水性インク、特にインクジェット用水性インクに用いるエマルション組成物として非常に有用である。