(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2006 年9 月28 日 (28.09.2006)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2006/101166 A1

(51) 国際特許分類:
C08G 81/00 (2006.01) *C09D 17/00* (2006.01)
C09C 3/12 (2006.01) *G03G 9/16* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2006/305818

(22) 国際出願日: 2006 年3 月23 日 (23.03.2006)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2005-087164 2005 年3 月24 日 (24.03.2005) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): サカタインクス株式会社 (SAKATA INX CORP.) [JP/JP]; 〒5500002 大阪府大阪市西区江戸堀１丁目２３番３７号 Osaka (JP).

(72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 柴田英雄 (SHIBATA, Hideo) [JP/JP]; 〒5500002 大阪府大阪市西区江戸堀１丁目２３番３７号 サカタインクス株式会社内 Osaka (JP). 岩瀬孝司 (IWASE, Koji) [JP/JP]; 〒5500002 大阪府大阪市西区江戸堀１丁目２３番３７号 サカタインクス株式会社内 Osaka (JP). 前田寛仁 (MAEDA, Hirohito) [JP/JP]; 〒5500002 大阪府大阪市西区江戸堀１丁目２３番３７号 サカタインクス株式会社内 Osaka (JP). 淀貴明 (YODO, Takaaki) [JP/JP]; 〒5500002 大阪府大阪市西区江戸堀１丁目２３番３７号 サカタインクス株式会社内 Osaka (JP).

(74) 代理人: 安富康男, 外(YASUTOMI, Yasuo et al.); 〒5320011 大阪府大阪市淀川区西中島５丁目４番２０号 中央ビル Osaka (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

２文字コード及び他の略語については、定期発行される各*PCT*ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: CARBODIIMIDE COMPOUND AND USES THEREOF

(54) 発明の名称: カルボジイミド系化合物及びその用途

(57) Abstract: A carbodiimide compound which realizes higher dispersibility and dispersion stability of a pigment, fine resin particles, and fine pigment/resin composite particles especially in a silicone dispersion medium; a pigment dispersion composition and a dispersion composition containing fine pigment/resin composite particles, the compositions each containing the compound and being suitable for use in a wide range of applications including oil-base ink-jet inks and liquid developers; and a liquid developer comprising the pigment dispersion composition and/or dispersion composition containing fine pigment/resin composite particles. The carbodiimide compound is one obtained from a polysiloxane-chain-containing compound having a functional group which reacts with a carbodiimide group and a carbodiimide compound having a carbodiimide equivalent of 100-50,000 by reacting the functional group of the former compound with the carbodiimide group of the latter to thereby incorporate the polysiloxane chain into the latter compound.

(57) 要約: 本発明の目的は、特にシリコーン系分散媒体中において、顔料、微細樹脂粒子および顔料－樹脂複合体微粒子のより高い分散性及び分散安定性を実現するカルボジイミド系化合物、該化合物を利用した、油性インクジェット用インキ、液体現像剤等の広い範囲で好適に使用し得る顔料分散組成物及び顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物、該顔料分散組成物及び／又は顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物を含有する液体現像剤を提供することである。本発明は、カルボジイミド基と反応する官能基を有するポリシロキサン鎖含有化合物の当該官能基を、１００～５００００のカルボジイミド当量を有するカルボジイミド化合物のカルボジイミド基と反応させることにより、ポリシロキサン鎖を導入してなるカルボジイミド系化合物である。

WO 2006/101166 A1

明 細 書

カルボジイミド系化合物及びその用途

技術分野

[0001] 本発明は、カルボジイミド系化合物、及びその用途に関する。より詳しくは、シリコーン系分散媒体中において顔料及び顔料を含有する粒子の分散、並びに、微細樹脂粒子の分散に有効であるカルボジイミド系化合物、中間組成物として、該化合物を含有し、液体現像剤、油性インクジェット用インク等の広い範囲で好適に使用し得る顔料分散組成物、顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物、さらに最終組成物として、その顔料分散組成物、顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物を用いた液体現像剤に関する。

背景技術

[0002] カルボジイミド化合物は、カルボキシル基等の酸基と良好な反応性を有する数少ない化合物であることから、主として酸基を含む樹脂の架橋剤等に利用されてきた。しかしながら、このような架橋の反応性だけでなく、カルボジイミド化合物は多種の機能性側鎖が容易に導入できるという特徴を有し、最近では、その特徴を生かして多機能性の高分子化合物が設計され、色々な分野での利用が検討されている。

[0003] 例えば、本願出願人は、顔料分散技術への応用という観点から、カルボジイミド化合物の高機能化を図り、難分散性顔料をより微細に分散でき、更にその状態を安定的に維持できる方法の開発を推し進め下記の提案を既に行っている。

(1)顔料表面に存在する官能基と共有結合を利用する方法として、カルボジイミド基を有する化合物を用いる方法(例えば、特許文献1参照)

(2)顔料表面との吸着力を利用する方法として、カルボジイミド化合物を出発物質として、酸－塩基の親和力を利用する方法(例えば、特許文献2参照)

(3)分子構造の類似性に起因する親和力を利用する方法(例えば、特許文献3参照)

本願出願人が提案するこのような顔料分散剤は、顔料の高濃度化にも対応して、高顔料濃度時においても分散安定性、流動性等が非常に良好となる、優れた効果が

得られるものである。

[0004] さらに、本願出願人は、カルボジイミド化合物に、上記機能鎖とは異なる機能鎖を導入することにより、顔料分散性の基本性能の他にも、異なる効果が付加できることを見出し、特許出願を行っている。

本願出願人は、今回、特に分散媒体としてシリコーン系のものを使用する系において、顔料、微細樹脂粒子、顔料－樹脂複合体微粒子（着色樹脂粒子）等を分散するために、分散剤の性能を改善するという目的で、カルボジイミド化合物に機能鎖導入の検討を行った。

[0005] シリコーン系分散媒体は無害・無臭で、化学的および熱的に安定性が高く、さらに高絶縁性であるという点から種々の分野で利用されており、液体現像剤の分散媒体もその一つである。しかしながら、これまでは顔料や着色樹脂粒子を分散するための適当な材料がなく、最近、開発され、開示された技術をみても、依然として有効なものは得られていない。

例えば、顔料を含有するトナー粒子をシランカップリング剤で処理し、分散性を付与する技術が開示されているが（例えば、特許文献4参照）、この方法では、処理に用いるシランカップリング剤が低分子量であること等に起因して、充分な効果が得られていない。

[0006] また、顔料及び顔料を含有する着色樹脂粒子を分散する分散剤としては、例えば、シリコーン系分散媒体に不溶な主鎖部分を構成するモノマーと、末端に重合可能な官能基を持つシリコーン系マクロマーを含有する、シリコーン系分散媒体に可溶なグラフト部分を構成するモノマーとを反応させてなるシリコーン系グラフト重合体を使用する技術が開示されている（例えば、特許文献5参照）。しかし、近年、より高い画像品質を得るために、顔料や着色樹脂粒子を非常に微細な状態で分散させたものが要求されるようになっており、上記の分散剤では能力不足であることから、さらに高い分散効力を有する分散剤が求められている。

特許文献1：国際公開第03／076527号パンフレット

特許文献2：国際公開第04／000950号パンフレット

特許文献3：国際公開第04／003085号パンフレット

特許文献4:特開2004－093706号公報

特許文献5:特開2005－036220号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0007] そこで、本発明の課題は、特にシリコーン系分散媒体中において、顔料、微細樹脂粒子および顔料－樹脂複合体微粒子のより高い分散性及び分散安定性を実現するカルボジイミド系化合物、該化合物を利用した、油性インクジェット用インキ、液体現像剤等の広い範囲で好適に使用し得る顔料分散組成物及び顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物、該顔料分散組成物及び／又は顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物を含有する液体現像剤を提供することである。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明者らは、上記の課題を解決するために鋭意検討した結果、ポリシロキサン側鎖を有するカルボジイミド系化合物を使用することにより、上記課題を全て解決し得ることを見いだし、本発明を完成するに到った。

すなわち、本発明は、(1)カルボジイミド基と反応する官能基を有するポリシロキサン鎖含有化合物の当該官能基を、100～50000のカルボジイミド当量を有するカルボジイミド化合物のカルボジイミド基と反応させることにより、ポリシロキサン鎖を導入してなるカルボジイミド系化合物に関する。

また、本発明は、(2)分子内にカルボジイミド基を有する上記(1)項に記載のカルボジイミド系化合物に関する。

[0009] また、本発明は、(3)更に、塩基性窒素含有鎖、顔料誘導体鎖、顔料中間体鎖、色素誘導体鎖及び色素中間体鎖からなる群より選択される少なくとも1種の鎖を有する上記(1)項又は(2)項に記載のカルボジイミド系化合物に関する。

[0010] また、本発明は、(4)上記ポリシロキサン鎖含有化合物として、酸基含有連鎖移動剤の存在下、末端にラジカル重合性不飽和結合を有する酸基非含有ポリシロキサンの少なくとも1種を含む酸基非含有ラジカル重合性化合物を重合して得られる、分子の片末端に酸基を有するポリシロキサン鎖含有化合物を用いてなる上記(1)項～(3)項のいずれか1項に記載のカルボジイミド系化合物に関する。

[0011] また、本発明は、(5)上記酸基含有連鎖移動剤として、チオール系の酸基含有連鎖移動剤を用いてなる上記(1)項～(4)項のいずれか1項に記載のカルボジイミド系化合物に関する。

また、本発明は、(6)上記(1)項～(5)項のいずれか1項に記載のカルボジイミド系化合物を含有することを特徴とする顔料分散組成物に関する。

また、本発明は、(7)上記(1)項～(5)項のいずれか1項に記載のカルボジイミド系化合物を含有することを特徴とする顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物に関する。

また、本発明は、(8)上記(6)項に記載の顔料分散組成物及び／又は上記(7)項に記載の顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物を含有することを特徴とする液体現像剤に関する。

[0012] ＜カルボジイミド系化合物について＞

本発明のカルボジイミド系化合物は、カルボジイミド当量が100～50000であるカルボジイミド化合物のカルボジイミド基に、カルボジイミド基と反応する官能基を有するポリシロキサン鎖含有化合物を利用して、ポリシロキサン鎖を側鎖として導入してなるものである。そして、根本的な性能として、顔料や微細樹脂粒子の分散安定性が求められる各種用途で適用され、さらに分散媒体としてシリコーン系分散媒体を使用する系において分散性がより良好となることから、このような分散媒体を用いる液体現像剤や油性インクジェット用インキ組成物等の用途にも好適に用いることができる。

なお、ここで「側鎖」とは、カルボジイミド化合物のカルボジイミド基に、カルボジイミド基と反応する基を有する化合物を反応させて形成される、カルボジイミド化合物に由来する部分から枝分れの状態にある鎖をいう。以下、本発明においては、鎖の構造の大きさにかかわらず、カルボジイミド化合物に由来する部分を「主鎖」といい、主鎖から枝分れの状態にある鎖をすべて「側鎖」という。

本発明のカルボジイミド系化合物は、全てのカルボジイミド基がポリシロキサン鎖含有化合物の官能基と反応したものであってもよいし、全てのカルボジイミド基がポリシロキサン鎖含有化合物の官能基や後述する他の機能性鎖の導入に用いる官能基と反応したものであってもよいし、未反応のカルボジイミド基を有するものであってもよい。

[0013] 1)カルボジイミド系化合物を合成するための材料

まず、本発明のカルボジイミド系化合物の必須構成材料として、出発物質であるカルボジイミド化合物と、ポリシロキサン鎖を導入するためのポリシロキサン鎖含有化合物とについて説明する。

1－1)カルボジイミド化合物

本発明のカルボジイミド系化合物を得るために、出発物質として用いられるカルボジイミド化合物は、分子内にカルボジイミド基、即ち、－N＝C＝N－で表される基を少なくとも1つ有する化合物であり、ここでは下記(a)～(d)の好ましい形態の例示でもって、より具体的に説明する。カルボジイミド化合物は、得られるカルボジイミド系化合物の使用形態に応じて、適宜選択して使用される。

[0014] (a)ジイソシアネート化合物の脱炭酸反応により得られるイソシアネート基を有するカルボジイミド化合物。

カルボジイミド化合物は、通常、有機溶媒中で、カルボジイミド化触媒の存在下、イソシアネート化合物を脱炭酸反応によりカルボジイミド化して製造することができ、さらにその材料がジイソシアネート化合物である場合、分子の両末端にイソシアネート基を有するカルボジイミド化合物が得られることになる。

上記製造方法において、脱炭酸反応させるジイソシアネート化合物としては、例えば、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、シクロヘキサンジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソシアネート等の脂肪族、脂環族、芳香族又は芳香脂肪族ジイソシアネート化合物等が挙げられる。

[0015] 上記有機溶媒としては、沸点が高く、且つイソシアネート化合物や生成するカルボジイミド基を有する化合物と反応するような活性水素を持たないものを用いることが好ましく、例えば、トルエン、キシレン、ジエチルベンゼン等の芳香族炭化水素;ジエチレングリコールジアセテート、ジプロピレングリコールジブチレート、ヘキシレングリコールジアセテート、グリコールジアセテート、メチルグリコールアセテート、エチルグリコールアセテート、ブチルグリコールアセテート、エチルジグリコールアセテート、ブチ

ルジグリコールアセテート等のグリコールエーテルエステル類;エチルブチルケトン、アセトフェノン、プロピオフェノン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類;酢酸アミル、プロピオン酸プロピル、酪酸エチル等の脂肪族エステル等が挙げられる。

[0016] 上記カルボジイミド化触媒としては、ホスホレン類やホスホレンオキサイド類等を用いることが好ましく、例えば、1－エチル－3－メチル－3－ホスホレンオキサイド、1－フェニル－3－メチル－3－ホスホレンオキサイド、1－フェニル－3－メチル－2－ホスホレンオキサイド等が挙げられる。

[0017] これらの材料を用いてイソシアネート基の脱炭酸反応を行う方法としては、既知の方法が利用でき、例えば、窒素雰囲気下で100～200℃の反応温度で行うことができる。なお、上記カルボジイミド基を有する化合物を得る他の方法としては、例えば、米国特許第2941956号明細書、特公昭47－33279号公報、特開平5－178954号公報、特開平6－56950号公報等の方法が挙げられる。

[0018] このような製造方法を用いて得られる、イソシアネート基を有するカルボジイミド化合物に関し、例えば、kモル(但し、kは2以上の整数)のジイソシアネート化合物を脱炭酸して得られる化合物を下記一般式(1)に示す。

$$OCN-(A-N=C=N)_{(k-1)}-A-NCO \qquad (1)$$

上記一般式(1)中、Aは、イソシアネート基を有するカルボジイミド化合物の合成に用いたジイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基を表す。

上記一般式(1)で表されるイソシアネート基を有するカルボジイミド化合物の市販品としては、例えば、テトラメチルキシリレンジイソシアネートを原料としたカルボジイミドとして、カルボジライトV－03、V－05(いずれも商品名、日清紡社製)等が挙げられる。

[0019] (b)上記(a)のカルボジイミド化合物を、更に鎖伸長剤で鎖伸長して得られたカルボジイミド化合物。

上記(a)のカルボジイミド化合物を、イソシアネート基と反応可能な鎖伸長剤を用いて高分子量化したものであり、分子内にカルボジイミド基をより多く含有する化合物とすることができる。このときに利用できる鎖伸長剤としては、カルボジイミド基と反応性が

低くて、先にイソシアネート基と選択的に反応する化合物であることが好ましく、例えば、ポリエステルポリオール、ポリブタジエンジオール、ポリシロキサンジオール等のジオール化合物;ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート等のジアミン化合物;ヒドラジン等が挙げられる。

[0020] (c)2モルのモノイソシアネート化合物とkモル(但し、kは1以上の整数)のジイソシアネート化合物とを脱炭酸して得られる化合物。

上記(a)および(b)のカルボジイミド化合物は、分子の両末端にイソシアネート基を有する化合物であり、そのイソシアネート基を利用してさらにいろいろな分子鎖を付加できるという利点がある代わりに、カルボジイミド基と反応させる材料がイソシアネート基とも反応する場合、側鎖として導入し難いという問題がある。それに対して、分子の両末端がモノイソシアネート化合物で反応停止したカルボジイミド化合物では、上記の問題は起こらないといえる。この様な分子の両末端がモノイソシアネート化合物で反応停止したカルボジイミド化合物は下記の一般式(2)で示すことができる。

$$B-N=C=N-(A-N=C=N)_{(k)}-B \qquad (2)$$

[0021] 上記一般式(2)中、Bは、イソシアネート基を有するカルボジイミド化合物の合成に用いたモノイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基を表す。

ここで、利用可能なジイソシアネート化合物としては、上記(a)の合成材料と同じものを挙げる事ができ、また、モノイソシアネート化合物としては、例えば、メチルイソシアネート、エチルイソシアネート、プロピルイソシアネート、ブチルイソシアネート、オクタデシルイソシアネート、フェニルイソシアネート等の脂肪族、脂環族、芳香族又は芳香脂肪族モノイソシアネート化合物等を挙げることができる。

[0022] (d)1モルのモノイソシアネート化合物とkモル(但し、kは1以上の整数)のジイソシアネート化合物とを脱炭酸して得られる化合物。

分子の両末端にイソシアネート基を有するものと、有さないものとの中間的な化合物として、片末端のみモノイソシアネート化合物で反応停止させて、他方の片末端にイソシアネート基を有するカルボジイミド化合物も得ることができる。この様な分子の片末端がモノイソシアネート化合物で反応停止したカルボジイミド化合物は下記の一般式(3)で示すことができる。

$$OCN-(A-N=C-N)_{(k)}-B \qquad (3)$$

[0023] 上記一般式(3)中、Bは、イソシアネート基を有するカルボジイミド化合物の合成に用いたモノイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基を表す。

ここで、利用できるジイソシアネート化合物は上記(a)の合成材料と同じものを挙げる事ができ、また、モノイソシアネート化合物としては、上記(c)の合成材料と同じものを挙げる事ができる。

[0024] 以上、カルボジイミド化合物(a)～(d)は、カルボジイミド系化合物の出発物質として、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

そして、上記のカルボジイミド化合物においては、カルボジイミド当量が100～50000のものを利用する。ここで、カルボジイミド当量とは、(カルボジイミド化合物の分子量)／(カルボジイミド化合物分子中のカルボジイミド基の数)で表される数を意味する。化合物のカルボジイミド当量が高すぎると、得られるカルボジイミド系化合物の分子全体に対するポリシロキサン鎖を含有する側鎖の重量的な比率が少なくなり、顔料や微細樹脂粒子等の分散性等が低下する。一方、カルボジイミド当量が低い化合物は、カルボジイミド系化合物の分子全体に対するポリシロキサン鎖を含有する側鎖や後記する各機能性を有する側鎖の重量的な比率を高くすることが可能であるという点で有利であるが、カルボジイミド化合物自体の合成と、また側鎖を導入するための反応の制御が困難となる。そこで、より好ましいカルボジイミド当量としては、200以上、また、10000以下である。

[0025] 1－2)ポリシロキサン鎖を導入するためのポリシロキサン鎖含有化合物

次に、上記カルボジイミド化合物にポリシロキサン鎖を導入するために利用する化合物について説明する。

本発明のカルボジイミド系化合物の調製には、カルボジイミド基と、それと反応する官能基との反応によって側鎖を導入する方法が利用される。したがって、側鎖として導入される化合物としては、カルボジイミド基と反応する官能基を有するポリシロキサン鎖含有化合物が利用可能である。

さらに、カルボジイミド基と反応する官能基としては、例えば、カルボキシル基、スルホン酸基、リン酸基、水酸基、アミノ基等が挙げられ、カルボキシル基、スルホン酸基、リ

ン酸基等の酸基であることが好ましい。

このような官能基を有するポリシロキサン鎖含有化合物としては、例えば、下記の材料が利用できる。

[0026] (1)ポリシロキサンポリオールに酸無水物を反応させた化合物

具体例としては、ポリシロキサンポリオールに無水フタル酸、無水マレイン酸、無水コハク酸、無水安息香酸、スチレン－無水マレイン酸樹脂等の酸無水物を反応させた化合物等。

(2)片末端に酸基を有するポリシロキサン鎖含有重合体

カルボジイミド基と反応する官能基を有するポリシロキサン鎖含有化合物として、酸基含有連鎖移動剤の存在下で、末端にラジカル重合性不飽和結合を有する酸基非含有ポリシロキサンの少なくとも1種を含む酸基非含有ラジカル重合性化合物を重合して得られる、片末端に酸基を有するポリシロキサン鎖含有重合体を利用することができる。

[0027] 上記酸基含有連鎖移動剤としては、メルカプト酢酸、2－メルカプトプロピオン酸、3－メルカプトプロピオン酸、メルカプト安息香酸等のメルカプト基を有するチオール系の連鎖移動剤;2－クロロエタンスルホン酸、2－クロロエタンスルホン酸ナトリウム、4－クロロフェニルスルホキシド、4－クロロベンゼンスルホンアミド、p－クロロベンゼンスルホン酸、p－クロロベンゼンスルホン酸ナトリウム、2－ブロモエタンスルホン酸ナトリウム、4－(ブロモメチル)ベンゼンスルホン酸ナトリウム等のスルホン酸基含有連鎖移動剤等が挙げられる。これら上記酸基含有連鎖移動剤のなかでもチオール系の酸基含有連鎖移動剤が好ましく、メルカプト酢酸、2－メルカプトプロピオン酸、3－メルカプトプロピオン酸、メルカプト安息香酸がより好ましい。

[0028] また、末端にラジカル重合性不飽和結合を有する酸基非含有ポリシロキサンとしては、末端にメタクリロイル基等を有する酸基非含有のポリジメチルシロキサンモノマー、シリコーン系マクロモノマー等が例示できる。

また、必要に応じて、性能が低下しない範囲において、酸基非含有ラジカル重合性不飽和単量体を併用して使用することも可能である。具体例としては、アルキル(メタ)アクリレート系単量体(例えば、メチルメタクリレート等)、芳香族環を有する(メタ)ア

クリレート系単量体(例えば、アリールアクリレート、アリールメタクリレート、ベンジルアクリレート、ベンジルメタクリレート等)の(メタ)アクリル酸エステル化合物;スチレン、α－メチルスチレン等のスチレン系単量体を挙げる事ができる。

[0029] このような成分を用いて、片末端に酸基を有するポリシロキサン鎖含有化合物を重合するに際して、通常用いられる開始剤、例えば、2, 2'－アゾ－ビス－イソブチロニトリル、1, 1'－アゾ－ビス－1－シクロブタンニトリル、2, 2'－アゾ－ビス－2メチルブチロニトリル等のアゾ－ニトリル化合物;2, 3－ジアザ－ビシクロ[2, 2, 1]ヘプテン、2, 2, 2'－アゾ－ビス－プロパン、1, 1'－アゾ－ビス－1－フェニルエタン等のアゾ化合物;t－ブチルパーオキサイド、ベンゾイルパーオキサイド、t－ブチルハイドロパーオキサイド、クメンハイドロパーオキサイド等のパーオキサイド化合物;が使用できる。

上記片末端に酸基を有するポリシロキサン鎖含有重合体は、酸基含有連鎖移動剤以外はカルボジイミド基と反応可能な酸基を有しない材料から合成され、カルボジイミド基と反応可能な官能基は分子の片末端の酸基一つだけである。

[0030] 上記分子の片末端に酸基を有するポリシロキサン鎖含有重合体は、塊状重合、溶液重合、必要に応じて懸濁重合等の重合法を用いて、全量仕込み法、開始剤滴下法あるいはモノマー滴下法により、開始剤の分解温度以上、通常は70～170℃の反応温度で、1～8時間反応せしめることにより合成することができる。この重合において、連鎖移動剤として、酸基含有連鎖移動剤を用いることにより、片末端に酸基を有するポリシロキサン鎖含有重合体を得ることができる。

[0031] 側鎖として導入するポリシロキサン鎖は、得られるカルボジイミド系化合物が分散媒体中で顔料、微細樹脂粒子、および顔料－樹脂複合体微粒子の分散安定性を向上させる作用を有するものであれば特に制限はないが、好ましくは数平均分子量が200以上であり、また、15000以下である。より好ましくは300以上であり、また、12000以下である。

上記片末端に酸基を有するポリシロキサン鎖含有重合体の合成において、酸基含有連鎖移動剤の配合量は、目的とする数平均分子量となるように、使用する単量体の種類及びその配合量、酸基含有連鎖移動剤の種類から適宜決定される。

前記ポリシロキサン鎖含有化合物としては、分子の片末端に酸基を有するポリシロキ

サン鎖含有重合体が好ましい。

[0032] 1－3)他の機能性鎖を導入するための材料

更に、要求される性能に応じて、下記の(A)～(D)といった各種機能性を有する分子鎖や官能基の1種又は2種以上を、上記カルボジイミド系化合物の分子内に持たせることにより、複数の機能を有する化合物を得ることもできる。そして、これら複数の機能を有するカルボジイミド系化合物は、利用できる分野がより広くなる可能性があるという点で、本発明において好ましい形態である。

(A)カルボジイミド基

(B)塩基性窒素含有鎖

(C)顔料誘導体鎖、顔料中間体鎖、色素誘導体鎖及び色素中間体鎖からなる群より選択される少なくとも1種の鎖

(D)ポリエステル鎖、ポリエーテル鎖及びポリアクリル鎖からなる群より選択される少なくとも1種の鎖

[0033] ここで、(A)のカルボジイミド基を導入するには、カルボジイミド系化合物の製造において、上記ポリシロキサン鎖を導入する際に、分子内にカルボジイミド基を少なくとも2個以上有するカルボジイミド化合物の少なくとも一個のカルボジイミド基を、そのまま未反応で残して利用することができる。(B)で記載された機能性鎖の導入については、例えば、国際公開第04／000950号パンフレットに記載された材料を利用することができ、(C)で記載された機能性鎖の導入については、例えば、国際公開第04／003085号パンフレットに記載された材料を利用することができ、(D)で記載された機能性鎖の導入については、例えば、国際公開第03／076527号パンフレットに記載された材料を利用することができる。

[0034] 2)カルボジイミド系化合物の分子構造と効果について

カルボジイミド系化合物は、上記の材料を利用して得られるものであり、そのために、出発化合物であるカルボジイミド化合物に、上記のポリシロキサン鎖含有化合物を、カルボジイミド基との反応を介して導入する方法が利用できる。

このようなカルボジイミド系化合物としては、例えば、出発化合物であるカルボジイミド化合物に上記の式(1)の構造を有する化合物を利用した場合、以下の一般式(4)の

ように模式的に表現できる。

$$OCN-X_{(l)}-(N=C=N)_{(n-l)}-OCN \qquad (4)$$

〔ここで、Xは、それぞれ独立して、カルボジイミド基と、それと反応可能な官能基との反応による連結基を介して結合したポリシロキサン鎖を含む構成単位、また、lは分子内のXの構成単位の個数を表し、1以上の整数である。nは、出発物質であるカルボジイミド化合物中のカルボジイミド基の個数を表し、1以上の整数である。そして、(n−l)は、0以上の整数を表す。〕

[0035] また、任意に利用される、その他の機能を有する鎖(B)～(D)を導入する材料については、カルボジイミド基またはイソシアネート基の、どちらかとの反応を介して導入する方法が利用できる。このようなカルボジイミド系化合物としては、例えば、出発化合物であるカルボジイミド化合物に上記の式(1)の構造を有する化合物を利用した場合、以下の一般式(5)のように模式的に表現できる。

$$Y-X_{(l)}-Z_{(m)}-(N=C=N)_{(n-l-m)}-Y \qquad (5)$$

〔ここで、X、n及びlは上記と同じ定義であり、Yは、それぞれ独立して、未反応のイソシアネート基、あるいはイソシアネート基と、それと反応可能な官能基との反応による連結基を介して結合した上記(B)～(D)の機能性鎖を含む構成単位であり、Zは、それぞれ独立して、カルボジイミド基と、それと反応可能な官能基との反応による連結基を介して結合した(B)～(D)の機能性鎖を含む構成単位である。また、mは分子内のZの構成単位の個数を表し、0以上の整数を表す。また、(n−l−m)についても、0以上の整数を表す。〕

[0036] なお、上記の一般式(4)および(5)は、主要な部位のみを抽象化して表示したものであり、また、XとZの構成単位がそれぞれ連なった構造を代表的に表示したが、XとZと−(N=C=N)−とがランダムに結合している構造も含む。そして、一般式(4)は本発明のカルボジイミド系化合物の基本構成ということができ、一方、一般式(5)については多機能性を図った好ましい構成であるといえる。

さらには、上記式(5)のYの部位は、(B)～(D)以外であって、イソシアネート基と反応可能な化合物が、同様の反応による連結基を介して結合した構成単位であっても良い。その様なイソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物としては、カル

ボジイミド基と反応性が低くて、先にイソシアネート基と選択的に反応する化合物が好ましく、例えば、メタノール、エタノール、ポリブタジエンジオール、ポリシロキサンジオール等の水酸基含有化合物;ジエチルアミン、ジブチルアミン等の二級アミン化合物を挙げる事ができる。

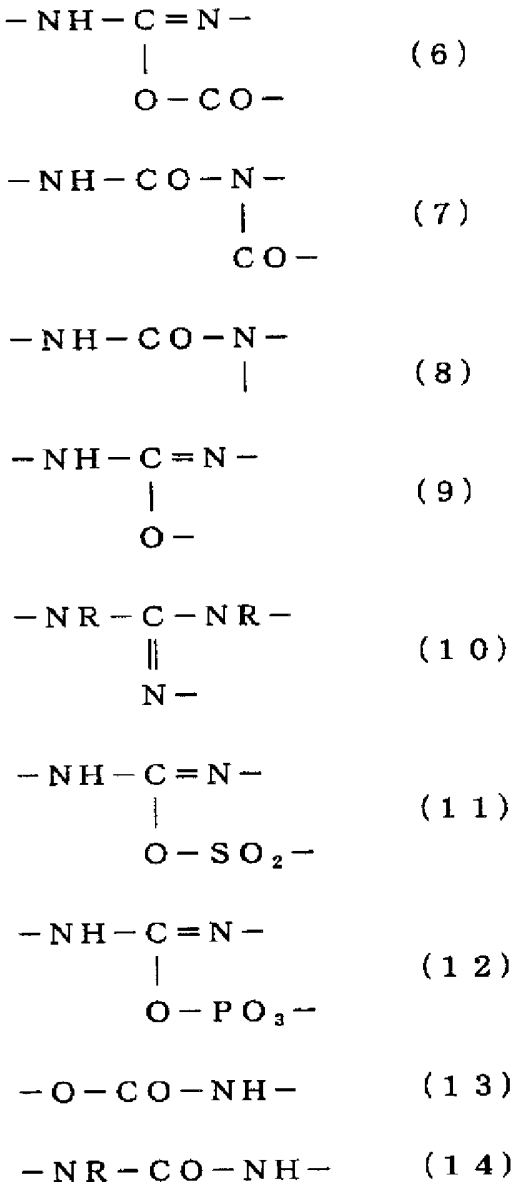
[0037] なお、カルボジイミド基に反応可能な官能基を反応させることによって上記の側鎖を導入する際に形成される連結基は、通常、カルボジイミド基と、カルボキシル基、スルホン酸基、リン酸基、水酸基、アミノ基等との反応により形成されるものであり、以下のような構造となる。

[0038] 例えば、カルボジイミド基とカルボキシル基との反応から形成される連結基としては、下記一般式(6)、(7)で表され、カルボジイミド基と水酸基との反応から形成される連結基は、下記一般式(8)、(9)で表され、カルボジイミド基とアミノ基との反応から形成される連結基は、下記一般式(10)され、カルボジイミド基とスルホン酸基との反応から形成される連結基は、下記一般式(11)で表され、カルボジイミド基とリン酸基との反応から形成される連結基は、下記一般式(12)で表される。

また、イソシアネート基に、反応可能な官能基を反応させて形成される連結基としては、通常、イソシアネート基と、水酸基、一級及び二級アミノ基等との反応により形成されるものであり、以下のような構造となる。

例えば、イソシアネート基と水酸基との反応から形成される連結基としては、下記一般式(13)で表され、イソシアネート基とアミノ基との反応から形成される連結基は、下記一般式(14)で表される。

[0039] [化1]



[0040] 上記式中、Rは、水素原子又は炭素数1以上の炭化水素基を表す。

[0041] 以上のように、本発明のカルボジイミド系化合物は、出発物質として例えば一般式(1)のカルボジイミド化合物のカルボジイミド基であった部位に、一般式(6)から一般式(12)のいずれか一つの連結基を介して、ポリシロキサン鎖が少なくとも1つ導入されることにより、一般式(4)のXの構成単位を有する化合物が形成されものである。さらには、本発明のカルボジイミド系化合物は、同様にして他の機能性側鎖が導入された、一般式(5)のZの構成単位を有する化合物、分子の両末端あるいは片末端に、一般式(13)、(14)のどちらか一つの連結基を介して、機能性鎖等が導入された化

合物であり、中でも分子内にカルボジイミド基が残存する化合物であることが好ましい。

[0042] そして、本発明のカルボジイミド系化合物は、カルボジイミド基と反応する官能基を有するポリシロキサン鎖含有化合物の当該官能基を、カルボジイミド化合物のカルボジイミド基と反応させて、ポリシロキサン鎖を導入してなることにより、特に、化合物としてのシリコーン系分散媒体に対する親和性が向上し、分散媒体中でドメインを形成して立体障害等の作用をすることから、シリコーン系分散媒体を使用する用途で、他の特性を低下させずに、顔料、顔料－樹脂複合体微粒子、微細樹脂粒子等の分散性を向上させることができる。

さらに本発明のカルボジイミド系化合物は、他の機能性側鎖を導入することにより多機能化を図ることができ、例えば、基本的な性能である顔料分散機能については、使用する顔料の種類に応じて、顔料表面との共有結合や吸着による分散安定化作用を有する官能基や側鎖を導入することにより、更に充分な効果を発揮させることが可能となる。すなわち、後記するような表面にカルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料を利用する場合は、カルボジイミド系化合物の分子内にカルボジイミド基を1つ以上有するようにし、当該官能基同士の共有結合を利用することにより、さらなる顔料分散の効果を発揮させることが可能となる。また、表面に酸性部位を有する顔料を利用する場合は、カルボジイミド系化合物として、分子内に塩基性窒素含有鎖を有するようにすると、酸－塩基の親和力による吸着を利用することができる。なお、上記「塩基性窒素含有鎖」とは、塩基性窒素含有基を少なくとも一つ有するものであり、「塩基性窒素含有基」とは、水中で4級アンモニウムイオンを形成する窒素を含有する基はもとより、ルイス塩基として作用する窒素を含むものであり、その代表的なものとしてはアミノ基や含窒素複素環基等である。更に、顔料の分子構造の類似性に起因する親和力による吸着を利用する場合は、カルボジイミド系化合物としては、分子内に顔料誘導体鎖、顔料中間体鎖、色素誘導体鎖及び／又は色素中間体鎖を有するようにする。

また、顔料を分散媒体中に安定的に分散させる観点からは、ポリエステル鎖、ポリアクリル鎖からなる群より選択される少なくとも1種の鎖を有しているものであってもよい

。

[0043] 一方、分散媒体としてシリコーン系分散媒体を使用しない用途分野では、顔料を分散媒体中により安定的に分散させるという観点からは、上記カルボジイミド系化合物は、更に、分子内にポリエステル鎖、ポリエーテル鎖及びポリアクリル鎖からなる群より選択される少なくとも1種の鎖を有するものであることが好ましく、その中でも、側鎖として有するものがより好ましい。これらの側鎖は、顔料を分散媒体中に分散したときに、分散媒体中でドメインを形成して立体障害等の作用をすることから、顔料を分散媒体中により安定的に分散させることができるものと考えられる。

[0044] 3)カルボジイミド系化合物の製造方法

上記の材料を用いて本発明のカルボジイミド系化合物を製造する場合において、全ての反応、すなわち、ポリシロキサン鎖を側鎖として導入したり、他の機能性鎖を導入するための反応として、カルボジイミド基とカルボキシル基、スルホン酸基、リン酸基、水酸基、アミノ基等との反応、また、イソシアネート基と水酸基、アミノ基等との反応などには、常法が利用できる。さらに、各種機能性鎖を導入する順序は、特に限定されるものではなく、例えば、カルボジイミド基と反応する官能基を有する化合物を2種以上使用する場合は、別々あるいは同時に加えて反応させることができ、イソシアネート基と反応する官能基を有する化合物を2種以上使用する場合にも、別々あるいは同時に加えて反応させることもできる。また、カルボジイミド基と反応する官能基を有する化合物、および、イソシアネート基と反応する官能基を有する化合物を利用する場合、最終的に同じ化合物が得られれば、先にカルボジイミド基と反応させても、イソシアネート基と反応させてもどちらでもよい。

[0045] なお、分子内に導入するポリシロキサン鎖を有する側鎖、各機能性鎖の種類およびその比率、さらには残存するカルボジイミド基の数等は、例えば、顔料分散剤として利用する際の顔料や分散媒体等の種類、また、その他の利用分野で要求される性能に応じて適宜設定して、最終的に良好な性能バランスを有する化合物となるように各材料を配合することが好ましい。

[0046] 以上の材料と製造方法から得られる本発明のカルボジイミド系化合物の数平均分子量としては、1000以上、また、100000以下であることが好ましい。数平均分子量が

高くなりすぎると、分散媒体中に顔料、顔料－樹脂複合体微粒子、微細樹脂粒子を分散させ、顔料分散組成物、顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物、微細粒子分散組成物とした際に、適切な粘度のものが得られにくくなり、特に顔料が高濃度の顔料分散組成物や、顔料－樹脂複合体微粒子が高濃度の顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物が必要なときは好ましくない。一方、数平均分子量が低くなりすぎると、分散媒体中での顔料及び顔料－樹脂複合体微粒子の分散安定性が低下して好ましくない。

[0047] ＜顔料分散組成物＞

次に、上記カルボジイミド系化合物を用いて、顔料を微細に分散させてなる顔料分散組成物について説明する。

本発明の顔料分散組成物において、分散剤として用いられるカルボジイミド系化合物は、顔料表面の官能基(例えば、カルボキシル基、スルホン酸基、リン酸基、水酸基など)や吸着点(酸性部位、塩基性部位)の有無、分散媒体の種類、得られた顔料分散組成物の用途等に応じて、好適には上述した(A)～(D)の官能基や機能鎖を有するカルボジイミド系化合物を適宜選択して用いることができる。

本発明の顔料分散組成物において、顔料としては、カルボジイミド系化合物と、少なくとも共有結合、酸－塩基の親和力又は分子構造の類似性に起因する親和力により吸着するものであることが好ましく、例えば、液体現像剤、油性インクジェット用インキ組成物等に一般的に用いられる有機顔料や無機顔料を使用することができる。

[0048] まず、カルボジイミド基を有するカルボジイミド系化合物と共有結合性を有する顔料としては、顔料表面にカルボジイミド基と反応する官能基を有するものが好適であり、その中でもカルボキシル基、スルホン酸基、リン酸基、水酸基及びアミノ基からなる群より選択される少なくとも1種の官能基を有する有機顔料や無機顔料であることが好ましい。

上記有機顔料としては、例えば、染料レーキ顔料、アゾ系、ベンズイミダゾロン系、フタロシアニン系、キナクリドン系、アントラキノン系、ジオキサジン系、インジゴ系、チオインジコ系、ペリレン系、ペリノン系、ジケトピロロピロール系、イソインドリノン系、ニトロ系、ニトロソ系、アンスラキノン系、フラバンスロン系、キノフタロン系、ピランスロン系、

インダンスロン系等が挙げられる。無機顔料としては、カーボンブラック(好ましくは、pH7以下でカルボキシル基を有するもの)、酸化チタン、ベンガラ、黒鉛、鉄黒、酸化クロムグリーン、水酸化アルミニウム等が挙げられる。

また、顔料表面にカルボジイミド基と反応する官能基を有さない場合は、表面処理により官能基を導入することができ、例えば、「顔料分散安定化と表面処理技術・評価」第1刷、技術情報協会(出版)、2001年12月25日、p. 76～85に記載のプラズマ処理や酸素／紫外線処理、特開昭58－217559号公報に記載の低温プラズマ法によって、上記カルボジイミド基と反応可能な官能基が導入できる。また、顔料を絶縁性化合物(シリカ、シラン化合物、チタン化合物等)で被覆することによって、カルボジイミド基と反応する官能基が導入できる。

[0049] 次に、塩基性窒素含有鎖を有するカルボジイミド系化合物に対して、酸－塩基の親和力による吸着部を有する顔料としては、顔料表面に塩基性窒素含有基との吸着部を有する有機顔料や無機顔料であることが好ましい。

上記塩基性窒素含有基との吸着部としては、代表的には酸基であって、好ましくは、カルボキシル基、スルホン酸基、リン酸基等の塩基性窒素含有基と吸着可能な官能基である。

これら塩基性窒素含有基との吸着部を有する有機顔料としては、例えば、染料レーキ顔料、アゾ系、ベンズイミダゾロン系、フタロシアニン系、キナクリドン系、アントラキノン系、ジオキサジン系、インジゴ系、チオインジコ系、ペリレン系、ペリノン系、ジケトピロロピロール系、イソインドリノン系、ニトロ系、ニトロソ系、アンスラキノン系、フラバンスロン系、キノフタロン系、ピランスロン系、インダンスロン系等が挙げられる。

無機顔料としては、カーボンブラック(好ましくは、pH7以下でカルボキシル基を有するもの)等が挙げられる。

尚、塩基性窒素含有基との吸着部がない顔料でも、顔料表面の誘導体処理やスルホン化処理等、通常の官能基導入方法で処理することにより、カルボキシル基やスルホン酸基等を導入することができる。

[0050] 次に、分子内に顔料誘導体鎖、顔料中間体鎖、色素誘導体鎖及び色素中間体鎖を有するカルボジイミド系化合物に対して、分子構造の類似性に起因する親和力によ

る吸着部を有する顔料としては、顔料誘導体、顔料中間体、色素誘導体及び色素中間体と同一又は類似の構造である有機顔料や無機顔料;顔料誘導体、顔料中間体、色素誘導体及び色素中間体と同一又は類似の構造でなくても顔料誘導体、顔料中間体、色素誘導体及び色素中間体と充分な吸着力を有する有機顔料や無機顔料であることが好ましい。

[0051] このような分子構造の類似性に起因する親和力による吸着は、例えば、カルボジイミド基及び／又はイソシアネート基と反応可能な官能基を有さない顔料(共有結合が利用できない場合);カルボジイミド基と反応可能な官能基を有する顔料であっても、該顔料が有するカルボジイミド基と反応可能な官能基が、例えば、アミノ基、水酸基等で、カルボジイミド基と反応する温度が100℃以上である顔料(共有結合の利用が条件的に困難な場合)に、より有効である。

[0052] このような顔料誘導体、顔料中間体、色素誘導体及び／又は色素中間体と顔料との好適な組合せとしては、例えば、(1)顔料誘導体としてのフタロシアニン系顔料誘導体については、顔料としてのフタロシアニン系顔料以外にもピグメントブラック7との組合せがあり、(2)色素誘導体としてのβ－ナフトールオレンジ染料誘導体については、顔料としてのナフトール系顔料以外にも、縮合アゾ顔料との組合せがあり、(3)色素中間体としてのアントラキノン誘導体については、顔料としてのジアントラキノニル系顔料以外にも、ジケトピロロピロール系顔料、縮合アゾ顔料、イソインドリン系顔料、ペリノン系顔料、ヘテロ環を有するアゾ系顔料、キナクリドン系顔料、ジブロモアンタントロン系顔料及び／又はベンズイミダゾロン系顔料との組合せが挙げられる。

[0053] 上記カルボジイミド系化合物を用いて、顔料分散組成物を得る方法としては、例えば、(I)カルボジイミド系化合物のみで顔料の処理を行った後、顔料を安定的に分散できる分散媒体、必要に応じて各種バインダー樹脂、光重合性化合物、溶剤、界面活性剤、その他の添加剤を加え攪拌し顔料組成物を得る方法、(II)カルボジイミド系化合物を溶解させた、顔料を安定的に分散できる分散媒体で顔料を分散させながら処理し、顔料分散組成物を得る方法等が挙げられる。尚、(II)においては、顔料分散時、顔料分散後に、必要に応じて各種バインダー樹脂、光重合性化合物、溶剤、界面活性剤、その他の添加剤を含有させることもできる。

[0054] 本発明でいう「処理」とは、顔料の分散粒子表面の全面又は一部を、カルボジイミド系化合物で処理することを意味する。具体的には、上記顔料、上記カルボジイミド系化合物、及び、必要に応じて分散媒体、その他の添加剤等の混合物を、ロールミル、ニーダー、高速攪拌装置、ビーズミル、ボールミル、サンドミル、超音波分散機、高圧分散装置等を用いて混練し、分散・処理する方法が挙げられる。

[0055] 上記(I)の顔料分散組成物を得る方法は、カルボジイミド系化合物の融点以上の温度で顔料の処理を行い、後から任意の用途で好適な分散媒体中に分散する方法を利用することができる。尚、カルボジイミド基と反応可能な官能基を有する顔料を処理する場合、該官能基の間で反応を促進できる温度、概ね100℃以下であって、好ましくは、40～80℃まで加温することが好ましい。

[0056] 一方、上記(II)の顔料分散組成物を得る方法では、比較的低温でも処理が可能であるが、分子内にカルボジイミド基を有するカルボジイミド系化合物で、カルボジイミド基と反応可能な官能基を有する顔料を処理する場合、更に上記反応を促進する温度まで加温することがより好ましい。

[0057] また、上記顔料分散組成物に用いる分散媒体としては、シリコーン系分散媒体が好ましい。また、シリコーン系分散媒体以外の有機系分散媒体、水性媒体等も使用可能である。

上記シリコーン系分散媒体としては、低粘度の合成ジメチルポリシロキサン、環状メチルポリシロキサン等のシリコーンオイルが例示できる。

また、シリコーン系分散媒体以外の有機系分散媒体の具体例としては、例えば、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピ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(ポリ)アルキレングリコールモノアルキルエーテル類;エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート等の(ポリ)アルキレングリコールモノアルキルエーテルアセテート類;ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル類;メチルエチルケトン、メチ

ルイソブチルケトン、シクロヘキサノン、2－ヘプタノン、3－ヘプタノン等のケトン類;2－ヒドロキシプロピオン酸メチル、2－ヒドロキシプロピオン酸エチル等の乳酸アルキルエステル類;2－ヒドロキシ－2－メチルプロピオン酸エチル、3－メチル－3－メトキシブチルプロピオネート、3－メトキシプロピオン酸メチル、3－エトキシプロピオン酸エチル、エトキシ酢酸エチル、ヒドロキシ酢酸エチル、酢酸エチル、酢酸n－ブチル、酢酸イソブチル、プロピオン酸n－ブチル、アセト酢酸メチル、蟻酸n－アミル、ピルビン酸エチル等のエステル類;ノルマルパラフィン系炭化水素、イソパラフィン系炭化水素等等の脂肪族炭化水素、シクロパラフィン系炭化水素等の脂環式炭化水素、芳香族炭化水素、ハロゲン化炭化水素等の炭化水素類;N－メチルピロリドン、N, N－ジメチルホルムアミド、N, N－ジメチルアセトアミド等のアミド類;イソプロピルアルコール、ノルマルプロピルアルコール等のアルコール類等が挙げられる。

なお、これらの分散媒体は、単独で又は2種以上を混合して使用することができる。また、水性媒体としては、水のみであってもよく、水混和性の有機系分散媒体との併用であってもよい。

[0058] 上記顔料分散組成物における顔料の使用量は、顔料分散組成物中の全固形分に対して質量分率で、1～97質量%であることが好ましい。上記顔料分散組成物におけるカルボジイミド系化合物の質量割合としては、顔料100質量部に対して、好ましくは、2質量部以上、また、100質量部以下であるが、好ましくは、最終組成物としての用途、顔料表面に存在するカルボジイミド系化合物と反応、吸着する官能基の多少や、分散性能、流動性、要求性能等によって調整することが好ましい。

[0059] ＜顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物＞

次に、顔料－樹脂複合体微粒子を、微細に分散させてなる顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物について説明する。

上記顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物としては、(1)上記カルボジイミド系化合物を用いて、顔料－樹脂複合体微粒子を微細に分散させてなる組成物、(2)予め顔料、樹脂を上記カルボジイミド系化合物で処理した顔料－樹脂複合体微粒子を微細に分散させてなる組成物が挙げられる。

[0060] 上記(1)の顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物は、例えば、顔料と熱可塑性

樹脂等の樹脂からなる顔料－樹脂複合体微粒子を、カルボジイミド系化合物の存在下、上記カルボジイミド系化合物の融点以上の温度で、湿式粉砕して分散媒体中に分散させる方法で得られる。

上記顔料－樹脂複合体微粒子は、カルボジイミド系化合物と共有結合する官能基、酸－塩基の親和力により吸着する吸着部、及び分子構造の類似性に起因する親和力により吸着する吸着部の群から選択される少なくとも1種を表面に有するように、顔料表面、熱可塑性樹脂中の片方又は両方（好ましくは両方）に上記官能基及び吸着部の群から選択される少なくとも1種を有するものを用いることが好ましい。

[0061] また、上記（2）の顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物は、顔料と熱可塑性樹脂と上記カルボジイミド系化合物とを、カルボジイミド系化合物及び熱可塑性樹脂の軟化点より高い温度で溶融混練し、その後、粗粉砕し、さらに分散媒体中で湿式粉砕させる方法で得られる。

上記顔料又は熱可塑性樹脂は、顔料表面、熱可塑性樹脂中の片方又は両方（好ましくは両方）にカルボジイミド系化合物と共有結合する官能基、酸－塩基の親和力により吸着する吸着部、及び分子構造の類似性に起因する親和力により吸着する吸着部の群から選択される少なくとも1種を有するものを用いることが好ましい。

尚、カルボジイミド系化合物のカルボジイミド基との共有結合を利用する場合は、反応を促進できる温度まで加温することが好ましい。

[0062] 本発明の顔料－樹脂複合体微粒子分散組成物において、分散剤として用いられるカルボジイミド系化合物は、顔料－樹脂複合体微粒子表面、顔料表面、熱可塑性樹脂中の官能基（例えば、カルボキシル基、スルホン酸基、リン酸基、水酸基など）や吸着部（酸性部位、塩基性部位等）の有無、分散媒体の種類、得られた顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物の用途等に応じて、好適には上述した（A）～（D）の官能基や機能鎖を有するカルボジイミド系化合物を適宜選択して用いることができる。

[0063] また、本発明の顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物に利用できる顔料としては、例えば、塗料、インキ、液体現像剤等に一般的に用いられる有機顔料や無機顔料が使用でき、好ましくは、カルボジイミド系化合物と、少なくとも、共有結合する官能基、酸－塩基の親和力により吸着する吸着部、及び分子構造の類似性に起因する

親和力により吸着する吸着部の群から選択される少なくとも1種を有するものである。例えば、上記に記載したカルボジイミド系化合物のカルボジイミド基と共有結合する官能基を有する顔料、塩基性窒素含有鎖を有するカルボジイミド系化合物に対して酸－塩基の親和力による吸着部を有する顔料、分子内に顔料誘導体鎖、顔料中間体鎖、色素誘導体鎖及び色素中間体鎖を有するカルボジイミド系化合物に対して分子構造の類似性に起因する親和力による吸着部を有する顔料等が例示できる。

[0064] また、本発明の顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物に利用できる熱可塑性樹脂としては、ポリオレフィン樹脂を変性しカルボキシル基を導入したもの;エチレン－(メタ)アクリル酸共重合体、エチレン－酢酸ビニル共重合体、エチレン－酢酸ビニル共重合体の部分ケン化物、エチレン－(メタ)アクリル酸エステル共重合体、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂等のオレフィン系樹脂;熱可塑性飽和ポリエステル樹脂;スチレン－アクリル系共重合体樹脂、スチレン－アクリル変性ポリエステル樹脂等のスチレン系樹脂;アルキッド樹脂、フェノール樹脂、ロジン変性フェノール樹脂、ロジン変性マレイン酸樹脂、ロジン変性フマル酸樹脂、(メタ)アクリル酸エステル樹脂等のアクリル系樹脂、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、塩化ビニリデン樹脂、フッ素系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリアセタール樹脂、エポキシ樹脂等が挙げられる。

また、本発明の顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物に利用できる分散媒体としては、上記記載の有機系分散媒体、水性媒体等が挙げられる。

尚、顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物には、必要に応じて各種バインダー樹脂、光重合性化合物、溶剤、界面活性剤、その他の添加剤を含有させることもできる。

[0065] 本発明でいう「処理」とは、顔料表面、顔料－樹脂複合体微粒子表面の全面又は一部、カルボジイミド基と反応する官能基を有する熱可塑性樹脂の官能基及び／又は吸着部の全部又は一部を、カルボジイミド系化合物で処理することを意味する。

上記顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物における顔料の使用量は、顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物中の全固形分に対して質量分率で、1～97質量%であることが好ましい。

上記顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物におけるカルボジイミド系化合物の

質量割合としては、顔料－樹脂複合体微粒子を分散媒体中に安定に分散できるような質量割合が好ましく、上記(1)の組成物においては、顔料－樹脂複合体微粒子100質量部に対して、好ましくは、1質量部以上、また、100質量部以下である。上記(2)の組成物においては、顔料－樹脂複合体微粒子を得るための顔料と樹脂の合計100質量部に対して、好ましくは、2質量部以上、また、100質量部以下である。

[0066] ＜微細樹脂粒子含有分散組成物＞

本発明のカルボジイミド系化合物は、上記顔料分散組成物、顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物以外にも微細樹脂粒子を分散させる場合にも使用できる。

この微細樹脂粒子含有分散組成物において、微細樹脂粒子としては、好ましくは、カルボジイミド系化合物と共有結合する官能基、酸－塩基の親和力により吸着する吸着部、及び分子構造の類似性に起因する親和力により吸着する吸着部の群から選択される少なくとも1種を有するものが好ましい。

[0067] この微細樹脂粒子含有分散組成物において、分散剤として用いられるカルボジイミド系化合物は、微細樹脂粒子表面の官能基(例えば、カルボキシル基、スルホン酸基、リン酸基、水酸基など)や吸着部(酸性部位、塩基性部位)の有無、分散媒体の種類、得られた微細樹脂粒子含有分散組成物の用途等に応じて、好適には上述した(A)～(D)の官能基や機能鎖を有するカルボジイミド系化合物を適宜選択して用いることができる。

[0068] 上記微細樹脂粒子含有分散組成物におけるカルボジイミド系化合物の質量割合としては、微細樹脂粒子100質量部に対して、好ましくは、1質量部以上、また、100質量部以下であるが、好ましくは、最終組成物としての用途、微細樹脂粒子の表面に存在するカルボジイミド系化合物と反応、吸着する官能基の多少や、分散性能、流動性、要求性能等によって調整することが好ましい。

[0069] ＜液体現像剤＞

次に、本発明の最終組成物としての用途である、液体現像剤について説明する。

液体現像剤は、上記の顔料分散組成物、顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物を含有するものであり、本発明のカルボジイミド系化合物、顔料、熱可塑性樹脂、絶縁性有機溶媒を少なくとも含有し、必要に応じて荷電制御剤等の添加剤が適宜含

有されているものである。

液体現像剤に使用するカルボジイミド系化合物としては、顔料表面の官能基や吸着点の有無、分散媒体の種類等に応じて、好適には上述した(A)～(C)の官能基や機能鎖を有するカルボジイミド系化合物を適宜選択して用いる。尚、カルボジイミド系化合物を得るために、出発物質として用いられるカルボジイミド化合物が分子内にイソシアネート基を有する場合は、イソシアネート基と反応可能な官能基を有するポリブタジエンジオール、ポリシロキサンジオール等の化合物と反応させたものを利用することが好ましい。

[0070] 液体現像剤を構成する顔料としては、通常使用されている顔料を使用できる。このような顔料としては、カーボンブラック、アセチレンブラック、黒鉛、ベンガラ、黄鉛、群青等の無機顔料や、アゾ顔料、レーキ顔料、フタロシアニン顔料、イソインドリン顔料、アントラキノン顔料、キナクリドン顔料等の有機顔料等が挙げられる。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

本発明の液体現像剤における顔料の含有量は、特に限定されないが、画像濃度の点から、液体現像剤100重量部中に1～15重量部が好ましい。本発明の液体現像剤は、顔料が上記の濃度となるように、必要に応じて顔料分散組成物を絶縁性有機溶媒等で希釈して調製する。

[0071] 液体現像剤を構成する熱可塑性樹脂としては、ポリオレフィン樹脂を変性しカルボキシル基を導入したもの;エチレン－(メタ)アクリル酸共重合体、エチレン－酢酸ビニル共重合体、エチレン－酢酸ビニル共重合体の部分ケン化物、エチレン－(メタ)アクリル酸エステル共重合体、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂等のオレフィン系樹脂;熱可塑性飽和ポリエステル樹脂;スチレン－アクリル系共重合体樹脂、スチレン－アクリル変性ポリエステル樹脂等のスチレン系樹脂;アルキッド樹脂、フェノール樹脂、ロジン変性フェノール樹脂、ロジン変性マレイン酸樹脂、ロジン変性フマル酸樹脂、(メタ)アクリル酸エステル樹脂等のアクリル系樹脂、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、塩化ビニリデン樹脂、フッ素系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリアセタール樹脂、エポキシ樹脂等が挙げられる。

[0072] 液体現像剤を構成する絶縁性有機溶媒としては、静電潜像を乱さない程度の抵抗

値(10^{11}～10^{16}Ω・cm程度)のものが使用される。例えば、シリコーンオイル等のシリコーン系分散媒体の他、ノルマルパラフィン系炭化水素、イソパラフィン系炭化水素等の脂肪族炭化水素;シクロパラフィン系炭化水素等の脂環式炭化水素;芳香族炭化水素、ハロゲン化炭化水素等を用いることができるが、本発明ではシリコーン系分散媒体が好ましい。シリコーン系分散媒体としては、低粘度の合成ジメチルポリシロキサン、環状メチルポリシロキサン等のシリコーンオイルが挙げられる。

[0073] 上記液体現像剤には、必要に応じて、荷電制御剤等の添加剤を適宜使用することができる。

荷電制御剤としては、大別して2つのタイプがある。

1つはトナー粒子の表面を、イオン化或いはイオンの吸着を行い得る物質で被覆する方法である。このタイプとして、アマニ油、大豆油等の油脂;アルキッド樹脂、ハロゲン化重合体、芳香族ポリカルボン酸、酸性基含有水溶性染料、芳香族ポリアミンの酸化縮合物等が例示できる。

もう1つは、絶縁性有機溶媒に溶解しトナー粒子とイオンの授受を行い得るような物質を共存させることであり、ナフテン酸コバルト、ナフテン酸ニッケル、ナフテン酸鉄、ナフテン酸亜鉛、オクチル酸コバルト、オクチル酸ニッケル、オクチル酸亜鉛、ドデシル酸コバルト、ドデシル酸ニッケル、ドデシル酸亜鉛、2－エチルヘキサン酸コバルト等の金属石鹸類、石油系スルホン酸金属塩、スルホコハク酸エステルの金属塩等のスルホン酸金属塩類、レシチン等の燐脂質、t－ブチルサリチル酸金属錯体等のサリチル酸金属塩類、ポリビニルピロリドン樹脂、ポリアミド樹脂、スルホン酸含有樹脂、ヒドロキシ安息香酸誘導体等が例示できる。

[0074] 本発明の液体現像剤を製造するには従来公知の一般的な製造法が使用できる。

例えば、(1)顔料分散組成物を含有する液体現像剤は、本発明の液体現像剤において使用する絶縁性有機溶媒(好ましくは、シリコーン系分散媒体)中で、本発明のポリシロキサン鎖が導入されたカルボジイミド系化合物の存在下で、顔料と微細樹脂粒子を湿式粉砕する方法等が挙げられる。

また、(2)顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物を含有する液体現像剤は、(2－1)顔料と熱可塑性樹脂とを、熱可塑性樹脂の軟化点より高い温度でロールミル、

ニーダー等の混練機を用いて溶融混練し、冷却後に粉砕して顔料と熱可塑性樹脂からなる顔料－樹脂複合体微粒子を得る。その後、(2－1－1)本発明の液体現像剤において使用する絶縁性有機溶媒(好ましくは、シリコーン系分散媒体)中で、本発明のポリシロキサン鎖が導入されたカルボジイミド系化合物の存在下に顔料－樹脂複合体微粒子を湿式粉砕する方法、(2－1－2)本発明の液体現像剤において使用する絶縁性有機溶媒(好ましくは、シリコーン系分散媒体)中で、顔料－樹脂複合体微粒子を含有する粒子を湿式粉砕した後、ポリシロキサン鎖が導入されたカルボジイミド系化合物を添加する方法等、(2－2)顔料と熱可塑性樹脂と本発明のポリシロキサン鎖が導入されたカルボジイミド系化合物とを、熱可塑性樹脂及びカルボジイミド系化合物の軟化点より高い温度でロールミル、ニーダー等の混練機を用いて溶融混練し、冷却後に粉砕してカルボジイド系化合物で処理した顔料と熱可塑性樹脂からなる顔料－樹脂複合体微粒子を得る。その後、本発明の液体現像剤において使用する絶縁性有機溶媒(好ましくは、シリコーン系分散媒体)中で、顔料－樹脂複合体微粒子を湿式粉砕する方法等が挙げられる。

湿式粉砕する機械としては、ディゾルバー、ハイスピードミキサー、ホモミキサー、ニーダー、ボールミル、サンドミル、アトライター等が利用できる。

本発明の液体現像剤の範囲はこれらの例によって制限されるものではない。

発明の効果

[0075] 本発明のカルボジイミド系化合物は、ポリシロキサン鎖を導入してなることから、特にシリコーン系分散媒体中において、顔料、微細樹脂粒子および顔料－樹脂複合体微粒子の分散性、分散安定性に優れたものであり、液体現像剤に用いた場合、電気抵抗値の低下を抑制する効果も有するものである。

発明を実施するための最良の形態

[0076] 以下に実施例を掲げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。なお、特に断りのない限り、「%」は「質量%」を意味し、「部」は「重量部」を意味するものとする。

[0077] ＜片末端に酸基を有するポリシロキサン樹脂の合成＞

調製例1(片末端に酸基を有する分子量2000のポリシロキサン)

窒素ガス導入管、攪拌棒、滴下漏斗、温度計を備えた四つ口フラスコに、トルエン45部、3－メルカプトプロピオン酸10部、片末端にメタクリロイル基を有する分子量1000のポリジメチルシロキサン180部を仕込み、85℃に昇温した。内温を約85℃に保持して撹拌しながら、トルエン80部、アゾビスイソブチロニトリル1．9部の混合物を2時間かけて滴下した。その後、内温を約85℃に保持しつつ2時間撹拌して、固形分60％のカルボキシル基含有ポリシロキサン樹脂1を得た。

[0078] 調製例2（片末端に酸基を有する分子量3000のポリシロキサン）

窒素ガス導入管、攪拌棒、滴下漏斗、温度計を備えた四つ口フラスコに、トルエン45部、3－メルカプトプロピオン酸6．6部、片末端にメタクリロイル基を有する分子量1000のポリジメチルシロキサン180部を仕込み、85℃に昇温した。内温を約85℃に保持して撹拌しながら、トルエン78部、アゾビスイソブチロニトリル1．9部の混合物を2時間かけて滴下した。その後、内温を約85℃に保持しつつ2時間撹拌して、固形分60％のカルボキシル基含有ポリシロキサン樹脂2を得た。

[0079] ＜ポリシロキサン鎖を有するカルボジイミド系化合物の合成＞

実施例1（グラフト鎖の分子量2000、グラフト率50％）

窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するポリカルボジイミド化合物のトルエン溶液（カルボジイミド当量316、固形分50％）114．8部、メチルジエタノールアミン11．1部を仕込み、約100℃で3時間保持してイソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで調製例1で得られたポリシロキサン樹脂1を306．5部仕込み、約80℃で2時間保持してカルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、減圧下でトルエンを留去してカルボジイミド系化合物1（カルボジイミド当量2774、理論数平均分子量10903）を得た。

[0080] 実施例2（グラフト鎖の分子量3000、グラフト率50％）

窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するのポリカルボジイミド化合物のトルエン溶液（カルボジイミド当量316、固形分50％）99．0部、メチルジエタノールアミン9．5部を仕込み、約100℃で3時間保持してイソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで調製例2で得られたポリシロキサン樹脂2を393．1部仕込み、約80℃で2時間保持してカルボジイミド基とカルボキシル基

とを反応させた後、減圧下でトルエンを留去してカルボジイミド系化合物2(カルボジイミド当量3758、理論数平均分子量14771)を得た。

[0081] 比較顔料分散剤としては、ソルスパース17000(アベシア社製)を用いた。

[0082] 実施例3

ピグメントブルー15:3を140部、カルボジイミド系化合物1を10.5部、およびジメチルポリシロキサン560部を0.5mmΦのジルコニアビーズを充填したアイガーミル(商品名:M－250)を用いて温度40℃で2時間練肉を行い、固形分21.2%の顔料分散組成物1を得た。

[0083] 比較例1

ピグメントブルー15:3を140部、比較顔料分散剤を10.5部、およびジメチルポリシロキサン560部を0.5mmΦのジルコニアビーズを充填したアイガーミル(商品名:M－250)を用いて温度40℃で練肉を試みたが、粘度が高くなりすぎ練肉を進めることができなかった。

[0084] 比較例2

ピグメントブルー15:3を140部、ジメチルポリシロキサン570.5部を0.5mmΦのジルコニアビーズを充填したアイガーミル(商品名:M－250)を用いて温度40℃で練肉を試みたが、粘度が高くなりすぎ練肉を進めることができなかった。

[0085] ＜評価＞

(粘度)

実施例3の顔料分散組成物1の25℃における各粘度を、E型粘度計(5rpm)にて、60秒後の粘度として測定した。

測定結果

実施例3　1.2ポイズ(0.12Pa・s)

比較例1　粘度が高くなり測定できなかった

比較例2　粘度が高くなり測定できなかった

[0086] 実施例4　液体現像剤1の調製

ピグメントブルー15:3を250部とエポキシ樹脂(AER6064、旭化成社製)750部とを3本熱ロールを用いて130℃にて溶融混練して得られた練肉物を冷却後、微粉化

した。次に微粉砕化物140部、カルボジイミド系化合物1を10．5部、ジメチルポリシロキサン560部を0．5mmΦのジルコニアビーズを充填したアイガーミル（商品名：M－250）を用いて温度40℃で2時間湿式粉砕し、固形分濃度21．2質量％の液体現像剤1を得た。

[0087] 実施例5 液体現像剤2の調製

ピグメントブルー15：3を250部とエポキシ樹脂（AER6064、旭化成社製）750部とを3本熱ロールを用いて130℃にて溶融混練して得られた練肉物を冷却後、微粉化した。次に微粉砕化物140部、カルボジイミド系化合物1を21．0部、ジメチルポリシロキサン597部を0．5mmΦのジルコニアビーズを充填したアイガーミル（商品名：M－250）を用いて温度40℃で2時間湿式粉砕し、固形分濃度21．2質量％の液体現像剤2を得た。

[0088] 実施例6 液体現像剤3の調製

ピグメントブルー15：3を250部とエポキシ樹脂（AER6064、旭化成社製）750部とを3本熱ロールを用いて130℃にて溶融混練して得られた練肉物を冷却後、微粉化した。次に微粉砕化物140部、カルボジイミド系化合物2を10．5部、ジメチルポリシロキサン560部を0．5mmΦのジルコニアビーズを充填したアイガーミル（商品名：M－250）を用いて温度40℃で2時間湿式粉砕し、固形分濃度21．2質量％の液体現像剤3を得た。

[0089] 調製例3 アクリル系熱可塑性樹脂1の調製

スチレン（St）76．7部、ステアリルメタクリレート（SMA）14．7部、ジメチルアクリルアミド（DMAA）8．6部、トルエン160部および開始剤としてアゾビスイソブチロニトリル1．5部を混合し、80℃で10時間ラジカル重合を行った。得られた樹脂溶液をさらに150℃、減圧下（70cmHg≒93kPa）で8時間加熱することによってトルエン、未反応モノマーおよび低分子オリゴマーを留去し、アクリル系熱可塑性樹脂1を得た。得られた樹脂は、組成（St：SMA：DMAA＝85：5：10、モル比）、重量平均分子量45800、融点92℃であった。

[0090] 実施例7 液体現像剤4の調整

ピグメントブルー15：3を250部とアクリル系熱可塑性樹脂1を750部とを3本熱ロー

ルを用いて130℃にて溶融混練して得られた練肉物を冷却後、微粉化した。次に微粉砕化物の140部、カルボジイミド系化合物1の10．5部、ジメチルポリシロキサン560部を0．5mmΦのジルコニアビーズを充填したアイガーミル（商品名：M－250）を用いて温度40℃で2時間湿式粉砕し、固形分濃度21．2質量％の液体現像剤4を得た。

[0091] 比較例3　液体現像剤5の調製

ピグメントブルー15：3を250部とエポキシ樹脂（AER6064、旭化成社製）750部とを3本熱ロールを用いて130℃にて溶融混練して得られた練肉物を冷却後、微粉化した。次に微粉砕化物140部、比較顔料分散剤10．5部、ジメチルポリシロキサン560部を0．5mmΦのジルコニアビーズを充填したアイガーミル（商品名：M－250）を用いて温度40℃で2時間湿式粉砕し、固形分濃度21．2質量％の液体現像剤5を得た。

[0092] 比較例4　液体現像剤6の調製

ピグメントブルー15：3を250部とエポキシ樹脂（AER6064、旭化成社製）750部とを3本熱ロールを用いて130℃にて溶融混練して得られた練肉物を冷却後、微粉化した。次に微粉砕化物140部、ジメチルポリシロキサン560部を0．5mmΦのジルコニアビーズを充填したアイガーミル（商品名：M－250）を用いて温度40℃で2時間湿式粉砕し、固形分濃度20質量％の液体現像剤6を得た。

[0093] ＜評価＞

（粘度）

実施例4～7及び比較例3～4で調製した液体現像剤1～6の25℃における各粘度を、E型粘度計（5rpm）にて、60秒後の粘度として測定した。

測定結果

実施例4：1．0ポイズ（0．1Pa・s）

実施例5：0．6ポイズ（0．06Pa・s）

実施例6：1．0ポイズ（0．1Pa・s）

実施例7：1．0ポイズ（0．1Pa・s）

比較例3、比較例4は粘度が高くなり測定できなかった。

[0094] (電気抵抗値)

粘度が測定できた実施例4～7の液体現像剤1～4について液体現像剤の電気抵抗値をアドバンス社製R834により測定した。

測定結果

実施例4:1．5×10^{13}Ω・cm

実施例5:4．5×10^{10}Ω・cm

実施例6:1．2×10^{13}Ω・cm

実施例7:1．3×10^{13}Ω・cm

実施例4～7の液体現像剤1～4の電気抵抗値は、液体現像剤として使用可能な10^{10}Ω・cm以上であった。

[0095] (平均粒子径)

実施例4～7の液体現像剤1～4についてのトナー粒子の平均粒子径を、マイクロトラック粒径測定装置(UPA 150、9230UPA;LEED&NORTHRUP COMPANY社製)で測定した。尚、比較例3～4の液体現像剤5、6は、トナー粒子が大きく上記測定装置では測定することはできなかった。

測定結果

実施例4:2．0μm

実施例5:2．0μm

実施例6:2．2μm

実施例7:2．1μm

請求の範囲

[1] カルボジイミド基と反応する官能基を有するポリシロキサン鎖含有化合物の当該官能基を、100～50000のカルボジイミド当量を有するカルボジイミド化合物のカルボジイミド基と反応させることにより、ポリシロキサン鎖を導入してなるカルボジイミド系化合物。

[2] 分子内にカルボジイミド基を有する請求項1に記載のカルボジイミド系化合物。

[3] 更に、塩基性窒素含有鎖、顔料誘導体鎖、顔料中間体鎖、色素誘導体鎖及び色素中間体鎖からなる群より選択される少なくとも1種の鎖を有する請求項1又は2に記載のカルボジイミド系化合物。

[4] 前記ポリシロキサン鎖含有化合物として、酸基含有連鎖移動剤の存在下、末端にラジカル重合性不飽和結合を有する酸基非含有ポリシロキサンの少なくとも1種を含む酸基非含有ラジカル重合性化合物を重合して得られる、分子の片末端に酸基を有するポリシロキサン鎖含有重合体を用いてなる請求項1～3のいずれか1項に記載のカルボジイミド系化合物。

[5] 前記酸基含有連鎖移動剤として、チオール系の酸基含有連鎖移動剤を用いてなる請求項1～4のいずれか1項に記載のカルボジイミド系化合物。

[6] 請求項1～5のいずれか1項に記載のカルボジイミド系化合物を含有することを特徴とする顔料分散組成物。

[7] 請求項1～5のいずれか1項に記載のカルボジイミド系化合物を含有することを特徴とする顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物。

[8] 請求項6に記載の顔料分散組成物及び／又は請求項7記載の顔料－樹脂複合体微粒子含有分散組成物を含有することを特徴とする液体現像剤。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2006/305818

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C08G81/00(2006.01), ***C09C3/12***(2006.01), ***C09D17/00***(2006.01), ***G03G9/16***(2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C08G81/00, C08G18/02, C08G73/00, C09C3/12, C09D17/00, G03G9/16

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2006
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2006 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2006

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CA(STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2005-23163 A (Sakata Inx Corp.), 27 January, 2005 (27.01.05), Claims (Family: none)	1-8
A	EP 969030 A1 (BASF CORP.), 21 May, 1999 (21.05.99), Claims & AU 9931220 A & BR 9902269 A & JP 2000-63468 A & CA 2276232 A1 & CN 1245175 A & US 6063890 A & KR 2000011268 A & MX 9906079 A1 & MX 208301 B & DE 69913038 E & ES 2212416 T3 & CN 1120191 C	1-8

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
15 May, 2006 (15.05.06)	23 May, 2006 (23.05.06)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2006/305818

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 10-7806 A (Japan Synthetic Rubber Co., Ltd.), 13 January, 1998 (13.01.98), Claims (Family: none)	1-8
A	JP 6-25377 A (Dainippon Ink And Chemicals, Inc.), 01 February, 1994 (01.02.94), Claims (Family: none)	1-8
A	EP 350 A (BAYER AG.), 28 June, 1978 (28.06.78), Claims & DE 2730743 A & JP 54-17961 A & BR 7804340 A & US 4214066 A & EP 350 B & DE 2861542 G & CA 1133165 A & JP 58-33893 B & IT 1106604 B	1-8

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２００６／３０５８１８

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　*C08G81/00(2006.01), C09C3/12(2006.01), C09D17/00(2006.01), G03G9/16(2006.01)*

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C08G81/00, C08G18/02, C08G73/00, C09C3/12, C09D17/00, G03G9/16

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２００６年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２００６年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２００６年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

CA(STN)

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求の範囲の番号
A	JP 2005-23163 A (サカタインクス株式会社) 2005.01.27, 特許請求の範囲（ファミリーなし）	1-8
A	EP 969030 A1 (BASF CORPORATION) 1999.05.21, 特許請求の範囲 & AU 9931220 A & BR 9902269 A & JP 2000-63468 A & CA 2276232 A1 & CN 1245175 A & US 6063890 A & KR 2000011268 A & MX 9906079 A1 & MX 208301 B & DE 69913038 E & ES 2212416 T3 & CN 1120191 C	1-8

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。　　☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー

「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献

「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 １５．０５．２００６	国際調査報告の発送日 ２３．０５．２００６
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｊ　８９３０ 佐々木　秀次 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４５７

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求の範囲の番号
A	JP 10-7806 A (日本合成ゴム株式会社) 1998.01.13, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-8
A	JP 6-25377 A (大日本インキ化学工業株式会社) 1994.02.01, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-8
A	EP 350 A (BAYER AKTIENGESELLSCHAFT) 1978.06.28, 特許請求の範囲 & DE 2730743 A & JP 54-17961 A & BR 7804340 A & US 4214066 A & EP 350 B & DE 2861542 G & CA 1133165 A & JP 58-33893 B & IT 1106604 B	1-8