

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4135062号
(P4135062)

(45) 発行日 平成20年8月20日(2008.8.20)

(24) 登録日 平成20年6月13日(2008.6.13)

(51) Int.Cl.

F I

C09C 3/08 (2006.01)
B41J 2/01 (2006.01)
B41M 5/00 (2006.01)
C09D 11/00 (2006.01)

C O 9 C 3/08
 B 4 1 J 3/04 I O 1 Y
 B 4 1 M 5/00 E
 C O 9 D 11/00

請求項の数 7 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2002-53592(P2002-53592)
 (22) 出願日 平成14年2月28日(2002.2.28)
 (65) 公開番号 特開2003-253155(P2003-253155A)
 (43) 公開日 平成15年9月10日(2003.9.10)
 審査請求日 平成17年2月24日(2005.2.24)

(73) 特許権者 000002886
 D I C株式会社
 東京都板橋区坂下3丁目35番58号
 (74) 代理人 100124970
 弁理士 河野 通洋
 (72) 発明者 山田 豊
 埼玉県さいたま市南浦和1-4-1-103
 (72) 発明者 山口 尚男
 埼玉県上尾市菅谷1-102-2大塚第2ビル103
 (72) 発明者 尾島 治
 埼玉県上尾市小泉684-1グランドール102

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 紫外線硬化型ジェットインクに用いる処理顔料の製造方法、およびこれを用いた紫外線硬化型ジェットインク組成物の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

少なくとも顔料、紫外線硬化性モノマー、重合開始剤を含有する紫外線硬化型インクジェット記録用組成物に用いる処理顔料の製造方法あって、顔料と親水性基を有する顔料誘導体を水中で混合し、前記顔料誘導体を水中に溶解または分散させた後乾燥することを特徴とする処理顔料の製造方法。

【請求項2】

前記親水性基を有する顔料誘導体が、スルホン酸基を有する顔料誘導体である請求項1に記載の処理顔料の製造方法。

【請求項3】

少なくとも、顔料、紫外線硬化性モノマー、重合開始剤を含有する紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法であって、紫外線硬化性モノマーを含有する混合物中へ顔料を分散する工程を有し、前記顔料は親水性基を有する顔料誘導体と水中で混合し、前記顔料誘導体を水中に分散または溶解させた後、これを乾燥して作製した処理顔料であることを特徴とする紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法。

【請求項4】

前記親水性基を有する顔料誘導体が、スルホン酸基を有する顔料誘導体である請求項3に記載の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法。

【請求項5】

前記混合物が塩基性の吸着基を有する高分子分散剤を含有する請求項4に記載の紫外線硬

化型インクジェット記録用組成物の製造方法。**【請求項 6】**

前記混合物は非反応性希釈剤を含有しない請求項 5 に記載の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法。

【請求項 7】

前記混合物中の紫外線硬化性モノマーとして、2 - ヒドロキシ - 3 - フェノキシプロピルアクリレートを含有する請求項 6 に記載の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

10

【発明の属する技術分野】

本発明は、紫外線硬化型ジェットインク組成物に用いられる顔料の処理方法、もしくは処理顔料の製造方法に関するものであり、更にこれを色材に用いた吐出安定性、分散安定性に優れた紫外線硬化型インクジェット記録用組成物に関するものである。

【0002】**【従来の技術】**

インクジェット記録装置による印刷は、ノズルよりインクを吐出し被記録材に付着せしめる方式であり、該ノズルと被記録材が非接触状態にあるため、曲面や凹凸した不規則な形状を有する表面に対して、良好な印刷を行うことができる。このため、産業用途で広範囲にわたる利用分野が期待されている印刷方式である。

20

このようなインクジェット記録用インクには、主溶剤として水を用いる水性インクと主溶剤として有機溶剤を用いる油性インクがあり、主に水系溶媒に染料を溶解した水性インクが用いられている。従来の水性染料インクを産業用途で使用する場合の問題点として、非吸収材料への乾燥速度、印刷画像の付着性、耐摩耗性、耐水性、耐光性等の耐久性不良があり、これらを改善したインクとして、色材に顔料を用い、かつ紫外線硬化性化合物を用いて、紫外線等の活性エネルギー線で硬化乾燥するようにした水性、および油性のインクジェット記録用組成物が数多く提案されている。

【0003】

しかしながら、色材に顔料を用い、吐出安定性、保存安定性の両方を全て満足する、紫外線等の活性エネルギー線で硬化乾燥するインクジェット記録用組成物は得られていないのが現状であり、吐出安定性、保存安定性に優れた顔料系の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物が強く求められている。

30

【0004】

さらに、印刷物の付着性、耐摩耗性、耐水性、耐溶剤性等の耐久性を得るためには、水、有機溶剤等の非反応性希釈剤を含有しない非水系（油性）の紫外線硬化型インクを用いることが有利であり、吐出安定性、保存安定性に優れ、かつ希釈剤を含有しない顔料系の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物が要望されている。

【0005】**【発明が解決しようとする課題】**

ノズル先端の吐出オリフィス（微細孔）よりインクを吐出させて印刷画像を形成するインクジェット記録用インクの吐出安定性に係わる一般的な要求特性として次の 3 点がある。

40

（1）低粘度であり、吐出口でのインクの乾燥による粘度変化が小さい。

（2）粒子化（インクの切断）がスムーズに行われる。

（3）吐出方向安定性が良好である。

【0006】

顔料系インクのスムーズな粒子化、良好な吐出方向安定性を実現するためには、顔料粒子が微細に分散されていなければならない。インク中の粗大粒子の存在、分散安定性不良による凝集物の発生は、吐出口におけるインク柱のスムーズな切断を妨害すると共に、オリフィス周辺への凝集物の付着により吐出方向安定性が不良となるからである。したがって、吐出安定性、分散安定性に優れた紫外線硬化型インクジェット記録用組成物を得るため

50

には、紫外線硬化性モノマーを含有する混合物中へ微細な顔料を安定に分散させる事が重要である。しかしながら従来の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物においては、顔料の紫外線硬化性モノマーへの分散が必ずしも充分とは言えなかった。

【 0 0 0 7 】

すなわち本発明の第一の目的は、微細な顔料が安定に分散しており、吐出安定性、保存安定性に優れた紫外線硬化型インクジェット記録用組成物を提供することであり、これを達成するための顔料の表面処理方法を提供することである。さらに本発明の第二の目的は、吐出安定性、保存安定性に加えて硬化被膜の耐久性に優れた顔料系の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物を提供することにある。

【 0 0 0 8 】

【課題を解決するための手段】

以上の説明から明らかなように、吐出安定性、分散安定性に優れた顔料系の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物を得るためには、微細な顔料を紫外線硬化性材料中に安定に分散させなければならない。本発明者らは、上記課題を解決するため、鋭意検討を重ねた結果、顔料と親水性基を有する顔料誘導体を水中で混合後、乾燥処理することによって得られる処理顔料を用いることにより、紫外線硬化性材料中へ顔料が安定に分散することを見いだし本発明に至った。

【 0 0 0 9 】

即ち、本発明は、少なくとも顔料、紫外線硬化性モノマー、重合開始剤を含有する紫外線硬化型インクジェット記録用組成物に用いる処理顔料の製造方法あって、顔料と親水性基を有する顔料誘導体を水中で混合後、乾燥することを特徴とする処理顔料の製造方法を提供するものである。

さらにまた本発明は、少なくとも、紫外線硬化性モノマー、重合開始剤を含有する混合物中へ顔料を分散する工程を有する紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法であって、前記顔料を水中で、親水性基を有する顔料誘導体と混合後、乾燥して使用することを特徴とする紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法を提供するものである。

【 0 0 1 0 】

本発明の顔料処理方法によると、親水性基を有する顔料誘導体が水中で顔料と混合されることにより良好に分散し、顔料表面に吸着される。その後、該顔料が紫外線硬化性モノマー中に分散されると、親水性基を有する顔料誘導体は顔料から脱離しにくく長期にわたって顔料の分散を安定化するため、吐出安定性が向上する。

本発明における顔料誘導体は、水に溶解、または容易に分散する親水性の化合物である必要があり、顔料分子骨格にスルホン酸基を導入した誘導体を用いることが好ましい。

また、本発明の紫外線硬化性インクジェット記録用組成物の製造方法においては、紫外線硬化性モノマー、重合開始剤を含有する混合物中へ顔料を分散させる際、該混合液中に塩基性の吸着基を有する高分子分散剤を含有することが好ましい。

【 0 0 1 1 】

このような高分子分散剤を使用すると、高分子化合物の吸着による立体障害斥力による分散安定化が有効に働く。

さらにまた、顔料を分散させる前記混合物は分散媒として紫外線硬化性化合物のみを含有することが好ましい。

非水分散系（油性）で安定な分散液を得るためには、高分子分散剤は、溶解しないと高分子鎖が伸長せず、処理顔料への吸着点が露出しないため、これを溶解しなければならない。しかしここで希釈性有機溶剤による溶解を行わず、高分子分散剤を溶解する（メタ）アクリレートにインクに含有させることにより被膜耐久性の高い紫外線硬化性インクジェット記録液組成物を作製することができる。

【 0 0 1 2 】

本発明における高分子分散剤としては、塩基性の吸着性の基を持つ高分子分散剤が好ましく、これを溶解する（メタ）アクリレートとしては、2 - ヒドロキシ - 3 - フェノキシ

10

20

30

40

50

プロピルアクリレートが高い溶解度を実現し好ましい。

現在実用化されている紫外線硬化性化合物には、その反応機構によりラジカル重合型とカチオン重合型がある。低粘度で硬化乾燥速度の速いインクを得るためには、紫外線硬化性化合物としてラジカル重合型化合物である（メタ）アクリレートを使用する事が好ましく、また本発明の処理顔料の製造方法で作製した顔料も、（メタ）アクリレートを紫外線硬化性化合物として用いた場合に好適である。

【 0 0 1 3 】

【発明の実施の形態】

次に、本発明の実施形態を示すとともに、本発明を更に詳細に説明する。

【 0 0 1 4 】

本発明に使用する顔料としては、カーボンブラック、酸化鉄等の無機顔料、不溶性アゾ顔料、溶性アゾ顔料、フタロシアニン顔料、キナクリドン顔料、ペリレン顔料、イソインドリン顔料、ベンズイミダゾロン顔料、ピランスロン顔料、チオインジゴ顔料、キノフタロン顔料等が挙げられる。

【 0 0 1 5 】

本発明で使用する親水性基を有する顔料誘導体とは、顔料分子骨格にスルホン酸基、アミノ酸基等、官能基を導入したものであり、顔料と分散剤（高分子分散剤等）との強固な吸着を発現させるための分散助剤として用いられる。顔料誘導体の分子骨格は、通常色相の関係から使用する顔料と同一のものをを用いることが好ましいが、同じ色相のものであれば、分子骨格の異なるものも使用できる。

【 0 0 1 6 】

本発明は、顔料と親水性基を有する顔料誘導体を精製水で混合処理することにより、顔料誘導体を顔料に吸着させる方法であるため、水に溶解、または容易に分散するものでなければ使用できない。具体的には、顔料分子骨格にスルホン酸基を導入した顔料誘導体が好ましい。カーボンブラック等の黒色顔料、フタロシアニン顔料等のシアン色顔料に用いる顔料誘導体を例にとれば、顔料誘導体としては、フタロシアニンスルホン酸、またはフタロシアニンスルホン酸のナトリウム、アルミニウム等の金属塩が好ましい。

【 0 0 1 7 】

顔料に対する顔料誘導体の添加量は、顔料により異なり粒子径の小さい顔料ほど添加量を多くする必要がある。具体的には、顔料に対して 1 ～ 1 5 質量 % の範囲が好ましく、 3 ～ 1 2 質量 % の範囲が特に好ましい。使用量が少なすぎる場合には効果が発現されにくく、多すぎる場合には過剰の未溶解成分が吐出安定性に悪影響を及ぼす。

【 0 0 1 8 】

本発明に使用する水は、無機塩類等の不純物を除去したイオン交換水、蒸留水等であることが好ましい。これらの水を用いる事により、無機塩等の水溶性不純物により発生するノズル目詰まりを防止できる。

【 0 0 1 9 】

水に濡れにくい顔料の濡れを改善し溶媒中で顔料を微分散させる目的で水に水溶性有機溶剤を添加してもよい。具体的にはメタノール、エタノール、イソプロパノール等の炭素数が 3 以下の低級アルコールが好ましく、水溶性有機溶剤の使用量は、水に対し 1 0 0 質量 % 以下であることが好ましい。

【 0 0 2 0 】

顔料と顔料誘導体の水中での混合は、通常の分散攪拌機を用いて行うことができる。混合処理時の顔料濃度は、処理効果を高める点から 8 質量 % 以下とすることが好ましい。顔料と親水性基を有する顔料誘導体の混合物を、ヌッチェ等でろ別し、 8 0 ～ 1 4 0 の温度で乾燥することにより、処理顔料を得ることができる。

【 0 0 2 1 】

高分子分散剤は、一般的に顔料への吸着基が塩基性のもの、酸性のもの、および両方をもつものに分類される。本発明で得られる処理顔料に対しては、塩基性の吸着基を持つ分散剤が良好な分散安定性を付与できる点で好ましい。具体的には、味の素ファインテクノ製

10

20

30

40

50

のアジスパーPB821、PB822、PB817、アビシア製のソルスパーズ24000GR、32000、楠本化成製のディスパロンDA70350、DA-705、DA-725等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。また、分散剤のインク中への含有量は、顔料に対して30～80質量%の範囲が好ましい。

【0022】

非水分散系（油性）で安定な分散液を得るためには、高分子分散剤は、溶解しないと高分子鎖が伸長せず、処理顔料への吸着点が露出しないため、高分子分散剤を溶解する希釈性溶剤が必要となる。しかしながら希釈性溶剤の使用は被膜の強度、耐久性を低下させる。このため顔料は紫外線硬化性化合物と重合開始剤のみからなる分散媒に分散することが好ましく、希釈性溶剤にかわって前記高分子分散剤を溶解する（メタ）アクリレートを含

10

【0023】

本発明に使用する高分子分散剤を溶解する（メタ）アクリレートとしては、良好な分散安定性をを得るために、高分子分散剤を30%以上溶解するものを選定する必要がある。具体的には、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピル（メタ）アクリレート、テトラフルフリル（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコール（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、ベンジル（メタ）アクリレートなどが挙げられる。中でも、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレートが特に好ましく、例えば、大阪有機化学製 商品名「ビスコート#220」、共栄社化学製 商品名「エポキシエステルM-600A」、東亜合成化学製 商品名「アロニックスM-5700」等として

20

【0024】

本発明のインク組成物に優れた硬化性、硬化被膜の耐久性を付与するために、高分子分散剤を溶解する（メタ）アクリレート以外の紫外線硬化成分として、各種の（メタ）アクリレートを含

30

【0025】

本発明に使用できる（メタ）アクリレートオリゴマーとしては、ウレタン（メタ）アクリレートオリゴマー、エポキシ（メタ）アクリレートオリゴマー、ポリエステル（メタ）アクリレートオリゴマー等が挙げられ、2種類以上併用して用いることができる。（メタ）アクリレートオリゴマーの含有量は、ジェットインク組成物の粘度、硬化性の点から、紫外線硬化性組成物の総量に対して、2～20%の範囲で用いることが好ましい。

【0026】

本発明に使用できる単官能（メタ）アクリレートとして例えば、メチル、エチル、プロピル、ブチル、アミル、2-エチルヘキシル、オクチル、ノニル、ドデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、シクロヘキシル、ベンジル、メトキシエチル、ブトキシエチル、フェノキシエチル、ノニルフェノキシエチル、グリシジル、ジメチルアミノエチル、ジエチルアミノエチル、イソボルニル、ジシクロペンタニル、ジシクロペンテニル、ジシクロペンテニロキシエチル等の置換基を有する（メタ）アクリレート等が挙げられる。これらは2種類以上併用して用いることができる。

40

【0027】

また、多官能（メタ）アクリレートとしては例えば、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、1,8-オクタンジオール、1,9-ノナンジオール、トリシクロデカンジメタノール、エチレングリコール、ポリ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、トリプロピレング

50

リコール、ポリプロピレングリコール等のジ(メタ)アクリレート、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレート等のジ(メタ)アクリレート、ネオペンチルグリコール1モルに4モル以上のエチレンオキサイドもしくはプロピレンオキサイドを付加して得たジオールのジ(メタ)アクリレート、ビスフェノールA 1モルに2モルのエチレンオキサイドもしくはプロピレンオキサイドを付加して得たジオールのジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパン1モルに3モル以上のエチレンオキサイドもしくはプロピレンオキサイドを付加して得たトリオールのジまたはトリ(メタ)アクリレート、ビスフェノールA 1モルに4モル以上のエチレンオキサイドもしくはプロピレンオキサイドを付加して得たジオールのジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールのポリ(メタ)アクリレート、エチレンオキサイド変性リン酸(メタ)アクリレート、エチレンオキサイド変性アルキルリン酸(メタ)アクリレート等が挙げられる。これらは2種類以上併用して用いることができる。

10

【0028】

本発明に使用する光重合開始剤は、用いる紫外線硬化性化合物が硬化できる公知慣用のものがいずれも使用できる。光重合開始剤としては、分子開裂型または水素引き抜き型のものが本発明に好適である。

【0029】

本発明に使用する光重合開始剤として、ベンゾインイソブチルエーテル、2,4-ジエチルチオキサントン、2-イソプロピルチオキサントン、ベンジル、2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルフォスフィンオキシド6-トリメチルベンゾイルジフェニルフォスフィンオキシド、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルフォリノフェニル)-ブタン-1-オン、ビス(2,6-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4-トリメチルベンチルフォスフィンオキシド等が好適に用いられ、さらにこれら以外の分子開裂型のものとして、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、ベンゾインエチルエーテル、ベンジルジメチルケタール、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、1-(4-イソプロピルフェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチルプロパン-1-オンおよび2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オン等を併用しても良いし、さらに水素引き抜き型光重合開始剤である、ベンゾフェノン、4-フェニルベンゾフェノン、イソフタルフェノン、4-ベンゾイル-4'-メチル-ジフェニルスルフィド等も併用できる。

20

30

【0030】

また上記光重合開始剤に対し、増感剤として例えば、トリメチルアミン、メチルジメタノールアミン、トリエタノールアミン、p-ジエチルアミノアセトフェノン、p-ジメチルアミノ安息香酸エチル、p-ジメチルアミノ安息香酸イソアミル、N,N-ジメチルベンジルアミンおよび4,4'-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン等の、前述重合性成分と付加反応を起こさないアミン類を併用することもできる。もちろん、上記光重合開始剤や増感剤は、紫外線硬化性化合物への溶解性に優れ、紫外線透過性を阻害しないものを選択して用いることが好ましい。

【0031】

光重合開始剤と増感剤は紫外線硬化性組成物総量に対して0.1~20質量%、好ましくは、7~14質量%の範囲で用いる。

40

【0032】

また、本発明のインク組成物には、表面張力の調整、被印刷材料に対する接着性の付与等を目的に、樹脂、添加剤等を配合する事もできる。

【0033】**【実施例】**

以下、実施例によって本発明を更に詳細に説明するが、本発明の範囲にかかる実施例に限定されるものではない。

なお、以下の実施例中、部は質量部を表す。

50

【 0 0 3 4 】

(処理顔料の調製)

(処理顔料調製例 1)

精製水 1 0 0 0 部にフタロシアンスルホン酸 4 部を加えて攪拌・混合する。この溶液中に # 9 6 0 (三菱化学製塩基性カーボンブラック) 4 0 部を加えて、 3 0 分間攪拌・混合後、ヌッチェでろ別する。ろ別した固形物を 1 2 0 で 2 時間乾燥して処理カーボンブラックを作製する。

【 0 0 3 5 】

(処理顔料調製例 2)

精製水 1 0 0 0 部にフタロシアンスルホン酸 3 部を加えて攪拌・混合する。この溶液中に Fastogen Blue TGR (大日本インキ化学工業製の C . I . ピグメントブルー 1 5 : 3) 6 0 部を加えて、 3 0 分間攪拌・混合後、ヌッチェでろ別する。ろ別した固形物を 1 2 0 で 2 時間乾燥して処理フタロシアン顔料を作製する。

10

【 0 0 3 6 】

(ミルベースの調製例)

(ミルベース調製例 1)

調製例 1 の処理カーボンブラック 1 0 部、アジスパー PB 8 2 1 (味の素ファインテクノ製高分子分散剤) 6 部、アロニックス M 5 7 0 0 (東亜合成製) 1 4 部、エチレンオキサイド付加 1 , 6 ヘキサンジオールジアクリレート 6 3 部、 3 - メトキシブチルアクリレート 7 部を攪拌機で 1 時間攪拌混合した後、ビーズミルで 4 時間処理してミルベース

20

【 0 0 3 7 】

(ミルベース調製例 2)

調製例の処理フタロシアン顔料 1 0 部、アジスパー PB 8 2 1 (味の素ファインテクノ製高分子分散剤) 3 部、アロニックス M 5 7 0 0 (東亜合成製) 7 部、エチレンオキサイド付加 1 , 6 ヘキサンジオールジアクリレート 7 2 部、 3 - メトキシブチルアクリレート 8 部を攪拌機で 1 時間攪拌混合した後、ビーズミルで 4 時間処理してミルベースを作製した。

【 0 0 3 8 】

(ミルベース比較調製例 1)

ミルベース調製例 1 に使用した処理カーボンブラックの替わりに未処理の # 9 6 0 を用いて、ミルベース調製例 1 と同様な方法でミルベースを作製した。

30

【 0 0 3 9 】

(ミルベース比較調製例 2)

ミルベース調製例 2 に使用した処理フタロシアン顔料の替わりに未処理の Fastogen Blue TGR を用いて、ミルベース調製例 2 と同様な方法でミルベースを作製した。

(ミルベース比較調整例 3)

ミルベース調整例 1 の調整例の処理カーボンブラック 1 0 部のかわりに、 # 9 6 0 (三菱化学製塩基性カーボンブラック) 9 部にフタロシアンスルホン酸 1 部を加えミルベース調整例 1 と同様の攪拌条件でミルベースを作製した。

40

【 0 0 4 0 】

(インクの調製例)

(実施例 1)

ポリウレタンアクリレートオリゴマー (カプロラクトン変性ヒドロキシエチルアクリレートとトリレンジイソシアネートとの反応物) 4 . 0 部、エチレンオキサイド付加トリメチロールプロパントリアクリレート 1 4 . 0 部、エチレンオキサイド付加 1 , 6 ヘキサンジオールジアクリレート 3 9 . 0 部、 3 - メトキシブチルアクリレート 8 . 0 部、 DC 5 7 Additive (ダウコーニング製ポリエーテル変性シリコンオイル) 0 . 1 部に光重合開始剤としてイルガキュア 3 6 9 (チバ・スペチャリティー・ケミカルズ製

50

） 5 . 6 部を加えて 6 0 で光重合開始剤を加温溶解した溶液に、調製例 1 のミルベースを 3 5 部加えて十分に混合後、 1 . 2 μ m のメンブランフィルターでろ過することによってジェットプリンター用インクを作製した。

【 0 0 4 1 】

（実施例 2）

ポリウレタンアクリレートオリゴマー（カプロラクトン変性ヒドロキシエチルアクリレートとトリレンジイソシアネートとの反応物） 4 . 5 部、エチレンオキサイド付加トリメチロールプロパントリアクリレート 9 . 5 部、エチレンオキサイド付加 1 , 6 ヘキサンジオールジアクリレート 6 3 . 0 部、3 - メトキシブチルアクリレート 3 . 0 部、D C 5 7 A d d i t i v e 0 . 1 部に光重合開始剤としてイルガキュア 8 1 9 （チバ・ス
10
ペチャリティー・ケミカルズ製） 4 . 0 部、ダロキュア 1 1 7 3 （チバ・スペチャリティー・ケミカルズ製） 3 . 0 部を加えて 6 0 で光重合開始剤を加温溶解した溶液に、調製例 2 のミルベースを 2 0 部加えて十分に混合後、 1 . 2 μ m のメンブランフィルターでろ過することによってジェットプリンター用インクを作製した。

【 0 0 4 2 】

（比較例 1）

実施例 1 で使用した調製例 1 のミルベースの替わりに比較調製例 1 のミルベースを用いて、実施例 1 と同様な方法でジェットプリンター用インクを作製した。

（比較例 2）

実施例 2 で使用した調製例 2 のミルベースの替わりに比較調製例 2 のミルベースを用いて
20
、実施例 2 と同様な方法でジェットプリンター用インクを作製した。

（比較例 3）

実施例 1 で使用した調整例 1 のミルベースの替わりに比較調整例 3 のミルベースを用いて、実施例 1 と同様な方法でジェットプリンター用インクを作製した。

【 0 0 4 3 】

実施例 1 ~ 2 , 比較例 1 ~ 2 のインクの分散安定性、吐出性、硬化性を下記の方法により評価した。結果を表 . 1 に示す。一方比較例 3 のインクは未分散のシナジストがベース中に多量に存在してインキ化が不可能であった。

【 0 0 4 4 】

（分散安定性： 6 0 保存 3 0 日の粘度変化）
30

E 型粘度計により、 2 5 での粘度を測定した。

（吐出性）

ヘッド温度を 4 5 に保温したピエゾ式ヘッドを有するインクジェットプリンターで印刷を行い、記録物の印刷状態を目視により評価した。

：所定の位置に印刷できている。

×：吐出しない。

（硬化性：メタノールラビング評価）

ガラス面に印刷したものを、コンベア式 UV 照射装置により、 1 2 0 W / c m のメタルハライドランプ、 0 . 5 J / c m 2 の条件で紫外線照射し、印刷被膜の硬化状態をメタノールラビングにより評価した。
40

メタノールラビング評価：メタノールを含ませた綿棒を印刷物上に押しあて、左右に擦りつけて印刷被膜の剥離、薄化等の破壊がおこるまでの綿棒の通過した回数を計測する。

【 0 0 4 5 】

【表 1】

| | 粘度(25℃) | | | 分散安定性 | 吐出性 | | 硬化性 |
|------|---------|-------------|-------------|-------|-----|-----------|-------|
| | 初期粘度 | 60℃14日保管後粘度 | 60℃30日保管後粘度 | | 初期 | 60℃14日保管後 | |
| 実施例1 | 25.9 | 25.5 | 26.3 | ○ | ○ | ○ | 50回以上 |
| 実施例2 | 21.2 | 21.3 | 21.5 | ○ | ○ | ○ | 50回以上 |
| 比較例1 | 30.1 | 70.1 | — | × | ○ | × | 50回以上 |
| 比較例2 | 27.8 | 44.7 | — | × | ○ | × | 50回以上 |

10

【0046】

上記の通り、本発明の処理顔料を用いた実施例1、2のインクが吐出性、分散安定性（粘度変化）、硬化性全て良好であるのに対し、未処理顔料を用いた比較例1、2のインクは分散安定性が不良であり、60℃14日保存インクの吐出性も不良であった。

【0047】

【発明の効果】

本発明の製造方法により得られる顔料誘導体処理顔料は紫外線硬化型油性ジェットインク組成物に用いる色材として好適であり、これを用いることにより、吐出安定性、保存安定性に優れた紫外線硬化型ジェットインクを得ることができる。非水分散系（油性）で安定な分散液を得るためには、高分子分散剤は、溶解しないと高分子鎖が伸長せず、処理顔料への吸着点が露出しないため、高分子分散剤を溶解する（メタ）アクリレートに含有させなければならない。

20

【0048】

また、本発明における高分子分散剤としては、塩基性の吸着性の基を持つ高分子分散剤が好ましく、これを溶解する（メタ）アクリレートとしては、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレートが好ましい。2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレートを顔料分散時に含有させることにより、高分子分散剤を溶解する希釈製溶剤を添加する必要がなく、吐出安定性に加え、硬化被膜の耐久性に優れたインクジェット記録用組成物を作製することができる。

フロントページの続き

審査官 山田 泰之

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

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C09C 3/08

B41J 2/01

B41M 5/00

C09D 11/00