

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4391700号
(P4391700)

(45) 発行日 平成21年12月24日 (2009. 12. 24)

(24) 登録日 平成21年10月16日 (2009. 10. 16)

(51) Int. Cl.

F I

B 0 1 F 17/52 (2006. 01)
C 0 8 F 8/30 (2006. 01)
C 0 9 D 11/00 (2006. 01)
C 0 9 D 17/00 (2006. 01)
B 0 1 J 13/00 (2006. 01)

B 0 1 F 17/52
 C 0 8 F 8/30
 C 0 9 D 11/00
 C 0 9 D 17/00
 B 0 1 J 13/00

B

請求項の数 3 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2000-589272 (P2000-589272)
 (86) (22) 出願日 平成11年3月30日 (1999. 3. 30)
 (65) 公表番号 特表2002-532242 (P2002-532242A)
 (43) 公表日 平成14年10月2日 (2002. 10. 2)
 (86) 国際出願番号 PCT/US1999/006952
 (87) 国際公開番号 W02000/037167
 (87) 国際公開日 平成12年6月29日 (2000. 6. 29)
 審査請求日 平成18年3月29日 (2006. 3. 29)
 (31) 優先権主張番号 09/216, 161
 (32) 優先日 平成10年12月18日 (1998. 12. 18)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 590000422
 スリーエム カンパニー
 アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
 1000, セント ポール, スリーエム
 センター
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100092624
 弁理士 鶴田 準一
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100082898
 弁理士 西山 雅也
 (74) 代理人 100081330
 弁理士 樋口 外治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水性系中の疎水性粒子のための A B n 分散剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

A B_n 構造

(式中、A はイオン化性部分を含有する親水性ポリマーセグメントであって多官能性連鎖移動剤で終端し、B は無極性非重合疎水性炭化水素部分であり、n は 1 を越え、B 部分が A セグメントの連鎖移動剤末端で分岐セグメントを形成し、

A は、(1) アクリル酸、2 - アクリルアミド - 2 - メチル - 1 - プロパンスルホン酸、N, N - ジメチルアクリルアミド、イタコン酸又は無水マレイン酸の重合によって調製されるホモポリマーであるか、又は、(2) (a) アクリル酸、2 - アクリルアミド - 2 - メチル - 1 - プロパンスルホン酸、イタコン酸および無水マレイン酸を含む水溶性材料の群と、(b) イソボルニルアクリレート、イソオクチルアクリレート、エチルアクリレート、ブチルアクリレート、イソブチルアクリレートおよびスチレンを含む水不溶性材料の群との重合によって調製され、(b) 群のモノマー単位が A の 40 重量%までを構成する、ランダム共重合体であり、

B は、オクタデシルイソシアネートから誘導された C₁₈ 炭化水素セグメントを含み、前記連鎖移動剤は多数の水酸基を含む。)

を有するポリマーを含む、水性系中で疎水性粒子を分散するための分散剤。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の分散剤、および疎水性粒子を含む水性懸濁液。

【請求項 3】

a) 顔料粒子と、

b) $A B_n$ 構造

(式中、Aはイオン化性部分を含有する親水性ポリマーセグメントであって多官能性連鎖移動剤で終端し、Bは非重合疎水性炭化水素部分であり、nは1を越え、B部分がAセグメントの連鎖移動剤末端で分岐セグメントを形成し、

Aは、(1) アクリル酸、2 - アクリルアミド - 2 - メチル - 1 - プロパンスルホン酸、N, N - ジメチルアクリルアミド、イタコン酸又は無水マレイン酸の重合によって調製されるホモポリマーであるか、又は、(2) (a) アクリル酸、2 - アクリルアミド - 2 - メチル - 1 - プロパンスルホン酸、イタコン酸および無水マレイン酸を含む水溶性材料の群と、(b) イソボルニルアクリレート、イソオクチルアクリレート、エチルアクリレート、ブチルアクリレート、イソブチルアクリレートおよびスチレンを含む水不溶性材料の群との重合によって調整され、(b) 群のモノマー単位がAの40重量%までを構成する、ランダム共重合体であり、

Bは、オクタデシルイソシアネートから誘導された C_{18} 炭化水素セグメントを含み、

前記連鎖移動剤は多数の水酸基を含む。)

を有するポリマーを含む、水性系中で疎水性粒子を分散するための分散剤と、の懸濁液を含む水性顔料インク。

【発明の詳細な説明】

【0001】

発明の分野

本発明は、水をベースとする系中の顔料をはじめとする疎水性粒子のための分散剤に関する。特に発明の分散剤は、インクジェット印刷用途に適合されたインクのために有用なものなどの顔料と共に使用することができる。

【0002】

発明の背景

疎水性粒子を水に入れると、それらは凝集する傾向がある。この傾向のために水をベースとする系中で、疎水性粒子の分散体を得ることが困難になる。この凝集傾向を低下させるために、分散剤を混合物に添加しても良い。分散剤が疎水性および親水性の双方である場合、その疎水性部分は疎水性粒子表面に引きつけられ、親水性部分は水によって水和される。

【0003】

近年、多くの用途においてサーマルインクジェットプリンターの使用が劇的に増大した。このようなプリンターは、典型的に紙またはフィルムのシートである受容体上にスプレーされる、液体ベースのインクを使用して画像を形成する。基本的なインクの色(黒色、黄色、シアン、およびマゼンタ、または黒色、赤、緑、および青)、並びに白色顔料(TiO_2 など)を様々な組み合わせと濃度で使用することで、印刷された画像の部分として実質的にあらゆる色が作り出せる。さらにインクジェット技術は、高解像度のグラフィック画像、特に電子印刷システムを使用して作り出されるものに良く適している。このようなシステムは典型的にコンピュータ技術を用いて、画像、文書、グラフィックスなどを作成、変更、そして保存する。

【0004】

インクジェットおよびその他のプリンターで過去に使用されてきたインクの多くは、主に有機ベースのキャリア液体中に含有された染料から成る。このようなインクは特定の用途において満足できる性能を提供するかもしれないが、このようなシステムは屋外や同様に要求の厳しい用途に必要な光安定性と耐久性に欠ける画像を作りがちなため、現在はこのような系から遠ざかる傾向にある。さらに有機ベースのキャリア液体の使用は、多数の環境上および材料取り扱い上の複雑化を引き起こす。むしろ印刷工業は、有機溶剤ベースの系にかかわる問題を減少させまたは除外する、主として水をベースとするインクを探し求めた。

【0005】

インクは、水をベースとするキャリア中の顔料粒子懸濁液を含んでも良い。しかし懸濁された顔料は、凝集する傾向がある。インクジェットプリンターは、非常に小さなジェットノズル（約 $40\text{ }\mu\text{m}$ 未満程度で液滴体積はピコリットル程度）を使用して高解像度画像を提供するので、顔料凝集はプリンターヘッドを制限し、あるいは詰まらせるかもしれない。この効果は、ここでは「目詰まり」と称される。さらにサーマルインクジェット系の場合、インクはノズル内の加熱エレメントのために高温（およそ 350°C ）に曝される。典型的にインクは、より高い温度ではより早く凝集しがちであり、プリンターヘッドの加熱エレメントに付着して被覆するかもしれない。これにより印刷ヘッドの熱効率が低下して、より小さなインク液滴が形成されて画像の品質が低下する。この効果は、一般に「焦げつき」と称される。

10

【0006】

上述の問題を克服するために、いくつかの顔料粒子は、分散剤によって（凝集から）安定化されている。1つのアプローチでは、親水性部分と疎水性部分を有し、異なる疎水性の顔料表面にその疎水性セグメントが吸着する界面活性剤から分散剤が形成される。別のアプローチでは、親水性および疎水性セグメントを有する共重合体を使用される。これらのアプローチの例は、米国特許番号第4,597,794号、および米国特許番号第5,085,698号で述べられている。

【0007】

上述のアプローチでは、界面活性剤またはポリマーの疎水性セグメントは、分散剤分子と、表面が疎水性でありがちな有機ベース顔料との疎水性相互作用によって顔料上に吸着できる。この疎水性相互作用は、通常それほど強くない。この弱い引力のために分散剤分子が顔料表面から脱着し、それにより顔料粒子が凝集するかもしれない。これにより印刷中に、プリンターヘッドジェットノズルの目詰まりが帰結するかもしれない。サーマルインクジェットシステム中で生じる熱は、疎水性顔料表面への分散剤の吸着を強化することでインクの安定性を向上させるかもしれないが、目詰まりと焦げつきの問題が残る。

20

【0008】

発明の要約

前述に鑑みて、水性媒体中で疎水性粒子に強力に吸着し、凝集を阻害する分散剤に対する必要性が存在する。より大きな安定性を提供する、水をベースとするインクに対する必要性も存在する。本発明はこのような必要性に取り組む。

30

【0009】

発明の一態様は、 AB_n 構造（式中、Aはイオン化性部分を含有する親水性ポリマーセグメントであって多官能性連鎖移動剤（CTA）で終端し、Bは無極性非重合炭化水素の疎水性部分であり、nは1を越え、B部分がAセグメントのCTA末端で分岐セグメントを形成する。）を含む、水性システム中で疎水性粒子を分散するための分散剤を提供する。複数の疎水性部分の存在によって、分散剤と粒子表面との相互作用が強化できる。

【0010】

発明の別の実施態様は、発明の分散剤が水をベースとする粒子分散体に組み込まれ、粒子が疎水性表面を有する安定した水をベースとする系に関する。このような系は、a) 疎水性粒子と、b) AB_n 構造（式中、Aはイオン化性部分を含有する親水性ポリマーセグメントであって多官能性連鎖移動剤（CTA）で終端し、Bは無極性非重合炭化水素の疎水性部分であり、nは1を越え、B部分がAセグメントのCTA末端で分岐セグメントを形成する。）を含む分散剤と、の水性懸濁液を含む。

40

【0011】

本発明の特定用途は、インクジェットおよびその他の印刷用途の厳しい要求を満たす、安定した水をベースとする着色インクに関する。これらのインクでは、発明の分散剤が水をベースとする顔料分散に組み込まれて、疎水性顔料粒子が凝集する可能性を除外または低下させる。

【0012】

この発明における用法では、

50

「吸着する」とは、別の物質表面に対する原子、イオン、または分子の接着を指し、
「分散剤／粒子複合材」とは、分散剤分子、および分散剤がそれに吸着された粒子または微粒子を意味し、典型的に複合材は、疎水性粒子と分散剤分子との層を含み、

「イオン化性 (ionizable)」とは、例えば水などの極性媒体に入れると電子を失いあるいは得ることで、正味電荷を得てイオンになることができる原子を含む中性分子を意味し、

「分岐 (forked)」とは、親水性セグメントの CTA 末端から延びる 2 つ以上の疎水性部分を有することを意味し、疎水性部分は異なる方向に延びても良く、分散剤分子の個々の部分が同一分散剤分子の別の部分の吸着部位とは独立に、粒子表面上に吸着できるように、好ましくは十分に動くことができ、

10

「親水性ポリマーセグメント」または「親水性ポリマー鎖」、または「両親媒性ポリマー (鎖)」とは、少なくとも 60 重量 % の水溶性モノマー単位を含み、少なくとも 1 個のイオン化性モノマー構成成分を有し、疎水性セグメントと識別される分散剤の部分の意味し、

「オリゴマー」とは、およそ 10 ~ 50 個のモノマー単位を有するポリマー鎖を意味し、
「脂肪族基」または「脂肪族部分」または「長鎖脂肪族基」または「長鎖脂肪族部分」とは、およそ 6 ~ 100 個、好ましくは 8 ~ 20 個の炭素原子を有する直鎖、分枝鎖、または環式の置換されたまたは置換されていない無極性炭化水素を意味し、

「芳香族基」または「芳香族部分」とは、少なくとも 1 個の共役環構造を含有する少なくとも 1 個の環式構造を含み、およそ 6 ~ 100 個、好ましくは 8 ~ 20 個の炭素原子を有する無極性炭化水素を意味し、

20

「炭化水素基」または「炭化水素部分」とは、脂肪族または芳香族基または部分を意味し、

「バンディング」とは、インクが基材上に印刷された際に起きる可視的な条線またはより低い光学濃度の線を指し、

「ランダム共重合体」とは、モノマー単位の組み合わせ順がランダムである、例えば A および B の少なくとも 2 つのタイプのモノマー単位を含む共重合体を意味し、

「疎水性セグメント」とは、疎水性粒子表面と会合または結合できる水不溶性無極性部分を含み、親水性セグメントと識別される分散剤分子の部分の意味し、疎水性セグメントは重合せず、各疎水性部分 (B 部分) が単一脂肪族または芳香族炭化水素前駆物質から誘導され、

30

「疎水性粒子」とは、無極性であるまたは無極性表面を有する粒子を意味し、

「溶媒化合物」は、例えば水などの溶剤の溶解または懸濁物質粒子に対する強力な親和力のために、粒子が表面に密接に保持される溶剤のフィルムを獲得する現象を指し、

「水溶性」は、水性溶液または分散を形成する材料などの水中に均質に分布できる材料を指す。

【0013】

以下の詳細な説明を参照することにより、発明のさらに詳しい態様が明らかになるであろう。

【0014】

40

詳細な説明

本発明の分散剤は、イオン化性部分、多官能性連鎖移動剤 (CTA)、および CTA の官能基 (群) と反応できる少なくとも 1 つの反応性基を含有する無極性非重合炭化水素の疎水性部分を含有する、オリゴマーおよび共重合体をはじめとする、親水性または両親媒性ポリマーの反応生成物であっても良く、疎水性部分は疎水性表面を有する粒子に吸着できる。分散剤は水不溶性セグメントおよび部分を含有するが、分散剤は水溶性であり、すなわちそれらは水性分散液を形成する。

【0015】

分散系に添加する場合、そのセグメントが異なる長さであることができる分散剤のイオン化性親水性セグメントが、立体化学的および静電的安定化を分散に提供する一方、複数の

50

疎水性部分が、分散剤の強力な疎水性吸着（投錨効果）を疎水性粒子表面に提供すると考えられる。

【0016】

親水性セグメントによって提供される立体化学的および静電的安定化は、個々の分散剤／粒子複合材相互の強力な相互反発に起因する。これらの反発力は、各分散剤／粒子複合材を効果的に高度に荷電させる、イオン性官能基を含有する親水性セグメントのためである。イオン性基は、アニオン性またはカチオン性であることができるが、典型的には全て同一タイプの電荷を有するべきである。類似した電荷は、複合材を互いに反発させることで粒子の凝集を阻害する。上述のように粒子の凝集に対する抵抗は、そのエネルギーが頻繁で活発な粒子の相互作用を引き起こし凝集につながることもある、ジェット噴射中に生成される高い熱エネルギーを相殺するために望ましい。凝集はインクの分散安定性および保存寿命を低下させるので、粒子の凝集の低下はさらに望ましい。反発力は例えば少なくとも1年程度の長期間にわたり、分散安定性を提供するのを助けることができる。

10

【0017】

親水性（コ）ポリマーは、直鎖または分枝鎖、好ましくは直鎖であっても良く、例えばアクリル酸（AA）と、2-アクリルアミド-2-メチル-1-プロパンスルホン酸（AMPS）と、イタコン酸と、無水マレイン酸および無水イタコン酸などの無水物とをはじめとするあらゆる親水性イオン化性モノマー構成成分を含んでも良い。共重合体は、例えばイソボルニルアクリレート（IBA）、イソオクチルアクリレートをはじめとする中性／非イオン化性モノマー、そしてエチル-、ブチル-、およびイソブチル-アクリレートなどのアルキルアクリレート、およびスチレンを任意に含む両親媒性であっても良い。分散剤が水溶性であることを確実にするために、Aセグメント中のIBAなどの水不溶性非イオン化性モノマーの含量は、好ましくはAセグメントまたは分散剤の40重量%を越えない。親水性セグメントの共重合体のモノマー単位は、ランダムに配列する。

20

【0018】

連鎖移動剤（CTA）は、親水性セグメントに末端官能基を効果的に付着する。CTAは親水性セグメントの長さを制御して、その部分が疎水性粒子に吸着できる、疎水性部分が付着するための官能性反応性部位を提供する。例えばCTAは、親水性ポリマー鎖を終結させるメルカプト基、そして疎水性部分を付着するための反応部位を提供するヒドロキシル官能基を含有しても良い。CTAの官能性部位の数は、分散剤上の疎水性部分の数を左右する。親水性セグメント反応物と反応するCTAの量は、親水性セグメントの長さを変化させるために異なっても良い。CTAの濃度を増大させると、鎖の長さがより短くなる。CTAは、例えばメルカプトコハク酸などのメルカプトポリカルボン酸、メルカプトポリオール、ハロポリオール、または親水性セグメントを終結して、疎水性セグメントの疎水性部分のために2つ以上の反応部位を提供できるあらゆるその他の部分であっても良い。

30

【0019】

疎水性部分は、基あたりおよそ6～100個、好ましくは8～20個の総炭素原子を含有する無極性炭化水素基を含有する。炭化水素基は、置換基が極性部分を含有しない限りは、直鎖または分枝鎖、置換されていないまたは置換された脂肪族基であっても良く、あるいは炭化水素基は芳香族であっても良い。

40

【0020】

分散剤中の各疎水性部分は、分散剤と疎水性表面との疎水性相互作用を可能にする。概して分散剤と疎水性粒子との可能な疎水性相互作用の程度は、各疎水性粒子表面に広がる各分散剤分子上の利用できる疎水性部分の数に左右される。

【0021】

疎水性部分は、特定の分散を安定化させる最も効果的な分散剤を提供するように、得られる分散剤の物理化学特性を仕立てるように選択されても良い。分散剤分子上の疎水性部分の数は、分散剤の水溶性を損なうことなく粒子吸着を最大化するように制御され選択されても良い。考慮すべき要素としては、水をベースとする特定のキャリア液体中での分散剤

50

の溶解性、および分散させる粒子表面の化学的性質が挙げられる。疎水性部分は、好ましくは単一分散剤分子上の2つ以上の利用できる疎水性部分が、単一疎水性粒子に吸着できるのに十分な長さである。

【0022】

発明の分散剤は、反応性基を運ぶ連鎖移動剤の存在下で親水性鎖のモノマー構成成分を重合し、得られるポリマーを疎水性部分と反応させて調製しても良い。分散剤の分子量は、典型的に100,000未満、好ましくは50,000未満、そして最も好ましくは15,000~35,000の範囲である。

【0023】

好ましくは分散剤のデザインおよび合成からは、250ナノメートル(nm)未満、好ましくは200nm未満、そして最も好ましくは100~150nmの直径を有する粒子/分散剤複合材の安定したコロイド分散が生成する。

10

【0024】

分散剤は、例えばCTAの官能基(群)とウレタン結合を形成する反応性官能基で終結する疎水性部分を含んでも良い。例えばイソシアネート官能基で終結する炭化水素鎖は、3-メルカプト-1,2-プロパンジオールの遊離ヒドロキシル基と反応してウレタン結合を形成する。ウレタンは、例えば1年間の長期間後も水性媒体中で加水分解(またはその他の分解)を受けないので、分散剤の安定性が向上するかもしれない。

【0025】

分散剤の一実施態様は、次のようにして調製される。イソボルニルアクリレート(IBA)およびアクリル酸(AA)の混合物を3-メルカプト-1,2-プロパンジオール(MPD)および光重合開始剤と共に組み合わせる。得られる混合物を典型的に300~365nmの波長であるUV光に曝して、モノマーからポリマーへの転換をもたらす。CTAは成長するポリマー鎖と反応してその成長を終了させることで、分散剤ポリマーのCTA末端親水性セグメントを形成して2個の反応性ヒドロキシル官能基を提供する。引き続いてオクタデシルイソシアネートが添加されてCTAの末端の2個のヒドロキシルと反応し、分散剤ポリマーの分岐疎水性セグメントを形成する。

20

【0026】

本発明の分散剤化合物を形成する反応ステップに直接関与しない、反応性材料上の官能基をさらに反応させて、最終分散剤に所望の物理化学特性を提供しても良い。これにより仕立てられた分散剤の形成が可能になる。

30

【0027】

インク系

本発明の分散剤は、インクジェットおよびその他の印刷インク中での顔料分散剤としての適用性を有する。本発明のインクは、多数の顔料と共に使用しても良い。特に発明のインクは、黒色、シアン、黄色、マゼンタ、赤、青、緑、および白色顔料と共に提供されても良い。個々の色濃度および重なる単色の画像を変化させることで、適切な基材上に実質的にあらゆる色を提供することが可能である。電子グラフィックイメージ系と組み合わせると、実質的にあらゆる電子的に作成または保管できる画像が、インクジェットプリンターを使用して複製できる。もちろん本発明が、上述のようなカラーインクに限定されないことを理解すべきである。むしろ電子グラフィックイメージ系と適合性のあらゆる顔料、または顔料の組み合わせを用いるインクが使用されても良い。

40

【0028】

黒色インクについては、カーボンブラックが黒色顔料として使用されても良い。本発明と共に使用するのに適したカーボンブラックの選択は、主として顔料の表面酸化、および黒さの程度(漆黒さとも称される)の考慮に基づく。カーボンブラックはその表面酸化にもかかわらず、水和熱試験による測定で疎水性スケールが最も高い方に属する。酸性のまたは表面処理された顔料は、強力な分散剤吸着のための適切な相互作用部位を提供する。高度な黒さまたは漆黒さの顔料は、高品質の印刷画像を提供する。

【0029】

50

黄色インクについては、ニッケルアゾ黄色顔料の使用がいくつかの利点を提供する。第一にこのような顔料は、屋外環境で高度に耐久性のインクを提供する。第二にこのような顔料は、新しい分散剤と錯体結合を形成できるかもしれないニッケルイオンを含有する。最後にこのような顔料は、高度な熱伝導性を提供すると考えられる。その結果、発熱体上の粒子沈着がジェット噴射工程中に起きても、沈着したフィルムはインクの加熱効率を顕著に低下させないので、適切な液滴形成が可能である。

【0030】

マゼンタインクについては、屋外用途に適応したグラフィックイメージを生じることが非常に望ましいので、主要な考慮は耐光性である。キナクリドンマゼンタ顔料は、優れた耐光性を有することが知られているので、1つの好ましいマゼンタ顔料である。

10

【0031】

シアンインクについても上の考慮、すなわち耐光性、耐久性などが当てはまる。シアン顔料として銅フタロシアニンを使用すると、様々な満足できる特性があるので、このような顔料を含むインクが1つの好ましい実施態様である。

【0032】

分散剤の選択

顔料粒子は、分散剤のための投錨点を提供する表面官能基を典型的に欠いているので、分散剤は好ましくは水性環境において疎水性固形顔料表面と相互作用する疎水性部分を含む。この発明の分散剤は、顔料粒子と相互作用する複数の疎水性部分を提供できる。分散剤分子中の2つ以上の疎水性部分の存在により、分散剤が2つ以上の部位で顔料粒子に吸着できるようになる。このタイプの立体配置は、分散剤に対する顔料の強力な吸着（投錨効果）を提供する。

20

【0033】

通常、顔料粒子は単一分散剤分子ではなく、むしろ分散剤分子の複数の層を保有する。これは分散剤の炭化水素部分が粒子に吸着すると、それが第2の分散剤分子の吸着を容易にし、これが吸着される分散剤層が均衡厚に到達するまで継続するために生じる。

【0034】

分散剤、顔料、およびインクのその他の構成成分間の相溶性も考慮しなくてはならない。同一受容体表面に適用される異なる着色顔料のために使用される分散剤は、好ましくは熱力学的に混和性で同じ種類のイオン性電荷を有し、受容体表面に沈着した際にインクの凝塊を防止すべきである。

30

【0035】

補助分散剤（群）を使用して、主分散剤の安定化効果を向上させても良い。

【0036】

インク

上述の顔料および分散剤に加えて、インクは好ましくは、その中に顔料が分散しても良い媒体として水を含む。このようなインクは、典型的にさらに別の添加剤も含み、様々な特性を提供する。例えばポリオールを用いてインクの乾燥速度を制御しても良い。適切なポリオールとしては、例えばポリエチレングリコールおよびポリプロピレングリコールなどのポリアルキレングリコールと、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、トリエチレングリコール、1, 2, 6-ヘキサントリオール、ヘキシレングリコール、およびジエチレングリコールなどのアルキレン基が炭素原子2~6個を有するアルキレングリコールと、グリセロールと、エチレングリコールモノメチルまたはモノエチルエーテル、ジエチレングリコールメチルまたはエチルエーテル、およびトリエチレングリコールモノメチルまたはモノエチルエーテルなどのポリオールの低級アルキルエーテルとが挙げられる。ジエチレングリコールが、最も好ましいポリオールである。顔料を濡らして、インク系の表面張力を低下させるのに有用な界面活性剤を提供しても良い。上記に加えて、一般に技術分野で既知のその他のインク添加剤を使用しても良い。これらとしては、水溶性有機補助溶剤、湿潤剤（上に挙げたポリオールに加えて）、殺生剤、殺真菌剤、脱泡剤、腐食防止剤、粘度調節剤、pH緩衝液、浸透剤、金属イオン封鎖剤などが挙

40

50

げられる。

【0037】

インク加工

顔料の分散加工のための現在の配合技術では、多数の加工技術を用いる。このような一技術は、超音波エネルギーを利用して混合および粒子の解凝集を達成する。別の技術は、ボールミル、サンドミルまたは磨砕機などの媒体ミルを利用する。媒体ミルは、顔料粒子の凝集を破壊する高強度のミクロ剪断とカスケディングに顔料混合物を曝すことで、許容可能な顔料分散を達成する。しかし媒体ミル加工システムは、媒体摩耗製品汚染をはじめとする不都合があることが多い。さらに媒体ミル中の流速が特定のレベルを超えて加速されると、得られる磨砕および分散がムラになり、材料のほとんどが十分に加工されずに系を出ていく。

10

【0038】

さらに別の処理方法では、顔料分散は、約 $150\text{ }\mu\text{m}$ ~ 約 $1000\text{ }\mu\text{m}$ 程度の直径を有する一連の小型ノズルから押し出すことができる。このような系は、早い流速で非常な高圧に耐えることができなくてはならない。このような系に対して3つの異なる形態を使用しても良い。a) 減少する直径のオリフィスがある「ウェッジ」形態、b) その中にオリフィスが空洞化増進装置を有する「ウェッジ」形態、およびc) 分散体ストリームが少なくとも2つの要素に分かれ、各ストリームがオリフィスを通過してジェットを生じ、ジェットストリームがそれらを互いに衝突させることで再び結合する「衝突ジェット」形態。これらの各系は、水をベースとする着色インクの加工において満足できる結果を生じることが分かった。

20

【0039】

本発明では、顔料、分散剤、補助界面活性剤、水、DEG、およびその他の添加剤を含む着色インク調合物は、プロペラのヘッドを通じたより大きな吸着のための「グレーブフルーツ型」ヘッドが付いたスパイラルプロペラを含む高速衝突ホモジナイザーである、ニュージャージー州パターソンのHill Mixer, Inc. から入手できるHillミキサー (Model # 4000 Plus, AC駆動) 内で、高剪断条件下で混合された。剪断混合は2000 rpm程度の中速で実施された。インクを固形分15~25%の濃縮物に希釈後、概してPCT公報WO96/14925で述べられるような「衝突ジェット」工程によって微粒子に磨砕した。加工した濃縮物を20:80~12.5:87.5、好ましくは12.5:87.5のDEG:水の割合を有するジエチレングリコール/水混合物中で、典型的に固形分4%に希釈した。

30

【0040】

実施例

以下の実施例により、この発明を例証する。

【0041】

これらの実施例で述べた全ての材料は、特に断りのない限りウィスコンシン州ミルウォーキーのAldrich Chemical Co. から入手できる。

【0042】

試験方法

40

分子量

分散剤の分子量は、マサチューセッツ州ミルフォードのWaters Corp. から商品名ULTRAHYDROGELの下に入手できるゲル浸透クロマトグラフを使用して、溶出によって求めた。0.1Mトリスアミン緩衝液 (トリスヒドロキシメチルアミノメタン) および0.2M LiNO₃を含む溶出溶液と共に、リニア1000、500および250カラムを使用した。カリフォルニア州パロアルトのHewlett Packard Instrumentsから入手できるHewlett Packard 1037A屈折率検出器をクロマトグラフに装着した。分子量計算は、分子量範囲 $2.8 \times 10^5 \sim 200$ のポリエチレングリコール (PEG) およびポリ酸化エチレン (PEO) 標準物質を使用して得た校正に基づいた。

50

【 0 0 4 3 】

熱安定性

あらゆる加工されたインクは、特に断りのない限り固形分 4 重量 % の濃度にした。固形分は顔料、界面活性剤、および補助分散剤などのあらゆるその他の不揮発性添加剤を含んだ。加工および濾過後に得られたインクをガラスバイアル (8 . 9 c m 長 x 2 . 5 4 c m 直径) に注いで、ゆるくフィットする金属キャップで覆って、インク中の液体 (水中に 1 2 . 5 重量 % のジエチレングリコール (D E G)) のほとんどを保持するのを助けた。バイアルを (実施例で特に断りのない限り) 6 0 ~ 6 5 のオープン内に 1 週間静置した。6 0 で固形物の分離が生じない場合、インクは熱的に安定であるとみなされた。外観検査から、凝塊あるいは分離した固形物の薄い層がインクの上に浮かんでいないことが明らかになった場合、バイアルを 1 2 0 のオープンに移し、少なくとも 2 日間おいて固形物の分離が生じたかどうかを調べた。インクが 2 日以上たった後に固形物の分離を示さない場合、それは高度に安定しているとみなされた。

10

【 0 0 4 4 】

E n c a d N O V A J E T I I I プリンター上での印刷品質

インクは、カリフォルニア州サンディエゴの E n c a d I n c . から商品名 N O V A J E T I I I の下に入手できるサーマルインクジェットプリンターを使用して、ミネソタ州セントポールの 3 M C o m p a n y から商品名 S C O T C H C A L の下に入手できるビニル受容体シート上に印刷された。印刷の準備においては、プリントヘッドを清潔にしてプリンターを漏れについて調べ、カートリッジに試験するインクを充填した。印刷の品質は、試行を繰り返して大きなブロック (3 0 c m x 9 0 c m) 全体における色の均一性、バンディングの不在、および基材への付着について視覚的に審査した。

20

【 0 0 4 5 】

分散剤の合成

分散剤 A

ビス (オクタデシルイソシアネート) ポリ (イソボルニル - コ - アクリル酸)

3 2 オンスのガラスジャー内で、 2 5 0 g のイソボルニルアクリレート (I B A) と 2 5 0 g のアクリル酸 (A A) との混合物を 4 5 0 g のメチルエチルケトンに溶解した。この混合物に、 5 0 g のジメチルホルムアミド、続いて 7 . 5 g の 3 - メルカプト - 1 , 2 - プロパンジオール (M P D) 、およびペンシルベニア州エクストンの S a r t o m e r C o . から商品名 K B - 1 の下に入手できる 0 . 1 2 重量 % (総モノマー濃度を基準にして) の光重合開始剤、ジエトキシフェニルアセトフェノンを追加した。得られた均質な反応溶液を 1 分あたりおよそ 5 0 ~ 1 0 0 個のバブルの速度で 2 0 分間、窒素でフラッシュした。次に窒素フラッシュを継続しながら、反応溶液を 3 0 0 n m の U V ブラックライト源に曝して重合を引き起こした。重量分析 (既知重量のサンプルを 1 6 0 で真空内で乾燥することでサンプル中のあらゆるモノマーを蒸発させ、次に乾燥サンプルを秤量してポリマー含量を求める) によって、モノマーからポリマーへの転換をモニターした。ほぼ 1 0 0 % の転換を達成した後、ポリマー溶液に 4 0 . 9 g のオクタデシルイソシアネート (M P D のモル比の 2 倍) 、続いて (点眼瓶から) 1 ~ 2 滴のジブチルスズジラウレートを添加した。ポリマー溶液を一晩周囲温度で振盪した。I B A - A A 共重合体とオクタデシルイソシアネートとの反応の完結を赤外分光分析によってモニターした。次に水性アンモニアによってポリマー上のカルボキシル基を中和し、それに続いてアセトン (2 L) 中で沈殿させて反応したポリマーを単離した。アセトンを除去し、ポリマーを 6 0 で 3 ~ 4 時間真空乾燥し、次に水中で懸濁して固形分 2 5 重量 % の溶液を得た。

30

40

【 0 0 4 6 】

分散剤 B

分散剤 B は、 3 - メルカプト - 2 - プロパンジオール (M P D) の量が (7 . 5 g でなく) 1 0 g であったこと以外は、分散剤 A と同様にして調製した。

【 0 0 4 7 】

分散剤 C

50

分散剤 C は、3 - メルカプト - 2 - プロパンジオール (M P D) の量が (7 . 5 g でなく) 1 0 g であり、モノマー装填量が (2 5 0 g の I B A および 2 5 0 g の A A でなく) 3 0 0 g の I B A および 2 0 0 g の A A であったこと以外は、分散剤 A と同様にして調製した。

【 0 0 4 8 】

分散剤 D

分散剤 D は、M P D の量が (7 . 5 g でなく) 1 5 g であり、モノマー装填量が (2 5 0 g の I B A および 2 5 0 g の A A でなく) 3 0 0 g の I B A および 2 0 0 g の A A であったこと以外は、分散剤 A と同様にして調製した。

【 0 0 4 9 】

【表 1】

表 1

同一末端に 2 個の疎水性基を保有する高分子電解質ポリマーの分子量データ

分散剤	M n	M w	P
分散剤 A	1 3, 5 0 0 (9, 6 0 0)	1 6, 5 0 0 (1 3, 0 0 0)	1. 2 2 (1. 3 5)
分散剤 B	1 2, 2 0 0	1 5, 0 0 0	1. 1 9
分散剤 C	1 4, 5 0 0	1 8, 2 0 0	1. 2 6

かっこ内の値は分散剤の反復試料である。

M n = 数平均分子量、M w = 重量平均分子量、および P = 多分散性
(M w / M n) 。

【 0 0 5 0 】

インクの調合

分散剤の有効性を評価するために、汎用手順を採用して着色インクを調製した。顔料は補助界面活性剤および分散剤の存在下で、典型的にジエチレングリコール (D E G) の水溶液中に分散された。通常、顔料と分散剤との重量比は 3 : 2 ~ 2 : 1 であった。補助界面活性剤を添加してインクの表面張力を調節して、プリンターノズルを通過するジェット性を助け、受容体表面を濡らした。界面活性剤は、分散システムに対して追加的な安定性を提供したかもしれない。顔料表面を濡らすようにデザインされた超分散剤が、任意に含まれた。ジエチレングリコールは湿潤剤の役割を果たした。

【 0 0 5 1 】

インクの磨砕

プロペラのヘッドを通じたより大きな吸着のための「グレーブフルーツ型」ヘッドが付いたスパイラルプロペラを含む高速衝突ホモジナイザーミキサーである、ニュージャージー州パターソンの H i l l M i x e r , I n c . から入手できる H i l l ミキサー (M o d e l # 4 0 0 0 P l u s 、 A C 駆動) 内で、使用する水のおよそ 1 0 % の量を差し引いた、各インク調合物に対応する成分を高剪断条件下で周囲温度と圧力で混合した。ミキサーは、1 分あたり 1 0 , 0 0 0 回転 (r p m) の能力の定格 1 馬力 (H P) のモーターを有した。(前進および逆転双方のモードで) 2 , 0 0 0 r p m までのプロペラ速度を磨砕に使用した。取り分けておいた水を使用してミキサーをすすいで、磨砕操作後にあらゆる

10

20

30

40

50

付着したインク濃縮物を集めた。

【0052】

得られた濃縮物は、磨砕が困難な高粘度のペーストが形成するのを避けるために、好ましくは固形分15～20重量%であった。

【0053】

実施例1（黄色インク）

プラスチック容器内で、サウスカロライナ州ロックヒルのBayer Corporationから商品名FANCHON Fast Y-5688の下に入手できる40gのニッケルアゾ錯体黄色顔料を23gのDEGと97gの水との混合物中に懸濁した。Zeneca Pigments and Additivesから商品名SOLSPERSE 27000の元に入手できる9gの非イオン性芳香族エトキシレートポリマー超分散剤、およびニュージャージー州克蘭ベリーのRhodia, Inc.から商品名ALKAMULS EL-620の下に入手できる5gの非イオン性エトキシ化脂肪酸エステル界面活性剤を添加した。得られた混合物をHillミキサー内でおよそ2000rpmで2時間磨砕した。次に分散剤Bの固形分29重量%水溶液90gを添加して（およそ26gの分散剤Bを提供し）、磨砕をさらに2時間継続して固形分20～25重量%のインク濃縮物を製造した。

【0054】

固形分20～25重量%のインク濃縮物を固形分12～15%に希釈し、概してPCT公報WO96/14925で述べられるようにして、衝突ジェット加工中で60～90分間微粒子に磨砕した。アーバーのArbor Technologyから入手できるWhatman Polycap 36HDカートリッジ型フィルターなどの0.5～1.0μmフィルターを通して、希釈されたインク濃縮物を濾過し、重量比80:20の水/エチレングリコール混合物によって固形分およそ4重量%のインクにさらに希釈した。

【0055】

フロリダ州ハイアレアのCoulter Corporationから入手できるN+サブミクロン粒子分析器で測定されたインク中の顔料粒子の粒度は、100～150nmの範囲であった。

【0056】

インクは60～120℃で熱的に安定していた。

【0057】

インクはEncad NOVAJET III広幅プリンターのプリントヘッドを通してSCOTCHCAL受容体シート上に噴射され、均一の色でバンディングのない、基材への付着を示す30cm×90cmの黄色印刷を生成した。

【0058】

実施例2（黄色インク）

100gのFANCHON Fast Y-5688を100gのDEGと500gの水との混合物中で懸濁した。22gのSOLSPERSE 27000および10gのALKAMULS EL-620を添加した。得られた混合物をHillミキサー内で、2時間およそ2000rpmで混合して磨砕した。次に分散剤Aの固形分31.5重量%の水溶液211.4gを添加して磨砕をさらに2時間継続した。次にさらに155gの水を使用して磨砕器具をすすぎ、すすぎ水を集めてインクを集め（そして希釈し）た。固形分20重量%のインク濃縮物が生成した。

【0059】

次に実施例1で述べたようにして、固形分20重量%のインク濃縮物を希釈して衝突ジェット加工で磨砕して濾過し、さらに希釈して固形分およそ4重量%のインクを提供した。

【0060】

Coulter N+サブミクロン粒子分析器によって測定されたインク中の顔料粒子の粒度は、100～150nmの範囲であった。

【0061】

インクは60 で熱的に安定しており、120 で1日間安定だった。

【0062】

インクはE n c a d N O V A J E T I I I 広幅プリンターのプリントヘッドを通して、S C O T C H C A L 受容体シート上に噴射され、均一の色でバンディングのない、基材への付着を示す30cm×90cmの黄色印刷を生成した。

【0063】

実施例3（黄色インク）

この実施例では、本願明細書に引用した同時係属出願U S S N 0 9 / 2 1 6 , 1 6 5（代理人整理番号54279USA1A）で開示されたような、少なくとも1つの末端イオン化性部分と少なくとも1つの末端炭化水素部分を有する、置換されて誘導体化デンドリチックポリマーを含む二次補助分散剤が組み込まれる。この特定の実施例では、第5世代官能性付与超分岐補助分散剤ポリマーが使用された。

【0064】

オハイオ州トレドのP e r s t o r p P o l y o i l s I n c . から商品名B O L T O R N H 5 0 の下に入手できる200gの第5世代超分岐ポリエステルポリオール（OH官能価128）、および1重量%のp - トルエンスルホン酸を攪拌機および窒素ガス注入口を装着した三口反応器に入れた。ポリマーが溶融するまで反応器を140 に加熱した。M a l m s t r o m , E . , J o h a n s s o n , M . , およびH u l t , A . のM a c r o m o l e c u l e s , 2 8 , 1 6 9 8 ~ 1 7 0 3 (1 9 9 5) を参照されたい。連続的に攪拌される溶融ポリマーに、ポリマーの12~13モル当量、またはポリマーの遊離ヒドロキシル基の10モル%である25重量%（50g）のステアリン酸を添加した。連続的に攪拌し、頻繁にキシレンを添加して共沸水の除去を促進しながら、混合物の反応を続けさせた。反応時間全体にわたり連続的に窒素ストリームを反応器に吹き込んで、キシレン/水共沸混合物の除去を促進した。反応の2時間後、窒素を止めて反応器を減圧し、あらゆる小型分子および揮発分を除去した。室温に冷却させると、得られた粘稠な褐色液体は固化した。およそ100%の収率が得られた。

【0065】

上の反応からの第5世代ポリエステルポリオールから誘導された150gの固化したステアリン誘導体を攪拌機、冷却器、および窒素ガス注入口を装着した三口フラスコ内で、等重量のダイグライムに混合した。固形物が溶解して透明な溶液を形成するまで、混合物を100 に加熱した。透明な溶液に、総固形物装填量を基準にして63重量%の無水コハク酸（残留遊離OH基の1当量）、続いて2重量%の1,8 - ジアザビスクロ[5.4.0]ウンデカ-7-エン（DBU）（1~2モル）を添加した。混合物を100 で36時間、連続して攪拌しながら加熱した。次に透明な液体を周囲温度（25）で過剰なヘキサン中で凝固させた。得られた黄色ペーストを温かい（45~50の）ヘキサンで数回洗浄し、未反応の無水物が確実に除去されるようにした。得られた残留物を48時間風乾し、次に減圧下で24時間60 でさらに乾燥させた。得られた固形物（官能性付与超分岐ポリマー調製品）を水に溶解し、十分な量の水性アンモニアを添加して、あらゆる未反応ヒドロキシル基と反応させて中和した。このようにして固形物の30~40重量%溶液を調製した。溶液に十分な水性アンモニアを添加して、pHを9~10にした。

【0066】

実施例2で述べたようにして調製された（衝突ジェット加工前の）20重量%のインク濃縮物の全量を固形分38重量%の第5世代官能性付与超分岐ポリマー水溶液58.4gと混合した。実施例1で述べたようにして混合物をH i l l ミキサー内で1時間およそ2000rpmで磨砕して、次に希釈しジェット衝突加工で磨砕して濾過し、さらに希釈して固形分およそ4%の溶液を提供した。

【0067】

C o u l t e r N + サブミクロン粒子分析器で測定したインク中の顔料粒子の粒度は、100~150nmの範囲であった。

【0068】

10

20

30

40

50

インクは60 ~ 120 で熱的に安定していた。インクは120 で実施例2のインクの2倍より長い期間安定していた。

【0069】

Encad NOVAJET III広幅プリンターのプリントヘッドを通して、SCOTCHCAL受容体シート上にインクを噴射して、均一の色でバンディングのない、基材への付着を示す30cm×90cmの黄色印刷を生成した。インクは、30cm×90cmのブロックに印刷した際に（視覚的に判定して）実施例2のインクよりもさらに均一でムラのない色を提供した。

【0070】

実施例4（シアンインク）

ペンシルベニア州アレンタウンのAir Products and Chemicalsから商品名SURFYNOL CT-136の下に入手できる22gのアセチレン系ジオール/アニオン界面活性剤配合物（磨砕助剤/界面活性剤の役割りを果たす）を含有する、160gのDEGおよび700gの水の混合物中に、オハイオ州シンシナチのSun Chemical Corporationから#449-1281（固形分36%のプレスケーキ）として入手できる360gの銅フタロシアニンシアン顔料を懸濁した。分散剤Cの固形分35重量%の水溶液200gを添加し、混合物をHillミキサー内で4時間、最大速度およそ2000rpmで磨砕した。グラインダーをおよそ100mLの水ですすいでインクを集めた。

【0071】

実施例1で述べたようにして、得られたインク濃縮物を希釈してジェット衝突加工で磨砕し、濾過してさらに希釈して固形分およそ4重量%のインク濃縮物を提供した。

【0072】

Coulter N+サブミクロン粒子分析器で測定された顔料粒子の粒度は、100~150nmの範囲であった。

【0073】

インクは60 ~ 120 で熱的に安定していた。

【0074】

インクはEncad NOVAJET III広幅プリンターのプリントヘッドを通して、SCOTCHCAL受容体シートに噴射され、均一の色でバンディングのない、基材への付着を示す30cm×90cmの青緑色印刷を生成した。

【0075】

実施例5（シアンインク）

Sun Chemicalから751-91A（固形分54%のプレスケーキ）として入手できる、吸着されたポリエチレングリコールベースの材料でその表面が変性された、200gの銅フタロシアニンシアン顔料を160gのDEGと1Lの水の混合物中に懸濁した。Zeneca Pigments and Additivesから商品名SOLSPERSE12000の下に入手できる21gの銅フタロシアニン誘導体超分散剤、および21gの磨砕助剤/界面活性剤SURFYNOL CT-136を添加した。得られた混合物をHillミキサー内でおよそ2000rpmで2時間磨砕した。次に分散剤Cの固形分35.5重量%の水溶液およそ67.2gを混合物に添加して、磨砕をさらに2時間継続した。固形分およそ15重量%のインク濃縮物が得られ、実施例1で述べたようにして衝突ジェット加工中で微粒子に磨砕され、濾過されて希釈され固形分およそ4重量%のインクが提供された。

【0076】

Coulter N+サブミクロン粒子分析器で測定された顔料粒子の粒度は、100~150nmの範囲であった。

【0077】

インクは60 ~ 120 で熱的に安定していた。

【0078】

10

20

30

40

50

インクはEncad NOVAJET III広幅プリンターのプリントヘッドを通して、SCOTCHCAL受容体シートに噴射され、均一の色でバンディングのない、基材への付着を示す30cm×90cmの青緑色印刷を生成した。

【0079】

実施例6（シアンインク）

分散剤Cの添加後に混合物を2時間磨砕してから、部分的にエステル化された第3世代超分岐ポリオールポリマー（公称分子量3570）の固形分22.5重量%の水溶液およそ50g（固形物11gを提供する）を添加したこと以外は、実施例5の手順を繰り返した。開始材料がPerstorp Polyols, Inc. からBOLTORN H30として入手できる第3世代ポリオールであり、25重量%のステアリン酸が3～4モル当量のポリマーを提供したこと以外は、実施例3の第5世代超分岐ポリマーと同様にして超分岐ポリマーを調製した。

10

【0080】

混合物をHillミキサー内でさらに1時間磨砕した。実施例1で述べたようにして、得られたインク濃縮物を衝突ジェット加工して濾過し、希釈して固形分およそ4重量%のインクを生成した。

【0081】

Coulter N+サブミクロン粒子分析器で測定された顔料粒子の粒度は、100～150nmの範囲であった。

【0082】

20

インクは60～120で熱的に安定していた。インクは120で、実施例5のインクよりも長期にわたり、すなわち2日間を越えて安定していた。

【0083】

インクはEncad NOVAJET III広幅プリンターのプリントヘッドを通して、SCOTCHCAL受容体シートに噴射され、均一の色でバンディングのない、基材への付着を示す30cm×90cmの青緑色印刷を生成した。

【0084】

実施例7（シアンインク）

Sun Chemicalから449-5050（固形分55%のプレスケーキ）の商品名の下に入手できる18gの銅フタロシアニンシアン顔料を27gのDEGと170gの水の混合物中に懸濁した。それぞれ2gの超分散剤SOLSPERSE12000およびSOLSPERSE27000、続いて2gの磨砕助剤/界面活性剤SURFYNOL CT-136を混合物に添加した。得られた混合物をHillミキサー内でおよそ2000rpmで2時間磨砕した。次に固形分35.5重量%の分散剤Cの水溶液およそ10g（4gの固形物を提供する）を添加して、磨砕を1時間継続して固形分およそ15重量%のインク濃縮物を得た。

30

【0085】

実施例1で述べたようにして、このインク濃縮物を衝突ジェット加工で微粒子に磨砕し、濾過して希釈して固形分およそ4重量%のインクを生成した。

【0086】

40

Coulter N+サブミクロン粒子分析器で測定された顔料粒子の粒度は、100～150nmの範囲であった。

【0087】

インクは60～120で熱的に安定していた。

【0088】

インクはEncad NOVAJET III広幅プリンターのプリントヘッドを通して、SCOTCHCAL受容体シートに噴射され、均一の色でバンディングのない、基材への付着を示す30cm×90cmの青緑色印刷を生成した。

【0089】

実施例8（マゼンタインク）

50

インディアナ州ガリーのUnion Carbide Chemicals and Plastics Co. からTRITON X-100の商品名の下に入手できる15gの(溶解した)アルカリールポリエーテルアルコール界面活性剤を含有する120gのDEGおよび450gの水の混合物中に、Sun Chemicalから商品名マゼンタ122プレスケーキ428-5024(固形分29.6%)の下に入手できる405gのキナクリドンマゼンタ顔料を懸濁した。分散剤Bの24.7重量%の溶液(49gの固形物)202gを添加した。混合物をHillミキサー内でおよそ2000rpmで2時間磨砕した。次に実施例6のようにして調製された第3世代超分岐ポリマーの固形分30重量%の水溶液(32gの固形物を提供する)90gを混合物に添加して、磨砕をさらに2時間継続した。実施例1に述べたようにして、得られたインク濃縮物を衝突ジェット加工で微粒子に磨砕して濾過し、希釈して固形分およそ4重量%のインクを得た。

10

【0090】

Coulter N+サブミクロン粒子分析器で測定された顔料粒子の粒度は、100~150nmの範囲であった。

【0091】

インクは60~120で熱的に安定していた。

【0092】

インクはEncad NOVAJET III広幅プリンターのプリントヘッドを通して、SCOTCHCAL受容体シートに噴射され、均一の色でバンディングのない、基材への付着を示す30cm×90cmの紫紅色印刷を生成した。

20

【0093】

実施例9(黒色インク)

マサチューセッツ州ボストンのCabot Corp. から商品名CABOT BLACK(4)の下に入手できる10gの黒色顔料を28gのDEGおよび180gの水の混合物中に懸濁した。それぞれ2gの超分散剤SOLSPERSE12000およびSOLSPERSE27000、続いて1gの非イオン性界面活性剤ALKAMULS EL-620、および分散剤Dの固形分22.5重量%の水溶液90g(20gの分散剤Dを提供する)を混合物に添加した。得られた混合物をHillミキサー内で2000rpmで30分間磨砕した。次に実施例6に述べたようにして、第3世代超分岐ポリマーの固形分39重量%の水溶液20g(7.5gの固形物)を調製し、混合物に添加して磨砕をさらに10分間継続した。

30

【0094】

実施例1に述べるようにして、得られたインク濃縮物を衝突ジェット加工で微粒子に磨砕し、濾過して希釈して固形分およそ4重量%のインクを提供した。

【0095】

Coulter N+サブミクロン粒子分析器で測定された顔料粒子の粒度は、100~150nmの範囲であった。

【0096】

インクは2日間60での熱安定性試験に合格した。

【0097】

40

実施例10(黒色インク)

(1)使用した顔料が、ジョージア州アトランタのColumbian Chemicals Co. から商品名RAVEN12200CARBON BLACKの下に入手できる黒色顔料であり、(2)30gの分散剤D(固形分22.5重量%の水溶液135g)を使用したこと以外は、実施例9と同様にして実施例10を調製して試験した。

【0098】

Coulter N+サブミクロン粒子分析器で測定された顔料粒子の粒度は、100~150nmの範囲であった。

【0099】

インクは2日間60での熱安定性試験に合格した。

50

【 0 1 0 0 】

発明のその他の実施態様は、以下の特許請求の範囲内である。

フロントページの続き

- (72)発明者 ラオ, プラバーカラ エス .
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ピー . オー . ボックス 3
3 4 2 7
- (72)発明者 アビューリアマン, アーメド エス .
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ピー . オー . ボックス 3
3 4 2 7
- (72)発明者 ガーダム, バブ エヌ .
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ピー . オー . ボックス 3
3 4 2 7

審査官 福井 美穂

- (56)参考文献 特開昭 6 1 - 2 5 4 2 3 7 (J P , A)
特開昭 6 2 - 0 6 4 8 9 6 (J P , A)
特表 2 0 0 2 - 5 8 9 6 0 7 (J P , A)
特表 2 0 0 2 - 5 3 2 2 4 3 (J P , A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
B01F 17、C08F 8、C09D 11、C09D 17、B01J 13