

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5236253号
(P5236253)

(45) 発行日 平成25年7月17日 (2013. 7. 17)

(24) 登録日 平成25年4月5日 (2013. 4. 5)

(51) Int. Cl.

F I

C O 9 D 17/00 (2006. 01)

C O 9 D 17/00

C O 9 D 11/00 (2006. 01)

C O 9 D 11/00

B 4 1 M 5/00 (2006. 01)

B 4 1 M 5/00

E

B 4 1 J 2/01 (2006. 01)

B 4 1 M 5/00

A

B 4 1 J 3/04 1 O 1 Y

請求項の数 12 (全 31 頁)

(21) 出願番号 特願2007-287205 (P2007-287205)

(22) 出願日 平成19年11月5日 (2007. 11. 5)

(65) 公開番号 特開2009-114280 (P2009-114280A)

(43) 公開日 平成21年5月28日 (2009. 5. 28)

審査請求日 平成22年11月5日 (2010. 11. 5)

(73) 特許権者 000208743

キヤノンファインテック株式会社

埼玉県三郷市谷口717

(74) 代理人 100098707

弁理士 近藤 利英子

(72) 発明者 山本 智也

茨城県常総市坂手町5540-11 キヤ
ノンファインテック株式会社内

(72) 発明者 大川 隆行

茨城県常総市坂手町5540-11 キヤ
ノンファインテック株式会社内

(72) 発明者 千頭和 淳子

茨城県常総市坂手町5540-11 キヤ
ノンファインテック株式会社内

最終頁に続く

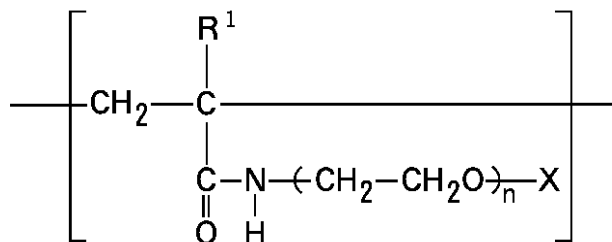
(54) 【発明の名称】 顔料分散液、インクジェット記録用インク、インクジェット記録方法、インクカートリッジおよびインクジェット記録装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

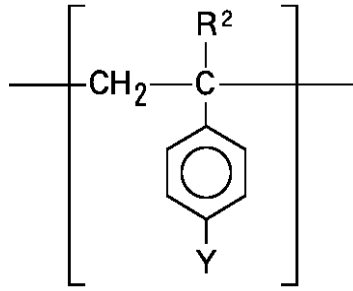
高分子分散剤、顔料、および水から主としてなる顔料分散液において、前記顔料が前記高分子分散剤でカプセル化されており、該高分子分散剤が、少なくとも疎水性ユニットと親水性ユニットからなり、該疎水性ユニットが少なくとも1種の疎水性モノマーからなるブロック部を有し、該ブロック部が下記一般式(2)の繰り返し単位構造からなるブロック部であり、該親水性ユニットが少なくとも下記一般式(1)のアクリルアミド構造の繰り返し単位構造を有する共重合体であることを特徴とする顔料分散液。

一般式(1)



(式中、R¹は水素原子またはメチル基を、Xは水素原子または炭素数1から4のアルキル基を表し、nは1から10である。)

一般式 (2)



(式中、 R^2 は水素原子またはメチル基を、 Y は $-R^3$ 、 $-OR^3$ または $-COOR^3$ を表す。ここで R^3 は炭素数1から18のアルキル基を表す。)

10

【請求項2】

前記顔料が、C.I.ピグメントイエロー3、74、93、95、109、120、128、138、151、175、183、184；C.I.ピグメントレッド12、122、184、202；C.I.ピグメントバイオレット19、32；C.I.ピグメントブルー15：1、15：2、15：3、15：4、15：6、16；C.I.ピグメントグリーン7；およびC.I.ピグメントブラック1、7、10、31、32からなる群から選ばれる少なくとも1種である請求項1に記載の顔料分散液。

【請求項3】

前記親水性ユニットが、アニオン性の親水基を有するセグメントを有している請求項1または2に記載の顔料分散液。

20

【請求項4】

前記親水性ユニットが、前記一般式(1)の繰り返し単位構造からなるブロック部とアニオン性の親水基を有するセグメントのブロック部とを有している請求項3に記載の顔料分散液。

【請求項5】

前記高分子分散剤が、前記一般式(2)の繰り返し単位構造からなるブロック部、前記一般式(1)の繰り返し単位構造からなるブロック部およびアニオン性の親水基を有するセグメントのブロック部の順番で少なくとも構成されている請求項4に記載の顔料分散液。

【請求項6】

カルシウムイオンおよび/またはマグネシウムイオンを含み、これらのイオンが総量(A)で、前記高分子分散剤(B)に対してA：Bが1：100000以上1：100以下の質量比の範囲で含有されている請求項1から5のいずれか1項に記載の顔料分散液。

30

【請求項7】

カルシウムイオンおよび/またはマグネシウムイオンを含み、これらのイオンが総量(A)で、前記高分子分散剤(B)に対してA：Bが1：20000以上1：200以下の質量比の範囲で含有されている請求項1から5のいずれか1項に記載の顔料分散液。

【請求項8】

請求項1から7のいずれか1項に記載の顔料分散液と、少なくとも水溶性有機溶剤とを混合させてなることを特徴とするインクジェット記録用インク。

40

【請求項9】

インクにエネルギーを与えて、該インクを飛翔させて被記録材に付与して行うインクジェット記録方法において、上記インクが、請求項8に記載のインクジェット記録用インクであることを特徴とするインクジェット記録方法。

【請求項10】

前記エネルギーが、熱エネルギーである請求項9に記載のインクジェット記録方法。

【請求項11】

インクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジにおいて、該インクが請求項8に記載のインクジェット記録用インクであることを特徴とするインクカートリッジ。

【請求項12】

50

インクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジと、該インクを吐出させるためのヘッド部とを備えたインクジェット記録装置において、該インクが請求項 8 に記載のインクジェット記録用インクであることを特徴とするインクジェット記録装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、顔料分散液、インクジェット記録用インク（以下単に「インク」という場合がある）、インクジェット記録方法、インクカートリッジおよびインクジェット記録装置に関する。さらに詳しくは、保存安定性が高く、印字画像の定着性と堅牢性が良好でインクジェット記録に適した色材分散体タイプの顔料分散液、水性インクジェット記録用インク、該インクを用いたインクジェット記録方法、インクカートリッジおよびインクジェット記録装置に関する。

10

【背景技術】

【0002】

従来、印刷インクの着色剤として、耐水性や耐光性などの堅牢性に優れた顔料などの水不溶性色材が広く用いられている。しかし、水不溶性色材を水性インクの色材として用いるためには、水性媒体中に水不溶性色材を安定して分散させることが要求される。そのため、高分子化合物や界面活性剤などの分散剤を添加して水不溶性色材を水性媒体中に均一に分散させた色材分散体タイプの水性インクが使用されている。

20

【0003】

近年、インクジェット記録用途においても、画像堅牢性の面からこの色材分散体タイプの水性インクをインクジェット記録用インクとして使用するようになってきている。インクジェット記録においては、紙面上でのインクの定着性や記録画像の耐水性を向上させるために、インク中の色材粒子に凝集機能や水不溶化機能を持たせる試みがとられている。しかしながら、このような機能を色材粒子に持たせることによって、インク中での色材の分散安定性が低下することになり、インクの保存中に色材粒子が凝集して濃度むらや沈降が発生しやすくなる、インクジェット装置のノズル先端部でインクの乾燥による目詰まりが発生し、インクの吐出安定性が低下しやすくなるなどという問題点を持つ。

【0004】

上記問題点を解決するために、特許文献 1、2 および 3 では親水性セグメントとして特定構造のアクリル系モノマー構造を有するブロックポリマーが提案されているが、これらのポリマーではポリマーを構成する親水性のモノマー構造部の被記録材に対する親和性が不十分なため、該ポリマーをインクに使用した際にはインク定着性や耐擦過性などの画像堅牢性は十分に満足できるレベルではない。さらに、産業用途における長期にわたる連続印字が要求される用途において、上記ブロックポリマーを含むインクの吐出安定性が大きく低下してしまうという課題がある。

30

【0005】

また、特許文献 4 では、高分子分散剤とウレタン樹脂とを含有するインクが提案されているが、該インクは、長期保存時や高温保存時の色材の分散安定性が大きく低下する問題点を有し、さらに産業用途における長期にわたる連続印字が要求される用途において、インクの吐出安定性が大きく低下してしまう。また、このようなインクを熱エネルギーでインクを飛翔させるインクジェット記録装置に使用すると、発熱により色材粒子が激しく凝集して、インクを吐出できなくなるという問題も有する。

40

【特許文献 1】特開平 4 - 227668 号公報

【特許文献 2】特開平 5 - 179183 号公報

【特許文献 3】特開 2005 - 177756 号公報

【特許文献 4】特開 2006 - 282760 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

50

本発明の目的は、上記問題点に鑑みて為されたもので、定着性や耐擦過性などの堅牢性が高く品位に優れた画像をどのような場合でも長期にわたって安定して記録することのできる顔料分散液を提供することであり、さらには堅牢性と品位に優れた画像を記録し得るインクジェット記録用インクとインクジェット記録方法、およびこのようなインクを含むインクカートリッジおよびインクジェット記録装置を提供することにある。

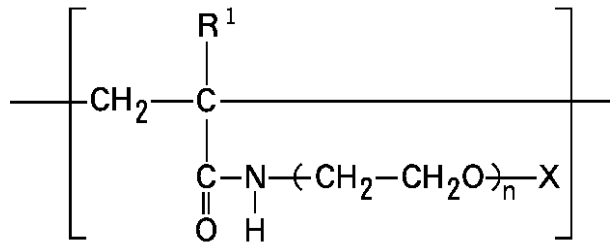
【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討した結果、以下の発明によって上記課題が解決できることを見出した。

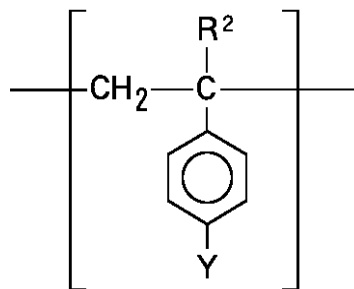
すなわち、本発明は、高分子分散剤、顔料、および水から主としてなる顔料分散液において、前記顔料が前記高分子分散剤でカプセル化されており、該高分子分散剤が、少なくとも疎水性ユニットと親水性ユニットからなり、該疎水性ユニットが少なくとも1種の疎水性モノマーからなるブロック部を有し、該ブロック部が下記一般式(2)の繰り返し単位構造からなるブロック部であり、該親水性ユニットが少なくとも下記一般式(1)のアクリルアミド構造の繰り返し単位構造を有する共重合体であることを特徴とする顔料分散液を提供する。

一般式(1)



(式中、 R^1 は水素原子またはメチル基を、 X は水素原子または炭素数1から4のアルキル基を表し、 n は1から10である。)

一般式(2)



(式中、 R^2 は水素原子またはメチル基を、 Y は $-\text{R}^3$ 、 $-\text{OR}^3$ または $-\text{COOR}^3$ を表す。ここで R^3 は炭素数1から18のアルキル基を表す。)

【0008】

上記本発明の顔料分散液においては、前記顔料が、C.I.ピグメントイエロー3、7、4、93、95、109、120、128、138、151、175、183、184；C.I.ピグメントレッド12、122、184、202；C.I.ピグメントバイオレット19、32；C.I.ピグメントブルー15：1、15：2、15：3、15：4、15：6、16；C.I.ピグメントグリーン7；およびC.I.ピグメントブラック1、7、10、31、32からなる群から選ばれる少なくとも1種であること；親水性ユニットが、アニオン性の親水基を有するセグメントを有していること；親水性ユニットが、前記一般式(1)の繰り返し単位構造からなるブロック部とアニオン性の親水基を有するセグメントのブロック部とを有していること；高分子分散剤が、前記一般式(2)の繰り返し単位構造からなるブロック部、前記一般式(1)の繰り返し単位構造からなるブロック部およびアニオン性の親水基を有するセグメントのブロック部の順番で少なくとも構成されていること；およびカルシウムイオンおよび/またはマグネシウムイオンを含み、これらのイオンが総量(A)で、前記高分子分散剤(B)に対してA：Bが1：10000以上1：100以下の質量比の範囲で含有されていることが好ましい。前記A：Bは1

： 2 0 0 0 0 以上 1 : 2 0 0 以下の質量比の範囲であることがより好ましい。

【 0 0 0 9 】

また、本発明は、上記顔料分散液と、少なくとも水溶性有機溶剤とを混合させてなることを特徴とするインクジェット記録用インクを提供する。

【 0 0 1 0 】

また、本発明は、インクにエネルギーを与えて、該インクを飛翔させて被記録材に付与して行うインクジェット記録方法において、上記インクが、前記本発明のインクであることを特徴とするインクジェット記録方法を提供する。該記録方法においては、エネルギーが、熱エネルギーであることが好ましい。

【 0 0 1 1 】

また、本発明は、インクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジにおいて、該インクが上記本発明のインクジェット記録用インクであることを特徴とするインクカートリッジ；およびインクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジと、該インクを吐出させるためのヘッド部とを備えたインクジェット記録装置において、該インクが上記本発明のインクであることを特徴とするインクジェット記録装置を提供する。

【発明の効果】

【 0 0 1 2 】

上記本発明によれば、高い堅牢性を有し品位に優れた画像をどのような場合でも長期にわたって安定して記録することのできる顔料分散液、およびインクを提供することができ、さらには堅牢性と品位とに優れた画像を記録し得るインクとインクジェット記録方法、インクカートリッジおよびインクジェット記録装置を提供することができる。

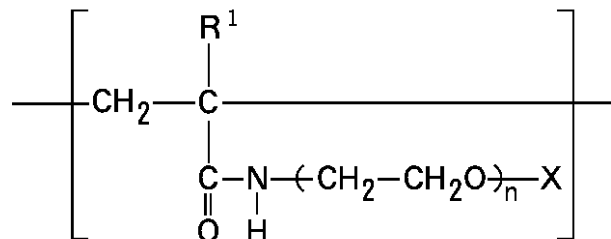
【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 1 3 】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明者らは、高分子分散剤、顔料、および水から主としてなる顔料分散液において、上記高分子分散剤として、少なくとも疎水性ユニットと親水性ユニットとからなり、該疎水性ユニットが少なくとも１種の疎水性モノマーからなるブロック部を有し、該親水性ユニットが少なくとも下記一般式（１）のアクリルアミド構造の繰り返し単位構造を有する共重合体を使用し、上記顔料として、Ｃ．Ｉ．ピグメントイエロー３、７４、９３、９５、１０９、１２０、１２８、１３８、１５１、１７５、１８３、１８４；Ｃ．Ｉ．ピグメントレッド１２、１２２、１８４、２０２；Ｃ．Ｉ．ピグメントバイオレット１９、３２；Ｃ．Ｉ．ピグメントブルー１５：１、１５：２、１５：３、１５：４、１５：６、１６；Ｃ．Ｉ．ピグメントグリーン７；およびＣ．Ｉ．ピグメントブラック１、７、１０、３１、３２からなる群から選ばれる少なくとも１種を使用することで、高い堅牢性を有し品位に優れた画像をどのような場合でも安定して記録することが可能なインクとすることができる顔料分散液が提供されることを見出した。

一般式（１）



（式中、 R^1 、 X 、 n は前記定義の通りである。）

【 0 0 1 4 】

本発明で用いる高分子分散剤は、その疎水性ユニットが顔料と良好な親和性を持つ疎水性モノマーからなるブロック部を含有するため、高分子分散剤が顔料を安定的にカプセル化した顔料粒子の安定性が向上される。さらに、高分子分散剤の親水性ユニットが分散媒である水と親和性の高いエチレンオキシドを有するアクリルアミド構造の繰り返し単位構造を有することで、カプセル化顔料粒子の安定性がより向上し、インクの長期保存安定性

や吐出安定性が向上されると考えられる。特にこれらの効果はそれぞれのユニットの構造をブロック化させることでさらに向上される。また、顔料として特定構造の顔料を使用することで、高分子分散剤と顔料との親和性が最良になることで、より安定的に顔料粒子がカプセル化されるようになり、インク中の水分が蒸発するインク濃縮時においても良好な顔料の分散安定性を発揮することが可能となる。これらの効果は、高分子分散剤の疎水性ユニットに顔料とより親和性の高い芳香族炭化水素基を含有する特定構造のブロック部を有させることで、さらに向上させることが可能となる。

【 0 0 1 5 】

また、高分子分散剤の親水性ユニットが、顔料分散液（インク）中の水や水溶性有機溶媒と親和性の高いエチレンオキシド構造を有することから、インクが被記録材表面だけに残ることなく、画像濃度や滲み性の低下を招かない範囲でインクの浸透とともに適度に被記録材内部に浸透することが可能となり、さらに上記親水性ユニットが、被記録材と親和性の高いアミド構造を合わせ持つことから、記録画像と被記録材との密着性が最良となり、インクの定着性や記録画像の耐擦過性などの堅牢性が大きく向上されると考えられる。また、顔料として特定構造の顔料を使用することで高分子分散剤の疎水性モノマーからなるブロック部と顔料との親和性が強くなり、より安定なカプセルが形成され、記録後の画像においてもこのカプセル状態が維持される。このように高分子分散剤が顔料を強固に被覆していることにより、顔料粒子の一部が露出しているような場合に比べ、インクの定着性や記録画像の耐擦過性などの堅牢性がよりいっそう向上されると考えられる。芳香族炭化水素基を含有する特定構造のブロック部を高分子分散剤の疎水性ユニットに有する場合は、さらにこの効果が向上されるようになる。

【 0 0 1 6 】

これらの効果により、カプセル化顔料粒子の被記録材内部への浸透による発色性低下がなく、良好な画像堅牢性や定着性を達成でき、かつインクの長期保存時の安定性を向上させるとともに、インクジェット記録装置に使用する際に必ず発生するノズル先端部でのインク濃縮のように、インク組成が大きく変化する場合においても、顔料粒子の分散安定性が低下することなく、インクの安定な吐出が可能になる。さらに、インクジェットノズルのクリーニング回復動作を頻繁に行うことのできないラインヘッドを有するインクジェット装置の場合においても、ノズル周辺部へのカプセル化顔料粒子の付着が抑制できるため、インクの不吐出や印字ヨレが発生しにくく、長期にわたって良好な連続印字性能を達成できる。

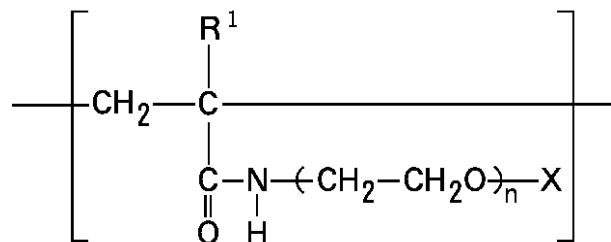
【 0 0 1 7 】

以下、本発明の顔料分散液の構成材料についてさらに詳細に説明する。

（高分子分散剤）

本発明に使用する高分子分散剤は、少なくとも疎水性ユニットと親水性ユニットとからなるものであり、疎水性ユニットが少なくとも1種の疎水性モノマーからなるブロック部を有し、親水性ユニットが少なくとも下記一般式（1）のアクリルアミド構造の繰り返し単位構造を有する共重合体である。

一般式（1）



上記一般式（1）において、 R^1 は水素原子またはメチル基を、 X は水素原子または炭素数1から4のアルキル基を、好ましくは水素原子またはメチル基を表し、 n は1から10、好ましくは1から6である。

上記モノマー構造の繰り返し単位数としては、10から200、好ましくは20から150、より好ましくは20から100であると、カプセル化顔料粒子の分散安定性と被記

10

20

30

40

50

録材上でのインクの定着性がより向上するため望ましい。

【 0 0 1 8 】

上記一般式 (1) の構造を形成するために使用するモノマーとしては、例えば、N - (2 - ヒドロキシエチル) アクリルアミド、N - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ) エチル) アクリルアミド、N - (2 - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ) エトキシ) エチル) メタクリルアミド、N - (メトキシエチル) アクリルアミド、N - (2 - (2 - エトキシエトキシ) エチル) アクリルアミド、N - (2 - (2 - (2 - ブトキシエトキシ) エトキシ) エチル) メタクリルアミドおよび N - (2 - (2 - (2 - (2 - (2 - (2 - メキシエトキシ) エトキシ) エトキシ) エトキシ) エトキシ) エチル) メタクリルアミドなどが挙げられる。これらは単独でも 2 種以上を組み合わせ使用することも可能である。

10

【 0 0 1 9 】

高分子分散剤の疎水性ユニットとしては、少なくとも 1 種の疎水性モノマーからなるブロック部を有していればよく、2 種以上の疎水性モノマーが含有されている場合でもこれらの疎水性モノマーのみで構成されている疎水性のブロックであれば、それぞれの疎水性モノマー同士の結合がランダム状態でもブロック状態でも使用できるが、好ましくはそれぞれの疎水性モノマーがブロック状態で構成されているものがより安定なカプセル化顔料粒子を形成できるため望ましい。疎水性モノマーからなるブロック部の疎水性モノマーの繰り返し単位としては、2 種以上の疎水性モノマーで構成されている場合は、それらの疎水性モノマーの繰り返し単位の総数として、10 から 200、好ましくは 20 から 150、より好ましくは 20 から 100 であると、高分子分散剤と顔料との親和性が良好になるため望ましい。また、疎水性モノマーの繰り返し単位数 (a) と上記一般式 (1) のモノマー構造の繰り返し単位数 (b) の比が a / b が、0 . 1 から 10、好ましくは 0 . 5 から 5 の範囲にあると、カプセル化顔料粒子の分散安定性と被記録材上でのインクの定着性がともに向上するため望ましい。

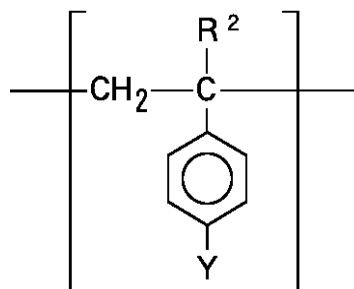
20

【 0 0 2 0 】

疎水性モノマーとしては、前記親水性ユニットを構成するアクリルアミド構造のモノマーと共重合可能なモノマーであれば使用できるが、疎水性の置換基を有するビニルモノマーが好ましい。中でも、下記一般式 (2) の繰り返し単位構造を構成させるモノマーが、高分子分散剤と顔料との親和性がより向上し安定なカプセル化顔料粒子を形成できるため望ましい。

30

一般式 (2)



上記一般式 (2) における R² は水素原子またはメチル基であるのが好ましく、Y は - R³、- O R³ または - C O O R³ であるのが好ましい。ここで R³ は炭素数 1 から 18 のアルキル基であるのが好ましい。このようなモノマーとしては、例えば、1 - メチル - 4 - ビニルベンゼン、1 - エチル - 4 - (プロペン - 2 - イル) ベンゼン、1 - ブチル - 4 - (プロペン - 2 - イル) ベンゼン、1 - ドデシル - 4 - (プロペン - 2 - イル) ベンゼン、4 - メトキシ - ビニルベンゼン、4 - ブトキシ - ビニルベンゼン、メチル - 4 - ビニルベンゾエート、ブチル - 4 - ビニルベンゾエート、ドデシル - 4 - ビニルベンゾエート、ヘキサデシル - 4 - ビニルベンゾエート、オクタデシル - 4 - ビニルベンゾエートなどが挙げられる。これらは単独でも 2 種以上を組み合わせ使用することも可能である。

40

【 0 0 2 1 】

また、高分子分散剤の親水性ユニットとしては、前記一般式 (1) の構造を有するモノマー単位を含有すれば、その他の疎水性置換基や親水性置換基を有するモノマー構造を併

50

有していることも可能であるが、親水性置換基を有するモノマー構造のものが、顔料の分散安定性がより向上するため好ましい。このような併有するモノマーとしては、親水性置換基としてアニオン性の親水基を有するものが、より顔料の分散安定性が向上するため好ましく、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、マレイン酸、フマル酸、スチレンスルホン酸、スチレンカルボン酸、モノ - (2 - アクリロイロキシ - 1 - メチル - エチル) フタレートなどが挙げられ、中でもアクリル酸、メタクリル酸が重合性の点で好ましい。これらは単独または2種以上を混合して使用することができる。この際、親水性ユニットが、前記一般式(1)の繰り返し単位構造からなるブロック部とアニオン性の親水基を有するセグメントのブロック部とで構成されていると、被記録材上でのカプセル化顔料粒子の定着性がよりいっそう良好となり望ましい。特に、高分子分散剤が、一般式(2)の繰り返し単位構造からなるブロック部、一般式(1)の繰り返し単位構造からなるブロック部およびアニオン性の親水基を有するセグメントのブロック部の順番で少なくとも構成されていると、カプセル化顔料粒子の分散安定性と被記録材上でのインクの定着性が最良となりより望ましい。

10

【0022】

本発明に使用する高分子分散剤は、上記モノマー類をラジカル重合やアニオン重合などの常法の重合方法で得ることができ、特にリビングラジカル重合などが好適に用いられる。リビングラジカル重合法を用いることにより長さ(分子量)を正確に揃えた共重合体やブロック共重合体が作製可能である。これらの高分子分散剤は、重量平均分子量で3,000から50,000の範囲にあるのが好ましく、より好ましくは5,000から30,000の範囲である。得られた高分子分散剤の同定は、NMRやIRによる官能基の定性・定量や各種クロマトグラフィーによる解析などで行うことが可能である。

20

【0023】

高分子分散剤がアニオン性親水基を有する場合、高分子分散剤の酸価としては、好ましくは10~150mg KOH/g、より好ましくは30~100mg KOH/gであると、印字画像の定着性と発色性の面で望ましい。また、高分子分散剤のアニオン性親水基は、アルカリで中和されていることが必要であるが、未中和のアニオン性親水基が含有されていても使用でき、中和度として好ましくは50から100mol%、より好ましくは80から100mol%であると、インクの吐出性の低下が起りにくいため望ましい。アニオン性親水基の中和方法は、アニオン性親水基を含有するビニルモノマーをアルカリで先に中和してから重合する方法やアニオン性親水基を含有するビニルモノマーを重合してからアルカリで後から中和する方法のいずれも可能であるが、モノマーの重合面から後から中和する方法が好ましい。この中和に使用するアルカリとしては、リチウムイオン、ナトリウムイオン、カリウムイオンなどのアルカリ金属類のイオンなど、アンモニア、モノエタノールアミン、トリエタノールアミンなどのアミン類が挙げられ、カリウムイオンの場合にインクの吐出性がより向上するため好ましい。具体例としては、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化リチウム、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸リチウムなどが挙げられる。なお、本発明での高分子分散剤の酸価は、日本工業規格JIS-K0070に記載の酸価測定方法に準じて測定した値を示す。

30

【0024】

顔料分散液中における高分子分散剤の含有量は、顔料分散液全質量の好ましくは0.5から30質量%、より好ましくは1.0から20質量%の範囲であり、インク中での含有量はインク全質量の好ましくは0.1から15質量%、より好ましくは0.5から10質量%の範囲である。

40

【0025】

(顔料)

本発明に使用する顔料は、C.I.ピグメントイエロー3、74、93、95、109、120、128、138、151、175、183、184;C.I.ピグメントレッド12、122、184、202;C.I.ピグメントバイオレット19、32;C.I.ピグメントブルー15:1、15:2、15:3、15:4、15:6、16;C.I.

50

・ピグメントグリーン 7；および C・I・ピグメントブラック 1、7、10、31、32 からなる群から選ばれる少なくとも 1 種が使用される。これらの顔料は、単独で使用する以外に、2 種以上組み合わせて使用することもできる。また、これらの顔料以外に、他の顔料を全顔料の総質量に対して 5 % 以下の範囲内で添加することも可能である。

【0026】

これら顔料の顔料分散液中の含有量は、顔料分散液全質量に対して、好ましくは 0.5 ~ 30 質量%、より好ましくは 1.0 ~ 20 質量%であり、インク中での含有量は、インク全質量に対して、好ましくは 0.1 ~ 15 質量%、より好ましくは 0.5 ~ 10 質量%である。インク中での顔料の量が 0.1 質量%未満では十分な画像濃度が得にくい場合があり、顔料の量が 15 質量%を超えると、ノズルにおける目詰りなどによる吐出安定性の低下が起こる場合がある。また、顔料と上記高分子分散剤との含有比率は、固形分質量比で好ましくは 10 : 1 ~ 1 : 3、より好ましくは 5 : 1 ~ 1 : 2 であると、印字画像の定着性や堅牢性とインクの吐出安定性や保存安定性の面から望ましい。

10

【0027】

また、これらの顔料が、顔料分散液中で高分子分散剤と形成するカプセル化顔料粒子の平均粒子径は、好ましくは 50 nm 以上 200 nm 以下の範囲、より好ましくは 50 nm 以上 150 nm 以下が好ましい。カプセル化顔料粒子の平均粒子径がこの範囲にあればインクの吐出安定性がさらに向上し、また、印字画像の発色性も良好になる。本発明での粒子径はレーザー光散乱法を用いて測定した値を使用している。

20

【0028】

また、本発明の顔料分散液の分散媒体である水は、特に限定されず、水道水、脱イオン水、イオン交換水、純水などであり、脱イオン水が好ましい。水の使用量は、顔料濃度が前記の範囲になる割合である。

以上が本発明の顔料分散液を主として構成する材料であるが、これらに加えて水溶性有機溶媒も使用するのが好ましい。本発明の顔料分散液に使用する水溶性有機溶媒としては、水溶性の有機溶媒であればいずれも使用することができ、2 種以上の水溶性有機溶媒の混合溶媒としても使用できる。

【0029】

好ましい水溶性有機溶媒の具体例としては、メチルアルコール、エチルアルコール、n - プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n - ブチルアルコール、sec - ブチルアルコール、tert - ブチルアルコールなどの低級アルコール類；エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、1, 2 - ブタンジオール、1, 3 - ブタンジオール、1, 4 - ブタンジオール、チオジグリコール、1, 4 - シクロヘキサジオールなどのジオール類；1, 2, 4 - ブタントリオール、1, 2, 6 - ヘキサントリオール、1, 2, 5 - ペンタントリオールなどのトリオール類；トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、ネオペンチルグリコール、ペンタエリスリトールなどのヒンダードアルコール類；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、エチレングリコールモノイソプロピルエーテル、エチレングリコールモノアリルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリ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、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルなどのグリコールエーテル類；グリセリン、ジメチルスルホキシド、グリセリンモノアリルエーテル、ポリエチレングリコール、N - メチル - 2 - ピロリドン、2 - ピロリドン、 γ - ブチロラクトン、1, 3 - ジメチル - 2 - イミダゾリジノン、スルフォラン、 γ - ジヒドロキシエチルウレア、ウレア、アセトニルアセトン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、メチルエチルケトン、アセトン、ジアセトンアルコールなどである。

30

40

【0030】

以上の成分以外に、界面活性剤、pH 調整剤、酸化防止剤、防黴剤などの各種の添加剤

50

を添加してもよい。

【 0 0 3 1 】

また、顔料分散液中に、カルシウムイオンおよび／またはマグネシウムイオンを含有させると、顔料分散液の長期保存安定性やインクでの吐出安定性が向上するので好ましい。これは、高分子分散剤に２価の正電荷を有するカルシウムイオンやマグネシウムイオンが作用する橋かけ効果によって高分子分散剤同士の相互作用が向上し、カプセル化顔料粒子のカプセルの形状が安定化される。このため、インク加温時などのカプセル形状が不安定になりやすい場合においてもカプセル全体が均一な形状で維持されるため、カプセル表面の電荷状態の乱れが殆ど発生せずに、カプセル表面の電荷状態が均一に維持され、静電的な因子によるカプセル同士の凝集や会合が大きく低減されるようになるからと考えられる。

10

【 0 0 3 2 】

このようなカルシウムイオンやマグネシウムイオンの顔料分散液中の含有量としては、カルシウムイオンとマグネシウムイオンの総量（Ａ）が、高分子分散剤（Ｂ）に対する質量比で好ましくはＡ：Ｂが１：１００００以上１：１００以下の範囲、より好ましくはＡ：Ｂが１：２０００以上１：２００以下の範囲であると、顔料分散液の保存安定性がより向上するため望ましい。カルシウムイオンとマグネシウムイオンの含有量が上記範囲より少ないと顔料分散液の保存安定性の向上効果が少なくなる場合や、上記範囲よりも多いとノズルの目詰まりが発生しやすくなる場合もある。顔料分散液中に添加するのに好ましいカルシウムイオンやマグネシウムイオンの具体例としては、塩化カルシウム、塩化マグネシウム、硝酸カルシウム、硝酸マグネシウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム、酸化カルシウムおよび酸化マグネシウムなどが挙げられる。

20

本発明の顔料分散液は、従来公知の顔料分散技術により、水中に前記高分子分散剤を用いて顔料を分散させることで得られる。好ましい製造方法としては、前記高分子分散剤を好ましくはメチルエチルケントン、アセトン、メタノール、エタノール、テトラヒドロフランなどの有機溶剤に溶解して溶液（濃度１～３０質量％）とし、該溶液と前記顔料とを前記の固形分比率で十分に混練して顔料を分散させるとともに、顔料粒子を高分子分散剤で被覆し、その後溶剤を留去する。得られた混合物をフレーク、シート、粉体などの形状とし、これを適当量のアルカリ物質を含む適当量の水に加えて攪拌することによって本発明の顔料分散液が得られる。

30

【 0 0 3 3 】

本発明のインクジェット記録用インクは、上記顔料分散液と、少なくとも水溶性有機溶剤とを混合させることで得られるインクである。本発明のインクジェット記録用インクで使用する水溶性有機溶剤は、上記顔料分散液の項で記載したものが好適に使用できる。これらの中でも、沸点が１２０以上の水溶性有機溶媒を使用すると、ノズル先端部でのインク濃縮が抑制されるため好ましい。これらの水溶性有機溶媒のインク中に占める割合は、インク全質量の好ましくは５から５０質量％、より好ましくは１０から３０質量％である。

【 0 0 3 4 】

また、顔料分散液と水溶性有機溶剤とを混合する際には、必要に応じて、水や界面活性剤、ｐＨ調整剤、酸化防止剤、防黴剤などの各種の添加剤を添加してもよい。

40

【 0 0 3 5 】

さらに、インクのｐＨが好ましくは８．０から１０．０の範囲に、より好ましくは８．４から９．８の範囲になるように調整すると、インクの長期保存安定性が向上し、長期保存後のインクの吐出性低下が抑制されるため好ましい。ｐＨ調整剤としては、トリエタノールアミンなどの有機アミンや水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ金属の水酸化物や有機酸が挙げられる。

【 0 0 3 6 】

本発明のインクジェット記録方法の特徴は、インクにエネルギーを与えてインクを飛翔

50

させて行うインクジェット記録方法において、上記本発明のインクを使用することである。エネルギーとしては、熱エネルギーや力学的エネルギーを用いることができるが、熱エネルギーを用いる場合が好ましい。

【0037】

本発明のインクジェット記録方法において、被記録材は限定されるものではないが、いわゆるインクジェット専用紙、ハガキや名刺用紙、ラベル用紙、ダンボール用紙、インクジェット用フィルムや各種コピー用紙などが好ましく使用される。コーティング層を持つ被記録材としては、少なくとも親水性ポリマーおよび／または無機多孔質体を含有した少なくとも一方の面にインクを受容するコーティング層を持つ被記録材が望ましい。

【0038】

上記本発明のインクを用いて記録を行うインクジェット記録装置としては、A4サイズ紙を主に用いる一般家庭用プリンターや、名刺やカードを印刷対象とするプリンター、あるいは業務用の大型プリンターなどが挙げられるが、好適なインクジェット記録装置の一例を以下に説明する。

【0039】

(熱エネルギーを利用したインクジェット記録装置)

図1は、ヘッドにインク供給チューブ104を介して供給されるインクを収容したインクカートリッジ100の一例を示す図である。101は供給用インクを収納したインク袋であり、その先端には塩素化ブチルゴム製の栓102が設けられている。この栓102に針103を挿入することにより、インク袋101中のインクを記録ヘッド(303から306)に供給できる。また、インクカートリッジ内に廃インクを受容するインク吸収体を設けてもよい。本発明で使用されるインクジェット記録装置としては、上記のごとき記録ヘッドとインクカートリッジとが別体となったものに限らず、それらが一体になったものも好適に用いられる。

【0040】

図2は、本実施例に使用したインクジェット記録ヘッドの構造を説明するための模式図である。各ノズル202には、それぞれに対応した発熱体204(ヒータ)が設けられており、記録ヘッド駆動回路からヒータ204に所定の駆動パルスを印加することにより加熱し、気泡を発生させ、その作用で吐出口202からインク液滴を吐出する。なお、ヒータ204はシリコン基板206の上に半導体製造プロセスと同様の手法で形成される。203は各ノズル202を構成するノズル隔壁であり、205は各ノズル202にインクを供給するための共通液室であり、207は天板である。

【0041】

本実施形態による記録装置の一部透視図を図3に示す。記録装置300の被記録用紙302は例えばロール供給ユニット301から供給され、記録装置300本体に具備された搬送ユニットによって、連続的に搬送される。搬送ユニットは搬送モータ312、搬送ベルト313などから構成される。記録は、記録媒体の画像切り出し位置がブラックの記録ヘッド303の下を通過する時に、記録ヘッドからブラックインクを吐出開始、同様に、シアン304、マゼンタ305、イエロー306の順に、各色のインクを選択的に吐出してカラー画像を形成する。記録装置300はこの他、各記録ヘッドを待機中にキャップするキャップ機構311、各々の記録ヘッド303から306にインクを供給するためのインクカートリッジ307から310、インクの供給や回復動作のためのポンプユニット(不図示)、記録装置全体を制御する制御基板(不図示)などによって構成されている。

【0042】

図4は本実施例に使用したインクジェット記録装置における回復処理系の概略図である。記録ヘッド303から306が下降したとき、そのインク吐出口形成面がキャップ機構311内の塩素化ブチルゴムにより形成されたキャップ400に近接することにより所定の回復動作の実行が可能である。

【0043】

回復処理系におけるインク再生回路部は補給されるインクが貯留されポリエチレン袋に

10

20

30

40

50

収容されるインクカートリッジ１００と、吸引ポンプ４０３などを介して接続されるサブタンク４０１と、キャップ４００とサブタンク４０１との間を接続する塩化ビニルにより形成されたインク供給路４０９に配されキャップ機構３１１からのインクをサブタンク４０１に回収する吸引ポンプ４０３、キャップから回収したインク中のゴミなどを除去するフィルター４０５、インク供給路４０８を介して接続され記録ヘッド３０３から３０６の共通液室にインクを供給する加圧ポンプ４０２、記録ヘッドから戻ったインクをサブタンク４０１に供給するインク供給路４０７、弁４０４ a から４０４ d を主要な要素として構成されている。

【００４４】

記録ヘッド３０３から３０６のクリーニング時において回復弁４０４ b を閉鎖し加圧ポンプ４０２を作動することによりサブタンク４０１から記録ヘッドにインクを加圧供給し、ノズル４０６から強制排出させる。これにより記録ヘッドのノズル内の泡、インク、ゴミなどを排出する。吸引ポンプ４０３は、記録ヘッドからキャップ機構３１１内に排出されたインクをサブタンク４０１に回収する。

【００４５】

（力学的エネルギーを利用したインクジェット記録装置）

次に、力学的エネルギーを利用したインクジェット記録装置の好ましい一例としては、複数のノズルを有するノズル形成基板と、ノズルに対向して配置される圧電材料と導電材料からなる圧力発生素子と、この圧力発生素子の周囲を満たすインクを備え、印加電圧により圧力発生素子を変位させ、インクの小液滴をノズルから吐出させるオンデマンドインクジェット記録ヘッドを挙げることができる。その記録装置の主要部である記録ヘッドの構成の一例を図５に示す。

【００４６】

ヘッドは、インク室（不図示）に連通したインク流路８０と、所望の体積のインク滴を吐出するためのオリフィスプレート８１と、インクに直接圧力を作用させる振動板８２と、この振動板８２に接合され、電気信号により変位する圧電素子８３と、オリフィスプレート８１、振動板８２などを指示固定するための基板８４とから構成されている。

【００４７】

図５において、インク流路８０は、感光性樹脂などで形成され、オリフィスプレート８１は、ステンレス、ニッケルなどの金属を電鍍やプレス加工による穴あけなどにより吐出口８５が形成され、振動板８２はステンレス、ニッケル、チタンなどの金属フィルムおよび高弾性樹脂フィルムなどで形成され、圧電素子８３は、チタン酸バリウム、ＰＺＴなどの誘電体材料で形成される。以上のような構成の記録ヘッドは、圧電素子８３にパルス状の電圧を与え、歪み応力を発生させ、そのエネルギーが圧電素子８３に接合された振動板８２を変形させ、インク流路８０内のインクを垂直に加圧しインク滴（不図示）をオリフィスプレート８１の吐出口８５より吐出して記録を行うように動作する。

【実施例】

【００４８】

以下、実施例および比較例に基づき本発明を詳細に説明する。本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、文中、「部」および「％」とあるのは特に断りのない限り質量基準である。

また、高分子分散剤の同定には、核磁気共鳴吸収測定装置（ H^1 -NMR、日本電子社製ECA400、溶媒；テトラヒドロフラン-d₈を使用）およびGPC（東ソー（株）製HLC8220、カラム；TSK-GEL4000HXL、TSK-GEL3000HXL、TSK-GEL2000HXLを使用し、カラムオープン温度40.0）を用いて行った。

【００４９】

（高分子分散剤Aの作製）

還流管、滴下ロート、温度計および攪拌装置を備えたガラス製４つ口フラスコを窒素置換した後、ジメチルホルムアミド１００部とペンタメチルジエチレントリアミン０．５部

10

20

30

40

50

を仕込み、次いで疎水性ユニットの疎水性モノマーとして1-メチル-4-ビニルベンゼン36ミリモルと開始剤としてのクロロエチルベンゼン1ミリモルを添加し、攪拌しながら加熱した。系内温度が80℃に達したところで塩化第一銅0.2部を加え重合を開始し、疎水性ユニットの疎水性モノマーからなるブロック部(A成分)を合成した。分子量を時分割に分子ふるいカラムクロマトグラフィー(GPC)を用いてモニタリングし、A成分の重合が完了した後、次いで前記一般式(1)のアクリルアミド構造を形成する親水性モノマーとしてのN-(2-(2-ヒドロキシエトキシ)エチル)アクリルアミド(B成分)36ミリモルを添加し重合を続行した。同様にGPCで分子量をモニタリングし、B成分の重合が完了した後、アニオン性の親水基を有するセグメントを形成し得るモノマーとしてメタクリル酸のカルボキシル基をブチル基でエステル化したブチルメタクリレート20ミリモル(C成分)を添加して合成を行った。重合を停止させた後、エステル化させたカルボキシル基は水酸化ナトリウム/メタノール溶液で加水分解させてカルボン酸型に変化させ、ABCトリブロック共重合体(高分子分散剤A)を得た。化合物の同定には、NMRおよびGPCを用いて行った($M_w = 1.1 \times 10^4$ 、 M_w / M_n [重量平均分子量/数平均分子量] = 1.2)。なお、得られた高分子分散剤の酸価を測定したところ80 mg KOH / gであった。

【0050】

(高分子分散剤B~Gの作製)

高分子分散剤Aにおけると同様の方法で、疎水性ユニットと親水性ユニットのモノマー種と添加量を変更することで、表1に記載の高分子分散剤B~Gを作製した。なお、高分子分散剤EとFにおいては、BモノマーとCモノマーを混合して添加することで、高分子分散剤GについてはCモノマーを添加せずに合成を行うことでそれぞれ作製した。

【0051】

10

20

表1-1

高分子分散剤	疎水性ユニット		親水性ユニット			ブロック部の順序
	A モノマー種	Aブロックの 繰り返し 単位数	B モノマー種	C モノマー種	Aブロックの繰り返し 単位数/Bモノ マー構造の繰り返し 単位数	
A	1-メチル-4-ビ ニルベンゼン	36	N-(2-(2-ヒドロ キシエトキシ)エチル) アクリルアミド	メタクリル酸	1	A-B-C ABCそれぞれ ブロック状態
B	ブチル-4-ビニル ベンゾエート	20	N-(メトキシエチル) アクリルアミド	アクリル酸	5	A-B-C ABCそれぞれ ブロック状態
C	1-ブチル-4- (プロペン-2-イ ル)ベンゼン	100	N-(2-ヒドロキシエ チル)アクリルアミド	メタクリル酸	2	A-B-C ABCそれぞれ ブロック状態
D	1-メチル-4-ビ ニルベンゼン	10	N-(2-ヒドロキシエ チル)アクリルアミド	マレイン酸	0.5	A-B-C ABCそれぞれ ブロック状態
E	4-メトキシ-ビニ ルベンゼン	150	N-(2-(2-エトキシ エトキシ)エチル)ア クリルアミド	アクリル酸	5	A-(BC) Aはブロック、 BCはランダム状態
F	4-メトキシ-ビニ ルベンゼン	200	N-(2-(2-エトキシ エトキシ)エチル)ア クリルアミド	スチレンカルボ ン酸	10	A-(BC) Aはブロック、 BCはランダム状態
G	オクタデシル-4- ビニルベンゾエート	10	N-(2-(2-エトキシ エトキシ)エチル)ア クリルアミド	—	0.1	A-B ABそれぞれ ブロック状態

【 0 0 5 2 】

10

20

30

表1-2

高分子分散剤	分子量 Mw	分子量分布 Mw/Mn	酸価 mgKOH/g
A	1.1×10^4	1.2	80
B	5.2×10^3	1.1	30
C	3.0×10^4	1.1	100
D	3.5×10^3	1.2	145
E	2.7×10^4	1.4	10
F	4.9×10^4	1.4	20
G	2.3×10^4	1.3	—

【0053】

[実施例1]

(顔料分散液1の作製)

前記高分子分散剤Aのメチルエチルケトン溶液と市販の顔料としてC.I.ピグメントブラック7を2軸スクルーを有する混練機に仕込み、均一になるまで混練した後、内温を80℃に維持しながら減圧して溶媒を留去した。この混練物を2本ロールを用いてシート化し、所定量のイオン交換水と中和剤として水酸化ナトリウムを高分子分散剤のアニオン性基の1当量に相当する量を加えて、さらに0.2%塩化カルシウム水溶液を添加して攪拌し、顔料濃度15%、高分子分散剤濃度10%の顔料分散液1を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 5800であった。

【0054】

[実施例2]

(顔料分散液2の作製)

実施例1の高分子分散剤を高分子分散剤Bに、顔料をC.I.ピグメントブラック1に変更し、実施例1と同様にして、顔料濃度20%、高分子分散剤濃度4%の顔料分散液2を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 20000であった。

【0055】

[実施例3]

(顔料分散液3の作製)

実施例1の高分子分散剤を高分子分散剤Cに、顔料をC.I.ピグメントブラック10に変更し、実施例1と同様にして、顔料濃度1%、高分子分散剤濃度2%の顔料分散液3を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 200であった。

【0056】

[実施例4]

(顔料分散液4の作製)

実施例1の高分子分散剤を高分子分散剤Dに、顔料をC.I.ピグメントブラック31に、塩化カルシウムを塩化マグネシウムに変更し、実施例1と同様にして、顔料濃度30%、高分子分散剤濃度3%の顔料分散液4を得た。得られた顔料分散液中のマグネシウム

10

20

30

40

50

イオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、マグネシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 1 0 0 0 0 0 であった。

【 0 0 5 7 】

[実施例 5]

(顔料分散液 5 の作製)

実施例 1 の高分子分散剤を高分子分散剤 E に、顔料を C . I . ピグメントブラック 3 2 に、塩化カルシウムを塩化カルシウムと塩化マグネシウムの混合物 (モル比 1 : 1) に変更し、実施例 1 と同様にして、顔料濃度 0 . 5 %、高分子分散剤濃度 1 . 5 % の顔料分散液 5 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンとマグネシウムイオンの総量と高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオンとマグネシウムイオンの総量：高分子分散剤 = 1 : 1 0 0 であった。

10

【 0 0 5 8 】

[比較例 1]

(顔料分散液 6 の作製)

実施例 1 で使用した C . I . ピグメントブラック 7 を使用し、高分子分散剤としてスチレン - 2 - ヒドロキシプロピルアクリレート - マレイン酸ランダム共重合体 (数平均分子量 1 0 0 0 0、酸価 1 6 0 m g K O H / g、スチレンのセグメント数 / 2 - ヒドロキシプロピルアクリレートのセグメント数 = 1 1) を使用した以外は実施例 1 と同様にして顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 6 を得た。

【 0 0 5 9 】

20

[比較例 2]

(顔料分散液 7 の作製)

実施例 1 で使用した C . I . ピグメントブラック 7 を使用し、高分子分散剤としてオクタデシルメタクリレート - N , N - ジメチルアクリルアミドブロック共重合体 (数平均分子量 1 7 0 0 0、オクタデシルメタクリレートのセグメント数 / N , N - ジメチルアクリルアミドのセグメント数 = 0 . 0 7) を使用した以外は実施例 1 と同様にして顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 7 を得た。

【 0 0 6 0 】

[比較例 3]

(顔料分散液 8 の作製)

30

実施例 1 で使用した C . I . ピグメントブラック 7 を使用し、分散剤としてポリオキシエチレンヘキサデシルエーテル (H L B 1 2 . 9) を使用した以外は実施例 1 と同様にして顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 8 を得た。

【 0 0 6 1 】

(評価 1)

実施例 1 ~ 5 と比較例 1 ~ 3 の顔料分散液を使用し、以下の成分を混合し、充分攪拌して、それぞれインクを作製した。

・ 顔料分散液	3 0 . 0 部
・ トリエチレングリコール	1 0 . 0 部
・ トリプロピレングリコール	1 0 . 0 部
・ イオン交換水	5 0 . 0 部

40

【 0 0 6 2 】

実施例 1 ~ 5 と比較例 1 ~ 3 の顔料分散液の分散安定性と、実施例 1 ~ 5 と比較例 1 ~ 3 の顔料分散液を使用したインクの、吐出安定性、印字画像の画像品位と堅牢性および保存安定性についての試験を行った。なお、画像品位と堅牢性および吐出安定性については、各インクを記録信号に応じた熱エネルギーをインクに付与することによりインクを吐出させるオンデマンド型マルチ記録ヘッドを有するインクジェット記録装置 P - 6 6 0 C I I (キヤノンファインテック製) にそれぞれ搭載して、普通紙 G F - 5 0 0 (キヤノン製) に印字を行い、評価を行った。その結果、表 2 に記載したように、いずれの実施例の顔料分散液も比較例の顔料分散液に比べて分散安定性が良好であった。また、実施例のインク

50

も比較例のインクに比べて保存安定性と吐出安定性が良好で、画像品位と堅牢性が良好な結果が得られた。

【 0 0 6 3 】

表2

	分散安定性 * 1	間欠吐出安 定性* 2	連続吐出安 定性* 3	画像品位 * 4	堅牢性 * 5	保存安定性 * 6
実施例1	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例2	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例3	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例4	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例5	◎	◎	◎	◎	◎	○
比較例1	△	△	△	△	△	△
比較例2	○	○	△	△	△	○
比較例3	△	×	×	×	×	△

10

20

【 0 0 6 4 】

* 1 : 分散安定性

各顔料分散液を密閉状態で80℃で2週間保存した後、試験前後の粒子径を測定し、下式で粒子径増加率(%)を求め分散安定性の尺度とした。粒子径の測定には動的光散乱法(商品名:レーザー粒径解析システムFPAR-1000;大塚電子(株)社製)を用いた。評価基準は下記の通りとした。

30

$$\text{粒子径増加率}(\%) = \frac{\text{試験後の粒子径} - \text{試験前の粒子径}}{\text{試験前の粒子径}} \times 100$$

：粒子径増加率(%)が5%未満である。

：粒子径増加率(%)が5%以上10%未満である。

：粒子径増加率(%)が10%以上30%未満である。

×：粒子径増加率(%)が30%以上である。

【 0 0 6 5 】

* 2 : 間欠吐出安定性

40

各インクを70℃で2週間保管した後、15%で湿度が10%の環境下において、100%ベタ画像を印字し3分間休止した後、再度100%ベタ画像を印字した画像を下記の評価基準で評価した。

：白スジが全く無く、正常に印字されている。

：印字の最初の部分に僅かに白スジがみられる。

：画像全体に白スジがみられる。

×：画像がほとんど印字されていない。

【 0 0 6 6 】

* 3 : 連続吐出安定性

ハガキサイズのグラデーションパターンを1000枚連続印字し、1000枚目の画像

50

のヨレ、不吐の吐出特性を下記の基準で評価した。

- ：ヨレ、不吐が無く、正常に印字されている。
- ：不吐は発生していないが、一部にヨレが見られる。
- ：不吐が一部発生し、画像全体にヨレが見られる。
- ×：不吐が多く発生し、画像全体にヨレが見られる。

【 0 0 6 7 】

* 4：画像品位

7 0 2 週間保管した各インクで画像を印字し、その画像を下記評価基準で評価した。

- ：画像の滲みがなく、彩度が高い。
- ：画像の滲みはないが、若干彩度が低い。
- ：画像の滲みが若干みられる。
- ×：画像の滲みが多く、彩度も低い。

10

【 0 0 6 8 】

* 5：堅牢性

7 0 2 週間保管した各インクで 1 0 0 % ベタ画像を印字し、印字 1 分後に印字部を $2 \times 10^4 \text{ N/m}^2$ の荷重を掛けてシルボン紙で擦り、その画像を下記評価基準で評価した。

- ：画像の擦れがなく、シルボン紙への付着がない。
- ：画像の擦れがないが、シルボン紙への付着が見られる。
- ：画像の擦れが若干みられる。
- ×：画像の擦れが多い。

20

【 0 0 6 9 】

* 6：保存安定性

各インクを密閉状態で 7 0 2 週間保存した後、試験前後の粒子径を測定し、下式で粒子径増加率（％）を求め保存安定性の尺度とした。粒子径の測定には動的光散乱法（商品名：レーザー粒子径解析システム F P A R - 1 0 0 0；大塚電子（株）社製）を用いた。評価基準は下記の通りとした。

$$\text{粒子径増加率（％）} = \frac{\text{試験後の粒子径} - \text{試験前の粒子径}}{\text{試験前の粒子径}} \times 100$$

30

- ：粒子径増加率（％）が 5 % 未満である。
- ：粒子径増加率（％）が 5 % 以上 1 0 % 未満である。
- ：粒子径増加率（％）が 1 0 % 以上 3 0 % 未満である。
- ×：粒子径増加率（％）が 3 0 % 以上である。

【 0 0 7 0 】

[実施例 6]

（顔料分散液 9 の作製）

前記高分子分散剤 A のメチルエチルケトン溶液と市販の顔料として C . I . ピグメントイエロー 1 2 8 を 2 軸スクリーを有する混練機に仕込み、均一になるまで混練した後、内温を 8 0 に維持しながら減圧して溶媒を留去した。この混練物を 2 本ロールを用いてシート化し、所定量のイオン交換水と中和剤として水酸化カリウムを高分子分散剤のアニオン性基の 1 当量に相当する量を加えて、さらに 0 . 2 % 塩化カルシウム水溶液を添加して攪拌し、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 9 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

40

【 0 0 7 1 】

[実施例 7]

（顔料分散液 1 0 の作製）

実施例 6 の顔料を C . I . ピグメントイエロー 3 に変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 1 0 を得た。得られた顔料分散液中

50

のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

【 0 0 7 2 】

[実施例 8]

(顔料分散液 1 1 の作製)

実施例 6 の高分子分散剤を高分子分散剤 B に、顔料を C . I . ピグメントイエロー 7 4 に変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 1 1 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

【 0 0 7 3 】

[実施例 9]

(顔料分散液 1 2 の作製)

実施例 6 の高分子分散剤を高分子分散剤 B に、顔料を C . I . ピグメントイエロー 9 3 に変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 1 2 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

【 0 0 7 4 】

[実施例 1 0]

(顔料分散液 1 3 の作製)

実施例 6 の高分子分散剤を高分子分散剤 C に、顔料を C . I . ピグメントイエロー 9 5 に変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 1 3 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

【 0 0 7 5 】

[実施例 1 1]

(顔料分散液 1 4 の作製)

実施例 6 の高分子分散剤を高分子分散剤 C に、顔料を C . I . ピグメントイエロー 1 0 9 に変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 1 4 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

【 0 0 7 6 】

[実施例 1 2]

(顔料分散液 1 5 の作製)

実施例 6 の高分子分散剤を高分子分散剤 D に、顔料を C . I . ピグメントイエロー 1 2 0 に変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 1 5 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

【 0 0 7 7 】

[実施例 1 3]

(顔料分散液 1 6 の作製)

実施例 6 の高分子分散剤を高分子分散剤 D に、顔料を C . I . ピグメントイエロー 1 3 8 に変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 1 6 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

【 0 0 7 8 】

[実施例 1 4]

(顔料分散液 1 7 の作製)

実施例 6 の高分子分散剤を高分子分散剤 E に、顔料を C . I . ピグメントイエロー 1 5 1 に変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 2 0 %、高分子分散剤濃度 4 % の顔料分散液 1 7 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定

10

20

30

40

50

したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 2 0 0 0 0 であった。

【 0 0 7 9 】

[実施例 1 5]

(顔料分散液 1 8 の作製)

実施例 6 の高分子分散剤を高分子分散剤 E に、顔料を C . I . ピグメントイエロー 1 7 5 に変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 1 %、高分子分散剤濃度 2 % の顔料分散液 1 8 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 2 0 0 であった。

【 0 0 8 0 】

[実施例 1 6]

(顔料分散液 1 9 の作製)

実施例 6 の高分子分散剤を高分子分散剤 F に、顔料を C . I . ピグメントイエロー 1 8 3 に、塩化カルシウムを塩化マグネシウムに変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 3 0 %、高分子分散剤濃度 3 % の顔料分散液 1 9 を得た。得られた顔料分散液中のマグネシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、マグネシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 1 0 0 0 0 0 であった。

【 0 0 8 1 】

[実施例 1 7]

(顔料分散液 2 0 の作製)

実施例 6 の高分子分散剤を高分子分散剤 G に、顔料を C . I . ピグメントイエロー 1 8 4 に、塩化カルシウムを塩化カルシウムと塩化マグネシウムの混合物（モル比 1 : 1 ）に変更し、実施例 6 と同様にして、顔料濃度 0 . 5 %、高分子分散剤濃度 1 . 5 % の顔料分散液 2 0 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンとマグネシウムイオンの総量と高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオンとマグネシウムイオンの総量：高分子分散剤 = 1 : 1 0 0 であった。

【 0 0 8 2 】

[比較例 4]

(顔料分散液 2 1 の作製)

実施例 6 で使用した C . I . ピグメントイエロー 1 2 8 を使用し、高分子分散剤としてスチレン - 2 - ヒドロキシプロピルアクリレート - マレイン酸ランダム共重合体（数平均分子量 1 0 0 0 0、酸価 1 6 0 m g K O H / g、スチレンのセグメント数 / 2 - ヒドロキシプロピルアクリレートのセグメント数 = 1 1 ）を使用した以外は実施例 6 と同様にして顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 2 1 を得た。

【 0 0 8 3 】

[比較例 5]

(顔料分散液 2 2 の作製)

実施例 6 で使用した C . I . ピグメントイエロー 1 2 8 を使用し、高分子分散剤としてオクタデシルメタクリレート - N , N - ジメチルアクリルアミドブロック共重合体（数平均分子量 1 7 0 0 0、オクタデシルメタクリレートのセグメント数 / N , N - ジメチルアクリルアミドのセグメント数 = 0 . 0 7 ）を使用した以外は実施例 6 と同様にして顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 2 2 を得た。

【 0 0 8 4 】

[比較例 6]

(顔料分散液 2 3 の作製)

実施例 6 で使用した C . I . ピグメントイエロー 1 2 8 を使用し、分散剤としてポリオキシエチレンヘキサデシルエーテル（ H L B 1 2 . 9 ）を使用した以外は実施例 6 と同様にして顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 2 3 を得た。

【 0 0 8 5 】

(評価 2)

実施例 6 ~ 1 7 と比較例 4 ~ 6 の顔料分散液を使用し、以下の成分を混合し、充分攪拌

10

20

30

40

50

して、それぞれインクを作製した。

・顔料分散液	30.0部
・グリセリン	10.0部
・エチレングリコール	20.0部
・イオン交換水	40.0部

【0086】

実施例6～17と比較例4～6の顔料分散液の分散安定性と、実施例6～17と比較例4～6の顔料分散液を使用したインクの、吐出安定性、印字画像の画像品位と堅牢性および保存安定性についての試験を行った。なお、画像品位と堅牢性および吐出安定性については、各インクを記録信号に応じた熱エネルギーをインクに付与することによりインクを吐出させるオンデマンド型マルチ記録ヘッドを有するインクジェット記録装置P-660CII（キヤノンファインテック製）にそれぞれ搭載して、普通紙GF-500（キヤノン製）に印字を行い、評価を行った。その結果、表3に記載したように、いずれの実施例の顔料分散液も比較例の顔料分散液に比べて分散安定性が良好であった。また、実施例のインクも比較例のインクに比べて保存安定性と吐出安定性が良好で、画像品位と堅牢性が良好な結果が得られた。

【0087】

表3

	分散安定性 * 1	間欠吐出安 定性* 2	連続吐出安 定性* 3	画像品位 * 4	堅牢性 * 5	保存安定性 * 6
実施例6	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例7	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例8	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例9	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例10	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例11	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例12	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例13	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例14	◎	◎	○	◎	◎	◎
実施例15	○	◎	○	◎	◎	◎
実施例16	○	○	◎	○	◎	○
実施例17	○	○	○	○	○	○
比較例4	×	△	△	△	△	△
比較例5	△	○	△	△	△	○
比較例6	×	×	×	×	×	△

各評価基準は評価1の基準と同様に行った。

【0088】

[実施例18]

(顔料分散液24の作製)

前記高分子分散剤Aのメチルエチルケトン溶液と市販の顔料としてC.I.ピグメント
レッド122を2軸スクリーを有する混練機に仕込み、均一になるまで混練した後、内
温を80に維持しながら減圧して溶媒を留去した。この混練物を2本ロールを用いてシ
ート化し、所定量のイオン交換水と中和剤として水酸化ナトリウムを高分子分散剤のアニ
オン性基の1当量に相当する量を加えて、さらに0.2%塩化カルシウム水溶液を添加し
て攪拌し、顔料濃度15%、高分子分散剤濃度10%の顔料分散液24を得た。得られた
顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウム
イオン：高分子分散剤=1：5800であった。

【0089】

[実施例19]

(顔料分散液25の作製)

10

20

30

40

50

実施例 18 の高分子分散剤を高分子分散剤 B に、顔料を C . I . ピグメントレッド 12 に変更し、実施例 18 と同様にして、顔料濃度 15 %、高分子分散剤濃度 10 % の顔料分散液 25 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 5800 であった。

【0090】

[実施例 20]

(顔料分散液 26 の作製)

実施例 18 の高分子分散剤を高分子分散剤 C に、顔料を C . I . ピグメントレッド 184 に変更し、実施例 18 と同様にして、顔料濃度 20 %、高分子分散剤濃度 4 % の顔料分散液 26 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 20000 であった。

10

【0091】

[実施例 21]

(顔料分散液 27 の作製)

実施例 18 の高分子分散剤を高分子分散剤 D に、顔料を C . I . ピグメントレッド 202 に変更し、実施例 18 と同様にして、顔料濃度 1 %、高分子分散剤濃度 2 % の顔料分散液 27 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 200 であった。

【0092】

[実施例 22]

(顔料分散液 28 の作製)

実施例 18 の高分子分散剤を高分子分散剤 E に、顔料を C . I . ピグメントバイオレット 19 に、塩化カルシウムを塩化マグネシウムに変更し、実施例 18 と同様にして、顔料濃度 30 %、高分子分散剤濃度 3 % の顔料分散液 28 を得た。得られた顔料分散液中のマグネシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、マグネシウムイオン：高分子分散剤 = 1 : 100000 であった。

20

【0093】

[実施例 23]

(顔料分散液 29 の作製)

実施例 18 の高分子分散剤を高分子分散剤 F に、顔料を C . I . ピグメントバイオレット 32 に、塩化カルシウムを塩化カルシウムと塩化マグネシウムの混合物 (モル比 1 : 1) に変更し、実施例 18 と同様にして、顔料濃度 0 . 5 %、高分子分散剤濃度 1 . 5 % の顔料分散液 29 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンとマグネシウムイオンの総量と高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオンとマグネシウムイオンの総量：高分子分散剤 = 1 : 100 であった。

30

【0094】

[比較例 7]

(顔料分散液 30 の作製)

実施例 18 で使用した C . I . ピグメントレッド 122 を使用し、高分子分散剤としてスチレン - 2 - ヒドロキシプロピルアクリレート - マレイン酸ランダム共重合体 (数平均分子量 10000、酸価 160 mg KOH / g、スチレンのセグメント数 / 2 - ヒドロキシプロピルアクリレートのセグメント数 = 11) を使用した以外は実施例 18 と同様にして顔料濃度 15 %、高分子分散剤濃度 10 % の顔料分散液 30 を得た。

40

【0095】

[比較例 8]

(顔料分散液 31 の作製)

実施例 18 で使用した C . I . ピグメントレッド 122 を使用し、高分子分散剤としてオクタデシルメタクリレート - N , N - ジメチルアクリルアミドブロック共重合体 (数平均分子量 17000、オクタデシルメタクリレートのセグメント数 / N , N - ジメチルアクリルアミドのセグメント数 = 0 . 07) を使用した以外は実施例 18 と同様にして顔料

50

濃度 15%、高分子分散剤濃度 10% の顔料分散液 31 を得た。

【0096】

[比較例 9]

(顔料分散液 32 の作製)

実施例 18 で使用した C . I . ピグメントレッド 122 を使用し、分散剤としてポリオキシエチレンヘキサデシルエーテル (HLB 12.9) を使用した以外は実施例 18 と同様にして顔料濃度 15%、高分子分散剤濃度 10% の顔料分散液 32 を得た。

【0097】

(評価 3)

実施例 18 ~ 23 と比較例 7 ~ 9 の顔料分散液を使用し、以下の成分を混合し、充分攪拌して、それぞれインクを作製した。 10

・ 顔料分散液	40 . 0 部
・ ジエチレングリコール	10 . 0 部
・ 1 , 2 - ブタンジオール	5 . 0 部
・ ポリエチレングリコール 600	5 . 0 部
・ 2 - ピロリドン	5 . 0 部
・ イオン交換水	35 . 0 部

【0098】

実施例 18 ~ 23 と比較例 7 ~ 9 の顔料分散液の分散安定性と、実施例 18 ~ 23 と比較例 7 ~ 9 の顔料分散液を使用したインクの、吐出安定性、印字画像の画像品位と堅牢性および保存安定性についての試験を行った。なお、画像品位と堅牢性および吐出安定性については、各インクを記録信号に応じた熱エネルギーをインクに付与することによりインクを吐出させるオンデマンド型マルチ記録ヘッドを有するインクジェット記録装置 P - 660CII (キヤノンファインテック製) にそれぞれ搭載して、普通紙 GF - 500 (キヤノン製) に印字を行い、評価を行った。その結果、表 4 に記載したように、いずれの実施例の顔料分散液も比較例の顔料分散液に比べて分散安定性が良好であった。また、実施例のインクも比較例のインクに比べて保存安定性と吐出安定性が良好で、画像品位と堅牢性が良好な結果が得られた。 20

【0099】

表4

	分散安定性 * 1	間欠吐出安 定性* 2	連続吐出安 定性* 3	画像品位 * 4	堅牢性 * 5	保存安定性 * 6
実施例 18	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例 19	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例 20	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例 21	◎	◎	◎	◎	◎	○
実施例 22	○	◎	◎	◎	◎	○
実施例 23	○	◎	◎	◎	◎	○
比較例 7	×	△	×	△	△	×
比較例 8	○	△	△	△	△	○
比較例 9	×	×	×	×	×	×

各評価基準は評価 1 の基準と同様に行った。

【 0 1 0 0 】

[実施例 2 4]

(顔料分散液 3 3 の作製)

前記高分子分散剤 A のメチルエチルケトン溶液と市販の顔料として C . I . ピグメントブルー 1 5 : 3 を 2 軸スクリーを有する混練機に仕込み、均一になるまで混練した後、内温を 8 0 に維持しながら減圧して溶媒を留去した。この混練物を 2 本ロールを用いてシート化し、所定量のイオン交換水と中和剤として水酸化カリウムを高分子分散剤のアニオン性基の 1 当量に相当する量を加えて、さらに 0 . 2 % 硝酸カルシウム水溶液を添加して攪拌し、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 3 3 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン : 高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

【 0 1 0 1 】

[実施例 2 5]

(顔料分散液 3 4 の作製)

実施例 2 4 の高分子分散剤を高分子分散剤 B に、顔料を C . I . ピグメントブルー 1 5 : 1 に変更し、実施例 2 4 と同様にして、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 3 4 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウム : 高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

【 0 1 0 2 】

[実施例 2 6]

(顔料分散液 3 5 の作製)

実施例 2 4 の高分子分散剤を高分子分散剤 C に、顔料を C . I . ピグメントブルー 1 5 : 2 に変更し、実施例 2 4 と同様にして、顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 3 5 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウム : 高分子分散剤 = 1 : 5 8 0 0 であった。

【 0 1 0 3 】

[実施例 2 7]

(顔料分散液 3 6 の作製)

実施例 2 4 の高分子分散剤を高分子分散剤 D に、顔料を C . I . ピグメントブルー 1 5 : 4 に変更し、実施例 2 4 と同様にして、顔料濃度 2 0 %、高分子分散剤濃度 4 % の顔料分散液 3 6 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン : 高分子分散剤 = 1 : 2 0 0 0 0 であった。

【 0 1 0 4 】

[実施例 2 8]

(顔料分散液 3 7 の作製)

実施例 2 4 の高分子分散剤を高分子分散剤 E に、顔料を C . I . ピグメントブルー 1 5 : 6 に変更し、実施例 2 4 と同様にして、顔料濃度 1 %、高分子分散剤濃度 2 % の顔料分散液 3 7 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオン : 高分子分散剤 = 1 : 2 0 0 であった。

【 0 1 0 5 】

[実施例 2 9]

(顔料分散液 3 8 の作製)

実施例 2 4 の高分子分散剤を高分子分散剤 F に、顔料を C . I . ピグメントブルー 1 6 に、硝酸カルシウムを硝酸マグネシウムに変更し、実施例 2 4 と同様にして、顔料濃度 3 0 %、高分子分散剤濃度 3 % の顔料分散液 3 8 を得た。得られた顔料分散液中のマグネシウムイオンと高分子分散剤の質量比を測定したところ、マグネシウムイオン : 高分子分散剤 = 1 : 1 0 0 0 0 0 であった。

【 0 1 0 6 】

[実施例 3 0]

(顔料分散液 3 9 の作製)

実施例 2 4 の高分子分散剤を高分子分散剤 G に、顔料を C . I . ピグメントグリーン 7 に、硝酸カルシウムを塩化カルシウムと硝酸マグネシウムの混合物 (モル比 1 : 1) に変更し、実施例 2 4 と同様にして、顔料濃度 0 . 5 %、高分子分散剤濃度 1 . 5 % の顔料分散液 3 9 を得た。得られた顔料分散液中のカルシウムイオンとマグネシウムイオンの総量と高分子分散剤の質量比を測定したところ、カルシウムイオンとマグネシウムイオンの総量 : 高分子分散剤 = 1 : 1 0 0 であった。

【 0 1 0 7 】

[比較例 1 0]

(顔料分散液 4 0 の作製)

実施例 2 4 で使用した C . I . ピグメントブルー 1 5 : 3 を使用し、高分子分散剤としてスチレン - 2 - ヒドロキシプロピルアクリレート - マレイン酸ランダム共重合体 (数平均分子量 1 0 0 0 0、酸価 1 6 0 m g K O H / g、スチレンのセグメント数 / 2 - ヒドロキシプロピルアクリレートのセグメント数 = 1 1) を使用した以外は実施例 2 4 と同様にして顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 4 0 を得た。

【 0 1 0 8 】

[比較例 1 1]

(顔料分散液 4 1 の作製)

実施例 2 4 で使用した C . I . ピグメントブルー 1 5 : 3 を使用し、高分子分散剤としてオクタデシルメタクリレート - N , N - ジメチルアクリルアミドブロック共重合体 (数平均分子量 1 7 0 0 0、オクタデシルメタクリレートのセグメント数 / N , N - ジメチルアクリルアミドのセグメント数 = 0 . 0 7) を使用した以外は実施例 2 4 と同様にして顔料濃度 1 5 %、高分子分散剤濃度 1 0 % の顔料分散液 4 1 を得た。

【 0 1 0 9 】

[比較例 1 2]

(顔料分散液 4 2 の作製)

実施例 2 4 で使用した C . I . ピグメントブルー 1 5 : 3 を使用し、分散剤としてポリ

10

20

30

40

50

オキシエチレンヘキサデシルエーテル（HLB 12.9）を使用した以外は実施例 24 と同様にして顔料濃度 15%、高分子分散剤濃度 10% の顔料分散液 42 を得た。

【0110】

（評価 4）

実施例 24～30 と比較例 10～12 の顔料分散液を使用し、以下の成分を混合し、充分攪拌して、それぞれインクを作製した。

・顔料分散液	50.0 部
・エチレングリコール	10.0 部
・トリメチロールプロパン	5.0 部
・テトラエチレングリコール	5.0 部
・トリエチレングリコールモノメチルエーテル	5.0 部
・イオン交換水	25.0 部

10

【0111】

実施例 24～30 と比較例 10～12 の顔料分散液の分散安定性と、実施例 24～30 と比較例 10～12 の顔料分散液を使用したインクの、吐出安定性、印字画像の画像品位と堅牢性および保存安定性についての試験を行った。なお、画像品位と堅牢性および吐出安定性については、各インクを記録信号に応じた熱エネルギーをインクに付与することによりインクを吐出させるオンデマンド型マルチ記録ヘッドを有するインクジェット記録装置 P-660CII（キヤノンファインテック製）にそれぞれ搭載して、普通紙 GF-500（キヤノン製）に印字を行い、評価を行った。その結果、表 5 に記載したように、いずれの実施例の顔料分散液も比較例の顔料分散液に比べて分散安定性が良好であった。また、実施例のインクも比較例のインクに比べて保存安定性と吐出安定性が良好で、画像品位と堅牢性が良好な結果が得られた。

20

【0112】

表 5

	分散安定性 * 1	間欠吐出安 定性* 2	連続吐出安 定性* 3	画像品位 * 4	堅牢性 * 5	保存安定性 * 6
実施例 24	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例 25	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例 26	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例 27	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例 28	○	◎	○	◎	◎	○
実施例 29	○	◎	○	◎	◎	○
実施例 30	○	○	○	○	○	○
比較例 10	×	△	△	△	△	×
比較例 11	○	△	△	△	△	○
比較例 12	×	×	×	×	×	×

30

40

各評価基準は評価 1 の基準と同様に行った。

50

【産業上の利用可能性】

【0113】

以上説明したように、本発明によれば、高い堅牢性を有し品位に優れた画像をどのような場合でも長期にわたって安定して記録することのできるインクを与える顔料分散液を提供することができ、さらには堅牢性と品位に優れた画像を記録し得るインクとインクジェット記録方法とインクジェット記録装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0114】

【図1】インクカートリッジの構造を説明するための模式図である。

【図2】インクジェット記録ヘッドの構造を説明するための模式図である。

10

【図3】インクジェット記録装置の透視図である。

【図4】インクジェット記録装置における回復処理系の概略図である。

【図5】インクジェット記録ヘッドの別の構成例を示す概略断面図である。

【符号の説明】

【0115】

100：インクカートリッジ

101：インク袋

102：ゴム栓

103：針

104：チューブ

20

201：ベースプレート

202：インクノズル（吐出口）

203：隔壁

204：ノズルヒータ

205：共通液室

206：基板

207：天板

300：記録装置

301：ロール供給ユニット

302：被記録媒体（ロール紙）

30

303：記録ヘッド（ブラック）

304：記録ヘッド（シアン）

305：記録ヘッド（マゼンタ）

306：記録ヘッド（イエロー）

307：インクカートリッジ（ブラック）

308：インクカートリッジ（シアン）

309：インクカートリッジ（マゼンタ）

310：インクカートリッジ（イエロー）

311：キャップ機構

312：搬送モータ

40

313：搬送ベルト

400：キャップ

401：サブタンク

402：加圧ポンプ

403：吸引ポンプ

404a：供給弁

404b：回復弁

404c：大気開放弁

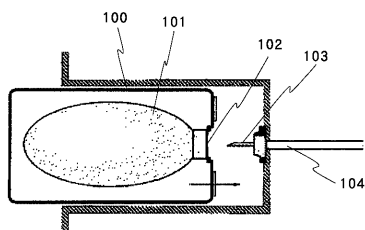
404d：リサイクル弁

405：フィルター

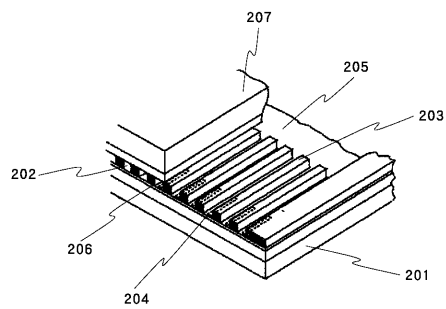
50

- 406 : フェース (ノズル) 面
- 80 : インク流路
- 81 : オリフィスプレート
- 82 : 振動板
- 83 : 圧電素子
- 84 : 基板
- 85 : 吐出口

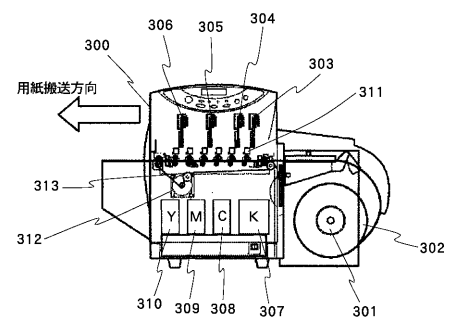
【図1】



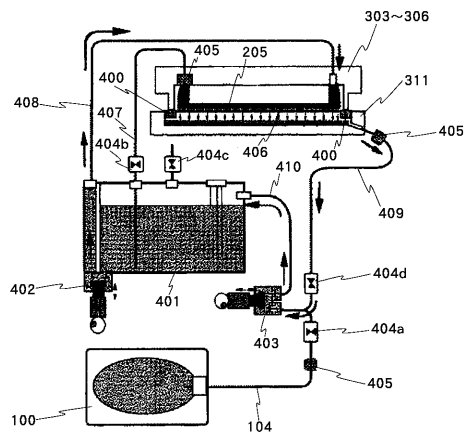
【図2】



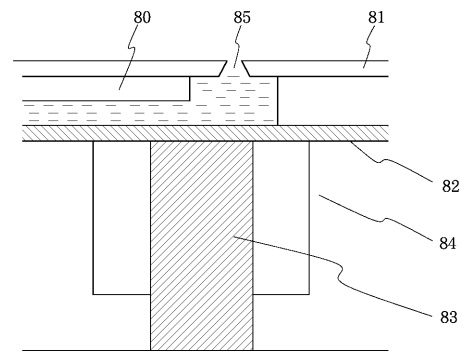
【図3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(72)発明者 上野 鈴香

茨城県常総市坂手町5540-11 キヤノンファインテック株式会社内

審査官 仁科 努

(56)参考文献 特開2006-016458(JP,A)

特開2002-332441(JP,A)

特開昭64-079278(JP,A)

特開2007-277415(JP,A)

特開2005-120310(JP,A)

特開2009-079209(JP,A)

特開昭62-241549(JP,A)

特開平04-007309(JP,A)

特開2005-281351(JP,A)

特開2007-050652(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09D 17/00

C09D 11/00