



(10) **DE 10 2014 209 706 A1 2014.12.04**

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2014 209 706.1**

(22) Anmeldetag: **21.05.2014**

(43) Offenlegungstag: **04.12.2014**

(51) Int Cl.: **C09D 11/102 (2014.01)**

C09D 11/02 (2006.01)

C09D 145/00 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

13/905,309

30.05.2013 US

(72) Erfinder:

Mayo, James D., Mississauga, Ontario, CA;

Drappel, Stephan V., Toronto, Ontario, CA;

Allen, C. Geoffrey, Waterdown, Ontario, CA;

Abraham, Biby Esther, Mississauga, Ontario, CA;

Hadzidedic, Sonja, Oakville, Ontario, CA

(71) Anmelder:

Xerox Corporation, Norwalk, Conn., US

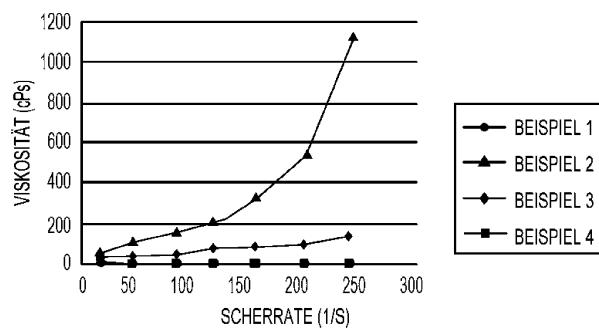
(74) Vertreter:

**Grünecker, Kinkeldey, Stockmair &
Schwanhäusser, 80802 München, DE**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **DECKSCHICHTZUSAMMENSETZUNG FÜR DEN TINTENSTRAHLDRUCK**

(57) Zusammenfassung: Eine tintenstrahlausstoßbare Überdruckzusammensetzung enthält ein umkehrbares Polymermaterial, das durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen umkehrbar zwischen einem flüssigen Zustand und einem festen Zustand übergehen kann, wobei das umkehrbare Polymermaterial bei Kühlung durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen innerhalb eines Zeitraums von weniger als ungefähr 10 Sekunden von einem flüssigen Zustand in einen festen Zustand übergeht.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Offenbarung ist im Allgemeinen auf Deckschichtzusammensetzungen zur Verwendung im Tintenstrahldruck, z. B. Tintenstrahldruck mit fester Druckfarbe, wobei die Deckschichtzusammensetzung ein umkehrbares Polymermaterial umfasst, das dem gedruckten Tintenstrahldruck Robustheit, z. B. verbesserte Kratz- und Abriebfestigkeit, verleiht, und auf ein Verfahren für den Tintenstrahldruck unter Verwendung der Deckschichtzusammensetzung gerichtet.

[0002] Es besteht ein Bedarf an einem langlebigen harten Material mit einer sehr geringen Schmelzviskosität, das bei typischen Tintenstrahlbetriebstemperaturen strahlausgestoßen werden. Darüber hinaus besteht ein Bedarf für eine tintenstrahlausstoßbare Schutzzusammensetzung, die Überdruckbeschichtungseigenschaften bereitstellt, z. B. Wärme- und Lichtstabilität, Kratzfestigkeit und Schmierfestigkeit (oder Abriebfestigkeit), ohne jedoch darauf beschränkt zu sein, insbesondere bei kommerziellen Druckanwendungen. Mehr im Detail besteht ein Bedarf an einer Überdruckbeschichtung, die eine geringe Viskosität (um ein Tintenstrahlausstoßen zu ermöglichen) aufweist, aber bei der allgemein hohen Temperatur, die für den Tintenstrahlausstoß erforderlich ist, dennoch stabil ist und die gewünschten Eigenschaften erzielt, z. B. die Fähigkeit, das mit Druckfarbe versehene Bild auf dem Drucksubstrat zu benetzen und ein Bild vor Sonne, Hitze usw. zu schützen.

[0003] Die vorliegende Offenbarung wird den obigen und anderen Anforderungen bei Ausführungsformen gerecht, indem sie eine Deckschichtzusammensetzung zur Verwendung im Tintenstrahldruck bereitstellt, wobei die Deckschichtzusammensetzung ein umkehrbares Polymermaterial umfasst, das dem gedruckten Tintenstrahlbild Robustheit verleiht.

[0004] Mehr im Detail stellt die vorliegende Offenbarung eine tintenstrahlausstoßbare Überdruckzusammensetzung bereit, die ein umkehrbares Polymermaterial umfasst, das durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen umkehrbar zwischen einem flüssigen Zustand und einem festen Zustand übergehen kann, wobei das umkehrbare Polymermaterial bei Kühlung durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen innerhalb eines Zeitraums von weniger als ungefähr 10 Sekunden von einem flüssigen Zustand in einen festen Zustand übergeht.

[0005] Bei einer weiteren Ausführungsform stellt die vorliegende Offenbarung ein Verfahren für den Tintenstrahldruck bereit, das umfasst:

Bereitstellen einer tintenstrahlausstoßbaren Überdruckzusammensetzung nach Anspruch 1; Tintenstrahlausstoßen der Überdruckzusammensetzung auf ein Substrat, auf dem sich ein Bild befindet; und Kühlen der Überdruckzusammensetzung, wodurch das umkehrbare Polymermaterial durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen innerhalb eines Zeitraums von weniger als ungefähr 10 Sekunden von einem flüssigen Zustand in einen festen Zustand übergeht.

[0006] Die **Fig. 1A** und **Fig. 1B** zeigen Viskositätseigenschaften von Beschichtungen gemäß den Beispielen.

[0007] Die **Fig. 2A** und **Fig. 2B** zeigen rheologische Daten von Beschichtungen gemäß den Beispielen.

[0008] **Fig. 3** zeigt die Bruchfestigkeit von Beschichtungen gemäß den Beispielen.

[0009] Die vorliegende Offenbarung stellt tintenstrahlausstoßbare Bildschutzzusammensetzungen bereit, die ein umkehrbares Polymermaterial umfassen, das insbesondere für Tintenstrahldrucker und im Spezifischen für das digitale Auftragen einer Deckschicht auf ein gedrucktes Tintenstrahlbild ausgelegt ist. Die Zusammensetzungen umfassen ein umkehrbares Polymermaterial, das aus konstitutiven Materialien auf der Basis von Diels-Alder-Chemie gebildet ist, das durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen schnell zwischen einem flüssigen Zustand und einem festen Zustand übergehen kann.

[0010] Im erhitzen flüssigen Zustand ist die Zusammensetzung vorzugsweise eine Flüssigkeit mit geringer Viskosität und leicht strahlausstoßbar. Bei Kühlung erfährt die Zusammensetzung schnell umkehrbare Cycloadditionsreaktionen, die die flüssige Zusammensetzung in eine gehärtete Schutzdeckschicht umwandeln. Diese Schutzdeckschicht stellt gedruckte Bilder mit z. B. Beständigkeit, Wärme- und Lichtstabilität sowie Kratz- und Schmierfestigkeit bereit. Somit ist die Zusammensetzung insbesonders für das Beschichten von druckfarbenbasierten Bildern auf Substraten gut geeignet, die Wärme und Sonnenlicht ausgesetzt sind, da die Zusammensetzung das Bild vor Rissen und Verblassen schützt, dem Bild Permanenz verleiht und ein Überschreiben bei Nichtvorhandensein von Schmieren und Wulsten ermöglicht.

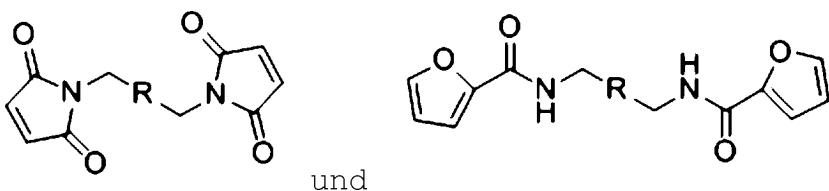
[0011] Die Deckschichtzusammensetzung enthält ein umkehrbares Polymermaterial als wesentliche Komponente, das durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen umkehrbar zwischen einem flüssigen Zustand und einem festen Zustand übergehen kann. Bei Ausführungsformen ist das umkehrbare Polymer aus konstitutivem Material auf der Basis von Diels-Alder-Chemie gebildet. Diese Materialien sind dahingehend "härtbar", dass sie in einem flüssigen Zustand auf einem Substrat abgeschieden werden können, wozu sie sich für Abscheidungsverfahren wie Sprühen, Tintenstrahlausstoßen und dergleichen eignen. Diese Materialien haben Endgruppen, die sich für Diels-Alder-Cycloadditionen eignen, und coexistieren im geschmolzenen oder flüssigen Zustand als Flüssigkeit mit sehr niedriger Viskosität. Während die Materialien abgekühlt werden, erfolgt jedoch eine Cycloaddition, die zu harten Polymeren mit ausgezeichneten Filmbildungs- und Haftcharakteristika führt. Das umkehrbare Polymermaterial ist somit bei Tintenstrahldruckanwendungen besonders nützlich, da es im geschmolzenen Zustand auf leichte Weise strahlausgestoßen werden kann, im verfestigten Zustand jedoch ein hartes Polymer bildet. Die umkehrbare Beschaffenheit der Reaktion ermöglicht darüber hinaus, dass die Zusammensetzung in der Druckvorrichtung wiederholt erhitzt und gekühlt werden kann, um der Druckanforderung zu entsprechen.

[0012] Umkehrpolymere auf Diels-Alder-Basis sind im Allgemeinen bekannt und wurden in Bezug auf die Verwendung beim Druck mit fester Druckfarbe untersucht, wie beispielsweise in den US-Patenten Nr. 5,844,020, 5,952,402 und 6,042,227 veranschaulicht. Die bisher untersuchten Polymere auf Diels-Alder-Basis sind jedoch mit langen Verfestigungszeiten verbunden, nachdem sie auf einem Substrat abgeschieden wurden. Beispielsweise wurde festgestellt, dass viele der bisherigen Polymere auf Diels-Alder-Basis Verfestigungszeiten in der Größenordnung von mehreren Stunden aufweisen, wodurch sie sich nicht für eine Verwendung bei den meisten Druckanwendungen eignen. Lange Verfestigungszeiten sind ungeeignet, da das Bild, während das gedruckte Material in einem flüssigen oder halbflüssigen Zustand bleibt, verzerrt werden kann, sich die Bildqualität verschlechtern kann und die gedruckten Bilder nicht übereinander gestapelt werden können, was zu einem größeren Platzbedarf oder einem geringeren Durchsatz führt.

[0013] Im Gegensatz dazu haben die umkehrbaren Polymermaterialien der vorliegenden Offenbarung Verfestigungszeiten in der Größenordnung von Sekunden, wodurch sie sich besser zur Verwendung bei Druck- und Bildgebungsanwendungen eignen. Aufgrund der schnelleren Verfestigungszeiten behalten die gedruckten Bilder ihre hohe Bildqualität, können gedruckte Bögen aufeinander gestapelt werden und kann ein schnellerer Durchsatz erzielt werden. Somit ist die Verfestigungszeit des umkehrbaren Polymermaterials bei Ausführungsformen weniger als ungefähr 10 Sekunden, z. B. weniger als ungefähr 5 Sekunden oder weniger als ungefähr 3 Sekunden. Beispielsweise kann die Verfestigungszeit für das umkehrbare Polymermaterial ungefähr 0,01 Sekunden oder ungefähr 0,05 Sekunden oder ungefähr 0,1 Sekunde bis ungefähr 0,5 Sekunden oder ungefähr 1 Sekunde oder ungefähr 5 Sekunden betragen. Unter "Verfestigung" versteht sich hier, dass die Probe gehärtet ist und ein hörbares Klickgeräusch abgibt, wenn man mit einer Spachtel dagegenklopft. Beispielsweise wenn Proben als Filme hergestellt werden, die eine Dicke von 5 mm nicht überschreiten, ist die Kühlrate sehr schnell und spielt bei den Verfestigungszeiten keiner der Proben keine Rolle. Bei diesen Proben ist die Verfestigungszeit als die Zeit nach der schnellen Kühlung auf Umgebungs- oder Raumtemperatur anzusehen. Der Polymerisationsgrad kann darüber hinaus unter Verwendung von ¹H-NMR-Spektroskopie gemessen werden, auch wenn festgestellt wurde, dass der Polymerisationsgrad nicht notwendigerweise mit Verfestigungszeiten korreliert.

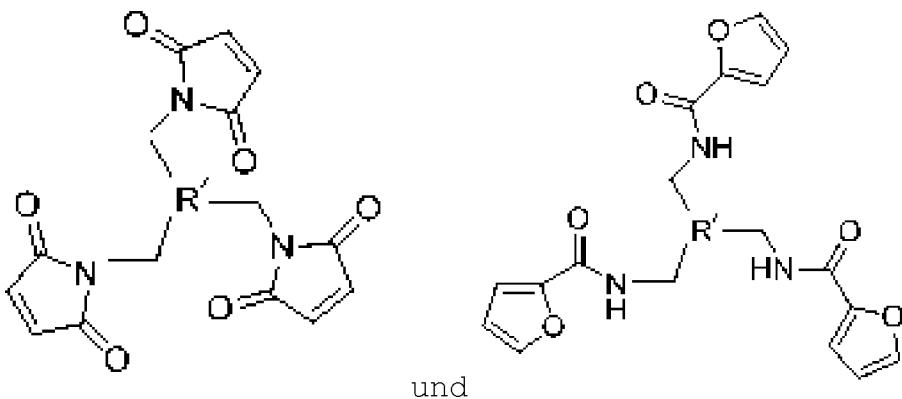
[0014] Um diese schnelleren Verfestigungszeiten zu erzielen, verwenden Ausführungsformen der vorliegenden Offenbarung umkehrbare Polymermaterialien, die aus Maleimiden und Furanen gebildet sind, mit variierender Verknüpfungsschemie. Die Maleimide und Furane können in einer beliebigen Form vorliegen, z. B. als Bismaleimide und Bisfurane, trigonale Maleimide und trigonale Furane und dergleichen. Die Verknüpfungsgruppen können in Länge und Chemie variieren und können beispielsweise lineare oder verzweigte Alkylgruppen, cyclische Alkylgruppen, Arylgruppen, Arylalkylgruppen, Alkylarylgruppen, Alkenyldioxygruppen und dergleichen umfassen, wobei allesamt substituiert oder unsubstituiert sein können. Auch wenn nicht eingeschränkt, geht man davon aus, dass sich die Größe der Verknüpfungsgruppe mit steigender Verfestigungszeit erhöht. Beispielsweise erhöht sich die Verfestigungszeit tendenziell auch mit steigender Anzahl von Kohlenstoffatomen in der Verknüpfungsgruppe oder mit steigender Anzahl von Sauerstoffatomen (z. B. in den Alkyleneoxygruppen) in der Verknüpfungsgruppe. Natürlich kann es immer noch möglich sein, Verbindungen mit ansonsten langsameren Verfestigungszeiten zu verwenden, z. B. wenn sie in Kombination mit anderen Materialien verwendet werden, die eine schnellere Verfestigungszeit haben.

[0015] Beispielsweise sind geeignete Bismaleimide und Bisfurane durch die folgenden Strukturen dargestellt:

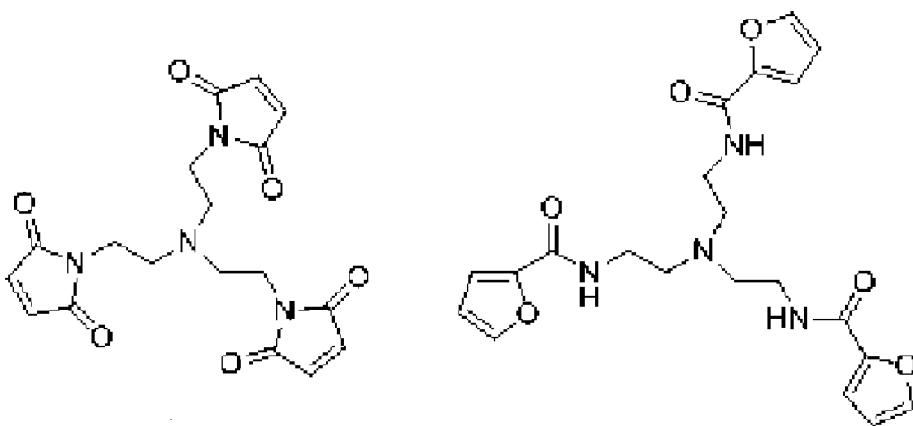


wobei R die Verknüpfungsgruppe ist. Beispielsweise kann R eine Alkylgruppe, z. B. eine lineare Alkylgruppe mit 1 oder ungefähr 2 bis ungefähr 20 Kohlenstoffatomen, ungefähr 3 bis ungefähr 15 Kohlenstoffatomen oder ungefähr 4 oder ungefähr 5 oder ungefähr 6 Kohlenstoffatomen bis ungefähr 8 oder ungefähr 10 oder ungefähr 12 Kohlenstoffatomen; eine cyclische Alkylgruppe, z. B. eine cyclische Alkylgruppe mit ungefähr 5 oder ungefähr 6 Kohlenstoffatomen bis ungefähr 8 oder ungefähr 10 Kohlenstoffatomen; eine Arylgruppe, z. B. eine Phenylgruppe oder eine Naphthylgruppe; eine Alkylendioxygruppe mit ungefähr 1 oder ungefähr 2 bis ungefähr 20 Kohlenstoffatomen oder ungefähr 2 bis ungefähr 10 Kohlenstoffatomen oder ungefähr 3 bis ungefähr 8 Kohlenstoffatomen, z. B. eine Ethylendioxygruppe; oder dergleichen sein.

[0016] Bei weiteren Ausführungsformen können trigonale Strukturen verwendet werden. Beispielsweise sind geeignete trigonale Maleimide und Furane durch die folgenden Strukturen dargestellt:



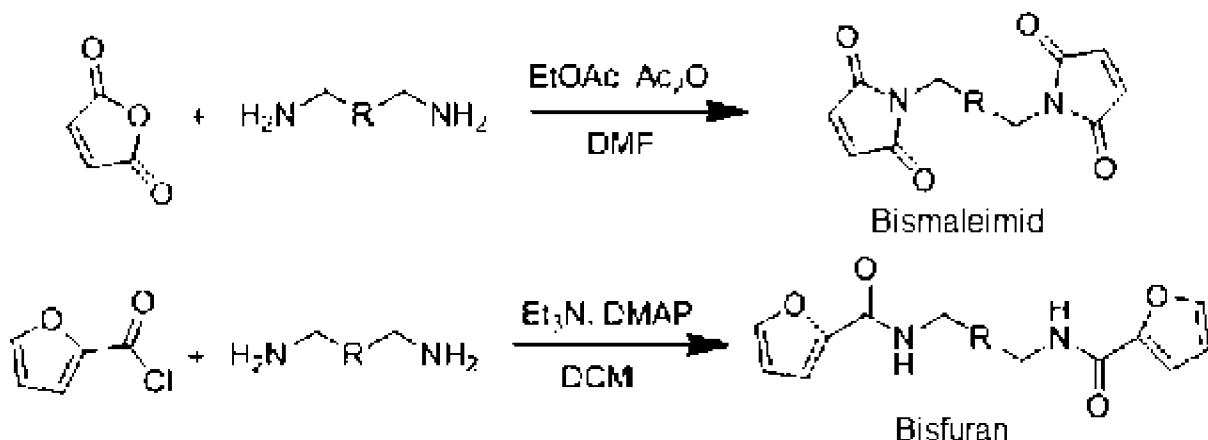
wobei R' NR₃ ist, wobei R jeweils gleich oder unterschiedlich ist und die Verbindungsgruppe ist, wie oben definiert. Spezifische Ausführungsformen der trigonalen Maleimide und Furane, wobei R' N(CH₂)₃- ist, sind durch die folgenden Strukturen dargestellt:



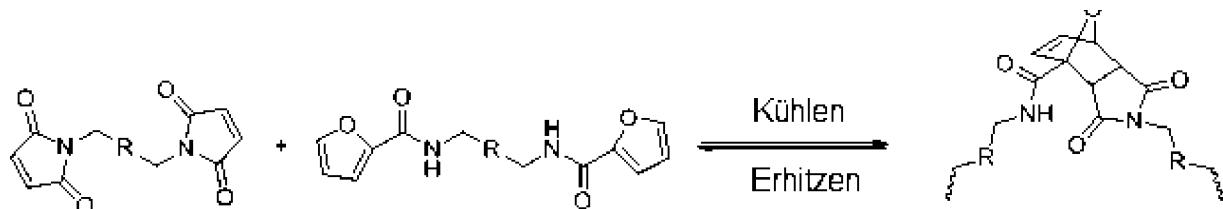
[0017] Bei noch weiteren Ausführungsformen können andere Formen von Maleimiden und Furanen verwendet werden, und es wird verstanden, dass die vorliegende Offenbarung nicht auf Bis- oder Trisstrukturen beschränkt ist.

[0018] Die Maleimide und Furanen können durch auf dem Gebiet bekannte Reaktionen hergestellt werden, die wie ersichtlich sein wird modifiziert sind, um gewünschte Verknüpfungsgruppen zu integrieren. Beispielsweise können die Bismaleide auf einfache Weise durch Reagieren von Maleinanhydrid mit einem geeigneten Reaktionspartner wie einer Diaminoverbindung hergestellt werden. Auf ähnliche Weise können die Bisfuranen durch Reagieren von 2-Furoylchlorid mit einem geeigneten Reaktionspartner wie einer Diaminoverbindung auf ein-

fache Weise hergestellt werden. Bei einer Ausführungsform, bei der die Diaminoverbindung ein Diaminoalkan wie ein Diaminoctan ist, können das Bismaleimid und das Bisfuran wie folgt hergestellt werden:



wobei R die Verknüpfungsgruppe wie oben beschrieben ist. Ähnliche Reaktionsschemata können verwendet werden, um die trigonalen Maleimide und Furane herzustellen. Damit die Diels-Alder-Cycloadditionsreaktionen fortschreiten können, enthält das reversible Polymermaterial bei Ausführungsformen eine Mischung von Maleimidmonomereinheiten oder -spezies und Furanmonomereinheiten oder -spezies. Das Erhitzen der festen Maleimid-/Furan-Mischung über deren Schmelzpunkt führt zu Flüssigkeiten mit sehr niedriger Viskosität. Das Kühlen der Mischungen fördert jedoch die Diels-Alder-Kopplung, was zur Bildung von Polymeren führt. Das Erhitzen der Polymere über den Schmelzpunkt der konstitutiven Maleimid- und Furanspezies kehrt den Prozess um, wobei die Flüssigkeit mit niedriger Viskosität wiederhergestellt wird. Dieser umkehrbare Übergang der Materialien von Monomereinheiten oder -spezies zu Polymer ist durch das folgende Reaktionsschema für einen Satz von Materialien veranschaulicht:



[0019] Bei der Bildung der Mischung von Maleimidmonomereinheiten oder -spezies und Furanmonomereinheiten oder -spezies ist bei Ausführungsformen wünschenswert, dass die Materialien in ungefähr äquimolaren Mengen von Funktionsgruppen vorhanden sind. Wenn die Mischung aus Bismaleimiden mit zwei reaktiven Funktionsgruppen und Bisfuranen mit zwei reaktiven Funktionsgruppen gebildet ist, sind die Bismaleimide und Bisfuranen wünschenswerter Weise somit z. B. in einem Molverhältnis von ungefähr 1:1 vorhanden, z. B. ungefähr 1,5:1 bis ungefähr 1:1,5 oder ungefähr 1,3:1 bis ungefähr 1:1,3, ungefähr 1,2:1 bis ungefähr 1:1,2 oder ungefähr 1,1:1 bis ungefähr 1:1,1. Wenn die Mischung aus trigonalen Maleimiden mit drei reaktiven Funktionsgruppen und trigonalen Furancen mit drei reaktiven Funktionsgruppen gebildet ist, sind die trigonalen Maleimide und trigonalen Furane wünschenswerterweise gleichermaßen in einem Molverhältnis von ungefähr 1:1 vorhanden, z. B. ungefähr 1,5:1 bis ungefähr 1:1,5 oder ungefähr 1,3:1 bis ungefähr 1:1,3, ungefähr 1,2:1 bis ungefähr 1:1,2 oder ungefähr 1,1:1 bis ungefähr 1:1,1. Wenn die Mischung aus Bismaleimiden mit zwei reaktiven Funktionsgruppen und trigonalen Furancen mit drei reaktiven Funktionsgruppen oder aus trigonalen Maleimiden mit drei reaktiven Funktionsgruppen und Bisfuranen mit zwei reaktiven Funktionsgruppen gebildet ist, sind die Maleimide und Furane jedoch wünschenswerterweise in einem Molverhältnis des trigonalen Materials zum Bismaterial von ungefähr 2:3 vorhanden, z. B. ungefähr 2,5:3 bis ungefähr 2:2,5 oder ungefähr 2,3:3 bis 2:2,7, ungefähr 2,2:3 bis ungefähr 2:2,8 oder ungefähr 2,1:3 bis ungefähr 2:2,9. Auch wenn andere Materialverhältnisse verwendet werden können, hat das umkehrbare Polymermaterial zu viel flüssiges Restmaterial, wenn das Materialverhältnis zu weit von äquimolar abweicht. Das heißt, dass es zu viel von einem konstitutiven Material gibt, das es mit dem anderen Material zu reagieren gilt, um das umkehrbare Polymer im festen Zustand zu bilden, wenn das Verhältnis nicht ausgeglichen ist. Das überschüssige unreaktierte Material dient daher nur dazu, das gekoppelte umkehrbare Polymer zu verdünnen und dessen mechanische Integrität zu beeinträchtigen.

[0020] Auch wenn nicht erforderlich, ist bei Ausführungsformen darüber hinaus erwünscht, dass die zur Bildung der Mischung verwendeten Materialien die gleiche Verknüpfungsgruppe oder zumindest den gleichen allgemeinen Verknüpfungsgruppentyp aufweisen. Wenn die Mischung aus den dargestellten, oben gezeigten Maleimiden und Furanen gebildet ist, ist wünschenswert, dass die Maleimide und Furane die gleiche Verknüpfungsgruppe R oder zumindest den gleichen Typ der Verknüpfungsgruppe R aufweisen. Somit ist die Verknüpfungsgruppe der Maleimide und Furane bei Ausführungsformen somit jeweils eine Alkylgruppe, z. B. jeweils eine lineare Alkylgruppe der gleichen Kettenlänge; jeweils eine cyclische Alkylgruppe, z. B. jeweils eine cyclische Alkylgruppe mit der gleichen Struktur und Anzahl von Kohlenstoffatomen; jeweils eine Arylgruppe, z. B. jeweils eine Phenylgruppe; jeweils eine Alkylendioxygruppe, z. B. jeweils eine Ethylendioxygruppe; oder dergleichen. Mischungen von unterschiedlichen Abstandshaltergruppen können enthalten sein, mit der Maßgabe, dass die Chemien in jeder der Abstandshaltergruppen miteinander kompatibel sind, so dass die beiden Verbindungen ineinander vermischbar sind. Beispielsweise wären Mischungen mit sehr unterschiedlichen Polaritäten ungeeignet, da die beiden Reagenzien instabil wären und eine Phasentrennung durchlaufen würden. Natürlich können nach Wunsch unterschiedliche Verknüpfungsgruppen in den Materialien verwendet werden.

[0021] Gleichermaßen wird bei Ausführungsformen erwünscht, dass die bei der Bildung der Mischung verwendeten Materialien eine Form von Maleimid und eine Form von Furan sind. Dies ermöglicht, dass die Diels-Alder-Reaktion schneller fortschreitet, da die Gegenfunktionsgruppen der Materialien in der Mischung enger aneinander positioniert sind. Mehr als ein Typ von Maleimid und/oder mehr als ein Typ von Furan können nach Wunsch jedoch bei der Bildung der Mischung verwendet werden. Somit kann die Mischung beispielsweise aus einem Typ von Maleimid und einem Typ von Furan gebildet werden oder kann aus einem, zwei, drei oder mehr unterschiedlichen Maleimiden und einem zwei, drei oder mehr unterschiedlichen Furanen gebildet werden, um wünschenswerte Eigenschaften sowohl der flüssigen Mischung als auch des festen umkehrbaren Polymers bereitzustellen.

[0022] Bei der Bildung der Mischung enthält die Mischung zumindest das umkehrbare Polymermaterial, z. B. die Mischung der Maleimidmonomereinheiten oder -spezies und Furanmonomereinheiten oder -spezies. Da die Fähigkeit der Monomere, durch Diels-Alder-Cycloadditionsreaktionen miteinander reagieren zu können, von den Materialien abhängt, die einander auf leichte Weise kontaktieren, ist es wünschenswert, so wenig weitere Inhaltsstoffe wie möglich in die Mischung aufzunehmen. Somit besteht die Mischung bei einer Ausführungsform beispielsweise aus nur den Maleimidmonomereinheiten oder -spezies und Furanmonomereinheiten oder -spezies; bei Ausführungsformen besteht die Mischung im Wesentlichen aus den Maleimidmonomereinheiten oder -spezies und Furanmonomereinheiten oder -spezies plus weitere Materialien, die die Fähigkeit der Monomere, unter Bildung des umkehrbaren Polymermaterials zu reagieren, nicht beeinträchtigen. Bei noch weiteren Ausführungsformen können weitere Komponenten für weitere vorgesehene Zwecke aufgenommen werden. Natürlich sei bei jeder dieser Varianten verstanden, dass die Mischung auch nebensächliche Verunreinigungen und dergleichen enthalten kann. Wenn weitere Materialien neben den Maleimiden und Furanen in der Mischung enthalten sind, können die Maleimide und Furane gemeinsam in der Mischung in einer wesentlichen Menge vorhanden sein, z. B. ungefähr 50, ungefähr 60, ungefähr 70 oder ungefähr 80 bis ungefähr 90, ungefähr 95 oder ungefähr 100 Gew.-%, oder die Maleimide und Furane können gemeinsam in der Mischung in einer minderen Menge vorhanden sein, z. B. ungefähr 1, ungefähr 5, ungefähr 10 oder ungefähr 20 bis ungefähr 30, ungefähr 40 oder ungefähr 50 Gew.-%, auf Basis eines Gesamtgewichts der Zusammensetzung, die die Mischung enthält.

[0023] Nach Wunsch kann die Zusammensetzung weitere Zusatzstoffe für deren herkömmlichen Zwecke enthalten. Beispielsweise kann die Zusammensetzung eines oder mehreres von Lichtstabilisatoren, UV-Absorptionsmitteln (die einfallende UV-Strahlung absorbieren und in Wärmeenergie umwandeln, die schließlich abgeleitet wird), Antioxidationsmitteln, optischen Aufhellern (die das Erscheinungsbild des Bildes und Maskenvergilbung verbessern können), thixotropen Mitteln, Entnetzungsmitteln, Gleitmitteln, Schaummitteln, Antischaummitteln, Fließmitteln, Wachsen, Ölen, Weichmachern, Bindemitteln, elektrisch leitenden Mitteln, organischen und/oder anorganischen Füllerpartikeln, Verlaufsmitteln (Mittel, die unterschiedliche Glanzhöhen bilden oder verringern), Trübungsmitteln, antistatischen Mitteln, Dispergiernmitteln, Farbstoffen (z. B. Pigmenten und Färbemitteln), Bioziden, Konservierungsmitteln und dergleichen enthalten. Zusatzstoffe können die Geschwindigkeit und den Grad der umkehrbaren Cycloadditionsreaktionen jedoch negativ beeinflussen und somit muss bei der Formulierung einer Zusammensetzung unter Verwendung von optionalen Zusatzstoffen Vorsicht walten gelassen werden.

[0024] Beispielsweise kann es bei Ausführungsformen hilfreich sein, einen Radikal-Scavenger in die Zusammensetzung aufzunehmen. Es wurde herausgefunden, dass ein verlängertes Erhitzen der geschmolzenen Flüssigkeit für einige umkehrbare Polymermischungen in einer nicht-umkehrbaren Härtung der Mischung re-

sultieren, was auf die Neigung von Maleimidverbindungen, bei UV-Lichtexposition eine 2 + 2-Cycloadditionsreaktion zu durchlaufen, zurückzuführen ist. Infolge der Cycloadditionsreaktion kann eine nicht-umkehrbare Polymerisation oder Härtung des Materials erfolgen, wodurch die Zusammensetzung für einige Verwendungen nicht akzeptabel werden kann, z. B. in einem Tintenstrahldrucker mit festen Druckfarben. Das Hinzufügen eines Radikal-Scavengers zu diesen Zusammensetzungen kann somit die Cycloadditionsreaktion verhindern oder signifikant verlangsamen, wodurch eine nicht-umkehrbare Polymerisation verhindert wird und wodurch möglich wird, dass die geschmolzenen Flüssigkeiten ihre niedrigen Schmelzviskositäten für einen längeren Zeitraum beibehalten.

[0025] Wenn der Radikal-Scavenger aufzunehmen ist, kann ein beliebiger geeigneter Radikal-Scavenger verwendet werden. Geeignete Radikal-Scavenger umfassen z. B. Sorbitol, Methyletherhydrochinon, t-Butylhydrochinon, Hydrochinon, 2,5-Di-1-butylhydrochinon, 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol (oder BHT für butylhydroxytoluol), 2,6-Di-t-butyl-4-methoxyphenol, Nitroxide, 2-tert-Butyl-4-hydroxyanisol, 3-tert-Butyl-4-hydroxyanisol, Propylester-3,4,5-trihydroxybenzoësäure, 2-(1,1-Dimethylethyl)-1,4-benzoldiol, Diphenylpicrylhydrazyl, 4-tert-Butylcatechol, N-Methylanilin, p-Methoxydiphenylamin, Diphenylamin, N,N'-Diphenyl-p-phenylenediamin, p-Hydroxydiphenylamin, Phenol, Octadecyl-3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat, Tetrakis(methylen(3,5-di-tert-butyl)-4-hydroxyhydrocinnamat)methan, Phenothiazine, Alkylamidonoisoharnstoffe, Thiodiethylenbis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyhydrocinnamat), 1,2-Bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyhydrocinnamoyl)hydrazin, Tris(2-methyl-4-hydroxy-5-tert-butylphenyl)butan, cyclisches Neopentantetraylbis(octadecylphosphit), 4,4'-Thiobis(6-tert-butyl-m-cresol), 2,2'-Methylenbis(6-tert-butyl-p-cresol), Oxalylbis(benzylidenhydrazid) und natürlich auftretende Antioxidationsmittel wie rohe Saatöle, Weizenkeimöl, Tocopherole und Gummis sowie Mischungen davon. Geeignete Nitroxide umfassen z. B. 2,2,6,6-Tetramethyl-1-piperidinyloxy (TEMPO), 2,2,6,6-Tetraethyl-1-piperidinyloxy, 2,2,6-Trimethyl-6-ethyl-1-piperidinyloxy, 2,2,5,5-Tetramethyl-1-pyrroloidinyloxy (PROXYL), Dialkylnitroxidradikale wie z. B. Di-t-butylnitroxide, Diphenylnitroxid, t-Butyl-t-amylnitroxid, 4,4-Dimethyl-1-oxazolidinyloxy (DOXYL), 2,5-Dimethyl-3,4-dicarbonpooyrrol, 2,5-Dimethyl-3,4-diethylesterpyrrol, 2,3,4,5-Tetraphenylpyrrol, 3-Cyanopyrrolin-3-carbamoylpyrrolin, 3-Carbonpyrrolin, 1,1,3,3-Tetramethylisoindolin-2-yloxy, 1,1,3,3-Tetraethylisoindolin-2-yloxy, Porphyrednidnitroxylradikale wie 5-Cyclohexylporphyrednidnitroxyl und 2,2,4,5,5-Pentamethyl-D3-imidazolin-3-oxid-1-oxyl und dergleichen, Galvinoxyl und dergleichen, 1,3,3A-Trimethyl-2-azabicyclo[2,2,2]octan-5-oxide-2-oxid, 1A-Azabicyclo[3,3,1]nonan-2-oxid und dergleichen. Es können auch geeignete Varianten dieser Radikal-Scavenger verwendet werden, z. B. 4-Hydroxy-TEMPO, 4-Carboxy-TEMPO, 4-Benzoxoxy-TEMPO, 4-Methoxy-TEMPO, 4-Carbon-4-amino-TEMPO, 4-Chlor-TEMPO, 4-Hydroxylimin-TEMPO, 4-Oxo-TEMPO, 4-Oxo-TEMPO-ethylenketal, 4-Amino-TEMPO, 3-Carboxyl-PROXYL, 3-Carbamoyl-PROXYL, 2,2-Dimethyl-4,5-cyclohexyl-PROXYL, 3-Oxo-PROXYL, 3-Hydroxylimin-PROXYL, 3-Amino-methyl-PROXYL, 3-Methoxy-PROXYL, 3-t-Butyl-PROXYL, 3-Maleimido-PROXYL, 3,4-Di-t-butyl-PROXYL, 3'-Carbon-PROXYL, 2-Di-t-butyl-DOXYL, 5-Decan-DOXYL, 2-Cyclohexan-DOXYL und dergleichen.

[0026] Optional können viele kommerzielle antioxidative Stabilisatoren durch Fangen von freien Radikalen agieren und somit als Radikal-Scavenger verwendet werden. Beispielsweise ist IRGASTAB® UV 10 ein Nitroxid und kann geeigneterweise verwendet werden. Andere geeignete Verbindungen können z. B. NAUGARD® 524, NAUGARD® 635 und NAUGARD® A, NAUGARD® 1-403 und NAUGARD® 959, im Handel von Crompton Corporation, Middlebury, Conn., erhältlich; NAUGARD® 76, NAUGARD® 445 und NAUGARD® 512, im Handel erhältlich von Uniroyal Chemical Company; IRGANOX® 1010 und IRGASTAB® UV 10, im Handel erhältlich von Ciba Specialty Chemicals; GENORAD™ 16 und GENORAD™ 40, im Handel erhältlich von Rahn AG, Zürich, Schweiz, und dergleichen sowie Mischungen davon umfassen.

[0027] Der Radikal-Scavenger kann in einer beliebigen wirksamen Menge in der Zusammensetzung vorhanden sein. Beispielsweise kann er in einer Menge von ungefähr 0,01 Gew.-% bis ungefähr 15 Gew.-% der Zusammensetzung vorhanden sein, z. B. ungefähr 0,05 Gew.-% bis ungefähr 12 Gew.-% der optionalen dritten Druckfarbe, ungefähr 0,1 Gew.-% bis ungefähr 10 Gew.-% der Zusammensetzung oder ungefähr 1 Gew.-% bis ungefähr 8 Gew.-% oder ungefähr 2 Gew.-% bis ungefähr 5 Gew.-% der Zusammensetzung.

[0028] Im geschmolzenen Zustand, in dem die Zusammensetzung auf über den Schmelzpunkt des Umkehrpolymermaterials erhitzt ist, ist die Zusammensetzung eine Flüssigkeit mit sehr geringer Viskosität. Beispielsweise hat die flüssige Zusammensetzung eine Viskosität von ungefähr 1 bis ungefähr 100 cPs, z. B. ungefähr 1 bis ungefähr 50 cPs, ungefähr 2 oder ungefähr 5 bis ungefähr 10 oder ungefähr 15 cPs, bei einer Temperatur über dem Schmelzpunkt des Umkehrpolymermaterials. Beispielsweise ist es bei einer Ausführungsform und einer Verwendung in einer Tintenstrahldruckvorrichtung wünschenswert, dass die flüssige Zusammensetzung eine Viskosität von ungefähr 1 bis ungefähr 100 cPs, z. B. ungefähr 1 bis ungefähr 50 cPs, ungefähr 1 oder ungefähr 2 bis ungefähr 30 oder ungefähr 40 cPs oder ungefähr 2 bis ungefähr 20 cPs, bei einer Temperatur von ungefähr 60 bis ungefähr 140 °C, z. B. ungefähr 65 oder ungefähr 70 bis ungefähr 125 oder ungefähr 130 °C,

z. B. ungefähr 75 bis ungefähr 120 °C, hat. Während die Zusammensetzung abgekühlt wird, erfolgt jedoch eine Cycloaddition, die zu einem harten Polymer mit ausgezeichneten Filmbildungs- und Haftcharakteristika führt.

[0029] Die Überdruckzusammensetzungen der vorliegenden Offenbarung können bei der Bildverarbeitung verwendet werden, die z. B. das Erzeugen eines druckfarbenbasierten Bildes auf einem Substrat; das Tintenstrahlausstoßen der Überdruckzusammensetzung auf das gedruckte Bild als Ganzes oder auf einen oder mehrere Teile des gedruckten Bildes; und das Ermöglichen des Auftretens einer Umkehrpolymerisation durch Kühlen der Überdruckzusammensetzung umfasst.

[0030] Wenn die Zusammensetzung auf das gedruckte Bild oder Teile davon beschichtet wird, kann sie in unterschiedlichen Auflösungshöhen angewandt werden. Beispielsweise kann die Zusammensetzung in der Auflösung des Druckrasterpunktes, in der Auflösung eines oder mehrerer bestimmter Teile des Bildes oder in einer etwas geringeren Auflösung als ein oder mehrere bestimmte Teile des Bildes angewandt werden, wodurch eine gewisse Überlappung der Zusammensetzung auf bildfreie Stellen des Substrats ermöglicht wird. Die typische Zusammensetzungshöhe ist eine Menge einer Tropfengröße von ungefähr 5 bis ungefähr 50 Picolitern. Die Zusammensetzung kann in zumindest einem Durchgang in einer beliebigen Stufe der Bildbildung unter Verwendung einer beliebigen bekannten Tintenstrahldrucktechnik auf das Bild angewandt werden, z. B. durch Drop-on-Demand-Tintenstrahldruck, z. B. piezoelektrischer und akustischer Tintenstrahldruck, ohne jedoch darauf beschränkt zu sein. Das Anwenden der Zusammensetzung kann mit den gleichen Informationen gesteuert werden, die verwendet werden, um das Bild zu bilden, so dass nur eine digitale Datei erforderlich ist, um das Bild und die Überdruckzusammensetzung zu erzeugen. Somit ist die Überdruckzusammensetzung zur Gänze digital.

[0031] Wenn ein druckfarbenbasiertes Bild beschichtet wird, wird das druckfarbenbasierte Bild zunächst erzeugt und danach einem Tintenstrahldrucker ausgesetzt, der die strahlausstoßbare Überdruckzusammensetzung enthält. Wenn das druckfarbenbasierte Bild unter Verwendung eines Tintenstrahldruckers gebildet wird, kann das druckfarbenbasierte Bild sodann einem separaten Tintenstrahldrucker ausgesetzt werden, der die strahlausstoßbare Überdruckzusammensetzung enthält, oder die Tintenstrahldruckfarbe kann im gleichen Tintenstrahldrucker wie die Zusammensetzung enthalten sein, wodurch die Zusammensetzung als z. B. farbloses transparentes Fluid auf das Substrat und/oder Bild beschichtet wird, nachdem das Tintenstrahldruckfarbenbild gebildet wurde. Wenn die Überdruckzusammensetzung über ein druckfarbenbasiertes Bild beschichtet wird, z. B. ein unter Verwendung eines Tintenstrahldruckers erzeugtes Bild, kann das Bild durch ein beliebiges herkömmliches Verfahren oder eine Variante davon hergestellt werden.

[0032] Das verwendete Substrat kann ein beliebiges geeignetes Substrat sein, je nach Endverwendung des Drucks. Beispielhafte Substrate umfassen z. B. Normalpapier, beschichtetes Papier, Kunststoff, Polymerfolien, behandelte cellulosehaltige Stoffe, Holz, xerographische Substrate und Mischungen davon, ohne jedoch darauf beschränkt zu sein, optional darauf beschichtete Zusatzstoffe enthaltend. Die optionalen Zusatzstoffe umfassen Anti-Kräusel-Verbindungen, z. B. Trimethylolpropan; und Mischungen davon; und beliebige andere optionale Zusatzstoffe, die auf dem Druckfarbengebiet oder xerographischen Gebiet hinlänglich bekannt sind, ohne jedoch darauf beschränkt zu sein, um die Leistung und/oder den Wert der Druckfarbe und/oder des Substrats zu verbessern.

[0033] Auch wenn die obige Erörterung auf Ausführungsformen fokussiert ist, bei denen die Zusammensetzung unter Verwendung einer Tintenstrahlvorrichtung angewandt wird, ist offensichtlich, dass andere Verfahren auch herangezogen werden können, um die Zusammensetzung anzuwenden. Beispielsweise kann die Zusammensetzung durch Sprühen, Beschichten und dergleichen auf ein Substrat angewandt werden.

[0034] Obwohl die obige Erörterung auf Ausführungsformen fokussiert ist, bei denen das gedruckte Bild ein druckfarbenbasiertes Bild ist, ist darüber hinaus offensichtlich, dass andere Bildgebungsverfahren ebenfalls verwendet werden können. Beispielsweise kann das gedruckte Bild durch elektrostatographische oder elektrophotographische Bildgebung unter Verwendung von Tonermaterialien oder durch andere bekannte Druck- und Bildgebungsprozesse angewandt werden.

[0035] In einem 500-ml-Rundkolben, der mit einem Magnetrührstab ausgestattet war, wurde Maleinanhydrid (10,5 Äq.) in 75 ml DMF (Dimethylformamid) aufgelöst. Die entstehende Lösung wurde auf Eis gekühlt, und das in DMF (75 ml) aufgelöste 1,8-Octandiamin (5 Äq.) wurde über ~20 min tropfenweise hinzugefügt. Das Eisbad wurde entfernt, und Natriumacetat (1 Äq.) und Acetanhydrid (11 Äq.) wurden in einer Portion hinzugefügt, und die Mischung wurde über Nacht bei 50 °C gerührt. Die Mischung verfärbte sich innerhalb von 30 Minuten nach Zugabe von NaOAc und Ac₂O dunkelbraun. DMF wurde mittels Vakuumdestillation (60 °C) entfernt, und DCM

(Dichlormethan) (150 ml) wurde zur dunkelbraunen Mischung hinzugefügt. Die organische Schicht wurde mit NaHCO_3 (5 × 100 ml) extrahiert, über MgSO_4 getrocknet und das Lösungsmittel und Vakuum entfernt. Die entstehenden Verbindungen wurden mittels Säulenchromatographie gereinigt.

[0036] 1,1'-(Octan-1,8-diyi)bis(1H-pyrrol-2,5-dion) (als M1 bezeichnet): Das allgemeine Verfahren wurde unter Verwendung von Maleinanhdyrid (14,27 g, 146 mmol), 1,8-Octandiamin (10,0 g, 69,3 mmol), Natriumacetat (1,14 g, 13,9 mmol) und Acetanhdyrid (15,57 g, 153 mmol) durchgeführt. Die entstehende Verbindung wurde mittels Säulenchromatographie (98:2 DCM:EtOAc) gereinigt, und das Produkt wurde in Form eines weißen Feststoffs (5,2 g/25 %) erhalten.

[0037] 1,1'-(Cyclohexan-1,3-diylbis(methylen))bis(1H-pyrrol-2,5-dion) (als M2 bezeichnet): Das allgemeine Verfahren wurde unter Verwendung von Maleinanhdyrid (20,59 g, 210 mmol), 1,3-Cyclohexanbis(methylamin) (14,22 g, 100 mmol), Natriumacetat (1,64 g, 20 mmol) und Acetanhdyrid (22,46 g, 220 mmol) durchgeführt. Die entstehende Verbindung wurde mittels Säulenchromatographie (98:2 DCM:EtOAc) gereinigt, und das Produkt wurde in Form eines weißen Feststoffs (3,55 g/12 %) erhalten.

[0038] 1,1'-(1,3-Phenylenbis(methylen))bis(1H-pyrrol-2,5-dion) (als M3 bezeichnet): Das allgemeine Verfahren wurde unter Verwendung von Maleinanhdyrid (20,59 g, 210 mmol), m-Xylyloldiamin (13,62 g, 100 mmol), Natriumacetat (1,64 g, 20 mmol) und Acetanhdyrid (22,46 g, 220 mmol) durchgeführt. Die entstehende Verbindung wurde mittels Säulenchromatographie (97:3 DCM:EtOAc) gereinigt, und das Produkt wurde in Form eines weißen Feststoffs (6,51 g/22 %) erhalten.

[0039] 1,1'-((Ethan-1,2-diylbis(oxy))bis(ethan-2,1-diyi))bis(1H-pyrrol-2,5-dion) (als M4 bezeichnet): Das allgemeine Verfahren wurde unter Verwendung von Maleinanhdyrid (13,23 g, 135 mmol), 2,2'-(Ethylendioxy)bis(ethylamin) (10,0 g, 67,5 mmol), Natriumacetat (1,11 g, 13,5 mmol) und Acetanhdyrid (15,15 g, 148 mmol) durchgeführt. Die entstehende Verbindung wurde mittels Säulenchromatographie (95:5 DCM:EtOAc) gereinigt, und das Produkt wurde in Form eines weißen Feststoffs (4,5 g/22 %) erhalten.

[0040] 1,1',1''-(Nitrilotris(ethan-2,1-diyi))tris(1H-pyrrol-2,5-dion) (als M5 bezeichnet): In einen 500-ml-Rundkolben unter Argon wurde Maleinanhdyrid (20,1 g, 205 Äq.) in 75 ml DMF aufgelöst. Die entstehende Lösung wurde auf Eis gekühlt, und danach wurde in DMF (75 ml) aufgelöstes Tris(2-aminoethyl)amin (10,0 g, 68,4 mmol) über ~20 min tropfenweise hinzugefügt. Das Eisbad wurde entfernt, und Natriumacetat (1,68 g, 20,52 mmol) und Acetanhdyrid (23,04 g, 226 mmol) wurden in einer Portion hinzugefügt, und die Mischung wurde über Nacht bei 50 °C gerührt. Die Mischung verfärbte sich innerhalb von 30 Minuten nach Zugabe von NaOAc und Ac_2O dunkelbraun. DMF wurde mittels Vakuumdestillation (60 °C) entfernt, und DCM (150 ml) wurde zur dunkelbraunen Mischung hinzugefügt. Die organische Schicht wurde mit NaHCO_3 (5 × 100 ml) extrahiert, über MgSO_4 getrocknet und das Lösungsmittel und Vakuum entfernt. Die entstehende Verbindung wurde mittels Säulenchromatographie (95:5 DCM:EtOAc) gereinigt, um einen leicht gelben Feststoff (8,0 g, 30 %) zu erhalten.

[0041] Zu einem 500-ml-RK (Rundkolben), der mit einem Magnetrührstab ausgestattet war, wurden das 1,8-Octandiamin (47,9 Äq.), Triethylamin (95,7 Äq.), DMAP (4-Dimethylaminopyridin) (1 Äq.) und DCM (200 ml) hinzugefügt. Die Lösung wurde auf Eis gekühlt, danach wurde Furoylchlorid (100 Äq.) in DCM (50 ml) tropfenweise hinzugefügt. Das Eisbad wurde entfernt, und die Mischung wurde über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Die organische Schicht wurde mit NaHCO_3 (5 × 100 ml) extrahiert, über MgSO_4 getrocknet und das Lösungsmittel und Vakuum entfernt. Die entstehenden Verbindungen wurden mittels Säulenchromatographie gereinigt.

[0042] N,N'-(Octan-1,8-diyi)bis(furan-2-carboxamid) (als F1 bezeichnet): Das allgemeine Verfahren wurde unter Verwendung von 1,8-Octandiamin (10,0 g, 69,3 mmol), Triethylamin (14,2 g, 141 mmol), DMAP (0,17 g, 1,35 mmol) und Furoylchlorid (19,0 g, 146 mmol) durchgeführt. Die entstehende Verbindung wurde mittels Säulenchromatographie (98:2 DCM:EtOAc) gereinigt, und das Produkt wurde in Form eines weißen Feststoffs (21,5 g/92 %) erhalten.

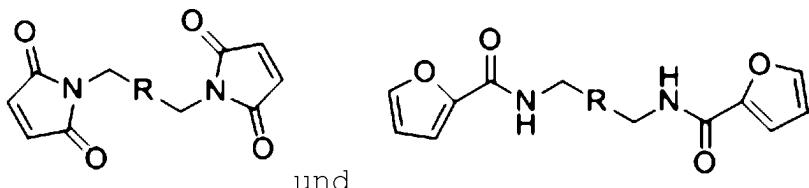
[0043] N,N'-(Cyclohexan-1,3-diylbis(methylen))bis(furan-2-carboxamid) (als F2 bezeichnet): Das allgemeine Verfahren wurde unter Verwendung von 1,3-Cyclohexanbis(methylamin) (10,0 g, 70,3 mmol), Triethylamin (14,2 g, 141 mmol), Dimethylaminopyridin (0,17 g, 1,41 mmol) und Furoylchlorid (19,0 g, 146 mmol) durchgeführt. Die entstehende Verbindung wurde mittels Säulenchromatographie (95:5 DCM:EtOAc) gereinigt, und das Produkt wurde in Form eines weißen Feststoffs (3,5 g/15 %) erhalten.

[0044] N,N'-(1,3-Phenylenbis(methylen))bis(furan-2-carboxamid) (als F3 bezeichnet): Das allgemeine Verfahren wurde unter Verwendung von m-Xylyoldiamin (10,0 g, 73,4 mmol), Triethylamin (14,9 g, 147 mmol), Dimethylaminopyridin (0,17 g, 1,41 mmol) und Furoylchlorid (20,13 g, 154 mmol) durchgeführt. Die entstehende Verbindung wurde mittels Säulenchromatographie (95:5 DCM:EtOAc) gereinigt, und das Produkt wurde in Form eines weißen Feststoffs (21,8 g/92 %) erhalten.

[0045] N,N'-(Ethan-1,2-diylbis(oxy))bis(ethan-2,1-diyl)bis(furan-2-carboxamid) (als F4 bezeichnet): Das allgemeine Verfahren wurde unter Verwendung von 2,2'-(Ethylendioxy)bis(ethylamin) (10,0 g, 67,5 mmol), Triethylamin (13,66 g, 135 mmol), Dimethylaminopyridin (0,17 g, 1,41 mmol) und Furoylchlorid (18,5 g, 142 mmol) durchgeführt. Die entstehende Verbindung wurde mittels Säulenchromatographie (95:5 DCM:EtOAc) gereinigt, und das Produkt wurde in Form eines weißen Feststoffs (10,9 g/48 %) erhalten.

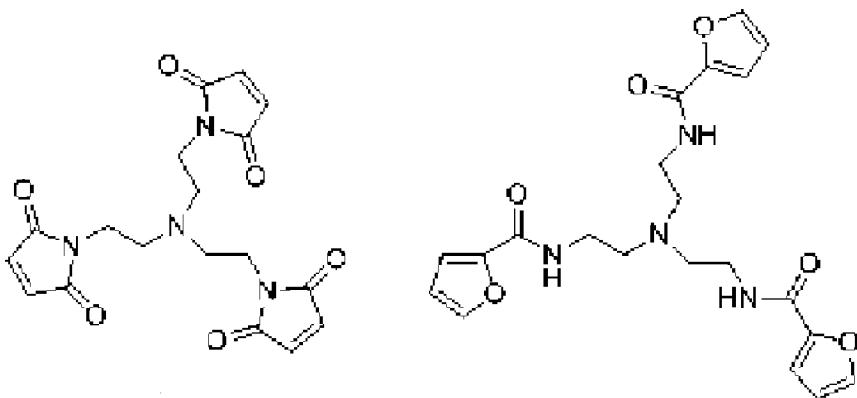
[0046] N,N',N''-(Nitrilotris(ethan-2,1-diyl))tris(furan-2-carboxamid) (als F5 bezeichnet): Zu einem 500-ml-RK unter Argon wurden das 1,8-Octandiamin (10,0 g, 68,4 mmol), Triethylamin (20,76 g, 205 mmol), DMAP (0,68 g, 20,5 mmol) und DCM (350 ml) hinzugefügt. Die Lösung wurde auf Eis gekühlt, danach wurde Furoylchlorid (27,7 g, 212 mmol) in DCM (150 ml) tropfenweise hinzugefügt. Das Eisbad wurde entfernt, und die Mischung wurde über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Die organische Schicht wurde mit NaHCO_3 (5 × 100 ml) extrahiert, über MgSO_4 getrocknet und das Lösungsmittel und Vakuum entfernt. Die entstehende Verbindung wurde mittels Säulenchromatographie (99:1 DCM:EtOAc) gereinigt, um einen weißen Feststoff (16,1 g, 82 %) zu erhalten.

[0047] Die wie oben hergestellten Bismaleimide M1 bis M4 und Bisfuran F1 bis F4 sind durch die folgenden Strukturen dargestellt, wobei R, die Verknüpfungsgruppe R, wie folgt variiert ist:



Verbindung	R
M1, F1	
M2, F2	
M3, M3	
M4, F4	

[0048] Das trigonale Maleimid M5 und das trigonale Furan F5 sind durch die folgenden Strukturen dargestellt:



Beispiel 1

[0049] Eine Mischung der Paare von Maleimid und Furan M1 und F1 wurde durch Mischen des Maleimids und des Furans auf einer Molbasis von ungefähr 1:1 hergestellt.

Beispiele 2 bis 5

[0050] Ähnlich Beispiel 1 wurden Mischungen der Paare von Maleimiden und Furanen (M2 und F2, M3 und F3, M4 und F4, M5 und F5) durch Mischen des Maleimids und des jeweiligen Furans auf einer Molbasis von ungefähr 1:1 hergestellt.

Analyse

[0051] Mischungen der Paare von Maleimiden und Furanen der Beispiele 1 bis 5 wurden durch Mischen des Maleimids und des entsprechenden Furans auf einer Molbasis von ungefähr 1:1 hergestellt. Diese Proben wurden für die folgenden Tests und die folgende Analyse verwendet.

[0052] Die Tests zeigten, dass das Erhitzen der festen Maleimid-/Furan-Mischungen über deren Schmelzpunkte zu Flüssigkeiten mit sehr geringer Viskosität führt, während das Kühlen der Mischung zu einer Diels-Alder-Kopplung führt, die in einer Bildung von Polymeren resultiert. Das Erhitzen der Polymere über den Schmelzpunkt des konstitutiven Maleimids/Furans kehrt den Prozess um, wobei die Flüssigkeit mit niedriger Viskosität wiederhergestellt wird. Die Umkehrbarkeit des Prozesses wurde mittels ¹H-NMR-Spektroskopie und DDK verifiziert.

[0053] Die Mischungen wurden danach auf über ihre Schmelzpunkte erhitzt, um das Viskositätsverhalten der Mischungen zu messen. Die Mischung von Beispiel 1 wurde auf 120 °C erhitzt; die Mischung von Beispiel 2 wurde auf 190 °C erhitzt; die Mischung von Beispiel 3 wurde auf 150 °C erhitzt; und die Mischung von Beispiel 4 wurde auf 90 °C erhitzt. Die Viskositäten wurden unter Verwendung eines AR 2000 Viskometers gemessen, das von TA Instruments erhältlich ist. Die Messungen wurden bei 100 s⁻¹ für 25 Minuten unter Verwendung einer 25-mm-Plattenanordnung bei einer Spaltbreite von 200 µm durchgeführt. Die Ergebnisse sind in den **Fig. 1A** und **Fig. 1B** gezeigt, wobei **Fig. 1B** eine Vergrößerung eines Teils von **Fig. 1A** ist. Das dilatante Verhalten der Mischungen der Beispiele 3 und 4 ist Annahmen zufolge auf die höheren Temperaturen zurückzuführen, die für das Schmelzen und die Viskositätsmessung dieser bestimmten Mischungen erforderlich ist, die zu einer nicht-umkehrbaren Vernetzungsreaktion führten.

[0054] Polymerfilme wurden unter Verwendung von Proben der reinen geschmolzenen Monomermischungen gegossen, und die Polymerfilme durften abkühlen. Die Härte und der Modul wurden direkt auf diesen Filmen unter Verwendung eines Hysitron Triboindenter® gemessen. Proben wurden hergestellt, indem die Pulvermischung (~50 mg) auf eine Probenstahlscheibe (15 mm Durchmesser) übertragen wurde. Die Scheibe wurde auf einer Heizplatte platziert, die auf ungefähr 20 °C über den Schmelzpunkt der Mischung vorerhitzt war. Luftblasen, die während des Schmelzens auftraten, wurden durch Agitation der Flüssigkeit mit einer sauberen Spachtel entfernt. Die Probenscheiben wurden von der Hitzequelle entfernt und bei 60 °C gelagert, was zu glatten Filmen mit relativ flachen Oberflächen führte. Die Proben durften sich für 1 h vor Durchführung der Messungen bei Raumtemperatur äquilibrieren. Eine 10-2-10-Ladefunktion (10 Sekunden Ladezeit, 2 Sekunden Haltezeit und 10 Sekunden Entladezeit) wurde bei einer Maximallast von 1000 µN verwendet. Die Messungen wurden in 3-x-3-Gittern mit einem Abstand von 15 µm zwischen jeder Einbuchtung durchgeführt. Drei separate Positionen, die zumindest 1 mm beabstandet waren, wurden auf jedem Probenabschnitt verwendet. Härte-

und Modulwerte wurden mithilfe der Triboscan®-Software bestimmt und als Durchschnitt dieser 27 Messungen berichtet. Kontrollproben (PMMA, Quarz) wurden vor und nach jedem Satz von Messungen gemessen, um sicherzustellen, dass die Messungen innerhalb 5 % der erwarteten Werte sind.

[0055] Die Ergebnisse sind in den **Fig. 2A** und **Fig. 2B** gezeigt, wobei **Fig. 2A** den verringerten Modul und **Fig. 2B** die Härte der Polymerfilme zeigt, die aus den Mischungen hergestellt wurden. Zu Vergleichszwecken umfassen die **Fig. 2A** und **Fig. 2B** auch Messungen für Polymerfilme, die aus einer Druckfarbe gebildet wurden, die in den Xerox COLORQUBE®-Druckern verwendet werden, und ein Polyesterharz, das zur Bildung von Tonerpartikeln zur Verwendung in herkömmlichen Kopierern und Druckern wie dem Gerät Xerox DC700 verwendet wird.

[0056] Danach wurde die Haftung unter Verwendung eines Verfahrens auf Basis des Verfahrens D2095 (1996) der American Society for Testing and Materials (ASTM) gemessen, das zum Messen der Zugfestigkeit von Haftmitteln verwendet wird. Gemäß diesen Tests wurde eine kontrollierte Menge jeder Mischung zwischen zwei vorerhitzten Edelstahlzapfen geschmolzen und nach dem Kühlen auf Haft-Zugfestigkeit getestet. Die Proben zeigten eine ausgezeichnete Haftfestigkeit, wobei die Mischung von Beispiel 4 die beste Leistung zeigte. Zu Vergleichszwecken wurden die Mischungen der Beispiele in Bezug auf ein kommerzielles filmbildendes Polymer (Polyethylenglycol, Mn = 14.000) sowie eine feste Druckfarbe, die in Xerox ColorQube®-Druckern verwendet wird, und ein Polyesterharz, das zur Bildung von Tonerpartikeln zur Verwendung in herkömmlichen Kopierern und Druckern wie dem Gerät Xerox DC700 verwendet wird, getestet. Die Ergebnisse sind in **Fig. 3** gezeigt.

Beispiel 6

[0057] Eine Bilddeckschicht wurde unter Verwendung der Materialien von Beispiel 4 hergestellt. In diesem Beispiel wurde zunächst ein K-Proof unter Verwendung der festen Druckfarbe Xerox COLORQUBE® hergestellt, und danach wurde ein weiterer K-Proof unter Verwendung der Monomere von Beispiel 4 hergestellt. Der K-Proof unter Verwendung der Monomere von Beispiel 4 wurde über den K-Proof unter Verwendung der festen Druckfarbe Xerox COLORQUBE® angewandt. Ein separater K-Proof wurde nur unter Verwendung der festen Druckfarbe Xerox COLORQUBE® zu Vergleichszwecken gebildet. Alle K-Proofs wurden auf beschichtetem Papier (Xerox Digital Color Elite Gloss, 120 g/m²) gebildet und danach auf Bildrobustheit getestet. Die Bilder wurden unter Verwendung eines 3-Finger-Hohleisen-Systems zerkratzt und ein weiterer K-Proof wurde in einer Duplo D-590 Falzvorrichtung gefalzt, mit einer gegenüberliegenden Seite aus Xerox Business 4200 (75 g/m²), und auf Falzzerknitterung bewertet. Die Bewertung erfolgte unter Verwendung eines Stellenindexreferenz-(SIR)-Bewertungssystems unter Verwendung der festen Druckfarbe Xerox COLORQUBE® als Referenzbild. Die Proben wurden auf einer Skala von 1 bis 5 in Bezug auf den zu bewerteten Schaden bewertet, wobei eine Bewertung von 1 eine außergewöhnliche Höhe darstellte, eine Bewertung von 2 eine gute Höhe darstellte, eine Bewertung von 3 eine marginale/akzeptable Höhe darstellte, eine Bewertung von 4 eine schlechte Höhe darstellte und eine Bewertung von 5 völlig inakzeptabel war. Die Ergebnisse waren wie folgt:

	Kratzen	Falzzerknitterung	Falz-Offset	Crock- Reibung auf Tuch
Deckschicht von Beispiel 4 auf fester Druckfarbe	4	2,5	3	2,5
Feste Druckfarbe	5	5	2,5	5

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- US 5844020 [0012]
- US 5952402 [0012]
- US 6042227 [0012]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- D2095 (1996) der American Society for Testing and Materials (ASTM) [0056]

Patentansprüche

1. Verfahren für den Tintenstrahldruck, das umfasst:

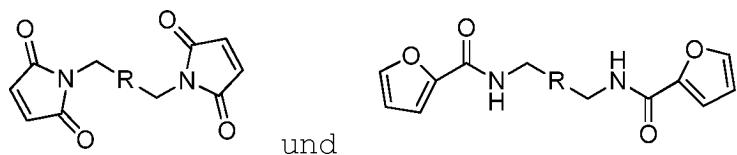
Bereitstellen einer tintenstrahlausstoßbaren Überdruckzusammensetzung, die ein umkehrbares Polymermaterial umfasst, das durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen umkehrbar zwischen einem flüssigen Zustand und einem festen Zustand übergehen kann;

Tintenstrahlausstoßen der Überdruckzusammensetzung auf ein Substrat, auf dem sich ein Bild befindet; und Kühlen der Überdruckzusammensetzung, wodurch das umkehrbare Polymermaterial durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen innerhalb eines Zeitraums von weniger als ungefähr 10 Sekunden von einem flüssigen Zustand in einen festen Zustand übergeht.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das umkehrbare Polymermaterial bei Kühlung durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen innerhalb eines Zeitraums von weniger als ungefähr 1 Sekunde von einem flüssigen Zustand in einen festen Zustand übergeht.

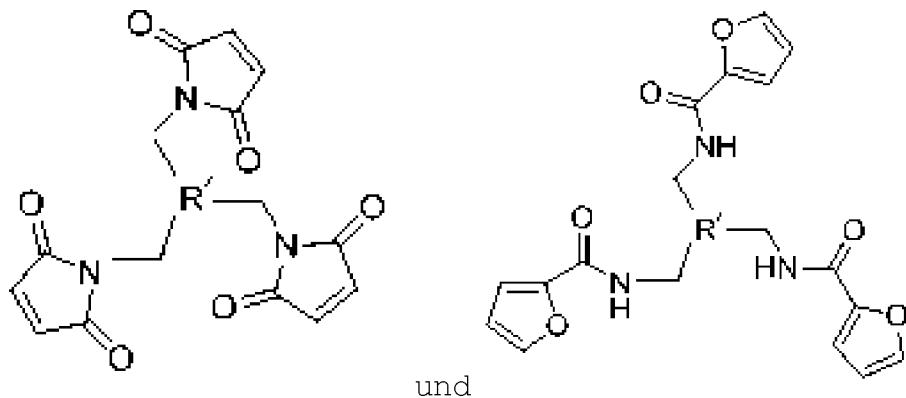
3. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der flüssige Zustand eine Maleimidverbindung und eine Furanverbindung umfasst.

4. Verfahren nach Anspruch 3, wobei die Maleimidverbindung ein Bismaleimid ist, und wobei die Furanverbindung ein Bisfuran der folgenden Strukturen ist:



wobei R, das gleich oder unterschiedlich sein kann, jeweils eine Verknüpfungsgruppe ist.

5. Verfahren nach Anspruch 3, wobei die Maleimidverbindung ein trigonales Maleimid ist, und wobei die Furanverbindung ein trigonales Furan der folgenden Strukturen ist:



wobei R', das gleich oder unterschiedlich sein kann, jeweils eine Verknüpfungsgruppe ist.

6. Verfahren nach Anspruch 3, das zwei oder mehr unterschiedliche Maleimidverbindungen und zwei oder mehr unterschiedliche Furanverbindungen umfasst.

7. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die tintenstrahlausstoßbare Überdruckzusammensetzung bei einer Temperatur von ungefähr 60 °C bis ungefähr 140 °C eine Viskosität von ungefähr 1 bis ungefähr 100 cPs aufweist.

8. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Bild ein druckfarbenbasiertes Bild oder ein tonerbasiertes Bild ist.

9. Verfahren für den Tintenstrahldruck, das umfasst:

Bereitstellen eines Substrats, auf dem ein Bild gebildet ist;

Anwenden einer Überdruckzusammensetzung auf zumindest das Bild, wobei die Überdruckzusammensetzung ein umkehrbares Polymermaterial umfasst, das durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen umkehrbar zwischen einem flüssigen Zustand und einem festen Zustand übergehen kann; und
Kühlen der Überdruckzusammensetzung, wodurch das umkehrbare Polymermaterial durch umkehrbare Cycloadditionsreaktionen innerhalb eines Zeitraums von weniger als ungefähr 10 Sekunden von einem flüssigen Zustand in einen festen Zustand übergeht.

10. Verfahren nach Anspruch 9, wobei das Bereitstellen eines Substrats, auf dem ein Bild gebildet ist, das Tintenstrahlausstoßen des Bildes auf das Substrat umfasst, und wobei die Überdruckzusammensetzung durch Tintenstrahlausstoßen der Überdruckzusammensetzung auf zumindest das Bild angewandt wird.

Es folgen 3 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

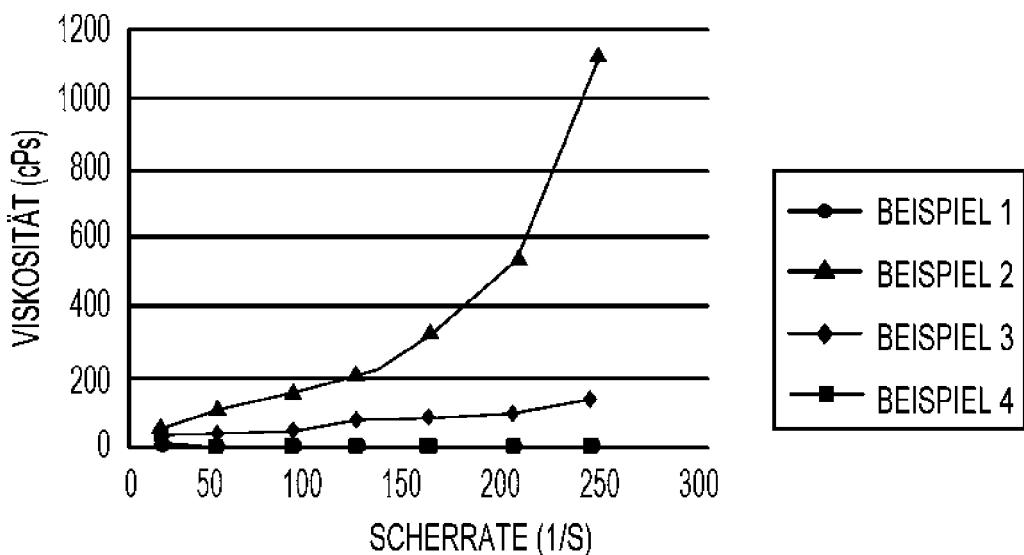


FIG. 1A

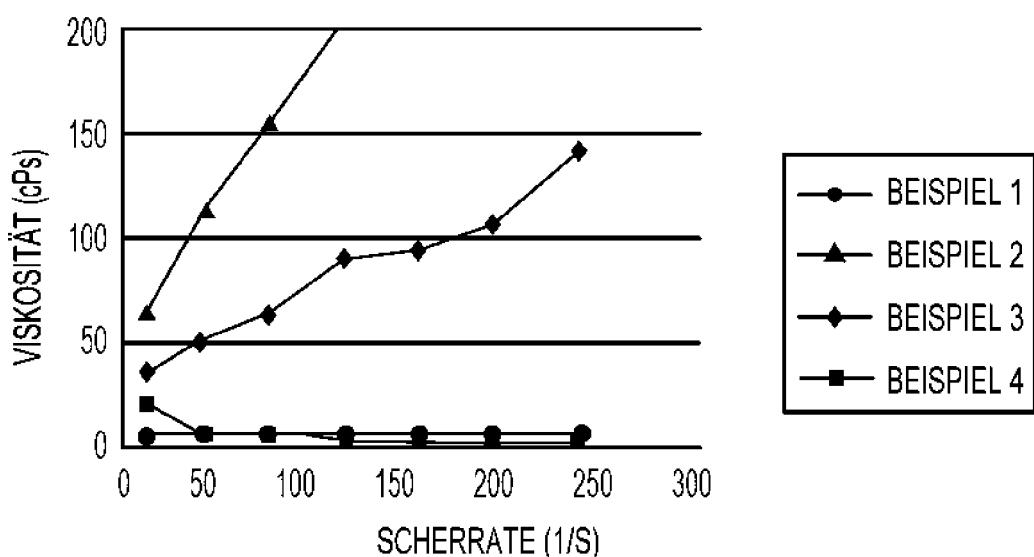


FIG. 1B

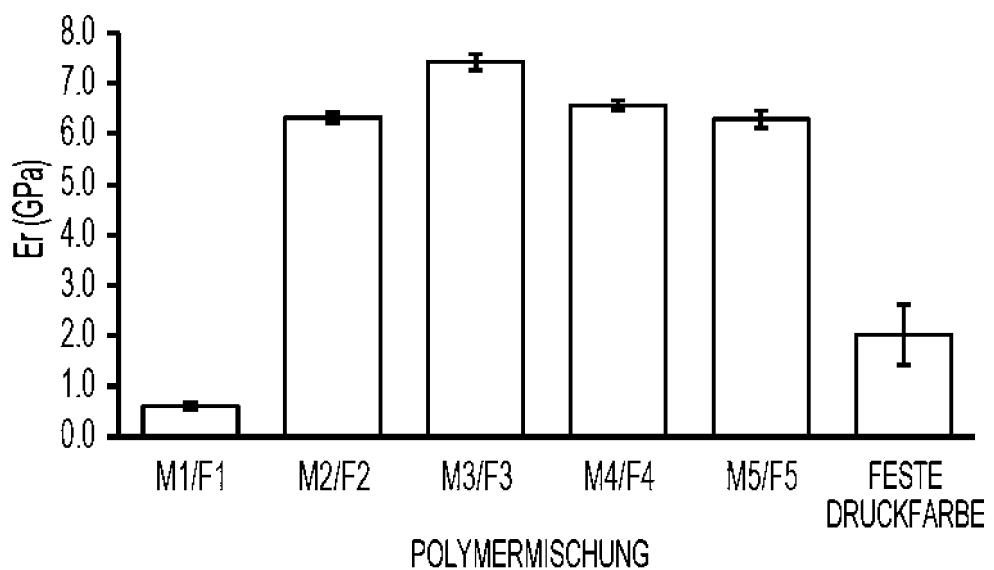


FIG. 2A

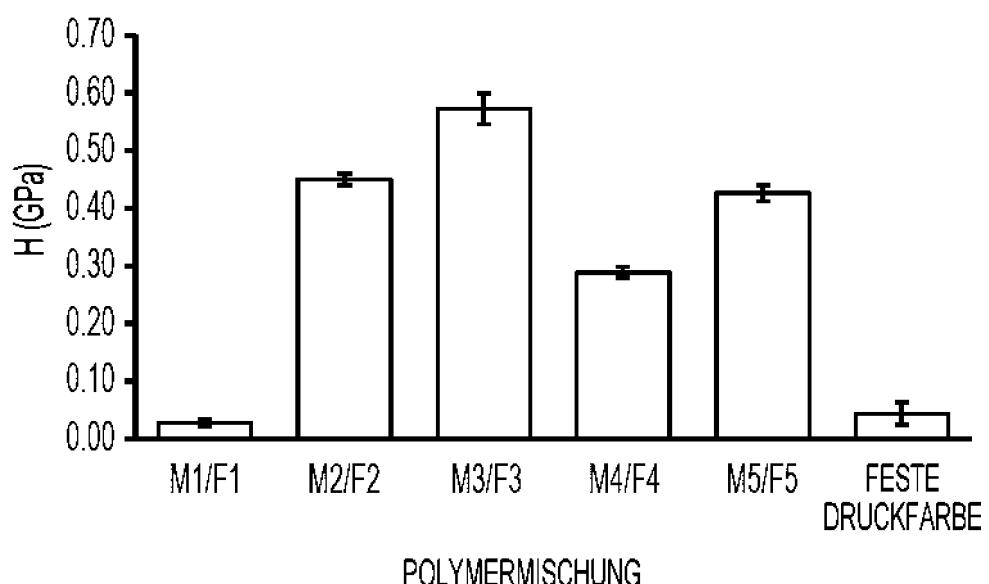


FIG. 2B

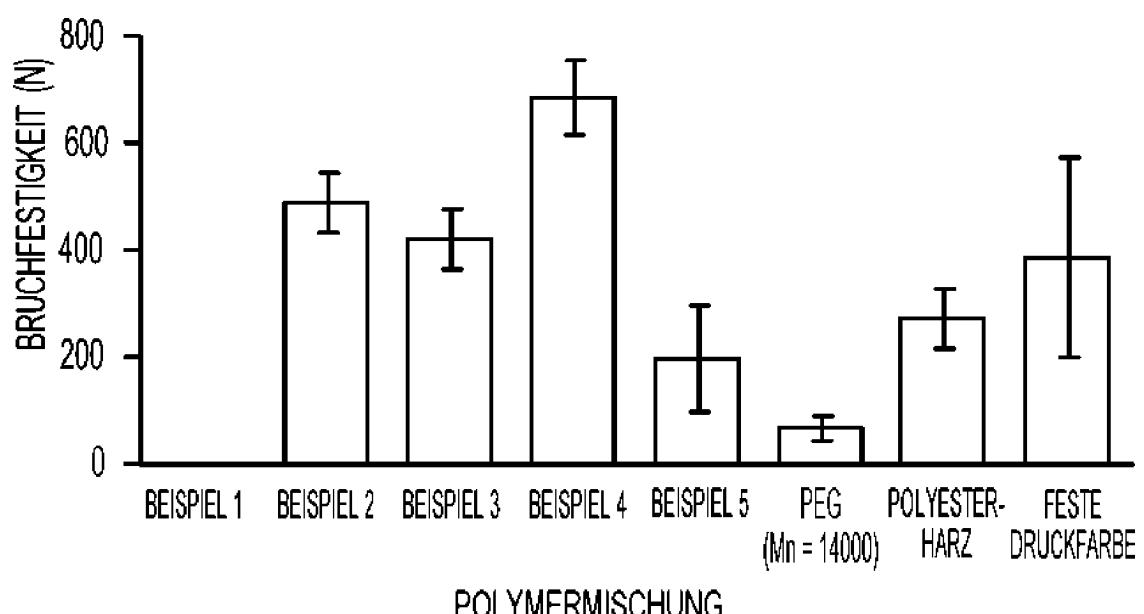


FIG. 3