

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6158011号  
(P6158011)

(45) 発行日 平成29年7月5日(2017.7.5)

(24) 登録日 平成29年6月16日(2017.6.16)

(51) Int.Cl.	F 1
<b>C09D 11/328 (2014.01)</b>	C09D 11/328
<b>C09D 11/38 (2014.01)</b>	C09D 11/38
<b>C09B 67/46 (2006.01)</b>	C09B 67/46 A
<b>D06P 5/00 (2006.01)</b>	D06P 5/00 115E
<b>B41M 5/00 (2006.01)</b>	D06P 5/00 112
請求項の数 7 (全 14 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号 特願2013-195337 (P2013-195337)  
 (22) 出願日 平成25年9月20日 (2013.9.20)  
 (65) 公開番号 特開2015-59197 (P2015-59197A)  
 (43) 公開日 平成27年3月30日 (2015.3.30)  
 審査請求日 平成28年3月29日 (2016.3.29)

(73) 特許権者 000004086  
 日本化薬株式会社  
 東京都千代田区丸の内二丁目1番1号  
 (72) 発明者 三澤 俊太  
 東京都北区志茂3-31-12 日本化薬株式会社 機能化学品研究所内  
 (72) 発明者 清水 慎介  
 東京都北区志茂3-31-12 日本化薬株式会社 機能化学品研究所内  
 審査官 佐藤 貴浩

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット捺染用オレンジインク組成物及び繊維の捺染方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

C . I . Solvent Orange 60 を着色剤として含有し、更に、クレオソート油スルホン酸のホルマリン縮合物と、アセチレンアルコール消泡剤を含有するインク組成物。

【請求項2】

インク組成物が含有する着色剤の全てがC . I . Solvent Orange 60 である請求項1に記載のインク組成物。

【請求項3】

水溶性有機溶剤をさらに含有する請求項1又は2に記載のインク組成物。

10

【請求項4】

25 におけるインク組成物の粘度が3 ~ 20 mPa · s の範囲である請求項1 及至3のいずれか一項に記載のインク組成物。

【請求項5】

請求項1 乃至4のいずれか一項に記載のインク組成物の液滴を、インクジェットプリンタにより疎水性繊維に付着させる工程Aと、工程Aにより付着させたインク組成物の液滴中の着色剤を熱により繊維に固着させる工程Bと、繊維中に残存する未固着の着色剤を洗浄する工程Cと、を含む疎水性繊維の捺染方法。

【請求項6】

1種類以上の糊材、アルカリ性物質、還元防止剤及びヒドロトロピー剤を少なくとも含

20

む水溶液を、インクを付着させる前の繊維に付与する、繊維の前処理工程をさらに含む請求項5に記載の疎水性繊維の捺染方法。

【請求項7】

請求項1乃至4のいずれか一項に記載のインク組成物の液滴を、インクジェットプリンタにより中間記録媒体に付着させて記録画像を得た後、該中間記録媒体における、インク組成物の液滴の付着面に疎水性繊維を接触させ、熱処理することにより該記録画像を疎水性繊維に転写する、疎水性繊維の捺染方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、インクジェット捺染に用いるオレンジインク組成物、及びそれを用いるインクジェット捺染方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、インクジェットによる無製版印刷を行なう記録方法が提案され、布等を含めた繊維の捺染においてもインクジェット捺染が行われている。従来のスクリーン印刷等の捺染方法と比較して、インクジェット印刷による捺染は、無製版であること；省資源であること；省エネルギーであること；及び高精細表現が容易であること；等、様々な利点がある。

ポリエステル繊維等の疎水性繊維布は、一般に水に不溶性の色材により染色される。従って、インクジェット記録方法により疎水性繊維を捺染するための水性インクとしては、一般に水不溶性色材を水中に分散し、分散安定性等の性能が良好な分散インクを用いる必要がある。

【0003】

捺染・印捺に用いられる前記の水溶性分散インクは、記録画像の耐水性が要求される場合；疎水性繊維をインクジェット記録方法により直接染色（ダイレクト捺染等と呼称される）する場合；または、紙等の中間媒体にインクジェット記録を行った後、この中間媒体に記録された画像を、熱により、疎水性繊維又は樹脂フィルム等の目的物に昇華転写して着色する場合；等に使用されることが多い。

【0004】

分散染料を用いたインクジェット捺染においては、通常、イエロー、マゼンタ、及びシアンの3色、若しくは、これにブラックを加えた4色のインクセットが基本色として用いられている。しかしながら、例えばスポーツアパレル等の衣料用途等にインクジェット捺染が用いられ、その用途が拡大するに伴い、インクジェット捺染に用いるインク組成物の性能としては、吐出安定性や堅牢性に加え、彩度や明度が高く、色再現範囲の拡大と共に、生体や環境への安全性が要求されるようになってきた。

色のり等を用いる従来の捺染方法は、目的とする色を再現するために使用する染料の種類や数に制限は無く、例えば複数種類の同じ色相の染料を配合すること等も自由に行うことができた。

これに対してインクジェット捺染は、通常3～4色の基本色となるインクセットで様々な色を再現しなくてはならず、色再現範囲の拡大は、1つの大きな課題である。この要求に対する提案の1つとして、基本色以外の色相のインクを追加して5色以上のインクセットとすることにより、色再現範囲を拡大することが行われている。この基本色以外の色は、一般に「特色」等と呼称される。

【0005】

疎水性繊維であるポリエステル系繊維等のインクジェット捺染に用いられる「特色」インクの1つとして、オレンジインクが知られている。オレンジインクの追加により、マゼンタ～オレンジ～イエローの色相での色再現範囲を拡大できると予想されるが、従来のオレンジ分散染料は、耐光性及びノ又は彩度や明度が低いという欠点があり、耐光性と彩度や明度のバランスに優れ、且つインクジェット捺染に用いることができるオレンジ分散染

10

20

30

40

50

料が強く要望されている。

また、これに加えて衣料用途への拡大に伴い、これを着用する人体、及び衣料の製造過程における人体や環境への安全性が重視されてきており、安全性の高い染料及びこれを含むインクの提供も期待されている。

【0006】

インクジェット捺染に用いられるオレンジ分散染料としては、下記特許文献1及び2に記載の染料が知られている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】特開2011-21133号公報

【特許文献2】特開2011-246570号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明は、耐光性、及び、彩度のバランスに加え、人体への安全性にも優れるインクジェット捺染に用いるオレンジインク組成物、及びこのインク組成物を用いたインクジェット捺染方法、特に疎水性繊維のインクジェット捺染方法の提供を課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明者等は前記課題を解決すべく鋭意検討した結果、特定のオレンジ分散染料を着色剤として含有するインク組成物により、前記の課題を解決できることを見出し、本発明を完成させた。

【0010】

即ち、本発明は、以下の1)乃至8)に関する。

1)

C . I . Solvent Orange 60を着色剤として含有するインク組成物。

2)

インク組成物が含有する着色剤の全てがC . I . Solvent Orange 60である上記1)に記載のインク組成物、

3)

水溶性有機溶剤をさらに含有する上記1)又は2)に記載のインク組成物。

4)

25におけるインク組成物の粘度が3～20mPa・sの範囲である上記1)及至3)のいずれか一項に記載のインク組成物。

5)

上記1)乃至4)のいずれか一項に記載のインク組成物の液滴を、インクジェットプリンタにより疎水性繊維に付着させる工程Aと、工程Aにより付着させたインク組成物の液滴中の着色剤を熱により繊維に固着させる工程Bと、繊維中に残存する未固着の着色剤を洗浄する工程Cと、を含む疎水性繊維の捺染方法。

6)

1種類以上の糊材、アルカリ性物質、還元防止剤及びヒドロトロピー剤を少なくとも含む水溶液を、インクを付着させる前の繊維に付与する、繊維の前処理工程をさらに含む上記5)に記載の疎水性繊維の捺染方法。

7)

上記1)乃至4)のいずれか一項に記載のインク組成物の液滴を、インクジェットプリンタにより中間記録媒体に付着させて記録画像を得た後、該中間記録媒体における、インク組成物の液滴の付着面に疎水性繊維を接触させ、熱処理することにより該記録画像を疎水性繊維に転写する、疎水性繊維の捺染方法。

8)

10

20

30

40

50

上記5)乃至7)のいずれか一項に記載の疎水性繊維の捺染方法により得られる、染色された疎水性繊維。

【発明の効果】

【0011】

本発明により、耐光性、及び、彩度のバランスに加え、人体への安全性にも優れるインクジェット捺染に用いるオレンジインク組成物、及びこのインク組成物を用いたインクジェット捺染方法、特に疎水性繊維のインクジェット捺染方法を提供することができた。

【発明を実施するための形態】

【0012】

以下、本発明について詳細に説明する。

10

本明細書においては実施例等を含めて、特に断りの無い限り「部」及び「%」は、いずれも質量基準である。

【0013】

前記インク組成物は、水含有する水系インク組成物、さらに言えば水系の分散インク組成物であり、C.I. Solvent Orange 60(以下「SO60」という)を着色剤として含有する、オレンジインク組成物である。ここで、「C.I.」とは、「カラーインデックス」を意味する。

前記インク組成物の色を、望みの色調に微調整する目的等により、本発明の効果を阻害しない範囲でSO60以外の着色剤を、さらに含有してもよい。そのような着色剤としては、「C.I. Disperse」及び「C.I. Solvent」として、カラーインデックス番号が付与されている染料から選択される着色剤が挙げられる。これらの着色剤の色としては、Yellow、Orange、及び、Redから選択される染料が好ましい。

20

前記インク組成物は、SO60以外の着色剤を含有してもよいが、人体や環境に対する安全性に着目すると、インク組成物が含有する着色剤の全てがSO60であることが好ましい。

【0014】

前記インク組成物がSO60以外の着色剤を含有するとき、C.I. Disperse Yellowとしては、3、4、5、7、8、9、13、23、24、30、33、34、39、42、44、49、50、51、54、56、58、60、63、64、66、68、71、74、76、79、82、83、85、86、88、90、91、93、98、99、100、104、114、116、118、119、122、124、126、135、140、141、149、160、162、163、164、165、179、180、182、183、186、192、198、199、200、202、204、210、211、215、216、218、224、237等が挙げられる。

30

【0015】

同様に、C.I. Disperse Orangeとしては、1、1:1、3、5、7、11、13、17、20、21、23、25、29、30、31、32、33、37、38、42、43、44、45、47、48、49、50、53、54、55、56、57、58、59、61、66、71、73、76、78、80、86、89、90、91、93、96、97、118、119、127、130、139、142等が挙げられる。

40

【0016】

同様に、C.I. Disperse Redとしては、1、4、5、7、11、12、13、15、17、27、43、44、50、52、53、54、55、55:1、56、58、59、60、65、70、72、73、74、75、76、78、81、82、86、88、90、91、92、93、96、103、105、106、107、108、110、111、113、117、118、121、122、126、127、128、131、132、134、135、137、143、145、146、151、152、153、154、157、158、159、164、167、169、177、179、

50

181、183、184、185、188、189、190、191、192、200、201、202、203、205、206、207、210、221、224、225、227、229、239、240、257、258、277、278、279、281、283、288、298、302、303、310、311、312、320、323、324、328、359等が挙げられる。

【0017】

同様に、C.I.Solventとしては、C.I.Solvent Yellow 114；C.I.Solvent Orange 67；C.I.Solvent Red 146；等が挙げられる。

【0018】

前記の着色剤は、様々な形態と品質のものが市販されており、製造方法、製品中の着色剤の含有量、不純物の種類等がそれぞれ異なる。このため、必要に応じて入手した着色剤を精製してからインク組成物の調製に使用してもよい。

前記インク組成物は、保存安定性、及びインクジェットプリンタからの吐出精度等への悪影響を少なくする目的で、不純物、中でも無機不純物の含有量の少ないものが好ましい。

無機不純物としては、金属陽イオンの塩化物、例えば塩化ナトリウム；硫酸塩、例えば硫酸ナトリウム；等が挙げられる。

これらの無機不純物を除去する方法としては、逆浸透膜による方法；着色材の乾燥品あるいはウェットケーキ等を、アセトン、メタノール、ジメチルスルホキシド等の水溶性有機溶剤、又は含水したこれらの水溶性有機溶剤中に加え、懸濁精製又は晶析する方法；等が挙げられる。

【0019】

前記インク組成物は、ノズルでの目詰まり防止等を目的として、水溶性有機溶剤を含有してもよい。

水溶性有機溶剤の具体例としては、多価アルコール類、ピロリドン類等を挙げることができる。多価アルコール類としては、例えばアルコール性水酸基を2～3個有するC2～C6多価アルコール及び、ジ又はトリC2～C3アルキレングリコール若しくは繰り返し単位が4以上で、分子量20,000程度以下のポリC2～C3アルキレングリコール、好ましくは液状のポリアルキレングリコール等が挙げられる。それらの具体例としては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、プロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、トリメチロールプロパン、1,3-ペンタンジオール、1,5-ペンタンジオール等の多価アルコール類、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン等が挙げられる。

また、水に溶解して湿潤剤としての役割をする化合物等も、便宜上本発明では水溶性有機溶剤に含めるものとし、例えば尿素、エチレン尿素及び糖類等が挙げられる。

保存安定性を考慮すると、分散染料や油性染料の溶解度が小さい溶剤が好ましく、これらの中でも特にグリセリンと、グリセリン以外の溶剤（好ましくはグリセリン以外の多価アルコール）とを併用するのが好ましい。

インク組成物の総質量中における、水溶性有機溶剤の総含有量は、5～40%、好ましくは10～30%添加するのが好ましい。

【0020】

分散剤としては、公知の分散剤、界面活性剤、樹脂分散剤等を用いることができる。

また、分散剤と界面活性剤は単に呼称が違う場合もあり、具体的に同じ物質を指すこともある。分散剤の種類としては、アニオン、ノニオン、カチオン、両性等が挙げられる。これらの中では、アニオン及びノニオン分散剤から選択される、少なくとも1種類の分散剤が好ましい。

【0021】

アニオン分散剤としては、例えば、高分子スルホン酸、好ましくは芳香族スルホン酸のホルマリン縮合物、リグニンスルホン酸、リグニンスルホン酸のホルマリン縮合物又はこ

10

20

30

40

50

これらの塩、若しくはそれらの混合物（以下、特に断りの無い限り「スルホン酸のホルマリン縮合物」と記載したときは、「これらの塩、若しくはそれらの混合物」も含む意味を有する）等が好ましい。「これらの塩」としては、ナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩等の塩が挙げられる。

芳香族スルホン酸のホルマリン縮合物としては、例えば、クレオソート油スルホン酸；クレゾールスルホン酸；フェノールスルホン酸； - ナフタレンスルホン酸； - ナフトールスルホン酸； - ナフタリンスルホン酸と - ナフトールスルホン酸；クレゾールスルホン酸と2 - ナフトール - 6 - スルホン酸；リグニンスルホン酸；等のホルマリン縮合物が挙げられる。これらの中では、クレオソート油スルホン酸； - ナフタレンスルホン酸；リグニンスルホン酸；の各ホルマリン縮合物が好ましい。

10

これらは様々な商品名の市販品として入手することができる。その一例として、 - ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物としてはデモールN；クレオソート油スルホン酸のホルマリン縮合物としてはデモールC；特殊芳香族スルホン酸のホルマリン縮合物としてはデモールSN - B（いずれも花王株式会社製）；等が挙げられる。

クレオソート油スルホン酸のホルマリン縮合物としては、ラベリンWシリーズ；メチルナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物としては、ラベリンANシリーズ（いずれも第一工業製薬株式会社製）；等が挙げられる。

これらの中ではデモールN、ラベリンAN、ラベリンWが好ましく、デモールN、ラベリンWがより好ましく、ラベリンWがさらに好ましい。市販品として入手することができるリグニンスルホン酸は、例えばバニレックスN、バニレックスRN、バニレックスG、パールレックスDP（いずれも日本製紙株式会社製）等が挙げられ、これらの中ではバニレックスRN、バニレックスN、バニレックスGが好ましい。

20

#### 【0022】

また、必要に応じて共重合体のアニオン分散剤（すなわち、アニオン分散剤として使用できる共重合体）を用いることができる。そのような分散剤の好ましいものとしては、芳香族炭化水素基を含む化合物と（メタ）アクリル酸（エステル）との共重合体；芳香族炭化水素基を含む化合物と、（メタ）アクリル酸（エステル）、及び（無水）マレイン酸の共重合体；等が挙げられる。場合により、これらは樹脂分散剤として分類されることもある。

芳香族炭化水素基を含む化合物と（メタ）アクリル酸（エステル）の共重合体としては、親水性部分と疎水性部分とを分子中に有する共重合体が好ましく挙げられる。なお、「（メタ）アクリル酸（エステル）」とは、本明細書においてアクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸エステル、及びメタクリル酸エステルを含む意味として、また「（無水）マレイン酸」とは、無水マレイン酸とマレイン酸を含む意味として、それぞれ用いる。芳香族炭化水素基を含む化合物との共重合には、これらのうち単一の化合物を使用してもよいし、これらの中から複数を併用してもよい。また、共重合を行うときに、（無水）マレイン酸を加えて、芳香族炭化水素基を含む化合物、（メタ）アクリル酸（エステル）、及び（無水）マレイン酸の共重合体としてもよい。

30

着色剤との相互作用を強くする目的で、共重合体が分子中に有する疎水性部分としては芳香族炭化水素基を含む化合物を用いるのが好ましい。その芳香族炭化水素基としてはフェニル基、フェニレン基、ナフチル基、ナフタレン ジイル基が好ましく、フェニル基又はフェニレン基がより好ましく、フェニル基がさらに好ましい。

40

これらの共重合体の具体例としては、（メチル）スチレン アクリル酸共重合体、（メチル）スチレン アクリル酸 アクリル酸エステル共重合体、（メチル）スチレン メタクリル酸共重合体、（メチル）スチレン メタクリル酸 アクリル酸エステル共重合体、（メチル）スチレン （無水）マレイン酸共重合体、アクリル酸エステル （無水）マレイン酸共重合体、（メチル）スチレン アクリル酸エステル （無水）マレイン酸マレイン酸共重合体、アクリル酸エステル アリルスルホン酸エステル共重合体、アクリル酸エステル スチレンスルホン酸共重合体、（メチル）スチレン メタクリルスルホン酸共重合体、ポリエステル アクリル酸共重合体、ポリエステル

50

アクリル酸 アクリル酸エステル共重合体、ポリエステル メタクリル酸共重合体、ポリエステル メタクリル酸 アクリル酸共重合体エステル；等が挙げられる。これらの中では芳香族炭化水素基を含む化合物がスチレンのものが好ましい。

なお（メチル）スチレンとは本明細書において メチルスチレン、及びスチレンを含む意味として用いる。

市販品として入手できる、これらの共重合体の具体例としては、例えばBASF社製の、ジョンクリル67、68、586、611、678、680、682、683、690等が挙げられ、これらの中ではジョンクリル68、678、682、683、690が好ましい。

#### 【0023】

ノニオン分散剤としては、例えば、フィトステロール類のアルキレンオキサイド付加物、コレスタノール類のアルキレンオキサイド付加物、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アルキルアミン、グリセリン脂肪酸エステル、オキシエチレンオキシプロピレンブロックポリマー、及び、これらの置換誘導体等が挙げられる。

これらの中では、フィトステロール類のアルキレンオキサイド付加物、コレスタノール類のアルキレンオキサイド付加物が好ましい。

フィトステロール類のアルキレンオキサイド付加物としては、フィトステロール類のC2～C4アルキレンオキサイド付加物が好ましく、エチレンオキサイド付加物がより好ましい。

本明細書において「フィトステロール類」と記載したときは、フィトステロール又は水添フィトステロールの両者を含む意味である。例えばフィトステロール類のエチレンオキサイド付加物としては、フィトステロールのエチレンオキサイド付加物又は水添フィトステロールのエチレンオキサイド付加物が挙げられる。

コレスタノール類のアルキレンオキサイド付加物としては、コレスタノール類のC2～C4アルキレンオキサイド付加物が好ましく、エチレンオキサイド付加物がより好ましい。

本明細書において「コレスタノール類」と記載したときは、コレスタノール類又は水添コレスタノール類の両者を含む意味である。例えばコレスタノール類のエチレンオキサイド付加物としてはコレスタノールのエチレンオキサイド付加物又は水添コレスタノールのエチレンオキサイド付加物が挙げられる。

フィトステロール類又はコレスタノール類1モル当たりのアルキレンオキサイド、好ましくはC2～C4アルキレンオキサイド、より好ましくはエチレンオキサイドの付加量は10～50モル程度で、HLBが13～20程度のものが好ましい。

市販品として入手できるフィトステロール類エチレンオキサイド付加物としては、例えばNICKOL BPS-20、NICKOL BPS-30（いずれも日光ケミカルズ株式会社製、フィトステロールのEO付加物）、NICKOL BPSH-25（同、水素添加フィトステロールのEO付加物）等が、また、コレスタノール類のエチレンオキサイド付加物としては、例えばNICKOL DHC-30（同、コレスタノールのEO付加物）等が挙げられる。

#### 【0024】

カチオン分散剤としては、例えば、脂肪族アミン塩、脂肪族4級アンモニウム塩、ベンザルコニウム塩、塩化ベンゼトニウム、ピリジニウム塩、イミダゾリニウム塩等が挙げられる。

#### 【0025】

両性分散剤としては、例えば、カルボキシベタイン型、スルホベタイン型、アミノカルボン酸塩、イミダゾリニウムベタイン等が挙げられる。

#### 【0026】

前記以外の樹脂分散剤としては、スチレン及びその誘導体、ビニルナフタレン及びその

10

20

30

40

50

誘導体、  
 - エチレン性不飽和カルボン酸の脂肪族アルコールエステル等、アクリル酸及びその誘導体、マレイン酸及びその誘導体、イタコン酸及びその誘導体、フマル酸及びその誘導体、酢酸ビニル、ビニルアルコール、ビニルピロリドン、アクリルアミド、及びその誘導体等から選ばれた少なくとも2つの単量体（このうち少なくとも1つは親水性単量体）からなるブロック共重合体、ランダム共重合体及びグラフト共重合体、並びにこれらの塩等を挙げることができる。

【0027】

前記インク組成物の調製方法は特に制限されないが、例えば、染料の水性分散液を調製した後に、水溶性有機溶剤等のインク調製剤を加える方法等が挙げられる。

染料の水性分散液を調製する方法としては、サンドミル（ビーズミル）、ロールミル、ボールミル、ペイントシェーカー、超音波分散機、マイクロフルイダイザー等を用いて、分散液を構成する各成分を攪拌混合する等の公知の方法が挙げられる。

染料の分散液を調製するときに、発泡が生じることがある。このため、必要に応じてシリコーン系；アセチレンアルコール系；等の消泡剤を、分散液の調製時に添加してもよい。但し、消泡剤には染料等の分散・微粒子化を阻害するものもあるため、微粒子化や分散液の安定性等に影響を及ぼさないものを使用するのが好ましい。好ましい消泡剤としては、例えば、日信化学工業株式会社製のオルフィンシリーズ（SK-14等）；エアプロダクツジャパン株式会社製のサーフィノールシリーズ（104、DF-110D等）；等が挙げられる。

【0028】

水性分散液中に含有する着色剤の含有量としては、水性分散液の総質量に対して、いずれも質量基準（質量％）で通常10～60％、好ましくは20～50％、より好ましくは20～40％である。また、同様に分散剤の含有量は通常1～36％、好ましくは5～30％、より好ましくは5～20％、さらに好ましくは5～15％である。

【0029】

前記の水性インク組成物を調製する方法としては、例えば、前記の水性分散液、水溶性有機溶剤、及び必要に応じてインク調製剤等を加えて混合する方法等が挙げられる。これらを混合する順番は特に制限されない。

インク調製剤としては、界面活性剤、防腐防黴剤、及びpH調整剤等が挙げられ、本発明の効果を阻害しない範囲で添加してもよい。

【0030】

界面活性剤としては、アニオン、ノニオン、カチオン、両性等の界面活性剤が挙げられる。

【0031】

アニオン系界面活性剤としては、脂肪酸石鹼、N-アシル-N-メチルグリシン塩、N-アシル-N-メチル-アラニン塩、N-アシルグルタミン酸塩、アルキルエーテルカルボン酸塩、アシル化ペプチド、アルキルスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、ジアルキルスルホ琥珀酸エステル塩、アルキルスルホ酢酸塩、-オレフィンスルホン酸塩、N-アシルメチルタウリン、硫酸化油、高級アルコール硫酸エステル塩、第2級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキルエーテル硫酸塩、第2級高級アルコールエトキシサルフェート、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩、モノグリサルフェート、脂肪酸アルキロールアミド硫酸エステル塩、アルキルエーテルリン酸エステル塩、アルキルリン酸エステル塩等が挙げられる。また、好ましい市販品としては、アデカコールシリーズ（EC-8600等、株式会社アデカ製）、ハイテノールシリーズ（NE-15等、第一工業製薬株式会社製）、ペレックスシリーズ（OT-P等、花王株式会社）等が挙げられる。

【0032】

ノニオン系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2級アルコールエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル（例えば、エマルゲン911）、ポリオキシエチレンステロールエーテル、ポリオキシエチレンラ

10

20

30

40

50



ノリン誘導体、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル（例えば、ニューポールPE-62）、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、硬化ヒマシ油、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、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、脂肪酸モノグリセリド、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、脂肪酸アルカノールアミド、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、ポリオキシエチレンアルキルアミン、アルキルアミンオキサイド、アセチレングリコール、アセチレンアルコール等が挙げられる。

市販品の一例としては、例えば、日信化学工業株式会社製のオルフィンシリーズ（E1004、E1010等）、エアプロダクツジャパン株式会社製のサーフィノールシリーズ（420、440、465等）、株式会社日本触媒製のソフトノールシリーズ（EP5035等）、花王株式会社製のエマルゲンシリーズ（A-60等）等が挙げられる。

10

#### 【0033】

防腐防黴剤としては例えばデヒドロ酢酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、ソジウムピリジンチオン-1-オキサイド、ジंकピリジンチオン-1-オキサイド、1,2-ベンズイソチアゾリン-3-オン、1-ベンズイソチアゾリン-3-オンのアミン塩等が挙げられる。

#### 【0034】

pH調整剤としては例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム等の水酸化アルカリ類、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン、ジメチルエタノールアミン、ジエチルエタノールアミン等の3級アミン類等が挙げられる。

20

#### 【0035】

前記インク組成物中に含有する水性分散液の含有量としては、水性インク組成物の総質量に対して、いずれも質量基準で通常2~35%、好ましくは3~30%、より好ましくは5~30%である。

また、同様に水性有機溶剤の含有量は通常10~50%、好ましくは15~50%、より好ましくは20~50%、さらに好ましくは30~50%である。

また、同様にインク調製剤の含有量としては、水性インク組成物の総質量に対して、インク調整剤の合計で通常0~25%、好ましくは0.01~20%である。

#### 【0036】

30

前記インク組成物中に含有する着色剤の平均粒子径は、D50としては通常50nm~150nm、好ましくは60nm~150nm、より好ましくは70nm~150nm、さらに好ましくは80nm~150nmである。

また、D90としては通常160nm~350nm、好ましくは160nm~300nm、より好ましくは160nm~250nm、さらに好ましくは160nm~200nm程度である

#### 【0037】

本発明のインクジェット記録用水性インク組成物は、高速での吐出応答性の点より25

における粘度はE型粘度計にて測定したときに通常3~20mPa·s程度であるのが好ましい。また表面張力は、プレート法にて測定したときに通常20~45mN/mの範囲が好ましい。なお、実際には、使用するプリンタの吐出量、応答速度、インク液滴飛行特性などを考慮し適切な物性値に調整することが好ましい。

40

#### 【0038】

前記疎水性繊維の捺染方法は、2つの種類に大別される。

1つ目の方法は、ダイレクトプリント又はダイレクト捺染等と呼称される方法であり、前記インク組成物の液滴を、インクジェットプリンタにより疎水性繊維に付着させることにより、文字及び絵柄等の画像情報を疎水性繊維に形成する工程Aと、

前記工程Aにより付着させたインク組成物の液滴中の着色剤を熱により繊維に固着させる工程Bと、

繊維中に残存する未固着の着色剤を洗浄する工程Cと、の3工程を少なくとも含む、疎水

50

性繊維の捺染方法である。

工程Bは、一般的には公知のスチーミング又はベーキングによって行われる。

スチーミングとしては、例えば高温スチーマーで通常170～180、通常10分程度；また、高圧スチーマーで通常120～130、通常20分程度；それぞれ疎水性繊維を処理する方法により、着色剤を繊維に染着する（湿熱固着とも呼称される）方法が挙げられる。

ベーキング（サーモゾル）としては、例えば通常190～210、通常60秒～120秒程度、疎水性繊維を処理する方法により、着色剤を繊維に染着する（乾熱固着とも呼称される）方法が挙げられる。

工程Cは、得られた繊維を、温水、及び必要に応じて水により洗浄する工程である。洗浄に使用する温水や水は、界面活性剤を含んでもよい。

洗浄後の繊維を、通常50～120で、5～30分乾燥することも好ましく行われる。

#### 【0039】

2つ目の方法は、昇華転写プリント、昇華転写捺染等と呼称される方法であり、前記インク組成物の液滴を、インクジェットプリンタにより中間記録媒体に付着させることにより、文字及び絵柄等の記録画像を得た後、該中間記録媒体における、インク組成物の液滴の付着面に疎水性繊維を接触させ、熱処理することにより、中間記録媒体に記録された文字、絵柄等の記録画像を疎水性繊維に転写する、疎水性繊維の捺染方法である。

中間記録媒体としては、中間記録媒体に付着したインク組成物中の着色剤が、その表面で凝集せず、且つ疎水性繊維へ記録画像の転写を行うときに、着色剤の昇華を妨害しないものが好ましい。

そのような中間記録媒体の一例としては、シリカ等の無機微粒子でインク受容層が表面に形成されている紙が挙げられ、インクジェット用の専用紙等を用いることができる。

中間記録媒体から疎水性繊維へ、記録画像を転写するときの熱処理としては、通常190～200程度での乾熱処理が挙げられる。

#### 【0040】

前記の捺染方法は、にじみ等を防止する目的で、繊維の前処理工程をさらに含んでもよい。この前処理工程としては、1種類以上の糊材、アルカリ性物質、還元防止剤及びヒドロトロピー剤を少なくとも含む水溶液を、インク組成物を付着させる前の繊維に付与する工程が挙げられる。

前処理を施す工程としては、糊剤、アルカリ性物質、還元防止剤及びヒドロトロピー剤を含む前処理剤の水溶液を前処理液として用い、繊維を前処理液に含浸させて付与するのが好ましい。

上記糊剤としては、グアー、ローカストビーン等の天然ガム類、澱粉類、アルギン酸ソーダ、ふのり等の海藻類、ペクチン酸等の植物皮類、メチル繊維素、エチル繊維素、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等の繊維素誘導体、カルボキシメチル澱粉等の加工澱粉、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸エステル等の合成糊等があげられる。好ましくはアルギン酸ソーダがあげられる。

上記アルカリ性物質としては、例えば無機酸または有機酸のアルカリ金属塩；アルカリ土類金属の塩；並びに加熱した際にアルカリを遊離する化合物が挙げられ、無機又は有機の、アルカリ金属水酸化物及びアルカリ金属塩が好ましく、ナトリウム化合物及びカリウム化合物等が挙げられる。具体例としては、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カルシウム等のアルカリ金属水酸化物；炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カリウム、リン酸二水素ナトリウム、リン酸水素二ナトリウム、リン酸ナトリウム等の無機化合物のアルカリ金属塩；蟻酸ナトリウム、トリクロル酢酸ナトリウム等の有機化合物のアルカリ金属塩；等が挙げられる。好ましくは、炭酸水素ナトリウムが挙げられる。

上記還元防止剤としては、メタニトロベンゼンスルホン酸ナトリウムが好ましい。

上記ヒドロトロピー剤としては、尿素、ジメチル尿素等の尿素類等があり、好ましくは尿素が挙げられる。

上記糊剤、アルカリ性物質、還元防止剤、及びヒドロトロピー剤は、いずれも単一の化

10

20

30

40

50

合物を使用してもよいし、それぞれ複数の化合物を併用してもよい。

前処理液の総質量中における各前処理剤の混合比率は、例えば、いずれも質量基準で、糊剤が0.5～5%、炭酸水素ナトリウムが0.5～5%、メタニトロベンゼンスルホン酸ナトリウムが0～5%、尿素が1～20%、残部が水である。

前処理剤のセルロース系繊維への付与は、たとえばパディング法が挙げられる。パディングの絞り率は40～90%程度が好ましく、より好ましくは60～80%程度である。

【0041】

疎水性繊維の具体例としては、例えばポリエステル繊維、ナイロン繊維、トリアセート繊維、ジアセート繊維、ポリアミド繊維、及びこれらの繊維を2種類以上用いた混紡繊維等が挙げられる。また、これらとレーヨン等の再生繊維、木綿、絹、羊毛等の天然繊維との混紡繊維も、本明細書においては疎水性繊維に含まれる。

これらの疎水性繊維としては、インク受容層（滲み防止層）を有するものも知られており、そのような疎水性繊維も同様に含まれる。インク受容層の形成方法は公知技術であり、インク受容層を有する繊維も市販品として入手が可能である。インク受容層の材質や構造等は、特に限定されず、目的等に応じて適宜使用することができる。

【実施例】

【0042】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は、実施例により限定されるものではない。

[分散液の調製]

下記表1に記載の成分をサンドミルに入れ、水冷下、0.2mm径のガラスビーズを用いて約15時間分散処理を行った。得られた液にイオン交換水100部を加え、液中の染料含有量を15%に調製した。この液をガラス繊維ろ紙GC-50（ADVANTEC社製）で濾過することにより、染料濃度が約15%の分散液1及び2をそれぞれ得た。

【0043】

下記表1中の略号等は、以下の意味を有する。

SO60：C.I.Solvent Orange 60。

DO25：C.I.Direct Orange 25。

【0044】

【表1】

分散液組成	分散液	
	1	2
SO60	15	—
DO25	—	15
ラベリンW	11.2	11.2
ニッコールBPS-30	0.9	0.9
サーフィノール104	0.01	0.01
プロクセルGXL(S)	0.1	0.1
水	残部	残部
合計	100	100

【0045】

[インク組成物の調製]

前記分散液の調製例で得た分散液1及び分散液2を用い、下記表2に記載の各成分を混合した後、5μmのメンブレンフィルターで夾雑物を濾別することにより、各実施例のイ

ンク組成物を得た。いずれのインク組成物も着色剤の総含有量が4%となるように調整した。

【0046】

【表2】

インク組成	実施例1	比較例1
分散液1	26.7	—
分散液2	—	26.7
グリセリン	10	10
プロピレングリコール	20	20
トリエタノールアミン	0.1	0.1
プロクセルGXL(S)	0.1	0.1
サーフィノール420	0.2	0.2
水	残部	残部
合計	100	100

10

20

【0047】

[染布の調製]

実施例1のインクを使用してインクジェットプリンタPX-105(セイコーエプソン社製)にてベタ柄を中間記録媒体である転写紙へ印刷した。得られた転写紙のインク組成物の付与面を、所定の大きさ(35cm×40cm)に裁断し、同じ大きさのポリエステル布(ポンジ)と重ね合わせた後、太陽精機株式会社製トランスファープレス機TP-600A2を用いて200×60秒の条件にて熱処理し、転写紙からポリエステル布へ昇華転写捺染を行った。得られた染色されたポリエステル布を、染布1とする。

実施例1のインクの代わりに、比較例1のインクを用いる以外は前記と同様にして、染色されたポリエステル布を得た。得られた染色されたポリエステル布を、比較染布1とする。

30

得られた染布、及び比較染布を試験染布として用い、下記する評価試験を行った。

【0048】

[耐光性試験]

スガ試験機(株)社製、商品名:低温キセノンウェザオメーターXL75を用い、10万Lux照度、湿度60%RH、温度24の条件下に、各試験染布を24時間放置した。試験前後の各試験染布を、測色機を用いて測色し、試験前後の着色剤の残存率を(試験後の反射濃度/試験前の反射濃度)×100(%)の式で求めた。

測色機はGRETAG-MACBETH社製、商品名:SpectroEyeを用い、試験前と試験後のE値を測色することにより測定した。Eは、小さいほど変色の度合い

40

結果を下記表3に示す。

【0049】

[彩度の算出]

上記のようにして得た各試験染布の色相a\*及びb\*を、前記の測色機により測定し、彩度C\*を下記式より算出した。結果を下記表3に示す。

$$C^* = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2}$$

【0050】

[復帰突然変異(Ames)試験]

非GLPのスクリーニング試験として、日本国内のガイドラインに従い、菌株としてT

50

A100とTA98を用い、S9mixの存在下及び非存在下に、被検サンプル濃度を各5濃度の条件に設定し復帰突然変異試験を行った。結果を下記表3に示す。

なお、本試験の被検サンプルとしては、染料そのものを使用した。

【0051】

【表3】

試験結果	耐光性 ( $\Delta E$ )	彩度 ( $C^*$ )	Ames
実施例1	0.7	87.0	陰性
比較例1	1.1	90.8	陽性

10

【0052】

表3から明らかなように、染布1は極めて耐光性が良好で、彩度も比較染布1と同等である上、復帰突然変異試験において陰性と、人体等に対して安全性も高いことが確認された。

【産業上の利用可能性】

【0053】

本発明のインク組成物は、耐光性と彩度のバランスに優れた良好な染布の提供が可能であり、人体への安全性も高いため、インクジェット捺染用インクとして極めて有用である。

20

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
<b>B 4 1 J</b>	<b>2/01</b>	<b>(2006.01)</b>	B 4 1 M	5/00	1 2 0
C 0 9 B	57/00	(2006.01)	B 4 1 M	5/00	1 3 2
			B 4 1 J	2/01	5 0 1
			C 0 9 B	57/00	Z

(56)参考文献 米国特許第05593459(US,A)  
 米国特許出願公開第2003/0213402(US,A1)  
 米国特許出願公開第2010/0075039(US,A1)  
 特開2004-107647(JP,A)  
 特表2004-518032(JP,A)  
 特開2013-060689(JP,A)  
 特開2011-195677(JP,A)  
 特開平06-330477(JP,A)  
 特開2009-066946(JP,A)  
 特開2011-246570(JP,A)  
 特開2011-021133(JP,A)  
 特開2008-162097(JP,A)  
 国際公開第2007/102455(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)  
 C09D11/00-13/00  
 B41J 2/01  
 B41M 5/00  
 CAplus/REGISTRY(STN)