



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103937328 B

(45)授权公告日 2017.02.08

(21)申请号 201410006925.7

(22)申请日 2014.01.07

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 103937328 A

(43)申请公布日 2014.07.23

(30)优先权数据
13/745495 2013.01.18 US

(73)专利权人 施乐公司
地址 美国康涅狄格州

(72)发明人 N·乔普拉 G·塞克里潘特

(74)专利代理机构 北京超凡志成知识产权代理
事务所(普通合伙) 11371
代理人 李丙林 曹桓

(51)Int.Cl.

C07D 317/72(2006.01)

C07D 317/00(2006.01)

C09D 11/38(2014.01)

(56)对比文件

CN 1847327 A, 2006.10.18,

CN 101851444 A, 2010.10.06,

US 2012/0040287 A1, 2012.02.16,

CN 1089610 A, 1994.07.20,

审查员 公琳洁

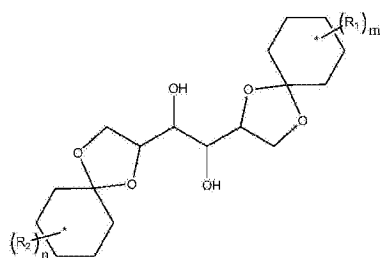
权利要求书3页 说明书12页 附图1页

(54)发明名称

作为载体改性剂和胶凝剂的环己基-甘露醇
双缩酮衍生物

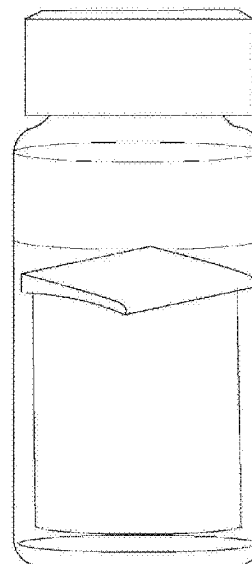
(57)摘要

本文公开了作为载体改性剂和胶凝剂的环
己基-甘露醇双缩酮衍生物,其具有下式:

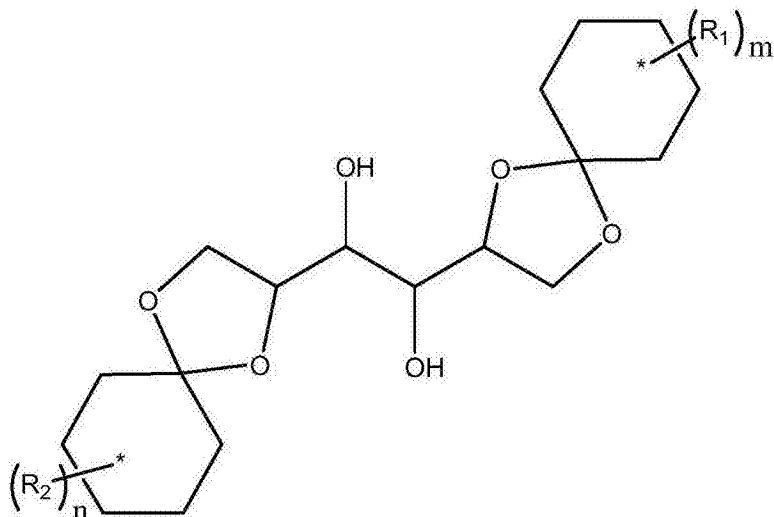


其中每个R₁和R₂

独立地为烷基、芳基、芳烷基、烷芳基或卤素;m为
1至10;且n为1至10。



1. 一种具有下式的胶凝剂：



其中每个R₁和R₂独立地为烷基、芳基、芳烷基、烷芳基或卤素；m为1至10；且n为1至10。

2. 根据权利要求1所述的胶凝剂，其中每个R₁和R₂独立地为烷基或芳基。

3. 根据权利要求1所述的胶凝剂，其中每个R₁和R₂独立地为甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、叔丁基或任选取代的苯基。

4. 根据权利要求1所述的胶凝剂，其中m为1，且n为1。

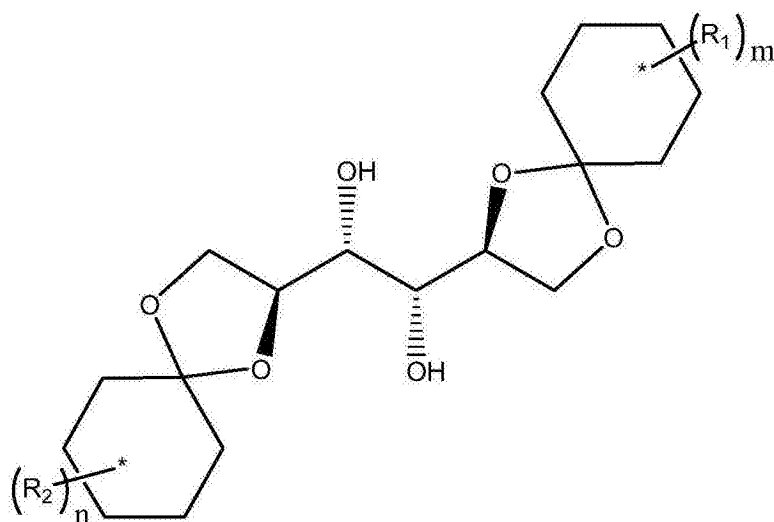
5. 根据权利要求4所述的胶凝剂，其中R₁和R₂不相同。

6. 根据权利要求4所述的胶凝剂，其中R₁和R₂相同。

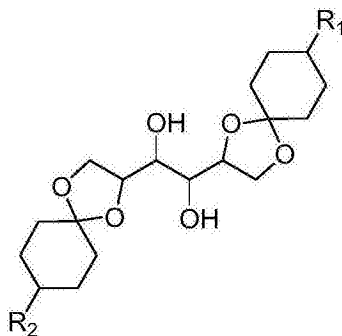
7. 根据权利要求4所述的胶凝剂，其中R₁和R₂均为叔丁基或苯基。

8. 根据权利要求4所述的胶凝剂，其中R₁和R₂在4-位处各自附接至对应的环己烷环的碳。

9. 根据权利要求1所述的胶凝剂，其具有下式：



10. 一种具有下式的胶凝剂：

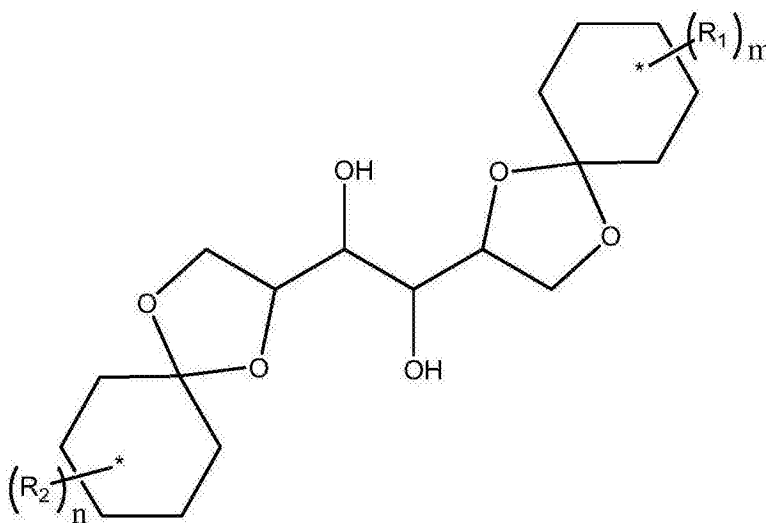


其中 R_1 和 R_2 均为叔丁基或苯基。

11. 一种相变油墨, 其包含:

载体; 和

具有下式的胶凝剂:



其中每个 R_1 和 R_2 独立地为烷基、芳基、芳烷基、烷芳基或卤素; m 为1至5; 且 n 为1至5。

12. 根据权利要求11所述的相变油墨, 其中每个 R_1 和 R_2 独立地为烷基或芳基。

13. 根据权利要求11所述的相变油墨, 其中每个 R_1 和 R_2 独立地为甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、叔丁基或任选取代的苯基。

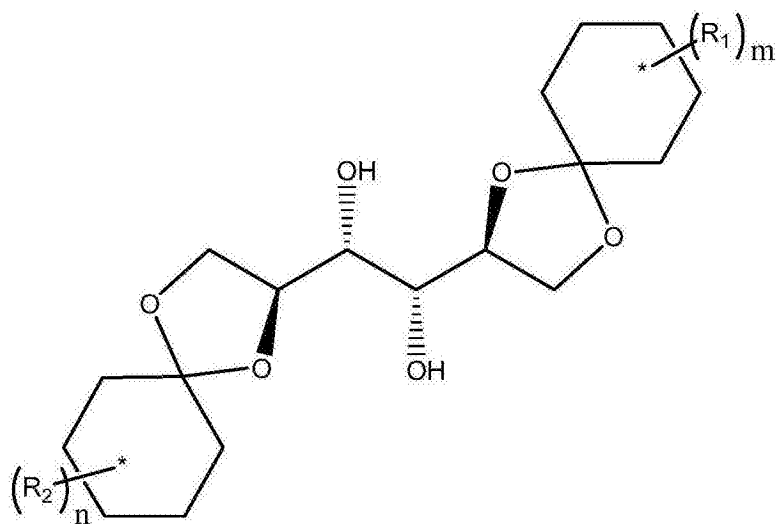
14. 根据权利要求11所述的相变油墨, 其中 m 为1, 且 n 为1。

15. 根据权利要求13所述的相变油墨, 其中 R_1 和 R_2 均为叔丁基。

16. 根据权利要求13所述的相变油墨, 其中 R_1 和 R_2 均为苯基。

17. 根据权利要求13所述的相变油墨, 其中 R_1 和 R_2 在4-位处各自附接至对应的环己烷环的碳。

18. 根据权利要求11所述的相变油墨, 其中所述胶凝剂具有下式:



19. 根据权利要求11所述的相变油墨, 其中所述胶凝剂以所述相变油墨的总重量的0.25重量%至10重量%的量存在。

20. 根据权利要求11所述的相变油墨, 其中所述胶凝剂能够在所述载体的0.5重量%至10重量%的浓度下形成滴点为40℃至70℃的凝胶。

作为载体改性剂和胶凝剂的环己基-甘露醇双缩酮衍生物

背景技术

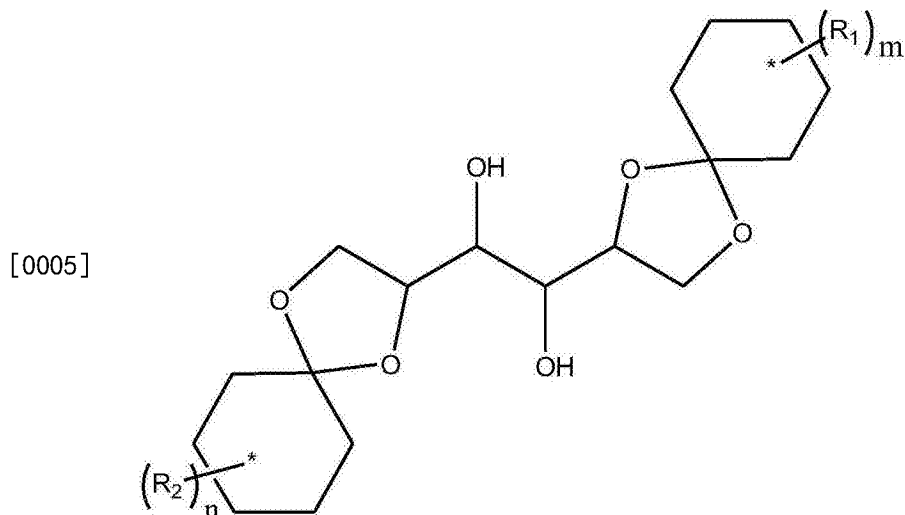
[0001] 胶凝剂已在许多工业应用中具有用途,所述工业应用由油气至油墨,至个人护理产品(如化妆品、霜剂和涂剂)。本文提供了胶凝剂材料,所述胶凝剂材料可用于改进蜡的性质,如增加蜡的熔点和软化温度(即蜡变得透明的温度)。

[0002] 包括蜡和烃类的大多数载体具有50℃至70℃的低熔点。在各种工业应用中,有利的是掺入具有更高熔点的载体。例如,在热熔(相变)油墨的喷墨印刷中,相变油墨含有显著百分比的载体,例如蜡,所述载体在比50℃至70℃的典型范围高得多的熔点(例如在100℃或更高,或在120℃或更高)下熔融。因此,需要改进载体(例如蜡)的性质,特别是在相变油墨中,以获得改进的稳固性,并改性它们的性质(例如熔点、滴点和软化点)。

[0003] 喷墨印刷过程可使用在室温下为固体并在高温下为液体的油墨。这种油墨可称为固体油墨、热熔油墨、相变油墨等。在使用热熔油墨的喷墨印刷过程中,固体油墨由印刷装置中的加热器熔融,并以类似于常规喷墨印刷的方式作为液体使用(喷射)。当与印刷记录介质接触时,熔融油墨快速固化,从而允许着色剂基本上保持在记录介质的表面上,而不是通过毛细管作用被带入记录介质(例如纸)中,由此能够获得比使用液体油墨所获得的更高的印刷密度。因此,喷墨印刷中的相变油墨的优点为:消除在处理过程中可能的油墨溢出、广泛范围的印刷密度和品质、最小的纸起皱或扭曲、降低的印透,以及甚至在不将喷嘴加盖的情况下实现无限的非印刷期间而无喷嘴堵塞的危险。

发明内容

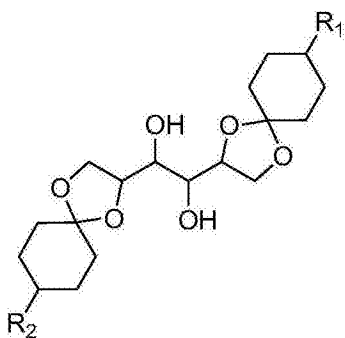
[0004] 根据本文所示的实施例,提供了一种具有下式的胶凝剂:



[0006] 其中每个R₁和R₂独立地为烷基、芳基、芳烷基、烷芳基或卤素;m为1至10;且n为1至10。

[0007] 在另外的实施例中,提供了一种具有下式的胶凝剂组成:

[0008]

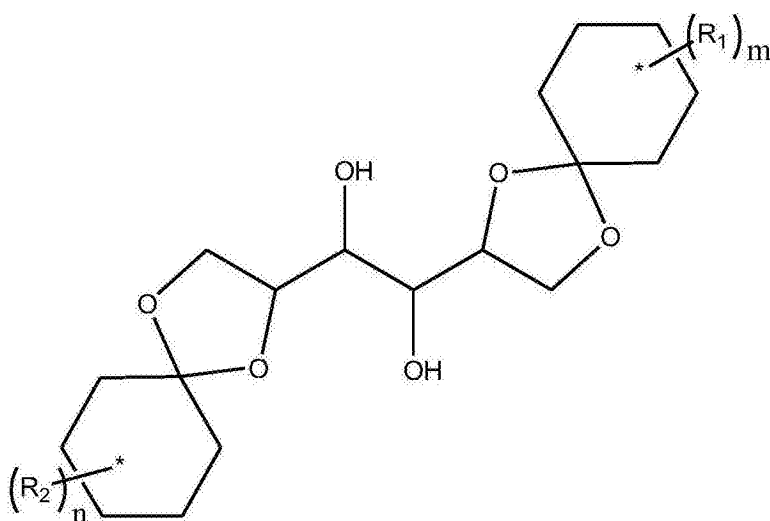
[0009] 其中R₁和R₂均为叔丁基或苯基。

[0010] 在某些实施例中,提供了一种相变油墨,其包含:

[0011] 载体;和

[0012] 具有下式的胶凝剂:

[0013]

[0014] 其中每个R₁和R₂独立地为烷基、芳基、芳烷基、烷芳基或卤素;m为1至5;且n为1至5。

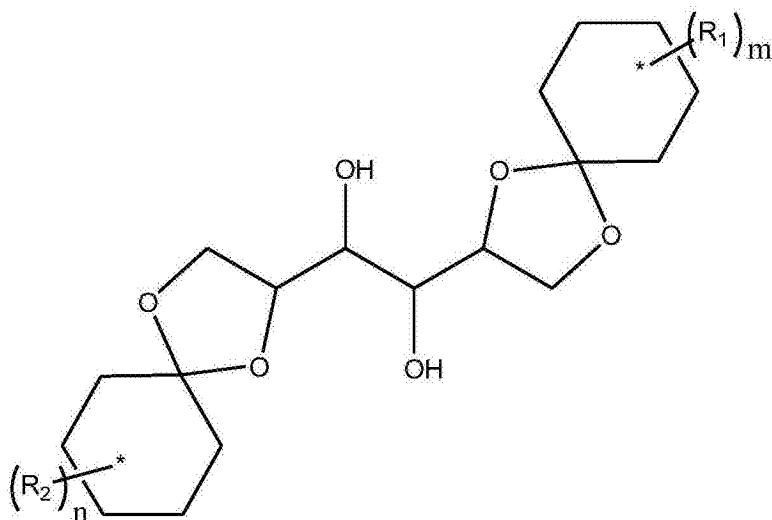
附图说明

[0015] 附图显示了在十二烷中胶凝的根据本发明的实施例的胶凝剂(1wt%)。

具体实施方式

[0016] 本文公开了作为载体改性剂和胶凝剂的环己基-甘露醇双缩酮衍生物。特别地,本公开提供了具有下式的载体改性剂(或胶凝剂):

[0017]



[0018] 其中每个 R_1 和 R_2 彼此独立地可为(但不限于)(1)烷基(包括直链、支链、饱和的、不饱和的、环状、未取代的和取代的烷基);(2)芳基(包括未取代的和取代的芳基);(3)芳烷基(包括未取代的和取代的芳烷基),或(4)烷芳基(包括未取代的和取代的烷芳基),其中在取代的烷基、芳基、芳烷基和烷芳基上的取代基可为(但不限于)羟基、卤素原子、胺基、铵基、吡啶基团、吡啶鎓基团、膦基团、磷鎓基团、氰基、醚基、醛基、酮基、羧酸基团、酯基、酰胺基、羰基、硫代羰基、硫酸酯基、磺酸酯基、硫化物基团、亚砷基团、磷酸酯基团、腈基、巯基、硝基、亚硝基、砷基、酰基、酸酐基、偶氮基、叠氮基团、氰酰基、异氰酰基、硫氰酰基、异硫氰酰基,它们的混合物等;或(4)卤素,如氟、氯、溴或碘; m 为1至10;且 n 为1至10。

[0019] 如本文所用,单独的或组合的术语“烷基”指含有1至20,1至10和/或1至6个碳原子的直链或支链烷基。烷基可任选地为取代的,如本文所定义。烷基的例子包括甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、戊基、异戊基、己基、辛基、壬基等。

[0020] 如本文所用,单独的或组合的术语“芳基”指含有1个、2个或3个环的碳环芳香族体系,其中这种环可以以侧链的方式附接在一起,或者可为稠合的。术语“芳基”涵盖芳族基团,如苄基、苯基、萘基、蒽基、菲基、茚满基、茚基、轮烯基(annuleny1)、萘基、四氢萘基和联苯基。

[0021] 如本文所用,单独的或组合的术语“芳烷基”指通过烷基附接至母分子部分的芳基。

[0022] 所用的单独的或组合的术语“烷芳基”表示附接至如本文定义的芳基的如本文定义的烷基。烷芳基可为未取代的,或通过可利用的碳原子由上文对于烷基定义的一种或多种基团取代。

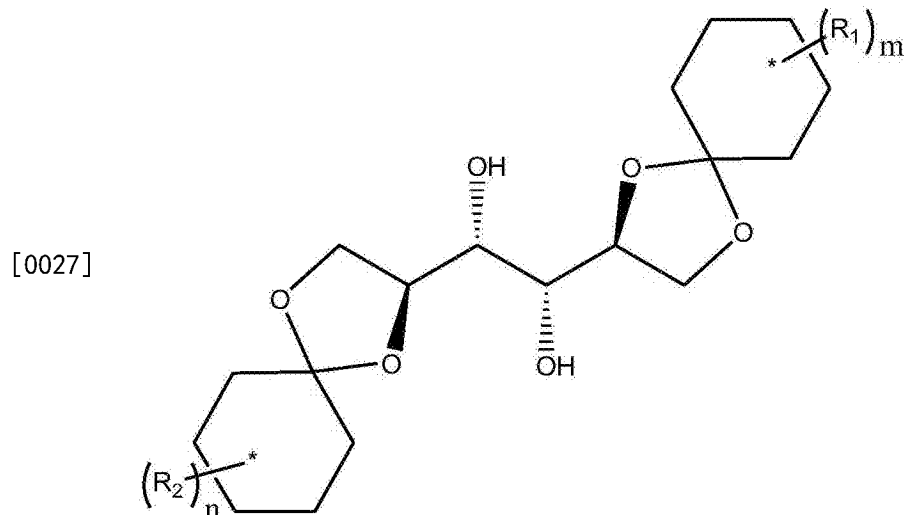
[0023] 在某些实施例中,本公开提供了一种胶凝剂,其中每个 R_1 和 R_2 可独立地为烷基或芳基。在某些实施例中,本公开提供了一种胶凝剂,其中每个 R_1 和 R_2 可独立地为甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、叔丁基或任选取代的苯基。在一个实施例中,每个 R_1 和 R_2 均为叔丁基。在一个实施例中,每个 R_1 和 R_2 均为苯基。

[0024] 在某些实施例中,本公开提供了一种胶凝剂,其中 m 可为1、2或3。在某些实施例中,本公开提供了一种胶凝剂,其中 n 可为1、2或3。在某些实施例中,本公开提供了一种胶凝剂,其中所有 R_1 均相同。在某些实施例中,本公开提供了一种胶凝剂,其中所有 R_2 均相同。在某些

实施例中,本公开提供了一种胶凝剂,其中所有 R_1 和 R_2 均相同。

[0025] 在某些实施例中,本公开提供了一种胶凝剂,其中 m 等于1。在某些实施例中,本公开提供了一种胶凝剂,其中 n 等于1。在另外的这种实施例中, R_1 和 R_2 可在2-、3-、4-、5-或6-位处各自附接至对应的环己烷环的碳。

[0026] 在某些实施例中,本公开提供了一种具有下式的胶凝剂组成:

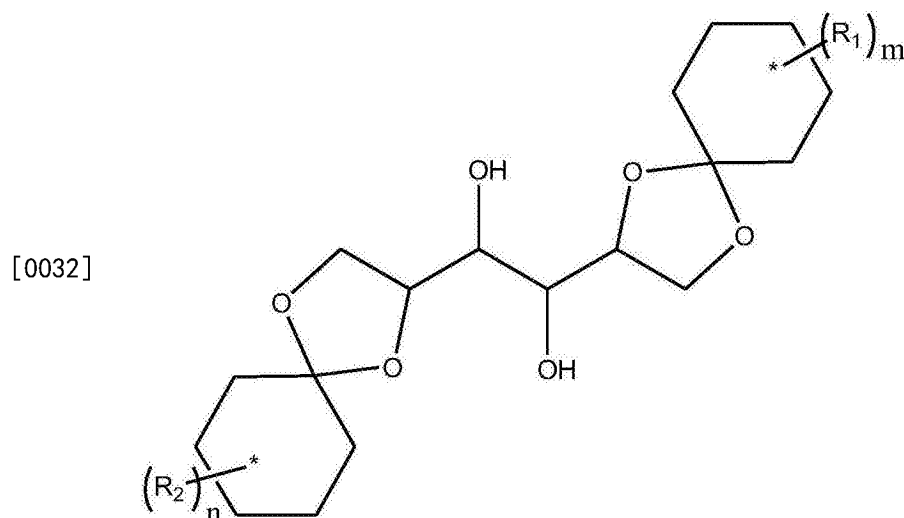


[0028] 其中 R_1 、 R_2 、 m 和 n 与本文所定义相同。

[0029] 在一个具体实施例中,本公开提供了一种具有下式的胶凝剂:



[0031] 本公开也提供了一种相变油墨,其包含载体和具有下式的胶凝剂(或载体改性剂):



[0033] 其中每个 R_1 和 R_2 独立地为烷基、芳基、芳烷基、烷芳基或卤素; m 为1至5;且 n 为1至5。在各个实施例中,每个 R_1 、 R_2 、 m 和 n 在本文定义。

[0034] 在本发明的实施例中,本公开的胶凝剂有助于改进载体(如烃类或蜡)的性质。例如,所述胶凝剂能够使各种载体(例如烃类)胶凝,从而可取决于胶凝剂浓度而制得具有一系列滴点的凝胶或糊剂。通常,可观察到滴点随胶凝剂浓度的单调增加。本公开的胶凝剂能够以载体的约0.5至约10重量%,约0.75至约7.5重量%,约1至约5重量%,或约1至约3重量%的浓度范围在饱和烃类(如己烷、十二烷、十六烷等)中形成凝胶,所述凝胶显示出约40℃至约70℃,约50℃至约65℃,或约55℃至约60℃的滴点。

[0035] 滴点是胶凝剂作为增稠剂的效力的量度。滴点为在特定的测试条件下凝胶/糊剂/油脂从半固体转化至液态的温度。滴点为所用的胶凝剂的类型(例如作为增稠剂)的指示,并且是流体和胶凝剂的内聚力的量度。测试描述于美国材料试验协会(ASTM)标准D-566和D-2265中。通常,通过使用在底部具有孔的小杯、加热器和温度计而进行测量。将凝胶置于杯中,并加热至凝胶开始流动通过底部的孔的点。在胶凝剂领域中常见的是可交换使用术语‘熔点’和‘滴点’。

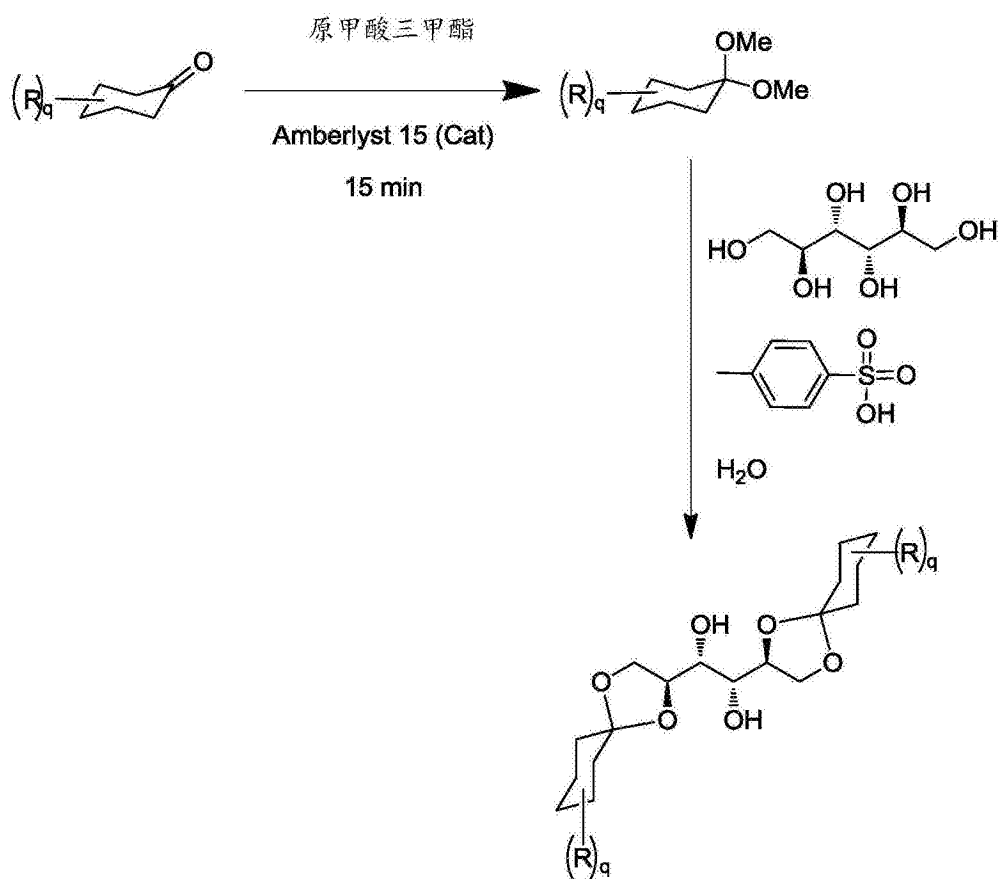
[0036] 胶凝剂可以以相变油墨的总重量的约0.25重量%至约10重量%,或约0.5重量%至约7.5重量%,或约2重量%至约5重量%的量存在于相变油墨中。

[0037] 在某些实施例中,相变油墨可包含一种本公开的胶凝剂。在某些实施例中,相变油墨可包含超过一种本公开的胶凝剂。

[0038] 本公开的胶凝剂也可用于在所需温度范围内增加蜡的熔点和/或软化点。特别地,胶凝剂通过增加蜡的熔点和/或软化点,而充当相变油墨中的蜡改性剂,并改进油墨载体中的蜡的性质。

[0039] 本公开的胶凝剂可根据如下一般反应方案合成:

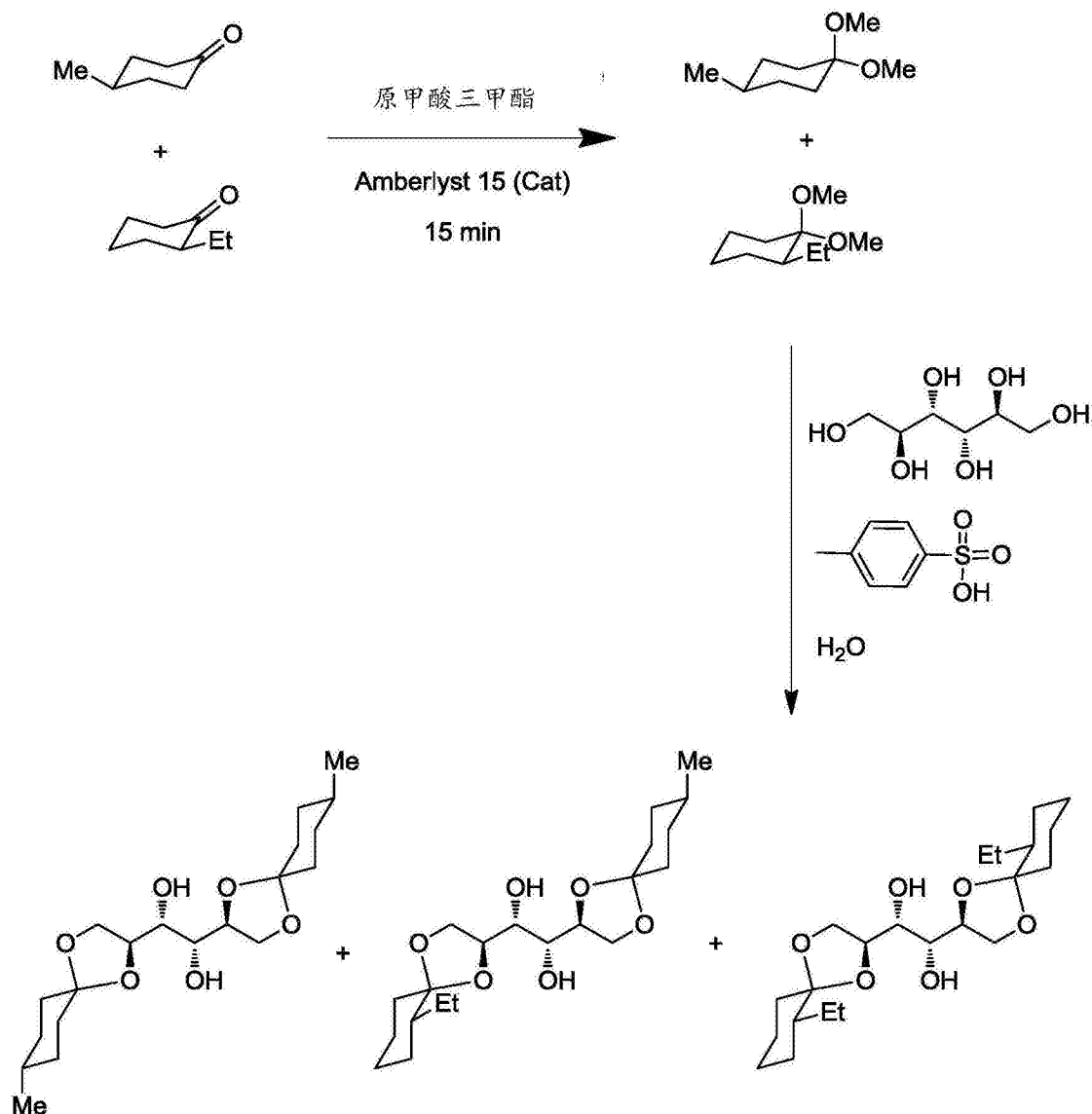
[0040]



[0041] 其中每个R可为烷基、芳基、芳烷基、烷芳基或卤素；q为1至10。

[0042] 如下方案示例了在每个环己基环上的R基团为在环上不同位置的不同的R基团(4-甲基和2-乙基),从而产生三种不同产物的统计学混合物。

[0043]



[0044] 着色剂

[0045] 油墨组合物可任选地含有着色剂。任何所需或有效的着色剂可用于油墨组合物中,包括染料、颜料、它们的混合物等,前提是着色剂可溶解或分散于油墨载体中。在特定实施例中,可包含通常比染料更便宜且更稳固的颜料。许多染料的颜色可通过在固化阶段过程中发生的聚合过程(假设通过自由基进攻它们的分子结构)而改变。组合物可与常规油墨着色剂材料(如色指数(C.I.)溶剂染料、分散染料、经改性的酸性和直接染料、碱性染料、硫染料、还原染料等)组合使用。

[0046] 合适的染料的例子包括Neozapon红492(BASF、);Orasol红G(汽巴公司(Ciba));Direct亮粉B(东方巨人染料公司(Oriental Giant Dyes));Direct红3BL(经典染料公司(Classic Dyestuffs));Supranol亮红3BW(拜耳AG公司(Bayer AG));柠檬黄6G(联合化学公司(United Chemie));耐晒黄3G(Shaanxi);Aizen Spilon黄C-GNH(保土谷化学公司(Hodogaya Chemical));Bemachrome黄GD Sub(经典染料公司(Classic Dyestuffs));Cartasol亮黄4GF(科莱恩公司(Clariant));Cibanon黄2GN(汽巴公司(Ciba));Orasol黑CN(汽巴公司(Ciba));Savinyl黑RLSN(科莱恩公司(Clariant));Pyrazol黑BG(科莱恩公司

(Clariant)); Morfast黑101(罗门哈斯公司(Rohm&Haas)); Diaazol黑RN(ICI); Orasol蓝GN(汽巴公司(Ciba)); Savinyl蓝GLS(科莱恩公司(Clariant)); Luxol坚牢蓝MBSN(皮拉产品公司(Pylam Products)); Sevron蓝5GMF(经典染料公司(Classic Dyestuffs)); Basacid蓝750(BASF); Neozapon黑X51(BASF); 经典溶剂黑7(经典染料公司(Classic Dyestuffs)); 苏丹蓝670(C.I. 61554)(BASF); 苏丹黄146(C.I. 12700)(BASF); 苏丹红462(C.I. 26050)(BASF); C.I. 分散黄238; Neptune红Base NB543(BASF, C.I. 溶剂红49); 来自BASF的Neopen蓝FF-4012; 来自ICI的Lampronol黑BR(C.I. 溶剂黑35); Morton Morplas洋红36(C.I. 溶剂红172); 金属酞菁着色剂等。也可使用聚合物染料, 如可作为美利肯油墨黄869、美利肯油墨蓝92、美利肯油墨红357、美利肯油墨黄1800、美利肯油墨黑8915-67、未切(uncut)反应剂橙X-38、未切反应剂蓝X-17、溶剂黄162、酸性红52、溶剂蓝44和未切反应剂紫X-80购自例如美利肯公司(Milliken&Company)的那些。

[0047] 颜料也为用于可固化相变油墨的合适的着色剂。合适的颜料的例子包括PALIOGEN紫5100(可购自BASF); PALIOGEN紫5890(可购自BASF); HELIOGEN绿L8730(可购自BASF); LITHOL猩红D3700(可购自BASF); SUNFAST蓝15:4(可购自太阳化学公司(Sun Chemical)); Hostaperm蓝B2G-D(可购自科莱恩公司(Clariant)); Hostaperm蓝B4G(可购自科莱恩公司(Clariant)); 永久红P-F7RK; Hostaperm紫BL(可购自科莱恩公司(Clariant)); LITHOL猩红4440(可购自BASF); Bon红C(可购自多米尼色彩公司(Dominion Color Company)); ORACET粉RF(可购自汽巴公司(Ciba)); PALIOGEN红3871K(可购自BASF); SUNFAST蓝15:3(可购自太阳化学公司(Sun Chemical)); PALIOGEN红3340(可购自BASF); SUNFAST吡啶紫23(可购自太阳化学公司(Sun Chemical)); LITHOL坚牢猩红L4300(可购自BASF); SUNBRITE黄17(可购自太阳化学公司(Sun Chemical)); HELIOGEN蓝L6900、L7020(可购自BASF); SUNBRITE黄74(可购自太阳化学公司(Sun Chemical)); SPECTRA PAC C橙16(可购自太阳化学公司(Sun Chemical)); HELIOGEN蓝K6902、K6910(可购自BASF); SUNFAST洋红122(可购自太阳化学公司(Sun Chemical)); HELIOGEN蓝D6840、D7080(可购自BASF); 苏丹蓝OS(可购自BASF); NEOPEN蓝FF4012(可购自BASF); PV坚牢蓝B2G01(可购自科莱恩公司(Clariant)); IRGALITE蓝BCA(可购自BASF); PALIOGEN蓝6470(可购自BASF); 苏丹橙G(可购自奥德里奇公司(Aldrich)); 苏丹橙220(可购自BASF); PALIOGEN橙3040(BASF); PALIOGEN黄152, 1560(可购自BASF); LITHOL坚牢黄0991K(可购自BASF); PALIOTOL黄1840(可购自BASF); NOVOPERM黄FGL(可购自科莱恩公司(Clariant)); 喷墨黄4G VP2532(可购自科莱恩公司(Clariant)); 调色剂黄HG(可购自科莱恩公司(Clariant)); Lumogen黄D0790(可购自BASF); Suco-黄L1250(可购自BASF); Suco-黄D1355(可购自BASF); Suco坚牢黄D1355、D1351(可购自BASF); HOSTAPERM粉E 02(可购自科莱恩公司(Clariant)); Hansa亮黄5GX03(可购自科莱恩公司(Clariant)); 永久黄GRL 02(可购自科莱恩公司(Clariant)); 永久宝石红L6B 05(可购自科莱恩公司(Clariant)); FANAL粉D4830(可购自BASF); CINQUASIA洋红(可购自杜邦公司(DU PONT)); PALIOGEN黑L0084(可购自BASF); 颜料黑K801(可购自BASF); 和炭黑, 如REGAL330™(可购自卡伯特公司(Cabot)); Nipex150(可购自德固赛公司(Degussa)); 炭黑5250和炭黑5750(可购自哥伦比亚化学公司(Columbia Chemical))等, 以及它们的混合物。

[0048] 油墨也可含有颜料稳定表面活性剂或分散剂, 所述颜料稳定表面活性剂或分散剂具有对用于油墨组的有色油墨中所用的各种颜料具有优良的吸附亲和力的部分或基团, 也

具有允许在油墨载体内所需的分散的部分或基团。由于分散剂/颜料组合的不可预测的性质,用于油墨组的全部有色油墨的适当的分散剂的选择可需要本领域普通技术人员能胜任的试验和误差估计。

[0049] 作为示例性分散剂,无规共聚物和嵌段共聚物可为合适的。特别理想的嵌段共聚物例如包括氨基或氨基丙烯酸酯嵌段A和丙烯酸酯嵌段B的氨基丙烯酸酯嵌段共聚物,所述丙烯酸酯部分允许分散剂稳定良好地分散于油墨载体中,而氨基部分良好吸附至颜料表面。发现适用于本文的嵌段共聚物分散剂的市售例子为DISPERBYK-2001(BYK化学公司(BYK Chemie GmbH)) and EFKA 4340(汽巴精细化学公司(Ciba Specialty Chemicals))。

[0050] 着色剂可以以例如油墨组合物的约0.1至约15重量%,如油墨组合物的约2.0至约9重量%的量包含于油墨组合物中。

[0051] 任选的添加剂

[0052] 油墨组的一种或多种油墨的油墨载体可含有另外的任选的添加剂。任选的添加剂可包括表面活性剂、光稳定剂(其吸收入射UV辐射,并将其转化为最终消散的热能)、抗氧化剂、光学光亮剂(其可改进图像的外观并遮盖黄化)、触变剂、去湿剂、滑爽剂、发泡剂、消泡剂、流平剂、其他不可固化的蜡、油、增塑剂、粘结剂、导电剂、杀真菌剂、杀菌剂、有机和/或无机填料粒子、均化剂(其为产生或降低不同的光泽度水平的试剂)、遮光剂、抗静电剂、分散剂等。

[0053] 油墨可包含作为稳定剂的自由基清除剂,如IRGASTAB UV 10(BASF)。油墨也可包含抑制剂(如氢醌或单甲基醚氢醌(MEHQ)),以通过抑制或至少延迟低聚物和单体组分在储存过程中的聚合而稳定组合物,由此增加组合物的储存寿命。

[0054] 油墨可任选地含有抗氧化剂以防止图像氧化,也可在油墨组分作为被加热的熔体存在于墨斗中的同时防止油墨组分氧化。油墨组合物的任选的抗氧化剂防止图像氧化,也在油墨制备过程的加热部分过程中防止油墨组分氧化。合适的抗氧化剂稳定剂的具体例子包括可购自康涅狄格米德尔伯里的康普顿公司(Crompton Corporation, Middlebury, Conn.)的NAUGARD™524、NAUGARD™635、NAUGARD™ A、NAUGARD™ I-403和NAUGARD™959;可购自BASF的IRGANOX™1010和IRGASTAB UV 10;可购自瑞士苏黎世的拉恩AG公司(Rahn AG Zurich, Switzerland)的GENORAD 16和GENORAD 40等。当存在时,任选的抗氧化剂以任何所需量或有效量存在于实施例的油墨组合物中,如油墨组合物的至少约0.01重量%,油墨组合物的至少约0.1重量%,或油墨组合物的至少约1重量%。

[0055] 相变油墨在室温下为固体或固体状。希望相变油墨在油墨的喷射温度下具有小于约30mPas,如小于约20mPas,例如约3至约20mPas,约5至约20mPas或约8至约15mPas的粘度。因此,油墨以液态喷射,通过在喷射之前施加热以熔化油墨而实现所述液态。油墨有利地在低温下,特别地在低于约120℃,例如约50℃至约110℃,或约60℃至约100℃,或约70℃至约90℃的温度下喷射。因此,油墨理想地适用于压电喷墨装置。

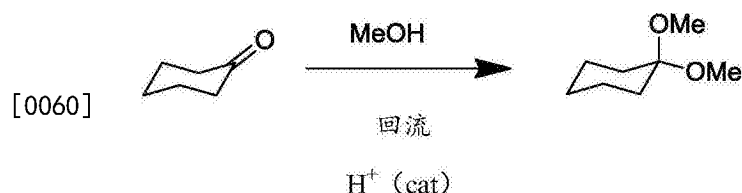
[0056] 油墨组合物可通过任何所需或合适的方法制得。例如,油墨载体的组分中的每一个可混合在一起,之后将混合物加热至至少其熔点,例如约60℃至约120℃,80℃至约110℃,85℃至约100℃或约85℃至约95℃。可在油墨成分加热之前或在油墨成分加热之后添加着色剂。然后搅拌经加热的混合物约5秒至约10分钟或更长,以获得基本上均质均匀的熔体,之后将油墨冷却至环境温度(通常约20℃至约25℃)。油墨在环境温度下为凝胶。油墨可

在用于直接喷墨印刷过程的装置中使用。本文公开的另一实施例涉及一种方法,其包括将本文公开的油墨掺入喷墨印刷装置中、熔融所述油墨、以及使熔融油墨的液滴以成影像的方式喷射至记录基材上。在一个具体实施例中,印刷装置使用压电印刷过程,其中通过振动压电震动元件而以成影像的方式喷射油墨的液滴。本文公开的油墨也可用于其他热熔印刷过程,如热熔声学喷墨印刷、热熔连续流或偏转喷墨印刷等。本文公开的相变油墨也可用于除了热熔喷墨印刷过程之外的印刷过程。

[0057] 可使用任何合适的基材或记录片材,包括普通纸(如XEROX 4200纸、XEROX图像系列纸、Courtland 4024 DP纸、横隔线笔记本纸、证券纸)、经二氧化硅涂布的纸(如夏普公司(Sharp Company)经二氧化硅涂布的纸、JuJo纸、HAMMERMILL LASERPRINT纸等)、光面涂布的纸(如XEROX Digital Color Gloss、Sappi Warren纸LUSTROGLOSS)、特种纸(如Xerox DURAPAPER等)、透明材料、织物、纺织品、塑料、聚合物膜、无机记录介质(如金属和木材等)、透明材料、织物、纺织品、塑料、聚合物膜、无机基材(如金属和木材)等。

[0058] 实例1

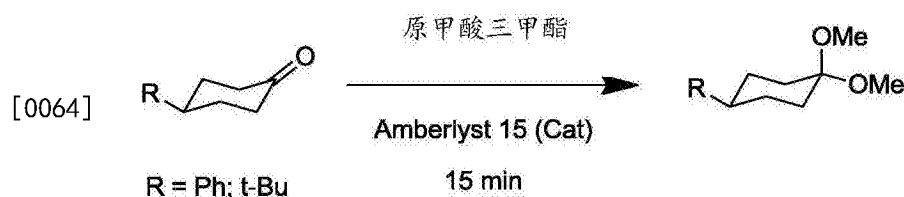
[0059] 1,1'-二甲氧基环己烷的制备



[0061] 在搅拌下向配备回流冷凝器的250mL3颈圆底烧瓶中添加环己酮(25mL,241mmol),之后添加MeOH(100mL)。随后添加pTsOH(1.046g,5.5mmol),混合物在加热至60℃下搅拌,直至混合物变得均匀且所有组分溶解。在2小时的反应时间之后,反应混合物进行¹H NMR以监测反应程度和混合物的组成。反应配备真空蒸馏装置,添加水以获得55%水和45%未反应的环己酮的大概比例。接着,施加真空并蒸馏掉MeOH,之后蒸馏掉水和未反应的环己酮的共沸混合物。最后,将温度升高至100℃,蒸馏掉所需产物1,1'-二甲氧基环己烷。

[0062] 实例2

[0063] 4-取代的1,1'-二甲氧基环己烷衍生物的制备



[0065] a)(R=Ph);在搅拌下向250mL 3颈圆底烧瓶中添加4-苯基-环己酮(25g,162mmol)、原甲酸三甲酯(25克)、50克二氯甲烷和Amberlyst-15。反应在加热至45℃下搅拌30分钟。接着,将反应混合物转移至分液漏斗,有机层与5%碳酸氢钠水溶液一起摇动,之后与盐水一起摇动。分离有机层,用MgSO₄干燥,并在减压下蒸发而提供作为固体的1,1'-二甲氧基-4-苯基-环己烷。产物1,1'-二甲氧基-4-苯基-环己烷通过NMR确定为>99%纯度。产物1,1'-二甲氧基-4-苯基-环己烷在己烷中溶解,之后冷冻数小时,得到无色晶体,过滤所述无色晶体并在真空中干燥。纯的晶体显示出67℃的熔点。

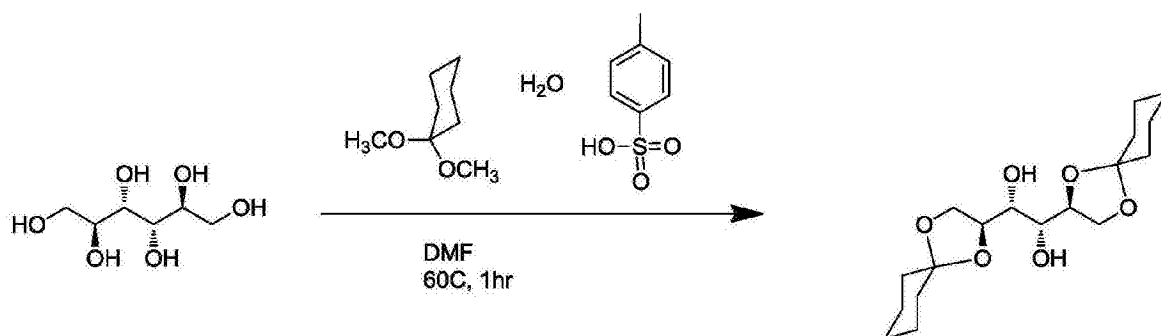
[0066] b)(R=t-Bu);在搅拌下向250mL3颈圆底烧瓶中添加4-叔丁基-环己酮(25g,

162mmol)、原甲酸三甲酯(25克)、50克二氯甲烷和Amberlyst-15。反应在加热至45℃下搅拌30分钟。接着,将反应混合物转移至分液漏斗,有机层与5%碳酸氢钠水溶液一起摇动,之后与盐水一起摇动。分离有机层,用MgSO₄干燥,并在减压下蒸发而提供作为淡黄色液体的1,1'-二甲氧基-4-叔丁基-环己烷。产物1,1'-二甲氧基-4-叔丁基-环己烷通过NMR确定为>99%纯度。

[0067] 实例3

[0068] 由实例1制备胶凝剂

[0069]

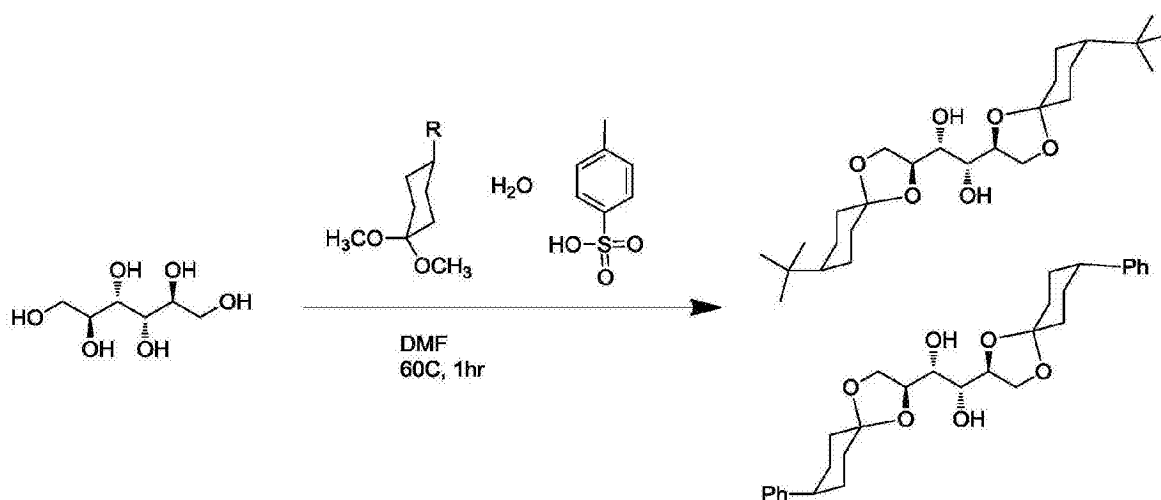


[0070] 在搅拌下向2L3颈圆底烧瓶中添加D-甘露醇(60g,329mmol),之后添加DMF(500mL)。随后添加pTsOH(1.046g,5.5mmol),混合物在加热下搅拌,直至混合物变得均匀且所有组分溶解。然后,将1,1-二甲氧基环己烷(101ml,675mmol)添加至所述均匀混合物中。反应混合物在60℃下搅拌1小时。反应混合物显示为透明金色溶液。反应混合物从加热移出,然后附接至短程真空蒸馏装置以去除DMF。将所得混合物加热至110℃。观察到粘性浆液。添加500mL乙酸乙酯以稀释浓缩物,这提供浑浊金色悬浮体。添加NaHCO₃以提供透明两相混合物。混合物用乙酸乙酯和盐水洗涤,然后用MgSO₄干燥并在减压下蒸发,以获得粘性凝胶二环己基缩醛-甘露醇胶凝剂(107.75g,315mmol,96%产率),其作为易碎金色固体分离。

[0071] 实例4

[0072] 由实例2制备胶凝剂

[0073]



[0074] 在如上方案中所列的胶凝剂以与实例3相同的方式制得,不同的是1,1'-二甲氧基

环己烷由1, -1'-二甲氧基-4-叔丁基环己烷(R=4-tBu)替换,或者1, 1'-二甲氧基环己烷由1, -1'-二甲氧基-4-苯基环己烷(R=Ph)替换。

[0075] 实例5

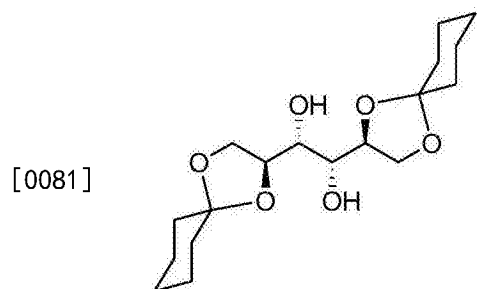
[0076] 胶凝剂凝胶的制备

[0077] 在100℃下将实例3中制得的100mg胶凝剂溶解于10mL的十二烷溶剂。使所得透明溶液冷却至室温,从而形成柔软自立的透明凝胶。

[0078] 实例6

[0079] 滴点测试

[0080] 使用描述于ASTM D-566滴点测试中的方法测试烃类流体。表1总结了在1、3和5重量%胶凝剂载量下环己烷-甘露醇胶凝剂在C₆(己烷)、C₁₂(十二烷)和C₁₆(十六烷)烃类流体中的滴点结果。



环己烷-甘露醇胶凝剂

[0082] 表1. 在C₆、C₁₂和C₁₆烃类流体中环己烷-甘露醇胶凝剂的滴点测量的概要

[0083]

流体	%胶凝剂	滴点/°C
己烷(C ₆)	1%	不形成凝胶
	3%	64.4
	5%	48.6
十二烷(C ₁₂)	1%	49.2
	3%	62.5
	5%	65.9
十六烷(C ₁₆)	1%	50.3
	3%	65.9
	5%	70

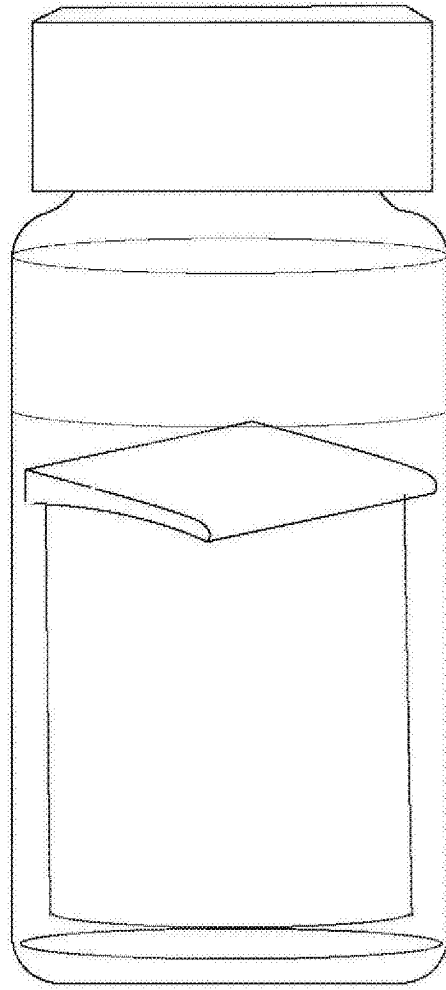


图1