

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200380103276.2

[51] Int. Cl.

C09C 1/48 (2006.01)

C09D 11/00 (2006.01)

C09C 1/56 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008年1月30日

[11] 授权公告号 CN 100365075C

[22] 申请日 2003.11.5

[21] 申请号 200380103276.2

[30] 优先权

[32] 2002.11.16 [33] DE [31] 10253447.0

[86] 国际申请 PCT/EP2003/012345 2003.11.5

[87] 国际公布 WO2004/046256 英 2004.6.3

[85] 进入国家阶段日期 2005.5.13

[73] 专利权人 德古萨股份公司

地址 德国杜塞尔多夫市

[72] 发明人 海因茨·佐弛 维尔纳·卡尔比茨
斯特凡·吕特克 托马斯·吕特格
拉尔夫·麦金托什 格尔德·陶贝尔

[56] 参考文献

US3687887A 1972.8.29

WO9618688A1 1996.6.20

EP0297839A2 1989.1.4

审查员 曹赞华

[74] 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

代理人 于辉

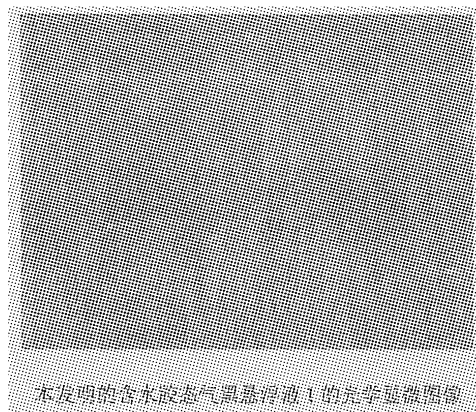
权利要求书2页 说明书18页 附图1页

[54] 发明名称

含水的胶态气黑悬浮液

[57] 摘要

本发明公开了一种含水胶态气黑悬浮液，其包括(a)气黑、(b)通式(1)的偶氮化合物以及(c)水。通过在水中分散气黑和通式(1)的偶氮化合物来生产所述的含水胶态气黑悬浮液。所述悬浮液可以用于生产油墨、喷墨油墨、表面涂料和彩色印刷墨。

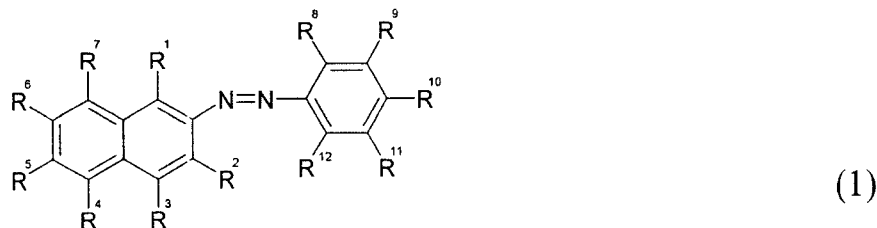


本发明的含水胶态气黑悬浮液(1)的显微结构图

1. 含水胶态气黑悬浮液，其特征在于包含：

气黑，所述气黑具有在 950℃ 下 <21 重量% 的挥发性组分含量，从 80 至 350 m²/g 的 BET 表面积，从 8 至 40 纳米的初级粒径和从 40 至 200 ml/100 g 的 DBP 值；

通式(1)的偶氮化合物；



其中，R¹ 至 R¹² 相同或不同，并且选自氢、亲水或疏水基团、受体或给体取代基、或者具有受体、给体、亲水或疏水基团的脂族、芳族或者杂芳族的无环、环状或者多环体系的部分；以及

水。

2. 根据权利要求 1 的含水胶态气黑悬浮液，其特征在于其中气黑含量 <30 重量%。

3. 根据权利要求 1 的含水胶态气黑悬浮液，其特征在于其中通式(1)的偶氮化合物的含量 <5 重量%。

4. 根据权利要求 1 的含水胶态气黑悬浮液，其特征在于通式(1)的偶氮化合物包含少于 30 重量%的杂质。

5. 根据权利要求 1 的含水胶态气黑悬浮液，其特征在于通式(1)的偶氮化合物包含少于 10 重量%的盐。

6. 根据权利要求 1 的含水胶态气黑悬浮液，其特征在于所述偶氮化合物是酸性黑 1、媒染绿 17 或媒染蓝 13。

7. 根据权利要求6的含水胶态气黑悬浮液,其特征在於所述偶氮化合物酸性黑1、媒染绿17或媒染蓝13包含少于30重量%的杂质和少于10重量%的盐。

8. 根据权利要求1的含水胶态气黑悬浮液,其特征在於其包含抗微生物剂、湿润剂和/或添加剂。

9. 根据权利要求8的含水胶态气黑悬浮液,其特征在於所述湿润剂是脂肪醇乙氧基化物、聚丙烯酸或/和它们的衍生物、含有丙烯酸、丙烯酸衍生物、苯乙烯类、苯乙烯衍生物和/或聚醚类的共聚物、木质素磺酸盐、烷基苯磺酸盐、萘磺酸衍生物、含有马来酸酐和/或马来酸衍生物的共聚物或者上述湿润剂的组合。

10. 根据权利要求8的含水胶态气黑悬浮液,其特征在於所述湿润剂的含量在0至1重量%之间。

11. 根据权利要求8的含水胶态气黑悬浮液,其特征在於所述添加剂是醇、二醇、杂环化合物或者甘油。

12. 根据权利要求8的含水胶态气黑悬浮液,其特征在於所述添加剂的含量<25重量%。

13. 生产根据权利要求1的含水胶态气黑悬浮液的方法,其特征在於将气黑和通式(1)的偶氮化合物分散到水中。

14. 根据权利要求13的生产含水胶态气黑悬浮液的方法,其特征在於使用珠磨、超声设备、高压匀化器、微流化装置、Ultra-Turrax来实施所述分散。

15. 根据权利要求1的含水胶态气黑悬浮液用于油墨、喷墨油墨、表面涂料和彩色印刷墨中的用途。

16. 一种油墨,其特征在於其包含权利要求1的含水胶态气黑悬浮液。

含水的胶态气黑悬浮液

技术领域

本发明涉及含水的胶态气黑悬浮液、其生产方法及其使用。

背景技术

含水的胶体碳黑悬浮液在表面涂料、彩色印刷墨中的应用已为公知，并且在例如喷墨打印机中其还被直接用作油墨(US-A 5,085,698, US-A 5,320,668)。

还公知使用同时用作湿润剂的染料来生产碳黑，而不用另外添加湿润剂(US 9,911,935)。

另外还已知使用水溶性湿润剂，例如丙烯酸树脂(US-A 5,609,671)或者乙氧基化物(DE 19824947 A1)来生产含水碳黑悬浮液。

用湿润剂稳定的已知碳黑悬浮液具有如下缺点：当使用非离子性表面活性剂时， ζ 电势太高并且表面张力低；并且当使用阴离子表面活性剂时，由于与同样是阴离子性的纸张涂层太强的相互作用，纸被过度润湿，导致低的光学密度。

用染料稳定的已知碳黑悬浮液的缺点是其不足的储存和冷冻稳定性。当分散液经过较长的储存期或者储存在高于 50°C 或低于 0°C 的温度下时，其导致显著且不可逆的粘度增加，悬浮的颜料颗粒的再团聚，或者悬浮液的完全絮凝。此外，当使用炉黑时，观察到相对低的光学密度，在使用方面同样构成大量的缺点。

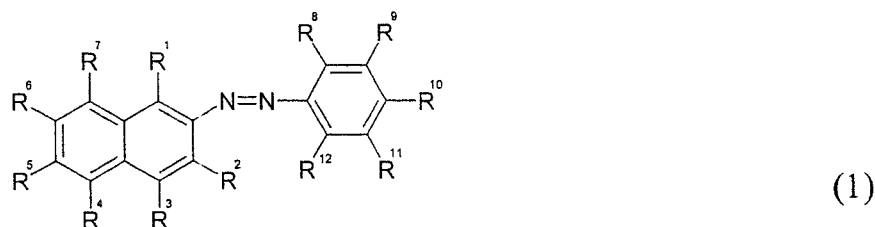
发明内容

本发明的目标是提供一种在载体材料，举例来说如纸张上具有高光学密度、低 ζ 电势和高表面张力的含水气黑悬浮液。

本发明提供了一种含水胶态气黑悬浮液，其特征在于包含：

气黑；

通式 1 的偶氮化合物；



其中， R^1 至 R^{12} 可以相同或不同，并且选自氢、亲水或疏水基团、受体或给体取代基、或者具有受体、给体、亲水或疏水基团的脂族、芳族或者杂芳族的无环、环状或者多环体系的部分；以及水。

胶态意指直径在 10 纳米至 10 微米之间的颗粒在分散剂中的均匀分布。

对于在油墨中使用，为了获得所需的印刷性质（例如印刷的锐度），根据印刷方法，低粘度是有利的。低的 ζ 电势是悬浮液良好稳定性的测量标准， ζ 电势描述了碳黑悬浮液中颗粒的电荷状态。高的表面张力例如对于喷墨过程中墨滴的形成具有正面效应。高的分散度对于良好的储存稳定性、使用中良好的色彩性质以及防止喷嘴的堵塞（特别是在喷墨过程中）都是非常重要的。

气黑可以含有 < 21 重量%，优选 < 6 重量%的挥发性组分(950°C)。气黑可以具有从 80 至 350 m^2/g 的 BET 表面积。气黑可以具有从 8 至 40 纳米，优选从 13 至 30 纳米，特别优选从 13 至 20 纳米的初级粒径。气黑可以具有从 40 至 200 ml/100 g 的 DBP 值。

气黑还可以是不同气黑的混合物。

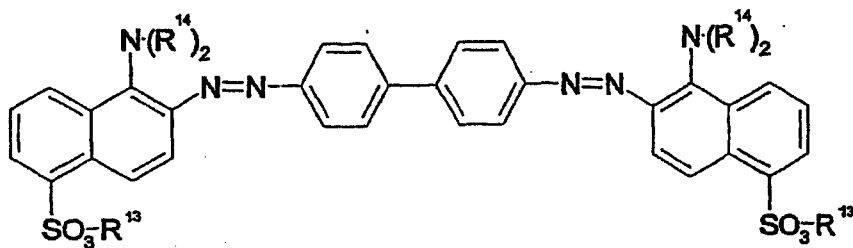
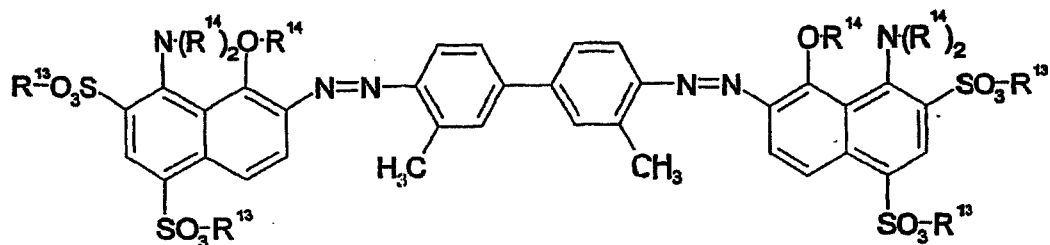
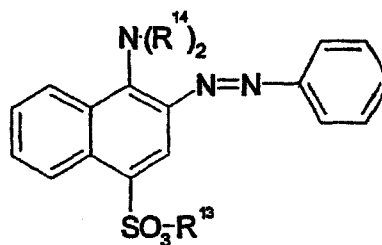
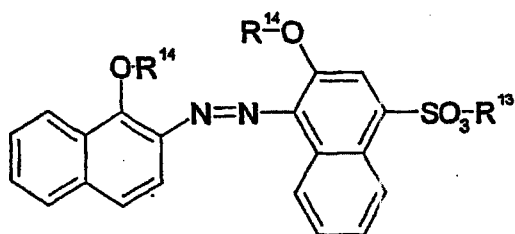
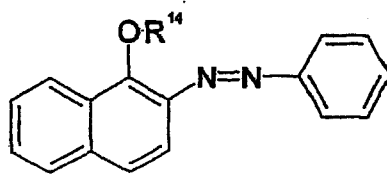
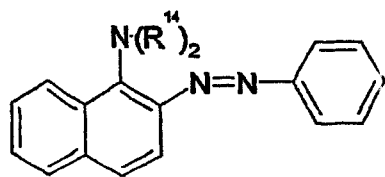
举例来说，下面的物质可以用作气黑：得自 Degussa AG 的 Farbruß FW 200、Farbruß FW 2、Farbruß FW 2 V、Farbruß FW 1、Farbruß

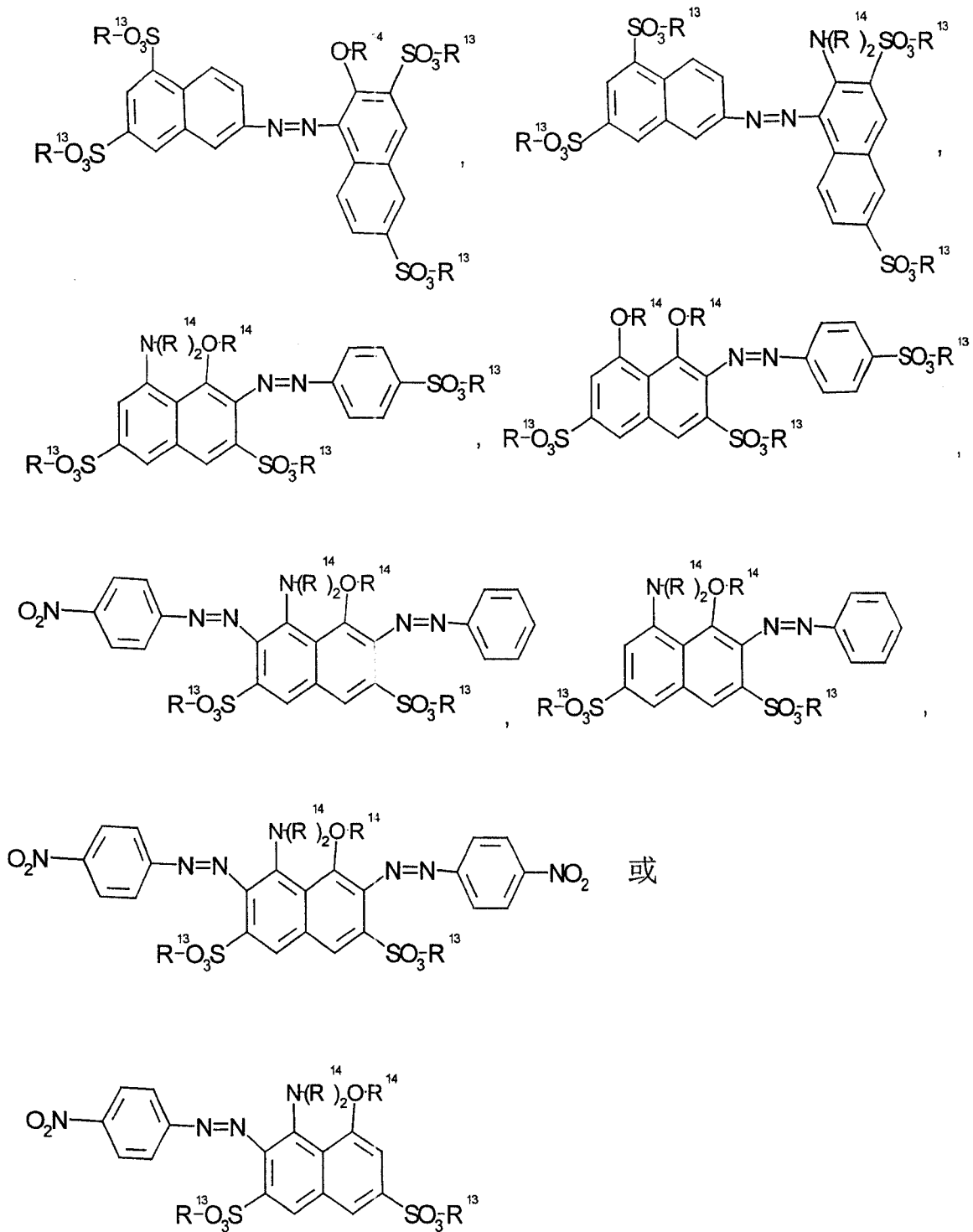
FW 18、Farbruß S 170、Farbruß S 160、Spezialschwarz 6、
Spezialschwarz 5、Spezialschwarz 4、Spezialschwarz 4A、NIPex
150、NIPex 160 IQ、NIPex 170 IQ、NIPex 180 IQ、Printex U、
Printex V、Printex 140 U 或 Printex 140 V。

根据本发明，气黑在含水胶体碳黑悬浮液中含量低于 30 重量%，
优选低于 20 重量%。

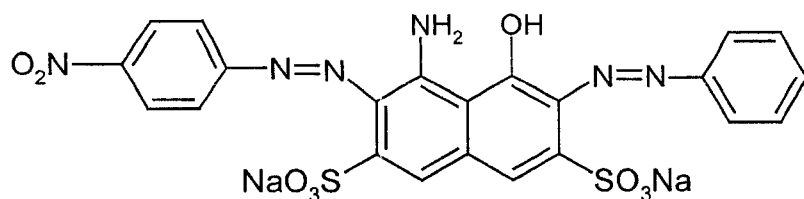
通式 1 的偶氮化合物可以在偶氮化合物中包括一个或多个通式 1
的结构单元。R¹ 至 R¹² 的取代基可以是未取代或取代的脂族或芳香取
代基，例如苯基、萘基或杂芳香取代基（如吡咯基、吡啶基、呋喃基
或 puryl）；或者受体取代基，例如 -COOR¹³、-CO-R¹³、-CN、-SO₂R¹³
或 -SO₂OR¹³，其中 R¹³ = H、碱金属阳离子、铵、烷基、芳基或者官
能化的烷基或者芳基，举例来说如 ω-羧基烷基、HSO₃-C_xH_y-、
H₂N-C_xH_y-、H₂N-SO₂-C_xH_y- (x = 1-20; y = 1-45)；给体取代基，例如烷
基、芳基、OR¹⁴、N(R¹⁴)₂、SR¹⁴ 或 P(R¹⁴)₂，其中 R¹⁴ = H、烷基、芳
基或者官能化的烷基或芳基；-(O-R¹⁴)_y-OR¹⁵ 形式的低聚物或聚合物，
其中 R¹⁵ = H、烷基或芳基。

举例来说，下面的化合物可以用作通式 1 的偶氮化合物：

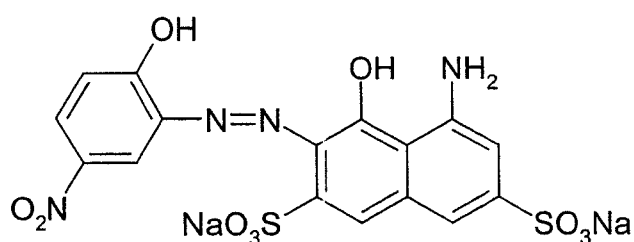




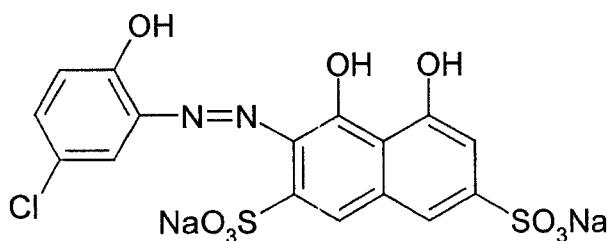
作为通式 1 的偶氮化合物，举例来说，可以使用酸性黑 1(C.I. 20470)



媒染绿 17 (C.I. 17225)或



媒染蓝 13 (C.I. 16680)。



在本发明的含水胶体碳黑悬浮液中，通式 1 的偶氮化合物的量可以低于 5 重量%，优选低于 3 重量%。

通式 1 的偶氮化合物可以包含低于 30 重量%，优选低于 20 重量%的杂质。

通式 1 的偶氮化合物可以包含低于 10 重量%，优选低于 5 重量%的盐。

偶氮化合物酸性黑 1、媒染绿 17 或媒染蓝 13 可以包含低于 30

重量%的杂质和低于 10 重量%的盐。

本发明的含水胶态气黑悬浮液可以包括抗微生物剂、湿润剂和/或添加剂。

本发明的含水胶态气黑悬浮液可以包含抗微生物剂。抗微生物剂的添加量为 0.01 至 1.0 重量%。作为抗微生物剂，可以使用异噻唑啉酮衍生物、甲醛裂解剂或者这两类产品的组合。举例来说，得自 Schülke & Mayr 的 Parmetol、得自 Bode Chemie 的 Ebotec、得自 Thor Chemie 的 Acticide 或者得自 Zeneca 的 Proxel 都可以用作抗微生物剂。

还可以添加基于总悬浮液用量为 0 至 1 重量%，优选从 0.4 至 0.6 重量%的湿润剂。可以用作湿润剂的化合物例如有脂肪醇乙氧基化物、聚丙烯酸或/和它们的衍生物、含有丙烯酸、丙烯酸衍生物、苯乙烯类、苯乙烯衍生物和/或聚醚类的共聚物、木质素磺酸盐、烷基苯磺酸盐、萘磺酸衍生物、含有马来酸酐和/或马来酸衍生物的共聚物或者上述湿润剂的组合。这些共聚物可以是无规共聚物或者交替嵌段或者接枝共聚物。例如得自 Johnson Polymer B.V. 的 Joncryl 678、Joncryl 680、Joncryl 682 或 Joncryl 690 可以用作辅助分散的添加剂。

在一个优选的实施方案中，可以使用已经用氢氧化铵或碱金属氢氧化物，尤其是 NaOH 完全中和的苯乙烯-丙烯酸共聚物作为助分散添加剂。

其它类型的湿润剂同样适于根据本发明的碳黑悬浮液的生产。

还可以向本发明的含水胶态气黑悬浮液中添加添加剂，例如醇（如 1,5-戊二醇）、二醇（例如二缩二丙二醇）、杂环化合物（例如 2-吡咯啉酮）或者甘油。

本发明的含水胶态气黑悬浮液中添加剂的用量可以低于 25 重量%，优选低于 15 重量%。

本发明还提供了一种生产本发明的含水胶态气黑悬浮液的方法，该方法的特征在于将气黑和通式 1 的偶氮化合物分散到水中。

可以使用珠磨、超声设备、高压匀化器、微流化装置 (microfluidizer)、Ultra-Turrax 或者类似的设备来实施分散。分散后，通过离心和/或过滤来纯化含水胶态气黑悬浮液。

本发明还涉及本发明含水的胶态气黑悬浮液用于油墨、喷墨油墨、表面涂料和彩色印刷墨中的用途。

本发明还涉及一种油墨，其特征在于包含本发明的含水胶态气黑悬浮液。

本发明的含水胶态气黑悬浮液的优点是高的光学密度、低 ζ 电势、高表面张力、良好的储存稳定性和高度分散。

实施例

碳黑悬浮液的制备

1. 制备悬浮液的准备工作:

将碳黑以外的其它组分放入一个容器中，并且搅拌均匀。

在缓慢搅拌(手动或者使用缓慢搅拌设备)下，将碳黑逐渐加入溶液中。

2. 分散

使用超声设备分散在第1项中制备的悬浮液。在离心机中从所得悬浮液中分离出非常粗的颗粒。

对照悬浮液和本发明的含水胶态气黑悬浮液 1 的组成和性质表示在表 1 中。

表 1:

		对照悬 浮液	对照悬 浮液	对照悬 浮液	本发明的含 水胶态气黑 悬浮液
		1	2	3	1
NIPex 160 IQ	%	---	---	---	15
NIPex 90	%	15	15	15	---
酸性黑 1	%	1.2	2	3	1.2
Acticide MBS	%	0.3	0.3	0.3	0.3
去离子水	%	83.5	82.7	81.7	83.5
悬浮液稠度		固体	固体	液体	液体
光学显微镜观察的分散度		n.a.	n.a.	不好	非常好
50°C 下 28 内的储存稳定性		n.a.	n.a.	沉淀	非常好
喷墨油墨的光学密度 在资料复印纸上的 6 μm 画痕		n.a.	n.a.	n.a	1.5

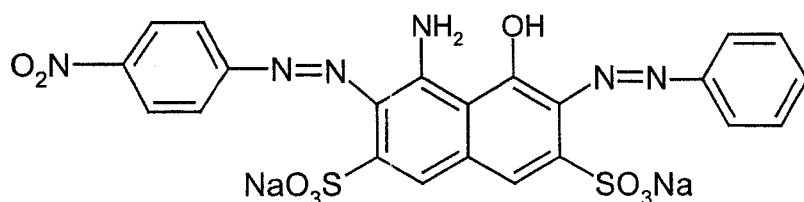
n.a. = 不能用

NIPex 90 是得自 Degussa AG 的初级颗粒粒径为 14 纳米的高度结构化的炉黑。

NIPex 160 IQ 是得自 Degussa 的初级颗粒粒径为 20 纳米的气黑。

Acticide MBS 是得自 Thor Chemie 的的抗微生物剂。

所用的酸性黑 1 是得自 Aldrich Chemical Company 的具有如下结构式的 Naphthol 蓝黑:



所述酸性黑 1 具有 1.5 重量%的盐含量。

盐含量的测定

偶氮化合物的盐含量是硫酸钠含量（经测定硫酸根浓度并转化为硫酸钠）和氯化钠含量（经测定氯离子浓度并转化为氯化钠）之和。

硫酸根浓度的测定

基本方法：

使用低容量离子交换器作为分离柱。用电解质洗脱这些离子。使用导电率检测仪测定。

化学试剂：

高纯水(电导率 $< 0.1 \mu\text{S}/\text{cm}$)

硫酸盐原液 $w(\text{SO}_4) = 1000 \text{ mg/l}$

洗脱剂 $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ (2.2/2.8 mmol./l)

设备：

大玻璃杯(tumbler)

带有电导率检测器的离子色谱

低容量离子交换器

原理：

室温下，使用高纯水在大玻璃杯中洗脱样品 1 小时，并且通过离子色谱法测定洗脱液中的硫酸根。

实施：

将约 200 毫克样品称重到一可封闭的试管中，并使用高纯水在室温下在大玻璃杯中洗脱 1 小时。

然后，将悬浮液转入容量瓶中，并用超纯水填充至标记处。选择容量瓶，以使样品溶液包含 0.5 至 40 mg/l 的 SO_4^{2-} 。

使用 0.2 微米注射过滤器将该样品溶液注入到离子色谱仪中。使用测定的峰面积计算硫酸根浓度。

计算：

$$w(\text{SO}_4^{2-}) [\%] = \frac{\beta \cdot V \cdot 100}{m}$$

β = 样品溶液的浓度，以 mg/l 计

V = 样品溶液的体积，以 l 计

m = 重量份，以 mg 计

100 = 转化系数，以 % 计

$$w(\text{Na}_2\text{SO}_4) [\%] = \frac{w(\text{SO}_4^{2-}) \cdot \text{Mol}(\text{Na}_2\text{SO}_4)}{\text{Mol}(\text{SO}_4^{2-})}$$

$\text{Mol}(\text{SO}_4^{2-})$ SO_4^{2-} 分子量

$\text{Mol}(\text{Na}_2\text{SO}_4)$ Na_2SO_4 分子量

氯化物浓度的测定

基本方法：

为了测定氯化物含量，使用超纯水将样品悬浮。通过银量滴定法测定氯离子浓度。

化学试剂：

高纯水(电导率 < 0.1 $\mu\text{S}/\text{cm}$)

氯化物原液， $c(\text{Cl}^-) = 0.1000 \pm 0.0005 \text{ mol./l}$

硝酸银溶液， $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol. mol./l}$ or 0.01 mol./l

硝酸 $w(\text{HNO}_3) = 30 \%$

设备:

滴定处理器(Titroprocessor) 670 (Metrohm)

银棒电极

参比电极(Hg/HgSO₄)

原理:

在形成悬浮液后, 将悬浮液酸化并且用硝酸银滴定。

实施:

称取约 1 至 3 克样品, 加入玻璃烧杯中, 准确度为 1 毫克。

在加入约 80 毫升高纯水后, 进行搅拌并用少量水将粘附在液面之上的玻璃壁上的物料冲下。

5 分钟后, 用硝酸酸化样品, 将电极和滴定管的尖端浸入悬浮液中, 并且实施电位滴定。

计算:

如下计算氯离子的含量 w:

$$w(\text{Cl}^-)\% = \frac{V_{\text{Ag}} \times c \times M \times 100 \times t}{m}$$

V_{Ag} 滴定期间消耗的硝酸银溶液的体积, 以 ml 计

c 硝酸银溶液的摩尔浓度[mol/l]

M 氯原子的原子量

t 硝酸银溶液的滴定度

$$w(\text{NaCl}) [\%] = \frac{w(\text{Cl}^-) \cdot \text{Mol}(\text{NaCl})}{M}$$

Mol(NaCl) NaCl 摩尔重量

本发明的含水胶态气黑悬浮液 1 是低粘度的，并且表现出高的光学密度、良好的储存稳定性和高的分散度。而在使用对于由炉黑制得的三种对照悬浮液时，只有充分增加酸性黑 1 用量的对照悬浮液 3 是可流动的悬浮液。

图 1 表示对照悬浮液 3 和本发明的含水胶态气黑悬浮液 1 的光学显微图像。对照悬浮液 3 含有大量的粗颗粒，或者部分絮凝，并因此不能满足制造喷墨油墨的要求。而本发明的含水胶态气黑悬浮液 1 没有表现出明显含量的粗颗粒。

表 2 表示与本发明的含水胶态气黑悬浮液 1 相比，添加了阴离子湿润剂(4)和非离子湿润剂(5)的对照悬浮液。

表 2

		对照悬浮液 4	对照悬浮液 5	本发明的含水 胶态气黑悬浮 液 1
NIPex 160 IQ	%	15	15	15
Disponil FES 32 IS	%	6	---	---
Hydropalat 3065	%	---	5	---
Acid Black 1	%	---	---	1.2
AMP 90	%	0.2	0.2	---
Acticide MBS	%	0.3	0.3	0.3
去离子水	%	78.5	79.5	83.5
ζ 电势	mV	-15	-4	-35
表面张力	mN/m	38	44	71
光学密度 (在资料复印纸上的 6 μ m 画痕)		1.21	0.9	1.5

Disponil FES 32 是得自 Cognis 的阴离子湿润剂(脂肪醇聚乙二醇醚硫酸盐)。Hydropalat 3065 是得自 Cognis 的非离子湿润剂(乙氧基化

线性脂肪醇的混合物)。AMP 90 是得自 Angus Chemie 的 2-氨基-2-甲基-1-丙醇。

与本发明的含水胶态气黑悬浮液 1 相比,用湿润剂稳定的对照悬浮液 4 和 5 在使用非离子性表面活性剂(5)时,表现出太高的 ζ 电势和低的表面张力;而在使用阴离子性表面活性剂(4)时,由于与同样是阴离子性的纸张涂层太强的相互作用,纸被过度润湿,导致低的光学密度(表 2)。

表 3 表示两种本发明的含水胶态气黑悬浮液 2 和 3 的配方及其性质。

表 3:

		本发明的含水胶态气黑悬浮液 2	本发明的含水胶态气黑悬浮液 3
NIPex 160 IQ	%	15	15
Acid Black 1	%	1.5	1.5
IDIS @ solv.pd	%	12	---
Acticide MBS	%	0.3	0.3
dist. water	%	71.2	83.2
光学显微镜		1	1
冷冻稳定		是	否
pH		7.7	7.5
平均粒径	nm	< 100	< 100
粘度 RT	mPas	4.6	3.7
表面张力	mN/m	68	74
ζ 电势	mV	- 35	n.d.
储存稳定性 50°C/7 天	mPas	16*	< 10*
储存稳定性 50°C/14 天	mPas	28*	13*
储存稳定性 50°C/28 天	mPas	40*	22*

* = 没有沉淀, 没有再聚集

IDIS @ solv.pd 是得自 Degussa AG 的 1,3-丙二醇。

使用光学显微镜研究分散度

在 400 倍放大率下评价碳黑悬浮液样品的分散度。在所述放大率下，使用显微镜可以容易地检测到>1 微米的粗颗粒。

粘度的测定

在旋转试验中使用 Physica 流变仪 UDS 200 在控制的剪切速率 (CSR)下测定流变学性能。在 1000 s^{-1} 的的剪切速率下读出粘度值。

平均粒径的测定

使用 Horiba LB-500 型光子相关光谱仪(PCS)测定粒径分布，并且读出所示的“中值”作为平均粒径。使用未稀释的悬浮液样品进行测量。

表面张力的测定

使用得自 Krüss 的 BP2 气泡张力计测定动力学表面张力。在 3000 ms 下读出最终值。

在 50℃ 下贮藏 28 天的储存稳定性试验：

将样品在 50℃ 的干燥箱中贮藏 28 天。研究粘度和沉淀趋势。

将 300 毫升的每种悬浮液样品置于密封的玻璃瓶中，在 50℃ 的干燥箱中储存 28 天。用刮刀检查底部沉淀的形成，并且使用 Brookfield DV II plus 粘度计测量粘度。另外，研究室温下储存时某些样品中沉淀的形成。

冷冻稳定性试验:

在-25℃下冷冻样品，并且在融化后使用光学显微镜下检测分散度。如果在融化后，冷冻样品恢复液体稠度，没有沉淀形成，并且在光学显微镜下没有观察到再聚集，则评价样品对于冷冻是稳定的。

pH 的测定:

使用得自 Schott 的 CG 837 pH 计测定未稀释的悬浮液的 pH。为此，将玻璃电极浸泡在该溶液中并在 5 分钟之后读取温度校正过的 pH。

ζ 电势的测定:

使用得自 Matec 的 MBS-8000 测定 ζ 电势。通过电动声波振幅 (ESA)测定 ζ 电势。

光学显微镜:

在 400 倍放大率下评价碳黑悬浮液样品的分散度。在所述放大率下，使用显微镜可以容易地检测到>1 微米的粗颗粒。

等级评定:

- 1 级: 非常好;没有 > 1 μm 的粗颗粒,
- 2 级: 满意;非常少的 > 1 μm 的粗颗粒,
- 3 级: 差;大量 > 1 μm 的粗颗粒。

本发明的含水胶态气黑悬浮液 2 和 3 满足对理想悬浮液的所有要求。

使用 2-吡咯烷酮、1,2-己二醇、1,3-丙二醇、乙氧基化甘油、二甲基氨基乙醇和去离子水，由根据本发明的气黑悬浮液制备碳黑含量为 4.5%的油墨。为此，将油墨添加剂的预混物放入容器中，并在搅

拌下向其中小心加入所述碳黑悬浮液。用 500 纳米细度的过滤器过滤所得的油墨。然后在复印机纸(Kompass Copy Office 型)上使用 K Control Coater 形成 6 μm 画痕。24 小时之后使用密度计测定光学密度。

使用佳能办公打印机 BJC-S750 和 HP 办公打印机 970 Cxi 进行打印试验。为此, 预先在真空下将油墨脱气并倒入清洁的原装打印机墨盒中。

实施下面的打印试验:

- a. 在复印纸和各种商购喷墨纸上单面打印, 以测定光学密度并肉眼判断打印质量。
- b. 打印暂停 1、3 和 7 天之后的重新启动试验(refire test), 评价油墨的打印启动性能或者干燥性能。

打印结果如表 4 所示。

本发明的油墨显著具有非常好的可打印性、高的光学密度和非常好的储存稳定性。

表 4:

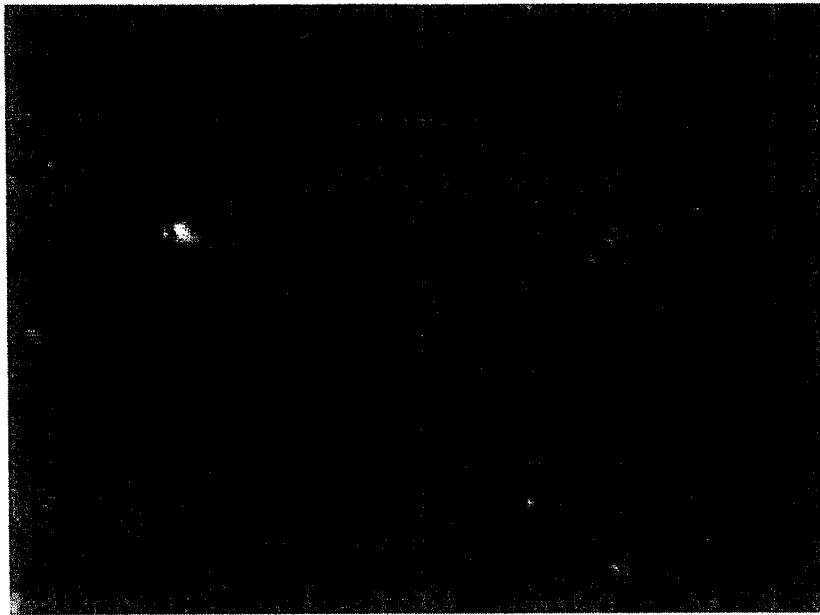
油墨配方编号	1	2
碳黑浓度 [%]	4.5	4.5
油墨配方 [%]		
本发明含水胶态气黑悬浮液 2	30.0	---
本发明含水胶态气黑悬浮液 3	---	30.0
2-吡咯烷酮	12.0	12.0
Liponic EG-07 (乙氧基化甘油)	3.0	1.5
IDIS@solv.pd (1,3-丙二醇)	---	1.5
IDIS@solv.hd (1,2-己二醇)	1.5	1.5
去离子水	余量	余量
二甲基氨基乙醇	0.02	0.02
光学显微镜	1	1
pH	8.9	8.9
粘度[mPas]	2.5	2.2
表面张力 [mN/m]	51	47
打印试验		
所用办公打印机	HP Deskjet 970 Cxi	佳能 BJC S750
Kompass Copy Office 上的光学密度(OD)	1.59	1.50
喷墨纸 HP 51634 Z 上的 OD	1.60	1.57
喷墨纸 CANON HR-101 上的 OD	1.68	1.65
喷墨纸 EPSON 720 dpi 上的 OD	1.68	1.64
打印图像的总体视觉印象	1-2	1
喷嘴堵塞	无	无
打印头上的干化	无	无
重起试验		
打印中断 60 分钟后起动打印	+	+
打印中断 1 天后起动打印	+	+
打印中断 3 天后起动打印	+	+
打印中断 7 天后起动打印	+	+

注释:

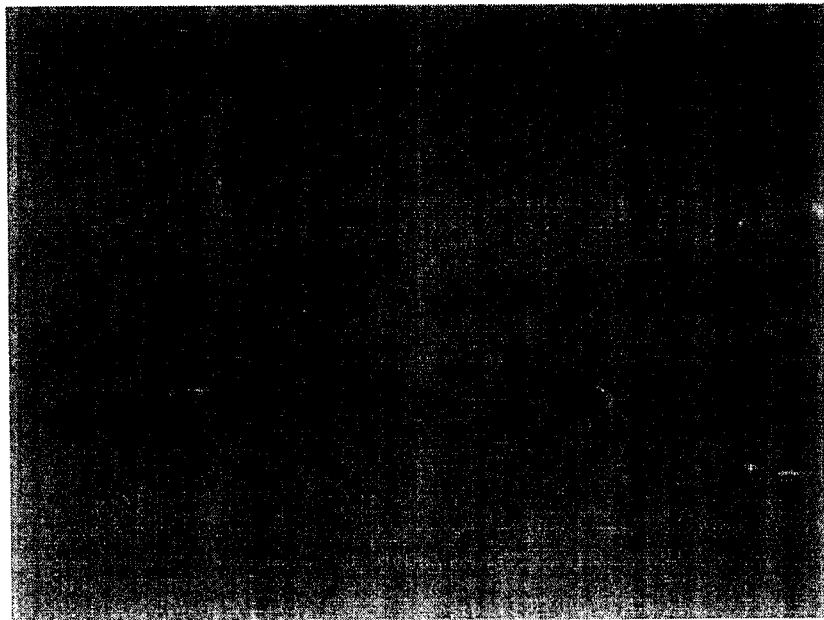
1 = 非常好; 2 = 满意; 3 = 不好

+ = 打印启动时没有问题;

- = 打印启动时有问题



对照悬浮液 3 的光学显微图像



本发明的含水胶态气黑悬浮液 1 的光学显微图像

图 1