

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-10632

(P2004-10632A)

(43) 公開日 平成16年1月15日(2004.1.15)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C09D 11/00

B41J 2/01

B41M 5/00

F I

C09D 11/00

B41M 5/00

B41M 5/00

B41J 3/04

A

E

I O I Y

テーマコード (参考)

2C056

2H086

4J039

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号 特願2002-161850 (P2002-161850)

(22) 出願日 平成14年6月3日 (2002.6.3)

(71) 出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(74) 代理人 100079049

弁理士 中島 淳

(74) 代理人 100084995

弁理士 加藤 和詳

(74) 代理人 100085279

弁理士 西元 勝一

(74) 代理人 100099025

弁理士 福田 浩志

(72) 発明者 鈴木 淳司

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士  
ゼロックス株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用ブラックインク、インクセットおよびこれを用いたインクジェット記録方法

(57) 【要約】

【課題】 様々の普通紙にいても、短い乾燥時間で良好なブラック画像濃度が得られ、ブラックインクとカラーインクとの印字時間差が短い場合でのブラック画像部とカラー画像部との滲みが少ないインクジェット記録用ブラックインク、並びに、これを用いたインクジェット記録用インクセット及びインクジェット記録方法を提供すること。

【解決手段】 少なくとも水、水溶性有機溶媒、自己分散性カーボンブラックを含むインクジェット用ブラックインクであって、

インク中に含まれる分散粒子の体積平均分散粒子径が85～115nmで、インク中に含まれる分散粒子のうち粒子径0.5～1.0μmの範囲の粒子体積がインク体積に対し0.001～0.03%であることを特徴とするインクジェット記録用ブラックインク、並びに、これを用いたインクジェット記録用インクセット及びインクジェット記録方法である。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

少なくとも水、水溶性有機溶媒、自己分散性カーボンブラックを含むインクジェット用ブラックインクであって、

インク中に含まれる分散粒子の体積平均分散粒子径が  $85 \sim 115 \text{ nm}$  で、インク中に含まれる分散粒子のうち粒子径  $0.5 \sim 1.0 \text{ }\mu\text{m}$  の範囲の粒子体積がインク体積に対し  $0.001 \sim 0.03 \%$  であることを特徴とするインクジェット記録用ブラックインク。

## 【請求項 2】

請求項 1 に記載のインクジェット記録用ブラックインクと、シアン、マゼンタ及びイエローから選択される少なくとも 1 色のインクジェット記録用カラーインクと、からなるインクジェット記録用インクセット。 10

## 【請求項 3】

請求項 2 に記載のインクジェット記録用インクセットを用い、インク液滴を記録信号に応じて記録媒体上に吐出させて記録を行なうインクジェット記録方法。

## 【請求項 4】

吐出させるブラックインクのインク滴量 1 個を  $20 \text{ ng}$  以下、吐出させるカラーインクのインク滴量 1 個を  $7 \text{ ng}$  以下で記録することを特徴とする請求項 3 に記載のインクジェット記録方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

20

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、インクジェット方式の記録装置（プリンタ、複写機、ファクシミリ、ワードプロセッサ等）に用いられる、インクジェット記録用ブラックインク、並びに、それを用いたインクジェット記録用インクセットおよびインクジェット記録方法に関するものである。

## 【0002】

## 【従来の技術】

インクジェット記録方式の原理は、ノズル、スリットあるいは多孔質フィルム等から、液体あるいは溶融固体インクを吐出させ、紙、布、フィルム等の被記録材に記録を行うものである。インクを吐出する方法は、静電誘引力を利用してインクを吐出させる、いわゆる電荷制御方式、圧電素子の振動圧力を利用してインクを吐出させる方式、熱により気泡を形成、成長させることにより生じる圧力を利用してインクを吐出させる、いわゆる熱インクジェット方式等、各種の方式が提案されており、これらの記録方式により、極めて高精細の画像を得ることができる。インクジェット方式の記録装置は、小型で安価、静寂性等の利点を有することから精力的に検討が行われ、最近では、レポート用紙、コピー用紙等の、いわゆる普通紙上に良好な印字品質が得られる黒色の単色プリンタだけでなく、フルカラー記録が可能なカラープリンタも数多く市販されており、記録装置の分野で大きな位置を占めるようになってきている。 30

## 【0003】

これらインクジェット記録装置に使用されるインクジェット記録用インクに関しては、（1）紙上でにじみ、かぶりのない、高解像度、高濃度で均一な画像が得られること、（2）ノズル先端でのインク乾燥による目詰まりが発生せず、常に吐出応答性、吐出安定性が良好であること、（3）紙上においてインクの乾燥性が良いこと、（4）画像の堅牢性がよいこと、（5）長期保存安定性がよいこと、などの特性が要求される。特に、印字速度の高速化に伴い、コピー用紙等の普通紙に印字してもインクの乾燥が速く、かつ高画質であるインクが要求されている。 40

## 【0004】

また、インクジェット記録用インクの色材としては主として染料を色材としたインクが用いられているが、画像の耐水性、耐光性に劣り、これらの問題を解決するために顔料を色材としたインクの検討が進められてきた。顔料は本質的に水に不溶なため、インク中に安 50

定に分散させる方法として、分散剤を使用する方法が検討された。しかし分散剤として界面活性剤を用いると表面張力が必要以上に低下し、印字画質の悪化、泡による印字ぬけ等の問題が発生しやすく、高分子分散剤を用いた場合は、粘度が高くなり易くインクジェット特性と分散安定を両立させることは難しい。分散剤を使用する方法共通の問題点として、インク特性を調整する為に加える溶媒や添加剤等と分散剤の相互作用により分散が不安定になり易いことが挙げられる。

#### 【0005】

そこで、顔料を親水化处理等により分散剤を使用しないで分散可能な顔料を使用する方法が検討されてきた。例えば、特開平8-3498号公報や特表平10-510862号公報では、分散剤を使用しないでカーボンブラックを親水化处理する方法やインク等が開示されている。 10

#### 【0006】

これらの顔料を親水化处理する方法は、顔料粒子表面の親水性を高め、顔料が水性媒体中に自己分散可能な状態を実現することで、前述の分散剤使用に起因する問題点を解決もしくは改善してきた。これらの顔料を使用することにより、従来インクジェット用の色材としてもっぱら用いられてきた水溶性染料に近いインク特性を得ることが可能となる。

#### 【0007】

しかし、オフィスでの使用の場合、主として使用される普通紙は地域や入手性により様々な製品が使用され、特に、ブラック画像の濃度やエッジ部の鮮鋭さがこれら様々な用紙を使用しても満足できることが要求されている。 20

#### 【0008】

さらに、印刷の生産性向上の観点からより高速印字が求められているが、前記ブラック画質の達成とインクの乾燥時間の短縮、およびブラックとカラー間の印字時間差が短い場合でのカラー画像部との滲みはいまだに解決できていないのが現状である。

#### 【0009】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、前記従来における諸問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。即ち、本発明の目的は、様々な普通紙にいても、短い乾燥時間で良好なブラック画像濃度が得られ、ブラックインクとカラーインクとの印字時間差が短い場合でのブラック画像部とカラー画像部との滲みが少ないインクジェット記録用ブラックインク、並びに、それを用いたインクジェット記録用インクセット及びインクジェット記録方法を提供することである。 30

#### 【0010】

##### 【課題を解決するための手段】

上記課題は、以下の手段により解決される。即ち、本発明は、

(1) 少なくとも水、水溶性有機溶媒、自己分散性カーボンブラックを含むインクジェット用ブラックインクであって、インク中に含まれる分散粒子の体積平均分散粒子径が85～115nmで、インク中に含まれる分散粒子のうち粒子径0.5～1.0μmの範囲の粒子体積がインク体積に対し0.001～0.03%であることを特徴とするインクジェット記録用ブラックインク。 40

#### 【0011】

(2) 前記(1)に記載のインクジェット記録用ブラックインクと、シアン、マゼンタ及びイエローから選択される少なくとも1色のインクジェット記録用カラーインクと、からなるインクジェット記録用インクセット。

#### 【0012】

(3) 前記(2)に記載のインクジェット記録用インクセットを用い、インク液滴を記録信号に応じて記録媒体上に吐出させて記録を行なうインクジェット記録方法。

#### 【0013】

(4) 吐出させるブラックインクのインク滴量1個を20ng以下、吐出させるカラーインクのインク滴量1個を7ng以下で記録することを特徴とする前記(3)に記載のイン 50

クジェット記録方法。

【0014】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

(インクジェット記録用ブラックインク)

本発明のインクジェット記録用ブラックインクにおいて、当該インク中に含まれる分散粒子の体積平均粒子径は、85～115nmの範囲であり、好ましくは90～110nmの範囲である。この分散粒子の体積平均粒子径がこの範囲より小さいと、普通紙上の印字画像の濃度が低くなり、また用紙による差も大きくなりなる。一方、平均粒子径が大きすぎると、インクの保存安定性が低下する。

10

【0015】

ここで、ブラックインク中に含まれる分散粒子としては、色材としてのカーボンブラックをはじめ、水に分散するポリマーなどが含まれる。また、分散粒子の体積平均粒子径は、マイクロトラックUPA粒度分析計 9340 (Leeds & Northrup社製)を用い、インクを希釈しないで測定した値と定義する。なお、測定時に入力するパラメーターとして、粘度には、被測定インクの粘度を、分散粒子の密度には、1.8を使用した。

【0016】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクにおいて、当該インク中に含まれる分散粒子のうち粒子径0.5～1.0μmの範囲の粒子体積が、インク体積に対し0.001～0.03%であり、好ましくは0.005～0.02%、より好ましくは0.007～0.02%である。粒子径0.5～1.0μmの範囲の粒子体積がこの範囲より低いと画像濃度が低くなり、この範囲を超えると長期間放置した時の印字の信頼性が低下する。

20

【0017】

ここで、粒子径0.5～1.0μmの範囲の粒子体積は、Accusizer<sup>TM</sup> 770 Optical Particle Sizer (Particle Sizing Systems社製)を測定装置として用い、インク2μlを測定ベセル内に入れた後、自動的に測定濃度に希釈されながら測定部に導入され測定される。この測定装置は、測定部を通過する粒子を光学的手法を用いて検出するものである。

【0018】

インク中に含まれる分散粒子の体積平均粒子径や、分散粒子のうち粒子径0.5～1.0μmの範囲の粒子体積を所望の範囲にするには、例えば、インクに使用する顔料(カーボンブラック)分散液もしくはインクを遠心分離、濾過等の方法や顔料以外の分散粒子を添加する等により調整することができる。

30

【0019】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクは、少なくとも水、水溶性有機溶媒、自己分散性カーボンブラックを含む。

【0020】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクに含まれる自己分散性カーボンブラックとは、界面活性剤や高分子分散剤等の所謂分散剤を含まずに自身で溶媒中に分散可能なカーボンブラックを原料とした自己分散性黒色顔料のことを言う。一般に、自己分散性顔料は、表面に親水性官能基を有するものである。

40

【0021】

ここで、顔料(カーボンブラック)が「自己分散」であるか否かは、以下の自己分散性試験により確認される。

【0022】

- 自己分散性試験 -

水中に測定対象となる顔料を添加し、超音波ホモジナイザー、ナノマイザー、マイクロフルイダイザー、ボールミル等を用いて分散剤無しで分散させ、初期の顔料濃度が約5%になるように水で希釈して分散体を調製する。初期の顔料濃度と、前記分散体100gを径

50

40 mmのガラスビンに入れて1日静置後、その上澄み液を2～3 μl採取し、この顔料濃度を測定する。そして、初期の顔料濃度に対する1日静置後の顔料濃度の割合（以下、「自己分散性指標」と称する。）が98%以上である場合、「自己分散」として評価した。

このとき、顔料濃度の測定方法は、特に限定されず、サンプルを乾燥させて固形分を測定する方法や、適当な濃度に希釈して透過率から求める方法等いずれでもよく、他に顔料濃度を正確に求める方法があれば、もちろんその方法によってもよい。

#### 【0023】

自己分散性カーボンブラックとしては、親水性官能基が導入されたカーボンブラックが挙げられ、親水性官能基を導入するカーボンブラックとしては、例えば、ファーネスブラック、ランプブラック、アセチレンブラック、チャンネルブラック等のカーボンブラックが挙げられる。親水性官能基が導入されたカーボンブラックとしては、例えば、Raven 7000、Raven 5750、Raven 5250、Raven 5000 ULTRA II、Raven 3500、Raven 2500 ULTRA、Raven 2000、Raven 1500、Raven 1255、Raven 1250、Raven 1200、Raven 1190 ULTRA II、Raven 1170、Raven 1080 ULTRA、Raven 1060 ULTRA、Raven 790 ULTRA、Raven 780 ULTRA、Raven 760 ULTRA（以上コロンプラン・カーボン社製）：Regal 400R、Regal 330R、Regal 660R、Mogul L、Monarch 700、Monarch 800、Monarch 880、Monarch 900、Monarch 1000、Monarch 1100、Monarch 1300、Monarch 1400（以上キャボット社製）：Color Black FW1、Color Black FW2、Color Black FW2V、Color Black 18、Color Black FW200、Color Black S150、Color Black S160、Color Black S170、Printex 35、Printex U、Printex V、Printex 140U、Printex 140V、Special Black 6、Special Black 5、Special Black 4A、Special Black 4（以上デグッサ社製）：No. 25、No. 33、No. 40、No. 47、No. 52、No. 900、No. 2300、MCF-88、MA600、MA7、MA8、MA100（以上三菱化学社製：）等が挙げられるが、これらに限定されるものではなく、目的に応じて合成したカーボンブラックでもよい。

#### 【0024】

ファーネスブラック、ランプブラック、アセチレンブラック、チャンネルブラック等のカーボンブラック表面に、親水性官能基を導入する方法としては、特に制限はなく、公知の方法などを利用することができる。親水性官能基を導入する方法として具体的には、例えば、酸化剤（例えば硝酸、過マンガン酸塩、重クロム酸塩、次亜塩素酸塩、過硫酸アンモニウム、過酸化水素、オゾン、オゾン水等）による酸化処理、シラン化合物等のカップリング剤による処理、ポリマーグラフト化処理、プラズマ処理、スルファミン酸等のスルホン化剤によるスルホン化処理、親水性基をもつジアゾニウム塩化合物による処理等の公知の方法などが挙げられ、これらの方法を組み合わせてもよい。親水性官能基を導入する方法としては、カーボンブラック（顔料）に対しエステル化やポリマー鎖の導入等の変性する方法も利用することもできる。

#### 【0025】

親水性官能基としては、酸性基および/または酸性基の塩等のアニオン性基、水酸基、オキシエチレン鎖等のノニオン性基、アミン、アンモニウム等のカチオン性基が使用される。本発明において、カルボン酸および/またはカルボン酸の塩、スルホン酸および/またはスルホン酸の塩が好ましく使用される。

また、特性を損なわない範囲で2種以上の親水性官能基を組み合わせ使用できる。

#### 【0026】

10

20

30

40

50

また、塩を形成する物質としては、アニオン性基では各種の塩基性物質が使用できるが、好ましくは、アルカリ金属、アンモニア、有機オニウム化合物の単独又は２種以上の組み合わせで使用される。カチオン性基では各種の酸性物質が使用できるが、好ましくは、硝酸、塩酸、磷酸、酢酸等の単独又は２種以上の組み合わせで使用される。

【００２７】

親水性官能基の具体例としては、カルボン酸のナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩やスルホン酸のナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩が好ましく使用される。

【００２８】

自己分散性カーボンブラック（顔料）の含有量は、全インク量に対して好ましくは０．１～２０質量％の範囲、より好ましくは１～１０質量％、さらに望ましくは３～７質量％である。自己分散性カーボンブラック（顔料）の含有量が多くなると、ノズル先端で水が蒸発した時の目詰まり性が悪化することがあり、また逆に含有量が少なければ当然ながら十分な濃度が得られないことがあるので、上記範囲が好適である。

10

【００２９】

自己分散性カーボンブラックは、その製造工程で混入した不純物、例えば残余の酸化剤等の不純物、その他の無機不純物や有機不純物を除去し、精製することが望ましい。特に、インク中のカルシウム、鉄、珪素をそれぞれ１０ppm以下、好ましくは５ppm以下にすることが望ましい。これらの無機不純物含有量は例えば高周波誘導結合プラズマ発光分析法により測定できる。

【００３０】

これら不純物の除去は、例えば、水洗浄や、逆浸透膜、限外ろ過膜、イオン交換法等の方法、活性炭、ゼオライト等による吸着の方法、加熱処理による分解による方法を単独または組み合わせて行うことができる。

20

【００３１】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクに含まれる水溶性有機溶剤としては、エチレングリコール、ジ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、ブチレングリコール、トリエチレングリコール、１，５－ペンタンジオール、１，２，６－ヘキサントリオール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ポリエチレングリコール等の多価アルコール類、エタノール、イソプロピルアルコール、１－プロパノール等の低級アルコール類、ピロリドン、Ｎ－メチル－２－ピロリドン、シクロヘキシルピロリドン、トリエタノールアミン等の含窒素溶媒、あるいは、チオジエタノール、チオジグリセロール、スルホラン、ジメチルスルオキシド等の含硫黄溶媒、炭酸プロピレン、炭酸エチレン、グルコース、フルクトース、ガラクトース、マンノース、キシロース等の糖類及びその誘導体等や糖アルコール類等、グリセリンのオキシエチレン付加物、ジグリセリンのオキシエチレン付加物等が挙げられる。

30

【００３２】

これらの水溶性有機溶剤は単独で用いても、２種以上混合してもよい。水溶性有機溶剤の含有量は、インクの１～６０質量％、好ましくは、５～４０質量％で使用される。

【００３３】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクに含まれる水は、特に制限はないが、特に不純物が混入することを防止するため、イオン交換水、超純水、蒸留水、限外濾過水を使用することが好ましい。

40

【００３４】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクには、浸透性の調整等の目的で必要に応じ界面活性剤を使用することができる。使用できる界面活性剤の種類としては、各種のアニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤等が挙げられ、好ましくは、アニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤である。

【００３５】

アニオン性界面活性剤としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルフェニルスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、高級脂肪酸塩、高級脂肪酸エステルの硫酸

50

エステル塩、高級脂肪酸エステルのスルホン酸塩、高級アルコールエーテルの硫酸エステル塩およびスルホン酸塩、高級アルキルスルホコハク酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルカルボン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、アルキルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩等が挙げられ、具体的には、ドデシルベンゼンスルホン酸塩、イソプロピルナフタレンスルホン酸塩、モノブチルフェニルフェノールモノスルホン酸塩、モノブチルピフェニルスルホン酸塩、モノブチルピフェニルスルホン酸塩、ジブチルフェニルフェノールジスルホン酸塩等が好ましい。

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脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、アルキルアルカノールアミド、ポリエチレングリコールポリプロピレングリコールブロックコポリマー、アセチレングリコール、アセチレングリコールのポリオキシエチレン付加物等が挙げられ、具体的には、ポリオキシエチレンニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、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脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、脂肪酸アルキロールアミド、ポリエチレングリコールポリプロピレングリコールブロックコポリマー、アセチレングリコール、アセチレングリコールのポリオキシエチレン付加物等が好ましい。

その他、界面活性剤としては、ポリシロキサンオキシエチレン付加物等のシリコン系界面活性剤や、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スルホン酸塩、オキシエチレンパーフルオロアルキルエーテル等のフッ素系界面活性剤、スピクリスボール酸やラムノリピド、リゾレシチン等のバイオサーファクタント等も使用できる。

#### 【0036】

これらの界面活性剤の中でも不飽和結合を有する界面活性剤と、2級又は3級のアルキル基を有する界面活性剤がより好ましく使用される。

不飽和結合を有する界面活性剤としては、オレイルアルコール、エライジルアルコール、リノレイルアルコール、リノレニルアルコール、2-ヘプタデセン-1-オール、アセチレンアルコール等の不飽和アルコールのアルキルエーテル誘導体やラウロレイン酸、ミリストレイン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、ドデシン酸、オクタデシン酸等の不飽和脂肪酸のアルキルエステル誘導体等が挙げられる。

2級又は3級アルキル基を有する界面活性剤としては、2-エチルヘキシルアルコール、2-オクタノール、2-ヘキサデカノール、2-オクタデカノール等の分岐アルコールのアルキルエーテル誘導体やメチルヘプタデカン酸、メチルペンタデカン酸、メチルオクタデカン酸等の分岐脂肪酸のアルキルエステル等が挙げられる。

#### 【0037】

これらの界面活性剤は、単独で使用しても混合して使用してもよい。また界面活性剤のHLB（親水基/疎水基バランス）は、溶解安定性等を考慮すると3～20の範囲であることが好ましい。これらの界面活性剤の添加量は、全インク量に対して0.001～5質量%が好ましく、0.01～3質量%が特に好ましい。

#### 【0038】

本発明のインクジェット記録用インクは、水に溶解または分散するポリマーを含むこともできる。これらポリマーとしては重合反応により得られる重合体や天然由来の樹脂等公知の水溶性樹脂やポリマーエマルションが使用できる。前記ポリマーとしては水に溶解または分散するために親水性基としてカルボキシル基を含む単量体を重合させたポリマーまたはその塩が好ましく使用される。さらにカルボキシル基のポリマーに対する含有量をKOHのmg数で表した酸価が30～300のポリマーが好ましく使用される。酸価のさらに好ましい範囲は40～250である。酸価がこの範囲より低くなると、インクの安定性や

10

20

30

40

50

吐出性が損なわれやすく、高くなると画像濃度が低下しやすい問題が発生する。

【 0 0 3 9 】

カルボン酸を含む単量体としては、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、クロトン酸、イタコン酸、イタコン酸モノエステル、マレイン酸、マレイン酸モノエステル、フマル酸、フマル酸モノエステル等が挙げられる。これらの親水性基の他、酸価等のポリマー特性の調整の為、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、ビニルトルエン等のスチレン誘導体、ビニルナフタレン、ビニルナフタレン誘導体、アクリル酸アルキルエステル、メタクリル酸アルキルエステル、クロトン酸アルキルエステル、イタコン酸ジアルキルエステル、マレイン酸ジアルキルエステル等の単量体やスルホン酸基、水酸基、ポリオキシエチレン等を有する単量体を共重合してもよい。

10

【 0 0 4 0 】

これら酸性基をもつポリマーはその中和塩として使用されることが好ましい。中和は各種の塩基性物質により中和されるが、好ましくは、アルカリ金属の水酸化物を含む塩基性物質により中和される。アルカリ金属の水酸化物としては、 $\text{NaOH}$ 、 $\text{KOH}$ 、 $\text{LiOH}$ が挙げられるが、なかでも $\text{NaOH}$ が好ましい。

また、上記以外にポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリルアミド、ポリNビニルアセトアミド等のポリマーも使用できる。

【 0 0 4 1 】

水に溶解するポリマー（水溶性ポリマー）の場合、ポリマーの分子量は、 $1000 \sim 30000$ の範囲が好ましく、さらに $3000 \sim 15000$ が好ましい。

20

【 0 0 4 2 】

水に分散するポリマーの場合、ポリマーの平均粒子径は $0.5 \mu\text{m}$ 以下が好ましく、さらに好ましくは $0.1 \sim 0.3 \mu\text{m}$ である。また、印字に影響しない範囲で造膜性を有するポリマーの方が好ましい。この場合、ポリマーの最低造膜温度は、印字後印字物を加熱する方法を用いない場合は $20^\circ\text{C}$ 以下、好ましくは $10^\circ\text{C}$ 以下である。印字物を加熱する方法を用いる場合は印字物の到達温度以下が好ましい。

【 0 0 4 3 】

水に溶解または分散するポリマーとしては、他にアルギン酸等の天然由来のポリマーも使用できる。

【 0 0 4 4 】

水に溶解または分散するポリマーのインク中の質量をA、前記自己分散性カーボンブラックのインク中の質量をBとしたとき、 $B/A$ が $1 \sim 50$ であることが好ましい。さらに好ましい範囲は $1 \sim 25$ 、さらに好ましくは $1 \sim 10$ である。この範囲より低いと吐出性が劣化しやすく、高いと発色性の向上効果が得難くなることがあるため、上記範囲が好適である。

30

【 0 0 4 5 】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクには、浸透剤として、下記一般式（1）で示される化合物を使用してもよい。

$\text{R}-\text{O}-\text{XnH} \cdots \cdots$  一般式（1）

（一般式（1）中、Rは、アルキル、アルケニル、アルキニル、フェニル、アルキルフェニル、アルケニルフェニル、およびシクロアルキル基から選ばれる官能基を表し、かつ炭素数が $4 \sim 8$ である。また、Xは、オキシエチレンまたはオキシプロピレン基を表し、nは $1 \sim 4$ の整数である。）

40

【 0 0 4 6 】

一般式（1）で示される化合物としては、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ブチルエーテル、プロピ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ヘキシルエーテル、ジプロピ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ブチルエーテル、トリエチレングリコールモノヘキシルエーテル、ジエチレングリコールモノシクロヘキシルエーテル、トリエチレングリコールモノフェニルエチルエーテル、ジオキシプロピレンオキシエチレンモノペンチルエーテルなど

50



が挙げられ、好ましくはジエチレングリコールモノブチルエーテルが挙げられる。

【0047】

一般式(1)で示される化合物は、全インク量に対して、好ましくは1~20質量%の範囲で添加され、より好ましくは1~10質量%の範囲で添加される。一般式(1)で示される化合物の含有量が20質量%を越えると、逆ににじみが悪化すると同時に吐出が不安定になりやすい。一方、1質量%よりも少なくなると、添加効果が得にくくなる。

【0048】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクには、尿素および/または尿素誘導体を添加することができる。該尿素および尿素誘導体としては、尿素、1,1-ジメチル尿素、1,3-ジメチル尿素、1,1-ジエチル尿素、1,3-ジエチル尿素等が挙げられ、このなかでも尿素が好ましい。尿素および/または尿素誘導体の含有量としては、全インク量に対して10質量%以下の範囲とすることが好ましく、1~8質量%の範囲とすることがより好ましい。10質量%を超えると画像滲みが増え、濃度が低下しやすいため好ましくない。

10

【0049】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクには、インクのpHを調整するためにpH調整剤が必要に応じて用いられる。該pH調整剤としては、塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、クエン酸、シュウ酸、マロン酸、ホウ酸、リン酸、亜リン酸、乳酸等の酸や水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化リチウム、水酸化アンモニウム、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン、エタノールアミン、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール、アンモニア等の塩基、およびリン酸塩、シュウ酸塩、アミン塩やグッドバッファー等のpH緩衝剤が好ましいものとして例示される。

20

【0050】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクには、必要に応じて、その他の添加剤が含有される。具体的には、以下の通りである。

特性制御のためエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等のセルロース誘導体、多糖類およびその誘導、ポリエチレングリコール、シクロデキストリン、大環状アミン類、デンドリマー、クラウンエーテル類等を用いることができる。

その他必要に応じ、安息香酸、1,2-ベンズイソチアゾリン-3-オン、デヒドロ酢酸等の公知の防カビ剤、防腐剤や酸化防止剤、粘度調整剤、導電剤、紫外線吸収剤、およびキレート化剤等も添加することができる。

30

【0051】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクの表面張力は、25~50mN/mであるのが好ましく、30~50が好ましく、30~40mN/mがさらに好ましい。カラーインクの表面張力は、25~50mN/mであるのが好ましく、25~40mN/mがより好ましく、28~37mN/mがさらに好ましい。インクの表面張力が高すぎると、インクの乾燥時間が長くなり問題となる。一方、インクの表面張力が低すぎると、記録紙上の光学濃度が低下したり、画質が劣化する傾向にある。

【0052】

ここで、表面張力は、23、55%RHの環境において、ウイルヘルミー型表面張力計を用いて測定することができる。

40

【0053】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクの粘度は、1.5~5.0mPa・s、好ましくは1.8~3.0mPa・sの範囲であるのがよい。粘度が低すぎると、インクの保存安定性が低下する。一方、粘度が高すぎると、吐出力が低下し、目詰まりした場合に回復し難い等の問題が生じ易い。

【0054】

ここで、粘度は、レオマットRM260(METTLER製)を測定装置として用い、測定対象となるインクを測定容器に入れて測定することができる。このとき、測定条件としては、測定温度23、せん断速度は1400s<sup>-1</sup>とした。

50

## 【 0 0 5 5 】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクの導電率は、インクに添加される物質により変動するため一概には言えないが、 $0.05 \sim 0.4 \text{ S/m}$ 、好ましくは $0.07 \sim 0.3 \text{ S/m}$ であるのがよい。導電率が高すぎると、インクの保存安定性が劣化し易い。

## 【 0 0 5 6 】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクのpHは、 $6.0 \sim 11.0$ が好ましく、より好ましくは $7.5 \sim 9.0$ であるのがよい。pHが低すぎると、目詰まりや保存安定性の劣化が発生しやすい一方、pHが高すぎると、ヘッド構成部材を腐食あるいは溶解し易くなる。

## 【 0 0 5 7 】

本発明のインクジェット記録用ブラックインクは、例えば次のような工程により調製することができる。自己分散性カーボンブラックを水分散液とし必要に応じ、遠心分離等で粗大粒子を除く。自己分散性カーボンブラックの分散液は公知の分散手段を用いて、分散操作を加えることもできる。また、これらの分散処理と遠心分離処理を組み合わせてもよい。このようにして得られた自己分散性カーボンブラック分散液に所定の溶媒、界面活性剤、その他の添加剤等を加えて攪拌混合し、その後、濾過を行い、所望のインクを得る。本発明のインクジェット記録用ブラックインクにおいては、例えば、上記カーボンブラックの分散液における遠心分離や分散手段、当該分散液に他の添加剤を加えるときの攪拌条件を適宜制御することで、インク中に含まれる分散粒子の体積平均粒子径及び分散粒子のうち粒子径 $0.5 \sim 1.0 \mu\text{m}$ の範囲の粒子体積を上記範囲となるようにできる。

10

20

## 【 0 0 5 8 】

(インクジェット記録用インクセット)

本発明のインクジェット記録用インクセットは、上記本発明のインクジェット記録用ブラックインクと、シアン、マゼンタ及びイエローから選択される少なくとも1色のインクジェット記録用カラーインクと、からなる。

## 【 0 0 5 9 】

- カラーインク -

カラーインクは少なくとも、水、水溶性有機溶媒、着色剤を含む。カラーインクに含まれる水溶性有機溶媒や水はブラックインクと共通であっても、異なるものでも使用できる。その他の構成も共通であっても、異なるものでも使用できる。

30

## 【 0 0 6 0 】

カラーインクに含まれる着色剤としては、染料および顔料のいずれも使用できるが、発色に優れたカラー画像を得やすい染料が好ましく使用される。染料の中では水溶性染料が好ましい。水溶性染料は、酸性染料、直接染料、塩基性染料、反応性染料等のいずれでもよいが、より好ましくは、酸性染料、直接染料である。

## 【 0 0 6 1 】

染料としては、例えば、C.I.ダイレクトブルー - 1, - 2, - 6, - 8, - 22, - 34, - 70, - 71, - 76, - 78, - 86, - 112, - 142, - 165, - 199, - 200, - 201, - 202, - 203, - 207, - 218, - 236, - 287、

40

C.I.ダイレクトレッド - 1, - 2, - 4, - 8, - 9, - 11, - 13, - 15, - 20, - 28, - 31, - 33, - 37, - 39, - 51, - 59, - 62, - 63, - 73, - 75, - 80, - 81, - 83, - 87, - 90, - 94, - 95, - 99, - 101, - 110, - 189, - 227

C.I.ダイレクトイエロー - 1, - 2, - 4, - 8, - 11, - 12, - 26, - 27, - 28, - 33, - 34, - 41, - 44, - 48, - 58, - 86, - 87, - 88, - 135, - 142, - 144,

C.I.アシッドブルー - 1, - 7, - 9, - 15, - 22, - 23, - 27, - 29, - 40, - 43, - 55, - 59, - 62, - 78, - 80, - 81, - 83, - 90, - 102, - 104, - 111, - 185, - 249, - 254,

50

C . I . アシッドレッド - 1 , - 4 , - 8 , - 13 , - 14 , - 15 , - 18 - 21 , - 26 , - 35 , - 37 , - 52 , - 110 , - 144 . - 180 , - 249 , - 257 ,  
C . I . アシッドイエロー - 1 , - 3 , - 4 , - 7 , - 11 , - 12 , - 13 , - 14 ,  
- 18 , - 19 , - 23 , - 25 , - 34 , - 38 , - 41 , - 42 , - 44 , - 53 ,  
- 55 , - 61 , - 71 , - 76 , - 78 , - 79 , - 122 ,

等が挙げられる。

#### 【0062】

これら染料の含有量は、全インク量に対して好ましくは0.1～20質量%の範囲、より好ましくは1～10質量%の範囲、さらに好ましくは1～5質量%の範囲である。染料の含有量が多くなると、ノズル先端で水が蒸発した時の目詰まり性が悪化しやすくなり、また、逆に含有量が少なければ当然ながら十分な濃度が得られないことがあり、上記範囲が好ましい。

10

#### 【0063】

顔料としては、以下のものが挙げられる。

シアン色の顔料としては、C . I . Pigment Blue 1、C . I . Pigment Blue 2、C . I . Pigment Blue 3、C . I . Pigment Blue 15、C . I . Pigment Blue 15 : 1、C . I . Pigment Blue 15 : 3、C . I . Pigment Blue 15 : 4、C . I . Pigment Blue 16、C . I . Pigment Blue 22、C . I . Pigment Blue 60等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

20

マゼンタ色の顔料としては、C . I . Pigment Red 5、C . I . Pigment Red 7、C . I . Pigment Red 12、C . I . Pigment Red 48、C . I . Pigment Red 48 : 1、C . I . Pigment Red 57、C . I . Pigment Red 112、C . I . Pigment Red 122、C . I . Pigment Red 123、C . I . Pigment Red 146、C . I . Pigment Red 168、C . I . Pigment Red 184、C . I . Pigment Red 202、C . I . Pigment Violet 1960等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

イエロー色の顔料としては、C . I . Pigment Yellow 1、C . I . Pigment Yellow 2、C . I . Pigment Yellow 3、C . I . Pigment Yellow 12、C . I . Pigment Yellow 13、C . I . Pigment Yellow 14、C . I . Pigment Yellow 16、C . I . Pigment Yellow 17、C . I . Pigment Yellow 55、C . I . Pigment Yellow 73、C . I . Pigment Yellow 74、C . I . Pigment Yellow 75、C . I . Pigment Yellow 83、C . I . Pigment Yellow 93、C . I . Pigment Yellow 95、C . I . Pigment Yellow 97、C . I . Pigment Yellow 98、C . I . Pigment Yellow 114、C . I . Pigment Yellow 128、C . I . Pigment Yellow 129、C . I . Pigment Yellow 150、C . I . Pigment Yellow 151、C . I . Pigment Yellow 154、C . I . Pigment Yellow 180、C . I . Pigment Yellow 185等が挙げられが、これらに限定されるものではない。

30

40

#### 【0064】

顔料としては、シアン、マゼンタ、イエローの3原色顔料のほか、赤、緑、青、茶、白等の特定色顔料や、金、銀色等の金属光沢顔料、無色の体質顔料、プラスチックピグメント等を使用してもよいが、これに限定されず、別途、合成した顔料を使用してもよい。これらのカラー顔料は公知の分散剤で分散しても自己分散カーボンブラックで既述した方法で自己分散処理したもので使用でき、自己分散型のカラー顔料が好ましい。

#### 【0065】

50

カラーインクにおけるその他の好適な構成については、上記本発明のインクジェット記録用ブラックインクと同様である。

【0066】

本発明のインクジェット記録用インクセットにおいては、カラーインクの乾燥時間がブラックインクの乾燥時間より遅くなると記録媒体上で色間滲みの問題が発生しやすくなるため、カラーインクの乾燥時間がブラックインクの乾燥時間より速いことが好ましい。乾燥時間の調整は、前記インクの表面張力、粘度等の物性制御や界面活性剤等の浸透剤およびポリマーの添加による調整の他、印字時のインク滴量や印字密度等の調整によっても可能であり、複数の方法を組み合わせてもよい。

【0067】

10

(インクジェット記録方法)

本発明のインクジェット記録方法は、上記本発明のインクジェット記録用インクセット(本発明のインクジェット記録用ブラックインク)を用いる。本発明のインクジェット記録方法は、例えば、インク液滴を記録信号に応じてオリフィスから記録媒体上に吐出させて記録を行なう方式の記録方法である。この記録方法においては、インクを吐出後、インクの記録媒体(特に普通紙)上での乾燥時間が5 s以下になるようにインク組成および紙上へのインクの吐出量を調整するのがよい。本明細書において乾燥時間とは、印字後、印字画像に対して紙を重ね画像が転写されなくなるまでの時間をいう。乾燥時間が長いと、不規則な滲みや色間の滲みが発生しやすく、また印字面に用紙が重なると用紙の裏面にインクが移るなどの不具合が生じることがある。

20

【0068】

本発明のインクジェット記録方法では、吐出させるブラックインクのインク滴量1個を20 ng以下、吐出させるカラーインクのインク滴量1個を7 ng以下で記録することが好適である。吐出させるインク滴量を、これらの範囲で記録することでインクの乾燥性を損なわずに高濃度高画質の画像が得られる。インク滴量が多すぎると、インクの乾燥時間が長くなりやすく、画質の劣化も生じやすいので、上記範囲が好適である。

【0069】

本発明のインクジェット記録方法において、インクの印字速度は、6 kHz以上であることが好ましく、より好ましくは6 kHz~36 kHzである。また、カラーインクとブラックインクとの印字時間差は、5 ms以上であることが好ましく、5 ms~64 msであることがより好ましい。本発明では、上記本発明のインクジェット用ブラックインクを用いることで、上記印字速度や印字時間差の範囲においても、様々の普通紙上でのブラック画像部の濃度およびカラー画像部との滲みについて優れた画像の印字が可能である

30

【0070】

本発明のインクジェット記録方法を行なうための記録装置としては、公知のインクジェット用記録装置が適用され、例えば、通常の熱インクジェット記録装置には勿論、インクの紙への定着を補助するためのヒーター等を搭載した記録装置、中間転写機構を搭載し、中間体にインクを印字後、紙等の被記録体に転写する記録装置が挙げられる。

【0071】

【実施例】

40

以下、本発明を、実施例を挙げてさらに具体的に説明する。ただし、これら各実施例は、本発明を制限するものではない。

【0072】

[顔料分散液の調製]

(ブラック顔料分散液1)

Bonjet Black CW-2(オリエント化学工業社製、自己分散性指標100%)を遠心分離機(商品名「MODEL 50A-7」:佐久間製作所製)により8000 rpmで15分間遠心分離処理して、顔料分散液を得た。この顔料分散液の一部をサンプリングし、これをドライアップすることで顔料分を算出し、得られた結果から、顔料濃度が10質量%になるように純水を加え、ブラック顔料分散液1(顔料分5%水分散液に

50

おける顔料の体積平均粒子径：105 nm、顔料のうち粒子径0.5～1.0 μmの範囲の粒子体積が分散液体積に対し0.006%）を調製した。

#### 【0073】

（ブラック顔料分散液2）

カーボンブラック表面に-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COONa基を有する試作自己分散性カーボンブラック（顔料分：15%、5%水分散液の体積平均粒子径：102 nm）を遠心分離機（商品名「MODEL 50A-7」：佐久間製作所製）により8000 rpmで15分間遠心分離処理して、顔料分散液を得た。この顔料分散液の一部をサンプリングし、これをドライアップすることで顔料分を算出し、得られた結果から、顔料濃度が10質量%になるように純水を加え、ブラック顔料分散液2（顔料分5%水分散液における：92 nm、顔料のうち粒子径0.5～1.0 μmの範囲の粒子体積が分散液体積に対し0.009%）を調製した。

10

#### 【0074】

（ブラック顔料分散液3）

Bonjet Black CW-2（オリエント化学工業社製、自己分散性指標100%）を遠心分離機（商品名「MODEL 50A-7」：佐久間製作所製）により8000 rpmで15分間遠心分離処理した後再度2回同じの遠心処理を繰り返して、顔料分散液を得た。この顔料分散液の一部をサンプリングし、これをドライアップすることで顔料分を算出し、得られた結果から、顔料濃度が10質量%になるように純水を加え、ブラック顔料分散液3（顔料分5%水分散液における顔料の体積平均粒子径：88 nm、顔料のうち粒子径0.5～1.0 μmの範囲の粒子体積が分散液体積に対し0.0007%）を調製した。

20

#### 【0075】

（ブラック顔料分散液4）

Cabot 300（Cabot社製、自己分散性指標100%）を遠心分離機（商品名「MODEL 50A-7」：佐久間製作所製）により8000 rpmで30分間遠心分離処理して、顔料分散液を得た。この顔料分散液の一部をサンプリングし、これをドライアップすることで顔料分を算出し、得られた結果から、顔料濃度が10質量%になるように純水を加え、ブラック顔料分散液4（顔料分5%水分散液における顔料の体積平均粒子径：60 nm、顔料のうち粒子径0.5～1.0 μmの範囲の粒子体積が分散液体積に

30

#### 【0076】

（ブラック顔料分散液5）

Bonjet Black CW-2（オリエント化学工業社製、自己分散性指標100%）を、そのまま顔料濃度が10質量%になるように水を加え、ブラック顔料分散液5（顔料分5%水分散液における顔料の体積平均粒子径：105 nm、顔料のうち粒子径0.5～1.0 μmの範囲の粒子体積が分散液体積に対し0.045%）を調製した。

#### 【0077】

〔実施例1〕

（ブラックインク1）

40

- ・ブラック顔料分散液1 . . . . 45 質量部
- ・ジエチレングリコール . . . . 20 質量部
- 2エチルヘキシルアルコールのポリオキシエチレン付加物 . . . . 0.15 質量部
- ・ポリオキシエチレンオレイルエーテル . . . . 0.07 質量部
- ・尿素 . . . . 6 質量部
- ・Proxel GXL（Zeneca社製） . . . . 0.1 質量部
- ・水 . . . . 28.68 質量部

#### 【0078】

上記成分を混合攪拌後、ポアサイズ2 μmのメンブレンフィルターを用いて濾過しブラックインク1を得た。

50

## 【 0 0 7 9 】

## [ 実施例 2 ]

## ( ブラックインク 2 )

・ブラック顔料分散液 2	・ ・ ・ ・ 4 5 質量部
・ジエチレングリコール	・ ・ ・ ・ 1 0 質量部
・グリセリン	・ ・ ・ ・ 1 0 質量部
・2エチルヘキシルアルコールのポリオキシエチレン付加物	・ ・ ・ ・ 0 . 1 5 質量部
・ポリオキシエチレンオレイルエーテル	・ ・ ・ ・ 0 . 0 7 質量部
・尿素	・ ・ ・ ・ 2 質量部
・水	・ ・ ・ ・ 3 2 . 7 8 質量部

10

## 【 0 0 8 0 】

上記成分を混合攪拌後、ポアサイズ 2  $\mu\text{m}$  のメンブレンフィルターを用いて濾過しブラックインク 2 を得た。

## 【 0 0 8 1 】

## [ 比較例 1 ]

## ( ブラックインク 3 )

ブラック顔料分散液 1 をブラック顔料分散液 3 に替えた以外は実施例 1 と同様にしてブラックインク 3 を得た。

## 【 0 0 8 2 】

## [ 比較例 2 ]

## ( ブラックインク 4 )

ブラック顔料分散液 2 をブラック顔料分散液 4 に替えた以外は実施例 1 と同様にしてブラックインク 4 を得た。

## 【 0 0 8 3 】

## [ 比較例 3 ]

## ( ブラックインク 5 )

ブラック顔料分散液 1 を、ブラック顔料分散液 5 に替えた以外は実施例 1 と同様にしてブラックインク 5 を得た。

## 【 0 0 8 4 】

## [ インクの物性評価 ]

これらのブラックインクについて、以下の物性の測定を行い評価した。結果を下記表 1 にまとめて示す。

## 【 0 0 8 5 】

## ( インクの表面張力 )

23、55%RH の環境において、ウイルヘルミー型表面張力計を用いて、各インクの表面張力を測定した。

## 【 0 0 8 6 】

## ( インクの粘度 )

レオマット RM 260 (METTLER 製) を測定装置として用い、測定対象となる各インクを測定容器に入れて測定を行った。このとき、測定条件としては、測定温度 23、せん断速度は 1400  $\text{s}^{-1}$  とした。

## 【 0 0 8 7 】

## ( インク中に含まれる分散粒子の体積平均粒子径：表中は「粒子径」と表記 )

マイクロトラック UPA 粒度分析計 9340 (Leeds & Northrup 社製) を用い、インクを希釈しないで測定した体積平均粒子径をインクの粒子径とした。なお、測定時に入力するパラメーターとして、粘度には、被測定インクの粘度を、分散粒子の密度には、色材の密度を使用した。

## 【 0 0 8 8 】

( 粒子径 0.5 ~ 1.0  $\mu\text{m}$  の範囲の粒子体積：表中は「粒子体積」と表記 )

Accusizer<sup>TM</sup> 770 Optical Particle Sizer (P 50

article Sizing Systems 社製) を測定装置として用い、インク 2  $\mu$ l を測定ベセル内に入れ測定した。

【0089】

【表1】

	表面張力 (mN/m)	粘度 (mPa·s)	粒子径 (nm)	粒子体積 (%)
実施例1 (ブラックインク1)	35	2.5	102	0.005
実施例2 (ブラックインク2)	38	2.4	88	0.008
比較例1 (ブラックインク3)	34	2.4	86	0.0006
比較例2 (ブラックインク4)	38	2.6	60	0.0001
比較例3 (ブラックインク5)	35	2.5	103	0.037

10

【0090】

〔画像記録〕

上記作製した各ブラックインク、下記のようにして作製したシアンインク1、マゼンタインク1、イエローインク1をサーマルインクジェット方式の試作プリントヘッド(ブラックインクのインク滴量1個は15ng、カラーインクのインク滴量1個は5ng、各色独立ヘッドで1回のスキャンで4色を印字、印字速度18kHz、ブラックとカラーインクとの印字時間差16ms)に詰め替え、印字して、下記評価を行なった。結果を表2に示す。

20

なお、用紙はFX-P紙(富士ゼロックス社製)、4024紙、4200紙(ゼロックス社製)を使用した。

【0091】

(カラ・インクの調製)

- シアンインク1 -

30

- ・ C.I.ダイレクトブルー199 . . . . 3質量部
- ・ ジエチレングリコール . . . . 20質量部
- ・ ジエチレングリコールモノブチルエーテル . . . . 5質量部
- ・ 尿素 . . . . 6質量部
- ・ 水 . . . . 66質量部

【0092】

上記成分を混合攪拌後、1NのNaOH水溶液でpHを8に調整し、ポアサイズ0.45  $\mu$ mのメンブレンフィルターを用いて濾過しシアンインク1とした。

【0093】

- マゼンタインク1 -

40

C.I.ダイレクトブルー199をC.I.アシッドレッド52に替えた以外は、シアンインク1と同様にしてマゼンタインク1を得た。

【0094】

- イエローインク1 -

C.I.ダイレクトブルー199をC.I.ダイレクトイエロー144に替えた以外は、シアンインク1と同様にしてイエローインク1を得た。

【0095】

(ブラック画像の濃度)

上記印字装置を用いてベタを印字し、光学濃度計X-Rite MODEL 404(X-Rite社製)を用いて測定した。3種の用紙の内最も低いものについて以下の基準で評

50

価した。

・・・ 1 . 4 以上

×・・・ 1 . 4 未満

【 0 0 9 6 】

( 色間滲み )

上記印字装置を用いてブラックインクと、シアンインク、マゼンタインク、イエローインクが隣接するようにベタ画像を印字し、ブラックと各カラーインク間の境界部の滲みについて官能評価を実施した。3種の用紙の内最も悪いものについて以下の基準で評価した。

・・・色間の滲みは認められなかった。

・・・色間の滲みは若干認められたが許容できる範囲であった。

×・・・色間の滲みが著しかった。

【 0 0 9 7 】

( 目詰まり回復性試験 )

上記印字装置を用いて、正常に印字できることを確認後7日間23、55%RHの環境にキャップした状態で放置し、噴射による回復操作を行い正常に印字できるまでの噴射回数を測定し、以下の基準で評価した。

：10000回以内で回復

×：10000でも回復しない

【 0 0 9 8 】

( 乾燥性評価 )

ベタ印字部を印字して、印字画像の上から同種の別の用紙を重ね、重ねた紙にインクが転写されなくなるまでの時間を測定し、3種の用紙の内最も遅いものについて以下の基準で評価した。

・・・5秒以下、

・・・5秒を超え10秒未満、

×・・・10秒以上、

【 0 0 9 9 】

【 表 2 】

	ブラック 画像濃度	色間滲み	目詰まり回復性 試験	乾燥性 評価
実施例1 (ブラックインク1)	○	○	○	○
実施例2 (ブラックインク2)	○	○	○	○
比較例1 (ブラックインク3)	×	○	○	○
比較例2 (ブラックインク4)	×	△	○	○
比較例3 (ブラックインク5)	○	○	×	○

【 0 1 0 0 】

表2の結果から明らかなように、本発明のインクジェット記録用ブラックインクを用いることで、様々の普通紙上でのブラック画像部の濃度およびカラー画像部との滲みについて優れた画像の印字が可能であることがわかる。特に、乾燥時間が短くてブラック画像の濃度は良好であり、ブラックインクとカラーインクとの印字時間差が短い場合でのブラック画像部とカラー画像部との滲みが改善されることがわかる。また、目詰まり回復性も良好であり、安定して画像を記録できることがわかる。

【 0 1 0 1 】

【 発明の効果 】



以上、本発明によれば、様々の普通紙にいても、短い乾燥時間で良好なブラック画像濃度  
が得られ、ブラックインクとカラーインクとの印字時間差が短い場合でのブラック画像部  
とカラー画像部との滲みが少ないインクジェット記録用ブラックインク、並びに、それ  
を用いたインクジェット記録用インクセット及びインクジェット記録方法を提供すること。

---

フロントページの続き

(72)発明者 山下 勲一

神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

F ターム(参考) 2C056 EA05 FC01

2H086 BA53 BA55 BA60

4J039 AE07 BA04 BC07 BC08 BC09 BC10 BC11 BE01 BE03 BE04

BE05 BE06 BE12 CA06 EA10 EA15 EA16 EA17 EA19 EA47

GA24