

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2006 年 3 月 9 日 (09.03.2006)

PCT

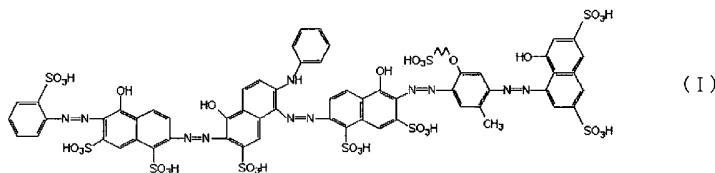
(10) 国際公開番号
WO 2006/025562 A1

- (51) 国際特許分類:
C09D 11/00 (2006.01) B41M 5/00 (2006.01)
B41J 2/01 (2006.01) C09B 33/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/016182
- (22) 国際出願日: 2005 年 8 月 30 日 (30.08.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-252200 2004 年 8 月 31 日 (31.08.2004) JP
特願2005-247602 2005 年 8 月 29 日 (29.08.2005) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): キヤノン株式会社 (CANON KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒1468501 東京都大田区下丸子 3 丁目 3 0 番 2 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 大角 孝一 (OS-UMI, Koichi) [JP/JP]; 〒1468501 東京都大田区下丸子 3 丁目 3 0 番 2 号 キヤノン株式会社内 Tokyo (JP). 須釜 定之 (SUGAMA, Sadayuki) [JP/JP]; 〒1468501 東京都大田区下丸子 3 丁目 3 0 番 2 号 キヤノン株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 岡部 正夫, 外 (OKABE, Masao et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内 3 丁目 2 番 3 号 富士ビル 6 0 2 号室 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK,

[続葉有]

(54) Title: INKJET INK, METHOD FOR PRODUCING INKJET INK, INKJET RECORDING METHOD, AND INK CARTRIDGE

(54) 発明の名称: インクジェット用インク、インクジェット用インクの作製方法、インクジェット記録方法及びインクカートリッジ

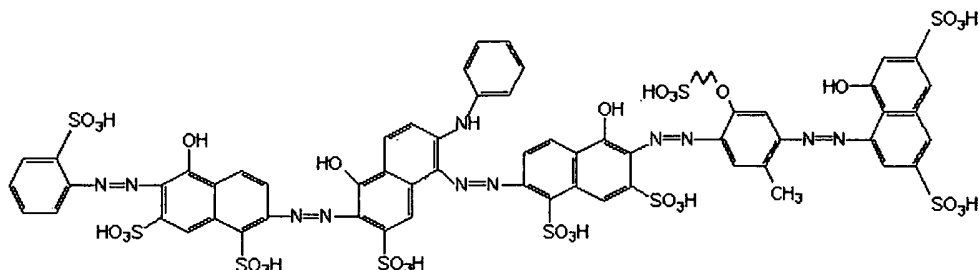


(57) Abstract: Disclosed is an inkjet ink containing at least a colorant which is composed of at least one of C. I. Food Black 2 and C. I. Direct Black 195, and a compound represented by the general formula (I) below or a salt thereof.

(57) 要約:

インクジェット用インクは、少なくとも色材を含有し、前記色材が、C. I. フードブラック 2 又は C. I. ダイレクトブラック 195 の少なくとも一方、並びに、下記一般式 (I) で表される化合物又はその塩である。

一般式 (I)





DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG,

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

インクジェット用インク、インクジェット用インクの作製方法、
インクジェット記録方法及びインクカートリッジ

5

技術分野

本発明は、インクジェット用インク、インクジェット用インクの作製方法、インクジェット記録方法及びインクカートリッジに関する。

10 背景技術

インクジェット記録方法は、インク小滴を普通紙、及び、光沢メディア等の記録媒体上に付与して、画像を形成する記録方法であり、その低価格化、記録速度の向上により、急速に普及が進んでいる。又、その記録画像の高画質化が進んだことに加えて、デジタルカメラの急速な普及に伴い、ユーザーは銀塩写真に匹敵する記録物を出力することを要求している。

15

インクジェット記録方法により得られた記録物が、銀塩写真に匹敵するために必要な要件として、得られた記録物において、高い画像濃度及び堅牢性を両立することが挙げられる。特に、ブラックインクを用いて得られた記録物の画像濃度を高くすることは、銀塩写真に匹敵する記録物とするために重要である。又、従来のインクジェット記録方法により得られた記録物は銀塩写真と比較して、その堅牢性（特に耐オゾン性）が低く、記録物が光、湿度、熱、空気中に存在する環境ガス等に長時間さらされた際に、記録物上の色材が劣化し、画像の色調変化や褪色が発生しやすいといった問題があった。前記環境ガスの中でも、オゾンによる記録物の劣化が特に問題となっている。

20

25

上記の課題、特に色調及びオゾンガスに対する褪色を解決するために、特定の色材を含有するインクが提案されている（例えば、特許02919615号

公報及び特公平 8 - 2 6 2 6 3 号公報参照)。

発明の開示

上記で述べたように、高い画像濃度及び堅牢性の双方を備えた画像を与える
5 ことができるインクジェット用インクが必要とされている。その一方で、イン
クジェット記録方法により得られる記録物の画像濃度及び堅牢性について、従
来のインクジェット用インクにより得られる画像濃度及び堅牢性のレベルで
満足しているユーザーもいる。

そこで、本発明者らが検討を行ったところ、現在、様々なインクジェット用
10 の記録媒体が存在しているが、その種類又は堅牢性によっては、このようなユ
ーザーであっても、従来のインクジェット用インクでは満足し得ない画像濃度
及び堅牢性となってしまう場合があるということを見出した。

このため、従来のインクジェット用インクよりも多少でも画像濃度及び堅牢
性を向上することが必要であるということを経験した。

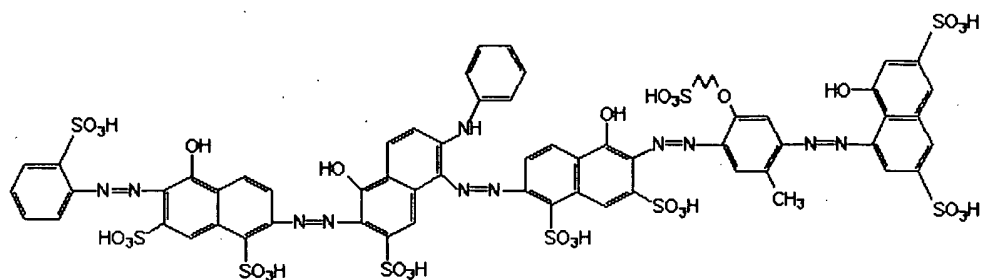
15 従って、本発明の目的は、画像濃度及び堅牢性に優れた画像を与えるインク
ジェット用インクを提供することにある。

又、本発明の別の目的は、画像濃度及び堅牢性に優れた画像を与えるインク
ジェット用インクの作製方法を提供することにある。

又、本発明の別の目的は、前記インクジェット用インクを用いたインクジェ
20 ット記録方法及びインクカートリッジを提供することにある。

上記の目的は、下記の本発明によって達成される。即ち、本発明にかかるイ
ンクジェット用インクは、少なくとも色材を含有するインクジェット用インク
において、前記色材が、C. I. フードブラック 2 又は C. I. ダイレクトブ
ラック 1 9 5 の少なくとも一方、並びに、下記一般式 (I) で表される化合物
25 又はその塩であることを特徴とする。

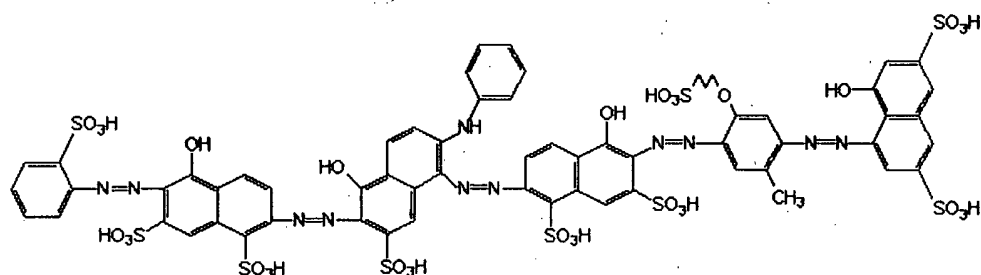
一般式 (I)



又、本発明の別の実施態様にかかるインクジェット用インクの作製方法は、色材として、下記一般式（I）で表される化合物又はその塩を含有するインクジェット用インクを収容するインクジェット用インクタンクに、色材として、

5 C. I. フードブラック 2 又は C. I. ダイレクトブラック 195 の少なくとも一方を含有するインクジェット用インクを充填する工程を有することを特徴とする。

一般式（I）



10 又、本発明の別の実施態様にかかるインクジェット用インクは、上記構成のインクジェット用インクの作製方法により得られたことを特徴とする。

又、本発明の別の実施態様にかかるインクジェット記録方法は、インクをインクジェット方法で吐出して記録媒体に記録を行う工程を有するインクジェット記録方法において、前記インクが、上記構成のインクジェット用インクで

15 あることを特徴とする。

又、本発明の別の実施態様にかかるインクカートリッジは、インクを収容するインク収容部を備えたインクカートリッジにおいて、前記インクが、上記構成のインクジェット用インクであることを特徴とする。

本発明によれば、画像濃度及び堅牢性に優れた画像を与えるインクジェット用インクを提供することができる。又、本発明の別の実施態様によれば、画像濃度及び堅牢性に優れた画像を与えるインクジェット用インクの作製方法を提供することができる。又、本発明の別の実施態様によれば、前記インクジェット用インクを用いたインクジェット記録方法及びインクカートリッジを提供することができる。

図面の簡単な説明

図 1 は液体収容容器（インクタンク）の概略説明図である。

10 図 2 は別の液体収容容器（インクタンク）の概略説明図である。

発明を実施するための最良の形態

以下に、本発明の好ましい実施の形態を挙げて、詳細に説明する。

尚、本発明においては、色材が塩である場合は、インク中では塩はイオンに解離して存在しているが、便宜上、「塩を含有する」と表現する。

<インク>

以下、本発明にかかるインクジェット用インク（以下、単にインクと呼ぶこともある）を構成する成分等について詳細に述べる。

（色材）

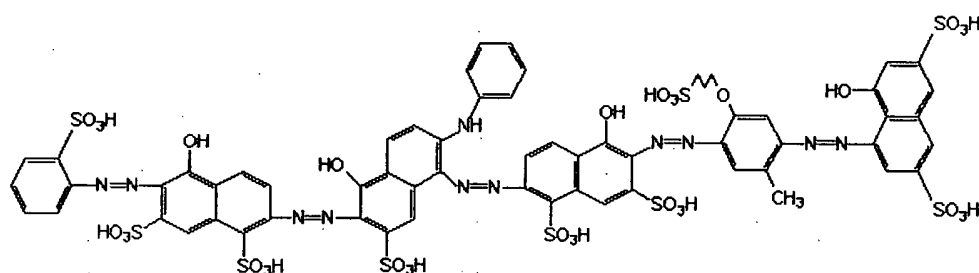
20 本発明にかかるインクは、色材として、C. I. フードブラック 2 又は C. I. ダイレクトブラック 195 の少なくとも一方含有することが必須である。これらの色材は画像濃度等の特性が優れる色材であり、該色材を含有するインクを用いることで、銀塩写真の画像濃度に匹敵する画像を形成することができる。

25 本発明にかかるインクは、上記色材に加えて、更に、下記一般式（I）で表される化合物又はその塩を含有することが必須である。下記一般式（I）で表

される化合物又はその塩は、画像濃度及び堅牢性が非常に優れているため、インクにおける含有量が微量であっても、C. I. フードブラック 2 又は C. I. ダイレクトブラック 195 の少なくとも一方である色材の画像濃度及び堅牢性を向上することができる。更に、下記一般式 (I) で表される化合物又はその塩は、C. I. フードブラック 2 又は C. I. ダイレクトブラック 195 の少なくとも一方である色材が本来有する特性である、優れた画像濃度を損なうこともない。

尚、一般式 (I) で表される化合物の塩における対イオンの具体例は、例えば、リチウム、ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属のイオン、又は、アンモニウムイオンが挙げられる。

一般式 (I)



本発明のインクにおける、色材の含有量の合計（質量％）は、インク全質量に対して、0.1 質量％以上 10.0 質量％以下であることが好ましい。含有量の合計が 0.1 質量％未満である場合、堅牢性や画像濃度が十分に得られないことがあり、又、10.0 質量％を越える場合、インクジェット用インクとしての信頼性、例えば固着性等が悪化することがある。又、一般式 (I) で表される化合物又はその塩の含有量（質量％）は、インク全質量に対して、0.24 質量％以上 2.0 質量％以下であることが好ましい。一般式 (I) で表される化合物又はその塩の含有量が 0.24 質量％を下回る、又は、2.0 質量％を上回ると、画像濃度及び堅牢性が得られない場合がある。又、一般式 (I) で表される化合物又はその塩の含有量（質量％）の比率が、色材の含有量の合

計（質量％）に対して、9.0質量％以上20.0質量％以下であることが好ましい。前記比率が9.0質量％を下回る、又は、20.0質量％を上回ると、画像濃度及び堅牢性が十分に得られない場合がある。

尚、一般式（I）で表される化合物又はその塩の含有量の上限、及び、一般式（I）で表される化合物又はその塩の含有量の比率、の上限は特に限定されるものではない。本発明にかかるインクが、C. I. フードブラック 2 又は C. I. ダイレクトブラック 195 を含有していれば、これらの色材の画像濃度及び堅牢性を補うために、一般式（I）で表される化合物又はその塩をより多くの含有量及び比率で含有することが好ましい。

10 〔色材の検証方法〕

本発明において用いられる色材である一般式（I）で表される化合物又はその塩の検証には、高速液体クロマトグラフィー（HPLC）を用いた下記（1）～（3）の検証方法が適用できる。

（1）ピークの保持時間

15 （2）（1）のピークにおける最大吸収波長

（3）（1）のピークにおけるマススペクトルのM/Z（p o s i , n e g a）

高速液体クロマトグラフィーの分析条件は以下に示す通りである。純水で約1000倍に希釈したインク溶液に対して、下記の条件で高速液体クロマトグラフィーでの分析を行い、メインピークの保持時間（r e t e n t i o n t i m e）、及び、ピークの最大吸収波長を測定する。

20 ・カラム：Symmetry C18 2.1mm×150mm

・カラム温度：40℃

・流速：0.2ml/min

・PDA：210nm～700nm

25 ・移動相及びグラジエント条件：表1

表1

	0-5 min	5-40 min	40-45 min
A 水	85%	85%→0%	0%
B メタノール	10%	10%→95%	95%
C 0.2mol/l酢酸アンモニウム水溶液	5%	5%	5%

又、マススペクトルの分析条件は以下に示す通りである。得られたピークに対して、下記の条件でマススペクトルを測定し、最も強く検出されたM/Zをposi、negaそれぞれに対して測定する。

5 ・イオン化法

・ESI キャピラリ電圧 3.1 kV

脱溶媒ガス 300℃

イオン源温度 120℃

・検出器 posi 40V 500-2000 amu/0.9 sec

10 nega 40V 500-2000 amu/0.9 sec

一般式 (I) で表される化合物又はその塩に対しての保持時間、最大吸収波長、M/Z (Posi)、M/Z (Nega) の値を表2に示す。表2に示された値に該当する場合、本発明において用いる化合物に該当すると判断できる。

表2

保持時間 [min]	最大吸収波長 [nm]	M/Z	
		Posi	Nega
25-27	565-585	833-834	554-555

15 (その他の色材)

本発明においては、C. I. フードブラック 2 又は C. I. ダイレクトブラック 195 の少なくとも一方、及び、一般式 (I) で表される化合物又はその塩に、その他の色材を組み合わせ用いても構わない。

又、フルカラー画像等を形成するために、本発明のインクとは別の色調を有するインクを併用しても構わない。例えば、シアンインク、マゼンタインク、

20

イエローインク、ブラックインク等である。又、これらのインクと同一色調を有する淡インクを組み合わせることもできる。これらの別の色調を有するインク、又は淡インクの色材は、公知の色材であっても、新規に合成された色材であっても用いることができる。

- 5 以下に、調色用色材、及び本発明のインクと共に使用する他のインクに用いる色材の具体例を色調別に示す。勿論、本発明はこれらに限定されるものではない。

[マゼンタ色材]

10 C. I. ダイレクトレッド：2、4、9、11、20、23、24、31、39、46、62、75、79、80、83、89、95、197、201、218、220、224、225、226、227、228、229、230等

15 C. I. アシッドレッド：6、8、9、13、14、18、26、27、32、35、42、51、52、80、83、87、89、92、106、114、115、133、134、145、158、198、249、265、289等

 C. I. フードレッド：87、92、94等

 C. I. ダイレクトバイオレット：107等

 C. I. ピグメントレッド：2、5、7、12、48：2、48：4、57：1、112、122、123、168、184、202等

20 [シアン色材]

 C. I. ダイレクトブルー：1、15、22、25、41、76、80、90、98、106、108、120、158、163、168、199、226等

25 C. I. アシッドブルー：1、7、15、22、23、25、29、40、43、59、62、74、78、80、90、100、102、104、117、127、138、158、161、203、204、244等

 C. I. ピグメントブルー：1、2、3、15、15：2、15：3、15：

4、16、22、60等

[イエロー色材]

C. I. ダイレクトイエロー：8、11、12、27、28、33、39、4
4、50、58、85、86、87、88、89、98、100、110、1
5 32、173等

C. I. アシッドイエロー：1、3、7、11、17、23、25、29、3
6、38、40、42、44、76、98、99等

C. I. ピグメントイエロー：1、2、3、12、13、14、15、16、
17、73、74、75、83、93、95、97、98、114、128、
10 138、180等

[オレンジ色材]

C. I. アシッドオレンジ：7、8、10、12、24、33、56、67、
74、88、94、116、142等

C. I. アシッドレッド：111、114、266、374等

15 C. I. ダイレクトオレンジ：26、29、34、39、57、102、11
8等

C. I. フードオレンジ：3等

C. I. リアクティブオレンジ：1、4、5、7、12、13、14、15、
16、20、29、30、84、107等

20 C. I. ディスパースオレンジ：1、3、11、13、20、25、29、3
0、31、32、47、55、56等

C. I. ピグメントオレンジ：43等

C. I. ピグメントレッド：122、170、177、194、209、22
4等

25 [グリーン色材]

C. I. アシッドグリーン：1、3、5、6、9、12、15、16、19、

21、25、28、81、84等

C. I. ダイレクトグリーン：26、59、67等

C. I. フードグリーン：3等

C. I. リアクティブグリーン：5、6、12、19、21等

5 C. I. ディスパスグリーン：6、9等

C. I. ピグメントグリーン：7、36等

[ブルー色材]

C. I. アシッドブルー：62、80、83、90、104、112、113、
142、203、204、221、244等

10 C. I. リアクティブブルー：49等

C. I. アシッドバイオレット：17、19、48、49、54、129等

C. I. ダイレクトバイオレット：9、35、47、51、66、93、95、
99等

15 C. I. リアクティブバイオレット：1、2、4、5、6、8、9、22、3
4、36等

C. I. ディスパスバイオレット：1、4、8、23、26、28、31、
33、35、38、48、56等

C. I. ピグメントブルー：15：6等

C. I. ピグメントバイオレット：19、23、37等

20 [ブラック色材]

C. I. ダイレクトブラック：17、19、22、31、32、51、62、
71、74、112、113、154、168、195等

C. I. アシッドブラック：2、48、51、52、110、115、156
等

25 C. I. フードブラック：1、2等

カーボンブラック等

(水性媒体)

本発明のインク組成物は、水、或いは水と各種水溶性有機溶剤との混合溶媒である水性媒体を使用することができる。

水溶性有機溶剤は、水溶性であれば特に制限は無く、エタノール、イソプロパノール、*n*-ブタノール、イソブタノール、第二ブタノール、第三ブタノール等の炭素数1~4のアルキルアルコール；N，N-ジメチルホルムアミド又はN，N-ジメチルアセトアミド等のカルボン酸アミド；アセトン、メチルエチルケトン、2-メチル-2-ヒドロキシペンタン-4-オン等のケトン又はケトアルコール；テトラヒドロフラン、ジオキサン等の環状エーテル；グリセリン、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、1，2又は1，3-プロピレングリコール、1，2又は1，4-ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、1，3ブタンジオール、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、ジチオグリコール、2-メチル-1，3-プロパンジオール、1，2，6-ヘキサントリオール、アセチレングリコール誘導体、トリメチロールプロパン等の多価アルコール類；エチレングリコールモノメチル（又はエチル）エーテル、ジエチレングリコールモノメチル（又はエチル）エーテル、トリエチレングリコールモノエチル（又はブチル）エーテル等の多価アルコールのアルキルエーテル類；2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、1，3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、N-メチルモルホリン等の複素環類；ジメチルスルホキシド等の含硫黄化合物；尿素、及び、尿素誘導体等を用いることができる。上記水溶性有機溶剤は、単独で用いても、或いは混合物として用いても良い。

これらの水溶性有機溶剤の含有量は、インク全質量に対して好ましくは5.0質量%~90.0質量%、より好ましくは10.0質量%~50.0質量%である。含有量がこの範囲より少ない場合、インクジェット用インクとして用

いる場合に、吐出性等の信頼性が悪化する可能性があり、含有量がこの範囲より多い場合、インクの粘度が上昇することによる、インク供給不良が起きる可能性があるためである。

又、水は脱イオン水（イオン交換水）を用いることが好ましい。水の含有量は、インク全質量に対して10.0質量%～90.0質量%であることが好ましい。

（その他の添加剤）

更に、本発明においては必要に応じて、界面活性剤、pH調整剤、キレート剤、防錆剤、防腐剤、防霉剤、紫外線吸収剤、粘度調整剤、消泡剤、及び、水溶性ポリマーなど、種々の添加剤を含有させても良い。

界面活性剤の具体例は、アニオン界面活性剤、両性界面活性剤、カチオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤等が挙げられる。

アニオン界面活性剤の具体例は、アルキルスリホカルボン酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル酢酸塩、N-アシルアミノ酸及びその塩、N-アシルメチルタウリン塩、アルキル硫酸塩ポリオキシアルキルエーテル硫酸塩、アルキル硫酸塩ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩、ロジン酸石鹼、ヒマシ油硫酸エステル塩、ラウリルアルコール硫酸エステル塩、アルキルフェノール型リン酸エステル、アルキル型リン酸エステル、アルキルアリルスルホン塩酸、ジエチルスルホ琥珀酸塩、ジエチルヘキシルスルホ琥珀酸ジオクチルスルホ琥珀酸塩等が挙げられる。

カチオン界面活性剤の具体例は、2-ビニルピリジン誘導体、ポリ4-ビニルピリジン誘導体等が挙げられる。

両性界面活性剤の具体例は、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ヤシ油脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ポリオクチルポリアミノエチルグリシン、その他イミダゾリン誘導体等がある。

ノニオン界面活性剤の具体例は、ポリオキシエチレンノ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ラウリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシアリルキルアルキルエーテル等のエーテル系、ポリオキシエチレンオレイン酸、ポリオキシエチレンオレイン酸エステル、ポリオキシエチレンジステアリン酸エステル、ソルビタンラウレート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタンセスキオレート、ポリオキシエチレンモノオレエート、ポリオキシエチレンステアレート等のエステル系、2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール、3, 6-ジメチル-4-オクチン-3, 6-ジオール、3, 5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール等のアセチレングリコール系（例えば、川研ファインケミカル製アセチレノールEH、E100、日信化学製サーフィノール104、82、465、オルフィンSTG等）が挙げられる。

pH調整剤は、インクのpHを所定の範囲に制御できるものであれば任意の物質を使用できる。例えば、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、イソプロパノールアミン、トリスヒドロキシメチルアミノメタンなどのアルコールアミン化合物、水酸化リチウム、水酸化カリウムなどのアルカリ金属の水酸化物、水酸化アンモニウム、あるいは炭酸リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウムなどのアルカリ金属の炭酸塩などが挙げられる。

防腐剤、防黴剤の具体例は、例えば、有機硫黄系、有機窒素硫黄系、有機ハロゲン系、ハロアリルスルホン系、ヨードプロパギル系、N-ハロアルキルチオ系、ベンツチアゾール系、ニトチリル系、ピリジン系、8-オキシキノリン系、ベンゾチアゾール系、イソチアゾリン系、ジチオール系、ピリジンオキシド系、ニトロプロパン系、有機スズ系、フェノール系、第4アンモニウム塩系、トリアジン系、チアジアジン系、アニリド系、アダマンタン系、ジチオカーバ

メイト系、ブロム化インダノン系、ベンジルブロムアセテート系、無機塩系等の化合物が挙げられる。

有機ハロゲン系化合物は、例えば、ペンタクロロフェノールナトリウムが挙げられ、ピリジンオキシド系化合物は、例えば、2-ピリジンチオール-1オキサイドナトリウムが挙げられ、無機塩系化合物は、例えば無水酢酸ソーダが挙げられ、イソチアゾリン化合物は、例えば、1, 2-ベンズイソチアゾリン-3-オン、2-n-オクチル-4-イソチアゾリン-3-オン、5-クロロ-2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オン、5-クロロ-2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オンマグネシウムクロライド、5-クロロ-2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オンカルシウムクロライド等が挙げられる。その他の防腐剤、防黴剤の具体例は、ソルビン酸ソーダ、安息香酸ナトリウム等、例えば、アベシア製プロキセルGXL (S)、プロキセルXL-2 (S) 等が挙げられる。

キレート剤は、例えばクエン酸ナトリウム、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、二ニトロ三酢酸ナトリウム、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸ナトリウム、ジエチレントリアミン五酢酸ナトリウム、ウラミル二酢酸ナトリウム等が挙げられる。

防錆剤は、例えば、酸性亜硫酸塩、チオ硫酸ナトリウム、チオグリコール酸アンモニウム、ジイソプロピルアンモニウムナイトライト、四硝酸ペンタエリスリトール、ジシクロヘキシルアンモニウムナイトライト等が挙げられる。

紫外線吸収剤は、例えばベンゾフェノン系化合物、ベンゾトリアゾール系化合物、桂皮酸系化合物、トリアジン系化合物、スチルベン系化合物、又は、ベンズオキサゾール系化合物に代表される紫外線を吸収して蛍光を発する化合物、いわゆる蛍光増白剤も用いることができる。

粘度調整剤は、水溶性有機溶剤の他に、水溶性高分子化合物が挙げられ、例えばポリビニルアルコール、セルロース誘導体、ポリアミン、ポリイミン等が

挙げられる。

消泡剤は、フッ素系、シリコーン系化合物が必要に応じて用いられる。

＜インクジェット記録方法＞

本発明にかかるインクは、インクをインクジェット方法で吐出する工程を有
5 するインクジェット記録方法に用いることが特に好適である。インクジェット
記録方法には、インクに力学的エネルギーを作用させてインクを吐出させる記
録方法、及びインクに熱エネルギーを作用させてインクを吐出させる記録方法
等がある。特に、本発明においては、熱エネルギーを利用するインクジェット
記録方法を好ましく用いることができる。

10 ＜インクカートリッジ＞

本発明にかかるインクを用いて記録を行うのに好適なインクカートリッジ
は、これらのインクを収容するインク収容部を備えたインクカートリッジが挙
げられる。以下にインクカートリッジの具体例を示す。

図1は、インクカートリッジである液体収容容器の概略説明図である。図1
15 において、液体収容容器（インクタンク）は、上部で大気連通口112を介し
て大気に連通し、下部でインク供給口に連通して、内部に負圧発生部材を収容
する負圧発生部材収容室134、及び、液体のインクを収容する実質的に密閉
された液体収容室136、を仕切壁138で仕切る構造を有する。負圧発生部
材収容室134及び液体収容室136は、液体収容容器（インクタンク）の底
20 部付近で仕切壁138に形成された連通孔140、及び液体供給動作時に液体
収容室への大気の導入を促進するための大気導入溝（大気導入路）150を介
してのみ連通されている。負圧発生部材収容室134を形成する液体収容容器
（インクタンク）の上壁には、内部に突出する形態で複数個のリブが一体に成
形され、負圧発生部材収容室134に圧縮状態で収容される負圧発生部材と当
25 接している。このリブにより、上壁と負圧発生部材の上面との間にエアバッフ
ァ室が形成されている。又、液体供給口114を備えたインク供給筒には、負

圧発生部材より毛管力が高く、且つ物理的強度が大きい圧接体 1 4 6 が設けられており、負圧発生部材と圧接している。

負圧発生部材収容室 1 3 4 内には、負圧発生部材として、ポリエチレン等のオレフィン系樹脂の繊維からなる第一の負圧発生部材 1 3 2 B 及び第二の負
5 圧発生部材 1 3 2 A、の 2 つの毛管力発生型負圧発生部材を収容している。1
3 2 C はこの 2 つの負圧発生部材の境界層であり、境界層 1 3 2 C の仕切壁 1
3 8 との交差部分は、連通部を下方にした液体収容容器の使用時の姿勢において大気導入溝（大気導入路）1 5 0 の上端部より上方に存在している。又、負
圧発生部材内に収容されるインクは、インクの液面 L で示されるように、上記
10 境界層 1 3 2 C よりも上方まで存在している。

ここで、第一の負圧発生部材 1 3 2 B と第二の負圧発生部材 1 3 2 A の境界
層は圧接しており、負圧発生部材の境界層近傍は他の部位と比較して圧縮率が
高く、毛管力が強い状態となっている。即ち、第一の負圧発生部材 1 3 2 B の
毛管力を P_1 、第二の負圧発生部材 1 3 2 A の毛管力を P_2 、負圧発生部材同
15 士の界面の持つ毛管力を P_S とすると、 $P_2 < P_1 < P_S$ となっている。

図 2 は、別のインクカートリッジである液体収容容器の概略説明図である。
図 2 に示す形態の液体収容容器（インクタンク）は、イエロー（Y）、マゼン
タ（M）、シアン（C）の 3 色のインクを収容する容器 4 1 と、容器 4 1 を覆
う蓋部材 4 2 とを有する。容器 4 1 の内部は、3 色のインクを収容するために、
20 互いに平行に配置された 2 つの仕切板 4 1 1、4 1 2 により、容量がほぼ等し
い 3 つの空間に仕切られる。これら 3 つの空間は、互いにインクタンクホルダ
へインクタンクを装着する際のインクタンクの挿入方向に沿って並んでいる。
又、これらの各空間にそれぞれ、イエローのインクを吸収して保持するインク
吸収体 4 4 Y、マゼンタのインクを吸収して保持するインク吸収体 4 4 M、及
25 びシアンのインクを吸収して保持するインク吸収体 4 4 C が収容されている。
又、負圧発生部材であるインク吸収体 4 4 Y、4 4 M、4 4 C 内に収容されて

いるインクは、インクの液面Lで示されるように、それぞれのインク吸収体の上部まで存在している。

尚、図2中、43Y、43M、43C及び45Y、45M、45Cは、それぞれ、イエロー(Y)、マゼンタ(M)、シアン(C)の3色のインクのインク供給口及びインク供給部材を表す。又、46、47、47C、48、49は、それぞれ、抜け止め爪、ラッチレバー、根元斜面、ラッチ爪、段差部を表す。

＜インクジェット用インクの作製方法＞

本発明にかかるインクジェット用インクの作製方法は、本発明のインクにおける必須の構成要件、即ち、色材として、C. I. フードブラック2又はC. I. ダイレクトブラック195の少なくとも一方、及び、上記一般式(I)で表される化合物又はその塩を含有するインクであることを満たしていれば、特に限定はない。

本発明においては、一般式(I)で表される化合物又はその塩を含有するインクを収容するインクタンクに、色材として、C. I. フードブラック2又はC. I. ダイレクトブラック195の少なくとも一方を含有するインクを充填する工程を有することが特に好ましい。これは、画像濃度及び堅牢性等の特性に優れた一般式(I)で表される化合物又はその塩を含有するインク、及び該インクを収容するインクカートリッジの再利用をすることにより、コストの削減が可能となるためである。又更に、前記効果に加えて、一度インクを収容したインクカートリッジは、インクの再充填が容易となるという付带的効果も同時に得ることができるためである。

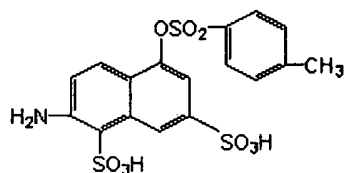
実施例

以下、実施例及び比較例を用いて本発明を更に詳細に説明するが、本発明は、その要旨を超えない限り、下記の実施例によって何ら限定されるものではない。尚、特に指定の無い限り、実施例、比較例のインク成分は「質量部」を意味する。

＜色材の調製＞

水に下記式(A)の化合物を、炭酸ナトリウムを添加した水に加えて溶解し、更に塩酸、亜硝酸ナトリウムを添加し、ジアゾ化を行った。このジアゾ混濁液に、6-フェニルアミノ-1-ヒドロキシナフタレン-3-スルホン酸水溶液を添加し、炭酸ナトリウムの存在下で溶解し、反応液(A)を得た。次に、2-アミノスルホン酸を、水酸化ナトリウムの存在下で溶解し、塩酸、亜硝酸ナトリウムを添加して、ジアゾ化を行った。次に、6-アミノ-1-ヒドロキシナフタレン-3-スルホン酸を、水酸化ナトリウムの存在下で溶解し、無水酢酸を添加して、アセチル化を行った。ここに上記ジアゾ化混濁液を炭酸ナトリウムの存在下で滴下して、カップリング反応を行い、反応液(B)を得た。この反応液(B)に、水酸化ナトリウム、次いで塩化ナトリウムを添加して塩析を行い、化合物を得た。この化合物を水酸化ナトリウムの存在下で、水に溶解させ、塩酸、亜硝酸ナトリウムを添加し、ジアゾ化を行った。このジアゾ混濁液に、炭酸ナトリウムの存在下で、溶液(A)を滴下し、カップリング反応を完結させ、反応液を得た。この反応液を塩化ナトリウムで塩析した後、濾過を行うことにより、化合物(C)を得た。N,N-ジメチルホルムアミドに、2-ニトロ-4-クレゾール、トルエン、水酸化カリウムを添加し、トルエンとの共沸により水を留去し、プロパンスルホン酸を滴下した後、水酸化ナトリウムを添加し、これを濃縮後、オートクレーブにて、パラジウムカーボンを添加し、水素ガスを封入し溶液を得た。これを、塩酸、亜硝酸ナトリウムを添加することでジアゾ化を行い、上記反応液(A)を滴下し、水酸化ナトリウムの存在下でカップリング反応を完結させ、反応液を得た。この反応液を塩酸、亜硝酸ナトリウムを添加することでジアゾ化を行い、このジアゾ混濁液を上記化合物(C)を溶解した水溶液に添加し、カップリング反応を完結させた。これを塩化ナトリウムにより塩析、濾過し、洗浄を行うことにより、化合物(α)を得た。一般式(I)で表される化合物(ナトリウム塩)を得た。

式 (A)



<インクの調製>

下記表 3 及び表 4 に示した各成分を混合し、十分攪拌した後、ポアサイズ 0 .

- 5 2 μ m のフィルターにて加圧濾過を行い、実施例 1 ~ 6 及び比較例 1 ~ 4 のインクを調製した。

表 3

	実施例					
	1	2	3	4	5	6
C.I.フードブラック2	2.40		2.40		4.00	
C.I.ダイレクトブラック195		2.40		2.40		4.00
一般式(I)で表される化合物	0.23	0.23	0.24	0.24	0.60	0.60
グリセリン	20.00	20.00	20.00	20.00	20.00	20.00
アセチレノールEH	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
イオン交換水	76.37	76.37	76.36	76.36	74.40	74.40

表 4

	比較例			
	1	2	3	4
C.I.フードブラック2	2.40		4.00	
C.I.ダイレクトブラック195		2.40		4.00
一般式(I)で表される化合物				
グリセリン	20.00	20.00	20.00	20.00
アセチレノールEH	1.00	1.00	1.00	1.00
イオン交換水	76.60	76.60	75.00	75.00

<インクの評価>

- 10 上記で得られたインクを、図 1 の構成を有するインクタンクにそれぞれ充填した。そして、前記インクタンクを、熱エネルギーをインクに印加してインク滴を吐出するインクジェット記録装置（商品名：PIXUS 950i；キヤノン製）に装着して印字を行った。この際の印字条件は次の通りである。温度

23℃、湿度55%で、記録密度を2400dpi×1200dpi、インクの吐出体積を2.5plとして、記録媒体（商品名：PR-101；キヤノン製）に50%デューティで記録を行った。その後、得られた記録物を、温度23℃、湿度55%で24時間自然乾燥させた。

- 5 一般式(I)で表される化合物の代わりにイオン交換水を含むインク（実施例1及び3に対して比較例1、実施例2及び4に対して比較例2、実施例5に対して比較例3、実施例6に対して比較例4）との比較という観点で、実施例1～6のインクを用いて得られた記録物の画像濃度を、目視で評価した。

- 次に、上記自然乾燥させた記録物を、オゾン試験装置（商品名：OMS-H；スガ試験機製）中に置き、温度40℃、湿度55%、オゾンガス濃度2ppm
10 の環境で20時間、オゾン曝露を行った。

- 一般式(I)で表される化合物の代わりにイオン交換水を含むインク（実施例1及び3に対して比較例1、実施例2及び4に対して比較例2、実施例5に対して比較例3、実施例6に対して比較例4）との比較という観点で、実施
15 例1～6のインクを用いて得られた記録物の堅牢性を、目視で評価した。

画像濃度及び堅牢性の評価基準は以下の通りである。評価結果を表5に示す。

A：比較例よりも、画像濃度又は堅牢性の何れかが明らかに向上し、且つ、画像濃度又は堅牢性の何れも悪化しない

- B：比較例よりも、画像濃度又は堅牢性の何れかが向上し、且つ、画像濃度又は堅牢性の何れも悪化しない
20

C：比較例と、画像濃度又は堅牢性の何れの差もない、又は、比較例よりも、画像濃度又は堅牢性の何れかが向上するものの、画像濃度又は堅牢性の何れかで悪化を生ずる

表5

		評価結果
実施例	1	B
	2	B
	3	A
	4	A
	5	A
	6	A

＜インクの調製＞

下記表6に示した各成分を混合し、十分攪拌した後、ポアサイズ0.2 μm のメンブランフィルターにて加圧濾過を行い、インクを調製した。

表6

一般式(I)で表される化合物	6.00
グリセリン	20.00
アセチレノールEH	1.00
イオン交換水	73.00

5

図1の構成を有するインクタンクに、表6で示す処方調製したインクを14.5 g充填した。その後、前記インクタンクから12.5 gのインクを排出した。その後更に、上記比較例3及び4のインクを、前記インクタンクにそれぞれ10.0 g充填して、実施例7及び8のインクを調製した。実施例7及び8のインクをインクタンクから抜き取り、組成を分析したところ、下記表7に示す組成であることがわかった。

10

表7

	実施例	
	7	8
C.I.フードブラック2	3.33	
C.I.ダイレクトブラック195		3.33
一般式(I)で表される化合物	1.00	1.00
グリセリン	20.00	20.00
アセチレノールEH	1.00	1.00
イオン交換水	74.67	74.67

＜インクの評価＞

上記で得られた実施例7及び8のインクを充填したインクタンクを、熱エネルギーをインクに印加してインク滴を吐出するインクジェット記録装置（商品名：PIXUS 950i；キヤノン製）に装着して印字を行った。この際の印字条件は次の通りである。温度23℃、湿度55%で、記録密度を2400
5 dpi×1200dpi、インクの吐出体積を2.5plとして、記録媒体（商品名：PR-101；キヤノン製）に50%デューティで記録を行った。その後、得られた記録物を、温度23℃、湿度55%で24時間自然乾燥させた。

一般式(I)で表される化合物の代わりにイオン交換水を含むインク（実施例7及び8のインクにおいて、一般式(I)で表される化合物の代わりにイ
10 オン交換水を含む比較例5及び6のインク、以下同様に、実施例7に対して比較例5、実施例8に対して比較例6）との比較という観点で、実施例7及び8のインクを用いて得られた記録物の画像濃度を、目視で評価した。

次に、上記自然乾燥させた記録物を、オゾン試験装置（商品名：OMS-H；スガ試験機製）中に置き、温度40℃、湿度55%、オゾンガス濃度2ppm
15 の環境で20時間、オゾン曝露を行った。

一般式(I)で表される化合物の代わりにイオン交換水を含むインク（実施例7及び8のインクにおいて、一般式(I)で表される化合物の代わりにイ
20 オン交換水を含む比較例5及び6のインク、以下同様に、実施例7に対して比較例5、実施例8に対して比較例6）との比較という観点で、実施例7及び8のインクを用いて得られた記録物の堅牢性を、目視で評価した。

画像濃度及び堅牢性の評価基準は以下の通りである。評価結果を表8に示す。

A：比較例よりも、画像濃度又は堅牢性の何れかが明らかに向上し、且つ、画像濃度又は堅牢性の何れも悪化しない

B：比較例よりも、画像濃度又は堅牢性の何れかが向上し、且つ、画像濃度又は堅牢性の何れも悪化しない
25

C：比較例と、画像濃度又は堅牢性の何れの差もない、又は、比較例よりも、

画像濃度又は堅牢性の何れかが向上するものの、画像濃度又は堅牢性の何れかで悪化を生ずる

表8

		評価結果
実施例	7	A
	8	A

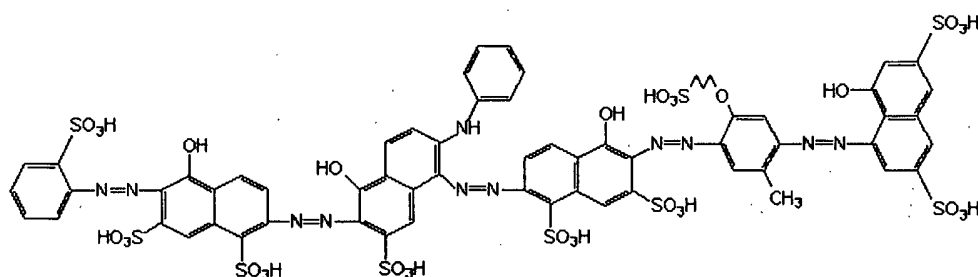
5

この出願は2004年8月31日に出願された日本国特許出願番号第2004-252200号と2005年8月29日に出願された日本国特許出願番号第2005-247602号からの優先権を主張するものであり、その内容を引用してこの出願の一部とするものである。

請 求 の 範 囲

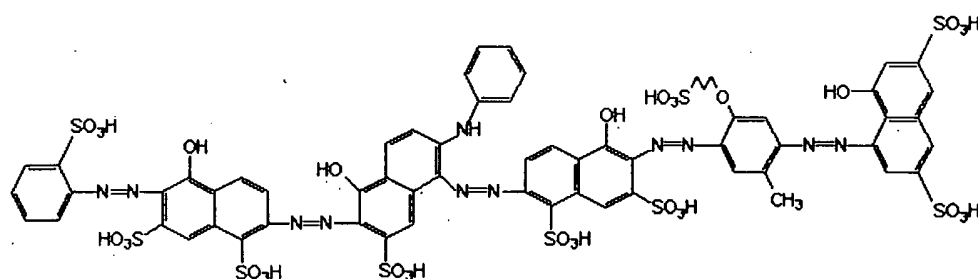
1. 少なくとも色材を含有するインクジェット用インクにおいて、
前記色材が、C. I. フードブラック 2 又は C. I. ダイレクトブラック 1 9
5 5 の少なくとも一方、並びに、下記一般式 (I) で表される化合物又はその塩
であることを特徴とするインクジェット用インク。

一般式 (I)



- 10 2. インクジェット用インクの作製方法であって、
色材として、下記一般式 (I) で表される化合物又はその塩を含有するインク
ジェット用インクを収容するインクジェット用インクタンクに、
色材として、C. I. フードブラック 2 又は C. I. ダイレクトブラック 1 9
5 の少なくとも一方を含有するインクジェット用インクを充填する工程を有
15 することを特徴とするインクジェット用インクの作製方法。

一般式 (I)



3. 請求項2に記載のインクジェット用インクの作製方法により得られたことを特徴とするインクジェット用インク。
4. インクをインクジェット方法で吐出して記録媒体に記録を行う工程を有するインクジェット記録方法において、前記インクが、請求項1又は3に記載のインクジェット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。
5. インクを収容するインク収容部を備えたインクカートリッジにおいて、前記インクが、請求項1又は3に記載のインクジェット用インクであることを特徴とするインクカートリッジ。

FIG. 1

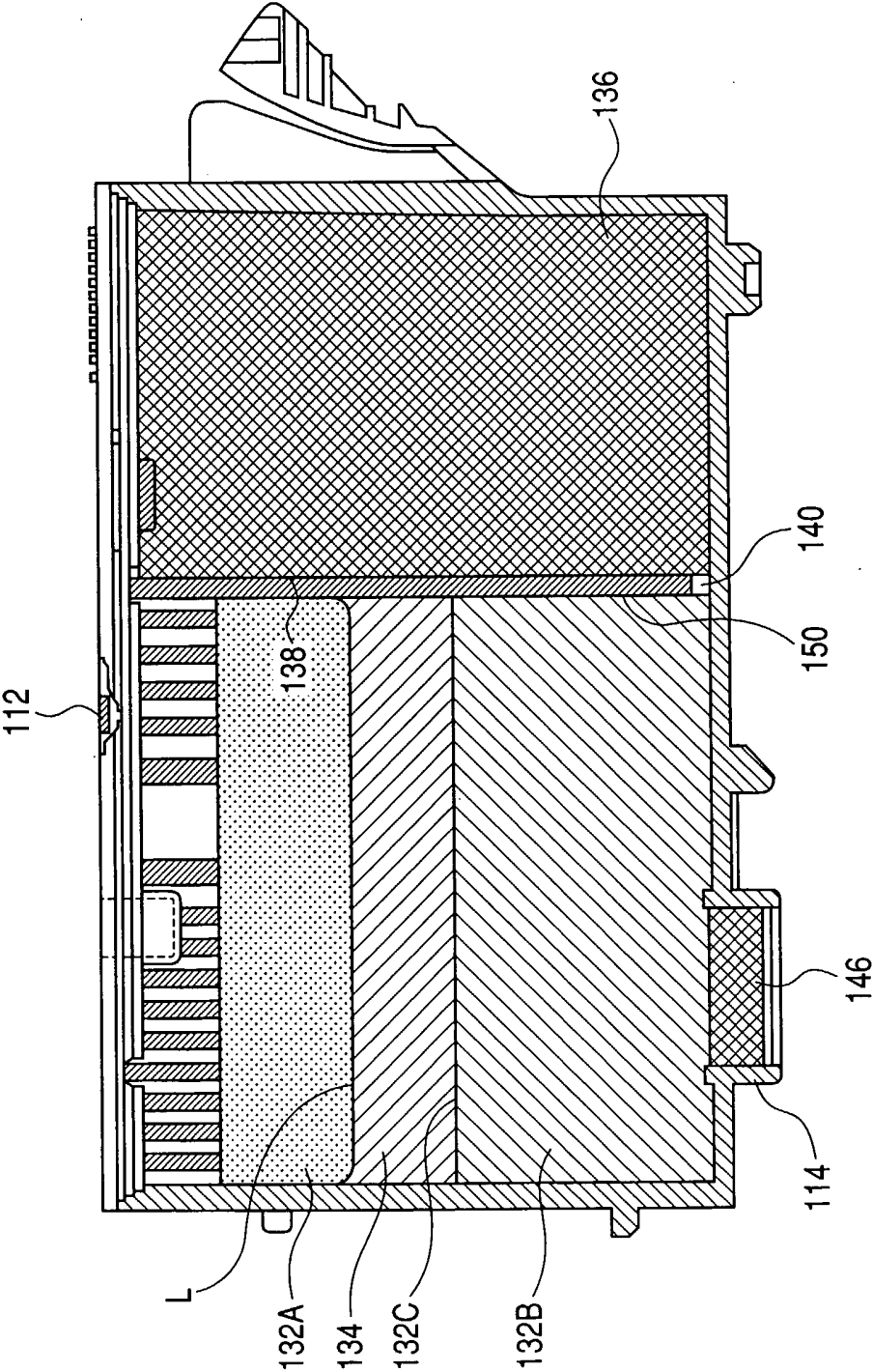
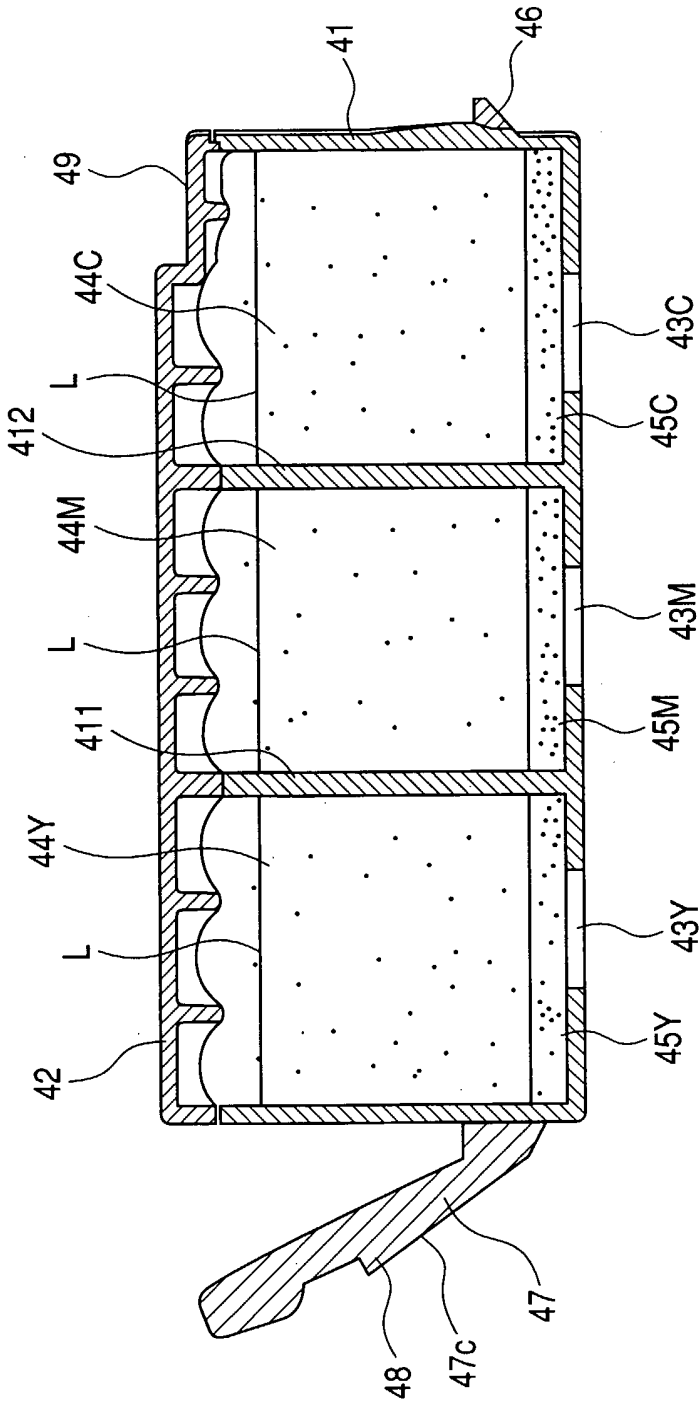


FIG. 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/016182

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09D11/00 (2006.01), **B41J2/01** (2006.01), **B41M5/00** (2006.01),
C09B33/00 (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09D11/00 (2006.01), **B41J2/01** (2006.01), **B41M5/00** (2006.01),
C09B33/00 (2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
 CA (STN), REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, A	WO 2004/078860 A1 (Nippon Kayaku Co., Ltd.), 16 September, 2004 (16.09.04), Claims; page 47, line 8 to page 52, line 2; page 98, lines 1 to 12; examples; tables 7 to 9 & JP 2004-285351 A & JP 2005-036222 A & JP 2005-068416 A	1-5
A	JP 2-132169 A (Canon Inc.), 21 May, 1990 (21.05.90), Claims; examples & US 5017227 A	1-5
A	JP 11-5932 A (Mitsubishi Chemical Corp.), 12 January, 1999 (12.01.99), Claims; examples (Family: none)	1-5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
 24 November, 2005 (24.11.05)

Date of mailing of the international search report
 06 December, 2005 (06.12.05)

Name and mailing address of the ISA/
 Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. **C09D11/00** (2006.01), **B41J2/01** (2006.01), **B41M5/00** (2006.01), **C09B33/00** (2006.01)

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. **C09D11/00** (2006.01), **B41J2/01** (2006.01), **B41M5/00** (2006.01), **C09B33/00** (2006.01)

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CA (STN), REGISTRY (STN)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
P, A	WO 2004/078860 A1 (日本化薬株式会社) 2004.09.16, 請求の範囲、 第47頁第8行-第52頁第2行、第98頁第1行-第12行、実 施例、表7-9等 & JP 2004-285351 A & JP 2005-036222 A & JP 2005-068416 A	1-5
A	JP 2-132169 A (キヤノン株式会社) 1990.05.21, 【特許請求の範囲】、 【実施例】等 & US 5017227 A	1-5

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

24.11.2005

国際調査報告の発送日

06.12.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

菅原 洋平

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

4 V

313.3

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する JP 10-204308 A (日)
A	JP 11-5932 A (三菱化学株式会社) 1999. 01. 12, 【特許請求の範囲】、 【実施例】等 (ファミリーなし)	1-5