

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6699852号
(P6699852)

(45) 発行日 令和2年5月27日 (2020.5.27)

(24) 登録日 令和2年5月7日 (2020.5.7)

(51) Int.Cl.

F I

C O 9 D 17/00 (2006.01)

C O 9 D 17/00

C O 9 D 11/322 (2014.01)

C O 9 D 11/322

B 4 1 J 2/01 (2006.01)

B 4 1 J 2/01 5 O 1

B 4 1 M 5/00 (2006.01)

B 4 1 M 5/00 1 2 O

C O 9 B 67/46 (2006.01)

C O 9 B 67/46 B

請求項の数 9 (全 29 頁)

(21) 出願番号 特願2015-164856 (P2015-164856)
 (22) 出願日 平成27年8月24日 (2015.8.24)
 (65) 公開番号 特開2017-43653 (P2017-43653A)
 (43) 公開日 平成29年3月2日 (2017.3.2)
 審査請求日 平成30年6月13日 (2018.6.13)

(73) 特許権者 000000918
 花王株式会社
 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1
 O号
 (74) 代理人 100078732
 弁理士 大谷 保
 (74) 代理人 100089185
 弁理士 片岡 誠
 (74) 代理人 100200469
 弁理士 大竹 有美子
 (72) 発明者 松本 雄大
 和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株
 式会社研究所内

審査官 仁科 努

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 着色微粒子分散体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

着色微粒子と中和剤とを含有する着色微粒子分散体の製造方法であって、

工程 1 : 顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合して、着色微粒子分散体 p を得る工程、及び、

工程 2 : 着色微粒子分散体 p と水溶性アミン化合物を含む中和剤とを混合して、p H が 6 以上 11 以下の着色微粒子分散体を得る工程を有し、

前記酸性基がカルボキシ基であり、

前記水溶性アミン化合物の含有量が、前記中和剤中、80質量%以上であり、

工程 2 において、着色微粒子分散体 p の酸性基が水溶性アミン化合物で中和されてなり

、前記着色微粒子分散体中の着色微粒子の含有量が、10質量%以上60質量%以下である、着色微粒子分散体の製造方法。

【請求項 2】

前記水溶性アミン化合物が炭素数 2 以上 8 以下の化合物である、請求項 1 に記載の着色微粒子分散体の製造方法。

【請求項 3】

前記水溶性アミン化合物が炭素数 2 以上 8 以下のアルカノールアミンである、請求項 2 に記載の着色微粒子分散体の製造方法。

【請求項 4】

前記顔料が、親水化処理していない顔料である、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

【請求項 5】

着色微粒子分散体中のポリマーに対する顔料の質量比〔顔料 / ポリマー〕が、0.1 以上 4.0 以下である、請求項 1 ~ 4 のいずれかに着色微粒子分散体の製造方法。

【請求項 6】

前記工程 1 が下記工程 1 a 及び工程 1 b を含む、請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

工程 1 a : 顔料と、界面活性剤 a と、水とを含む混合液を分散して、顔料分散体 a を得る工程

工程 1 b : 顔料分散体 a と酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物とを混合し、乳化重合して、着色微粒子分散体 p を得る工程

【請求項 7】

前記工程 1 a で、前記混合液がさらに有機溶剤 a を含有する、請求項 6 に記載の着色微粒子分散体の製造方法。

【請求項 8】

着色微粒子分散体中の中和剤の含有量が、0.1 質量% 以上 10 質量% 以下である、請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

【請求項 9】

請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の製造方法により得られる着色微粒子分散体と、有機溶媒 X を混合して、インクジェット記録用水系インクを得る、インクジェット記録用水系インクの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、着色微粒子分散体、及びその着色微粒子分散体の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

インクジェット記録方式は、非常に微細なノズルからインク液滴を記録媒体に直接吐出し、付着させて、文字や画像が記録された印字物を得る記録方式である。この方式は、フルカラー化が容易で、かつ安価であり、記録媒体として普通紙が使用可能、被印字物に対して非接触、という数多くの利点があるため普及が著しい。最近では、印字物に耐候性や耐水性を付与するために、着色剤として顔料を用いるインクが広く用いられている。

【0003】

また一方で、オフセットコート紙のような低吸液性のコート紙、又はポリ塩化ビニル樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリエステル樹脂等の非吸液性の樹脂フィルムを用いた商業印刷向けの記録媒体への印刷が求められてきている。

これら低吸液性、非吸液性の記録媒体上にインクジェット記録方法で印字を行った場合、液体成分の吸収が遅い、又は吸収されないため乾燥に時間がかかり印字初期の耐擦過性が劣ることが知られている。また紙内に顔料が浸透する普通紙とは異なり、低吸液性、非吸液性の記録媒体の場合には、顔料の粒子が記録媒体上に上残りし、直接外力を受けるために乾燥後の耐擦過性も劣ることが知られている。

【0004】

乾燥後の耐擦過性を向上させるために、被膜形成能を有する樹脂粒子を水系インク中に含有させる技術がある。

例えば、特許文献 1 には、保存安定性に優れ、低吸水性の記録媒体に印字した際に、耐擦過性及び耐溶剤性に優れるインクジェット記録用水系インクの製造方法として、(メタ)アクリル酸と(メタ)アクリル酸エステルを含み、それらの合計量が 90 質量% 以上である単量体混合物を、乳化重合し、重量平均分子量が 10 万以上のアクリル酸系共重合体

10

20

30

40

50

粒子を含む乳化液 A を得る工程と、乳化液 A に顔料を添加、分散し、顔料分散体を得る工程と、(メタ)アクリル酸と(メタ)アクリル酸エステルを含み、それらの合計量が 90 質量%以上である単量体混合物を、乳化重合し、重量平均分子量が 10 万以上のアクリル酸系共重合体粒子を含む乳化液 B を得る工程と、該顔料分散体と乳化液 B と有機溶媒とを混合し、水系インクを得る工程とを有する製造方法が開示されている。

【0005】

また、特許文献 2 には、インクの保存安定性、吐出性、印字物の印刷適性、耐擦性、耐水性、耐溶剤性等に優れ、連続印刷時の印字物間の擦れや、水又はアルコール系溶剤との接触にも耐え、さらには吐出性の良好なインク組成物として、平均粒子径と粗大粒子量が特定範囲である樹脂微粒子と保湿溶剤とを含むインク組成物が開示されている。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献 1】特開 2015 - 48466 号公報

【特許文献 2】特開 2012 - 201691 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、上記特許文献 1 の技術では、インクの保存安定性は良好であるが、系の水分が蒸発した際の濃縮に伴う粘度の上昇により吐出性が悪化し、また、低吸水性の記録媒体に印字した際の耐アルコール性が不十分であった。

20

また、上記特許文献 2 の技術では、水分が蒸発した際の吐出性や耐アルコール性を良好にするためには、樹脂微粒子の平均粒径や粗大粒子数、さらにインク中に配合する溶剤の種類や量を調整する必要があった。

本発明は、水系インクに用いることにより、優れた保存安定性を維持しつつ、系の水分が蒸発した際の吐出安定性に優れ、かつ低吸水性の記録媒体に印字した際においても耐アルコール性に優れる着色微粒子分散体、及びその製造方法を提供することを課題とする。

なお、本明細書において、「印字」とは、文字や画像を記録する印刷、印字を含む概念であり、「印字物」とは、文字や画像が記録された印刷物、印字物を含む概念である。また、「低吸水性」とは、低吸液性、非吸液性を含む概念であり、記録媒体と純水との接触時間 100 m 秒における該記録媒体の吸水量が 0 g/m^2 以上 10 g/m^2 以下であることを意味する。

30

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者は、顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合してなる着色微粒子と、水溶性アミン化合物を含む中和剤とを含有し、pH を 6 以上 11 以下とすることにより、前記課題を解決しうることを見出した。

すなわち、本発明は、次の〔1〕～〔2〕に関する。

〔1〕着色微粒子と中和剤とを含有する着色微粒子分散体であって、

該着色微粒子が、顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合してなり、該中和剤が水溶性アミン化合物を含み、pH が 6 以上 11 以下である、着色微粒子分散体。

40

〔2〕着色微粒子と中和剤とを含有する着色微粒子分散体の製造方法であって、下記の工程 1 及び 2 を有する着色微粒子分散体の製造方法。

工程 1：顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合して、着色微粒子分散体 p を得る工程

工程 2：着色微粒子分散体 p と水溶性アミン化合物を含む中和剤とを混合して、pH が 6 以上 11 以下の着色微粒子分散体を得る工程

【発明の効果】

【0009】

50

本発明によれば、水系インクに用いることにより、優れた保存安定性を維持しつつ、系の水分が蒸発した際の吐出安定性に優れ、かつ低吸水性の記録媒体に印字した際においても耐アルコール性に優れる着色微粒子分散体、及びその製造方法を提供することができる。

【発明を実施するための形態】

【0010】

[着色微粒子分散体]

本発明の着色微粒子分散体は、着色微粒子と中和剤とを含有する着色微粒子分散体であって、該着色微粒子が、顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合してなり、中和剤が水溶性アミン化合物を含み、pHが6以上11以下の着色微粒子分散体である。

10

本発明の着色微粒子分散体は、水系インクに用いることができる。例えば、フレキシ印刷用、グラビア印刷用、又はインクジェット印刷用の水系インクに用いることができるが、吐出安定性に優れることから、インクジェット印刷用の水系インクに用いることが好ましい。

なお、本発明において「着色微粒子」とは、顔料の粒子がポリマーで被覆された粒子をいい、「乳化重合」とは、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を、水を主成分とする分散媒中で、界面活性剤の存在下、乳化又は分散させ、重合開始剤を用いて重合する方法をいう。顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合することにより、顔料の粒子がポリマーで被覆された粒子が得られる。

20

本発明において「被覆」とは、顔料の粒子の表面の少なくとも一部がポリマーで被覆されていてもよく、該表面の全部が被覆されていてもよい。

さらに、着色微粒子の形態は、例えば、ポリマー粒子に顔料が内包された粒子形態、ポリマー粒子中に顔料が均一に分散された粒子形態、ポリマー粒子表面に顔料が露出された粒子形態等も含まれる。

【0011】

本発明の着色微粒子分散体は、水系インクに用いることにより、優れた保存安定性を維持しつつ、系の水分が蒸発した際の吐出安定性（以下、単に「吐出安定性」ともいう）に優れ、かつ低吸水性の記録媒体に印字した際の耐アルコール性（以下、単に「耐アルコール性」ともいう）に優れるという格別の効果を奏する。その理由は定かではないが、以下のように考えられる。

30

着色微粒子が、顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合して形成されることにより、着色微粒子は顔料の粒子をポリマーで被覆した粒子となり、水と接するポリマー表面に酸性基が存在すると考えられる。そして、その酸性基を水溶性アミン化合物で中和すると、水酸化ナトリウム等のアルカリ金属の水酸化物で中和する場合と比べて、中和された部位が疎水的となり、水分が蒸発して分散媒が減少しても着色微粒子分散体の分散安定性が維持され、系の水分が蒸発した際の濃縮に伴う粘度の上昇が抑制され、保存安定性及び吐出安定性が向上すると考えられる。

また、低吸水性の記録媒体に印字した際には、水溶性アミン化合物は、水酸化ナトリウム等のアルカリ金属の水酸化物に比べ、揮発性があるため着色微粒子の適度な凝集による成膜性が向上し、耐アルコール性が向上すると考えられる。

40

【0012】

<着色微粒子>

本発明における着色微粒子は、顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合してなる。これにより、着色微粒子は顔料の粒子をポリマーで被覆した粒子となり、分散媒である水と接するポリマー表面に酸性基を導入することができる。

【0013】

(顔料)

本発明で用いる顔料は、無機顔料及び有機顔料のいずれであってもよい。

50

無機顔料としては、例えば、カーボンブラック、金属酸化物等が挙げられ、特に黒色インクにおいては、カーボンブラックが好ましい。カーボンブラックとしては、ファーンズブラック、サーマルランプブラック、アセチレンブラック、チャンネルブラック等が挙げられる。

有機顔料としては、例えば、アゾ顔料、ジアゾ顔料、フタロシアニン顔料、キナクリドン顔料、イソインドリノン顔料、ジオキサジン顔料、ペリレン顔料、ペリノン顔料、チオインジゴ顔料、アントラキノン顔料、キノフタロン顔料等が挙げられる。

色相は特に限定されず、イエロー、マゼンタ、シアン、赤色、青色、オレンジ、グリーン等の有彩色顔料をいずれも用いることができる。

【0014】

本発明で用いる顔料は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、親水化処理していない顔料が好ましい。なお、顔料の「親水化処理」とは、アニオン性又はカチオン性の親水性官能基の1種以上を直接又は他の原子団を介して顔料の表面に結合する処理をいう。ここで、他の原子団としては、炭素原子数1以上24以下のアルカンジイル基、置換基を有してもよいフェニレン基又は置換基を有してもよいナフチレン基が挙げられる。アニオン性親水性官能基としては、カルボキシ基($-COOM^1$)、スルホン酸基($-SO_3M^1$)、リン酸基($-OPO_3M^1_2$)又はそれらの解離したイオン形($-COO^-$ 、 $-SO_3^-$ 、 $-OPO_3^{2-}$ 、 $-OPO_3^-M^1$)等の酸性基が挙げられる。上記化学式中、 M^1 は、水素原子、アルカリ金属、アンモニウム又は有機アンモニウムを示す。カチオン性親水性官能基としては、アンモニウム基、アミノ基等が挙げられる。

【0015】

(酸性基を有する重合性モノマー)

本発明で用いるモノマー混合物は、酸性基を有する重合性モノマーを含む。なお、本発明において、単に「重合性モノマー」又は「モノマー」というときは、重合性界面活性剤は含まれない意味で使用するが、後述する乳化重合において重合性界面活性剤を用いた場合には、重合性界面活性剤は重合性モノマーを含むモノマー混合物と共重合することによりポリマー中に組み込まれる。

酸性基を有する重合性モノマーは、その構造中に酸性基と重合性基とを少なくとも有するものである。

酸性基としては、カルボキシ基($-COOM^2$)、スルホン酸基($-SO_3M^2$)、リン酸基($-OPO_3M^2_2$)等の解離して水素イオンが放出されることにより酸性を呈する基、又はそれらの解離したイオン形($-COO^-$ 、 $-SO_3^-$ 、 $-OPO_3^{2-}$ 、 $-OPO_3^-M^2$)等が挙げられる。上記化学式中、 M^2 は、水素原子、アルカリ金属、アンモニウム又は有機アンモニウムを示す。

重合性基としては、分子内にラジカル重合可能な不飽和二重結合を有する基であり、ビニル基、アリル基、アクリロイル基、メタクリロイル基、プロベニル基、ビニリデン基、及びビニレン基から選ばれる1種以上が挙げられる。

【0016】

酸性基を有する重合性モノマーとしては、例えば、(メタ)アクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸、クロトン酸、スチレンスルホン酸、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、3-スルホプロピル(メタ)アクリル酸エステル、ビニルホスホン酸、ビニルホスフェート等が挙げられる。

これらの中でも、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、酸性基は好ましくはカルボキシ基であり、カルボキシ基を有する重合性モノマーとしては、好ましくは(メタ)アクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸、及びクロトン酸から選ばれる1種以上であり、より好ましくは(メタ)アクリル酸である。(メタ)アクリル酸とは、アクリル酸及びメタクリル酸から選ばれる1種又は2種を意味する。以下における「(メタ)アクリル酸」も同義である。

酸性基を有する重合性モノマーの含有量は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール

10

20

30

40

50

性を向上させる観点から、モノマー混合物中、好ましくは1質量%以上、より好ましくは3質量%以上、更に好ましくは5質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは20質量%以下、より好ましくは15質量%以下、更に好ましくは10質量%以下である。

【0017】

本発明で用いるモノマー混合物は、着色微粒子分散体の分散安定性を向上させる観点から、好ましくは疎水性の重合性モノマーを含む。

本発明において、疎水性の重合性モノマーの「疎水性」とは、該モノマーの25におけるイオン交換水100gへの溶解可能な量が10g未満であることをいう。

疎水性の重合性モノマーとしては、その構造中に疎水性基と重合性基とを少なくとも有するもので、疎水性基が脂肪族炭化水素基、脂環式炭化水素基、及び芳香族炭化水素基から選ばれる1種以上が挙げられる。重合性基としては、分子内にラジカル重合可能な不飽和結合を有する基であり、ビニル基、アリル基、アクリロイル基、メタクリロイル基、プロベニル基、ピニリデン基、及びビニレン基から選ばれる1種以上が挙げられる。

【0018】

疎水性の重合性モノマーは、好ましくは(メタ)アクリレート及び芳香族環を有する疎水性モノマーから選ばれる1種以上である。

(メタ)アクリレートは、好ましくは炭素数1以上10以下のアルキル基を有するものであり、より好ましくは炭素数1以上8以下のアルキル基を有するものである。例えば、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、(イソ)プロピル(メタ)アクリレート、(イソ又はターシャリー)ブチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、(イソ)オクチル(メタ)アクリレート、(イソ)デシル(メタ)アクリレート等が挙げられる。

これらの中でも、着色微粒子分散体の分散安定性を向上させる観点から、好ましくはメチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、及び2-エチルヘキシル(メタ)アクリレートから選ばれる1種以上であり、より好ましくはメチル(メタ)アクリレート及び2-エチルヘキシル(メタ)アクリレートから選ばれる1種以上であり、更に好ましくはメチルメタアクリレートと2-エチルヘキシルアクリレートとの併用である。

なお、本明細書において、「(イソ又はターシャリー)」及び「(イソ)」は、これらの基が存在する場合としない場合の双方を意味し、これらの基が存在しない場合には、ノルマルを示す。また、「(メタ)アクリレート」は、アクリレート及びメタクリレートから選ばれる1種又は2種を意味する。以下における「(メタ)アクリレート」も同義である。

【0019】

芳香族環を有する疎水性モノマーは、好ましくはスチレン系モノマー及び芳香族基含有(メタ)アクリレートから選ばれる1種以上である。

スチレン系モノマーとしては、スチレン、2-メチルスチレン等が挙げられ、芳香族基含有(メタ)アクリレートとしては、ベンジル(メタ)アクリレート、フェノキシエチル(メタ)アクリレート等が挙げられる。これらの中でも、好ましくはスチレン及びベンジル(メタ)アクリレートから選ばれる1種以上であり、より好ましくはベンジル(メタ)アクリレートである。

【0020】

疎水性の重合性モノマーの含有量は、着色微粒子分散体の分散安定性を向上させる観点から、モノマー混合物中、好ましくは80質量%以上、より好ましくは85質量%以上、更に好ましくは90質量%以上であり、そして、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは99質量%以下、より好ましくは97質量%以下、更に好ましくは95質量%以下である。

【0021】

前記モノマー混合物には、必要に応じて更に、ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、オクトキシボ

リエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、及びステアロキシポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート等のポリエチレングリコール鎖を有するモノマーを含有してもよい。

商業的に入手しうるこれらのモノマーの具体例としては、NKエステルM-90G、同230G、同450G、同900G(以上、新中村化学工業株式会社製)、ライトエステル041MA(共栄社化学株式会社製)が挙げられる。

【0022】

<中和剤>

本発明の着色微粒子分散体は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、中和剤として水溶性アミン化合物を含有する。

本発明において、「水溶性」とは、水100gに対する25における溶解度(以下、単に「水溶解度」ともいう)が5g(5g/100gH₂O)以上であることをいう。例えば、トリエチルアミンは20における水溶解度が17g/100gH₂Oであり、N-ジメチルアミノエタノールは25における水溶解度が95.4g/100gH₂Oであり、N-メチルジエタノールアミンは25における水溶解度が100g/100gH₂Oである。

【0023】

水溶性アミン化合物の炭素数は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは2以上、より好ましくは3以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは8以下、より好ましくは6以下である。

具体的には、トリメチルアミン、トリエチルアミン等の炭素数3以上8以下のトリアルキルアミン;モノエタノールアミン、モノプロパノールアミン、モノブタノールアミン、N-メチルアミノエタノール、N-メチルアミノプロパノール、N-ジメチルアミノエタノール、N-ジメチルアミノプロパノール、ジエタノールアミン、N-メチルジエタノールアミン、ジプロパノールアミン、N-メチルジプロパノールアミン、トリエタノールアミン等の水と混和する炭素数2以上8以下のアルカノールアミン等が挙げられる。これらの中でも、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは炭素数2以上8以下のアルカノールアミンであり、より好ましくはN-ジメチルアミノエタノール、N-メチルジエタノールアミン、ジエタノールアミン、及びトリエタノールアミンから選ばれる1種以上であり、更に好ましくはN-ジメチルアミノエタノール及びN-メチルジエタノールアミンから選ばれる1種以上であり、より更に好ましくはN-ジメチルアミノエタノールである。中和剤は、単独で又は2種以上を混合して用いてもよい。

水溶性アミン化合物の含有量は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、中和剤中、好ましくは80質量%以上、より好ましくは90質量%以上、更に好ましくは95質量%以上、より更に好ましくは実質的に100質量%、より更に好ましくは100質量%である。

【0024】

[着色微粒子分散体の製造方法]

本発明の着色微粒子分散体は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、下記の工程1及び2により着色微粒子の分散体として製造される。

工程1:顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマー含むモノマー混合物を乳化重合して、着色微粒子分散体pを得る工程

工程2:着色微粒子分散体pと水溶性アミン化合物を含む中和剤とを混合して、pHが6以上11以下の着色微粒子分散体を得る工程

【0025】

(工程1:着色微粒子分散体pの製造工程)

本発明の製造方法における乳化重合は、顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合する方法であれば特に制限はないが、工程1は、顔料を十分に微細化し、ポリマーで顔料の粒子表面(以下、単に「顔料表面」ともいう)を被覆す

10

20

30

40

50

ることで保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、下記工程 1 a 及び工程 1 b を含む工程であることが好ましい。

工程 1 a : 顔料と、界面活性剤 a と、水とを含む混合液を分散して、顔料分散体 a を得る工程

工程 1 b : 顔料分散体 a と酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物とを混合し、乳化重合して、着色微粒子分散体 p を得る工程

【0026】

〔工程 1 a : 顔料分散工程〕

工程 1 a は、顔料と、界面活性剤 a と、水とを含む混合液を分散して、顔料分散体 a を得る工程である。これにより、顔料を十分に微細化し、ポリマーで顔料表面を被覆することで顔料の粒子を均一に分散させることができる。

10

工程 1 a で用いる界面活性剤 a は、アニオン性又は非イオン性の界面活性剤であり、乳化重合用の乳化剤を用いることができる。

アニオン性界面活性剤としては、脂肪酸塩やアルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアラルキルアリアルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩等から選ばれる 1 種以上が挙げられ、好ましくは脂肪酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアラルキルアリアルエーテル硫酸エステル塩、及びポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩から選ばれる 1 種以上であり、より好ましくはポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩である。

20

非イ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フェニルエーテルやポリオキシエチレンアラルキルアリアルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル等から選ばれる 1 種以上が挙げられる。

【0027】

界面活性剤 a は、少なくとも一部の界面活性剤が重合性界面活性剤であることが好ましい。すなわち、界面活性剤 a が重合性界面活性剤を含むことが好ましい。

重合性界面活性剤は、反応性界面活性剤ともいわれるものであり、不飽和二重結合を有する重合性モノマーと共重合可能であり、分子内にラジカル重合可能な不飽和二重結合を少なくとも 1 個以上有するアニオン性又は非イオン性の重合性界面活性剤（乳化剤）である。例えば、スルホコハク酸エステル系の界面活性剤、アルキルフェノールエーテル系の重合性基を有する界面活性剤、及びポリオキシエチレン系の重合性基を有する界面活性剤が挙げられ、スルホコハク酸エステル系の界面活性剤、アルキルフェノールエーテル系の重合性基を有する界面活性剤、及びポリオキシエチレン系の重合性基を有する界面活性剤から選ばれる 1 種以上が好ましい。

30

工程 1 a では、界面活性剤 a として前記重合性界面活性剤と他の界面活性剤を併用することもできるが、前記重合性界面活性剤の割合は界面活性剤 a の総量（重合性界面活性剤及び他の界面活性剤の合計量）に対し、好ましくは 5 質量%以上、より好ましくは 20 質量%以上、更に好ましくは 40 質量%以上であり、そして 100 質量%以下である。

市販の重合性界面活性剤としては、例えば、「アデカリアソープ」（旭電化株式会社製）、「アクアロン」（第一工業製薬株式会社製）、「エレミノール S」、「エレミノール RS」（三洋化成工業株式会社製）、「ラテムル PD」（花王株式会社製）等が挙げられる。

40

【0028】

工程 1 a における界面活性剤 a の量は、顔料 100 質量部に対して、好ましくは 1 質量部以上、より好ましくは 5 質量部以上、更に好ましくは 8 質量部以上であり、そして、好ましくは 50 質量部以下、より好ましくは 30 質量部以下、更に好ましくは 20 質量部以下、より更に好ましくは 15 質量部以下である。1 質量部以上であれば、顔料の分散性が優れたものとなり、小粒子径で均一な顔料分散体 a が得られる。50 質量部以下であれば、顔料の吸着しないポリマー単独からなる粒子の発生を抑制でき、吐出不良等に関係する

50

系の水分が蒸発した際の濃縮に伴う粘度の上昇を抑制することができる。

【0029】

工程1aにおいて分散媒は水であり、顔料を分散媒に濡れ易くして顔料を十分に微細化する観点から、前記混合液がさらに有機溶媒aを含有することが好ましい。

有機溶媒aとしては、炭素数1以上6以下のアルコール類、ケトン類の他、エーテル類、アミド類、芳香族炭化水素類、炭素数5以上10以下の脂肪族炭化水素類等から選ばれる1種以上が挙げられる。これらの中でも、好ましくは炭素原子数1以上5以下の酸素原子を有する極性溶媒であり、より好ましくは炭素原子数1以上5以下のアルコール類、及び炭素数1以上5以下のケトン類から選ばれる1以上、更に好ましくは炭素数1以上5以下のケトン類である。具体的にはメタノール、エタノール、アセトン、及びメチルエチルケトンから選ばれる1種以上が挙げられ、顔料を分散媒に濡れ易くして顔料を十分に微細化する観点から、メチルエチルケトンが好ましい。

10

【0030】

工程1aにおける水の量は、顔料を水中に均一に分散させる観点から、顔料100質量部に対して、好ましくは100質量部以上、より好ましくは150質量部以上、更に好ましくは200質量部以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは500質量部以下、より好ましくは400質量部以下、更に好ましくは300質量部以下である。

【0031】

水と有機溶媒aとの比率に特に制限はないが、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、有機溶媒aと水の質量比（有機溶媒a/水）は、好ましくは0.05以上、より好ましくは0.08以上、更に好ましくは0.10以上、より更に好ましくは0.12以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは0.40以下、より好ましくは0.35以下、更に好ましくは0.30以下、より更に好ましくは0.25以下である。

20

【0032】

顔料分散体aを得るための分散処理で用いる混合分散機は、公知の種々の分散機を用いることができる。例えば、ディスパー、ホモミキサー等の高速攪拌混合装置、ロールミル、ニーダー、エクストルーダ等の混練機、高圧ホモジナイザー等の高圧式分散機、ペイントシェーカー、ビーズミル等のメディア式分散機、アンカー翼等の混合攪拌装置等が挙げられる。これらの装置は複数を組み合わせて使用することもできる。

30

これらの中でも、顔料を水中に均一に分散させる観点から、ディスパー、ホモミキサー等の高速攪拌混合装置、ペイントシェーカーやビーズミル等のメディア式分散機が好ましい。市販の高速攪拌混合装置としては、浅田鉄工株式会社製「ウルトラディスパー」、プライミクス株式会社製「ロボミックス」、市販のメディア式分散機としては、寿工業株式会社製「ウルトラ・アベックス・ミル」、浅田鉄工株式会社製「ピコミル」等が挙げられる。

メディア式分散機を用いる場合に、分散処理で用いるメディアの材質としては、ジルコニア、チタニア等のセラミックス、ポリエチレン、ナイロン等の高分子材料、金属等が好ましく、摩耗性の観点からジルコニアが好ましい。また、メディアの直径としては、顔料を十分に微細化する観点から、好ましくは0.003mm以上、より好ましくは0.01mm以上であり、そして、好ましくは0.5mm以下、より好ましくは0.4mm以下である。

40

分散時間は、顔料を十分に微細化する観点から、好ましくは0.3時間以上、より好ましくは1時間以上であり、また、顔料分散体の製造効率の観点から、好ましくは200時間以下、より好ましくは50時間以下である。

【0033】

工程1aの分散処理としては、顔料を微細化させて分散させる観点から、高圧分散する処理を有することが好ましい。具体的には顔料と、重合性界面活性剤と、水、有機溶媒aを含む混合液を分散処理した後に、さらに高圧分散処理して顔料分散体aを得ることが好ましく、高速攪拌混合装置又はメディア式分散機により分散処理した後に、さらに高圧分

50

散処理して顔料分散体 a を得ることがより好ましい。

ここで、「高圧分散」とは、20 MPa 以上の分散圧力で分散することを意味し、分散圧力は、顔料表面を界面活性剤で濡らして均一分散させる観点から、好ましくは 50 MPa 以上、より好ましくは 100 MPa 以上、更に好ましくは 130 MPa 以上である。そして、分散圧力は、分散処理の操作性の観点から、好ましくは 250 MPa 以下、より好ましくは 200 MPa 以下である。

高圧分散処理のパス数は、顔料表面を界面活性剤で濡らして均一分散させる観点から、好ましくは 2 パス以上、より好ましくは 3 パス以上、更に好ましくは 5 パス以上、より更に好ましくは 7 パス以上、より更に好ましくは 9 パス以上であり、そして、分散処理の効率の観点から、20 パス以下である。運転方式としては、循環方式、連続方式のいずれも採用しうるが、パス回数により分布が生じることを抑制する観点から、連続方式がより好ましい。

10

用いる高圧分散機としては、高圧ホモゲナイザー（株式会社イズミフードマシナリ、商品名）に代表されるホモパルプ式の高圧ホモジナイザー、マイクロフルイダイザー（Microfluidics 社、商品名）、ナノマイザー（吉田機械興業株式会社、商品名）、アルティマイザー、スターバースト（スギノマシン株式会社、商品名）等のチャンバー式の高圧ホモジナイザー等の高圧式分散機が挙げられ、マイクロフルイダイザー（商品名）、ナノマイザー（商品名）、アルティマイザー、スターバースト（商品名）等のチャンバー式の高圧ホモジナイザーが好ましい。

高圧分散処理時の分散体の温度は特に限定されないが、5 以上 80 以下が好ましい。

20

【0034】

〔有機溶媒除去工程〕

工程 1 a は、さらに分散処理後の分散体から有機溶媒 a を除去して顔料分散体 a を得る工程を有することが好ましい。分散処理後に有機溶媒 a を除去することで、工程 1 b の乳化重合により製造される樹脂の樹脂同士の融着を抑制し、分散粒径の小さな着色微粒子分散体を得られる。

有機溶媒 a の除去装置は、好ましくは回分単蒸留装置、減圧蒸留装置、フラッシュエバポレーター等の薄膜式蒸留装置、回転式蒸留装置、攪拌式蒸発装置等から選ばれる 1 種以上である。これらの中でも、有機溶媒効率的に除去する観点から、好ましくは回転式蒸留装置及び攪拌式蒸発装置から選ばれる 1 種以上であり、一度に 5 kg 以下の少量の分散処理物から有機溶媒を除去する場合には回転式蒸留装置が好ましく、一度に 5 kg を超える大量の分散処理物から有機溶媒を除去する場合には攪拌式蒸発装置が好ましい。回転式蒸留装置の中では、ロータリーエバポレーター等の回転式減圧蒸留装置が好ましい。攪拌式蒸発装置の中では、攪拌槽薄膜式蒸発装置等が好ましい。

30

有機溶媒 a を除去する際の分散処理物の温度は、用いる有機溶媒の種類によって適宜選択できるが、減圧下、好ましくは 20 以上、より好ましくは 25 以上、更に好ましくは 30 以上、そして、好ましくは 80 以下、より好ましくは 70 以下、更に好ましくは 65 以下である。

有機溶媒 a を除去する際の圧力は、有機溶媒を効率的に除去する観点から、好ましくは 0.01 MPa 以上、より好ましくは 0.02 MPa 以上、更に好ましくは 0.05 MPa 以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは 0.5 MPa 以下、より好ましくは 0.2 MPa 以下、更に好ましくは 0.1 MPa 以下である。

40

有機溶媒 a を除去するための時間は、好ましくは 1 時間以上、より好ましくは 2 時間以上、更に好ましくは 5 時間以上、そして、好ましくは 24 時間以下、より好ましくは 12 時間以下、更に好ましくは 10 時間以下である。

有機溶媒 a の除去は、顔料分散体 a の固形分濃度が、好ましくは 18 質量% 以上、より好ましくは 20 質量% 以上、更に好ましくは 25 質量% 以上になるまで行うことが好ましく、そして、好ましくは 60 質量% 以下、より好ましくは 40 質量% 以下、更に好ましくは 35 質量% 以下になるまで行うことが好ましい。

50

【0035】

(顔料分散体 a)

顔料分散体 a 中の顔料の含有量は、良好な着色性を得る観点から、好ましくは 5 質量%以上、より好ましくは 10 質量%以上、更に好ましくは 15 質量%以上であり、そして、分散安定性を維持する観点から、好ましくは 40 質量%以下、より好ましくは 35 質量%以下、更に好ましくは 30 質量%以下である。

顔料分散体 a 中の界面活性剤 a の含有量は、分散安定性を維持する観点から、好ましくは 0.1 質量%以上、より好ましくは 0.5 質量%以上、更に好ましくは 1.0 質量%以上であり、そして、乳化重合工程において均一に顔料の粒子をポリマーで被覆する観点から、好ましくは 30 質量%以下、より好ましくは 20 質量%以下、更に好ましくは 10 質量%以下、より更に好ましくは 5.0 質量%以下である。

10

顔料分散体 a の固形分濃度は、好ましくは 18 質量%以上、より好ましくは 20 質量%以上、更に好ましくは 25 質量%以上であり、そして、好ましくは 60 質量%以下、より好ましくは 40 質量%以下、より更に好ましくは 35 質量%以下である。

【0036】

(工程 1 b : 乳化重合工程)

工程 1 b は、工程 1 a で得られる顔料分散体 a と酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物とを混合し、乳化重合して、着色剤微粒子分散体 p を得る工程である。

工程 1 a で得られる顔料分散体 a では、顔料の粒子が水を主成分とする分散媒に分散しているとともに、界面活性剤 a が共存している。このような顔料分散体 a と酸性基を有するモノマーを含むモノマー混合物とを混合して、例えば重合開始剤を添加するなどしてモノマー混合物の重合性基を重合させることによって、顔料の粒子がポリマーで被覆された着色微粒子分散体 p が製造される。

20

【0037】

工程 1 b において、着色微粒子分散体の分散安定性を向上させる観点から、工程 1 a で用いる界面活性剤 a に加えて、さらに界面活性剤 b を添加することが好ましい。添加する界面活性剤 b は、重合性界面活性剤及び他の界面活性剤が挙げられる。他の界面活性剤としては、乳化重合用の界面活性剤を用いることができ、モノマー混合物を安定に乳化させる観点から、前記の界面活性剤 a と同様のアニオン性又は非イオン性の界面活性剤が好ましい。工程 1 a で用いる界面活性剤 a と工程 1 b で用いる界面活性剤 b は同一でも異なっ

30

ていてもよい。界面活性剤 b は、モノマー混合物を乳化し、モノマー混合物を安定に顔料分散体 a へ供給する役割を担っている。乳化重合時にモノマー混合物を乳化させる界面活性剤 b としては重合性界面活性剤を用いてもよく、工程 1 a と同じ重合性界面活性剤を用いてもよい。重合性界面活性剤は、分子内にラジカル重合可能な不飽和二重結合を 1 個以上有するので、モノマー混合物と共重合することによりポリマー中に組み込まれるため、分散安定性に優れた着色微粒子分散体 p を製造することができる。

【0038】

工程 1 b では、界面活性剤 b として前記重合性界面活性剤と他の界面活性剤を併用することもできるが、他の界面活性剤の割合は界面活性剤 b の総量(重合性界面活性剤及び他の界面活性剤の合計量)に対し、好ましくは 5 質量%以上、より好ましくは 20 質量%以上、更に好ましくは 40 質量%以上であり、そして 100 質量%以下である。

40

工程 1 b における界面活性剤 b の量は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、工程 1 b の乳化重合で用いるモノマー混合物 100 質量部に対して、好ましくは 0.5 質量部以上、より好ましくは 1 質量部以上、更に好ましくは 2 質量部以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは 20 質量部以下、より好ましくは 10 質量部以下、更に好ましくは 5 質量部以下である。

【0039】

(重合開始剤)

本発明における乳化重合では、重合開始剤を添加することが好ましく、顔料を十分に微

50

細化し、ポリマーで顔料表面を被覆する観点から、工程 1 b で重合開始剤を添加することが好ましい。

重合開始剤としては、通常の乳化重合に用いるものであればいずれも使用できる。具体的には、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩、過酸化水素、t-ブチルハイドロパーオキシド、ベンゾイルパーオキシド、クメンハイドロパーオキシド等の有機過酸化物、アゾビスジイソブチロニトリル、2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)ジハイドロクロライド等のアゾ系重合開始剤等が挙げられる。これらの中でも、得られる着色微粒子分散体の粗大粒子を低減する観点から、好ましくは水溶性の重合開始剤であり、より好ましくはアゾ系重合開始剤であり、更に好ましくはアニオン性のアゾ系重合開始剤である。

10

アニオン性アゾ系化合物としては、1, 1'-アゾビス(シクロヘキサン-1-カルボン酸)等の炭素数 8 ~ 16 のアゾビスカルボン酸、4, 4'-アゾビス(4-シアノ吉草酸)、2, 2'-アゾビス(4-シアノ吉草酸)、4, 4'-アゾビス(2-シアノペンタン酸)等の炭素数 8 ~ 16 のアゾビスシアノカルボン酸、及びそれらの塩から選ばれる 1 種以上のカルボキシ基含有アゾ化合物等が挙げられ、好ましくは炭素数 10 ~ 14 のアゾビスシアノカルボン酸及びその塩から選ばれる 1 種以上であり、より好ましくは 4, 4'-アゾビス(4-シアノ吉草酸)及びその塩から選ばれる 1 種以上である。

また、過酸化物に亜硫酸ナトリウム、ロンガリット、アスコルビン酸等の還元剤を組み合わせたレドックス系重合開始剤も使用できる。

重合開始剤の量は、モノマー混合物 100 質量部に対して、得られるポリマーの分子量分布の観点から、好ましくは 0.01 質量部以上、より好ましくは 0.05 質量部以上、更に好ましくは 0.1 質量部以上であり、そして、重合安定性の観点から、好ましくは 5 質量部以下、より好ましくは 3 質量部以下、更に好ましくは 1 質量部以下である。

20

【0040】

乳化重合では連鎖移動剤を用いることもできる。例えば、n-ドデシルメルカプタン、t-ドデシルメルカプタン、n-オクチルメルカプタン等のメルカプタン類、ジメチルキサントゲンジスルフィド、ジイソブチルキサントゲンジスルフィド等のキサントゲン類、ジペンテン、インデン、1, 4-シクロヘキサジエン、ジヒドロフラン、キサンテン等が挙げられる。

【0041】

30

乳化重合の分散媒としては、水の他に任意の有機溶媒 b を加えることもできる。

有機溶媒 b としては、炭素数 1 以上 6 以下のアルコール類、ケトン類の他、エーテル類、アミド類、芳香族炭化水素類、炭素数 5 以上 10 以下の脂肪族炭化水素類等が挙げられる。

水と、これらの有機溶媒 b の比率に特に制限はないが、分散媒全体における水の割合は、好ましくは 50 質量%以上、より好ましくは 65 質量%以上、更に好ましくは 75 質量%以上、より更に好ましくは 80 質量%以上である。

【0042】

本発明における乳化重合条件には特に制限はない。モノマー混合物の量は、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、乳化重合反応に用いる全系に対して好ましくは 1.0 質量%以上、より好ましくは 5.0 質量%以上、更に好ましくは 8.0 質量%以上であり、そして、水分が蒸発した際の濃縮に伴う粘度の上昇を抑制する観点から、好ましくは 60 質量%以下、より好ましくは 40 質量%以下、更に好ましくは 20 質量%以下である。

40

乳化重合時における、顔料に対するモノマー混合物の質量比(モノマー混合物/顔料)は、水分が蒸発した際の濃縮に伴う粘度の上昇を抑制し、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは 90/10 ~ 10/90、より好ましくは 80/20 ~ 20/80、更に好ましくは 75/25 ~ 25/75 である。

【0043】

工程 1 b において、顔料分散体 a とモノマー混合物との混合方法としては、モノマー滴

50

下法、モノマー一括仕込み法、プレエマルション法等の公知の方法で行うことができるが、重合安定性の観点から、プレエマルション法が好ましい。プレエマルション法は、モノマー混合物、界面活性剤、及び水を予め混合乳化することでプレエマルションを作製し、該プレエマルションを滴下する方法である。

すなわち、工程 1 b は、重合安定性の観点から、顔料分散体 a に、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物と界面活性剤 b と水とを含有するプレエマルションを添加して乳化重合する工程であることが好ましい。具体的には顔料分散体 a に、モノマー混合物と界面活性剤 b と水とを含有するプレエマルションを滴下しながら乳化重合を行う操作を有する方法が挙げられる。

プレエマルションの作製は、粗大粒子の生成を抑制する観点から、回転式攪拌装置を用いて、回転速度を好ましくは 200 rpm 以上、より好ましくは 300 rpm 以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは 5000 rpm 以下、より好ましくは 2000 rpm 以下、更に好ましくは 1000 rpm 以下の条件とすることが好ましい。攪拌時間は、好ましくは 10 分以上であり、そして、好ましくは 60 分以下である。

プレエマルション法において、プレエマルションの滴下時間は、エマルションの粒子径の均一性の観点から、好ましくは 0.5 時間以上、より好ましくは 1 時間以上であり、そして、反応性の観点から、好ましくは 8 時間以下、より好ましくは 6 時間以下である。熟成時間は好ましくは 0.5 時間以上、より好ましくは 1 時間以上であり、そして、好ましくは 5 時間以下、より好ましくは 3 時間以下である。

【0044】

乳化重合の重合温度は、重合開始剤の分解温度により適宜調整されるが、反応性の観点から、好ましくは 50 以上、より好ましくは 60 以上、更に好ましくは 70 以上であり、そして、得られるポリマーの分子量分布の観点から、好ましくは 90 以下、より好ましくは 85 以下である。

水溶性重合開始剤として過硫酸塩を用いる場合の重合温度は、反応性の観点から、好ましくは 70 以上、より好ましくは 75 以上であり、そして、得られるポリマーの分子量分布の観点から、好ましくは 85 以下、より好ましくは 83 以下である。

重合雰囲気は、反応性の観点から、窒素ガス雰囲気、アルゴン等の不活性ガス雰囲気であることが好ましい。

【0045】

本発明の製造方法における着色微粒子分散体 p は、着色微粒子が、顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合してなり、該着色微粒子が水を主媒体とする中に分散しているものである。

ここで、着色微粒子分散体 p における着色微粒子の形態は、顔料の粒子の表面の少なくとも一部がポリマーで被覆された複合粒子が形成されていることが好ましい。例えば、ポリマー粒子に顔料が内包された粒子形態、ポリマー粒子中に顔料が均一に分散された粒子形態、ポリマー粒子表面に顔料が露出された粒子形態等も含まれる。

【0046】

(着色微粒子分散体 p 中の各成分の含有量)

着色微粒子分散体 p 中の着色微粒子の含有量(固形分濃度)は、着色微粒子を安定に乳化分散させる観点から、好ましくは 10 質量%以上、より好ましくは 15 質量%以上、更に好ましくは 20 質量%以上、より更に好ましくは 25 質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは 60 質量%以下、より好ましくは 55 質量%以下、更に好ましくは 50 質量%以下、より更に好ましくは 40 質量%以下である。

着色微粒子分散体 p 中の顔料の含有量は、印字濃度を向上させる観点から、好ましくは 1.0 質量%以上、より好ましくは 3.0 質量%以上、更に好ましくは 5.0 質量%以上、より更に好ましくは 10 質量%以上であり、そして、着色微粒子を安定に乳化分散させる観点から、好ましくは 45 質量%以下、より好ましくは 40 質量%以下、更に好ましくは 30 質量%以下、より更に好ましくは 25 質量%以下である。

着色微粒子分散体 p 中のポリマーの含有量は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコー

10

20

30

40

50

ル性を向上する観点から、好ましくは1.0質量%以上、より好ましくは5.0質量%以上、更に好ましくは10質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは5.0質量%以下、より好ましくは4.0質量%以下、更に好ましくは3.0質量%以下、より更に好ましくは2.5質量%以下である。

【0047】

工程1bにおける着色微粒子分散体p中のポリマーに対する顔料の質量比〔顔料/ポリマー〕は、印字濃度を向上させる観点、並びに水分が蒸発した際の濃縮に伴う粘度の上昇を抑制し、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは0.1以上、より好ましくは0.2以上、更に好ましくは0.4以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは4.0以下、より好ましくは3.0以下、更に好ましくは2.0以下である。

10

【0048】

(工程2：中和工程)

本発明の製造方法は、着色微粒子分散体の分散安定性を向上させ、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、着色微粒子分散体pと水溶性アミン化合物とを含む中和剤を混合して、pHを6以上11以下の本発明の着色微粒子分散体を得る工程2を有する。工程1で得られる着色微粒子分散体pの酸性基を水溶性アミン化合物で中和することにより、中和剤として水酸化ナトリウム等のアルカリ金属の水酸化物を用いた場合と比べて中和された部位が疎水的となり、水が蒸発して分散媒が減少しても着色微粒子分散体の分散安定性が維持され、濃縮に伴う粘度の上昇が抑制され、保存安定性及び吐出安定性が安定すると考えられる。

20

また、低吸水性の記録媒体に印字した際には、水溶性アミン化合物を中和剤として用いることにより、水溶性アミン化合物の揮発性に起因して着色微粒子の適度な凝集による成膜性が向上し、耐アルコール性が向上する。

工程2は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、得られる着色微粒子分散体のpHが、6以上であり、好ましくは7以上、より好ましくは7.5以上であり、そして、前記と同様の観点から、11以下であり、好ましくは10以下、より好ましくは9.5以下であるように行うことが好ましい。

【0049】

本発明の製造方法により得られる着色微粒子分散体は、着色微粒子が、顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合してなり、該中和剤が水溶性アミン化合物を含み、pHが6以上11以下であって、該着色微粒子が水を主媒体とする中に分散しているものである。

30

【0050】

(着色微粒子分散体中の各成分の含有量)

着色微粒子分散体中の着色微粒子の含有量(固形分濃度)は、着色微粒子を安定に乳化分散させる観点から、好ましくは5質量%以上、より好ましくは10質量%以上、更に好ましくは15質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは60質量%以下、より好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、より更に好ましくは30質量%以下である。

40

着色微粒子分散体中の顔料の含有量は、印字濃度を向上させる観点から、好ましくは1.0質量%以上、より好ましくは3.0質量%以上、更に好ましくは5.0質量%以上、より更に好ましくは7.0質量%以上であり、そして、着色微粒子を安定に乳化分散させる観点から、好ましくは40質量%以下、より好ましくは30質量%以下、更に好ましくは20質量%以下、より更に好ましくは15質量%以下である。

着色微粒子分散体中のポリマーの含有量は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上する観点から、好ましくは1.0質量%以上、より好ましくは3.0質量%以上、更に好ましくは5.0質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは40質量%以下、より好ましくは30質量%以下、更に好ましくは20質量%以下、より更に好ましくは10質量%以下である。

50

着色微粒子分散体中の中和剤の含有量は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上する観点から、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.5質量%以上、更に好ましくは0.7質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは10質量%以下、より好ましくは5.0質量%以下、更に好ましくは3.0質量%以下である。

【0051】

着色微粒子分散体中のポリマーに対する顔料の質量比〔顔料/ポリマー〕は、印字濃度を向上させる観点、並びに水分が蒸発した際の濃縮に伴う粘度の上昇を抑制し、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは0.1以上、より好ましくは0.2以上、更に好ましくは0.4以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは4.0以下、より好ましくは3.0以下、更に好ましくは2.0以下である。

10

【0052】

(着色微粒子分散体の物性)

着色微粒子分散体中の着色微粒子の25における平均粒径は、水分が蒸発した際の濃縮に伴う粘度の上昇を抑制し、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは10nm以上、より好ましくは30nm以上が、更に好ましくは40nm以上、より更に好ましくは50nm以上、より更に好ましくは60nm以上、より更に好ましくは75nm以上、より更に好ましくは80nm以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは300nm以下、より好ましくは200nm以下、更に好ましくは160nm以下、より更に好ましくは150nm以下、より更に好ましくは140nm以下、より更に好ましくは130nm以下である。なお、着色微粒子の25における平均粒径は、実施例に記載の方法により測定される。

20

着色微粒子分散体のpHは、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、6以上であり、好ましくは7以上、より好ましくは7.5以上であり、そして、前記と同様の観点から、11以下であり、好ましくは10以下、より好ましくは9.5以下である。なお、着色微粒子分散体のpHは、実施例に記載の方法により測定される。

【0053】

(インクジェット記録用水系インクの製造方法)

本発明の着色微粒子分散体は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくはインクジェット記録用水系インク(以下、単に「水系インク」又は「インク」ともいう)の着色剤として用いることが好ましい。

30

前記水系インクは、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、本発明の着色微粒子分散体と、有機溶媒Xを混合して製造することが好ましい。

有機溶媒Xとして使用する化合物は、例えば、多価アルコール、多価アルコールアルキルエーテル、含窒素複素環化合物、アミド、アミン、含硫黄化合物等から選ばれる1種以上が挙げられる。これらの中でも、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは多価アルコール及び多価アルコールアルキルエーテルから選ばれる1種又は2種であり、より好ましくは多価アルコールと多価アルコールアルキルエーテルとの併用である。多価アルコールは多価アルコールの概念に含まれる複数を混合して用いることができ、多価アルコールアルキルエーテルも同様に複数を混合して用いることができる。

40

有機溶媒X中の、多価アルコール及び多価アルコールアルキルエーテルから選ばれる1種又は2種の含有量は、80質量%以上が好ましく、90質量%以上がより好ましく、95質量%以上が更に好ましく、実質的に100質量%がより更に好ましく、100質量%がより更に好ましい。

【0054】

多価アルコールとしては、例えば、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、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、トリプロピレングリコール等が挙げられる。これらの中でも、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、プロピレングリコールが好ましい。

50

多価アルコールアルキルエーテルとしては、例えば、エチレングリコールモノエチルエーテル、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メチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノイソブチルエーテル、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、トリエチレングリコールモノイソブチルエーテル、テトラエチレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、トリプロピレングリコールモノブチルエーテル等が挙げられる。これらの中でも、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、ジエチレングリコールモノイソブチルエーテルが好ましい。

10

有機溶媒Xとしては、吐出安定性を向上させる観点から、プロピレングリコールとジエチレングリコールモノイソブチルエーテルとの併用が好ましい。

水系インクは、上記の有機溶媒Xの他に、通常用いられる湿潤剤、浸透剤、分散剤、界面活性剤、粘度調整剤、消泡剤、防腐剤、防黴剤、防錆剤等を添加して製造することができる。

【0055】

(水系インク中の各成分の配合量)

水系インク中の着色微粒子分散体の配合量は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは40質量%以上、より好ましくは50質量%以上、更に好ましくは60質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは80質量%以下、より好ましくは75質量%以下、更に好ましくは70質量%以下である。

20

水系インク中の有機溶媒Xの配合量は、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは10質量%以上、より好ましくは15質量%以上、更に好ましくは20質量%以上、より更に好ましくは25質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは50質量%以下、より好ましくは45質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、より更に好ましくは35質量%以下である。

【0056】

(水系インク中の各成分の含有量)

水系インク中の顔料の含有量は、印字濃度を向上させる観点から、好ましくは1.0質量%以上、より好ましくは1.5質量%以上、更に好ましくは2.0質量%以上であり、そして、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは1.5質量%以下、より好ましくは1.0質量%以下、更に好ましくは0.8質量%以下である。

30

水系インク中のポリマーの含有量は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは0.5質量%以上、より好ましくは0.8質量%以上、更に好ましくは1.0質量%以上、より更に好ましくは3.0質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは3.0質量%以下、より好ましくは2.0質量%以下、更に好ましくは1.0質量%以下である。

水系インク中のポリマーと顔料との質量比〔顔料/ポリマー〕は、印字濃度を向上させる観点、好ましくは0.1以上、より好ましくは0.2以上、更に好ましくは0.4以上であり、そして、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは4.0以下、より好ましくは3.0以下、更に好ましくは2.0以下である。

40

【0057】

水系インク中の中和剤の含有量は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上する観点から、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.2質量%以上、更に好ましくは0.3質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは5.0質量%以下、より好ましくは3.0質量%以下、更に好ましくは1.0質量%以下、より更に好ましくは0.5質量%以下である。

水系インク中の水の含有量は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させ

50

る観点から、好ましくは20質量%以上、より好ましくは30質量%以上、更に好ましくは40質量%以上であり、そして、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは75質量%以下、より好ましくは70質量%以下、更に好ましくは65質量%以下である。

水系インク中の有機溶媒Xの含有量は、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは10質量%以上、より好ましくは15質量%以上、更に好ましくは20質量%以上、より更に好ましくは25質量%以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは50質量%以下、より好ましくは45質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、より更に好ましくは35質量%以下である。

【0058】

(水系インクの物性)

水系インク中の着色微粒子の25における平均粒径は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは10nm以上、より好ましくは30nm以上、更に好ましくは40nm以上、より更に好ましくは50nm以上、より更に好ましくは60nm以上、より更に好ましくは75nm以上、より更に好ましくは80nm以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは300nm以下、より好ましくは200nm以下、更に好ましくは160nm以下、より更に好ましくは150nm以下、より更に好ましくは140nm以下、より更に好ましくは130nmである。なお、水系インク中の着色微粒子の25における平均粒径は、実施例に記載の方法により測定される。

【0059】

水系インクの32における粘度は、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは2.0mPa・s以上、より好ましくは3.0mPa・s以上、更に好ましくは4.0mPa・s以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは12mPa・s以下、より好ましくは9.0mPa・s以下、更に好ましくは7.0mPa・s以下である。なお、水系インクの32における粘度は、実施例に記載の方法により測定される。

【0060】

水系インクの20における静的表面張力は、吐出性を良好にする観点から、好ましくは20mN/m以上、より好ましくは25mN/m以上であり、そして、前記と同様の観点から、好ましくは50mN/m以下、より好ましくは45mN/m以下、更に好ましくは40mN/m以下、より更に好ましくは35mN/m以下である。なお、20におけるインクの静的表面張力は、実施例に記載の方法により測定される。

水系インクのpHは、保存安定性、吐出安定性及び耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは6.0以上、より好ましくは7.0以上、更に好ましくは7.5以上、より更に好ましくは8.0以上であり、そして、部材耐性、皮膚刺激性の観点から、好ましくは11.0以下、より好ましくは10.0以下、更に好ましくは9.5以下である。なお、水系インクのpHは、実施例に記載の方法により測定される。

【0061】

(インクジェット記録方法)

前記水系インクは、普通紙やインクジェット専用紙等の記録媒体に記録するインクジェット記録方法に用いることができるが、耐アルコール性に優れる点で、好ましくは低吸水性の記録媒体に記録するインクジェット記録方法に用いることができる。

インクジェット記録装置の水系インク飛翔手段としては、サーマル式又はピエゾ式のインクジェットヘッドを用いてインクを飛翔する方法があるが、本発明においては、ピエゾ式のインクジェットヘッドを用いてインクを飛翔させ印字する方法が好ましい。

低吸水性の記録媒体の純水との接触時間100m秒における吸水量は、印字物の乾燥性を早め、耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくは0g/m²以上、より好ましくは1.0g/m²以上、更に好ましくは2.0g/m²以上であり、そして、印字濃度及び光沢度を向上させる観点から、好ましくは10g/m²以下、より好ましくは8.0

10

20

30

40

50

g / m^2 以下、更に好ましくは $6.0 \text{ g} / \text{m}^2$ 以下、より更に好ましくは $4.0 \text{ g} / \text{m}^2$ 以下である。前記吸水量は、自動走査吸液計を用いて、実施例に記載の方法により測定される。

【0062】

低吸水性のインクジェット記録媒体は、耐アルコール性を向上させる観点から、好ましくはコート紙又は合成樹脂フィルム、より好ましくは合成樹脂フィルムが用いられる。

コート紙としては、例えば、「OKトップコートプラス」（王子製紙株式会社製、坪量 $104.7 \text{ g} / \text{m}^2$ 、 60° 光沢度 49.0 、接触時間 100 m 秒における吸水量（以下の吸水量は同じ） $4.9 \text{ g} / \text{m}^2$ ）、多色フォームグロス紙（王子製紙株式会社製、 $104.7 \text{ g} / \text{m}^2$ 、 60° 光沢度 36.8 、吸水量 $5.2 \text{ g} / \text{m}^2$ ）、UPMFinesse Gloss（UPM社製、 $115 \text{ g} / \text{m}^2$ 、 60° 光沢度 27.0 、吸水量 $3.1 \text{ g} / \text{m}^2$ ）、UPMFinesse Matt（UPM社製、 $115 \text{ g} / \text{m}^2$ 、 60° 光沢度 5.6 、吸水量 $4.4 \text{ g} / \text{m}^2$ ）、TerraPress Silk（Stora Enso社製、 $80 \text{ g} / \text{m}^2$ 、 60° 光沢度 6.0 、吸水量 $4.1 \text{ g} / \text{m}^2$ ）、LumiArt（Stora Enso社製、 $90 \text{ g} / \text{m}^2$ 、 60° 光沢度 26.3 ）等が挙げられる。

【0063】

合成樹脂フィルムとしては、例えば、ポリエステルフィルム、塩化ビニルフィルム、ポリプロピレンフィルム、ポリエチレンフィルム、ナイロンフィルム等が挙げられる。これらのフィルムは、必要に応じてコロナ処理等の表面処理を行っていてもよい。

一般的に入手できる合成樹脂フィルムとしては、例えば、ルミラー T60（東レ株式会社製、ポリエチレンテレフタレート、 60° 光沢度 189.1 、吸水量 $2.3 \text{ g} / \text{m}^2$ ）、PVC80B P（リンテック株式会社製、塩化ビニル、 60° 光沢度 58.8 、吸水量 $1.4 \text{ g} / \text{m}^2$ ）、カィナス KEE70CA（リンテック株式会社製、ポリエチレン）、ユボSG90 PAT1（リンテック株式会社製、ポリプロピレン）、ボニールRX（興人フィルム&ケミカルズ株式会社製、ナイロン）、テトロンU2（帝人デュポンフィルム株式会社製、白色ポリエステルフィルム）等が挙げられる。

【0064】

上述した実施形態に関し、本発明はさらに以下の着色微粒子分散体及びその製造方法を開示する。

<1> 着色微粒子と中和剤とを含有する着色微粒子分散体であって、

該着色微粒子が、顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合してなり、該中和剤が水溶性アミン化合物を含み、pHが6以上11以下である、着色微粒子分散体。

【0065】

<2> 前記顔料が、親水化処理していない顔料である、前記<1>に記載の着色微粒子分散体。

<3> 前記酸性基がカルボキシ基である、前記<1>又は<2>に記載の着色微粒子分散体。

<4> 酸性基を有する重合性モノマーが、（メタ）アクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸、及びクロトン酸から選ばれる1種以上である、前記<1>～<3>のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

<5> 酸性基を有する重合性モノマーの含有量が、モノマー混合物中、好ましくは1質量%以上、より好ましくは3質量%以上、更に好ましくは5質量%以上であり、そして、好ましくは20質量%以下、より好ましくは15質量%以下、更に好ましくは10質量%以下である、前記<1>～<4>のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

<6> 前記モノマー混合物が、疎水性の重合性モノマーを含み、該疎水性の重合性モノマーが、（メタ）アクリレート及び芳香族環を有する疎水性モノマーから選ばれる1種以上である、前記<1>～<5>のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

<7> （メタ）アクリレートが、メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、及び2-エチルヘキシル（メタ）アクリレートから選ばれる1種以上である、前

記< 6 >に記載の着色微粒子分散体。

< 8 > 芳香族環を有する疎水性モノマーが、スチレン系モノマー及び芳香族基含有(メタ)アクリレートから選ばれる1種以上である、前記< 6 >又は< 7 >に記載の着色微粒子分散体。

< 9 > 疎水性の重合性モノマーの含有量が、モノマー混合物中、好ましくは80質量%以上、より好ましくは85質量%以上、更に好ましくは90質量%以上であり、そして、好ましくは99質量%以下、より好ましくは97質量%以下、更に好ましくは95質量%以下である、前記< 6 >~< 8 >のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

【0066】

< 10 > 水溶性アミン化合物の炭素数が、好ましくは2以上、より好ましくは3以上であり、そして、好ましくは8以下、より好ましくは6以下である、前記< 1 >~< 9 >のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

10

< 11 > 水溶性アミン化合物が、好ましくは炭素数2以上8以下のアルカノールアミンであり、より好ましくはN-ジメチルアミノエタノール、N-メチルジエタノールアミン、ジエタノールアミン、及びトリエタノールアミンから選ばれる1種以上であり、更に好ましくはN-ジメチルアミノエタノール及びN-メチルジエタノールアミンから選ばれる1種以上であり、より更に好ましくはN-ジメチルアミノエタノールである、前記< 1 >~< 10 >のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

【0067】

< 12 > 着色微粒子分散体中の着色微粒子の含有量(固形分濃度)が、好ましくは5質量%以上、より好ましくは10質量%以上、更に好ましくは15質量%以上であり、そして、好ましくは60質量%以下、より好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、より更に好ましくは30質量%以下である、前記< 1 >~< 11 >のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

20

< 13 > 着色微粒子分散体中の顔料の含有量が、好ましくは1.0質量%以上、より好ましくは3.0質量%以上、更に好ましくは5.0質量%以上、より更に好ましくは7.0質量%以上であり、そして、好ましくは40質量%以下、より好ましくは30質量%以下、更に好ましくは20質量%以下、より更に好ましくは15質量%以下である、前記< 1 >~< 12 >のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

< 14 > 着色微粒子分散体中のポリマーの含有量が、好ましくは1.0質量%以上、より好ましくは3.0質量%以上、更に好ましくは5.0質量%以上であり、そして、好ましくは40質量%以下、より好ましくは30質量%以下、更に好ましくは20質量%以下、より更に好ましくは10質量%以下である、前記< 1 >~< 13 >のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

30

< 15 > 着色微粒子分散体中の中和剤の含有量が、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.5質量%以上、更に好ましくは0.7質量%以上であり、そして、好ましくは10質量%以下、より好ましくは5.0質量%以下、更に好ましくは3.0質量%以下である、前記< 1 >~< 14 >のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

【0068】

< 16 > 着色微粒子分散体中の着色微粒子の25における平均粒径が、好ましくは10nm以上、より好ましくは30nm以上、更に好ましくは40nm以上、より更に好ましくは50nm以上、より更に好ましくは60nm以上、より更に好ましくは75nm以上、より更に好ましくは80nm以上であり、そして、好ましくは300nm以下、より好ましくは200nm以下、更に好ましくは160nm以下、より更に好ましくは150nm以下、より更に好ましくは140nm以下、より更に好ましくは130nm以下である、前記< 1 >~< 15 >のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

40

< 17 > 着色微粒子分散体のpHが、6以上であり、好ましくは7以上、より好ましくは7.5以上であり、そして、11以下であり、好ましくは10以下、より好ましくは9.5以下である、前記< 1 >~< 16 >のいずれかに記載の着色微粒子分散体。

< 18 > インクジェット記録用水系インクに用いられる、< 1 >~< 17 >のいずれか

50

に記載の着色微粒子分散体。

【0069】

<19> 着色微粒子と中和剤とを含有する着色微粒子分散体の製造方法であって、下記の工程1及び2を有する着色微粒子分散体の製造方法。

工程1：顔料存在下、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物を乳化重合して、着色微粒子分散体pを得る工程

工程2：着色微粒子分散体pと水溶性アミン化合物を含む中和剤とを混合して、pHが6以上11以下の着色微粒子分散体を得る工程

【0070】

<20> 前記工程1が、好ましくは下記工程1a及び工程1bを含む、前記<19>に記載の着色微粒子分散体の製造方法。

工程1a：顔料と、界面活性剤aと、水とを含む混合液を分散して、顔料分散体aを得る工程

工程1b：顔料分散体aと酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物とを混合し、乳化重合して、着色微粒子分散体pを得る工程

<21> 界面活性剤aが、重合性界面活性剤を含む、前記<20>に記載の着色微粒子分散体の製造方法。

<22> 重合性界面活性剤が、スルホコハク酸エステル系の界面活性剤、アルキルフェノールエーテル系の重合性基を有する界面活性剤、及びポリオキシエチレン系の重合性基を有する界面活性剤から選ばれる1種以上である、前記<21>に記載の着色微粒子分散体の製造方法。

<23> 前記工程1aにおける界面活性剤aの量が、顔料100質量部に対して、好ましくは1質量部以上、より好ましくは5質量部以上、更に好ましくは8質量部以上であり、そして、好ましくは50質量部以下、より好ましくは30質量部以下、更に好ましくは20質量部以下、より更に好ましくは15質量部以下である、前記<20>～<22>のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

<24> 前記工程1aで、前記混合液がさらに有機溶媒aを含有する、前記<20>～<23>のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

<25> 有機溶媒aと水の質量比（有機溶媒a／水）が、好ましくは0.05以上、より好ましくは0.08以上、更に好ましくは0.10以上、より更に好ましくは0.12以上であり、そして、好ましくは0.40以下、より好ましくは0.35以下、更に好ましくは0.30以下、より更に好ましくは0.25以下である、前記<24>に記載の着色微粒子分散体の製造方法。

<26> 前記工程1aが、さらに分散処理後の分散体から有機溶媒aを除去して顔料分散体aを得る工程を有する、前記<24>又は<25>に記載の着色微粒子分散体の製造方法。

【0071】

<27> 前記工程1bにおいて、工程1aで用いる界面活性剤aに加えて、さらに界面活性剤bを添加する、前記<20>～<26>のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

<28> 前記工程1bにおける界面活性剤bの量が、工程1bの乳化重合で用いるモノマー混合物100質量部に対して、好ましくは0.5質量部以上、より好ましくは1質量部以上、更に好ましくは2質量部以上であり、そして、好ましくは20質量部以下、より好ましくは10質量部以下、更に好ましくは5質量部以下である、前記<27>に記載の着色微粒子分散体の製造方法。

<29> 前記工程1bで重合開始剤を添加する、前記<20>～<28>のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

<30> 重合開始剤の量が、モノマー混合物100質量部に対して、好ましくは0.01質量部以上、より好ましくは0.05質量部以上、更に好ましくは0.1質量部以上であり、そして、好ましくは5質量部以下、より好ましくは3質量部以下、更に好ましくは

10

20

30

40

50

1 質量部以下である、前記< 2 9 >に記載の着色微粒子分散体の製造方法。

< 3 1 > 前記工程 1 b が、顔料分散体 a に、酸性基を有する重合性モノマーを含むモノマー混合物と界面活性剤 b と水とを含有するプレエマルジョンを添加して乳化重合する工程である、前記< 2 0 > ~ < 3 0 > のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

【 0 0 7 2 】

< 3 2 > モノマー混合物の量が、乳化重合反応に用いる全系に対して、好ましくは 1 . 0 質量 % 以上、より好ましくは 5 . 0 質量 % 以上、更に好ましくは 8 . 0 質量 % 以上であり、そして、好ましくは 6 0 質量 % 以下、より好ましくは 4 0 質量 % 以下、更に好ましくは 2 0 質量 % 以下である、前記< 1 9 > ~ < 3 1 > のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

10

< 3 3 > 乳化重合時における、顔料に対するモノマー混合物の質量比（モノマー混合物 / 顔料）が、好ましくは 9 0 / 1 0 ~ 1 0 / 9 0、より好ましくは 8 0 / 2 0 ~ 2 0 / 8 0、更に好ましくは 7 5 / 2 5 ~ 2 5 / 7 5 である、前記< 1 9 > ~ < 3 2 > のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

【 0 0 7 3 】

< 3 4 > 前記工程 2 が、得られる着色微粒子分散体の pH が、6 以上であり、好ましくは 7 以上、より好ましくは 7 . 5 以上であり、そして、1 1 以下であり、好ましくは 1 0 以下、より好ましくは 9 . 5 以下であるように行う、前記< 1 9 > ~ < 3 3 > のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

< 3 5 > 前記酸性基がカルボキシ基である、前記< 1 9 > ~ < 3 4 > のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

20

< 3 6 > 前記水溶性アミン化合物が炭素数 2 以上 8 以下の化合物である、前記< 1 9 > ~ < 3 5 > のいずれかに記載の着色微粒子分散体の製造方法。

< 3 7 > 前記< 1 9 > ~ < 3 6 > のいずれかに記載の方法で得られた着色微粒子分散体。

< 3 8 > 前記< 1 > ~ < 1 7 > 及び< 3 7 > のいずれかに記載の着色微粒子分散体の、インクジェット記録用水系インクの着色剤としての使用。

【実施例】

【 0 0 7 4 】

以下の製造例、実施例及び比較例において、「部」及び「%」は特記しない限り「質量部」及び「質量 %」である。

30

【 0 0 7 5 】

(1) 顔料分散体、着色微粒子分散体及び水系インク中の着色微粒子の平均粒径の測定

大塚電子株式会社のレーザー粒子解析システム「E L S - 8 0 0 0」（キュムラント解析）を用いて測定した。測定条件は、温度 2 5 、入射光と検出器との角度 9 0 °、積算回数 1 0 0 回であり、分散溶媒の屈折率として水の屈折率（1 . 3 3 3）を入力した。測定濃度は、 5×10^{-3} 重量 %（固形分濃度換算）で行った。

【 0 0 7 6 】

(2) 顔料分散体及び着色微粒子分散体の固形分濃度の測定

赤外線水分計（株式会社ケツト科学研究所製、商品名：F D - 2 3 0）を用いて、水性分散液 5 g を乾燥温度 1 5 0 、測定モード 9 6（監視時間 2 . 5 分 / 変動幅 0 . 0 5 %）の条件にて乾燥させ、水性分散液のウェットベースの水分（%）を測定した。固形分濃度は下記の式に従って算出した。

40

固形分濃度（%）= 1 0 0 - 水性分散液のウェットベース水分（%）

【 0 0 7 7 】

(3) 水系インクの粘度の測定

E 型粘度計（東機産業株式会社製、型番：T V - 2 5、標準コーンロータ 1 ° 3 4 ' × R 2 4 使用、回転数 5 0 r p m）にて 3 2 で粘度を測定した。本測定でのデータは後述する保存安定性試験用のデータとして用いた。

【 0 0 7 8 】

50

(4) 水系インクの静的表面張力の測定

20 に調整したインク 5 g の入った円柱ポリエチレン製容器 (直径 3.6 cm × 高さ 1.2 cm) に白金プレート を浸漬し、表面張力計 (協和界面化学株式会社製、「CBVP-Z」) を用いて、ウィルヘルミ法で水系インクの静的表面張力を測定した。

【0079】

(5) 着色微粒子分散体及び水系インクの pH の測定

pH 電極「6337-10D」(株式会社堀場製作所製) を使用した卓上型 pH 計「F-71」(株式会社堀場製作所製) を用いて、25 における水系インクの pH を測定した。

【0080】

10

(6) 記録媒体の吸水量

記録媒体と純水との接触時間 100 m 秒における該記録媒体の吸水量は、自動走査吸液計 (熊谷理機工業株式会社製、KM500win) を用いて、23、相対湿度 50 % の条件下で、純水の接触時間 100 m 秒における転移量を該吸水量として測定した。測定条件を以下に示す。

「Spiral Method」

Contact Time : 0.010 ~ 1.0(sec)

Pitch (mm) : 7

Length Per Sampling (degree) : 86.29

Start Radius (mm) : 20

20

End Radius (mm) : 60

Min Contact Time (ms) : 10

Max Contact Time (ms) : 1000

Sampling Pattern (1 - 50) : 50

Number of Sampling Points (> 0) : 19

「Square Head」

Slit Span (mm) : 1

Slit Width (mm) : 5

【0081】

実施例 1 - 1 ~ 1 - 8

30

< 乳化重合による着色微粒子分散体の製造 >

(工程 1 a : 顔料分散工程)

5 L のポリエチレン容器に表 1 - 1 の工程 1 a 「顔料分散体 a の仕込み」記載の重合性界面活性剤 (ポリオキシアルキレンアルケニルエーテル硫酸アンモニウム : 花王株式会社製、商品名「ラテムル PD - 104」)、イオン交換水、メチルエチルケトン、顔料を添加して、0 の氷浴で冷却しながら、ホモディスパーを装着したロボミックス (プライミクス株式会社製) を用いて、4000 rpm 条件下で 2 時間分散処理を行った。次いで、マイクロフルイダイザー (Microfluidics 社製、商品名、型式 : M - 110EH - 30XP) を用いて 150 MPa の圧力で 15 パス分散処理した。得られた分散体から、メチルエチルケトンを除去するためにエバポレーターを用いて減圧下にて 60 で濃縮し、所定の固形分濃度になるようにイオン交換水を加えて顔料分散体 a (固形分濃度 30 %) を得た。顔料分散体 a の平均粒径は表 1 - 1 に示した。

40

【0082】

(工程 1 b : 着色微粒子分散体 p の製造工程)

別途、ガラス製容器に表 1 - 2 「プレエマルション仕込み」記載のビニル系モノマー、界面活性剤 (ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸ナトリウム : 花王株式会社、商品名「ラテムル E - 118B」、固形分量 26 %)、イオン交換水を添加し、テフロン (登録商標) 製攪拌羽を用いて 500 rpm で 30 分間攪拌してプレエマルションを得た。

1 L セパラブルフラスコに表 1 - 3 の工程 1 b 「着色微粒子分散体 p の仕込み」記載の顔料分散体 a、アニオン性のアゾ系重合開始剤 (4, 4' - アゾビス (4 - シアノ吉草酸

50

)：和光純薬工業株式会社製、商品名「V - 501」)、イオン交換水を添加し、250 rpmで攪拌しながら湯浴で80℃まで昇温した。80℃到達後、予め作製した表1 - 2記載のプレエマルション全量を2時間かけて滴下した。滴下終了後、80℃で2時間熟成して着色微粒子分散体pを得た。得られた着色微粒子分散体pの各物性は表1 - 3に示した。

【0083】

(工程2：中和工程)

ガラス製容器に表3記載の着色微粒子分散体p、中和剤、イオン交換水を添加し、マグネチックスターラーで10分間攪拌し、本発明の着色微粒子分散体P - 1 ~ P - 8を得た。得られた着色微粒子分散体の各物性は表3に示した。また、着色微粒子分散体P - 1中の着色微粒子を走査型電子顕微鏡で観察し、顔料の粒子がポリマーで被覆されていることを確認した。

【0084】

【表 1】

表1-1: 工程1a(顔料分散体aの仕込み)及び評価結果

顔料分散体aの番号			a-1	a-2	a-3
顔料分散体aの仕込み組成物	ラテムルPD-104 *1	質量部	444.0	444.0	444.0
	イオン交換水	質量部	1963.0	1963.0	1963.0
	メチルエチルケトン	質量部	348.0	348.0	348.0
	顔料(P.B.15-3)	質量部	800.0	—	—
	顔料(P.Y.83)	質量部	—	800.0	—
	顔料(P.R.150)	質量部	—	—	800.0
顔料分散体aの物性	平均粒径	nm	92.0	123.0	149.0
	固形分濃度	%	30.0	30.0	30.0

*1 ラテムルPD-104は固形分20質量%の水溶液。

表1-2: プレエマルジョン仕込み

プレエマルジョンの番号			EC-1	EC-2	EC-3
プレエマルジョン仕込み組成物(*2)	メタクリル酸	質量部 (質量%)	11.67 (10.0)	9.72 (5.0)	11.67 (10.0)
	メチルメタクリレート	質量部 (質量%)	46.67 (40.0)	—	81.67 (70.0)
	2-エチルヘキシル アクリレート	質量部 (質量%)	—	48.61 (25.0)	23.33 (20.0)
	ベンジルメタクリレート	質量部 (質量%)	58.33 (50.0)	136.11 (70.0)	—
	ラテムルE-118B *3	質量部	13.46	22.44	13.46
	イオン交換水	質量部	54.21	90.34	54.21

*2 括弧内の数値は重合性モノマーの総量中の割合(質量%)

*3 ラテムルE-118Bは固形分26質量%の水溶液

表1-3: 工程1b(着色微粒子分散体pの仕込み)及び評価結果

着色微粒子pの番号			ECC-1	ECC-2	ECC-3	ECY-1	ECM-1
プレエマルジョン		番号	EC-1	EC-2	EC-3	EC-1	EC-1
仕込み組成物	顔料分散体a	番号	a-1	a-1	a-1	a-2	a-3
		質量部	777.8	518.5	777.8	777.8	777.8
	重合開始剤(V-501)	質量部	1.17	1.94	1.17	1.17	1.17
	イオン交換水	質量部	38.8	175.8	38.8	38.8	38.8
得られた着色微粒子分散体pの物性	平均粒径	nm	103.0	118.0	105.0	129.0	160.0
	固形分濃度	%	35.4	35.7	35.4	35.4	35.4
	顔料含有量	%	21.0	14.0	21.0	21.0	21.0
	ポリマー含有量	%	14.4	21.7	14.4	14.4	14.4

【0085】

比較例 1 - 1 ~ 1 - 3

実施例 1 - 1、実施例 1 - 5 及び 1 - 6 において、工程 2 で、表 3 記載の中和剤及び量に変更した以外は、同様にして、それぞれ着色微粒子分散体 PC - 1、PC - 2 及び PC - 3 を得た。得られた着色微粒子分散体の物性を表 3 に示す。

【0086】

比較例 1 - 4

< 高分子分散剤による着色微粒子分散体の調製 >

(高分子分散剤による顔料分散工程)

5 L のポリエチレン容器に表 2 - 1 「顔料分散体 a ' の仕込み」記載の高分子分散剤 (J O N C R Y L 6 9 0 : B A S F ジャパン株式会社製、商品名、アクリル樹脂)、N -

10

20

30

40

50

メチルジエタノールアミン、イオン交換水、メチルエチルケトン、顔料を添加して、0の氷浴で冷却しながら、ホモディスパーを装着したロボミックス（プライミクス株式会社製）を用いて、4000rpm条件下で2時間分散処理を行った。次いで、マイクロfluidizer（Microfluidics社製、商品名、型式：M-110EH-30XP）を用いて150MPaの圧力で15パス分散処理した。得られた分散体から、エバポレーターを用いて減圧下にて60℃でメチルエチルケトン除去し、所定の固形分まで濃縮して顔料分散体a'（固形分濃度25%）を得た。顔料分散体a'の平均粒径は表2-1に示した。

【0087】

（架橋剤による架橋工程）

1Lのセパラブルフラスコに表2-2記載の顔料分散体a'、架橋剤としてデナコールEX-321L（トリメチロールプロパンポリグリシジルエーテル：ナガセケムテックス株式会社製、商品名、エポキシ当量129）、イオン交換水を添加し、100rpmで撹拌しながら湯浴で70℃まで昇温した。70℃で5時間反応後、架橋された着色微粒子分散体p'（固形分濃度25%）を得た。得られた着色微粒子分散体p'の平均粒径は表2-2に示した。

【0088】

（中和工程）

ガラス製容器に表3記載の着色微粒子分散体、中和剤、イオン交換水を添加し、マグネチックスターラーで10分間撹拌し混合して、着色微粒子分散体PC-4を得た。得られた着色微粒子分散体の物性は表3に示した。

【0089】

【表2】

表2-1: 顔料分散体a'の仕込み及び評価結果(顔料分散工程)

顔料分散体a'の仕込み組成物	顔料分散体の番号		a'
	予備分散工程	JONCRYL 690	266.7
		N-メチルジエタノールアミン	67.9
		イオン交換水	1716.8
		メチルエチルケトン	515.1
		顔料(P.B.15:3)	400.0
	高压分散工程	イオン交換水	835.2
顔料分散体a'の平均粒径(nm)			101.0
顔料濃度(%)			15.0
固形分濃度(%)			25.0

表2-2: 着色微粒子分散体p'の仕込み及び評価結果(架橋工程)

着色微粒子分散体p'の番号			ECC-4
仕込み 組成物	架橋工程	顔料分散体a'	500.0
		デナコールEX-321L	6.2
		イオン交換水	17.6
着色微粒子分散体p'の平均粒径(nm)			103.0
固形分濃度(%)			25.0
顔料含有量(%)			13.8
ポリマー含有量(%)			11.2

【0090】

【表 3】

表 3 : 工程 2		実施例								比較例			
		1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	1-8	1-1	1-2	1-3	1-4
		ECC-1	ECC-1	ECC-1	ECC-1	ECC-2	ECC-3	ECY-1	ECM-1	ECC-1	ECC-2	ECC-3	ECC-4
着色微粒子分散体p	製造例	16.64	16.64	16.64	16.64	16.87	16.64	16.64	16.64	16.64	16.87	16.64	23.33
	質量部	0.20											
	N-ジメチルアミン/エタノール												
	質量部		0.22			0.29	0.22	0.22	0.22				0.10
N-メチルピペリジン	製造例			0.16									
	質量部				0.22								
	トリエタノールアミン												
	質量部									0.59	0.49	0.59	
1N NaOH水溶液	製造例	17.41	17.39	17.45	17.39	17.09	17.39	17.39	17.39	17.02	17.12	17.02	10.82
	質量部	P-1	P-2	P-3	P-4	P-5	P-6	P-7	P-8	PC-1	PC-2	PC-3	PC-4
	種類												
	平均粒径	104.0	105.0	104.0	103.0	119.0	107.0	130.0	162.0	109.0	124.0	108.0	108.0
着色微粒子分散体	pH	9.00	8.88	8.65	8.10	8.95	8.99	8.78	8.69	8.65	8.75	8.77	8.45

表 3 : 工程 2

【0091】

実施例 2 - 1 ~ 2 - 9 及び比較例 2 - 1 ~ 2 - 4

< 水系インクの調製 >

ガラス製容器に表 4 記載のプロピレングリコール、ジエチレングリコールモノイソブチルエーテル、ポリエーテル変性シリコン KF - 6011 (信越化学工業株式会社製)、アセチレン系活性剤サーフィノール 440 (日信化学工業株式会社製) を添加し、マグネチックスターラーで 10 分間攪拌し、混合物 Q を得た。ただし、実施例 2 - 9 では、ジエチレングリコールモノイソブチルエーテルを添加せず、全てプロピレングリコールに置き換えて調製した。

次いで、実施例 1 - 1 ~ 1 - 8 及び比較例 1 - 1 ~ 1 - 4 で得られた各着色微粒子分散体を攪拌しながら混合物 Q を添加し、そのまま 1 時間攪拌した。その後、後、5 μ m のディスポーザルメンブレンフィルター (ザルトリウス社製、ミニザルト) を用いてろ過を行

10

20

30

40

50

い、各水系インクを得た。得られた水系インクの物性を表 4 に示す。

【 0 0 9 2 】

< 水系インクの評価 >

調製した水系インクを用いて下記 (1) に示すようにインクジェット印字物を作製し、下記 (2) に示す方法で耐アルコール性を評価した。また、調製した水系インクを用いて、下記 (3) に示す吐出安定性及び下記 (4) に示す保存安定性を評価した。結果を表 4 に示す。

【 0 0 9 3 】

(1) インクジェット印字物の作製

温度 25 ± 1 、相対湿度 30 ± 5 % の環境で、インクジェットヘッド (京セラ株式会社製、**「 K J 4 B - H D 0 6 M H G - S T D V 」**、ピエゾ式) を装備した印刷評価装置 (株式会社トライテック製) に表 4 記載の水系インクを充填した。ヘッド電圧 26 V、周波数 20 kHz、吐出液適量 7 pl、ヘッド温度 32 、解像度 600 dpi、吐出前フラッシング回数 200 発、負圧 - 4 . 0 kPa を設定し、記録媒体の長手方向と搬送方向が同じになる向きに、印刷用機材としてポリエステルフィルム (ルミラー T 60、厚み 75 μ m、吸水量 2 . 3 g / m²、東レ株式会社製) を搬送台に減圧で固定した。前記印刷評価装置に印刷命令を転送し、Duty 100 % の画像を印刷し、印字終了後、ホットプレート上にて 60 で 10 分間加熱乾燥を行った。

【 0 0 9 4 】

(2) 耐アルコール性の評価

エタノールをイオン交換水で希釈し、エタノールの重量濃度が異なる評価溶液を作製した (0 % から 5 % 刻みで評価溶液を作製した)。上記印字物について、エタノール水溶液 (各重量濃度) に浸漬した綿棒 (ジョンソンエンドジョンソン社製、天然コットン 100 %) で印字表面を 10 往復擦り、印字物の耐アルコール性試験を行った。擦った印字物について、目視により色移りするエタノールの重量濃度を表 4 に記載した。数値が高いほど耐アルコール性が良好である。

【 0 0 9 5 】

(3) 吐出安定性の評価

(濃縮粘度挙動の確認)

調製した水系インクをシャーレに入れて、40 減圧下で、インクが調製直後と比較して 45 質量 % の固形分濃度になるまで溶媒を蒸発させ濃縮させた。得られた濃縮インクを MCR 301 レオメーター (Anton Paar 社製、CP 50 - 1 コーンプレート使用) を用いて 32 にて上記濃縮インクサンプルの粘度測定を行った。せん断速度 10 (1 / s) の時の粘度を表 4 に記載した。数値が低いほど濃縮粘度挙動が良好であり、吐出安定性に優れる。

【 0 0 9 6 】

(4) 保存安定性の評価

インクの保存安定性を以下の方法により評価した。

調製した水系インクを密閉容器内で、70 恒温室下で保存試験を行った。1 週間後にそれぞれ取り出し、粘度 (E 型粘度計) を測定することで、初期からの粘度変化性を観察し、下記式により粘度変化を算出 (小数点以下は切り捨て) し、以下の評価基準にて保存安定性を評価した。結果を表 4 に示す。

[評価基準]

粘度変化 (%) = [100 - [(保存後の粘度) / (保存前の粘度)] \times 100]

A : 70 1 週間後の粘度変化の絶対値が 5 % 未満である。

A - : 70 1 週間後の粘度変化の絶対値が 5 % 以上 10 % 未満である。

B : 70 1 週間後の粘度変化の絶対値が 10 % 以上 20 % 未満である。

C : 70 1 週間後の粘度変化の絶対値が 20 % 以上、又はインクが流動性を失い、粘度を測定できるレベルではない。

【 0 0 9 7 】

【表 4】

表 4：インク製造及び評価結果											
着色微粒子分散体の番号	実施例										比較例
	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7	2-8	2-9	2-1	
番号	P-1	P-2	P-3	P-4	P-5	P-6	P-7	P-8	P-5	PC-1	PC-4
質量部	ECC-1	ECC-1	ECC-1	ECC-1	ECC-2	ECC-3	ECY-1	ECM-1	ECC-2	ECC-1	ECC-4
N-ジメチルアミン	16.64	16.64	16.64	16.64	16.87	16.64	16.64	16.64	16.87	16.64	23.33
N-メチルピペリジン	0.20										
N-メチルピペリジン		0.22			0.29	0.22	0.22	0.22	0.29		0.10
ジエタノールアミン			0.16								
トリエタノールアミン				0.22							
1N NaOH水溶液										0.59	0.59
イオン交換水	17.41	17.39	17.45	17.39	17.09	17.39	17.39	17.39	17.09	17.02	17.02
プロピレングリコール	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50	15.00	12.50	12.50
ジエチレングリコール	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	—	2.50	2.50
モノメチルエーテル											
質量部	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
KF-6011 *1	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
サーフイーノール440 *2	104.0	107.0	104.0	104.0	122.0	110.0	131.0	162.0	121.5	110.0	110.0
平均粒径	nm										
表面張力	mN/m	26.9	26.8	26.9	27.0	26.7	27.0	27.1	27.8	27.0	27.2
pH	—	8.91	8.69	8.41	8.72	8.88	8.77	8.66	8.88	8.37	8.60
32℃粘度	mPa・s	5.71	5.08	5.34	4.94	6.01	5.45	5.54	5.45	6.30	4.80
濃縮粘度	mPa・s	660	600	2150	850	990	940	680	1050	5800	6750
保存安定性	—	A	A	A	A	A	A	A	A	A-	A-
粘度変化	%	4	1	2	2	2	2	3	3	8	9
耐アルコール性	—	60	55	50	30	65	60	60	60	5	5

*1: ポリエーテル変性シリコーンKF-6011 (信越化学工業株式会社製)

*2: アセチレン系界面活性剤サーフイーノール440 (日信化学株式会社製)

【0098】

実施例 2 - 1 ~ 2 - 9 の水系インクは、比較例 2 - 1 ~ 2 - 4 の水系インクと比べて保存安定性及び耐アルコール性に優れており、濃縮粘度が低いことから吐出安定性に優れていることが分かる。

10

20

30

40

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2003-306611(JP, A)
国際公開第2001/094482(WO, A1)
国際公開第2015/093275(WO, A1)
国際公開第2003/033602(WO, A1)
特開2005-097518(JP, A)
特開2003-327872(JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C09D 17/00
C09D 11/322
C09B 67/46