

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6115110号
(P6115110)

(45) 発行日 平成29年4月19日(2017.4.19)

(24) 登録日 平成29年3月31日(2017.3.31)

(51) Int.Cl.

F I

C09D	11/326	(2014.01)	C09D	11/326	
B41M	5/00	(2006.01)	B41M	5/00	120
B41J	2/01	(2006.01)	B41J	2/01	501
B01F	17/00	(2006.01)	B01F	17/00	
C09D	17/00	(2006.01)	C09D	17/00	

請求項の数 11 (全 53 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2012-271212 (P2012-271212)
 (22) 出願日 平成24年12月12日(2012.12.12)
 (65) 公開番号 特開2014-114409 (P2014-114409A)
 (43) 公開日 平成26年6月26日(2014.6.26)
 審査請求日 平成27年11月12日(2015.11.12)

(73) 特許権者 000006747
 株式会社リコー
 東京都大田区中馬込1丁目3番6号
 (74) 代理人 100107515
 弁理士 廣田 浩一
 (72) 発明者 成瀬 充
 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式
 会社リコー内
 (72) 発明者 野々垣 正康
 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式
 会社リコー内
 (72) 発明者 羽切 稔
 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式
 会社リコー内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料分散剤、顔料分散体、インクジェット記録用インク、インクカートリッジ、インクジェット記録方法、及びインクジェット記録装置

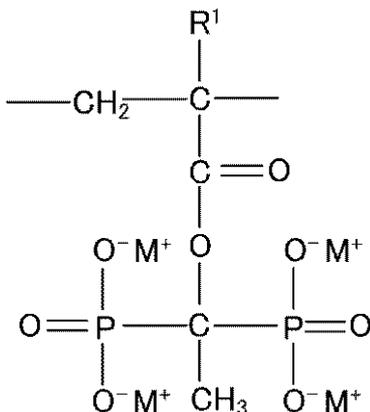
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

水、水溶性有機溶剤、顔料、及び下記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーを含有することを特徴とするインクジェット記録用インク。

<一般式(1)>

【化1】



ただし、前記一般式(1)中、R¹は、水素原子、及びメチル基のいずれかを表す。M⁺は、アルカリ金属イオン、有機アミンイオン、及び水素イオンから選択される少なくとも1種を表す。

【請求項 2】

一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーが、更に、前記一般式(1)で表される構造単位以外の重合性モノマー由来の構造単位を含む請求項1に記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 3】

一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーの含有量が、0.05質量%~10.0質量%である請求項1から2のいずれかに記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 4】

水溶性有機溶剤が、1,3-ブタンジオール、グリセリン、2-エチル-1,3-ヘキサジオール及び2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールから選択される少なくとも1種である請求項1から3のいずれかに記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 5】

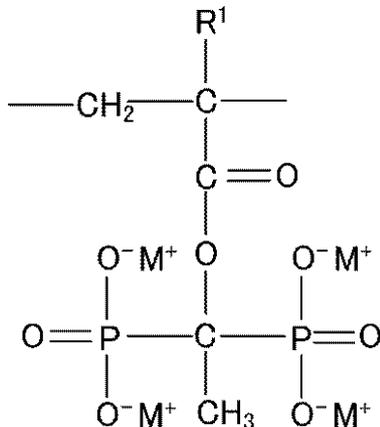
水溶性有機溶剤の含有量が、10質量%~60質量%である請求項1から4のいずれかに記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 6】

下記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーからなることを特徴とする顔料分散剤。

<一般式(1)>

【化 2】



ただし、前記一般式(1)中、R¹は、水素原子、及びメチル基のいずれかを表す。M⁺は、アルカリ金属イオン、有機アミンイオン、及び水素イオンから選択される少なくとも1種を表す。

【請求項 7】

一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーが、更に、前記一般式(1)で表される構造単位以外の重合性モノマー由来の構造単位を含む請求項6に記載の顔料分散剤。

【請求項 8】

水、顔料、及び請求項6から7のいずれかに記載の顔料分散剤を含有することを特徴とする顔料分散体。

【請求項 9】

請求項1から5のいずれかに記載のインクジェット記録用インクを容器中に収容してなることを特徴とするインクカートリッジ。

【請求項 10】

請求項1から5のいずれかに記載のインクジェット記録用インクに刺激を印加し、前記インクジェット記録用インクを飛翔させて画像を記録するインク飛翔工程を少なくとも含むことを特徴とするインクジェット記録方法。

【請求項 11】

請求項1から5のいずれかに記載のインクジェット記録用インクに刺激を印加し、前記インクジェット記録用インクを飛翔させて画像を記録するインク飛翔工程を少なくとも有することを特徴とするインクジェット記録装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリマー、及びインクジェット記録用インク（以下、単に「インク」と称することもある。）に関する。

【背景技術】

【0002】

インクジェット記録方式は、他の記録方式に比べてプロセスが簡単であり、かつフルカラー化が容易であり、簡略な構成の装置であっても高解像度の画像が得られるという利点があることから、普及してきている。このインクジェット記録方式は、熱により発生する泡や、ピエゾや静電等を利用して発生させた圧力で少量のインクを飛翔させ、紙等の記録媒体に付着させて素早く乾燥させること（又は記録媒体に浸透させること）により、画像形成する方式であり、パーソナル及び産業用のプリンタや印刷まで用途が拡大してきている。

10

【0003】

このようなインクジェット記録方式では、着色剤として水溶性染料を使用した水系インクが主に用いられているが、前記染料インクは、耐候性及び耐水性に劣るという欠点がある。このため、水溶性染料に代えて水不溶性の顔料を使用する顔料インクの研究が進められている。しかし、前記顔料インクは、前記染料インクに比べて発色性やインクの吐出安定性、保存安定性が未だ劣っている。

20

また、OA用プリンタの高画質化技術の向上に伴って、顔料インクにおいて記録媒体として普通紙を用いても高い画像濃度が要求されている。しかし、前記顔料インクは、記録媒体として普通紙を使用すると、紙中へ浸透することにより紙表面の顔料濃度が低くなり、画像濃度が低くなるという問題がある。

【0004】

また、近年、特に産業用途としての需要が高まり、高速印字化が望まれている。このような高速印字化に伴ってラインヘッドを搭載したインクジェットプリンターも提案されている。高速印字化を図るため、記録媒体に付着したインクの乾燥速度を速めるために、インクに浸透剤を添加し水を記録媒体中に浸透させることにより乾燥を早める手段が試みられているが、水だけでなく顔料の記録媒体への浸透性も高くなってしまい、画像濃度が低下してしまうという問題がある。

30

【0005】

また、記録媒体として普通紙を用いた場合には、印字直後、インクの溶媒である水により普通紙表面が膨潤し、表裏の伸び率差が大きくなり、カールが発生するという問題がある。このような現象は乾燥が進むにつれて解消するため、低速印字では問題とならなかった。しかし、高速印字化に伴って、印字後のカールが解消されないまま記録媒体を搬送する必要があるため、紙詰まりの問題を引き起こすおそれがある。カールについては、インク中の有機溶剤の含有量を増やす手段が有効であるがインクがより疎水性に近づくため、インクの保存安定性を確保することが困難になる。

【0006】

40

前記課題を解決するため、例えば、液体ビフィクル、着色剤、及び特定のカルシウム指数値を有する少なくとも1つの官能基を有するポリマーを含有するインクジェットインク組成物が提案されている（特許文献1参照）。この提案では、前記ポリマーを構成するモノマーとして4-メタクリルアミド-1-ヒドロキシブタン-1,1-ジホスホン酸が示されており、着色剤が紙と接触した際に、ポリマーのジホスホン酸基と紙中のCa塩とで不安定にさせ、印刷画像を向上させることができるとされている。

しかし、前記提案の技術では、前記ポリマーを顔料分散体の分散剤、及び添加剤として使用するのではなく、前記ポリマーを着色剤に被覆させており、前記ポリマーの官能基は、ジホスホン酸基と水酸基が隣接しているため、ジホスホン酸基と水酸基の水素結合が生じやすいためか、インクの分散安定性が低く、普通紙での画像濃度が不十分に得られないと

50

いう問題がある。

【 0 0 0 7 】

また、紙にCa塩を含む受理液を付着させ、リン含有基が結合した顔料、樹脂エマルジョン、及び界面活性剤を含むインクを印字するインクジェット記録方法が提案されている（特許文献2参照）。この提案には、リン含有基としてビスホスホン酸が好ましいことが記載されており、前記受理液のCa塩とリン含有基とが反応し、フェザリング及び定着性を向上させる効果があると記載されている。しかし、前記提案の技術では、ホスホン酸基含有ポリマーを顔料分散体の分散剤、及び添加剤として使用するのではなく、リン酸が結合した顔料を使用しており、普通紙に記録した場合の画像濃度の向上効果は十分なものではない。

10

【 0 0 0 8 】

また、着色剤、水、水溶性有機溶剤、界面活性剤、及びキレート剤を含んでなる水性インクが提案されている（特許文献3参照）。この提案では、前記キレート剤として、低分子化合物であるヒドロキシエチリデンジホスホン酸又はその塩が用いられている。前記キレート剤は、顔料等の分散体に含まれるカルシウム等を除去し、吐出安定性及び保存安定性を改善できるとされている。しかし、前記提案には、低分子化合物であるヒドロキシエチリデンジホスホン酸しか記載されておらず、ホスホン酸を含有するポリマーについては記載がなく、キレート剤と普通紙に記録した場合の画像濃度の向上効果との関係についても記載されていない。

【 0 0 0 9 】

したがって、普通紙に記録した場合でも高い画像濃度が得られ、水溶性有機溶剤の含有量が多くなっても保存安定性に優れたインクジェット記録用インクの提供が望まれている。

20

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 1 0 】

本発明は、従来における前記諸問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。即ち、本発明は、普通紙に記録した場合でも高い画像濃度が得られ、水溶性有機溶剤の含有量が多くなっても保存安定性に優れたインクジェット記録用インクを提供することを目的とする。

30

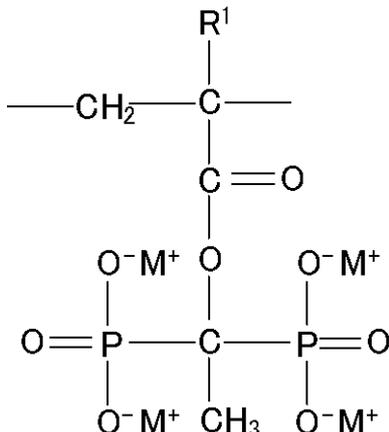
【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 1 】

前記課題を解決するための手段としての本発明のインクジェット記録用インクは、水、水溶性有機溶剤、顔料、及び下記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーを含有する。

< 一般式(1) >

【 化 1 】



40

ただし、前記一般式(1)中、R¹は、水素原子、及びメチル基のいずれかを表す。M

50

* は、アルカリ金属イオン、有機アミンイオン、及び水素イオンから選択される少なくとも1種を表す。

【発明の効果】

【0012】

本発明によると、前記従来における諸問題を解決でき、前記目的を達成することができ、普通紙に記録した場合でも高い画像濃度が得られ、水溶性有機溶剤の含有量が多くなっても保存安定性に優れたインクジェット記録用インクを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】図1は、インクカートリッジの一例を示す概略図である。

10

【図2】図2は、図1のインクカートリッジのケースも含めた概略図である。

【図3】図3は、インクジェット記録装置の一例を示す斜視図である。

【図4】図4は、インクジェット記録装置の一例を示す図である。

【図5】図5は、インクジェット記録装置のインクジェットヘッドの一例を示す概略拡大図である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

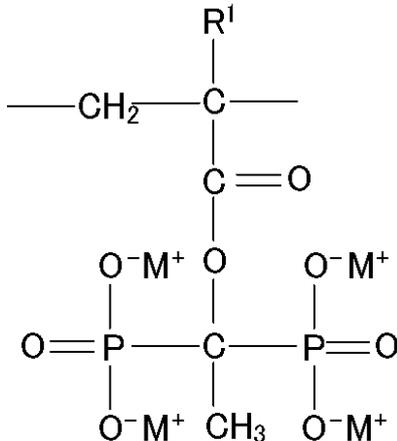
(ポリマー)

本発明のポリマーは、下記一般式(1)で表される構造単位を含み、更に必要に応じてその他の構造単位を含んでなる。

20

<一般式(1)>

【化2】



30

ただし、前記一般式(1)中、R¹は、水素原子、及びメチル基のいずれかを表す。M⁺は、アルカリ金属イオン、有機アミンイオン、及び水素イオンから選択される少なくとも1種を表す。

【0015】

前記一般式(1)中のM⁺のアルカリ金属イオンにおけるアルカリ金属としては、例えば、リチウム、ナトリウム、カリウム、などが挙げられる。

40

前記M⁺の有機アミンイオンにおける有機アミンとしては、例えば、モノ、ジ或いはトリメチルアミン、モノ、ジ或いはトリエチルアミン等のアルキルアミン類；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、メチルエタノールアミン、メチルジエタノールアミン、ジメチルエタノールアミン、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、イソプロパノールアミン、トリスヒドロキシメチルアミノメタン、2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオール(AEPD)等のアルコールアミン類；コリン、モルホリン、N-メチルモノホルリン、N-メチル-2-ピロリドン、2-ピロリドン等の環状アミン、などが挙げられる。

前記M⁺としては、半数以上又は全てが、アルカリ金属イオン又は有機アミンイオンであり、残りは水素イオン(プロトン)であることが好ましい。

50

【 0 0 1 6 】

前記ポリマーは、前記一般式(1)で表される構造単位以外にも、更に、重合性モノマー由来の構造単位を含むことが好ましい。

前記重合性モノマーとしては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、重合性の疎水性モノマー、重合性の親水性モノマー、などが挙げられる。

【 0 0 1 7 】

前記重合性の疎水性モノマーとしては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、スチレン、 α -メチルスチレン、4-t-ブチルスチレン、4-クロロメチルスチレン等の芳香族環を有する不飽和エチレンモノマー；(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n-ブチル、マレイン酸ジメチル、イタコン酸ジメチル、フマル酸ジメチル、(メタ)アクリル酸ラウリル(C12)、(メタ)アクリル酸トリデシル(C13)、(メタ)アクリル酸テトラデシル(C14)、(メタ)アクリル酸ペンタデシル(C15)、(メタ)アクリル酸ヘキサデシル(C16)、(メタ)アクリル酸ヘプタデシル(C17)、(メタ)アクリル酸ノナデシル(C19)、(メタ)アクリル酸エイコシル(C20)、(メタ)アクリル酸ヘンエイコシル(C21)、(メタ)アクリル酸ドコシル(C22)等の(メタ)アクリル酸アルキル；1-ヘプテン、3,3-ジメチル-1-ペンテン、4,4-ジメチル-1-ペンテン、3-メチル-1-ヘキセン、4-メチル-1-ヘキセン、5-メチル-1-ヘキセン、1-オクテン、3,3-ジメチル-1-ヘキセン、3,4-ジメチル-1-ヘキセン、4,4-ジメチル-1-ヘキセン、1-ノネン、3,5,5-トリメチル-1-ヘキセン、1-デセン、1-ウンデセン、1-ドデセン、1-トリデセン、1-テトラデセン、1-ペンタデセン、1-ヘキサデセン、1-ヘプタデセン、1-オクタデセン、1-ノナデセン、1-エイコセン、1-ドコセ等のアルキル基を持つ不飽和エチレンモノマー、などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【 0 0 1 8 】

前記重合性の親水性モノマーとしては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、(メタ)アクリル酸又はその塩、マレイン酸又はその塩、マレイン酸モノメチル、イタコン酸、イタコン酸モノメチル、フマル酸、4-スチレンスルホン酸、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸等のアニオン性不飽和エチレンモノマー；(メタ)アクリル酸-2-ヒドロキシエチル、ジエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、トリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、テトラエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、(メタ)アクリルアミド、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、N-ビニルホルムアミド、N-ビニルアセトアミド、N-ビニルピロリドン、アクリルアミド、N,N-ジメチルアクリルアミド、N-t-ブチルアクリルアミド、N-オクチルアクリルアミド、N-t-オクチルアクリルアミド等の非イオン性不飽和エチレンモノマー、などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【 0 0 1 9 】

前記一般式(1)で表される構造単位の質量比率は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、前記ポリマー全量に対して、10質量%~100質量%が好ましく、20質量%~80質量%がより好ましく、20質量%~60質量%が更に好ましい。前記質量比率が、前記より好ましい範囲内であると、インクジェット記録用インクに用いた場合、高い画像濃度が得られ、分散安定性と保存安定性が良好となる点で有利である。

【 0 0 2 0 】

前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーは、以下に説明する本発明のポリマーの製造方法により製造することができる。また、前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーは、特に制限はなく、各種分野に幅広く用いることができるが、インクジェット記録用インクにおける顔料分散剤、顔料濃度向上剤、顔料用結着樹脂、粘度調整剤などとして好適に用いることができる。

10

20

30

40

50

【0021】

< ポリマーの製造方法 >

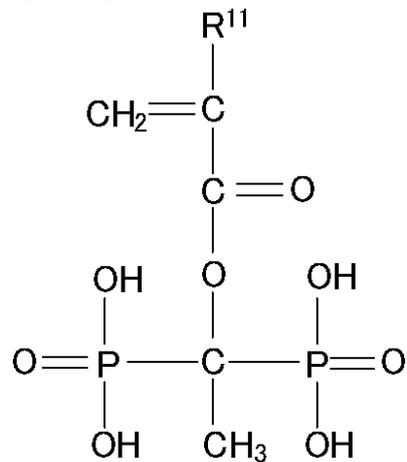
本発明で用いられるポリマーの製造方法は、少なくとも下記一般式(2)で表される化合物を重合させた後、得られたポリマーをアルカリ金属塩基及び有機アミン塩基のいずれかで中和処理する工程を含み、更に必要に応じてその他の工程を含んでなる。

【0022】

前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーは、下記一般式(2)で表される化合物を単独で重合させた後、又は下記一般式(2)で表される化合物と前記重合性モノマーとを共重合させた後、アルカリ金属塩基及び有機アミン塩基のいずれかで中和処理することで合成することができる。

< 一般式(2) >

【化3】

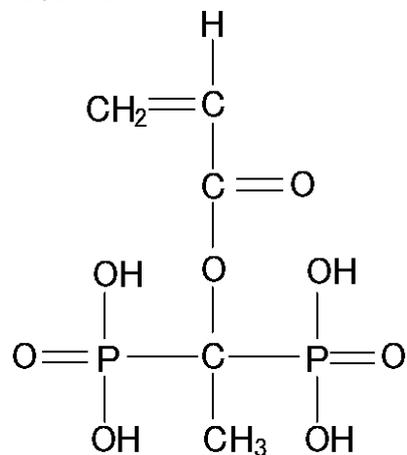


ただし、前記一般式(2)中、 R^{11} は、水素原子及びメチル基のいずれかを表す。

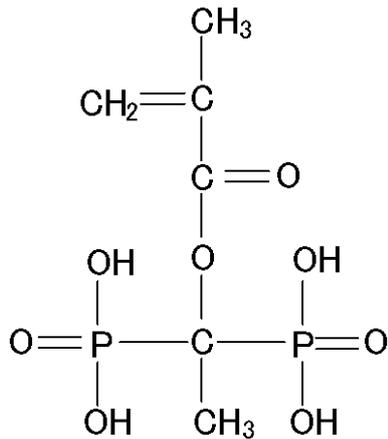
【0023】

前記一般式(2)で表される化合物としては、例えば、 R^{11} が水素原子である下記構造式で表される1-アクリロキシエタン-1、1-ジホスホン酸、 R^{11} がメチル基である下記構造式で表される1-メタクリロキシエタン-1、1-ジホスホン酸、が挙げられる。これらの化合物は、例えば、特開昭58-222095号公報に記載の方法で合成することができる。

【化4】



【化5】



10

【0024】

前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーの合成方法としては、重合操作及び分子量の調整が容易なことから、ラジカル重合開始剤を用いる方法が好ましく、有機溶剤中で重合させる溶液重合が更に好ましい。

前記溶液重合でラジカル重合を行う際の溶剤としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、メタノール、エタノール、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶剤；酢酸エチル、酢酸ブチル等の酢酸エステル系溶剤；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素系溶剤；イソプロパノール、エタノール、シクロヘキサン、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、ヘキサメチルホスホアミド、などが挙げられる。これらの中でも、ケトン系溶剤、酢酸エステル系溶剤、アルコール系溶剤が好ましい。

20

【0025】

前記ラジカル重合開始剤としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、パーオキシケタール、ヒドロパーオキシド、ジアルキルパーオキシド、ジアシルパーオキシド、パーオキシジカーボネート、パーオキシエステル、シアノ系のアゾビスイソブチロニトリル、アゾビス(2-メチルブチロニトリル)、アゾビス(2,2'-イソバレロニトリル)、非シアノ系のジメチル-2,2'-アゾビスイソブチレート、などが挙げられる。これらの中でも、分子量の制御がしやすく、分解温度が低い点から、有機過酸化物、アゾ系化合物が好ましく、アゾ系化合物が特に好ましい。

30

前記重合開始剤の含有量は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、重合性モノマーの総質量に対して、1質量%～10質量%が好ましい。

【0026】

前記ポリマーの分子量を調整するために、連鎖移動剤を適量添加してもよい。

前記連鎖移動剤としては、例えば、メルカプト酢酸、メルカプトプロピオン酸、2-ロパンチオール、2-メルカプトエタノール、チオフェノール、ドデシルメルカプタン、1-ドデカンチオール、チオグリセロール、などが挙げられる。

重合温度は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、50～150が好ましく、60～100がより好ましい。重合時間は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、3時間～48時間が好ましい。

40

【0027】

得られたポリマーをアルカリ金属塩基及び有機アミン塩基のいずれかで中和処理する。

前記中和処理は、アルカリ金属塩基又は有機アミン塩基にてポリマーのホスホン酸基の一部又は全てを中和することで行うことができる。

なお、前記アルカリ金属塩基又は有機アミン塩基の中和処理は、インクの製造工程において顔料とポリマーとを混合した状態で行うことも可能である。

【0028】

前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーは、より具体的には、攪拌機、温

50

度計、及び窒素導入管を備えたフラスコ内の溶媒、前記一般式(2)の化合物、及び必要に応じて重合性モノマーを、重合開始剤存在下窒素ガス還流下、60 ~ 150 の温度で反応させた後、アルカリ金属塩基及び有機アミン塩基のいずれかで中和処理することで合成することができる。

【0029】

前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーの重量平均分子量は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、3,000 ~ 60,000 が好ましく、5,000 ~ 50,000 がより好ましく、6,000 ~ 30,000 が更に好ましい。

前記重量平均分子量は、例えば、ゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)により測定することができる。

10

【0030】

前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーの重量平均分子量は、重合温度や重合開始剤量及び反応時のモノマー濃度である程度制御が可能である。

前記重合温度に関しては、高温にて短時間で重合すると低分子量のポリマーが得られやすく、低温にて長時間かけて重合すれば高分子量のポリマーが得られやすい傾向にある。

前記重合開始剤の含有量については、多い方が低分子量のポリマーが得られやすく、少ない方が高分子量のポリマーが得られやすい傾向にある。

前記反応時のモノマー濃度については、高濃度の方が低分子量のポリマーが得られやすく、低濃度の方が高分子量のポリマーが得られやすい傾向にある。

20

【0031】

(インクジェット記録用インク)

本発明のインクジェット記録用インクは、水、水溶性有機溶剤、及び本発明の前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーを含有し、更に必要に応じてその他の成分を含有してなる。

【0032】

<一般式(1)で表される構造単位を含むポリマー>

本発明のインクジェット記録用インクは、前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーを含有することを特徴とする。

30

前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーは、ホスホン酸基が隣接した2塩基酸の構造を有しており、隣接したホスホン酸基の間に不要な親水性基が存在しない前記一般式(1)で表される構造単位を含むので、低分子化合物とは異なり、分子内にジホスホン酸基を多く有している。その結果、前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーは、1塩基酸に比べて、ポリマー分子内により多くの親水性基を付加でき、良好な親水性を示す。また、Caイオンと反応しやすいホスホン酸基を有し、ホスホン酸基は2塩基酸であるため、Caイオンをキレートする効果を有し、Caイオンと接触した場合には、より強い結合を示し疎水化できる。また、不要な親水性基がホスホン酸に隣接していないため、Caイオンとの結合の障害が少ないので、Caイオンと強い結合を示す。

したがって、前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーをインクジェット記録用インクに用いた場合には、良好なインクの分散安定性及び保存安定性を示すだけでなく、紙にインクを印字した場合には、Caイオンの含有量が少ない普通紙であっても紙からインクへ溶出するCaイオンにより、前記一般式(1)で表される構造単位が疎水化し、顔料を巻き込んで凝集することで、紙面上に顔料が留まり、より高い画像濃度を実現することができる。

40

【0033】

前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーの前記インクジェット記録用インクにおける含有量は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、固相分で、0.05質量% ~ 10質量%が好ましく、0.5質量% ~ 5質量%がより好ましく、1質量% ~ 3質量%が特に好ましい。前記含有量が、0.05質量%以上から画像濃度

50

の向上効果が認められ、10質量%以下であると、インクをヘッドから吐出する際に適した粘度範囲とすることが可能となる。

【0034】

前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーを顔料の分散剤として使用すれば、更に、普通紙における画像濃度や、水溶性有機溶剤の含有量が多いインクでの保存安定性の一層の向上が認められる。

前記顔料分散剤として使用する場合には、前記一般式(1)で表される構造単位以外にも、疎水性の重合性モノマー由来の構造単位を含むことが好ましい。前記疎水性の重合性モノマーとしては、上述したものをを用いることができる。

前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーの含有量は、顔料分散剤として使用する場合には、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、前記顔料100質量部に対して、1質量部~100質量部が好ましく、5質量部~80質量部がより好ましく、10質量部~50質量部が更に好ましい。前記含有量が、前記より好ましい範囲内であると、高い画像濃度が得られ、分散安定性と保存安定性が良好となる点で有利である。

【0035】

<水>

前記水としては、例えば、イオン交換水、限外濾過水、逆浸透水、蒸留水等の純水、又は超純水を用いることができる。

前記水の前記インクジェット記録用インクにおける含有量は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。

【0036】

<顔料>

前記顔料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、黒色用或いはカラー用の無機顔料や有機顔料などが挙げられる。これらは、1種を単独で用いても、2種以上を併用してもよい。

前記無機顔料としては、例えば、酸化チタン、酸化鉄、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、水酸化アルミニウム、バリウムイエロー、カドミウムレッド、クロムイエローに加え、コンタクト法、ファーネス法、サーマル法などの公知の方法によって製造されたカーボンブラックを用いることができる。

【0037】

前記有機顔料としては、例えば、アゾ顔料、アゾメチン顔料、多環式顔料、染料キレート、ニトロ顔料、ニトロソ顔料、アニリンブラック、などが挙げられる。これらの中でも、アゾ顔料、多環式顔料などがより好ましい。

前記アゾ顔料としては、例えば、アゾレーキ、不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料、キレートアゾ顔料、などが挙げられる。

前記多環式顔料としては、例えば、フタロシアニン顔料、ペリレン顔料、ペリノン顔料、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、インジゴ顔料、チオインジゴ顔料、イソインドリノン顔料、キノフラロン顔料、ローダミンBレーキ顔料、などが挙げられる。

前記染料キレートとしては、例えば、塩基性染料型キレート、酸性染料型キレート、などが挙げられる。

黒色用のものとしては、例えば、ファーネスブラック、ランブブラック、アセチレンブラック、チャンネルブラック等のカーボンブラック(C.I.ピグメントブラック7)類、銅、鉄(C.I.ピグメントブラック11)、酸化チタン等の金属類、アニリンブラック(C.I.ピグメントブラック1)等の有機顔料、などが挙げられる。

【0038】

前記カーボンブラックとしては、ファーネス法、チャンネル法で製造されたカーボンブラックで、一次粒径が15nm~40nm、BET法による比表面積が50m²/g~300m²/g、DBP吸油量が40mL/100g~150mL/100g、揮発分が0.

10

20

30

40

50

5%～10%、pHが2～9を有するものが好ましい。

前記カーボンブラックとしては、市販品を用いることができ、前記市販品としては、例えば、No. 2300、No. 900、MCF-88、No. 33、No. 40、No. 45、No. 52、MA7、MA8、MA100、No. 2200B（いずれも、三菱化学株式会社製）；Raven700、同5750、同5250、同5000、同3500、同1255（いずれも、コロンビア社製）；Regal400R、同330R、同660R、Mogul L、Monarch700、同800、同880、同900、同1000、同1100、同1300、Monarch1400（いずれも、キャボット社製）；カラーブラックFW1、同FW2、同FW2V、同FW18、同FW200、同S150、同S160、同S170、プリンテックス35、同U、同V、同140U、同140V、スペシャルブラック6、同5、同4A、同4（いずれも、デグッサ社製）、などが挙げられる。

10

【0039】

前記カラー用のものとして、イエローインクに使用できる顔料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、C.I.ピグメントイエロー1、C.I.ピグメントイエロー2、C.I.ピグメントイエロー3、C.I.ピグメントイエロー12、C.I.ピグメントイエロー13、C.I.ピグメントイエロー14、C.I.ピグメントイエロー16、C.I.ピグメントイエロー17、C.I.ピグメントイエロー73、C.I.ピグメントイエロー74、C.I.ピグメントイエロー75、C.I.ピグメントイエロー83、C.I.ピグメントイエロー93、C.I.ピグメントイエロー95、C.I.ピグメントイエロー97、C.I.ピグメントイエロー98、C.I.ピグメントイエロー114、C.I.ピグメントイエロー120、C.I.ピグメントイエロー128、C.I.ピグメントイエロー129、C.I.ピグメントイエロー138、C.I.ピグメントイエロー150、C.I.ピグメントイエロー151、C.I.ピグメントイエロー154、C.I.ピグメントイエロー155、C.I.ピグメントイエロー174、C.I.ピグメントイエロー180、などが挙げられる。

20

【0040】

マゼンタインクに使用できる顔料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、C.I.ピグメントレッド5、C.I.ピグメントレッド7、C.I.ピグメントレッド12、C.I.ピグメントレッド48(Ca)、C.I.ピグメントレッド48(Mn)、C.I.ピグメントレッド57(Ca)、C.I.ピグメントレッド57:1、C.I.ピグメントレッド112、C.I.ピグメントレッド122、C.I.ピグメントレッド123、C.I.ピグメントレッド146、C.I.ピグメントレッド168、C.I.ピグメントレッド176、C.I.ピグメントレッド184、C.I.ピグメントレッド185、C.I.ピグメントレッド202、ピグメントバイオレット19、などが挙げられる。

30

【0041】

シアンインクに使用できる顔料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、C.I.ピグメントブルー1、C.I.ピグメントブルー2、C.I.ピグメントブルー3、C.I.ピグメントブルー15、C.I.ピグメントブルー15:3、C.I.ピグメントブルー15:4、C.I.ピグメントブルー15:34、C.I.ピグメントブルー16、C.I.ピグメントブルー22、C.I.ピグメントブルー60、C.I.ピグメントブルー63、C.I.ピグメントブルー66；C.I.バットブルー4、C.I.バットブルー60、などが挙げられる。

40

また、本発明で使用する顔料は、本発明のために新たに製造されたものでも使用可能である。

なお、イエロー顔料としてC.I.ピグメントイエロー74、マゼンタ顔料としてC.I.ピグメントレッド122、C.I.ピグメントバイオレット19、シアン顔料としてC.I.ピグメントブルー15:3を用いることにより、色調、耐光性が優れ、バランスの取れたインクを得ることができる。

50

【 0 0 4 2 】

前記顔料の体積平均粒子径 (D 5 0) は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、150nm以下が好ましく、100nm以下がより好ましい。前記体積平均粒子径 (D 5 0) が、150nm以下であると、吐出安定性が良好となり、ノズル詰まりやインクの曲がりの発生を防止できることがある。

ここで、前記顔料の50%平均粒径は、23、55%RHの環境下において、日機装株式会社製マイクロトラックUPAで動的光散乱法により測定したD50%の値を示す。

【 0 0 4 3 】

前記顔料の前記インクジェット記録用インクにおける含有量は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、0.1質量%~20質量%が好ましく、1質量%~20質量%がより好ましい。

10

【 0 0 4 4 】

前記顔料としては、水、顔料、必要に応じて分散剤を混合した後、分散機で分散し粒径を調整した後、顔料分散体としたものを、インクに含有させることが好ましい。

【 0 0 4 5 】

前記顔料分散体は、水、顔料、顔料分散剤、及び更に必要に応じてその他の成分を混合した後、分散機で分散し、粒径を調整して得られる。

得られた顔料分散体は、必要に応じて、フィルター、遠心分離装置等で粗大粒子をろ過し、脱気することが好ましい。

【 0 0 4 6 】

20

前記顔料分散体を作製する際の顔料の含有量は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、0.1質量%~50質量%が好ましく、0.1質量%~30質量%がより好ましい。

前記顔料分散体は、必要に応じて、フィルター、遠心分離装置などで粗大粒子をろ過し、脱気することが好ましい。

【 0 0 4 7 】

前記顔料分散体における顔料分散剤としては、前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーが好ましいが、その他の使用可能な分散剤としては、例えば、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、両性界面活性剤、ノニオン界面活性剤等の種々の界面活性剤、ナフタレンスルホン酸Naホルマリン縮合物、高分子型の分散剤、などが挙げられる。

30

【 0 0 4 8 】

前記アニオン界面活性剤としては、例えば、アルキルスルホカルボン酸塩、 α -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、ポリオキシアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル燐酸塩、ロジン酸石鹸、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燐酸エステル、ナフタレンスルホン酸塩ホルマリン縮合物、アルキル型燐酸エステル、アルキルアリルスルホン塩酸、ジエチルスルホ琥珀酸塩、ジエチルヘキシルスルホ琥珀酸塩、ジオクチルスルホ琥珀酸塩、などが挙げられる。

40

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

前記両性界面活性剤としては、例えば、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、などが挙げられる。

前記ノニオン界面活性剤としては、例えば、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ラウリルエーテル、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アルキルエーテル、ポリオキシアリルキルアルキルエーテル等の

50

エーテル系界面活性剤；ポリオキシエチレンオレイン酸、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界面活性剤；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系界面活性剤、などが挙げられる。

これらの中でも、ナフタレンスルホン酸Naホルマリン縮合物が特に好ましい。

前記ナフタレンスルホン酸Naホルマリン縮合物におけるナフタレンスルホン酸の2量体、3量体、4量体の合計含有率は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、20質量%～80質量%であることが好ましい。前記含有率が、20質量%以上であると、分散性が良好となり、インクの保存安定性が向上し、その結果、ノズルの目詰まりの発生が防止できることがある。一方、前記含有率が、80質量%以下であると、インクの粘度範囲が適切となり、分散性が良好となることがある。

【0049】

<水溶性有機溶剤>

前記水溶性有機溶剤は、インクの乾燥を防止する湿潤剤としての効果、及び浸透剤としての効果の少なくともいずれかの効果を有する。

【0050】

前記水溶性有機溶剤としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、例えば、グリセリン、エチレングリコール、ジエチレングリコール、イソプロピリデングリセロール、1，3 - ブタンジオール、3 - メチル - 1，3 - ブタンジオール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、テトラエチレングリコール、ヘキシレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、1，5 - ペンタンジオール、1，6 - ヘキサジオール、1，2，6 - ヘキサントリオール、1，2，4 - ブタントリオール、1，2，3 - ブタントリオール、ペトリオール等の多価アルコール類；エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、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、テトラエチレングリコールモノメチルエーテル、プロピ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アルキルエーテル類；エチレングリコールモノフェニルエーテル、エチレングリコールモノベンジルエーテル等の多価アルコールアリールエーテル類；2 - ピロリドン、N - メチル - 2 - ピロリドン、N - ヒドロキシエチル - 2 - ピロリドン、1，3 - ジメチルイミダゾリジノン、 ϵ - カプロラクタム、 γ - ブチロラクトン等の含窒素複素環化合物；ホルムアミド、N - メチルホルムアミド、N，N - ジメチルホルムアミド、N，N - ジメチル - β - メトキシプロピオンアミド、N，N - ジメチル - γ - ブトキシプロピオンアミド等のアミド類；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、モノエチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン等のアミン類；ジメチルスルホキシド、スルホラン、チオジエタノール等の含硫黄化合物類；3 - エチル - 3 - ヒドロキシメチルオキセタン、プロピレンカーボネート、炭酸エチレン、などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

これらの中でも、普通紙におけるカールを防止する点から、3 - エチル - 3 - ヒドロキシメチルオキセタン、イソプロピリデングリセロール、N，N - ジメチル - β - メトキシプロピオンアミド、N，N - ジメチル - γ - ブトキシプロピオンアミドが特に好ましい。

【0051】

また、1，3 - ブタンジオール、ジエチレングリコール、2，2，4 - トリメチル - 1，3 - ペンタンジオール、トリエチレングリコール、グリセリンが水分蒸発による吐出不良を防止する上で優れた効果が得られる。

10

20

30

40

50

【 0 0 5 2 】

また、湿潤性が比較的少なく、浸透性を有する水溶性有機溶剤としては、例えば、2 - エチル - 1 , 3 - ヘキサジオール [溶解度 : 4 . 2 % (2 5)]、2 , 2 , 4 - トリメチル - 1 , 3 - ペンタンジオール [溶解度 : 2 . 0 % (2 5)]、などが挙げられる。

【 0 0 5 3 】

その他のポリオール化合物として、脂肪族ジオールとしては、例えば、2 - エチル - 2 - メチル - 1 , 3 - プロパンジオール、3 , 3 - ジメチル - 1 , 2 - ブタンジオール、2 , 2 - ジエチル - 1 , 3 - プロパンジオール、2 - メチル - 2 - プロピル - 1 , 3 - プロパンジオール、2 , 4 - ジメチル - 2 , 4 - ペンタンジオール、2 , 5 - ジメチル - 2 , 5 - ヘキサジオール、5 - ヘキセン - 1 , 2 - ジオール、などが挙げられる。

その他の併用できる浸透剤としては、前記インク中に溶解し、所望の物性に調整できるものであれば特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、ジエチレングリコールモノフェニルエーテル、エチレングリコールモノフェニルエーテル、エチレングリコールモノアリルエーテル、ジエチレングリコールモノフェニルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、テトラエチレングリコールクロロフェニルエーテル等の多価アルコールのアルキル及びアリールエーテル類、エタノール等の低級アルコール類、などが挙げられる。

【 0 0 5 4 】

なお、水溶性有機溶剤ではない湿潤剤として、糖類を含有することができる。前記糖類としては、例えば、単糖類、二糖類、オリゴ糖類（三糖類、四糖類を含む）、多糖類、などが挙げられる。具体的には、グルコース、マンノース、フルクトース、リボース、キシロース、アラビノース、ガラクトース、マルトース、セロビオース、ラクトース、スクロース、トレハロース、マルトトリオース、などが挙げられる。ここで、多糖類とは広義の糖を意味し、 α -シクロデキストリン、セルロースなど自然界に広く存在する物質を含む意味に用いることとする。また、これらの糖類の誘導体としては、前記した糖類の還元糖 [例えば、糖アルコール [一般式 : $\text{HOCH}_2(\text{CHOH})_n\text{CH}_2\text{OH}$ (ただし、 n は 2 ~ 5 の整数を表す)]、酸化糖 (例えば、アルドン酸、ウロン酸など)、アミノ酸、チオ酸などが挙げられる。これらの中でも、糖アルコールが好ましく、前記糖アルコールとしては、例えば、マルチトール、ソルビットなどが挙げられる。

【 0 0 5 5 】

前記顔料と前記水溶性有機溶剤の比率は、ヘッドからのインク吐出安定性に非常に影響がある。顔料固形分が高いのに水溶性有機溶剤の含有量が少ないとノズルのインクメニスカス付近の水分蒸発が進み吐出不良をもたらすことがある。

前記水溶性有機溶剤の前記インクジェット記録用インクにおける含有量は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、10質量% ~ 60質量%が好ましく、20質量% ~ 60質量%がより好ましい。前記含有量が、10質量%以上であると、インクの吐出安定性が向上することがあり、60質量%以下であると、乾燥性が良好となることがある。前記含有量が、前記より好ましい数値範囲内であるインクは、乾燥性及び吐出信頼性が非常に良好になるという利点がある。

【 0 0 5 6 】

< その他の成分 >

前記その他の成分としては、特に制限はなく、必要に応じて適宜選択することができ、例えば、界面活性剤、pH調整剤、水分散性樹脂、防腐防黴剤、防錆剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、酸素吸収剤、光安定化剤、などが挙げられる。

【 0 0 5 7 】

- 界面活性剤 -

前記界面活性剤としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤、両性界面活性剤、フッ素系界面活性剤、などが挙げられる。これらの中でも、ノニオン系界面活性剤、フッ

10

20

30

40

50

素系界面活性剤が特に好ましい。

【 0 0 5 8 】

前記アニオン系界面活性剤としては、例えば、アルキルアリル、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルリン酸塩、アルキル硫酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルエーテル硫酸塩、アルキルスルホコハク酸塩、アルキルエステル硫酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルジフェニルエーテルジスルホン酸塩、アルキルアリアルエーテルリン酸塩、アルキルアリアルエーテル硫酸塩、アルキルアリアルエーテルエステル硫酸塩、オレフィンスルホン酸塩、アルカン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リン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩、エーテルカルボキシレート、スルホコハク酸塩、 α -スルホ脂肪酸エステル、脂肪酸塩、高級脂肪酸とアミノ酸の縮合物、ナフテン酸塩、などが挙げられる。

10

【 0 0 5 9 】

前記カチオン系界面活性剤としては、例えば、アルキルアミン塩、ジアルキルアミン塩、脂肪族アミン塩、ベンザルコニウム塩、第4級アンモニウム塩、アルキルピリジニウム塩、イミダゾリニウム塩、スルホニウム塩、ホスホニウム塩、などが挙げられる。

【 0 0 6 0 】

前記ノニオン系界面活性剤としては、例えば、アセチレングリコール系界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、などが挙げられる。

20

【 0 0 6 1 】

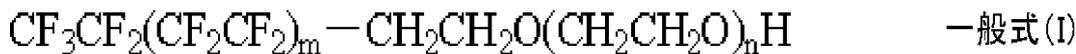
前記両性界面活性剤としては、例えば、イミダゾリニウムベタイン等のイミダゾリン誘導体、ジメチルアルキルラウリルベタイン、アルキルグリシン、アルキルジ(アミノエチル)グリシン、などが挙げられる。

【 0 0 6 2 】

前記フッ素系界面活性剤としては、下記一般式 (I) ~ (I I I) で表される化合物、などが挙げられる。

【 0 0 6 3 】

【化6】

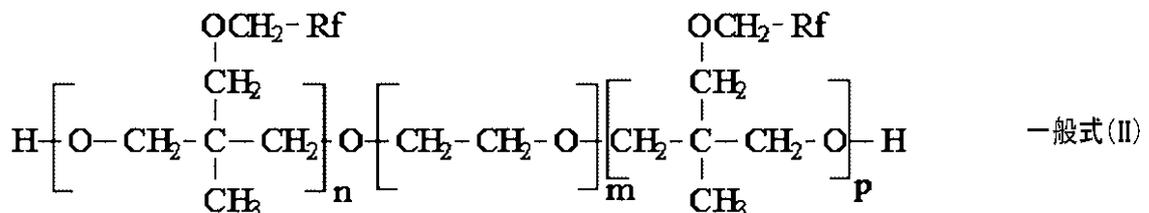


30

ただし、前記一般式 (I) 中、mは、0 ~ 10の整数を表す。nは、1 ~ 40の整数を表す。

【 0 0 6 4 】

【化7】



40

前記一般式 (I I) において、R f はフッ素含有基を表し、パーフルオロアルキル基が好ましい。

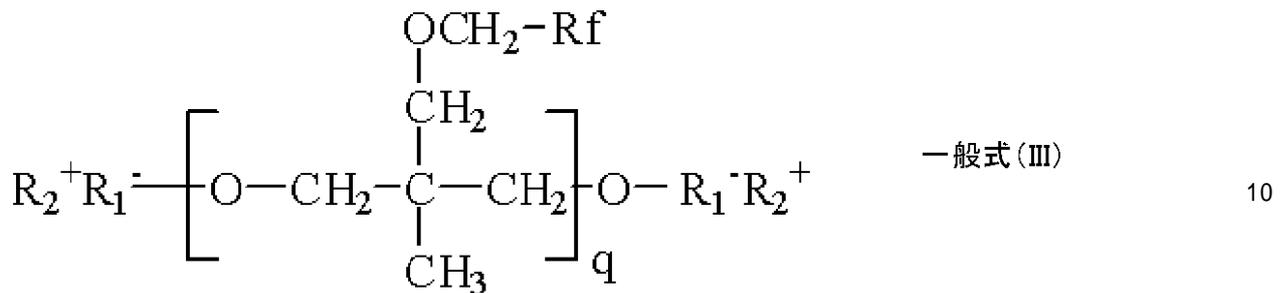
前記パーフルオロアルキル基としては、炭素数が1 ~ 10のものが好ましく、1 ~ 3のものがより好ましく、例えば、 $-\text{C}_n\text{F}_{2n-1}$ (ただし、nは1 ~ 10の整数を表す) などが挙げられる。前記パーフルオロアルキル基としては、例えば、 $-\text{CF}_3$ 、 $-\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、 $-\text{C}_3\text{F}_7$ 、 $-\text{C}_4\text{F}_9$ 、などが挙げられる。これらの中でも、 $-\text{CF}_3$ 、 $-\text{CF}_2\text{CF}_3$ が特に好ましい。

50

m、n、及びpは、それぞれ整数を表し、nは1～4、mは6～25、pは1～4が好ましい。

【0065】

【化8】



【0066】

前記一般式(III)において、Rfは、フッ素含有基を表し、上記一般式(II)と同様のパーフルオロアルキル基が好ましく、例えば、CF₃、CF₂CF₃、C₃F₇、C₄F₉などが好適に挙げられる。

R₂⁺はカチオン基を表し、例えば、第4級アンモニウム基；ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属イオン；トリエチルアミン、トリエタノールアミン、などが挙げられる。これらの中でも、第4級アンモニウム基が特に好ましい。

R₁⁻はアニオン基を表し、例えば、COO⁻、SO₃⁻、SO₄⁻、PO₄⁻、などが挙げられる。qは、1～6が好ましい。

【0067】

前記フッ素系界面活性剤としては、適宜合成したものを使用してもよいし、市販品を使用してもよい。

該市販品としては、例えば、サーフロンS-111、S-112、S-113、S-121、S-131、S-132、S-141、S-145（いずれも、旭硝子株式会社製）；フルラードFC-93、FC-95、FC-98、FC-129、FC-135、FC-170C、FC-430、FC-431（いずれも、住友スリーエム株式会社製）；メガファックF-470、F1405、F-474（いずれも、DIC株式会社製）；ゾニールTBS、FSP、FSA、FSN-100、FSN、FSO-100、FSO、FS-300、UR（いずれも、デュポン社製）；FT-110、FT-250、FT-251、FT-400S、FT-150、FT-400SW（いずれも、株式会社ネオス製）；PF-151N（ソリューションズインコーポレーテッド社製）などが挙げられる。これらの中でも、信頼性と発色性の向上の点から、ゾニールFS-300、FSN、FSN-100、FSO（いずれも、デュポン社製）が特に好ましい。

【0068】

前記界面活性剤の前記インクジェット記録用インクにおける含有量は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、0.01質量%～5.0質量%が好ましく、0.5質量%～3質量%がより好ましい。前記含有量が、5.0質量%以下であると、記録媒体への浸透性が良好となり、画像濃度の低下や裏抜けの発生を防止できることがある。

【0069】

- pH調整剤 -

前記pH調整剤としては、調合されるインクに悪影響を及ぼさずにpHを8.5～11に調整できるものであれば特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、例えば、アルコールアミン類、アルカリ金属元素の水酸化物、アンモニウムの水酸化物、ホスホニウム水酸化物、アルカリ金属の炭酸塩、などが挙げられる。

前記アルコールアミン類としては、例えば、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオール、などが挙げられる。

10

20

30

40

50

前記アルカリ金属元素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、水酸化カリウム、などが挙げられる。

前記アンモニウム水酸化物としては、例えば、水酸化アンモニウム、第4級アンモニウム水酸化物、第4級ホスホニウム水酸化物、などが挙げられる。

前記アルカリ金属の炭酸塩としては、例えば、炭酸リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、などが挙げられる。

【0070】

- 水分散性樹脂 -

前記水分散性樹脂は、造膜性（画像形成性）に優れ、かつ高撥水性、高耐水性、高耐候性を備えて、高耐水性で高画像濃度（高発色性）の画像記録に有用である。

10

前記水分散性樹脂としては、縮合系合成樹脂、付加系合成樹脂、天然高分子化合物、などが挙げられる。

前記縮合系合成樹脂としては、例えば、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリ（メタ）アクリル樹脂、アクリル-シリコーン樹脂、フッ素系樹脂、などが挙げられる。

前記付加系合成樹脂としては、例えば、ポリオレフィン樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリビニルアルコール系樹脂、ポリビニルエステル系樹脂、ポリアクリル酸系樹脂、不飽和カルボン酸系樹脂、などが挙げられる。

前記天然高分子化合物としては、例えば、セルロース類、ロジン類、天然ゴム、などが挙げられる。

20

これらの中でも、ポリウレタン樹脂微粒子、アクリル-シリコーン樹脂微粒子及びフッ素系樹脂微粒子が好ましい。

【0071】

前記水分散性樹脂の平均粒子径（D50）は、分散液の粘度と関係しており、組成が同じものでは粒径が小さくなるほど同一固形分での粘度が大きくなる。

インクが過剰な高粘度にならないためにも水分散性樹脂の平均粒子径（D50）は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、50nm以上が好ましい。

また、粒径が数十 μm になるとインクジェットヘッドのノズル口より大きくなるため使用できない。ノズル口より小さくとも粒子径の大きな粒子がインク中に存在すると吐出安定性を悪化させる。そこで、インク吐出安定性を阻害させないために平均粒子径（D50）は200nm以下がより好ましい。

30

また、前記水分散性樹脂は、前記水分散着色剤を紙面に定着させる働きを有し、常温で被膜化して色材の定着性を向上させることが好ましい。

そのため、前記水分散性樹脂の最低造膜温度（MFT）は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、30以下が好ましい。

また、前記水分散性樹脂のガラス転移温度が-40以下になると樹脂皮膜の粘稠性が強くなり印字物にタックが生じるため、ガラス転移温度が-30以上の水分散性樹脂であることが好ましい。

前記水分散性樹脂の前記インクジェット記録用インクにおける含有量は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、固形分で、1質量%~15質量%が好ましく、2質量%~7質量%がより好ましい。

40

【0072】

- 防腐防黴剤 -

前記防腐防黴剤としては、例えば、デヒドロ酢酸ナトリウム、ソルビン酸ナトリウム、2-ピリジンチオール-1-オキサイドナトリウム、安息香酸ナトリウム、ペンタクロロフェノールナトリウム、などが挙げられる。

【0073】

- 防錆剤 -

前記防錆剤としては、例えば、酸性亜硫酸塩、チオ硫酸ナトリウム、チオジグリコール酸アンモン、ジイソプロピルアンモニウムニトライト、四硝酸ペンタエリスリトール、ジ

50

シクロヘキシルアンモニウムニトライト、などが挙げられる。

【0074】

- 酸化防止剤 -

前記酸化防止剤としては、例えば、フェノール系酸化防止剤（ヒンダードフェノール系酸化防止剤を含む）、アミン系酸化防止剤、硫黄系酸化防止剤、リン系酸化防止剤、などが挙げられる。

【0075】

- 紫外線吸収剤 -

前記紫外線吸収剤としては、例えば、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤、サリチレート系紫外線吸収剤、シアノアクリレート系紫外線吸収剤、ニッケル錯塩系紫外線吸収剤、などが挙げられる。

10

【0076】

<インクジェット記録用インクの製造方法>

本発明のインクジェット記録用インクの製造方法は、例えば、水、水溶性有機溶剤、顔料、前記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマー、及び必要に応じてその他の成分を水性媒体中に分散又は溶解し、攪拌混合して製造することができる。

前記インクは、必要に応じて、フィルター、遠心分離装置などで粗大粒子をろ過し、脱気することが好ましい。

前記分散は、例えば、サンドミル、ホモジナイザー、ボールミル、ペイントシャイカー、超音波分散機等により行うことができ、攪拌混合は通常の攪拌羽を用いた攪拌機、マグネチックスターラー、高速の分散機等で行うことができる。

20

【0077】

<インクの物性>

本発明のインクジェット記録用インクの物性としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、粘度、表面張力等が以下の範囲であることが好ましい。

前記インクジェット記録用インクの25での粘度は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、 $3\text{ mPa}\cdot\text{s} \sim 20\text{ mPa}\cdot\text{s}$ が好ましい。前記インク粘度が、 $3\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以上であると、印字濃度や文字品位を向上させる効果が得られる。一方、前記インク粘度を、 $20\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下とすることで、インクの吐出性を確保できることがある。

30

前記粘度は、例えば、粘度計(RL-550、東機産業株式会社製)を使用して、25で測定することができる。

前記インクジェット記録用インクの表面張力としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、25で、 40 mN/m 以下が好ましい。

【0078】

<インクカートリッジ>

本発明で用いられるインクカートリッジは、前記インクジェット記録用インクを容器中に収容してなり、更に必要に応じて適宜選択したその他の部材を有してなる。

前記容器としては、特に制限はなく、目的に応じてその形状、構造、大きさ、材質等を適宜選択することができ、例えば、アルミニウムラミネートフィルム、樹脂フィルム等で形成されたインク袋などを少なくとも有するもの、などが好適に挙げられる。

40

【0079】

次に、インクカートリッジについて、図1及び図2を参照して説明する。ここで、図1は、前記インクカートリッジの一例を示す図であり、図2は、図1のインクカートリッジのケース(外装)も含めた図である。

インクカートリッジ200は、図1に示すように、インク注入口242からインク袋241内に充填され、排気した後、該インク注入口242は融着により閉じられる。使用時には、ゴム部材からなるインク排出口243に装置本体の針を刺して装置に供給される。

インク袋241は、透気性のないアルミニウムラミネートフィルム等の包装部材により

50

形成されている。このインク袋241は、図2に示すように、通常、プラスチック製のカートリッジケース244内に收容され、各種インクジェット記録装置に着脱可能に装着して用いられるようになっている。

【0080】

ここで、本発明で用いられるインクジェット記録装置の一例について、図面を参照しながら説明する。

図3に示すインクジェット記録装置は、装置本体101と、該装置本体101に装着した用紙を装填するための給紙トレイ102と、装置本体101に装着され画像が記録(形成)された用紙をストックするための排紙トレイ103と、インクカートリッジ装填部104とを有する。この給紙トレイ102を使用して各種記録用メディアの給紙が可能である。

10

インクカートリッジ装填部104の上面には、操作キーや表示器などの操作部105が配置されている。インクカートリッジ装填部104は、インクカートリッジ200の脱着を行うための開閉可能な前カバー115を有している。

装置本体101内には、図4及び図5に示すように、図示を省略している左右の側板に横架したガイド部材であるガイドロッド131とステータ132とでキャリッジ133を主走査方向に摺動可能に保持し、主走査モータ(不図示)によって図5の矢示方向に移動走査する。

キャリッジ133には、イエロー(Y)、シアン(C)、マゼンタ(M)、ブラック(Bk)の各色のインク滴を吐出する4個のインクジェット記録用ヘッドからなる記録ヘッド134を複数のインク吐出口を主走査方向と交叉する方向に配列し、インク滴吐出方向を下方に向けて装着している。

20

記録ヘッド134を構成するインクジェット記録用ヘッドとしては、圧電素子等の圧電アクチュエータ、発熱抵抗体等の電気熱変換素子を用いて液体の膜沸騰による相変化を利用するサーマルアクチュエータ、温度変化による金属相変化を用いる形状記憶合金アクチュエータ、静電力を用いる静電アクチュエータ等をインクを吐出するためのエネルギー発生手段として備えたものなどを使用できる。

また、キャリッジ133には、記録ヘッド134に各色のインクを供給するための各色のサブタンク135を搭載している。サブタンク135には、図示しないインク供給チューブを介して、インクカートリッジ装填部104に装填されたインクカートリッジ200から記録用インクが供給されて補充される。

30

【0081】

一方、給紙トレイ102の用紙積載部(圧板)141上に積載した用紙142を給紙するための給紙部として、用紙積載部141から用紙142を1枚ずつ分離給送する半月コ口(給紙コ口143)、及び給紙コ口143に対向し、摩擦係数の大きな材質からなる分離パッド144を備え、この分離パッド144は給紙コ口143側に付勢されている。

この給紙部から給紙された用紙142を記録ヘッド134の下方側で搬送するための搬送部として、用紙142を静電吸着して搬送するための搬送ベルト151と、給紙部からガイド145を介して送られる用紙142を搬送ベルト151との間で挟んで搬送するためのカウンタローラ152と、略鉛直上方に送られる用紙142を略90°方向転換させて搬送ベルト151上に俵わせるための搬送ガイド153と、押え部材154で搬送ベルト151側に付勢された先端加圧コ口155とが備えられ、また、搬送ベルト151表面を帯電させるための帯電手段である帯電ローラ156が備えられている。

40

【0082】

搬送ベルト151は、無端状ベルトであり、搬送ローラ157とテンションローラ158との間に張架されて、ベルト搬送方向に周回可能である。この搬送ベルト151は、例えば、抵抗制御を行っていない厚み40µm程度の樹脂材、例えば、テトラフルオロエチレンとエチレンのポリマー(ETFE)で形成した用紙吸着面となる表層と、この表層と同材質でカーボンによる抵抗制御を行った裏層(中抵抗層、アース層)とを有している。搬送ベルト151の裏側には、記録ヘッド134による印写領域に対応してガイド部材1

50

61が配置されている。なお、記録ヘッド134で記録された用紙142を排紙するための排紙部として、搬送ベルト151から用紙142を分離するための分離爪171と、排紙ローラ172及び排紙コロ173とが備えられており、排紙ローラ172の下方に排紙トレイ103が配されている。

【0083】

装置本体101の背面部には、両面給紙ユニット181が着脱可能に装着されている。両面給紙ユニット181は、搬送ベルト151の逆方向回転で戻される用紙142を取り込んで反転させて再度カウンタローラ152と搬送ベルト151との間に給紙する。なお、両面給紙ユニット181の上面には手差し給紙部182が設けられている。

前記インクジェット記録装置においては、給紙部から用紙142が1枚ずつ分離給紙され、略鉛直上方に給紙された用紙142は、ガイド145で案内され、搬送ベルト151とカウンタローラ152との間に挟まれて搬送される。更に先端を搬送ガイド153で案内されて先端加圧コロ155で搬送ベルト151に押し付けられ、略90°搬送方向を転換される。

【0084】

このとき、帯電ローラ156によって搬送ベルト151が帯電されており、用紙142は、搬送ベルト151に静電吸着されて搬送される。そこで、キャリッジ133を移動させながら画像信号に応じて記録ヘッド134を駆動することにより、停止している用紙142にインク滴を吐出して1行分を記録し、用紙142を所定量搬送後、次行の記録を行う。記録終了信号又は用紙142の後端が記録領域に到達した信号を受けることにより、記録動作を終了して、用紙142を排紙トレイ103に排紙する。

そして、サブタンク135内の記録用インクの残量ニアエンドが検知されると、インクカートリッジ200から所要量の記録用インクがサブタンク135に補給される。

【0085】

前記インクジェット記録装置においては、インクカートリッジ200中の記録用インクを使い切ったときには、インクカートリッジ200における筐体を分解して内部のインク袋だけを交換することができる。また、インクカートリッジ200は、縦置きで前面装填構成としても、安定した記録用インクの供給を行うことができる。したがって、装置本体101の上方が塞がって設置されているような場合、例えば、ラック内に収納したり、又は装置本体101の上面に物が置かれているような場合でも、インクカートリッジ200の交換を容易に行うことができる。

なお、ここでは、キャリッジが走査するシリアル型(シャトル型)インクジェット記録装置に適用した例で説明したが、ライン型ヘッドを備えたライン型インクジェット記録装置にも同様に適用することができる。

【0086】

本発明に用いられるインクジェット記録装置及びインクジェット記録方法は、インクジェット記録方式による各種記録に適用することができ、例えば、インクジェット記録用プリンタ、ファクシミリ装置、複写装置、プリンタ/ファックス/コピー複合機、などに好適に用いることができる。

【実施例】

【0087】

以下、本発明の実施例を説明するが、本発明は、これらの実施例に何ら限定されるものではない。

なお、合成例におけるポリマーの重量平均分子量は、以下の方法に従って測定した。

【0088】

<ポリマーの重量平均分子量>

カラム恒温槽には島津製作所製CTO-20A、検出器には島津製作所製RID-10A、溶離液流路ポンプには島津製作所製LC-20AD、デガッサには島津製作所製DGU-20A、オートサンプラーには島津製作所製SIL-20Aを用いてGPC法によって測定した。カラムは東ソー株式会社製の水系SECカラムTSKgelG3000PW

10

20

30

40

50

XL (排除限界分子量 2×10^5) と TSK gel G5000PWXL (排除限界分子量 2.5×10^6) と TSK gel G6000PWXL (排除限界分子量 5×10^7) を接続したものをを用いた。サンプルは溶離液で $2 \text{ g} / 100 \text{ mL}$ の濃度に調製し、測定に用いた。溶離液には酢酸、及び酢酸ナトリウムを各々 $0.5 \text{ モル} / \text{リットル}$ に調整した水溶液を使用した。カラム温度は 40°C 、流速は $1.0 \text{ mL} / \text{分}$ で実施した。

標準サンプルとして分子量 $1,065$ 、 $5,050$ 、 $24,000$ 、 $50,000$ 、 $107,000$ 、 $140,000$ 、 $250,000$ 、 $540,000$ 、 $920,000$ の9種のポリエチレングリコールを用いて較正曲線を求め、その較正曲線を基に、ポリマーの重量平均分子量を求めた。

【0089】

(合成例1)

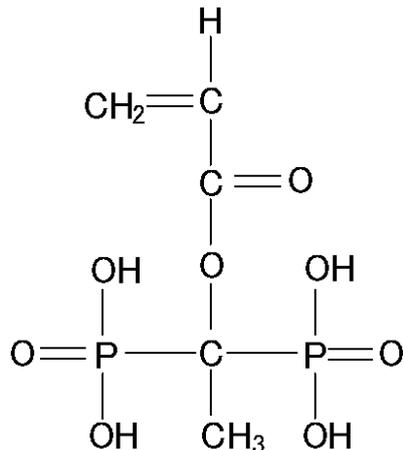
- ポリマー1の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール) 500.0 質量部と、下記構造式(1)で表される化合物(1-アクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、 $R^{1,1}$ が水素原子である) 100.0 質量部、及び重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル) 4.0 質量部を仕込み、温度 70°C に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥してポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、 100% 酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が 10 質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が 100% 中和されたポリマー1を合成した。得られたポリマー1の重量平均分子量は、 $5,300$ であった。

< 構造式(1) >

【化9】



【0090】

(合成例2)

- ポリマー2の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール) 500.0 質量部と、下記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、 $R^{1,1}$ がメチル基である) 100.0 質量部、及び重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル) 4.0 質量部を仕込み、温度 70°C に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、 100% 酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が 10 質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が 100% 中和されたポリマー2を合成した。得られたポリマー2の重量

10

20

30

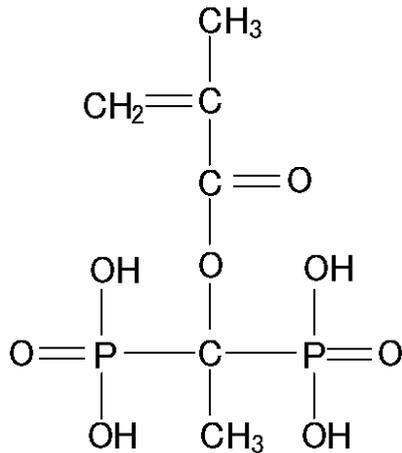
40

50

平均分子量は、5,500であった。

<構造式(2)>

【化10】



10

【0091】

(合成例3)

- ポリマー3の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹がメチル基である)20.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー(スチレン)80.0質量部、重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度70に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

20

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー3を合成した。得られたポリマー3の重量平均分子量は、5,400であった。

【0092】

(合成例4)

- ポリマー4の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹がメチル基である)20.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー(メタクリル酸ブチル)80.0質量部、重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度70に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

40

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー4を合成した。得られたポリマー4の重量平均分子量は、5,600であった。

【0093】

(合成例5)

- ポリマー5の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹がメチル基である)20.0質量部、親

50

水性を示す重合性モノマー（マレイン酸）80.0質量部、重合開始剤（アゾビスイソブチロニトリル）4.0質量部を仕込み、温度70 に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー5を合成した。得られたポリマー5の重量平均分子量は、5,000であった。

【0094】

（合成例6）

- ポリマー6の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒（エタノール）500.0質量部と、前記構造式（2）で表される化合物（1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式（2）において、R¹がメチル基である）20.0質量部、親水性を示す重合性モノマー（ジエチレングリコールメタクリレート、ブレンマ-PE90、日油社製）80.0質量部、重合開始剤（アゾビスイソブチロニトリル）4.0質量部を仕込み、温度70 に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー6を合成した。得られたポリマー6の重量平均分子量は、5,500であった。

【0095】

（合成例7）

- ポリマー7の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒（エタノール）500.0質量部と、前記構造式（2）で表される化合物（1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式（2）において、R¹がメチル基である）10.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー（スチレン）90.0質量部、重合開始剤（アゾビスイソブチロニトリル）4.0質量部を仕込み、温度70 に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー7を合成した。得られたポリマー7の重量平均分子量は、5,200であった。

【0096】

（合成例8）

- ポリマー8の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒（エタノール）500.0質量部と、前記構造式（2）で表される化合物（1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式（2）において、R¹がメチル基である）80.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー（スチレン）20.0質量部、重合開始剤（アゾビスイソブチロニトリル）4.0質量部を仕込み、温度70 に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー8を合成した。得られたポリマー8の重量

10

20

30

40

50

平均分子量は、5,200であった。

【0097】

(合成例9)

- ポリマー9の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹がメチル基である)10.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー(スチレン)90.0質量部、重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度50に昇温した。次いで、窒素気流下、30時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

10

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー9を合成した。得られたポリマー9の重量平均分子量は、44,000であった。

【0098】

(合成例10)

- ポリマー10の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹がメチル基である)20.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー(スチレン)80.0質量部、重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度50に昇温した。次いで、窒素気流下、30時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

20

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー10を合成した。得られたポリマー10の重量平均分子量は、46,000であった。

【0099】

(合成例11)

- ポリマー11の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹がメチル基である)80.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー(スチレン)20.0質量部、重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度50に昇温した。次いで、窒素気流下、30時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

30

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー11を合成した。得られたポリマー11の重量平均分子量は、50,000であった。

40

【0100】

(合成例12)

- ポリマー12の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹がメチル基である)100.0質量部、重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度50に昇温し

50

た。次いで、窒素気流下、30時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー12を合成した。得られたポリマー12の重量平均分子量は、49,000であった。

【0101】

(合成例13)

- ポリマー13の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹¹がメチル基である)20.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー(スチレン)80.0質量部、及び重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度75に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー13を合成した。得られたポリマー13の重量平均分子量は、3,000であった。

【0102】

(合成例14)

- ポリマー14の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹¹がメチル基である)20.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー(スチレン)80.0質量部、重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度45に昇温した。次いで、窒素気流下、30時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー14を合成した。得られたポリマー14の重量平均分子量は、80,000であった。

【0103】

(合成例15)

- ポリマー15の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹¹がメチル基である)80.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー(スチレン)20.0質量部、及び重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度75に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー15を合成した。得られたポリマー15の重量平均分子量は、3,200であった。

【0104】

10

20

30

40

50

(合成例 16)

- ポリマー 16 の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒（エタノール）500.0質量部と、前記構造式（2）で表される化合物（1-メタクリロキシエタン-1, 1-ジホスホン酸、前記一般式（2）において、 R^{11} がメチル基である）80.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー（スチレン）20.0質量部、重合開始剤（アゾビスイソブチロニトリル）4.0質量部を仕込み、温度45に昇温した。次いで、窒素気流下、30時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー16を合成した。得られたポリマー16の重量平均分子量は、78,000であった。

【0105】

(合成例 17)

- ポリマー 17 の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒（エタノール）500.0質量部と、前記構造式（2）で表される化合物（1-メタクリロキシエタン-1, 1-ジホスホン酸、前記一般式（2）において、 R^{11} がメチル基である）20.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー（スチレン）80.0質量部、及び重合開始剤（アゾビスイソブチロニトリル）4.0質量部を仕込み、温度65に昇温した。次いで、窒素気流下、10時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー17を合成した。得られたポリマー17の重量平均分子量は、13,000であった。

【0106】

(合成例 18)

- ポリマー 18 の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒（エタノール）500.0質量部と、前記構造式（2）で表される化合物（1-メタクリロキシエタン-1, 1-ジホスホン酸、前記一般式（2）において、 R^{11} がメチル基である）20.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー（スチレン）80.0質量部、重合開始剤（アゾビスイソブチロニトリル）4.0質量部を仕込み、温度65に昇温した。次いで、窒素気流下、10時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、50%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が50%中和されたポリマー18を合成した。得られたポリマー18の重量平均分子量は、11,000であった。

【0107】

(合成例 19)

- ポリマー 19 の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒（エタノール）500.0質量部と、前記構造式（2）で表される化合物（1-メタクリロキシエタン-1, 1-ジホスホン酸、前記一般式（2）において、 R^{11} がメチル基である）20.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー（スチレン）80.0質量部、重合開始剤（アゾビスイソブチロニトリル）4.0質量部を仕込み、温度65に昇温した。次いで、窒素気流下、10時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中

10

20

30

40

50

に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化リチウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー19を合成した。得られたポリマー19の重量平均分子量は、12,000であった。

【0108】

(合成例20)

- ポリマー20の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、前記構造式(2)で表される化合物(1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、前記一般式(2)において、R¹がメチル基である)20.0質量部、疎水性を示す重合性モノマー(スチレン)80.0質量部、及び重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度65に昇温した。次いで、窒素気流下、10時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオール(AEPD)を加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー20を合成した。得られたポリマー20の重量平均分子量は、14,000であった。

【0109】

(比較合成例1)

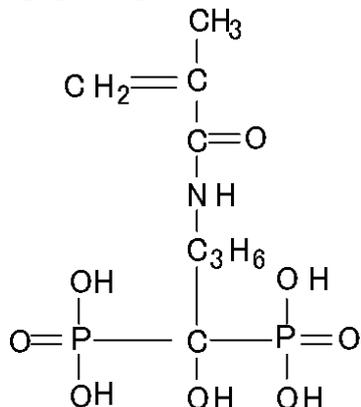
- ポリマー21の合成 -

攪拌機、温度計、及び窒素導入管を備えたフラスコに、溶媒(エタノール)500.0質量部と、下記構造式(3)の化合物(4-メタクリルアミド-1-ヒドロキシブタン-1,1-ジホスホン酸)100.0質量部、及び重合開始剤(アゾビスイソブチロニトリル)4.0質量部を仕込み、温度70に昇温した。次いで、窒素気流下、5時間重合反応を行った後反応系から、仕込んだ溶媒の半量程度を留去した後、アセトン中に混合物を注入することでポリマーを析出させ、更に乾燥して、ポリマーを得た。

得られたポリマーを水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が10質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ホスホン酸基が100%中和されたポリマー21を合成した。得られたポリマー21の重量平均分子量は、5,100であった。

<構造式(3)>

【化11】



【0110】

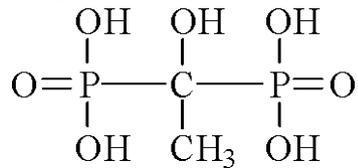
(比較合成例2)

下記構造式(4)で表されるヒドロキシエチリデンジホスホン酸(HEDP)を水で希釈しながら、100%酸中和を達成するように、水酸化カリウムを加え、固形分濃度が1

0 質量%になるように、水で濃度調整した。このようにして、ヒドロキシエチリデンジホスホン酸カリウム水溶液（固形分 10 質量%）を得た。

< 構造式 (4) >

【化 1 2】



【 0 1 1 1 】

【表 1】

ホスホン酸基含有ポリマー		モノマー-1		モノマー-2		重量平均分子量	一般式(1)中のM
合成例No.	ポリマーNo.	種類	含有量(質量%)	種類	含有量(質量%)		
合成例1	ポリマー1	構造式(1)の1-アクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	100	—	0	5,300	K
合成例2	ポリマー2	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	100	—	0	5,500	K
合成例3	ポリマー3	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	スチレン	80	5,400	K
合成例4	ポリマー4	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	メタクリル酸ブチル	80	5,600	K
合成例5	ポリマー5	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	マレイン酸	80	5,000	K
合成例6	ポリマー6	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	ジエチレングリコールメタクリレート	80	5,500	K
合成例7	ポリマー7	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	10	スチレン	90	5,200	K
合成例8	ポリマー8	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	80	スチレン	20	5,200	K
合成例9	ポリマー9	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	10	スチレン	90	44,000	K
合成例10	ポリマー10	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	スチレン	80	46,000	K
合成例11	ポリマー11	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	80	スチレン	20	50,000	K
合成例12	ポリマー12	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	100	スチレン	0	49,000	K
合成例13	ポリマー13	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	スチレン	80	3,000	K
合成例14	ポリマー14	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	スチレン	80	80,000	K
合成例15	ポリマー15	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	80	スチレン	20	3,200	K
合成例16	ポリマー16	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	80	スチレン	20	78,000	K
合成例17	ポリマー17	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	スチレン	80	13,000	K
合成例18	ポリマー18	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	スチレン	80	11,000	K,H
合成例19	ポリマー19	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	スチレン	80	12,000	Li
合成例20	ポリマー20	構造式(2)の1-メタクリロキシエタン-1,1-ジホスホン酸	20	スチレン	80	14,000	AEPD
比較合成例1	ポリマー21	構造式(3)の4-メタクリルアミド-1-ヒドロキシブタン-1,1-ジホスホン酸	100	—	0	5,100	K
比較合成例2		構造式(4)のヒドロキシエチリデンジホスホン酸	100	—	0	206	K

【 0 1 1 2 】

(実施例 1)

10

20

30

40

50

- 顔料分散体の調製 -

- ・カーボンブラック（N I P E X 1 5 0、デグサ社製）・・・20.0質量部
- ・ナフタレンスルホン酸Naホルマリン縮合物（固形分10質量%）・・・11.0質量部
- ・純水・・・67.0質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル（シンマルエンタープライゼス社製、K D L型、メディア：直径0.1mmのジルコニアボール使用）で周速10m/sで10分間循環分散した後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体1を得た。

【0113】

10

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体1（顔料固形分20質量%）・・・40.0質量部
- ・1,3-ブタンジオール（水溶性有機溶剤）・・・20.0質量部
- ・グリセリン（水溶性有機溶剤）・・・10.0質量部
- ・2-エチル-1,3-ヘキサジオール（水溶性有機溶剤）・・・1.0質量部
- ・2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタジオール（水溶性有機溶剤）・・・1.0質量部

・フッ素系界面活性剤（固形分40質量%、DuPont社製、Zonyl FS-300）・・・2.0質量部

- ・合成例1のポリマー1水溶液（固形分10質量%）・・・20.0質量部
- ・蒸留水・・・6.0質量部

20

上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0114】

(実施例2)

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体1（顔料固形分20質量%）・・・40.0質量部
- ・1,3-ブタンジオール（水溶性有機溶剤）・・・20.0質量部
- ・グリセリン（水溶性有機溶剤）・・・10.0質量部
- ・2-エチル-1,3-ヘキサジオール（水溶性有機溶剤）・・・1.0質量部
- ・2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタジオール（水溶性有機溶剤）・・・1.0質量部

30

・フッ素系界面活性剤（固形分40質量%）・・・2.0質量部
 (DuPont社製、Zonyl FS-300)

- ・合成例2のポリマー2水溶液（固形分10質量%）・・・20.0質量部
- ・蒸留水・・・6.0質量部

上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0115】

(実施例3)

40

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体1（顔料固形分20質量%）・・・40.0質量部
- ・1,3-ブタンジオール（水溶性有機溶剤）・・・20.0質量部
- ・グリセリン（水溶性有機溶剤）・・・10.0質量部
- ・2-エチル-1,3-ヘキサジオール（水溶性有機溶剤）・・・1.0質量部
- ・2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタジオール（水溶性有機溶剤）・・・1.0質量部

・フッ素系界面活性剤（固形分40質量%）・・・2.0質量部
 (DuPont社製、Zonyl FS-300)

- ・合成例12のポリマー12水溶液（固形分10質量%）・・・20.0質量部

50

- ・蒸留水・・・6.0質量部
- 上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。
- 【0116】
- (実施例4)
- インクの作製-
- ・前記顔料分散体1(顔料固形分20質量%)・・・40.0質量部
- ・1,3-ブタンジオール(水溶性有機溶剤)・・・20.0質量部
- ・グリセリン(水溶性有機溶剤)・・・10.0質量部
- ・2-エチル-1,3-ヘキサジオール(水溶性有機溶剤)・・・1.0質量部
- ・2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタジオール(水溶性有機溶剤)・・・1.0質量部
- ・フッ素系界面活性剤(固形分40質量%)・・・2.0質量部
(DuPont社製、Zonyl FS-300)
- ・合成例2のポリマー2水溶液(固形分10質量%)・・・1.0質量部
- ・蒸留水・・・25.0質量部
- 上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。
- 【0117】
- (実施例5)
- インクの作製-
- ・前記顔料分散体1(顔料固形分20質量%)・・・40.0質量部
- ・1,3-ブタンジオール(水溶性有機溶剤)・・・20.0質量部
- ・グリセリン(水溶性有機溶剤)・・・10.0質量部
- ・2-エチル-1,3-ヘキサジオール(水溶性有機溶剤)・・・1.0質量部
- ・2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタジオール(水溶性有機溶剤)・・・1.0質量部
- ・フッ素系界面活性剤(固形分40質量%)・・・2.0質量部
(DuPont社製、Zonyl FS-300)
- ・合成例2のポリマー2水溶液(固形分10質量%)・・・5.0質量部
- ・蒸留水・・・21.0質量部
- 上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。
- 【0118】
- (実施例6)
- インクの作製-
- ・前記顔料分散体1(顔料固形分20質量%)・・・40.0質量部
- ・2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタジオール(水溶性有機溶剤)・・・1.0質量部
- ・1,3-ブタンジオール(水溶性有機溶剤)・・・20.0質量部
- ・グリセリン(水溶性有機溶剤)・・・10.0質量部
- ・2-エチル-1,3-ヘキサジオール(水溶性有機溶剤)・・・1.0質量部
- ・フッ素系界面活性剤(固形分40質量%)・・・2.0質量部
(DuPont社製、Zonyl FS-300)
- ・合成例2のポリマー2水溶液(固形分10質量%)・・・10.0質量部
- ・蒸留水・・・16.0質量部
- 上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。
- 【0119】
- (実施例7)

10

20

30

40

50

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 1 (顔料固形分 20 質量%)・・・40.0 質量部
 - ・1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤)・・・20.0 質量部
 - ・グリセリン (水溶性有機溶剤)・・・10.0 質量部
 - ・2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部
 - ・2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部
 - ・フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%)・・・2.0 質量部
(DuPont社製、Zonyl FS-300)
 - ・合成例 3 のポリマー 3 水溶液 (固形分 10 質量%)・・・20.0 質量部
 - ・蒸留水・・・6.0 質量部
- 上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0120】

(実施例 8)

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 1 (顔料固形分 20 質量%)・・・40.0 質量部
 - ・1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤)・・・10.0 質量部
 - ・グリセリン (水溶性有機溶剤)・・・5.0 質量部
 - ・2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部
 - ・2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部
 - ・フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%)・・・2.0 質量部
(DuPont社製、Zonyl FS-300)
 - ・合成例 2 のポリマー 2 水溶液 (固形分 10 質量%)・・・20.0 質量部
 - ・蒸留水・・・21.0 質量部
- 上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0121】

(比較例 1)

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 1 (顔料固形分 20 質量%)・・・40.0 質量部
 - ・1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤)・・・20.0 質量部
 - ・グリセリン (水溶性有機溶剤)・・・10.0 質量部
 - ・2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部
 - ・2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部
 - ・フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%)・・・2.0 質量部
(DuPont社製、Zonyl FS-300)
 - ・比較合成例 1 のポリマー 2 1 水溶液 (固形分 10 質量%)・・・20.0 質量部
 - ・蒸留水・・・6.0 質量部
- 上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0122】

(比較例 2)

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 1 (顔料固形分 20 質量%)・・・40.0 質量部
- ・1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤)・・・20.0 質量部
- ・グリセリン (水溶性有機溶剤)・・・10.0 質量部
- ・2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部

- ・ 2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

- ・ フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%) . . . 2.0 質量部 (DuPont 社製、Zonyl FS-300)

- ・ 比較合成例 2 のヒドロキシエチリデンジホスホン酸カリウム水溶液 (固形分 10 質量%) . . . 20.0 質量部

- ・ 蒸留水 . . . 6.0 質量部

上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0123】

(比較例 3)

- インクの作製 -

- ・ 前記顔料分散体 1 (顔料固形分 20 質量%) . . . 40.0 質量部

- ・ 1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 20.0 質量部

- ・ グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 10.0 質量部

- ・ 2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

- ・ 2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

- ・ フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%) . . . 2.0 質量部 (DuPont 社製、Zonyl FS-300)

- ・ 蒸留水 . . . 26.0 質量部

上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0124】

次に、実施例 1 ~ 8 及び比較例 1 ~ 3 の各インクジェット記録用インクについて、以下のようにして、諸特性を評価した。結果を表 2 に示す。

【0125】

< 画像濃度 >

23、50% RH 環境下で、インクジェットプリンター (株式会社リコー製、IPSiO GX5000) に作製したインクを充填し、Microsoft Word 2000 (Microsoft 社製) にて作製した 64 point 文字「」の記載のあるチャートを、普通紙 1 (XEROX 4200、XEROX 社製)、及び普通紙 2 (My Paper、株式会社リコー製) に打ち出し、印字面の「」部を X-Rite 938 (エックスライト社製) にて測色し、下記評価基準により判定した。

なお、印字モードはプリンタ添付のドライバで普通紙のユーザー設定より「普通紙 - 標準はやい」モードを「色補正なし」に改変したモードを使用した。

[評価基準]

A : 1.25 以上

B : 1.2 以上 1.25 未満

C : 1.1 以上 1.2 未満

D : 1.1 未満

E : 顔料がゲル化してインク中に分散できず、印字できない

【0126】

< インクの保存安定性 >

各インクをインクカートリッジに充填して 60 で 1 週間保存し、保存前の粘度に対する保存後の粘度の変化率を下記式から求め、下記基準により評価した。

$$\text{粘度の変化率}(\%) = (\text{保存後のインクの粘度} / \text{保存前のインクの粘度}) \times 100$$

前記粘度の測定には、粘度計 (RE80L、東機産業株式会社製) を使用し、50 回転又は 100 回転にて 25 における粘度を測定した。

[評価基準]

10

20

30

40

50

- A : 粘度の変化率が $\pm 5\%$ 以内
 B : 粘度の変化率が $\pm 5\%$ を超え $\pm 8\%$ 以内
 C : 粘度の変化率が $\pm 8\%$ を超え $\pm 10\%$ 以内
 D : 粘度の変化率が $\pm 10\%$ を超え $\pm 30\%$ 以内
 E : 粘度の変化率が $\pm 30\%$ を超える (ゲル化して評価不能)

【 0 1 2 7 】

【 表 2 - 1 】

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
顔料分散体	顔料分散体1	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0
水溶性有機 溶剤	1, 3-ブタンジオール	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0
	グリセリン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
	2-エチル-1, 3-ヘキサジオール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタジオール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
フッ素系界面活性剤 (Zonyl FS-300)		2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
ポリマー	合成例1のポリマー1	20.0	—	—	—	—
	合成例2のポリマー2	—	20.0	—	1.0	5.0
	合成例3のポリマー3	—	—	—	—	—
	合成例12のポリマー12	—	—	20.0	—	—
	比較合成例1のポリマー21	—	—	—	—	—
比較合成例2のヒドロキシアクリル酸カルシウム水溶液		—	—	—	—	—
蒸留水		6.0	6.0	6.0	25.0	21.0
合計(質量%)		100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
画像濃度	普通紙1	B	B	B	B	B
	普通紙2	B	B	B	C	B
インクの保存安定性		C	C	C	C	C

10

20

【表 2 - 2】

		実施例6	実施例7	実施例8
顔料分散体	顔料分散体1	40.0	40.0	40.0
水溶性有機溶剤	1, 3-ブタンジオール	20.0	20.0	10.0
	グリセリン	10.0	10.0	5.0
	2-エチル-1, 3-ヘキサジオール	1.0	1.0	1.0
	2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタジオール	1.0	1.0	1.0
フッ素系界面活性剤(Zonyl FS-300)		2.0	2.0	2.0
ポリマー	合成例1のポリマー1	—	—	—
	合成例2のポリマー2	10.0	—	20.0
	合成例3のポリマー3	—	20.0	—
	合成例12のポリマー12	—	—	—
	比較合成例1のポリマー21	—	—	—
比較合成例2のヒドロキシエチリデンジホスホン酸カリウム水溶液		—	—	—
蒸留水		16.0	6.0	21.0
合計(質量%)		100.0	100.0	100.0
画像濃度	普通紙1	B	B	B
	普通紙2	B	B	B
インクの保存安定性		C	C	C

10

20

【表 2 - 3】

		比較例1	比較例2	比較例3
顔料分散体	顔料分散体1	40.0	40.0	40.0
水溶性有機溶剤	1, 3-ブタンジオール	20.0	20.0	20.0
	グリセリン	10.0	10.0	10.0
	2-エチル-1, 3-ヘキサジオール	1.0	1.0	1.0
	2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタジオール	1.0	1.0	1.0
フッ素系界面活性剤(Zonyl FS-300)		2.0	2.0	2.0
ポリマー	合成例1のポリマー1	—	—	—
	合成例2のポリマー2	—	—	—
	合成例12のむポリマー12	—	—	—
	比較合成例1のを含むポリマー21	20.0	—	—
比較合成例2のヒドロキシエチリデンジホスホン酸カリウム水溶液		—	20.0	—
蒸留水		6.0	6.0	26.0
合計(質量%)		100.0	100.0	100.0
画像濃度	普通紙1	B	D	D
	普通紙2	D	D	D
インクの保存安定性		E	C	C

30

40

【0128】

(実施例9)

- 顔料分散体2の調製 -

・カーボンブラック(NIPEX150、デグサ社製)・・・20.0質量部

50

- ・合成例 3 のポリマー 3 水溶液 (固形分 1 0 質量 %) . . . 5 0 . 0 質量部
- ・純水 . . . 3 0 . 0 質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、K D L 型、メディア：直径 0 . 1 m m のジルコニアボール使用) で周速 1 0 m / s で 1 0 分間循環分散した後、孔径 1 . 2 μ m のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体 2 を得た。

【 0 1 2 9 】

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 2 (顔料固形分 2 0 質量 %) . . . 4 0 . 0 質量部
- ・ 1 , 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 2 0 . 0 質量部
- ・グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 1 0 . 0 質量部
- ・ 2 - エチル - 1 , 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部
- ・ 2 , 2 , 4 - トリメチル - 1 , 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部

質量部

- ・フッ素系界面活性剤 (固形分 4 0 質量 %) . . . 2 . 0 質量部
(D u P o n t 社製、Z o n y l F S - 3 0 0)

- ・蒸留水 . . . 2 6 . 0 質量部

上記材料を混合し、1 . 5 時間攪拌後、孔径 1 . 2 μ m のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【 0 1 3 0 】

(実施例 1 0)

- 顔料分散体 3 の調製 -

- ・カーボンブラック (N I P E X 1 5 0 、デグサ社製) . . . 2 0 . 0 質量部
- ・合成例 4 のポリマー 4 水溶液 (固形分 1 0 質量 %) . . . 5 0 . 0 質量部
- ・純水 . . . 3 0 . 0 質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、K D L 型、メディア：直径 0 . 1 m m のジルコニアボール使用) で周速 1 0 m / s で 1 0 分間循環分散した後、孔径 1 . 2 μ m のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体 3 を得た。

【 0 1 3 1 】

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 3 (顔料固形分 2 0 質量 %) . . . 4 0 . 0 質量部
- ・ 1 , 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 2 0 . 0 質量部
- ・グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 1 0 . 0 質量部
- ・ 2 - エチル - 1 , 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部
- ・ 2 , 2 , 4 - トリメチル - 1 , 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部

質量部

- ・フッ素系界面活性剤 (固形分 4 0 質量 %) . . . 2 . 0 質量部
(D u P o n t 社製、Z o n y l F S - 3 0 0)

- ・蒸留水 . . . 2 6 . 0 質量部

上記材料を混合し、1 . 5 時間攪拌後、孔径 1 . 2 μ m のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【 0 1 3 2 】

(実施例 1 1)

- 顔料分散体 4 の調製 -

- ・カーボンブラック (N I P E X 1 5 0 、デグサ社製) . . . 2 0 . 0 質量部
- ・合成例 5 のポリマー 5 水溶液 (固形分 1 0 質量 %) . . . 5 0 . 0 質量部
- ・純水 . . . 3 0 . 0 質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、K D L 型、メディア：直径 0 . 1 m m のジルコニアボール使用) で周速 1

10

20

30

40

50

0 m / s で 1 0 分間循環分散した後、孔径 1 . 2 μ m のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体を得た。

【 0 1 3 3 】

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 4 (顔料固形分 2 0 質量%) . . . 4 0 . 0 質量部
- ・ 1 , 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 2 0 . 0 質量部
- ・グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 1 0 . 0 質量部
- ・ 2 - エチル - 1 , 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部
- ・ 2 , 2 , 4 - トリメチル - 1 , 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0

質量部

10

- ・フッ素系界面活性剤 (固形分 4 0 質量%) . . . 2 . 0 質量部

(D u P o n t 社製、Z o n y l F S - 3 0 0)

- ・蒸留水 . . . 2 6 . 0 質量部

上記材料を混合し、1 . 5 時間攪拌後、孔径 1 . 2 μ m のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【 0 1 3 4 】

(実施例 1 2)

- 顔料分散体 5 の調製 -

- ・カーボンブラック (N I P E X 1 5 0 、デグサ社製) . . . 2 0 . 0 質量部
- ・合成例 6 のポリマー 6 水溶液 (固形分 1 0 質量%) . . . 5 0 . 0 質量部
- ・純水 . . . 3 0 . 0 質量部

20

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、K D L 型、メディア : 直径 0 . 1 m m のジルコニアボール使用) で周速 1 0 m / s で 1 0 分間循環分散した後、孔径 1 . 2 μ m のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体 5 を得た。

【 0 1 3 5 】

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 5 (顔料固形分 2 0 質量%) . . . 4 0 . 0 質量部
- ・ 1 , 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 2 0 . 0 質量部
- ・グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 1 0 . 0 質量部
- ・ 2 - エチル - 1 , 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部
- ・ 2 , 2 , 4 - トリメチル - 1 , 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0

質量部

30

- ・フッ素系界面活性剤 (固形分 4 0 質量%) . . . 2 . 0 質量部

(D u P o n t 社製、Z o n y l F S - 3 0 0)

- ・蒸留水 . . . 2 6 . 0 質量部

上記材料を混合し、1 . 5 時間攪拌後、孔径 1 . 2 μ m のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【 0 1 3 6 】

(実施例 1 3)

- 顔料分散体 6 の調製 -

- ・カーボンブラック (N I P E X 1 5 0 、デグサ社製) . . . 2 0 . 0 質量部
- ・合成例 7 のポリマー 7 水溶液 (固形分 1 0 質量%) . . . 5 0 . 0 質量部
- ・純水 . . . 3 0 . 0 質量部

40

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、K D L 型、メディア : 直径 0 . 1 m m のジルコニアボール使用) で周速 1 0 m / s で 1 0 分間循環分散した後、孔径 1 . 2 μ m のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体を得た。

【 0 1 3 7 】

- インクの作製 -

50

- ・前記顔料分散体 6 (顔料固形分 20 質量%) . . . 40 . 0 質量部
 - ・ 1 , 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 20 . 0 質量部
 - ・グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 10 . 0 質量部
 - ・ 2 - エチル - 1 , 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部
 - ・ 2 , 2 , 4 - トリメチル - 1 , 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部
- 上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。 10
- 【0138】
(実施例 14)
- 顔料分散体 7 の調製 -
 - ・カーボンブラック (N I P E X 150、デグサ社製) . . . 20 . 0 質量部
 - ・合成例 8 のポリマー 8 水溶液 (固形分 10 質量%) . . . 50 . 0 質量部
 - ・純水 . . . 30 . 0 質量部
- 上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、KDL 型、メディア : 直径 0.1 mm のジルコニアボール使用) で周速 10 m / s で 10 分間循環分散した後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体 7 を得た。 20
- 【0139】
- インクの作製 -
- ・前記顔料分散体 7 (顔料固形分 20 質量%) . . . 40 . 0 質量部
 - ・ 1 , 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 20 . 0 質量部
 - ・グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 10 . 0 質量部
 - ・ 2 - エチル - 1 , 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部
 - ・ 2 , 2 , 4 - トリメチル - 1 , 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部
- 上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。 30
- 【0140】
(実施例 15)
- 顔料分散体 8 の調製 -
 - ・カーボンブラック (N I P E X 150、デグサ社製) . . . 20 . 0 質量部
 - ・合成例 9 のポリマー 9 水溶液 (固形分 10 質量%) . . . 50 . 0 質量部
 - ・純水 . . . 30 . 0 質量部
- 上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、KDL 型、メディア : 直径 0.1 mm のジルコニアボール使用) で周速 10 m / s で 10 分間循環分散した後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体 8 を得た。 40
- 【0141】
- インクの作製 -
- ・前記顔料分散体 8 (顔料固形分 20 質量%) . . . 40 . 0 質量部
 - ・ 1 , 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 20 . 0 質量部
 - ・グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 10 . 0 質量部
 - ・ 2 - エチル - 1 , 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1 . 0 質量部
- 50

・ 2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

・ フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%) . . . 2.0 質量部
(DuPont 社製、Zonyl FS-300)

・ 蒸留水 . . . 26.0 質量部

上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0142】

(実施例 16)

- 顔料分散体 9 の調製 -

・ カーボンブラック (NIPLEX 150、デグサ社製) . . . 20.0 質量部

・ 合成例 10 のポリマー 10 水溶液 (固形分 10 質量%) . . . 50.0 質量部

・ 純水 . . . 30.0 質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、KDL 型、メディア: 直径 0.1 mm のジルコニアボール使用) で周速 10 m/s で 10 分間循環分散した後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体 9 を得た。

【0143】

- インクの作製 -

・ 前記顔料分散体 9 (顔料固形分 20 質量%) . . . 40.0 質量部

・ 1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 20.0 質量部

・ グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 10.0 質量部

・ 2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

・ 2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

・ フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%) . . . 2.0 質量部

(DuPont 社製、Zonyl FS-300)

・ 蒸留水 . . . 26.0 質量部

上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0144】

(実施例 17)

- 顔料分散体 10 の調製 -

・ カーボンブラック (NIPLEX 150、デグサ社製) . . . 20.0 質量部

・ 合成例 11 のポリマー 11 水溶液 (固形分 10 質量%) . . . 50.0 質量部

・ 純水 . . . 30.0 質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、KDL 型、メディア: 直径 0.1 mm のジルコニアボール使用) で周速 10 m/s で 10 分間循環分散した後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体 10 を得た。

【0145】

- インクの作製 -

・ 前記顔料分散体 10 (顔料固形分 20 質量%) . . . 40.0 質量部

・ 1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 20.0 質量部

・ グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 10.0 質量部

・ 2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

・ 2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

・ フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%) . . . 2.0 質量部

(DuPont 社製、Zonyl FS-300)

10

20

30

40

50

・蒸留水・・・26.0質量部

上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0146】

(実施例18)

- 顔料分散体11の調製 -

・カーボンブラック(NIPEX150、デグサ社製)・・・20.0質量部
 ・合成例13のポリマー13水溶液(固形分10質量%)・・・50.0質量部
 ・純水・・・30.0質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのピーズミル(シンマルエンタープライゼス社製、KDL型、メディア:直径0.1mmのジルコニアボール使用)で周速10m/sで10分間循環分散した後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体11を得た。

【0147】

- インクの作製 -

・前記顔料分散体11(顔料固形分20質量%)・・・40.0質量部
 ・1,3-ブタンジオール(水溶性有機溶剤)・・・20.0質量部
 ・グリセリン(水溶性有機溶剤)・・・10.0質量部
 ・2-エチル-1,3-ヘキサジオール(水溶性有機溶剤)・・・1.0質量部
 ・2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタジオール(水溶性有機溶剤)・・・1.0

質量部

・フッ素系界面活性剤(固形分40質量%)・・・2.0質量部

(DuPont社製、Zonyl FS-300)

・蒸留水・・・26.0質量部

上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0148】

(実施例19)

- 顔料分散体12の調製 -

・カーボンブラック(NIPEX150、デグサ社製)・・・20.0質量部
 ・合成例14のポリマー14水溶液(固形分10質量%)・・・50.0質量部
 ・純水・・・30.0質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのピーズミル(シンマルエンタープライゼス社製、KDL型、メディア:直径0.1mmのジルコニアボール使用)で周速10m/sで10分間循環分散した後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体12を得た。

【0149】

- インクの作製 -

・前記顔料分散体12(顔料固形分20質量%)・・・40.0質量部
 ・1,3-ブタンジオール(水溶性有機溶剤)・・・20.0質量部
 ・グリセリン(水溶性有機溶剤)・・・10.0質量部
 ・2-エチル-1,3-ヘキサジオール(水溶性有機溶剤)・・・1.0質量部
 ・2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタジオール(水溶性有機溶剤)・・・1.0

質量部

・フッ素系界面活性剤(固形分40質量%)・・・2.0質量部

(DuPont社製、Zonyl FS-300)

・蒸留水・・・26.0質量部

上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0150】

10

20

30

40

50

(実施例 20)

- 顔料分散体 13 の調製 -

- ・カーボンブラック (N I P E X 1 5 0、デグサ社製)・・・20.0 質量部
- ・合成例 15 のポリマー 15 水溶液 (固形分 10 質量%)・・・50.0 質量部
- ・純水・・・30.0 質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、K D L 型、メディア: 直径 0.1 mm のジルコニアボール使用) で周速 10 m / s で 10 分間循環分散した後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体を得た。

【0151】

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 13 (顔料固形分 20 質量%)・・・40.0 質量部
- ・1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤)・・・20.0 質量部
- ・グリセリン (水溶性有機溶剤)・・・10.0 質量部
- ・2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部
- ・2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部

- ・フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%)・・・2.0 質量部

(D u P o n t 社製、Z o n y l F S - 3 0 0)

- ・蒸留水・・・26.0 質量部

上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0152】

(実施例 21)

- 顔料分散体 14 の調製 -

- ・カーボンブラック (N I P E X 1 5 0、デグサ社製)・・・20.0 質量部
- ・合成例 16 のポリマー 16 水溶液 (固形分 10 質量%)・・・50.0 質量部
- ・純水・・・30.0 質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、K D L 型、メディア: 直径 0.1 mm のジルコニアボール使用) で周速 10 m / s で 10 分間循環分散した後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体を得た。

【0153】

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 14 (顔料固形分 20 質量%)・・・40.0 質量部
- ・1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤)・・・20.0 質量部
- ・グリセリン (水溶性有機溶剤)・・・10.0 質量部
- ・2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部
- ・2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部

- ・フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%)・・・2.0 質量部

(D u P o n t 社製、Z o n y l F S - 3 0 0)

- ・蒸留水・・・26.0 質量部

上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0154】

(実施例 22)

- 顔料分散体 15 の調製 -

- ・カーボンブラック (N I P E X 1 5 0、デグサ社製)・・・20.0 質量部
- ・合成例 17 のポリマー 17 水溶液 (固形分 10 質量%)・・・50.0 質量部

・純水・・・30.0質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル（シンマルエンタープライゼス社製、KDL型、メディア：直径0.1mmのジルコニアボール使用）で周速10m/sで10分間循環分散した後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体15を得た。

【0155】

- インクの作製 -

・前記顔料分散体15（顔料固形分20質量%）・・・40.0質量部

・1,3-ブタンジオール（水溶性有機溶剤）・・・20.0質量部

・グリセリン（水溶性有機溶剤）・・・10.0質量部

・2-エチル-1,3-ヘキサジオール（水溶性有機溶剤）・・・1.0質量部

・2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタジオール（水溶性有機溶剤）・・・1.0質量部

・フッ素系界面活性剤（固形分40質量%）・・・2.0質量部

（DuPont社製、Zonyl FS-300）

・蒸留水・・・26.0質量部

上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0156】

（実施例23）

- 顔料分散体16の調製 -

・カーボンブラック（NIPEX150、デグサ社製）・・・20.0質量部

・合成例18のポリマー18水溶液（固形分10質量%）・・・50.0質量部

・純水・・・30.0質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル（シンマルエンタープライゼス社製、KDL型、メディア：直径0.1mmのジルコニアボール使用）で周速10m/sで10分間循環分散した後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体を得た。

【0157】

- インクの作製 -

・前記顔料分散体16（顔料固形分20質量%）・・・40.0質量部

・1,3-ブタンジオール（水溶性有機溶剤）・・・20.0質量部

・グリセリン（水溶性有機溶剤）・・・10.0質量部

・2-エチル-1,3-ヘキサジオール（水溶性有機溶剤）・・・1.0質量部

・2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタジオール（水溶性有機溶剤）・・・1.0質量部

・フッ素系界面活性剤（固形分40質量%）・・・2.0質量部

（DuPont社製、Zonyl FS-300）

・蒸留水・・・26.0質量部

上記材料を混合し、1.5時間攪拌後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0158】

（実施例24）

- 顔料分散体17の調製 -

・カーボンブラック（NIPEX150、デグサ社製）・・・20.0質量部

・合成例19のポリマー19水溶液（固形分10質量%）・・・50.0質量部

・純水・・・30.0質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル（シンマルエンタープライゼス社製、KDL型、メディア：直径0.1mmのジルコニアボール使用）で周速10m/sで10分間循環分散した後、孔径1.2μmのメンブレンフィルターでろ過して

10

20

30

40

50

、顔料分散体 17 を得た。

【0159】

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 17 (顔料固形分 20 質量%)・・・40.0 質量部
- ・1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤)・・・20.0 質量部
- ・グリセリン (水溶性有機溶剤)・・・10.0 質量部
- ・2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部
- ・2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0

質量部

- ・フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%)・・・2.0 質量部

10

(DuPont社製、Zonyl FS-300)

- ・蒸留水・・・26.0 質量部

上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0160】

(実施例 25)

- 顔料分散体 18 の調製 -

- ・カーボンブラック (NIPLEX 150、デグサ社製)・・・20.0 質量部
- ・合成例 20 のポリマー 20 水溶液 (固形分 10 質量%)・・・50.0 質量部
- ・純水・・・30.0 質量部

20

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのピーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、KDL 型、メディア: 直径 0.1 mm のジルコニアボール使用) で周速 10 m/s で 10 分間循環分散した後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体 18 を得た。

【0161】

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 18 (顔料固形分 20 質量%)・・・40.0 質量部
- ・1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤)・・・20.0 質量部
- ・グリセリン (水溶性有機溶剤)・・・10.0 質量部
- ・2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0 質量部
- ・2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤)・・・1.0

30

質量部

- ・フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%)・・・2.0 質量部

(DuPont社製、Zonyl FS-300)

- ・蒸留水・・・26.0 質量部

上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0162】

(実施例 26)

- 顔料分散体 19 の調製 -

- ・カーボンブラック (NIPLEX 150、デグサ社製)・・・20.0 質量部
- ・合成例 3 のポリマー 3 水溶液 (固形分 10 質量%)・・・70.0 質量部
- ・純水・・・10.0 質量部

40

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのピーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、KDL 型、メディア: 直径 0.1 mm のジルコニアボール使用) で周速 10 m/s で 10 分間循環分散した後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体 19 を得た。

【0163】

- インクの作製 -

- ・前記顔料分散体 19 (顔料固形分 20 質量%)・・・40.0 質量部

50

- ・ 1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 20.0 質量部
- ・ グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 10.0 質量部
- ・ 2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部
- ・ 2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

・ フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%) . . . 2.0 質量部
(DuPont 社製、Zonyl FS-300)

・ 蒸留水 . . . 26.0 質量部
上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

10

【0164】

(実施例 27)

- 顔料分散体 20 の調製 -

- ・ カーボンブラック (NIPLEX 150、デグサ社製) . . . 20.0 質量部
- ・ 合成例 3 のポリマー 3 水溶液 (固形分 10 質量%) . . . 10.0 質量部
- ・ 純水 . . . 70.0 質量部

上記混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのピーズミル (シンマルエンタープライゼス社製、KDL 型、メディア: 直径 0.1 mm のジルコニアボール使用) で周速 10 m/s で 10 分間循環分散した後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、顔料分散体 19 を得た。

20

【0165】

- インクの作製 -

- ・ 前記顔料分散体 20 (顔料固形分 20 質量%) . . . 40.0 質量部
- ・ 1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 20.0 質量部
- ・ グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 10.0 質量部
- ・ 2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部
- ・ 2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

・ フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%) . . . 2.0 質量部
(DuPont 社製、Zonyl FS-300)

30

・ 蒸留水 . . . 26.0 質量部
上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0166】

(実施例 28)

- インクの作製 -

- ・ 前記顔料分散体 2 (顔料固形分 20 質量%) . . . 20.0 質量部
- ・ 1, 3 - ブタンジオール (水溶性有機溶剤) . . . 10.0 質量部
- ・ グリセリン (水溶性有機溶剤) . . . 5.0 質量部
- ・ 2 - エチル - 1, 3 - ヘキサジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部
- ・ 2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタジオール (水溶性有機溶剤) . . . 1.0 質量部

40

・ フッ素系界面活性剤 (固形分 40 質量%) . . . 2.0 質量部
(DuPont 社製、Zonyl FS-300)

・ 蒸留水 . . . 41.0 質量部
上記材料を混合し、1.5 時間攪拌後、孔径 1.2 μm のメンブレンフィルターでろ過して、インクを得た。

【0167】

(比較例 4)

- 顔料分散体 22 の調製 -

50

- ・カーボンブラック（NIPLEX150、デグサ社製）・・・20.0質量部
- ・比較合成例1のポリマー21水溶液（固形分10質量%）・・・50.0質量部
- ・純水・・・30.0質量部

上記混合物をプレミックスしたが混合できなかった。即ち、インクを作製することができなかった。

【0168】

（比較例5）

- 顔料分散体23の調製 -

- ・カーボンブラック（NIPLEX150、デグサ社製）・・・20.0質量部
- ・比較合成例2のヒドロキシエチリデンジホスホン酸カリウム水溶液（固形分10質量%）・・・50.0質量部
- ・純水・・・30.0質量部

上記混合物をプレミックスしたが混合できなかった。即ち、インクを作製することができなかった。

【0169】

次に、実施例9～28の各インクジェット記録用インクについて、実施例1～8及び比較例1～3と同様にして、諸特性を評価した。結果を表4に示す。

【0170】

【表3】

	顔料分散体	分散剤		顔料:カーボンブラック(質量部)	純水(質量部)
		種類	含有量(質量部)		
実施例9	顔料分散体2	合成例3のポリマー3	50.0	20.0	30.0
実施例10	顔料分散体3	合成例4のポリマー4	50.0	20.0	30.0
実施例11	顔料分散体4	合成例5のポリマー5	50.0	20.0	30.0
実施例12	顔料分散体5	合成例6のポリマー6	50.0	20.0	30.0
実施例13	顔料分散体6	合成例7のポリマー7	50.0	20.0	30.0
実施例14	顔料分散体7	合成例8のポリマー8	50.0	20.0	30.0
実施例15	顔料分散体8	合成例9のポリマー9	50.0	20.0	30.0
実施例16	顔料分散体9	合成例10のポリマー10	50.0	20.0	30.0
実施例17	顔料分散体10	合成例11のポリマー11	50.0	20.0	30.0
実施例18	顔料分散体11	合成例13のポリマー13	50.0	20.0	30.0
実施例19	顔料分散体12	合成例14のポリマー14	50.0	20.0	30.0
実施例20	顔料分散体13	合成例15のポリマー15	50.0	20.0	30.0
実施例21	顔料分散体14	合成例16のポリマー16	50.0	20.0	30.0
実施例22	顔料分散体15	合成例17のポリマー17	50.0	20.0	30.0
実施例23	顔料分散体16	合成例18のポリマー18	50.0	20.0	30.0
実施例24	顔料分散体17	合成例19のポリマー19	50.0	20.0	30.0
実施例25	顔料分散体18	合成例20のポリマー20	50.0	20.0	30.0
実施例26	顔料分散体19	合成例3のポリマー3	70.0	20.0	10.0
実施例27	顔料分散体20	合成例3のポリマー3	10.0	20.0	70.0
実施例28	顔料分散体21	合成例3のポリマー3	50.0	20.0	30.0
比較例4	顔料分散体22	比較合成例1のポリマー21	50.0	20.0	30.0
比較例5	顔料分散体23	比較合成例2のヒドロキシエチリデンジホスホン酸カリウム	50.0	20.0	30.0

【0171】

【表 4 - 1】

		実施例9	実施例10	実施例11	実施例12	実施例13
顔料分散体	顔料分散体1	—	—	—	—	—
	顔料分散体2	40.0	—	—	—	—
	顔料分散体3	—	40.0	—	—	—
	顔料分散体4	—	—	40.0	—	—
	顔料分散体5	—	—	—	40.0	—
	顔料分散体6	—	—	—	—	40.0
	顔料分散体7	—	—	—	—	—
	顔料分散体8	—	—	—	—	—
	顔料分散体9	—	—	—	—	—
	顔料分散体10	—	—	—	—	—
	顔料分散体11	—	—	—	—	—
	顔料分散体12	—	—	—	—	—
	顔料分散体13	—	—	—	—	—
	顔料分散体14	—	—	—	—	—
	顔料分散体15	—	—	—	—	—
	顔料分散体16	—	—	—	—	—
	顔料分散体17	—	—	—	—	—
	顔料分散体18	—	—	—	—	—
	顔料分散体19	—	—	—	—	—
	顔料分散体20	—	—	—	—	—
	顔料分散体21	—	—	—	—	—
	顔料分散体22	—	—	—	—	—
	顔料分散体23	—	—	—	—	—
水溶性有機溶剤	1, 3-ブタンジオール	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0
	グリセリン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
	2-エチル-1, 3-ヘキサジオール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタジオール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	フッ素系界面活性剤 (Zonyl FS-300)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
	蒸留水	26.0	26.0	26.0	26.0	26.0
	合計(質量%)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
画像濃度	普通紙1	A	A	A	A	A
	普通紙2	A	A	C	C	C
	インクの保存安定性	B	B	C	C	C

10

20

30

【表 4 - 2】

		実施例 14	実施例 15	実施例 16	実施例 17	実施例 18
顔料分散体	顔料分散体 1	—	—	—	—	—
	顔料分散体 2	—	—	—	—	—
	顔料分散体 3	—	—	—	—	—
	顔料分散体 4	—	—	—	—	—
	顔料分散体 5	—	—	—	—	—
	顔料分散体 6	—	—	—	—	—
	顔料分散体 7	40.0	—	—	—	—
	顔料分散体 8	—	40.0	—	—	—
	顔料分散体 9	—	—	40.0	—	—
	顔料分散体 10	—	—	—	40.0	—
	顔料分散体 11	—	—	—	—	40.0
	顔料分散体 12	—	—	—	—	—
	顔料分散体 13	—	—	—	—	—
	顔料分散体 14	—	—	—	—	—
	顔料分散体 15	—	—	—	—	—
	顔料分散体 16	—	—	—	—	—
	顔料分散体 17	—	—	—	—	—
	顔料分散体 18	—	—	—	—	—
	顔料分散体 19	—	—	—	—	—
	顔料分散体 20	—	—	—	—	—
	顔料分散体 21	—	—	—	—	—
	顔料分散体 22	—	—	—	—	—
	顔料分散体 23	—	—	—	—	—
水溶性有機溶剤	1, 3-ブタンジオール	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0
	グリセリン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
	2-エチル-1, 3-ヘキサジオール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタジオール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
フッ素系界面活性剤 (Zonyl FS-300)		2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
蒸留水		26.0	26.0	26.0	26.0	26.0
合計 (質量%)		100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
画像濃度	普通紙 1	A	A	A	A	A
	普通紙 2	A	B	A	A	B
インクの保存安定性		C	C	B	B	C

10

20

30

【表 4 - 3】

		実施例19	実施例20	実施例21	実施例22	実施例23
顔料分散体	顔料分散体1	—	—	—	—	—
	顔料分散体2	—	—	—	—	—
	顔料分散体3	—	—	—	—	—
	顔料分散体4	—	—	—	—	—
	顔料分散体5	—	—	—	—	—
	顔料分散体6	—	—	—	—	—
	顔料分散体7	—	—	—	—	—
	顔料分散体8	—	—	—	—	—
	顔料分散体9	—	—	—	—	—
	顔料分散体10	—	—	—	—	—
	顔料分散体11	—	—	—	—	—
	顔料分散体12	40.0	—	—	—	—
	顔料分散体13	—	40.0	—	—	—
	顔料分散体14	—	—	40.0	—	—
	顔料分散体15	—	—	—	40.0	—
	顔料分散体16	—	—	—	—	40.0
	顔料分散体17	—	—	—	—	—
	顔料分散体18	—	—	—	—	—
	顔料分散体19	—	—	—	—	—
	顔料分散体20	—	—	—	—	—
	顔料分散体21	—	—	—	—	—
	顔料分散体22	—	—	—	—	—
	顔料分散体23	—	—	—	—	—
水溶性有機溶剤	1, 3-ブタンジオール	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0
	グリセリン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
	2-エチル-1, 3-ヘキサジオール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタジオール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
フッ素系界面活性剤(Zonyl FS-300)		2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
蒸留水		26.0	26.0	26.0	26.0	26.0
合計(質量%)		100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
画像濃度	普通紙1	A	A	A	A	A
	普通紙2	A	B	A	A	A
	インクの保存安定性	C	C	C	B	B

10

20

30

【表 4 - 4】

		実施例24	実施例25
顔料分散体	顔料分散体1	—	—
	顔料分散体2	—	—
	顔料分散体3	—	—
	顔料分散体4	—	—
	顔料分散体5	—	—
	顔料分散体6	—	—
	顔料分散体7	—	—
	顔料分散体8	—	—
	顔料分散体9	—	—
	顔料分散体10	—	—
	顔料分散体11	—	—
	顔料分散体12	—	—
	顔料分散体13	—	—
	顔料分散体14	—	—
	顔料分散体15	—	—
	顔料分散体16	—	—
	顔料分散体17	40.0	—
	顔料分散体18	—	40.0
	顔料分散体19	—	—
	顔料分散体20	—	—
	顔料分散体21	—	—
	顔料分散体22	—	—
	顔料分散体23	—	—
水溶性有機溶剤	1, 3-ブタンジオール	20.0	20.0
	グリセリン	10.0	10.0
	2-エチル-1, 3-ヘキサジオール	1.0	1.0
	2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタジオール	1.0	1.0
フッ素系界面活性剤(Zonyl FS-300)		2.0	2.0
蒸留水		26.0	26.0
合計(質量%)		100.0	100.0
画像濃度	普通紙1	A	A
	普通紙2	B	B
インクの保存安定性		A	A

10

20

30

【表 4 - 5】

		実施例26	実施例27	実施例28
顔料分散体	顔料分散体1	—	—	—
	顔料分散体2	—	—	—
	顔料分散体3	—	—	—
	顔料分散体4	—	—	—
	顔料分散体5	—	—	—
	顔料分散体6	—	—	—
	顔料分散体7	—	—	—
	顔料分散体8	—	—	—
	顔料分散体9	—	—	—
	顔料分散体10	—	—	—
	顔料分散体11	—	—	—
	顔料分散体12	—	—	—
	顔料分散体13	—	—	—
	顔料分散体14	—	—	—
	顔料分散体15	—	—	—
	顔料分散体16	—	—	—
	顔料分散体17	—	—	—
	顔料分散体18	—	—	—
	顔料分散体19	40.0	—	—
	顔料分散体20	—	40.0	40.0
	顔料分散体21	—	—	—
	顔料分散体22	—	—	—
	顔料分散体23	—	—	—
水溶性有機溶剤	1, 3-ブタンジオール	20.0	20.0	10.0
	グリセリン	10.0	10.0	5.0
	2-エチル-1, 3-ヘキサジオール	1.0	1.0	1.0
	2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタジオール	1.0	1.0	1.0
フッ素系界面活性剤(Zonyl FS-300)		2.0	2.0	2.0
蒸留水		26.0	26.0	41.0
合計(質量%)		100.0	100.0	100.0
画像濃度	普通紙1	A	B	A
	普通紙2	B	B	A
インクの保存安定性		A	B	B

10

20

30

【0172】

表 4 - 1 ~ 表 4 - 5 の結果から、実施例のインクは、比較例のインクに比べて、一般的な普通紙においても高い画像濃度が得られ、水溶性有機溶剤の含有量が 20 質量% を超えてもインクの保存安定性が優れることがわかった。

【0173】

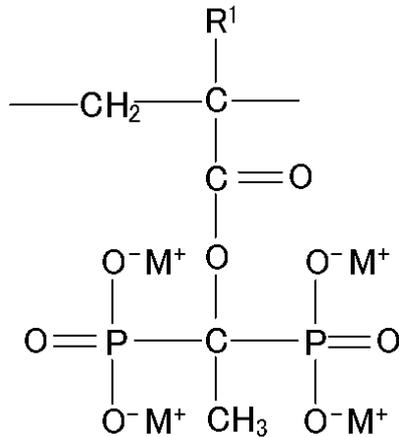
本発明の態様としては、以下のとおりである。

< 1 > 水、水溶性有機溶剤、顔料、及び下記一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーを含有することを特徴とするインクジェット記録用インクである。

< 一般式(1) >

40

【化 1 3】



10

ただし、前記一般式(1)中、 R^1 は、水素原子、及びメチル基のいずれかを表す。 M^+ は、アルカリ金属イオン、有機アミンイオン、及び水素イオンから選択される少なくとも1種を表す。

< 2 > 一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーが、更に、重合性モノマー由来の構造単位を含む前記< 1 >に記載のインクジェット記録用インクである。

< 3 > 一般式(1)で表される構造単位を含むポリマーの含有量が、0.05質量%~10.0質量%である前記< 1 >から< 2 >のいずれかに記載のインクジェット記録用インクである。

20

< 4 > 水溶性有機溶剤が、1,3-ブタンジオール、グリセリン、2-エチル-1,3-ヘキサジオール及び2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールから選択される少なくとも1種である前記< 1 >から< 3 >のいずれかに記載のインクジェット記録用インクである。

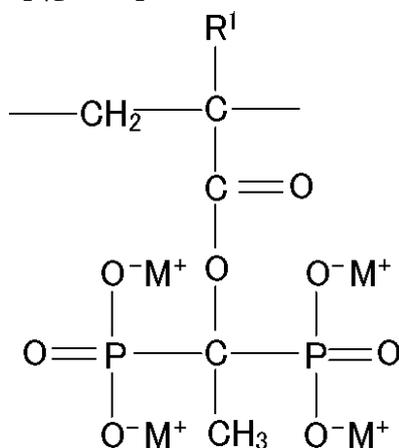
< 5 > 水溶性有機溶剤の含有量が、10質量%~60質量%である前記< 1 >から< 4 >のいずれかに記載のインクジェット記録用インクである。

< 6 > 下記一般式(1)で表される構造単位を含むことを特徴とするポリマーである。

< 一般式(1) >

30

【化 1 4】



40

ただし、前記一般式(1)中、 R^1 は、水素原子、及びメチル基のいずれかを表す。 M^+ は、アルカリ金属イオン、有機アミンイオン、及び水素イオンから選択される少なくとも1種を表す。

< 7 > 更に、重合性モノマー由来の構造単位を含む前記< 6 >に記載のポリマーである。

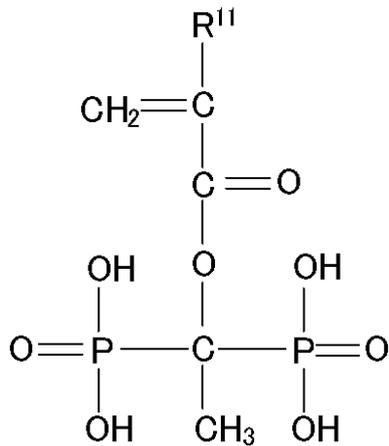
< 8 > 少なくとも下記一般式(2)で表される化合物を重合させた後、得られたポリマーをアルカリ金属塩基及び有機アミン塩基のいずれかで中和処理することを特徴とする

50

ポリマーの製造方法である。

<一般式(2)>

【化15】



10

ただし、前記一般式(2)中、 R^{11} は、水素原子及びメチル基のいずれかを表す。

<9> 一般式(2)で表される化合物と、重合性モノマーとを重合させる前記<8>に記載のポリマーの製造方法である。

<10> 前記<1>から<5>のいずれかに記載のインクジェット記録用インクを容器中に収容してなることを特徴とするインクカートリッジである。

20

<11> 前記<1>から<5>のいずれかに記載のインクジェット記録用インクに刺激を印加し、前記インクジェット記録用インクを飛翔させて画像を記録するインク飛翔工程を少なくとも含むことを特徴とするインクジェット記録方法である。

<12> 前記<1>から<5>のいずれかに記載のインクジェット記録用インクに刺激を印加し、前記インクジェット記録用インクを飛翔させて画像を記録するインク飛翔工程を少なくとも有することを特徴とするインクジェット記録装置である。

<13> 記録メディア上に、前記<1>から<5>のいずれかに記載のインクジェット記録用インクにより記録された画像を有してなることを特徴とするインク記録物である。

。

【先行技術文献】

30

【特許文献】

【0174】

【特許文献1】特表2009-513802号公報

【特許文献2】特開2012-51357号公報

【特許文献3】特開2004-123904号公報

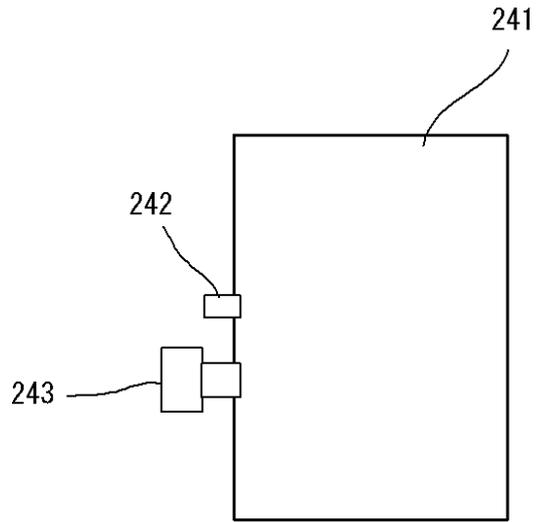
【符号の説明】

【0175】

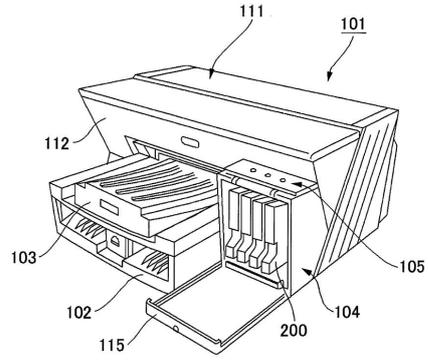
101	装置本体
134	記録ヘッド
142	用紙
200	インクカートリッジ

40

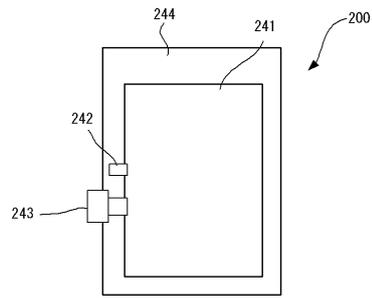
【図1】



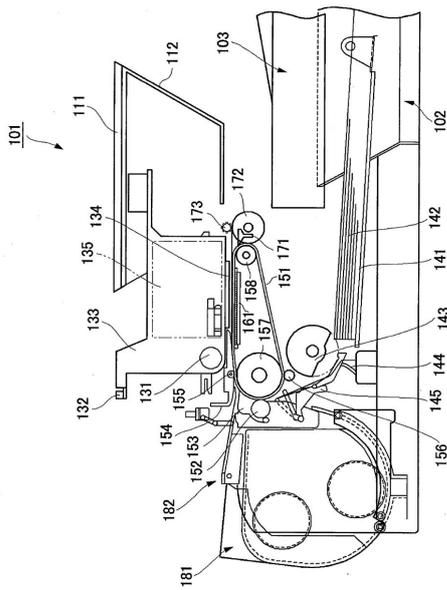
【図3】



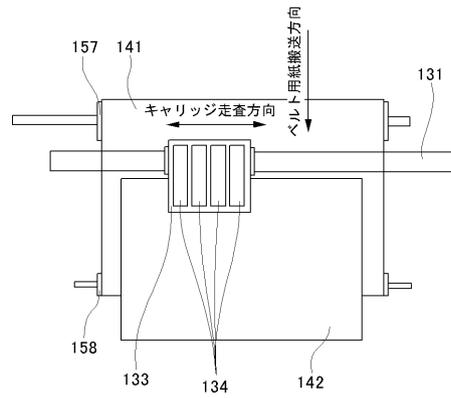
【図2】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 8 F 220/18 (2006.01) C 0 8 F 220/18

- (72)発明者 松山 彰彦
東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式会社リコー内
- (72)発明者 加藤 啓太
東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式会社リコー内
- (72)発明者 永井 一清
東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式会社リコー内
- (72)発明者 小飯塚 祐介
東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式会社リコー内

審査官 仁科 努

- (56)参考文献 特開昭61-151104(JP,A)
特開昭58-222095(JP,A)
特開2007-077233(JP,A)
特開2007-070567(JP,A)
特開2007-153985(JP,A)
特開2007-070568(JP,A)
特開2008-184567(JP,A)
特開2011-157450(JP,A)
米国特許出願公開第2004/0122131(US,A1)
特開昭57-106688(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 9 D 1 1 / 0 0 - 5 4
B 0 1 F 1 7 / 0 0
C 0 8 F 2 2 0 / 1 8
C 0 9 D 1 7 / 0 0