



(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl. (11) 공개번호 10-2007-0062554  
C09D 11/00 (2006.01) (43) 공개일자 2007년06월15일

(21) 출원번호 10-2007-7008462  
(22) 출원일자 2007년04월13일  
심사청구일자 2007년04월13일  
번역문 제출일자 2007년04월13일  
(86) 국제출원번호 PCT/JP2005/017542 (87) 국제공개번호 WO 2006/030978  
국제출원일자 2005년09월16일 국제공개일자 2006년03월23일

(30) 우선권주장 JP-P-2004-00272236 2004년09월17일 일본(JP)  
JP-P-2005-00064371 2005년03월08일 일본(JP)

(71) 출원인 가부시키키가이샤 리코  
일본 도쿄도 오다꾸 나가마고메 1쵸메 3-6

(72) 발명자 고지마, 마리코  
일본 2010003 도쿄 고마에시 이즈미혼-쵸 1-2-10 그란 두리코마에 203  
이노우에, 토모히로  
일본 2240061 가나가와 요코하마-시 츠즈키-구 오마루 16-15-203  
고토, 아키히코  
일본 2430018 가나가와 아즈기-시 나가-쵸 3-14-8 본 메종호나즈기 701  
남바, 미찌히코  
일본 2440002 가나가와 요코하마-시 토즈카-구 야베-쵸 770-63  
하마시, 히사시  
일본 2591116 가나가와 이세하라-시 이시다 850-1 센터 힐 21니반간 306  
반나이, 아키키  
일본 1430015 도쿄 오타-구 오모리니시 4-6-6 그랜드 스테이지오모리 405  
나가이, 기요푸미  
일본 1940044 도쿄 마치다-시 나루세 2212-1 파인힐 빌리지 102

(74) 대리인 김진희  
강승욱

전체 청구항 수 : 총 24 항

(54) 기록용 잉크, 잉크 카트리지, 잉크 기록물, 잉크젯 기록장치 및 잉크젯 기록 방법

(57) 요약

본 발명의 목적은 기록용 매질에 급속히 침투하여 코팅을 형성하고, 그리고 고속 인쇄 또는 양면 인쇄 시 얼룩을 발생시키지 않을 것이고, 내표지성이 탁월하고, 도련이 덜한 고화질 화상 기록을 가능케 하는 탁월한 배출 안정성 및 보존성을 갖는 기록용 잉크 및 기록용 잉크를 이용하는 잉크 카트리지, 잉크 기록물, 잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법을 제공하는 것이다. 기록용 잉크는 물, 착색제, 수지 미립자, 수용성 유기 용매 및 침투제 중 하나 이상을 함유하고, 착색제는 7 내지 11개의 탄소를 갖는 다이올 화합물이고, 수지 미립자는 가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지이다.

## 특허청구의 범위

### 청구항 1.

물, 착색제, 수지 미립자, 수용성 유기 용매 및 침투제를 포함하는 기록용 잉크로서, 침투제는 7 내지 11개의 탄소를 갖는 다이올 화합물이고, 수지 미립자는 가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지인 기록용 잉크.

### 청구항 2.

제1항에 있어서, 수지 미립자의 부피 평균 입자 직경이 10 nm 내지 300 nm 인 기록용 잉크.

### 청구항 3.

제1항 또는 제2항에 있어서, 기록용 잉크 내 상기 실리콘 변성 아크릴 수지로부터 유래하는 실리콘의 양이 50 ppm 내지 400 ppm인 기록용 잉크.

### 청구항 4.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 수지 미립자의 최소 막 형성 온도(MFT)가 20 °C 이하인 기록용 잉크.

### 청구항 5.

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 수용성 유기 용매가 글리세린, 에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜, 트리에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜, 트라이프로필렌 글리콜, 1,3-부탄다이올, 2,3-부탄다이올, 1,4-부탄다이올, 3-메틸-1,3-부탄다이올, 1,5-펜탄다이올, 테트라에틸렌 글리콜, 1,6-헥산다이올, 2-메틸-2,4-펜탄다이올, 폴리에틸렌 글리콜, 1,2,4-부탄트라이올, 1,2,6-헥산트라이올, 티오다이글리콜, 2-피롤리돈, N-메틸-2-피롤리돈 및 N-하이드록시에틸-2-피롤리돈으로부터 하나 이상 선택되는 기록용 잉크.

### 청구항 6.

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 착색제가 안료, 염료 및 착색 미립자 중 하나 이상인 기록용 잉크.

### 청구항 7.

제6항에 있어서, 안료가 표면상의 하나 이상의 친수성 기를 포함하고, 그리고 분산제의 부존재 하에서 수분산성 및 수용성 중 하나 이상인 기록용 잉크.

**청구항 8.**

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 안료 1 질량부에 대해 가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 0.05 질량부 내지 1.2 질량부가 첨가되는 기록용 잉크.

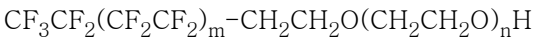
**청구항 9.**

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 아세틸렌 글리콜 계면 활성제, 폴리옥시에틸렌 알킬 에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬페닐 에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬 에스테르 및 폴리옥시에틸렌 소르비탄 지방산 에스테르로부터 하나 이상 선택되는 것을 특징으로 하는 비이온성 계면 활성제를 더 포함하는 기록용 잉크.

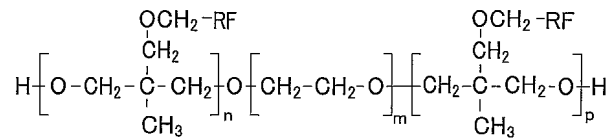
**청구항 10.**

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 하기 구조식 (1), (2) 및 (3)으로부터 하나 이상 선택되는 불소계 계면 활성제를 더 포함하는 기록용 잉크:

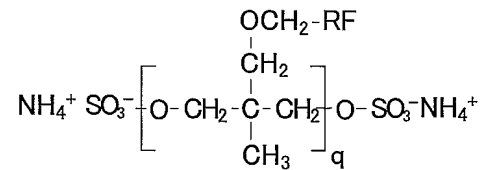
[구조식 (1)]



[구조식 (2)]



[구조식 (3)]



(구조식 (1)에서, 'm'은 0 내지 10의 정수이고, 'n'은 1 내지 40의 정수이고,

구조식 (2)에서, 'Rf'는 CF<sub>3</sub> 또는 CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>이고, 'm'은 6 내지 25의 정수이고, 'n'은 1 내지 4의 정수이고, 'p'는 1 내지 4의 정수이고,

구조식 (3)에서, 'Rf'는 CF<sub>3</sub> 또는 CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>이고, 'q'는 1 내지 6의 정수이다.)

**청구항 11.**

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 폴리옥시에틸렌 알킬 에테르 아세트산염 및 다이알킬 설포숙시네이트 염으로부터 하나 이상 선택되는 음이온성 계면 활성제를 더 포함하는 기록용 잉크.

**청구항 12.**

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 아미노프로판 다이올 화합물을 더 포함하는 기록용 잉크.

**청구항 13.**

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 25 °C에서 기록용 잉크의 점도가 7 mPa·sec 내지 20 mPa·sec인 기록용 잉크.

**청구항 14.**

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 기록용 잉크의 고체 함량이 6 질량% 내지 20 질량%인 기록용 잉크.

**청구항 15.**

제1항 내지 제14항 중 어느 한 항에 있어서, 시안 잉크, 마젠타 잉크, 옐로우 잉크 및 블랙 잉크로부터 하나 이상 선택되는 기록용 잉크.

**청구항 16.**

제1항 내지 제15항 중 어느 한 항에 따른 기록용 잉크를 함유하는 용기를 포함하는 잉크 카트리지.

**청구항 17.**

제1항 내지 제15항 중 어느 한 항에 따른 기록용 잉크에 자극을 가함으로써 기록용 잉크 방울을 배출하여 화상을 형성하도록 구성된 잉크 방울 배출 유니트를 포함하는 잉크젯 기록 장치.

**청구항 18.**

제17항에 있어서, 상기 자극이 열, 압력, 진동 및 빛으로부터 하나 이상 선택되는 잉크젯 기록 장치.

**청구항 19.**

제17항 또는 제18항에 있어서, 기록 매질의 기록면을 반전시켜 양면 인쇄가 가능하도록 구성된 반전 유니트를 더 포함하는 잉크젯 기록 장치.

**청구항 20.**

제17항 내지 제19항 중 어느 한 항에 있어서, 무단형 이송 벨트 및 무단 이송 벨트의 표면을 대전시킴으로써 기록용 매질을 이송하도록 구성된 이송 유니트를 더 포함하는 잉크젯 기록 장치.

## 청구항 21.

제17항 내지 제20항 중 어느 한 항에 있어서, 기록용 헤드 상으로 잉크를 공급하기 위한 서브탱크를 더 포함하고, 공급관을 통해 잉크 카트리지에서부터 서브탱크로 잉크가 공급되는 잉크젯 기록 장치.

## 청구항 22.

제1항 내지 제15항 중 어느 한 항에 따른 기록용 잉크에 자극을 가함으로써 기록용 잉크 방울을 배출하여 화상을 형성하는 것을 포함하는 잉크젯 기록 방법.

## 청구항 23.

제22항에 있어서, 자극이 열, 압력, 진동 및 빛으로부터 하나 이상 선택되는 잉크젯 기록 방법.

## 청구항 24.

제1항 내지 제15항 중 어느 한 항에 따른 기록용 잉크를 이용하여 기록용 매질 상에 형성된 화상을 포함하는 잉크 기록물.

### 명세서

#### 기술분야

본 발명은 기록용 잉크 및 기록용 잉크를 이용하는 잉크 카트리지, 잉크 기록물, 잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법에 관한 것이다.

#### 배경기술

종래부터 잉크젯 기록을 위한 잉크의 착색제로서 염료가 이용되어 왔다. 그러나, 염료 잉크는 내후성 및 내수성이 떨어진다는 결점을 가져서 보통지(plain paper) 상에 번짐(blotting)이 쉽게 발생한다. 이러한 결점을 극복하기 위해, 착색제로서 안료를 이용하는 안료 잉크가 제안되어 왔다. 이 안료 잉크는 탁월한 내수성 및 내후성을 가지고, 도련(bleed)이 덜한 화상 기록을 가능케 하지만, 고정이 떨어지는 문제가 있다.

따라서, 다양한 수지를 첨가함으로써 고정의 개선을 시도해 왔다. 예를 들어, 안료 잉크에 열가소성 수지 유제를 첨가함으로써 도련이 덜한 화상을 기록하는 방법이 제안된다(특허문헌 1 참조). 그러나 이 제안에서는 가열에 의한 건조가 수행되기 때문에 장치가 복잡하고 전기를 과소비하는 결점이 있다.

더 나아가, 알콕시실릴기를 함유하는 아크릴 실리콘 수지 미립자를 이용하는 잉크 조성물(특허문헌 2 참조) 및 가수 분해성 실릴기와 아민 이미드기를 갖는 반응성 수지 유제(특허문헌 3 참조)로 구성되는 코팅제가 제안된다. 그러나 이들 제안은 고정 및 보존성의 개선을 고려하지 않아, 이를 실용적 이용에 부적합하게 한다.

더 나아가, 특허문헌 4는 염의 형태로 존재하는 특정 반응성 실릴기를 갖는 비닐 단량체, 상기 언급한 것과 다른 반응성 실릴기를 갖는 또다른 비닐 단량체 및 이 단량체들과 공중합 가능한 다른 비닐 단량체의 유제 공중합 반응의 결과로 가수 분해성 실릴기가 안정하게 존재하면서 중합체 유제를 생성하는 방법을 제안한다.

그러나, 이 제안에서는 가수 분해성 실릴기가 잔존하는 수지 미립자가 잉크와 반응하여 잉크의 장기간 보존성이 감소하는 결점이 있다.

더 나아가, 특허문헌 5는 라디칼 반응성 유제의 존재 하에서 에틸렌 불포화 단량체의 라디칼 중합 반응에 의해 형성되는 유제 수지 및 안료가 수성 매질 내에서 분산되는 기록용 액체를 제안한다. 그러나, 이 제안에는 유제 수지 내 알콕시실릴기의 잔존 여부에 관해서 어떠한 개시 또는 시사도 없고, 유제 수지, 글리세린 및 물의 분산에 대한 잔류물 고정 테스트(left

standing test)를 실시하였을지라도, 유제 수지, 글리세린 및 물을 함유하는 조성물의 높은 표면 장력에 의해, 기록용 매질에 대한 투과성이 떨어진다. 더욱이, 인쇄 후 잉크가 기록용 매질 상에 쉽게 축적되기 때문에 수지 성분을 함유하는 잉크의 투과성이 떨어지는 경향이 있다. 열등한 투과성을 갖는 잉크를 이용하여 고속 인쇄 또는 고속 양면 인쇄를 수행한다면, 기록용 매질을 이송하는 목적의 회전자가 인쇄 직후 인쇄 영역을 문지르게 되고, 얼룩이 발생한다.

더 나아가, 특허문헌 6은 중합체적 단량체가 유제-중합되고 오가노실록산 화합물이 얻어진 중합체 입자로 흡수되고 그리고 축합이 발생하는 방법을 제안한다. 이 제안에서, 입자는 스스로 탁월한 내구성을 가지는 막을 형성한다. 그러나, 탁월한 내마모성 및 내표지성(marker resistance)을 부여하고, 안료를 고정하기 위해 안료를 함유하는 잉크에 수지 미립자의 대량 첨가가 필요하게 된다. 그러나, 대량의 수지를 함유하는 잉크에는, 인쇄 시 잉크 방울의 왕곡(枉曲) 또는 무배출의 용이한 발생과 함께 잉크를 배출하는 노즐 주변에서 잉크가 건조하는 문제가 있다.

따라서, 기록용 매질로 급격하게 침투하여 코팅을 형성하고, 그리고 고속 인쇄 또는 양면 인쇄 시 얼룩을 절대 발생시키지 않고, 내표지성이 탁월하고, 도련이 덜한 고품질 화상 기록을 가능케 하는 탁월한 배출 안정성 및 보존 안정성을 갖는 기록용 잉크가 아직 제공되지 않고 있는바, 현실에서는 잉크의 신속한 발전이 희망된다.

특허문헌 1 일본 특허 출원 공개(JP-A) 제9-176533호

특허문헌 2 일본 특허(JP-B) 제3011087호

특허문헌 3 일본 특허 출원 공개(JP-A) 제5-25354호

특허문헌 4 일본 특허 출원 공개(JP-A) 제6-157861호

특허문헌 5 일본 특허 출원 공개(JP-A) 제2002-294105호

특허문헌 6 일본 특허 출원 공개(JP-A) 제7-278480호

## 발명의 상세한 설명

### 발명의 개시

본 발명의 목적은 기록용 매질로 급격하게 침투하여 막을 형성하고, 그리고 고속 인쇄 또는 양면 인쇄 시 얼룩을 발생시키지 않고, 그리고 내표지성이 탁월하고, 그리고 도련이 덜한 고품질 화상 기록을 가능케 하는 탁월한 배출 안정성 및 보존 안정성을 갖는 기록용 잉크를 제공하고; 그리고 이 기록용 잉크를 이용하는 잉크 카트리지, 잉크 기록물, 잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법을 제공하는 것이다.

상기 언급된 문제를 해결하기 위한 목적으로 본 출원의 발명자에 의해 부지런히 반복 시험한 결과로서, 내마모성 및 내표지성을 개선하기 위해 적어도 물, 착색제, 수지 미립자 및 침투제를 함유하는 기록용 잉크에서, 기록용 매질로의 침투 및 착색제의 고정 후 강한 막을 형성할 수 있는 수지에 대해 임의의 가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지가 가장 적합함이 발견되었다.

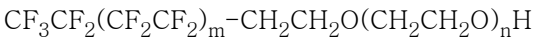
더 나아가, 7 내지 11개의 탄소를 가지는 다이올 화합물을 이용하는 수지 성분의 함유로 인해 기록용 매질로의 투과성이 탁월하고, 고 화소 밀도가 유지되고, 화상 도련이 발생하지 않는 잉크가 구현됨이 발견되었다.

본 발명의 기록용 잉크는 적어도 물, 착색제, 수지 미립자, 수용성 유기 용매 및 침투제를 포함하고; 침투제는 7 내지 11개의 탄소를 가지는 다이올 화합물이고; 그리고 수지 미립자는 가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지이다.

한 측면에서, 본 발명의 기록용 잉크는 다음과 같다: 부피 평균 입자 직경은 10 nm 내지 300 nm이고; 기록용 잉크 내 실리콘 변성 아크릴 수지로부터 유래하는 실리콘(Si) 양은 50 ppm 내지 400 ppm이고; 수지 미립자의 최소 막 형성 온도(MFT)는 20°C 이하이고; 수용성 유기 용매는 글리세린, 에틸렌 글리콜, 다이에틸렌 글리콜, 트라이에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜, 다이프로필렌 글리콜, 트라이프로필렌 글리콜, 1,3-부탄다이올, 2,3-부탄다이올, 1,4-부탄다이올, 3-메틸-1,3-부탄다이올, 1,5-펜탄다이올, 테트라에틸렌 글리콜, 1,6-헥산다이올, 2-메틸-2,4-펜탄다이올, 폴리에틸렌 글리콜,

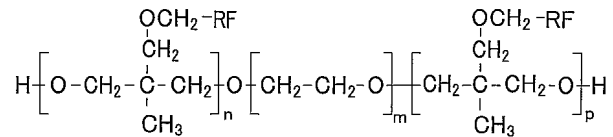
1,2,4-부탄트라이올, 1,2,6-헥산트라이올, 티오다이글리콜, 2-피롤리돈, N-메틸-2-피롤리돈 및 N-하이드록시에틸-2-피롤리돈으로부터 하나 이상 선택되고; 착색제가 안료, 염료 및 착색 미립자 중 하나 이상이고; 안료는 표면에 하나 이상의 친수성기를 가지고, 그리고 분산제의 부존재 하에서 수분산성 및 수용성 중 하나 이상이고; 안료 1 질량부에 대해 가수분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 0.05 질량부 내지 1.2 질량부를 첨가하고; 비이온성 계면활성제를 포함하고, 그리고 비이온성 계면활성제는 아세틸렌 글리콜 계면활성제, 폴리옥시에틸렌 알킬 에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬페닐 에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬 에스테르 및 폴리옥시에틸렌 소르비탄 지방산 에스테르로부터 하나 이상 선택되고; 불소계(fluorochemical) 계면활성제를 포함하고, 그리고 불소계 계면활성제는 하기 구조식 (1), (2) 및 (3)으로부터 하나 이상 선택되고; 음이온성 계면활성제를 포함하고, 그리고 음이온성 계면활성제는 폴리옥시에틸렌 알킬 에테르 아세테이트 및 다이알킬 설포숙시네이트염으로부터 하나 이상 선택되고; 아미노프로판 다이올 화합물을 더 포함하고; 25°C에서 기록용 잉크의 점도는 7 mPa·sec. 내지 20 mPa·sec. 이고; 기록용 잉크의 고체 함량은 6 질량% 내지 20 질량% 이고; 시안 잉크, 마젠타 잉크, 옐로우 잉크 및 블랙 잉크로부터 하나 이상 선택된다.

[구조식 (1)]



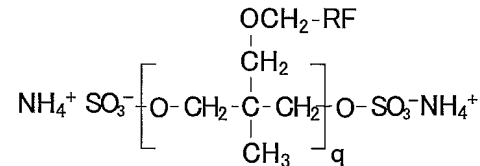
구조식 (1)에서, 'm'은 0 내지 10의 정수이고, 그리고 'n'은 1 내지 40의 정수이다.

[구조식 (2)]



구조식 (2)에서, 'Rf'는 CF<sub>3</sub> 또는 CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>이고, 'm'은 6 내지 25의 정수이고, 'n'은 1 내지 4의 정수이고, 그리고 'p'는 1 내지 4의 정수이다.

[구조식 (3)]



구조식 (3)에서, 'Rf'는 CF<sub>3</sub> 또는 CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>이고, 그리고 'q'는 1 내지 6의 정수이다.

본 발명의 잉크 카트리지는 기록용 잉크를 함유하는 용기를 포함하고, 그리고 기록용 잉크는 본 발명의 기록용 잉크이다.

본 발명의 잉크젯 기록 장치는 기록용 잉크에 자극(impulse)을 가함으로써 기록용 잉크 방울을 배출하여 화상을 형성하도록 구성된 잉크 방울 배출 유닛을 적어도 가지고, 그리고 기록용 잉크는 본 발명의 기록용 잉크이다.

이 측면에서, 자극은 열, 압력, 진동 및 광으로부터 하나 이상 선택되고; 잉크젯 기록 장치는 양면 인쇄를 가능하게 하기 위해 기록용 매질의 기록면을 반전시키도록 구성된 반전 유닛을 가지고; 잉크젯 기록 장치는 무단형 이송 벨트, 및 무단형 이송 벨트의 표면을 대전시킴으로써 기록용 매질을 이송하도록 구성된 이송 유닛을 가지고; 잉크젯 기록 장치가 기록용 헤드 상에 잉크를 공급하기 위한 서브탱크(subtank)를 포함하고, 그리고 잉크가 잉크 카트리지에서 서브탱크로 공급관을 통해 공급됨이 바람직하다.

본 발명의 잉크젯 기록 방법은 기록용 잉크에 자극을 가함으로써 잉크 방울을 배출하여 화상을 형성하는 기록용 잉크 방울 배출 단계를 포함하고, 그리고 기록용 잉크는 본 발명의 기록용 잉크이다.

본 발명의 잉크 기록물은 기록용 잉크를 이용하여 기록용 매질 상에 형성된 화상을 가지고, 그리고 기록용 잉크는 본 발명의 기록용 잉크이다.

### 실시예

본 발명의 실시예를 이하 기술한다. 그러나, 본 발명이 이 실시예에 제한되는 것은 아니다. 달리 나타내지 않는다면, 모든 퍼센트 및 부는 질량에 관한 것이다.

#### (제조예 1)

- 표면-처리된 카본 블랙 안료 분산물의 제조 -

TAB 비표면적이  $150 \text{ m}^2/\text{g}$ 이고, DBP 오일 흡착이  $100 \text{ ml}/100 \text{ g}$ 인 곳에서, 카본 블랙 90 g을 2.5 N 황산 나트륨 용액 3,000 ml에 첨가하였고,  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ , 300 rpm에서 교반하여, 10시간에 걸친 반응으로 산화시켰다. 상기 반응 액체를 여과하였고; 여과된 카본 블랙을 수산화 나트륨 용액으로써 중화하였고; 그리고 초여과를 수행하였다. 얻은 카본 블랙을 물로써 린스하여 건조하고, 정제수에서 분산시켜 안료 농도 20 질량%를 형성하였고, 이로써 표면-처리된 카본 블랙 안료 분산물을 제조하였다.

#### (제조예 2)

- 표면-처리된 옐로우 안료 분산물의 제조 -

C.I. 안료 옐로우 128을 저온에서 플라즈마-처리하고 카복실기가 도입된 옐로우 생성하였다. 옐로우 안료를 탈이온수에 분산시킨 액체를 탈미네랄화하였고, 초여과기로서 농축하여 안료 농도 15 질량%의 옐로우 안료 분산물을 제조하였다.

#### (제조예 3)

- 표면-처리된 마젠타 안료의 제조 -

C.I. 안료 옐로우 128을 C.I. 안료 레드 122로 대체한 것을 제외하고는 카복실기가 도입된 마젠타 안료를 제조예 2와 유사하게 제조하였다.

얻은 표면-처리된 마젠타 안료를 교반하면서 수성 용매 내에서 용이하게 분산시켰다.

#### (제조예 4)

- 표면-처리된 시안 안료의 제조 -

C.I. 안료 옐로우 128을 C.I. 안료 시안 15:3으로 대체한 것을 제외하고는 카복실기가 도입된 시안 안료를 제조예 2와 유사하게 제조하였다.

얻은 표면-처리된 시안 안료를 교반하면서 수성 용매 내에서 용이하게 분산시켰다.

#### (합성예 1)

- 중합체 분산물의 합성 -

먼저, 기계식 교반기, 온도계, 질소 가스 주입관, 환류관 및 적하 깔때기를 구비한 1L 플라스크의 내부를 질소 가스로 충분히 치환하였다(purge). 스티렌 11.2 g, 아크릴산 2.8 g, 라우릴 메타크릴레이트 12.0 g, 폴리에틸렌 글리콜 메타크릴레이트 4.0 g, 스티렌 매크로머(macromer)(Toagosei Co., Ltd. 제조, 상품명: AS-6) 4.0 g 및 머캅토에탄올 0.4 g을 도입하여  $65^\circ\text{C}$ 로 가열하였다. 그 다음, 스티렌 100.8 g, 아크릴산 25.2 g, 라우릴 메타크릴레이트 108.0 g, 폴리에틸렌 글리콜메타크릴레이트 36.0 g, 하이드록시에틸메타크릴레이트 60.0 g, 스티렌 매크로머(Toagosei Co., Ltd. 제조, 상품명: AS-6)



36.0 g, 머캅토에탄올 3.6 g, 아조비스다이메틸발레로나이트릴 2.4 g 및 메틸 에틸 케톤 18 g의 혼합 용액을 2.5시간에 걸쳐 상기 플라스크에 적정하였다. 적정을 완료한 후, 아조비스 다이메틸발레로나이트릴 0.8 g 및 메틸 에틸 케톤 18 g의 혼합 용액을 0.5시간에 걸쳐 플라스크에 적정하였다. 65 °C에서 1시간 동안 숙성시킨 후, 아조비스 다이메틸발레로나이트릴 0.8 g을 첨가하여, 생성물을 1시간 동안 더 숙성시켰다. 반응이 완료된 후, 메틸 에틸 케톤 364 g을 첨가하였고, 50 질량%의 중합체 용액 800 g을 얻었다.

(제조예 5)

- 프탈로시아닌 안료를 함유하는 중합체 미립자 분산물의 제조 -

합성예 1의 중합체 용액 28 g을 준비한 후, 프탈로시아닌안료 26 g, 1 mol/L 수산화 칼륨 용액 13.6 g, 메틸 에틸 케톤 20 g 및 탈이온수 30 g을 충분히 교반하고, 3개의 롤 밀을 이용하여 혼합하였다.

얇은 페이스트를 탈이온수 200 g에 첨가하여, 충분히 교반한 후, 메틸 에틸 케톤 및 물을 증발기를 이용하여 증발시키고, 시안 중합체 미립자 분산물을 제조하였다.

(제조예 6)

- 다이메틸 퀴나크리돈 안료를 함유하는 중합체 미립자 분산물의 제조 -

프탈로시아닌 안료를 C.I. 안료 레드 122로 대체한 것을 제외하고는 마젠타 중합체 미립자 분산물을 제조예 5와 유사하게 제조하였다.

(제조예 7)

- 모노아조 옐로우 안료를 함유하는 중합체 미립자 분산물의 제조 -

프탈로시아닌 안료를 안료 C.I. 안료 옐로우 74로 대체한 것을 제외하고는 옐로우 중합체 미립자 분산물을 제조예 5와 유사하게 제조하였다.

(제조예 8)

- 카본 블랙 안료를 함유하는 중합체 미립자 분산물의 제조 -

프탈로시아닌안료를 카본 블랙으로 대체한 것을 제외하고는 블랙 중합체 미립자 분산물을 제조예 5와 유사하게 제조하였다.

(합성예 2)

- 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 합성 -

먼저, 기계식 교반기, 온도계, 질소 가스 주입관, 환류관 및 적하 깔때기를 구비한 플라스크의 내부를 질소 가스로써 충분히 치환하였다. 그리고 나서, Aqualon RN-20(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조) 10 g, 과황산 칼륨 1 g 및 정제수 286 g를 도입하고, 65 °C로 가열하였다. 그 다음, 메틸 메타크릴레이트 150 g, 아크릴산-2-에틸헥실 100 g, 아크릴산 20 g, 비닐트라이에톡시실란 20 g, Aqualon RN-20(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조) 10 g, 과황산 칼륨 4 g 및 정제수 398.3 g의 혼합 용액을 2.5시간에 걸쳐 플라스크 내로 적정하였다. 80 °C에서 추가 3시간 동안의 가열 및 숙성 후, 생성물을 냉각시키고, pH를 수산화 칼륨으로써 pH를 7 내지 8로 조정하였다.

얻은 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 <sup>29</sup>Si-NMR 피크를 원료의 <sup>29</sup>Si-NMR 피크와 비교하여, 가수 분해성 실릴기에 의한 피크의 소멸에 의해, 반응성 실릴기의 부존재를 확인하였다.

<<sup>29</sup>Si-NMR의 측정 조건>

장비: NMR(고체 측정)

SR-MAS(Sweat Resin-Magic Angle Spinning)

-  $^{29}\text{Si}$ -NMR 측정을 실시하였다.

시험관: 산화지르코늄으로 제조

마개: 다이프론(Daifron)으로 제조

입자 직경 분석기(NIKKISO Co., Ltd. 제조의 Microtrac UPA)로 측정한, 얻은 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 부피 평균 입자 직경(D50 %)은 130 nm였다. 또한, 막 형성 온도계에 의해 측정된 최소 막 형성 온도(MFT)는 0 °C였다.

(합성예 3)

- 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 합성 -

먼저, 기계식 교반기, 온도계, 질소 가스 주입관, 환류관 및 적하 깔때기를 구비한 플라스크의 내부를 질소 가스로써 충분히 치환하였다. 그리고 나서, Aqualon RN-20(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조) 10 g, 과황산 칼륨 1 g 및 정제수 286 g을 도입하고 65 °C로 가열하였다. 그 다음, 메틸 메타크릴레이트 150 g, 아크릴산-2-에틸헥실 100 g, 아크릴산 20 g, 헥실트라이메톡시실란 40 g, Aqualon RN-20(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조) 10 g, 과황산 칼륨 4 g 및 정제수 398.3 g의 혼합 용액을 3시간에 걸쳐 플라스크 내로 적정하였다. 추가 3시간 동안 80°C에서 가열에 의한 숙성 후, 생성물을 냉각시키고, 그리고 수산화 칼륨으로써 pH를 7 내지 8로 조정하였다.

얻은 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자에 관해서는, 합성예 2와 같이,  $^{29}\text{Si}$ -NMR의 피크를 원료의  $^{29}\text{Si}$ -NMR 피크와 비교하여, 가수 분해성 실릴기의 피크의 소멸에 의해, 반응성 실릴기의 부존재를 확인하였다.

입자 직경 분석기(NIKKISO Co., Ltd. 제조의 Microtrac UPA)로써 측정한, 얻은 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 부피 평균 입자 직경(D50 %)은 148 nm였다. 또한, 막 형성 온도계로 측정된 최소 막 형성 온도(MFT)는 0 °C였다.

(합성예 4)

- 반응성 실릴기를 함유하는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 합성 -

일본 특허 출원 공개(JP-A) 제6-157861호에 기술된 실시예를 재확인하기 위해, 반응성 실릴기를 함유하는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자를 합성하였다.

먼저, 기계식 교반기, 온도계, 질소 가스 주입관, 환류관 및 적하 깔때기를 구비한 플라스크의 내부를 질소 가스로 충분히 치환하였다. 그리고 나서, 정제수 100 g, 나트륨 도데실 벤젠설포네이트 3 g 및 폴리에틸렌 글리콜 노닐페닐에테르 1 g을 도입하였다; 과황산 암모늄 1 g 및 아황산수소 나트륨 0.2 g을 첨가하였다; 그리고 온도를 60 °C로 증가시켰다. 그 다음, 부틸 아크릴레이트 30 g, 메틸 메타크릴레이트 40 g, 부틸 메타크릴레이트 19 g, 비닐실란 트라이올 칼륨 염 10 g 및 3-메타크릴옥시 프로필메틸다이메톡시실란 1 g을 3시간에 걸쳐 플라스크 내로 적정하였다. 이 시점에서 중합 반응 액체를 암모늄 용액으로 pH 7로 조정하였고, 중합을 수행하였다.

얻은 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자에 관해서는, 합성예 2와 같이,  $^{29}\text{Si}$ -NMR의 피크를 원료의  $^{29}\text{Si}$ -NMR 피크와 비교하여, 가수 분해성 실릴기의 피크의 소멸에 의해, 반응성 실릴기의 부존재를 확인하였다.

입자 직경 분석기(NIKKISO Co., Ltd. 제조의 Microtrac UPA)로써 측정한, 얻은 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 부피 평균 입자 직경(D50 %)은 160 nm였다. 또한, 막 형성 온도계로 측정된 최소 막 형성 온도(MFT)는 0 °C였다.

## (합성예 5)

- 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 합성 -

먼저, 기계식 교반기, 온도계, 질소 가스 주입관, 환류관 및 적하 깔때기를 구비한 플라스크의 내부를 질소 가스로 충분히 치환하였다. 그리고 나서, Aqualon RN-20(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조) 10 g, 과황산 칼륨 1 g 및 정제수 286 g을 도입하고 65 °C로 가열하였다. 그 다음, 메틸 메타크릴레이트 150 g, 아크릴산-2-에틸헥실 100 g, 아크릴산 20 g, 헥실트라이메톡시실란 40 g, Aqualon RN-20(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조) 10 g, 과황산 칼륨 4 g 및 정제수 398.3 g의 혼합 용액을 3시간에 걸쳐 플라스크 내로 적정하였다. 80 °C에서 추가 3시간 동안 가열에 의한 숙성 후, 생성물을 냉각시키고, 수산화 칼륨으로써 pH를 7 내지 8로 조정하였다.

얻은 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자에 관해서는, 합성예 2와 같이,  $^{29}\text{Si}$ -NMR의 피크를 원료의  $^{29}\text{Si}$ -NMR 피크와 비교하여, 가수 분해성 실릴기의 피크의 출현에 의해, 반응성 실릴기의 존재를 확인하였다.

입자 직경 분석기(NIKKISO Co., Ltd. 제조의 Microtrac UPA)로써 측정된 얻은 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 부피 평균 입자 직경(D50 %)은 310 nm였다. 또한, 막 형성 온도계로 측정된 최소 막 형성 온도(MFT)는 0 °C였다.

## (합성예 6)

- 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 합성 -

먼저, 기계식 교반기, 온도계, 질소 가스 주입관, 환류관 및 적하 깔때기를 구비한 플라스크의 내부를 질소 가스로 충분히 치환하였다. 그리고 나서, Aqualon RN-20(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조) 30 g, 과황산 칼륨 1 g 및 정제수 286 g을 도입하고 65 °C로 가열하였다. 그 다음, 메틸 메타크릴레이트 150 g, 아크릴산-2-에틸헥실 100 g, 아크릴산 20 g, 비닐트라이에톡시실란 20 g, Aqualon RN-20(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조) 30 g, 과황산 칼륨 4 g 및 정제수 400 g의 혼합 용액을 2.5시간에 걸쳐 플라스크 내로 적정하였다. 80 °C에서 추가 3시간 동안 가열에 의한 숙성 후, 생성물을 냉각시키고, 수산화 칼륨으로써 pH를 7 내지 8로 조정하였다.

얻은 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자에 관해서는, 합성예 2와 같이,  $^{29}\text{Si}$ -NMR의 피크를 원료의  $^{29}\text{Si}$ -NMR 피크와 비교하여, 가수 분해성 실릴기의 피크의 소멸에 의해, 반응성 실릴기의 부존재를 확인하였다.

입자 직경 분석기(NIKKISO Co., Ltd. 제조의 Microtrac UPA)로써 측정된 얻은 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 부피 평균 입자 직경(D50 %)은 48 nm였다. 또한, 막 형성 온도계로 측정된 최소 막 형성 온도(MFT)는 0 °C였다.

## (합성예 7)

- 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 합성 -

먼저, 기계식 교반기, 온도계, 질소 가스 주입관, 환류관 및 적하 깔때기를 구비한 플라스크의 내부를 질소 가스로 충분히 치환하였다. 그리고 나서, Aqualon RN-20(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조) 130 g, 과황산 칼륨 1 g 및 정제수 286 g을 도입하고 65 °C로 가열하였다. 그 다음, 메틸 메타크릴레이트 150 g, 아크릴산-2-에틸헥실 100 g, 아크릴산 20 g, 비닐트라이에톡시실란 20 g, Aqualon RN-20(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 제조) 30 g, 과황산 칼륨 4 g 및 정제수 400 g의 혼합 용액을 2.5시간에 걸쳐 플라스크 내로 적정하였다. 80 °C에서 추가 3시간 동안 가열에 의한 숙성 후, 생성물을 냉각시키고, 수산화칼륨으로써 pH를 7 내지 8로 조정하였다.

얻은 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자에 관해서는, 합성예 2와 같이,  $^{29}\text{Si}$ -NMR의 피크를 원료의  $^{29}\text{Si}$ -NMR 피크와 비교하여, 가수 분해성 실릴기의 피크의 소멸에 의해, 반응성 실릴기의 부존재를 확인하였다.

입자 직경 분석기(NIKKISO Co., Ltd. 제조의 Microtrac UPA)로써 측정된, 얻은 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 부피 평균 입자 직경(D50 %)은 10 nm였다. 또한, 막 형성 온도계로 측정된 최소 막 형성 온도(MFT)는 0 °C였다.

(실시예 1)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8 μm의 막 필터(membrane filter)로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 10.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자... 5.0 질량%(고체)
- 디에틸렌 글리콜 ... 18.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0질량%
- 2-피롤리돈 ... 2.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올... 2.0 질량%
- 탈이온수... 56.0 질량%

(실시예 2)

- 옐로우 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8 μm의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 2의 옐로우 안료 분산물 ... 6.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자... 5.0 질량%(고체)
- 1,5-펜탄다이올... 20.0 질량%
- 글리세린 ... 5.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2-에틸-1,3-헥산다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수... 61.0 질량%

(실시예 3)

- 마젠타 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 3의 마젠타 안료 분산물 ... 7.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자... 3.0 질량%(고체)
- 1,3-부탄다이올... 18.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- N-메틸-2-피롤리돈 ... 3.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 60.0 질량%

(실시예 4)

- 시안 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 4의 시안 안료 분산물 ... 6.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자... 5.0 질량%(고체)
- 1,5-펜탄다이올... 20.0 질량%
- 글리세린 ... 5.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2-에틸-1,3-헥산다이올... 2.0 질량%
- 탈이온수... 61.0 질량%

(실시예 5)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 8의 카본 블랙 안료 중합체 분산물 ... 10.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자... 2.0 질량%(고체)
- 1,6-헥산다이올... 15.0 질량%
- 글리세린 ... 7.0 질량%
- 2-피롤리돈 ... 2.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수... 61.0 질량%

(실시예 6)

- 시안 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 5의 시안 안료 분산물... 7.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 3.0 질량%(고체)
- 1,5-펜탄다이올... 16.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- N-메틸-2-피롤리돈 ... 5.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 2.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수... 59.0 질량%

(실시예 7)

- 마젠타 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 6의 마젠타 안료 중합체 분산물 ... 6.0 질량%(고체)

- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자... 3.0 질량%(고체)
- 1,3-부탄다이올... 20.0 질량%
- 글리세린 ... 5.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 2.0 질량%
- 2-에틸-1,3-헥산다이올 ... 3.0 질량%
- 탈이온수 ... 61.0 질량%

(실시예 8)

- 옐로우 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 7의 옐로우 안료 중합체 분산물 ... 5.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자... 2.0 질량%(고체)
- 1,5-펜탄다이올... 20.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- N-메틸-2-피롤리돈 ... 3.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 2.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ...60.0 질량%

(실시예 9)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 10.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자... 10.0 질량%(고체)
- 디에틸렌 글리콜 ... 16.0 질량%
- 글리세린 ... 8.0 질량%

- 2-피롤리돈 ... 2.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 2.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 1.0 질량%
- 탈이온수 ... 51.0 질량%

(실시예 10)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 8.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자... 4.0 질량%(고체)
- 3-메틸-1,3-부탄다이올 ... 16.0 질량%
- 글리세린 ... 8.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 2.0 질량%
- 2-에틸-1,3-헥산다이올 ... 1.0 질량%
- 1-아미노-2,3-프로판다이올 ... 0.5 질량%
- 탈이온수 ... 60.5 질량%

(실시예 11)

- 옐로우 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 2의 옐로우 안료 분산물... 6.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 1.0 질량%(고체)
- 1,6-헥산다이올... 21.0 질량%
- 2-피롤리돈 ... 2.0 질량%
- 글리세린 ... 7.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%



- 2-에틸-1,3-헥산다이올... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 60.0 질량%

(실시예 12)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 13.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자... 8.0 질량%(고체)
- 디에틸렌 글리콜 ... 14.0 질량%
- 글리세린 ... 7.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2-에틸-1,3-헥산다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 55.0 질량%

(실시예 13)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 10.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 0.5 질량%(고체)
- 3-메틸-1,3-부탄다이올 ... 16.0 질량%
- 글리세린 ... 5.0 질량%
- 계면 활성제 (Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2-에틸-1,3-헥산다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 65.5 질량%

(실시예 14)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 10.0 질량%(고체)
- 합성예 3의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 8.0 질량%(고체)
- 1,3-부탄다이올 ... 18.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 55.0 질량%

(실시예 15)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물 ... 10.0 질량%(고체)
- 합성예 5의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 8.0 질량%(고체)
- 1,3-부탄다이올 ... 18.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 55.0 질량%

(실시예 16)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 10.0 질량%(고체)

- 합성예 6의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 5.0 질량%(고체)
- 1,6-헥산다이올 ... 18.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- 2-피롤리돈 ... 2.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 56.0 질량%

(실시예 17)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 10.0 질량%(고체)
- 합성예 7의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립 ... 5.0 질량%(고체)
- 1,6-헥산다이올 ... 18.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- 2-피롤리돈 ... 2.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 56.0 질량%

(실시예 18)

- 시안 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 4의 시안 안료 중합체 분산물 ... 6.0 질량% (고체)
- Aquabrid Asi 91(Daicel Chemical Industries, Ltd. 제조, 실리콘 변성 아크릴 수지: MFT = 25 °C) ... 4.0 질량%(고체)
- 1,6-헥산다이올 ... 20.0 질량%

- 글리세린 ... 5.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2-에틸-1,3-헥산다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 62.0 질량%

(실시예 19)

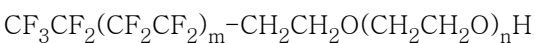
- 시안 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 4의 시안 안료 중합체 분산물제 ... 6.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 4.0 질량%(고체)
- 1,3-부탄다이올... 19.5 질량%
- 글리세린 ... 6.5 질량%
- 하기 구조식 (1)을 갖는 불소계 계면 활성제 ... 1.0 질량%
- 2-에틸-1,3-헥산다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 61.0 질량%

[구조식 (1)]



구조식 (1)에서, 'm'은 2이고, 그리고 'n'은 10이다.

(실시예 20)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

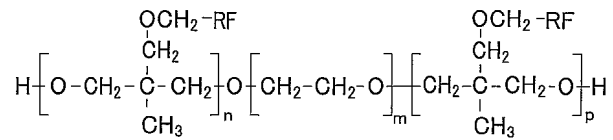
하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 8.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 6.0 질량%(고체)
- 1,3-부탄다이올... 18.0 질량%

- 글리세린 ... 6.0 질량%
- 하기 구조식 (2)를 갖는 불소계 계면 활성제 ... 1.0 질량%
- 2-에틸-1,3-헥산다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 59.0 질량%

[구조식 (2)]



구조식 (2)에서, 'Rf'는 CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>이고, 'm'은 21이고, 'n'은 4이고, 그리고 'p'는 4이다.

(실시예 21)

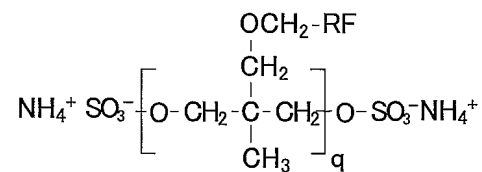
- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8 μm의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 8의 카본 블랙 안료 분산물 ... 9.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 2.0 질량%(고체)
- 1,6-헥산다이올... 16.0 질량%
- 2-피롤리돈 ... 2.0 질량%
- 글리세린 ... 7.0 질량%
- 하기 구조식 (3)을 갖는 불소계 계면 활성제 ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸- 1,3-헥산다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 61.0 질량%

[구조식 (3)]



구조식 (3)에서, 'Rf'는 CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>이고, 'q'는 6이다.

(비교예 1)

- 마젠타 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 3의 마젠타 안료 분산물 ... 6.0 질량%(고체)
- 1,6-헥산다이올... 20.0 질량%
- 글리세린 ... 5.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2-에틸-1,3-헥산다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 60.0 질량%

(비교예 2)

- 시안 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 4의 시안 안료 분산물 ... 6.0 질량%(고체)
- 합성예 4의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 3.0 질량%(고체)
- 1,5-펜탄다이올 ... 20.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 62.0 질량%

(비교예 3)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 10.0 질량%(고체)
- Aquabrid 4720(Daice1 Chemical Industries, Ltd. 제조, 아크릴 수지: MFT = 50 °C) ... 4.0 질량%(고체)
- 1,3-부탄다이올... 18.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 59.0 질량%

(비교예 4)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 10.0 질량%(고체)
- PESRESIN A210(Takamatsu Oil & Fat Co., Ltd. 제조, 폴리에스테르 수지, MFT = 20 °C 이하) ... 4.0 질량%(고체)
- 1,3-부탄다이올 ... 18.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 59.0 질량%

(비교예 5)

- 시안 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 4의 시안 안료 분산물 ... 6.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 3.0 질량%(고체)
- 1,5-펜탄다이올... 20.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%

- 계면 활성제(Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 Softanol EP7025) ... 1.0 질량%
- 탈이온수 ... 64.0 질량%

(비교예 6)

- 블랙 안료 잉크의 생성 -

하기 조성의 잉크 조성물을 제조하였고, 그리고 10 질량%의 수산화 리튬 용액으로써 pH를 9로 조정하였다. 이어서, 잉크 조성물을 평균 구경 0.8  $\mu\text{m}$ 의 막 필터로써 여과하였고, 이로써 잉크가 생성되었다.

<잉크 조성물>

- 제조예 1의 카본 블랙 안료 분산물... 8.0 질량%(고체)
- 합성예 2의 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 ... 5.0 질량%(고체)
- 1,3-부탄다이올 ... 18.0 질량%
- 글리세린 ... 6.0 질량%
- 계면 활성제 (Nippon Shokubai Co., Ltd. 제조의 소포타롤 EP7025) ... 1.0 질량%
- 3,3-다이메틸-1,2-부탄다이올 ... 2.0 질량%
- 탈이온수 ... 60.0 질량%

실시에 1 내지 21 및 비교예 1 내지 6의 잉크에 대해 하기의 다양한 평가를 수행하였다. 이 결과를 표 1 내지 표 3에 나타낸다.

<잉크 점도>

각 기록용 잉크의 잉크 점도를 25°C에서 R 유형 점도계(Toki Sangyo Co., Ltd. 제조)를 이용하여 측정하였다.

<기록용 잉크 내 실리콘(Si)의 함량>

각 기록용 잉크의 실리콘(Si)의 함량을 고주파 유도 플라즈마 방출 분광기를 이용하여 측정하였다.

<잉크의 부피 평균 입자 직경>

각 기록용 잉크의 부피 평균 입자 직경(D50 %)을 입자 직경 분석기(NIKKISO Co., Ltd. 제조의 Microtrac UPA)를 이용하여 측정하였다.

<화상의 선명도>

실시에 1 내지 21 및 비교예 1 내지 6의 잉크를 도 3 내지 도 5에 도시한 잉크젯 프린터에 각각 채우고, 600 dpi의 해상도를 갖는 유형 6200 용지(NBS Ricoh Co., Ltd. 제조)에 인쇄하였다. 인쇄된 화상을 건조한 후, 두 가지 색이 겹쳐져 경계 번짐(도런(bleed)) 및 화상 번짐(페더링(feathering))을 가시적으로 관찰하고, 그리고 하기 기준에 따라 평가를 수행하였다. 또한, 화상 밀도를 반사형 분광측색 농도계(spectrophotometric colorimetry densitometer)(X-Rite, K.K. 제조)를 이용하여 측정하였다.

[평가 기준]



- A: 오류가 발생하지 않고, 화상가 명확하다.
- B: 가느다란 오류가 발생하였다.
- C: 오류가 발생하여, 글자의 윤곽이 명확하지 않다.

<고정성>

실시에 1 내지 21 및 비교예 1 내지 6의 잉크를 도 3 내지 도 5에 도시한 잉크젯 프린터에 각각 채우고, 600 dpi의 해상도를 갖는 유형 6200 용지(NBS Ricoh Co., Ltd. 제조)에 인쇄하였다. 인쇄된 화상을 건조한 후, 인쇄 부분을 면직물로써 10번 문질러, 면직물로의 안료의 이전 상태를 가시적으로 관찰하고, 하기 평가 기준에 따라 평가를 수행하였다.

[평가 기준]

- A: 면직물로의 안료의 이전이 관찰되지 않는다.
- B: 면직물로의 안료의 이전이 거의 관찰되지 않는다.
- C: 미세한 안료의 이전이 관찰된다.
- D: 안료가 명백하게 이전된다.

<내표지성>

실시에 1 내지 21 및 비교예 1 내지 6의 잉크를 도 3 내지 도 5에 도시한 잉크젯 프린터에 각각 채우고, 600 dpi의 해상도를 갖는 유형 6200 용지(NBS Ricoh Co., Ltd. 제조)에 인쇄하였다. 인쇄된 화상을 건조한 후, 인쇄 부분을 형광 표지(Mitsubishipencil Co., Ltd. 제조의 PROPUS2)로써 표시하여, 안료의 제거에 의해 발생하는 얼룩의 상태를 가시적으로 관찰하고, 하기 기준에 따라 평가를 수행하였다.

[평가 기준]

- A: 변색에 따른 얼룩이 관찰되지 않는다.
- B: 변색에 따른 얼룩이 거의 관찰되지 않는다.
- C: 미세한 얼룩이 관찰된다.
- D: 표지를 따라 얼룩이 퍼진다.

<잉크 배출성>

실시에 1 내지 21 및 비교예 1 내지 6의 잉크를 도 3 내지 도 5에 도시한 잉크젯 프린터에 각각 채우고, 600 dpi의 해상도를 갖는 유형 6200 용지(NBS Ricoh Co., Ltd. 제조)에 인쇄하고, 배출 이상(異常) 및 무배출의 상태를 하기 기준에 따라 평가하였다.

[평가 기준]

- A: 배출 이상 또는 무배출이 관찰되지 않는다.
- B: 배출 이상 또는 무배출이 거의 관찰되지 않는다.
- C: 배출 이상 및 무배출이 3개 이하의 노즐에서 관찰된다.

D: 배출 이상 및 무배출이 4개 이상의 노즐에서 관찰된다.

<잉크 보존성>

실시에 1 내지 21 및 비교예 1 내지 6의 잉크를 카트리지에 각각 채워 50 °C에서 3주 동안 보관하였다. 점도의 증가 또는 점착의 발생 여부를 하기 기준에 따라 평가하였다.

[평가 기준]

- A: 점도의 증가 또는 점착이 관찰되지 않는다.
- B: 점도의 증가 또는 점착이 거의 관찰되지 않는다.
- C: 미세한 점도의 증가가 관찰된다.
- D: 점도의 증가 및 점착이 현저하다.

<양면 인쇄 특성>

실시에 1 내지 21 및 비교예 1 내지 6의 잉크를 도 3 내지 도 5에 도시한 잉크젯 프린터에 각각 채우고, 600 dpi의 해상도를 갖는 유형 6200 용지(NBS Ricoh Co., Ltd. 제조)에 인쇄하였다. 한 면의 인쇄 완료 후 즉시 용지를 전용 유닛을 통해 반전시켜 다른 쪽 면을 인쇄하였다. 이 과정을 100 시트까지 연속적으로 수행하고, 시트 반전 시 스며들지 않은 잉크 문지름에 의한 시트 얼룩의 발생 및 반전 뒤 이송을 하기 기준에 따라 평가하였다.

[평가 기준]

- A: 반전 시 문지름에 의한 잉크 얼룩이 관찰되지 않는다.
- B: 반전 시 문지름에 의해 잉크가 고착된 종이의 수가 10 이하이다.
- C: 반전 시 문지름에 의해 잉크가 고착된 종이의 수가 11 이상이다.

**[표 1]**

번호	실시에									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
고체 함량 (질량%)	15	12	10	8	12	10	9	7	20	14
실리콘 함량 (ppm)	180	150	98	65	141	90	88	72	390	138
점도 (mPa · s)	8.1	8.42	7.65	7.33	8.39	8.6	7.41	8.21	11.76	8.25
부피 평균 입자 직경 (nm)	103.5	112.3	146.2	78.6	108.1	116.5	152.9	80.9	118.6	110.4
화상 밀도	1.36	1.05	0.95	0.82	1.29	1.07	0.93	0.84	1.38	1.36
페더링	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
도련	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
잉크 보존성	B	B	B	B	B	B	B	B	B	A
잉크 배출성	B	B	B	B	B	B	B	B	B	A
고정성	B	A	B	A	A	A	A	A	A	B
내표지성	B	A	B	A	A	A	A	A	A	B

양면 인쇄성	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
--------	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

실시예 10에서, 1-아미노-2,3-프로판다이올을 첨가에 의해, 다른 실시예와 비교하여 더 탁월한 잉크 보존성 및 잉크 배출성을 확인하였다.

[표 2]

번호	실시예					비교예				
	11	12	13	14	15	1	2	3	4	5
고체 함량 (질량%)	4	21	10.5	18	18	6	9	12	12	9
실리콘 함량 (ppm)	32	256	18	410	185	0	90	0	0	82
점도(mPa·s)	7.65	9.12	6.55	9.86	9.11	7.21	7.92	8.06	8.15	7.83
부피 평균 입자 직경 (nm)	85.6	118.9	101.6	105.5	180	143.7	113.2	111.4	108	116.8
화상 밀도	0.64	1.4	1.26	1.26	1.21	0.89	0.98	1.21	1.25	1.01
페더링	B	A	B	A	A	B	B	B	B	B
도련	B	A	B	A	A	B	B	B	B	B
잉크 보존성	B	C	B	C	C	B	D	C	C	B
잉크 배출성	B	C	B	C	C	B	D	C	C	C
고정성	C	A	C	B	B	D	C	C	C	C
내표지성	C	A	C	B	B	D	C	D	D	C
양면 인쇄성	A	A	A	A	A	A	A	A	A	C

[표 3]

번호	실시예						비교예
	16	17	18	19	20	21	
고체 함량 (질량%)	15	15	10	10	14	11	13
실리콘 함량 (ppm)	173	170	51	121	176	62	152
점도	15.6	18.0	8.6	8.48	8.53	8.41	7.40
부피 평균 입자 직경 (nm)	98.2	94.2	121.0	115.1	120.4	112.3	115.6
화상 밀도	1.19	1.13	0.90	0.96	1.4	1.38	1.25
페더링	A	A	A	A	A	A	B
도련	A	A	A	A	A	A	B
잉크 보존성	B	C	B	B	B	B	B
잉크 배출성	C	C	C	B	B	B	B
고정성	B	C	C	B	B	B	C
내표지성	B	C	C	B	B	B	D
양면 인쇄성	A	A	B	A	A	A	C

실시에 17에서, 합성에 7의 평균 입자 직경 10 nm의 반응성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자를 첨가하였기 때문에, 대량의 계면 활성제가 합성에 요구되고, 그리하여 대량의 계면 활성제가 형성된 잉크 코팅 내에서 함유될 것이다. 그 결과, 충분한 막 강도를 얻을 수 없고, 다른 실시예와 비교하여 고정성 및 내표지성이 열등하게 된다.

### 산업상 이용 가능성

본 발명의 기록용 잉크는 탁월한 배출 안정성 및 보존 안정성을 가지며, 기록용 매질로 급속하게 침투하여 코팅을 형성하고, 고속 인쇄 또는 양면 인쇄 시 얼룩을 발생하지 않을 것이고, 내표지성이 탁월하고, 도련이 덜한 고품질 화상 기록을 가능케 하며, 잉크 카트리지, 잉크 기록물, 잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법에 바람직하게 이용될 수 있다.

본 발명의 잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법은 잉크젯 기록 시스템 내 다양한 기록에 적용할 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법은 특히 바람직하게는 잉크젯 기록용 프린터, 팩스, 복사기 및 프린터/팩스/복사기 복합기에 적용될 수 있다

### 도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 잉크 카트리지의 일례를 도시한 개요도이다.

도 2는 도 1에 도시된 잉크 카트리지의 케이스(외곽)도 포함하는 예시적 개요도이다.

도 3은 잉크젯 기록 장치 내 잉크 카트리지 적재부의 덮개가 열린 상황에서의 예시적 사시도이다

도 4는 잉크젯 기록 장치의 전체 구조를 설명하는 예시적 개략 블록도이다.

도 5는 본 발명의 잉크젯 헤드의 일례를 도시한 확대 개요도이다.

도 6은 본 발명의 잉크젯 헤드의 일례를 도시한 확대 요소도이다.

도 7은 본 발명의 잉크젯 헤드의 일례를 도시한 주부의 확대 횡단면도이다.

### 본 발명을 실시하기 위한 최선의 양태

#### (기록용 잉크)

본 발명의 기록용 잉크는 물, 착색제, 수지 미립자, 수용성 유기 용매 및 침투제를 적어도 함유한다. 침투제는 7 내지 11개의 탄소를 갖는 다이올 화합물이다. 수지 미립자는 가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지로 구성되고; 그리고 필요한 경우 계면 활성제, 아미노프로판다이올 화합물 및 기타 성분(들)으로 구성된다.

수지 미립자로서, 가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지가 이용되고, 이는 유화제의 존재 하에서 아크릴 단량체 및 실란 화합물의 중합 반응에 의해 얻을 수 있다.

중합 반응으로서, 예를 들어, 라디칼 중합 반응, 유제 중합 반응, 분산 중합 반응, 씨드(seed) 중합 반응 및 현탁액 중합 반응이 제공된다.

아크릴 단량체의 예는 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 이의 예는 메틸 아크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 부틸 아크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 2-하이드록시에틸 아크릴레이트, 아크릴로일 모폴린 및 N,N'-다이메틸아미노에틸아크릴레이트와 같은 아크릴 에스테르 단량체; 메틸 메타크릴레이트, 에틸 메타크릴레이트, 부틸 메타크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 2-하이드록시에틸 메타크릴레이트, N,N'-다이메틸아미노에틸 메타크릴레이트와 같은 메타크릴 에스테르 단량체; N-메틸올아크릴아마이드 및 메톡시메틸아크릴아마이드와 같은 아마이드 아크릴레이트; 말레산, 푸마르산, 이타콘산, 아크릴산, 메타크릴산과 같은 카복실산-함유 단량체 등을 포함한다.

유화제는 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 유화제의 예는 알킬벤젠설포산과 이의 염, 다이알킬설포숙신 에스테르와 이의 염, 알킬나프탈렌설포산과 이의 염, 알킬나프탈렌설포산 염 포말린 축합체, 고급 지방산 염, 고급 지방산 에스테르 설포산 염, 에틸렌디아민 폴리옥시프로필렌-폴리옥시에틸렌 축합체, 소르비탄 지방산 에스테르와 이의 염, 방향족 및 지방족 인산 에스테르와 이의 염, 도데실벤젠설포네이트, 도데실설페이트, 라우릴설페이트, 다이알킬설포숙시네이트, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르설페이트, 폴리옥시에틸렌알킬프로페일페닐에테르설페이트, 알킬페닐에테르다이설포네이트, 폴리옥시에틸렌알킬포스페이트, 폴리옥시에틸렌알킬에테르아세테이트, 폴리옥시에틸렌 라놀린 알코올 에테르, 폴리옥시에틸렌 라놀린 지방산 에스테르, 라우릴알코올 에톡실레이트, 라우릴 에테르 설퍼릭 에스테르 염, 라우릴에테르인산 에스테르, 소르비탄 지방산 에스테르, 지방산 다이에탄올아마이드, 나프탈렌설포산 포말린 축합체 등을 포함한다. 이 염의 예는 나트륨, 암모늄 등을 포함한다.

불포화 이중 결합을 갖는 반응성 유화제가 유화제로서 이용될 수 있다. 반응성 유화제의 예는 상업적으로 입수 가능한 Adekalia soap SE, NE, PP(Asahi Denka 제조), LATEMUL S-180(Kao 제조), ELEMNOL JS-2, ELEMNOL RS-30 (Sanyo Kasei 제조) 및 Aquaron RN-20(Daiichi Kogyo Seiyaku 제조)를 포함한다.

실란 화합물은 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 실란 화합물의 예는 테트라메톡시실란, 메틸트라이메톡시실란, 다이메틸다이메톡시실란, 페닐트라이메톡시실란, 다이페닐다이메톡시실란, 테트라에톡시실란, 메틸트라이에톡시실란, 다이메틸다이에톡시실란, 페닐트라이에톡시실란, 다이페닐다이에톡시실란, 헥실트라이메톡시실란, 헥실트라이에톡시실란, 데실트라이메톡시실란, 데실트라이에톡시실란, 트라이플루오로프로필트라이메톡시실란 등을 포함한다.

실란 커플링제로서 일반적으로 공지된 단량체가 실란 화합물로서 이용될 수 있고, 이 단량체의 예는 비닐트라이클로로실란, 비닐트라이메톡시실란, 비닐트라이에톡시실란, p-스티릴트라이메톡시실란, 3-메타크릴옥시프로필메틸다이메톡시실란, 3-메타크릴옥시프로필트라이메톡시실란, 3-메타크릴옥시프로필메틸다이에톡시실란, 3-메타크릴옥시프로필트라이에톡시실란, 3-아크릴옥시프로필트라이메톡시실란, N-2(아미노에틸) 3-아미노프로필메틸다이메톡시실란, N-2(아미노에틸) 3-아미노프로필트라이메톡시실란, N-2(아미노에틸) 3-아미노프로필트라이에톡시실란, 3-아미노프로필트라이메톡시실란, 3-아미노프로필트라이에톡시실란, 3-트라이에톡시실릴-N-(1,3-다이메틸-부틸리덴)프로필아민, N-페닐-3-아미노프로필트라이메톡시실란, N-(비닐벤질)-2-아미노에틸-3-아미노프로필트라이메톡시실란 염산 염, 3-우레이도프로필트라이에톡시실란, 3-클로로프로필트라이메톡시실란, 3-머캅토프로필메틸다이메톡시실란, 3-머캅토프로필트라이메톡시실란, 비스(트라이에톡시실릴프로필)테트라설퍼이드, 3-아이소시아네이트 프로필트라이에톡시실란 등을 포함한다.

가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 내 가수 분해성 실릴기는 가수 분해성 기를 함유하는 실릴기를 지칭한다. 가수 분해성 기의 예는 알콕시, 머캅토, 할로젠, 아마이드, 아세톡시, 아미노, 아이소프로페녹시 기 등을 포함한다.

가수 분해성 실릴기로서, 예를 들어, 할로게노실릴기, 아실옥시실릴기, 아마이드실릴기, 아미녹시실릴기, 알케닐옥시실릴기, 아미노실릴기, 옥심실릴기, 알콕시실릴기 및 티오 알콕시실릴기가 제공된다.

실릴기는 수화되어 실란올기가 되고, 이는 탈수 및 축합되고, 실록산 결합이 생성된다.

본 발명에서, 실리콘 변성 아크릴 수지 내 가수 분해성 실릴기는 중합 반응을 통해 가수 분해되어 소멸되고, 그리하여 실리콘 변성 아크릴 수지 내 가수 분해성 실릴기가 존재하지 않는다. 가수 분해성 실릴기가 잔존한다면, 이를 기록용 잉크의 제조에 이용하는 경우, 보존성이 악화될 수 있다.

실리콘 변성 아크릴 수지 내 가수 분해성 실릴기의 부존재성(non-usage)을 확인하기 위해, 원료의 <sup>29</sup>Si-NMR 피크와 샘플의 <sup>29</sup>Si-NMR 피크를 비교하여 가수 분해성 실릴기의 피크의 소멸 여부를 결정한다.

수지 미립자는 바람직하게는 10 nm 내지 300 nm, 더 바람직하게는 40 nm 내지 200 nm의 부피 평균 입자 직경을 가진다. 부피 평균 입자 직경이 10 nm보다 작은 경우, 수지 유체는 더 높은 점도를 가진다. 따라서, 간혹 잉크젯 프린터에서 배출될 수 있는 잉크 점도를 얻기가 어렵다. 평균 입자 직경이 300 nm보다 큰 경우, 프린터 노즐은 입자로 차폐(clog)될 수 있고, 이는 배출의 기능 부전을 유발한다.

가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자의 첨가의 경우, 안료 1 질량부에 대해 가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 0.05 질량부 내지 1.2 질량부의 첨가가 바람직하고, 그리고 안료 1.0 질량부에 대해 0.2 질량부의 첨가가 더 바람직하다. 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자가 0.05 질량부 미만이라면, 충분한 고정을 얻을 수 없으며, 그리고 1.2 질량부 초과라면, 충분한 화상 밀도를 얻을 수 없다.

더 나아가, 기록용 잉크 내 실리콘 변성 아크릴 수지로부터 유래하는 실리콘(Si)의 양의 경우, 100 ppm 내지 400 ppm이 바람직하고, 100 ppm 내지 300 ppm가 바람직하다. 실리콘의 양이 100 ppm 미만이라면, 탁월한 마모 특성 및 내표지성을 갖는 코팅을 얻을 수 없고, 그리고 400 ppm 초과라면, 소수성 경향은 더 커지고, 수성 잉크 내 안정성은 악화될 것이다.

여기에서, 기록용 잉크 내 실리콘(Si)의 양은 예를 들어, 고주파 유도 플라즈마 방출 분광기를 이용하여 측정할 수 있다.

가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지의 최소 막 형성 온도(MFT)의 경우, 20 °C 이하가 바람직하고, 그리고 0 °C 이하가 더 바람직하다. 최소 막 형성 온도가 20 °C 초과라면, 충분한 고정을 얻을 수 없고, 그리고 인쇄 영역이 문질러지거나 또는 마커 펜으로 표시되는 경우, 안료는 제거되고, 그리고 기록용 매질은 얼룩질 수 있다.

여기에서, 최소 막 형성 온도(MFT)는 예를 들어, 막 형성 온도계를 이용하여 측정할 수 있다.

#### - 칩투제 -

칩투제로서, 7 내지 11개의 탄소를 가지는 다이올 화합물이 이용된다. 탄소 수가 7 미만이라면, 충분한 투과성을 얻을 수 없기 때문에, 기록용 매질이 양면 인쇄로 얼룩질 수 있고 또는 기록용 매질 상에 잉크의 확산이 불충분하고 화소 충전(pixel filling)의 악화에 의한 글자의 질 또는 화상 밀도의 감소가 발생할 수 있다. 탄소 수가 11 초과라면, 보존 안정성이 악화될 수 있다.

다이올 화합물로서, 예를 들어, 2-에틸-1,3-헥산다이올 또는 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올이 적합하다.

다이올 화합물의 첨가의 경우, 0.1 질량% 내지 20 질량%가 바람직하고, 0.5 질량% 내지 10 질량%가 더 바람직하다. 첨가량이 너무 적다면, 종이에 대한 잉크의 투과성이 악화되고, 그리고 이송 시 회전자에 의한 문지름에 의해 얼룩이 발생할 수 있고 또는 양면 인쇄를 위해 기록용 매질의 기록면을 반전시키는 경우, 잉크가 이송 벨트에 고착될 수 있고, 얼룩이 발생할 수 있어, 고속 또는 양면 인쇄에 비응답할 수 있다. 한편, 첨가량이 과도하다면, 인쇄되는 도트 직경이 확대되고, 그리고 글자의 선 폭이 넓어지고 또는 화상 해상도를 악화시킬 수 있다.

#### - 착색제 -

착색제는 안료, 염료 및 착색 미립자 중 임의의 것일 수 있다.

착색 물질을 함유하는 중합체 미립자의 수성 분산이 바람직하게는 착색 미립자로서 이용된다.

여기에서, 전술한 "착색 물질을 함유하는"은 착색 물질이 중합체 미립자 내에 봉입되어 있는 상태 및 착색 물질이 중합체 미립자의 표면에 흡착되어 있는 상태 중 하나 또는 모두를 의미한다. 본 발명의 기록용 잉크 내 혼합된 모든 착색 물질이 중합체 미립자 내에 봉입되어 있거나 또는 중합체 미립자에 부착되어 있을 필요는 없다. 본 발명의 효과가 손상되지 않는 한, 착색 물질은 유제 내에 분산될 수 있다. 착색 물질은 수불용성이거나 또는 난용성이고 중합체에 부착될 수 있는 한, 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다.

여기에서, 전술한 "수불용성이거나 또는 난용성"은 20 °C에서 100 질량부의 물에 10 질량부 이상의 착색 물질이 용해되지 않음을 의미한다. 더 나아가, "용해성"은 분리된 또는 침전된 착색 물질이 수용액의 상층 또는 하층에서 보이지 않음을 의미한다.

잉크 내 착색 물질(착색 미립자)을 함유하는 중합체 미립자의 평균 입자 직경은 바람직하게는 0.16 μm 이하이다.

기록용 잉크 내 착색 미립자의 함량은, 고체 함량으로, 바람직하게는 8 질량% 내지 20 질량%, 더 바람직하게는 8 질량% 내지 12 질량%이다.

착색제는 수용성, 유용성과 같은 염료, 분산 염료, 안료 등일 수 있다. 유용성 및 분산 염료가 탁월한 흡착성 및 봉입성의 관점에서 바람직하다. 그러나, 얻은 화상의 내광성의 관점에서는 안료를 이용하는 것이 바람직하다.

염료는 중합체 미립자로의 효과적인 함침의 관점에서 바람직하게는 케톤 용매와 같은 유기 용매에 2 g/L 이상의 비율로, 더 바람직하게는 20 g/L 내지 600 g/L의 비율로 용해된다.

수용성 염료는 색지수(color index)에 있어서 산성, 직접성, 염기성, 반응성, 및 식용 염료로서 분류될 수 있고, 그리고 바람직하게는 탁월한 내수성 및 내광성을 가진다.

산성 및 식용 염료의 예는 C.I. 산성 옐로우 17, 23, 42, 44, 79, 142; C.I. 산성 레드 1, 8, 13, 14, 18, 26, 27, 35, 37, 42, 52, 82, 87, 89, 92, 97, 106, 111, 114, 115, 134, 186, 249, 254, 289; C.I. 산성 블루 9, 29, 45, 92, 249; C.I. 산성 블랙 1, 2, 7, 24, 26, 94; C.I. 식용 옐로우 3, 4; C.I. 식용 레드 7, 9, 14; C.I. 식용 블랙 1, 2 등을 포함한다.

직접성 염료는 C.I. 직접성 옐로우 1, 12, 24, 26, 33, 44, 50, 86, 120, 132, 142, 144; C.I. 직접성 레드 1, 4, 9, 13, 17, 20, 28, 31, 39, 80, 81, 83, 89, 225, 227; C.I. 직접성 오렌지 26, 29, 62, 102; C.I. 직접성 블루 1, 2, 6, 15, 22, 25, 71, 76, 79, 86, 87, 90, 98, 163, 165, 199, 202; C.I. 직접성 블랙 19, 22, 32, 38, 51, 56, 71, 74, 75, 77, 154, 168, 171 등을 포함한다.

염기성 염료의 예는 C.I. 염기성 옐로우 1, 2, 11, 13, 14, 15, 19, 21, 23, 24, 25, 28, 29, 32, 36, 40, 41, 45, 49, 51, 53, 63, 64, 65, 67, 70, 73, 77, 87, 91; C.I. 염기성 레드 2, 12, 13, 14, 15, 18, 22, 23, 24, 27, 29, 35, 36, 38, 39, 46, 49, 51, 52, 54, 59, 68, 69, 70, 73, 78, 82, 102, 104, 109, 112; C.I. 염기성 블루 1, 3, 5, 7, 9, 21, 22, 26, 35, 41, 45, 47, 54, 62, 65, 66, 67, 69, 75, 77, 78, 89, 92, 93, 105, 117, 120, 122, 124, 129, 137, 141, 147, 155; C.I. 염기성 블랙 2, 8 등을 포함한다.

반응성 염료의 예는 C.I. 반응성 블랙 3, 4, 7, 11, 12, 17; C.I. 반응성 옐로우 1, 5, 11, 13, 14, 20, 21, 22, 25, 40, 47, 51, 55, 65, 67; C.I. 반응성 레드 1, 14, 17, 25, 26, 32, 37, 44, 46, 55, 60, 66, 74, 79, 96, 97; C.I. 반응성 블루 1, 2, 7, 14, 15, 23, 32, 35, 38, 41, 63, 80, 95 등을 포함한다.

안료는 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 예를 들어, 안료는 무기물 또는 유기물일 수 있다.

무기 안료의 예는 산화 티타늄, 산화 철, 탄산 칼슘, 황산 바륨, 수산화 알루미늄, 바륨 옐로우, 카드뮴 레드, 크롬 옐로우, 카본 블랙 등을 포함한다. 이 중, 카본 블랙이 바람직하다. 카본 블랙의 예는 접촉, 노(furnace), 열 방법 등과 같은 공지된 방법에 의해 생성되는 것을 포함한다.

유기 안료의 예는 아조 안료, 폴리사이클릭 안료, 염료 킬레이트, 나이트로 안료, 나이트roso 안료, 아닐린 블랙 등을 포함한다. 이 중, 아조 안료 및 폴리사이클릭 안료가 바람직하다. 아조 안료의 예는 아조 레이크, 불용성 아조 안료, 축합된 아조 안료, 킬레이트 아조 안료 등을 포함한다. 폴리사이클릭 안료의 예는 프탈로시아닌 안료, 페릴렌 안료, 페리논 안료, 안트라퀴논 안료, 퀴나크리돈 안료, 다이옥산 안료, 인디고 안료, 티오인디고 안료, 아이소인돌리논 안료, 퀴노푸라론 안료 등을 포함한다. 염료 킬레이트의 예는 염기성 염료 킬레이트, 산성 염료 킬레이트 등을 포함한다.

안료는 색에 있어 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 예를 들어, 블랙 또는 유색 안료가 이용될 수 있다. 이들은 개별적으로 또는 2 이상의 조합으로 이용될 수 있다.

블랙 안료의 예는 노 블랙, 램프 블랙, 아세틸렌 블랙 및 채널 블랙과 같은 카본 블랙(C.I. 안료 블랙 7), 구리, 철 및 티타늄 산화물과 같은 금속(C.I. 안료 블랙 11), 아닐린 블랙(C.I. 안료 블랙 1)과 같은 유기 안료 등을 포함한다.

유색 안료 중, 옐로우 안료의 예는 C.I. 안료 옐로우 1(페스트 옐로우 G), 3, 12(디스아조 옐로우 AAA), 13, 14, 17, 23, 24, 34, 35, 37, 42(옐로우 산화 철), 53, 55, 74, 81, 83(디스아조 옐로우 HR), 95, 97, 98, 100, 101, 104, 108, 109, 110, 117, 120, 128, 138, 150 및 153 등을 포함한다.

마젠타 안료의 예는 C.I. 안료 레드 1, 2, 3, 5, 17, 22(브릴리언트 페스트스칼렛), 23, 31, 38, 48:2(퍼머넌트 레드 2B(Ba)), 48:2(퍼머넌트 레드 2B(Ca)), 48:3(퍼머넌트 레드 2B(Sr)), 48:4(퍼머넌트 레드 2B(Mn)), 49:1, 52:2, 53:1, 57:1(브릴

리언트 카민 6B), 60:1, 63:1, 63:2, 64:1, 81(로다민 6G 레이크), 83, 88, 92, 101(철단(鐵丹)), 104, 105, 106, 108(카드뮴 레드), 112, 114, 122(다이메틸퀴나크리돈), 123, 146, 149, 166, 168, 170, 172, 177, 178, 179, 185, 190, 193, 209, 219 등을 포함한다.

시안 안료의 예는 C.I. 안료 블루 1, 2, 15(구리 프탈로시아닌블루 R), 15:1, 15:2, 15:3(프탈로시아닌 블루 G), 15:4, 15:6(프탈로시아닌블루 E), 16, 17:1, 56, 60, 63 등을 포함한다.

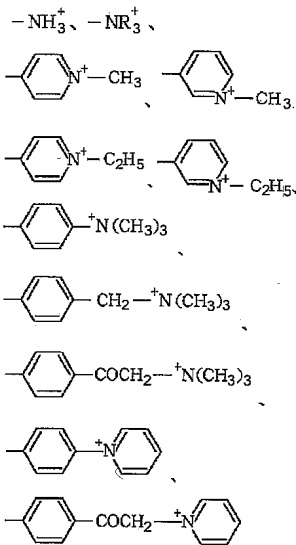
중간색, 레드, 그린 및 블루 안료의 예는 C.I. 안료 레드 177, 194, 224, C.I. 안료 오렌지 43, C.I. 안료 바이올렛 3, 19, 23, 37, C.I. 안료 그린 7, 36 등을 포함한다.

이 안료 중, 안료 표면에 직접적으로 또는 다른 원자 기를 통해서 안료 표면에 결합되는 하나 이상의 친수성 기를 갖고, 분산재의 부존재 하에서 안정하게 분산되는 자가 분산형 유색 안료가 바람직하게 이용된다. 결과적으로, 종래 기술의 잉크에서 요구되던 안료의 분산을 위한 분산제가 불필요하게 된다. 자가 분산형 유색 안료 중, 이온성 자가 분산형 유색 안료가 바람직하다. 음이온성 또는 양이온성 자가 분산형 유색 안료가 바람직하다.

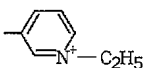
음이온성 친수성 기의 예는  $-COOM$ ,  $-SO_3M$ ,  $-PO_3HM$ ,  $-PO_3M_2$ ,  $-SO_2NH_2$  및  $-SO_2NHCOR$ (여기에서, M은 수소 원자, 알칼리 금속, 암모늄, 또는 유기 암모늄이고; R은 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 알킬기, 치환체를 가질 수 있는 페닐기, 또는 치환체를 가질 수 있는 나프틸 기임)를 포함한다. 이 중, 표면에 결합하는  $-COOM$  또는  $-SO_3M$ 를 가지는 유색 안료가 바람직하게 이용된다.

친수성 기 내 알칼리 금속 "M"의 예는 리튬, 나트륨, 칼륨 등을 포함한다. 유기 암모늄의 예는 모노- 또는 트라이-메틸암모늄, 모노- 또는 트라이-에틸암모늄 및 모노- 또는 트라이-메탄올암모늄을 포함한다. 음이온성 유색 안료 중, 표면에 결합되는  $-COONa$ 를 갖는 유색 안료는 예를 들어, 유색 안료의 하이포아염소산 나트륨에 의한 산화, 설펜화 또는 다이아조늄 염의 반응으로써 얻을 수 있다.

양이온성 친수성 기는 예를 들어, 바람직하게는 4차 암모늄 기, 더 바람직하게는 하기 4차 암모늄 기이다. 표면에 결합되는 이들 중 임의의 것을 갖는 안료가 바람직한 유색 물질이다.



친수성 기를 갖는 양이온성 자가 분산형 카본 블랙은 예를 들어, 카본 블랙을 3-아미노-N-에틸피리듐 브로마이드로써 처리하여 하기 구조식을 갖는 N-에틸피리디늄 기를 결합시킴으로써 얻을 수 있다. 말할 필요도 없이, 본 발명은 이에 특별히 제한되지 않는다.





본 발명에서 친수성 기는 다른 원자 기를 통해서 카본 블랙의 표면에 결합될 수 있다. 원자 기의 예는 1 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 알킬기, 치환체를 가질 수 있는 페닐기, 또는 치환체를 가질 수 있는 나프틸기를 포함한다. 다른 원자 기를 통해서 카본 블랙 표면에 결합하는 친수성 기의 예는  $-C_2H_4COOM$ (여기에서, M은 알칼리 금속 또는 4차 암모늄임),  $-PhSO_3M$ (여기에서, Ph는 페닐기이고; 그리고 M은 알칼리 금속 또는 4차 암모늄임) 및  $-C_5H_{10}NH_3^+$ 를 포함한다. 말할 필요도 없이, 본 발명은 이에 제한되지 않는다.

안료 분산제를 이용하는 안료 분산이 본 발명에서 이용될 수 있다.

친수성 중합체로서 안료 분산제 중 천연 안료 분산제의 예는 아라비아 검, 트라가칸스 검, 구아 검, 카라야 검, 로커스트 빈 검, 아라비노갈락톤, 펙틴 및 킨스시드 녹말과 같은 식물성 중합체, 알긴산, 카라기난 및 한천과 같은 해조(seaweed) 중합체, 젤라틴, 카세인, 알부민 및 콜라겐과 같은 동물성 중합체, 및 크산테인 검 및 텍스트란과 같은 미생물 중합체를 포함한다. 반합성 안료 분산제의 예는 메틸셀룰로오스, 에틸셀룰로오스, 하이드록시에틸셀룰로오스, 하이드록시프로필셀룰로오스 및 카복시메틸셀룰로오스와 같은 섬유 중합체, 나트륨 카복시메틸 녹말 및 나트륨 인산염 에스테르 녹말과 같은 녹말 중합체 및 나트륨 알긴산염, 프로필렌 글리콜 알긴산염 에스테르와 같은 해조 중합체 등을 포함한다. 순합성 안료 분산제의 예는 폴리비닐 알코올, 폴리비닐피롤리돈 및 폴리비닐메틸 에테르, 비가교 폴리아크릴아마이드, 폴리아크릴산 및 이의 알칼리 금속염과 같은 비닐 중합체, 수용성 스티렌 아크릴 수지, 수용성 스티렌말레산 수지, 수용성 비닐나프탈렌아크릴 수지, 수용성 비닐나프탈렌말레 수지, 폴리비닐피롤리돈, 폴리비닐 알코올,  $\beta$ -나프탈렌설포산 포말린 축합체의 알칼리 금속염과 같은 아크릴 수지, 4차 암모늄 및 측쇄 상 아미노 기와 같은 양이온성 작용기의 염을 갖는 중합체, 셀락과 같은 천연 중합체 화합물을 포함한다. 이 중, 아크릴산, 메타크릴산, 및 스티렌아크릴산의 단일중합체 및 다른 친수성 기를 갖는 단량체의 공중합체와 같은 카복실산 기를 갖는 것들이 특히 바람직한 중합체 분산제이다.

이 공중합체는 바람직하게는 3,000 내지 50,000, 더 바람직하게는 5,000 내지 30,000, 그리고 더욱더 바람직하게는 7,000 내지 15,000의 질량 평균 분자량을 가진다.

안료 대 분산제의 질량 혼합비는 바람직하게는 1:0.06 내지 1:3, 더 바람직하게는 1:0.125 내지 1:3이다.

기록용 잉크 내 착색제로서 안료의 첨가비는 바람직하게는 4 질량% 내지 15 질량%, 더 바람직하게는 5 질량% 내지 12 질량%이다. 일반적으로, 안료 농도가 증가함에 따라 화상 농도(concentration)가 증가하고, 고화질을 얻는다. 반면에, 고정성 및 안정한 배출과 차폐를 포함하는 신뢰도 상의 역효과가 용이하게 나타난다. 그러나, 본 발명은 안료 첨가비가 증가하는 경우에도, 안정한 배출 및 차폐를 포함하는 신뢰도를 유지하면서 고정성은 보장한다.

#### - 수용성 유기 용매 -

수용성 유기 용매는 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 수용성 유기 용매의 예는 에틸렌 글리콜, 다이에틸렌 글리콜, 트라이에틸렌 글리콜, 폴리에틸렌 글리콜, 폴리프로필렌 글리콜, 1,3-프로판다이올, 1,3-부탄다이올, 1,4-부탄다이올, 3-메틸-1,3-부탄다이올, 1,5-펜탄다이올, 1,6-헥산다이올, 글리세린, 1,2,6-헥산트라이올, 1,2,4-부탄트라이올, 1,2,3-부탄트라이올, 페트라이올, 2,3-부탄다이올, 테트라에틸렌 글리콜 및 2-메틸-2,4-펜탄다이올, 프로필렌 글리콜, 다이프로필렌 글리콜, 트라이프로필렌 글리콜과 같은 다가 알코올; 에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르, 에틸렌 글리콜 모노부틸 에테르, 다이에틸렌 글리콜 모노메틸 에테르, 다이에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르, 다이에틸렌 글리콜 모노부틸 에테르, 테트라에틸렌 글리콜 모노메틸 에테르 및 프로필렌 글리콜 모노에틸 에테르와 같은 다가 알코올 알킬 에테르; 에틸렌 글리콜 모노페닐 에테르 및 에틸렌 글리콜 모노벤질 에테르와 같은 다가 알코올 아릴 에테르; N-메틸-2-피롤리돈, N-하이드록시에틸-2-피롤리돈, 2-피롤리돈, 1,3-다이메틸이미다졸리딘 및  $\epsilon$ -카프로락탐과 같은 질소-함유 헤테로사이클릭 화합물; 포름아마이드, N-메틸포름아마이드, 포름아마이드 및 N,N-다이메틸포름아마이드와 같은 아마이드; 모노에탄올아민, 다이에탄올아민, 트라이에탄올아민, 모노에틸아민, 다이에틸아민 및 트라이에틸아민과 같은 아민; 다이메틸설폭사이드, 설펜란 및 티오다이에탄올, 티오다이글리콜과 같은 황-함유 화합물, 탄산 프로필렌, 탄산 에틸렌 등을 포함한다. 이 용매는 개별적으로 또는 2 이상의 조합으로 이용될 수 있다. 이 중, 용해성 및 수분 증발에 의한 분사 특징 실패를 방지하는 탁월한 효과를 얻기 위한 관점에서, 글리세린, 에틸렌 글리콜, 다이에틸렌 글리콜, 트라이에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜, 다이프로필렌 글리콜, 트라이프로필렌 글리콜, 1,3-부탄다이올, 2,3-부탄다이올, 1,4-부탄다이올, 3-메틸-1,3-부탄다이올, 1,5-펜탄다이올, 테트라에틸렌 글리콜, 1,6-헥산다이올, 2-메틸-2,4-펜탄다이올, 폴리에틸렌 글리콜, 1,2,4-부탄트라이올, 1,2,6-헥산트라이올, 티오다이글리콜, 2-피롤리돈, N-메틸-2-피롤리돈 또는 N-하이드록시에틸-2-피롤리돈이 적합하다.

기록용 잉크 내 수용성 유기 용매의 함량의 경우, 15 질량% 내지 40 질량%가 바람직하고, 그리고 20 질량% 내지 35 질량%가 더 바람직하다. 함량이 너무 적다면, 노즐은 용이하게 건조되어 액적의 배출 실패가 발생할 수 있고, 그리고 함량이 너무 과도하면, 잉크 점도가 더 높아져 적절한 점도 범위를 초과할 수 있다.

**- 계면 활성제 -**

계면 활성제로서, 음이온성 계면 활성제, 양이온성 계면 활성제, 비이온성 계면 활성제, 불소계 계면 활성제 및 양쪽성 계면 활성제가 제공된다. 이 계면 활성제는 개별적으로 이용되거나 또는 2 이상의 종류를 혼합하여 이용될 수 있다.

음이온성 계면 활성제의 예는 알킬알릴, 알킬나프탈렌설포네이트, 알킬포스페이트, 알킬설페이트, 알킬설포네이트, 알킬 에테르설페이트, 알킬설포숙시네이트, 알킬에스테르설페이트, 알킬벤젠설포네이트, 알킬다이페닐에테르다이설포네이트, 알킬아릴에테르포스페이트, 알킬아릴에테르설페이트, 알킬아릴에테르에스테르설페이트, 올레핀설포네이트, 알칸올레핀 설포네이트, 폴리옥시에틸렌알킬에테르포스페이트, 폴리옥시에틸렌알킬에테르설페 에스테르 염, 에테르카복실레이트, 설포숙시네이트, α-설포 지방산 에스테르, 지방산 염, 고급 지방산 및 아미노산의 축합체, 폴리옥시에틸렌 알킬 에테르 아세트산염, 다이알킬 설포숙시네이트 염, 나프테네이트 등을 포함한다. 이 음이온성 계면 활성제 중, 폴리옥시에틸렌 알킬 에테르 아세트산염 또는 다이알킬 설포숙시네이트 염이 바람직하다.

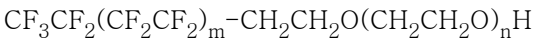
비이온성 계면 활성제의 예는 아세틸성 글리콜성 계면 활성제, 폴리옥시에틸렌 알킬 에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬페닐 에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬 에스테르, 폴리옥시에틸렌 소르비탄 지방산 에스테르 등을 포함한다.

양이온성 계면 활성제의 예는 알킬아민 염, 다이알킬아민 염, 지방족 아민 염, 벤즈알코늄 염, 4차 암모늄 염, 알킬피리디늄 염, 이미다졸리늄 염, 설포늄 염, 포스포늄 등을 포함한다.

양쪽성 계면 활성제의 예는 이미다졸리늄 베타인과 같은 이미다졸린 유도체; 다이메틸알킬라우릴 베타인, 알킬글리신, 알킬다이(아미노에틸) 글리신 등을 포함한다.

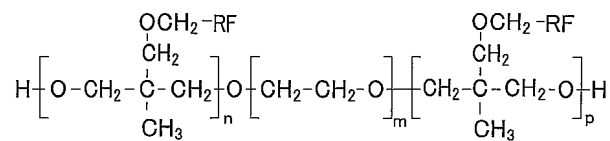
불소계 계면 활성제의 예는 하기 구조식 (1) 내지 (3) 중 임의로 표현되는 화합물을 포함한다.

[구조식 (1)]



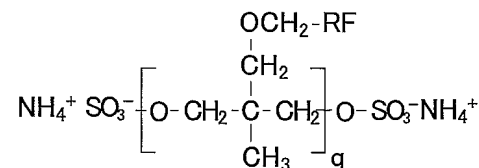
구조식 (1)에서, 'm'은 0 내지 10의 정수이고, 그리고 'n'은 1 내지 40의 정수이다.

[구조식 (2)]



구조식 (2)에서, 'Rf'는 CF<sub>3</sub> 또는 CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>이고, 'm'은 6 내지 25의 정수이고, 'n'은 1 내지 4의 정수이고, 그리고 'p'는 1 내지 4의 정수이다.

[구조식 (3)]



구조식 (3)에서, 'Rf'는 CF<sub>3</sub> 또는 CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>이고, 그리고 'q'는 1 내지 6의 정수이다.

구조식 (1) 내지 (3)를 갖는 화합물의 예는 과플루오로알킬설포네이트, 과플루오로알킬카복실레이트, 과플루오로알킬포스페이트, 과플루오로알킬에틸렌옥사이드 부가물, 과플루오로알킬베타인, 과플루오로알킬아민옥사이드 화합물 등을 포함한다.

상업적으로 입수 가능한 불소계 계면 활성제를 이용할 수 있고, 이는 Surflon S-111, S-112, S-113, S-121, S-131, S-132, S-141 및 S-145(Asahi Glass Co., Ltd. 제조); FLUORAD FC-93, FC-95, FC-98, FC-129, FC-135, FC-170C, FC-430, FC-431 및 FC4430(Sumitomo 3M limited 제조); Megafack F-470, F-1405 및 F-474(Dainippon Ink & Chemicals Inc. 제조); Zonyl FS-300, FSN, FSN-100, FSO(DuPont Kabushiki Kaisha 제조); EFTOP EF-351, EF-352, EF-801 및 EF-802(JEMCO Inc 제조)를 포함한다. 이 중, Zonyl FS-300, FSN, FSN-100 및 FSO(DuPont Kabushiki Kaisha 제조)가 탁월한 신뢰도 및 개선된 발색성의 관점에서 특히 바람직하다.

더 나아가, 계면 활성제의 첨가는 안료가 안정하게 분산되고 본 발명의 다른 효과가 손상되지 않는 범위 내에서 적절하게 조정될 수 있다.

#### - 아미노프로판다이올 화합물 -

아미노프로판다이올 화합물은 수용성 유기 염기성 화합물이고, 그리고 바람직하게는 예를 들어, 아미노프로판다이올 유도체이다.

아미노프로판다이올 유도체는 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 아미노프로판다이올 유도체의 예는 1-아미노-2,3-프로판다이올, 1-메틸아미노-2,3-프로판다이올, 2-아미노-2-메틸-1,3-프로판다이올, 2-아미노-2-에틸-1,3-프로판다이올 등을 포함한다. 이 중, 2-아미노-2-에틸-1,3-프로판다이올이 특히 바람직하다.

잉크 내 아미노프로판다이올 화합물의 첨가율은 바람직하게는 0.01 질량% 내지 10 질량%, 더 바람직하게는 0.1 질량% 내지 5.0 질량%이고, 더욱더 바람직하게는 0.1 질량% 내지 2.0 질량%이다. 첨가율이 과도하게 높은 경우는 pH를 증가시키고, 점도의 증가와 같은 단점을 발생시킬 수 있다.

기타 성분은 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 예를 들어, pH 조정제, 방부제 및 살균제, 방청제, 항산화제, 자외선 흡수제, 산소 흡수제 및 광 안정제가 이용될 수 있다.

방부제 및 살균제의 예는 1,2-벤즈아이소티아졸린-3-온, 나트륨 디하이드로아세트산염, 나트륨 소베이트, 2-피리딘티올-1-옥사이드 나트륨, 나트륨 벤조에이트, 펜타클로로페놀 나트륨 등을 포함한다.

pH 조정제는 잉크에 대한 역효과 없이 제조되고 잉크의 pH를 7 이상으로 조정할 수 있는 것이라면 특별히 제한되지 않으며, 임의의 물질이 목적에 따라 이용될 수 있다.

pH 조정제의 예는 다이에탄올아민 및 트라이에탄올아민과 같은 아민, 수산화 리튬, 수산화 나트륨 및 수산화 칼륨과 같은 알칼리 금속 수산화물; 수산화 암모늄, 수산화 4차 암모늄, 수산화 4차 포스포늄, 탄산 리튬, 탄산 나트륨, 탄산 칼륨과 같은 알칼리 금속 탄산염 등을 포함한다.

방청제는 산성 설파이트, 나트륨 티오설파이트, 안몬 티오글리콜레이트, 다이아이스프로필암모늄나이트라이트, 펜타에리트릴테트라나이트레이트, 다이사이클로헥실암모늄나이트라이트 등을 포함한다.

항산화제의 예는 페놀성 황산화제(입체 장애(hindered) 페놀성 황산화제 포함), 아민 황산화제, 황 황산화제, 인 황산화제 등을 포함한다.

페놀성 황산화제(입체 장애 페놀성 황산화제 포함)의 예는 부틸화 하이드록시아니솔, 2,6-다이-tert-부틸-4-에틸페놀, 스테아릴-β-(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시페닐)프로피오네이트, 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-tert-부틸페놀),

2,2'-메틸렌비스(4-에틸-6-tert-부틸페놀), 4,4'-부틸리텐비스(3-메틸-6-tert-부틸페놀), 1,1,3-트리스(2-메틸-4-하이드록시-5-tert-부틸페닐)부탄, 1,3,5-트라이메틸-2,4,6-트리스(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시벤질)벤젠, 테트라키스[메틸렌-3-(3',5'-다이-tert-부틸-4'-하이드록시페닐)프로피오네이트]메탄 등을 포함한다.

아민 향산화제의 예는 페닐-β-나프틸아민, α-나프틸아민, N,N'-다이-sec-부틸-p-페닐다이아민, 페노티아진, N,N'-다이페닐-p-페닐렌다이아민, 2,6-다이-tert-부틸-p-크레졸, 2,6-다이-tert-부틸페놀, 2,4-다이메틸-6-tert-부틸-페놀, 부틸하이드록시아니솔, 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-tert-부틸페놀), 4,4'-부틸리텐비스(3-메틸-6-tert-부틸페놀), 4,4'-티오비스(3-메틸-6-tert-부틸페놀), 테트라키스[메틸렌-3(3,5-다이-tert-부틸-4-다이하이드록시페닐)프로피오네이트]메탄, 1,1,3-트리스(2-메틸-4-하이드록시-5-tert-부틸페닐)부탄 등을 포함한다.

황 향산화제의 예는 디라우릴 3,3'-티오다이프로피오네이트, 다이스테아릴티오프로피오네이트, 라우릴스테아릴티오프로피오네이트, 다이미리스틸 3,3'-티오다이프로피오네이트, 다이스테아릴 β,β'-티오다이프로피오네이트, 2-머캅토벤조이미다졸, 디라우릴설파이드 등을 포함한다.

인 향산화제의 예는 트라이페닐포스파이트, 옥타데실포스파이트, 트라이아이소데실포스파이트, 트라이라우릴트라이티오포스파이트, 트라이노닐페닐포스파이트등을 포함한다.

자외선 흡수제의 예는 벤조페논, 벤조트리아졸, 살리실레이트, 시아노아크릴레이트, 니켈 착염 자외선 흡수제 등을 포함한다.

벤조페논 자외선 흡수제의 예는 2-하이드록시-4-n-옥트옥시벤조페논, 2-하이드록시-4-n-도데실옥시벤조페논, 2,4-다이하이드록시벤조페논, 2-하이드록시-4-메톡시벤조페논, 2,2',4,4'-테트라하이드록시벤조페논 등을 포함한다.

벤조트리아졸 자외선 흡수제의 예는 2-(2'-하이드록시-5'-tert-옥틸페닐)벤조트리아졸, 2-(2'-하이드록시-5'-메틸페닐)벤조트리아졸, 2-(2'-하이드록시-4'-옥트옥시페닐)벤조트리아졸, 2-(2'-하이드록시-3'-tert-부틸-5'-메틸페닐)-5-클로로벤조트리아졸 등을 포함한다.

살리실레이트 자외선 흡수제의 예는 페닐살리실레이트, p-tert-부틸페닐살리실레이트, p-옥틸페닐살리실레이트 등을 포함한다.

시아노아크릴레이트 자외선 흡수제의 예는 에틸-2-시아노-3,3'-다이페닐아크릴레이트, 메틸-2-시아노-3-메틸-3-(p-메톡시페닐)아크릴레이트, 부틸-2-시아노-3-메틸-3-(p-메톡시페닐)아크릴레이트 등을 포함한다.

니켈 착염 자외선 흡수제의 예는 니켈비스(옥틸페닐)설파이드, 2,2'-티오비스(4-tert-옥틸페닐)-n-부틸아민니켈(II), 2,2'-티오비스(4-tert-옥틸페닐)-2-에틸헥실아민니켈(II), 2,2'-티오비스(4-tert-옥틸페닐)트라이에탄올아민니켈(II) 등을 포함한다.

본 발명의 기록용 잉크는 기타 성분 외에 적어도 물, 착색제, 가수 분해성 실릴기를 함유하지 않는 실리콘 변성 아크릴 수지 미립자 및 침투제를 수성 용매에 분산 또는 용해시킴으로써 생성되고, 그리고 필요하다면, 추가적으로 생성물을 혼합 및 교반시킴으로써 생성된다. 분산은 예를 들어, 샌드 밀(sand mill), 균질기, 볼 밀(ball mill), 페인트 셰이커(paint shaker), 초음파 분산기 등에 의해서 수행될 수 있다. 일반적으로 교반 및 혼합은 예를 들어, 교반용 블레이드를 갖는 교반기, 자력 교반기 또는 고속 분산기에 의해 수행될 수 있다.

본 발명의 기록용 잉크의 물리적 특성은 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 기록용 잉크는 바람직하게는 하기 범위의 고체 함량, 점도, 표면 장력 및 pH를 가진다.

기록용 잉크 내 고체 함량의 경우, 6 질량% 내지 20 질량%가 바람직하고, 8 질량% 내지 15 질량%가 더 바람직하다. 고체 함량이 6 질량% 미만이라면, 인쇄 후 충분한 화상 밀도를 얻을 수 없다.

여기에서, 본 발명의 잉크 내 고체 함량은 주로 착색제 및 수지 미립자를 지칭하고, 이는 물에 불용성이다.

점도는 25 °C에서 바람직하게는 7 mPa·sec. 내지 20 mPa·sec, 더 바람직하게는 5 mPa·sec. 내지 10 mPa sec.이다. 점도가 20 mPa·sec보다 높은 경우, 안정적인 배출의 보장이 어렵게 된다.

표면 장력은 20 °C에서 바람직하게는 25 mN/m 내지 55 mN/m이다. 표면 장력이 25 mN/m보다 작은 경우, 흐르는 잉크(running ink)가 기록용 매질 상에 현저하게 되고, 안정한 분사를 얻을 수 없다. 표면 장력이 55 mN/m 보다 높은 경우에, 잉크는 기록용 매질에 충분히 침투될 수 없어 잉크 건조 시간이 오래 걸릴 수 있다.

pH는 예를 들어, 7 내지 10가 바람직하다.

본 발명의 기록용 잉크의 색상은 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 옐로우, 마젠타, 시안 및 블랙을 이용할 수 있다. 상기 색상 중 2 이상의 조합을 함유하는 잉크 세트를 기록에 사용하면 다색 화상을 형성할 수 있다. 상기 색상 모두를 함유하는 잉크 세트를 사용하면 풀 컬러(full color) 화상을 형성할 수 있다.

본 발명의 기록용 잉크는, 압전 소자가 잉크 유로에서 잉크에 압력을 가하는데 이용되어 잉크 유로의 벽을 형성하는 격판을 변형시켜 잉크 유로의 내부 용적을 변화시킴으로써 잉크 액적을 배출하는 피에조 형(일본 특허 출원 공개(JP-A) 제02-51734호), 발열 소자를 이용하여 잉크를 잉크 유로에서 가열시키고 기포를 발생시키는 열 형(thermal type)(일본 특허 출원 공개(JP-A) 제61-59911호), 및 잉크 유로의 벽을 형성하는 격판과 전극이 마주보게 위치하고, 격판과 전극 사이에서 생성되는 정전력에 의해 격판을 변형시키고 잉크 유로의 내부 용적을 변화시켜 잉크 방울을 배출하는 정전 형(일본 특허 출원 공개(JP-A) 제06-71882호)을 포함하는 잉크젯 헤드 중 임의의 유형으로써 제공되는 프린터에서 양호하게 이용될 수 있다.

본 발명의 기록용 잉크는 다양한 분야에서 바람직하게 이용될 수 있다. 바람직하게는 잉크젯 기록 시스템의 화상 형성 장치(프린터와 같은) 내에서 이용될 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 기록용 잉크는 인쇄 전, 인쇄 중 또는 인쇄 후 기록용 용지 및 기록용 잉크를 50 °C 내지 200 °C로 가열하여 잉크를 고정시키는 기능을 갖는 프린터 내에서 이용될 수 있다. 특히, 본 발명의 기록용 잉크는 이하 기술되는 본 발명의 잉크 카트리지, 잉크 기록물, 잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법에서 바람직하게 이용될 수 있다.

### (잉크 카트리지)

본 발명의 잉크 카트리지는 본 발명의 기록용 잉크를 함유하는 용기 및 경우에 따라 적절하게 선택되는 기타 부재를 포함한다.

용기는 특별히 제한되지 않으며, 그것의 모양, 구조, 크기 및 재질은 목적에 따라 적절하게 선택할 수 있다. 바람직한 구체예는 알루미늄 적층 막, 수지 막에 의해 형성된 잉크 백을 적어도 갖는 것을 포함한다.

잉크 카트리지는 도 1 및 2를 참조하여 이하 기술된다. 도 1은 본 발명의 잉크 카트리지의 구체예를 도시한 예시도이다. 도 2는 케이스(외곽)를 포함하는 도 1의 잉크 카트리지의 예시도이다.

도 1에 도시된 바와 같이 잉크 카트리지(200)에서, 잉크 백(241)은 잉크 주입구(242)를 통해 충전된다. 진공 상태로 만든 후, 잉크 주입구(242)는 용융 접합함으로써 폐쇄된다. 고무 재질로 만들어진 잉크 방출구(243)는 이용을 위해 장치 본체 상의 바늘로 꿰뚫어 잉크를 장치로 공급한다.

잉크 백(241)은 비투과성 알루미늄 적층 막과 같은 포장 부재로써 형성된다. 잉크 백(241)은 도 2에 도시된 바와 같이 일반적으로 플라스틱으로 만들어지는 카트리지 케이스(244) 내에 하우징되고, 다양한 유형의 잉크젯 기록 장치 상에 분리 가능하게 장착된다.

본 발명의 잉크 카트리지는 본 발명의 기록용 잉크(잉크 세트)를 함유한다. 본 발명의 잉크 카트리지는 다양한 유형의 잉크젯 기록 장치 상에 분리 가능하게 장착될 수 있고, 본 발명의 잉크 카트리지를 후술하는 본 발명의 잉크젯 기록 장치 상에 분리 가능하게 장착하는 것이 특히 바람직하다.

### (잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법)

본 발명의 잉크젯 기록 장치는 적어도 잉크 방울 배출 유닛을 가지고, 목적에 따라 적절하게 선택되는 자극 발생 유닛 또는 제어 유닛 등과 같은 기타 유닛을 추가적으로 가진다.

본 발명의 잉크젯 기록 방법은 적어도 잉크 방울 배출 유닛을 포함하고, 목적에 따라 적절하게 선택되는 자극 발생 유닛 또는 제어 유닛 등과 같은 기타 유닛을 추가적으로 가진다.

본 발명의 잉크젯 기록 방법은 바람직하게는 본 발명의 잉크젯 기록 장치에서 수행된다. 잉크 방울 배출 단계는 잉크 방울 배출 유닛에 의해서 바람직하게 수행된다. 바람직하게는 기타 단계들은 기타 유닛에 의해서 수행된다.

#### - 잉크 방울 배출 단계 및 잉크 방울 배출 유닛 -

잉크 방울 배출 단계는 잉크에 자극을 가함으로써 잉크 방울을 배출하여 화상을 형성하는 잉크 방울 배출 단계이다.

잉크 방울 배출 유닛은 잉크에 자극을 가함으로써 잉크 방울을 배출하여 화상을 형성하도록 구성된 유닛이다.

잉크 방울 배출 유닛은 특별히 제한되지 않으며, 예를 들어, 잉크를 배출하기 위한 다양한 노즐을 포함한다.

액실, 유체 저항부, 격판 및 노즐 헤드부의 노즐 부재는 적어도 실리콘 또는 니켈을 함유하는 재질로 적어도 부분적으로만 들어지는 것이 바람직하다.

노즐 헤드부의 노즐 직경은 바람직하게는 30  $\mu\text{m}$  이하이고, 더 바람직하게는 1  $\mu\text{m}$  내지 20  $\mu\text{m}$ 이다.

잉크를 공급하기 위한 서브탱크가 잉크젯 헤드 상에 제공되고, 그리고 잉크는 공급 관을 통해서 잉크 카트리지로부터 서브탱크로 공급됨이 바람직하다.

자극은 예를 들어, 자극 발생 유닛에 의해 발생시킬 수 있다. 이 자극은 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 자극의 예는 열(온도), 압력, 진동 및 빛이다. 이는 개별적으로 또는 2 이상의 조합으로 이용될 수 있다. 이 중, 열 및 압력이 바람직하다.

자극 발생 유닛은 예를 들어, 가열 장치, 가압 장치, 압전 소자, 진동 발생 장치, 초음파 발진기, 빛 등일 수 있다. 구체적으로, 자극 발생 유닛의 예는 압전 소자와 같은 압전 구동기, 막 비등에 의한 액체의 상 변화를 유발하는 발열 저항체와 같은 전열 변환 소자를 이용하는 열 구동기, 온도 변화에 따른 금속 상 변화를 이용하는 형상 기억 합금 구동기, 정전력을 이용하는 정전 구동기 등을 포함한다.

잉크 방울 배출의 측면은 특별히 제한되지 않으며, 자극의 유형에 따라 변화한다. 예를 들어, 자극이 "열"인 경우, 기록 신호에 상응하는 열 에너지를 예컨대, 열 헤드를 이용하여 기록용 헤드 내 잉크에 가하고, 이 열 에너지는 잉크에 기포를 유발하고, 그리고 이 기포 압력은 기록용 헤드의 노즐 구멍으로부터 잉크 액적으로서 배출되도록 잉크를 자극한다. 자극이 "압력"인 경우, 예를 들어, 기록용 헤드의 잉크 유로 내 소위 압력실(pressure chamber)의 위치에 결합된 압전 소자에 전압을 가하여, 압전 소자가 왕복되고, 압력실의 용적이 감소함으로써 기록용 헤드의 노즐 구멍으로부터 액적으로서의 잉크를 배출한다.

배출 이전 잉크 액적은 바람직하게는 3 pL 내지 40 pL의 입자 크기, 5 m/sec 내지 20 m/sec의 배출 분사 속도, 1 kHz 이상의 구동 주파수 및 300 dpi 이상의 해상도를 가진다.

기록용 매질의 기록면을 반전시키는 반전 유닛을 가지고, 양면 인쇄를 가능케 함이 바람직하다. 반전 유닛으로서, 정전력을 갖는 이송 벨트, 공기 흡입에 의한 기록용 매질의 유지를 위한 유닛 및 이송 회전자와 스퍼(spur)의 조합이 제공된다.

무단형 이송 벨트 및 이송 벨트의 표면이 대전되고 기록용 매질을 유지하면서 기록용 매질을 이송하도록 구성된 이송 유닛을 가짐이 바람직하다. 이 경우,  $\pm 1.2$  kV 내지  $\pm 2.6$  kV로써 AC 바이어스를 대전된 회전자에 인가함에 의한 이송 벨트를 대전함이 바람직하다.

제어 유닛은 각 유닛의 작동을 제어할 수 있는 한 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 제어 유닛의 예는 시퀀서(sequencer), 컴퓨터 등과 같은 장치를 포함한다.

본 발명의 잉크젯 기록 장치를 이용하는 본 발명의 잉크젯 기록 방법의 구체에는 도면을 참조하면서 이하 기술한다. 도 3에 도시된 잉크젯 기록 장치는 장치 본체(101), 용지를 공급하는 장치 본체(101)에 장착된 급지 트레이(102), 화상기 기록(형성)되는 용지를 수용하는 장치 본체(101)에 장착된 배지 트레이(103) 및 잉크 카트리지 장전부(104)를 포함한다. 조작키 및 표시기를 가지는 조작부(105)가 잉크 카트리지 장전부(104)의 표면 위에 제공된다. 잉크 카트리지 장전부(104)는 잉크 카트리지(201)를 탈착하기 위해 개폐가능한 정면 커버(115)를 가진다.

도 4 및 5에 도시된 바와 같이, 캐리지(133)는 스테이(stay)(132) 및 좌우 측판(미도시)에 걸쳐 놓여져 있는 가이드 부재인 가이드 로드(guide rod)(131)에 의해 주사 방향으로 유연하게 지지되어 있고, 장치 본체(101) 내에서 주사를 위해 도 5 내 화살표 방향으로 주 모터에 의해 이동된다.

옐로우(Y), 시안(C), 마젠타(M) 및 블랙(B) 기록용 잉크 액적을 배출하는 4개의 잉크젯 기록용 헤드로 이루어지는 기록용 헤드(134)는 각각 주 주사 방향과 교차 방향으로 배열된 잉크 배출구를 가지고, 이는 잉크 배출 방향이 아래를 향하도록 배치된다.

기록용 헤드(134)를 구성하는 잉크젯 기록용 헤드에는 압전 소자와 같은 압전 구동기, 막 비등에 의한 액체의 상 변화를 유발하는 발열 저항체와 같은 전기-열 변환 소자를 이용하는 열 구동기, 온도 변화에 의한 금속 상 변화를 이용하는 형상 기억 합금 구동기 및 정전력을 이용하는 정전 구동기와 같은 기록용 잉크의 배출을 위한 자극 발생 유니트가 제공된다.

캐리지(133)에는 기록용 헤드(134)에 각 색상의 잉크를 공급하기 위한 서브탱크(135)가 제공된다. 서브탱크(135)는 잉크 카트리지 장전부(105)에 장전된 본 발명의 잉크 카트리지(201)로부터 미도시된 기록용 잉크 공급 관을 통해서 본 발명의 기록용 잉크로써 채워진다.

한편, 급지 트레이(102)의 용지 적재부(141)에 쌓여 있는 용지(142)를 급지하기 위한 급지부는 용지 적재부(플레이트)(141)로부터 용지(142)를 1매씩 분리, 공급하는 반월 회전자(급지 회전자(143)) 및 마찰 계수가 큰 재질로 만들어진 급지 회전자(143)와 대향하는 분리 패드(144)를 포함한다. 이 분리 패드(144)는 급지 회전자(143)에 바이어스되어 있다.

급지부로부터 공급되는 용지(142)를 기록용 헤드(134)의 하부 측에 이송하기 위한 이송부는 용지(142)를 정전 흡착하여 이송하기 위한 이송 벨트(151), 가이드(145)를 통해 용지 급지부로부터 보내진 용지(142)를 이송 벨트(151)와 함께 집음에 의한 이송을 위한 카운터 롤러(152), 90°로 수직에 가깝게 보내진 용지를 전환시켜 이송 벨트(151) 상에 용지(142)를 두기 위한 이송 가이드(153) 및 가압 부재(154)에 의해 이송 벨트(151)를 향해 바이어스되어 있는 선단 가압 회전자(155)를 포함한다. 이송 벨트(151)의 표면을 대전시키기 위한 대전 유니트인 대전 회전자(156)도 제공된다.

이송 벨트(151)는 이송 회전자(157)와 장력 회전자(158) 위에 걸려 있는 무단형 벨트이고, 벨트 이송 방향으로 둘레 회전한다. 예를 들어, 이송 벨트(151)는 40  $\mu\text{m}$ 의 두께를 가지는 저항(dragging)-비제어 수지, 예를 들어 테트라플루오로에틸렌과 에틸렌의 공중합체(ETFE)로 제조되는 용지-흡착 표면인 앞 층 및 탄소로써 저항-제어되지만 앞 층과 동일한 재질로 만들어진 뒷 층(중간 저항 층 또는 지표 층(earth layer))을 가진다. 이송 벨트(151)의 이면에는 기록용 헤드(134) 옆의 인쇄 영역에 대응하는 위치에 가이드 부재(161)가 제공된다. 기록용 헤드(134)에 의해 기록된 용지(142)의 배출을 위한 배지부는 이송 벨트(151)로부터 용지(142)를 분리하는 분리 제동자(171), 배지 회전자(172) 및 배지 회전자(173)를 포함한다. 배지 트레이(103)는 배지 회전자(172)의 아래쪽에 배치된다.

장치 본체(101)의 배면부에는 양면 급지 유니트(181)가 착탈 가능하게 장착되어 있다. 양면 급지 유니트(181)는 이송 벨트(151)의 역방향 회전에 의해 복귀되는 용지(142)를 수용하여, 용지(142)를 이송 방향으로 반전시켜, 카운터 롤러(152)와 이송 벨트(151) 사이로 이송한다. 수동식 급지기(182)가 양면 급지 유니트(181)의 상부면에 제공된다.

이 잉크젯 기록 장치에서, 용지(142)는 1매씩 급지부로부터 분리 및 공급된다. 수직으로 공급되는 용지(142)는 가이드(145)에 의해 안내되고, 이송 벨트(151)와 카운터 롤러(152) 사이로 이송된다. 그리고 나서, 선단에서 이송 가이드(153)에 의해 안내되고, 선단 가압 회전자(155)에 의해 이송 벨트(151)로 압박되어 실질적으로 90°만큼 이송 방향을 변화시킨다.

이 때, 이송 벨트(157)는 대전 회전자(156)에 의해 대전되고 용지(142)는 정전 흡착되어 이송 벨트(151)에 의해 이송된다. 그리고 나서, 캐리지(133)를 이동시키면서 화상 신호에 따라 기록용 헤드(134)를 구동시킨다. 잉크 액적은 1 라인을 기록하기 위해 정지된 용지(142)에 배출된다. 그 다음, 용지(142)는 다음 라인을 기록하기 위해 소정량 이동한다. 기록 종료 신호 또는 용지(142) 하단이 기록 영역에 도달했음을 알리는 신호를 받으면, 기록 동작이 종료되고 용지(142)를 배지 트레이(103)로 배출한다.

서브탱크(135) 내 기록용 잉크의 잔량이 거의 바닥임을 알리는 신호가 검지되면, 기록용 잉크의 소정량이 잉크 카트리지(201)로부터 서브탱크(135)로 공급된다.

이 잉크젯 기록 장치에서, 본 발명의 잉크 카트리지(201) 내 기록용 잉크가 소모될 경우, 잉크 카트리지(201)의 케이스를 분해하여 그 안의 잉크 백만을 교환할 수 있다. 잉크 카트리지(201)는 수직으로 그리고 정면 장착 구조에서 안정한 기록용 잉크 공급을 허용한다. 따라서, 장치 본체(101)의 상측이 채워져 있는 경우, 예를 들어, 잉크 카트리지(210)는 랙(rack) 내에 하우징될 수 있다. 장치 본체(101)의 상부면에 물건이 놓여져 있는 경우, 잉크 카트리지(201)는 용이하게 교체할 수 있다.

여기에서, 캐리지 주사가 기술되는 직렬형(서틀형)의 잉크젯 기록 장치에서 적용을 참조하여 설명한다. 라인 헤드를 가지는 라인형 잉크젯 기록 장치에도 적용할 수 있다.

본 발명의 잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법은 잉크젯 기록 시스템 내 다양한 기록에 적용할 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법은 특히 바람직하게는 잉크젯 기록 프린터, 팩스, 복사기, 및 프린터/팩스/복사 복합기에 적용할 수 있다.

본 발명을 적용한 잉크젯 헤드를 이하 기술한다.

도 6은 본 발명의 구체예에 따른 잉크젯 헤드의 핵심부의 확대도이다. 도 7은 채널간 방향으로 동일한 헤드의 핵심부의 확대 횡단면도이다.

잉크젯 헤드는 잉크 공급구(미도시) 및 공통 액실(1b)로서 작용하는 컷아웃(cutout)을 갖는 프레임(10), 유체 저항부(2a)와 가압 액실(2b) 및 노즐(3a)에 연통하는 연통구(2c)로서 작용하는 컷아웃을 갖는 유로판(20), 볼록부(6a), 격판부(6b) 및 잉크 유입구(6c)를 갖는 격판(60), 접착층(70)을 통해 격판(60)에 연결되는 적층 압전 소자(50) 및 적층 압전 소자(50)를 고정하는 베이스(40)를 포함한다.

베이스(40)는 티타늄산바륨의 세라믹으로 제조되고, 베이스 상에는 2열의 적층 압전 소자(50)가 배열 및 연결되어 있다.

압전 소자(50)는 교대로 적층한 층 당 10  $\mu\text{m}$  내지 50  $\mu\text{m}$  두께를 가지는 납 지르코네이트 티타네이트(PZT)의 압전층 및 층 당 수  $\mu\text{m}$ 의 두께를 가지는 은 팔라듐(AgPd)의 내부 전극 층으로 이루어진다. 내부 전극 층은 양 말단에서 외부 전극과 연결된다.

적층 압전 소자(50)는 하프컷 다이싱(dicing) 가공에 의해 빗(comb) 형상으로 분리되고, 각 다른 분리부는 구동부(5f) 및 지지부(비구동부)(5g)를 가진다. 외부 전극의 외측부는 길이가 제한되도록 예컨대, 노치(notched) 처리되어, 하프컷 다이싱에 의해 분리된다. 복수 개의 분리 전극이 형성된다. 다이싱에 의해 분리되지 않은 부분은 전기 전도성이고, 공통 전극으로서 작용한다.

구동부의 개별 전극에는 FPC8이 납땀질 되어 있다. 공통 전극은 적층된 압전층의 단부에서 제공되는 전극 층에서 전환되고, FPC8의 Gnd 전극에 연결된다. 미도시된 드라이버 IC는 구동부(5f)에 대한 구동 전압의 인가를 제어하기 위해 FPC8에 장착된다.

격판(60)의 경우, 박막 격판부(6b), 고립형 볼록부(고립부)(6a)가 격판부(6b)의 중앙에 형성되어 있고, 구동부(5f)로서 작용하는 적층 압전 소자(50)에 연결되고, 지지부에 연결되는 빔을 포함하는 후부(thick part) 및 잉크 유입구(6c)로서 작용하는 개구(opening)는 2개의 니켈 도금된 막을 전기 주조함으로써 형성된다. 격판은 3  $\mu\text{m}$ 의 두께, 35  $\mu\text{m}$ 의 폭(한 쪽)을 가진다.

격판(60)의 고립부(6a)와 적층 압전 소자(50)의 구동부(5f) 사이의 연결 및 격판(50)과 프레임(10) 사이의 연결은 갭 소재를 포함하는 접착층(70)을 패터닝함으로써 제조된다.

유로판(20)은 실리콘 단결정 기관으로 구성되고, 액체 저항부(2a) 및 가압 액실(2b)로 작용하는 컷아웃 및 노즐(3a)에 대응하는 위치에서 제공되고 연통구(2c)로서 작용하는 쓰루홀(through-hole)이 에칭에 의해 패터닝된다.



에칭 후 잔여부는 가압 액실(2b)의 격벽(2d)으로서 작용한다. 이 헤드에서, 작은 폭으로 에치된 부는 액체 저항부(2a)로서 작용한다.

노즐판(30)은 전기 구조에 의해 형성된 니켈 도금 막과 같은 금속 재질로 제조되고, 잉크 액적을 배출하기 위한 미세한 배출구로서 작용하는 다수의 노즐(3a)을 가진다. 노즐(3a)은 뿔과 같은(실질적으로 원뿔형 또는 실질적으로 원뿔대) 내부 형상을 가진다. 노즐(3a)은 잉크 액적 배출면에서 대략 20  $\mu\text{m}$  내지 35  $\mu\text{m}$ 의 직경을 가진다. 각 열 내 노즐 피치는 150 dpi이다.

노즐판(30)의 잉크 배출면(노즐 정면)에는 미도시된 발수 처리면을 갖는 발수 처리층(3b)이 제공된다. PTFE-Ni 아공용 도금 및 플루오로수지의 전해 증착, 휘발성 플루오로수지의 증착, 실리콘 수지 및 플루오로수지 용매 도포 및 소성과 같은 잉크의 물리적 특성에 따라 선택되는 발수 처리막을 제공하여 잉크 액적 형상 및 배출 특성을 안정화시켜 고품질 화상을 보장할 수 있다. 이 중, 예를 들어, 다수의 플루오로수지가 공지되어 있고; 탁월한 발수-처리성은 변성 과플루오로폴리옥세탄(Daikin Industries, Ltd 제조, 상표명: Optool DSX)을 30 Å 내지 100Å의 두께까지 증착함으로써 얻을 수 있다.

잉크 공급구 및 공통 액실(1b)로서 작용하는 컷아웃이 형성되어 있는 프레임(10)은 수지 성형에 의해 제조된다.

상기 구조를 갖는 잉크젯 헤드에서, 구동 파형(10 V 내지 50 V 펄스 전압)이 기록 신호에 따라 구동부(5f)에 인가된다. 구동부(5f)는 적층 방향으로 변위된다. 가압 액실(2b)은 격판(30)을 통해 가압되고, 압력을 증가시킴으로써, 노즐(3a)을 통해 잉크 액적을 배출한다.

잉크 액적의 배출이 완료된 후, 가압 액실(2b) 내 잉크 압력이 감소된다. 잉크 흐름의 관성 및 구동 펄스 배출 과정은 잉크 공급 단계를 유도하는 가압 액실 (2b) 내 음압을 유발한다. 한편, 잉크 탱크로부터 공급된 잉크가 공통 액실(1b)로 유입되고, 잉크 유입구(6c) 및 유체 저항부(2a)를 통해 공통 액실(1b)로부터 가압 액실(2b)을 충전한다.

유체 저항부(2a)는 표면 장력에 의한 재배출(재충전)에 대해 저항하면서 잔류 압력 변동의 폭을 효과적으로 감소시킨다. 적절하게 선택되는 저항부는 재충전 시간과 잔류 압력 감소의 균형을 맞추고, 다음 잉크 액적 배출 작동에 대한 전이 시간(구동 주기)을 감소시킨다.

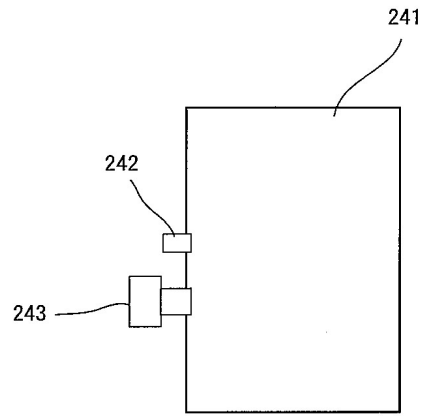
### (잉크 기록)

본 발명의 잉크젯 기록 장치 및 잉크젯 기록 방법에 의해 기록된 잉크 기록물은 본 발명의 잉크 기록물이다. 본 발명의 잉크 기록물은 본 발명의 기록용 잉크를 이용하여 기록용 매질에 형성된 화상을 포함한다.

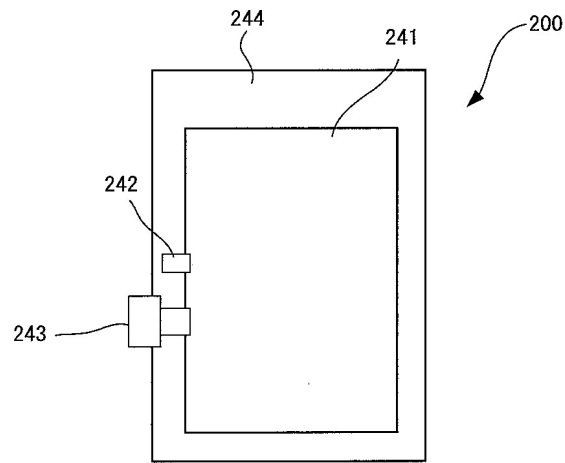
기록용 매질은 특별히 제한되지 않으며, 목적에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 기록용 매질의 예는 일반지, 광택지, 특수지, 직물, 필름 및 OHP 시트를 포함한다. 이는 개별적으로 또는 2 이상의 조합으로 이용될 수 있다. 잉크 기록물은 고화질이며, 흐르는 잉크가 없고 그리고 탁월한 경시적 안정성을 가지고, 이로써 다양한 내용 및 화상기 기록된 문서들과 같은 다양한 적용에 바람직하게 이용된다.

### 도면

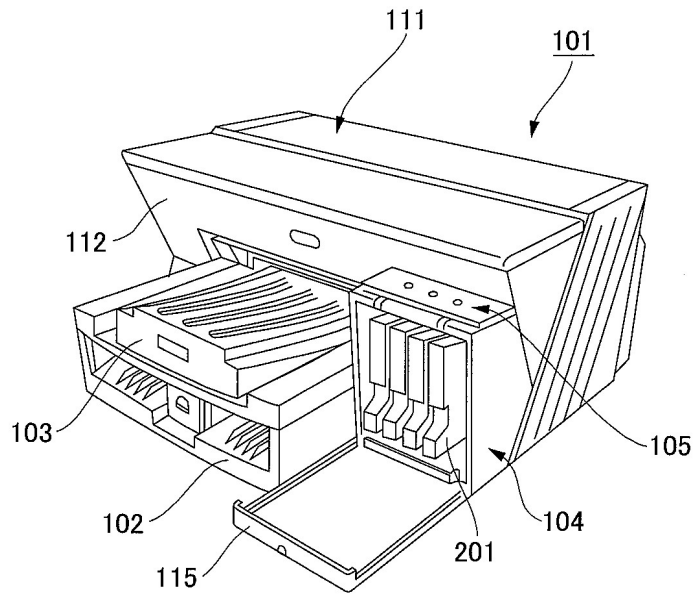
도면1



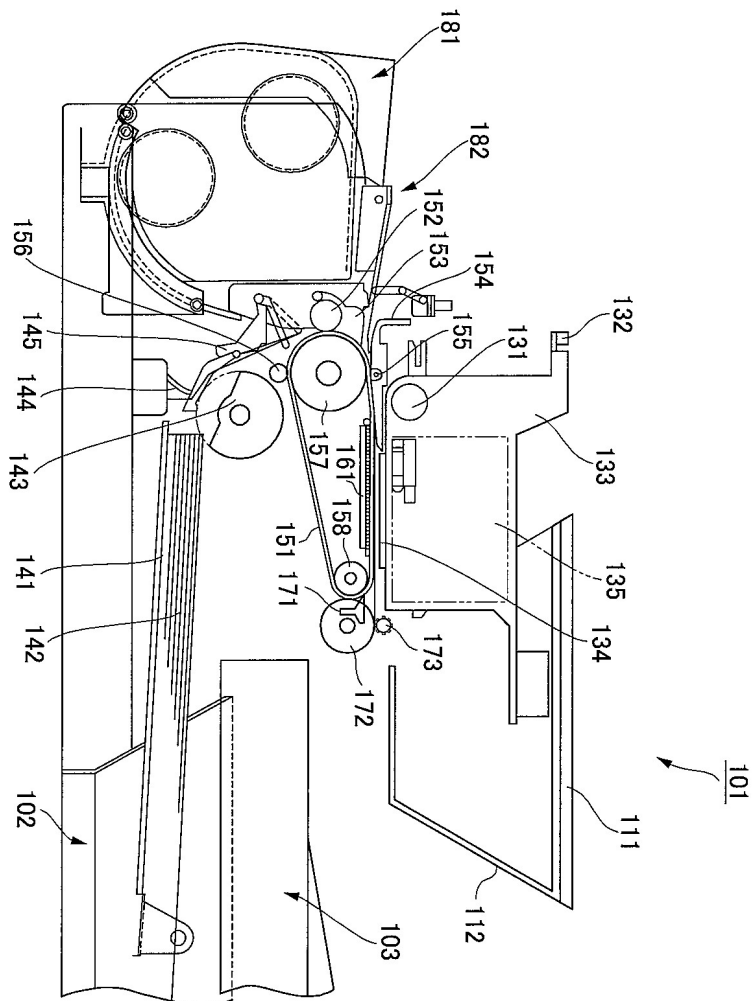
도면2



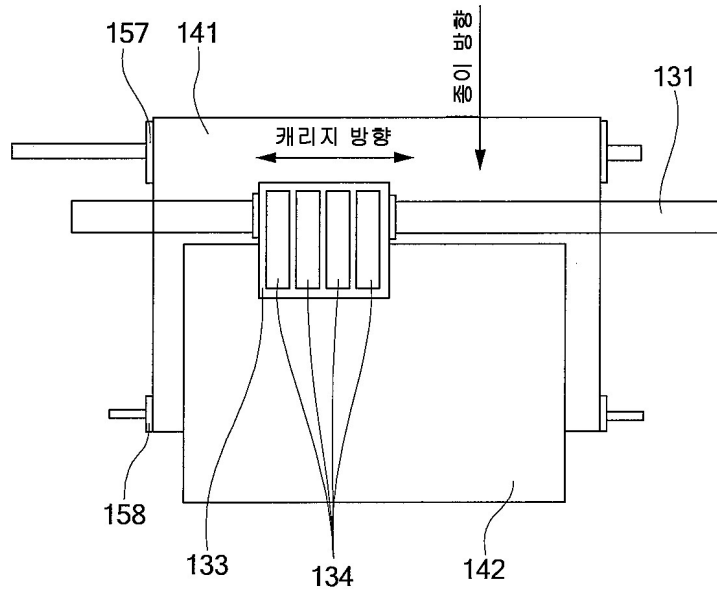
도면3



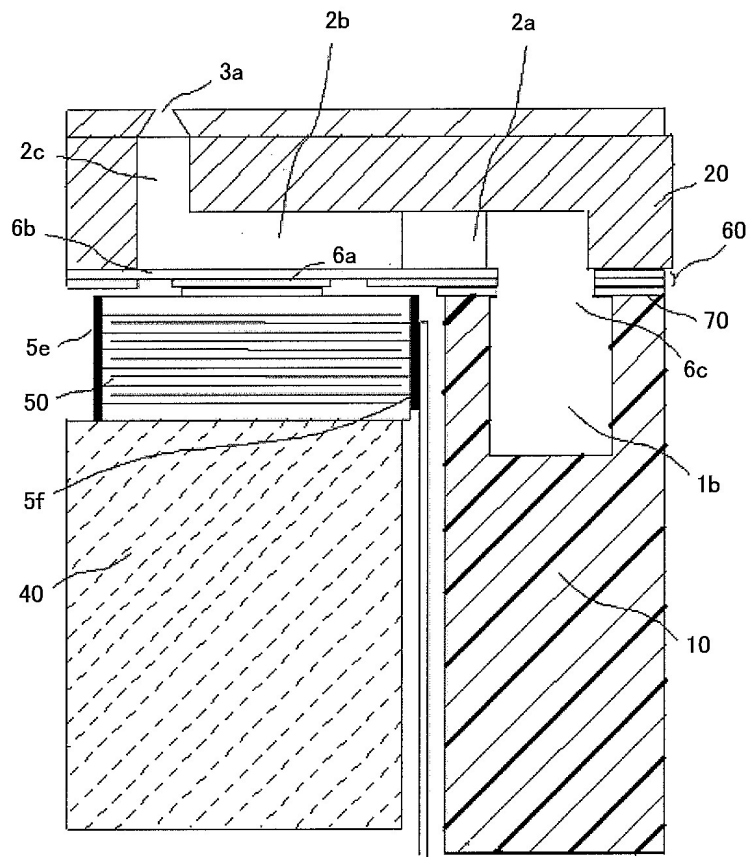
도면4



도면5



도면6



도면7

