

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7228123号

(P7228123)

(45)発行日 令和5年2月24日(2023.2.24)

(24)登録日 令和5年2月15日(2023.2.15)

(51)国際特許分類

F I

C 0 9 D 11/328 (2014.01)

C 0 9 D 11/328

C 0 9 D 11/38 (2014.01)

C 0 9 D 11/38

D 0 6 P 5/30 (2006.01)

D 0 6 P 5/30

B 4 1 J 2/01 (2006.01)

B 4 1 J 2/01 5 0 1

B 4 1 M 5/00 (2006.01)

B 4 1 M 5/00 1 2 0

請求項の数 8 (全13頁)

(21)出願番号 特願2018-178364(P2018-178364)

(22)出願日 平成30年9月25日(2018.9.25)

(65)公開番号 特開2020-50693(P2020-50693A)

(43)公開日 令和2年4月2日(2020.4.2)

審査請求日 令和3年7月13日(2021.7.13)

(73)特許権者 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区新宿四丁目1番6号

(74)代理人 100079108

弁理士 稲葉 良幸

(74)代理人 100080953

弁理士 田中 克郎

(72)発明者 上阪 直

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイ

コーエブソン株式会社内

(72)発明者 涌島 勇貴

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイ

コーエブソン株式会社内

(72)発明者 宮島 佳孝

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイ

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 インクジェットインク組成物、インクパック、及びインクジェット記録方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

アゾ基含有染料と、水と、ラジカルを有するヒンダードアミン化合物と、を含有し、
溶存窒素量が、10ppm以下であり、

前記アゾ基含有染料が、ReactiveBlue13、ReactiveOrange35、DisperseBlue360、及びAcidBlue193からなる群より
選択される1種以上であり、

前記アゾ基含有染料の含有量が、前記ヒンダードアミン化合物の含有量に対して、質量
比で2.5～10である、

インクジェットインク組成物。

【請求項2】

前記溶存窒素量が、2ppm以下である、

請求項1に記載のインクジェットインク組成物。

【請求項3】

前記ヒンダードアミン化合物が、水酸基を有する、

請求項1又は2に記載のインクジェットインク組成物。

【請求項4】

前記ヒンダードアミン化合物の分子量が、100～800である、

請求項1～3のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物。

【請求項5】

捺染用インク組成物である、

請求項 1～4 のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物。

【請求項 6】

窒素透過量が 2 p p m 以上であるパックに充填され、

前記窒素透過量が、2 p p m 以下に脱気した水を充填し、6 0℃で 6 日間保存した後の水中の溶存窒素量を測定し、6 0℃で 6 日間保存した後の水中の溶存窒素量と脱気直後の水中の溶存窒素量の差である、

請求項 1～5 のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物。

【請求項 7】

窒素透過量が 2 p p m 以上であるパックと、

該パックに充填された、請求項 1～6 のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物と、を有し、

前記窒素透過量が、2 p p m 以下に脱気した水を充填し、6 0℃で 6 日間保存した後の水中の溶存窒素量を測定し、6 0℃で 6 日間保存した後の水中の溶存窒素量と脱気直後の水中の溶存窒素量の差である、

インクパック。

【請求項 8】

請求項 1～6 のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物を吐出し、記録媒体に付着させる吐出工程を有する、

インクジェット記録方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、インクジェットインク組成物、インクパック、及びインクジェット記録方法に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

インクジェット記録方法は、比較的単純な装置で、高精細な画像の記録が可能であり、各方面で急速な発展を遂げている。その中で、画質等について種々の検討がなされている。例えば、特許文献 1 には、形成される画像の変色、退色（本発明では「変退色」という。）を防止し、安定的に画質を維持することを目的として、ニトロオキサイドラジカル及び／または N-オキサイドを有する化合物を含む記録用耐光性賦与剤及びそれを含む記録液が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0 0 0 3】

【文献】特開 2 0 0 1-1 3 9 8 5 1 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 4】

しかしながら、特許文献 1 に記載の記録液では、記録用耐光性賦与剤が吐出安定性に与える影響や、発色性に与える影響については考慮されていない。

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 5】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した。その結果、アゾ基含有染料と、ヒンダードアミン化合物と、を含み、かつ溶存窒素量を所定範囲に調整することにより上記課題を解決できることを見出して、本発明を完成させた。

【0 0 0 6】

すなわち、本発明は、上述の課題を解決するためになされたものであり、以下の適用例として実現することができる。

10

20

30

40

50

【0007】

[適用例1]

アゾ基含有染料と、水と、ラジカルを有するヒンダードアミン化合物と、を含有し、
溶存窒素量が、10ppm以下である、
インクジェットインク組成物。

【0008】

[適用例2]

前記溶存窒素量が、2ppm以下である、
適用例1に記載のインクジェットインク組成物。

【0009】

[適用例3]

前記ヒンダードアミン化合物が、水酸基を有する、
適用例1又は2に記載のインクジェットインク組成物。

【0010】

[適用例4]

前記アゾ基含有染料の含有量が、前記ヒンダードアミン化合物の含有量に対して、質量
比で2.5～10である、
適用例1～3のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物。

【0011】

[適用例5]

前記ヒンダードアミン化合物の分子量が、100～800である、
適用例1～4のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物。

【0012】

[適用例6]

捺染用インク組成物である、
適用例1～5のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物。

【0013】

[適用例7]

前記アゾ基含有染料が、ReactiveBlue13、ReactiveOrange35、DisperseBlue360、及びAcidBlue193からなる群より
選択される1種以上である、
適用例1～6のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物。

【0014】

[適用例8]

窒素透過量が2ppm以上であるパックに充填された、
適用例1～7のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物。

【0015】

[適用例9]

窒素透過量が2ppm以上であるパックと、
該パックに充填された、適用例1～7のいずれか一項に記載のインクジェットインク組
成物と、を有する、
インクパック。

【0016】

[適用例10]

適用例1～7のいずれか一項に記載のインクジェットインク組成物を吐出し、記録媒体
に付着させる吐出工程を有する、
インクジェット記録方法。

【発明を実施するための形態】

【0017】

以下、本発明の実施の形態（以下、「本実施形態」という。）について詳細に説明する

10

20

30

40

50

が、本発明はこれに限定されるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で様々な変形が可能である。

【0018】

〔インクジェットインク組成物〕

本実施形態のインクジェットインク組成物（以下、単に「インク組成物」ともいう。）は、アゾ基含有染料と、水と、ラジカルを有するヒンダードアミン化合物と、を含有し、溶存窒素量が、10ppm以下である。また、インク組成物は、必要に応じて、分散剤、含窒素複素環式化合物、界面活性剤、アルキルポリオール、その他の成分を含んでいてもよい。

【0019】

アゾ基含有染料を用いた場合には、アゾ基の分解によりインク中に窒素（N₂）が発生し、インク中の溶存窒素量が経時的に増加し得ることが見出された。このような溶存窒素量の増加は、インクジェット吐出においては、インク流路やインクジェットヘッド内で気泡を生じさせる要因となり、吐出安定性が害される恐れがある。

【0020】

これに対して、本実施形態によれば、ラジカルを有するヒンダードアミン化合物を用いることにより、アゾ基含有染料のアゾ基の分解を抑制し、これにより吐出安定性を向上させることができる。また、発色性の点では良好であっても吐出安定性の理由により忌避されるようなアゾ基含有染料を使用可能とすることが可能となり、発色と吐出安定性を両立することができる。

【0021】

〔アゾ基含有染料〕

アゾ基含有染料としては、特に制限されないが、例えば、C. I. Acid Blue 29, 193、C. I. Acid Yellow 11、C. I. Acid Orange 7、C. I. Acid Red 37, 180、C. I. Direct Red 28、C. I. Direct Red 83、C. I. Direct Yellow 12、C. I. Direct Orange 26、C. I. Direct Green 28, 59、C. I. Reactive Blue 13、C. I. Reactive Orange 35、C. I. Reactive Yellow 2、C. I. Reactive Red 17, 120、C. I. Reactive Black 5、C. I. Disperse Blue 360等のアゾ酸性染料；C. I. Basic Blue 41、C. I. Basic Red 18等のアゾ塩基性染料；C. I. Disperse Blue 165、C. I. Disperse Orange 5、C. I. Disperse Red 58等のアゾ非イオン性染料；ピリドンアゾ染料；ジアゾ染料；モノアゾ染料；ピラゾールアゾ染料；アゾメチン染料等を挙げることができる。アゾ基含有染料は、一種単独で用いても、二種以上を併用してもよい。

【0022】

このなかでも、Reactive Blue 13、Reactive Orange 35、Disperse Blue 360、Acid Blue 193からなる群より選択される1種以上が好ましく、Reactive Blue 13がより好ましい。このようなアゾ基含有染料を用いることにより、発色性がより向上する傾向にある。また、Reactive Blue 13については、通常アゾ基が分解することにより吐出安定性が低下する可能性があるが、本発明によれば、このような吐出安定性の低下を抑制することが可能となる。

【0023】

アゾ基含有染料の含有量は、インク組成物の総量に対して、好ましくは1～15質量%であり、より好ましくは2～12.5質量%であり、さらに好ましくは5～15質量%である。アゾ基含有染料の含有量が上記範囲内であることにより、得られる記録物の発色性がより向上するほか、連続吐出安定性がより向上する傾向にある。

【0024】

また、アゾ基含有染料の含有量は、ヒンダードアミン化合物の含有量に対して、質量比

で、好ましくは1.5～2.5であり、より好ましくは2～1.5であり、さらに好ましくは2.5～1.0である。ヒンダードアミン化合物の含有量に対するアゾ基含有染料の含有量が上記範囲内であることにより、連続吐出安定性がより向上する傾向にある。より具体的には、ヒンダードアミン化合物の含有量に対するアゾ基含有染料の含有量が1.5以上であることにより、ヒンダードアミン化合物が会合することで溶存窒素に起因する吐出不良を抑制する効果が低減することが抑制され、2.5以下であることにより、ヒンダードアミン化合物による溶存窒素に起因する吐出不良を抑制する効果がより有効に発揮される傾向にある。また、ヒンダードアミン化合物の含有量に対するアゾ基含有染料の含有量が1.5以上、すなわち、ヒンダードアミン化合物の含有量が少ないほど、ヒンダードアミン化合物に由来するインク組成物の呈色が抑制される傾向にある。

10

【0025】

〔ヒンダードアミン化合物〕

本実施形態で用いるヒンダードアミン化合物はラジカルを有する。このような化合物としては、特に制限されないが、例えば、4-ヒドロキシ-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン-N-オキシル、テトラメチルピペリジン-N-オキシルなどのN-オキシー-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン構造を有する化合物が挙げられる。

【0026】

このなかでも、4-ヒドロキシ-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン-N-オキシルなどの水酸基を有するヒンダードアミン化合物が好ましい。このような化合物を用いることにより、溶解性がより向上する傾向にある。

20

【0027】

本実施形態で用いるヒンダードアミン化合物の分子量は、好ましくは100～800であり、より好ましくは100～600であり、さらに好ましくは100～400である。ヒンダードアミン化合物の分子量が上記範囲内であることにより、溶解性がより向上し、連続吐出安定性がより向上する傾向にある。また、ヒンダードアミン化合物の含有量が少ないほど、ヒンダードアミン化合物に由来するインク組成物の呈色が抑制される傾向にある。

【0028】

ラジカルを有するヒンダードアミン化合物の含有量は、インク組成物の総量に対して、好ましくは0.1～1.0質量%であり、より好ましくは0.2～7.5質量%であり、さらに好ましくは0.5～5質量%である。ラジカルを有するヒンダードアミン化合物の含有量が上記範囲内であることにより、得られる記録物の発色性がより向上するほか、溶解性がより向上し、連続吐出安定性がより向上する傾向にある。

30

【0029】

〔水〕

水の含有量は、インク組成物の総量に対して、好ましくは35～80質量%であり、より好ましくは40～75質量%であり、さらに好ましくは45～70質量%である。

【0030】

〔含窒素複素環式化合物〕

含窒素複素環式化合物としては、特に制限されないが、例えば、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、及びN-エチル-2-ピロリドンが挙げられる。このなかでも、2-ピロリドンが好ましい。含窒素複素環式化合物は、一種単独で用いても、二種以上を併用してもよい。含窒素複素環式化合物を用いることにより、インク成分の溶解性及び保存安定性がより向上し、また、連続吐出安定性もより向上する傾向にある。

40

【0031】

含窒素複素環式化合物の含有量は、インク組成物の総量に対して、好ましくは3～17.5質量%であり、より好ましくは5～15質量%であり、さらに好ましくは7.5～12.5質量%である。分散剤の含有量が上記範囲内であることにより、インク成分の溶解性及び連続吐出安定性がより向上する傾向にある。

【0032】

50

〔界面活性剤〕

界面活性剤としては、特に限定されないが、例えば、アセチレングリコール系界面活性剤、フッ素系界面活性剤、及びシリコン系界面活性剤が挙げられる。このなかでも、アセチレングリコール系界面活性剤及びシリコン系界面活性剤が好ましく、アセチレングリコール系界面活性剤がより好ましい。

【0033】

アセチレングリコール系界面活性剤としては、特に限定されないが、例えば、2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール及び2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオールのアルキレンオキサイド付加物、並びに2, 4-ジメチル-5-デシン-4-オール及び2, 4-ジメチル-5-デシン-4-オールのアルキレンオキサイド付加物から選択される一種以上が好ましい。アセチレングリコール系界面活性剤の市販品としては、特に限定されないが、例えば、オルフィン104シリーズやオルフィンE1010等のEシリーズ（エアプロダクツ社（Air Products Japan, Inc.）製商品名）、サーフィノール465やサーフィノール61（日信化学工業社（Nissin Chemical Industry CO., Ltd.）製商品名）などが挙げられる。アセチレングリコール系界面活性剤は、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0034】

シリコン系界面活性剤としては、ポリシロキサン系化合物、ポリエーテル変性オルガノシロキサン等が挙げられる。シリコン系界面活性剤の市販品としては、特に限定されないが、具体的には、BYK-306、BYK-307、BYK-333、BYK-341、BYK-345、BYK-346、BYK-347、BYK-348、BYK-349（以上商品名、ビックケミージャパン株式会社製）、KF-351A、KF-352A、KF-353、KF-354L、KF-355A、KF-615A、KF-945、KF-640、KF-642、KF-643、KF-6020、X-22-4515、KF-6011、KF-6012、KF-6015、KF-6017（以上商品名、信越化学株式会社製）等が挙げられる。シリコン系界面活性剤は、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0035】

フッ素系界面活性剤としては、特に限定されないが、例えば、パーフルオロアルキルスルホン酸塩、パーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルリン酸エステル、パーフルオロアルキルエチレンオキサイド付加物、パーフルオロアルキルベタイン、パーフルオロアルキルアミノオキサイド化合物が挙げられる。フッ素系界面活性剤の市販品としては、特に限定されないが、例えば、S-144、S-145（旭硝子株式会社製）；FC-170C、FC-430、フロラードFC4430（住友スリーエム株式会社製）；FSO、FSO-100、FSN、FSN-100、FS-300（DuPont社製）；FT-250、251（株式会社ネオス製）などが挙げられる。フッ素系界面活性剤は、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0036】

界面活性剤の含有量は、インク組成物の総質量に対して、好ましくは0.1～3質量%であり、より好ましくは0.1～1質量%である。界面活性剤の含有量が上記範囲内であることにより、連続吐出安定性がより向上する傾向にある。

【0037】

〔アルキルポリオール〕

アルキルポリオールとしては、特に制限されないが、例えば、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、1, 3-プロパンジオール、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、1, 2-ペンタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、1, 2-ヘキサジオール、1, 6-ヘキサジオールが挙げられる。このなかでも、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、1, 2-ヘキサジオールが好ましい。なお、本実施形態のアルキルポリオールにはグリセリンは含まれず、その観点からアルキルジオールということもできる。

【0038】

アルキルポリオール含有量は、インク組成物の総量に対して、好ましくは1～35質量%であり、より好ましくは3～30質量%であり、さらに好ましくは5～25質量%である。アルキルポリオールの含有量が上記範囲内であることにより、連続吐出安定性がより向上する傾向にある。

【0039】

〔分散剤〕

分散剤としては、特に制限されないが、例えば、ウレタン樹脂が挙げられる。分散剤の含有量は、インク組成物の総量に対して、好ましくは0.1～6質量%であり、より好ましくは0.5～5質量%であり、さらに好ましくは1～3質量%である。分散剤の含有量が上記範囲内であることにより、吐出安定性がより向上する傾向にある。

【0040】

〔その他の成分〕

その他の成分としては、特に制限されないが、例えば、尿素などの保湿剤、溶解助剤、粘度調整剤、トリエタノールアミンなどのpH調整剤、酸化防止剤、プロキセルやベンゾトリアゾールなどの防腐剤、防黴剤、腐食防止剤、及びEDTAなどのキレート化剤、グリセリンや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ブチルエーテルなどの有機溶剤など、種々の添加剤を適宜添加することもできる。本実施形態で用いるインク組成物は、揮発性成分中、水を最も多く含む水系インク組成物とすることが、安全性の点で好ましい。

【0041】

〔溶存窒素量〕

溶存窒素量は、10ppm以下であり、好ましくは5ppm以下であり、より好ましくは2ppm以下である。溶存窒素量の下限は特に制限されないが、検出限界以下が好ましい。溶存窒素量が10ppm以下であることにより、連続吐出安定性がより向上する。なお、溶存窒素量は実施例に記載の方法により測定することができる。

【0042】

本実施形態のインク組成物は、印捺方法に用いられる捺染用インク組成物であることが好ましい。印捺方法では、その過程において記録後の記録媒体を洗浄する。そのため、仮に、ラジカルを有するヒンダードアミン化合物による呈色が生じたとしても、これを洗い流すことが可能となり、最終的に得られる記録物への呈色の影響が低減される。

【0043】

また、本実施形態のインク組成物は、窒素透過量が2ppm以上であるパックに充填されたものであることが好ましい。このような窒素透過性を有するパックに充填したばあいであっても、本実施形態のインク組成物によれば、アゾ基含有染料のアゾ基の分解を抑制することができるため、優れた連続吐出安定性を発揮することができる。

【0044】

溶存窒素量の測定には、従来公知の種々の方法が採用可能であるが、例えばガスクロマトグラフ6890N (Agilent社製商品名)を用い、質量換算で測定することが可能である。

【0045】

〔インクパック〕

本実施形態のインクパックは、窒素透過量が2ppm以上であるパックと、該パックに充填された、上記インク組成物と、を有する。インクパックは、インク組成物を収容する収容体であるパックと、インク供給口とを備える。パックの形態は、特に制限されないが、例えば、カートリッジ、ボトル、タンク、その他不定形のパックが挙げられる。

【0046】

パックの構成材料としては、窒素透過量が2ppm以上であれば特に制限されないが、例えば、ポリプロピレン (PP)、ポリエチレン等のポリオレフィン、ポリエチレンテレフタレート (PET)、エチレン酢酸ビニル共重合体、エチレンビニルアルコール共重合

10

20

30

40

50

体（EVOH）、ポリスチレン等のプラスチック；各種の金属（合金を含む。）；が挙げられる。また、プラスチックについては、上記の各ポリマーを適当な比率で配合あるいはラミネートして得られるポリマーであってもよい。パックの窒素透過量は、2 ppm以上であり、より好ましくは5 ppm以上であり、さらに好ましくは7.5 ppm以上である。パックの窒素透過量の上限は、特に制限されないが、40 ppm以下が好ましい。

【0047】

本実施形態のインクパックの使用態様として、例えば、インクジェット装置に脱着可能であり、インクジェット装置に装着されて組成物を順次、インクジェットヘッドに供給するインクカートリッジ等の形態、インクジェット装置とは別に備えられるものであり、インク使用時にはインクのみをボトル等の収容体からインクジェット装置に移す形態、並びに、予めインクジェット装置に備え付けられ組成物が収容されたタンク等の形態、が挙げられる。

10

【0048】

〔インクジェット記録方法〕

本実施形態のインクジェット記録方法としては、特に制限されないが、例えば、印捺方法が挙げられる。印捺方法は、上記インク組成物をインクジェットヘッドから吐出し、記録媒体に付着させる吐出工程を有し、必要に応じて、前処理液を記録媒体に付着させる前処理液付着工程や、吐出工程後に記録媒体を加熱する加熱工程を有していてもよい。

【0049】

前処理液付着工程において、前処理液を付着させる手段としては、特に限定されないが、例えば、ローラー塗布、スプレー塗布、インクジェット塗布を利用することができる。

20

【0050】

吐出工程においては、インク組成物をインクジェットヘッドから吐出して、前処理液の付着領域の少なくとも一部にインク組成物を付着させることが好ましい。なお、記録媒体としては、特に限定されないが、例えば、絹、綿、羊毛、ナイロン、ポリエステル、レーヨン等の天然繊維又は合成繊維からなる布帛が挙げられる。

【0051】

加熱工程における加熱方法としては、特に制限されないが、例えば、オープン乾燥（コンベアオープン、バッチオープン等のプレスをしない方法）、ヒートプレス、ウェットオンドライが挙げられる。上記加熱工程後は、布帛を水洗し、乾燥してもよい。このとき、必要に応じてソーピング処理、即ち未固着の顔料を熱石鹼液などで洗い落とす処理を行ってもよい。

30

【実施例】

【0052】

以下、本発明を実施例及び比較例を用いてより具体的に説明する。本発明は、以下の実施例によって何ら限定されるものではない。

【0053】

〔インク組成物用の材料〕

下記の実施例および比較例において使用したインク組成物用の主な材料は、以下の通りである。

40

〔染料〕

（アゾ基含有染料）

Reactive Blue 13

Reactive Orange 35

Disperse Blue 360

Acid Blue 193

（アゾ基非含有染料）

Reactive Blue 15

〔分散剤〕

デモールN（花王社製、β-ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物）

50

〔ラジカルを有するヒンダードアミン化合物〕	
4-ヒドロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジン-N-オキシド (分子量 172)	
テトラメチルピペリジン-N-オキシド (分子量 156)	
〔ラジカルを有しないヒンダードアミン化合物〕	
アデカスタブ LA-52 (ADEKA社製)	
〔含窒素複素環式化合物〕	
2-ピロリドン	
〔界面活性剤〕	
オルフィンPD002W (日信化学工業社製、アセチレングリコール系界面活性剤)	10
BKY348 (ビックケミージャパン社製、シリコーン系界面活性剤)	
オルフィンE1010 (日信化学工業社製、アセチレングリコール系界面活性剤)	
〔アルキルポール〕	
1, 2-ヘキサンジオール	
ジエチレングリコール	
プロピレングリコール	
〔その他添加剤〕	
尿素	
トリエタノールアミン	
EDTA (2% aq.)	20
プロキセルXL-2 (Avecia社製)	
グリセリン	
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ブチルエーテル	
ベンゾトリアゾール	
〔布帛〕	
綿 (綿100%布帛)	
ポリエステル (ポリエステル100%布帛)	
絹 (絹100%布帛)	
〔インクパック〕	
高密度ポリエチレンフィルムにアルミを蒸着したフィルム製のパック (インクパックの窒素透過量 0 ppm)	30
高密度ポリエチレンフィルム製のパック (インクパックの窒素透過量 10 ppm)	
〔0054〕	
〔インク組成物の調製〕	
各材料を下記の表1及び2に示す組成で混合し、マグネチックスターラーで2時間攪拌した後、得られた各インク組成物を孔径1 μmのメンブレンフィルターでろ過し、表1及び表2に記載の溶存窒素量となるように減圧脱気を行い、表1及び表2に記載の窒素透過量のインクパックに充填し、60℃で6日間保存した。なお、下記の表1及び2中、数値の単位は質量%であり、合計は100.0質量%である。	
〔0055〕	
〔溶存窒素量の測定方法〕	
各インク組成物の溶存窒素量は、インクパックに充填した直後のインクについて、ガスクロマトグラフ6890N (Agilent社製商品名)を用い、質量換算で測定した。	
また、インクパックの窒素透過量を測定するため、2 ppm以下に脱気した水を表1、表2中に記載のインクパックに充填し、60℃で6日間保存した後の水中の溶存窒素量を測定した。60℃で6日間保存した後の水中の溶存窒素量と脱気直後の水中の溶存窒素量の差をインクパックの窒素透過量とした。	
〔0056〕	

【表 1】

実施例														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
染料	Reactive Blue13	10	10	10	10	-	-	-	-	10	-	10	-	10
	Reactive Orange35	-	-	-	-	10	10	-	-	-	10	-	10	-
	Reactive Blue15	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Disperse Blue360	-	-	-	-	-	-	3.0	-	-	-	-	-	-
	Acid Blue 193	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-	-
分散剤	デモールN	-	-	-	-	-	-	2.0	-	-	-	-	-	-
	4-ヒドロキシ-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン-N-オキシル	4.0	4.0	4.0	3.0	3.0	2.0	1.0	4.0	5.0	5.0	0.2	0.2	-
含窒素複素環式化合物	テトラメチルピペリジン-N-オキシル	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4.0
	2-ヒロリドン	10	10	10	10	10	10	-	-	10	10	10	10	10
界面活性剤	オルフィンPD002W	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	-	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	BKY348	-	-	-	-	-	-	0.5	-	-	-	-	-	-
	オルフィンE1010	-	-	-	-	-	-	-	0.5	-	-	-	-	-
アルキルポリオール	1,2-ヘキサンジオール	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	-	-	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
	ジエチレングリコール	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	-	5.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
	プロピレングリコール	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	10	-	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3
	尿素	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	-	-	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	トリエタールアミン	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
その他添加剤	EDTA (2%aq.)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	-	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	フロキセルXL-2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	-	0.3	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	グリセリン	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-	-
	トリエチレングリコールモノメチルエーテル	-	-	-	-	-	-	-	5.0	-	-	-	-	-
	トリエチレングリコールモノアチルエーテル	-	-	-	-	-	-	-	7.0	-	-	-	-	-
水	ベンゾトリアゾール	-	-	-	-	-	-	-	1.0	-	-	-	-	-
	純水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
合計(質量%)		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
染料とラジカルを持つ化合物の比		2.5	2.5	2.5	3.3	5	10	3	2.5	2	2	20	20	5
インク中の溶存窒素量(ppm) / バック直後		2以下	10	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下
インク/バックの窒素透過量(ppm)		0	0	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
布帛の材料		綿	綿	綿	紙	綿	綿	ポリエステル	絹	綿	綿	綿	綿	綿
評価結果	発色性	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
	連続吐出安定性(60°C×6日後)	A	B	B	A	A	A	A	A	B	B	B	C	C
	溶解性	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	C

【 0 0 5 7 】

10

20

30

40

50

【表 2】

		比較例											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
染料	Reactive Blue13	10	10	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-
	Reactive Orange35	-	-	10	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Reactive Blue15	-	-	-	-	10	10	10	10	10	10	-	-
	Disperse Blue360	-	-	-	3.0	-	-	-	-	-	-	-	-
	Acid Blue 193	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10
分散剤	デモールN	-	-	-	2.0	-	-	-	-	-	-	-	-
	4-ヒドロキシ-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン-N-オキシル	-	4.0	-	-	4.0	1.0	5.0	0.2	-	-	-	-
	テトラメチルピペリジン-N-オキシル	-	-	-	-	-	-	-	-	4.0	-	-	-
	ラジカルを持たない化合物	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4.0	-
	含窒素複素環式化合物	10	10	10	-	10	10	10	10	10	10	10	-
界面活性剤	2-ピロリドン	0.1	0.1	0.1	-	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	-
	オルフィンPD002W	-	-	-	0.5	-	-	-	-	-	-	-	-
	BKY348	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	オルフィンE1010	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.5
	1,2-ヘキサジオール	3.0	3.0	3.0	-	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	-
アルキルポリオール	ジエチレングリコール	8.0	8.0	8.0	-	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	5.0
	プロピレングリコール	9.3	9.3	9.3	10	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	-
	尿素	5.0	5.0	5.0	-	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	-
	トリエタールアミン	0.5	0.5	0.5	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	EDTA (2%aq.)	1.0	1.0	1.0	-	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
その他添加剤	プロキセルXL-2	0.2	0.2	0.2	-	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.3
	グリセリン	-	-	-	10	-	-	-	-	-	-	-	17
	トリエチレングリコールモノメチルエーテル	-	-	-	5.0	-	-	-	-	-	-	-	-
	トリエチレングリコールモノプロピルエーテル	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	7.0
	ベンゾトリアゾール	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.0
水	純水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
	合計(質量%)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	染料とラジカルを持つ化合物の比	-	2.5	-	-	2.5	10	2	20	2.5	-	-	-
	インク中の溶存窒素量(ppm) / バック直後	2以下	100	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下	2以下
	インクバックの窒素透過量(ppm)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
評価結果	布帛の材料	綿	綿	綿	ポリエステル	綿	綿	綿	綿	綿	綿	綿	絹
	発色性	A	A	A	A	C	C	C	C	C	C	A	A
	連続吐出安定性	D	D	D	D	A	A	A	A	A	A	D	D
	溶解性	A	A	A	A	A	A	A	A	C	A	A	A

【0058】

＜発色性＞

上記保管後のインク組成物を、インクジェットプリンターPX-G930（セイコーエプソン株式会社性）のカートリッジに充填し、表1及び表2に記載の布帛又は普通紙に、 $1440\text{ dpi} \times 720\text{ dpi}$ の解像度で、インク打ち込み量 $23\text{ mg} / \text{inch}^2$ の条件で、インク組成物を付着させて画像を形成した。画像を形成した布帛に対しては、 102°C で10分間スチーミングを行った後、ラッコールSTA（明成化学株式会社製、界面活性剤）を0.2質量%含む水溶液を用いて 90°C で10分間洗浄し、乾燥させて評価サンプルとした。

なお、布帛としては後述の前処理を行ったものを用いた。

(布帛の前処理)

ポリオキシエチレンジイソプロピルエーテル(オキシエチレン＝30モル)を5質量部、エーテル化カルボキシメチルセルロースを5質量部、尿素100質量部、*m*-ニトロベンゼンスルホン酸ナトリウム10質量部をよく混合した後、イオン交換水1000質量部に少量ずつ添加しながら60℃下で30分攪拌する。その後、炭酸ナトリウム(アルカリ剤)30質量部を攪拌されている溶液にさらに加えて10分攪拌し、この溶液を孔径10μmのメンブレンフィルターでろ過することにより、前処理組成物を得た。得られた前処理組成物を表1及び表2に記載の布帛に塗布して、マングルにてピックアップ率80%で絞って乾燥させた。

10

【0059】

測色器(商品名「FD-7」、コニカミノルタ社製)で得られた評価サンプルのOD値を測定し、画像の発色性を評価した。評価基準を以下に示す。発色性の評価がB以上の場合、本発明の良好な効果が得られているといえる。

A: OD値が、2.6以上

B: OD値が、2.4以上2.6未満

C: OD値が、2.2以上2.4未満

D: OD値が、2.2未満

【0060】

<印字評価: 連続吐出安定性>

20

上記保管後のインク組成物を、インクジェットプリンターPX-G930(セイコーエプソン株式会社)のカートリッジに充填し、A4普通紙に1000枚の連続印字を行った。クリーニング動作を行わずに、連続で印刷できる枚数の平均値を求め、以下の基準により、連続吐出安定性を評価した。連続吐出安定性の評価がC以上の場合、本発明の良好な効果が得られているといえる。

【0061】

A: 平均連続印刷枚数が、80枚以上

B: 平均連続印刷枚数が、40枚以上80枚未満

C: 平均連続印刷枚数が、20枚以上40枚未満

D: 平均連続印刷枚数が、20枚未満

30

【0062】

<溶解性: 目視評価>

各材料を上記の表1及び2に示す組成で混合し、マグネチックスターラーで2時間攪拌した後、得られた各インク組成物をメンブレンフィルターに通さない状態で透明なビーカーに100mL入れ、目視で不溶物を確認した。溶解性の評価基準を以下に示す。

A: 不溶物が見られない

B: 直径1mm以下の不溶物が数個確認できる。

C: 直径1mm超過2mm以下の不溶物が数個確認できる。

D: 直径2mm超過の不溶物が数個確認できる。

40

フロントページの続き

コーエブソン株式会社内

(72)発明者 矢野 健

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエブソン株式会社内

(72)発明者 橋詰 知妙

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエブソン株式会社内

審査官 川嶋 宏毅

(56)参考文献 特開2002-179963 (JP, A)

特開2001-139851 (JP, A)

特開平02-097577 (JP, A)

特開平11-217527 (JP, A)

特開2015-117297 (JP, A)

特開2015-093957 (JP, A)

特開2015-178207 (JP, A)

特開2002-003764 (JP, A)

特開2002-294115 (JP, A)

特開2016-172336 (JP, A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C09D 11/00

B41J 2/01

B41M 5/00