

(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2010-121130

(P2010-121130A)

(43) 公開日 平成22年6月3日(2010.6.3)

(51) Int.Cl.

C09D 11/00  
B41J 2/01(2006.01)  
(2006.01)

F 1

C09D 11/00  
B41J 3/04

テーマコード(参考)

2C056  
4J039

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2009-256951 (P2009-256951)  
 (22) 出願日 平成21年11月10日 (2009.11.10)  
 (31) 優先権主張番号 12/271968  
 (32) 優先日 平成20年11月17日 (2008.11.17)  
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(71) 出願人 596170170  
 ゼロックス コーポレイション  
 XEROX CORPORATION  
 アメリカ合衆国、コネチカット州 06856、ノーウォーク、ピーオーボックス 4505、グローバー・アヴェニュー 45  
 (74) 代理人 100082005  
 弁理士 熊倉 槟男  
 (74) 代理人 100067013  
 弁理士 大塚 文昭  
 (74) 代理人 100086771  
 弁理士 西島 孝喜  
 (74) 代理人 100109070  
 弁理士 須田 洋之

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ナノダイヤモンドブラック着色剤を含むインクジェットインク

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 改良されたインクの熱安定性、改良されたプリンタ信頼性、優れた隠蔽力、所望の色又は色相、及び機械的・一体性を備えるインクを提供する。

【解決手段】 (a) インクキャリアと、(b) ナノダイヤモンドブラックを含有する着色剤とを含むことを特徴とするインク。ナノダイヤモンドブラックは、グラファイト・シェルで実質的に取り囲まれたダイヤモンド状コアを含み、前記コアは前記コア及び前記シェルの総重量に対して10から70重量パーセントの量で存在する。

【選択図】なし

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

(a) インクキャリアと、(b) ナノダイヤモンドブラックを含有する着色剤とを含むことを特徴とするインク。

**【請求項 2】**

前記ナノダイヤモンドブラックは、グラファイト・シェルで実質的に取り囲まれたダイヤモンド状コアを含み、前記コアは前記コア及び前記シェルの総重量に対して 10 から 70 重量パーセントの量で存在することを特徴とする請求項 1 に記載のインク。

**【請求項 3】**

前記ナノダイヤモンドブラックは、グラファイト・シェルで実質的に取り囲まれたダイヤモンド状コアを有し、前記グラファイト・シェルは少なくとも 1 つの官能基で表面修飾されていることを特徴とする請求項 1 に記載のインク。 10

**【請求項 4】**

前記ナノダイヤモンドブラックは、グラファイト表面で実質的に取り囲まれたダイヤモンド状コアを有し、前記表面は、少なくとも 1 つの官能基で表面修飾され、前記少なくとも 1 つの官能基は、カルボキシル、カルボニル、キニン、エーテル、アルキル、ニトリル、ヒドロキシル、ラクトン、アミン、四級化アミン、及びそれらの混合物からなる群から選択されることを特徴とする請求項 1 に記載のインク。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本明細書には、相変化インクキャリアと、ナノダイヤモンドブラックを含有する着色剤とを含む、相変化インク、及び水性液体ビヒクルと、ナノダイヤモンドブラックを含有する着色剤とを含む、水性インクが開示される。 20

**【背景技術】****【0002】**

相変化インクは常温では固体であるが、インクジェット印刷装置の高温の動作温度においては液相で存在する。ジェット動作温度において、液体インクの小滴が印刷装置から噴射され、インク小滴は、直接、又は中間の加熱された転写ベルト又はドラムを介して、記録基材の表面に接触すると、急速に固化して、固化したインク滴の所定のパターンを形成する。 30

カラー印刷のための相変化インクは典型的には、相変化インクキャリア組成物を含み、これは相変化インクに相溶性の着色剤と組み合わされる。一連の着色相変化インクは、インクキャリア組成物を減法混色の原色の相溶性着色剤と組み合わせることによって形成することができる。減法混色の原色の相変化インクは、4 成分の染料、すなわちシアン、マゼンタ、イエロー及びブラックを含むことができるが、インクはこれらの 4 色には限定されない。インクは、単一の染料又は染料混合物を用いて形成することができる。着色剤は顔料を含むこともできる。

相変化インクは輸送及び長期保存の間、室温で固相のままなので、インクジェット・プリンタ用に望ましい。液体インクジェット用インクのインク蒸発の結果として生じるノズルの目詰まりに関連する問題が解消されるので、インクジェット印刷の信頼性は向上する。インク小滴が最終記録基材上に直接付着する相変化インクジェット・プリンタにおいて、小滴は基材に接触すると直ちに固化するので、印刷媒体に沿ったインクの移動が防止され、ドット品質が向上する。 40

相変化インクキャリア組成物として用いるのに適した組成物は公知である。適切なキャリア材料は、パラフィン、マイクロクリスタリンワックス、ポリエチレンワックス、エステルワックス、脂肪酸及び他のワックス状材料、脂肪アミド含有材料、スルホンアミド材料、異なる天然源（例えば、トール油ロジン及びロジンエステル）から作られる樹脂状材料、並びに多くの合成樹脂、オリゴマー、ポリマー、及びコポリマーを含むことができる。

10

20

30

40

50

## 【0003】

水性インクは一般に、水性液体ビヒクル、着色剤、及び任意に1つ又はそれ以上の添加剤を含む。水性インクに適したビヒクルの例は、水、グリコール、グリコール混合物、水と混和性有機成分、例えば、エチレンジリコール、プロピレンジリコール、ジエチレンジリコール、グリセリン、ジブロピレンジリコール、ポリエチレンジリコール、ポリブロピレンジリコールのようなグリコール、アミド、エーテル、カルボン酸、エステル、アルコール、有機スルフィド、有機スルホキシド、スルホン、ジメチルスルホキシド、スルホラン、アルコール誘導体、カルビトール、ブチルカルビトール、セロソルブ、エーテル誘導体、アミノアルコール、ケトン及び他の水混和性物質との混合物、並びにそれらの混合物を含む。

10

## 【0004】

染料を固体若しくは相変化インク組成物又は水性インク中の着色剤として用いると、鮮明な色の画像がもたらされる。しかしながら、ある種の可溶性染料は、熱安定性、耐光性、及び染料の移行に関する問題に煩わされることがある。さらに、ある種の染料のために必要とされるカスタム合成は、それらの製造の費用を高くすることがある。これらの問題の幾つかを克服するために、顔料を固体若しくは相変化インク着色剤又は水性インク着色剤として選択することができる。顔料系インクは調製に成功しており、固体又は相変化インク、及び水性インク・プリンタで用いられている。顔料は、固有の堅牢性、熱安定性及び耐光性を与えることができる。ワックスベースの画像内の染料系着色剤の移動性が、時間が経ったときの画像のゆがみ又は不鮮明さをもたらすことがあるのに対し、顔料は、印刷画像における染料の移動の問題も低減又は排除することができる。さらに、顔料は染料よりも安価なので、その結果、かなりの製造コスト上の利点を与える。しかしながら、顔料系インクをジェットインクに組み入れることは技術的に困難であることがあり、顔料系インクは噴射が困難になりがちである。

20

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0005】

【特許文献1】米国特許第5,861,349号

30

【特許文献2】米国特許第6,860,930号

【特許文献3】米国特許第4,889,560号

【特許文献4】米国特許第6,909,118号

【特許文献5】米国特許出願第11/290,202号

【特許文献6】米国特許出願第11/290,121号

【特許文献7】米国特許出願第7,259,275号

【特許文献8】米国特許第6,858,070号

【特許文献9】米国特許出願第7,279,587号

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

40

改良された水性及び相変化インク組成物に対する必要性が依然として存在する。プリンタ内で加熱されたときの経時的な色の安定性として現れる、改良されたインクの熱安定性、改良されたプリンタ信頼性を提供し、優れた隠蔽力を示し、所望の色又は色相を得ることを可能にし、耐スクランチ性及び耐摩耗性のような向上した機械的・一体性を提供する、水性及び相変化インク組成物に対する必要性が存在する。さらに、低い摩擦係数を有する水性及び相変化インクに対する必要性が依然として存在する。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0007】

本明細書において、(a)相変化インクキャリアと、(b)ナノダイヤモンドブラックを含有する着色剤とを含む、相変化インクが開示される。本明細書において、さらに、(a)水性液体ビヒクルと、(b)ナノダイヤモンドブラックを含有する着色剤とを含む、

50

水性インクが開示される。

【発明を実施するための形態】

【0008】

本明細書に開示されるインクは、インクキャリアとナノダイヤモンドブラック着色剤とを含み、水性インク及び相変化若しくは固体インクを含む。ナノダイヤモンドブラックは、水性溶媒及び有機溶媒の両方に容易に分散することができる。ナノダイヤモンドブラックは、優れた機械的、熱的及び電気的性質を示す。例外的な電気的、機械的、及び熱的特性に加えて、ナノダイヤモンドブラックはさらに、光を非常に効率的に吸収するので、本発明のインクに優れた黒色の濃さ（black color strength）を与える。ナノダイヤモンドは合成材料であり、安価に製造されるという利点を与え、それにより、本発明のインクに改良された性質と費用効果という利点を与える。

10

【0009】

ナノダイヤモンドは、四面体の  $s p^3$  炭素ダイヤモンド状コアと、実質的にコアを取り囲むフラー・レン  $s p^2$  グラファイト・シェルとを含む、ダイヤモンド材料である。実施形態において、ナノダイヤモンド結晶コアの直径は平均で 1 から 10 ナノメートル又は 5 ナノメートルまでである。実施形態において、ナノダイヤモンドブラックの B.E.T. 表面積は 270 から 380  $m^2/g$  である。実施形態において、ナノダイヤモンドブラックは、平均粒度が 5 から 500 ナノメートル又は 20 から 50 ナノメートルである。ナノダイヤモンドブラックの独特のモルホジは、調整可能なグラファイト表面シェルを備えた、ダイヤモンド状の硬度と化学的不活性度を有するコアを提供する。シェル表面は、炭素コアに直接連結し、ナノダイヤモンドを電気伝導性にする、76 パーセントの炭素、6 パーセントの酸素、及び 10 パーセントの窒素を含む官能性化学基のスペクトルを含む。ナノダイヤモンドはまた、熱伝導性もある。さらに、ナノダイヤモンドの独特的丸みを帯びた形状は、ダイヤモンドの硬度と耐摩耗性と共に、優れた潤滑性を与える。

20

【0010】

表面は化学的に調整することができるので、所望の性質を選択することができる。実施形態において、本明細書のナノダイヤモンド着色剤は、これらに限定されるものではないが、とりわけ、カルボキシル、カルボニル、キニン、エーテル、アルキル、例えばメチル、ニトリル、ヒドロキシル、ラクトン、アミン、四級化アミン、及びこれらの組合せのような基で表面修飾ができる。官能基はインクキャリアと相互作用する傾向があり、着色剤をより分散可能にするので、表面修飾されたナノダイヤモンドブラックは、未修飾のナノダイヤモンドブラックよりも水性インク又は相変化インク内でより容易に分散する。

30

【0011】

コア - シェル型ナノダイヤモンドブラック構造体は、実施形態において、コア - シェル型構造体の総重量に対して 10 から 70 重量パーセントまで、又は 30 から 60 重量パーセントまで、又は 40 から 50 重量パーセントまでの量で存在するダイヤモンド・コアを含むことができる。コア - シェル型ナノダイヤモンドブラックは、さらに、グラファイトと、とりわけ、上記のように -OH、-COOH、-NH<sub>2</sub> 又は四級化アミン、-CH<sub>3</sub> のような基で修飾された修飾グラファイトとで構成され、コア - シェル型構造体の総重量に対して 30 から 90 重量パーセントまで、40 から 70 重量パーセントまで、又は 50 から 60 重量パーセントまでの量で存在する、伝導性シェルを含むことができる。

40

【0012】

本明細書の実施形態のために選択することができるナノダイヤモンドブラックの具体的な例は、フロリダ州、ボカラトン（Boca Raton）の NanoBox（登録商標）Inc. から市販されている NB50 を含み、これは、50% の  $s p^3$  炭素及び 50% の  $s p^2$  炭素を有する ( $s p^3$  ダイヤモンド・コア及び  $s p^2$  グラファイト・エンベロープ、B.E.T 表面積 460  $m^2/g$ )。表面修飾ナノダイヤモンドブラックの例は、フロリダ州、ボカラトンの NanoBox（登録商標）Inc. から市販の NB50-OH、NB50-COOH、NB50-NH<sub>2</sub> 又は NB50 - 四級化アミン、及び NB50

50

- C H<sub>3</sub>を含み、これらはそれぞれ、- O H、- C O O H、- N H<sub>2</sub>又は四級化アミン、及び- C H<sub>3</sub>で修飾されたナノダイヤモンドブラックを含む。

#### 【0013】

ナノダイヤモンドは、商業的な供給元から入手することもでき、又は公知の方法によって合成することもできる。例えば、特許文献1は、酸素欠乏雰囲気下での爆発合成によってナノダイヤモンド材料を作成する方法を記載し、この方法は、実施形態において、負の酸素バランスを有する炭素含有爆薬又は爆薬混合物から本質的に構成される装填材料を閉鎖空間内で爆発させることを含み、爆発は、0.1から6容積パーセントの酸素と炭素に対して不活性の気体の残余部分とで本質的に構成された媒体中で、温度303から363°Kにて、濃度0.01から0.15kg/m<sup>3</sup>の炭素粒子の存在下で開始される。どのような適切な又は所望の爆薬を実施形態において選択することもでき、これは、HMX(オクトゲン、高分子量RDXとしても知られる)、トリニトロトリアミンベンゼン、RDX(シクロトリメチレントリニトロアミン)、RDXとトロチルとの混合物を含むが、それらに限定されない。別の実施形態において、ナノダイヤモンドブラックは、グラファイトを高エネルギーレーザパルスで照射することによって調製することができる。10

#### 【0014】

ナノダイヤモンドブラック着色剤は、所望の色又は色相を得るためにいずれかの所望量又は有効量、例えば、インクの0.05から30重量パーセントで、水性又は相変化インクの中に存在するが、量はこれらの範囲外であってもよい。

#### 【0015】

水性インク又は相変化インクは、カーボンブラック、アセチレンブラック、及びシャウイニガン(Shawinigan)ブラックのような他の黒色着色剤をさらに含むことができ、これは、インクの1から40重量パーセント、又は4から20重量パーセントの量で存在するが、量はこれらの範囲外であってもよい。カーボンブラックの例は、VULCAN(登録商標)、REGAL(登録商標)、及びBLACK PEARLS(登録商標)カーボンブラックを含む。ブラック着色剤の具体的な例は、BLACK PEARLS(登録商標)1000(B.E.T.表面積=343m<sup>2</sup>/g)、BLACK PEARLS(登録商標)880(B.E.T.表面積=240m<sup>2</sup>/g)、BLACK PEARLS(登録商標)800(B.E.T.表面積=230m<sup>2</sup>/g)、BLACK PEARLS(登録商標)L(B.E.T.表面積=138m<sup>2</sup>/g)、BLACK PEARLS(登録商標)570(B.E.T.表面積=110m<sup>2</sup>/g)、BLACK PEARLS(登録商標)170(B.E.T.表面積=35m<sup>2</sup>/g)、VULCAN(登録商標)XC72(B.E.T.表面積=254m<sup>2</sup>/g)、VULCAN(登録商標)XC72R(綿毛状形態のVULCAN(登録商標)XC72)、VULCAN(登録商標)XC605、VULCAN(登録商標)XC305、REGAL(登録商標)660(B.E.T.表面積=112m<sup>2</sup>/g)、REGAL(登録商標)400(B.E.T.表面積=96m<sup>2</sup>/g)、及びREGAL(登録商標)330(B.E.T.表面積=94m<sup>2</sup>/g)を含む。30

#### 【0016】

どのような適切なインクキャリアも相変化インク内に含めることができ、これは、パラフィン、マイクロクリスタリンワックス、ポリエチレンワックス、エステルワックス、アミド、脂肪酸及び他のワックス状材料、脂肪アミド含有材料、スルホンアミド材料、異なる天然源(例えば、トール油ロジン及びロジンエステル)から作られる樹脂状材料、並びに多くの合成樹脂、オリゴマー、ポリマー、及びコポリマーを含むことができる。40

#### 【0017】

適切なアミドの例は、モノアミド、ジアミド、トリアミド、テトラアミド、環式アミドを含む。適切なトリアミドは、例えば、特許文献2に開示されているようなものを含む。適切な他のアミド、例えば脂肪アミドは、モノアミド、テトラアミド、及びそれらの混合物を含み、例えば、特許文献3に開示されている。

固体インク組成物で用いることができる他の適切なキャリア材料は、イソシアネート誘

導樹脂及びワックス、例えば、ウレタンイソシアネート誘導材料、尿素イソシアネート誘導材料、ウレタン／尿素イソシアネート誘導材料、それらの混合物を含む。

適切なインクキャリア材料のさらなる例は、エチレン／プロピレンコポリマーを含む。コポリマーは、例えば、70から150までの融点、例えば80から130まで、又は90から120まで、及び500から4,000までの分子量範囲( $M_n$ )を有することができる。

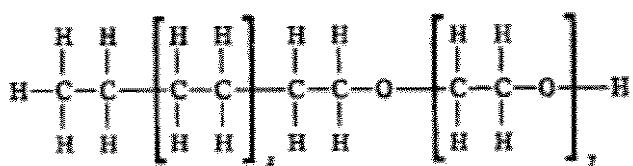
別の種類のインクキャリア材料は、n-パラフィン、分枝パラフィン、及び／又はナフテン系炭化水素とすることができます、典型的には5個から100個の炭素原子を有し、一般に天然炭化水素の精製により調製され、100から5,000までの分子量( $M_n$ )を有する。

10

#### 【0018】

典型的にはオレフィンの重合から調製される高度に分枝した炭化水素もまた用いることができる。さらに、インクキャリアは、例えば一般式

#### 【化1】



のようなエトキシ化アルコールとすることができます、ここで $x$ は1から50の整数であり、 $y$ は1から70の整数である。この材料は、60から150までの融点及び100から5,000までの分子量( $M_n$ )範囲を有することができる。

20

#### 【0019】

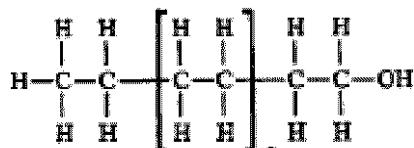
さらなる例として、インクキャリアは、モノアミド、テトラアミド、それらの混合物のような脂肪アミドから作ることができます。適切なモノアミドは、50から150までの融点を有することができますが、融点はこれらの範囲外であってもよい。適切なモノアミドの具体的な例は、一級モノアミド又は二級モノアミドを含む。ステアルアミド、ベヘンアミド／アラキドアミド、オレアミド、工業用オレアミド、及びエルカミドは、適切な一級アミドの幾つかの例である。ベヘニルベヘンアミド、ステアリルステアルアミド、ステアリルエルカミド、エルシルエルカミド、オレイルパルミトアミド、及びエルシルステアルアミドは、適切な二級アミドの幾つかの例である。さらなる適切なアミド材料は、N,N'-エチレンビスステアルアミド、オレイルパルミトアミド、N,N'-エチレンビスステアルアミド、及びN,N'-エチレンビスオレアミドを含む。

30

#### 【0020】

さらなる任意成分は、例えば一般式

#### 【化2】



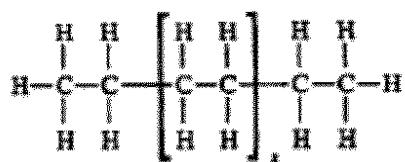
40

のような高分子量線状アルコールを含むことができ、ここで $x$ は1から50の整数であり、インクビヒクルとして用いることもできる。これらの材料は50から150までの融点及び100から5,000までの分子量( $M_n$ )範囲を有することができます。

#### 【0021】

さらなる例は、例えば一般式

## 【化3】

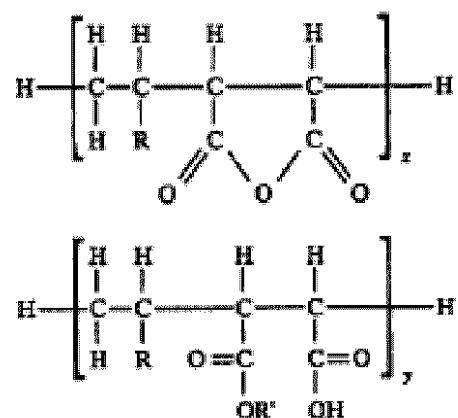


の炭化水素ベースのワックスを含むことができ、ここで $x$ は1から200までの整数である。これらの材料は60から150までの融点及び100から5,000までの分子量( $M_n$ )範囲を有することができる。

## 【0022】

さらなる例は、グラフト共重合により調製されるポリオレフィンの修飾無水マレイン酸炭化水素付加物を含み、これは、例えば、一般式

## 【化4】



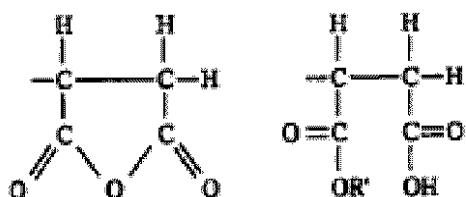
であって、Rは1から50個の炭素原子を有するアルキル基であり、R'はエチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、又は5から500個の炭素原子を有するアルキル基であり、xは9から13までの整数であり、yは1から50までの整数であり、50から150までの融点を有するものであり、及び一般式

## 【化5】



であって、 $R_1$ 及び $R_3$ は炭化水素基であり、 $R_2$ は一般式

## 【化6】



のうちのいずれか一方又はそれらの混合物であり、R'はイソプロピル基であるものであり、この材料は70から150までの融点を有することができ、例は修飾無水マレイン酸コポリマーである。

## 【0023】

適切なインクビヒクルのさらなる例は、ロジンエステル、ポリアミド、ダイマー酸アミド、脂肪酸アミド、エポキシ樹脂、流動パラフィンワックス、流動マイクロクリスタリンワックス、フィッシャー・トロップシュ(Fischer-tropsch)ワックス、ポリビニルアルコール樹脂、ポリオール、セルロースエステル、セルロースエーテル、ポリ

10

20

30

40

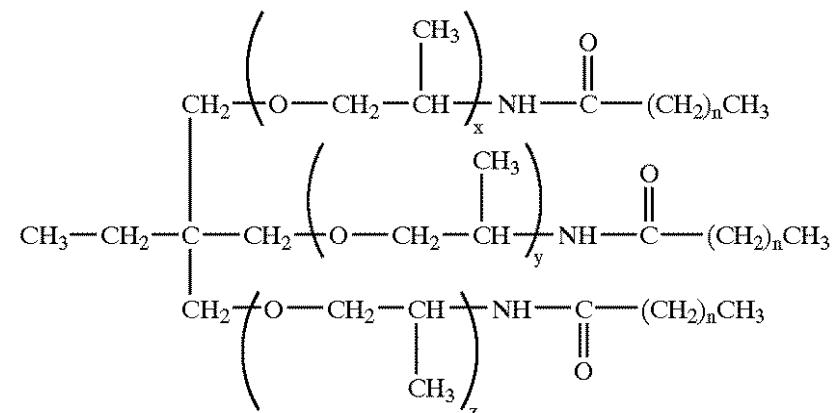
50

ビニルピリジン樹脂、脂肪酸、脂肪酸エステル、ポリスルホンアミド、安息香酸エステル、フタル酸可塑剤、クエン酸可塑剤、マレイン酸可塑剤、スルホン、例えばジフェニルスルホン、n - デシルスルホン、n - アルニルスルホン (n - arnyl sulfone) 、シクロフェニルメチルスルホンなど、ポリビニルピロリジノンコポリマー、ポリビニルピロリドン / ポリ酢酸ビニルコポリマー、ノボラック樹脂、天然物ワックス、例えば蜜ろう、モントン (monton) ろう、カンデリラろうなど、線状一級アルコールと線状長鎖アミド又は脂肪酸アミドとの混合物、例えば、モノヒドロキシステアリン酸プロピレングリコール、モノヒドロキシステアリン酸グリセロール、モノヒドロキシステアリン酸エチレングリコール、N (2 - ヒドロキシエチル) - 12 - ヒドロキシステアルアミド、N , N' - エチレン - ビス - 12 - ヒドロキシステアルアミド、N , N' - エチレン - ビス - リシノールアミドを含めた、6個から24個までの炭素原子を有するものを含む。さらに、4個から16個の炭素原子を有する線状長鎖スルホン、例えば、n - プロピルスルホン、n - ペンチルスルホン、n - ヘキシリスルホン、n - ヘプチルスルホン、n - オクチルスルホン、n - ノニルスルホン、n - デシルスルホン、n - ウンデシルスルホン、n - ドデシルスルホン、n - トリデシルスルホン、n - テトラデシルスルホン、n - ペンタデシルスルホン、n - ヘキサデシルスルホンは、適切なインクビヒクル材料である。

## 【0024】

特許文献4に記載されているインクビヒクルインクビヒクルを用いることもできる。インクビヒクルは、特許文献2に記載されているような分枝トリアミド

## 【化7】



を含むことができ、ここでnは34から40未満までの平均値を有し、x、y及びzは各々ゼロ又は整数であり、x、y及びzの合計は5から6未満までである。

## 【0025】

水性インクに適したビヒクルの例は、水、グリコール、グリコール混合物、水と混和性有機成分、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、グリセリン、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のようなグリコール、アミド、エーテル、カルボン酸、エステル、アルコール、有機スルフィド、有機スルホキシド、スルホン、ジメチルスルホキシド、スルホラン、アルコール誘導体、カルビトール、ブチルカルビトール、セロソルブ、エーテル誘導体、アミノアルコール、ケトン及び他の水混和性物質との混合物、並びにそれらの混合物を含む。

## 【0026】

本明細書の相変化インクは、一般に少なくとも2つの硬化性モノマーと、着色剤と、特に硬化性モノマーであるインクの硬化性成分の重合を開始する、特に光開始剤である放射性活性化開始剤とを含有する、放射線硬化性インクを含む。具体的な実施形態において、本明細書に開示されるインクビヒクルは、どのような適切な硬化性モノマー又はポリマーも含むことができる。適切な材料の例は、アクリレート及びメタクリレートモノマー化合

10

20

30

40

50

物のようなラジカル硬化可能なモノマー化合物を含み、これらは相変化インクキャリアとして用いるのに適している。比較的、非極性のアクリレート及びメタクリレートモノマーの具体的な例は、イソボルニルアクリレート、イソボルニルメタクリレート、ラウリルアクリレート、ラウリルメタクリレート、イソデシルアクリレート、イソデシルメタクリレート、カプロラクトンアクリレート、2-フェノキシエチルアクリレート、イソオクチルアクリレート、イソオクチルメタクリレート、ブチルアクリレート、並びにそれらの混合物及び組合せを含む。多官能性アクリレート及びメタクリレートのモノマー及びオリゴマーを、反応性希釈剤として、及び硬化された画像の架橋密度を高めることができる材料として、相変化インク内に含めることができ、それにより硬化した画像の韌性が増強される。適切な多官能性アクリレート及びメタクリレートのモノマー及びオリゴマーの例は、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ペンタエリスリトールテトラメタクリレート、1,2-エチレングリコールジアクリレート、1,2-エチレングリコールジメタクリレート、1,6-ヘキサンジオールジアクリレート、1,6-ヘキサンジオールジメタクリレート、1,12-ドデカノールジアクリレート、1,12-ドデカノールジメタクリレート、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレートトリアクリレート、プロポキシ化ネオペンチルグリコールジアクリレート、ヘキサンジオールジアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、ジプロピレングリコールジアクリレート、アミン修飾ポリエーテルアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、グリセロールプロポキシ化トリアクリレート、ジペンタエリスリトールペンタアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、エトキシ化ペンタエリスリトールテトラアクリレート、並びにそれらの混合物及び組合せを含む。反応性希釈剤がインクキャリア材料に添加される場合には、反応性希釈剤はいずれかの所望量又は有効量で、例えば、キャリアの1から約80重量パーセントまでの量で添加される。

10

20

30

40

## 【0027】

インクビヒクルは、紫外線のような放射線に曝露したときに硬化性モノマーとして挙動する化合物のような、液体中に溶解された場合に比較的狭い温度範囲にわたって比較的急激な粘度の上昇を経るという点でゲルのような挙動を示す少なくとも1つの化合物を含むことができる。そのような液体硬化性モノマーの1つの例は、プロポキシ化ネオペンチルグリコールジアクリレートである。

## 【0028】

本明細書に開示されているような幾つかの化合物は、少なくとも30、少なくとも10、又は少なくとも5の温度範囲にわたって少なくとも $10^3$ センチポアズ、少なくとも $10^5$ センチポアズ、少なくとも $10^6$ センチポアズの粘度の変化を経るが、粘度変化及び温度範囲はこれらの範囲外であってもよく、これらの範囲の変化を経ない化合物もまた本明細書に含まれる。

## 【0029】

本明細書に開示される少なくとも幾つかの化合物は、第1の温度で半固体ゲルを形成することができる。例えば、この化合物を相変化インクに組み入れる場合、この温度は、インクジェットが噴射される特定の温度を下回る温度である。半固体ゲル相は、1つ又はそれ以上の固体ゲル化剤分子と液体溶媒とを含む動的平衡で存在する物理的ゲルである。半固体ゲル相は、水素結合、ファンデルワールス相互作用、芳香族非結合性相互作用、イオン性結合又は配位結合、ロンドン分散力などのような非共有結合的相互作用で互いに保持された分子成分の動的にネットワーク化された集成であり、温度、機械的攪拌などの物理的力、又はpH、イオン強度などのような化学的力で刺激されると、巨視的レベルで液体から半固体状態への可逆的転移を経ることができる。ゲル化剤分子を含む溶液は、温度が溶液のゲル化点を上回るは下回るようになると、半固体ゲル状態と液体状態との間で熱的可逆的転移を示す。この半固体ゲル相と液体相との間の転移の可逆的サイクルは、溶液調合物において多数回繰り返さることができる。

## 【0030】

具体的な実施形態において、本明細書に開示されるインクビヒクルは、どのような適切

50

な光開始剤も含むことができる。具体的な開始剤の例は、とりわけ、Ciba Speciality Chemicalsから全て市販されているIrgacure(登録商標)127、Irgacure(登録商標)379、Irgacure(登録商標)819を含むが、それらに限定されない。さらなる適切な開始剤の例は、ベンゾフェノン、ベンゾフェノン誘導体、イソプロピルチオキサンテノン、アリールスルホニウム塩、アリールヨードニウム塩、ベンジルケトン、モノマー性ヒドロキシルケトン、ポリマー性ヒドロキシルケトン、-アミノケトン、アシルホスフィンオキシド、メタロセン、ベンゾインエーテル、ベンジルケタール、-ヒドロキシアルキルフェノン、-アミノアルキルフェノン、アシルホスフィンオキシド、アシルホスフィン開始剤を含む。具体的な例は、1-ヒドロキシ-シクロヘキシルフェニルケトン、ベンゾフェノン、2-ベンジル-2-(ジメチルアミノ)-1-(4-(4-モルホリニル)フェニル)-1-ブタノン、2-メチル-1-(4-メチルチオ)フェニル-2-(4-モルホリニル)-1-プロパノン、ジフェニル-(2,4,6-トリメチルベンゾイル)ホスフィンオキシド、フェニルビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)ホスフィンオキシド、ベンジル-ジメチルケタール、イソプロピルチオキサントン、2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド、2,4,6-トリメチルベンゾイルエトキシフェニルホスフィンオキシド、ビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)-フェニル-ホスフィンオキシド及び他のアシルホスフィン、2-メチル-1-(4-メチルチオ)フェニル-2-(4-モルホリニル)-1-プロパノン及び1-(4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチルプロパン-1-オン、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルホリノフェニル)ブタノン-1、2-ヒドロキシ-1-(4-(4-2-ヒドロキシ-2-メチルプロピオニル)-ベンジル)-フェニル)-2-メチルプロパン-1-オン、2-ジメチルアミノ-2-(4-メチルベンジル)-1-(4-モルホリン-4-イルフェニル)-ブタノン、チタノセン、イソプロピルチオキサントン、1-ヒドロキシ-シクロヘキシルフェニルケトン、ベンゾフェノン、2,4,6-トリメチルベンゾフェノン、4-メチルベンゾフェノン、ジフェニル-(2,4,6-トリメチルベンゾイル)ホスフィンオキシド、2,4,6-トリメチルベンゾイルフェニルホスフィン酸エチルエステル、オリゴ(2-ヒドロキシ-2-メチル-1-(4-(1-メチルビニル)フェニル)プロパノン)、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-1-プロパノン、ベンジル-ジメチルケタール、並びにこれらの混合物を含む。

## 【0031】

相変化インクはまた、アミン相乗剤を含むこともでき、これは、光開始剤に水素原子を提供することにより、重合を開始させるラジカル種を形成させることができる共同開始剤(co-initiator)であり、さらに、フリーラジカル重合を阻害する溶存酸素を消費することにより、重合速度を高めることもできる。適切なアミン相乗剤の例は、エチル-4-ジメチルアミノベンゾエート、2-エチルヘキシル-4-ジメチルアミノベンゾエート、並びにこれらの混合物を含む。

## 【0032】

本明細書に開示されるインクのための開始剤は、いずれかの所望の又は有効な波長で、例えば、200から560ナノメートルまでの波長で放射線を吸収することができる。

任意に、開始剤は相変化インク中にいずれかの所望量又は有効量で、例えば、インク組成物の0.5から15重量パーセントの量で存在する。

## 【0033】

どのような適切な反応性ワックスも、本明細書に開示のビヒクル中で相変化のために用いることができる。実施形態において、反応性ワックスは、他の成分と混和性の、硬化性モノマーと共に重合してポリマーを形成することになる硬化性ワックス成分を含む。ワックスを含めることで、噴射温度から冷却したときのインクの粘度の上昇が促進される。

## 【0034】

実施形態において、反応性ワックスは、重合性基で官能化されたヒドロキシル末端ポリエチレンワックスである。適切なワックスの例は、硬化性基で官能化されたワックスを含

10

20

30

40

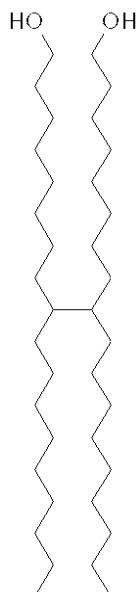
50

む。硬化性基は、アクリレート、メタクリレート、アルケン、アリルエーテル、エポキシド及びオキセタン含むことができる。これらのワックスは、カルボキシル基又はヒドロキシルのような変換可能な官能基を備えたワックスの反応によって合成することができる。

### 【0035】

硬化性基で官能化することができるヒドロキシル末端ポリエチレンワックスの適切な例は、構造  $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_n - \text{CH}_2\text{OH}$  を有し、鎖長  $n$  の混合物が存在し、平均鎖長は選択された実施形態において 16 から 50 までの範囲である炭素鎖と、同様の平均鎖長の線状低分子量ポリエチレンとの混合物を含む。2,2-ジアルキル-1-エタノールで特徴付けられるゲルベ (Guerbet) アルコールもまた適切な化合物である。ゲルベアルコールの具体的な実施形態は、16 個から 36 個の炭素を含有するものを含む。実施形態において、PRIPOL (登録商標) 2033 が選択され、PRIPOL (登録商標) 2033 は、式

### 【化8】



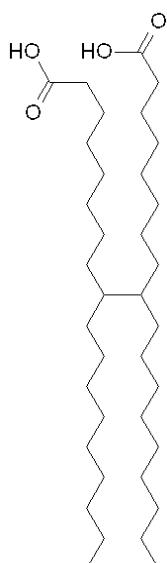
の異性体、並びに不飽和及び環式基を含んでいてもよい他の分枝異性体を含む、C-36 ダイマージオール混合物である。これらのアルコールと UV 硬化性部分を備えたカルボン酸とを反応させて、反応性エステルを形成することができる。これらの酸の例は、アクリル酸及びメタクリル酸を含むが、それらに限定されない。

### 【0036】

硬化性基で官能化することができるカルボン酸末端ポリエチレンワックスの適切な例は、構造  $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_n - \text{COOH}$  を有し、鎖長  $n$  の混合物が存在し、平均鎖長は選択された実施形態において 16 から 50 までの範囲である炭素鎖と、同様の平均鎖長の線状低分子量ポリエチレンとの混合物を含むがそれらに限定されない。他の適切なワックスは、 $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_n - \text{COOH}$  の構造を有する、例えば  $n = 14$  のヘキサデカン酸又はパルミチン酸、 $n = 15$  のヘプタデカン酸又はマルガリン酸又はダツリニン酸 (daturic acid)、 $n = 16$  のオクタデカン酸又はステアリン酸、 $n = 18$  のエイコサン酸又はアラキジン酸、 $n = 20$  のドコサン酸又はベヘン酸、 $n = 22$  のテトラコサン酸又はリグノセリン酸、 $n = 24$  のヘキサコサン酸又はセロチン酸、 $n = 25$  のヘプタコサン酸又はカルボセリン酸 (carboceric acid)、 $n = 26$  のオクタコサン酸又はモンタン酸、 $n = 28$  のトリアコンタン酸又はメリシン酸、 $n = 30$  のドトリアコンタン酸又はラッセル酸、 $n = 31$  のトリトリアコンタン酸又はセロメリシン酸又はブシリニン酸 (psyllinic acid)、 $n = 32$  のテトラトリアコンタン酸又はゲダ酸 (geddic acid)、 $n = 33$  のペントトリアコンタン酸又はセロプラスチン酸である。2,2-ジアルキルエタン酸として特徴付けられるゲルベ (Guerbet) 酸もまた適切な化合物である。選択されるゲルベ酸は、16 から 36 個の炭素を含有するものであり、それらの多くはニュージャージー州、ニューア

ークの J a r c h e m I n d u s t r i e s I n c . から市販されている。 P R I P  
O L (登録商標) 1009 (式

## 【化 9】

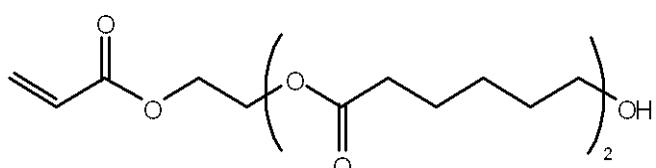


10

の異性体、並びに不飽和及び環式基を含んでいてもよい他の分枝異性体を含む、C - 36  
ダイマー酸混合物)もまた用いることができる。これらのカルボン酸とUV硬化性部分を  
備えたアルコールとを反応させて、反応性エステルを形成することができる。これらのアルコールの例は、2 - アリルオキシエタノール、

20

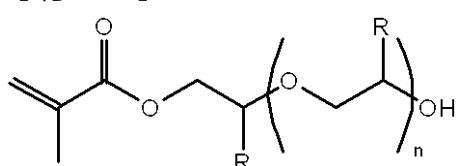
## 【化 10】



S a r t o m e r C o m p a n y , I n c 製の S R 4 9 5 B 、

30

## 【化 11】



S a r t o m e r C o m p a n y , I n c . 製の C D 5 7 2 (R = H、n = 10) 及び  
S R 6 0 4 (R = M e、n = 4) を含むが、それらに限定されない。

## 【0037】

B a k e r P e t r o l i t e から P O L Y W A X (登録商標) 500 として入手で  
きるもののようなポリエチレンワックスであって、蒸留して 15 パーセントの低分子量画  
分及び 15 パーセントの高分子量画分が除去され、H T - G P C で測定した場合に M p =  
582、M n = 562、M w = 579、M W D = 1.03 であるものもまた適切である。

40

実施形態において、任意成分の硬化性ワックスは、インクの例えば 1 から 25 重量パ  
ーセントの量でインク内に含まれるが、量はこれらの範囲外であってもよい。

硬化性モノマー又はプレポリマーと硬化性ワックスとを合わせて、インクの 50 重量%  
より多く、又は少なくとも 70 重量%、又は少なくとも 80 重量% を構成することができる。

## 【0038】

どのような適切なゲル化剤も本明細書に開示のインクビヒクルのために用いること  
ができる。実施形態において、例えば特許文献 5 に記載されているようなゲル化剤である。実

50

施形態において、本明細書のゲル化剤は、特許文献6に開示されている材料を含むことができる。本明細書に開示されているようなゲル化剤化合物は、いずれかの所望の又は有効な方法で調製することができる。例えば、実施形態において、ゲル化剤は特許文献7に記載されているように調製することができる。

本明細書の実施形態はさらに、ゲル化剤を有するインク（すなわちゲル化剤を有する非硬化性インク）を含む。

#### 【0039】

放射線硬化の実施形態について、インクの硬化は、インク画像を、いずれかの所望の又は有効な波長、例えば200から480ナノメートルまでの化学線に曝露することによって達成することができるが、波長はこれらの範囲外であってもよい。化学線に対する曝露は、いずれかの所望の又は有効な時間、例えば0.2から15秒間にわたるものとすることができますが、曝露時間はこれらの範囲外であってもよい。硬化とは、インク中の硬化性化合物が化学線に曝露されると、架橋、鎖延長などのように分子量が増大することを意味する。

10

#### 【0040】

種々の任意成分の添加剤を使用することができる。例えば、固体又は液体可塑剤のいずれかであり得る可塑剤、例えば、フタル酸ベンジル、リン酸トリアリールエステル、テトラ安息香酸ペンタエリスリトール、アジピン酸ジアルキル、フタル酸ジアルキル、セバシン酸ジアルキル、フタル酸アルキルベンジル、モノステアリン酸エチレングリコール、モノステアリン酸グリセロール、モノステアリン酸プロピレングリコール、フタル酸ジシクロヘキシル、イソフタル酸ジフェニル、リン酸トリフェニル、イソフタル酸ジメチル、及びそれらの混合物などもまた、インクキャリア中に含まれることができる。可塑剤は、いずれかの所望量又は有効量、例えばインクキャリアの0.05重量%から1.5重量%まで存在することができるが、量はこれらの範囲外であってもよい。

20

#### 【0041】

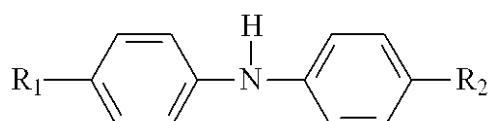
インクはまた、画像を酸化から保護するため、またインク成分をインク調製プロセスの加熱部分の間の酸化から保護するために、任意に酸化防止剤を含むことができる。

実施形態において、ヒンダードアミン酸化防止剤は、インク中にいずれかの所望量又は有効量で、例えばインクキャリアの0.001から0.50重量パーセントまで、存在することができるが、量はこれらの範囲外であってもよい。

30

適切なヒンダードアミン酸化防止剤の例は、一般式

#### 【化12】



のものを含み、ここでR<sub>1</sub>及びR<sub>2</sub>は各々、互いに独立して、水素原子、又は線状、分枝、飽和、不飽和、環式、置換、及び非置換のアルキル基を含むアルキル基とすることができます、酸素、窒素、イオウ、ケイ素、リン、ホウ素のようなヘテロ原子がアルキル基中に存在していてもしてもよく、少なくとも1つの炭素原子を有する1つの実施形態において、置換されている場合、置換基はアルキル又はフェニルとすることができます。

40

ヒンダードフェノール酸化防止剤を提供することもできる。1つの実施形態において、ヒンダードフェノールは比較的高濃度で存在する。高濃度のヒンダードフェノール酸化防止剤は、酸化それ自体の開始を遅延させることにより長期熱安定性を最大化する。ヒンダードフェノール酸化防止剤はインク中にいずれかの所望量又は有効量で、例えばインクキャリアの0.01重量%から4.0重量%まで存在するが、量はそれらの範囲外であってもよい。2つ又はそれ以上のヒンダードフェノール酸化防止剤の混合物を使用することもできる。

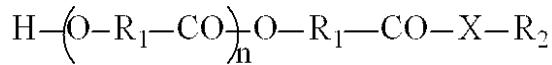
#### 【0042】

インクビヒクル中に存在するナノダイヤモンド着色剤又は代替的な粒子を分散及び安定

50

化させる目的で、任意に、分散剤がインク内にいずれかの所望量又は有効な量で存在することができる。分散剤は、いずれかの所望量又は有効量、例えばインクキャリアの  $1 \times 10^{-5}$  重量%から 30 重量%まで存在することができるが、量はそれらの範囲外であってもよい。適切な分散剤の具体的な例はポリエステル分散剤であり、ここで分散剤は、式

## 【化13】



のポリエステルである場合を含み、ここで各  $R_1$  はアルキレン基であり、線状、分枝、飽和、不飽和、環式、置換、及び非置換の、8個から40個の炭素を含むアルキル基を含み、置換されている場合、置換基は、ハロゲン原子、エーテル基、アルデヒド基、ケトン基、エステル基、アミド基、カルボニル基、チオカルボニル基、スルフェート基、スルホネート基、スルホン酸基、スルフィド基、スルホキシド基、ホスフィン基、ホスホニウム基、ホスフェート基、ニトリル基、メルカプト基、ニトロ基、ニトロソ基、スルホン基、アシル基、酸無水物基、アジド基、アゾ基、シアナト基、イソシアナト基、チオシアナト基、イソチオシアナト基、カルボキシレート基、カルボン酸基、ウレタン基、ウレア基、それらの混合物とすることができる、2つ又はそれ以上の置換基が一緒に連結して環を形成することができ、

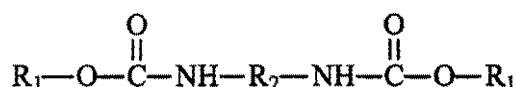
$X$  は (i) 酸素原子、(ii) 少なくとも2つの炭素原子を有し、酸素又は窒素原子を介してカルボニル基に結合するアルキレン基であり、 $R_2$  は (i) 水素原子、(ii) 一級、二級若しくは三級アミン基又はそれらと酸との塩、又は四級アンモニウム塩の基であり、 $n$  は繰り返し基の数を表す整数であり、例えば2から20までである。

他の分散剤は、Noveon, Inc. の Solperse (登録商標) 13240、Solperse (登録商標) 13940、並びにそれらの混合物を含むがそれらに限定されない。

## 【0043】

別のクラスの適切な分散剤は、一般式

## 【化14】



の、酸化された合成又は石油ワックスのウレタン誘導体を含み、ここで  $R_1$  は式  $C H_3 (C H_2)_n$  のアルキル基であり、 $n$  は5から200の整数であり、 $R_2$  はアリーレン基であり、インクビヒクルとしても用いることができる。これらの材料は60から120までの融点を有することができる。

適切な分散剤の別の例は、特許文献8に開示されているようなポリアルキレンスクシニミド分散剤である。

## 【0044】

ロジンエステル樹脂、それらの混合物などもまた、インクキャリアの中に含まれることができ。ロジンエステル樹脂は、インクキャリア内にいずれかの所望量又は有効量で、例えばインクキャリアの0.5重量%から20重量%まで存在することができるが、量はこれらの範囲外であってもよい。

## 【0045】

実施形態において、本明細書における水性インクのための添加剤は、インクの粘度を高めるためのポリマー性添加剤を含むことができ、例えば0.001から10重量パーセントまでの量で添加することができるが、量はこれらの範囲外であってもよい。適切なポリマー性添加剤は、これらに限定されないが、例えば、アラビアゴム、ポリアクリル酸塩、ポリメタクリル酸塩、ポリビニルアルコール、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリビニルピロリドン、ポリビニルエーテル、でんぶん、多糖類、

10

20

30

40

50

ポリエチレンイミンのポリエチレンオキシド及びポリプロピレンオキシドによる誘導体のような、水溶性ポリマーを含む。当該分野で公知のように、例えば、殺生物剤、浸透制御添加剤、pH制御剤、浸透剤、界面活性剤などのような、他の任意成分のインク添加剤を実施形態において選択することができる。

#### 【0046】

インクキャリアは、調製される相変化又は水性インク中にいずれかの所望量又は有効量で、例えばインクの50重量%から99重量%まで存在することができるが、量はそれらの範囲外であってもよい。

1つの具体的な実施形態において、相変化インクキャリアは110未満の融点を有し、他の実施形態において100未満の融点を有するが、インクキャリアの融点はそれらの範囲外であってもよい。10

#### 【0047】

1つの実施形態において、本明細書において開示される相変化インク組成物は、1つの実施形態において約130以下、他の実施形態において120以下、さらに他の実施形態において110以下、さらに他の実施形態において100以下の融点を有するが、融点はそれらの範囲外であってもよい。

本明細書に開示されるプロセスにより調製される相変化インク組成物は、145以下、1つの実施形態において130以下、他の実施形態において120以下、さらに他の実施形態において110以下、さらになお他の実施形態において80以下であるがこれららの範囲外であってもよい噴射温度において、1つの実施形態においては30cps以下、他の実施形態においては25cps以下、さらに他の実施形態においては20cps以下、別の実施形態においては2cps以下、さらなる実施形態においては3cps以下、さらに別の実施形態においては4cps以下の溶融粘度を有するが、溶融粘度はこれらの範囲外であってもよい。20

#### 【0048】

インク組成物は、どのような所望の又は適切な方法で調製することもできる。例えば、インクキャリア成分と一緒に混合し、ナノダイヤモンド着色剤、及び存在する場合には追加的な任意成分の着色剤を添加し、次に、例えばボールミリング、及び任意に加熱を行うことができる。本明細書における水性インクの場合、インク成分を攪拌により一緒に混合し、任意に濾過して、水性インクを得ることができる。本明細書の相変化インクについては、例えば、インク成分と一緒に混合し、次いで、1つの実施形態においては少なくとも約100、1つの実施形態では140を越えないが、それらの範囲外であってもよい温度まで加熱し、均一なインク組成物が得られるまで攪拌し、その後、インクを室温（典型的には約20から約25）まで冷却することができる。相変化インクは室温で固体である。特定の実施形態において、形成プロセスの間に、溶融状態のインクを型に注ぎ入れ、冷却及び固化させて、インクスティックを形成する。30

#### 【0049】

本明細書に開示されるインクは、直接印刷インクジェット・プロセスのための装置において、及び間接（オフセット）印刷インクジェット用途において、使用することができる。別の実施形態は、本明細書に開示されるインクをインクジェット印刷装置に組み込み、インクを溶融させ、溶融インクの小滴を画像のパターンで記録基材上に噴射するステップを含むプロセスに向けられる。本明細書に開示されるように調製されたインクは、間接（オフセット）印刷インクジェット用途のための装置で使用することができる。別の実施形態は、本明細書に開示されているように調製されたインクをインクジェット印刷装置に組み込み、インクを溶融させ、溶融インクの小滴を画像のパターンで中間転写部材上に噴射し、画像のパターンのインクを中間転写部材から最終記録基材上に転写するステップを含むプロセスに向けられる。特定の実施形態において、中間転写部材は、最終記録シートの温度を上回り、かつ印刷装置内の溶融インクの温度を下回る温度まで加熱される。1つの特定の実施形態において、印刷装置は、圧電振動要素の振動によって画像パターンでのインクの小滴の噴射が引き起こされる、圧電印刷プロセスを使用する。40

さらに他の実施形態は、(a)水性液体ビヒクルとナノダイヤモンドブラックを含有する着色剤とを含む水性インクをインクジェット印刷装置内に組み込み、(b)インクの小滴を画像パターンで基材上に噴射させるステップを含む方法に向けられる。

#### 【0050】

普通紙、罫線ノートブック紙、ボンド紙、シリカコーティング紙、透明材料、布地、テキスタイル製品、プラスチック、ポリマーフィルム、金属のような無機基材及び木材を含む、どのような適切な基材又は記録シートも使用することができる。

#### 【実施例1】

#### 【0051】

相変化インクを以下の様に調製する。21グラムのSANTICIZER(登録商標)278(ミズーリ州セントルイスのMonsanto Polymer Products Co.から入手可能なフタル酸エステル可塑剤)及び117グラムの溶融したKEMAMIDE(登録商標)S-180(テネシー州メンフィスのWitco Chemical Co.から入手可能なステアリルステアルアミド)、及び0.54グラムのNAUGARD(登録商標)445(コネチカット州ミドルベリー(Middlebury)のUniroyal Chemical Co.から入手可能な酸化防止剤)を予熱した110のステンレス鋼の容器に(この順序で)加える。次にこの成分をプロペラミキサで混合し、71グラムのKE-100(日本国大阪の荒川化学工業株式会社から入手可能な水素化アビエチン酸のグリコールエステル)をこの混合物に20分かけてゆっくりと加え、混合物温度を少なくとも100に維持する。60グラムのUNIREZ(登録商標)2970(ニュージャージー州ウェイン(Wayne)のUnion Camp Corp.から入手可能なダイマー酸ベースのテトラアミド)を次にこの混合物に15分かけて加え、その間、混合物の最低温度をまた100に維持する。このブレンドを全てのテトラアミドが溶解するまで1時間混合する。50グラムのNB50(フロリダ州ボカラトン(Boca Raton)のNANOBOX(登録商標)Inc.製のナノダイヤモンドブラック)をこのインクベースブレンドに添加し、強力な攪拌により、又は超音波を用いて、1時間混合する。次にこのブラックインクを5psiの窒素圧の下で2.0ミクロンのフィルタ(Pall Filter P/N PFY1U2-20ZJ, S/N 416)に通す。

#### 【実施例2】

#### 【0052】

水性インクを以下のように調製する。40グラムの蒸留水を30グラムのスルホラン及び8グラムの2-ピロリジノンと30分間混合する。20グラムのNB50(フロリダ州ボカラトン(Boca Raton)のNANOBOX(登録商標)Inc.から入手可能なナノダイヤモンドブラック)を混合物に加え、10分間、超音波処理を用いた強力な攪拌にて混合する。次に、このブラックインクを、およそ5psiの窒素圧の下で2.0ミクロンのフィルタ(Pall Filter P/N PFY1U2-20ZJ, S/N 416)を通して濾過する。

#### 【実施例3】

#### 【0053】

未修飾のナノダイヤモンドブラックNB50の代わりにヒドロキシル修飾ナノダイヤモンドブラック(NANOBOX(登録商標)Inc.から入手可能なNB50-OH)を配合すること以外は実施例1のプロセスを繰り返して、相変化インクを調製する。

#### 【実施例4】

#### 【0054】

未修飾のナノダイヤモンドブラックNB50の代わりに四級化アミン修飾ナノダイヤモンドブラック(NANOBOX(登録商標)Inc.から入手可能なNB50-四級化アミン)を配合すること以外は実施例2のプロセスを繰り返して、水性インクを調製する。

10

20

30

40

---

フロントページの続き

(74)代理人 100109335

弁理士 上杉 浩

(72)発明者 ジン ウー

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14534 ピツツフォード ウッドグリーン ドライブ 1  
25

F ターム(参考) 2C056 EA04 EA13 FC01

4J039 AD21 AE06 AF01 BA02 BB01 BD04 BE01 BE12 BE19 BE22

BE27 BE28 BE30 CA03 CA06 EA04 EA19 EA29 EA37 EA44

FA01 FA02 FA03 GA24