

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号
特許第5116002号
(P5116002)

(45) 発行日 平成25年1月9日 (2013.1.9)

(24) 登録日 平成24年10月26日 (2012.10.26)

(51) Int.Cl.

F I

C O 9 D 17/00 (2006.01)

C O 9 D 11/00 (2006.01)

B 4 1 J 2/01 (2006.01)

B 4 1 M 5/00 (2006.01)

B 4 1 M 5/50 (2006.01)

C O 9 D 17/00

C O 9 D 11/00

B 4 1 J 3/04 1 O 1 Y

B 4 1 M 5/00 E

B 4 1 M 5/00 B

請求項の数 18 (全 22 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2006-8598 (P2006-8598)	(73) 特許権者	000006747
(22) 出願日	平成18年1月17日 (2006.1.17)		株式会社リコー
(65) 公開番号	特開2006-291169 (P2006-291169A)		東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号
(43) 公開日	平成18年10月26日 (2006.10.26)	(74) 代理人	100105681
審査請求日	平成21年1月13日 (2009.1.13)		弁理士 武井 秀彦
(31) 優先権主張番号	特願2005-77729 (P2005-77729)	(74) 代理人	100119437
(32) 優先日	平成17年3月17日 (2005.3.17)		弁理士 吉村 康男
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	長谷川 慎
			東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式
			会社リコー内
		(72) 発明者	谷口 圭司
			東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式
			会社リコー内
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 水系顔料分散体の製造方法、水系顔料インクの製造方法、及び該インクを用いたインクカートリッジ、インクジェット記録装置、画像形成方法、それによる画像形成物

(57) 【特許請求の範囲】

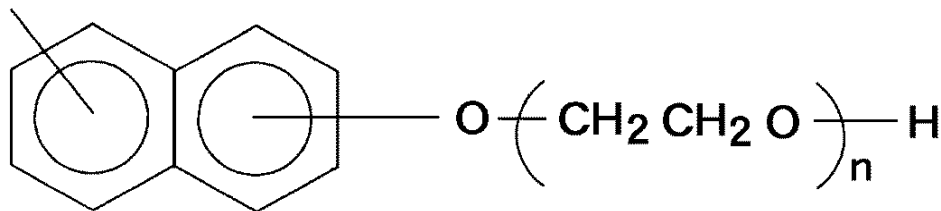
【請求項 1】

少なくとも顔料、分散剤、樹脂エマルジョン、水を含有する水系顔料分散体を加熱処理し、前記加熱処理における加熱時間が 5 ～ 3 3 6 時間であり、前記分散剤として下記一般式 (1) で示される化合物の少なくとも一種を使用することを特徴とする水系顔料分散体の製造方法。

【化 1】

一般式 (1)

(R)₁



(式中、R は炭素数 1 ～ 2 0 のアルキル基、アリール基、アラルキル基を表わし、1 は 0 ～ 7 の整数を表わし、n は 2 0 ～ 2 0 0 の整数を表わす。)

【請求項 2】

前記加熱時間が24～96時間であることを特徴とする請求項1に記載の水系顔料分散体の製造方法。

【請求項3】

前記樹脂エマルジョンとしてアニオン性自己乳化型のエーテル系ポリウレタン樹脂エマルジョンを使用することを特徴とする請求項1または2に記載の水系顔料分散体の製造方法。

【請求項4】

前記分散剤の重量基準が顔料1に対し0.1～2であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の水系顔料分散体の製造方法。

【請求項5】

前記分散剤がPOE(n=40) - ナフチルエーテルであることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の水系顔料分散体の製造方法。

【請求項6】

前記顔料の平均粒径が150nm以下であることを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載の水系顔料分散体の製造方法。

【請求項7】

前記加熱処理における温度が40～80であることを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載の水系顔料分散体の製造方法。

【請求項8】

少なくとも請求項1～7のいずれかに記載の製造方法により得られた水系顔料分散体を使用することを特徴する水系顔料インクの製造方法。

【請求項9】

請求項1～7のいずれかに記載の製造方法により得られた水系顔料分散体に、少なくとも樹脂エマルジョンを添加し、加熱処理することを特徴とする水系顔料インクの製造方法。

【請求項10】

前記樹脂エマルジョンが、ポリウレタン系、スチレンアクリル系、アクリルシリコン系から選ばれた少なくとも1種類以上を含むことを特徴とする請求項9に記載の水系顔料インクの製造方法。

【請求項11】

前記ポリウレタン系の樹脂エマルジョンとしてアニオン性自己乳化型のエーテル系ポリウレタン樹脂エマルジョンを使用することを特徴とする請求項10に記載の水系顔料インクの製造方法。

【請求項12】

前記加熱処理が40～80の温度で、加熱時間が1～336時間であることを特徴とする請求項9～11のいずれかに記載の水系顔料インクの製造方法。

【請求項13】

前記加熱時間が5～168時間であることを特徴とする請求項12に記載の水系顔料インクの製造方法。

【請求項14】

請求項8～13のいずれかに記載の製造方法により得られた水系顔料インクを収容したことを特徴とするインクカートリッジ。

【請求項15】

請求項8～13のいずれかに記載の製造方法により得られた水系顔料インクを吐出させて記録を行なう方式のヘッドを備えたことを特徴とするインクジェット記録装置。

【請求項16】

請求項15に記載のインクジェット記録装置を用いて印字することを特徴とする画像形成方法。

【請求項17】

請求項16に記載の画像形成方法で画像支持体に印字されたことを特徴とする画像形成物。

10

20

30

40

50

【請求項 18】

前記画像支持体が紙であることを特徴とする請求項 17 に記載の画像形成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、インクジェット記録方法及び装置用に好適な水系顔料インクの製造方法、並びに該水系顔料インクの原料である水系顔料分散体の製造方法、さらに該インクを収容したインクカートリッジ、該インクを用いるインクジェット記録装置、画像形成方法及び画像形成物に関する。

【背景技術】

10

【0002】

インクジェット記録方式は他の記録方式に比べてプロセスが簡単であるためフルカラー化が容易であり、簡略な構成の装置であっても高解像度の画像が得られる利点がある。インクジェット用インクとしては各種の水溶性染料を水、または水と有機溶剤との混合液に溶解させた染料系インクが使用されているが、染料系インクは色調の鮮明性は優れているものの耐光性に劣る欠点があった。一方カーボンブラックや各種の有機顔料を分散させた顔料系インクは染料系インクと比較して耐光性に優れるため盛んに研究されている。

【0003】

しかし、顔料は染料と異なり水不溶性であるため、顔料を水中に微粒子状態で安定に分散することが重要であるが、この分散は必ずしも簡単ではない。特に、顔料分散系に対する温度条件が変化すると分散剤の顔料の吸着平衡がくずれ、これが顔料粒子同士の相互作用に影響を及ぼし、長期の保存において物性の变化及び/又は多量の凝集異物を発生することが多々ある。インクジェットプリンター用インクにとって、こうした物性変化(特に、粘度変化)及び/又は多量の凝集異物の発生は致命的である。これらは、ヘッドにおける特性の変化及び/又は吐出ノズルの目詰まりを起こすため、適正な印字が不可能となってしまうからである。

20

【0004】

これまで、物性変化及び/又は凝集異物の発生の対策として、例えば、特開平3-64376号公報(特許文献1)では、顔料インクを50で100~500時間加熱処理することにより、長期保存下にて発生する凝集異物を予め取り除く方法が提案されている。特開平8-73785号公報(特許文献2)では、顔料、不溶性樹脂エマルジョン、糖類を混合することで、65~80で0.5~3時間加熱処理と短時間での処理が可能となることが提案されている。また、特開2002-30243号公報(特許文献3)では、顔料、水、多糖類をpHが8以上の水溶液中、60~180で加熱処理することにより、長期保管後も粘度変化が少ないものが提案されている。また、特開2003-313475号公報(特許文献4)では、色材と樹脂を含有する着色微粒子分散体インクを35以上の加熱処理を行なうことで、粒径分布のシャープ化、インクの光沢性、色再現性に優れたものとすることが提案されている。

30

【0005】

また、インクジェット記録用インク等において、顔料の分散剤として、特開平10-168367号報(特許文献5)にはプロベニルフェノールエチレンオキシド付加体を用いたものが、特開平10-88050号公報(特許文献6)には特定のフェノールエチレンオキシド付加体のスルホン酸塩又はリン酸塩を用いたものが、さらに特開平5-105837号公報(特許文献7)には特定のポリオキシエチレンアルキルフェノールホルムアルデヒド縮合物を用いたものが、それぞれ記載されている。

40

【0006】

しかし、150nm以下での微粒子顔料インク及び界面活性剤分散型顔料インクでは凝集異物発生、顔料インクの全体的な物性変化(すなわち、劣化)を抑制したものは未だ提案されていない。

【0007】

50

また、本出願人は、先に特開 2 0 0 1 - 1 9 2 5 8 3 号公報、特開 2 0 0 4 - 2 7 1 5 号公報、特開 2 0 0 4 - 1 6 9 0 0 8 号公報（特許文献 8、9、10）には、インクジェット用インクに適した顔料分散液において、その分散剤として - ナフチルエーテル化合物を用いたものを提案した。

しかし、該分散剤を用いた場合、水系顔料分散体及び水系顔料インクの物性変化（特に粘度変化）が大きいという問題があった。

【0008】

【特許文献 1】特開平 3 - 6 4 3 7 6 号公報

【特許文献 2】特開平 8 - 7 3 7 8 5 号公報

【特許文献 3】特開 2 0 0 2 - 3 0 2 4 3 号公報

【特許文献 4】特開 2 0 0 3 - 3 1 3 4 7 5 号公報

【特許文献 5】特開平 1 0 - 1 6 8 3 6 7 号公報

【特許文献 6】特開平 1 0 - 8 8 0 5 0 号公報

【特許文献 7】特開平 5 - 1 0 5 8 3 7 号公報

【特許文献 8】特開 2 0 0 1 - 1 9 2 5 8 3 号公報

【特許文献 9】特開 2 0 0 4 - 2 7 1 5 号公報

【特許文献 10】特開 2 0 0 4 - 1 6 9 0 0 8 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明は、上記課題を解決するものであり、温度条件の変化によらず物性の変化及び／又は多量の凝集異物を発生することのない分散安定性に優れた、インクジェットインク用に好適な水系顔料分散体及び水系顔料インクを提供することを目的とする。

また本発明は、上記水系顔料分散液及び水系顔料インクの製造方法、該インクを収容したインクカートリッジ、該インクを用いる画像形成方法、それにより得られる画像形成物を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明者らは鋭意検討した結果、或る特定の水系顔料分散体、またはそのような水系顔料分散体を使用して調整した水系顔料インクを加熱すると、劣化を伴わずに、温度条件の変化に対して安定な水系顔料分散体及び水系顔料インクを得ることができることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0011】

すなわち、上記課題は本発明の下記（1）～（27）によって解決される。

（1）「少なくとも顔料、分散剤、水を含む水系顔料分散体を加熱処理することを特徴とする水系顔料分散体の製造方法」；

（2）「少なくとも顔料、分散剤、樹脂エマルジョン、水を含む水系顔料分散体を加熱処理することを特徴とする水系顔料分散体の製造方法」；

（3）「前記樹脂エマルジョンとしてアニオン性自己乳化型のエーテル系ポリウレタン樹脂エマルジョンを使用することを特徴とする前記（2）に記載の水系顔料分散体の製造方法」；

（4）「前記分散剤として界面活性剤を使用することを特徴とする前記（1）～（3）のいずれかに記載の水系顔料分散体の製造方法」；

（5）「前記分散剤の重量基準が顔料 1 に対し 0.1～2であることを特徴とする前記（1）～（4）のいずれかに記載の水系顔料分散体の製造方法」；

（6）「前記分散剤として下記一般式（1）で示される化合物の少なくとも一種を使用することを特徴とする前記（1）～（5）のいずれかに記載の水系顔料分散体の製造方法。

【0012】

10

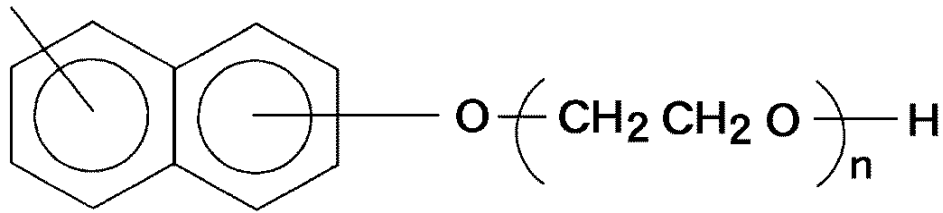
20

30

40

【化 1】

一般式 (1)

(R)_l

10

(式中、Rは炭素数1～20のアルキル基、アリール基、アラルキル基を表わし、lは0～7の整数を表わし、nは20～200の整数を表わす。);

(7)「前記分散剤がPOE(n=40)-ナフチルエーテルであることを特徴とする前記(6)に記載の水系顔料分散体の製造方法」;

(8)「前記顔料の平均粒径が150nm以下であることを特徴とする前記(1)～(7)のいずれかに記載の水系顔料分散体の製造方法」;

(9)「40～80の温度で1～336時間、好ましくは5～336時間加熱処理することを特徴とする前記(1)～(8)のいずれかに記載の水系顔料分散体の製造方法」;

(10)「5～168時間、さらに好ましくは24～96時間加熱処理することを特徴とする前記(9)に記載の水系顔料分散体の製造方法」;

20

【0013】

(11)「少なくとも前記(2)～(10)のいずれかに記載の製造方法により得られた水系顔料分散体を使用することを特徴する水系顔料インクの製造方法」;

(12)「少なくとも顔料、分散剤、樹脂エマルジョン、水を含む水系顔料インクを加熱処理することを特徴とする水系顔料インクの製造方法」;

(13)「少なくとも顔料、分散剤、水を含む水系顔料分散体を加熱処理して得られた水系顔料分散体に、少なくとも樹脂エマルジョンを添加し、加熱処理することを特徴とする水系顔料インクの製造方法」;

(14)「前記樹脂エマルジョンが、ポリウレタン系、スチレンアクリル系、アクリルシリコン系から選ばれた少なくとも1種類以上を含むことを特徴とする前記(12)又は(13)に記載の水系顔料インクの製造方法」;

30

(15)「前記ポリウレタン系の樹脂エマルジョンとしてアニオン性自己乳化型のエーテル系ポリウレタン樹脂エマルジョンを使用することを特徴とする前記(14)に記載の水系顔料インクの製造方法」;

(16)「前記分散剤として界面活性剤を使用することを特徴とする前記(12)～(15)のいずれかに記載の水系顔料インクの製造方法」;

(17)「前記分散剤の重量基準が顔料1に対し0.1～2であることを特徴とする前記(12)～(16)のいずれかに記載の水系顔料インクの製造方法」;

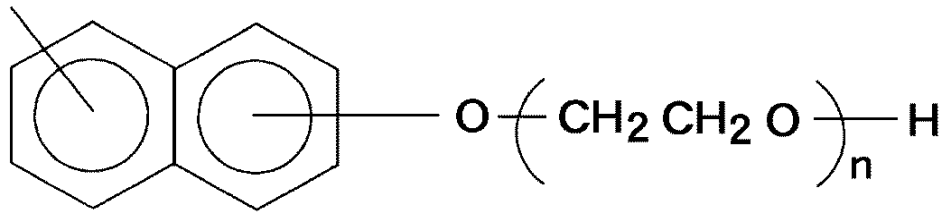
(18)「前記分散剤として下記一般式(1)で示される化合物の少なくとも一種を使用することを特徴とする前記(12)～(17)のいずれかに記載の水系顔料インクの製造方法」。

40

【0014】

【化 2】

一般式 (1)

(R)_l

10

(式中、Rは炭素数1～20のアルキル基、アリール基、アラルキル基を表わし、lは0～7の整数を表わし、nは20～200の整数を表わす。);

(19)「前記分散剤がPOE(n=40)ナフチルエーテルであることを特徴とする前記(18)に記載の水系顔料インクの製造方法」;

(20)「前記顔料の平均粒径が150nm以下であることを特徴とする前記(12)～(19)のいずれかに記載の水系顔料インクの製造方法」;

(21)「40～80の温度で1～336時間加熱処理することを特徴とする前記(12)～(20)のいずれかに記載の水系顔料インクの製造方法」;

(22)「5～168時間加熱処理することを特徴とする前記(21)に記載の水系顔料インクの製造方法」;

20

【0015】

(23)「前記(11)～(22)のいずれかに記載の製造方法により得られた水系顔料インクを収容したことを特徴とするインクカートリッジ」;

(24)「前記(11)～(22)のいずれかに記載の製造方法により得られた水系顔料インクを吐出させて記録を行なう方式のヘッドを備えたことを特徴とするインクジェット記録装置」;

(25)「前記(24)に記載のインクジェット記録装置を用いて印字することを特徴とする画像形成方法」;

(26)「前記(25)に記載の画像形成方法で画像支持体に印字されたことを特徴とする画像形成物」;

30

(27)「前記画像支持体が紙であることを特徴とする前記(26)に記載の画像形成物」。

【発明の効果】

【0016】

本発明によれば、分散剤を含有させて、水系顔料分散体及び水系顔料インクを加熱処理することにより、温度条件の変化によらず物性の变化及び/又は多量の凝集異物を発生することのない分散安定性に優れた水系顔料分散体及び水系顔料インク製造方法を提供することができる。

また本発明によれば、該インクを収容したインクカートリッジ、該インクを用いる画像形成方法、それにより得られる画像形成物を提供することができる。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

以下、本発明を更に詳しく説明する。

本発明の水系顔料分散体及び水系顔料インクは、少なくとも顔料、分散剤、水、或いはさらに樹脂エマルジョンを含有するものを加熱処理することを特徴とするものである。以前より水系顔料分散体及び水系顔料インクを加熱処理することで長期保存下にて発生する凝集異物を予め取り除く方法が提案されているが、本発明の特定の水系顔料分散体及び水系顔料インクにおいては、それ以外にも水系顔料分散体及び水系顔料インクの物性変化(特に、粘度・粒径変化)抑制にも効果があることを見出した。

50

【 0 0 1 8 】

本発明で使用される顔料は、分散剤、好ましくは界面活性剤で分散されていることを特徴とするものである。分散剤、好ましくは界面活性剤を添加することで、顔料が分散されて、顔料粒子の平均粒子径（ D_{50} ）が小さく、かつ粒子径標準偏差も小さくすることができ、画像鮮明かつ濃度均一な印字画像を提供できる。

【 0 0 1 9 】

顔料に対する分散剤の重量基準は顔料 1 に対し 0.1 ~ 2 が好ましく、より好ましくは 0.1 ~ 1.0 である。0.1 ~ 2.0 の範囲にすることにより平均粒径が小さく、また粒度分布に於ける標準偏差の小さいインク液を提供できる。顔料に対する分散剤が 0.1 未満では、平均粒径が大きく、また粒度分布に於ける標準偏差の大きいインク液のため満足な彩度が得られない。2.0 より大きいとインクの粘度が高すぎてインクジェット方式での印字が困難になる傾向がある。

10

【 0 0 2 0 】

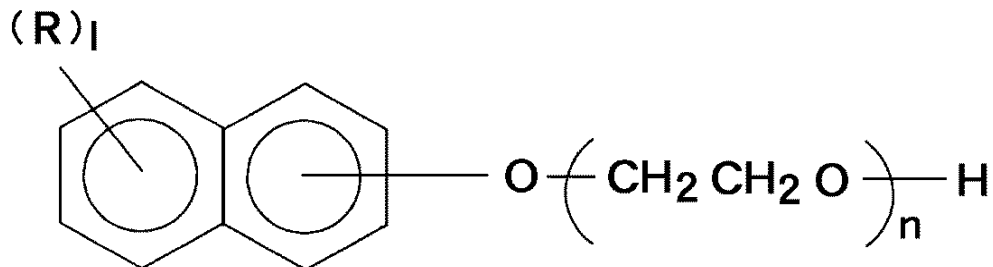
本発明の分散剤はいかなるものでもよいが、下記一般式（1）で示される化合物を用いることにより平均粒径が小さく、また粒度分布に於ける標準偏差の小さい水系顔料分散体及び水系顔料インクを得ることができる。

【 0 0 2 1 】

【 化 3 】

一般式（1）

20



（式中、R は炭素数 1 ~ 20 のアルキル基、アリール基、アラルキル基を表わし、 l は 0 ~ 7 の整数を表わし、 n は 20 ~ 200 の整数を表わす。）

30

【 0 0 2 2 】

ここで R 基の具体例として、炭素数 1 ~ 20 のアルキル基としては、例えばメチル基、エチル基等が挙げられる。またアリール基としては、例えばナフチル基、フェニル基、ノニルフェニル基等が挙げられる。さらにアラルキル基としては、例えばベンジル基、フェネチル基等が挙げられる。さらにまた R 基の置換数 l は 0 ~ 7 であり、1 ~ 4 が好ましい。1 が 2 以上の場合、複数の R は同一でも異なってもよい。また R 基とポリオキシエチレン部分の結合するナフタレン環の位置は同じ環および / または異なった環のいずれでもよい。

そして、前記一般式（1）で示される化合物において、ポリオキシエチレン部分がナフタレン環の - 位に結合したものが好ましい。

40

【 0 0 2 3 】

前記一般式（1）で示される化合物からなる分散剤において、 n は好ましくは 20 ~ 100、より好ましくは 30 ~ 50 である。 n が 20 未満では分散安定性が低下する傾向があり、平均粒径が大きく、また粒度分布に於ける標準偏差の大きいインク液のため満足な彩度が得られない。また、 n が 100 より大きいとインクの粘度が高くなり、インクジェット方式での印字が困難になる傾向がある。POE（ $n = 40$ ）- ナフチルエーテルが更に好ましい。

ここで POE（ $n = 40$ ）とは、前記一般式（1）において、ポリオキシエチレン部分の $n = 40$ であることを表わす。

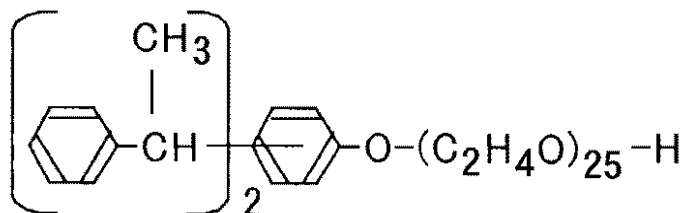
【 0 0 2 4 】

50

本発明の分散剤としては、前記一般式(1)で示される化合物以外では、水溶性スチレンアクリル樹脂(HPD-96, ジョンソンポリマー社製)や下記構造式で示されるスチレン化フェノール系(ノイゲンEA-177, $n=25$:HLBから推定)等を使用することができる。

【0025】

【化4】



10

【0026】

本発明に用いる顔料としては、ブラック顔料としてはファーネス法あるいはチャンネル法で製造されたカーボンブラック等が挙げられる。

【0027】

マゼンタ顔料としては、ピグメントレッド5、ピグメントレッド7、ピグメントレッド12、ピグメントレッド48(Ca)、ピグメントレッド48(Mn)、ピグメントレッド57(Ca)、ピグメントレッド57:1、ピグメントレッド112、ピグメントレッド122、ピグメントレッド123、ピグメントレッド168、ピグメントレッド184、ピグメントレッド202、ピグメントバイオレット19等が挙げられる。

【0028】

シアン顔料としては、ピグメントブルー1、ピグメントブルー2、ピグメントブルー3、ピグメントブルー15、ピグメントブルー15:3、ピグメントブルー15:4、ピグメントブルー16、ピグメントブルー22、ピグメントブルー60、バットブルー4、バットブルー60等が挙げられる。

【0029】

イエロー顔料としては、ピグメントイエロー1、ピグメントイエロー2、ピグメントイエロー3、ピグメントイエロー12、ピグメントイエロー13、ピグメントイエロー14、ピグメントイエロー16、ピグメントイエロー17、ピグメントイエロー73、ピグメントイエロー74、ピグメントイエロー75、ピグメントイエロー83、ピグメントイエロー93、ピグメントイエロー95、ピグメントイエロー97、ピグメントイエロー98、ピグメントイエロー114、ピグメントイエロー120、ピグメントイエロー128、ピグメントイエロー129、ピグメントイエロー138、ピグメントイエロー150、ピグメントイエロー151、ピグメントイエロー154、ピグメントイエロー155、ピグメントイエロー180等が挙げられる。

【0030】

なお、イエロー顔料としてピグメントイエロー74、マゼンタ顔料としてピグメントレッド122、ピグメントバイオレット19、シアン顔料としてピグメントブルー15を用いることにより、色調、耐光性が優れ、バランスの取れたインクを得ることができる。

上記顔料の顔料分散体中、或いは顔料インク中における濃度はそれぞれ0.1~50重量%が好ましく、0.1~20重量%が特に好ましい。

【0031】

顔料の平均粒子径(D50)は150nm以下であることが好ましい。顔料粒子径を特定の粒径以下にすることで印字画像部の顔料粒子の乱反射を防ぎ、かつ濃度均一な印字画像を提供できるからである。

20

30

40

50

【 0 0 3 2 】

一方、顔料粒子の平均粒子径が150nmより大きくなると印字画像部の顔料粒子が乱反射を起こし、画像彩度の低下かつ濃度不均一となる。また、上記顔料粒子の平均粒子径(D50)が100nm以下が更に好ましい。その理由は、より印字画像部の顔料粒子の乱反射を防ぐ効果があることに基づく。

尚、本発明における顔料の粒子の平均粒子径は、23、55%RHの環境において、日機装製マイクロトラックUPAで測定した値を示す。

【 0 0 3 3 】

本発明で使用される樹脂エマルジョンは、ポリウレタン系、スチレンアクリル系、アクリルシリコン系から選ばれた少なくとも1種類以上であることが好ましい。特に水系顔料分散体にはポリウレタン系樹脂エマルジョンが紙への定着性等の点でより好ましい。

【 0 0 3 4 】

樹脂エマルジョンは、インク調製原料として使用する際、または本発明のインク組成物調整後において、O/W型のエマルジョンとして存在するものである。ポリウレタン系樹脂のエマルジョンには、比較的親水性の通常のポリウレタン系樹脂を外部に乳化剤を使用してエマルジョン化したものと、樹脂自体に乳化剤の働きをする官能基を共重合等の手段で導入した自己乳化型のエマルジョンがある。いずれも使用可能であるが、インク組成物の成分の組み合わせによって、顔料及びエマルジョン粒子の分散安定性に若干の差があるので注意を要する。顔料や分散剤との各種組み合わせにおいて、常に分散安定性に優れているのはアニオン型自己乳化型ポリウレタンのエマルジョン樹脂である。その際、顔料の固着性・分散安定性の面でポリウレタン系樹脂はポリエステル型よりポリカーボネート型である場合の方が好ましく、さらにポリエステル型、ポリカーボネート型よりエーテル型である場合の方が好ましい。理由は定かではないが、非エーテル型は耐溶剤性に弱いものが多く、インクの高温保存時に粘度が凝集しやすい。

また、理由は定かではないが、水系顔料分散体及び水系顔料インクに前記樹脂エマルジョンを添加し、加熱処理をすることで、処理時間短縮が可能となった。

【 0 0 3 5 】

本発明による水系顔料分散体は、例えば以下の方法によって作成することができる。

最初に顔料と分散剤としての界面活性剤との比率を決定する。それは、顔料と水との混合物をサンドミル、ロールミル、ビーズミル、ナノマイザー、ホモジナイザー等の公知の分散機で分散しながら、界面活性剤を徐々に添加して、粒径が小さくなると同時に最も粘度の小さくなった比率に決定する。なお、ビーズミルで分散する場合に、泡の発生を抑制するために少量の消泡剤を添加することが好ましい。顔料平均粒径については、分散機へ入れるビーズの大きさや分散時間などによって制御することが可能であり、平均粒径を150nm以下にするには、ビーズは0.05～1.0mm、分散時間は1～100時間/Lで分散すればよい。

【 0 0 3 6 】

本発明による水系顔料分散体に後記インク組成成分(例えば、湿潤剤、界面活性剤、pH調整剤、防腐剤・防カビ剤等)を加え、1～3時間にわたり、20～30にて攪拌することにより、本発明による水系顔料インクを得ることができる。

【 0 0 3 7 】

本発明のインク組成成分としては、湿潤剤を含んでなるのが好ましく、湿潤剤の沸点は180以上のものが好ましい。該湿潤剤が水系顔料インク中に含有されていると、インク組成物の保水と湿潤性を確保することができ、その結果、水系顔料インクを長期間保存しても色材の凝集や粘度の上昇がなく、優れた保存安定性を実現できる。また、インクジェットプリンターのノズル先端等で開放状態に放置されても、乾燥物の流動性を長時間維持するインクジェット記録用インクが実現できる。更に印字中もしくは印字中断後の再起動時にノズルの目詰まりが発生することもなく、高い吐出安定性が得られる。

【 0 0 3 8 】

本発明において用いられる水系顔料インクの潤滑剤としては以下のものが例示されるが

、これらに限定されるものではない。

【 0 0 3 9 】

例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、3 - メチル - 1,3 - ブチルグリコール、1,3 - ブチルグリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、1,5 - ペンタンジオール、1,6 - ヘキサンジオール、グリセリン、1,2,6 - ヘキサントリオール、2 - エチル - 1,3 - ヘキサンジオール、1,2,4 - ブタントリオール、1,2,3 - ブタントリオール、ペンタントリオール等の多価アルコール類；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ブチルエーテル、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、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、テトラエチ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多価アルコールアルキルエーテル類；エチレングリコールモノフェニルエーテル、エチレングリコールモノベンジルエーテル等の多価アルコールアリールエーテル類；2 - ピロリドン、N - メチル - 2 - ピロリドン、N - ヒドロキシエチル - 2 - ピロリドン、1,3 - ジメチルイミダゾリジノン、 γ - カプロラクタム、 γ - ブチロラクトン等の含窒素複素環化合物；ホルムアミド、N - メチルホルムアミド、N,N - ジメチルホルムアミド等のアミド類；モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、モノエチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン等のアミン類、ジメチルスルホキシド、スルホラン、チオジエタノール等の含硫黄化合物類；プロピレンカーボネート、炭酸エチレン等である。これらの湿潤剤は、単独又は2種類以上混合して使用することができる。

【 0 0 4 0 】

前記湿潤剤の中でも、1,3 - ブチルグリコール、3 - メチル - 1,3 - ブチルグリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール及び/またはグリセリンを含むことがインクの乾燥による目詰まり、すなわち水分蒸発による噴射特性不良の防止、及び本発明の形成画像の彩度を向上する上で優れた効果が得られる。

【 0 0 4 1 】

これらの湿潤剤の添加量はインクの0.1 ~ 50重量%が好ましく、より好ましくは5 ~ 40重量%の範囲が適量である。

また好ましくは、2 - エチル - 1,3 - ヘキサンジオール（以下、EHDと略す）を含むことで、インクの浸透性をあげると同時に顔料を表面にとどめることで滲みをなくし、画像濃度が高くかつ裏抜けが少ない印字画像を得ることが可能となった。EHDの含有量としては0.1 ~ 4.0重量%であることが好ましく、より好ましくは0.5 ~ 3.0重量%である。0.1重量%未満では効果が少なく、4.0重量%を超えると、これ自体の溶解性が低いために、信頼性が悪くなる。

【 0 0 4 2 】

本発明で使用されるノニオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレングリコールエステル、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンデシルエーテルあるいはアセチレン系界面活性剤、シリコン系界面活性剤やフッ素系界面活性剤等のノニオン系界面活性剤等が挙げられる。

【 0 0 4 3 】

本発明では、下記界面活性剤を、インク特性に影響を及ぼさない範囲内で、併用してもよい。

具体的には、ノニオン系界面活性剤としては、BTシリーズ（日光ケミカルズ）、ノニポールシリーズ（三洋化成）、D - , P - シリーズ（竹本油脂）、サーフィノールシリーズ（エアプロダクツ）、オルフィンシリーズ（日信化学）、EMALEX DAPEシリーズ（日本エマルジョン）、シリコーン系界面活性剤（東レダウコーニング等）、フッ素系界面活性剤（ネオス、住友3M, Dupont, ダイキン）等を併用できる。

【 0 0 4 4 】

これらの界面活性剤はインクの表面張力を下げ、インクの紙への浸透性を上げることに

10

20

30

40

50

よって、印字画像の乾燥性を速めるために添加されるものであり、その添加量は、インクの表面張力が、通常、50 mN/m以下、好ましくは40 mN/m以下になるように調整され、含有量として、0.1～10.0重量%が好ましく、より好ましくは1.0～5.0重量%である。前記界面活性剤の添加量は、0.1重量%よりも少ないと、動的表面張力が高いため乾燥性が悪く、逆に10.0重量%よりも多いと保存時に界面活性剤の析出などが生じる。

【0045】

本発明のノニオン系界面活性剤の親水基がポリオキシエチレン基であることが好ましい。その理由は、明確に分かっているわけではないが、顔料表面の電荷を好適に維持し得る点、インクの発泡性を低減し得る点でポリオキシエチレン基であることが好ましい。

10

【0046】

本発明の水系顔料分散体及び水系顔料インクの加熱処理の加熱温度は40～80 が好ましく、より好ましくは50～70 であり、加熱時間は1～336時間が好ましく、5～168時間がより好ましく、さらにより好ましくは24～96時間であり、特に好ましくは5～96時間である。

加熱温度が40 よりも低いと分散安定化に時間がかかり、不十分で、80 を超えると、逆に分散破壊を起こしてしまう。

また、加熱時間が1時間未満であると加熱処理が不十分で、336時間を超えると、分散破壊を起こしてしまう。

【0047】

20

前記加熱処理を実施した水系顔料分散体から水系顔料インクとする場合、あるいは未加熱処理水系顔料分散体を用いて作成した水系顔料インクに対して前記加熱処理を実施した水系顔料インクの場合のいずれにおいても、水系顔料インクの作成後に、金属フィルター、メンブレンフィルター等を用いた減圧・加圧濾過や遠心分離機による遠心濾過を行ない、粗大粒子、異物（ほこり・ごみ）等を除去するのが好ましい。

【実施例】

【0048】

以下、実施例に基づき本発明をより詳細に説明するが、本発明は本実施例に限定されないものである。なお実施例中の部数は重量部を表わすものである。また、下記実施例No. 1～No. 11、No. 13、No. 20は、参考実施例である。

30

【0049】

（実施例No. 1）

顔料分散体作成例 - 1

顔料種 : ピグメントレッド122

（チバスペシャルティケミカルズ社製、

クロモフタル JET マゼンタ DMQ）

150部

一般式（I）の化合物（n = 40、R : Hの - ナフチルエーテル）

56部

パイオニンA-51-B（竹本油脂製社）

0部

蒸留水

794部

40

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル（シンマルエンタープライゼス社KDL型、メディア：0.3mm ジルコニアボール使用）で循環分散してできた液を60 の温度で96時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径70 nmの水系顔料分散体を得た。

【0050】

（実施例No. 2）

顔料分散体作成例 - 2

顔料種 : ピグメントブルー15 : 3

（大日精化工業社製、シアニンプルーA-385）

150部

50

水溶性スチレンアクリル樹脂（ＨＰＤ－９６、ジョンソンポリマー社製） ７５部
 パイオニンＡ－５１－Ｂ（竹本油脂製社） ２．５部
 蒸留水 ７７３部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル（シンマルエンタープライゼス社ＫＤＬ型、メディア：０．３ｍｍ ジルコニアボール使用）で循環分散してできた液を７５の温度で２４時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径１２０ｎｍの水系顔料分散体を得た。

【００５１】

（実施例Ｎｏ．３）

顔料分散体作成例－３

顔料種：ピグメントイエロー７４
 （大日精化工業社製、エローＮＯ．４３） １５０部
 一般式（Ⅰ）の化合物（ $n = 10$ 、 $R : H$ の－ナフチルエーテル） ３７５部
 パイオニンＡ－５１－Ｂ（竹本油脂製社） ０部
 蒸留水 ４７５部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル（シンマルエンタープライゼス社ＫＤＬ型、メディア：０．３ｍｍ ジルコニアボール使用）で循環分散してできた液を５０の温度で４８時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径２０ｎｍの水系顔料分散体を得た

【００５２】

（実施例Ｎｏ．４）

顔料分散体作成例－４

顔料種：ピグメントレッド１２２
 （チバスペシャルティケミカルズ社製、
 クロモフタール ＪＥＴ マゼンタ ＤＭＱ） １５０部
 一般式（Ⅰ）の化合物（ $n = 80$ 、 $R : H$ の－ナフチルエーテル） １１３部
 パイオニンＡ－５１－Ｂ（竹本油脂製社） ０部
 蒸留水 ７３７部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル（シンマルエンタープライゼス社ＫＤＬ型、メディア：０．３ｍｍ ジルコニアボール使用）で循環分散してできた液を６０の温度で９６時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径７０ｎｍの水系顔料分散体を得た。

【００５３】

（実施例Ｎｏ．５）

顔料分散体作成例－５

顔料種：ピグメントブルー１５：３
 （大日精化工業社製、シアニンブルーＡ－３８５） １５０部
 一般式（Ⅰ）の化合物（ $n = 80$ 、 $R : H$ の－ナフチルエーテル） １８８部
 パイオニンＡ－５１－Ｂ（竹本油脂製社） ２．５部
 蒸留水 ６６０部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル（シンマルエンタープライゼス社ＫＤＬ型、メディア：０．３ｍｍ ジルコニアボール使用）で循環分散してできた液を７５の温度で２４時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径６０ｎｍの水系顔料分散体を得た。

【００５４】

（実施例Ｎｏ．６）

顔料分散体作成例－６

顔料種：ピグメントイエロー７４
 （大日精化工業社製、エローＮＯ．４３） １５０部
 一般式（Ⅰ）の化合物（ $n = 130$ 、 $R : H$ の－ナフチルエーテル） ３０部

10

20

30

40

50

バイオニン A - 5 1 - B (竹本油脂製社)	0 部	
蒸留水	8 2 0 部	
上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 K D L 型、メディア : 0 . 3 m m ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液を 5 0 の温度で 4 8 時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 5 0 n m の水系顔料分散体を得た。		
【 0 0 5 5 】		
(実施例 N o . 7)		
顔料分散体作成例 - 7		
顔料種 : ピグメントブルー 1 5 : 3		10
(大日精化工業社製、シアニンブルー A - 3 8 5)	1 5 0 部	
一般式 (I) の化合物 (n = 4 0、R : H の - ナフチルエーテル)	5 6 部	
バイオニン A - 5 1 - B (竹本油脂製社)	0 部	
蒸留水	7 9 4 部	
上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 K D L 型、メディア : 0 . 3 m m ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液を 7 5 の温度で 2 4 時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 2 5 0 n m の水系顔料分散体を得た。		
【 0 0 5 6 】		
(比較例 N o . 1 ')		20
顔料分散体作成例 - 1 '		
顔料種 : ピグメントレッド 1 2 2		
(チバスペシャルティケミカルズ社製、		
クロモフタール J E T マゼンタ D M Q)	1 5 0 部	
一般式 (I) の化合物	0 部	
バイオニン A - 5 1 - B (竹本油脂製社)	0 部	
蒸留水	8 5 0 部	
上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 K D L 型、メディア : 0 . 3 m m ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液を 6 0 の温度で 9 6 時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 4 5 0 n m の水系顔料分散体を得た。		
【 0 0 5 7 】		30
(比較例 N o . 2 ')		
顔料分散体作成例 - 2 '		
顔料種 : ピグメントブルー 1 5 : 3		
(大日精化工業社製、シアニンブルー A - 3 8 5)	1 5 0 部	
一般式 (I) の化合物 (n = 4 0、R : H の - ナフチルエーテル)	5 6 部	
バイオニン A - 5 1 - B (竹本油脂製社)	2 . 5 部	
蒸留水	7 9 2 部	
上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 K D L 型、メディア : 0 . 3 m m ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液を加熱処理せず、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 1 0 0 n m の水系顔料分散体を得た。		
【 0 0 5 8 】		40
実施例 N o . 1 ~ 7 及び比較例 N o . 1 ' ~ 2 ' で用いた水系顔料分散体種の組成、各水系顔料分散体種の加熱温度、加熱時間をまとめて表 1 に示す。		
【 0 0 5 9 】		

【表 1】

水系顔料分散体種	顔料種 添加量	ぬれ剤 添加量	分散剤種 分散剤比率	高純水 添加量	加熱処理温度 (°C)	加熱処理時間 (hr)
実施例 No.1	α 150 部	未添加	$\langle 2 \rangle$ 0.373	残り	60	96
実施例 No.2	β 150 部	2.5 部	$\langle 5 \rangle$ 0.50	残り	75	24
実施例 No.3	γ 150 部	未添加	$\langle 1 \rangle$ 2.50	残り	50	48
実施例 No.4	α 150 部	未添加	$\langle 1 \rangle$ 0.75	残り	60	96
実施例 No.5	β 150 部	2.5 部	$\langle 4 \rangle$ 1.25	残り	75	24
実施例 No.6	γ 150 部	未添加	$\langle 3 \rangle$ 0.20	残り	50	48
実施例 No.7	β 150 部	未添加	$\langle 2 \rangle$ 0.373	残り	75	24
比較例 No.1'	α 150 部	未添加	未添加	残り	60	96
比較例 No.2'	β 150 部	2.5 部	$\langle 2 \rangle$ 0.373	残り	加熱処理なし	加熱処理なし

10

1) 分散剤比率 = 分散剤重量 ÷ 顔料重量とする

2) 水系顔料分散体作成時に添加するぬれ剤（界面活性剤）は竹本油脂社製 A - 5 1 - B を使用する。

20

3) また、上記表 1 において、使用顔料種 \sim 、分散剤の \sim - ナフチルエーテル 1 \sim 4 の内容は、以下の表 2 及び表 3 に示すとおりである。

【0060】

【表 2】

顔料種	C.I (製造元)
顔料種 α :	ピグメントレッド 122 (チバスペシャルティケミカルズ社製)
顔料種 β :	ピグメントブルー 15 : 3 (大日精化工業社製)
顔料種 γ :	ピグメントイエロー 74 (大日精化工業社製)

【0061】

【表 3】

30

分散剤名	種別
$\langle 1 \rangle$	一般式 (1) の化合物の ($n=10$, R:H)
$\langle 2 \rangle$	一般式 (1) の化合物の ($n=40$, R:H)
$\langle 3 \rangle$	一般式 (1) の化合物の ($n=130$, R:H)
$\langle 4 \rangle$	一般式 (1) の化合物の ($n=80$, R:H)
$\langle 5 \rangle$	水溶性スチレンアクリル樹脂 (HPD-96, ジョンソンポリマー社製)

【0062】

(実施例 No. 8 ~ 11、比較例 No. 3'、4')

前記表 1 の処方により水系顔料分散体を作成し、それを用いて下記表 4 の処方及び加熱処理条件により、水系顔料インクを調整し、加熱処理を行なった後、遠心分離機による遠心濾過を行ない、0.8 μ m のメンブランフィルターでろ過し、各水系顔料インクを得た。

40

【0063】

【表 4】

インク種	分散体種別 添加量	Gly 添加量	DEG 添加量	EHD 添加量	浸透剤種別 添加量	樹脂種別 添加量	高純水 添加量	加熱処理温度 (℃)	加熱処理時間 (hr)
実施例 No.8	No.1 7.0部	7.5部	22.5部	2.0部	II 2.0部	A 1.5部	残量	60	96
実施例 No.9	No.2 6.0部	7.5部	22.5部	2.0部	II 1.5部	C 2.5部	残量	75	24
実施例 No.10	No.7 6.0部	7.5部	22.5部	2.0部	I 2.0部	B 1.5部	残量	60	96
実施例 No.11	No.2' 6.0部	7.5部	22.5部	2.0部	II 2.0部	A 1.5部	残量	60	96
比較例 No.3'	No.2' 7.0部	7.5部	22.5部	2.0部	II 2.0部	A 1.5部	残量	加熱処理なし	加熱処理なし
比較例 No.4'	No.2 6.0部	7部	21部	1.5部	II 1.5部	未添加	残量	75	24

10

上記表 4 において、使用浸透剤（界面活性剤）種Ⅰ～Ⅱ、樹脂（樹脂エマルジョン）種 A～C の内容は、以下の表 5 及び表 6 に示すとおりである。

【 0 0 6 4 】

【表 5】

浸透剤名	種別
I	D-1007(竹本油脂社製)
II	D-1010(竹本油脂社製)

【 0 0 6 5 】

20

【表 6】

樹脂エマルジョン種	種別（.商品名,製造元）
A	ポリウレタン系（SF107M,第一工業製薬社製）
B	スチレンアクリル系（J-679,ジョンソンポリマー社製）
C	アクリルシリコン系（UVA-383MG,BASF 社製）

【 0 0 6 6 】

インクの具体的な調合法は、

[1] Gly、DEG

[2] EHD

[3] 界面活性剤

[4] LV

[5] エマルジョン樹脂 + 高純水

を順序で入れて 30 分攪拌した液を水系顔料分散体に添加し、その後、pH 調整（7～10 付近）し、30 分攪拌して水系顔料インクを作成することにより行なった。

尚、グリセリンは Gly、ジエチレングリコールは DEG、プロキセル LV（S）20 % 溶液（防腐剤）は LV、2 - エチル - 1,3 - ヘキサンジオールは EHD と略す。

【 0 0 6 7 】

上記水系顔料分散体の吐出性評価は、各水系顔料分散体に表 4 のインク組成成分を加え、その後の加熱処理はなしで、実施例 No. 8 に準じて得た水系顔料インクで確認した。上記水系顔料分散体の保存安定性評価は水系顔料分散体そのものを評価した。結果を表 7 に示す。（表 7 中、実施例 No. 1～7。比較例 No. 1'～2' と表示する。）。 40

【 0 0 6 8 】

また、上記実施例 No. 1～10、比較例 No. 1'～4' の水系顔料インクを EPSON 社製インクジェットプリンター EM-930C 改造機の黒カートリッジに充填後、真空脱気し、EPSON 社製インクジェットプリンター EM-930C 改造機で吐出安定性を評価した。結果を表 7 に示す。

【 0 0 6 9 】

評価 1：吐出安定性

吐出安定性については、印刷物を印刷した後、プリンタヘッドにキャップした状態でプリンタを 40 の環境下で 1 ヶ月放置した。放置後のプリンタの吐出状態が初期の吐出状 50

態に回復するか否かを下記のクリーニング動作回数によって評価した。表1の水系顔料分散体については、表4のインク組成分を加え、その後の加熱処理はなしで、実施例8に準じて得た水系顔料インクについて評価を行なった。

：1の動作により回復した。

：2回～3回の動作により回復した。

×：3回以上の動作によっても回復がみられなかった。

【0070】

評価2：水系顔料分散体及び水系顔料インク保存性

各水系顔料分散体及び水系顔料インクをポリエチレン容器に入れ密封し、70 3週間保存した後の粒径、表面張力、粘度を測定し初期物性との変化率により下記のように評価した。

：10%以内

：30%以内

×：30%を超える

【0071】

【表7】

水系顔料分散体 水系顔料インク	評価1 吐出安定性	評価2 保存安定性	平均粒径 (nm)
実施例 No.1	○	○	70
実施例 No.2	○	△	120
実施例 No.3	△	○	20
実施例 No.4	○	△	70
実施例 No.5	○	○	60
実施例 No.6	△	○	50
実施例 No.7	△	○	250
実施例 No.8	○	○	70
実施例 No.9	○	△	120
実施例 No.10	△	○	250
実施例 No.11	○	△	100
比較例 No.1'	×	×	450
比較例 No.2'	×	×	100
比較例 No.3'	×	×	100
比較例 No.4'	×	×	120

【0072】

(実施例 No. 12)

顔料分散体作成例 - 12

顔料種：ピグメントレッド122

(チバスペシャルティケミカルズ社製、

クロモフタル JET マゼンタ DMQ)

一般式(I)の化合物(n=40、R:Hの -ナフチルエーテル)

パイオニンA-51-B(竹本油脂製社)

蒸留水

150部

53部

0部

797部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル(シンマルエンタープライゼス社KDL型、メディア：0.3mm ジルコニアボール使用)で循環分散してできた液に樹脂エマルジョンを添加し、60の温度で30時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径70nmの水系顔料分散体を得た。

【0073】

(実施例 No. 13)

顔料分散体作成例 - 13

顔料種	：ピグメントブルー 15 : 3	
	(大日精化工業社製、シアニンプルー A - 3108)	150部
水溶性スチレンアクリル樹脂 (HPD - 96、ジョンソンポリマー社製)		75部
バイオニン A - 51 - B (竹本油脂製社)		2.5部
蒸留水		773部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 KDL 型、メディア : 0.3 mm ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液に樹脂エマルジョンを添加し、75 の温度で 10 時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 120 nm の水系顔料分散体を得た。

【0074】

(実施例 No. 14)

顔料分散体作成例 - 14

顔料種	：ピグメントイエロー 74	
	(大日精化工業社製、エロー NO. 43)	150部
一般式 (I) の化合物 (n = 10、R : H の - ナフチルエーテル)		263部
バイオニン A - 51 - B (竹本油脂製社)		0部
蒸留水		587部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 KDL 型、メディア : 0.3 mm ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液に樹脂エマルジョンを添加し、50 の温度で 9.5 時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 20 nm の水系顔料分散体を得た。

【0075】

(実施例 No. 15)

顔料分散体作成例 - 15

顔料種	：ピグメントレッド 122	
	(チバスペシャルティケミカルズ社製、クロモフタール JET マゼンタ DMQ)	150部
一般式 (I) の化合物 (n = 10、R : H の - ナフチルエーテル)		113部
バイオニン A - 51 - B (竹本油脂製社)		0部
蒸留水		737部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 KDL 型、メディア : 0.3 mm ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液に樹脂エマルジョンを添加し、60 の温度で 30 時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 70 nm の水系顔料分散体を得た。

【0076】

(実施例 No. 16)

顔料分散体作成例 - 16

顔料種	：ピグメントブルー 15 : 3	
	(大日精化工業社製、シアニンプルー A - 3108)	150部
一般式 (I) の化合物 (n = 80、R : H の - ナフチルエーテル)		188部
バイオニン A - 51 - B (竹本油脂製社)		2.5部
蒸留水		660部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 KDL 型、メディア : 0.3 mm ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液に樹脂エマルジョンを添加し、75 の温度で 10 時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 60 nm の水系顔料分

10

20

30

40

50

散体を得た。

【 0 0 7 7 】

(実施例 N o . 1 7)

顔料分散体作成例 - 1 7

顔料種 : ピグメントイエロー 7 4

(大日精化工業社製、イエロー N O . 4 3)

1 5 0 部

一般式 (I) の化合物 ($n = 130$ 、 $R : H$ の - ナフチルエーテル)

3 0 部

パイオニン A - 5 1 - B (竹本油脂製社)

0 部

蒸留水

8 2 0 部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 K D L 型、メディア : 0 . 3 m m ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液に樹脂エマルジョンを添加し、5 0 の温度で 1 2 0 時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 5 0 n m の水系顔料分散体を得た。

10

【 0 0 7 8 】

(実施例 N o . 1 8)

顔料分散体作成例 - 1 8

顔料種 : ピグメントブルー 1 5 : 3

(大日精化工業社製、シアニンブルー A - 3 1 0 8)

1 5 0 部

一般式 (I) の化合物 ($n = 40$ 、 $R : H$ の - ナフチルエーテル)

3 0 部

パイオニン A - 5 1 - B (竹本油脂製社)

0 部

蒸留水

8 2 0 部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 K D L 型、メディア : 0 . 3 m m ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液に樹脂エマルジョンを添加し、7 5 の温度で 1 0 時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 2 5 0 n m の水系顔料分散体を得た。

20

【 0 0 7 9 】

(比較例 N o . 5 ')

顔料分散体作成例 - 5 '

顔料種 : ピグメントレッド 1 2 2

(チバスペシャルティケミカルズ社製、

クロモフタール J E T マゼンタ D M Q)

1 5 0 部

一般式 (I) の化合物

0 部

パイオニン A - 5 1 - B (竹本油脂製社)

0 部

蒸留水

7 3 7 部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンタープライゼス社 K D L 型、メディア : 0 . 3 m m ジルコニアボール使用) で循環分散してできた液に樹脂エマルジョンを添加せず、6 0 の温度で 3 0 時間加熱処理し、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径 4 5 0 n m の水系顔料分散体を得た。

30

40

【 0 0 8 0 】

(比較例 N o . 6 ')

顔料分散体作成例 - 6 '

顔料種 : ピグメントブルー 1 5 : 3

(大日精化工業社製、シアニンブルー A - 3 8 5)

1 5 0 部

一般式 (I) の化合物 ($n = 40$ 、 $R : H$ の - ナフチルエーテル)

5 3 部

パイオニン A - 5 1 - B (竹本油脂製社)

2 . 5 部

蒸留水

7 9 4 部

上記の混合物をプレミックスした後、ディスクタイプのビーズミル (シンマルエンター

50

プライゼス社KDL型、メディア：0.3mm ジルコニアボール使用）で循環分散してできた液に樹脂エマルジョンを添加し、加熱処理せず、遠心分離機による遠心濾過を行なって粗大粒子やごみを除去して、平均粒子径100nmの水系顔料分散体を得た。

【0081】

実施例No. 12～18及び比較例No. 5'～6'で用いた水系顔料分散体種の組成、各水系顔料分散体種の加熱温度、加熱時間をまとめて表8に示す。

【0082】

【表8】

水系顔料分散体種	顔料種 添加量	分散剤種 分散剤比率	樹脂エマルジョン種 添加量	高純水 添加量	加熱処理温度 (℃)	加熱処理時間 (hr)
実施例 No. 12	α 150部	〈2〉 0.35	A' 5部	残り	60	30
実施例 No. 13	β 150部	〈5〉 0.50	B' 3部	残り	75	10
実施例 No. 14	γ 150部	〈1〉 1.75	C' 10部	残り	50	95
実施例 No. 15	α 150部	〈1〉 0.75	D' 5部	残り	60	30
実施例 No. 16	β 150部	〈4〉 1.25	A' 3部	残り	75	10
実施例 No. 17	γ 150部	〈3〉 0.20	B' 10部	残り	50	120
実施例 No. 18	β 150部	〈2〉 0.20	A' 5部	残り	75	10
比較例 No. 5'	α 150部	— 未添加	— 未添加	残り	60	30
比較例 No. 6'	β 150部	〈2〉 0.35	B' 3部	残り	加熱処理なし	加熱処理なし

分散剤比率 = 分散剤重量 ÷ 顔料重量とする。

水系顔料分散体作成時に添加するぬれ剤は竹本油脂社製A-51-Bを使用する。

また、上記表8において、使用顔料種 ~ 、分散剤 1 ~ 5 の内容は前記表2及び表3に示すとおりである。また樹脂エマルジョンA'～D'の内容、物性は、以下の表9に示すとおりである。

【0083】

【表9】

ポリウレタン樹脂エマルジョン物性値

樹脂エマルジョン名	イオン性	構造
A' : W-5025 (三井武田ケミカル社製)	アニオン性 自己乳化型	エーテル型
B' : W-5661 (三井武田ケミカル社製)	アニオン性 自己乳化型	エーテル型
C' : SF650 (第一工業製薬社製)	カチオン性 自己乳化型	ポリカーボネート型
D' : W-7004 (三井武田ケミカル社製)	アニオン性 自己乳化型	エステル型

【0084】

(実施例No. 19～21、比較例No. 7'～8')

前記表8の処方により水系顔料分散体を作成し、それを用いて下記表10の処方により水系顔料インクを調整し、加熱処理を行なった後、遠心分離機による遠心濾過を行ない、0.8μmのメンブランフィルターでろ過し、各水系顔料インクを得た。

【 0 0 8 5 】

【表 1 0】

インク種	分散体種別 添加量	Gly 添加量	DEG 添加量	EHD 添加量	界面活性剤種別 添加量	樹脂 組み合わせ 樹脂添加量	蒸留水 添加量	加熱処理温度 (℃)	加熱処理時間 (hr)
実施例 No. 19	No. 12 7.0 部	7.5 部	22.5 部	2.0 部	Ⅱ 2.0 部	イ 5.0 部	残量	50	40
実施例 No. 20	No. 13 6.0 部	7.5 部	22.5 部	2.0 部	Ⅱ 1.5 部	ロ 2.5 部	残量	75	24
実施例 No. 21	No. 18 6.0 部	7.5 部	22.5 部	2.0 部	Ⅰ 2.0 部	ハ 7.5 部	残量	60	96
比較例 No. 7'	No. 5' 7.0 部	7.5 部	22.5 部	2.0 部	Ⅱ 2.0 部	イ 1.5 部	残量	加熱処理なし	加熱処理なし
比較例 No. 8'	No. 5' 6.0 部	7 部	21 部	1.5 部	Ⅱ 1.5 部	未添加	残量	75	24

10

上記表 1 0 において、界面活性剤種Ⅰ～Ⅱは前記表 5 に示すとおりである。また、樹脂エマルジョン種の組み合わせイ～ハの内容は、以下の表 1 1 に示すとおりである。

【 0 0 8 6 】

【表 1 1】

樹脂エマルジョンの組み合わせ

組み合わせ	樹脂エマルジョン その 1 (ポリウレタン)	樹脂エマルジョン その 2 (スチレンアクリル)	樹脂エマルジョン その 3 (アクリルシリコン)
イ	B' : W-5661	未添加	未添加
ロ	A' : W-5025	未添加	AP4710
ハ	B' : W-5661	J-840	未添加

20

上記表 1 1 において、スチレン - アクリル系樹脂は J - 8 4 0 (ジョンソンポリマー社製)、アクリル - シリコン系樹脂は A P 4 7 1 0 (昭和高分子社製) を用いた。

【 0 0 8 7 】

インクの具体的な調合法は、

《 1 》 G l y、D E G

《 2 》 E H D

《 3 》 界面活性剤

《 4 》 L V

《 5 》 エマルジョン樹脂 + 高純水

を順序で入れて 3 0 分攪拌した液を水系顔料分散体に添加し、その後、P H 調整 (7 ~ 1 0 付近) し、3 0 分攪拌して水系顔料インクを作成することにより行なった。

尚、グリセリンは G l y、ジエチレングリコールは D E G、プロキセル L V (S) 2 0 % 溶液 (防腐剤) は L V、2 - エチル - 1, 3 - ヘキサンジオールは E H D と略す。

【 0 0 8 8 】

上記水系顔料分散体の吐出性評価は、各水系顔料分散体に表 1 0 のインク組成成分を加え、その後の加熱処理はなしで、実施例 N o . 1 9 に準じて得た水系顔料インクで確認した。上記水系顔料分散体の保存安定性評価は水系顔料分散体そのものを評価した。結果を表 1 2 に示す。(表 1 2 中、実施例 N o . 1 2 ~ 1 8、比較例 N o . 5 ' ~ 6 ' と表示する。)

40

【 0 0 8 9 】

また、上記インク実施例 N o . 1 2 ~ 2 1、比較例 N o . 5 ' ~ 8 ' の水系顔料インクを EPSON 社製インクジェットプリンター EM-930C 改造機の黒カートリッジに充填後、真空脱気し、EPSON 社製インクジェットプリンター EM-930C 改造機で吐出安定性を評価した。結果を表 1 2 に示す。

【 0 0 9 0 】

評価 1 : 吐出安定性

吐出安定性については、実施例 N o . 1 ~ 1 1 と同様の方法及び基準により評価した。

50

なお、表 8 の水系顔料分散体については、表 10 のインク組成分を加え、その後の加熱処理はなしで、実施例 19 に準じて得た水系顔料インクについて評価を行なった。

【 0 0 9 1 】

評価 2 : 水系顔料分散体及び水系顔料インク保存性

保存安定性についても、実施例 No. 1 ~ 11 と同様の方法及び基準により評価した。

【 0 0 9 2 】

【表 1 2】

評価結果

水系顔料分散体 水系顔料インク	評価 1 吐出安定性	評価 2 保存安定性	平均粒径 (nm)
実施例 No. 12	○	○	70
実施例 No. 13	○	△	120
実施例 No. 14	△	○	20
実施例 No. 15	○	△	70
実施例 No. 16	○	○	60
実施例 No. 17	△	○	50
実施例 No. 18	△	○	250
実施例 No. 19	○	○	70
実施例 No. 20	○	△	120
実施例 No. 21	△	○	250
比較例 No. 5'	×	×	450
比較例 No. 6'	△	×	100
比較例 No. 7'	△	×	100
比較例 No. 8'	×	×	120

10

20

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I

B 4 1 M 5/52 (2006.01)

- (72)発明者 羽切 稔
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式会社リコー内
- (72)発明者 細木 靖之
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式会社リコー内
- (72)発明者 名取 裕二
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式会社リコー内
- (72)発明者 旗田 茂雄
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式会社リコー内

審査官 仁科 努

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

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C 0 9 D 1 7 / 0 0
C 0 9 D 1 1 / 0 0