

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3802165号  
(P3802165)

(45) 発行日 平成18年7月26日(2006.7.26)

(24) 登録日 平成18年5月12日(2006.5.12)

(51) Int.C1.

F 1

CO9D 17/00 (2006.01)

CO9D 17/00

請求項の数 5 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平8-303407  
 (22) 出願日 平成8年11月15日(1996.11.15)  
 (65) 公開番号 特開平9-188845  
 (43) 公開日 平成9年7月22日(1997.7.22)  
 審査請求日 平成15年10月31日(2003.10.31)  
 (31) 優先権主張番号 9523387.0  
 (32) 優先日 平成7年11月16日(1995.11.16)  
 (33) 優先権主張国 英国(GB)

(73) 特許権者 396023948  
 チバ スペシャルティ ケミカルズ ホーリデイング インコーポレーテッド  
 Ciba Specialty Chemicals Holding Inc.  
 スイス国, 4057 バーゼル, クリベック  
 シュトラーセ 141  
 (74) 代理人 100064447  
 弁理士 岡部 正夫  
 (74) 代理人 100085176  
 弁理士 加藤 伸晃  
 (74) 代理人 100106703  
 弁理士 産形 和央  
 (74) 代理人 100096943  
 弁理士 白井 伸一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】インキ濃縮物の製造方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

下記工程からなるインキ濃縮物の製造方法：

(a) 粗金属フタロシアニンを摩碎してその粒子サイズを減少させ、それによって変性された粗金属フタロシアニンを形成し、そして

(b) 変性された粗金属フタロシアニンと、

バインダーと、

粗金属フタロシアニンの重量基準で0.1乃至100重量%、好ましくは15乃至50重量%の、少なくとも12個の炭素原子を有する脂肪族アルコールおよび少なくとも4個の炭素原子を有する脂肪族カルボン酸から選択される、1種またはそれ以上のインキ溶媒との混合物(この金属フタロシアニンは混練混合物の30重量%乃至70重量%の量で存在する)を混練し、この混合物に分散された顔料型の金属フタロシアニンを含有するインキ濃縮物を得る、

ここで、混練工程(b)の間に与えられるせん断勾配が300乃至20000S<sup>-1</sup>である。

## 【請求項 2】

工程(a)において粗金属フタロシアニンが、粗金属フタロシアニンの重量基準で、0.1乃至50重量%の樹脂および/または0.1乃至20重量%の有機液体との混合物である請求項1記載の方法。

## 【請求項 3】

混練工程 ( b ) が押出し機で実施される請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 4】

印刷インキを製造するための請求項 1 、 2 または 3 に記載の方法によって得られたインキ濃縮物の使用。

【請求項 5】

請求項 1 、 2 または 3 に記載の方法によって得られたインキ濃縮物をさらに バインダー と、

粗金属フタロシアニンの重量基準で 0.1 乃至 100 重量 % 、好ましくは 15 乃至 50 重量 % の、少なくとも 12 個の炭素原子を有する脂肪族アルコールおよび少なくとも 4 個の炭素原子を有する脂肪族カルボン酸から選択される、 1 種またはそれ以上のインキ溶媒との添加により希釈する印刷インキの製造方法。

10

【発明の詳細な説明】

【 0001 】

本発明はインキ濃縮物（濃厚液）、すなわち、溶剤と場合によってはその他の成分たとえばバインダーおよび添加剤を含有しているインキビヒクル、特に印刷インキビヒクル中に有機顔料を分散させた分散物の製造方法に関し、本インキ濃縮物は顔料を 20 乃至 80 重量 % 含有し、そしてさらにインキビヒクルを添加することによって最終的な印刷インキにまで希釈することができる。

【 0002 】

金属フタロシアニン顔料を含有するインキまたはインキ濃縮物を製造する在来の製造方法は、無機塩の存在下においてボールミルまたはニーダー中に粗金属フタロシアニンを長時間摩碎し、続いてさらにコンディショニングと単離とを行って粗金属フタロシアニンを顔料型に変換し、そしてこの顔料型金属フタロシアニンを、通常はさらに摩碎をしながら、インキビヒクル中に分散することを必要とした。国際特許 WO 95/17473 号明細書には、粗銅フタロシアニンを有機インキ溶剤中において摩碎してインキ濃縮物を製造する方法が提案されている。この製造方法は、特殊な分散剤と特殊な流動化剤との使用が必要である。

20

【 0003 】

誠に驚くべきことながら、今回、顔料型金属フタロシアニンを含有するインキ濃縮物が、長時間の摩碎の必要なしに、かつまた特殊な分散剤および流動化剤の使用を必要とせずに製造できることが見いだされた。すなわち、最初に粗金属フタロシアニンを摩碎してその粒子サイズを低減させ、次にこの小粒子サイズの粗金属フタロシアニンをインキの溶剤成分および、場合によっては、インキのバインダー成分と一緒に混練することによって顔料型金属フタロシアニンを含有するインキ濃縮物が得られる。したがって無機塩摩碎助剤の使用に伴う環境問題の可能性は避けられ、かつまた、粗金属フタロシアニンからインク濃縮物を仕上げるまでに要する全体の加工時間も大幅に短縮される。生成された濃縮物から、優れた分散性、着色力、光沢および流れ特性を有する印刷インキを得ることができる。

30

【 0004 】

すなわち、本発明は下記工程を包含する、インキ濃縮物の製造方法を提供する：

( a ) 粗金属フタロシアニンを摩碎してその粒子サイズを減少させ、それによって変性された粗金属フタロシアニンをつくり、そして

40

( b ) 変性された粗金属フタロシアニンと、 1 種またはそれ以上のインキ溶剤を含むインキビヒクルとの混合物を混練する。この金属フタロシアニンは混練混合物の 20 乃至 80 重量 % の量で存在する。このようにして、顔料型でインキビヒクルの中に分散された金属フタロシアニンを含有しているインキ濃縮物を得る。

【 0005 】

摩碎工程 ( a ) は、好ましくはボールミル中において実施される。しかし、同様な効果を有する他の摩碎装置、たとえばアトライターなどが所望により使用できる。摩碎工程においては、粗金属フタロシアニンは、好ましくは、樹脂および / または有機液体との混合物の形態をとる。樹脂は、印刷インキ濃厚液の樹脂成分またはバインダー成分として通常使

50

用されている樹脂、あるいは製造されるインキ濃縮物の他の成分と相容性のある樹脂でありうる。適当な樹脂の例は、製造されるべきインキ濃縮物が油性（オイルベースの）濃縮物である場合には、フェノール変性ロジンおよびマレイン酸変性ロジンを含むロジン類、アルキド樹脂、炭化水素樹脂またはこれらの2つまたはそれ以上の混合物である。フェノール変性ロジンおよびマレイン酸変性ロジンが好ましい。製造されるべきインキ濃縮物が水性濃縮物である場合には、水に相容性のある樹脂が適当であり、アクリル樹脂が通常より好ましい。樹脂が摩碎工程（a）において使用される場合には、樹脂は通常粉末の形態である。

#### 【0006】

摩碎工程（a）において使用するのに適当な有機液体は、印刷インキ濃縮物の溶剤成分として通常使用されている液体、あるいはこのような成分と相容性のある液体である。液体は環境温度においては固体であるが、摩碎工程で生じる高められた温度においては液体であるような物質でありうる。適当な液体の例は、長鎖脂肪族アルコールすなわち少なくとも12個の炭素原子、たとえば12乃至20個の炭素原子を有する脂肪族アルコールたとえばラウリルアルコール（ドデシルアルコール）、トリデカノール、ミリスチルアルコール、セチルアルコール、マルガリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール；および少なくとも4個の炭素原子、たとえば4乃至20個の炭素原子を有する脂肪族カルボン酸たとえば酪酸、ヘキサン酸、n-オクタン酸、2-エチルヘキサン酸、ノナン酸、デカン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸などである。特に好ましい有機液体はセチルアルコール、ラウリルアルコールおよび2-エチルヘキサン酸である。

流動化剤は、摩碎工程（a）において粗金属フタロシアニンと一緒に摩碎することもできる。適当な流動化剤の例は、長鎖脂肪族アミンたとえば少なくとも10個の炭素原子、たとえば10乃至20個の炭素原子の鎖を1つまたはそれ以上有する長鎖脂肪族アミンのスルホン化金属フタロシアニン、特にスルホン化銅フタロシアニンとの塩である。

#### 【0007】

摩碎工程（a）によって製造される変性粗金属フタロシアニンは、一般に5乃至50ミクロンの粒子サイズである。これに対して、摩碎前の粗製フタロシアニンの粒子サイズは約10乃至100ミクロンである。-結晶型のフタロシアニンのパーセンテージは、摩碎によって一般に減少する。ただし、そのフタロシアニンと一緒に有機液体が摩碎にかけられた場合には、その減少の程度は低い。摩碎生成物は、一般にボールミル摩碎された中間生成物の特徴を示す。

#### 【0008】

摩碎工程（a）において樹脂が使用される場合には、それは通常、粗金属フタロシアニンの重量を基準にして、0.1乃至50重量%、好ましくは2乃至30重量%、特に好ましくは5乃至15重量%の量で使用されうる。摩碎工程（a）において有機液体が使用される場合には、それは通常、粗製フタロシアニンの重量を基準にして、0.1乃至20重量%の量で使用され、摩碎工程（a）の生成物は粉末の形状であり、ケーキまたはウェット形態にならないようにする。

#### 【0009】

本発明の方法の混練り工程（b）はバッチ式ニーダー中、または好ましくは、押出機、特に、たとえば1乃至30の混合ゾーン、より通常的には3乃至20の混合ゾーンを有する二軸・スクリュー押出機中において実施されうる。摩碎工程（a）によって得られた変性粗金属フタロシアニンは、インキビヒクルと混合して押出機に供給することができるし、あるいはまた、インクビヒクルを押出機へ別々に供給することもできる。インキビヒクルは、全部が前記した摩碎工程（a）において使用するのに適当であると記述した有機液体、すなわち印刷インキ濃縮物の溶剤成分として常用されている液体からなることができる。あるいはまた、そのような溶剤成分と相容性のある、環境温度において液体であるような液体からなることもできる。また、インキビヒクルは1種またはそれ以上のインキ溶剤、たとえば前記した1つまたはそれ以上の有機液体を、場合によっては1種またはそれ以

10

20

30

40

50

上のインキバインダーと共に、含有することができ、所望の場合には、さらにインキビヒクルの他の公知成分、たとえば常用添加剤を含有することができる。

【0010】

工程 (b) の 1 つの好ましい実施態様においては、摩碎工程 (a) によって得られた変性粗金属フタロシアニンは、有機液体たとえば摩碎工程 (a) において使用しうるものとして前記した 1 種またはそれ以上の有機液体と一緒に押出機に供給される。別の好ましい実施態様においては、摩碎工程 (a) によって得られた変性粗金属フタロシアニンと有機液体とは別々に押出機に供給される。いずれの実施態様の場合にも、インキビヒクルの残分は、第 1 混合ゾーンの前のまたは第 1 混合ゾーンの 1 つの入口を通じて押出機に供給するのが好ましい。

10

【0011】

インキビヒクルのインキ溶剤成分は、工程 (b) において、金属フタロシアニンの重量を基準にして、0.1 乃至 100 重量%、好ましくは 15 乃至 5 重量% の量で使用することができる。混練工程 (b) の実施温度、たとえば押出機のバレル温度は、20 乃至 200 、好ましくは 50 乃至 150 である。押し出し加工される材料に印加される剪断勾配は、スクリュー速度を調節ことによって調節することができる。一般的には、この剪断勾配は 300 乃至 20000 s<sup>-1</sup> であり、好ましくは 500 乃至 20000 s<sup>-1</sup> である。

【0012】

溶剤、バインダーおよびインキビヒクルの他の成分の種類は、製造したいインキ濃縮物のタイプによって一般に決定される。本発明の方法は、各種のタイプの印刷インキの濃縮物の製造に使用することができる。たとえば、リソグラフィンキ、凸版印刷インキ、フレキソグラフィックグラビア印刷インキ、シルクスクリーン印刷インキのための濃縮物を製造することができる。これらインキは有機溶剤ベース、あるいは水性溶剤ベースでありうる。

20

【0013】

溶剤としては、下記のものの 1 つまたはそれ以上が使用できる：

アルコール類たとえばメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、脂肪族炭化水素類たとえばヘキサン、ヘプタン、オクタン、および印刷インキ留出物として公知の高沸点鉱油、芳香族炭化水素類たとえばトルエンおよびキシレン、ステル類たとえば酢酸エチル、酢酸イソブチル、酢酸イソプロピル、酢酸アミルおよび 2 - エトキシエチルアセテート、グリコールエーテル類たとえば 2 - エトキシエタノールおよび 2 - n - ブトキシエタノール、ケトン類たとえばメチルエチレケトンおよびシクロヘキサン。

30

【0014】

バインダーとしては、下記のものの 1 つまたはそれ以上が使用できる：

通常可塑化熱可塑性プラスチック樹脂と混合された重合化ロジン、フェノール変性ロジンおよびマレイン酸変性ロジンを含むロジン、アルキド樹脂、アクリルポリマー、ニトロセルロース、ポリアミド、ポリスチレン、エポキシ樹脂。

【0015】

工程 (b) においてフタロシアニンと一緒に混練りしうる、またはインキ濃縮物の次の加工段階において添加しうるインキビヒクルの他の公知成分の例は、乾性油、乾燥剤、ワックス、酸化防止剤、界面活性剤、他の顔料特に白色顔料たとえば二酸化チタン、安定剤および特に分散剤と流動化剤などである。好ましい分散剤は長鎖カルボン酸、特にポリ(ヒドロキシカルボン酸)とその塩類である。好ましい流動化剤は、長鎖脂肪族アミン、たとえば少なくとも 10 個の炭素原子、たとえば 10 乃至 20 個の炭素原子の鎖を 1 つまたはそれ以上有する長鎖脂肪族アミンのスルホン化金属フタロシアニン、特にスルホン化銅フタロシアニンとの塩である。

40

【0016】

混練り工程 (b) においては、摩碎工程 (a) からの変性粗金属フタロシアニンと、それと一緒に混練りされるインキビヒクルとの相対的量は、混練り混合物、したがって製造されるインキ濃縮物が金属フタロシアニンを 20 乃至 80 重量%、好ましくは 30 乃至 70

50

重量%、特に好ましくは40乃至60重量%含有するよう選択されうる。混練り工程の生成物は、顔料型、主として-結晶型の金属フタロシアニンを含有するインキ濃縮物である。この濃縮物は、さらにインキビヒクルによって最終的なインキを得るように希釈することができる。または、この濃縮物は、中間希釈製品まで希釈することができ、この中間希釈製品は、供給品として、インキメーカーに出荷することができる。そして、さらにインキビヒクルによって希釈されて、最終的なインキとされる。本濃縮物の希釈は、常用方法を使用して実施することができる。

【0017】

本発明の方法は、金属フタロシアニンが銅フタロシアニンであるインキ濃縮物の製造に特に有用である。しかしながら、他の金属フタロシアニンたとえば亜鉛またはニッケルフタロシアニンあるいは塩素化および/または臭素化銅フタロシアニンを含有するインキ濃縮物の製造にも有用である。

【0018】

本発明の方法は、各種の印刷インキたとえばリソグラフィンキ、オフセット印刷インキ、凸版印刷インキ、水性インキおよび刊行物グラビア印刷インキ用のインキ濃縮物の製造に使用することができる。

以下の実施例によって本発明を説明する。実施例中の部とおよびパーセントは、特に別途記載のない限り、重量ベースである。

【0019】

実施例1

粗製銅フタロシアニン(CuPc)8570gとフェノール変性ロジン430gとを回転ボールミルに入れ、5時間摩碎してボールミル摩碎中間生成物(BMIと略記する)を得た。この摩碎された材料の結晶型は、48%が型であった。このBMIを同時回転二軸スクリュー押出機(MP 2030型; APV, Newcastle-under-Lyme、英国から入手可能)へ、セチルアルコールと共に、CuPcのセチルアルコールに対する比が3:1となるよう供給した。全粉末供給速度は0.9Kg $\text{hr}^{-1}$ であった。硬質ロジン約5部、印刷インキ留出物8.3部およびアルキド樹脂1.7部からなる印刷インキワニスを、液体として、押出機の第1ゾーンの前の位置に、ただ1つの入口を通じて0.6Kg $\text{hr}^{-1}$ の速度で供給した。押出機のバレル温度は110に、そしてスクリュ-速度は500rpm.に設定した。これによる印加剪断勾配は1674s $^{-1}$ である。濃縮物の排出温度は110乃至115であった。得られた印刷インキ濃縮物の顔料型CuPc含有量は43重量%であり、主として型であった。

4000rpm.の回転速度、60の温度において高速攪拌装置を20分間使用して、インキワニスをさらに加えて、この濃縮物の顔料分を25%に希釈した。このあと、このインキ濃縮物を10バールの圧力下において、3本ロールミルに通して混合物から空気を除去した。このあと、Muller分散装置を使用して、25%濃縮物を顔料分15%までさらに希釈した。最終的に得られたインキは優れた分散性、濃度、光沢および流れ特性を示した。

【0020】

実施例2

粗銅フタロシアニン(CuPc)8182gとフェノール変性ロジン818gとを回転ボールミルに入れ、10時間摩碎してBMIを得た。この摩碎された材料の結晶型は、62%が型であった。このBMIを、実施例1に記載したように、同時回転二軸スクリュー押出機にかけて混練りして、CuPc 42重量%を含有する濃縮物を製造した。前記実施例1に記載した仕方で希釈して最終インキを得た。この最終インキは優れた濃度、光沢、流れ特性および分散性を示した。

【0021】

実施例3

粗銅フタロシアニン(CuPc)8823gとセチルアルコール177gとを回転ボールミルに入れ、10時間摩碎してBMIを得た。この摩碎された材料の結晶型は、15%が

10

20

30

40

50

型であった。このB M Iを、実施例1に記載したように、同時回転二軸スクリュー押出機にかけて混練りして、顔料型C u P c 4 2 %を含有する濃縮物を製造した。実施例1に記載した仕方で希釈して最終インキを得た。その最終インキは優れた濃度、光沢、流れ特性および分散性を示した。

#### 【0022】

##### 実施例4

粗銅フタロシアニン(C u P c)8823gと2-エチルヘキサン酸177gとを回転ボールミルに入れ、10時間摩碎してB M Iを得た。この摩碎された材料の結晶型は12%が型であった。このB M Iを、実施例1に記載したように、同時回転二軸スクリュー押出機にかけて混練りして、顔料型C u P c 4 2 %を含有する濃縮物を製造した。実施例1に記載した仕方で希釈して最終インキを得た。その最終インキは優れた濃度、光沢、流れ特性および分散性を示した。

#### 【0023】

##### 実施例5

粗銅フタロシアニン(C u P c)8036g、フェノール変性硬質ロジン803gおよびセチルアルコール161gを回転ボールミルに入れ、10時間摩碎してB M Iを得た。この摩碎された材料の結晶型は16%が型であった。このB M Iを、実施例1に記載したように、同時回転二軸スクリュー押出機にかけて混練りして、顔料型C u P c 4 2 %を含有する濃縮物を製造した。実施例1に記載した仕方で希釈して最終インキを得た。その最終インキは優れた濃度、光沢、流れ特性および分散性を示した。

#### 【0024】

##### 実施例6

粗銅フタロシアニン(C u P c)8181gとマレイン酸変性硬質ロジン819gとを回転ボールミルに入れ、10時間摩碎してB M Iを得た。この摩碎された材料の結晶型は、62%が型であった。このB M Iを、実施例1に記載したように、同時回転二軸スクリュー押出機にかけて混練りした。顔料型C u P c 4 2 %を含有する濃縮物を製造した。実施例1に記載の方法で希釈して最終インキを得た。その最終インキは優れた濃度、光沢、流れ特性および分散性を示した。

#### 【0025】

##### 実施例7

粗銅フタロシアニン(C u P c)8181gと水素化木材ロジン(商品名は"Staybelite")819gとを回転ボールミルに入れ、10時間摩碎してB M Iを得た。この摩碎された材料の結晶型は、62%が型であった。このB M Iを、実施例1に記載したように、同時回転二軸スクリュー押出機にかけて混練りした。顔料型C u P c 4 2 %を含有する濃縮物を製造した。実施例1に記載の方法で希釈して最終インキを得た。その最終インキは優れた濃度、光沢、流れ特性および分散性を示した。

#### 【0026】

##### 実施例8

粗銅フタロシアニン(C u P c)8065g、フェノール変性硬質ロジン806gおよびZeneca社から商品名"Solsperse 5000"で供給されている変性銅フタロシアニン129gを回転ボールミルに入れ、10時間摩碎してB M Iを得た。この摩碎された材料の結晶型は62%が型であった。このB M Iを、同時回転二軸スクリュー押出機(実施例1記載のもの)へ、セチルアルコールに対するC u P cの比が3:1となるように、セチルアルコールと一緒に供給した。全粉末供給速度は1.45Kg $hr^{-1}$ であった。Zeneca社から商品名"Solsperse 17000"で供給されている超分散剤1部、印刷インキ留出物3.83部、硬質ロジン2.92部、アルキド樹脂1部からなる印刷インキワニスを、同時的に、押出機の第1混合ゾーンより前に、ただ1つの入口を通じて0.58Kg $hr^{-1}$ の速度で供給した。押出機のバレル温度は110℃に、そしてスクリュー速度は500rpmに設定した。この結果、印加剪断勾配は1674s $^{-1}$ である。濃縮物の排出温度は110乃至115℃であった。得られた印刷インキ濃縮物は顔料型C u P cを49%含有しており、主として型で

10

20

30

40

50

あった。実施例 1 に記載のごとく、この濃縮物を希釈して 25% 濃縮物とし、そのあと最終インキまで希釈した。得られたインキは優れた光沢、流れ特性、濃度および分散性を示した。

### 【0027】

#### 実施例 9

粗銅フタロシアニン (CuPc) 8823 g とセチルアルコール 177 g とを回転ボールミルに入れ、5 時間摩碎して BMI を得た。この摩碎された材料の結晶型は 15% が 型であった。この BMI を実施例 1 記載の同時回転二軸スクリュー押出機へ、セチルアルコールに対する CuPc の比が 4.5 : 1 となるように、追加のセチルアルコールと一緒に供給した。全粉末供給速度は 0.9 Kghr<sup>-1</sup> であった。硬質ロジン約 5 部、印刷インキ留出物 8.3 部、アルキド樹脂 1.7 部からなる印刷インキワニスを液体として、押出機の第 1 混合ゾーンより前に、ただ 1 つの入口を通じて 0.82 Kghr<sup>-1</sup> の速度で供給した。押出機のバレル温度は 110 に、そしてスクリュ - 速度は 500 rpm. に設定した。この結果、印加剪断勾配は 1674 s<sup>-1</sup> である。濃縮物の排出温度は 110 乃至 115 であった。得られた印刷インキ濃縮物は顔料型 CuPc を 43% 含有しており、主として 型であった。実施例 1 に記載のごとく、この濃縮物を希釈して 25% 濃縮物とし、そのあと最終インキまで希釈した。得られた最終のインキは優れた色濃度、光沢、分散性および流れ特性を示した。

### 【0028】

#### 実施例 10

CuPc 42 重量 % を含有するインキ濃縮物を、実施例 2 に記載したようにして製造した。得られた濃縮物を、その 59.72 部を下記成分からなる希釈剤を用いて希釈することによって顔料分 25% へ希釈した。

希釈剤組成 :

Alvco 1407 (Lawter International から入手可能な溶剤) 25.74 部

Terlon 3 (Lawter International から入手可能なアルキド樹脂) 11.08 部

Ink Oil 991 (Sun Lubricants から入手可能) 3.46 部

この 25% 濃厚液を、さらに上記と同じ希薄剤を用いて、Muller 分散装置を使用して、顔料分 15% に希釈した。これによって得られたインキは優れた色濃度、光沢、分散性および流れ特性を示した。

### 【0029】

#### 実施例 11

実施例 1 記載の方法で製造された BMI を、長さ : 直径の比が 40 : 1 である同時回転二軸スクリュー押出機 (MP065 型、APV、Newcastle-under-Lyme, 英国から入手可能) に、総粉末供給速度を 1 時間当り 21.89 Kg にして供給した。別のロス - イン - ウエイト (loss-in-weight) 型供給器を使用して、セチルアルコールを 1 時間当り 6.63 Kg の供給速度で押出機に供給した。実施例 1 記載の印刷インキワニスを、第 1 混合ゾーンの前に位置において、ただ 1 つの入口を通じて、押出機に 1 時間当り 19.01 Kg の供給速度で供給した。押出機のバレル温度は 110 に、そしてスクリュ - 速度は 600 rpm. に設定し、この結果、印加剪断勾配は 2009 s<sup>-1</sup> である。濃縮物の排出温度は 110 乃至 120 であった。得られた印刷インキ濃縮物は顔料型 CuPc を 42% 含有しており、主として 型であった。実施例 1 に記載のごとくにして顔料分 15% に希釈して、ヒートセットインキ系およびシート供給インキ系において優れた分散性、濃度、光沢および流れ特性を示すインキを得た。

### 【0030】

#### 実施例 12

実施例 1 を繰り返した。ただし、BMI のセチルアルコールに対する比を 6 : 1 とした。

得られたインキは、優れた濃度、光沢、分散性および流れ特性を示した。

### 【0031】

#### 実施例 13

10

20

30

40

50

粗銅フタロシアニン (CuPc) 8182 g とフェノール変性ロジン 818 g とを回転ボールミルに入れ、10時間摩碎してボールミル摩碎中間生成物 (BMI) を得た。この摩碎された材料の結晶型は 62 % が 型であった。この BMI を同時回転二軸スクリュー押出機 (MP2030型、APV、Newcastle-under-Lyme, 英国) へ、0.675 Kghr<sup>-1</sup> の粉末供給速度で供給した。また、第1混合ゾーンより前の位置でただ1つの入口を通じて、硬質ロジン 2.94 部、印刷インキ留出物 4.88 部、アルキド樹脂 1 部およびドデシルアルコール 3.31 部からなる印刷インキワニスを液体として 0.825 Kghr<sup>-1</sup> の速度で押出機へ供給した。押出機のバレル温度は 110 に、そしてスクリュ - 速度は 500 rpm. に設定した。この結果、印加剪断勾配は 1674 s<sup>-1</sup> である。濃縮物排出温度は 110 乃至 115 であった。得られた印刷インキ濃縮物は顔料型 CuPc を 43 % 含有しており、主として 型であった。この濃縮物に、さらに上記インキワニス (ただしドデシルアルコール成分は含まない) を加え、4000 rpm の速度、60 の温度において高速攪拌器を 20 分間使用して、上記濃縮物の顔料分を 25 % に希釈した。このあと、1 MPa の圧力下において 3 本ロールミルに通して、混合物から空気を除去した。Muller 分散装置を使用して、この 25 % 濃縮物をさらに顔料分 15 % まで希釈した。得られた最終インキは優れた分散性、濃度、光沢、流れ特性を示した。 10

#### 【0032】

##### 実施例 14

実施例 13 を繰り返した。ただし、インキワニスの組成は硬質ロジン 2.70 部、印刷インキ留出物 4.48 部、アルキド樹脂 1 部、ドデシルアルコール 1.28 部である。 20 得られた最終インキは、実施例 13 において得られた最終インキと同様な色学的特性を示した。

#### 【0033】

##### 実施例 15

粗銅フタロシアニン (CuPc) 8182 g とフェノール変性ロジン 818 g とを回転ボールミルに入れ、10時間摩碎してボールミル摩碎中間生成物 (BMI) を得た。この摩碎された材料の結晶型は 62 % が 型であった。この BMI を同時回転二軸スクリュー押出機 (MP2030型、APV、Newcastle-under-Lyme, 英国) へ、1.0 Kghr<sup>-1</sup> の粉末供給速度で供給した。また、第1混合ゾーンより前の位置でただ1つの入口を通じて、硬質ロジン 2.94 部、印刷インキ留出物 1.94 部、アルキド樹脂 1 部およびドデシルアルコール 1.42 部からなる印刷インキワニスを液体として 1.0 Kghr<sup>-1</sup> の速度で押出機へ供給した。押出機のバレル温度は 110 に、そしてスクリュ - 速度は 500 rpm. に設定した。この結果、印加剪断勾配は 1674 s<sup>-1</sup> である。濃縮物の排出温度は 110 乃至 115 であった。得られた印刷インキ濃縮物は顔料型 CuPc を 45 % 含有しており、主として 型であった。この濃縮物を、圧力 1 MPa, 温度 40 の 3 本ロールミルに通した。次に、この濃縮物に、さらに上記インキワニス (ただしドデシルアルコール成分は含まない) を加え、5000 rpm の速度、60 の温度において高速攪拌機を 20 分間使用して顔料分を 15 % に希釈した。得られた最終インキは優れた濃度、光沢、流れ特性および分散特性を示した。 30

---

フロントページの続き

(74)代理人 100091889  
弁理士 藤野 育男

(74)代理人 100101498  
弁理士 越智 隆夫

(74)代理人 100096688  
弁理士 本宮 照久

(74)代理人 100102808  
弁理士 高梨 憲通

(74)代理人 100104352  
弁理士 朝日 伸光

(74)代理人 100107401  
弁理士 高橋 誠一郎

(74)代理人 100106183  
弁理士 吉澤 弘司

(72)発明者 ロバート ラングレイ  
イギリス国, スコットランド, ジー77 5エーティー, グラスゴウ, ニュートン ミーンズ, チ  
エヴィオット ドライヴ 22

(72)発明者 ポール カーウィン  
イギリス国, スコットランド, ピーエー11 3エスエックス, レンフリューシャイアー, ブリッジ  
オブ ウィア, ファイス アヴェニュー 5

(72)発明者 アーサー スターク ウォールス  
イギリス国, スコットランド, ケーエー1 2イーエヌ, キルマーノック, ビーチ アヴェニュー  
10

(72)発明者 ケンネス グラント デイケス  
イギリス国, スコットランド, ジー76 8エヌエックス, グラスゴウ, クラークストン, モンテ  
イス ドライヴ 107

審査官 山田 泰之

(56)参考文献 特開平02-294365 (JP, A)  
特開昭48-017530 (JP, A)  
特公昭55-006670 (JP, B1)  
特開平07-070497 (JP, A)  
国際公開第95/017473 (WO, A1)  
特開昭61-163978 (JP, A)  
相原次郎他2名編, 産業技術図書シリーズ 印刷インキ技術, (株)シーエムシー, 1984年  
10月30日, 第2刷, p109-115

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09D 17/00