

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5247023号
(P5247023)

(45) 発行日 平成25年7月24日(2013.7.24)

(24) 登録日 平成25年4月19日(2013.4.19)

(51) Int. Cl. F I
C09D 11/00 (2006.01) C O 9 D 11/00
B41M 5/00 (2006.01) B 4 1 M 5/00 E
B41J 2/01 (2006.01) B 4 1 J 3/04 I O 1 Y

請求項の数 8 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2006-331152 (P2006-331152)	(73) 特許権者	000001007 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(22) 出願日	平成18年12月7日(2006.12.7)	(74) 代理人	100098707 弁理士 近藤 利英子
(65) 公開番号	特開2008-143987 (P2008-143987A)	(74) 代理人	100135987 弁理士 菅野 重慶
(43) 公開日	平成20年6月26日(2008.6.26)	(72) 発明者	西脇 裕子 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
審査請求日	平成21年11月18日(2009.11.18)	(72) 発明者	西口 憲治 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
		審査官	仁科 努

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット用顔料インク

(57) 【特許請求の範囲】

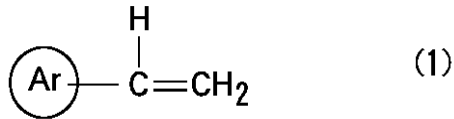
【請求項1】

顔料、水、主鎖及び側鎖から構成されるグラフトコポリマー並びに水溶性有機溶剤を含むインクジェット用顔料インクにおいて、

前記グラフトコポリマーの主鎖が、下記式(1)で表されるモノマーと、アニオン性官能基を有するモノマーとを共重合することによって得られるものであり、かつ、前記主鎖を構成するモノマーのうち、50質量%以上が、下記式(1)で表されるモノマー、芳香族官能基を有するビニル系モノマー、(メタ)アクリル酸エステル、アクリルアミド系モノマー、N-ビニルアセトアミド、N-ビニルホルムアミド、及び酢酸ビニルから選択されるモノマーであり、

前記グラフトコポリマーの側鎖が、アニオン性官能基を有するモノマーを重合することによって得られるものであり、かつ、前記側鎖を構成するモノマーのうち、50質量%以上が、前記アニオン性官能基を有するモノマー、(メタ)アクリル酸ヒドロキシアルキルエステル、多価アルコールのモノ(メタ)アクリル酸エステル、エチレンオキサイドの(メタ)アクリル酸エステル、及びプロピレンオキサイドの(メタ)アクリル酸エステルから選択されるモノマーであり、

前記グラフトコポリマーの側鎖となる重合体の重量平均分子量が300乃至2,000であることを特徴とするインクジェット用顔料インク。



(式中、Arは、式中のビニル基に直接結合した、ベンゼン環、縮合ベンゼン環及び複素芳香環から選ばれる芳香環、又は前記芳香環に炭素が4つ以下のアルキル基が1つ以上置換したものを表す。)

【請求項2】

前記グラフトコポリマーが、顔料の分散剤として含有されている請求項1に記載のインクジェット用顔料インク。 10

【請求項3】

前記グラフトコポリマーの側鎖を構成する前記アニオン性官能基を有するモノマーが、アクリル酸モノマーである請求項1又は2に記載のインクジェット用顔料インク。

【請求項4】

前記グラフトコポリマーの主鎖を構成する前記アニオン性官能基を有するモノマーが、アクリル酸モノマーである請求項1乃至3のいずれか1項に記載のインクジェット用顔料インク。

【請求項5】

前記グラフトコポリマーの主鎖を構成する前記式(1)で表されるモノマーと、前記アニオン性官能基を有するモノマーとの組成比が、質量比で4対1乃至16対1である請求項1乃至4のいずれか1項に記載のインクジェット用顔料インク。 20

【請求項6】

前記グラフトコポリマーの酸価が、60mg KOH/g以上200mg KOH/g以下である請求項1乃至5のいずれか1項に記載のインクジェット用顔料インク。

【請求項7】

前記式(1)で表されるモノマーが、スチレン、ビニルナフタレン、ビニルアントラセン、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン、N-ビニルカルバゾール、及び1-ビニルイミダゾールから選択される請求項1乃至6のいずれか1項に記載のインクジェット用顔料インク。 30

【請求項8】

前記芳香族官能基を有するビニル系モノマーが、ベンジル(メタ)アクリレート、4-ビニル安息香酸、ビニル安息香酸エステル、及びN-ビニルカルバゾールから選択され、前記(メタ)アクリル酸エステルが、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸ブチル、及び(メタ)アクリル酸シクロヘキシルから選択され、

前記アクリルアミド系モノマーが、(メタ)アクリルアミド、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、及びN,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミドから選択される請求項1乃至7のいずれか1項に記載のインクジェット用顔料インク。

【発明の詳細な説明】 40

【技術分野】

【0001】

本発明は、分散安定性と保存安定性に優れ、吐出エネルギーとして熱エネルギーをインクに加えて吐出させるインクジェット記録方法に用いても、高い吐出安定性を有するインクジェット用顔料インクに関する。さらに、インクジェット用記録媒体として光沢紙に印字した場合に、十分な耐擦過性を有する画像を得ることが可能な顔料インクに関する。

【背景技術】

【0002】

インクジェット記録方法に用いられてきたインクジェット記録用のインクとしては、水を主成分とし、着色剤は、この水に溶解する染料で構成された染料インクが挙げられる。 50

染料インクは、長期保存性に優れ、吐出時にノズル目詰まりが起こりにくく、また、彩度及び透明性に優れる印字物が得られるという利点がある。その一方で、形成した印字物の耐候性や耐水性に欠けるという問題点がある。

【 0 0 0 3 】

そこで近年、特に画像の耐候性の向上を目的として、着色剤に顔料を用いた顔料インクが注目されている。顔料は、水に溶解しないために、インクとして用いるには、顔料をインク溶媒中に分散させる必要がある。しかしながら、インク中における顔料の分散状態を凝集や沈降を起こさせずに、長期に渡って最適に保つことが困難な場合があった。また、前述の吐出エネルギーの供給手段に電気熱変換体を用いる方式の場合は、熱エネルギーをインクに与えて気泡を発生させることにより液滴を吐出させるため、発泡時の熱エネルギーによりインク物性に急激な変化が起こることが予想される。このため、特に分散安定性の低い顔料インクを吐出させた場合には、ノズル内に堆積物が発生するなどして、安定した吐出特性が得られないことがあった。

10

【 0 0 0 4 】

これらの課題に対し、主鎖又は側鎖ユニットの一方が親水性セグメントで、他方が疎水性セグメントであるグラフトコポリマーを分散剤として用いることについての提案がなされている（特許文献1参照）。このような構造では、グラフトコポリマーを構成する疎水性セグメントが、疎水性の顔料粒子に疎水性相互作用で物理吸着する機能を果たす一方、親水性セグメントが、インク溶媒である水中へ広がって顔料粒子に反発力を付与する機能を果たす。そして、このような疎水性セグメントと親水性セグメントが明確に分離されたグラフトコポリマーを用いた顔料インクでは、それぞれの機能が有効に発現されることで、顔料の分散安定性や、顔料インクの長期保存安定性、吐出安定性が改善される。

20

【 0 0 0 5 】

一方、インクジェット用の記録媒体に関しては、染料インクを用いて高画質な記録を可能とするために、表面に多数の空隙を有するインク受容層を設けてインク吸収性を高めた記録媒体が用いられている。染料インクは、染料分子がインク中に溶解しているために、インクが速やかにインク受容層に吸収され、高画質な記録物が得られている。しかしながら、上記のような記録媒体に、顔料インクを印字した場合には、インク中に分散している顔料粒子の多くがインク受容層の空隙よりも大きいため、顔料粒子が記録媒体表面に定着することになる。その結果、顔料粒子同士の凝集や記録媒体と記録物の密着が十分でない場合には、画像の耐擦過性が劣り、表面を軽く擦っただけで記録物が削れてしまうといった問題があった。

30

【 0 0 0 6 】

上記課題に対して、これまで、インクに水溶性樹脂やエマルジョン、ラテックスを添加することで改善がなされている（特許文献2及び3参照）。しかしながら、インクに一般的な水溶性樹脂を添加した場合は、インクの粘度上昇による吐出不安定や、目詰まりが発生し、インクジェット特性に劣るものになるという問題があった。また、エマルジョンやラテックスを添加した場合は、エマルジョンによる泡立ちや、インクの粘度上昇による吐出不良、さらには、エマルジョンがノズル内やフェイス表面に固着することによる吐出不良や印字不良が発生しやすかった。

40

【 0 0 0 7 】

また、記録媒体自体を改良し、表面の粗さなどを規定することについての提案もある（特許文献4参照）。しかしながら、この場合には、特定の記録媒体が必要となり、従来の汎用されているインクジェット記録用記録媒体によって良好な記録物を得ることができなかった。

【 0 0 0 8 】

【特許文献1】特開平10-87768号公報

【特許文献2】特開平5-263029号公報

【特許文献3】特開2001-106951公報

【特許文献4】特開2004-114535公報

50

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

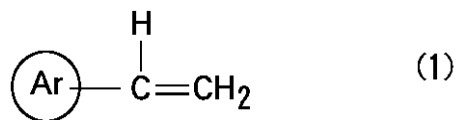
【0009】

したがって、本発明の目的は、極めて優れた分散安定性を有し、吐出エネルギーとして熱エネルギーをインクに加えて吐出させる方式のインクジェット記録方法に用いた場合にも、高い吐出安定性が実現されるインクジェット用顔料インクを提供することにある。また、本発明の目的は、上記に加えて、インクジェット用記録媒体として汎用されている光沢紙を用いた場合でも、十分な耐擦過性を実現した画像形成ができるインクジェット用顔料インクを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

上記目的は、以下の本発明によって達成される。すなわち、本発明のインクジェット用顔料インクは、顔料、水、主鎖及び側鎖から構成されるグラフトコポリマー並びに水溶性有機溶剤を含むインクジェット用顔料インクにおいて、前記グラフトコポリマーの主鎖が、下記式(1)で表されるモノマーと、アニオン性官能基を有するモノマーとを共重合することによって得られるものであり、かつ、前記主鎖を構成するモノマーのうち、50質量%以上が、下記式(1)で表されるモノマー、芳香族官能基を有するビニル系モノマー、(メタ)アクリル酸エステル、アクリルアミド系モノマー、N-ビニルアセトアミド、N-ビニルホルムアミド、及び酢酸ビニルから選択されるモノマーであり、前記グラフトコポリマーの側鎖が、アニオン性官能基を有するモノマーを重合することによって得られるものであり、かつ、前記側鎖を構成するモノマーのうち、50質量%以上が、前記アニオン性官能基を有するモノマー、(メタ)アクリル酸ヒドロキシアルキルエステル、多価アルコールのモノ(メタ)アクリル酸エステル、エチレンオキサイドの(メタ)アクリル酸エステル、及びプロピレンオキサイドの(メタ)アクリル酸エステルから選択されるモノマーであり、前記グラフトコポリマーの側鎖となる重合体の重量平均分子量が300乃至2,000であることを特徴とする。



(式中、Arは、式中のビニル基に直接結合した、ベンゼン環、縮合ベンゼン環及び複素芳香環から選ばれる芳香環、又は前記芳香環に炭素が4つ以下のアルキル基が1つ以上置換したものを表す。)

【発明の効果】

【0011】

上記構成を有する本発明によれば、極めて優れた分散安定性を有し、吐出エネルギーとして熱エネルギーをインクに加えて吐出させる方式のインクジェット記録方法に用いた場合にも、高い吐出安定性が実現できるインクジェット用顔料インクが提供される。さらに、これに加えて、インクジェット用記録媒体として汎用されている光沢紙に用いた場合にも、十分な耐擦過性を有する画像形成が達成できるインクジェット用顔料インクが提供される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下、好ましい実施の形態を挙げて、本発明をさらに詳細に説明する。本発明のインクジェット用顔料インクは、少なくとも、着色剤である顔料と、特定の構成を有するグラフトコポリマーと、水と、水溶性有機溶剤とを含有してなる。そして、該グラフトコポリマーは、疎水性セグメントと親水性セグメントとを有し、これらのセグメントが下記の構成を有するものであることを特徴とする。先ず、上記グラフトコポリマーを構成する疎水性セグメントは、下記式(1)で表される芳香環又はその誘導体を有するモノマーと、アニ

10

20

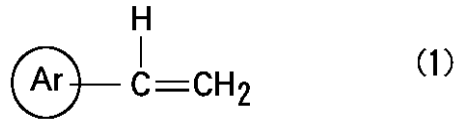
30

40

50

オン性官能基を有するモノマーとを共重合することによって得られる。一方、親水性セグメントは、アニオン性官能基を有するモノマーを重合することによって得られる。このため、極めて優れた分散安定性を得ることができる。その結果、吐出エネルギーとして熱エネルギーをインクに加えて吐出させる方式のサーマルインクジェット記録装置に使用した場合においても、安定したインクの吐出特性と、光沢紙上における十分な画像の耐擦過性の実現が達成される。なお、以下、下記式(1)で表される芳香環又はその誘導体を有するモノマーを、式(1)で表される芳香環などを有するモノマーなどと呼ぶ。

【0013】



10

(式中、Arは、ベンゼン環、縮合ベンゼン環及び複素芳香環から選ばれる芳香環及びその誘導体を表す。)

【0014】

本発明におけるグラフトコポリマーが有する疎水性セグメントとは、疎水性セグメントを構成するために共重合されているモノマーのうち、少なくとも50質量%以上が疎水性官能基を有するモノマーであるものをいう。また、親水性セグメントとは、少なくとも50質量%以上が親水性官能基を有するモノマーで構成されているものことである。

20

【0015】

上記のような構成のグラフトコポリマーの疎水性セグメントは、疎水性である顔料粒子表面に疎水性相互作用により吸着する機能を果たす。一方の親水性セグメントは、インクの溶媒である水中へと広がり、親水性セグメント同士の間で立体障害斥力により、顔料粒子に反発力を付与する機能を果たす。疎水性セグメントと親水性セグメントとが明確に分離しているグラフトコポリマーは、水性インクジェット用顔料インク中で、それらの機能が効率的に発現され、顔料の分散剤としての機能を良好に発揮し得る。このため、このような構成のグラフトコポリマーは、顔料インク中に含有させるのに、最も好ましいポリマー形態と言える。

【0016】

上記の構成を有するグラフトコポリマーを含む水性インクジェット用顔料インクを汎用されている光沢紙上に付与すると、インク中に含有されている水や水溶性有機溶剤などの液体が、光沢紙上層のインク受容層の空隙に速やかに吸収される。すると、インク中に分散している顔料粒子は、急激に分散媒を失うために、グラフトコポリマーの親水性セグメントがインク溶媒に広がることができなくなり、顔料粒子に反発力を付与できなくなる。それによって、顔料粒子は光沢紙上で密集した状態となる。この時、グラフトコポリマーの疎水性セグメントを構成するモノマーとして、前記式(1)で示される芳香環などを有するモノマーを用いた場合には、顔料粒子が密集すると同時に、芳香環同士に強い疎水性相互作用が生じる。このため、上記のような構成のグラフトコポリマーを含んでなる本発明のインクを用いた場合には、光沢紙上で、顔料が安定した凝集状態となると考えられる。そして、これにより光沢紙上で顔料粒子が強固に凝集し、この結果、画像の耐擦過性が増すと推測される。

30

40

【0017】

本発明で使用する芳香環などを有するモノマーは、前記式(1)に示したように、ビニル基に芳香環が直接結合した形態を持つモノマーである。ビニル基に直接結合する芳香環としては、炭素だけで構成されたベンゼン環や縮合ベンゼン環だけでなく、複素環でもよい。このような芳香環を有するモノマーとしては、スチレンやビニルナフタレン、ビニルアントラセン、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン、N-ビニルカルバゾール、1-ビニルイミダゾールなどが挙げられる。また、本発明でいう芳香環などを有するモノマーの誘導体とは、上記した芳香環にメチル基やエチル基などの炭素が4つ以下のアルキル

50

基が1つ以上置換したものを指す。本発明においては、これらのモノマーも好適に用いることができる。

【0018】

また、疎水性セグメントに顔料表面との吸着を阻害しない程度にアニオン性官能基を有するモノマーを共重合させた場合、顔料粒子間の付着力を増大させることが可能となる。このため、このような構成を有するグラフトコポリマーを含有させてなる顔料インクは、形成画像の耐擦過性の向上に有利な効果が得られたものと考えられる。

【0019】

一方、本発明で使用するグラフトコポリマーを構成する親水性セグメントは、アニオン性官能基を有するモノマーが少なくとも重合されてなる。グラフトコポリマーの親水性セグメントは、前述したように、顔料粒子間に立体障害斥力による反発力を付与する。該親水性セグメントを構成するモノマーがアニオン性官能基を有するモノマーである場合には、アニオン性官能基により顔料表面が負に帯電する。このため、顔料粒子間にさらに静電斥力が生じる。つまり、グラフトコポリマーの親水性セグメントを構成するモノマーがアニオン性官能基を有するモノマーであると、顔料粒子間に立体障害斥力による反発力と、静電斥力による反発力が同時に生じる。この結果、上記のような構成を有する親水性セグメントをもつグラフトコポリマーをインク中に含有させることで、顔料インクにおいて高い分散安定性を得ることができる。

【0020】

本発明で使用するグラフトコポリマーを構成する疎水性セグメント或いは親水性セグメントで使用するアニオン性官能基を有するモノマーには、下記に挙げるモノマーの中から1つ以上のモノマーを選択して、それぞれ独立に用いることができる。アニオン性官能基を有するモノマーとしては、具体的には、カルボキシル基を含有するモノマー材料や、スルホン酸基やホスホン酸基を有するモノマー材料が挙げられる。カルボキシル基を含有するモノマー材料としては、アクリル酸、メタクリル酸、(無水)マレイン酸、イタコン酸、フマル酸などが挙げられる。スルホン酸基やホスホン酸基を有するモノマー材料としては、ビニルスルホン酸、p-ビニルベンゼンスルホン酸、ビニルホスホン酸などが挙げられる。

【0021】

アニオン性官能基を有するモノマーで最も好適な材料は、疎水性セグメント及び親水性セグメントのいずれを構成する場合も、アクリル酸である。すなわち、これらのセグメントを形成するモノマーとしてアクリル酸を用いたグラフトコポリマーを含有させてなる顔料インクの場合、グラフトコポリマーの水溶性が高くなるので、安定した顔料の分散体を作製できるからである。

【0022】

グラフトコポリマーの構造としては、主鎖又は側鎖が疎水性セグメントを有し、他方が親水性セグメントを有するものが挙げられる。中でも、主鎖が疎水性セグメントを主体としてなり、側鎖が、親水性セグメントを主体としてなる構造のグラフトコポリマーを顔料インクに含有させた形態が、特に好ましい。これは、このような構成のグラフトコポリマーを顔料インクに含有させると、下記のようになると考えられるからである。すなわち、疎水性セグメントが密に顔料表面に吸着して、顔料へのポリマーの吸着を高めることができ、一方、親水性セグメントがインクの溶媒に大きく広がり、顔料粒子間に強い反発力を付与することができる。

【0023】

前記疎水性セグメントを構成する前記式(1)で表される芳香環などを有するモノマーと、アニオン性官能基を有するモノマーとの組成比は、質量基準で、4:1乃至16:1であることが好ましい。グラフトコポリマーを構成する疎水性セグメントは、疎水性の顔料粒子に、疎水性相互作用により吸着することが主たる機能である。このため、疎水性セグメントを構成するアニオン性官能基を有するモノマーの共重合比が上記よりも多い場合には、疎水性セグメントの親水性が高くなり過ぎて、顔料への吸着力が低下すると考えら

10

20

30

40

50

れるため、好ましくない。一方、疎水性セグメントを構成するアニオン性官能基を有するモノマーの共重合比が上記よりも少ない場合には、先に説明した顔料粒子間の付着力の増大が起こらないと考えられるため、好ましくない。

【0024】

グラフトコポリマーを構成する疎水性セグメントを形成する疎水性モノマーとしては、上記のモノマーのほか、以下のようなモノマーを使用することができる。すなわち、前記式(1)で表される芳香環などを有するモノマーなどと、或いは、アニオン性官能基を有するモノマーと、共重合可能な疎水性官能基を有する他のモノマーを用いることができる。この場合に使用する共重合可能な他のモノマーの具体的なものとしては、下記のもの
10
が挙げられる。ベンジル(メタ)アクリレート、4-ビニル安息香酸、ビニル安息香酸エステル、N-ビニルカルバゾールなど、芳香族官能基を有するビニル系モノマー。(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸ブチル、(メタ)アクリル酸シクロヘキシルなどの(メタ)アクリル酸エステル。(メタ)アクリルアミド、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミドなどのアクリルアミド系モノマー。N-ビニルアセトアミド、N-ビニルホルムアミド、酢酸ビニルなど。ビニル系モノマーや、それらのエチレンオキサイドやプロピレンオキサイド変性化合物などが挙げられる。また、疎水性セグメントを形成するモノマーは、疎水性セグメントの疎水性を妨げない範囲で、後述するアニオン性官能基を有するモノマー以外の親水性モノマーを含有していてもよい。

【0025】

20
グラフトコポリマーを構成する親水性セグメントの形成に用いる親水性モノマーとしては、前記したアニオン性官能基を有するモノマーと共重合可能な、親水性官能基を有する他のモノマーを用いることも可能である。この際に使用できる共重合可能な他のモノマーとしては、例えば、下記のようなものが挙げられる。(メタ)アクリル酸ヒドロキシアルキルエステル、エチレングリコールなどの多価アルコールのモノ(メタ)アクリル酸エステルのような水酸基を有するモノマー。エチレンオキサイドやプロピレンオキサイドの(メタ)アクリル酸エステル。また、本発明で使用するグラフトコポリマーを構成する親水性セグメントの形成に用いるモノマーは、親水性セグメントの親水性を妨げない範囲で、前記した疎水性モノマーを含有していてもよい。

【0026】

30
本発明で使用するグラフトコポリマーは、作製する場合に、その酸価が、60mg KOH/g以上、200mg KOH/g以下となるようにすることが好ましい。グラフトコポリマーの酸価が60mg KOH/g未満の場合は、本発明のインクを構成する水と水溶性有機溶剤を含む溶媒に対する該グラフトコポリマーの溶解性が低下し、顔料分散体の分散安定性が安定に保たれないため、好ましくない。また、グラフトコポリマーの酸価が200mg KOH/gを超える場合には、インクの粘度が高くなって、インク吐出が悪化したり、顔料分散体の水に対する親和性が高くなりすぎて、形成した印字物の耐水性が低下したりするので、好ましくない。

【0027】

40
本発明で使用するグラフトコポリマーは、その側鎖の重量平均分子量が、300乃至2,000の範囲であることが好ましい。また、グラフトコポリマー全体の重量平均分子量は、1,000乃至30,000の範囲のものが好ましく、さらに好ましいものとしては、3,000乃至15,000の範囲のものである。

【0028】

50
上記に挙げた構成を有する本発明で使用するグラフトコポリマーは、公知のいずれの方法によって作製したものであってもよい。好ましくは、下記に挙げるような方法で作製することができる。例えば、複数の反応性官能基を有するモノマー材料によって主鎖ユニットと側鎖ユニットとを予め別々に作製した後、両者を混合して主鎖ユニットと側鎖ユニットとを反応させて結合させる方法が挙げられる。例えば、側鎖ユニットをマクロモノマーとして予め合成し、主鎖ユニットを構成するモノマー材料と、合成したマクロモノマーを

共に反応させることで、グラフトコポリマーを作製する方法が挙げられる。

【0029】

本発明において、上記特定の構成を有するグラフトコポリマーは、インク中の顔料の分散剤として機能する分散ポリマー（以下、分散ポリマーという）として用いてもよい。また、後述する必要に応じて添加される添加剤の一つである水溶性ポリマーとして添加してもよい。本発明においては特に、分散ポリマーとして用いると、グラフトコポリマーの機能を顔料インクにおいて効果的に発現させることができ、有効である。この場合のグラフトコポリマーは、顔料インク的全質量に対して、0.1質量%以上15質量%以下の範囲で含有させるのが好ましい。グラフトコポリマーは、単一のものに限られず、必要に応じて複数の種類のグラフトコポリマーを組み合わせ用いても、用いる顔料によって異なる種類のものを用いてもよい。

10

【0030】

本発明のインクを作製する場合は、上記に限らず、本発明で規定した前記構成のグラフトコポリマーでないポリマー材料を分散ポリマーとして用いても、勿論よい。この際に使用するポリマー材料としては、ビニル系（共）重合ポリマー、多糖類、ポリペプチド、ポリアミド、ポリエステル、ポリエーテル、ポリオレフィンなど、いずれのポリマーでもよい。特に、分散ポリマーとして、水溶性ポリマーを用いることが好ましい。また、本発明のインク中のこれらのポリマー材料のインク中における含有量は、前記したグラフトコポリマーの含有量を超えない範囲で含有させるのが好ましい。また、これらのポリマー材料には、重量平均分子量が1,000乃至30,000の範囲のものが好ましい。

20

【0031】

本発明のインクを作製する場合には、分散ポリマーを水溶性有機溶剤に良好に溶解させるため、塩基を添加してもよい。この際に用いる塩基類としては、下記のもので好適である。例えば、アンモニア、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、アミンメチルプロパノール、N,N-ジメチルエタノールアミンなどの有機アミンである。或いは、例えば、水酸化カリウム、水酸化ナトリウムなどのアルカリ金属の水酸化物である。

【0032】

また、先に述べたように、本発明のインク中には、分散ポリマー以外に、水溶性ポリマーを添加してもよい。この場合の水溶性ポリマーとしては、本発明で規定するグラフトコポリマーの他、下記のような水溶性ポリマーを用いることができる。例えば、（メタ）アクリルポリマー、ポリアミドポリマー、ポリエステルポリマー、ポリペプチド、セルロース及びその変性体、ポリビニルアルコール、ポリオレフィンなどが挙げられる。これら水溶性ポリマーは、顔料インクに対して前記した分散ポリマーと等量程度か、それ以下の割合で添加するのが好ましい。さらに、水溶性ポリマーの溶解性を向上させるために、分散ポリマーの場合と同様に、前述したような塩基を添加してもよい。

30

【0033】

本発明のインクジェット用顔料インクで使用される顔料としては、無機及び有機のいずれの顔料であってもよい。顔料は、インク的全質量に対して、質量比で、1質量%以上20質量%以下、好ましくは2質量%以上12質量%以下の範囲で用いるとよい。

40

【0034】

次に、本発明のインクに含有させる顔料について説明する。具体的には、黒色の顔料としては、カーボンブラックが挙げられる。カーボンブラックとしては、例えば、ファーンズ法、チャンネル法で製造されたカーボンブラックを使用することができる。特に、DBP吸油量が40乃至200ml/100g、一次粒子径が11乃至40nm、BET法による比表面積が50乃至400m²/g、揮発分が0.5乃至10%などの特性を有するものが好ましく用いられる。このような特性を有する市販品としては、例えば、下記のもので挙げられ、本発明においては、これらのいずれも、好ましく使用することができる。No.2300、No.900、No.950、MCF88、No.33、No.40、No.45、No.52、MA7、MA8、No.2200B（以上、三菱化成

50

製)。RAVEN1255(以上、コロンビア製)。REGAL400R、REGAL330R、REGAL660R、MOGULL(以上キャボット製)。Color Black FW1、Color Black FW285、Color Black FW18、Color Black S170、Color Black S160、HIBLACK 900、HIBLACK 890、Printex 35、Printex U(以上、デグサ製)など。

【0035】

また、イエローの顔料としては、例えば、下記のもの挙げられる。C.I. Pigment Yellow 1、同2、同3、同13、同16、同74、同83、同110、同128など。

10

【0036】

また、マゼンタの顔料としては、例えば、C.I. Pigment Red 5、同7、同12、同48(Ca)、同48(Mn)、同57(Ca)、同112、同122、同166、同206などが挙げられる。

【0037】

また、シアン顔料としては、例えば、下記のもの挙げられる。C.I. Pigment Blue 1、同2、同3、同15:3、同15:4、同15:6、同16、同22、同25、同60、同66、C.I. Vat Blue 4、同6など。

【0038】

また、他の顔料としては、例えば、下記のもの挙げられる。C.I. Pigment Orange 5、同13、同16、同22、同36、C.I. Pigment Brown 25、C.I. Pigment Green 7、同8、同36、C.I. Pigment Violet 19、同29、同37など。勿論、本発明は、これらに限られるものではない。また、以上の他、新たに製造された顔料も、勿論、使用することが可能である。

20

【0039】

本発明のインクジェット用顔料インクは、水と水溶性有機溶剤とを含んでなる。水としては種々のイオンを含有する一般の水ではなく、イオン交換水(脱イオン水)を使用するのが好ましい。水と混合して使用される水溶性有機溶剤としては、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、sec-ブチルアルコール、tert-ブチルアルコールなどの炭素数1乃至4のアルキルアルコール類；

30

ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミドなどのアミド類；

アセトン、ジアセトンアルコールなどのケトン又はケトアルコール類；

テトラヒドロフラン、ジオキサンなどのエーテル類；

ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコールなどのポリアルキレングリコール類；

エチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、トリエチレングリコール、1,2,6-ヘキサントリオール、チオジグリコール、ヘキシレングリコール、ジエチレングリコールなどのアルキレン基が2乃至6個の炭素原子を含むアルキレングリコール類；

40

グリセリン；

エチレングリコールモノメチル(又はエチル)エーテル、ジエチレングリコールメチル(又はエチル)エーテル、トリエチレングリコールモノメチル(又はエチル)エーテルなどの多価アルコールの低級アルキルエーテル類；

N-メチル-2-ピロリドン、2-ピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノンなどが挙げられる。これらの多くの水溶性有機溶剤の中でも、ジエチレングリコールなどの多価アルコール、トリエチレングリコールモノメチル(又はエチル)エーテルなどの多価アルコールの低級アルキルエーテルが好ましい。

【0040】

50

上記したような水溶性有機溶剤の顔料インク中における含有量は、一般的には、顔料インク全質量の3質量%以上50質量%以下の範囲、より好ましくは3質量%以上40質量%以下の範囲で使用する。また、使用される水の含有量としては、顔料インク全質量の10質量%以上90質量%以下、好ましくは30質量%以上80質量%以下の範囲とする。

【0041】

また、本発明のインクジェット用顔料インクは、顔料インク全体が、中性又はアルカリ性に調整されていることが好ましい。このようなものとするれば、顔料微粒子間に静電斥力が働き、分散安定性を高めることができ、長期保存性に一層優れた顔料インクとすることができるので、好ましい。ただし、この場合、インクジェット記録装置に使われている種々の部材の腐食の原因となる場合があるので、好ましくは、7～10のpH範囲とするのが好ましい。

10

【0042】

本発明の顔料インクは、上記の成分の他に、必要に応じて、所望の物性値を持つ顔料インクとするために、界面活性剤、消泡剤、防腐剤などを適宜に添加することができる。特に、浸透促進剤として機能する界面活性剤は、記録媒体に顔料インクの液体成分を速やかに浸透させる役割を担うための適量を添加する必要がある。添加量の例としては、0.05質量%以上10質量%以下、好ましくは0.5質量%以上5質量%以下とすることが好適である。

【0043】

上記したような構成の本発明の顔料インクの作製方法を以下に述べる。始めに、分散ポリマーと、水とが少なくとも混合された水溶性有機溶剤に顔料を添加し、混合攪拌した後、後述の分散手段を用いて分散を行い、必要に応じて遠心分離処理など、粗大粒子を取り除くための分級処理を行って所望の顔料分散液を得る。次に、この顔料分散液に、サイズ剤、及び、上記で挙げたような適宜に選択された添加剤成分を加え、攪拌して本発明で使用する顔料インクとする。

20

【0044】

なお、分散ポリマーが、アルカリ水溶液に完全に溶解しない場合は、分散媒に対する親和性を高めるために塩基を添加してもよい。この際の塩基類としては、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、アミンメチルプロパノール、アンモニアなどの有機アミン、或いは水酸化カリウム、水酸化ナトリウムなどの無機塩基が使用できる。

30

【0045】

また、分散ポリマーを分散媒に溶解させるために、分散媒に、前記分散ポリマーを溶解する水溶性有機溶剤を添加してもよい。この際、用いることのできる水溶性有機溶剤は、前記分散ポリマーを溶解するものであればいずれでもよい。例えば、下記に挙げるものを好適に使用できる。メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノールなどの低級アルコール類；

ジエチレングリコール、ジプロピレングリコールなどのグリコール類；

エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル；

40

プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテルなどのグリコールエーテル類、メチルエチルケトンなどのケトン類；

テトラヒドロフランなどの環状エーテル類などが挙げられる。これら水溶性有機溶剤は、予めイオン交換水などを含む溶媒と混合した後、分散ポリマーを溶解してもよく、また、これら水溶性有機溶剤に予め分散ポリマーを溶解した後、イオン交換水などを含む溶媒と混合してもよい。また、顔料インクの作製方法においては、顔料を含む水溶性有機溶剤を攪拌し、分散処理する前に、プレミキシングを30分間以上行うのが効果的である。すなわち、このようなプレミキシング操作は、顔料表面の濡れ性を改善し、顔料表面への分散

50

剤の吸着を促進することができるため、好ましい。

【 0 0 4 6 】

上記した顔料の分散処理の際に使用される分散機は、一般に使用される分散機なら、如何なるものでもよいが、例えば、ボールミル、ロールミル、サンドミル、及びナノマイザー（商品名）などが挙げられる。その中でも、高速型のサンドミルが好ましく使用される。このようなものとしては、例えば、スーパーミル、サンドグラインダー、ビーズミル、アジテータミル、グレンミル、ダイノミル、パールミル及びコボールミル（いずれも商品名）などが挙げられる。

【 0 0 4 7 】

また、顔料インクを用いるインクジェット記録方法では、インクを吐出するノズルに対する耐目詰り性などの要請から、インクに含有させる顔料として、最適な粒度分布を有するものを用いることが好ましい。この際に用いることができる所望の粒度分布を有する顔料を得る方法としては、下記の方法が挙げられる。すなわち、分散機の粉碎メディアのサイズを小さくすること、粉碎メディアの充填率を大きくすること、処理時間を長くすること、粉碎後フィルタや遠心分離機などで分級すること、及びこれらの手法の組合せなどである。本発明のインクジェット用顔料インクは、一般的なインクジェット記録方法に用いることができるが、特に、吐出エネルギーとして熱エネルギーを用いるインクジェット記録方法に適用した場合に顕著な効果が得られる。

【 実施例 】

【 0 0 4 8 】

以下に、実施例及び比較例を挙げて、本発明を具体的に説明するが、本発明は、これらに限定されるものではない。なお、文中の部の表示は、特に指定のない限り質量基準を意味する。

【 0 0 4 9 】

以下の実施例中では、疎水性セグメントを形成するための前記式（ 1 ）で表される芳香環などを有するモノマーと、アニオン性官能基を有するモノマーの組成比を疎水性部内比率とする。そして、この疎水性部内比率である（芳香環などを有するモノマー）：（アニオン性官能基を有するモノマー）を、（ a ）：（ b ）と略記する。比率は、質量基準で示した。

【 0 0 5 0 】

[実施例 1]

（マクロモノマー M 1 の合成）

まず、マクロモノマーの構成材料として、 - メチルスチレンダイマー 1 0 部、マレイン酸 4 0 部を用い、プロピレングリコールモノメチルエーテル 5 0 0 部中で、N₂気流下 7 5 にてラジカル重合を行った。未反応物を沈澱精製により取り除き、減圧乾燥してマクロモノマー M 1 を得た。このマクロモノマー M 1 の重量平均分子量は 8 0 0 であった。

【 0 0 5 1 】

（グラフトコポリマー G 1 の合成）

アゾビスイソブチロニトリルを開始剤として用い、前記で合成したマクロモノマー M 1 を固形分として 2 0 部、主鎖ユニットの構成材料として、 2 - ビニルピリジン 5 0 部、メタクリル酸 1 0 部、メチルメタクリレート 2 0 部を用いた。そして、これらの材料を、プロピレングリコールモノメチルエーテル 5 0 0 部中で、N₂気流下 7 5 にてラジカル重合を行った。次に、未反応物を沈澱精製により除去し、減圧乾燥してグラフトコポリマー G 1 を得た。得られたグラフトコポリマー G 1 は、その疎水性部内比率が（ a ）：（ b ） = 5 : 1 であり、酸価が 2 2 2 m g K O H / g 、重量平均分子量が 1 6 , 0 0 0 であった。

【 0 0 5 2 】

（顔料分散液 P 1 の調製）

- ・分散剤 1 1 5 部
- ・プロピレングリコールモノメチルエーテル 5 0 部

10

20

30

40

50

- ・イオン交換水 200部
- ・水酸化カリウム 1部

先ず、分散剤1として用いた分散ポリマーを上記組成中に完全に溶解させた後、カーボンブラック(Nipex 180 IQ、デグサ製)を15部加え、30分間プレミキシングを行った後、下記の条件で分散処理した。上記で使用した分散剤1は、スチレン-アクリル酸共重合体(酸価200mg KOH/g、重量平均分子量10,000)である。

【0053】

- ・分散機：サンドグラインダー(五十嵐機械製)
- ・粉碎メディア：ジルコニアビーズ(1mm径)
- ・粉碎メディアの充填率：75%(体積)
- ・粉碎時間：3時間

10

【0054】

次に、固形分と溶剤分を酸析して、それぞれに分離した。そして、分離した固形分に、固形分濃度が15質量%となるように1質量% KOH水溶液を加え、顔料分散液P1を得た。

【0055】

(顔料インクI1の調製)

上記で得た顔料分散液P1と、先に合成したグラフトコポリマーG1とを含む下記の成分を混合し、本実施例の顔料インクI1を得た。

- ・顔料分散液P1 30部
- ・グラフトコポリマーG1 2部
- ・グリセリン 5部
- ・ジエチレングリコール 5部
- ・イソプロピルアルコール 5部
- ・アセチレノールEH(川研ファインケミカル製) 1部
- ・イオン交換水 52部

20

【0056】

[実施例2]

(顔料分散液P2の調製)

実施例1で行った顔料分散液P1の調製において、分散剤1に代え、先に調製したグラフトコポリマーG1を分散ポリマーとして用いた以外は同様の方法で、顔料分散液P2を得た。

30

【0057】

(顔料インクI2の調製)

上記で得た顔料分散液P2を含む下記の成分を混合し、本実施例の顔料インクI2を得た。

- ・顔料分散液P2 30部
- ・グリセリン 5部
- ・ジエチレングリコール 5部
- ・イソプロピルアルコール 5部
- ・アセチレノールEH(川研ファインケミカル製) 1部
- ・イオン交換水 54部

40

【0058】

[実施例3]

(マクロモノマーM2~M6の合成)

実施例1で行ったマクロモノマーM1の合成において、モノマーとしてマレイン酸に代えてアクリル酸を用い、同様の方法でマクロモノマーM2~M6の合成を行った。その際、反応時間を適宜に調節することで、表1に示したように、分子量がそれぞれ異なるマクロモノマーM2~M6を調製した。得られたマクロモノマーM2は、本実施例で使用するグラフトコポリマーG2の合成に用いた。なお、マクロモノマーM3~M5は、それぞ

50

れ実施例 4 ~ 17 で使用するグラフトコポリマー G 3 ~ G 16 の合成に用いた。

【 0 0 5 9 】

表 1 : マクロモノマー M 2 ~ M 6 の分子量

マクロモノマー	M2	M3	M4	M5	M6
重量平均分子量	1,700	250	400	1,200	2,400

【 0 0 6 0 】

(グラフトコポリマー G 2 の合成)

上記で得たマクロモノマー M 2 を固形分として 20 部、N - ビニルカルバゾール 65 部、アクリル酸 5 部、メチルメタクリレート 10 部を用い、実施例 1 で行ったグラフトコポリマー G 1 の合成と同様の方法で、グラフトコポリマー G 2 を得た。このグラフトコポリマー G 2 は、その疎水性部内比率が (a) : (b) = 1 2 : 1 であり、酸価が 237 mg KOH / g、重量平均分子量が 13,000 であった。

10

【 0 0 6 1 】

(顔料分散液 P 3 の調製)

実施例 1 で行った顔料分散液 P 1 の調製において、分散剤 1 に代えて、上記で調製したグラフトコポリマー G 2 を分散ポリマーとして用いた以外は実施例 1 と同様の方法で、顔料分散液 P 3 を得た。

20

【 0 0 6 2 】

(顔料インク I 3 の調製)

実施例 2 の顔料インク I 2 の調製において、顔料分散液 P 2 の代わりに、上記で調製した顔料分散液 P 3 を用いた以外は実施例 2 と同様にして、本実施例の顔料インク I 3 を得た。

【 0 0 6 3 】

[実施例 4 ~ 8]

(グラフトコポリマー G 3 ~ G 7 の合成)

下記のモノマーを用いた以外は実施例 1 で行ったグラフトコポリマー G 1 の合成と同様の方法で、グラフトコポリマー G 3 ~ G 7 を得た。モノマーには、先に調製したマクロモノマー M 2 と、N - ビニルカルバゾール (略記 : NVC)、アクリル酸 (略記 : AA)、ベンジルアクリレート (略記 : BzA) を、表 2 に示した組成で用いた。得られたグラフトコポリマー G 3 ~ G 7 の、疎水性部内比率及び酸価、重量平均分子量は、それぞれ下記表 2 に示す通りである。表 2 に示した通り、グラフトコポリマー G 3 ~ G 7 は、疎水性部内比率、すなわち、疎水性セグメントにおける芳香族官能基を有するモノマーとアニオン性官能基を有するモノマーの組成比率がそれぞれ異なるものである。

30

【 0 0 6 4 】

表2：グラフトコポリマーG3～G7のモノマー組成と特性

	組成比				疎水性部内比率 (a) : (b)	酸価 [mgKOH/g]	重量平均 分子量
	疎水性セグメント部			親水性部			
	NVC	AA	BzA	M2			
G3	65	20	5	10	3 : 1	229	13,000
G4	65	14	5	16	5 : 1	231	13,100
G5	65	8	5	22	9 : 1	230	13,000
G6	65	5	5	25	13 : 1	232	13,000
G7	65	3	5	27	20 : 1	233	13,000

10

【0065】

(顔料分散液P4～P8の調製)

実施例1で行った顔料分散液P1の調製において、分散剤1に代えて、上記で調製したグラフトコポリマーG3～G7を分散ポリマーとして用いた以外は実施例1と同様の方法で、顔料分散液P4～P8をそれぞれ得た。

20

【0066】

(顔料インクI4～I8の調製)

実施例2の顔料インクI2の調製において、顔料分散液P2の代わりに、上記で得た顔料分散液P4～P8をそれぞれ用いた以外は実施例2と同様にして、顔料インクI4～I8を得た。

【0067】

[実施例10～12、参考例1及び2]

(グラフトコポリマーG8～G12の合成)

以下の合成材料を用いた以外は実施例1で行ったグラフトコポリマーG1の合成と同様の方法で、グラフトコポリマーG8～G12を得た。主鎖ユニットの構成材料として、スチレン70部、アクリル酸5部、n-ブチルメタクリレート10部を用い、側鎖ユニットの構成材料として、分子量がそれぞれ異なるマクロモノマーM2～M6を15部ずつ用いた。得られたグラフトコポリマーG8～G12の、疎水性部内比率及び酸価、重量平均分子量は、それぞれ下記表3に示す通りであり、側鎖分子量がそれぞれ異なるグラフトコポリマーG8～G12が得られた。

30

【0068】

表3：グラフトコポリマーG8～G12のモノマー組成と特性

	マクロモノマー	マクロモノマー平均分子量	疎水性部内比率 (a) : (b)	酸価 [mgKOH/g]	重量平均分子量
G8	M3	250	13 : 1	162	9,000
G9	M4	400	13 : 1	160	9,600
G10	M5	1,200	13 : 1	162	10,000
G11	M2	1,700	13 : 1	159	11,000
G12	M6	2,400	13 : 1	160	11,000

10

【0069】

(顔料分散液P9～P13の調製)

実施例1で行った顔料分散液P1の調製において、分散剤1に代えて、上記で調製したグラフトコポリマーG8～G12を分散ポリマーとして用いた以外は実施例1と同様の方法で、顔料分散液P9～P13をそれぞれ得た。

20

【0070】

(顔料インクI9～I13の調製)

実施例2の顔料インクI2の調製において、顔料分散液P2の代わりに、上記で調製した顔料分散液P9～P13をそれぞれ用いた以外は実施例2と同様にして、顔料インクI9～I13を得た。

【0071】

[実施例14～17]

(グラフトコポリマーG13～G16の合成)

以下のモノマーをそれぞれ表4に示した組成で用いた以外は実施例1で行ったグラフトコポリマーG1の合成と同様の方法で、グラフトコポリマーG13～G16を得た。すなわち、モノマーとして、マクロモノマーM5、スチレン(略記: Sty)、アクリル酸(略記: AA)、n-ブチルメタクリレート(略記: BMA)を、表4に示した組成で用いた。得られたグラフトコポリマーG13～G16の、疎水性部内比率及び酸価、重量平均分子量は、それぞれ下記表4に示す通りである。表4に示したように、それぞれ酸価の異なるグラフトコポリマーG13～G16が得られた。

30

【0072】

表4：グラフトコポリマーG13～G16のモノマー組成と特性

	組成比				疎水性部内比率 (a) : (b)	酸価 [mgKOH/g]	重量平均 分子量
	疎水性セグメント部			親水性部			
	Sty	AA	BMA	M5			
G13	44	3	50	3	15 : 1	44	13,200
G14	65	5	25	5	13 : 1	79	13,000
G15	65	5	10	20	13 : 1	196	13,000
G16	60	5	10	25	11 : 1	238	13,100

【0073】

(顔料分散液P14～P17の調製)

実施例1で行った顔料分散液P1の調製において、分散剤1に代えて、上記で得たグラフトコポリマーG13～G16を分散ポリマーとして用いた以外は実施例1と同様の方法で、顔料分散液P14～P17をそれぞれ調製した。

【0074】

(顔料インクI14～I17の調製)

実施例2の顔料インクI2の調製において、顔料分散液P2の代わりに、上記で得た顔料分散液P14～P17を用いた以外は実施例2と同様にして、顔料インクI14～I17を得た。

【0075】

[比較例1]

(ランダムコポリマーR1の合成)

アゾビスイソブチロニトリルを開始剤として用い、スチレン65部、アクリル酸25部、n-ヘキシルアクリレート10部を用い、プロピレングリコールモノメチルエーテル500部中で、N₂気流下75にてラジカル重合を行った。未反応物を沈澱精製により除去し、減圧乾燥してランダムコポリマーR1を得た。このランダムコポリマーR1は、その酸価が168mgKOH/gであり、重量平均分子量は14,000であった。このポリマーは、水に溶解するポリマーとなった。

【0076】

(顔料インクI18の調製)

実施例1で調製した顔料分散液P1を用い、上記で得たランダムコポリマーR1を含む組成の下記成分を混合し、本比較例の顔料インクI18を得た。

- ・顔料分散液P1 30部
- ・ランダムポリマーR1 2部
- ・グリセリン 5部
- ・ジエチレングリコール 5部
- ・イソプロピルアルコール 5部
- ・アセチレノールEH(川研ファインケミカル製) 1部
- ・イオン交換水 52部

【0077】

[比較例2]

(ランダムコポリマーR2の合成)

アゾビスイソブチロニトリルを開始剤として用い、スチレン65部、n-ブチルアクリレート30部、アクリル酸5部を用い、プロピレングリコールモノメチルエーテル500部中で、N₂気流下75にてラジカル重合を行った。未反応物を沈澱精製により除去し

10

20

30

40

50

、減圧乾燥してランダムコポリマー R 2 を得た。このランダムコポリマー R 2 は、その酸価が 31 mg KOH / g であり、重量平均分子量は 25,000 であった。また、水にほとんど溶解せず、エマルジョン状態となるポリマーであった。

【0078】

(顔料分散液 P 19 の調製)

実施例 1 で行った顔料分散液 P 1 の調製において、分散剤 1 に代えて、上記で得たランダムコポリマー R 2 を用いた以外は、実施例 1 と同様の方法で顔料分散液 P 19 を得た。

【0079】

(顔料インク I 19 の調製)

実施例 2 の顔料インク I 2 の調製において、顔料分散液 P 2 の代わりに、上記のようにして調製した顔料分散液 P 19 を用いた以外は、実施例 2 と同様にして、本比較例の顔料インク I 19 を得た。

【0080】

[評価]

以下に、上記のようにそれぞれ調製した実施例及び比較例の顔料インクを用いて下記の試験を行って、各インクの特長について評価した。

【0081】

<保存安定性の評価>

インクの保存安定性についての評価は、作製した各顔料インクをそれぞれを 50 ml ずつ、内容積 100 ml のポリエチレン製の容器に入れ、60℃ で 3 ヶ月保存前後の粒径と粘度を測定した。そして、それぞれの変化率を算出し、下記の基準にて、それぞれ評価し、評価結果を下記表 5 に示した。

【0082】

(評価基準)

○ : 変化率が 5 % 未満

△ : 変化率が 5 % 以上 10 % 未満

× : 変化率が 10 % 以上

【0083】

<吐出安定性の評価>

インクの吐出安定性の評価は、下記のようにして行った。まず、上記各インクをインクジェットカートリッジに詰め、インクジェットプリンタ PIXUS 850 i (キヤノン製) に搭載されているヘッドを用い、高速印字の印字モードである普通紙標準モードで、画像形成を行った。画像形成は、インクジェット記録用の普通紙である LC-301 (キヤノン製) に、1,000 枚連続記録を行った。そして、1 枚目と 1,000 枚目の印字物の光学濃度を、反射濃度計 RD-19I (Gretag Macbeth 製) を用いて測定し、1 枚目の光学濃度を OD_1 、1,000 枚目の光学濃度を OD_2 とした。得られた OD_2 値及び OD_1 値を用い、式 $R_{OD} = OD_2 / OD_1$ にしたがって、これらの値の比 R_{OD} を算出した。そして、得られた R_{OD} 値を用い、下記の基準でインクの吐出安定性を評価した。すなわち、 R_{OD} の値が 1 に近いほど、インクの吐出安定性に優れるといえる。評価結果を下記表 5 に示した。

【0084】

(評価基準)

○ : $R_{OD} > 0.9$

△ : $0.6 < R_{OD} \leq 0.9$

× : $R_{OD} \leq 0.6$

【0085】

<画像の耐擦過性の評価>

形成される画像の耐擦過性の評価は、実施例及び比較例の各顔料インクを用いて下記のようにして画像を形成し、得られた画像を評価サンプルとして下記の方法で評価した。各インクをインクジェットカートリッジに詰め、インクジェットプリンタ PIXUS 950

10

20

30

40

50

i (キヤノン製) に搭載されているヘッドを用いて画像を形成した。その際、市販の光沢紙プロフェッショナルフォトペーパーPR101のL判(キヤノン製) にベタパターンを印字し、これを評価サンプルとした。そして、得られた評価サンプルの印字部にスコッチテープを貼り、上から500gの錘を30秒乗せ、その後スコッチテープを剥がした。この時、スコッチテープを貼る前後での印字部の光学濃度を反射濃度計RD-19I (GretagMacth製) で測定し、得られた値を用いて下記式にしたがって色素残存率を算出した。得られた値を用いて下記の基準にて評価した。評価結果を下記表5に示した。

$$\text{色素残存率 (\%)} = \frac{\text{耐擦過性試験後の光学濃度}}{\text{耐擦過性試験前の光学濃度}} \times 100 \quad 10$$

【0086】

(評価基準)

- : 色素残存率が80%以上
- : 色素残存率が70%以上80%未満
- : 色素残存率が60%以上70%未満
- x: 色素残存率が60%未満

【0087】

20

表5：評価結果

	インク	保存安定性		吐出安定性	画像の耐擦過性
		粒径変化	粘度変化		
実施例 1	I1	○	○	◎	○
実施例 2	I2	○	○	◎	○
実施例 3	I3	◎	◎	◎	○
実施例 4	I4	◎	◎	◎	◎
実施例 5	I5	◎	◎	◎	◎
実施例 6	I6	◎	◎	◎	◎
実施例 7	I7	◎	◎	◎	◎
実施例 8	I8	◎	◎	◎	○
参考例 1	I9	○	○	◎	◎
実施例 10	I10	◎	◎	◎	◎
実施例 11	I11	◎	◎	◎	◎
実施例 12	I12	◎	◎	◎	◎
参考例 2	I13	○	○	◎	◎
実施例 14	I14	○	○	◎	◎
実施例 15	I15	◎	◎	◎	◎
実施例 16	I16	◎	◎	◎	◎
実施例 17	I17	○	○	◎	◎
比較例 1	I18	×	×	×	×
比較例 2	I19	×	×	×	△

10

20

30

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2005-232443(JP,A)
特開2002-336672(JP,A)
特開平10-087768(JP,A)
特開2006-169345(JP,A)
特開2005-133089(JP,A)
特表平10-502097(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C09D 11/00