

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7014380号
(P7014380)

(45)発行日 令和4年2月1日(2022.2.1)

(24)登録日 令和4年1月24日(2022.1.24)

(51)国際特許分類

C 1 1 D	3/30 (2006.01)	F I	C 1 1 D	3/30
C 1 1 D	1/75 (2006.01)		C 1 1 D	1/75
B 0 8 B	3/08 (2006.01)		B 0 8 B	3/08
C 1 1 D	3/43 (2006.01)		C 1 1 D	3/43

請求項の数 8 (全23頁)

(21)出願番号	特願2018-63234(P2018-63234)	(73)特許権者	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番 10号
(22)出願日	平成30年3月28日(2018.3.28)	(74)代理人	100089185 弁理士 片岡 誠
(65)公開番号	特開2019-172844(P2019-172844 A)	(74)代理人	100118131 弁理士 佐々木 渉
(43)公開日	令和1年10月10日(2019.10.10)	(72)発明者	長野 智彦 和歌山県和歌山市湊1334番地 花王 株式会社研究所内
審査請求日	令和2年12月15日(2020.12.15)	(72)発明者	福田 輝幸 和歌山県和歌山市湊1334番地 花王 株式会社研究所内
		(72)発明者	前田 高宏

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 洗浄剤組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

水溶性有機アミン(a)、下記一般式(1)で表されるアルキルアミンオキシド(b)、
20におけるハンセン溶解度パラメーター(H S P 値)が15以上19.5以下である
有機溶剤(c)、及び水を含有する洗浄剤組成物であって、

水溶性有機アミン(a)が炭素数2以上10以下のアルカノールアミンである、

洗浄剤組成物。

(R 1) (R 2) (R 3) N O (1)

(式中、 R 1 及び R 2 は、それぞれ独立に、炭素数1以上3以下のアルキル基又はアルケニル基を示し、 R 3 は炭素数が8以上16以下のアルキル基又はアルケニル基を示す。)

【請求項2】

有機溶剤(c)が、エーテル基を有する化合物、エステル基を有する化合物、及びケトン基を有する化合物から選ばれる1種以上である、請求項1に記載の洗浄剤組成物。

【請求項3】

p H が9以上である、請求項1又は2に記載の洗浄剤組成物。

【請求項4】

アルキルアミンオキシド(b)に対する水溶性有機アミン(a)の質量比[(a) / (b)]が、0.1以上5.0以下である、請求項1～3のいずれかに記載の洗浄剤組成物。

【請求項5】

アルキルアミンオキシド(b)に対する有機溶剤(c)の質量比[(c) / (b)]が、

10 以上 300 以下である、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の洗浄剤組成物。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の洗浄剤組成物で、硬質表面を温度 0 以上 50 以下で洗浄する、硬質表面の洗浄方法。

【請求項 7】

硬質表面が、ポリマーが接触する金属部材の表面である、請求項 6 に記載の硬質表面の洗浄方法。

【請求項 8】

洗浄剤組成物を発泡させた状態で硬質表面を洗浄する、請求項 6 又は 7 に記載の硬質表面の洗浄方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、洗浄剤組成物及び該洗浄剤組成物を用いる硬質表面の洗浄方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ポリマーを用いるか又はポリマーを製造するための製造工程で用いられる反応槽内壁等の硬質表面には、使用したポリマー又は製造したポリマーを排出した後に、残留ポリマーに代表される高粘性又は硬化したポリマー、ポリマーに添加した種々の無機・有機添加剤の残留物、更にこれらのポリマーと添加剤が混合した高粘性又は硬化したポリマー混合物等が付着する（以下、前記のポリマー、残留物及びポリマー混合物を総称して、単に「ポリマー等」ともいう）。

20

前記反応層のようにポリマーが付着する硬質表面を、繰返し使用する場合、各使用後、又は次の使用の前に、該硬質表面を洗浄し、付着したポリマー等を除去する必要がある。

【0003】

例えば、インクジェット用水分散体の製造分野においては、一般にポリマーを主成分とするポリマー分散体、顔料又は染料からなる着色剤、更に必要に応じて各種添加剤によって水分散体が得られるが、この水分散体を製造する際、反応槽等を含む製造装置の内壁に、製造に用いられる溶媒との気液界面でポリマー状の付着物が滞留する。水分散体の品種の変更時等には、製造装置、反応槽の内壁の洗浄を行うが、このポリマー状の滞留物が多くなると、これが水分散体中に混入し、この水分散体を含む水系インク性能を低下させる。また、インクジェット用インクにおいては、低粘度でかつ高印字濃度とするためにポリマーを架橋処理することが知られているが、このような架橋処理をされたポリマーは、従来の洗浄剤では洗浄が困難である。このため、反応槽等の硬質表面上に付着するポリマー等の洗浄方法が重要な課題となる。

30

【0004】

特許文献 1 には、顔料を含有するインク組成物で印字した後、界面活性剤、塩基性化合物、水を含有し、かつ pH が 9 以上である洗浄液を用いてインクジェット記録ヘッドのノズルを洗浄する洗浄方法が開示されている。

特許文献 2 には、硬質表面を洗浄温度 45 ~ 85 の水系洗浄剤で洗浄する硬質表面の洗浄方法であって、該水系洗浄剤が、(a) アルカリ剤、(b) アルキルアミンオキシド、及び (c) 溶解度パラメーターが 8 ~ 12 (cm¹ / cm³)^{1/2} である有機溶剤を含有し、pH が 11 ~ 14 である、硬質表面の洗浄方法が開示されている。

40

特許文献 3 には、インクジェットプリンターにおいて、吐出される水性インクが付着する部位を洗浄するための洗浄液であり、両性界面活性剤と塩基性化合物と水とを含み、pH が 9 ~ 12 であり、ジメチルラウリルアミンオキサイド等の両性界面活性剤を洗浄液全量に対して 0.1 ~ 3 質量 % 含有する洗浄液が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

50

【文献】特開2000-127419号公報

特開2012-67152号公報

特開2016-60156号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、特許文献1～3に記載の洗浄方法や洗浄液では、ポリマー等が付着した硬質表面の洗浄効果において十分に満足できるものではない。

本発明は、硬質表面、特にポリマーが付着した硬質表面、特に、インクジェット用インクの製造ラインを構成する硬質表面に対して、室温下においても優れた洗浄力を有する洗浄剤組成物、及び該洗浄剤組成物を用いる硬質表面の洗浄方法を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者は、水溶性有機アミン、アルキルアミンオキシド及び有機溶剤を含有する特定の洗浄剤組成物を用いれば、硬質表面を効果的に洗浄できることを見出した。

すなわち、本発明は、次の〔1〕及び〔2〕を提供する。

〔1〕水溶性有機アミン(a)、下記一般式(1)で表されるアルキルアミンオキシド(b)、20におけるハンセン溶解度パラメーター(HSP値)が15以上19.5以下である有機溶剤(c)、及び水を含有する洗浄剤組成物。

(R¹)(R²)(R³)N O (1)

(式中、R¹及びR²は、それぞれ独立に、炭素数1以上3以下のアルキル基又はアルケニル基を示し、R³は炭素数が8以上16以下のアルキル基又はアルケニル基を示す。)

〔2〕前記洗浄剤組成物で、硬質表面を温度0以上50以下で洗浄する、硬質表面の洗浄方法。

【発明の効果】

【0008】

本発明によれば、硬質表面、特にポリマーが付着した硬質表面、特に、インクジェット用インクの製造ラインを構成する硬質表面に対して、室温下においても優れた洗浄力を有する洗浄剤組成物、及び該洗浄剤組成物を用いる硬質表面の洗浄方法を提供することができる。

【発明を実施するための形態】

【0009】

【洗浄剤組成物】

本発明の洗浄剤組成物は、水溶性有機アミン(a)、下記一般式(1)で表されるアルキルアミンオキシド(b)(以下、単に「アルキルアミンオキシド(b)」ともいう)、20におけるハンセン溶解度パラメーター(HSP値)が15以上19.5以下である有機溶剤(c)(以下、単に「有機溶剤(c)」ともいう)、及び水を含有することを特徴とする。

(R¹)(R²)(R³)N O (1)

(式中、R¹及びR²は、それぞれ独立に、炭素数1以上3以下のアルキル基又はアルケニル基を示し、R³は炭素数が8以上16以下のアルキル基又はアルケニル基を示す。)

【0010】

本発明の洗浄剤組成物によれば、特に、室温下においても被洗浄物としてポリマー等が付着した硬質表面を効果的に洗浄することができる。

硬質表面としては、ポリマー等が接触する部材の表面であることが好ましく、このような部材としては、例えば、ポリマーを用いるか、又はポリマーを製造する製造ラインを構成する金属、ガラス、陶磁器、プラスチック等が広く対象となる。これらの中でも、特に耐アルカリ性が高く、温度変形し難い金属を対象とすることが好ましい。すなわち、硬質表面は、ポリマー等が接触する金属部材の表面であることが好ましく、かかる金属としては、鉄、ステンレスが好ましく、ステンレスがより好ましい。

10

20

30

40

50

本発明の洗浄剤組成物により洗浄される被洗浄物は、ポリマーの使用により生じる、又はポリマーの製造の際に生じるポリマー等の付着物である。該ポリマー等としては、特に制限はない。

【0011】

硬質表面の具体的対象としては、スチレン・アクリル等のビニル系重合体等の付加重合系のポリマー、ポリエステルやポリエチレンテレフタレート、ポリウレタン等の縮重合系のポリマー、エポキシ樹脂等の開環重合系のポリマー等を用いた製造ライン、又は前記のポリマーを合成する製造ライン等のポリマーの付着頻度が高い製造ラインにおける装置の反応槽内壁等が挙げられる。特に、架橋処理されたポリマーや、低酸価のポリマー（例えば、ポリエステル等）等が付着した硬質表面は、従来の洗浄剤では洗浄が困難である。

本発明の洗浄剤組成物は、例えば、インクジェット用水系インクの製造ライン、とりわけ、ポリマーを含有した原料成分を水系媒体中で粒子化する工程を有する水分散体の製造ラインにおけるポリマー等が付着した硬質表面に適用される。この場合、被洗浄物である反応槽の硬質表面の滞留物は、主として水分散体の製造に用いられる溶媒との気液界面でポリマー状の付着物が滞留したものであるが、これは、後述する水分散体の製造におけるポリマー及び未反応のポリマー原料モノマー等の原料成分、着色剤、界面活性剤等の各種添加剤を含み、その主成分はポリマーである。

以下、本発明の洗浄剤組成物に用いられる各成分等について説明する。

【0012】

<水溶性有機アミン（a）>

本発明の洗浄剤組成物は、硬質表面に対する洗浄力を向上させる観点から、水溶性有機アミン（a）を含有する。

ここで、「水溶性」とは、水100gに対する25における溶解度が5g / 100g H₂O以上、好ましくは10g / 100g H₂O以上であることをいう。

水溶性有機アミン（a）の炭素数は、硬質表面に対する洗浄力を向上させる観点から、好ましくは2以上、より好ましくは3以上であり、そして、好ましくは10以下、より好ましくは8以下、更に好ましくは6以下である。

水溶性有機アミン（a）の25の水溶液における酸解離定数pKaは、硬質表面に対する洗浄力を向上させる観点から、好ましくは9.0以上、より好ましくは9.2以上、更に好ましくは9.5以上である。

【0013】

水溶性有機アミン（a）としては、アルカノールアミン、アルキルアミン、アラルキルアミン、ポリアミン、環式アミン等が挙げられる。これらの中では、洗浄性を向上させる観点から、アルカノールアミンが好ましい。

アルカノールアミンとしては、第1級アルカノールアミン、第2級アルカノールアミン、及び第3級アルカノールアミンのいずれも使用することができる。

第1級アルカノールアミンとしては、モノエタノールアミン、モノプロパノールアミン、モノイソプロノールアミン、モノブタノールアミン等が挙げられる。

第2級アルカノールアミンとしては、N-メチルエタノールアミン、N-エチルエタノールアミン、N-プロピルエタノールアミン、N-ブチルエタノールアミン、ジエタノールアミン、ジイソプロパノールアミン、N-メチルプロパノールアミン、N-メチルイソプロパノールアミン、N-エチルイソプロパノールアミン、N-プロピルイソプロパノールアミン等が挙げられる。

第3級アルカノールアミンとしては、N,N-ジメチルエタノールアミン、N,N-ジメチルプロパノールアミン、N,N-ジエチルエタノールアミン、N-エチルジエタノールアミン、N-メチルジエタノールアミン、トリエタノールアミン（pKa: 7.72）、トリイソプロパノールアミン等が挙げられる。

【0014】

これらの中では、炭素数2以上8以下の水溶性アルカノールアミン等が好ましく、第1級アルカノールアミン及び第2級アルカノールアミンから選ばれる1種以上がより好ましく

10

20

30

40

50

、モノエタノールアミン（pKa：9.44）、モノイソプロパノールアミン（pKa：9.45）、N-メチルエタノールアミン（pKa：9.99）、N-エチルエタノールアミン（pKa：9.9）、ジエタノールアミン（pKa：8.88）、ジイソプロパノールアミン（pKa：8.84）、N-メチルイソプロパノールアミン、N,N-ジメチルエタノールアミン（pKa：9.22）、N,N-ジエチルエタノールアミン（pKa：9.75）、N-メチルジエタノールアミン（pKa：8.56）から選ばれる1種以上が更に好ましい。

より更に好適な水溶性有機アミン（a）は、汎用性及び洗浄性を向上させる観点から、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、N-メチルエタノールアミンから選ばれる1種以上である。

なお、上記好適例として挙げたアルカノールアミンの水100gに対する25における溶解度は、50g/100gH₂O以上である。

前記各種の水溶性有機アミン（a）は、単独で又は2以上を組み合わせて使用することができる。

【0015】

<一般式（1）で表されるアルキルアミンオキシド（b）>

本発明の洗浄剤組成物は、硬質表面に対する洗浄力を向上させる観点から、アルキルアミンオキシド（b）を含有する。アルキルアミンオキシド（b）を含有することにより、洗浄剤組成物の硬質表面への付着性を高めるだけでなく、硬質表面全体への均一な濡れ広がり性を向上させることができる。また、良好な泡立ち性を発揮し、すすぎ性も向上する。本発明の洗浄剤組成物に含有されるアルキルアミンオキシド（b）は、下記一般式（1）で表される。



一般式（1）において、R¹及びR²は、それぞれ独立に、炭素数1以上3以下のアルキル基又はアルケニル基を示すが、洗浄剤組成物を複数回繰り返し使用した際の洗浄性を向上させる観点から、好ましくはメチル基又はエチル基、より好ましくはメチル基である。本発明においては、特定のアルキルアミンオキシドを使用することで、特有の洗浄性が発現される。

また、R³は炭素数が8以上16以下のアルキル基又はアルケニル基を示すが、洗浄剤組成物を複数回繰り返し使用した際の洗浄性を向上させる観点から、好ましくは炭素数8以上14以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基であり、より好ましくは炭素数8以上14以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基である。

【0016】

一般式（1）で表される化合物の具体例としては、ラウリルジメチルアミンオキシド、ラウリルジエチルアミンオキシド、ミリスチルジメチルアミンオキシド、ココアルキルアミンオキシド等が挙げられるが、ラウリルジメチルアミンオキシド、ラウリルジエチルアミンオキシドから選ばれる1種以上がより好ましい。

前記アルキルアミンオキシド（b）は、単独で又は2以上を組み合わせて使用することができる。

【0017】

<ハンセン溶解度パラメーターが15以上19.5以下である有機溶剤（c）>

本発明の洗浄剤組成物には、20におけるハンセン溶解度パラメーター（HSP値）が15以上19.5以下である有機溶剤（c）が含有される。ハンセン溶解度パラメーター（HSP値）の単位は（（J/cm³）^{1/2}）であり、特に記載のない場合は、HSP値の単位は（（J/cm³）^{1/2}）である。

HSP値は、Hildebrandによって導入された溶解度パラメーター（SP値）を3成分（分子間の分散力によるエネルギー d、分子間の双極子相互作用によるエネルギー p、分子間の水素結合によるエネルギー h）に分割したものである。各溶剤の d、p、h は“HANSEN SOLIBILITY PARAMETERS” A User’s Handbook Second Editionに詳しく記載されている。また、多くの溶媒や樹脂についてのHSP値はWesley L.Archer

10

20

30

40

50

著、Industrial Solvents Handbook等にも記載されている。

有機溶剤を複数使用する場合のHSP値は、下記式(2)により、各有機溶剤のHSP値の加重平均値mとして求めることができる。

$$m = 1 \cdot 1 + 2 \cdot 2 \quad (2)$$

ここで₁、₂は各溶剤成分のHSP値であり₁、₂は各溶剤成分の体積分率である。

【0018】

有機溶剤のHSP値は、Charles Hansen Consulting, Inc. (Horsholm, Denmark, hansen-solubility.com) のソフトウェアHSPiPを用いて求めることもできる。

本発明においては、HSPiPバージョン4.1.03のデータベースに登録されている溶媒(各種HSPの文献参照)に関してはその値を使用し、データベースにない溶媒に関しては、前記HSPiPにより推算される値を使用する。

10

HSP値が15未満又は19.5を超えると、汚染物であるポリマー等との相溶性が低下するため洗浄性が悪化する。SP値は、好ましくは15.5以上、より好ましくは16.0以上、更に好ましくは16.5以上、より更に好ましくは17.0以上であり、そして、好ましくは19.4以下である。

また、有機溶剤(c)は、環状エーテル、鎖状エーテル等のエーテル基を有する化合物、酢酸エステル等のエステル基を有する化合物、及び鎖状ケトン等のケトン基を有する化合物から選ばれる1種以上が好ましい。

【0019】

単一溶剤としてのHSP値が15以上19.5以下である有機溶剤の好適例としては、テトラヒドロフラン(HSP値:19.46)等の環状エーテル溶媒；ジエチルエーテル(HSP値:15.49)等の鎖状エーテル溶媒；酢酸エチル(HSP値:18.15)、酢酸イソプロピル(HSP値:17.59)、酢酸プロピル(HSP値:17.62)、酢酸ブチル(HSP値:17.41)等の酢酸エステル溶媒；メチルエチルケトン(HSP値:19.05)、メチルプロピルケトン(HSP値:18.33)、メチルイソブチルケトン(HSP値:16.97)、ジイソブチルケトン(HSP値:16.93)等の鎖状ケトン溶媒等が挙げられる。これらの中では、ケトン溶媒が好ましく、メチルエチルケトンが更に好ましい。

20

これらの有機溶媒は、単独で又は2種以上を組み合わせて用いることができる。

30

単一溶剤としてのHSP値が15以上19.5以下である有機溶剤以外も、溶剤を複数組み合わせ混合溶媒としてのHSP値が上記式(2)によるmが15以上19.5以下になれば使用することができる。例えば、メチルエチルケトン(HSP値:19.05)と環状ケトンであるシクロヘキサン(HSP値:20.33)を体積分率で各々80%、20%とした場合はm=19.31となるため、HSP値が15以上19.5以下である有機溶剤(c)として使用可能となる。

【0020】

<他の添加剤>

本発明の洗浄剤組成物には、本発明の目的を阻害しない範囲で、非イオン界面活性剤、キレート剤、可溶化剤、スラリー化剤、消泡剤等の公知の各種添加剤を添加することができる。

40

非イオン界面活性剤としては、硬質表面上のポリマー等の付着物の洗浄性を向上させる観点から、HLB(デイビス(Davies)法による)が4.3~8.2であるものが好ましく、5~7.9であるものがより好ましく、5.5~7.5のものが更に好ましい。

非イオン界面活性剤としては、例えば、青木油脂工業株式会社製のBLAUNON EH-2、BLAUNON EH-4、BLAUNON EH-6、BLAUNON EH-11、花王株式会社製のエマルゲン109P、エマルゲン120、ソフタノールEP9050、ソフタノールEP12030、日本触媒化学工業株式会社製のソフタノール90、ソフタノール120、ソフタノール150、ソフタノール200等の市販品を使用することができる。

50

キレート剤は、硬質表面上のポリマー等の洗浄効果を高めることができる。

キレート剤の好適例としては、硬質表面上のポリマー等の洗浄性を向上させる観点から、グルコン酸、グルコヘプトン酸、エチレンジアミン四酢酸、クエン酸、リンゴ酸、ヒドロキシエチリデンジホスホン酸のアルカリ金属塩又は低級アミン塩等が挙げられるが、グルコン酸ナトリウム、グルコヘプトン酸ナトリウム、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、クエン酸ナトリウム、ヒドロキシエチリデンジホスホン酸ナトリウム等がより好ましい。

【0021】

また、洗浄剤組成物が濃厚な場合は、成分が分相析出せずに安定した水溶液とするために、可溶化剤を含有することが好ましく、必要であれば、濃厚系の流動性を確保するためにスラリー化剤を含有することが好ましい。

可溶化剤としては、例えば、炭素数6～18のアルケニルコハク酸及びその塩、ヘキサン酸、ヘプタン酸、オクタン酸、デカン酸、ラウリン酸、酪酸、吉草酸、イソ酪酸、2-エチルヘキサン酸及びこれらの塩等が挙げられる。

スラリー化剤としては水溶性高分子カルボン酸、ナフタレンジカルボン酸又はこれらのアルカリ金属塩又はアミン塩等が挙げられる。

【0022】

<洗浄剤組成物>

本発明の洗浄剤組成物は、水溶性有機アミン(a)、一般式(1)で表されるアルキルアミンオキシド(b)、20におけるHSP値が15以上19.5以下である有機溶剤(c)、及び水を含有する。

本発明の洗浄剤組成物中の各成分の含有量は、被洗浄物の種類や汚れの種類により適宜調整することができるが、硬質表面に付着するポリマー等の洗浄力向上の観点から、以下の範囲であることが好ましい。

水溶性有機アミン(a)の含有量は、洗浄剤組成物中、好ましくは0.05重量%以上、より好ましくは0.1重量%以上、更に好ましくは0.5重量%以上、より更に好ましくは1重量%以上であり、そして、好ましくは12重量%以下、より好ましくは10重量%以下、更に好ましくは8重量%以下、より更に好ましくは5重量%以下である。

アルキルアミンオキシド(b)の含有量は、好ましくは0.01重量%以上、より好ましくは0.05重量%以上、更に好ましくは0.1重量%以上、より更に好ましくは0.5重量%以上であり、そして、好ましくは10重量%以下、より好ましくは5重量%以下、更に好ましくは3重量%以下、より更に好ましくは2重量%以下である。

【0023】

有機溶剤(c)の含有量は、洗浄剤組成物中、好ましくは1重量%以上、より好ましくは2重量%以上、更に好ましくは5重量%以上、より更に好ましくは10重量%以上であり、そして、好ましくは45重量%以下、より好ましくは40重量%以下、更に好ましくは35重量%以下、より更に好ましくは30重量%以下である。

脱イオン水、蒸留水等の水の含有量は、洗浄剤組成物中、好ましくは30重量%以上、より好ましくは40重量%以上、更に好ましくは50重量%以上であり、そして、好ましくは95重量%以下、より好ましくは90重量%以下、更に好ましくは85重量%以下である。

可溶化剤を使用する場合は、洗浄剤の低温安定性の向上及び経済性の観点から、その含有量は、洗浄剤組成物中、0.01～3重量%が好ましく、0.05～1重量%がより好ましい。

【0024】

洗浄剤組成物中のアルキルアミンオキシド(b)に対する水溶性有機アミン(a)の質量比[(a)/(b)]は、好ましくは0.1以上、より好ましくは1以上、更に好ましくは2以上、より更に好ましくは3以上、より更に好ましくは4以上であり、そして、好ましくは50以下、より好ましくは35以下、更に好ましくは20以下、より更に好ましくは10以下である。

洗浄剤組成物中のアルキルアミンオキシド(b)に対する有機溶剤(c)の質量比[(c)

10

20

30

40

50

) / (b)] は、好ましくは 10 以上、より好ましくは 15 以上、更に好ましくは 20 以上、より更に好ましくは 25 以上であり、そして、好ましくは 300 以下、より好ましくは 270 以下、更に好ましくは 250 以下、より更に好ましくは 200 以下である。

【 0025 】

洗浄剤組成物の 32 における粘度は、硬質表面上のポリマー等に対する洗浄力向上の観点から、好ましくは 1 mPa・s 以上、より好ましくは 1.1 mPa・s 以上、更に好ましくは 1.2 mPa・s 以上であり、そして、好ましくは 8 mPa・s 以下、より好ましくは 6 mPa・s 以下、更に好ましくは 4 mPa・s 以下、より更に好ましくは 2 mPa・s 以下である。

洗浄剤組成物の 静的表面張力は、硬質表面上のポリマー等に対する洗浄力向上の観点から、好ましくは 18 mN/m 以上、より好ましくは 20 mN/m 以上、更に好ましくは 22 mN/m 以上、より更に好ましくは 25 mN/m 以上であり、そして、好ましくは 45 mN/m 以下、より好ましくは 40 mN/m 以下、更に好ましくは 35 mN/m 以下、より更に好ましくは 32 mN/m 以下である。

洗浄剤組成物の 20 における pH は、硬質表面上のポリマー等に対する洗浄力向上の観点から、好ましくは 9 以上、より好ましくは 9.5 以上、更に好ましくは 10 以上、より更に好ましくは 11 以上であり、そして、好ましくは 14 以下、より好ましくは 13 以下、更に好ましくは 12 以下である。

洗浄剤組成物の粘度、静的表面張力、pH は、実施例に記載の方法により測定される。

【 0026 】

[硬質表面の洗浄方法]

本発明の硬質表面の洗浄方法は、本発明の洗浄剤組成物で、硬質表面を室温付近の温度、すなわち温度 0 以上 50 以下で洗浄することを特徴とする。

硬質表面とは、前記のとおり、ポリマー等が接触する金属部材の表面であることが好ましく、ポリマー等を含有する成分を水系媒体中で粒子化する工程に用いられる製造ラインを構成する部材の表面であることがより好ましい。

本発明の洗浄方法においては、ポリマー等が付着する硬質表面を、好ましくは 0 以上、より好ましくは 10 以上、そして、エネルギーを削減する観点から、好ましくは 50 以下、より好ましくは 45 以下、さらに好ましくは 42 以下の温度範囲での洗浄温度で優れた洗浄効果を発揮する。

【 0027 】

本発明の洗浄方法における洗浄操作に特に制限はなく、例えば、浸漬洗浄、攪拌洗浄、スプレー洗浄、ブラシ洗浄等の通常の洗浄操作がいずれも使用できる。好ましくは、攪拌、スプレー・ブラシ洗浄等で意図的に発泡させながら洗浄することで、より高い洗浄効果を得ることができる。

また、本発明の洗浄方法においては、本発明の洗浄剤組成物を使用後に、別途タンク、ドラム缶等の貯蔵設備に保管して再利用することができ、これにより複数回の繰返し使用が可能となる。従って、一旦使用した洗浄剤組成物を貯蔵しておいても洗浄効果が持続できることが望ましいが、本発明の洗浄剤組成物は、汚れ耐久性が高く、保存性能も優れているため、ポリマーが付着した硬質表面に対して、通常 5 回以上、更に 8 回以上、更に 10 回以上の繰返し使用が可能である。

【 0028 】

< 被洗浄物、被洗浄装置 >

本発明の洗浄剤組成物及び硬質表面の洗浄方法では、被洗浄物としてポリマーが挙げられ、洗浄力を発揮する観点から、ポリマーは水不溶性ポリマーであることが好ましい。本発明の洗浄剤組成物及び硬質表面の洗浄方法は、被洗浄装置として、ポリマーを製造する反応槽、ポリマーが配合される混合槽、ポリマーを含む液体を輸送する配管、ポリマーを含む液体を保存する貯槽設備、等の装置又は設備の洗浄に適用することができる。また、インクジェット記録用水分散体を含むインクを用いる印刷機及びその印刷機を保守する器具等の洗浄に用いることもできる。

10

20

30

40

50

例えば、本発明の洗浄剤組成物及び硬質表面の洗浄方法を用いる場合、被洗浄物が付着した硬質表面を有する水分散体製造装置を用いて、少なくとも該硬質表面を、本発明の洗浄剤組成物及び洗浄方法で洗浄した後、ポリマーを含有する原料成分を水系媒体中で粒子化して水分散体を製造することができる。

【0029】

水分散体製造装置は、実験室レベルの小規模のものから、大量生産用の大規模なものまで、多様な規模の製造装置が挙げられる。具体的には、反応槽が200L容程度のものから、10m³容、更には20m³容、更にはそれ以上の大容量の反応槽も適用できる。

前記反応槽には、前記硬質表面として挙げられたものを好適に使用できる。例えば、特開平9-258479号公報に記載されているもの、具体的には、表面がグラスライニングされたグラスライニング反応器、導電性表面を持つ反応器、代表的にはステンレススチール等の耐腐食性金属でできた反応器と多岐な材質に好適に使用できる。

水分散体、特にインクジェット記録用水分散体や水系インクの製造に用いられるポリマー特に制限はない。

本発明においては、洗浄剤組成物を用いて洗浄した後に、例えば、後述する製造方法によりインクジェット記録用水分散体を製造することが好ましい。また、水系インクは、得られた水分散体に、有機溶媒、水を添加、混合して濃度を適宜調整し、更に必要に応じて水系インクに通常用いられる湿潤剤等の添加剤を添加して得ることができる。

【0030】

<ポリマー>

ポリマーとしては、水不溶性のポリマーが挙げられ、ポリエステル、ポリスチレン及びポリ塩化ビニル等とビニルポリマー、ウレタンポリマー等が挙げられる。

例えば、上記の水分散体及び水系インクの製造に使用されるポリマーとしては、顔料等の着色剤を微粒化し、分散性、保存安定性を向上すると共に、該水分散体を用いて得られる水系インクの印字濃度、記録媒体に対する密着性（以下「基材密着性」ともいう）を高める観点から、ポリエステル、ビニルポリマー等の水不溶性ポリマーを用いることが好ましい。また、該ポリマーは水系インクの被膜形成剤として用いられる定着樹脂としても用いられる。

ここで、「水不溶性ポリマー」及び「水溶性ポリマー」とは、ポリマーが塩生成基を有する場合は、その種類に応じて、該ポリマーの塩生成基を酢酸又は水酸化ナトリウムで100%中和したもの10gに、25%の純水100gを加え、十分攪拌したときに、全て溶解すれば、該ポリマーは本発明における「水溶性ポリマー」である。

例えば、予めポリマーをメチルエチルケトン等の有機溶媒に溶解しておき、その100%中和品を純水中に滴下し、有機溶媒を除去して濃度を10重量%にした水分散物を、遠心分離によって分離し、沈殿したポリマーを「水不溶性ポリマー」、溶解しているポリマーを「水溶性ポリマー」とする。

【0031】

<水不溶性ポリマー>

水不溶性ポリマーの代表例としては、ポリエステル、ビニルポリマー、ウレタンポリマー等が好ましく挙げられる。

【0032】

[ポリエステル]

ポリエステルとしては、少なくともアルコール成分とカルボン酸成分とを縮重合して得られるポリエステルが好ましい。

(i) アルコール成分

ポリエステルの構成単位となるアルコール成分は、得られる水系インクの顔料分散性等の観点から、芳香族ジオールを含むことが好ましい。

芳香族ジオールは、ビスフェノールAのアルキレンオキシド付加物であることが好ましい。なお、本発明において、ビスフェノールAのアルキレンオキシド付加物とは、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンにオキシアルキレン基を付加した構造全体を意

10

20

30

40

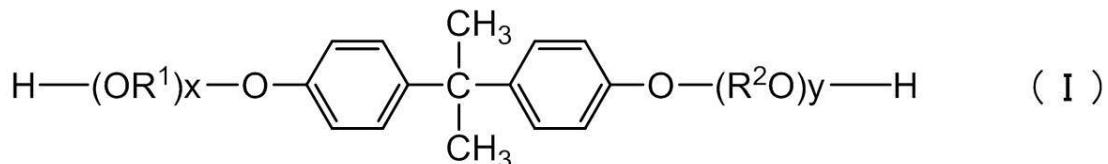
50

味する。

ビスフェノールAのアルキレンオキシド付加物は、具体的には下記一般式(I)で表される化合物が好ましい。

【0033】

【化1】



10

【0034】

一般式(I)において、OR¹、R²Oはいずれもオキシアルキレン基であり、それぞれ独立に、好ましくは炭素数1以上4以下のオキシアルキレン基であり、より好ましくはオキシエチレン基又はオキシプロピレン基である。

x及びyは、アルキレンオキシドの付加モル数に相当し、それぞれ独立に、好ましくは1以上、より好ましくは2以上であり、そして、好ましくは16以下、より好ましくは7以下、更に好ましくは5以下、より更に好ましくは3以下である。更に、カルボン酸成分との反応性の観点から、xとyの和の平均値は2以上が好ましい。また、xとyの和の平均値は、同様の観点から、7以下が好ましく、5以下がより好ましく、3以下が更に好ましい。

また、x個のOR¹とy個のR²Oは、各々同一であっても異なっていてもよいが、基材密着性を向上させる観点から、同一であることが好ましい。ビスフェノールAのアルキレンオキシド付加物は、単独で又は2種以上を組み合わせて用いてもよい。このビスフェノールAのアルキレンオキシド付加物は、ビスフェノールAのプロピレンオキシド付加物及びビスフェノールAのエチレンオキシド付加物が好ましく、ビスフェノールAのプロピレンオキシド付加物がより好ましい。

原料モノマーであるアルコール成分中におけるビスフェノールAのアルキレンオキシド付加物の含有量は、基材密着性を向上させる観点から、好ましくは50モル%以上、より好ましくは60モル%以上、更に好ましくは70モル%以上であり、そして、好ましくは100モル%以下である。

【0035】

ポリエステルの原料モノマーであるアルコール成分には、ビスフェノールAのアルキレンオキシド付加物以外に、以下のアルコール成分を含有してもよい。

例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、トリメチロールプロパン、水素添加ビスフェノールA、ソルビトール、又はこれらのアルキレン(炭素数2以上4以下)オキシド付加物(平均付加モル数1以上16以下)等が挙げられる。

前記アルコール成分は、単独で又は2種以上を組み合わせて用いてもよい。

【0036】

(ii) カルボン酸成分

ポリエステルの構成単位となるカルボン酸成分には、カルボン酸、該カルボン酸の無水物、該カルボン酸のアルキル(炭素数1以上3以下)エステル等が含まれる。

該カルボン酸成分としては、芳香族ジカルボン酸、脂肪族ジカルボン酸、脂環族ジカルボン酸及び3価以上の多価カルボン酸が好ましく、カルボン酸成分とアルコール成分との反応性、基材密着性を向上させる観点から、芳香族ジカルボン酸及び脂肪族ジカルボン酸がより好ましく、脂肪族ジカルボン酸が更に好ましい。

芳香族ジカルボン酸は、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸が好ましく、テレフタル酸がより好ましい。

脂肪族ジカルボン酸は、不飽和脂肪族ジカルボン酸及び飽和脂肪族ジカルボン酸が挙げら

20

30

40

50

れ、カルボン酸成分とアルコール成分との反応性、基材密着性を向上させる観点から、不飽和脂肪族ジカルボン酸が好ましい。

不飽和脂肪族ジカルボン酸としては、フマル酸、マレイン酸が好ましく、フマル酸がより好ましい。飽和脂肪族ジカルボン酸は、アジピン酸、コハク酸（コハク酸は、アルキル基及び／又はアルケニル基で置換されていてもよい）が好ましい。

脂環族ジカルボン酸は、シクロヘキサンジカルボン酸、デカリンジカルボン酸、テトラヒドロフタル酸が好ましい。

3価以上の多価カルボン酸は、トリメリット酸、ピロメリット酸が好ましい。

前記カルボン酸成分は、単独で又は2種以上が含まれていてもよい。

【0037】

10

(ポリエステルの製造)

ポリエステルは、例えば、前記アルコール成分と前記カルボン酸成分とを不活性ガス雰囲気中にて、必要に応じてエステル化触媒を用いて、180以上250以下の温度で縮重合することにより製造することができる。

得られたポリエステルを樹脂粒子として用いる場合の粒径制御の観点から、ポリエステルはシャープな分子量分布を有することが好ましく、エステル化触媒を用いて縮重合をすることが好ましい。

エステル化触媒は、スズ触媒、チタン触媒、三酸化アンチモン、酢酸亜鉛、二酸化ゲルマニウム等の金属化合物等が挙げられる。ポリエステル製造におけるエステル化反応の反応効率の観点から、スズ触媒が好ましい。スズ触媒は、酸化ジブチルスズ、ジ(2-エチルヘキサン)酸スズ(II)、又はこれらの塩等が好ましく用いられ、ジ(2-エチルヘキサン)酸スズ(II)がより好ましく用いられる。

必要に応じて、更に、3,4,5-トリヒドロキシ安息香酸等のエステル化助触媒を用いてもよい。また、4-tert-ブチルカテコール、ヒドロキノン等のラジカル重合禁止剤を併用してもよい。

【0038】

得られるポリエステルの軟化点は、基材密着性を向上させる観点から、好ましくは80以上、より好ましくは85以上、更に好ましくは90以上であり、そして、好ましくは170以下、より好ましくは145以下、更に好ましくは125以下である。

得られるポリエステルのガラス転移温度(T_g)は、基材密着性を向上させる観点から、好ましくは50以上、より好ましくは55以上であり、そして、好ましくは95以下、より好ましくは90以下、更に好ましくは85以下、より更に好ましくは80以下である。

得られるポリエステルの酸価は、樹脂粒子の粒径制御、基材密着性を向上させる観点から、好ましくは5mg KOH/g以上、より好ましくは15mg KOH/g以上、更に好ましくは20mg KOH/g以上であり、そして、好ましくは40mg KOH/g以下、より好ましくは37mg KOH/g以下、更に好ましくは35mg KOH/g以下である。得られるポリエステルの重量平均分子量(M_w)は、耐溶剤性、分散安定性等の観点から、好ましくは5,000以上、より好ましくは7,500以上、更に好ましくは10,000以上であり、そして、好ましくは10万以下、より好ましくは5万以下、更に好ましくは3万以下である。

【0039】

30

(ビニルポリマー)

ビニルポリマーとしては、顔料含有ポリマー粒子の水系インク中における分散安定性を向上させる観点から、(a)イオン性モノマー由来の構成単位、(b)疎水性モノマー由来の構成単位、及び(c)親水性ノニオン性モノマー由来の構成単位から選ばれる1種以上を含有することが好ましく、これらの構成単位のうち、2種以上を含有することがより好ましく、3種を含有することが更に好ましい。例えば、(a)イオン性モノマー及び(b)疎水性モノマーの組み合わせ、(a)イオン性モノマー、(b)疎水性モノマー、及び(c)親水性ノニオン性モノマーの組み合わせが挙げられる。

40

50

ビニルポリマーは、例えば、(a)イオン性モノマー、(b)疎水性モノマー、及び(c)親水性ノニオン性モノマーを含むモノマー混合物を公知の方法により付加重合して得ることができる。

【0040】

(a)イオン性モノマー

(a)イオン性モノマー(以下「(a)成分」ともいう)としては、アニオン性モノマー及びカチオン性モノマーが挙げられ、アニオン性モノマーが好ましい。

アニオン性モノマーとしては、カルボン酸モノマー、スルホン酸モノマー、リン酸モノマー等が挙げられる。

上記アニオン性モノマーの中では、顔料含有ポリマー粒子の水系インク中における分散安定性を向上させる観点から、カルボキシ基を有するカルボン酸モノマーが好ましく、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、シトラコン酸、2-メタクリロイルオキシメチルコハク酸等がより好ましく、アクリル酸及びメタクリル酸から選ばれる1種以上が更に好ましい。

カチオン性モノマーとしては、N,N-ジメチルアミノエチルメタクリレート、N,N-ジメチルアミノエチルアクリルアミド等が挙げられる。

なお、(a)イオン性モノマーには、酸やアミン等の中性ではイオンではないモノマーであっても、酸性やアルカリ性の条件でイオンとなるモノマーを含む。

【0041】

(b)疎水性モノマー

(b)疎水性モノマー(以下「(b)成分」ともいう)としては、アルキル(メタ)アクリレート、芳香族基含有モノマー等が挙げられる。

アルキル(メタ)アクリレートとしては、炭素数1~22、好ましくは炭素数6~18のアルキル基を有するものが好ましく、例えば、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、(イソ)プロピル(メタ)アクリレート、(イソ又はターシャリー)ブチル(メタ)アクリレート、(イソ)アミル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、(イソ)オクチル(メタ)アクリレート、(イソ)デシル(メタ)アクリレート、(イソ)ドデシル(メタ)アクリレート、(イソ)ステアリル(メタ)アクリレート等が挙げられる。

なお、「(イソ又はターシャリー)」及び「(イソ)」は、これらの基が存在する場合としない場合の双方を意味し、これらの基が存在しない場合には、ノルマルを示す。また、「(メタ)アクリレート」は、アクリレート及び/又はメタクリレートを示す。

【0042】

芳香族基含有モノマーとしては、炭素数6~22の芳香族基を有するビニルモノマーが好ましく、スチレン系モノマー、芳香族基含有(メタ)アクリレート、及びスチレン系マクロモノマーがより好ましい。

スチレン系モノマーとしてはスチレン、2-メチルスチレン、及びジビニルベンゼンが好ましく、スチレンがより好ましい。また、芳香族基含有(メタ)アクリレートとしては、ベンジル(メタ)アクリレート、フェノキシエチル(メタ)アクリレート等が好ましく、ベンジル(メタ)アクリレートがより好ましい。

スチレン系マクロモノマーは、片末端に重合性官能基を有し、数平均分子量が好ましくは500以上、より好ましくは1,000以上で、好ましくは100,000以下、より好ましくは10,000以下の化合物である。重合性官能基としては、アクリロイルオキシ基又はメタクリロイルオキシ基が好ましく、メタクリロイルオキシ基がより好ましい。

スチレン系マクロモノマーの具体例としては、AS-6(S)、AN-6(S)、HS-6(S)(東亞合成株式会社の商品名)等が挙げられる。

【0043】

(c)親水性ノニオン性モノマー

(c)親水性ノニオン性モノマー(以下「(c)成分」ともいう)としては、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、3-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、ポリ

10

20

30

40

50

プロピレングリコール (n = 2 ~ 30, n はオキシアルキレン基の平均付加モル数を示す。以下同じ) (メタ) アクリレート、ポリエチレングリコール (メタ) アクリレート (n = 2 ~ 30) 等のポリアルキレングリコール (メタ) アクリレート、メトキシポリエチレングリコール (n = 1 ~ 30) (メタ) アクリレート、オクトキシポリエチレングリコール (n = 1 ~ 30) (メタ) アクリレート等のアルコキシポリアルキレングリコール (メタ) アクリレート、フェノキシ (エチレングリコール・プロピレングリコール共重合) (n = 1 ~ 30、その中のエチレングリコール: n = 1 ~ 29) (メタ) アクリレート等が挙げられる。

商業的に入手しうる (c) 成分の具体例としては、新中村化学工業株式会社の N K エステル M - 20 G、同 40 G、同 90 G、同 230 G 等、日油株式会社のブレンマー PE - 90、同 200、同 350、PME - 100、同 200、同 400 等、PP - 500、同 800、同 1000 等、AP - 150、同 400、同 550 等、50 PEP - 300、50 P OEP - 800 B、43 P APE - 600 B 等が挙げられる。

(a) ~ (c) 成分は、それぞれ単独で又は 2 種以上を混合して用いることができる。

ビニルポリマーは、上記以外の他のモノマー由来の構成単位を含有していてもよい。

【0044】

(ビニルポリマー中における各成分又は構成単位の含有量)

ビニルポリマー中における各成分に由来する構成単位の含有量は、顔料含有ポリマー粒子の水系インク中における分散安定性を向上させる観点から、次のとおりである。

(a) イオン性モノマーの含有量は、好ましくは 3 質量% 以上、より好ましくは 5 質量% 以上、更に好ましくは 8 質量% 以上であり、そして、好ましくは 60 質量% 以下、より好ましくは 50 質量%、更に好ましくは 40 質量% 以下である。

(b) 疎水性モノマーの含有量は、好ましくは 20 質量% 以上、より好ましくは 40 質量% 以上、更に好ましくは 50 質量% 以上であり、そして、好ましくは 90 質量% 以下、より好ましくは 80 質量% 以下、更に好ましくは 75 質量% 以下である。

(c) 親水性ノニオン性モノマーを含有する場合、その含有量は、好ましくは 5 質量% 以上、より好ましくは 10 質量% 以上、更に好ましくは 20 質量% 以上であり、そして、好ましくは 60 質量% 以下、より好ましくは 55 質量% 以下、更に好ましくは 50 質量% 以下である。

【0045】

また、(b) 成分としてマクロモノマーを含有する場合、マクロモノマーの含有量は、好ましくは 5 質量% 以上、より好ましくは 8 質量% 以上、更に好ましくは 10 質量% 以上であり、好ましくは 50 質量% 以下、より好ましくは 40 質量% 以下、更に好ましくは 30 質量% 以下である。

さらに、マクロモノマーを含む (b) 疎水性モノマーに対する (a) イオン性モノマーの質量比 [(a) / (b)] は、好ましくは 0.01 以上、より好ましくは 0.05 以上、更に好ましくは 0.10 以上であり、そして、好ましくは 1 以下、より好ましくは 0.60 以下、更に好ましくは 0.50 以下である。

【0046】

(ビニルポリマーの製造)

ビニルポリマーは、モノマー混合物を公知の重合法により共重合させることによって製造される。重合法としては溶液重合法が好ましい。

溶液重合法で用いる溶媒としては極性有機溶媒が好ましい。極性有機溶媒が水混和性を有する場合には、水と混合して用いることもできる。極性有機溶媒としては、例えば、炭素数 1 ~ 3 の脂肪族アルコール；炭素数 3 ~ 8 のケトン類等又はこれらの 1 種以上と水との混合溶媒が好ましい。

重合の際には、アゾ化合物や有機過酸化物等の公知のラジカル重合開始剤を用いることができる。ラジカル重合開始剤の量は、モノマー混合物 1 モルあたり、好ましくは 0.01 ~ 2 モルである。

モノマー混合物の重合条件は、使用するラジカル重合開始剤、モノマー、溶媒の種類等に

10

20

30

40

50

よって異なるので一概にはいえないが、通常、重合温度は好ましくは50～80であり、重合時間は好ましくは1～20時間である。また、重合雰囲気は、窒素ガス雰囲気等の不活性ガス雰囲気であることが好ましい。

【0047】

ビニルポリマーは、顔料含有ポリマー粒子の水分散体の生産性を向上させる観点から、重合に用いた溶媒を除去せずに、そのままポリマー溶液として用いることが好ましい。

ポリマー溶液の固形分濃度は、顔料含有ポリマー粒子の水分散体の生産性を向上させる観点から、好ましくは30質量%以上、より好ましくは40質量%以上であり、また、好ましくは70質量%以下、より好ましくは65質量%以下である。

ポリマーの重量平均分子量は、分散安定性を向上させる観点から、好ましくは8,000以上、より好ましくは10,000以上、更に好ましくは11,000以上であり、そして、好ましくは50万以下、より好ましくは30万以下、更に好ましくは10万以下である。なお、重量平均分子量の測定は実施例に記載の方法により行うことができる。

ビニルポリマーの市販品としては、例えば、「アロンAC-10SL」(東亜合成株式会社製)等のポリアクリル酸、「ジョンクリル67」、「ジョンクリル611」、「ジョンクリル678」、「ジョンクリル680」、「ジョンクリル690」、「ジョンクリル819」(以上、BASFジャパン株式会社製)等のスチレン-アクリル樹脂等が挙げられる。

【0048】

水分散体及び水系インクに用いられる顔料は、特に限定されず、有機顔料、無機顔料、又はこれらの混合物であってもよい。

得られる顔料水分散体の固形分濃度(不揮発成分濃度)は、顔料水分散体の分散安定性を向上させる観点及び水系インクの調製を容易にする観点から、好ましくは10～30質量%、より好ましくは15～25質量%である。

顔料水分散体の固形分濃度は、実施例に記載の方法により測定される。

顔料水分散体中の顔料含有ポリマー粒子の平均粒径は、粗大粒子を低減し、水系インクの吐出安定性を向上させる観点から、好ましくは50～200nm、より好ましくは60～190nm、更に好ましくは80～180nmである。

顔料含有ポリマー粒子の平均粒径は、実施例に記載の方法により測定される。

また、水系インク中の顔料含有ポリマー粒子の平均粒径は、顔料水分散体中の平均粒径と同じであり、好ましい平均粒径の態様は、顔料水分散体中の平均粒径の好ましい態様と同じである。

【0049】

<インクジェット記録用水分散体>

インクジェット記録用水分散体は、ポリマー等が付着した硬質表面を有する水分散体製造装置を用いて、少なくとも該硬質表面を本発明の洗浄剤組成物及び洗浄方法で洗浄した後、ポリマーを含有する原料成分を水系媒体中で粒子化して製造される。

水分散体中、ポリマーの含有量は、水分散体を含有する水系インクの印字濃度と保存安定性の観点から、好ましくは1～20重量%、より好ましくは2～15重量%、更に好ましくは3～10重量%である。

水分散体中、着色剤の含有量は、上記と同様の観点から、好ましくは1～30重量%、より好ましくは2～25重量%、より好ましくは4～20重量%、更に好ましくは5～15重量である。

水分散体中、水の含有量は、好ましくは30～95重量%、より好ましくは40～90重量%、更に好ましくは50～80重量%である。

【0050】

[インクジェット記録用水系インク]

インクジェット記録用水系インクは、前記の方法で得られる水分散体に、必要に応じて、有機溶媒及び水を添加、混合して調製することができ、さらに水系インクに通常用いられるラテックスエマルション、湿潤剤、浸透剤、分散剤、消泡剤、防腐剤等を添加すること

10

20

30

40

50

ができる。

水系インク中、ポリマーの含有量は、水系インクの印字濃度と保存安定性の観点から、好みしくは1～20重量%、より好みしくは2～15重量%、更に好みしくは3～10重量%である。

水系インク中、着色剤の含有量は、インクの印字濃度を高める観点から、好みしくは1～25重量%、より好みしくは2～20重量%、より好みしくは3～18重量%、更に好みしくは4～15重量である。

水系インク中、水の含有量は、好みしくは20～90重量%，より好みしくは30～80重量%，更に好みしくは40～70重量%である。

水系インクの32の粘度は、水系インクの保存安定性等の観点から、好みしくは2～12 mPa・s、より好みしくは3～9 mPa・s、更に好みしくは4～8 mPa・sである。

10

【実施例】

【0051】

以下の製造例、実施例及び比較例において、「部」及び「%」は特記しない限り「質量部」及び「質量%」である。なお、洗浄剤組成物及びポリマーの物性の測定は、以下の方法により行った。

【0052】

<洗浄剤組成物の物性測定>

(1) 洗浄剤組成物の粘度

20

E型粘度計「TV-25」（東機産業株式会社製、標準コーンロータ1°34'×R24使用、回転数50 rpm）を用いて、32における粘度を測定した。

(2) 洗浄剤組成物の静的表面張力

20に調整したサンプル5 gの入った円柱ポリエチレン製容器（直径3.6 cm×深さ1.2 cm）に白金プレートを浸漬し、表面張力計（協和界面化学株式会社製、「CBV-P-Z」）を用いて、ウィルヘルミ法で20における静的表面張力を測定した。

(3) 洗浄剤組成物のpH

JIS Z 8802に準拠し、株式会社堀場製作所製、商品名：F-23を用いて、20における洗浄剤組成物のpHを測定した。

【0053】

30

<ポリエステルの物性測定>

(1) ポリエステルの軟化点

フローテスター「CFT-500D」（株式会社島津製作所製）を用い、1 gの試料を昇温速度6/分で加熱しながら、プランジャーにより1.96 MPaの荷重を与え、直径1 mm、長さ1 mmのノズルから押し出した。温度に対し、フローテスターのプランジャー降下量をプロットし、試料の半量が流出した温度を軟化点とした。

【0054】

(2) ポリエステルのガラス転移温度

示差走査熱量計（Perkin Elmer社製、商品名：Pyris 6 DSC）を用いて200まで昇温し、その温度から降温速度10/分で0まで冷却したサンプルを昇温速度10/分で昇温し、吸熱の最大ピーク温度以下のベースラインの延長線とピークの立ち上がり部分からピークの頂点までの最大傾斜を示す接線との交点の温度をガラス転移温度とした。

40

なお、水分散体中のポリマー粒子の場合は、水分散体を東京理化器械株式会社製の凍結乾燥機「FDU-2100」を用いて-10で9時間凍結乾燥させたものを試料とした。

【0055】

(3) ポリエステルの酸価

測定溶媒を、エタノールとエーテルとの混合溶媒から、アセトンとトルエンとの混合溶媒〔アセトン：トルエン=1：1（容量比）〕に変更したこと以外は、JIS K 0070-1992に記載の中和滴定法に従って測定した。

50

【0056】

(4) ポリエステルの重量平均分子量 (Mw)

濃度が 0.5 g / 100 mL になるように、ポリマーをクロロホルムに溶解させた。次いで、この溶液をポアサイズ 2 μm のフッ素樹脂フィルター「FP-200」(住友電気工業株式会社製)を用いて濾過して不溶解成分を除き、試料溶液を調製した。

溶解液としてテトラヒドロフランを毎分 1 mL の流速で流し、40 の恒温槽中でカラムを安定させた。そこに試料溶液 100 μL を注入して測定を行った。試料の重量平均分子量は、予め作製した検量線に基づき算出した。

検量線は、数種類の単分散ポリスチレン〔東ソー株式会社製の単分散ポリスチレン； 2.63×10^3 、 2.06×10^4 、 1.02×10^5 (重量平均分子量 (Mw))、ジーエルサイエンス株式会社製の単分散ポリスチレン； 2.10×10^3 、 7.00×10^3 、 5.04×10^4 (重量平均分子量 (Mw))〕を標準試料として用いて作成した。

測定装置：「CO-8010」(東ソー株式会社製)

分析カラム：「GMHXL」+「G3000HXL」(東ソー株式会社製)

【0057】

<ビニルポリマーの物性測定>

(1) ビニルポリマーの酸価

ビニルポリマー 2 g 又は架橋後の顔料水分散体 2 g を、50 g のイオン交換水で希釈し、0.1 N の水酸化ナトリウム溶液を 3 mL 添加した。そこへ 0.1 N の塩酸を徐々に滴下し、pH の変曲点を 2 か所測定した。2 点間の 0.1 N の塩酸の滴下量の差から計算される酸のモル数が、ポリマー中のカルボン酸のモル数に相当し、このモル数を酸価に換算した。

【0058】

(2) ビニルポリマーの重量平均分子量 (Mw)

N, N-ジメチルホルムアミドに、リン酸及びリチウムプロマイドをそれぞれ 60 mmol / L と 50 mmol / L の濃度となるように溶解した液を溶離液として、ゲルクロマトグラフィー法〔東ソー株式会社製 GPC 装置 (HLC-8120 GPC)、東ソー株式会社製カラム (TSK-GEL、-M×2 本)、流速：1 mL / min〕により、標準物質として分子量が既知の単分散ポリスチレンを用いて測定した。

【0059】

<その他>

(1) 顔料水分散体の固形分濃度

30 mL のポリプロピレン製容器 (内径 40 mm、高さ 30 mm) にデシケーター中で恒量化した硫酸ナトリウム 10.0 g を量り取り、そこへ試料 1.0 g を添加して、混合した後、該混合物を秤量し、105 で 2 時間維持して、揮発分を除去し、更にデシケーター内で 15 分間放置し、揮発分除去後の該混合物の質量を測定した。揮発分除去後の混合物の質量から硫酸ナトリウムの質量を引いたものを揮発分除去後の試料の固形分として、揮発分除去前の試料の質量で除して固形分濃度 (質量 %) とした。

【0060】

(2) 顔料含有 (架橋) ポリマー粒子の平均粒径

レーザー粒子解析システム「ELS Z-1000」(大塚電子株式会社製)を用いてキュムラント解析を行い測定した。測定条件は、温度 25 、入射光と検出器との角度 165 °、積算回数 100 回であり、分散溶媒の屈折率として水の屈折率 (1.333) を入力した。測定濃度は、 5×10^{-3} 質量 % (固形分濃度換算) で行い、得られたキュムラント平均粒径を顔料含有 (架橋) ポリマー粒子の平均粒径とした。

【0061】

製造例 A1 (ポリエステル PA-1 の製造)

ポリオキシプロピレン (2.2) - 2, 2 - ビス (4 - ヒドロキシフェニル) プロパン (アルコール成分) 3718 g、フマル酸 1282 g、ジ (2 - エチルヘキサン酸) スズ (I) (エステル化触媒) 25 g、及び 3, 4, 5 - トリヒドロキシ安息香酸 (エステル化助

10

20

30

40

50

触媒) 0.25 g を、温度計、攪拌装置、流下式コンデンサー及び窒素導入管を装備した内容積 10 L の四つ口フラスコに入れ、窒素雰囲気にてマントルヒーター中で、210 で 10 時間反応を行った後、更に -8.3 kPa (G) で軟化点が 100.9 に到達するまで反応させて、ポリエステルを得た。

得られたポリエステルの軟化点は 100.9 、ガラス転移温度は 58.5 、酸価は 22.4 mg KOH / g 、重量平均分子量は 13700 であった。

【0062】

製造例 A 2 (ポリエステル PA - 2 の製造)

ポリオキシプロピレン (2.2) - 2, 2 - ビス (4 - ヒドロキシフェニル) プロパン (アルコール成分) 5740 g 、テレフタル酸 1633 g 、フマル酸 571 g 、トリメリット酸無水物 378 g 、及びジ (2 - エチルヘキサン酸) スズ (II) (エステル化触媒) 40 g を、温度計、攪拌装置、流下式コンデンサー及び窒素導入管を装備した内容積 10 L の四つ口フラスコに入れ、窒素雰囲気にてマントルヒーター中で、210 で 10 時間反応を行った後、更に -8.3 kPa (G) で軟化点が 122 に到達するまで反応させて、ポリエステルを得た。

得られたポリエステルの軟化点は 122 、ガラス転移温度は 72 、酸価は 31 mg KOH / g 、重量平均分子量は 20700 であった。

【0063】

調製例 A 1 (汚染用顔料含有ポリエステル粒子 A - 1 の水分散体 A - I の調製)

(1) 工程 1

内容積 2 L の容器内で、メチルエチルケトン (M E K) 156.4 g にポリエステル PA - 1 を 66.7 g 溶かし、その中に中和剤として 5 N 水酸化ナトリウム水溶液を 5.36 g 、及びイオン交換水 430 g を加え、10 以上 15 以下でディスパー翼を用いて 1,500 r / min で 15 分間攪拌混合を行なった。

続いて C. I. ピグメントレッド 150 (PR 150 、アゾ系顔料、富士色素株式会社製) 100 g を加え、10 以上 15 以下でディスパー翼を用いて 6,500 r / min で 2 時間攪拌混合した。

得られた予備分散体を 200 メッシュ濾過し、イオン交換水を 36.1 g 添加して希釈した後に、マイクロフルイダイザー「M - 110 EH - 30 X P」(Microfluidics社製、高压ホモジナイザー) を用いて、150 MPa の圧力で 15 パス分散処理し、顔料含有ポリマー粒子 a - 1 の顔料分散液を得た。

(2) 工程 2

工程 1 で得られた顔料分散液全量を 2 L ナスフラスコに入れ、固形分濃度 15 質量 % になるようにイオン交換水を添加し、回転式蒸留装置「ロータリーエバポレーター N - 1000 S」(東京理化器械株式会社製) を用いて、回転数 50 r / min で、32 に調整した温浴中、0.09 MPa (abs) の圧力で 3 時間保持して、有機溶媒を除去した。更に、温浴を 62 に調整し、圧力を 0.07 MPa (abs) に下げて固形分濃度 25 質量 % になるまで濃縮して濃縮物を得た。

得られた濃縮物を 500 mL アングルローターに投入し、高速冷却遠心機「himac CR 22 G」(日立工機株式会社製、設定温度 20) を用いて 3,660 r / min で 20 分間遠心分離した後、液層部分を孔径 5 μm のメンブランフィルター「Minisart」(Sartorius社製) で濾過し、顔料含有ポリエステル粒子 A - 1 の水分散体を得た。顔料含有ポリエステル粒子 A - 1 の平均粒径は 161 nm であった。

【0064】

調製例 A 2 (汚染用顔料含有ポリエステル粒子 A - 2 の水分散体 A - II の調製)

調製例 A 1 において、ポリエステル PA - 1 をポリエステル PA - 2 に変更し、顔料含有ポリマー粒子 a - 2 の顔料分散液を得た以外は、調製例 A 1 と同様にして顔料含有ポリエステル粒子 A - 2 の水分散体 A - II を得た。顔料含有ポリエステル粒子 A - 2 の平均粒径は 159 nm であった。

【0065】

10

20

30

40

50

製造例 B 1 ~ B 2 (水不溶性ビニルポリマー P B - 1 及び P B - 2 の製造)

2つの滴下ロート 1 及び 2 を備えた反応容器内に、表 1 又は 2 の「初期仕込みモノマー溶液」に示すモノマー、溶媒、重合連鎖移動剤を入れて混合し、窒素ガス置換を行い、初期仕込みモノマー溶液を得た。

一方、表 1 又は 2 の「滴下モノマー溶液 1」に示すモノマー、溶媒、重合開始剤、重合連鎖移動剤を混合して、滴下モノマー溶液 1 を得、滴下ロート 1 中に入れて、窒素ガス置換を行った。

また、表 1 又は 2 の「滴下モノマー溶液 2」に示すモノマー、溶媒、重合開始剤、重合連鎖移動剤を混合して、滴下モノマー溶液 2 を得、滴下ロート 2 中に入れて、窒素ガス置換を行った。

窒素雰囲気下、反応容器内の初期仕込みモノマー溶液を攪拌しながら 77 に維持し、滴下ロート 1 中の滴下モノマー溶液 1 を 3 時間かけて徐々に反応容器内に滴下した。次いで滴下ロート 2 中の滴下モノマー溶液 2 を 2 時間かけて徐々に反応容器内に滴下した。滴下終了後、反応容器内の混合溶液を 77 で 0.5 時間攪拌した。次いで重合開始剤 2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル) (和光純薬工業株式会社製、商品名: V-65) 0.6 部をメチルエチルケトン 27.0 部に溶解した重合開始剤溶液を調製し、該混合溶液に加え、77 1 時間攪拌することで熟成を行った。前記重合開始剤溶液の調製、添加及び熟成を更に 5 回行った。次いで反応容器内の反応溶液を 80 に 1 時間維持し、メチルエチルケトンを加えて水不溶性ポリマー P B - 1 の溶液 (固体分濃度: 40.8%)を得た。

得られた水不溶性ビニルポリマー P B - 1 (表 1) の重量平均分子量は 52,700 であり、水不溶性ビニルポリマー P B - 2 (表 2) の重量平均分子量は 170,000 であった。

【0066】

なお、表 1 及び表 2 に示すモノマーの詳細は下記のとおりである。

- ・スチレンマクロマー: 東亜合成株式会社製「AS-6(S)」、(有効分濃度 50%、数平均分子量 6000)
- ・TM-40G: メトキシポリエチレングリコールモノメタクリレート、新中村化学工業株式会社製、NKエステル TM-40G (エチレンオキシド平均付加モル数: 4、末端: メトキシ基)
- ・PP-800: ポリプロピレングリコールモノメタクリレート、日油株式会社製、ブレンマー PP-800 (プロピレンオキシド平均付加モル数: 12、末端: ヒドロキシ基)
- ・43PAP-E-600B: ポリエチレングリコールポリプロピレングリコールモノメタクリレート、日油株式会社製、商品名: ブレンマー 43PAP-E-600B (エチレンオキシド平均付加モル数: 6、プロピレンオキシド平均付加モル数: 6、末端: フェニル基)

【0067】

10

20

30

40

50

【表1】

表1：水不溶性ポリマーPB-1

		初期 仕込み モノマー 溶液 (部)	滴下 モノマー 溶液1 (部)	滴下 モノマー 溶液2 (部)
(a) イオン性モノマー	メタクリル酸	—	51.2	12.8
(b) 淀水性モノマー	スチレン	17.6	140.8	17.6
	スチレンマクロマー	12.0	108.0	—
(c) 親水性/イオン性モノマー	TM-40G	10.0	80.0	10.0
溶媒	メチルエチルケトン	6.0	66.0	48.0
重合開始剤	V-65	—	3.2	0.8
重合連鎖移動剤	2-メルカプトエタノール	0.08	0.56	0.16

【0068】

【表2】

表2：水不溶性ポリマーPB-2

		初期 仕込み モノマー 溶液 (部)	滴下 モノマー 溶液1 (部)	滴下 モノマー 溶液2 (部)
(a) イオン性モノマー	メタクリル酸	—	35.2	8.8
(b) 淀水性モノマー	スチレン	4.0	32.0	4.0
	ベンジルメタクリレート	15.9	127.3	15.9
	スチレンマクロマー	8.0	72.0	—
(c) 親水性 ノイオン性モノマー	PP-800	6.1	48.8	6.1
	43PAPE-600B	6.1	48.8	6.1
溶媒	メチルエチルケトン	6.0	66.0	48.0
重合開始剤	V-65	—	3.2	0.8
重合連鎖移動剤	2-メルカプトエタノール	0.08	0.56	0.16

【0069】

調製例B1（汚染用顔料含有ビニルポリマー粒子B-1の顔料水分散体B-Iの調製）

調製例A1において、ポリエステルPA-1をビニルポリマーPB-1に変更し、C.I.ピグメントレッド150をC.I.ピグメントブルー15:3（PB15:3、大日精化工業株式会社製）に変更した以外は、調製例A1と同様にして顔料含有ビニルポリマー粒子B-1の顔料水分散体B-Iを得た。顔料含有ポリエステル粒子B-1の平均粒径は114nmであった。

【0070】

調製例B2（汚染用顔料含有ビニルポリマー粒子B-2の顔料水分散体B-IIの調製）

調製例B1において、ビニルポリマーPB-1をビニルポリマーPB-2に変更した以外は、調製例B1と同様にして顔料含有ビニルポリマー粒子B-2の顔料水分散体B-IIを得た。顔料含有ポリエステル粒子B-2の平均粒径は119nmであった。

【0071】

10

20

30

40

50

調製例 C 1 (顔料水分散体で汚染されたテストピースの調製)

表面を研磨した S U S 3 0 4 製の板材 (5 0 m m × 2 5 m m × 3 m m) をテストピース (紐通し用の穴あり) として用意した。

2 5 0 m L の耐熱ガラス瓶に、調製例 A 1 の工程 1 で得られたポリエステル P A - 1 を含む (濃縮前の) 顔料含有ポリマー粒子 a - 1 の顔料分散液を 1 5 0 g 入れた後、テストピースの下部 7 割が浸漬されるようにまた、ガラス壁には触れないように紐で吊るしてセットした。その後、室温でスターラーチップを用いて 1 時間攪拌した後、顔料水分散体で汚染されたテストピース C - 1 を得た。

【 0 0 7 2 】

調製例 C 2 (顔料水分散体で汚染されたテストピースの調製)

調製例 C 1 において、「顔料含有ポリマー粒子 a - 1 の顔料分散液」を「調製例 A 2 で得られたポリエステル P A - 2 を含む (濃縮前の) 顔料含有ポリマー粒子 a - 2 の顔料分散液」に変更したこと以外は、調製例 C 1 と同様にして顔料水分散体で汚染されたテストピース C - 2 を得た。

【 0 0 7 3 】

調製例 C 3 (顔料水分散体で汚染されたテストピースの調製)

4 0 0 m L の耐熱ガラス瓶に、調製例 B 1 で得られたポリマー P B - 1 を含む顔料水分散体 B - I を 2 4 0 g 、イオン交換水 1 5 g と架橋剤 (トリメチロールプロパンポリグリシルエーテル、商品名 : デナコール E X 3 2 1 L 、ナガセケムテックス株式会社製、エポキシ当量 1 3 0) を 3 . 0 5 g 入れた後、テストピースの下部 7 割が浸漬されるようにまた、ガラス壁には触れないように紐で吊るしてセットした。その後 9 0 に加熱しながらスターラーチップを用いて 1 時間攪拌した後、冷却し、顔料水分散体で汚染されたテストピース C - 3 を得た。

【 0 0 7 4 】

調製例 C 4 (顔料水分散体で汚染されたテストピースの調製)

調製例 C 3 において、顔料水分散体 B - I を、調製例 B 2 で得られたポリマー P B - 2 を含む顔料水分散体 B - I I に変更した以外は、調製例 C 3 と同様にして顔料水分散体で汚染されたテストピース C - 4 を得た。

【 0 0 7 5 】

実施例 1 ~ 1 5 、比較例 1 ~ 7

表 3 に示す配合割合で、水溶性有機アミン (a) 等、アミンオキシド (b) 、及び有機溶剤 (c) を混合した中に、全量で 2 0 0 g になるようにイオン交換水を加えて調節し、洗浄剤組成物を得た。

なお、比較例 1 では、洗浄剤組成物の pH が 1 1 ~ 1 2 になるように、5 N の N a O H 水溶液を添加した (添加量 1 %) 。

表 3 中の H S P 値の単位は (J / c m 3) 1 / 2 であり、洗浄剤組成物の物性欄の「 - 」は、物性測定をしなかったことを示す。

この洗浄剤組成物を 2 5 0 m l の耐熱ガラス瓶に入れた後、調製例 C 1 ~ C 4 で得られた汚染されたテストピース C - 1 ~ C - 4 を完全に浸漬されるように、また、ガラス壁には触れないように紐で吊るしてセットした。洗浄は、スターラーチップを用いて、室温 (2 5) で 1 時間攪拌しながら行った。その後、洗浄されたテストピースを得た。

洗浄されたテストピースを、目視観察により下記の評価基準で汚れ落ちを評価した。結果を表 3 に示す。

【 0 0 7 6 】

(評価基準)

5 : 汚染された面積の 9 0 % 以上の領域で、汚染前と同等の金属光沢を確認できる。残部も洗浄前より淡色化している。

4 : 汚染された面積の 6 0 % 以上 9 0 % 未満の領域で、汚染前と同等の金属光沢を確認できる。残部も洗浄前より淡色化している。

3 : 汚染された面積の 3 0 % 以上 6 0 % 未満の領域で、汚染前と同等の金属光沢を確認で

10

20

30

40

50

ある。残部も洗浄前より淡色化している。

2：汚染された面積の30%未満の領域で、汚染前と同等の金属光沢を確認できる。残部も洗浄前より淡色化している。

1：汚染された面積の30%未満の領域で、汚染前と同等の金属光沢を確認できる。残部のうち洗浄前と同等の濃さの汚れが確認できる部分がある。

【0077】

【表3】

	洗浄剤組成物						洗浄性評価
	水溶性有機アミン(a)等 種類 (%)	アミンオキシド(b) 種類 (%)	有機溶剤(c) 種類 (%)	質量比 (a)/(b) (c)/(b)	pH (mPa·s)	表面張力 (mN/m)	
1 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 MEK(19.05)	20 4.4 27 11.7 1.3 28.9	C-1 PA-1 5			
2 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 MEK(19.05)	20 4.4 27 11.7 1.3 28.9	C-2 PA-2 5			
3 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	1.00 MEK(19.05)	20 3.3 20 - - -	C-2 PA-2 5			
4 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.10 MEK(19.05)	20 33 200 - - -	C-2 PA-2 4			
5 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.08 MEK(19.05)	20 44 266 - - -	C-2 PA-2 4			
6 モノターピルアミン	0.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 MEK(19.05)	20 0.4 27 - - -	C-2 PA-2 4			
7 モノターピルアミン	0.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.08 MEK(19.05)	20 3.75 266 - - -	C-2 PA-2 4			
8 モノターピルアミン	4.4 ラウリルジメチルアミノオキシド*	1.0 MEK(19.05)	20 4.4 20 - - -	C-2 PA-2 5			
9 シエターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 MEK(19.05)	20 4.4 27 10.8 1.3 28.8	C-2 PA-2 5			
10 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 MEK(19.05)	20 4.4 27 9.8 1.3 29.0	C-2 PA-2 4			
11 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 MIBK(16.97)	20 4.4 27 11.5 1.3 23.5	C-2 PA-2 5			
12 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 THF(19.46)	20 4.4 27 11.6 1.4 30.7	C-2 PA-2 4			
13 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 EtOAc(18.15)	20 4.4 27 11.6 1.3 26.8	C-2 PA-2 5			
14 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 MEK(19.05)	20 4.4 27 11.7 1.3 28.9	C-3 PB-1 5			
15 モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 MEK(19.05)	20 4.4 27 11.7 1.3 28.9	C-4 PB-2 4			
1 5N NaOH	1.0 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 MEK(19.05)	20 - - - - -	C-2 PA-2 3			
2 モノターピルアミン	3.3 -	- MEK(19.05)	20 - - - - -	C-2 PA-2 3			
3 比較例	- - ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 MEK(19.05)	20 - - - - -	C-2 PA-2 1			
4	モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 アセトン(19.94)	20 4.4 27 11.4 1.2 31.8	C-2 PA-2 2		
5	モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 ETOH(26.52)	20 4.4 27 11.6 1.6 30.3	C-2 PA-2 1		
6	モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 BDG(20.42)	20 4.4 27 11.6 1.9 31.2	C-2 PA-2 2		
7	モノターピルアミン	3.3 ラウリルジメチルアミノオキシド*	0.75 DMF(24.86)	20 4.4 27 11.3 1.5 32.6	C-2 PA-2 1		

*MEK:メチルエチルケトン、MIBK:メチルイソブチルケトン、THF:テトラヒドロフラン、EtOAc:酢酸エチル
ETOH:エタノール、BDG:ブチルジグリコール、DMF:N,N-ジメチルホルムアミド

表3

【0078】

表3から、本発明によれば、ポリマー等が付着した硬質表面を効果的に洗浄することができる事が分かる。

【0079】

実施例16

SUS304製の1000Lの容器内に、MEK78.2kgに、製造例A2で得られたポリエステルPA-2を33.35kg溶かし、その中に中和剤として5N水酸化ナトリウム水溶液を2.68kg、及びイオン交換水215kgを加え、10以上15以下でディスパー翼を用いて500r/minで15分間攪拌混合を行なった。

続いてC.I.ピグメントレッド150(PR150、アゾ系顔料、富士色素株式会社製)50kgを加え、10以上15以下でディスパー翼を用いて1,500r/minで4時間攪拌混合した。その後、内容物をすべて抜き出し、室温(25)で1時間放置することで汚染された反応釜を用意した。

汚染された反応釜の中に、実施例1と同組成の洗浄剤組成物800kgを滝落として注ぎ、洗浄剤組成物を発泡させた。洗浄組成物と発生した泡により反応釜はおおむね洗浄剤組成物で満たされた。その後、室温でディスパー翼を用いて200r/minで1時間攪拌混合し、内容物をすべて抜き出し、洗浄された反応釜の表面を確認したところ、全体的に前記評価基準5に相当する結果であり、優れた洗浄性を示した。

この結果から、本発明によれば、被洗浄物の大きさを問わず、ポリマー等が付着した硬質表面を室温下で効果的に洗浄できることが分かる。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

審査官 柴田 啓二

(56)参考文献 特開2012-067152 (JP, A)
特開2016-060156 (JP, A)
特開2005-055701 (JP, A)
特開2005-171008 (JP, A)
特開2015-113367 (JP, A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C 11 D