

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6415272号  
(P6415272)

(45) 発行日 平成30年10月31日(2018.10.31)

(24) 登録日 平成30年10月12日(2018.10.12)

(51) Int.Cl.

F 1

**B 4 1 M** 5/00 (2006.01)  
**C 0 9 D** 11/34 (2014.01)  
**B 4 1 J** 2/01 (2006.01)

B 4 1 M	5/00	1 2 0
C 0 9 D	11/34	
B 4 1 J	2/01	1 1 1
	2/01	5 0 1

請求項の数 13 (全 17 頁)

(21) 出願番号

特願2014-238949 (P2014-238949)

(22) 出願日

平成26年11月26日(2014.11.26)

(65) 公開番号

特開2015-120898 (P2015-120898A)

(43) 公開日

平成27年7月2日(2015.7.2)

審査請求日

平成29年11月24日(2017.11.24)

(31) 優先権主張番号

14/099, 137

(32) 優先日

平成25年12月6日(2013.12.6)

(33) 優先権主張国

米国(US)

早期審査対象出願

(73) 特許権者

596170170

ゼロックス コーポレイション  
XEROX CORPORATION  
アメリカ合衆国 コネチカット州 068  
51-1056 ノーウォーク メリット  
7 201

(74) 代理人

110001210

特許業務法人 YKI 国際特許事務所

(72) 発明者

ナヴィーン・チョプラ  
カナダ国 オンタリオ州 エル6エイチ  
5ダブリュ4 オークビル スプルースデ  
イル・ドライブ 2071

最終頁に続く

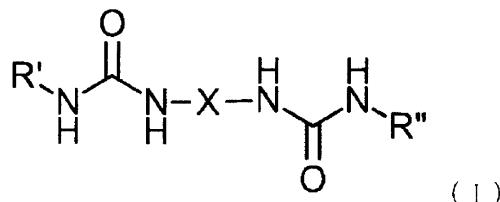
(54) 【発明の名称】相変化インク用の非晶質材料としてのビス-尿素

(57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

相変化インク組成物を含むインクジェット印刷装置を提供する工程であって、前記相変化インク組成物は、固体状であり、(a)結晶質成分、(b)非晶質ビス-尿素成分および(c)場合により、着色剤を含み、前記非晶質ビス-尿素成分は、式(I)：

## 【化1】



10

(式中、Xが、分岐鎖状のアルキルブリッジであり；R'およびR''が、アルキル基である。)

の化合物である工程と；

前記固体状の相変化インク組成物を、前記相変化インク組成物を液化する前記組成物の融点より高い温度に加熱する工程と；

前記液化した相変化インク組成物を、前記インクジェット印刷装置から、基材上に吐出して、画像を形成する工程と；

を含む画像形成方法。

20

## 【請求項 2】

前記分岐鎖状のアルキルブリッジが、少なくとも 1 つのメチル基を含む、請求項 1 記載の画像形成方法。

## 【請求項 3】

X が、C<sub>3</sub> から C<sub>15</sub> の分岐鎖状のアルキルブリッジ基である、請求項 1 記載の画像形成方法。

## 【請求項 4】

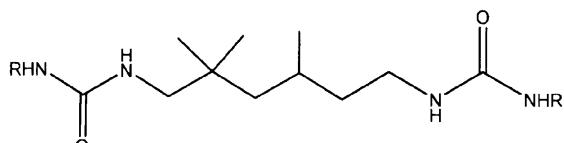
R' および R'' が、C<sub>1</sub> から C<sub>10</sub> のアルキルである、請求項 1 記載の画像形成方法。

## 【請求項 5】

前記非晶質ビス - 尿素成分が、

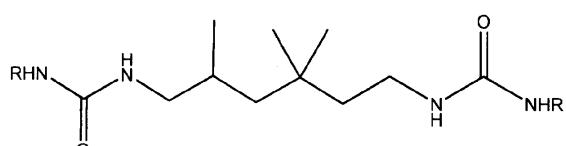
10

## 【化 2】



および

## 【化 3】



(式中、R は、C<sub>1</sub> から C<sub>6</sub> の分岐鎖状または直鎖状のアルキルである。)

からなる群から選択される少なくとも 1 つの化合物を含む、請求項 1 記載の画像形成方法。

## 【請求項 6】

R' および R'' が、メチル、エチル、n - プロピル、イソプロピル、n - ブチル、sec - ブチル、tert - ブチル、n - アミル、イソアミル、sec - アミル、tert - ペンチル、ネオペンチル、3 - ペンチル、n - ヘキシル、sec - ヘキシル、イソヘキシル、tert - ヘキシルからなる群から選択される、請求項 1 記載の画像形成方法。

30

## 【請求項 7】

前記相変化インク組成物は、140 の温度で 15 cP 未満の粘度を有する、請求項 1 記載の画像形成方法。

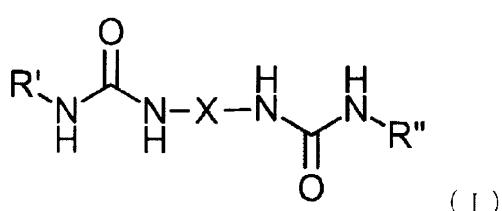
## 【請求項 8】

相変化インク組成物であって、

結晶質成分と、

式(I) :

## 【化 4】



40

(式中、X が、分岐鎖状のアルキルブリッジであり；R' および R'' が、アルキル基である。)

の化合物を有する非晶質ビス - 尿素成分と、

場合により、着色剤と、を含み、

前記非晶質ビス - 尿素成分を含む前記相変化インク組成物が、140 の温度で 15 c

50

P 未満の粘度を有する、  
組成物。

**【請求項 9】**

前記分岐鎖状のアルキルブリッジが、少なくとも 1 つのメチル基を含む、請求項 8 記載の組成物。

**【請求項 10】**

X が、C<sub>3</sub> から C<sub>15</sub> の分岐鎖状のアルキルブリッジ基である、請求項 8 記載の組成物。

**【請求項 11】**

R' および R'' が、C<sub>1</sub> から C<sub>10</sub> のアルキルである、請求項 8 記載の組成物。

10

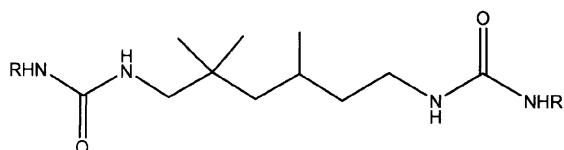
**【請求項 12】**

前記非晶質ビス - 尿素成分に対する前記結晶質成分の割合が、重量比で 60 : 40 から 95 : 5 (結晶質 : 非晶質) である、請求項 8 記載の組成物。

**【請求項 13】**

前記非晶質ビス - 尿素成分が、

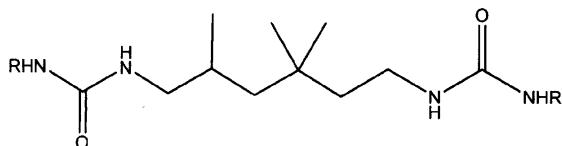
**【化 5】**



20

および

**【化 6】**



(式中、R は、C<sub>1</sub> から C<sub>6</sub> の分岐鎖状または直鎖状のアルキルである。)

からなる群から選択される少なくとも 1 つの化合物を含む、請求項 8 記載の組成物。

30

**【発明の詳細な説明】**

**【技術分野】**

**【0001】**

本開示は、結晶質 - 非晶質インクに使用するための非晶質化合物としてのビス - 尿素およびそれを含む相変化インク組成物を対象にする。

**【背景技術】**

**【0002】**

相変化インクとも呼ばれる結晶質 - 非晶質インクは、固体インクジェット印刷についての 1 つの代替手段として公知である。一部の公知の相変化インクの設計は、結晶質材料と非晶質材料との混合物を使用する。前記結晶質材料は、DTP (ダイレクト - トゥー - ベーパー) 印刷構成に要求される硬く、速い相変化を付与する。前記非晶質材料 (典型的に、粘性で、粘着性の材料) は、基材への接着に役立ち、前記結晶質成分を可塑化して、印刷画像の脆化およびクラッキングを防止する。

40

**【0003】**

ここまで、多くの非晶質材料および結晶質材料が開発されてきた。今日、前記非晶質材料は、ほとんど排他的にエステルを含む。1 つの公知の非晶質成分は、L - 酒石酸 / シクロヘキサノール / tBu シクロヘキサノール ('TBC T') の誘導体である。前記 TBC T は、許容可能な堅牢性の画像に寄与すると考えられる。しかしながら、TBC T は、複数の不利益、例えば、合成中の熱安定性および製品分布の変動に悩まされる。それらは両方とも、スケールアップした合成についての困難な課題である。さらに、TBC T を含

50

むインクは、仕上げについての耐摩擦性の要求に合致しない。

**【0004】**

尿素は、化学産業において、カーボネート、エステル、ウレタンおよびアミドの官能基シリーズにおける最も強力な水素結合材料として一般的に知られている。尿素は、これらの他の化合物より、ほとんど加水分解しないことも知られている。前記強力な水素結合により、尿素は、非常に粘性である傾向にある。この理由のために、ほとんどの尿素がインジェット印刷用のインクとして使用するのに不適切あると考えられるであろうかもしれない。インクジェット印刷技術は、通常、プリンタ操作温度において比較的低い粘度を有するインクを使用するためである。

**【発明の概要】**

10

**【発明が解決しようとする課題】**

**【0005】**

結晶質 - 非晶質の相変化インクにおける非晶質成分として使用するのに適した新規な分類の材料を提供することは、当該分野における進歩であると考えられるであろう。

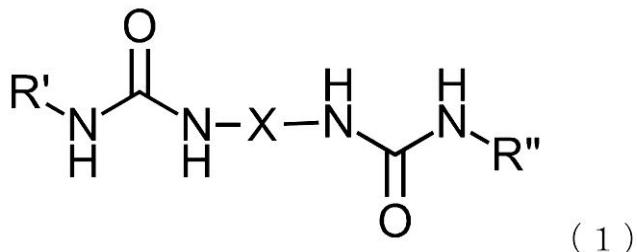
**【課題を解決するための手段】**

**【0006】**

本開示の実施形態は、相変化インク組成物に使用される新規な非晶質化合物を対象にする。前記非晶質化合物は、式1：

**【化1】**

20



のビス - 尿素である。式中、Xは、分岐鎖状のアルキルブリッジであり、R'およびR''は、アルキル基である。

**【0007】**

30

本開示の別の実施形態は、方法を対象にする。前記方法は、相変化インク組成物を含むインクジェット印刷装置を提供する工程を含む。前記相変化インク組成物は、固体状であり、(a)結晶質成分、(b)非晶質ビス - 尿素成分および(c)場合により、着色剤を含む。前記非晶質ビス - 尿素成分は、式Iの化合物である。式中、Xは、分岐鎖状のアルキルブリッジであり、R'およびR''は、アルキル基である。前記固体状の相変化インク組成物は、前記インク組成物を液化する前記組成物の融点より高い温度に加熱される。前記液化したインク組成物は、前記インクジェット印刷装置から、基材上に吐出されて、画像を形成する。

**【0008】**

40

本開示の別の実施形態は、相変化インク組成物を対象にする。前記相変化インク組成物は、結晶質成分と、式1の化合物を有する非晶質ビス - 尿素成分とを含む。式中、Xは、分岐鎖状のアルキルブリッジであり、R'およびR''は、アルキル基である。前記相変化インク組成物は、場合により、着色剤を含む。前記非晶質ビス - 尿素成分を含むインクは、約140°の温度で15cP未満の粘度を有する。

**【0009】**

前述の全体的な説明および下記の詳細な説明は両方とも、例示および説明的でのみあり、要求されるように、本教示を制限しない。

**【0010】**

添付の図面は、この明細書に包含され、この明細書の一部を構成し、本教示の実施形態を前記説明と共に説明する。前記実施形態は、本教示の原理を説明するのに役立つ。

50

## 【図面の簡単な説明】

## 【0011】

【図1】図1は、本開示の実施例による収集された粘度およびDSC(示差走査熱量測定)データを示す。

【図2】図2は、本開示の実施例による収集された粘度およびDSC(示差走査熱量測定)データを示す。

【図3】図3は、本開示の実施例による非晶質ビス・尿素を含む5つのインク配合について測定されたインクレオロジーを示す。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0012】

10

前記図の一部の詳細は、簡略化されており、厳密な構造上の正確性、詳細およびスケールを維持するよりむしろ実施形態の理解を容易にするために描かれていることに留意されるべきである。

## 【0013】

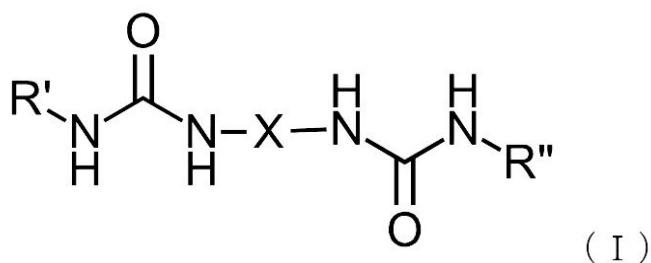
参照は、これから、本教示の実施形態に対して詳細になされるであろう。その例は、添付の図面に説明される。図において、同じ参考番号は、指定した同一の要素に、全体を通して使用されている。下記の説明では、参照は、その一部を形成する添付の図に対してなされる。それは、具体的な例示の実施形態の図示のために示される。そこでは、本教示が実施され得る。したがって、下記説明は、単に例示である。

## 【0014】

20

本開示の非晶質ビス・尿素成分は、式I:

## 【化2】



30

の化合物である。式中、Xは、分岐鎖状のアルキルブリッジであり、R'およびR''は、アルキル基である。

## 【0015】

一実施形態では、分岐鎖状のアルキルブリッジ基は、インクジェット印刷に適した所望の粘度を提供するのに選択される。分岐鎖状のアルキルブリッジ基は、少なくとも1つのメチル側鎖基を含み得る。他の実施形態では、高級炭素の分岐、例えば、エチルまたはブロピルの分岐基が使用され得る。分岐鎖状のアルキルブリッジ基は、所望の粘度を提供するであろう任意の適切な数の炭素原子を含み得る。例えば、Xは、C<sub>3</sub>からC<sub>15</sub>の分岐鎖状のアルキルブリッジ基、例えば、C<sub>6</sub>からC<sub>12</sub>の分岐鎖状のアルキルブリッジ基でもよい。

40

## 【0016】

R'およびR''は、所望の粘度を可能にするであろう任意の適切なアルキル基であり得る。R'およびR''置換基は、直鎖状もしくは分岐鎖状、短鎖もしくは長鎖のアルキル基であり得る。一実施形態では、アルキル基は、直鎖状、分岐鎖状または環状のC<sub>1</sub>からC<sub>10</sub>のアルキル、例えば、C<sub>3</sub>からC<sub>6</sub>またはC<sub>8</sub>のアルキルから選択される。例としては、メチル、エチル、n-ブロピル、イソブロピル、n-ブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、n-アミル、イソアミル、sec-アミル、tert-ペンチル、ネオペンチル、3-ペンチル、n-ヘキシル、sec-ヘキシル、イソヘキシル、tert-ヘキシルがあげられる。一実施形態では、アルキルは、イソアミル、tert-ペンチル、n-ブチル、sec-ブチルおよびn-ブロピルからなる群から選択される。

50

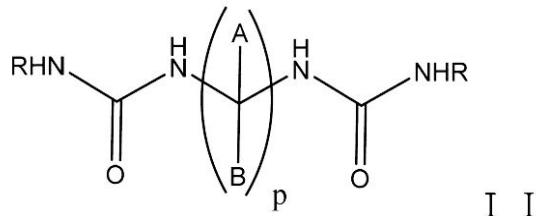
## 【0017】

非晶質成分の粘度は、XアルキルブリッジコアおよびR'およびR''置換基の構造および長さに基づいて、任意の所望の値に調節され得る。例えば、アルキルコア構造の分岐は、非晶質特性の度合いを調節し、非晶質成分の粘度を調節するのに使用され得る。本願明細書に開示のように、その強力な水素結合能を有する尿素官能基は、非常に高い粘性および/または結晶質特性を提供し得ることが認識された。本願明細書に開示の実施形態に基づいて、分岐鎖状のアルキルコアは、粘性を低下させ、非晶質成分の非晶質特性を向上させる手段として機能する。

## 【0018】

実施形態では、式Iの化合物は、さらに、式II：

## 【化3】



により規定され、式II中、pは、4から6の整数であり、ならびに、AおよびBは、それぞれ独立して、水素、メチルおよびエチルからなる群から選択され、ただし、存在するAまたはBの少なくとも1つは、水素ではない。実施形態では、AおよびBは組み合わざって、少なくとも2つの非水素基または少なくとも3つの非水素基または少なくとも4つの非水素基を提供する。

## 【0019】

実施形態では、化学構造IまたはIIにおいて、各Rは、イソアミルでもよい。

## 【0020】

実施形態では、化学構造IまたはIIにおいて、各Rは、tert-ペンチルでもよい。

## 【0021】

実施形態では、化学構造IまたはIIにおいて、各Rは、n-ブチルでもよい。

## 【0022】

実施形態では、化学構造IまたはIIにおいて、各Rは、n-プロピルでもよい。

## 【0023】

実施形態では、化学構造IまたはIIにおいて、各Rは、sec-ブチルでもよい。

## 【0024】

実施形態では、尿素成分が、分岐鎖状のアルキルコアを含み、分岐鎖状のアルキルコアの分岐度合いが、非晶質構造としての尿素成分を提供するのに十分である。実施形態では、分岐鎖状のアルキルコアは、1、2、3、4、5つ以上の分岐点を有する。分岐は、任意の周期的方法で順序付けられる必要はないが、調製を容易にするために、分岐鎖状のアルキルコアが新たに構築される場合、対称的または規則正しい構造的特徴は、合成を容易にし得る。一部の実施形態では、尿素成分は、2つの尿素官能基を含む。

## 【0025】

一実施形態では、本開示の複数の非晶質ビス-尿素化合物のいずれかが使用され得る。具体的な実施形態では、尿素成分は、式III：

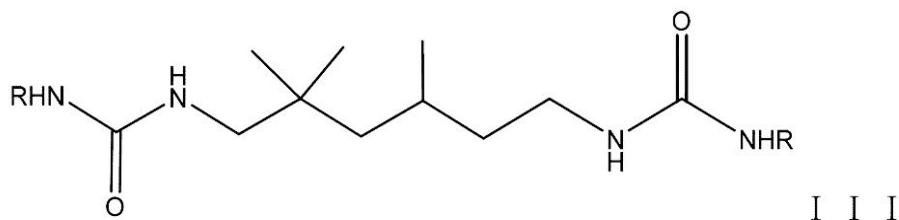
10

20

30

40

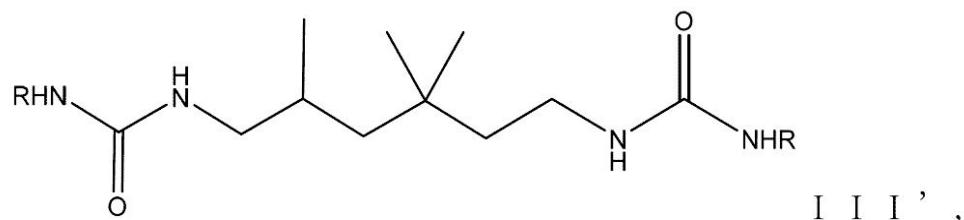
## 【化4】



の化合物、および／または、その2, 4, 4異性体：

10

## 【化5】



を含み、式I IIIおよびI III'中、各Rは、C<sub>1</sub>からC<sub>6</sub>の分岐鎖状または直鎖状のアルキルから独立して選択される。このような実施形態では、分岐鎖状のアルキルコアは、2, 2, 4 - トリメチルヘキサンジイソシアネート（TMHD I、典型的には、I IIIとI III'との混合物として市販される）と適切なアミン（RNH<sub>2</sub>）との反応に基づき得る。実施形態では、各Rは、イソアミルである。他の実施形態では、各Rは、n - プロピルである。これらの確かな化合物は、例示でしかなく、非晶質ビス - 尿素を形成する能力についての概念の証明を提供すること、ならびに、このような化合物が、以下の本願明細書において提供された実施例に基づいて、結晶質成分および非晶質成分を含む相変化インクの非晶質成分として配合された場合有用であることは、当業者により理解されるであろう。

20

## 【0026】

30

他の分岐鎖状のアルキルコアは、本願明細書に開示の実施形態に基づいて使用され得る。実施形態では、分岐鎖状のアルキルコアは、介在性のシクロアルキル、すなわち、シクロ脂肪族基を包含してもよい。シクロ脂肪族基は、場合により、メチルまたはエチルの基で置換されてもよい。例えば、実施形態では、非晶質成分のコアは、アミン（RNH<sub>2</sub>）と4, 4' - ジシクロヘキシリメタン - ジイソシアネート、3 - イソシアナトメチル - 3, 5, 5 - トリメチル - シクロヘキシリソシアネート（イソホロン系）等との反応に基づいてもよい。

## 【0027】

1つの非晶質ビス - 尿素成分である、ビス（イソアミルアミン）TMHD I尿素についての温度により変動する例示の粘度データは、図1に示される。例示の粘度は、一般的には、40で、1 × 10<sup>5</sup> cPを上回り、例えば、1 × 10<sup>6</sup> cP以上または1.6 × 10<sup>6</sup> cPであり得る。例示の粘度は、140で、1 × 10<sup>4</sup> cPを下回り、例えば、粘度は、約5 × 10<sup>3</sup> cPから約5 × 10<sup>2</sup> cPまたは約1 × 10<sup>3</sup> cPの範囲である。

40

## 【0028】

非晶質樹脂としてのビス - 尿素を使用するための重要な設計基準は、（吐出可能な組成物を可能にするための）より低い粘度材料の選択である。これは、構築ブロックとして分岐鎖状のイソシアネートコアおよび小分子のアミンを使用することにより達成され得る。非晶質成分を含むインク組成物の最終的な粘度は、非晶質成分単独の元の粘度より非常に低く、結晶質成分の粘度により大部分が動かされる。結晶質成分は、非晶質成分より高い割合で存在する。インクは、任意の所望の粘度、例えば、約140の温度で15 cP以

50

下の粘度、または、約 140 の温度で 12 cP 以下の粘度、例えば、約 12 cP から約 4 cP の範囲の粘度を有する。

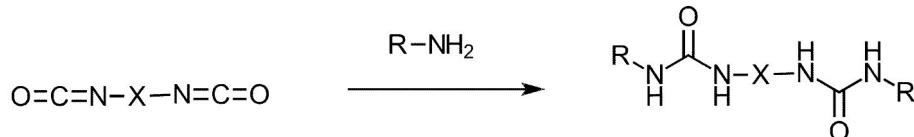
#### 【0029】

一実施形態では、非晶質材料は、Tg (ガラス転移点) を有するが、結晶化および、DSC (10 /分、-50から200から-50) よる融解ピークを示さない。Tg 値は、インクに所望の韌性および柔軟性を付与するために、典型的には、約 -25 から約 50 、または、約 -10 から約 40 、または、約 -5 から約 35 である。選択された非晶質材料は、低分子量、例えば、1000 g /モル未満、または、約 100 から約 1000 g /モル、または、約 200 から約 1000 g /モル、または、約 300 から約 1000 g /モルを有する。より高い分子量の非晶質材料、例えば、ポリマーは、高温において、粘着性でべたつく液体になり、所望の温度での圧電プリントヘッドにより吐出可能となるには高すぎる粘性を有する。本願明細書に開示の適切な非晶質成分は、分岐鎖状のアルキルコアを有する尿素に基づいている。  
10

#### 【0030】

本開示の非晶質化合物は、任意の適切な方法により製造され得る。1つのこのような方法は、下記のように、分岐鎖状のアルキルコアを有するジイソシアネートを小分子のアミンと反応させることを含む。

#### 【化6】



20

適切な反応温度および時間は、使用される正確な反応物質により決めることができ、当業者により容易に決定され得る。この方法は、以下の実施例 1 のプロセスにより、より詳細に説明される。

#### 【0031】

##### 相変化インク組成物

本開示の一実施形態は、相変化インク組成物を対象にする。インク組成物は、(a) 非晶質ビス - 尿素成分、例えば、非晶質ビス - 尿素成分のいずれか、(b) 結晶質成分および(c) 任意の着色剤を含む成分を含む。  
30

#### 【0032】

任意の適切な結晶質化合物が使用され得る。インク配合における結晶質成分は、冷却における急速な結晶化により、相変化を起こさせ得る。結晶質成分は、最終的なインク膜の構造も調整することもでき、非晶質成分のべたつきを低下させることにより、硬いインクを形成することもできる。結晶質成分は、結晶化、所望のプリンタ操作温度での比較的低い粘度および室温での比較的高い粘度を示す。例示の粘度は、約 140 において、10<sup>1</sup> センチボイズ (cP) 以上または約 0.5 から約 10 cP または約 1 から約 10 cP であり得る。室温での比較的高い粘度は、例えば、10<sup>6</sup> cP より高くあり得る。  
40

#### 【0033】

結晶質成分は、インクの相変化を決定付けるため、急速な結晶化が、一部の用途、例えば、展着印刷、両面印刷等が求められ得る場合、即時の印刷処理を可能にし、コートされていない基材上における、低下した透き通しも提供し得る。

#### 【0034】

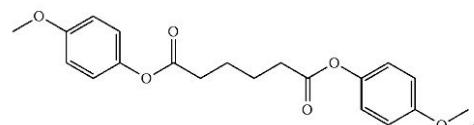
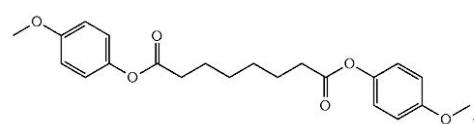
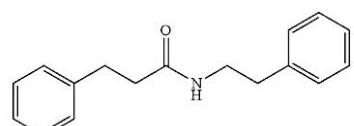
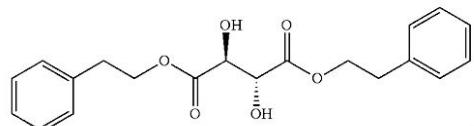
示差走査熱量測定 (DSC) (10 /分、-50から200から-50) により、所望の結晶質成分は、急な結晶化および融解ピークを示す。それらの間の T は、例えば、55 未満であり得る。融点は、吐出温度の上限を下回り、例えば、約 150 から約 140 を下回り得る。融点は、より低いプリンタ温度に静置した状態での、例えば、プリンタの待機モード中に起こり得る、プロッキングおよび転写を、防止または低下させる  
50

のに適し得る。このような低いプリンタ温度の例としては、65以上まで、例えば、約66以上、約67があげられる。

**【0035】**

適切な結晶質材料の例は、次のものを含む。

**【化7】**



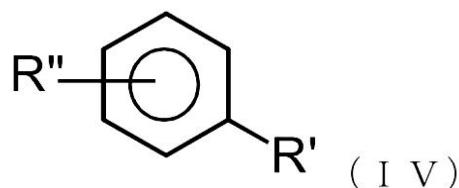
10

20

**【0036】**

使用され得る他の結晶質化合物は、芳香環コアを有する結晶質ジアミド化合物を含む。ジアミド化合物は、任意の適切な芳香環コア、例えば、ベンゼン基またはナフタレン基等を含み得る。環構造は、式IVにより説明されるように、インクについての所望の相変化特性を提供するであろう任意の適切な位置で、有機アミドにより置換され得る。

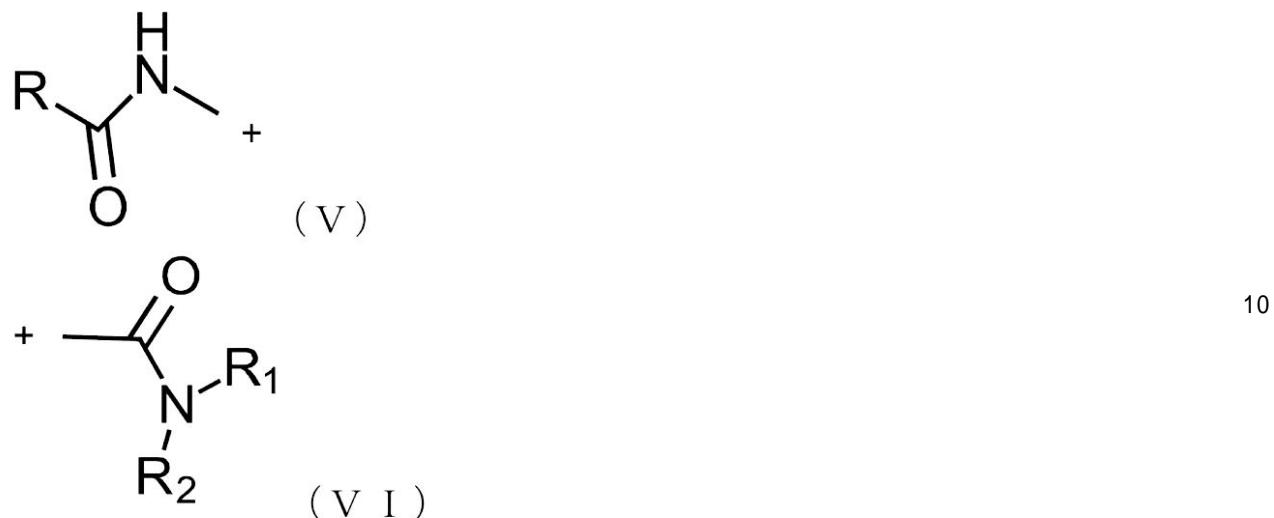
**【化8】**



30

式中、R'およびR''は、少なくとも1つのC<sub>1</sub>からC<sub>4</sub>の置換基を含む有機アミド基から選択される。適切なR'およびR''基は、独立して、式VおよびVI:

## 【化9】



のアミド基から選択されるものを含む。

式中、R、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は、所望のインク特性、例えば、吐出温度において適切な粘度を有する液相状態、および、約室温（例えば、約25℃）において固相状態を提供する結晶質化合物をもたらすであろう、水素原子または、直鎖状、分岐鎖状もしくは環状、飽和もしくは不飽和、脂肪族もしくは芳香族のC<sub>1</sub>からC<sub>40</sub>の置換基からなる群から独立して選択され得る。式中、R、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>の少なくとも1つは、水素原子ではない。式VおよびVI中、単結合および「+」の印は共に、式IVのベンジル基と式Vの窒素原子または式VIのカルボニル基のいずれかとの間の結合を表わす。

## 【0037】

一実施形態では、本開示のインクに使用される着色剤は、染料、顔料またはそれらの混合物から選択される。任意の染料または顔料が、インクのキャリアに分散または溶解可能であり、他のインク成分と適合可能という条件で選択され得る。適切な染料および顔料の例は、当該分野において周知である。

## 【0038】

相変化インクに使用するのに適した任意の他の成分も、場合により、本開示の組成物に含まれ得る。当業者であれば、使用され得る他の成分を容易に決定し得るであろう。

## 【0039】

着色剤は、所望の色または色調を取得するために、任意の所望の量または有効量、例えば、インクの約0.1重量パーセントから、インクの約50重量パーセント、または、インクの約0.2重量パーセントから、インクの約20重量パーセント、または、インクの約0.5重量パーセントから、インクの約10重量パーセントで、相変化インクに存在してもよい。

## 【0040】

実施形態では、概ね約60:40から約95:5の重量比で、それぞれ(1)結晶質成分および(2)非晶質成分のブレンドを含む相変化インク組成物が提供される。より具体的な実施形態では、非晶質成分に対する結晶質成分の重量比は、約65:35から約95:5であるか、または、約70:30から約90:10である。一実施形態では、重量比は、結晶質成分および非晶質成分それぞれについて、70:30である。別の実施形態では、重量比は、結晶質成分および非晶質成分それぞれについて、80:20である。

## 【0041】

本開示は、印刷方法も対象にする。方法は、相変化インク組成物を含むインクジェット印刷装置を提供する工程を含む。相変化インク組成物は、固体状であることができ、(a)非晶質ビス-尿素成分、(b)結晶質成分および(c)場合により、着色剤を含む。非

晶質ビス-尿素成分は、本願明細書に開示のビス-尿素化合物のいずれかであり得る。

**【0042】**

固体状の相変化インク組成物は、インクを液化するために、相変化インク組成物の融点より高い温度に加熱される。ついで、液化したインクは、インクジェット印刷装置から、基材上に吐出されて、画像を形成し得る。インクを吐出するための任意の適切な印刷装置および/または技術が使用されることができ、その例は、当該分野において周知である。

**【0043】**

任意の適切な基材または記録シートが、本開示の印刷方法に使用され得る。適切な基材の例は、普通紙、例えば、XEROX(登録商標)4200ペーパー、XEROX(登録商標)イメージシリーズペーパー、Courtland 4024DPペーパー、規則正しいノートブックペーパー、ボンドペーパー、シリカコートペーパー、例えば、Sharp Companyシリカコートペーパー、Jujioペーパー、HAMMER MILL LASERPRINTペーパー等、光沢コートペーパー、例えば、XEROX(登録商標)Digital Color Elite Gloss、Sappi Warren Papers LUSTROGLOSS、特殊ペーパー、例えば、Xerox(登録商標)DURAPAPER等、透明材料、布、繊維製品、プラスチック、ポリマーフィルム、無機記録媒体、例えば、金属および木等を含む。  
10

**【0044】**

本願明細書で使用する時、「印刷装置」の表現は、デジタルコピー機、製本機、ファクシミリ機、多機能機等の任意の装置を包含する。装置は、任意の目的についての印刷出力機能を行う。  
20

**【実施例】**

**【0045】**

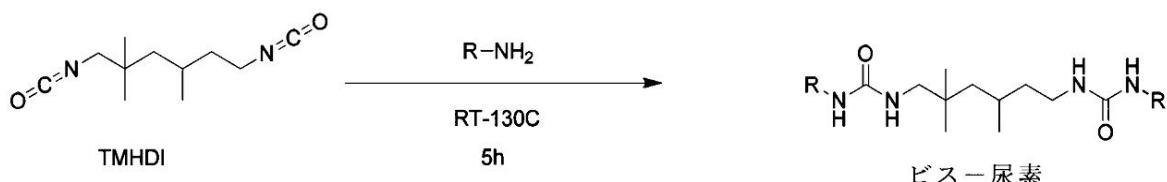
本開示は、相変化固体インクに適した新規な非晶質ビス-尿素材料の下記実施例を提供する。ビス-尿素を、TMHD (2,4,4'-および2,2',4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネートの異性体混合物、Evonik corporationから「VESTANAT TMDI」として入手)と種々のアミンとの反応により調製した。ついで、ビス-尿素を、結晶質材料であるN-フェニルエチルベンズアミド(「PEB」)と混合し、得られたインクを、K-proofによりコート紙上に印刷した。プリントサンプルは、一部の他の公知の相変化インクと比較して、引っ掻き、折り目、折り目オフセットに関する改善した堅牢性を説明した。実施例に記載のインクは、他の公知の相変化インクの耐摩擦性を上回ることが示された。  
30

**【0046】**

TMHDを、2当量のアミンと反応させて、以下の実施例1Aから1Eに記載のビス-尿素を製造した。

非晶質ビス(プロピルアミン)TMHDビス-尿素の合成

**【化10】**



**【0047】**

実施例1A：イソアミルアミン、R = CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>を使用するビス尿素合成

マグネティックスターラーを備える160zのジャーに、40gのイソアミルアミン(MW = 87.0.46モル)を充填した。室温で攪拌して、50.7gのTMHD (M  
50

$W = 210, 0.24$  モル、 $1.05\%$  過剰) を、ゆっくり滴下して添加して、アミン材料の沸点以下の温度を維持した。添加が完了した後、混合物を、油浴を使用して、 $130^{\circ}\text{C}$  で 1 時間加熱した。少量のサンプルを取り出し、IR を実行した。IR は、過剰の TMHD による小さなイソシアネートのピークを示した。少量のブタノールを添加して、過剰の TMHD と反応させた。これにより、過剰のアミンが残っていなかったことを確保した。再度、イソシアネートが残っていないことを示すために、IR を確認した。

#### 【0048】

実施例 1B : t e t t - ペンチルアミン、 $R = \text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_3$  を使用するビス尿素合成

使用したアミンを t e t t - ペンチルアミンとしたこと以外は、実施例 1A で説明したのと同様の方法において、ビス尿素を調製した。 10

#### 【0049】

実施例 1C : n - ブチルアミン、 $R = \text{C}_4\text{H}_9$  を使用するビス尿素合成

使用したアミンを n - ブチルアミンとし、アミンを蒸発させるための共溶媒として、トルエンを添加したこと以外は、実施例 1A で説明したのと同様の方法において、ビス尿素を調製した。反応が完了した時点で、トルエンを、真空蒸発により除去した。

#### 【0050】

実施例 1D : n - プロピルアミン、 $R = \text{C}_3\text{H}_7$  を使用するビス尿素合成

使用したアミンを n - プロピルアミンとしたこと以外は、実施例 1A で説明したのと同様の方法において、ビス尿素を調製した。 20

#### 【0051】

実施例 1E : s e c - ブチルアミン、 $R = \text{C}_4\text{H}_9$  を使用するビス尿素合成

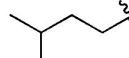
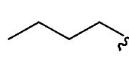
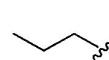
使用したアミンを s e c - ブチルアミンとしたこと以外は、実施例 1A で説明したのと同様の方法において、ビス尿素を調製した。

#### 【0052】

粘度試験および示差走査熱量測定(「DCS」)を、実施例 1A から 1E の材料について行った。図 1 および 2 は、収集した粘度および熱流のデータを示す。レオロジートレースは、非晶質化合物と一致し、DSC は、 $2.48^{\circ}\text{C}$  の  $T_g$  (ガラス転移点) を示した。表 1 に、調製した全ての非晶質ビス - 尿素樹脂の特徴をまとめた。

【表 1】

表 1：非晶質ビスー尿素樹脂特性の概要

実施例	R	Tg /° C*	粘度** @ 140 °C (cP)
1A		2.48	907
	イソアミル		
1B		28.4	5,119
	t e t t - ペンチル		
1C		-12.07	276
	n - プチル		
1D		6.23	222
	n - プロピル		
1E		15.3	1448
	s e c - プチル		

\*サンプルを、Q1000示差走査熱量計(TA Instruments)において、-50°Cから200°Cから-50°Cに、10°C/分の速度で測定した。中心値を、引用した。

\*\*サンプルを、Pel t i e r 加熱プレートを備えるRFS3制御歪みレオメータ（TA Instruments）において、25 mmの平行プレートを使用して測定した。使用した方法は、5 °Cの温度低下、各温度間での120秒の浸漬（平衡化）時間、および、1 Hzの定周波数で、高温から低温への温度スワイープとした。

【 0 0 5 3 】

非晶質ビス-尿素を含む5つのインクを、結晶質材料としてのN-フェニルエチルベンズアミド(N-P E B)、および、T B C T媒体におけるシアン顔料分散液を使用して調製した。配合を、以下にまとめる。

[表]

## インク配合 # 1

成分	重量%	m (g)
N-フェニルエチルベンズアミド (N-P E B 結晶質)	76.46	3.82
(イソアミルアミン) <sub>2</sub> -TMHD I	10.14	0.51
顔料濃縮物 (HOSTAPERM (登録商標) Blue (Cariantから市販) / T B C T	13.4	0.67
合計	100.00	5.0

## インク配合 # 2

成分	重量%	m (g)
N-フェニルエチルベンズアミド (N-P E B 結晶質)	76.46	3.82
(t-ペンチルアミン) <sub>2</sub> -TMHD I	10.14	0.51
顔料濃縮物 (HOSTAPERM (登録商標) Blue / T B C T	13.4	0.67
合計	100.00	5.0

## インク配合 # 3

成分	重量%	m (g)
N-フェニルエチルベンズアミド (N-P E B 結晶質)	76.46	3.82
(ブチルアミン) <sub>2</sub> -TMHD I	10.14	0.51
顔料濃縮物 (HOSTAPERM (登録商標) Blue / T B C T	13.4	0.67
合計	100.00	5.0

## インク配合 # 4

成分	重量%	m (g)
N-フェニルエチルベンズアミド (N-P E B 結晶質)	76.46	3.82
(プロピルアミン) <sub>2</sub> -TMHD I	10.14	0.51
顔料濃縮物 (HOSTAPERM (登録商標) Blue / T B C T	13.4	0.67
合計	100.00	5.0

## インク配合 # 5

成分	重量%	m (g)
N-フェニルエチルベンズアミド (N-P E B 結晶質)	76.46	3.82
(sec-ブチルアミン) <sub>2</sub> -TMHD I	10.14	0.51
顔料濃縮物 (HOSTAPERM (登録商標) Blue / T B C T	13.4	0.67
合計	100.00	5.0

## 【0054】

インクのレオロジーを、図3に示すように、5つ全てのインクについて測定した。表2は、試験した5つ全てのインク配合が、吐出用の140において、適切な粘度(約10 cP)を有することを示す。典型的には、尿素化合物は、その広範な水素結合により、非常に粘性である。分子(例えば、分岐鎖トリメチルヘキシルコア)の正しい設計により、混和性が、結晶性成分により強調され、水素結合は、カウンターバランスされて、粘性を低下させ得る。逆に、直鎖状のコア鎖ビス-尿素分子は、高融点の結晶質化合物である。

【表2】

表2：インク粘度の概要

インク#	粘度@140°C (c p)
1	6.67
2	10.7
3	5.78
4	9.7
5	6.96

10

## 【0055】

印刷の堅牢性を試験するために、インク配合1、2および3を、Xerox（登録商標）Digital Color Elite Gloss、120gsm(DCEG)コート紙上に、K-prooferグラビア印刷プレートを使用して印刷した。プレートは、低圧力での圧力ロールセットを備える。グラビアプレートの温度を、142に設定したが、実際のプレート温度は、約134である。K-proofer装置(RK Print Coat Instrument Ltd., Littington, Royton, Heris, SG8 0OZ, U.K.により製造)は、各種のインクを小規模でスクリーンし、種々の基材上での画像品質を評価するのに有用な印刷ツールである。インクにより、基材から容易に除去され得ない、堅牢な画像が取得された。適用された重さ528gの、垂直から約15°の角度で湾曲したチップを有する金属チップにより、およそ13mm/sの速度で、画像を横切って線を引いた場合、インクは、画像から、目視により除去されなかった。チップは、およそ12mmの曲率半径を有する、旋盤の先が丸くなった切断ビットに類似している。インク1および4は、引っ掻き、折り目しわおよび折り目オフセットに関して、一部の市販の相変化インクより良好な堅牢性を示した。

20

## 【0056】

30

インク1を、175gスケールにスケールアップし、印刷した。実施例のインク配合を印刷し、非晶質尿素成分を含まないコントロールインクと比較した。手法を使用する印刷の堅牢性試験は、実施例のインク配合が耐摩擦性における打破した性能を示すことを示す。耐摩擦性は、本分野における仕上げの要求に重要な計量である。

【図1】

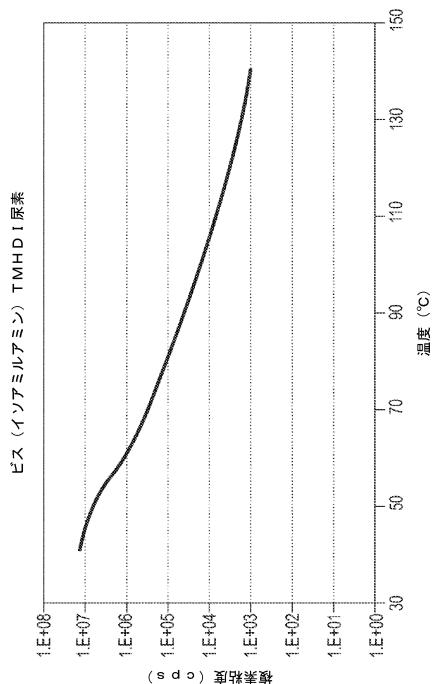


図1

【図2】

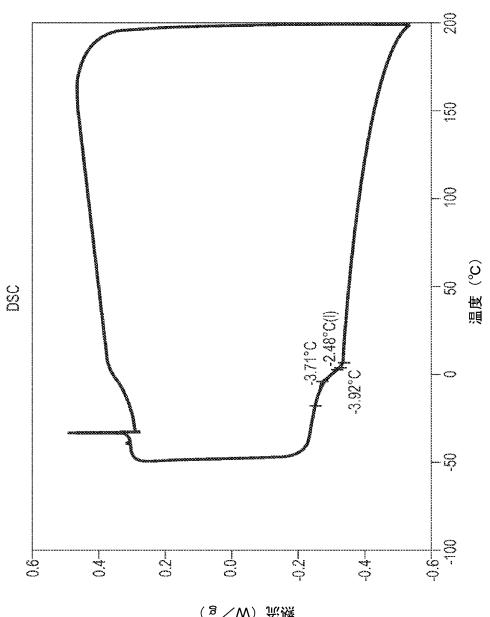


図2

【図3】

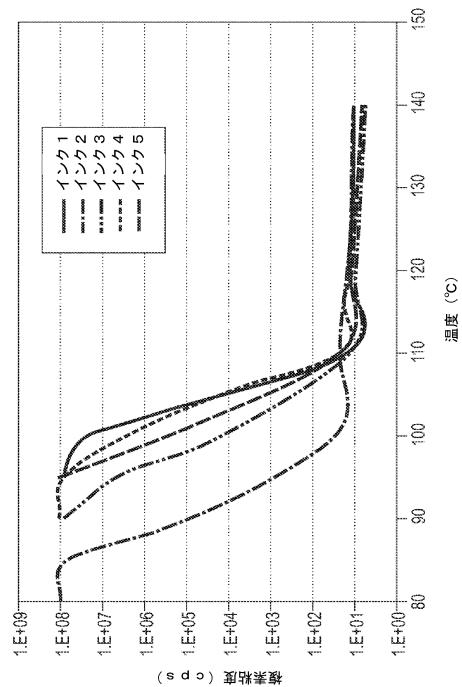


図3

---

フロントページの続き

(72)発明者 アデラ・ゴレデマ

カナダ国 オンタリオ州 エル5エイチ 3ヴィ1 ミシサガ ショウンマー・ロード 130-  
1050

(72)発明者 ケンタロウ モリミツ

カナダ国 オンタリオ州 エル5エム 7アール8 ミシサガ キヴァーモント・アベニュー 4  
879 ナンバー1102

(72)発明者 スティーブン・ヴィ・ドラッペル

カナダ国 オンタリオ州 エム5アール 2ジー3 トロント アベニュー・ロード 55エイ  
スィート 308

(72)発明者 ジェフリー・エイチ・バニング

アメリカ合衆国 オレゴン州 97124 ヒルズボロ ノースイースト 16番 アベニュー  
484

審査官 南 宏樹

(56)参考文献 英国特許出願公開第02294939 (GB, A)

特開2006-161041 (JP, A)

特開2006-161043 (JP, A)

特開昭57-165290 (JP, A)

米国特許出願公開第2002/0169217 (US, A1)

特開2012-233154 (JP, A)

Jan van Esch, et al., Self-Assembly of Bisurea Compounds in Organic Solvents and on Solid Substrates, Chemistry : a European Journal, 1997年, 3巻、8号, 1238-1243頁

Kimberly R. Deaton, LOW MOLECULAR WEIGHT BIS-UREA ORGANOGLACATORS, インターネット公開文献, 2002年 2月21日, 9-16頁

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B41M 5/00

B41J 2/01

C09D 11/00

C07C 275/00

C A p l u s / R E G I S T R Y ( S T N )