



(10) DE 10 2012 205 926 B4 2018.02.22

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: 10 2012 205 926.1

(51) Int Cl.: C09D 11/34 (2014.01)

(22) Anmelddatag: 12.04.2012

C09D 11/00 (2006.01)

(43) Offenlegungstag: 31.10.2012

(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 22.02.2018

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(30) Unionspriorität:
13/095,591 27.04.2011 US

(72) Erfinder:
Belelie, Jennifer L., Oakville, Ontario, CA;
Morimitsu, Kentaro, Mississauga, CA; Chopra,
Naveen, Oakville, Ontario, CA; Tracy, Corey L.,
Mississauga, Ontario, CA; Drappel, Stephan
V., Toronto, Ontario, CA; Odell, Peter G.,
Mississauga, Ontario, CA

(73) Patentinhaber:
Xerox Corp., Norwalk, Conn., US

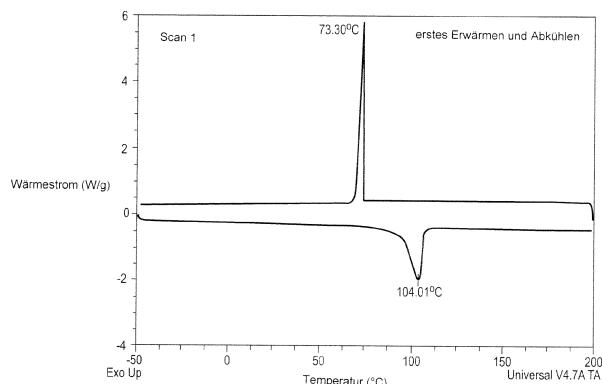
(56) Ermittelter Stand der Technik:

(74) Vertreter:
Grünecker Patent- und Rechtsanwälte PartG
mbB, 80802 München, DE

US 2008 / 0 302 272 A1

(54) Bezeichnung: **Verfahren zum Herstellen einer Heißschmelztinte**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zum Herstellen einer Heißschmelztinte, umfassend: das Bereitstellen eines kristallinen Bestandteils, der in geschmolzenem Zustand vorliegt; das Bereitstellen eines amorphen Bestandteils, der in geschmolzenem Zustand vorliegt; das Vermischen der kristallinen und amorphen Bestandteile, um ein Gemisch zu erhalten; und das Abkühlen des Gemisches, um eine Heißschmelztinte zu erhalten, wobei der amorphe Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Di-L-menthyl-L-tartrat, Di-DL-menthyl-L-tartrat, Di-L-menthyl-DL-tartrat, Di-DL-menthyl-DL-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon, und wobei der kristalline Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Dibenzyl-L-tartrat, Diphenethyl-L-tartrat, Bis(3-phenyl-1-propyl)-L-tartrat, Bis(2-phenoxyethyl)-L-tartrat, Diphenyl-L-tartrat, Bis(4-methylphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxyphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methylbenzyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxybenzyl)-L-tartrat, Dicyclohexyl-L-tartrat, Bis(4-t-butylcyclohexyl)-L-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon.



Beschreibung

[0001] Diese Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen einer Heißschmelztinte. Genauer gesagt, die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen einer festen Tintenzusammensetzung (als "Heißschmelztinte" bezeichnet), die bei Raumtemperatur fest ist und die bei einer erhöhten Temperatur geschmolzen ist und in geschmolzenem Zustand auf einem Substrat aufgebracht werden kann. Diese Heißschmelztinte kann beim Tintenstrahldrucken verwendet werden. Die Erfindung betrifft insbesondere ein Verfahren zum Herstellen einer festen Tintenzusammensetzung, die einen amorphen Bestandteil, ein kristallines Material und gegebenenfalls einen färbenden Bestandteil umfasst. Bekannte Heißschmelztinten für die Tintenstrahlaufzeichnung werden beispielsweise in den U.S. Patenten Nr. 6,958,406, Nr. 7,053,227, Nr. 7,381,831 und Nr. 7,427,323 sowie in der Veröffentlichung US 2008/0302272 A1 beschrieben.

[0002] Beim Tintenstrahldrucken können Tinten verwendet werden, die bei Raumtemperatur fest sind und die bei einer erhöhten Temperatur flüssig sind. Solche Tinten werden gewöhnlich als "feste Tinten", "Heißschmelztinten" oder "Phasenumwandlungstinten" bezeichnet. Eine Apparatur, mit der eine feste Drucktinte auf einem Aufzeichnungsmedium, wie beispielsweise Papier, aufgebracht werden kann, wird zum Beispiel im U.S. Patent Nr. 4,490,731 beschrieben. Wenn eine Heißschmelztinte in einem Thermo-Inkjet-Drucker verwendet wird, wird die feste Tinte mit der Erwärmungsvorrichtung des Druckers geschmolzen und ähnlich wie beim gewöhnlichen thermischen Tintenstrahldrucken mit einer flüssigen Tinte in Form einer Flüssigkeit versprüht. Wenn die geschmolzene Tinte auf das Aufzeichnungsmedium trifft, erstarrt die Tinte sehr schnell, so dass der färbende Bestandteil im Wesentlichen an der Oberfläche des Aufzeichnungsmediums verbleibt und nicht aufgrund von Kapillarkräften in das Aufzeichnungsmedium (wie beispielsweise Papier) eindringt, wodurch eine Ausdrucksdichte (Bilddichte) erzielt wird, die höher als die Ausdrucksdichte ist, die gewöhnlich bei der Verwendung flüssiger Tinten erhalten wird. Die Verwendung von Heißschmelztinten beim Tintenstrahldrucken hat die folgenden Vorteile: es besteht keine Gefahr, dass die Tinte während der Handhabung verschüttet wird; es können Ausdrucke mit verschiedensten Bilddichten und unterschiedlicher Qualität hergestellt werden; das Papier wird nur minimal gekräuselt oder verzerrt; und die Düsen des Tintenstrahldruckkopfes verstopfen nicht, selbst wenn über einen längeren Zeitraum hinweg nicht gedruckt wird und die Düsen dabei nicht abgedeckt werden.

[0003] Heißschmelztinten liegen bei Umgebungstemperatur gewöhnlich in fester Form vor, während sie bei der Betriebstemperatur eines Tintenstrahldruckers in flüssiger Form vorliegen. Beim Drucken werden feine Tröpfchen der flüssigen Tinte versprüht, und wenn die Tintentröpfchen auf die Oberfläche des Aufzeichnungsmediums treffen, entweder direkt oder über ein erwärmtes Zwischenübertragungselement, das ein Band oder eine Walze sein kann, erstarren sie sehr schnell, wobei das gewünschte Muster aus erstarrten Tintentröpfchen erhalten wird.

[0004] Heißschmelztinten, die zum Herstellen farbiger Ausdrucke verwendet werden, umfassen gewöhnlich einen Tintenträger und einen färbenden Bestandteil, der mit dem Tintenträger kompatibel ist. Es können mehrere farbige Heißschmelztinten hergestellt werden, die jeweils einen Tintenträger und einen kompatiblen Bestandteil mit einer Primärfarbe für die subtraktive Farbmischung enthalten. Die Heißschmelztinten für die subtraktive Farbmischung können jeweils einen Farbstoff oder ein Pigment der Farbe Cyan, Magenta, Gelb oder Schwarz umfassen; es können aber auch Tinten mit anderen Farben verwendet werden. Diese gefärbten Tinten mit einer Primärfarbe für die subtraktive Farbmischung können unter Verwendung eines einzelnen Farbstoffes, eines einzelnen Pigments oder eines Gemisches aus verschiedenen Farbstoffen oder Pigmenten hergestellt werden. Eine Tinte der Farbe Magenta kann beispielsweise unter Verwendung eines Gemisches aus Solvent Red Farbstoffen hergestellt werden, und eine Tinte mit einem Schwarzton kann durch Vermischen mehrerer Farbstoffe erhalten werden.

[0005] Mit der zuvor beschriebenen Tintenstrahldrucktechnologie, bei der herkömmliche feste Tinten verwendet werden, können gewöhnlich lebendige Ausdrucke kostengünstig auf einer Vielzahl von porösen Papiersubstraten hergestellt werden; mit dieser Technologie können jedoch keine zufriedenstellenden Ergebnisse auf beschichteten Papieren erhalten werden. Es besteht deshalb ein Bedarf an einem Verfahren zum Herstellen einer Heißschmelztinte, mit der Bilder oder Ausdrucke auf beschichteten Papiersubstraten erzeugt werden können. Es besteht ebenfalls ein Bedarf an einem Verfahren zum Herstellen von alternativen Heißschmelztinten, mit denen widerstandsfähige Bilder auf allen Substraten erzeugt werden können.

[0006] Diese Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen von festen Tintenzusammensetzungen, die kristalline und amorphe Materialien, die aus Weinsäure hergestellt werden, enthalten und die beim Tintenstrahldrucken, einschließlich beim Drucken auf beschichteten Papiersubstraten, verwendet werden können. Sowohl der kristalline Bestandteil als auch der amorphe Bestandteil sind Ester, die aus Weinsäure hergestellt wurden.

Der kristalline Bestandteil und der amorphe Bestandteil werden jedoch aus unterschiedlichen Ausgangsmaterialien hergestellt, so dass Produkte erhalten werden, die entweder kristallin oder amorph sind.

[0007] Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfassen:

- (1) Ein Verfahren zum Herstellen einer Heißschmelztinte, umfassend:
das Bereitstellen eines kristallinen Bestandteils, der in geschmolzenem Zustand vorliegt;
das Bereitstellen eines amorphen Bestandteils, der in geschmolzenem Zustand vorliegt;
das Vermischen der kristallinen und amorphen Bestandteile, um ein Gemisch zu erhalten; und
das Abkühlen des Gemisches, um eine Heißschmelztinte zu erhalten,
wobei der amorphe Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Di-L-menthyl-L-tartrat, Di-DL-menthyl-L-tartrat, Di-L-menthyl-DL-tartrat, Di-DL-menthyl-DL-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon, und
wobei der kristalline Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Dibenzyl-L-tartrat, Di-phenethyl-L-tartrat, Bis(3-phenyl-1-propyl)-L-tartrat, Bis(2-phenoxyethyl)-L-tartrat, Diphenyl-L-tartrat, Bis(4-methylphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxyphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methylbenzyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxybenzyl)-L-tartrat, Dicyclohexyl-L-tartrat, Bis(4-t-butylcyclohexyl)-L-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon.
- (2) Ein Verfahren gemäß Punkt (1), weiterhin umfassend das Zugeben eines färbenden Bestandteils zu dem Gemisch, bevor das Gemisch abgekühlt wird.
- (3) Ein Verfahren gemäß Punkt (1) oder (2), wobei der kristalline Bestandteil und der amorphe Bestandteil in einem Gewichtsverhältnis von 50:50 bis 95:5 miteinander vermischt werden.
- (4) Ein Verfahren gemäß Punkt (3), wobei der kristalline Bestandteil und der amorphe Bestandteil in einem Gewichtsverhältnis von 65:35 bis 90:10 miteinander vermischt werden.
- (5) Ein Verfahren gemäß Punkt (4), wobei der kristalline Bestandteil und der amorphe Bestandteil in einem Gewichtsverhältnis von 70:30 bis 90:10 miteinander vermischt werden.
- (6) Ein Verfahren gemäß einem der Punkte (1) bis (5), wobei die kristallinen und amorphen Bestandteile Weinsäureester sind, die bei einer Verestierungsreaktion unter Verwendung eines Alkohols erhalten wurden.

[0008] Die **Fig. 1** zeigt die DSC (Differential-Scanning-Kalorimetrie)-Daten der in den Beispielen hergestellten Heißschmelztinte, die Diphenethyl-L-tartrat (DPT):Di-DL-menthyl-L-tartrat (DMT) in einem Verhältnis von 70:30 Gewichtsprozent enthielt. Die Daten bestätigen, dass die Tinte die gewünschten Eigenschaften hatte. Die DSC-Daten wurden mit der Vorrichtung Q1000 Differential Scanning Calorimeter (TA Instruments) bei einer Geschwindigkeit von 10°C/Min. im Bereich von –50 bis 200 bis –50°C erhalten.

[0009] Die **Fig. 2** zeigt die rheologischen Daten des Gemisches DPT:DMT (70:30 Gewichtsprozent), die bestätigen, dass das Gemisch die gewünschten Eigenschaften hatte. Alle rheologischen Messungen wurden mit der Vorrichtung RFS3 Controlled Strain Rheometer (TA Instruments), ausgestattet mit einer Peltier-Heizplatte, unter Verwendung einer 25 mm Parallelplatte durchgeführt. Das Messverfahren wurde im Temperature-Sweep-Modus in Temperaturschritten von 5°C von einer hohen Temperatur zu einer niedrigen Temperatur, wobei die Haltezeit (Gleichgewichtseinstellungszeit) 120 Sekunden zwischen den jeweiligen Temperaturschritten betrug, und bei einer konstanten Frequenz von 1 Hz durchgeführt.

[0010] Die Verwendung von festen Tinten ermöglicht neue Druckanwendungen in unterschiedlichsten Bereichen, und durch eine geeignete Auswahl der Druckkopftechnologie, des Druckprozesses und der Tintenmaterialien können viele Druckanwendungen optimiert werden. Diese Heißschmelztinten sind bei Raumtemperatur (RT; 20 bis 27°C) fest und bei einer erhöhten Temperatur geschmolzen und können in geschmolzenem Zustand auf einem Substrat aufgebracht werden. Wie zuvor beschrieben wurde, können zufriedenstellende Ergebnisse erhalten werden, wenn herkömmliche feste Tinten auf porösen Papiersubstraten aufgebracht werden; auf beschichteten Papiersubstraten werden jedoch nicht immer zufriedenstellende Ergebnisse erhalten.

[0011] Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben entdeckt, dass widerstandsfähige Bilder beziehungsweise Ausdrucke auf beschichteten Papieren erhalten werden können, wenn eine feste Tintenzusammensetzung verwendet wird, die ein Gemisch aus kristallinen und amorphen Bestandteilen enthält. Diese Entdeckung ist im Hinblick auf die bekannten Eigenschaften von kristallinen und amorphen Materialien überraschend. Verbindungen mit einer kleinen Molekülgroße kristallisieren gewöhnlich aus, wenn sie vom geschmolzenen in den festen Zustand übergehen, und organische Feststoffe mit einem niedrigen Molekulargewicht liegen gewöhnlich in Form von Kristallen vor. Kristalline Verbindungen sind gewöhnlich relativ hart und widerstandsfähig; sie sind jedoch ebenfalls relativ spröde, und wenn eine Tintenzusammensetzung, die hauptsächlich kristalline Bestandteile enthält, zum Herstellen eines Ausdruckes verwendet wird, kann der erhaltene Ausdruck leicht beschädigt werden. Amorphe Verbindungen mit einem hohen Molekulargewicht, wie beispielsweise Polymere,

liegen bei erhöhter Temperatur in Form von viskosen und klebrigen Flüssigkeiten vor; sie haben jedoch bei hohen Temperaturen keine ausreichend niedrige Viskosität. Deshalb können Polymere nicht über die Düsen eines Tintenstrahldruckkopfes (Betriebstemperatur: $\leq 140^{\circ}\text{C}$) versprührt werden. Entsprechend der vorliegenden Erfindung werden kristalline und amorphe Materialien in Kombination miteinander verwendet, um eine widerstandsfähige Heißschmelztinte herzustellen.

[0012] Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zum Herstellen einer festen Tintenzusammensetzung für die Tintenstrahlaufzeichnung bereit, die ein Gemisch von kristallinen und amorphen Bestandteilen umfasst, die gewöhnlich in einem Gewichtsverhältnis im Bereich von 50:50 bis 95:5 und bevorzugt in einem Gewichtsverhältnis im Bereich von 60:40 bis 95:5 vorliegen. Es ist besonders bevorzugt, dass das Gewichtsverhältnis von kristallinen zu amorphen Bestandteilen im Bereich von 65:35 bis 95:5 oder im Bereich von 70:30 bis 90:10 liegt.

[0013] Die kristallinen und amorphen Materialien werden durch Verestern von Weinsäure hergestellt. Wenn Weinsäure zum Beispiel mit Phenethylalkohol verestert wird, wird ein kristalliner Tintenbestandteil erhalten, und wenn Weinsäure mit Menthol verestert wird, wird ein amorpher Tintenbestandteil erhalten.

[0014] Heißschmelztinten, die eine Kombination dieser amorphen und kristallinen Weinsäurederivate enthalten, sind hart und können zum Herstellen von widerstandsfähigen Ausdrucken beziehungsweise Bildern sowohl auf unbeschichteten Substraten als auch auf beschichteten Substraten verwendet werden.

[0015] Der erfindungsgemäß verwendete kristalline Bestandteil ist eine Verbindung, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Dibenzyl-L-tartrat, Diphenethyl-L-tartrat (DPT), Bis(3-phenyl-1-propyl)-L-tartrat, Bis(2-phenoxyethyl)-L-tartrat, Diphenyl-L-tartrat, Bis(4-methylphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxyphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methylbenzyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxybenzyl)-L-tartrat, Dicyclohexyl-L-tartrat, Bis(4-t-butylcyclohexyl)-L-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon. Der erfindungsgemäß verwendete amorphe Bestandteil ist eine Verbindung, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Di-L-menthyl-L-tartrat, Di-DL-menthyl-L-tartrat, Di-L-menthyl-DL-tartrat, Di-DL-menthyl-DL-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon. Jeder dieser Bestandteile verleiht der Heißschmelztinte bestimmte Eigenschaften. Der kristalline Bestandteil in der Tintenzusammensetzung begünstigt die Phasenumwandlung durch schnelles Auskristallisieren beim Abkühlen der Tinte. Der kristalline Bestandteil bestimmt ebenfalls die Struktur des erhaltenen Tintenfilms und verringert die Klebrigkeit des amorphen Bestandteils, so dass eine harte Tinte erhalten wird. Der amorphe Bestandteil verleiht der Tinte die erforderliche Klebrigkeit und dem Ausdruck die erforderliche Widerstandsfähigkeit.

[0016] Die Erfindung betrifft die Verwendung von kristallinen Materialien, die für die Herstellung von festen Tinten für die Tintenstrahlaufzeichnung verwendet werden können. Die kristallinen Materialien werden durch Verestern von Weinsäure hergestellt. Diese Materialien haben eine Schmelztemperatur (T_{schm}) von 150°C oder weniger, wie beispielsweise eine Schmelztemperatur im Bereich von 65 bis 150°C oder 66 bis 145°C ; eine Kristallisationstemperatur (T_{krist}) von 60°C oder mehr, wie beispielsweise eine Kristallisationstemperatur im Bereich von 60 bis 140°C oder 65 bis 120°C ; und eine Viskosität bei 140°C von $10 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ oder weniger, wie beispielsweise eine Viskosität im Bereich von 0,5 bis $10 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ oder 1 bis $10 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Die kristallinen Materialien liegen bei Raumtemperatur in kristalliner Form vor und haben bei dieser Temperatur bevorzugt eine Viskosität von mehr als $10^6 \text{ mPa}\cdot\text{s}$.

[0017] Das kristalline Material wird mit dem amorphen Material vermischt, wobei die feste Tintenzusammensetzung erhalten wird. Die amorphen Materialien werden ebenfalls durch Verestern von Weinsäure hergestellt. Diese Materialien zeigen bei der DSC-Messung (bei einer Geschwindigkeit von $10^{\circ}\text{C}/\text{Min.}$ im Bereich von -50 bis 200 bis -50°C) keine Kristallisation und haben bei 140°C eine relativ niedrige Viskosität ($\leq 10^2 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, wie beispielsweise 1 bis $100 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, bevorzugt 5 bis $95 \text{ mPa}\cdot\text{s}$); sie haben bei Raumtemperatur jedoch eine hohe Viskosität ($> 10^6 \text{ mPa}\cdot\text{s}$). Die amorphen Materialien werden mit den kristallinen Materialien vermischt, wobei die festen Tintenzusammensetzungen erhalten werden.

[0018] Die erfindungsgemäß hergestellten Tintenzusammensetzungen, die das Gemisch aus kristallinen und amorphen Materialien enthalten, haben gute rheologische Eigenschaften. Bildproben, die unter Verwendung der erfindungsgemäß hergestellten Heißschmelztinten mit der Vorrichtung K-Printing Proofer auf beschichtetem Papier hergestellt wurden, hatten eine ausgezeichnete Widerstandsfähigkeit.

[0019] Die Vorrichtung K-Printing Proofer ist eine Testapparatur, die häufig in Druckereien verwendet wird. In diesem Fall wurde die Apparatur so modifiziert, dass die Druckplatte erwärmt wurde, um die feste Tinte zu schmelzen. Der verwendete K-Printing Proofer hatte drei rechteckige Tiefdruckmuster mit jeweils einer Größe von etwa $9,4 \times 4,7 \text{ cm}$. Die Zeldichte des ersten Rechteckes betrug nominell 100%, die des zweiten 80%

und die des dritten 60%. Mit dieser K-Printing Proofer-Platte werden gewöhnlich Filme (oder Pixel) mit einer Dicke (oder Höhe) von etwa 5 um hergestellt. Die Tinte, die getestet werden sollte, wurde auf der erwärmten Tiefdruckplatte aufgebracht; dann wurde ein Wischblatt über die Plattenoberfläche gezogen, um die Tinte zu verteilen; und unmittelbar danach wurde eine Gummiwalze, an deren Oberfläche ein Testpapier befestigt worden war, über die Plattenoberfläche gezogen. Beim Ziehen der Walze über die Plattenoberfläche wurde die Tinte von den Tiefdruckzellen auf das Papier übertragen, wobei ein Testausdruck erhalten wurde.

[0020] Die Verwendung von Weinsäure bei der Herstellung der erfindungsgemäß verwendeten Ester hat den Vorteil, dass ein billiges Ausgangsmaterial verwendet werden kann, das aus einer natürlichen (biologischen) Quelle stammt.

[0021] Erfindungsgemäß ist es bevorzugt, dass die Heißschmelztinte unter Verwendung von kristallinen und amorphen Materialien hergestellt wird, die beim Verestern von Weinsäure mit Alkoholen erhalten wurden. Die Heißschmelztinte umfasst das kristalline Material in Kombination mit einem amorphen Material, und gegebenenfalls einen färbenden Bestandteil. Die Kombination aus amorphen und kristallinen Materialien ermöglicht die Herstellung einer Tinte mit einem genau definierten (scharfen) Phasenübergang von Flüssig nach Fest und einer geeigneten Viskosität, mit der harte und widerstandsfähige Bilder ausgedruckt werden können. Ausdrucke, die unter Verwendung dieser Tinte hergestellt wurden, haben bessere Eigenschaften als Ausdrucke, die unter Verwendung handelsüblich erhältlicher Tinten hergestellt wurden; sie werden beispielsweise nicht so leicht verkratzt beziehungsweise abgerieben. Die Ester von Weinsäure, welche die kristallinen und amorphen Bestandteile der Heißschmelztinten bilden, ermöglichen die Herstellung von widerstandsfähigen Tinten mit den gewünschten rheologischen Eigenschaften, die beim Tintenstrahldrucken erforderlich sind.

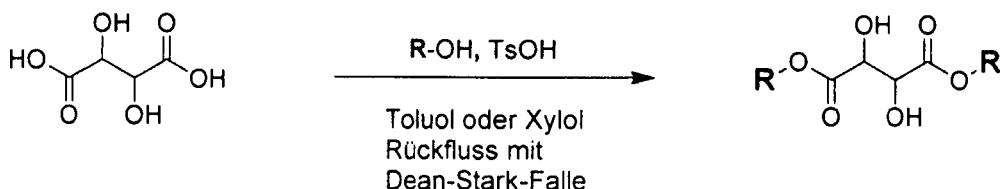
[0022] Die erfindungsgemäß hergestellte Tintenzusammensetzung kann weiterhin einen färbenden Bestandteil enthalten, der ein Pigment oder ein Farbstoff sein kann und der in der Tintenzusammensetzung gewöhnlich in einer Menge im Bereich von 0,1 Gewichtsprozent bis 50 Gewichtsprozent und bevorzugt in einer Menge im Bereich von 0,2 Gewichtsprozent bis 20 Gewichtsprozent enthalten ist, bezogen auf das Gesamtgewicht der Tintenzusammensetzung.

[0023] Die Heißschmelztinte enthält den kristallinen Bestandteil gewöhnlich in einer Menge von 60 Gewichtsprozent bis 95 Gewichtsprozent und bevorzugt in einer Menge von 65 Gewichtsprozent bis 95 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Tintenzusammensetzung. Die Tintenzusammensetzung enthält den amorphen Bestandteil gewöhnlich in einer Menge von 5 Gewichtsprozent bis 40 Gewichtsprozent und bevorzugt in einer Menge von 5 Gewichtsprozent bis 35 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Tintenzusammensetzung.

[0024] Die erfindungsgemäß hergestellte Heißschmelztinte kann eine Viskosität im Bereich von 1 bis 14 mPa·s, im Bereich von 2 bis 13 mPa·s oder im Bereich von 3 bis 12 mPa·s bei einer Temperatur von etwa 140°C haben. Es ist bevorzugt, dass die Heißschmelztinte eine Viskosität von mindestens 10⁶ mPa·s bei Raumtemperatur hat. Es ist bevorzugt, dass die Heißschmelztinte eine Schmelztemperatur (T_{schm}) von 65 bis 140°C, 65 bis 135°C oder 70 bis 130°C, und eine Kristallisationstemperatur (T_{krist}) von 65 bis 140°C, 66 bis 130°C oder 67 bis 125°C hat, bestimmt mittels DSC-Messung bei einer Geschwindigkeit von 10°C/Min.

Kristalliner Bestandteil

[0025] Die erfindungsgemäß hergestellte Tintenzusammensetzung enthält einen kristallinen Bestandteil. Weinsäure wurde mit unterschiedlichen Alkoholen (R-OH) umgesetzt, wobei Diester erhalten wurden. Das folgende Syntheseschema zeigt die Herstellung von Weinsäurediestern.

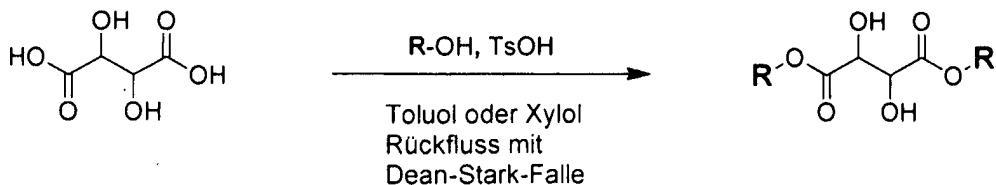


[0026] Die Veresterung wurde als Ein-Schritt-Reaktion durchgeführt. Von zehn verwendeten Alkoholen (Benzylalkohol, Phenethylalkohol, 2-Phenoxyethanol, 3-Phenyl-1-propanol, 4-Methylbenzylalkohol, 4-Methoxyphenol, Cyclohexanol, Cyclopentanol, 4-t-Butylcyclohexanol und 3,5,5-Trimethyl-1-hexanol) war Phenethylalkohol das beste Material, um einen beständigen kristallinen Bestandteil mit geeigneten physikalischen Eigenschaften

herzustellen. Die Diester von 3,5,5-Trimethyl-1-hexanol und Cyclopentanol waren bei Raumtemperatur viskose Flüssigkeiten, und die restlichen hergestellten Diester waren kristallin. Es können zwei oder mehr Moläquivalente Alkohol bei der Veresterung verwendet werden, um die Diester von Weinsäure herzustellen.

Amorpher Bestandteil

[0027] Die erfindungsgemäß hergestellte Tintenzusammensetzung enthält einen amorphen Bestandteil. Weinsäure wurde mit unterschiedlichen Alkoholen umgesetzt, wobei Diester erhalten wurden. Das folgende Syntheseschema zeigt die Herstellung von Weinsäurediestern.



[0028] Die Veresterung wurde als Ein-Schritt-Reaktion durchgeführt. Menthol wurde als Alkohol (R-OH) bei der Veresterung verwendet. Sowohl Weinsäure als auch Menthol haben Stereoisomere, so dass eine Vielzahl von Verbindungen mit unterschiedlicher chiraler Struktur möglich sind. Es wurden drei Verbindungen aus Weinsäure und Menthol hergestellt (Di-L-menthyl-L-tartrat, Di-DL-menthyl-L-tartrat und Di-L-menthyl-DL-tartrat). Überraschenderweise führten alle Kombinationen, selbst bei der Verwendung von optisch reinem L-Menthol und optisch reiner L-Weinsäure, zu amorphen Materialien, die keine Kristalle bildeten. Es können zwei oder mehr Moläquivalente Alkohol bei der Veresterung verwendet werden, um die Diester von Weinsäure herzustellen.

[0029] Die erfindungsgemäß hergestellte Heißschmelztinte kann weiterhin herkömmlich verwendete Additive enthalten, die der Tinte zusätzliche Eigenschaften verleihen. Beispiele für solche Additive, die in Kombination miteinander verwendet werden können, umfassen Antioxidationsmittel, Entschäumungsmittel, Gleitmittel, Einreibner, Klärmittel, Mittel zum Modifizieren der Viskosität, Haft- beziehungsweise Klebstoffe, und Weichmacher.

[0030] Die erfindungsgemäß hergestellte Tinte kann ein Antioxidationsmittel enthalten, das die Bilder beziehungsweise Ausdrucke oder die Tintenbestandteile selbst vor Oxidation schützt, während die Tinte in Form einer erwärmten Schmelze in dem Tintenvorratsbehälter vorliegt. Beispiele für geeignete Antioxidationsmittel umfassen N,N'-Hexamethylen-bis(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyhydrocinnamamid) (IRGANOX 1098, erhältlich von BASF); 2,2-Bis(4-(2-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyhydrocinnamoyloxy))ethoxyphenyl)propan (TOPANOL-205, erhältlich von Vertellus); Tris(4-t-butyl-3-hydroxy-2,6-dimethylbenzyl)isocyanurat (Aldrich), 2,2'-Ethyliden-bis(4,6-di-t-butylphenyl)fluorophosphonit (ETHANOX-398, erhältlich von Albermarle Corporation); Tetrakis(2,4-di-t-butylphenyl)-4,4'-biphenyldiphosphonit (Aldrich); Pentaerythritoltetrastearat (TCI America); Tributylammoniumhypophosphit (Aldrich); 2,6-Di-t-butyl-4-methoxyphenol (Aldrich); 2,4-Di-t-butyl-6-(4-methoxybenzyl)phenol (Aldrich); 4-Brom-2,6-dimethylphenol (Aldrich); 4-Brom-3,5-dimethylphenol (Aldrich); 4-Brom-2-nitrophenol (Aldrich); 4-(Diethylaminomethyl)-2,5-dimethylphenol (Aldrich); 3-Dimethylaminophenol (Aldrich); 2-Amino-4-t-amylphenol (Aldrich); 2,6-Bis(hydroxymethyl)-p-kresol (Aldrich), 2,2'-Methylendiphenol (Aldrich); 5-(Diethylamino)-2-nitrosophenol (Aldrich); 2,6-Dichlor-4-fluorphenol (Aldrich); 2,6-Dibromfluorphenol (Aldrich), α -Trifluoro-kresol (Aldrich); 2-Brom-4-fluorphenol (Aldrich); 4-Fluorphenol (Aldrich); 4-Chlorphenyl-2-chlor-1,1,2-trifluorethylsulfon (Aldrich); 3,4-Difluorphenylessigsäure (Adrich); 3-Fluorphenylessigsäure (Aldrich); 3,5-Difluorphenylessigsäure (Aldrich); 2-Fluorphenylessigsäure (Aldrich); 2,5-Bis(trifluormethyl)benzoësäure (Aldrich); Ethyl-2-(4-(trifluormethyl)phenoxy)phenoxypropionat (Aldrich); Tetrakis(2,4-di-t-butyl phenyl)-4,4'-biphenyldiphosphonit (Aldrich); 4-t-Amylphenol (Aldrich), 3-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4-hydroxyphenethylalkohol (Aldrich); NAUGARD 76, NAUGARD 445, NAUGARD 512 und NAUGARD 524 (hergestellt von Chemtura Corporation); und Gemische davon. Das Antioxidationsmittel kann in der Tintenzusammensetzung in einer geeigneten oder effektiven Menge enthalten sein, wie zum Beispiel in einer Menge im Bereich von 0,25 Gewichtsprozent bis 10 Gewichtsprozent oder in einer Menge im Bereich von 1 Gewichtsprozent bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht der Tinte.

[0031] Die erfindungsgemäß hergestellte Heißschmelztinte kann ebenfalls einen färbenden Bestandteil enthalten. Die Heißschmelztinte muss jedoch keinen färbenden Bestandteil enthalten. Der färbende Bestandteil kann ein beliebiger färbender Bestandteil sein, wie beispielsweise ein Farbstoff, ein Pigment oder ein Gemisch davon, vorausgesetzt, dass der färbende Bestandteil in dem Tintenträger gelöst oder dispergiert werden kann. Es kann jeder Farbstoff oder jedes Pigment verwendet werden, vorausgesetzt, dass der färbende Bestandteil in dem Tintenträger dispergiert oder gelöst werden kann und dass der färbende Bestandteil kompatibel mit den

anderen Bestandteilen der Tinte ist. Der Tintenträger der Heißschmelztinte kann in Kombination mit herkömmlichen färbenden Bestandteilen für Heißschmelztinten verwendet werden, wie zum Beispiel in Kombination mit den Solvent Dyes, Disperse Dyes, modifizierten Acid und Direct Dyes, Basic Dyes, Sulphur Dyes, Vat Dyes und dergleichen, die im Color Index (C. I.) aufgeführt sind. Beispiele für geeignete Farbstoffe umfassen Neozapon Red 492 (BASF); Orasol Red G (Pylam Products); Direct Brilliant Pink B (Oriental Giant Dyes); Direct Red 3BL (Classic Dyestuffs); Supranol Brilliant Red 3BW (Bayer AG); Lemon Yellow 6G (United Chemie); Light Fast Yellow 3G (Shaanxi); Aizen Spilon Yellow C-GNH (Hodogaya Chemical); Bemachrome Yellow GD Sub (Classic Dyestuffs); Cartasol Brilliant Yellow 4GF (Clariant); Cibanone Yellow 2G (Classic Dyestuffs); Orasol Black RLI (BASF); Orasol Black CN (Pylam Products); Savinyl Black RLSN (Clariant); Pyrazol Black BG (Clariant); Morfast Black 101 (Rohm & Haas); Diaazol Black RN (ICI); Thermoplast Blue 670 (BASF); Orasol Blue GN (Pylam Products); Savinyl Blue GLS (Clariant); Luxol Fast Blue MBSN (Pylam Products); Sevron Blue 5GMF (Classic Dyestuffs); Basacid Blue 750 (BASF); Keyplast Blue (Keystone Aniline Corporation); Neozapon Black X51 (BASF); Classic Solvent Black 7 (Classic Dyestuffs); Sudan Blue 670 (C. I. 61554) (BASF); Sudan Yellow 146 (C. I. 12700) (BASF); Sudan Red 462 (C. I. 26050) (BASF); C. I. Disperse Yellow 238; Neptune Red Base NB543 (BASF, C. I. Solvent Red 49); Neopen Blue FF-4012 (BASF); Fatsol Black BR (C. I. Solvent Black 35) (Chemische Fabriek Triade BV); Morton Morplas Magenta 36 (C. I. Solvent Red 172); und Metallphthalocyaninfarbstoffe. Polymere Farbstoffe können ebenfalls verwendet werden, wie zum Beispiel die Farbstoffe, die von Milliken & Company handelsüblich erhältlich sind, wie beispielsweise Milliken Ink Yellow 869, Milliken Ink Blue 92, Milliken Ink Red 357, Milliken Ink Yellow 1800, Milliken Ink Black 8915-67, nicht verschnittenes Reactint Orange X-38, nicht verschnittenes Reactint Blue X-17, Solvent Yellow 162, Acid Red 52, Solvent Blue 44, und nicht verschnittenes Reactint Violet X-80.

[0032] Die erfindungsgemäß hergestellte Heißschmelztinte kann ebenfalls ein Pigment als färbenden Bestandteil enthalten. Beispiele für geeignete Pigmente umfassen PALIOGEN Violet 5100 (BASF); PALIOGEN Violet 5890 (BASF); HELIOGEN Green L8730 (BASF); LITHOL Scarlet D3700 (BASF); SUNFAST Blue 15:4 (Sun Chemical); Hostaperm Blue B2G-D (Clariant); Hostaperm Blue B4G (Clariant); Permanent Red P-F7RK; Hostaperm Violet BL (Clariant); LITHOL Scarlet 4440 (BASF); Bon Red C (Dominion Color Company); ORACET Pink RF (BASF); PALIOGEN Red 3871 K (BASF); SUNFAST Blue 15:3 (Sun Chemical); PALIOGEN Red 3340 (BASF); SUNFAST Carbazole Violet 23 (Sun Chemical); LITHOL Fast Scarlet L4300 (BASF); SUNBRITE Yellow 17 (Sun Chemical); HELIOGEN Blue L6900, 17020 (BASF); SUNBRITE Yellow 74 (Sun Chemical); SPECTRA PAC C Orange 16 (Sun Chemical); HELIOGEN Blue K6902, K6910 (BASF); SUNFAST Magenta 122 (Sun Chemical); HELIOGEN Blue D6840, D7080 (BASF); Sudan Blue OS (BASF); NEOPEN Blue FF4012 (BASF); PV Fast Blue B2GO1 (Clariant); IRGALITE Blue GLO (BASF); PALIOGEN Blue 6470 (BASF); Sudan Orange G (Aldrich), Sudan Orange 220 (BASF); PALIOGEN Orange 3040 (BASF); PALIOGEN Yellow 152, 1560 (BASF); LITHOL Fast Yellow 0991 K (BASF); PALIOTOL Yellow 1840 (BASF); NOVOPERM Yellow FGL (Clariant); Ink Jet Yellow 4G VP2532 (Clariant); Toner Yellow HG (Clariant); Lumogen Yellow D0790 (BASF); Suco-Yellow L1250 (BASF); Suco-Yellow D1355 (BASF); Suco Fast Yellow D1355, 01351 (BASF); HOSTAPERM Pink E 02 (Clariant); Hansa Brilliant Yellow 5GX03 (Clariant); Permanent Yellow GRL 02 (Clariant); Permanent Rubine 166 05 (Clariant); FANAL Pink D4830 (BASF); CINQUASIA Magenta (DU PONT); PALIOGEN Black 10084 (BASF); Pigment Black K801 (BASF); und Ruße, wie beispielsweise REGAL 330TM (Cabot), Nipex 150 (Evonik), Carbon Black 5250 und Carbon Black 5750 (Columbia Chemical); und Gemische davon.

[0033] Die Dispersion des Pigments in dem Tintenträger kann mit synergistischen Mitteln und mit Dispergiermitteln stabilisiert werden. Die Pigmente, die erfindungsgemäß verwendet werden können, können organische oder anorganische Materialien sein. Pigmente auf der Basis von magnetischen Materialien sind ebenfalls geeignet und können zum Beispiel für die Herstellung von widerstandsfähigen MICR(Magnetic Ink Character Recognition)-Tinten verwendet werden. Beispiele für magnetische Pigmente umfassen magnetische Nanoteilchen, wie zum Beispiel ferromagnetische Nanoteilchen.

[0034] Entsprechend einer Ausführungsform der Erfindung werden Solvent Dyes verwendet. Beispiele für Solvent Dyes, die entsprechend der vorliegenden Erfindung verwendet werden können, umfassen spritlösliche Farbstoffe, weil diese Farbstoffe mit den erfindungsgemäß verwendeten Tintenträgern kompatibel sind. Beispiele für geeignete spritlösliche Farbstoffe umfassen Neozapon Red 492 (BASF); Orasol Red G (Pylam Products); Direct Brilliant Pink B (Global Colors); Aizen Spilon Red C-BH (Hodogaya Chemical); Kayanol Red 3BL (Nippon Kayaku); Spirit Fast Yellow 3G; Aizen Spilon Yellow C-GNH (Hodogaya Chemical); Cartasol Brilliant Yellow 4GF (Clariant); Pergasol Yellow 5RA EX (Classic Dyestuffs); Orasol Black RLI (BASF); Orasol Blue GN (Pylam Products); Savinyl Black RLS (Clariant); Morfast Black 101 (Rohm & Haas); Thermoplast Blue 670 (BASF); Savinyl Blue GLS (Sandoz); Luxol Fast Blue MBSN (Pylam); Sevron Blue 5GMF (Classic Dyestuffs); Basacid Blue 750 (BASF); Keyplast Blue (Keystone Aniline Corporation); Neozapon Black X51 (C. I. Solvent

Black, C. I. 12195) (BASF); Sudan Blue 670 (C. I. 61554) (BASF); Sudan Yellow 146 (C. I. 12700) (BASF); Sudan Red 462 (C. I. 260501) (BASF); und Gemische davon.

[0035] Die Heißschmelztinte kann den färbenden Bestandteil in einer geeigneten oder effektiven Menge enthalten, so dass die gewünschte Farbe oder der gewünschte Farbton erhalten wird, wie beispielsweise in einer Menge im Bereich von 0,1 Gewichtsprozent bis 50 Gewichtsprozent, in einer Menge im Bereich von 0,2 Gewichtsprozent bis 20 Gewichtsprozent oder in einer Menge im Bereich von 0,5 Gewichtsprozent bis 10 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht der Tinte.

[0036] Der Tintenträger der Heißschmelztinte kann einen Schmelzpunkt im Bereich von 65 bis 150°C, im Bereich von 70 bis 140°C, im Bereich von 75 bis 135°C oder im Bereich von 85 bis 125°C haben; der Schmelzpunkt kann beispielsweise mittels DSC-Messung bei einer Geschwindigkeit von 10°C/Min. bestimmt werden. Die Viskosität der Heißschmelztinte bei 140°C kann im Bereich von 1 mPa·s bis 13 mPa·s, im Bereich von 2 mPa·s bis 13 mPa·s oder im Bereich von 4 mPa·s bis 12 mPa·s liegen.

[0037] Die Tintenzusammensetzung kann unter Anwendung eines geeigneten Verfahrens hergestellt werden. Die Bestandteile des Tintenträgers können beispielsweise miteinander vermischt werden, und dann wird das Gemisch mindestens auf die Temperatur erwärmt, bei der das Gemisch schmilzt, wie zum Beispiel auf eine Temperatur im Bereich von 60 bis 150°C, auf eine Temperatur im Bereich von 80 bis 145°C oder auf eine Temperatur im Bereich von 85 bis 140°C. Der färbende Bestandteil kann vor dem Erwärmen der Tintenbestandteile oder nach dem Erwärmen der Tintenbestandteile zugegeben werden. Wenn der färbende Bestandteil ein Pigment ist, kann das geschmolzene Gemisch in einem Attritor, in einer Kugelmühle oder in einer anderen Mischvorrichtung, in der hohe Mischkräfte auftreten, gemahlen werden, um das Pigment in dem Tintenträger zu dispergieren. Das erwärmte Gemisch wird danach 5 Sekunden bis 30 Minuten oder länger gerührt, um eine im Wesentlichen homogene, gleichmäßige Schmelze zu erhalten, und dann wird die Tinte auf Umgebungstemperatur (20 bis 25°C) abgekühlt. Die Tinte ist bei Umgebungstemperatur fest.

[0038] Die erfindungsgemäß hergestellte Tinte kann in einer Apparatur zum direkten Tintenstrahldrucken oder beim indirekten Tintenstrahldrucken (Offset-Drucken) verwendet werden. Ein Beispiel für ein Tintenstrahldruckverfahren ist ein Verfahren, umfassend das Einbringen der erfindungsgemäß hergestellten Tinte in einen Tintenstrahldrucker, das Schmelzen der Tinte, das Versprühen von feinen Tröpfchen der geschmolzenen Tinte und das Aufbringen der Tröpfchen in Form eines bildförmigen Musters auf einem Aufzeichnungssubstrat, auf dem das Bild oder der Ausdruck letztendlich verbleibt. Ein anderes Beispiel für ein Tintenstrahldruckverfahren ist ein Verfahren, umfassend das Einbringen der erfindungsgemäß hergestellten Tinte in einen Tintenstrahldrucker, das Schmelzen der Tinte, das Versprühen von feinen Tröpfchen der geschmolzenen Tinte, das Aufbringen der Tröpfchen in Form eines bildförmigen Musters auf einem Zwischenübertragungselement und das Übertragen der Tinte in Form eines bildförmigen Musters vom Zwischenübertragungselement auf ein Aufzeichnungssubstrat. Das Zwischenübertragungselement kann auf eine Temperatur erwärmt werden, die höher als die Temperatur des Aufzeichnungsblattes beziehungsweise Aufzeichnungssubstrats und niedriger als die Temperatur der geschmolzenen Tinte in dem Drucker ist. Es ist bevorzugt, dass sowohl das Zwischenübertragungselement als auch das Aufzeichnungsblatt erwärmt werden; entsprechend dieser Ausführungsform werden sowohl das Zwischenübertragungselement als auch das Aufzeichnungsblatt auf eine Temperatur erwärmt, die niedriger als die Temperatur der geschmolzenen Tinte in dem Drucker ist, wobei (1) das Zwischenübertragungselement auf eine Temperatur erwärmt wird, die höher als die Temperatur des Aufzeichnungssubstrats und niedriger als die Temperatur der geschmolzenen Tinte in dem Drucker ist; (2) das Aufzeichnungssubstrat auf eine Temperatur erwärmt wird, die höher als die Temperatur des Zwischenübertragungselementes und niedriger als die Temperatur der geschmolzenen Tinte in dem Drucker ist; oder (3) das Zwischenübertragungselement und das Aufzeichnungsblatt auf annähernd die gleiche Temperatur erwärmt werden. Der Drucker kann eine piezoelektrische Vorrichtung umfassen; in diesem Fall werden die feinen Tröpfchen der Tinte aufgrund von Schwingungen piezoelektrischer Elemente in Form eines bildförmigen Musters versprührt. Die erfindungsgemäß hergestellte Tinte kann aber auch in anderen Druckprozessen verwendet werden, in denen Heißschmelztinten verwendet werden, wie zum Beispiel beim akustischen Tintenstrahldrucken; beim thermischen Tintenstrahldrucken; bei einem Tintenstrahldruckverfahren, in dem ein kontinuierlicher Tintenstrahl erzeugt und abgelenkt wird; oder dergleichen. Die erfindungsgemäß hergestellte Heißschmelztinte kann auch in einem Druckprozess verwendet werden, der kein Tintenstrahldruckverfahren ist, bei dem eine Heißschmelztinte verwendet wird.

[0039] Das Aufzeichnungssubstrat oder Aufzeichnungsblatt kann ein Normalpapier sein, wie zum Beispiel XEROX 4200 Papier, XEROX Image Series Papier, Courtland 4024 DP Papier, liniertes Notizpapier, ein Wertzeichenpapier, ein mit Siliziumoxid beschichtetes Papier, wie beispielsweise ein mit Siliziumoxid beschichtetes

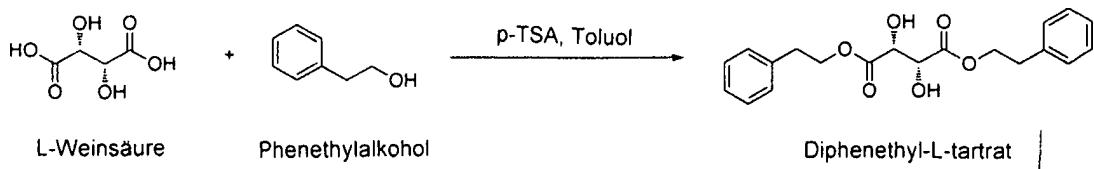
Papier von Sharp Company, JuJo Papier oder HAMMERMILL LASERPRINT Papier; ein beschichtetes Glanzpapier, wie zum Beispiel XEROX Digital Color Elite Gloss oder Sappi Warren Papers LUSTROGLOSS; ein Spezialpapier, wie beispielsweise Xerox DURAPAPER; eine Transparentfolie; ein Gewebe; ein Textilprodukt; ein Kunststoff; ein Polymerfilm; ein anorganisches Aufzeichnungsmedium, wie beispielsweise ein Metall; oder Holz.

[0040] Die Erfindung wird im Folgenden anhand von Beispielen genauer beschrieben. Alle Teil- und Prozentangaben sind auf das Gewicht bezogen, wenn nicht anders angegeben.

Beispiele

Herstellung der verwendeten Materialien

Herstellung von Diphenethyl-L-tartrat (DPT)



[0041] L-Weinsäure (9,0 g; 60 mMol), Phenethylalkohol (22,0 g; 180 mMol) und Toluol (120 ml) wurden in einen 500 ml Kolben eingebracht, der mit einem Dean-Stark-Abscheider ausgestattet war, wobei eine Suspension erhalten wurde. Dann wurde p-Toluolsulfonsäure Monohydrat (p-TSA; 0,14 g; 0,75 mMol) zugegeben, und das Gemisch wurde 17 Stunden lang unter Rückfluss erwärmt, wobei das Wasser azeotrop entfernt wurde. Das Reaktionsgemisch wurde auf Raumtemperatur abgekühlt, mit einer wässrigen NaHCO_3 -Lösung gewaschen (2x), dann mit einer Kochsalzlösung gewaschen (1x) und danach über MgSO_4 getrocknet. Nach dem Abfiltrieren und Entfernen des Lösungsmittels wurde der Rückstand unter Verwendung von Toluol umkristallisiert, wobei 16,9 g (Ausbeute: 79%) weiße Kristalle erhalten wurden. Die Probe wurde mittels ^1H NMR-Spektroskopie identifiziert, und eine Analyse zeigte, dass die Säurezahl der Probe 4,06 mg KOH/g betrug.

[0042] Die folgende Tabelle 1 zeigt die thermischen und rheologischen Daten von DPT, die bestätigen, dass DPT gut als kristallines Material in der erfindungsgemäß hergestellten Heißschmelztinte verwendet werden kann.

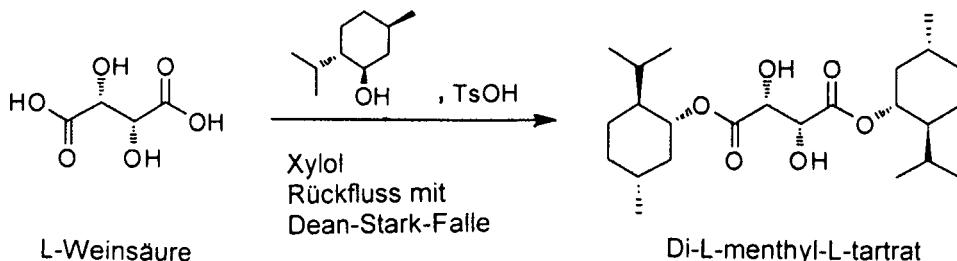
Tabelle 1

Eigenschaft	angestrebter Wert	gemessener Wert
T_{schm}^*	< 140°C	110°C
T_{krist}^*	> 65°C	83°C
η bei 140°C**	< 10 mPa·s	4,7 mPa·s

* Die DSC-Daten wurden mit der Vorrichtung Q1000 Differential Scanning Calorimeter (TA Instruments) bei einer Geschwindigkeit von 10°C/Min. im Bereich von –50 bis 200 bis –50°C erhalten.

** Die rheologischen Daten wurden mit der Vorrichtung RFS3 Controlled Strain Rheometer (TA Instruments), ausgestattet mit einer Peltier-Heizplatte, unter Verwendung einer 25 mm Parallelplatte erhalten. Das Messverfahren wurde im Temperature-Sweep-Modus in Temperaturschritten von 5°C von einer hohen Temperatur zu einer niedrigen Temperatur, wobei die Haltezeit (Gleichgewichtseinstellungszeit) 120 Sekunden zwischen den jeweiligen Temperaturschritten betrug, und bei einer konstanten Frequenz von 1 Hz durchgeführt.

Herstellung von Di-L-menthyl-L-tartrat (DMT)



[0043] L-Weinsäure (18,0 g; 120 mMol), 1-Menthol (37,5 g; 240 mMol) und Xylol (240 ml) wurden in einen 500 ml Kolben eingebracht, der mit einem Dean-Stark-Abscheider ausgestattet war, wobei eine Suspension erhalten wurde. Dann wurde p-Toluolsulfonsäure·Monohydrat (TsOH; 0,29 g; 1,5 mMol) zugegeben, und das Gemisch wurde 18 Stunden lang unter Rückfluss erwärmt, wobei das Wasser azeotrop entfernt wurde. Das Reaktionsgemisch wurde auf Raumtemperatur abgekühlt, mit einer 10-gewichtsprozentigen wässrigen KOH-Lösung gewaschen (1×), dann mit einer Kochsalzlösung gewaschen (2×) und danach über MgSO_4 getrocknet. Nach dem Abfiltrieren und Entfernen des Lösungsmittels wurde der Rückstand bei 120°C unter Röhren im Vakuum getrocknet, wobei 34,9 g (Ausbeute: 68%) eines amorphen Feststoffes erhalten wurden. Die Probe wurde mittels ^1H NMR-Spektroskopie identifiziert, und eine Analyse zeigte, dass die Säurezahl der Probe 1,23 mg KOH/g betrug.

[0044] Die folgende Tabelle 2 zeigt die thermischen und rheologischen Daten von DMT, die bestätigen, dass DMT gut als amorphes Material in der erfindungsgemäß hergestellten Heißschmelztinte verwendet werden kann.

Tabelle 2

Eigenschaft	angestrebter Wert	gemessener Wert		
		Di-L-menthyl-L-tartrat	Di-L-menthyl-DL-tartrat	Di-DL-menthyl-L-tartrat
Tg*	10–50°C	19°C	18°C	13°C
η bei 140°C**	< 10^2 mPa·s	10 mPa·s	10 mPa·s	10 mPa·s

* Die DSC-Daten wurden mit der Vorrichtung Q1000 Differential Scanning Calorimeter (TA Instruments) bei einer Geschwindigkeit von 10°C/Min. im Bereich von -50 bis 200 bis -50°C erhalten.

** Die rheologischen Daten wurden mit der Vorrichtung RFS3 Controlled Strain Rheometer (TA Instruments), ausgestattet mit einer Peltier-Heizplatte, unter Verwendung einer 25 mm Parallelplatte erhalten. Das Messverfahren wurde im Temperature-Sweep-Modus in Temperaturschritten von 5°C von einer hohen Temperatur zu einer niedrigen Temperatur, wobei die Haltezeit (Gleichgewichtseinstellungszeit) 120 Sekunden zwischen den jeweiligen Temperaturschritten betrug, und bei einer konstanten Frequenz von 1 Hz durchgeführt.

Herstellung einer Heißschmelztinte

[0045] DPT als kristalliner Bestandteil (3,5 g) und DMT als amorpher Bestandteil (1,5 g) wurden in geschmolzenem Zustand bei 140°C 30 Minuten lang miteinander vermischt, und dann wurde das erhaltene Gemisch abgekühlt, wobei eine Heißschmelztinte erhalten wurde. Die thermischen und rheologischen Daten dieser Tinte sind in der folgenden Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3

Eigenschaft	angestrebter Wert	gemessener Wert
T _{schm} *	< 140°C	104°C
T _{krist} *	> 65°C	73°C
η bei 140°C**	< 11 mPa·s	5,2 mPa·s
bei RT**	> 10 ⁶ mPa·s	> 10 ⁶ mPa·s

* Die DSC-Daten wurden mit der Vorrichtung Q1000 Differential Scanning Calorimeter (TA Instruments) bei einer Geschwindigkeit von 10°C/Min. im Bereich von -50 bis 200 bis -50°C erhalten.

** Die rheologischen Daten wurden mit der Vorrichtung RFS3 Controlled Strain Rheometer (TA Instruments), ausgestattet mit einer Peltier-Heizplatte, unter Verwendung einer 25 mm Parallelplatte erhalten. Das Messverfahren wurde im Temperature-Sweep-Modus in Temperaturschritten von 5°C von einer hohen Temperatur zu einer niedrigen Temperatur, wobei die Haltezeit (Gleichgewichtseinstellungszeit) 120 Sekunden zwischen den jeweiligen Temperaturschritten betrug, und bei einer konstanten Frequenz von 1 Hz durchgeführt.

[0046] Die DSC-Daten der erhaltenen Heißschmelztinte sind in der **Fig. 1** gezeigt. Die Tinte hatte eine Schmelztemperatur (T_{schm}) von 104°C und eine Kristallisationstemperatur (T_{krist}) von 73°C; diese Werte liegen innerhalb der angestrebten Bereiche (siehe Tabelle 3). Die **Fig. 2** zeigt die rheologischen Daten der erhaltenen Tinte. Die Heißschmelztinte hatte eine Viskosität von 5,2 mPa·s bei 140°C und zeigte eine Phasenumwandlung auf > 10⁶ mPa·s bei etwa 85°C. Diese Werte, die innerhalb der angestrebten Bereiche liegen, können durch Variieren des Verhältnisses amorphes Material/kristallines Material verändert werden.

Druckeigenschaften

[0047] Zu der erhaltenen Tinte wurde weiterhin ein färbender Bestandteil gegeben. DPT als kristalliner Bestandteil (3,40 g) und DMT als amorpher Bestandteil (1,45 g) wurden in geschmolzenem Zustand bei 140°C 30 Minuten lang miteinander vermischt, und dann wurden 0,15 g des Farbstoffes Orasol Blue GN portionsweise zugegeben. Die Tinte mit dem Farbstoff wurde dann eine weitere Stunde lang gerührt und danach auf Raumtemperatur abgekühlt.

[0048] Die erhaltene gefärbte Tinte wurde unter Verwendung der Vorrichtung K-Printing Proofer (hergestellt von RK Print Coat Instrument Ltd., Litlington, Royston, Hers, SG8 0OZ, U. K.) auf das Papier Xerox Digital Color Elite Gloss (DCEG) mit einem Flächengewicht von 120 g/m² gedruckt, wobei ein widerstandsfähiger Ausdruck erhalten wurde, der nicht leicht vom Papiersubstrat entfernt werden konnte.

[0049] Wenn ein Kratz/Mess-Finger mit einer gewölbten Spitze bei einem Winkel von etwa 15° zur Vertikalen mit einem Andruck von 528 g mit einer Geschwindigkeit von etwa 13 mm/s über das erhaltene Bild gezogen wurde, ergab die visuelle Überprüfung, dass sich keine Tinte vom Bild abgelöst hatte. Der Kratz/Mess-Finger war vergleichbar mit einer Schneidelatte mit runder Schneidkante mit einer Krümmung von etwa 12 mm.

[0050] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen von festen Tintenzusammensetzungen, die insbesondere für das Tintenstrahldrucken verwendet werden können und die mindestens einen kristallinen Bestandteil und mindestens einen amorphen Bestandteil enthalten. Die Tinten können ebenfalls einen färbenden Bestandteil enthalten, wie beispielsweise ein Pigment oder einen Farbstoff. Die kristallinen und amorphen Bestandteile können bei der Veresterung von Weinsäure mit einem Alkohol, wie beispielsweise Phenethylalkohol oder Menthol, erhalten werden. Die erhaltenen kristallinen und amorphen Bestandteile haben die gewünschten physikalischen Eigenschaften und ergeben in Kombination miteinander eine widerstandsfähige Heißschmelztinte.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen einer Heißschmelztinte, umfassend: das Bereitstellen eines kristallinen Bestandteils, der in geschmolzenem Zustand vorliegt; das Bereitstellen eines amorphen Bestandteils, der in geschmolzenem Zustand vorliegt; das Vermischen der kristallinen und amorphen Bestandteile, um ein Gemisch zu erhalten; und das Abkühlen des Gemisches, um eine Heißschmelztinte zu erhalten,

wobei der amorphe Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Di-L-menthyl-L-tartrat, Di-DL-menthyl-L-tartrat, Di-L-menthyl-DL-tartrat, Di-DL-menthyl-DL-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon, und

wobei der kristalline Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Dibenzyl-L-tartrat, Diphenethyl-L-tartrat, Bis(3-phenyl-1-propyl)-L-tartrat, Bis(2-phenoxyethyl)-L-tartrat, Diphenyl-L-tartrat, Bis(4-methylphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxyphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methylbenzyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxybenzyl)-L-tartrat, Di-cyclohexyl-L-tartrat, Bis(4-t-butylcyclohexyl)-L-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon.

2. Verfahren nach Anspruch 1, weiterhin umfassend das Zugeben eines färbenden Bestandteils zu dem Gemisch, bevor das Gemisch abgekühlt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei der kristalline Bestandteil und der amorphe Bestandteil in einem Gewichtsverhältnis von 50:50 bis 95:5 miteinander vermischt werden.

4. Verfahren nach Anspruch 3, wobei der kristalline Bestandteil und der amorphe Bestandteil in einem Gewichtsverhältnis von 65:35 bis 90:10 miteinander vermischt werden.

5. Verfahren nach Anspruch 4, wobei der kristalline Bestandteil und der amorphe Bestandteil in einem Gewichtsverhältnis von 70:30 bis 90:10 miteinander vermischt werden.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die kristallinen und amorphen Bestandteile Weinsäureester sind, die bei einer Veresterungsreaktion unter Verwendung eines Alkohols erhalten wurden.

Es folgen 2 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

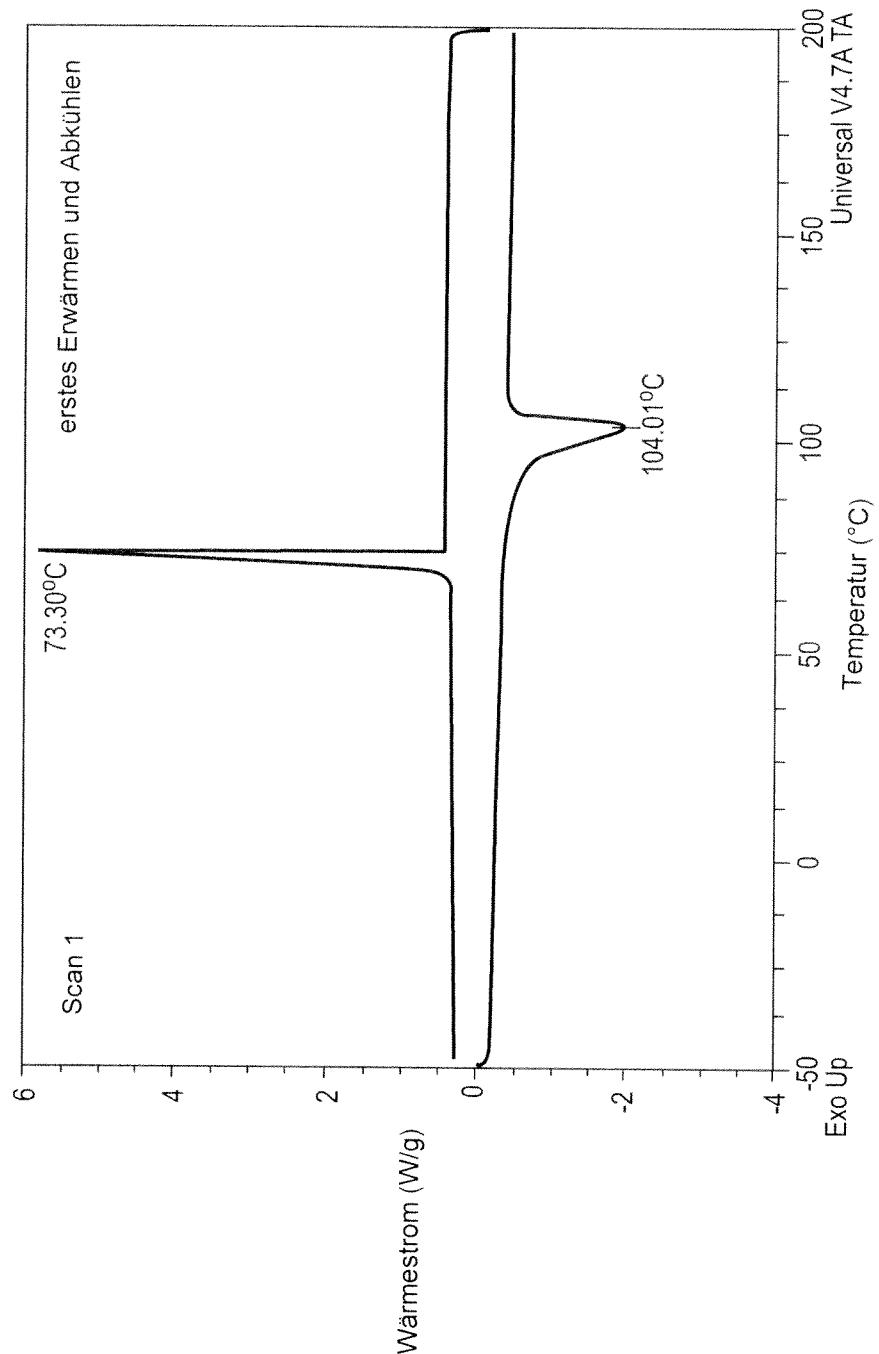


FIG. 1

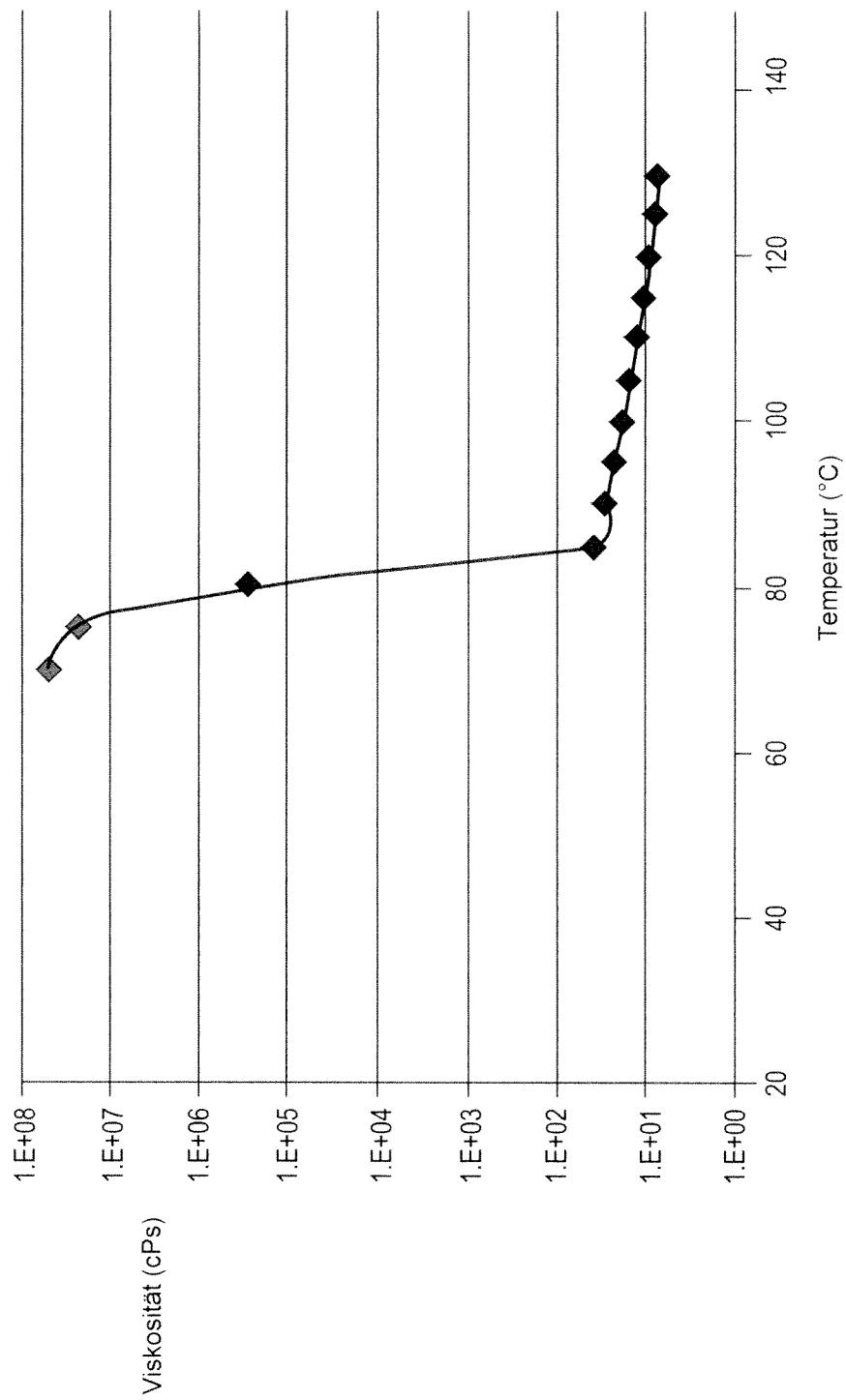


FIG. 2