

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7167471号
(P7167471)

(45)発行日 令和4年11月9日(2022.11.9)

(24)登録日 令和4年10月31日(2022.10.31)

(51)国際特許分類		F I			
C 0 9 D	11/38	(2014.01)	C 0 9 D	11/38	
C 0 9 D	11/40	(2014.01)	C 0 9 D	11/40	
B 4 1 J	2/01	(2006.01)	B 4 1 J	2/01	5 0 1
B 4 1 M	5/00	(2006.01)	B 4 1 M	5/00	1 2 0

請求項の数 16 (全70頁)

(21)出願番号	特願2018-72208(P2018-72208)	(73)特許権者	000006747 株式会社リコー 東京都大田区中馬込1丁目3番6号
(22)出願日	平成30年4月4日(2018.4.4)	(72)発明者	後藤 寛 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株 式会社リコー内
(65)公開番号	特開2019-6978(P2019-6978A)	(72)発明者	増田 悦昌 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株 式会社リコー内
(43)公開日	平成31年1月17日(2019.1.17)	(72)発明者	石川 正彦 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株 式会社リコー内
審査請求日	令和3年2月8日(2021.2.8)	(72)発明者	工藤 真樹 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株 式会社リコー内
(31)優先権主張番号	特願2017-126228(P2017-126228)		
(32)優先日	平成29年6月28日(2017.6.28)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

最終頁に続く

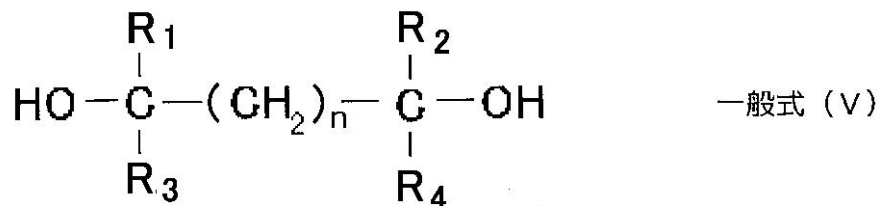
(54)【発明の名称】 インク、インクセット、インク容器、画像形成方法、及び画像形成装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

ポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物のそれぞれを少なくとも一種ずつ含有し、
前記ポリエーテル変性シロキサン化合物と前記脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物の質量基準での含有量の比率（ポリエーテル変性シロキサン化合物 / 脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物）が、20 / 80 ~ 40 / 60の範囲であり、
下記一般式（V）で表される化合物を少なくとも1種含有するインク。

【化39】



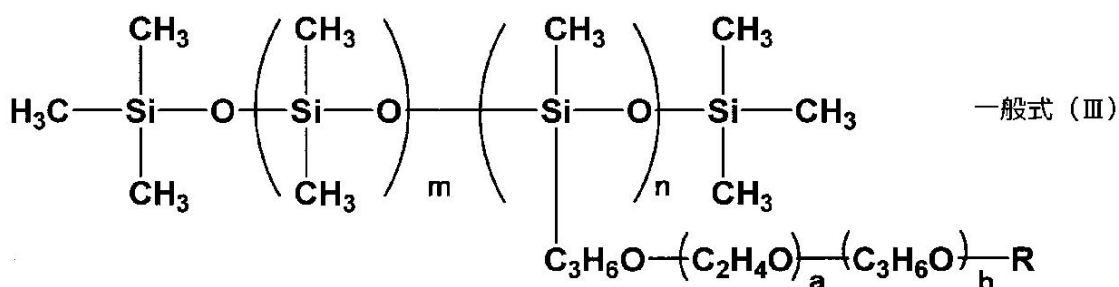
ただし、前記一般式（V）中、R₁およびR₂は、独立に炭素原子3～6個を有するアルキル基の群から選択され、R₃およびR₄は独立に、炭素原子1～2個を有するアルキル

基であり、そしてnは1～6の整数を示す。

【請求項2】

前記ポリエーテル変性シロキサン化合物が、下記一般式(III)で表される化合物から選択される少なくとも1種である請求項1に記載のインク。

【化3】



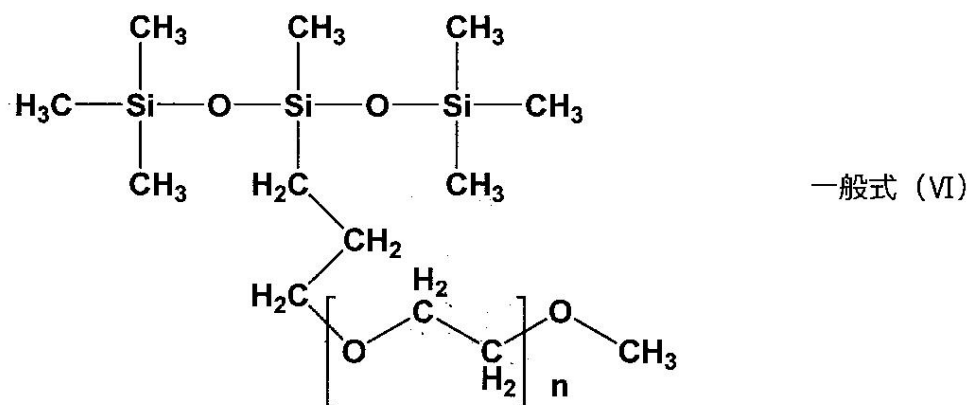
10

ただし、前記一般式(III)中、mは、0～23の整数を示し、nは、1～10の整数を示す。aは、1～23の整数を示し、bは、0～23の整数を示す。Rは、水素原子又は炭素数1～4のアルキル基を表す。

【請求項3】

前記一般式(III)で表される化合物が下記一般式(VI)～(IX)で表される化合物である請求項2に記載のインク。

【化6】

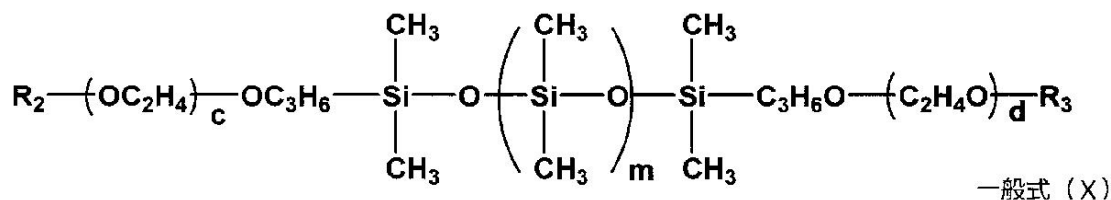


30

ただし、前記一般式(VI)中、nは、2～17の整数を示す。

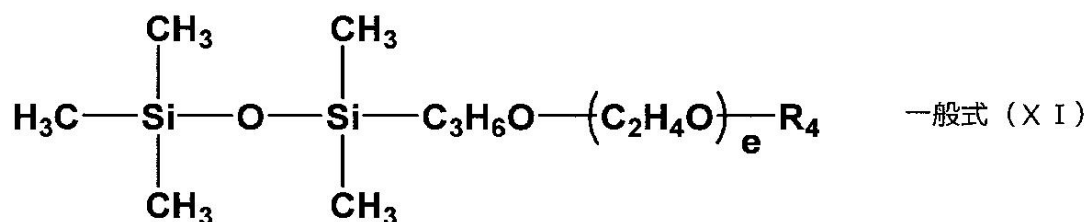
40

【化 1 0】



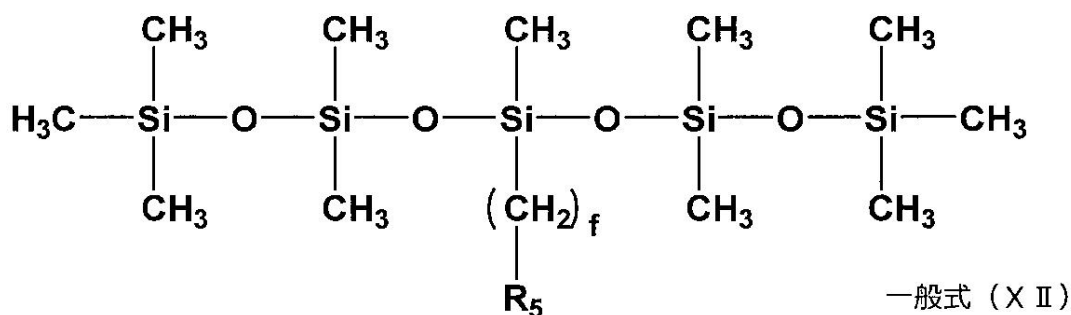
ただし、前記一般式 (X) 中、m は、1 ~ 8 の整数を示し、c 及び d は、1 ~ 10 の整数を示す。R₂ 及び R₃ は、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。

【化 1 1】



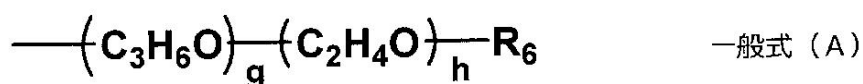
ただし、前記一般式 (XI) 中、e は、1 ~ 8 の整数を示し、R₄ は、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。

【化 1 2】



ただし、前記一般式 (XII) 中、f は、1 ~ 8 の整数を示す。R₅ は、下記一般式 (A) で表されるポリエーテル基を表す。

【化 1 3】



ただし、前記一般式 (A) 中、g は、0 ~ 23 の整数を示し、h は、0 ~ 23 の整数を示し、g 及び h が同時に 0 となることはない。R₆ は、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。

【請求項 5】

前記脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物が下記一般式 (IV) で表される化合物又は下記一般式 (XIV) で表される化合物から選択される少なくとも 1 種である請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載のインク。

10

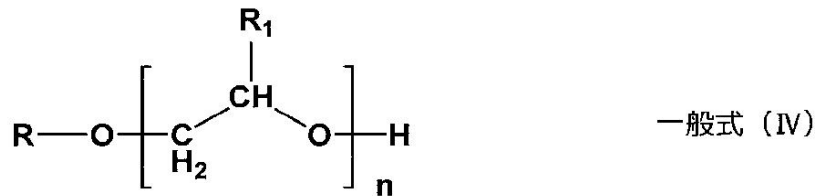
20

30

40

50

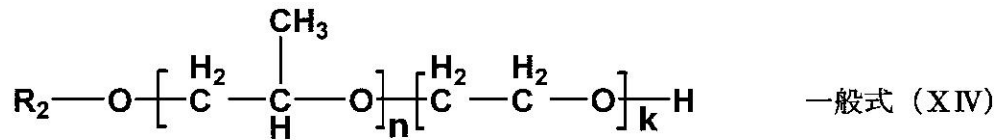
【化 4】



ただし、前記一般式 (IV) 中、R は炭素数 8 ~ 13 のアルキル基を表し、R₁ は水素原子又はメチル基を表し、n は、2 ~ 12 の整数を示す。

10

【化 3 6】



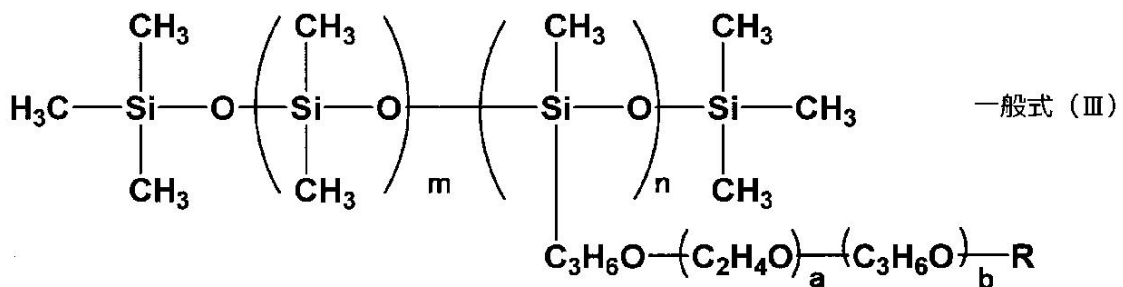
ただし、前記一般式 (XIV) 中、R₂ は炭素数 6 ~ 10 の脂肪族炭化水素基、n はプロピレンオキシドの平均付加モル数を表す 0 ~ 6 の数、k はエチレンオキシドの平均付加モル数を表す 0 ~ 8 の数であり、かつ、プロピレンオキシドとエチレンオキシドが加算されたアルキレンオキシド数 m が、3n + k = 14 を満たす数である。

20

【請求項 6】

下記一般式 (III) で表されるポリエーテル変性シロキサン化合物から選択される少なくとも 1 種と、下記一般式 (IV) で表される脂肪族系アルコールアルキレンオキシド化合物から選択される少なくとも 1 種とを含む請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載のインク。

【化 3】

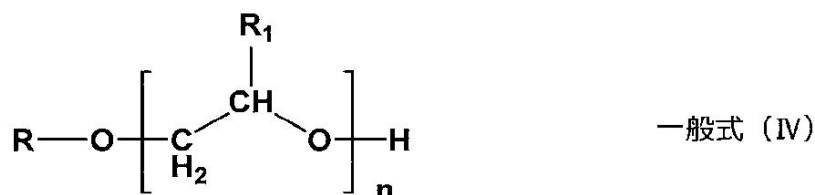


30

ただし、前記一般式 (III) 中、m は、0 ~ 23 の整数を示し、n は、1 ~ 10 の整数を示す。a は、1 ~ 23 の整数を示し、b は、0 ~ 23 の整数を示す。R は、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。

40

【化 4】



50

ただし、前記一般式 (IV) 中、R は炭素数 8 ~ 13 のアルキル基を表し、R₁ は水素原子又はメチル基を表し、n は、2 ~ 12 の整数を示す。

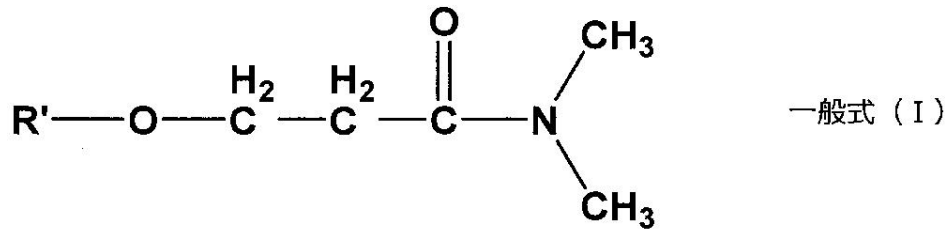
【請求項 7】

更に、有機溶剤を含有し、前記有機溶剤として、溶解度パラメーターが 8.96 以上 11.79 以下である有機溶剤を少なくとも 1 種含有する請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載のインク。

【請求項 8】

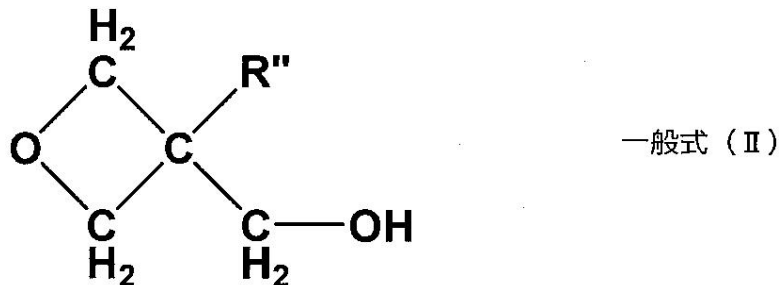
前記溶解度パラメーターが 8.96 以上 11.79 以下である有機溶剤が、下記一般式 (I) で表される化合物又は下記一般式 (II) で表される化合物から選択される少なくとも 1 種である請求項 7 に記載のインク。

【化 1】



ただし、前記一般式 (I) 中、R' は、炭素数 4 ~ 6 のアルキル基を表す。

【化 2】



ただし、前記一般式 (II) 中、R'' は、炭素数 1 ~ 2 のアルキル基を表す。

【請求項 9】

前記有機溶剤が、温度 23、相対湿度 80% における平衡水分量が 30% 以上の多価アルコールを含有しない請求項 7 又は 8 に記載のインク。

【請求項 10】

前記ポリエーテル変性シロキサン化合物のインク中における含有量が、0.01 質量% 以上 2 質量% 以下である請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載のインク。

【請求項 11】

ポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物のそれぞれを少なくとも一種ずつ含有し、

更に、有機溶剤を含有し、前記有機溶剤として、溶解度パラメーターが 8.96 以上 11.79 以下である有機溶剤を少なくとも 1 種含有し、

前記溶解度パラメーターが 8.96 以上 11.79 以下である有機溶剤が、下記一般式 (I) で表される化合物又は下記一般式 (II) で表される化合物から選択される少なくとも 1 種であり、

前記有機溶剤が、温度 23、相対湿度 80% における平衡水分量が 30% 以上の多価アルコールを含有しないインク。

10

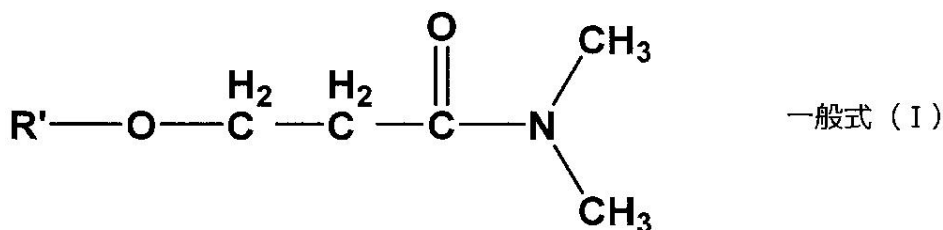
20

30

40

50

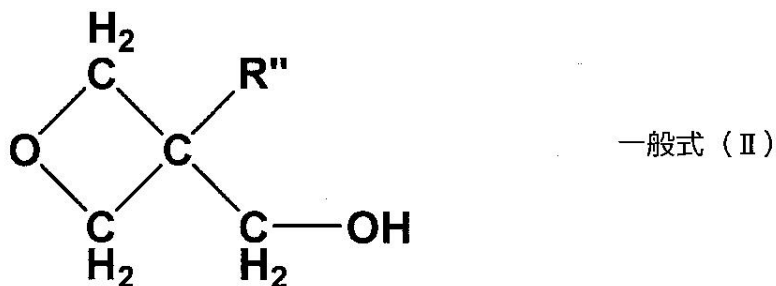
【化 1】



ただし、前記一般式 (I) 中、R' は、炭素数 4 ~ 6 のアルキル基を表す。

10

【化 2】



20

ただし、前記一般式 (II) 中、R'' は、炭素数 1 ~ 2 のアルキル基を表す。

【請求項 1 2】

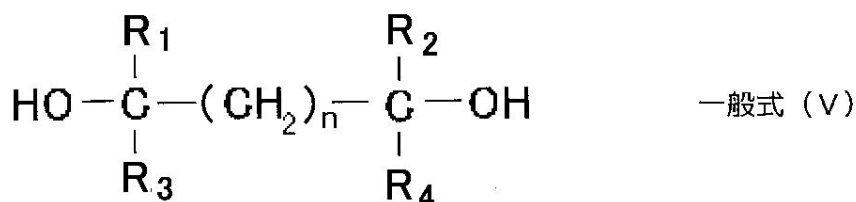
イエローインク、マゼンタインク、及びシアンインクを有するインクセットであって、各インクがポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物のそれぞれを少なくとも一種ずつ含有し、

各インクが前記ポリエーテル変性シロキサン化合物と前記脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物の質量基準での含有量の比率（ポリエーテル変性シロキサン化合物 / 脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物）が、20 / 80 ~ 40 / 60 の範囲であり、

各インクが下記一般式 (V) で表される化合物を少なくとも一種含有するインクセット。

30

【化 3 9】



40

ただし、前記一般式 (V) 中、R₁ および R₂ は、独立に炭素原子 3 ~ 6 個を有するアルキル基の群から選択され、R₃ および R₄ は独立に、炭素原子 1 ~ 2 個を有するアルキル基であり、そして n は 1 ~ 6 の整数を示す。

【請求項 1 3】

更にポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物のそれぞれを少なくとも一種ずつ含有するブラックインクを有する請求項 1 2 に記載のインクセット。

【請求項 1 4】

請求項 1 ~ 1 1 のいずれか一項に記載のインクを容器中に収容してなるインク容器。

【請求項 1 5】

50

請求項 1 ~ 1.1 のいずれか一項に記載のインクを吐出して画像を記録するインク吐出工程を少なくとも含む画像形成方法。

【請求項 1.6】

請求項 1 ~ 1.1 のいずれか一項に記載のインクと、前記インクを吐出して画像を記録するインク吐出手段とを少なくとも有する画像形成装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、インク、インクセット、インク容器、画像形成方法、及び画像形成装置に関する。

10

【背景技術】

【0002】

近年、インクジェットによる画像形成方法は、容易にカラー画像の記録が可能であり、しかもランニングコストが低いなどの理由から、急速に普及してきている。

前記画像形成方法で用いられるインクについては、顔料を微粒子状にして水に分散させた水性顔料インクが注目されている。前記顔料は一般的な商業印刷インクに用いられる色材と組成が近いこともあり、印刷物の風合いを商業印刷に近づけられることが期待される。しかし、前記水性顔料インクを用いて商業印刷用又は出版印刷用コート紙に記録すると、インクの吸収が間に合わずピーディングが発生するという問題がある。

【0003】

20

そこで、本出願人は、先に、水、水溶性有機溶剤、界面活性剤及び色材を含有するインクジェット記録用インクについて提案している（特許文献 1 及び 2 参照）。前記水溶性有機溶剤としては、温度 23℃、相対湿度 80% における平衡水分量が 30 質量% 以上である多価アルコール及び所定のアミド化合物などが用いられている。また、前記界面活性剤としては、シリコーン系界面活性剤、フッ素系界面活性剤、及びアセチレングリコール系界面活性剤から選択される少なくとも 1 種が用いられている。

また、インクの消泡性を高めるために、消泡剤を用いることが提案されており（特許文献 3 参照）、このインクによると、消泡剤を用いることにより泡立ちの課題は解決されるとしている。

【0004】

30

以上のように、商業印刷用又は出版印刷用コート紙に高品位な画像を形成するために、高粘度、高浸透性のインクが提案されているが、このようなインクは泡立ち易く充填性に課題がある。充填性の課題を解決するために、消泡剤を用いた場合にはインクの吐出安定性を確保するのが難しくなるため、使いこなすのが難しいのが現状である。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

従来のインクでは、インクにおける最大泡圧法による表面寿命 15 msec での動的表面張力と、前記インクの静的表面張力との関係が最適化されていないため、インクがインクジェットヘッドのノズルプレートの撥インク膜に濡れ易くなり、前記インクのノズル付着によって吐出安定性が低下してしまうという問題がある。

40

【0006】

また、シリコーン系界面活性剤、フッ素系界面活性剤を使用するとインクの表面張力が低下して起泡し易くなり、高粘度化により消泡もし難くなることから、インクジェットヘッドに充填する場合ヘッド液室内に泡が残ってしまい、不吐出および連続吐出安定性が確保できない課題がある。

【0007】

インクの消泡性を高めるために、消泡剤を用いるインクは、色材をポリマーで包含して水に分散可能にした分散体を含むものであって、界面活性剤としてアセチレングリコール系界面活性剤、さらに特定の構造のエチレンオキシ変性シリコーン化合物を消泡剤として

50

含有する。しかしながら、この消泡剤は、消泡の機構上、水性インクに溶解し難く、インク流路およびインクジェットヘッドのノズルプレート等に付着することで、吐出安定性が一層低下する問題がある。

【0008】

以上のように、商業印刷用又は出版印刷用コート紙に高品位な画像を形成するために、高粘度、高浸透性のインクが提案されているが、このようなインクは泡立ち易く充填性に課題がある。充填性の課題を解決するために、消泡剤を用いた場合にはインクの吐出安定性を確保するのが難しくなるため、使いこなすのが難しいのが現状である。

【0009】

本発明は、ピーディングと吐出安定性を両立させたインクを提供することを目的とする。

10

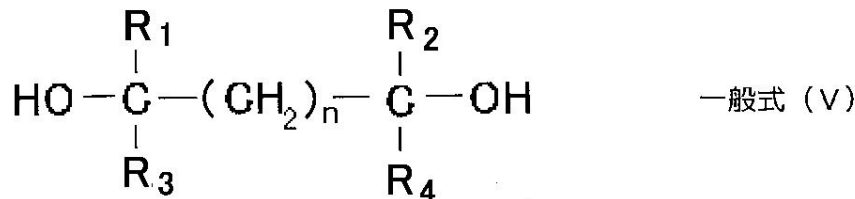
【課題を解決するための手段】

【0010】

前記課題を解決するための手段としての本発明のインクは、2種の界面活性剤を少なくとも含有するインクであって、前記界面活性剤が、ポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物のそれぞれを少なくとも1種類ずつ含有し、前記ポリエーテル変性シロキサン化合物と前記脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物の質量基準での含有量の比率（ポリエーテル変性シロキサン化合物／脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物）が、20／80～40／60の範囲であり、下記一般式（V）で表される化合物を少なくとも1種含有することを特徴とする。

【化39】

20



ただし、前記一般式（V）中、R₁およびR₂は、独立に炭素原子3～6個を有するアルキル基の群から選択され、R₃およびR₄は独立に、炭素原子1～2個を有するアルキル基であり、そしてnは1～6の整数を示す。

30

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、ピーディングと吐出安定性を両立させたインクを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図1】本発明のインク収納容器のインク袋の一例を示す概略図。

【図2】図1のインク袋をカートリッジケース内に収容したインク収納容器を示す概略図。

40

【図3】本発明のインクジェット記録装置例のインク収納容器装填部のカバーを開いた状態の斜視説明図である。

【図4】本発明のインクジェット記録装置例の全体構成を説明する概略構成図である。

【図5】図3に示したインクジェット記録装置の一部拡大断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0013】

本発明の態様は、例えば、以下の通りである。

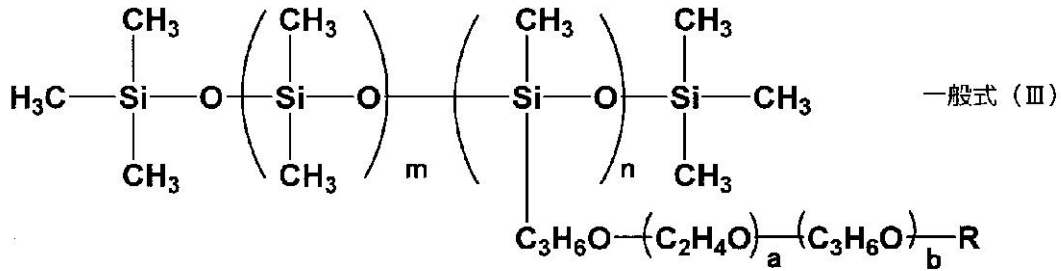
(1) ポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物のそれぞれを少なくとも一種ずつ含有する、インク。

(2) 前記ポリエーテル変性シロキサン化合物が、下記一般式（III）で表される化合物か

50

ら選択される少なくとも1種である上記(1)に記載のインク。

【化3】

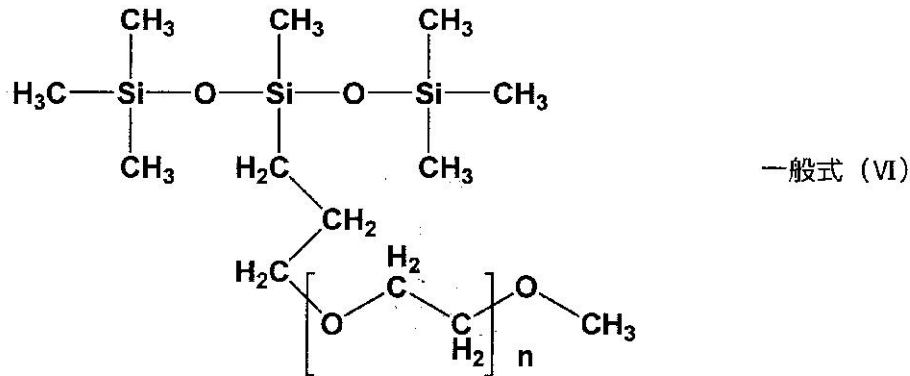


10

ただし、前記一般式(III)中、mは、0~23の整数を示し、nは、1~10の整数を示す。aは、1~23の整数を示し、bは、0~23の整数を示す。Rは、水素原子又は炭素数1~4のアルキル基を表す。

(3)前記一般式(III)で表される化合物が下記一般式(VI)~(IX)で表される化合物である上記(2)に記載のインク。

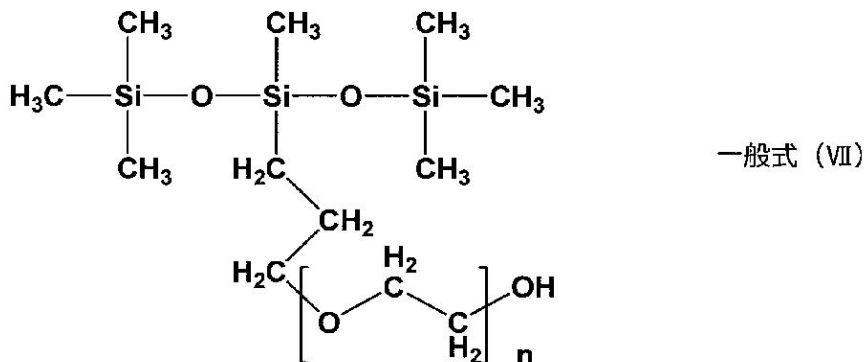
【化6】



30

ただし、前記一般式(VI)中、nは、2~17の整数を示す。

【化7】

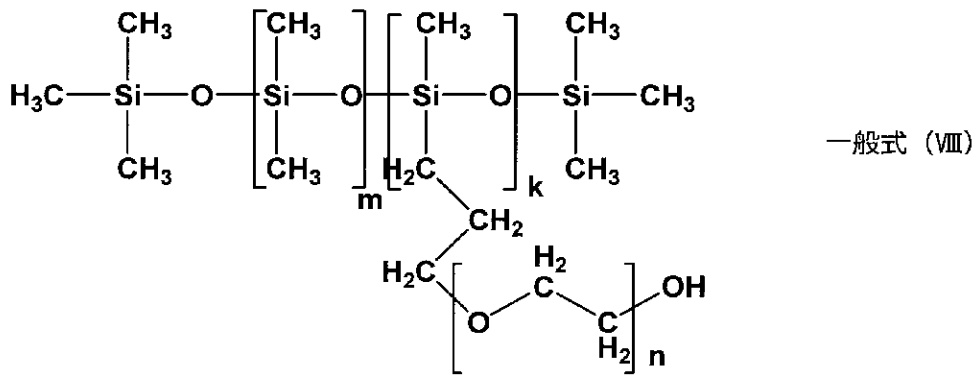


40

ただし、前記一般式(VII)中、nは、2~17の整数を示す。

50

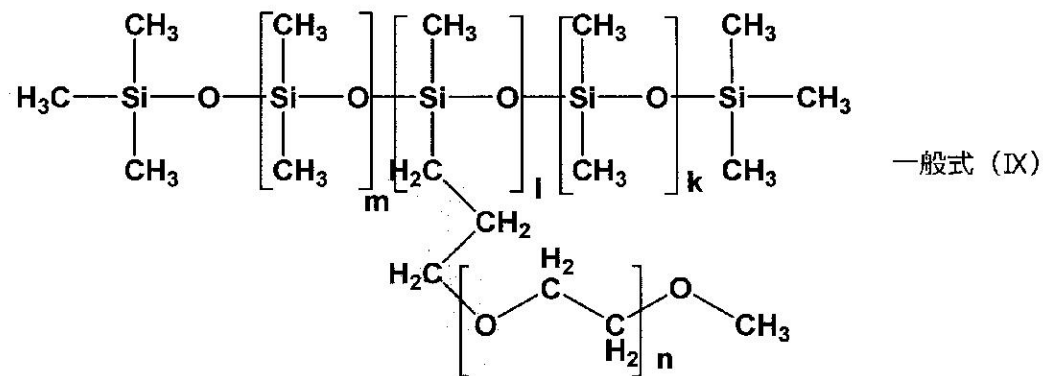
【化 8】



10

ただし、前記一般式 (VIII) 中、 k は 1 ~ 2、 m は 0 ~ 5 および n は、3 ~ 17 の整数を示す。

【化 9】



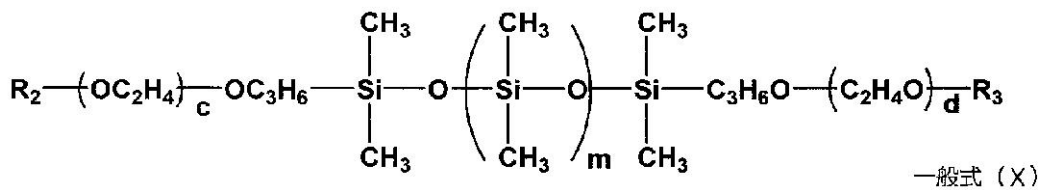
20

ただし、前記一般式 (IX) 中、 $k + m$ は 0 ~ 7、 l は 1 ~ 2 および n は、2 ~ 16 の整数を示す。

30

(4) 前記ポリエーテル変性シロキサン化合物が、下記一般式 (X) ~ (XII) で表される化合物から選択される少なくとも 1 種である上記 (1) に記載のインク。

【化 10】

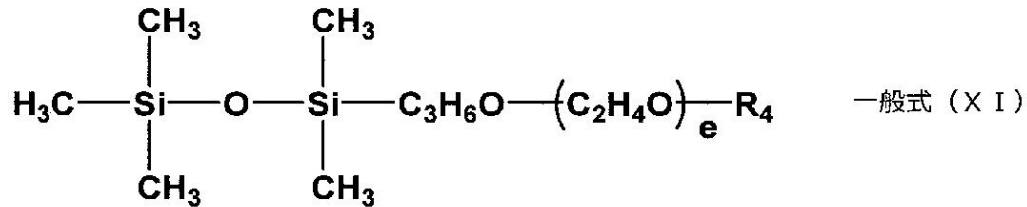


40

ただし、前記一般式 (X) 中、 m は、1 ~ 8 の整数を示し、 c 及び d は、1 ~ 10 の整数を示す。 R_2 及び R_3 は、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。

50

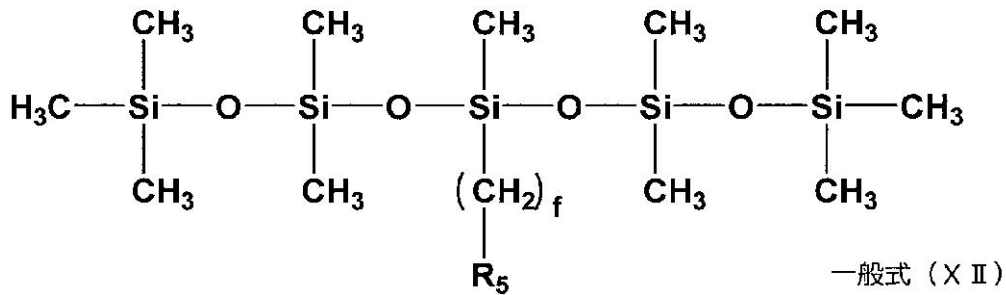
【化 1 1】



ただし、前記一般式 (X I) 中、 e は、1 ~ 8 の整数を示し、 R_4 は、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。

10

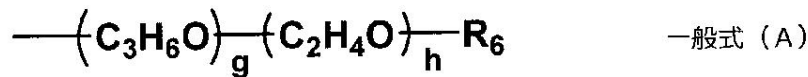
【化 1 2】



20

ただし、前記一般式 (X II) 中、 f は、1 ~ 8 の整数を示す。 R_5 は、下記一般式 (A) で表されるポリエーテル基を表す。

【化 1 3】

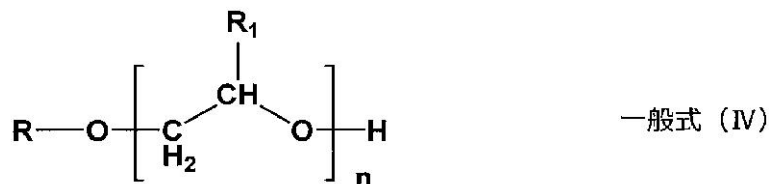


ただし、前記一般式 (A) 中、 g は、0 ~ 23 の整数を示し、 h は、0 ~ 23 の整数を示し、 g 及び h が同時に 0 となることはない。 R_6 は、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。

30

(5) 前記脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物が下記一般式 (IV) で表される化合物又は下記一般式 (XIV) で表される化合物から選択される少なくとも 1 種である上記 (1) ~ (4) のいずれか一項に記載のインク。

【化 4】

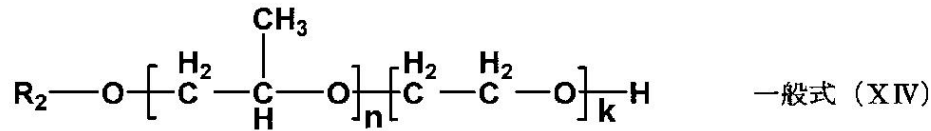


40

ただし、前記一般式 (IV) 中、 R は炭素数 8 ~ 13 のアルキル基を表し、 R_1 は水素原子又はメチル基を表し、 n は、2 ~ 12 の整数を示す。

50

【化 3 6】

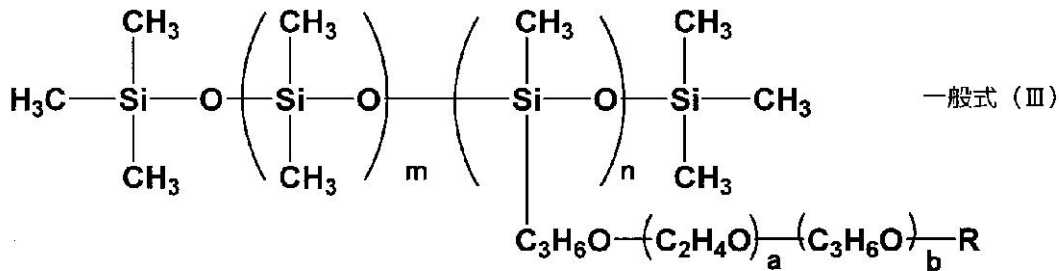


ただし、前記一般式 (XIV) 中、 R_2 は炭素数 6 ~ 10 の脂肪族炭化水素基、 n はプロピレンオキシドの平均付加モル数を表す 0 ~ 6 の数、 k はエチレンオキシドの平均付加モル数を表す 0 ~ 8 の数であり、かつ、プロピレンオキシドとエチレンオキシド

10

が加算されたアルキレンオキシド数 m が、 $3n + k \leq 14$ を満たす数である。
(6) 下記一般式 (III) で表されるポリエーテル変性シロキサン化合物から選択される少なくとも 1 種と、下記一般式 (IV) で表される脂肪族系アルコールアルキレンオキシド化合物から選択される少なくとも 1 種とを含む上記 (1) ~ (5) のいずれか一項に記載のインク。

【化 3】

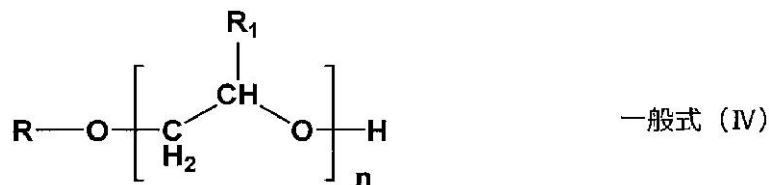


20

ただし、前記一般式 (III) 中、 m は、0 ~ 23 の整数を示し、 n は、1 ~ 10 の整数を示す。 a は、1 ~ 23 の整数を示し、 b は、0 ~ 23 の整数を示す。 R は、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。

30

【化 4】



ただし、前記一般式 (IV) 中、 R は炭素数 8 ~ 13 のアルキル基を表し、 R_1 は水素原子又はメチル基を表し、 n は、2 ~ 12 の整数を示す。

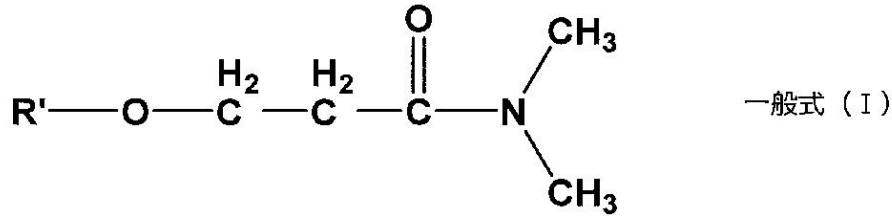
40

(7) 更に、有機溶剤を含有し、前記有機溶剤として、溶解度パラメーターが 8.96 以上 11.79 以下である有機溶剤を少なくとも 1 種含有する上記 (1) ~ (6) のいずれか一項に記載のインク。

(8) 前記溶解度パラメーターが 8.96 以上 11.79 以下である有機溶剤が、下記一般式 (I) で表される化合物又は下記一般式 (II) で表される化合物から選択される少なくとも 1 種である上記 (7) に記載のインク。

50

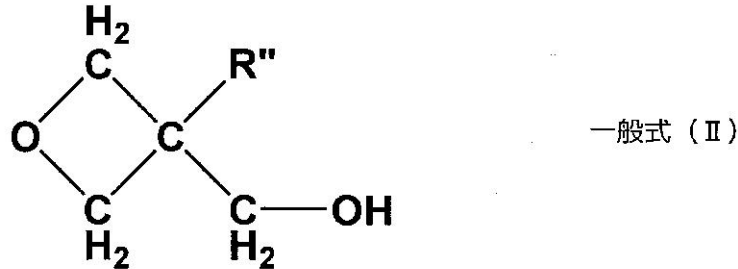
【化 1】



ただし、前記一般式 (I) 中、R' は、炭素数 4 ~ 6 のアルキル基を表す。

10

【化 2】



ただし、前記一般式 (II) 中、R'' は、炭素数 1 ~ 2 のアルキル基を表す。

20

(9) 前記有機溶剤が、温度 23 °C、相対湿度 80 % における平衡水分量が 30 % 以上の多価アルコールを含有しない上記 (7) 又は (8) に記載のインク。

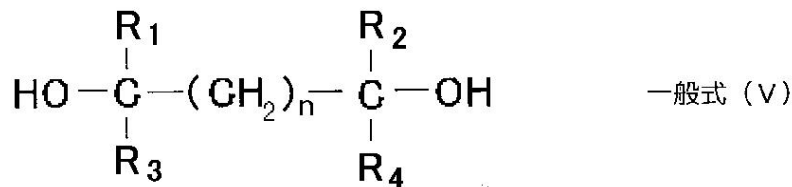
(10) 前記ポリエーテル変性シロキサン化合物と前記脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物との質量基準での比率 (ポリエーテル変性シロキサン化合物 / 脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物) が、10 / 90 から 50 / 50 である上記 (1) ~ (9) のいずれか一項に記載のインク。

(11) 前記ポリエーテル変性シロキサン化合物のインク中における含有量が、0.01 質量 % 以上 2 質量 % 以下である上記 (1) ~ (10) のいずれか一項に記載のインク。

(12) 前記インク中に下記一般式 (V) で表される化合物を 1 種類以上含有する上記 (1) ~ (11) のいずれか一項に記載のインク。

30

【化 3 9】



ただし、前記一般式 (V) 中、R₁ および R₂ は、独立に炭素原子 3 ~ 6 個を有するアルキル基の群から選択され、R₃ および R₄ は独立に、炭素原子 1 ~ 2 個を有するアルキル基であり、そして n は 1 ~ 6 の整数を示す。

40

(13) イエローインク、マゼンタインク及びシアンインクを有するインクセットであって、各インクがポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物のそれぞれを少なくとも一種ずつ含有するインクセット。

(14) 更にポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物のそれぞれを少なくとも一種ずつ含有するブラックインクを有する上記 (13) に記載のインクセット。

(15) 上記 (1) ~ (12) のいずれか一項に記載のインクを容器中に収容してなるイ

50

ンク容器。

(16) 上記(1)～(12)のいずれか一項に記載のインクを吐出して画像を記録するインク吐出工程を少なくとも含む画像形成方法。

(17) 上記(1)～(12)のいずれか一項に記載のインクと、前記インクを吐出して画像を記録するインク吐出手段とを少なくとも有する画像形成装置。

【0014】

前記(1)～(12)のいずれかに記載のインク、前記(13)、(14)に記載のインクセット、前記(15)に記載のインク容器、前記(16)に記載の画像形成方法、前記(17)に記載の画像形成装置は、従来における前記諸問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。

即ち、前記インク、前記インクセット、前記インク容器、前記画像形成方法、及び前記画像形成装置は、普通紙は勿論のこと汎用印刷用紙に対して、ピーディングが抑制された良好な品位の記録が可能であり、かつ画像濃度及び吐出安定性が良好な理想的なインクが提供される。

特に、インクジェットヘッド内の濡れ性が良好になると共に、インク充填時に殆ど泡が立たないことから、気泡によるノズル抜けが解消されるインクを提供することを目的とする。

本発明のインクは、普通紙は勿論のこと汎用印刷用紙に対しても、ピーディングが抑制された高品位の記録が可能であり、かつ、インクジェットヘッドへの初期充填性(液室内の濡れ性、泡立ち抑制)、吐出安定性及び画像濃度が良好なインクである。

【0015】

前記インクの25、最大泡圧法による表面寿命15msecでの動的表面張力は38mN/m以下が好ましく、さらに好ましくは35mN/m以下が好ましい。前記動的表面張力を38mN/m以下にすることにより、普通紙での発色性及び白ポチの発生も改善され、35mN/m以下にすることにより、汎用印刷用紙での濡れ性及び浸透性が良好となり、ピーディング及びカラーブリードの低減にも効果が高くなる。

前記インクの最大泡圧法による表面寿命15msecでの動的表面張力は、例えば、SITA DynoTester(SITA社製)を用いて、25で測定することができる。

【0016】

前記インクの25での静的表面張力は22mN/m以上が好ましく、24mN/m以上がより好ましい。静的表面張力が22mN/m以上であることにより、インクジェットヘッドのノズルプレート撥水膜への濡れが抑制され、吐出安定性を充分確保することができ、デキャップ時および連続吐出においてノズル抜けが軽減される。さらに、静的表面張力を24mN/m以上にすることにより、インクジェットヘッド初期充填時の泡立ちが軽減され、初期充填性が良好となり、初期吐出安定性も良好となる。前記インクの静的表面張力は、例えば、全自動表面張力計(CBVP-Z、協和界面科学社製)を用いて、25で測定することができる。

前記インクにおける前記動的表面張力と前記静的表面張力とのバランスの最適な範囲を保つことにより、初期充填性が良好となり、デキャップ時および連続吐出においてノズル抜けが発生しない吐出安定性が優れたインクとなる。さらに、普通紙および汎用印刷用紙でも高品質の画像が得られるインクとなる。

この様なインクを調製するには、特定の界面活性剤を用いることが有効であり、ポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物を各1種類ずつ含有することで上記効果が得られる。

【0017】

<インク>

本発明のインクは、2種の界面活性剤を少なくとも含有するインクであって、界面活性剤としてポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物を少なくとも各1種類ずつ含有することで、吐出安定性と消泡性を両立させる

10

20

30

40

50

ことができた。

また、界面活性剤としてポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物を少なくとも各 1 種類含有することにより、記録用メディアへの十分なインクの濡れ性を確保することができ、更に汎用印刷用紙等の塗工層を有する吸インク性の悪いコート紙にもインクが素早く浸透し、紙面へのインク着弾後の乾燥過程で急激に顔料凝集が生じて増粘させることが可能となり、ピーディングを抑制することが可能となる。

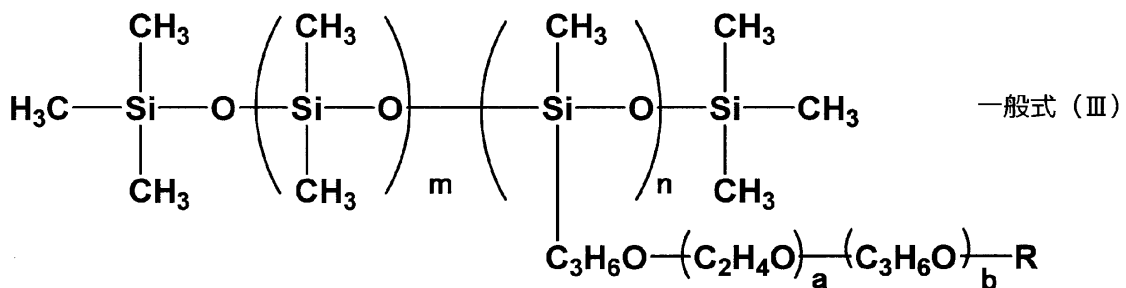
【 0 0 1 8 】

< 界面活性剤 >

前記界面活性剤の一つとしては、ポリエーテル変性シロキサン化合物を用いる。特に下記一般式 (III) で表される化合物から選択される少なくとも 1 種であることが好ましい。

10

【 化 3 】



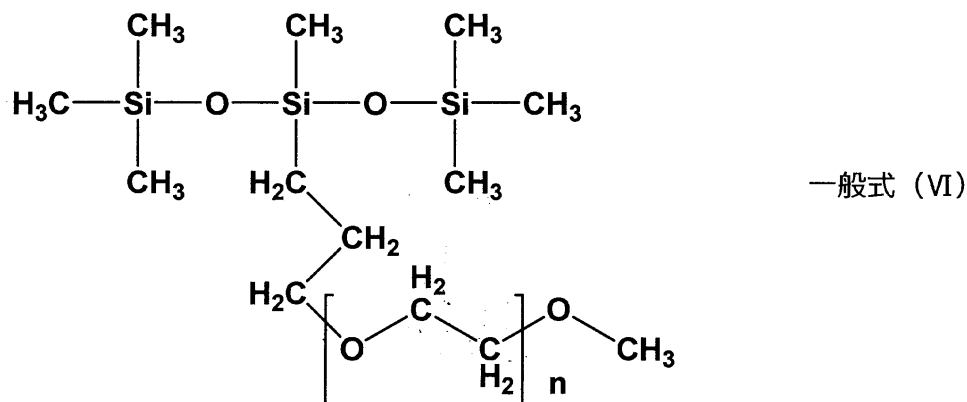
20

ただし、前記一般式 (III) 中、m は、0 ~ 23 の整数を示し、n は、1 ~ 10 の整数を示す。a は、1 ~ 23 の整数を示し、b は、0 ~ 23 の整数を示す。R は、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。

【 0 0 1 9 】

更に、好ましいのは下記一般式 (VI) ~ (IX) で表される化合物である。

【 化 6 】



40

ただし、前記一般式 (VI) 中、n は、2 ~ 17 の整数を示す。

【 0 0 2 0 】

50

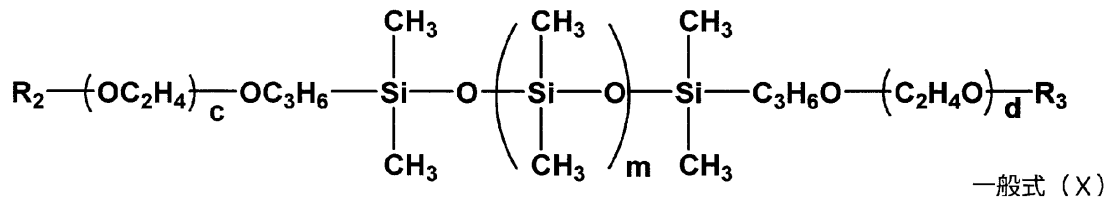
前記ポリエーテル変性シロキサン化合物を界面活性剤として用いることにより、インクヘッドのノズルプレートの撥インク層に濡れ難いインクとなり、インクのノズル付着による吐出不良を防ぎ、吐出安定性が向上する。また、普通紙は勿論のこと汎用印刷用紙に対しても、ピーディングが抑制された高品位の記録が可能となる。

【0024】

前記一般式(III)で表される化合物以外のポリエーテル変性シロキサン化合物としては、色材の種類や前記有機溶剤の組合せによって分散安定性を損なわず、動的表面張力が低く、浸透性、及びレベリング性の点から、下記一般式(X)から(XII)で表される化合物が挙げられる。

【0025】

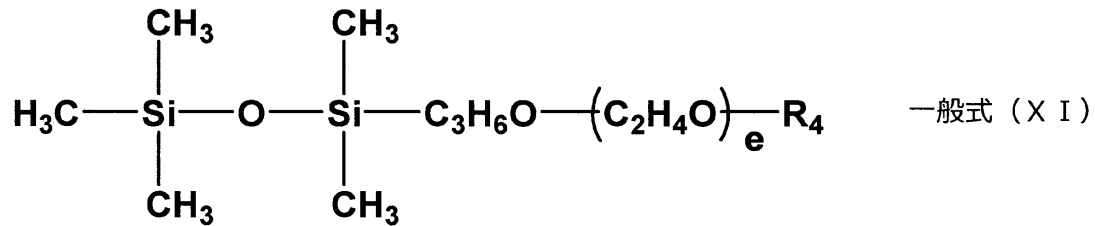
【化10】



ただし、前記一般式(X)中、mは、1~8の整数を示し、c及びdは、1~10の整数を示す。R₂及びR₃は、水素原子又は炭素数1~4のアルキル基を表す。

【0026】

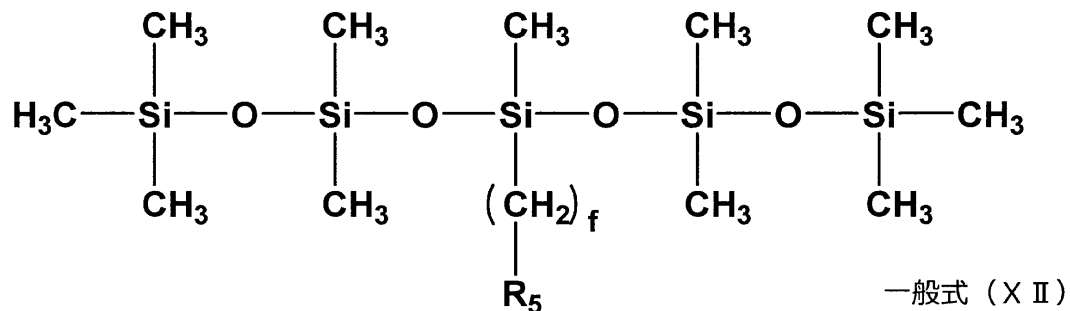
【化11】



ただし、前記一般式(XI)中、eは、1~8の整数を示し、R₄は、水素原子又は炭素数1~4のアルキル基を表す。

【0027】

【化12】



ただし、前記一般式(XII)中、fは、1~8の整数を示す。R₅は、下記一般式(A)で表されるポリエーテル基を表す。

10

20

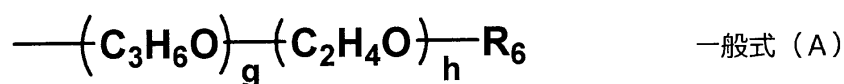
30

40

50

【 0 0 2 8 】

【 化 1 3 】



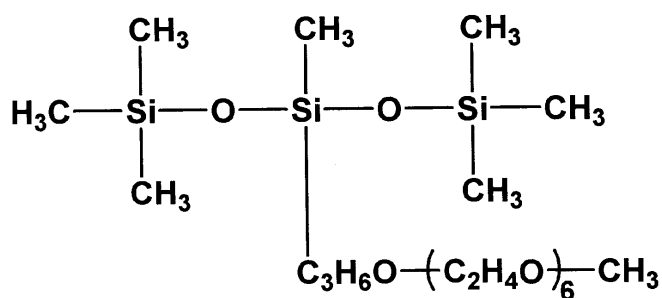
ただし、前記一般式 (A) 中、g は、0 ~ 23 の整数を示し、h は、0 ~ 23 の整数を示し、g 及び h が同時に 0 となることはない。R₆ は、水素原子又は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基を表す。

【 0 0 2 9 】

前記一般式 (III) で示されるポリエーテル変性シロキサン化合物としては、例えば、下記構造式 (VI) ~ (XIII) で表される化合物などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【 0 0 3 0 】

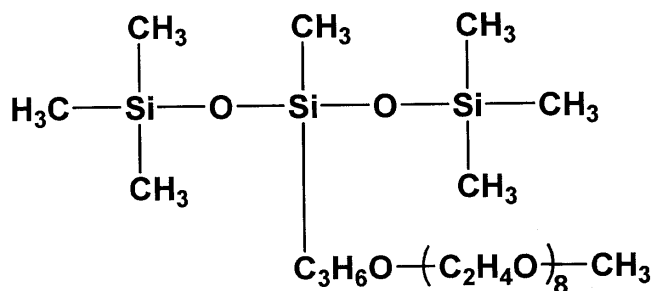
【 化 1 4 】



構造式 (VI)

【 0 0 3 1 】

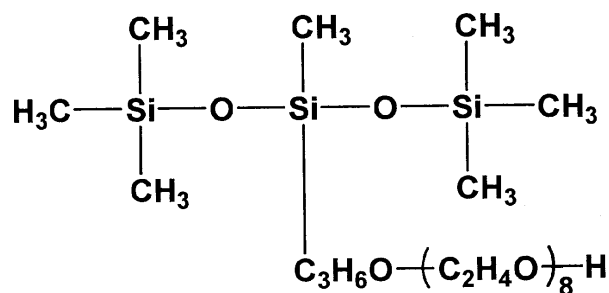
【 化 1 5 】



構造式 (VII)

【 0 0 3 2 】

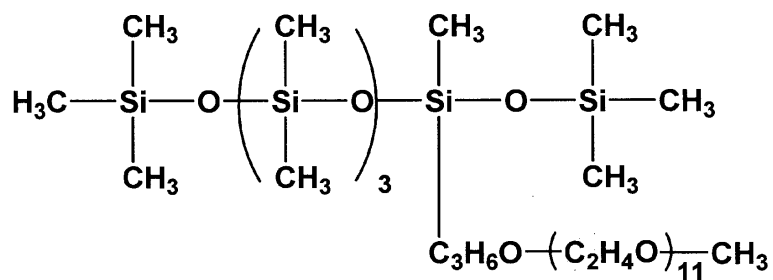
【 化 1 6 】



構造式 (VIII)

【 0 0 3 3 】

【化 17】

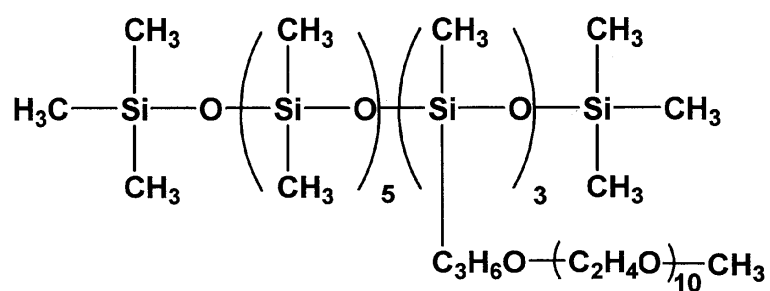


構造式 (IX)

10

【0034】

【化 18】

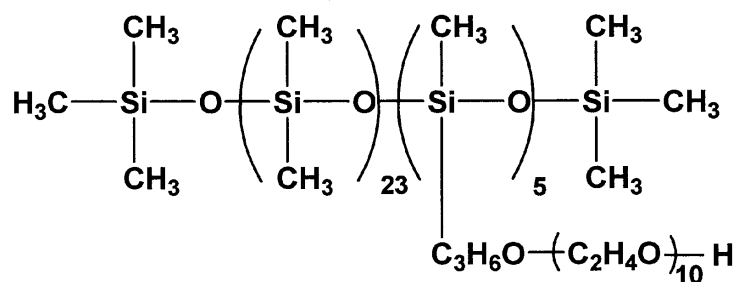


[構造式 (X)]

20

【0035】

【化 19】

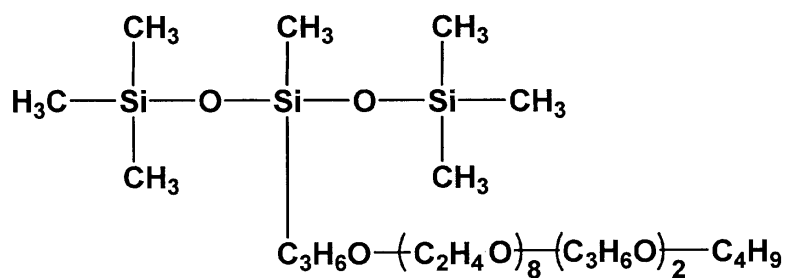


構造式 (XI)

30

【0036】

【化 20】



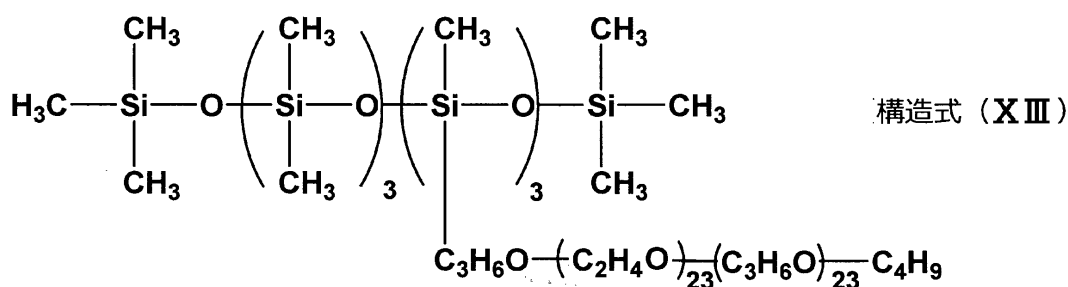
構造式 (XII)

40

【0037】

50

【化 2 1】



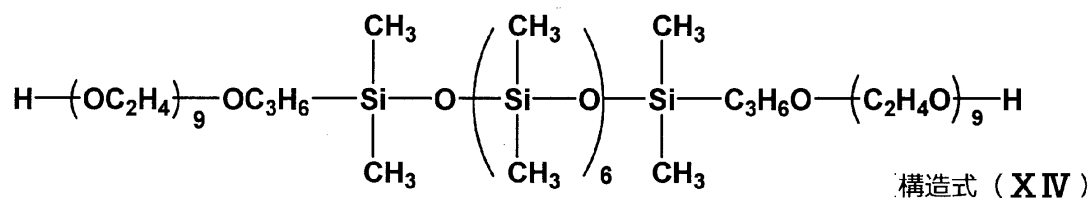
10

【0038】

前記一般式 (X) で示されるポリエーテル変性シロキサン化合物としては、例えば、下記構造式 (XIV) で表される化合物などが挙げられるが、これに限定されるものではない。

【0039】

【化 2 2】



20

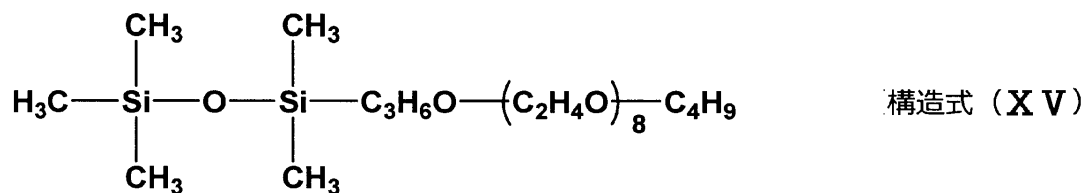
【0040】

前記一般式 (XI) で示されるポリエーテル変性シロキサン化合物としては、例えば、下記構造式 (XV) で表される化合物などが挙げられるが、これに限定されるものではない。

30

【0041】

【化 2 3】



40

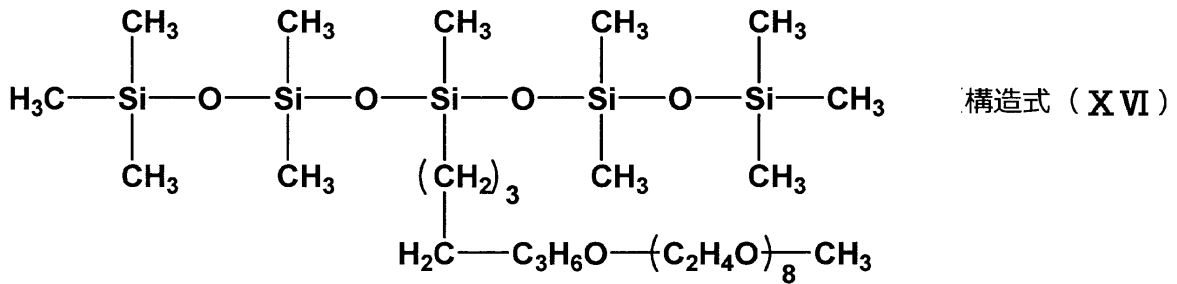
【0042】

前記一般式 (XII) で示されるポリエーテル変性シロキサン化合物としては、例えば、下記構造式 (XVI) ~ (XVIII) で表される化合物などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0043】

50

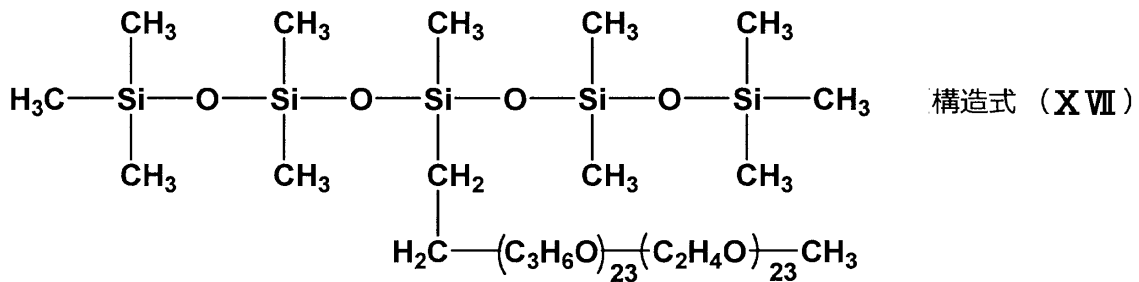
【化 2 4】



10

【0 0 4 4】

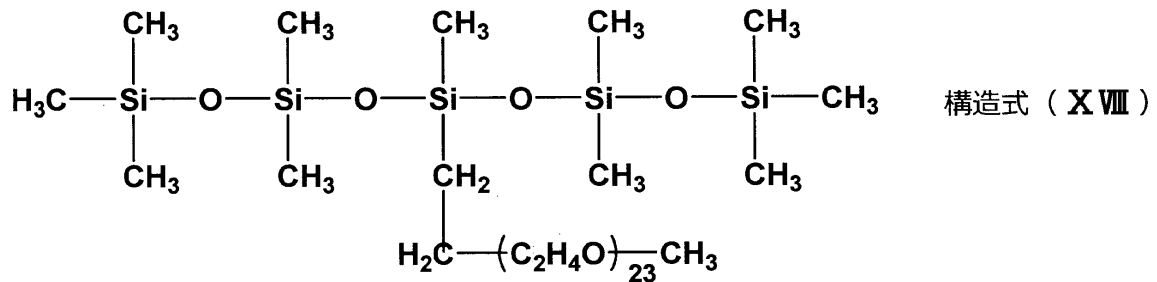
【化 2 5】



20

【0 0 4 5】

【化 2 6】



30

【0 0 4 6】

前記ポリエーテル変性シロキサン化合物としては、適宜合成したものを使用してもよいし、市販品を使用してもよい。

前記ポリエーテル変性シロキサン化合物の合成方法としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、特許第5101598号公報、特許第5032325号公報、特許第5661229号公報などの記載を参照することができる。

具体的には、(A)ポリエーテルと、(B)オルガノヒドロジェンシロキサンとを、ヒドロシリル化反応させることにより合成することができる。

【0 0 4 7】

前記(A)成分のポリエーテルは、 $-(\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O})-$ (式中、 n は2~4である。)によって表されるポリオキシアルキレンコポリマーを示す。

前記ポリオキシアルキレンコポリマー単位は、好ましくは、オキシエチレン単位 $-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})-$ 、オキシプロピレン単位 $-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})-$ 、オキシブチレン単位 $-(\text{C}_4\text{H}_8\text{O})-$ 、又はそれらの混合単位を含むことができる。前記オキシアルキレン単位は、ど

40

50

のようなやり方で配置されていてもよく、ブロック又はランダムコポリマー構造のいずれかを形成できるが、好ましくはランダムコポリマー基を形成する。より好ましくは前記ポリオキシアルキレンは、オキシエチレン単位 (C_2H_4O) 及びオキシプロピレン単位 (C_3H_6O) の両方をランダムコポリマー中に含む。

【0048】

前記(B)成分のオルガノヒドロジェンシロキサンは、1分子当たり少なくとも1つの、ケイ素に結合した水素(SiH)を含むオルガノポリシロキサンである。前記オルガノポリシロキサンとしては、例えば、($R_3SiO_{0.5}$)、(R_2SiO)、($RSiO_{1.5}$)、(SiO_2) (ただし、式中、Rは独立して有機基又は炭化水素基である)のシロキシ単位の任意の数あるいは組み合わせなどが挙げられる。

10

前記オルガノポリシロキサンの($R_3SiO_{0.5}$)、(R_2SiO)、($RSiO_{1.5}$)のRがメチル基である場合は、前記シロキシ単位は、それぞれM、D、及びT単位として示され、一方、(SiO_2)シロキシ単位はQ単位として示される。

前記オルガノヒドロジェンシロキサンは類似した構造をもっているが、シロキシ単位上に存在する少なくとも1つのSiHを有する。

前記オルガノヒドロジェンシロキサン中のメチル系シロキシ単位は、「M^H」シロキシ単位($R_2HSiO_{0.5}$)、「D^H」シロキシ単位($RHSiO$)、「T^H」シロキシ単位($HSiO_{1.5}$)を含むものとして表すことができる。

前記オルガノヒドロジェンシロキサンは、少なくとも1つのシロキシ単位がSiHを含むことを条件として、任意の数のM、M^H、D、D^H、T、T^H、又はQシロキシ単位を含むことができる。

20

【0049】

前記(A)成分及び前記(B)成分は、ヒドロシリル化反応によって反応させる。前記ヒドロシリル化反応は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、ヒドロシリル化触媒を添加して行うことが好ましい。

前記ヒドロシリル化触媒としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、白金、ロジウム、ルテニウム、パラジウム、オスミウム、もしくはイリジウム金属、又はそれらの有機金属化合物、あるいはそれらの組み合わせなどが挙げられる。

前記ヒドロシリル化触媒の含有量は、前記(A)成分及び前記(B)成分の重量を基準にして、0.1ppm~1,000ppmが好ましく、1ppm~100ppmがより好ましい。

30

【0050】

前記ヒドロシリル化反応は、希釈なし、あるいは溶媒の存在下で行うことができるが、溶媒の存在下で行うことが好ましい。

【0051】

前記溶媒としては、例えば、アルコール(例えば、メタノール、エタノール、イソプロパノール、ブタノール、又はn-プロパノール)、ケトン(例えば、アセトン、メチルエチルケトン、又はメチルイソブチルケトン);芳香族炭化水素(例えば、ベンゼン、トルエン、又はキシレン);脂肪族炭化水素(例えば、ヘプタン、ヘキサン、又はオクタン);グリコールエーテル(例えば、プロピレングリコールメチルエーテル、ジプロピレングリコールメチルエーテル、プロピレングリコールn-ブチルエーテル、プロピレングリコールn-プロピルエーテル、又はエチレングリコールn-ブチルエーテル)、ハロゲン化炭化水素(例えば、ジクロロメタン、1,1,1-トリクロロエタン、又はメチレンクロライド、クロロホルム)、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、アセトニトリル、テトラヒドロフラン、揮発油、ミネラルスピリット、又はナフサなどが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

40

【0052】

前記ヒドロシリル化反応に用いられる前記(A)成分及び前記(B)成分の量は、特に制限はなく、目的に応じて適宜調整することができ、前記(A)成分中の全不飽和基と、前記(B)成分のSiH含有量とのモル比で表される。前記オルガノヒドロジェンシロ

50

キサンのSiHモル量に対して、20モル%以下のポリエーテル不飽和基量を用いて行うことが好ましく、10モル%以下のポリエーテル不飽和基量を用いて行うことがより好ましい。

前記ヒドロシリル化反応は、特に制限はなく、公知の任意のバッチ法、半連続法、又は連続法において行うことができ、例えば、プラグフロー反応器を用いた連続法で行うことができる。

【0053】

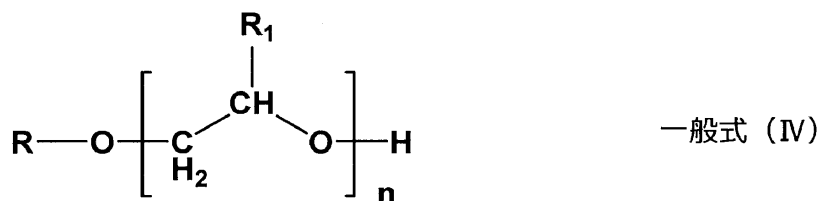
前記ポリエーテル変性シロキサン化合物の市販品としては、例えば、71 ADDITIVE、74 ADDITIVE、57 ADDITIVE、8029 ADDITIVE、8054 ADDITIVE、8211 ADDITIVE、8019 ADDITIVE、8526 ADDITIVE、FZ-2123、FZ-2191（いずれもTORAY ダウ・コーニング株式会社製）；TSF4440、TSF4441、TSF4445、TSF4446、TSF4450、TSF4452、TSF4460（いずれもモメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ社製）；シルフェイスSAG002、シルフェイスSAG003、シルフェイスSAG005、シルフェイスSAG503A、シルフェイスSAG008、シルフェイスSJM003（いずれも日信化学工業株式会社製）；TEGO Wet KL245、TEGO Wet 250、TEGO Wet 260、TEGO Wet 265、TEGO Wet 270、TEGO Wet 280（いずれもエポニック社製）；BYK-345、BYK-347、BYK-348、BYK-375、BYK-377（いずれもビックケミー・ジャパン社製）などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

これらの中でも、TEGO Wet 270（エポニック社製）、シルフェイスSAG503A（日信化学工業株式会社製）が好ましい。

【0054】

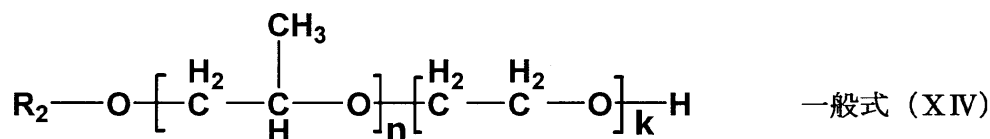
もう一方の前記界面活性剤としては、前記脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物が下記一般式（IV）で表される化合物又は下記一般式（XIV）で表される化合物から選択される少なくとも1種であることが好ましい。

【化4】



ただし、前記一般式（IV）中、Rは炭素数8～13のアルキル基を表し、R₁は水素原子又はメチル基を表し、nは、2～12の整数を示す。

【化36】



ただし、前記一般式（XIV）中、R₂は炭素数6～10の脂肪族炭化水素基、nはプロピレンオキシドの平均付加モル数を表す0～6の数、kはエチレンオキシドの平均付加モル数を表す0～8の数であり、かつ、プロピレンオキシドとエチレンオキシドが加算されたアルキレンオキシド数mが、3n+k-14を満たす数である。

【 0 0 5 5 】

前記脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物を界面活性剤として用いることにより、インクヘッドのノズルプレートの撥インク層に濡れ難いインクとなり、インクのノズル付着による吐出不良を防ぎ、吐出安定性が向上する。さらに、インクジェットヘッドへの初期充填が良好となり、初期充填時の吐出安定性が良好な理想的なインクを提供することができる。

前記一般式 (I V) で表される脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物の市販品としては、例えば、Newcol NT - 3、Newcol NT - 5、Newcol 1310 (いずれも日本乳化剤社製)、ノイゲンXL - 40、ノイゲンXL - 41、ノイゲンXL - 50、ノイゲンLF - 40X、ノイゲンLF - 41X、ノイゲンLF - 42X、ノイゲンLF - 60X、ノイゲンTDS - 50、ノイゲンTDS - 70、ノイゲンTDX - 50、ノイゲンSD - 30、DKS NL - 30、DKS NL - 40、ノイゲンET - 65、DKS NL - Dash403、DKS NL - Dash404、ノイゲンLP - 55、ノイゲンET - 106A、ノイゲンET - 69、ノイゲンET - 89 (いずれも第一工業製薬社製) が挙げられる。

10

【 0 0 5 6 】

次に前記一般式 (X I V) で表される脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物について述べる。

前記一般式 (X I V) で表される化合物の合成例を以下に示す。

【 0 0 5 7 】

20

< 合成例 1 >

[2 - エチル - 1 - ヘキサノールの E O 4 モル付加物 (A - 1) の合成]

攪拌機、加熱冷却装置及び滴下ポンペを備えた耐圧反応容器に、2 - エチル - 1 - ヘキサノール 130 部 (1 モル部)、及び過塩素酸アルミニウム九水和物 1 部 (0 . 0 0 2 モル部) を投入し、窒素置換後密閉し、70 に昇温し、1 時間減圧下で脱水を行った。80 に昇温し、E O 8 8 部 (2 モル部) を圧力が 0 . 2 M P a G 以下になるように調整しながら 1 0 時間かけて滴下した後、95 で 5 時間熟成した。次いで 7 0 に冷却後、吸着処理剤 (キョーワード 6 0 0 : 協和化学工業 (株) 製) 1 0 部を投入し、70 で 1 時間攪拌して処理した後、吸着処理剤をろ過して 2 - エチル - 1 - ヘキサノールの E O 2 モル付加物 (a - 1) を得た。得られた (a - 1) に水酸化カリウム 0 . 1 部を追加後、70 に昇温し、1 時間減圧下で脱水を行った。140 に昇温し、E O 8 8 部 (2 モル部) を圧力が 0 . 5 M P a G 以下になるように調整しながら 3 時間かけて滴下した後、140 で 2 時間熟成した。次いで 7 0 に冷却後、吸着処理剤 (キョーワード 6 0 0 : 協和化学工業 (株) 製) 1 0 部を投入し、70 で 1 時間攪拌して処理した後、吸着処理剤をろ過して 2 - エチル - 1 - ヘキサノールの E O 4 モル付加物 (A - 1) を得た。

30

(A - 1) は、一般式 (X I V) における R₂ が 2 - エチル - 1 - ヘキシル基であり、アルキレンオキサイド数 m が 4 の化合物である。

なお、未反応のアルコール量の測定はガスクロマトグラフィーを用い、以下の条件で測定した。

機種：ガスクロマトグラフ GC - 14B (島津製作所製)

40

検出器：FID カラム：ガラスカラム (内径 = 約 3 mm , 長さ = 約 2 m)

カラム充填剤：シリコン GE SE - 305 %

カラム温度：90 から 280 まで昇温

昇温速度 = 4 / 分

キャリアガス：窒素

試料：50 % アセトン溶液

注入量：1 μ l

定量：使用したアルコールより、炭素数が 2 または 3 少ないアルコールを内部標準物質として用い定量した。

【 0 0 5 8 】

50

< 合成例 2 >

[2 - エチル - 1 - ヘキサノールの EO 6 モル付加物 (A - 2) の合成]

攪拌機、加熱冷却装置及び滴下ポンペを備えた耐圧反応容器に、2 - エチル - 1 - ヘキサノール 130 部 (1 モル部)、及び過塩素酸アルミニウム九水和物 1 部 (0.002 モル部) を投入し、70 に昇温し、1 時間減圧下で脱水を行った。80 に昇温し、EO 88 部 (2 モル部) を圧力が 0.2 MPaG 以下になるように調整しながら 10 時間かけて滴下した後、95 で 5 時間熟成した。次いで 70 に冷却後、吸着処理剤 (キョーワード 600 : 協和化学工業 (株) 製) 10 部を投入し、70 で 1 時間攪拌して処理した後、吸着処理剤をろ過して 2 - エチル - 1 - ヘキサノールの EO 2 モル付加物 (a - 2) を得た。得られた (a - 2) に水酸化カリウム 0.2 部を追加後、窒素置換後密閉し、70 に昇温し、1 時間減圧下で脱水を行った。140 に昇温し、EO 176 部 (4 モル部) を圧力が 0.5 MPaG 以下になるように調整しながら 5 時間かけて滴下した後、140 で 2 時間熟成した。次いで 70 に冷却後、吸着処理剤 (キョーワード 600 : 協和化学工業 (株) 製) 10 部を投入し、70 で 1 時間攪拌して処理した後、吸着処理剤をろ過して 2 - エチル - 1 - ヘキサノールの EO 6 モル付加物 (A - 2) を得た。

10

(A - 2) は、一般式 (X I V) における R_2 が 2 - エチル - 1 - ヘキシル基であり、アルキレンオキサイド数 m が 6 の化合物である。

【 0059 】

< 合成例 3 >

[3, 5, 5 - トリメチル - 1 - ヘキサノールの EO 4 モル付加物 (A - 3) の合成]

2 - エチル - 1 - ヘキサノール 130 部 (1 モル部) を 3, 5, 5 - トリメチル - 1 - ヘキサノール 144 部 (1 モル部) に変更した以外は合成例 1 と同様にして、3, 5, 5 - トリメチル - 1 - ヘキサノールの EO 4 モル付加物 (A - 3) を得た。

20

(A - 3) は、一般式 (X I V) における R_2 が 3, 5, 5 - トリメチル - 1 - ヘキシル基であり、アルキレンオキサイド数 m が 4 の化合物である。

【 0060 】

< 合成例 4 >

[3, 5, 5 - トリメチル - 1 - ヘキサノールの EO 6 モル付加物 (A - 4) の合成]

2 - エチル - 1 - ヘキサノール 130 部 (1 モル部) を 3, 5, 5 - トリメチル - 1 - ヘキサノール 144 部 (1 モル部) に変更した以外は合成例 2 と同様にして、3, 5, 5 - トリメチル - 1 - ヘキサノールの EO 6 モル付加物 (A - 4) を得た。

30

(A - 4) は、一般式 (X I V) における R_2 が 3, 5, 5 - トリメチル - 1 - ヘキシル基であり、アルキレンオキサイド数 m が 6 の化合物である。

【 0061 】

< 合成例 5 >

[デカノールの EO 5 モル付加物 (A - 5) の合成]

2 - エチル - 1 - ヘキサノール 130 部 (1 モル部) を「デカノール」[K H ネオケム (株) 製] 158 部 (1 モル部)、EO 176 部を 132 部 (3 モル部) に変更した以外は合成例 2 と同様にして、デカノールの EO 5 モル付加物 (A - 5) を得た。

(A - 5) は、一般式 (X I V) における R_2 がデシル基であり、アルキレンオキサイド数 m が 5 の化合物である。

40

【 0062 】

< 合成例 6 >

[デカノールの EO 2 モル (EO 5 モル / PO 1 モル) ランダム付加物 (A - 6) の合成]

攪拌機、加熱冷却装置及び滴下ポンペを備えた耐圧反応容器に、デカノール [K H ネオケム (株) 製] 158 部 (1 モル部)、及び過塩素酸マグネシウム六水和物 1 部 (0.004 モル部) を投入し、80 に昇温し、1 時間減圧下で脱水を行った。95 に昇温し、EO 88 部 (2 モル部) を圧力が 0.2 MPaG 以下になるように調整しながら 10 時間かけて滴下した後、95 で 5 時間熟成した。次いで 70 に冷却後、吸着処理剤 [キョーワード 600 : 協和化学工業 (株) 製] 10 部を投入し、70 で 1 時間攪拌して処理

50

した後、吸着処理剤をろ過してデカノールのEO2モル付加物(a-6)を得た。得られた(a-6)に水酸化カリウム0.5部を追加後、95 に昇温し、1時間減圧下で脱水を行った。140 に昇温し、EO220部(5モル部)とPO58部(1モル部)混合したものを圧力が0.5MPaG以下になるように調整しながら5時間かけて滴下した後、140 で2時間熟成した。次いで70 に冷却後、吸着処理剤[キーワード600:協和化学工業(株)製]10部を投入し、70 で1時間攪拌して処理した後、吸着処理剤をろ過してデカノールのEO2モル(EO5モル/PO1モル)ランダム付加物(A-6)を得た。

(A-6)は、一般式(XIV)におけるR₂がデシル基であり、アルキレンオキサイド数mが8の化合物である。

【0063】

<合成例7>

[1-ノナノールのEO6モル付加物(A-7)の合成]

2-エチル-1-ヘキサノール130部(1モル部)を1-ノナノール144部(1モル部)に変更した以外は合成例2と同様にして、デカノールのEO6モル付加物(A-7)を得た。

(A-7)は、一般式(XIV)におけるR₂がn-ノニル基であり、アルキレンオキサイド数mが6の化合物である。

【0064】

<合成例8>

[3,5,5-トリメチル-1-ヘキサノールのPO4モル付加物(A-8)の合成]

攪拌機、加熱冷却装置及び滴下ポンペを備えた耐圧反応容器に、3,5,5-トリメチル-1-ヘキサノール144部(1モル部)、及び水酸化カリウム0.5部(0.009モル部)を投入し、窒素置換後密閉し、70 に昇温し、1時間減圧下で脱水を行った。130 に昇温し、PO232部(4モル部)を圧力が0.2MPaG以下になるように調整しながら10時間かけて滴下した後、140 で5時間熟成した。次いで70 に冷却後、吸着処理剤[キーワード600:協和化学工業(株)製]10部を投入し、70 で1時間攪拌して処理した後、吸着処理剤をろ過して3,5,5-トリメチル-1-ヘキサノールのPO4モル付加物(A-8)を得た。

(A-8)は、一般式(XIV)におけるR₂が3,5,5-トリメチル-1-ヘキシル基であり、アルキレンオキサイド数mが4の化合物である。

【0065】

<合成例9>

[3,5,5-トリメチル-1-ヘキサノールのPO3モルEO2モル付加物(A-9)の合成]

攪拌機、加熱冷却装置及び滴下ポンペを備えた耐圧反応容器に、3,5,5-トリメチル-1-ヘキサノール144部(1モル部)、及び水酸化カリウム0.5部(0.009モル部)を投入し、窒素置換後密閉し、70 に昇温し、1時間減圧下で脱水を行った。130 に昇温し、PO174部(3モル部)を圧力が0.2MPaG以下になるように調整しながら9時間かけて滴下した後、140 で5時間熟成した。次いでEO88部(2モル部)を圧力が0.5MPaG以下になるように調整しながら5時間かけて滴下した後、140 で2時間熟成した。次いで70 に冷却後、吸着処理剤[キーワード600:協和化学工業(株)製]10部を投入し、70 で1時間攪拌して処理した後、吸着処理剤をろ過して3,5,5-トリメチル-1-ヘキサノールのPO3モルEO2モル付加物(A-9)を得た。

(A-9)は、一般式(XIV)におけるR₂が3,5,5-トリメチル-1-ヘキシル基であり、アルキレンオキサイド数mが5の化合物である。

【0066】

本発明では、前記界面活性剤のポリエーテル変性シロキサン化合物と脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物の質量基準での比率(ポリエーテル変性シロキサン化合物

10

20

30

40

50

／脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物)が1/99～50/50の範囲が好ましく、10/90～50/50の範囲がより好ましく、20/80～40/60の範囲が更に好ましい。

1/99～50/50の範囲内であれば、普通紙は勿論のこと汎用印刷用紙に対して、ピーディングが抑制された良好な品位の記録が可能であり、かつインクジェットヘッドの初期充填性(液室内の濡れ性、泡立ち抑制)及び吐出安定性が良好な理想的なインクとなる。

ポリエーテル変性シロキサン化合物の比率が1以上であることにより、普通紙および汎用印刷用紙に対して、ピーディングを良好に抑制することができる。また、ポリエーテル変性シロキサン化合物の比率が50以下であることにより、高品位記録画像は得られると共に、インクジェットヘッドの初期充填性(液室内の濡れ性、泡立ち抑制)が良好となり、吐出安定性を充分確保することができる。

10

【0067】

前記界面活性剤としては、前記ポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物以外にも、フッ素系界面活性剤、シリコン系界面活性剤、アセチレングリコール又はアセチレンアルコール系界面活性剤などを併用してもよい。

【0068】

前記界面活性剤の含有量は、インク全量に対して、0.001質量%以上5質量%以下が好ましく、0.5質量%以上3質量%以下がより好ましい。前記含有量が0.001質量%以上5質量%以下であると、インクヘッドのノズルプレートの撥インク層に濡れ難いインクとなり、インクのノズル付着による吐出不良を防ぎ、吐出安定性が向上するという効果が得られる。

20

【0069】

<有機溶剤>

本願において、有機溶剤とは、溶剤として機能する有機化合物の総称である。湿潤剤や浸透剤など機能表現をされている場合であっても、溶剤として機能する有機化合物である限り、有機溶剤に含まれるものとする。

【0070】

前記有機溶剤として溶解度パラメーターが8.96以上11.79以下の有機溶剤を少なくとも1種含有することが好ましい。前記溶解度パラメーターが8.96以上11.79以下の有機溶剤を含有することにより、汎用印刷用紙上でもピーディングの発生を抑制することが可能となる。

30

【0071】

ここで、前記溶解度パラメーター(SP値)とは、どれだけ互いが溶けやすいかということの数値化したものをいう。前記SP値は、互いの分子間の引き合う力、即ち、凝集エネルギー密度CED(Cohesive Energy Density)の平方根で表される。なお、前記CEDとは、1mLのものを蒸発させるのに要するエネルギー量である。

前記溶解度パラメーター(SP値)は、ヒルデブランド(Hildebrand)によって導入された正則溶液理論により定義され、二成分系溶液の溶解度の目安となる。

40

前記SP値の計算方法については諸説あるが、本発明においては一般的に用いられているFedorsの方法を用いる。

【0072】

前記Fedors法により下記式(B)を用いてSP値を計算することができる。

$$SP \text{ 値 (溶解パラメータ)} = (CED \text{ 値})^{1/2} = (E/V)^{1/2} \cdots \text{式(B)}$$

前記式(B)において、Eは分子凝集エネルギー(cal/mol)、Vは分子容(cm³/mol)であり、原子団の蒸発エネルギーをe_i、モル体積をv_iとした場合、下記式(C)、及び式(D)で示される。

$$E = e_i \cdots \text{式(C)}$$

$$V = v_i \cdots \text{式(D)}$$

50

【0073】

なお、前記計算方法、各原子団の蒸発エネルギー e_i 及びモル体積 v_i の諸データとしては、「接着の基礎理論」(井本稔著、高分子刊行会発行、第5章)に記載のデータを用いることができる。

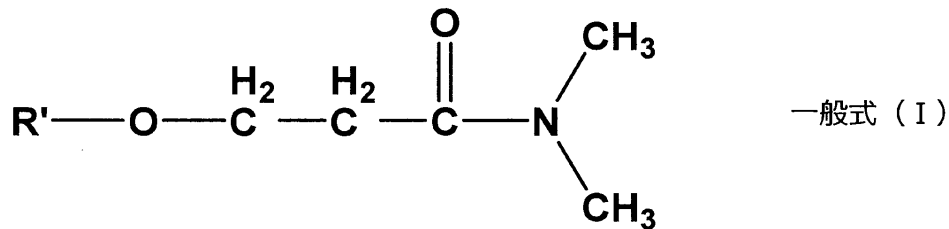
また、 $-CF_3$ 基などが示されていないものに関しては、R. F. Fedors, Polym. Eng. Sci. 14, 147 (1974) を参照することができる。

【0074】

前記溶解度パラメーター(SP値)が8.96以上11.79以下の有機溶剤としては、下記一般式(I)で示されるアミド化合物、及び下記一般式(II)で示されるオキサタン化合物から選択される少なくとも1種がより好ましい。

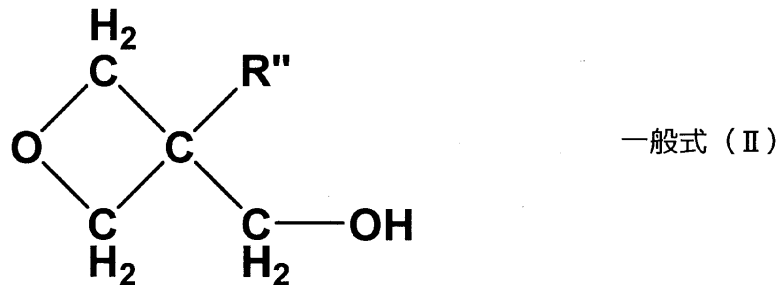
【0075】

【化1】



ただし、前記一般式(I)中、 R' は、炭素数4~6のアルキル基を表す。

【化2】

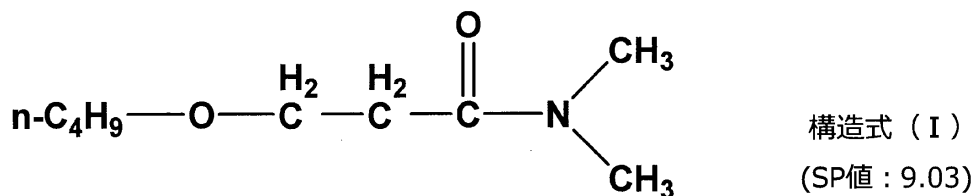


ただし、前記一般式(II)中、 R'' は、炭素数1~2のアルキル基を表す。

【0076】

前記一般式(I)で示されるアミド化合物の具体的な例示化合物としては以下の構造式(I)~(III)で表される化合物が挙げられる。また、前記一般式(II)で示されるオキサタン化合物の具体的な例示化合物としては、以下の構造式(IV)、(V)で表される化合物が挙げられる。

【化3】



【0077】

10

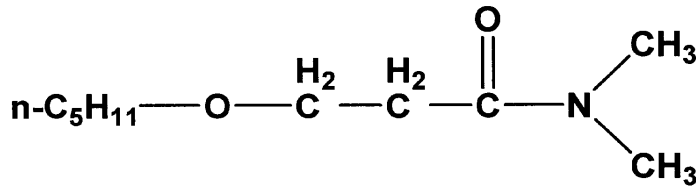
20

30

40

50

【化4】

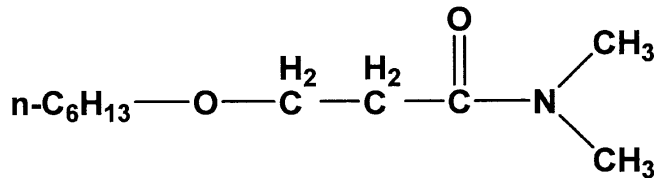


構造式 (II)
(SP値 : 9.00)

【0078】

10

【化5】

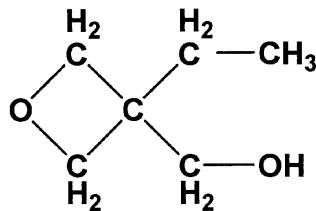


構造式 (III)
(SP値 : 8.96)

【0079】

20

【化6】

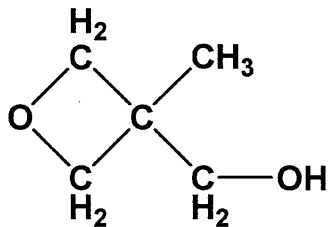


構造式 (IV)
(SP値 : 11.3)

【0080】

30

【化7】



構造式 (V)
(SP値 : 11.79)

【0081】

前記有機溶剤としては、前記一般式 (I) で示されるアミド化合物及び前記一般式 (II) で示されるオキサタン化合物以外にも、溶解度パラメーター (SP値) が 11.8 以上 14.0 以下の多価アルコール、浸透剤を用いることが好ましい。

【0082】

前記溶解度パラメーター (SP値) 11.8 以上 14.0 以下の多価アルコールとしては、例えば、3-メチル-1,3-ブタンジオール (SP値 : 12.05)、1,2-ブタンジオール (SP値 : 12.8)、1,3-ブタンジオール (SP値 : 12.75)、1,4-ブタンジオール (SP値 : 12.95)、2,3-ブタンジオール (SP値 : 12.55)、1,2-プロパンジオール (SP値 : 13.5)、1,3-プロパンジオール

40

50

ル (S P 値 : 1 3 . 7 2)、1, 2 - ヘキサンジオール (S P 値 : 1 1 . 8)、1, 6 - ヘキサンジオール (S P 値 : 1 1 . 9 5)、3 - メチル - 1, 5 - ペンタンジオール (S P 値 : 1 1 . 8)、トリエチレングリコール (S P 値 : 1 2 . 1 2)、ジエチレングリコール (S P 値 : 1 3 . 0 2) などが挙げられる。これらは、1 種単独で使用してもよいし、2 種以上を併用してもよい。

これらの中でも、3 - メチル - 1, 3 - ブタンジオール (S P 値 : 1 2 . 0 5)、1, 2 - ブタンジオール (S P 値 : 1 2 . 8)、1, 3 - ブタンジオール (S P 値 : 1 2 . 7 5)、1, 4 - ブタンジオール (S P 値 : 1 2 . 9 5)、2, 3 - ブタンジオール (S P 値 : 1 2 . 5 5)、1, 2 - プロパンジオール (S P 値 : 1 3 . 5)、1, 3 - プロパンジオール (S P 値 : 1 3 . 7 2) が好ましく、1, 2 - ブタンジオール (S P 値 : 1 2 . 8)、1, 2 - プロパンジオール (S P 値 : 1 3 . 5) がより好ましい。

10

【 0 0 8 3 】

前記溶解度パラメーター (S P 値) 1 1 . 8 以上 1 4 . 0 以下の多価アルコールと前記一般式 (I) で示されるアミド化合物及び一般式 (I I) で示されるオキセタン化合物の合計含有量は、インク全量に対して 3 0 質量 % 以上 6 0 質量 % 以下が好ましい。

前記含有量が 3 0 質量 % 以上であると、汎用印刷用紙上でのビーディングや色間のカラーブリードが抑制できることがあり、6 0 質量 % 以下であると、画像品質が良好であり、インク粘度が適正となり吐出安定性が良好となる。

【 0 0 8 4 】

前記浸透剤としては、前記溶解度パラメーターが 8 . 9 6 以上 1 1 . 7 9 以下であることが好ましく、炭素数 8 ~ 1 1 のポリオール化合物及びグリコールエーテル化合物などが挙げられる。

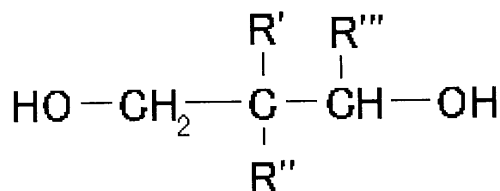
20

これらの中でも、下記一般式 (X I I I) で表される 1, 3 - ジオール化合物が好ましく、具体例としては 2 - エチル - 1, 3 - ヘキサンジオール [S P 値 : 1 0 . 6]、2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタンジオール [S P 値 : 1 0 . 8]、2 - エチル - 2 - メチル - 1, 3 - プロパンジオール [S P 値 : 1 1 . 6 5]、3, 3 - ジメチル - 1, 2 - ブタンジオール [S P 値 : 1 1 . 4 9]、2, 2 - ジエチル - 1, 3 - プロパンジオール [S P 値 : 1 1 . 3 4]、2 - メチル - 2 - プロピル - 1, 3 - プロパンジオール [S P 値 : 1 1 . 3 4]、2, 4 - ジメチル - 2, 4 - ペンタンジオール [S P 値 : 1 1 . 0 5]、2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ヘキサンジオール [S P 値 : 1 0 . 8 2]、5 - ヘキセン - 1, 2 - ジオール [S P 値 : 1 1 . 8 0] を挙げることができる。2 - エチル - 1, 3 - ヘキサンジオール [S P 値 : 1 0 . 6]、2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタンジオール [S P 値 : 1 0 . 8] が特に好ましい。

30

【 0 0 8 5 】

【 化 1 3 】



一般式 (X I I I)

40

ただし、前記一般式 (X I I I) 中、R ' はメチル基又はエチル基であり、R '' は水素原子又はメチル基であり、R '' ' はエチル基又はプロピル基である。

【 0 0 8 6 】

その他のポリオール化合物としては、例えば、2 - エチル - 2 - メチル - 1, 3 - プロパンジオール、3, 3 - ジメチル - 1, 2 - ブタンジオール、2, 2 - ジエチル - 1, 3 - プロパンジオール、2 - メチル - 2 - プロピル - 1, 3 - プロパンジオール、2, 4 -

50

ジメチル - 2 , 4 - ペンタンジオール、2 , 5 - ジメチル - 2 , 5 - ヘキサジオール、5 - ヘキセン - 1 , 2 - ジオールなどが挙げられる。

【0087】

前記浸透剤の含有量は、インク全量に対して、0.5質量%以上4質量%以下が好ましく、1質量%以上3質量%以下がより好ましい。前記含有量が0.5質量%以上であるとインクの浸透性効果が得られ、画像品質に効果が得られる。一方、前記含有量が4質量%以下であると、インクの初期粘度が適正となる。

【0088】

前記溶解度パラメーターが8.96以上11.79以下の有機溶剤の含有量は、インク全量に対して、20質量%以上であり、20質量%以上60質量%以下が好ましい。

10

前記含有量が、20質量%以上であると、汎用印刷用紙上でのビーディングの発生が抑えられ、色間のカラーブリード抑制効果が向上する。一方、前記含有量が、60質量%以下であると、画像品質が向上し、インク粘度が適正となり吐出安定性が向上する。

【0089】

前記有機溶剤として、「温度23℃、相対湿度80%における平衡水分量が30%以上の多価アルコール」を含有しないことが好ましい。

前記平衡水分量は、塩化カリウム/塩化ナトリウム飽和水溶液を用いデシケーター内の温湿度として、温度23℃±1℃、相対湿度80%±3%に保ち、このデシケーター内に各有機溶剤を1gずつ秤量したシャーレを保管し、下記式から、平衡する水分量を求めたものである。

20

平衡水分量(%) = (有機溶剤に吸収した水分量 / 有機溶剤 + 有機溶剤に吸収した水分量) × 100

前記有機溶剤として、「温度23℃、相対湿度80%における平衡水分量が30%以上の多価アルコール」を含有すると、汎用印刷用紙等の塗工層を有する吸インク性の悪いコート紙に対して、インクの浸透が遅延し、紙面へのインク着弾後の乾燥が遅くなり、ビーディングが発生することがある。

【0090】

前記「温度23℃、相対湿度80%における平衡水分量が30%以上の多価アルコール」は、特開2012-207202号公報(特許文献1)及び特開2014-94998号公報(特許文献2)などで用いられている。

30

前記「温度23℃、相対湿度80%における平衡水分量が30%以上の多価アルコール」としては、例えば、1,2,3-ブタントリオール(平衡水分量:38%)、1,2,4-ブタントリオール(平衡水分量:41%)、グリセリン(平衡水分量:49%、SP値16.38)、ジグリセリン(平衡水分量:38%)、トリエチレングリコール(平衡水分量:39%、SP値15.4)、テトラエチレングリコール(平衡水分量:37%)、ジエチレングリコール(平衡水分量:43%)、1,3-ブタンジオール(平衡水分量:35%)などが挙げられる。

【0091】

<色材>

前記色材として水分散性顔料を用いることが好ましい。なお、色調調整の目的で染料を併用しても構わないが、耐候性を劣化させない範囲内で使用することが望ましい。

40

前記水分散性顔料における顔料としては、有機顔料と無機顔料とがある。

前記無機顔料としては、例えば、酸化チタン、酸化鉄、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、水酸化アルミニウム、バリウムイエロー、カドミウムレッド、クロムイエロー、カーボンブラックなどが挙げられる。これらの中でも、カーボンブラックが好ましい。

【0092】

前記カーボンブラック(Pigment Black 7)は、コンタクト法、ファーネス法、サーマル法などの公知の方法によって製造されたものがあり、チャンネルブラック、ファーネスブラック、ガスブラック、ランプブラックなどが挙げられる。

前記カーボンブラックの市販品としては、例えば、Regal(登録商標)、Black

50

k Pearls (登録商標)、Elftex (登録商標)、Monarch (登録商標)、Regal (登録商標)、Mogul (登録商標) 及び Vulcan (登録商標) の商標で Cabot Corporation から入手し得るカーボンブラック (例えば、Black Pearls 2000、同1400、同1300、同1100、同1000、同900、同880、同800、同700、同570、Black Pearls L、Elftex 8、Monarch 1400、同1300、同1100、同1000、同900、同880、同800、同700、Mogul L、Regal 330、同400、同660、Vulcan P); SENSIJET Black SDP100 (SENSIENT社製)、SENSIJET Black SDP1000 (SENSIENT社製)、SENSIJET Black SDP2000 (SENSIENT社製) などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

10

【0093】

前記有機顔料としては、例えば、アゾ顔料、多環式顔料、染料キレート、ニトロ顔料、ニトロソ顔料、アニリンブラックなどが挙げられる。これらの中でも、アゾ顔料、多環式顔料が好ましい。

前記アゾ顔料としては、例えば、アゾレーキ、不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料、キレートアゾ顔料などが挙げられる。前記多環式顔料としては、例えば、フタロシアニン顔料、ペリレン顔料、ペリノン顔料、アントラキノン顔料、キナクリドン顔料、ジオキサジン顔料、インジゴ顔料、チオインジゴ顔料、イソインドリノン顔料、キノフラロン顔料などが挙げられる。前記染料キレートとしては、例えば、塩基性染料型キレート、酸性染料型キレート、などが挙げられる。

20

【0094】

前記有機顔料の具体例としては、C.I.ピグメントイエロー1、3、12、13、14、17、24、34、35、37、42 (黄色酸化鉄)、53、55、74、81、83、95、97、98、100、101、104、108、109、110、117、120、128、139、150、151、155、153、180、183、185、213、C.I.ピグメントオレンジ5、13、16、17、36、43、51、C.I.ピグメントレッド1、2、3、5、17、22、23、31、38、48:2、48:2 (パーマネントレッド2B (Ca))、48:3、48:4、49:1、52:2、53:1、57:1 (ブリリアントカーミン6B)、60:1、63:1、63:2、64:1、81、83、88、101 (べんがら)、104、105、106、108 (カドミウムレッド)、112、114、122 (キナクリドンマゼンタ)、123、146、149、166、168、170、172、177、178、179、185、190、193、209、219、C.I.ピグメントバイオレット1 (ローダミンレーキ)、3、5:1、16、19、23、38、C.I.ピグメントブルー1、2、15 (フタロシアニンブルー)、15:1、15:2、15:3 (フタロシアニンブルー)、16、17:1、56、60、63; C.I.ピグメントグリーン1、4、7、8、10、17、18、36などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

30

【0095】

前記顔料の比表面積は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、 $10\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $1,500\text{ m}^2/\text{g}$ 以下が好ましく、 $20\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $600\text{ m}^2/\text{g}$ 以下がより好ましく、 $50\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $300\text{ m}^2/\text{g}$ 以下が更に好ましい。

40

所望の表面積と合わない場合には、顔料を比較的小さい粒径にするために、サイズ減少又は粉碎処理 (例えば、ボールミル粉碎、又はジェットミル粉碎、又は超音波処理) をして調整することができる。

前記顔料の体積平均粒径 (D_{50}) は、インク中において、 10 nm 以上 200 nm 以下が好ましい。

【0096】

前記水分散性顔料としては、(1)界面活性剤で顔料を分散した界面活性剤分散顔料、

50

(2) 樹脂で顔料を分散した樹脂分散顔料、(3) 顔料の表面を樹脂で被覆した樹脂被覆分散顔料、(4) 顔料表面に親水基を設けた自己分散顔料などが挙げられる。

これらの中でも、経時保存安定性が高く、水分蒸発時の粘度上昇が抑制できる点から、前記(3)の顔料の表面を樹脂で被覆した樹脂被覆顔料、及び前記(4)の顔料表面に親水基を設けた自己分散顔料が好ましい。

【0097】

前記(4)の親水性官能基を有する自己分散性顔料としては、アニオン性に帯電したものが好適である。前記アニオン性官能基としては、 $-COOM$ 、 $-SO_3M$ 、 $-PO_3HM$ 、 $-PO_3M_2$ 、 $-CONM_2$ 、 $-SO_3NM_2$ 、 $-NH-C_6H_4-COOM$ 、 $-NH-C_6H_4-SO_3M$ 、 $-NH-C_6H_4-PO_3HM$ 、 $-NH-C_6H_4-PO_3M_2$ 、 $-NH-C_6H_4-CONM_2$ 、 $-NH-C_6H_4-SO_3NM_2$ などが挙げられ、カウンターイオンMとしては、アルカリ金属イオン、四級アンモニウムイオンなどが挙げられるが、四級アンモニウムイオンが好ましい。

10

【0098】

前記四級アンモニウムイオンとしては、例えば、テトラメチルアンモニウムイオン、テトラエチルアンモニウムイオン、テトラプロピルアンモニウムイオン、テトラブチルアンモニウムイオン、テトラペンチルアンモニウムイオン、ベンジルトリメチルアンモニウムイオン、ベンジルトリエチルアンモニウムイオン及びテトラヘキシルアンモニウムイオンが挙げられ、テトラエチルアンモニウムイオン、テトラブチルアンモニウムイオン及びベンジルトリメチルアンモニウムイオンなどが挙げられる。これらの中でも、テトラブチルアンモニウムイオンが好ましい。

20

前記親水性官能基及び四級アンモニウムイオンを有する自己分散性顔料を使用すると、水リッチなインク中でも水分が蒸発した有機溶剤リッチなインク中でも親和性を発揮し、顔料の分散が安定に保てると推測される。

【0099】

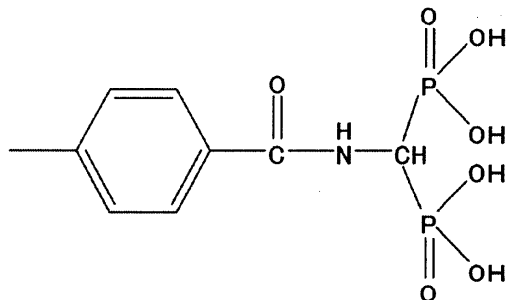
前記自己分散性顔料の中でも、ジェミナルビスホスホン酸基及びジェミナルビスホスホン酸塩基の少なくとも一方で改質された顔料を用いたインクは、乾燥後の再分散性に優れるため、長期間印字を休止し、インクジェットヘッドノズル付近のインクの水分が蒸発した場合でも目詰まりを起こさず、簡単なクリーニング動作で容易に良好な印字が行える。更に、経時保存安定性が高く、水分蒸発時の粘度上昇も抑制されるので、ヘッド維持装置でのインク固着性及び吐出信頼性も非常に優れている。

30

【0100】

前記ホスホン酸基又はホスホン酸塩基の具体例としては、下記構造式(i)から(iv)のいずれかが挙げられる。

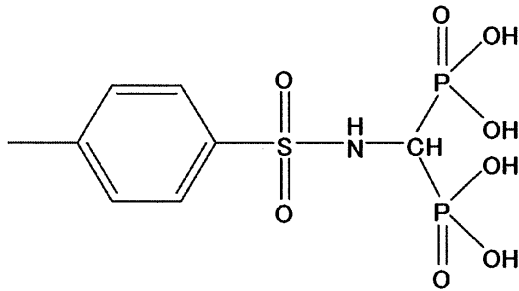
【化27】



構造式(i)

40

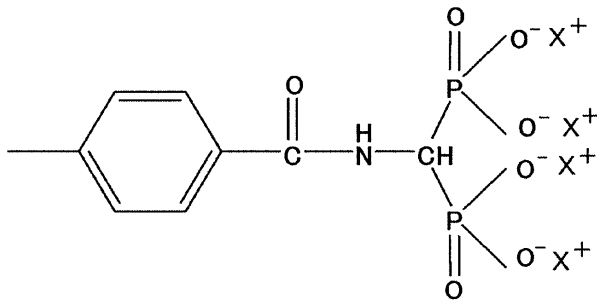
【化 2 8】



構造式 (ii)

10

【化 2 9】

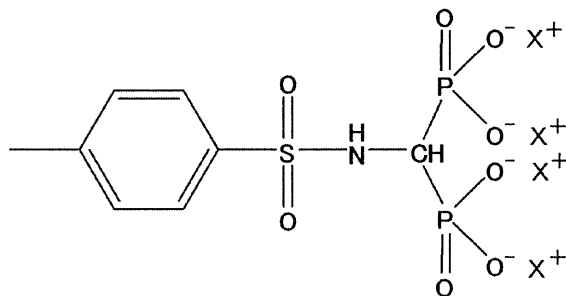


構造式 (iii)

20

ただし、前記構造式 (iii) 中、 X^+ は、 Li^+ 、 K^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 $N(CH_3)_4^+$ 、 $N(C_2H_5)_4^+$ 、 $N(C_3H_7)_4^+$ 及び $N(C_4H_9)_4^+$ のいずれかを示す。

【化 3 0】



構造式 (iv)

30

ただし、前記構造式 (iv) 中、 X^+ は、 Li^+ 、 K^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 $N(CH_3)_4^+$ 、 $N(C_2H_5)_4^+$ 、 $N(C_3H_7)_4^+$ 及び $N(C_4H_9)_4^+$ のいずれかを示す。

【0 1 0 1】

- 顔料表面の改質処理 -

40

ここで、ジェミナルビスホスホン酸基の場合を例として、顔料表面の改質処理について説明する。改質方法としては、例えば、以下の方法 A 及び方法 B が挙げられる。

〔方法 A〕

カーボンブラック 20 g、下記構造式 (v) 又は構造式 (vi) の化合物 20 ミリモル、及びイオン交換水 200 mL を、室温環境下、Silver son ミキサー (6000 rpm) で混合する。得られるスラリーの pH が 4 より高い場合は、硝酸 20 ミリモルを添加する。30 分後に、少量のイオン交換水に溶解された亜硝酸ナトリウム (20 ミリモル) を上記混合物にゆっくりと添加する。更に、攪拌しながら 60 に加温し、1 時間反応させると、カーボンブラックに下記構造式 (v) 又は構造式 (vi) の化合物を付加した改質顔料が生成する。次いで、NaOH 水溶液により pH を 10 に調整すると、30 分

50

後に改質顔料分散体を得られる。次いで、該分散体とイオン交換水を用いて透析膜による限外濾過を行い、更に超音波分散を行って固形分を濃縮した改質顔料分散体を得る。

【0102】

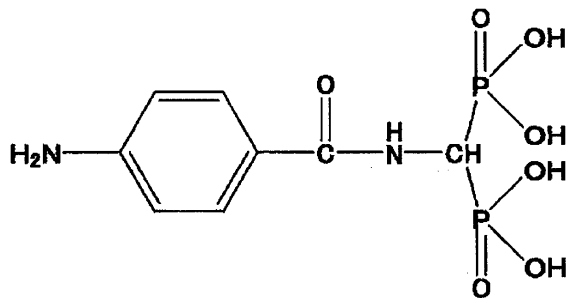
〔方法B〕

Process All 4HV ミキサー(4L)に、乾燥カーボンブラック500g、イオン交換水1L及び下記構造式(v)又は構造式(vi)の化合物1モルを充填する。次いで、混合物を10分間、60 に加温しながら300rpmで強く混合する。これに20%亜硝酸ナトリウム水性溶液[構造式(v)の化合物又は構造式(vi)の化合物に基づき1モル当量]を15分間かけて添加し、60 に加温しながら、三時間混合攪拌する。

前記反応物をイオン交換水750mLで希釈しながら取り出し、得られた改質顔料分散体とイオン交換水を用いて透析膜により限外濾過を行い、更に超音波分散を行って固形分を濃縮した改質顔料分散体を得る。更に、粗大粒子が多い場合は、遠心分離機等を用いて除去することが望ましい。

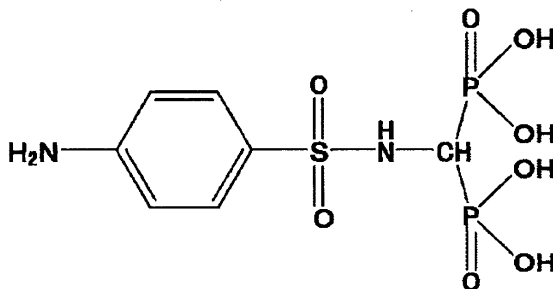
【0103】

【化31】



構造式(v)

【化32】



構造式(vi)

【0104】

得られた改質顔料分散体には、必要に応じてpH調整剤を添加してもよい。pH調整剤としては後述するインクのpH調整剤と同じものを用いることができる。これらの中でも、 Na^+ 、 $\text{N}(\text{CH}_3)_4^+$ 、 $\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_4^+$ 、 $\text{N}(\text{C}_3\text{H}_7)_4^+$ 、 $\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)_4^+$ が好ましい。

そして、pH調整剤による処理を行うと、前記構造式(v)又は構造式(vi)の化合物の少なくとも一部はそれらの塩(前記構造式(iii)又は構造式(iv)に相当する化合物)に変わる。

【0105】

前記(3)の顔料の表面を樹脂で被覆した樹脂被覆顔料としては、ポリマー粒子に顔料を含有させたポリマーエマルションが好ましい。

前記ポリマー粒子に顔料を含有させたポリマーエマルジョンとは、前記ポリマー粒子中に顔料を封入したものの、又はポリマー粒子の表面に顔料を吸着させたものである。この場合、全ての顔料が封入又は吸着している必要はなく、本発明の効果が損なわれない範囲で該顔料がエマルジョン中に分散にしているもよい。

前記ポリマーエマルジョンを形成するポリマー（ポリマー微粒子におけるポリマー）としてはビニル系ポリマー、ポリエステル系ポリマー、ポリウレタン系ポリマーなどが挙げられるが、特に好ましく用いられるポリマーは、ビニル系ポリマー及びポリエステル系ポリマーであり、特開2000-53897号公報、特開2001-139849号公報に開示されているポリマーを引用することができる。

【0106】

この場合、一般的な有機顔料、若しくは無機顔料粒子を有機顔料又はカーボンブラックで被覆した複合顔料を好適に用いることができる。前記複合顔料は、無機顔料粒子の存在下で有機顔料を析出する方法や、無機顔料と有機顔料を機械的に混合して摩砕するメカノケミカル法等により作製することができる。

更に必要に応じて、ポリシロキサン、アルキルシランから生成するオルガノシラン化合物の層を、無機顔料と有機顔料の間に設けることで両者の接着性を向上させることが可能である。

【0107】

前記有機顔料及び前記無機顔料としては、特に制限はなく、上述したものの中から適宜選択して用いることができる。

前記無機顔料粒子と色材である有機顔料又はカーボンブラックとの質量比は、3：1～1：3が好ましく、3：2～1：2がより好ましい。

前記色材が少ないと発色性や着色力が低下することがあり、色材が多くなると透明性や色調が悪くなることもある。

【0108】

このような無機顔料粒子を有機顔料又はカーボンブラックで被覆した色材粒子としては、戸田工業株式会社製のシリカ/カーボンブラック複合材料、シリカ/フタロシアニンPB15：3複合材料、シリカ/ジスアゾイエロー複合材料、シリカ/キナクリドンPR122複合材料などが、一次平均粒径が小さい点から、好適に用いることができる。

ここで、20nmの一次粒子径を持つ無機顔料粒子を等量の有機顔料で被覆した場合、この顔料の一次粒子径は、25nm程度になる。これに適切な分散剤を用いて一次粒子まで分散できれば、分散粒子径が25nmの非常に微細な顔料分散インクを作製することができる。

【0109】

前記複合顔料は、表面の有機顔料のみが分散に寄与するだけでなく、厚み2.5nmの有機顔料の薄層を通して中心にある無機顔料の性質も現れてくるため、両者を同時に分散安定化できる顔料分散剤の選択も重要である。

【0110】

前記色材の含有量は、インク全量に対して、1質量%以上15質量%以下が好ましく、2質量%以上10質量%以下がより好ましい。前記含有量が1質量%以上であれば、十分なインクの発色性及び画像濃度が得られる。一方、前記含有量が15質量%以下であれば、インクが増粘したり、吐出性が悪くなったりすることはなく、経済的にも好ましい。

【0111】

<水>

前記水としては、例えば、イオン交換水、限外濾過水、逆浸透水、蒸留水等の純水、又は超純水を用いることができる。

前記水のインク中における含有量としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。

【0112】

<その他の成分>

10

20

30

40

50

前記その他の成分としては、特に制限はなく、必要に応じて適宜選択することができ、例えば、抑泡剤（消泡剤）、水分散性樹脂、pH調整剤、防腐防黴剤、キレート試薬、防錆剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、酸素吸収剤、光安定化剤、などが挙げられる。

【0113】

- 抑泡剤（消泡剤） -

前記抑泡剤（消泡剤）は、インク中に微量添加することによって、その発泡を抑えるために用いられる。ここで、前記発泡とは液体が薄い膜になって空気を包むことである。この泡の生成にはインクの表面張力や粘度等の特性が関与する。即ち、水のように表面張力が高い液体は、液体の表面積をできるだけ小さくしようとする力が働くために、発泡し難い。これに対し、高粘度で高浸透性のインクは、表面張力が低いために発泡し易く、溶液の粘性により生成した泡が維持されやすく消泡し難い。

10

【0114】

通常、前記抑泡剤は、泡膜の表面張力を局部的に低下させて泡を破壊するか、発泡液に不溶な抑泡剤を発泡液表面に点在させることで泡を破壊する。前記インクに界面活性剤として表面張力を低下させる働きが極めて強いポリエーテル変性シロキサン化合物を用いた場合には、前者の機構による抑泡剤を用いても泡膜の表面張力を局部的に低下させることができないため、通常は用いられない。そのため、後者の発泡液に不溶な抑泡剤が用いられるが、この場合、溶液に不溶な抑泡剤によりインクの安定性が低下する。

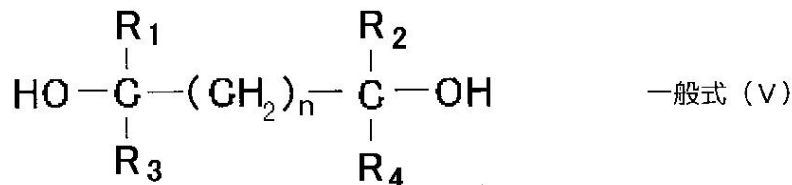
これに対して、下記一般式（V）で表される抑泡剤は、表面張力を低下させる働きがポリエーテル変性シロキサン化合物ほど強くないものの、前記ポリエーテル変性シロキサン化合物に対する相溶性が高い。このため、抑泡剤が効率的に泡膜に取り込まれ、ポリエーテル変性シロキサン化合物と抑泡剤との表面張力の違いにより泡膜の表面が局部的に不均衡な状態となり、泡が破壊されると考えられる。

20

【0115】

前記抑泡剤としては、下記一般式（V）で表される化合物が用いられる。

【化39】



30

ただし、前記一般式（V）中、R₁およびR₂は、独立に炭素原子3～6個を有するアルキル基の群から選択され、R₃およびR₄は独立に、炭素原子1～2個を有するアルキル基であり、そしてnは1～6の整数を示す。

【0116】

前記一般式（V）で表される化合物としては、例えば、2,4,7,9-テトラメチルデカン-4,7-ジオール、2,5,8,11-テトラメチルドデカン-5,8-ジオールなどが挙げられる。これらの中でも、抑泡性効果とインクへの相溶性が高い点から、2,5,8,11-テトラメチルドデカン-5,8-ジオールが好ましい。

40

【0117】

前記抑泡剤の含有量は、インク全量に対して、0.01質量%以上10質量%以下が好ましく、0.1質量%以上5質量%以下がより好ましい。前記抑泡剤の含有量が0.01質量%以上であると、泡を抑える効果が得られ、10質量%以下であると、良好な抑泡性が得られ、粘度、粒径等のインク物性が適正となる。

【0118】

- 水分散性樹脂 -

前記水分散性樹脂は、造膜性（画像形成性）に優れ、かつ高撥水性、高耐水性、高耐候

50

性を備えて、高耐水性で高画像濃度（高発色性）の画像記録に有用である。

前記水分散性樹脂としては、例えば、縮合系合成樹脂、付加系合成樹脂、天然高分子化合物などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0119】

前記縮合系合成樹脂としては、例えば、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリ（メタ）アクリル樹脂、アクリル-シリコーン樹脂、フッ素系樹脂などが挙げられる。

前記付加系合成樹脂としては、例えば、ポリオレフィン樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリビニルアルコール系樹脂、ポリビニルエステル系樹脂、ポリアクリル酸系樹脂、不飽和カルボン酸系樹脂などが挙げられる。

10

前記天然高分子化合物としては、例えば、セルロース類、ロジン類、天然ゴムなどが挙げられる。

これらの中でも、フッ素系樹脂及びアクリル-シリコーン樹脂が好ましい。

【0120】

前記フッ素系樹脂としては、フルオロオレフィン単位を有するフッ素系樹脂が好ましく、フルオロオレフィン単位及びビニルエーテル単位から構成されるフッ素含有ビニルエーテル系樹脂がより好ましい。

前記フルオロオレフィン単位としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、例えば、 $-CF_2CF_2-$ 、 $-CF_2CF(CF_3)-$ 、 $-CF_2CFCF_2-$ などが挙げられる。

20

前記ビニルエーテル単位としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、例えば、下記構造式で表される化合物などが挙げられる。

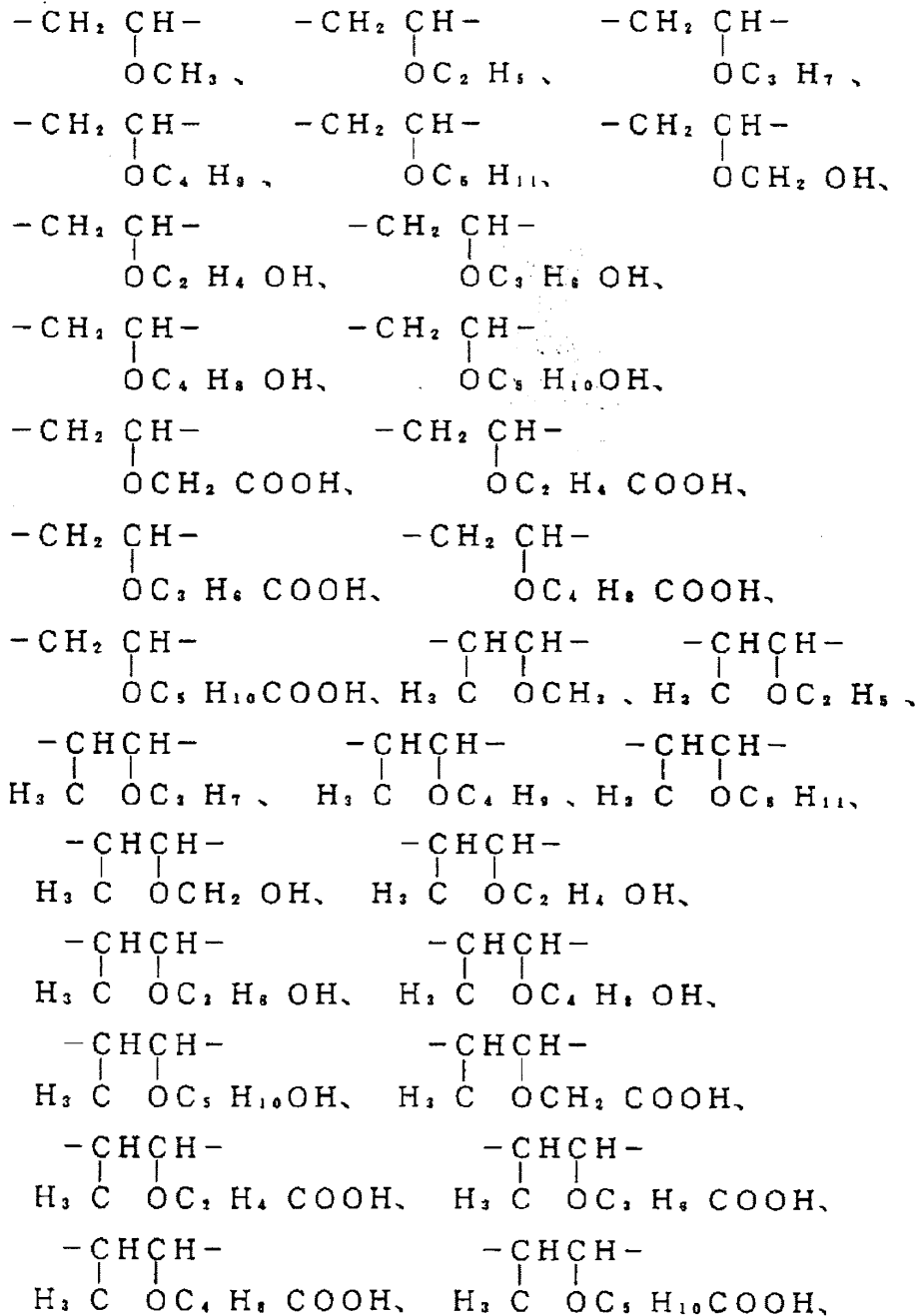
【0121】

30

40

50

【化 3 3】



10

20

30

【0122】

前記フルオロオレフィン単位及びビニルエーテル単位から構成されるフッ素含有ビニルエーテル系樹脂としては、前記フルオロオレフィン単位とビニルエーテル単位が交互に共重合してなる交互共重合体が好ましい。

40

このようなフッ素系樹脂としては、適宜合成したものを使用してもよいし、市販品を使用してもよい。該市販品としては、例えば、大日本インキ化学工業株式会社製のフルオネートFEM-500、FEM-600、ディックガードF-52S、F-90、F-90M、F-90N、アクアフランTE-5A；旭硝子株式会社製のルミフロンFE4300、FE4500、FE4400、アサヒガードAG-7105、AG-950、AG-7600、AG-7000、AG-1100などが挙げられる。

【0123】

前記水分散性樹脂は、ホモポリマーとして使用されてもよく、また、コポリマーして使用して複合系樹脂として用いてもよく、単相構造型及びコアシェル型、パワーフィード型

50

エマルションのいずれのものも使用できる。

前記水分散性樹脂としては、樹脂自身が親水基を持ち自己分散性を持つもの、樹脂自身は分散性を持たず界面活性剤や親水基をもつ樹脂にて分散性を付与したものが使用できる。これらの中でも、ポリエステル樹脂やポリウレタン樹脂のアイオノマーや不飽和単量体の乳化及び懸濁重合によって得られた樹脂粒子のエマルションが最適である。不飽和単量体の乳化重合の場合には、不飽和単量体、重合開始剤、界面活性剤、連鎖移動剤、キレート剤、及びpH調整剤などを添加した水にて反応させ樹脂エマルションを得るため、容易に水分散性樹脂を得ることができ、樹脂構成を容易に替えやすいため目的の性質を作りやすい。

【0124】

前記不飽和単量体としては、例えば、不飽和カルボン酸類、単官能又は多官能の(メタ)アクリル酸エステル単量体類、(メタ)アクリル酸アミド単量体類、芳香族ビニル単量体類、ビニルシアノ化合物単量体類、ビニル単量体類、アリル化合物単量体類、オレフィン単量体類、ジエン単量体類、不飽和炭素を持つオリゴマー類などを単独及び複数組み合わせることで用いることができる。これらの単量体を組み合わせることで柔軟に性質を改質することが可能であり、オリゴマー型重合開始剤を用いて重合反応、グラフト反応を行うことで樹脂の特性を改質することもできる。

【0125】

前記不飽和カルボン酸類としては、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、フマル酸、マレイン酸等が挙げられる。

前記単官能の(メタ)アクリル酸エステル単量体類としては、例えば、メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、イソプロピルメタクリレート、n-ブチルメタクリレート、イソブチルメタクリレート、n-アミルメタクリレート、イソアミルメタクリレート、n-ヘキシルメタクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、オクチルメタクリレート、デシルメタクリレート、ドデシルメタクリレート、オクタデシルメタクリレート、シクロヘキシルメタクリレート、フェニルメタクリレート、ベンジルメタクリレート、グリシジルメタクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、2-ヒドロキシプロピルメタクリレート、ジメチルアミノエチルメタクリレート、メタクリロキシエチルトリメチルアンモニウム塩、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、メチルアクリレート、エチルアクリレート、イソプロピルアクリレート、n-ブチルアクリレート、イソブチルアクリレート、n-アミルアクリレート、イソアミルアクリレート、n-ヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、オクチルアクリレート、デシルアクリレート、ドデシルアクリレート、オクタデシルアクリレート、シクロヘキシルアクリレート、フェニルアクリレート、ベンジルアクリレート、グリシジルアクリレート、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシプロピルアクリレート、ジメチルアミノエチルアクリレート、アクリロキシエチルトリメチルアンモニウム塩、などが挙げられる。

【0126】

前記多官能の(メタ)アクリル酸エステル単量体類としては、例えば、エチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、トリエチレングリコールジメタクリレート、ポリエチレングリコールジメタクリレート、1,3-ブチレングリコールジメタクリレート、1,4-ブチレングリコールジメタクリレート、1,6-ヘキサジオールジメタクリレート、ネオペンチルグリコールジメタクリレート、ジプロピレングリコールジメタクリレート、ポリプロピレングリコールジメタクリレート、ポリブチレングリコールジメタクリレート、2,2'-ビス(4-メタクリロキシジエトキシフェニル)プロパン、トリメチロールプロパントリメタクリレート、トリメチロールエタントリメタクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、1,3-ブチレングリコールジアクリレート、1,4-ブチレングリコールジアクリレート、1,6-ヘキサジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、1,9-ノナンジオールジアクリレート、ポリプロピレングリコールジアクリレート、2,2'-ビス(4-アクリロキシプロピロキシフェニル)プロパン、2,2

10

20

30

40

50

’ - ビス (4 - アクリロキシジエトキシフェニル) プロパントリメチロールプロパントリアクリレート、トリメチロールエタントリアクリレート、テトラメチロールメタントリアクリレート、ジトリメチロールテトラアクリレート、テトラメチロールメタンテトラアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレートなどが挙げられる。

【 0 1 2 7 】

前記 (メタ) アクリル酸アミド単量体類としては、例えば、アクリルアミド、メタクリルアミド、N , N - ジメチルアクリルアミド、メチレンビスアクリルアミド、2 - アクリルアミド - 2 - メチルプロパンスルホン酸などが挙げられる。

【 0 1 2 8 】

前記芳香族ビニル単量体類としては、例えば、スチレン、 - メチルスチレン、ビニルトルエン、4 - t - プチルスチレン、クロルスチレン、ビニルアニソール、ビニルナフタレン、ジビニルベンゼンなどが挙げられる。

【 0 1 2 9 】

前記ビニルシアノ化合物単量体類としては、例えば、アクリロニトリル、メタクリロニトリルなどが挙げられる。

【 0 1 3 0 】

前記ビニル単量体類としては、例えば、酢酸ビニル、塩化ビニリデン、塩化ビニル、ビニルエーテル、ビニルケトン、ビニルピロリドン、ビニルスルホン酸又はその塩、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシランなどが挙げられる。

前記アリル化合物単量体類としては、例えば、アリルスルホン酸その塩、アリルアミン、アリルクロライド、ジアリルアミン、ジアリルジメチルアンモニウム塩などが挙げられる。

前記オレフィン単量体類としては、例えば、エチレン、プロピレンなどが挙げられる。

前記ジエン単量体類としては、例えば、ブタジエン、クロロブレンなどが挙げられる。

【 0 1 3 1 】

前記不飽和炭素を持つオリゴマー類としては、例えば、メタクリロイル基を持つスチレンオリゴマー、メタクリロイル基を持つスチレン - アクリロニトリルオリゴマー、メタクリロイル基を持つメチルメタクリレートオリゴマー、メタクリロイル基を持つジメチルシロキサンオリゴマー、アクリロイル基を持つポリエステルオリゴマーなどが挙げられる。

【 0 1 3 2 】

前記水分散性樹脂は、強アルカリ性、強酸性下では分散破壊や加水分解などの分子鎖の断裂が引き起こされるため、pHは4 ~ 12が好ましく、特に水分散色材との混和性の点からpHは6 ~ 11がより好ましく、7 ~ 10が更に好ましい。

【 0 1 3 3 】

前記水分散性樹脂の体積平均粒径は、分散液の粘度と関係しており、組成が同じものでは粒径が小さくなるほど同一固形分での粘度が大きくなる。インク化した時に過剰な高粘度にならないためにも水分散性樹脂の体積平均粒径は50 nm以上が好ましい。

また、粒径が数十μmになるとインクジェットヘッドのノズル口より大きくなるため使用できない。ノズル口より小さくとも粒子径の大きな粒子がインク中に存在すると吐出性を悪化させる。そこで、インク吐出性を阻害させないために体積平均粒径は200 nm以下がより好ましく、150 nm以下が更に好ましい。

【 0 1 3 4 】

前記水分散性樹脂は、前記色材を紙面に定着させる働きを有し、常温で被膜化して色材の定着性を向上させることが好ましい。そのため、前記水分散性樹脂の最低造膜温度 (M F T) は30 以下であることが好ましい。また、前記水分散性樹脂のガラス転移温度が - 40 以下になると樹脂皮膜の粘稠性が強くなり印字物にタックが生じるため、ガラス転移温度が - 30 以上の水分散性樹脂であることが好ましい。

前記水分散性樹脂の含有量は、インク全量に対して、固形分で、0 . 5 質量%以上10 質量%以下が好ましく、1 質量%以上8 質量%以下がより好ましい。

10

20

30

40

50

【 0 1 3 5 】

- pH調整剤 -

前記pH調整剤としては、調合されるインクに悪影響を及ぼさずにpHを7～11に調整できるものであれば特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、例えば、アルコールアミン類、アルカリ金属元素の水酸化物、アンモニウム水酸化物、ホスホニウム水酸化物、アルカリ金属の炭酸塩、などが挙げられる。前記pHが7～11の範囲であることにより、インクジェットのヘッドやインク供給ユニットを溶かし出す量が大きくなく、インクの変質や漏洩、吐出不良などの不具合が生じることがない。

前記アルコールアミン類としては、例えば、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオールなどが挙げられる。

前記アルカリ金属元素の水酸化物としては、例えば、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどが挙げられる。

前記アンモニウム水酸化物としては、例えば、水酸化アンモニウム、第4級アンモニウム水酸化物などが挙げられる。

前記ホスホニウム水酸化物としては、例えば、第4級ホスホニウム水酸化物などが挙げられる。

前記アルカリ金属の炭酸塩としては、例えば、炭酸リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウムなどが挙げられる。

【 0 1 3 6 】

- 防腐防黴剤 -

前記防腐防黴剤としては、例えば、デヒドロ酢酸ナトリウム、ソルビン酸ナトリウム、2-ピリジンチオール-1-オキサイドナトリウム、安息香酸ナトリウム、ペンタクロロフェノールナトリウムなどが挙げられる。

【 0 1 3 7 】

- キレート試薬 -

前記キレート試薬としては、例えば、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸ナトリウム、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸ナトリウム、ジエチレントリアミン五酢酸ナトリウム、ウラムル二酢酸ナトリウムなどが挙げられる。

【 0 1 3 8 】

- 防錆剤 -

前記防錆剤としては、例えば、酸性亜硫酸塩、チオ硫酸ナトリウム、チオジグリコール酸アンモン、ジイソプロピルアンモニウムニトライト、四硝酸ペンタエリスリトール、ジシクロヘキシルアンモニウムニトライトなどが挙げられる。

【 0 1 3 9 】

- 酸化防止剤 -

前記酸化防止剤としては、例えば、フェノール系酸化防止剤（ヒンダードフェノール系酸化防止剤を含む）、アミン系酸化防止剤、硫黄系酸化防止剤、リン系酸化防止剤などが挙げられる。

- ワックス -

- ・ポリエチレンワックス1：ビックケミー社製、商品名：AQUACER531、融点130
- ・ポリエチレンワックス2：ビックケミー社製、商品名：AQUACER515、融点135
- ・ポリエチレンワックス3：ビックケミー社製、商品名：AQUACER 3RC1452、融点130

なお、前記ワックスは、固形分濃度が30質量%になるようにイオン交換水で希釈して添加した。

【 0 1 4 0 】

<インクの製造方法>

本発明のインクは、前記色材、前記有機溶剤、及び前記界面活性剤、更に必要に応じて前記その他の成分を水中に分散又は溶解し、更に必要に応じて攪拌混合して製造する。前記攪拌混合は、例えば、サンドミル、ホモジナイザー、ボールミル、ペイントシェイカー

10

20

30

40

50

、超音波分散機、攪拌羽を用いた攪拌機、マグネチックスターラー、高速の分散機等で行うことができる。

【0141】

- インク物性 -

前記インクの物性としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、粘度、表面張力等が以下の範囲であることが好ましい。

前記インクの25 での粘度は5 m P a · s ~ 25 m P a · s が好ましい。更に好ましくは、25 での粘度は6 m P a · s ~ 20 m P a · s の範囲がよい。前記インク粘度が5 m P a · s 以上とすることによって、印字濃度や文字品位を向上させる効果が得られる。一方、インク粘度を25 m P a · s 以下に抑えることで、吐出性を確保することができる。

10

ここで、前記粘度は、例えば、粘度計 (R E - 550 L、東機産業株式会社製) を用いて、25 で測定することができる。

【0142】

本発明のインクは、インクジェット記録用及びスプレー塗装用のいずれかに好適に用いられる。

前記インクジェット記録用としてのインクは、インクジェットヘッドとして、インク流路内のインクを加圧する圧力発生手段として圧電素子を用いてインク流路の壁面を形成する振動板を変形させてインク流路内容積を変化させてインク滴を吐出させるいわゆるピエゾ型のもの (特開平2 - 51734号公報参照)、又は、発熱抵抗体を用いてインク流路内でインクを加熱して気泡を発生させるいわゆるサーマル型のもの (特開昭61 - 59911号公報参照)、インク流路の壁面を形成する振動板と電極とを対向配置し、振動板と電極との間に発生させる静電力によって振動板を変形させることで、インク流路内容積を変化させてインク滴を吐出させる静電型のもの (特開平6 - 71882号公報参照) などのいずれのインクジェットヘッドを搭載するプリンタにも良好に使用できる。

20

【0143】

(インクセット)

本発明のインクを用いてインクセットを構成することが好ましい。インクセットを構成するイエローインク、マゼンタインク及びシアンインクの全てがポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物のそれぞれを少なくとも一種ずつ含有することが好ましく、更にブラックインクもポリエーテル変性シロキサン化合物および脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物のそれぞれを少なくとも一種ずつ含有することが好ましい。ヘッドにインクを充填したときの初期回復動作による各色ヘッドノズルの吐出安定性を一律に保つことができる。

30

【0144】

(インクカートリッジ)

本発明のインクカートリッジは、本発明の前記インクを容器中に収容してなり、更に必要に応じて適宜選択したその他の部材等を有してなる。

前記容器としては、特に制限はなく、目的に応じてその形状、構造、大きさ、材質等を適宜選択することができ、例えば、アルミニウムラミネートフィルム、樹脂フィルム等で形成されたインク袋などを少なくとも有するもの、などが好適に挙げられる。

40

【0145】

次に、前記インクカートリッジについて、図1及び図2を参照して説明する。ここで、図1は、前記インクカートリッジの一例を示す図であり、図2は図1のインクカートリッジのケース (外装) も含めた図である。

前記インクカートリッジ200は、図1に示すように、インク注入口242からインク袋241内に充填され、排気した後、該インク注入口242は融着により閉じられる。使用時には、ゴム部材からなるインク排出口243に装置本体の針を刺して装置に供給される。

インク袋241は、透気性のないアルミニウムラミネートフィルム等の包装部材により

50

形成されている。このインク袋 241 は、図 2 に示すように、通常、プラスチック製のカートリッジケース 244 内に收容され、各種画像形成装置に着脱可能に装着して用いられるようになっている。

【0146】

(画像形成方法及び画像形成装置)

本発明の画像形成方法は、本発明のインクを吐出して画像を記録するインク吐出工程を少なくとも含み、更に必要に応じて適宜選択したその他の工程を含んでなる。

また、本発明の画像形成装置は、本発明のインクを吐出して画像を記録するインク吐出手段を少なくとも有してなり、更に必要に応じて適宜選択したその他の手段を有してなる。

【0147】

本発明の画像形成方法は、本発明の画像形成装置により好適に実施することができ、前記インク吐出工程は前記インク吐出手段により好適に行うことができる。また、前記その他の工程は、前記その他の手段により好適に行うことができる。

【0148】

<インク吐出工程及びインク吐出手段>

前記インク吐出工程は、本発明の前記インクを吐出させて記録用メディアに画像を形成する工程である。

前記インク吐出手段は、本発明の前記インクを吐出して記録用メディアに画像を形成する手段である。該インク吐出手段としては、特に制限はなく、例えば、インク吐出用の各種のノズルなどが挙げられる。

【0149】

前記吐出のためのエネルギーは、例えば、前記刺激発生手段により発生させることができ、該刺激としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、熱(温度)、圧力、振動、光などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。これらの中でも、熱、圧力が好適に挙げられる。

【0150】

前記刺激発生手段としては、例えば、加熱装置、加圧装置、圧電素子、振動発生装置、超音波発振器、ライトなどが挙げられ、具体的には、例えば、圧電素子等の圧電アクチュエータ、発熱抵抗体等の電気熱変換素子を用いて液体の膜沸騰による相変化を利用するサーマルアクチュエータ、温度変化による金属相変化を用いる形状記憶合金アクチュエータ、静電力を用いる静電アクチュエータなどが挙げられる。

【0151】

前記インクの吐出の態様としては、特に制限はなく、前記刺激の種類等に応じて異なり、例えば、前記刺激が「熱」の場合、記録ヘッド内の前記インクに対し、記録信号に対応した熱エネルギーを、例えば、サーマルヘッド等を用いて付与し、該熱エネルギーにより前記インクに気泡を発生させ、該気泡の圧力により、該記録ヘッドのノズル孔から該インクを液滴として吐出噴射させる方法、などが挙げられる。また、前記刺激が「圧力」の場合、例えば記録ヘッド内のインク流路内にある圧力室と呼ばれる位置に接着された圧電素子に電圧を印加することにより、圧電素子が撓み、圧力室の容積が縮小して、前記記録ヘッドのノズル孔から前記インクを液滴として吐出噴射させる方法などが挙げられる。

【0152】

<その他の工程及びその他の手段>

前記その他の工程としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、乾燥工程、制御工程、などが挙げられる。

前記その他の手段としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、乾燥手段、制御手段、などが挙げられる。

【0153】

- 乾燥工程及び乾燥手段 -

前記乾燥工程は、前記インクで画像が記録された記録用メディアを加熱乾燥する工程であり、乾燥手段により行われる。

10

20

30

40

50

前記乾燥は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することは例えば、赤外線乾燥装置、マイクロ波乾燥装置、ロールヒーター、ドラムヒーターや温風により行うことができる。なお、画像形成表面を平滑化及び画像定着するため、加熱手段により100以上150以下に加熱して熱定着させる定着工程を設けてもよい。

前記定着工程を設けることにより、画像記録物の光沢性及び定着性が向上する。ここで熱定着手段としては、加熱された鏡面を持つローラやドラムヒーター等が好適に用いられ、画像形成表面にロールヒーター、ドラムヒーターの鏡面部(平滑部)を接触させることができる。加熱温度については、画像品質、安全性及び経済性を考えると100~150に加熱された定着ローラが好ましい。

【0154】

- 制御工程及び制御手段 -

前記制御工程は、前記各工程を制御する工程であり、制御手段により行われる。

前記制御手段としては、前記各手段の動きを制御することができる限り特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、シークエンサー、コンピュータ等の機器が挙げられる。

【0155】

ここで、本発明の画像形成装置により本発明の画像形成方法を実施する一の態様について、図面を参照しながら説明する。

図3に示す画像形成装置は、装置本体101と、該装置本体101に装着した用紙を装填するための給紙トレイ102と、装置本体101に装着され画像が記録(形成)された用紙をストックするための排紙トレイ103と、インクカートリッジ装填部104とを有する。この給紙トレイ102を使用して各種記録用メディアの給紙が可能である。

インクカートリッジ装填部104の上には、操作キーや表示器などの操作部105が配置されている。インクカートリッジ装填部104は、インクカートリッジ200の脱着を行うための開閉可能な前カバー115を有している。

装置本体101内には、図4及び図5に示すように、図示を省略している左右の側板に横架したガイド部材であるガイドロッド131とステア132とでキャリッジ133を主走査方向に摺動可能に保持し、主走査モータ(不図示)によって図5の矢示方向に移動走査する。

キャリッジ133には、イエロー(Y)、シアン(C)、マゼンタ(M)、ブラック(Bk)の各色のインク滴を吐出する4個のインクジェット記録用ヘッドからなる記録ヘッド134を複数のインク吐出口を主走査方向と交叉する方向に配列し、インク滴吐出方向を下方に向けて装着している。

記録ヘッド134を構成するインクジェット記録用ヘッドとしては、圧電素子等の圧電アクチュエータ、発熱抵抗体等の電気熱変換素子を用いて液体の膜沸騰による相変化を利用するサーマルアクチュエータ、温度変化による金属相変化を用いる形状記憶合金アクチュエータ、静電力を用いる静電アクチュエータ等をインクを吐出するためのエネルギー発生手段として備えたものなどを使用できる。

また、キャリッジ133には、記録ヘッド134に各色のインクを供給するための各色のサブタンク135を搭載している。サブタンク135には、図示しないインク供給チューブを介して、インクカートリッジ装填部104に装填されたインクカートリッジ200からインクが供給されて補充される。

【0156】

一方、給紙トレイ102の用紙積載部(圧板)141上に積載した用紙142を給紙するための給紙部として、用紙積載部141から用紙142を1枚ずつ分離給送する半月コ口(給紙コ口143)、及び給紙コ口143に対向し、摩擦係数の大きな材質からなる分離パッド144を備え、この分離パッド144は給紙コ口143側に付勢されている。

この給紙部から給紙された用紙142を記録ヘッド134の下方側で搬送するための搬送部として、用紙142を静電吸着して搬送するための搬送ベルト151と、給紙部からガイド145を介して送られる用紙142を搬送ベルト151との間で挟んで搬送するた

10

20

30

40

50

めのカウンタローラ152と、略鉛直上方に送られる用紙142を略90°方向転換させて搬送ベルト151上に倣わせるための搬送ガイド153と、押え部材154で搬送ベルト151側に付勢された先端加圧コロ155とが備えられ、また、搬送ベルト151表面を帯電させるための帯電手段である帯電ローラ156が備えられている。

【0157】

搬送ベルト151は、無端状ベルトであり、搬送ローラ157とテンションローラ158との間に張架されて、ベルト搬送方向に周回可能である。この搬送ベルト151は、例えば、抵抗制御を行っていない厚み40μm程度の樹脂材、例えば、テトラフルオロエチレンとエチレンの共重合体(ETFE)で形成した用紙吸着面となる表層と、この表層と同材質でカーボンによる抵抗制御を行った裏層(中抵抗層、アース層)とを有している。搬送ベルト151の裏側には、記録ヘッド134による印写領域に対応してガイド部材161が配置されている。なお、記録ヘッド134で記録された用紙142を排紙するための排紙部として、搬送ベルト151から用紙142を分離するための分離爪171と、排紙ローラ172及び排紙コロ173とが備えられており、排紙ローラ172の下方に排紙トレイ103が配されている。

10

【0158】

装置本体101の背面部には、両面給紙ユニット181が着脱可能に装着されている。両面給紙ユニット181は、搬送ベルト151の逆方向回転で戻される用紙142を取り込んで反転させて再度カウンタローラ152と搬送ベルト151との間に給紙する。なお、両面給紙ユニット181の上面には手差し給紙部182が設けられている。

20

前記画像形成装置においては、給紙部から用紙142が1枚ずつ分離給紙され、略鉛直上方に給紙された用紙142は、ガイド145で案内され、搬送ベルト151とカウンタローラ152との間に挟まれて搬送される。更に先端を搬送ガイド153で案内されて先端加圧コロ155で搬送ベルト151に押し付けられ、略90°搬送方向を転換される。

【0159】

このとき、帯電ローラ156によって搬送ベルト151が帯電されており、用紙142は、搬送ベルト151に静電吸着されて搬送される。そこで、キャリッジ133を移動させながら画像信号に応じて記録ヘッド134を駆動することにより、停止している用紙142にインク滴を吐出して1行分を記録し、用紙142を所定量搬送後、次行の記録を行う。記録終了信号又は用紙142の後端が記録領域に到達した信号を受けることにより、記録動作を終了して、用紙142を排紙トレイ103に排紙する。

30

そして、サブタンク135内のインクの残量ニアエンドが検知されると、インクカートリッジ200から所要量のインクがサブタンク135に補給される。

【0160】

前記画像形成装置においては、インクカートリッジ200中のインクを使い切ったときには、インクカートリッジ200における筐体を分解して内部のインク袋だけを交換することができる。また、インクカートリッジ200は、縦置きで前面装填構成としても、安定したインクの供給を行うことができる。したがって、装置本体101の上方が塞がって設置されているような場合、例えば、ラック内に収納したり、又は装置本体101の上面に物が置かれたりしているような場合でも、インクカートリッジ200の交換を容易に行うことができる。

40

なお、ここでは、キャリッジが走査するシリアル型(シャトル型)画像形成装置に適用した例で説明したが、ライン型ヘッドを備えたライン型画像形成装置にも同様に適用することができる。

【0161】

本発明の画像形成装置及び画像形成方法は、インクジェット記録方式による各種記録に適用することができ、例えば、インクジェット記録用プリンタ、ファクシミリ装置、複写装置、プリンタ/ファックス/コピー複合機、などに特に好適に適用することができる。

【0162】

(画像形成物)

50

本発明の画像形成物は、記録用メディア上に、本発明の前記インクを用いて形成された画像を有してなる。

【0163】

<記録用メディア>

前記記録用メディアとしては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、普通紙、光沢紙、特殊紙、布、フィルム、OHPシート、汎用印刷用紙などが挙げられる。

前記画像形成物は、高画質で滲みがなく、経時安定性に優れ、各種の印字乃至画像の記録された資料等として各種用途に好適に使用することができる。

これらの中でも、画像品質（画像濃度、彩度、ビーディング、カラーブリード）に優れ、かつ光沢性が高く、更にスミア定着性にも優れた画像が記録できる点から、吸液特性が一定範囲内の汎用印刷用紙が好適であり、具体的には、支持体の少なくとも一方の面上に塗工層を有する記録用メディアであり、前記塗工層を有する面が、動的走査吸液計で測定した接触時間100msにおけるイオン交換水の前記記録用メディアへの転移量が2ml/m²以上35ml/m²以下が好ましく、かつ接触時間400msにおけるイオン交換水の前記記録用メディアへの転移量が3ml/m²以上40ml/m²以下である記録用メディアが好ましい。

前記インクでもイオン交換水の転移量が少なすぎる記録用メディアだと、ビーディング（隣り合ったドットが引き付けあったりして画像にブツブツ感が出るような現象）及びカラーブリード（色間の滲み）が発生し易くなることがあり、イオン交換水の転移量が多すぎる記録用メディアだと、記録後のインクドット径が所望の径よりも小さくなり、ベタ画像が埋まらないことがある。

ここで、この動的走査吸液計（dynamic scanning absorptometer；DSA，紙パ技協誌、第48巻、1994年5月、第88～92頁、空閑重則）は、極めて短時間における吸液量を正確に測定できる装置である。この動的走査吸液計は、（i）吸液の速度をキャピラリー中のメニスカスの移動から直読する、（ii）試料を円盤状とし、この上で吸液ヘッドをらせん状に走査する、予め設定したパターンに従って走査速度を自動的に変化させ、1枚の試料に必要な点の数だけ測定を行う、という方法によって測定を自動化したものである。紙試料への液体供給ヘッドはテフロン（登録商標）管を介してキャピラリーに接続され、キャピラリー中のメニスカスの位置は光学センサで自動的に読み取られる。具体的には、動的走査吸液計（K350シリーズD型、協和精工株式会社製）を用いて、イオン交換水の転移量を測定した。接触時間100msにおける転移量は、それぞれ接触時間の近隣接触時間における転移量の測定値から補間により求めることができる。

前記吸液特性が一定範囲内の汎用印刷用紙としては、市販品を用いることができ、前記市販品としては、例えば、PODグロスコート、OKトップコート+、OK金藤+、SA金藤+（王子製紙株式会社製）、スーパーMIダル、オーロラコート、スペースDX（日本製紙株式会社製）、マット、ミュウコート（北越製紙株式会社製）、雷鳥アート、雷鳥スーパーアート（中越パルプ工業株式会社製）、パールコートN（三菱製紙株式会社製）などが挙げられる。

【0164】

また、本発明の用語における、画像形成、記録、印字、印刷等は、いずれも同義語とする。記録媒体、メディア、被印刷物は、いずれも同義語とする。

【実施例】

【0165】

以下、本発明の実施例を説明するが、本発明は、これらの実施例に何ら限定されるものではない。

【0166】

<水不溶性ビニルポリマーにより被覆された顔料分散体>

前記水分散性顔料として、水不溶性ビニルポリマーにより被覆された顔料を用いる。こ

10

20

30

40

50

の顔料の水分散体を得る方法としては、前記水不溶性ビニルポリマーを有機溶媒に溶解させ、前記顔料、水、中和剤及び必要に応じて界面活性剤を加えて混練した後、必要に応じて水で希釈し、有機溶媒を留去して水系にする方法が好ましい。

【0167】

<水不溶性ビニルポリマー製造例1～6>

反応容器内に、メチルエチルケトン20質量部、重合連鎖移動剤(2-メルカプトエタノール)0.03質量部、及び表1に示す各モノマー(質量部表示)のうちのそれぞれ10質量%ずつを入れて混合し、窒素ガス置換を十分に行い、混合溶液を得た。

【0168】

一方、滴下ロート中に、表1に示す各モノマー(質量部表示)のうちの残りの90質量%ずつを仕込み、次いで重合連鎖移動剤(2-メルカプトエタノール)0.27質量部、メチルエチルケトン60質量部及び2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)1.2質量部を入れて混合し、十分に窒素ガス置換を行い、混合溶液を得た。

【0169】

窒素雰囲気下、反応容器内の混合溶液を攪拌しながら75℃まで昇温し、滴下ロート中の混合溶液を3時間かけて徐々に反応容器内に滴下した。滴下終了後、その混合溶液の液温を75℃で2時間維持した後、2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)0.3質量部をメチルエチルケトン5質量部に溶解した溶液を該混合溶液に加え、更に75℃で2時間、85℃で2時間熟成させ、ポリマー溶液を得た。

【0170】

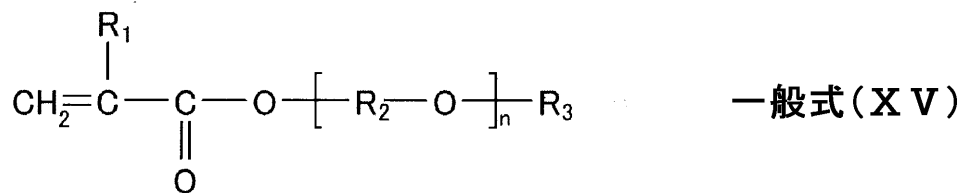
得られたポリマー溶液の一部を、減圧下、105℃で2時間乾燥させ、溶媒を除去することによって単離した。標準物質としてポリスチレン、溶媒として60mmol/Lのリン酸及び50mmol/Lのリチウムプロマイド含有ジメチルホルムアミドを用いたゲルパーミエーションクロマトグラフィーにより重量平均分子量を測定した。

【0171】

なお、表1に示す各化合物の詳細は、以下のとおりである。

*エトキシポリエチレングリコールモノメタクリレート：下記一般式(XV)において、nが9、R₁がメチル基、R₂がエチレン基、R₃がエチル基であるモノマー

【化37】



*オクトキシポリエチレングリコールモノメタクリレート：上記一般式(XV)において、nが6、R₁がメチル基、R₂がエチレン基、R₃がオクチル基であるモノマー

*オクトキシポリエチレングリコール・ポリプロピレングリコールモノメタクリレート：上記一般式(XV)において、nが6(ポリエチレングリコールの平均付加モル数が4、ポリプロピレングリコールの平均付加モル数が2)、R₁がメチル基、R₂がエチレン基及びプロピレン基、R₃がオクチル基であり、オキシエチレン基とオキシエチレンプロピレン基とがランダム付加したモノマー

*ラウロキシポリエチレングリコールモノメタクリレート：上記一般式(XV)において、nが4、R₁がメチル基、R₂がエチレン基、R₃がドデシル基であるモノマー

*ステアロキシポリエチレングリコールモノメタクリレート：上記一般式(XV)において、nが9、R₁がメチル基、R₂がエチレン基、R₃がオクタデシル基であるモノマー

*ポリエチレングリコールモノメタクリレート：上記一般式(XV)において、nが15、R₁がメチル基、R₂がエチレン基、R₃が水素原子であるモノマー

* メタクリル酸：三菱瓦斯化学（株）製、商品名：GE-110(MAA)

* メタクリル酸2-エチルヘキシル：三菱レイヨン（株）製、商品名：アクリエステルEH

* スチレンモノマー：新日鉄化学（株）製、商品名：スチレンモノマー

* スチレンマクロマー：東亜合成（株）製、商品名：AS-6S(スチレンマクロマー)、数平均分子量6000

【0172】

【表1】

	モノマー	水溶性ビニルモノマー製造例					
		1	2	3	4	5	6
(A)	エトキシホリエチレングリコールモノメタクリレート	10					
	オクトキシホリエチレングリコールモノメタクリレート		10				
	オクトキシホリエチレングリコール・ホリプロピレングリコールモノメタクリレート			10			
	ラウロキシホリエチレングリコールモノメタクリレート				10		
	ステアロキシホリエチレングリコールモノメタクリレート					10	
	ホリエチレングリコールモノメタクリレート						10
(B)	メタクリル酸	12	12	14	14	14	12
(C)	メタクリル酸2-エチルヘキシル	22	22	20	20	20	22
	スチレンモノマー	46	46	46	46	46	46
	スチレンマクロマー	10	10	10	10	10	10
	重量平均分子量	3200	4100	4000	3000	3200	4000
	中和度	90	90	90	90	90	90

【0173】

< 水不溶性ビニルポリマーにより被覆された顔料分散体調製例1~7 >

製造例1~6で得られたポリマーをメチルエチルケトンで50%に調製した溶液77部にメチルエチルケトン90部、及び中和剤(5N水酸化ナトリウム水溶液)を所定量加えてメタクリル酸を中和(中和度90%)した後、イオン交換水370部、更に色材として表2に記載の顔料を90部加え、混合し、更に分散機(マイクロフルイダイザーM-140K、150MPa)で20パス処理した。なお、カーボンブラックNipex150を用いたものは、分散機のパス処理を5パスにした。

【0174】

得られた水分散体に、イオン交換水100部を加え、攪拌した後、減圧下、60℃でメチルエチルケトンを除去し、更に一部の水を除去した後、5µmのシリンジフィルター〔アセチルセルロース膜、外径：2.5cm、ザルトリウス社製〕を取り付けた容量25mLの針なしシリンジ〔テルモ株式会社製〕で濾過し、粗大粒子を除去し、水分散体を得た(固形分として25質量%)。

【0175】

10

20

30

40

50

【表 2】

	製造例ポリマー	顔料	
調製例1	製造例1	カーボンブラック Nipex150	(デグサ社製)
調製例2	製造例2	C.I.ピグメントイエロー74	(大日精化工業株式会社製)
調製例3	製造例3	C.I.ピグメントレッド122	(大日精化工業株式会社製)
調製例4	製造例4	C.I.ピグメントブルー15:3	(大日精化工業株式会社製)
調製例5	製造例5	カーボンブラック Nipex150	(デグサ社製)
調製例6	製造例6	C.I.ピグメントレッド122	(大日精化工業株式会社製)
調製例7	製造例6	C.I.ピグメントブルー15:3	(大日精化工業株式会社製)

10

【0176】

< 調製例 8 ~ 11 : 表面改質顔料分散体調製例 >

(調製例 8)

- 表面改質ブラック顔料分散体 (1) の調製 -

SENSIJET Black SDP2000 (SENSIENT社製、顔料固形分 14.5 質量%) 顔料分散体 1kg を 0.1N の HCl 水溶液で酸析した。次いで、10 質量% テトラブチルアンモニウムヒドロキシド溶液 (メタノール溶液) で pH を 9 に調整することにより、30 分間後に改質顔料分散体を得られた。

次に、少なくとも 1 つのカルボン酸基、スルホン酸基又はカルボン酸テトラブチルアンモニウム塩、スルホン酸テトラブチルアンモニウム塩と結合した顔料を含んだ上記改質顔料分散体とイオン交換水を用いて透析膜を用いた限外濾過を行った。更に、超音波分散を行って顔料固形分を 20 質量% に濃縮した改質顔料分散体を得た。

20

得られた分散体について、体積平均粒径を粒度分布測定装置 (日機装株式会社製、ナノトラック UPA-EX150) により測定したところ、120 nm であった。

【0177】

(調製例 9)

- 表面改質マゼンタ顔料分散体 (1) の調製 -

SENSIJET SMART Magenta 3122BA (Pigment Red 122 表面処理分散体、顔料固形分 14.5 質量%、SENSIENT社製) 顔料分散体 1kg を 0.1N の HCl 水溶液で酸析した。次いで、10 質量% テトラエチルアンモニウムヒドロキシド水溶液で pH を 9 に調整することにより、30 分間後に改質顔料分散体を得られた。

30

次に、少なくとも 1 つのアミノ安息香酸基又はアミノ安息香酸テトラエチルアンモニウム塩と結合した顔料を含んだ上記改質顔料分散体とイオン交換水を用いて透析膜を用いた限外濾過を行い、更に超音波分散を行って顔料固形分を 20 質量% に濃縮した改質顔料分散体を得た。

得られた分散体について、体積平均粒径を粒度分布測定装置 (日機装株式会社製、ナノトラック UPA-EX150) により測定したところ、104 nm であった。

【0178】

(調製例 10)

- 表面改質シアン顔料分散体 (1) の調製 -

SENSIJET SMART Cyan 3154BA (Pigment Blue 15:4 表面処理分散体、顔料固形分 14.5 質量%、SENSIENT社製) 顔料分散体 1kg を 0.1N の HCl 水溶液で酸析した。次いで、40 質量% ベンジルトリメチルアンモニウムヒドロキシド溶液 (メタノール溶液) で pH を 9 に調整することにより、30 分間後に改質顔料分散体を得られた。

40

次に、少なくとも 1 つのアミノ安息香酸基又はアミノ安息香酸ベンジルトリメチルアンモニウム塩と結合した顔料を含んだ上記改質顔料分散体とイオン交換水を用いて透析膜を用いた限外濾過を行った。更に、超音波分散を行って顔料固形分を 20 質量% に濃縮した改質顔料分散体を得た。

50

得られた分散体について、体積平均粒径を粒度分布測定装置（日機装株式会社製、ナノトラックUPA-EX150）により測定したところ、116nmであった。

【0179】

（調製例11）

- 表面改質イエロー顔料分散体（1）の調製 -

SENSIJET SMART Yellow 3074BA（Pigment Yellow 74表面処理分散体、顔料固形分14.5質量%、SENSIENT社製）10質量%テトラブチルアンモニウムヒドロキシド溶液（メタノール溶液）でpHを9に調整することにより、30分後に改質顔料分散体を得られた。

次に、少なくとも1つのアミノ安息香酸基又はアミノ安息香酸テトラブチルアンモニウム塩と結合した顔料を含んだ上記改質顔料分散体とイオン交換水を用いて透析膜を用いた限外濾過を行い、更に超音波分散を行って顔料固形分を20質量%に濃縮した改質顔料分散体を得た。

10

得られた分散体について、体積平均粒径を粒度分布測定装置（日機装株式会社製、ナノトラックUPA-EX150）により測定したところ、145nmであった。

【0180】

次いで、インクに添加する定着を付与する樹脂エマルジョンの製造例を示す。

（樹脂エマルジョンの製造例1～5）

<樹脂エマルジョン1の製造>

モノマー（a1）としてアクリル酸1.2質量部、モノマー（a2）としてサイラエース210（ビニルトリメトキシシラン、チソ株式会社製）6質量部、モノマー（a3）としてメタクリル酸メチル35.5質量部、アクリル酸2-エチルヘキシル60.3質量部、アクリルアミド1.0質量部、乳化剤としてアクアロンKH-20（第一工業製薬株式会社製の反応性乳化剤）1.5質量部、及びイオン交換水53.1質量部の混合物をバッチ式ホモキサワーで乳化し、モノマープレエマルジョンを作製し、滴下槽に入れた。

20

なお、0.5μm以上の粒子数が5,000個/cm³以上であると、測定精度が低下するので、0.5μm以上の粒子数が5,000個/cm³程度になるように、モノマー濃度60%程度のモノマープレエマルジョンを、蒸留水を用いて希釈し、モノマー濃度が0.002質量%程度の希釈液について、米国PARTICLE SIZING SYSTEMS社製Accusizerを用い、モノマープレエマルジョンの個数カウント法による体積平均粒子径を求めたところ、3.0μmであった。

30

【0181】

還流冷却器、攪拌機、温度計、窒素導入管、及び原料投入口を具備する容積2Lの4つ口フラスコを反応容器とし、該反応容器にイオン交換水89.4質量部を入れ、窒素を導入しつつ攪拌しながら、液温を60℃に温めた。次いで、反応容器中に、アルキルフェノールエーテル系の反応性乳化剤としてアクアロンKH-20（第一工業製薬株式会社製）を0.5質量部添加し、同時に5質量%過硫酸アンモニウム（以後、「APS」と略す）水溶液6質量部（過硫酸アンモニウムとしては、0.3質量部）を添加した。

【0182】

反応容器に5質量%APS水溶液を添加してから10分間後に、滴下槽から上記モノマープレエマルジョンは5時間かけて連続的に滴下し、別の滴下槽から5質量%APS水溶液6質量部（過硫酸アンモニウムとしては、0.3質量部）を5時間かけて断続的に滴下した。この間反応容器内は70℃に保った。

40

滴下終了後、3時間、70℃に保ち、熟成を行った。その後冷却を開始し、50℃まで冷却し、アンモニア水を添加し、180メッシュのポリエステル製の濾布で濾過した。濾布に残った凝集物を150℃で20分間乾燥し、モノマー、乳化剤及び重合開始剤の量を基準に凝集量（質量%）を求めたところ、0.1質量%であった。

濾過後の樹脂エマルジョンの一部を測り取り、150℃で20分間乾燥し、固形分濃度を求めたところ、39.5質量%であった。また、前記樹脂エマルジョンは、pH8、粘度50mPa・sであった。

50

0.5 μm以上の粒子数が5,000個/cm³程度以下が装置上の測定限界なので、そのような範囲になるように、濾過後の樹脂エマルションを固形分濃度0.002質量%に希釈し、マイクロトラックUPA(Leeds & Northrup社製)を用い、動的光散乱法による累積50%粒子径(D₅₀)を測定したところ、130nmであった。

別途、濾過後の樹脂エマルションを固形分濃度0.002質量%に希釈し、該希釈液について、米国PARTICLE SIZING SYSTEMS社製Accusizerを用い、個数カウント法による1.5 μm以上の超粗大粒子数を測定した。固形分濃度0.1質量%に換算すると、樹脂エマルション中における1.5 μm以上の超粗大粒子数は1.0 × 10⁵個/cm³であった。

なお、ビニルトリメトキシシランを除くモノマーから求められるガラス転移温度(以下、「理論T_g」という)は5 であった。

10

【0183】

<樹脂エマルション2の製造>

製造例1において、下記の組成に変更した以外は、製造例1と同様にして、樹脂エマルション2を作製した。

[組成]

- ・アクリル酸： 3.0 質量部
 - ・アクリル酸ブチル： 12.5 質量部
 - ・アクリル酸-2-エチルヘキシル： 20.0 質量部
 - ・スチレン： 22.0 質量部
 - ・サイラエース210： 6 質量部
- (ビニルトリメトキシシラン、チッソ株式会社製)

20

次に、得られた樹脂エマルション2について、動的光散乱法による累積50%粒子径(D₅₀)を測定したところ、100nmであった。また、ビニルトリメトキシシランを除くモノマーから求められる理論T_gは15 であった。また、固形分濃度は、39.6質量%であった。

【0184】

<樹脂エマルション3の製造>

製造例1において、下記の組成に変更した以外は、製造例1と同様にして、樹脂エマルション3を作製した。

30

[組成]

- ・アクリル酸： 5.0 質量部
 - ・アクリル酸-2-エチルヘキシル： 22.0 質量部
 - ・メタクリル酸-2-エチルヘキシル： 6.0 質量部
 - ・メタクリル酸シクロヘキシル： 5.0 質量部
 - ・スチレン： 22.0 質量部
 - ・サイラエース210： 6 質量部
- (ビニルトリメトキシシラン、チッソ株式会社製)

次に、得られた樹脂エマルション3について、動的光散乱法による累積50%粒子径(D₅₀)を測定したところ、80nmであった。また、ビニルトリメトキシシランを除くモノマーから求められる理論T_gは30 であった。また、固形分濃度は、39.4質量%であった。

40

【0185】

<樹脂エマルション4の製造>

製造例1において、下記の組成に変更した以外は、製造例1と同様にして、樹脂エマルション4を作製した。

[組成]

- ・メタクリル酸： 3.0 質量部
- ・アクリル酸ブチル： 25.0 質量部
- ・アクリルアミド： 1.0 質量部

50

- ・スチレン： 29.0 質量部
- ・サイラエース 210： 6 質量部
(ビニルトリメトキシシラン、チッソ株式会社製)

次に、得られた樹脂エマルジョン 4 について、動的散乱法による累積 50% 粒子径 (D_{50}) を測定したところ、80 nm であった。また、ビニルトリメトキシシランを除くモノマーから求められる理論 Tg は 45 であった。また、固形分濃度は、39.5 質量% であった。

【0186】

<樹脂エマルジョン 5 の製造>

製造例 1 において、下記の組成に変更した以外は、製造例 1 と同様にして、樹脂エマルジョン 5 を作製した。

[組成]

- ・メタクリル酸： 6.0 質量部
- ・アクリル酸エチル： 20.0 質量部
- ・メタクリル酸メチル： 16.0 質量部
- ・アクリルアミド： 1.0 質量部
- ・スチレン： 20.0 質量部
- ・サイラエース 210： 6 質量部
(ビニルトリメトキシシラン、チッソ株式会社製)

次に、得られた樹脂エマルジョン 5 について、動的散乱法による累積 50% 粒子径 (D_{50}) を測定したところ、90 nm であった。また、ビニルトリメトキシシランを除くモノマーから求められる理論 Tg は 70 であった。また、固形分濃度は、39.7 質量% であった。

【0187】

(実施例 1)

<インクの調製>

攪拌機を備えた容器に、構造式 (I) で表される 3-n-ブトキシ-N,N-ジメチルプロパンアミド 15.00 質量部、1,2-プロパンジオール 20.00 質量部、一般式 (VI) で表されるポリエーテル変性シロキサン化合物 0.50 質量部及び一般式 (IV) で表される脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物 0.25 質量部を入れ、30 分間攪拌して均一にした。

次に、防カビ剤 (Proxel GXL、アビシア社製) 0.05 質量部、2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオール 0.20 質量部、調製例 1 のブラック顔料分散体を 34.29 質量部、製造例 1 の樹脂エマルジョン 1 を 12.66 質量部及びイオン交換水を残量加え、全体を 100 質量部として、60 分間攪拌してインクを均一にした。得られたインクを平均孔径 1.2 μm のポリビニリデンフロライドメンブランフィルターにて加圧濾過し、粗大粒子及びごみを除去して、実施例 1 のインクを作製した。

【0188】

(実施例 2)

攪拌機を備えた容器に、1,2-プロパンジオール 20.00 質量部、1,2-ブタンジオール 20.00 質量部、2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール 4.00 質量部、一般式 (VII) で表されるポリエーテル変性シロキサン化合物 0.25 質量部及び一般式 (IV) で表される脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物 0.25 質量部を入れ、30 分間攪拌して均一にした。

次に、防カビ剤 (Proxel GXL、アビシア社製) 0.05 質量部、2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオール 0.20 質量部、調製例 1 のブラック顔料分散体を 34.29 質量部、製造例 2 の樹脂エマルジョン 2 を 12.63 質量部及びイオン交換水を残量加え、全体を 100 質量部として、60 分間攪拌してインクを均一にした。得られたインクを平均孔径 1.2 μm のポリビニリデンフロライドメンブランフィルターにて加圧濾過し、粗大粒子及びごみを除去して、実施例 2 のインクを作製した。

10

20

30

40

50

【 0 1 8 9 】

(実施例 3 ~ 1 8 及び比較例 1 ~ 1 2)

実施例 1 又は実施例 2 と同様にして、下記表 3 - 1 ~ 3 - 5 に示した有機溶剤、界面活性剤、及び消泡剤を混合攪拌した。次いで、防カビ剤、pH 調整剤、色材 (顔料分散体) 、及び樹脂エマルジョンを混合攪拌してインクを均一化した。

得られたインクを平均孔径 1 . 2 μm のポリビニリデンフロライドメンブランフィルターにて加圧濾過し、粗大粒子及びごみを除去して、実施例 3 ~ 1 8 及び比較例 1 ~ 1 2 の各インクを作製した。

なお、実施例 1 6、1 7、1 8 では表 3 - 4 に示すように、前記合成例 1、合成例 6、合成例 9 に示される合成方法によって合成して得た、「2 - エチル - 1 - ヘキサノールの E O 4 モル付加物 (A - 1)」、「デカノールの E O 2 モル (E O 5 モル / P O 1 モル) ランダム付加物 (A - 6)」及び「3, 5, 5 - トリメチル - 1 - ヘキサノールの P O 3 モル E O 2 モル付加物 (A - 9)」を界面活性剤成分として用いた。

【 0 1 9 0 】

10

20

30

40

50

【表 3 - 1】

成分(質量%)		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
水分散性色材 (顔料分散体)	調製例1(カーボンブラック Nipex150)	34.29	34.29	—	—	—
	調製例2(C.I.ピグメントE0-74)	—	—	22.86	—	—
	調製例3(C.I.ピグメントレッド122)	—	—	—	34.29	—
	調製例4(C.I.ピグメントブルー15:3)	—	—	—	—	17.14
	調製例5(カーボンブラック Nipex150)	—	—	—	—	—
	調製例6(C.I.ピグメントレッド122)	—	—	—	—	—
	調製例7(C.I.ピグメントブルー15:3)	—	—	—	—	—
	調製例8 表面改質ブラック顔料分散体(1)	—	—	—	—	—
	調製例9 表面改質マゼンタ顔料分散体(1)	—	—	—	—	—
	調製例10 表面改質シアン顔料分散体(1)	—	—	—	—	—
	調製例11 表面改質イエロー顔料分散体(1)	—	—	—	—	—
水分散性樹脂	樹脂エマルジョン1(Tg5°C)	12.66	—	—	—	—
	樹脂エマルジョン2(Tg15°C)	—	12.63	—	—	—
	樹脂エマルジョン3(Tg30°C)	—	—	17.77	—	—
	樹脂エマルジョン4(Tg45°C)	—	—	—	12.66	—
	樹脂エマルジョン5(Tg70°C)	—	—	—	—	20.15
有機溶剤	構造式(I) 3-n-ブトキシ-N,N-ジメチルプロパント	15.00	—	—	—	—
	構造式(III) 3-n-ヘキシルオキシ-N,N-ジメチルプロパント	—	—	—	—	—
	構造式(IV) 3-エチル-3-ヒドロキシルメチルオキセタン	—	—	27.50	10.00	5.00
	構造式(V) 3-メチル-3-ヒドロキシルメチルオキセタン	—	—	—	—	—
	3-メチル-1,3-ブタンジオール	—	—	—	30.00	30.00
	1,2-ブタンジオール	—	20.00	10.00	—	—
	1,2-プロパンジオール	20.00	20.00	—	—	—
	トリエチレングリコールメチルエーテル	—	—	—	—	—
	グリセリン	—	—	—	—	—
	トリエチレングリコール	—	—	—	—	—
保湿剤	2-エチル-1,3-ヘキサジオール	—	—	2.00	2.00	2.00
	2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール	—	4.00	—	—	—
界面活性剤	一般式VI (シルフェイスSAG-002)	0.50	—	—	—	—
	一般式VII (シルフェイスSAG-013)	—	0.25	—	—	—
	一般式VIII (シルフェイスSJM-003)	—	—	0.01	0.005	—
	一般式VIII (シルフェイスSAG-503A)	—	—	—	—	0.20
	一般式VIII (BYK-348)	—	—	—	—	—
	一般式IX (TEGO Wet270)	—	—	—	—	—
	一般式IV (Newcol NT-5)	0.25	—	—	—	—
	一般式IV (ノイゲンXL-40)	—	0.25	—	—	—
	一般式IV (ノイゲンTDX-50)	—	—	0.99	0.500	—
	一般式IV (ノイゲンET-65)	—	—	—	—	0.50
	一般式XIV (合成例1, A-1)	—	—	—	—	—
	一般式XIV (合成例6, A-6)	—	—	—	—	—
	一般式XIV (合成例9, A-9)	—	—	—	—	—
	サーフィノール104E	—	—	—	—	—
	フッ素系ノニオン性界面活性剤Capstone (登録商標) FS-3100(Dupont社製)	—	—	—	—	—
防カビ剤	Proxel GXL	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
抑泡剤 (消泡剤)	2,4,7,9-テトラメチルデカン-4,7-ジオール	—	—	—	—	0.40
	2,5,8,11-テトラメチルデカン-5,8-ジオール	—	—	0.40	0.40	—
pH調整剤	2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオール	0.20	0.20	0.20	0.10	0.10
ワックス	ポリエチレンワックス1「AQUACER531」	—	—	—	—	0.22
	ポリエチレンワックス2「AQUACER515」	—	—	—	—	—
	ポリエチレンワックス3「AQUACER3RC1452」	—	—	—	—	—
純水		残量	残量	残量	残量	残量
合計(質量%)		100	100	100	100	100

10

20

30

40

【 0 1 9 1 】

50

【表 3 - 2】

成分(質量%)		実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	
水分散性 色材 (顔料分散体)	調製例1(カーボンブラック Nipex150)	—	—	—	—	—	
	調製例2(C.I.ピグメントイエロー74)	—	—	—	—	—	
	調製例3(C.I.ピグメントレッド122)	—	—	—	—	—	
	調製例4(C.I.ピグメントブルー15:3)	—	—	—	—	—	
	調製例5(カーボンブラック Nipex150)	34.29	—	—	—	—	
	調製例6(C.I.ピグメントレッド122)	—	34.29	—	—	—	
	調製例7(C.I.ピグメントブルー15:3)	—	—	17.14	—	—	
	調製例8 表面改質ブラック顔料分散体(1)	—	—	—	30.00	—	
	調製例9 表面改質マゼンタ顔料分散体(1)	—	—	—	—	30.00	
	調製例10 表面改質シアン顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	
	調製例11 表面改質イエロー顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	
水分散性 樹脂	樹脂エマルジョン1(Tg5°C)	12.66	—	—	—	—	
	樹脂エマルジョン2(Tg15°C)	—	12.63	—	—	—	
	樹脂エマルジョン3(Tg30°C)	—	—	—	—	—	
	樹脂エマルジョン4(Tg45°C)	—	—	20.25	—	—	
	樹脂エマルジョン5(Tg70°C)	—	—	—	12.59	12.59	
有機 溶剤	構造式(I) 3-n-ブトキシ-N,N-ジメチルプロパミド (SP値:9.03)	10.00	—	—	—	—	
	構造式(III) 3-n-ヘキシルオキシ-N,N-ジメチルプロパミド (SP値:8.96)	—	—	—	—	—	
	構造式(IV) 3-エチル-3-ヒドロキシルメチルオキセタン (SP値:11.3)	—	15.00	10.00	10.00	10.00	
	構造式(V) 3-メチル-3-ヒドロキシルメチルオキセタン (SP値:11.79)	—	—	—	—	—	
	3-メチル-1,3-ブタンジオール (SP値:12.05)	15.00	20.00	25.00	20.00	20.00	
	1,2-ブタンジオール (SP値:12.75)	—	—	—	—	—	
	1,2-プロパンジオール (SP値:13.5)	10.00	—	—	—	—	
	トリエチレングリコールメチルエーテル(SP値:8.41)	—	—	—	—	—	
	グリセリン (SP値:16.38)	—	—	—	—	—	
	トリエチレングリコール (SP値:15.4)	—	—	—	—	—	
	浸透剤	2-エチル-1,3-ヘキサジオール (SP値:10.6)	1.00	2.00	2.00	2.00	2.00
	2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール (SP値:10.8)	—	—	—	—	—	
	界面 活性 剤	一般式VI (シルフェイスSAG-002)	—	—	—	—	—
一般式VII (シルフェイスSAG-013)		—	—	—	—	—	
一般式VIII (シルフェイスSJM-003)		—	—	—	—	—	
一般式VIII (シルフェイスSAG-503A)		—	—	1.00	—	—	
一般式VIII (BYK-348)		0.50	—	—	—	0.20	
一般式IX (TEGO Wet270)		—	0.15	—	0.10	—	
一般式IV (Newcol NT-5)		0.30	—	—	—	—	
一般式IV (ノイゲンXL-40)		—	—	0.02	—	—	
一般式IV (ノイゲンTDX-50)		—	—	—	0.40	—	
一般式IV (ノイゲンET-65)		—	0.35	—	—	0.40	
一般式XIV (合成例1, A-1)		—	—	—	—	—	
一般式XIV (合成例6, A-6)		—	—	—	—	—	
一般式XIV (合成例9, A-9)		—	—	—	—	—	
サーフィノール104E		—	—	—	—	—	
フッ素系ノニオン性界面活性剤Capstone (登録商標) FS-3100(Dupont社製)		—	—	—	—	—	
防カビ剤		Proxel GXL	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
抑泡剤 (消泡剤)		2,4,7,9-テトラメチルデカン-4,7-ジオール	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
	2,5,8,11-テトラメチルデカン-5,8-ジオール	—	—	—	—	—	
pH調整剤	2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオール	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	
ワックス	ポリエチレンワックス1「AQUACER531」	—	0.33	—	—	0.67	
	ポリエチレンワックス2「AQUACER515」	0.29	—	0.43	—	—	
	ポリエチレンワックス3「AQUACER3RC1452」	—	—	—	0.47	—	
純水		残量	残量	残量	残量	残量	
合計(質量%)		100	100	100	100	100	

10

20

30

40

【 0 1 9 2 】

50

【表 3 - 3】

成分(質量%)		実施例11	実施例12	実施例13	実施例14	実施例15	
水分散性色材(顔料分散体)	調製例1(カーボンブラック Nipex150)	—	—	—	—	—	
	調製例2(C.I.ピグメントイエロー74)	—	—	—	—	—	
	調製例3(C.I.ピグメントレッド122)	—	—	—	—	—	
	調製例4(C.I.ピグメントブルー15:3)	—	—	—	—	—	
	調製例5(カーボンブラック Nipex150)	—	—	—	—	—	
	調製例6(C.I.ピグメントレッド122)	—	—	—	—	—	
	調製例7(C.I.ピグメントブルー15:3)	—	—	—	—	—	
	調製例8 表面改質ブラック顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	
	調製例9 表面改質マゼンタ顔料分散体(1)	—	—	32.50	—	—	
	調製例10 表面改質シアン顔料分散体(1)	15.00	—	—	12.50	—	
	調製例11 表面改質イエロー顔料分散体(1)	—	20.00	—	—	15.00	
水分散性樹脂	樹脂エマルジョン1(Tg5°C)	—	—	—	—	—	
	樹脂エマルジョン2(Tg15°C)	—	—	—	—	—	
	樹脂エマルジョン3(Tg30°C)	—	—	—	—	—	
	樹脂エマルジョン4(Tg45°C)	20.25	17.72	—	—	—	
	樹脂エマルジョン5(Tg70°C)	—	—	11.34	21.41	20.15	
有機溶剤	構造式(I) 3-n-ブトキシ-N,N-ジメチルプロパノアミド (SP値:9.03)	—	—	5.00	5.00	5.00	
		構造式(III) 3-n-ヘキシルオキシ-N,N-ジメチルプロパノアミド (SP値:8.96)	—	—	—	—	—
		構造式(IV) 3-エチル-3-ヒドロキシルメチルオキセタン (SP値:11.3)	10.00	10.00	15.00	15.00	15.00
		構造式(V) 3-メチル-3-ヒドロキシルメチルオキセタン (SP値:11.79)	—	—	—	—	—
		3-メチル-1,3-ブタンジオール (SP値:12.05)	25.00	25.00	15.00	20.00	20.00
		1,2-ブタンジオール (SP値:12.75)	—	—	—	—	—
		1,2-プロパンジオール (SP値:13.5)	—	—	—	—	—
	保湿剤	トリエチレングリコールブチルメチルエーテル(SP値:8.41)	—	—	—	—	—
		グリセリン (SP値:16.38)	—	—	—	—	—
	浸透剤	トリエチレングリコール (SP値:15.4)	—	—	—	—	—
		2-エチル-1,3-ヘキサジオール (SP値:10.6)	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
	界面活性剤	2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール (SP値:10.8)	—	—	—	—	—
		一般式VI (シルフェイスSAG-002)	—	—	0.30	—	—
一般式VII (シルフェイスSAG-013)		—	—	—	0.30	—	
一般式VIII (シルフェイスSJM-003)		—	—	—	—	0.30	
一般式IX (シルフェイスSAG-503A)		0.30	—	—	—	—	
一般式VII (BYK-348)		—	—	—	—	—	
一般式IX (TEGO Wet270)		—	0.20	—	—	—	
一般式IV (Newcol NT-5)		—	—	—	—	—	
一般式IV (ノイゲンXL-40)		0.40	0.40	0.35	—	—	
一般式IV (ノイゲンTDX-50)		—	—	—	0.35	—	
一般式IV (ノイゲンET-65)		—	—	—	—	0.35	
一般式XIV (合成例1, A-1)		—	—	—	—	—	
一般式XIV (合成例6, A-6)		—	—	—	—	—	
一般式XIV (合成例9, A-9)		—	—	—	—	—	
サーフィノール104E		—	—	—	—	—	
フッ素系ノニオン性界面活性剤Capstone (登録商標) FS-3100(Dupont社製)	—	—	—	—	—		
防カビ剤	Proxel GXL	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	
抑泡剤(消泡剤)	2,4,7,9-テトラメチルデカン-4,7-ジオール	—	—	0.40	0.40	0.40	
	2,5,8,11-テトラメチルデカン-5,8-ジオール	0.40	0.40	—	—	—	
pH調整剤	2-アミノ-2-エチル-1,3-ブタンジオール	0.10	0.10	0.20	0.20	0.20	
ワックス	ポリエチレンワックス1「AQUACER531」	—	—	1.00	—	—	
	ポリエチレンワックス2「AQUACER515」	0.86	—	—	1.29	—	
	ポリエチレンワックス3「AQUACER3RC1452」	—	0.94	—	—	1.41	
純水		残量	残量	残量	残量	残量	
合計(質量%)		100	100	100	100	100	

10

20

30

40

【 0 1 9 3 】

【表 3 - 4】

成分(質量%)		実施例16	実施例17	実施例18	
水分散性色材 (顔料分散体)	調製例1(カーボンブラック Nipex150)	—	—	—	
	調製例2(C.I.ピグメントイエロー74)	—	—	—	
	調製例3(C.I.ピグメントレッド122)	—	—	—	
	調製例4(C.I.ピグメントブルー15:3)	17.14	—	—	
	調製例5(カーボンブラック Nipex150)	—	—	—	
	調製例6(C.I.ピグメントレッド122)	—	—	—	
	調製例7(C.I.ピグメントブルー15:3)	—	—	—	
	調製例8 表面改質ブラック顔料分散体(1)	—	—	—	
	調製例9 表面改質マゼンタ顔料分散体(1)	—	30.00	—	
	調製例10 表面改質シアン顔料分散体(1)	—	—	—	
	調製例11 表面改質イエロー顔料分散体(1)	—	—	20.00	
水分散性樹脂	樹脂エマルジョン1(Tg5°C)	—	—	—	
	樹脂エマルジョン2(Tg15°C)	—	—	—	
	樹脂エマルジョン3(Tg30°C)	—	—	—	
	樹脂エマルジョン4(Tg45°C)	—	—	17.72	
	樹脂エマルジョン5(Tg70°C)	20.15	12.59	—	
有機溶剤	構造式(I) 3-n-プロピルキシン-N,N-ジメチルプロパニド (SP値:9.03)	—	—	—	
		構造式(III) 3-n-ヘキシルキシン-N,N-ジメチルプロパニド (SP値:8.96)	5.00	—	—
		構造式(IV) 3-エチル-3-ヒドロキシルメチルオキセタン (SP値:11.3)	—	—	—
		構造式(V) 3-メチル-3-ヒドロキシルメチルオキセタン (SP値:11.79)	—	10.00	10.00
		3-メチル-1,3-ブタンジオール(SP値:12.05)	30.00	20.00	25.00
		1,2-ブタンジオール (SP値:12.75)	—	—	—
		1,2-プロパントジオール (SP値:13.5)	—	—	—
	保湿剤	グリセリン (SP値:16.38)	—	—	—
		トリエチレングリコール (SP値:15.4)	—	—	—
	浸透剤	2-エチル-1,3-ヘキサジオール (SP値:10.6)	2.00	2.00	2.00
		2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール (SP値:10.8)	—	—	—
	界面活性剤	一般式VI (シルフェイスSAG-002)	—	—	—
		一般式VII (シルフェイスSAG-013)	—	—	—
一般式VIII (シルフェイスSJM-003)		—	—	—	
一般式VIII (シルフェイスSAG-503A)		0.20	—	—	
一般式VIII (BYK-348)		—	0.20	—	
一般式IX (TEGO Wet270)		—	—	0.20	
一般式IV (Newcol NT-5)		—	—	—	
一般式IV (ノイゲンXL-40)		—	—	—	
一般式IV (ノイゲンTDX-50)		—	—	—	
一般式IV (ノイゲンET-65)		—	—	—	
一般式XIV (合成例1, A-1)		0.50	—	—	
一般式XIV (合成例6, A-6)		—	0.40	—	
一般式XIV (合成例9, A-9)		—	—	0.40	
サーフィノール104E		—	—	—	
フッ素系ノニオン性界面活性剤Capstone (登録商標) FS-3100(Dupont社製)		—	—	—	
防カビ剤	Proxel GXL	0.05	0.05	0.05	
抑泡剤 (消泡剤)	2,4,7,9-テトラメチルデカン-4,7-ジオール	0.40	0.40	—	
	2,5,8,11-テトラメチルデカン-5,8-ジオール	—	—	0.40	
pH調整剤	2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパントジオール	0.10	0.20	0.10	
ワックス	ポリエチレンワックス1「AQUACER531」	0.22	0.67	—	
	ポリエチレンワックス2「AQUACER515」	—	—	—	
	ポリエチレンワックス3「AQUACER3RC1452」	—	—	0.94	
純水		残量	残量	残量	
合計(質量%)		100	100	100	

10

20

30

40

【 0 1 9 4 】

50

【表 3 - 5】

成分(質量%)		比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	
水分散性色材(顔料分散体)	調製例1(カーボンブラック Nipex150)	—	—	—	—	—	
	調製例2(C.I.ピグメントイエロー74)	—	—	—	—	—	
	調製例3(C.I.ピグメントレッド122)	—	—	—	—	—	
	調製例4(C.I.ピグメントブルー15:3)	—	—	—	—	—	
	調製例5(カーボンブラック Nipex150)	—	—	—	—	—	
	調製例6(C.I.ピグメントレッド122)	34.29	34.29	—	—	—	
	調製例7(C.I.ピグメントブルー15:3)	—	—	13.14	13.14	13.14	
	調製例8 表面改質ブラック顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	
	調製例9 表面改質マゼンタ顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	
	調製例10 表面改質シアン顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	
	調製例11 表面改質イエロー顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	
水分散性樹脂	樹脂エマルジョン1(Tg5°C)	—	—	—	—	—	
	樹脂エマルジョン2(Tg15°C)	—	—	—	—	—	
	樹脂エマルジョン3(Tg30°C)	—	—	—	—	—	
	樹脂エマルジョン4(Tg45°C)	—	—	20.25	20.25	20.25	
	樹脂エマルジョン5(Tg70°C)	—	—	—	—	—	
有機溶剤	有機溶剤	構造式(I) 3-n-ブトキシ-N,N-ジメチルプロパノアミド (SP値:9.03)	10.00	—	—	—	—
		構造式(III) 3-n-ヘキシルオキシ-N,N-ジメチルプロパノアミド (SP値:8.96)	—	—	—	—	—
		構造式(IV) 3-エチル-3-ヒドロキシルプロパノアミド (SP値:11.3)	—	—	15.00	15.00	—
		構造式(V) 3-メチル-3-ヒドロキシルプロパノアミド (SP値:11.79)	—	—	—	—	—
		3-メチル-1,3-ブタンジオール(SP値:12.05)	—	—	20.00	20.00	—
		1,2-ブタンジオール (SP値:12.75)	5.00	—	—	—	15.00
		1,2-プロパンジオール (SP値:13.5)	—	—	—	—	20.00
	トリエチレングリコールジメチルエーテル(SP値:8.41)	—	—	—	—	—	
	保湿剤	グリセリン (SP値:16.38)	22.00	30.00	—	—	—
		トリエチレングリコール (SP値:15.4)	—	12.50	—	—	—
	浸透剤	2-エチル-1,3-ヘキサジオール (SP値:10.6)	2.00	2.00	2.00	2.00	—
		2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール (SP値:10.8)	—	—	—	—	—
	界面活性剤	一般式VI (シルフェイスSAG-002)	—	—	—	—	—
一般式VII (シルフェイスSAG-013)		—	—	—	—	—	
一般式VIII (シルフェイスSJM-003)		—	—	—	—	—	
一般式VIII (シルフェイスSAG-503A)		—	—	—	—	—	
一般式VIII (BYK-348)		—	—	—	—	—	
一般式IX (TEGO Wet270)		—	—	2.00	—	2.00	
一般式IV (Newcol NT-5)		—	—	—	—	—	
一般式IV (ノイゲンXL-40)		—	—	—	2.00	—	
一般式IV (ノイゲンTDX-50)		—	—	—	—	—	
一般式IV (ノイゲンET-65)		0.35	0.35	—	—	—	
一般式XIV (合成例1, A-1)		—	—	—	—	—	
一般式XIV (合成例6, A-6)		—	—	—	—	—	
一般式XIV (合成例9, A-9)		—	—	—	—	—	
サーフィノール104E	—	—	—	—	—		
フッ素系ノニオン性界面活性剤Capstone (登録商標) FS-3100(Dupont社製)	—	—	—	—	—		
防カビ剤	Proxel GXL	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	
抑泡剤(消泡剤)	2,4,7,9-テトラメチルデカン-4,7-ジオール	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	
	2,5,8,11-テトラメチルデカン-5,8-ジオール	—	—	—	—	—	
pH調整剤	2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオール	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	
ワックス	ポリエチレンワックス1「AQUACER531」	0.33	0.33	—	—	—	
	ポリエチレンワックス2「AQUACER515」	—	—	0.43	0.43	0.43	
	ポリエチレンワックス3「AQUACER3RC1452」	—	—	—	—	—	
純水		残量	残量	残量	残量	残量	
合計(質量%)		100	100	100	100	100	

10

20

30

40

【 0 1 9 5 】

【表 3 - 6】

成分(質量%)		比較例6	比較例7	比較例8	比較例9	比較例10	比較例11	比較例12
水分散性色材 (顔料分散体)	調製例1(カーボンブラック Nipex150)	—	—	—	—	—	—	—
	調製例2(C.I.ピグメントイエロー74)	—	—	—	—	—	—	—
	調製例3(C.I.ピグメントレッド122)	—	34.29	34.29	34.29	34.29	34.29	34.29
	調製例4(C.I.ピグメントブルー15:3)	—	—	—	—	—	—	—
	調製例5(カーボンブラック Nipex150)	—	—	—	—	—	—	—
	調製例6(C.I.ピグメントレッド122)	—	—	—	—	—	—	—
	調製例7(C.I.ピグメントブルー15:3)	13.14	—	—	—	—	—	—
	調製例8 表面改質ブラック顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	—	—
	調製例9 表面改質マゼンタ顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	—	—
	調製例10 表面改質シアン顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	—	—
	調製例11 表面改質イエロー顔料分散体(1)	—	—	—	—	—	—	—
水分散性樹脂	樹脂エマルジョン1(Tg5°C)	—	—	—	—	—	—	—
	樹脂エマルジョン2(Tg15°C)	—	—	—	—	—	—	—
	樹脂エマルジョン3(Tg30°C)	—	—	—	—	—	—	—
	樹脂エマルジョン4(Tg45°C)	20.25	12.66	12.66	12.66	12.66	12.66	12.66
	樹脂エマルジョン5(Tg70°C)	—	—	—	—	—	—	—
有機溶剤	構造式(I) 3-tertブトキシ-N,N-ジメチルプロパンアミド (SP値:9.03)	—	—	—	—	—	—	—
	構造式(III) 3-tertヘキシルオキシ-N,N-ジメチルプロパンアミド (SP値:8.96)	—	—	—	—	—	—	—
	構造式(IV) 3-エチル-3-ヒドロキシルメチルオキセタン (SP値:11.3)	—	—	—	—	—	—	—
	構造式(V) 3-メチル-3-ヒドロキシルメチルオキセタン (SP値:11.79)	—	—	—	—	—	—	—
	3-メチル-1,3-ブタンジオール(SP値:12.05)	—	30.00	30.00	30.00	30.00	30.00	30.00
	1,2-ブタンジオール (SP値:12.75)	15.00	—	—	—	—	—	—
	1,2-プロパンジオール (SP値:13.5)	20.00	—	—	—	—	—	—
	トリエチレングリコールアセチルエーテル(SP値:8.41)	—	—	—	—	—	—	—
	グリセリン (SP値:16.38)	—	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00
	トリエチレングリコール (SP値:15.4)	—	—	—	—	—	—	—
保湿剤	2-エチル-1,3-ヘキサジオール (SP値:10.6)	—	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
	2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール (SP値:10.8)	—	—	—	—	—	—	—
界面活性剤	一般式VI (シルフェイスSAG-002)	—	—	—	—	—	—	—
	一般式VII (シルフェイスSAG-013)	—	—	—	—	—	—	—
	一般式VIII (シルフェイスSJM-003)	—	—	—	—	—	—	—
	一般式IX (シルフェイスSAG-503A)	—	—	—	—	—	—	—
	一般式VII (BYK-348)	—	—	—	—	—	—	—
	一般式IX (TEGO Wet270)	—	—	0.50	—	0.50	—	—
	一般式IV (Newcol NT-5)	—	—	—	—	—	—	—
	一般式IV (ノイゲンXL-40)	2.00	—	—	0.50	—	0.50	—
	一般式IV (ノイゲンTDX-50)	—	—	—	—	—	—	—
	一般式IV (ノイゲンET-65)	—	—	—	—	—	—	—
	一般式XIV (合成例1, A-1)	—	—	—	—	—	—	—
	一般式XIV (合成例6, A-6)	—	—	—	—	—	—	—
	一般式XIV (合成例9, A-9)	—	—	—	—	—	—	—
	サーフィノール104E	—	1.00	0.50	0.50	—	—	0.50
	フッ素系ノニオン性界面活性剤Capstone (登録商標) FS-3100(Dupont社製)	—	—	—	—	0.50	0.50	0.50
防カビ剤	Proxel GXL	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
抑泡剤 (消泡剤)	2,4,7,9-テトラメチルデカン-4,7-ジオール	0.40	—	—	—	—	—	—
	2,5,8,11-テトラメチルデカン-5,8-ジオール	—	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
pH調整剤	2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオール	0.20	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
ワックス	ポリエチレンワックス1「AQUACER531」	—	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22
	ポリエチレンワックス2「AQUACER515」	0.43	—	—	—	—	—	—
	ポリエチレンワックス3「AQUACER3RC1452」	—	—	—	—	—	—	—
純水		残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
合計(質量%)		100	100	100	100	100	100	100

10

20

30

40

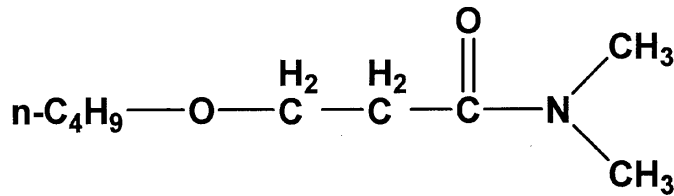
【0196】

表 3 - 1 ~ 表 3 - 6 中の略号などは下記の意味を表す。

* 下記構造式 (I) で表される有機溶剤 (3 - n - ブトキシ - N, N - ジメチルプロパンアミド)

50

【化 3 4】



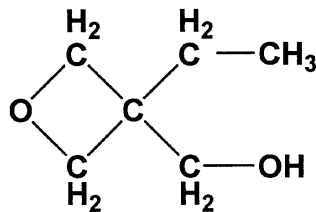
構造式 (I)

(SP値 : 9.03)

10

* 下記構造式 (IV) で表される有機溶剤 (3 - エチル - 3 - ヒドロキシルメチルオキセタン)

【化 3 5】



構造式 (IV)

(SP値 : 11.3)

20

* 界面活性剤 「シルフェイス SAG002」、「シルフェイス SAG013」、「シルフェイス SJM003」、「シルフェイス SAG503A」は、ポリエーテル変性シロキサン化合物 (日信化学工業株式会社製、有効成分 100 質量%)

* 界面活性剤 「BYK-348」は、ポリエーテル変性シロキサン化合物 (ビッケミー・ジャパン株式会社製、有効成分 100 質量%)

* 界面活性剤 「TEGO Wet 270」は、ポリエーテル変性シロキサン化合物 (エボニック社製、有効成分 100 質量%)

* 界面活性剤 「Newcol NT-5」は、脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物 (日本乳化剤株式会社製、有効成分 100 質量%)

30

* 界面活性剤 「ノイゲン XL-40」は、脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物 (第一工業製薬株式会社製、有効成分 100 質量%)

* 界面活性剤 「ノイゲン TD X-50」は、脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物 (日本乳化剤株式会社製、有効成分 100 質量%)

* 界面活性剤 「ノイゲン ET-65」は、脂肪族系アルコールアルキレンオキサイド化合物 (日本乳化剤株式会社製、有効成分 100 質量%)

* 界面活性剤 「サーフィノール 104E」は、アセチレングリコール化合物 (日信化学工業株式会社製、有効成分 50 質量%)

* Proxel GXL: 1, 2-benzisothiazolin-3-one を主成分とした防カビ剤 (アビシア社製、成分 20 質量%、ジプロピレングリコール含有)

40

* ワックス 1 「AQUACER 531」は、酸化ポリエチレンワックスエマルジョン (ビッケミー・ジャパン株式会社製、有効成分 45 質量%)

* ワックス 2 「AQUACER 515」は、酸化ポリエチレンワックスエマルジョン (ビッケミー・ジャパン株式会社製、有効成分 35 質量%)

* ワックス 3 「AQUACER 3RC1452」は、酸化ポリエチレンワックスエマルジョン (ビッケミー・ジャパン株式会社製、有効成分 32 質量%)

【0197】

次に、実施例 1 ~ 18 及び比較例 1 ~ 12 の各インクのインク物性を以下のようにして測定した。結果を表 4 に示す。

50

【 0 1 9 8 】

< 粘度測定 >

インクの粘度は、粘度計（RE - 550 L、東機産業株式会社製）を使用して、25 で測定した。

【 0 1 9 9 】

< pH測定 >

インクのpHは、pHメータ計（HM - 30 R型、TOA - DKK株式会社製）を用いて、25 で測定した。

【 0 2 0 0 】

< 動的表面張力測定 >

本発明インクの動的表面張力は、最大泡圧法による表面寿命15 msec時の動的表面張力を、SITA__DynaTester（SITA社製）を用いて、25 で測定した。

【 0 2 0 1 】

< 静的表面張力 >

インクの静的表面張力は、自動表面張力計（DY - 300、協和界面科学株式会社製）を用いて、25 で測定した。

< 起泡性・消泡性 >

起泡性・消泡性試験は、プリンタ初期充填性及びメンテナンス性の代用試験として実施する。

【 0 2 0 2 】

1) 起泡性

容量100 mlのメスシリンダーに評価インクを10 ml入れ、このメスシリンダーを10 恒温水槽に30分以上浸漬し、評価インクの液温を安定化させた。次いで、メスシリンダーに内径1 mmの空気注入管を取り付け、空気注入管の先端をインク底面から5 mmの高さに合わせて取り付ける。さらに、加圧装置の空気圧を20 gf/cm²に設定し、加圧装置の弁を開くと同時にストップウォッチで時間の計測を始め30秒後のメスシリンダーのメモリ泡高さを測定し、下記評価基準に基づいて評価した。

[例：目盛り100 mlの場合 100 - 10（サンプル量）= 高さ90 mlと記す]

* 30秒以内に目盛り100 mlに達した場合は、起泡性試験を中止する。

〔評価基準〕

A：泡高さ50 ml未満

B：泡高さ50 ml～90 mlの範囲

C：30秒以内に目盛り100 mlに達した場合

【 0 2 0 3 】

2) 消泡性

前記起泡性試験において空気を30秒間吹き込んだ後にすみやかに加圧装置の弁を閉じ、自然に泡が消えるのを観察し、300秒後の泡高さを測定した。

〔評価基準〕

A：空気吹き込み停止直後泡高さ50 ml未満

B：300秒後の泡高さ50 ml未満

C：300秒後の泡高さ50 ml以上

【 0 2 0 4 】

10

20

30

40

50

【表 4】

	インク物性値				起泡性	消泡性
	粘度 (mPa·s)	pH	15msec 動的表面張力 (mN/m)	静的表面張力 (mN/m)		
実施例 1	8.2	9.5	31.7	23.5	B	B
実施例 2	9.6	9.6	32.5	24.3	B	A
実施例 3	8.5	9.7	33.7	30.5	A	A
実施例 4	8.6	9.7	33.9	30.7	A	A
実施例 5	8.4	9.4	33.3	29.4	A	A
実施例 6	8.2	9.7	31.9	23.4	B	A
実施例 7	8.4	9.7	32.6	24.6	A	A
実施例 8	8.2	9.5	29.8	21.6	B	A
実施例 9	7.3	9.2	32.9	24.8	A	A
実施例 10	7.4	9.5	32.4	24.1	A	A
実施例 11	8.1	9.6	32.1	23.3	B	A
実施例 12	8.2	9.5	31.8	23.5	A	A
実施例 13	8.4	9.4	31.9	23.2	B	A
実施例 14	9.2	9.6	31.7	23.6	B	A
実施例 15	9.3	9.5	31.4	22.9	B	A
実施例 16	8.6	9.3	33.5	30.1	A	A
実施例 17	7.6	9.5	32.5	24.4	A	A
実施例 18	4.0	9.6	32.0	23.9	A	A
比較例 1	6.9	9.3	33.3	30.7	A	A
比較例 2	7.6	9.4	33.5	31.0	A	A
比較例 3	8.4	9.0	30.1	21.5	C	B
比較例 4	8.3	9.1	34.8	31.7	A	A
比較例 5	7.9	9.4	29.9	20.9	C	B
比較例 6	7.8	9.4	34.8	31.6	A	A
比較例 7	8.7	9.2	30.5	26.3	A	A
比較例 8	8.7	9.4	30.9	22.3	B	C
比較例 9	8.8	9.3	31.2	27.3	A	A
比較例 10	8.9	9.1	29.2	20.3	C	C
比較例 11	8.8	9.2	30.5	21.6	C	C
比較例 12	8.9	9.0	29.7	20.9	C	C

【0205】

- 画像形成 -

23 ± 0.5、50 ± 5%RHに調整した環境条件下、画像形成装置（IPSIO GXE-5500、株式会社リコー製）を用い、インクの吐出量が均しくなるようにピエゾ素子の駆動電圧を変動させ、記録用メディアとして王子製紙株式会社製OKトップコート+（坪量104.7g/m²）に同じ付着量のインクが付着するように設定した。

【0206】

次に、実施例1～18及び比較例1～12について、以下に示すようにして、諸特性を評価した。結果を表5に示す。

【0207】

< 画像濃度 >

Microsoft社製Word2000にて作成した64point文字「黒四角」の記載のあるチャートを、記録用メディアとしてのMyPaper（株式会社リコー製）に打ち出し、印字面の「黒四角」部を分光濃度計（X-Rite939、エックスライト株式会社製）にて測色し、下記評価基準により判定した。印字モードはプリンタ添付のドライバで普通紙のユーザー設定より「普通紙 - 標準はやり」モードを「色補正なし」と改変したモードを使用した。

なお、「黒四角」とは、四角を黒く塗り潰した文字（符号）であるが、使用できないため止むを得ず「黒四角」と表現したものである。

〔評価基準〕

A : Black : 1.25以上、Yellow : 0.8以上、Magenta : 1.

00以上、Cyan:1.05以上

B:Black:1.20以上1.25未満、Yellow:0.75以上0.8未満、Magenta:0.95以上1.00未満、Cyan:1.0以上1.05未満

C:Black:1.15以上1.20未満、Yellow:0.70以上0.75未満、Magenta:0.90以上0.95未満、Cyan:0.95以上1.00未満

D:Black:1.15未満、Yellow:0.70未満、Magenta:0.95未満、Cyan:0.95未満

【0208】

<ピーディング>

記録用メディアを王子製紙株式会社製OKトップコート+(坪量104.7g/m²)に変更し、印字モードをプリンタ添付のドライバで「光沢紙-きれい」モードを「色補正なし」と変更したモードを使用し、画像濃度と同様にベタ画像を印字し、ベタ画像の濃度ムラ(ピーディング)を目視観察し、下記評価基準により判定した。

〔評価基準〕

- A:全くなし
- B:僅かにあり
- C:かなりあり
- D:激しくあり

* 黒色ベタ画像は目視では非常に見難いので、光学顕微鏡で40倍に拡大して観察した。

【0209】

<吐出安定性-1:間欠吐出評価>

Microsoft Word 2000にて作成した一色当りA4サイズ用紙の面積5%をベタ画像にて塗りつぶすチャートを連続200枚、My Paper(株式会社リコー製)に打ち出し、打ち出し後の各ノズルの吐出乱れから、下記基準で評価した。なお、印字モードはプリンタ添付のドライバで普通紙のユーザー設定より「普通紙-標準はやい」モードを「色補正なし」と変更したモードを使用した。

〔評価基準〕

- A:吐出乱れなし
- B:若干吐出乱れあり
- C:吐出乱れあり、又は吐出しない部分あり

【0210】

<吐出安定性-2:ノズルプレート撥インク時間>

温度23±0.5、相対湿度50%±5%に調整された環境下、50mLのピーカーに各インクを50g入れ、画像形成装置(IPSiO GXe-5500、株式会社リコー製)で使用されているヘッドのノズルプレートを取り出してピンセットで挟み、315mm/minの速度でインクに漬け、同じ速度で取り出した場合のノズルプレートの撥インク層からの撥インク時間(インクの引け時間)を計測し、下記基準で評価した。なお、前記撥インク層は、ダイキン工業株式会社製、オプツールDSXである。

〔評価基準〕

- A:撥インク時間が10秒未満
- B:撥インク時間が10秒以上30秒未満
- C:撥インク時間が30秒以上60秒未満
- D:撥インク時間が60秒以上

前記撥インク時間が長いとノズルプレートがインクで濡れ易いため、連続吐出評価でノズル抜けし易い。

【0211】

<初期充填性>

インクが充填されていないインクジェットプリンタ(IPSiO GXe-5500、株式会社リコー製)に、前記インクを充填した直後に、印刷設定メンテナンスでノズルチェ

10

20

30

40

50

ックパターンを印刷出力し、ノズル抜けを確認し、下記評価基準に基づいて評価した。

[評価基準]

A：ノズル抜けなし， B：ノズル抜け10本未満， C：ノズル抜け10本以上

【0212】

<定着性 - I>

記録媒体を王子製紙株式会社製OKトップコート+（坪量104.7g/m²）に変更し、印字モードをプリンタ添付のドライバで「光沢紙 - はやい」モードを「色補正なし」と改変したモードを使用し、画像濃度と同様にベタ画像を印字し、内部温度が100に設定した自然対流型乾燥機で30秒間乾燥し、ベタ画像を摩擦試験機（商品名：クロックメーター、株式会社東洋精機製作所製）にセッティングした白紙OKトップコート+で20往復擦り、擦った白紙側の汚れ濃度を分光濃度計（X-Rite 939、エックスライト株式会社製）にて測色し、下記評価基準により判定した。なお、前記汚れ濃度は、記録媒体の地肌濃度を除いた値とした。

10

[評価基準]

A：0.1未満

B：0.1以上0.3未満

C：0.3以上0.5未満

D：0.5以上

【0213】

<定着性 - II>

記録媒体を王子製紙株式会社製OKトップコート+（坪量104.7g/m²）に変更し、印字モードをプリンタ添付のドライバで「光沢紙 - はやい」モードを「色補正なし」と改変したモードを使用し、画像濃度と同様にベタ画像を印字し、内部温度が100に設定した自然対流型乾燥機で10秒間乾燥し、ベタ画像と白紙OKトップコート+を重ね合わせ、0.5kg/cm²の荷重を掛けて25で50%RH環境に2時間放置した。放置後、重ね合わせたベタ画像と白紙を剥がして、白紙側に転写した面積を目視で観察し、下記基準で判定した。

20

[評価基準]

A：転写なし

B：微小点の画像が転写

C：僅かに画像が転写

D：画像が転写

30

【0214】

40

50

【表 5】

	画像濃度	ビーディング	吐出安定性-1	吐出安定性-2	初期充填性	定着性- I	定着性- II
			間欠吐出評価	撥インク時間			
実施例 1	B	A	A	B	B	B	B
実施例 2	B	A	A	A	A	B	B
実施例 3	B	A	A	A	A	B	B
実施例 4	B	B	A	A	A	B	A
実施例 5	A	A	A	A	A	A	A
実施例 6	A	A	A	B	B	A	B
実施例 7	A	A	A	A	A	A	B
実施例 8	A	A	A	A	B	A	A
実施例 9	A	A	A	A	A	A	A
実施例10	A	A	A	A	A	A	A
実施例11	A	A	A	A	A	A	A
実施例12	A	A	A	A	A	A	A
実施例13	A	A	A	A	A	A	A
実施例14	A	A	A	A	A	B	B
実施例15	A	A	A	A	A	B	B
実施例16	A	A	A	A	A	A	A
実施例17	A	A	A	A	A	A	A
実施例18	A	A	A	A	A	A	A
比較例 1	B	C	A	A	A	D	D
比較例 2	C	C	A	A	A	D	D
比較例 3	A	A	C	D	D	A	A
比較例 4	C	D	B	A	A	A	A
比較例 5	A	B	C	D	D	A	A
比較例 6	C	D	B	A	A	A	A
比較例 7	A	C	A	A	A	B	C
比較例 8	A	A	B	C	B	B	C
比較例 9	B	C	A	A	A	B	C
比較例10	A	A	C	D	D	B	C
比較例11	A	A	C	D	D	B	C
比較例12	A	A	C	D	D	B	C

10

20

【先行技術文献】

30

【特許文献】

【0215】

【文献】特開2012-207202号公報

特開2014-94998号公報

特開2005-97597号公報

【符号の説明】

【0216】

101 装置本体

102 給紙トレイ

103 排紙トレイ

40

104 インクカートリッジ装填部

105 操作部

111 上カバー

112 前カバー

115 インクカートリッジ装填部カバー

131 ガイドロッド

132 ステー

133 キャリッジ

134 記録ヘッド

135 サブタンク

50

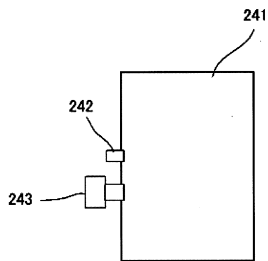
- 1 4 1 用紙積載部 (圧板)
- 1 4 2 用紙
- 1 4 3 半月コロ (給紙コロ)
- 1 4 4 分離パッド
- 1 4 5 ガイド
- 1 5 1 搬送ベルト
- 1 5 2 カウンタローラ
- 1 5 3 搬送ガイド
- 1 5 4 押さえ部材
- 1 5 5 先端加圧コロ
- 1 5 6 帯電ローラ
- 1 5 7 搬送ローラ
- 1 5 8 テンションローラ
- 1 6 1 ガイド部材
- 1 7 1 分離爪
- 1 7 2 排紙ローラ
- 1 7 3 排紙コロ
- 1 8 1 両面給紙ユニット
- 1 8 2 手差し給紙部
- 2 0 0 インクカートリッジ
- 2 4 1 インク袋
- 2 4 2 インク注入口
- 2 4 3 インク排出口
- 2 4 4 カートリッジケース

10

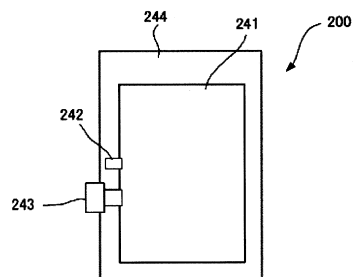
20

【 図面 】

【 図 1 】



【 図 2 】

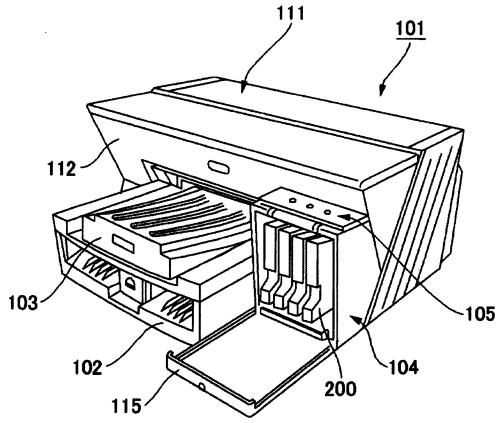


30

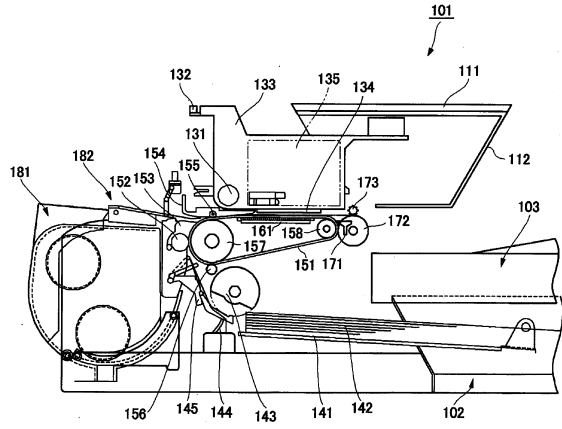
40

50

【図3】

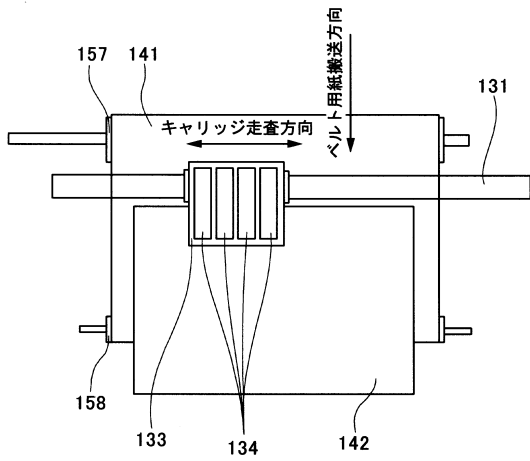


【図4】



10

【図5】



20

30

40

50

フロントページの続き

- (72)発明者 梅村 和彦
東京都大田区中馬込 1丁目3番6号 株式会社リコー内
- (72)発明者 加藤 啓太
東京都大田区中馬込 1丁目3番6号 株式会社リコー内
- (72)発明者 松山 彰彦
東京都大田区中馬込 1丁目3番6号 株式会社リコー内
- (72)発明者 野々垣 正康
東京都大田区中馬込 1丁目3番6号 株式会社リコー内
- (72)発明者 渋谷 毅
東京都大田区中馬込 1丁目3番6号 株式会社リコー内

審査官 仁科 努

- (56)参考文献 特開2016-125057(JP,A)
特開2013-248763(JP,A)
特開2016-138253(JP,A)
特開2003-246954(JP,A)
特開2008-231211(JP,A)
特開2005-161834(JP,A)
特開2004-107647(JP,A)
特開2013-087139(JP,A)
特開2008-260926(JP,A)
特開2018-083930(JP,A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C09D 11/38
C09D 11/40
B41J 2/01
B41M 5/00