



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 697 28 821 T2 2004.09.30**

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 816 410 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **697 28 821.8**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **97 304 729.3**

(96) Europäischer Anmeldetag: **30.06.1997**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **07.01.1998**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **28.04.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **30.09.2004**

(51) Int Cl.7: **C08G 18/38**
C09D 11/00

(30) Unionspriorität:
672617 28.06.1996 US

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

(74) Vertreter:
**Grünecker, Kinkeldey, Stockmair &
Schwanhäusser, 80538 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH, DE, FR, GB, IE, LI, NL

(72) Erfinder:
**Bui, Loc V., Valencia, US; King, Clifford R., Salem,
Oregon 97301, US; Banning, Jeffery H., Hillsboro,
Oregon 97124, US; Titterington, Donald R.,
Tualatin, Oregon 97062, US**

(54) Bezeichnung: **Von Isocyanat abgeleitete Farbharze zur Verwendung in Phasenaustausch-Tintenstrahl-tinten**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf farbige Harze, die durch Umsetzen von Isocyanaten mit Kombinationen ausgewählter Nukleophiler wie etwa Alkoholen und/oder Aminen hergestellt wurden. Alle oder ein Teil der ausgewählten Nukleophile können ein Chromogen enthalten, das es dem Harz ermöglicht, Licht zu absorbieren. Die vorliegende Erfindung bezieht sich auch auf Phasenwechsellintenzusammensetzungen sowohl allgemein als auch in spezifischen Zusammensetzungen, die derartige farbige Harze enthalten. Noch weiter bezieht sich die vorliegende Erfindung auf das Verfahren des Verwendens derartiger Phasenwechsellinten, die derartige farbige Harze enthalten, in einer Druckvorrichtung.

[0002] Im allgemeinen befinden sich Phasenwechsellinten (manchmal als „Hot-melt-Tinten“ bezeichnet) bei Umgebungstemperatur in fester Phase, liegen aber bei den erhöhten Betriebstemperaturen einer Tintenstrahldruckvorrichtung in flüssiger Phase vor. Bei den Strahlbetriebstemperaturen werden Tröpfchen aus flüssiger Tinte von der Druckvorrichtung ausgestoßen und wenn die Tintentröpfchen die Oberfläche des Druckmediums berühren verfestigen sie sich rasch unter Bilden eines vorbestimmten Musters aus verfestigten Tintentropfen. Phasenwechsellinten werden ferner bei anderen Drucktechnologien wie etwa im US-Patent Nr. 5 496 879 und den auf Siegwerk Farbenfabrik Keller, Dr. Rung und Co. übertragenen deutschen Patentveröffentlichungen DE-42 05 636AL und DE-42 05 713AL zitiert.

[0003] Phasenwechsellinten zum Farbdruck umfassen im allgemeinen eine Phasenwechsellintenträgerzusammensetzung, die mit einem mit einer Phasenwechsellinte verträglichen Farbmittel kombiniert ist. Vorzugsweise wird eine farbige Phasenwechsellinte durch Kombinieren der vorstehend beschriebenen Tintenträgerzusammensetzung mit verträglichen, subtraktiven, primären Farbmitteln gebildet. Die subtraktiven, primären, farbigen Phasenwechsellinten dieser Erfindung können vier Farbstoffkomponenten, nämlich Cyan, Magenta, Gelb und Schwarz umfassen. Diese subtraktiven, primären, farbigen Tinten können durch Verwenden eines einzelnen Farbstoffs oder eines Gemisches von Farbstoffen gebildet werden. Zum Beispiel kann Magenta durch Verwenden eines Gemisches aus Solvent-Red-Farbstoffen erhalten werden oder kann ein zusammengesetztes Schwarz durch Mischen mehrerer Farbstoffe erhalten werden. Die US-Patente Nr. 4 889 506, 4 889 761 und 5 372 852 lehren, daß die eingesetzten subtraktiven, primären Farbmittel typischerweise Farbstoffe aus den Klassen Lösungsmittelfarbstoffe, disperse Farbstoffe, modifizierte Säure- und Direktfarbstoffe und einer begrenzten Anzahl basischer Farbstoffe des Color Index (C. I.) umfassen können. Die Farbmittel können auch Pigmente wie im an Coates Electrophotographics Ltd. übertragenen US-Patent Nr. 5 221

335 und der US-Patentanmeldung Seriennr. 08/381 610 (der europäischen Patentanmeldung Nr. 0 723 099 entsprechend), die auf die Verwendung einer speziellen Klasse polymerer Farbstoffe in Phasenwechsellintenzusammensetzungen gerichtet ist, veranschaulicht wird.

[0004] Phasenwechsellinten sind auch zu Anwendungen wie etwa Postmarkierung oder industrielle Markierung und Etikettieren verwendet worden.

[0005] Phasenwechsellinten sind für Tintenstrahldrucker erwünscht, da sie bei Raumtemperatur, während des Versands, der Langzeitlagerung und dergleichen in fester Phase verbleiben. Ferner werden die mit dem Düsenverstopfen aufgrund der Tintenverdampfung verbundenen Probleme großteils beseitigt, wodurch die Zuverlässigkeit des Tintenstrahldrucks verbessert wird. Weiterhin verfestigen sich bei den vorstehend angeführten Phasenwechsel-Tintenstrahldruckern des Standes der Technik, wo die Tintentröpfchen direkt auf das Druckmedium eingebracht werden, die Tröpfchen unmittelbar beim Kontakt mit dem Substrat, wird eine Wanderung der Tinte entlang des Druckmediums verhindert und wird die Punktqualität verbessert. Dies trifft auch auf die hierin beschriebenen Verfahren und Tintenzusammensetzungen zu.

[0006] Außer den vorstehend zitierten US-Patenten beschreiben viele andere Patente Materialien zur Verwendung in Phasenwechsel-Tintenstrahldruckern. Einige repräsentative Beispiele schließen sowohl das US-Patent Nr. 3 653 932, 4 390 396, 4 484 948, 4 684 956, 4 851 045, 4 889 560, 5 006 170 und 5 115 120 als auch die EP-Anmeldung Nr. 0187352 und 0206286 ein. Diese Materialien können Paraffine, mikrokristalline Wachse, Polyethylenwachse, Esterwachse, Fettsäuren und andere wachsartige Materialien, Sulfonamidmaterialien, aus verschiedenen natürlichen Quellen (Tallöl, Harzsäuren und Harzsäureester sind ein Beispiel) hergestellte harzartige Materialien und viele synthetische Harze, Oligomere, Polymere und Copolymere einschließen.

[0007] Getrennt lehrt die PCT-Patentanmeldung WO94/14902, die am 7. Juli 1994 veröffentlicht wurde und an Coates Brothers PLC übertragen ist, eine Hot-melt-Tinte, die ein Farbmittel und als Träger für die Hot-melt-Tinte ein Oligourethan mit einem Schmelzpunkt von mindestens 65°C enthält und durch Umsetzen eines aliphatischen oder aromatischen Diisocyanats mit mindestens der stöchiometrischen Menge entweder (i) einer einwertigen Alkoholkomponente oder (ii) einer einwertigen Alkoholkomponente, gefolgt von einer weiteren, unterschiedlichen einwertigen Alkoholkomponente oder (iii) einer einwertigen Alkoholkomponente, gefolgt von einer zweiwertigen Alkoholkomponente, gefolgt von einer einwertigen Alkoholkomponente erhalten wird.

[0008] Diese PCT-Patentanmeldung definiert die einwertige Alkoholkomponente als entweder einen einwertigen aliphatischen Alkohol (z. B. C₁-C₂₂-Alkohole), einen veretherten, zweiwertigen, aliphatischen

Alkohol (z. B. Propylenglykoldimethylether (PGME), Dipropylenglykoldimethylether (DPGME), Ethylenglykoldimethylether (EGME), Diethylenglykoldimethylether (DEGME), Tripropylenglykoldimethylether (TPGME) und Propylenglykoldimethylether (PGME)); einen veresterten, zweiwertigen, aliphatischen Alkohol (z. B. kann die veresternde Säure eine ethylenisch ungesättigte Säure (wie etwa Acrylsäure oder Methacrylsäure sein), wodurch in das Oligourethan eine ethylenische Ungesättigtheit in das Oligourethan eingeführt wird und es weiter für eine zusätzliche Polymerisation (Härtung) geeignet gemacht wird, nachdem es durch Hot-melt-Drucken auf ein Substrat aufgebracht worden ist) oder ein zweiwertiges Polyalkylenglykol. Diese PCT-Anmeldung definiert die zweiwertige Alkoholkomponente weiter als zweiwertigen, aliphatischen Alkohol oder ein zweiwertiges Polyalkylenglykol (z. B. Ethylenglykol, Polyethylenglykol (PEG 1500), Polypropylenglykol (PPG 750, 1000 und 1500), Trimethylenglykol, Dipropylenglykol, Methylpropandiol und 1,6-Hexandiol).

[0009] Ferner lehrt die an General Electric Company übertragene PCT-Patentanmeldung WO94/04619 die Verwendung ionomerer Materialien in Kombination mit bilderzeugenden Mitteln unter Bilden einer Hot-melt-Tintenstrahl-tinte. Die ionomeren Materialien können viele verschiedene Typen copolymerer oder polymerer Ionomeren einschließlich carboxyfunktioneller Polyurethane einschließen, die aus einem Diol oder Polyol und einer Hydroxysäure hergestellt wurden. Viele andere Trägermaterialien und Farbstoffe als bilderzeugendes Mittel der Erfindung sind in der PCT-Anmeldung eingeschlossen.

[0010] Da die Anzahl der Anwendungen von Phasenwechsellintenzugenen hat, ist ein Bedürfnis nach neuen Farbstoffmaterialien, die zu diesen verschiedenen Anwendungen geeignet sind, entstanden. Es besteht ferner ein Bedarf an verhältnismäßig niedrigviskosen, nicht-polymeren Harzen, die für den Phasenwechsellintenzugendruck und andere Formen des Phasenwechsellintenzugendrucks ausgelegt sind. Die vorliegende Erfindung bietet eine Lösung für diese Bedürfnisse durch Kombinieren eines Chromogens und eines für den Phasenwechsellintenzugendruck ausgelegten Harzes in demselben Material.

[0011] Die vorliegende Erfindung stellt ein von einem Isocyanat abgeleitetes, farbiges, monomeres, oligomeres oder nicht-polymeres Harz bereit, umfassend das Reaktionsprodukt

- (a) eines Isocyanats und
- (b) wenigstens eines chromogenhaltigen Nukleophils.

[0012] Die vorliegende Erfindung stellt ein von einem Isocyanat abgeleitetes, farbiges, monomeres, oligomeres oder nicht-polymeres Harz bereit, umfassend das Reaktionsprodukt

- (a) eines Isocyanats;
- (b) eines Nukleophils, das aus der aus wenigstens einem Alkohol, wenigstens einem Amin und Ge-

mischen daraus bestehenden Gruppe ausgewählt ist, und

(c) wenigstens eines chromogenhaltigen Nukleophils.

[0013] Weiterhin stellt die vorliegende Erfindung eine Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung bereit, die in Kombination

- (a) ein Monoamid,
- (b) einen Klebrigmacher und
- (c) ein Farbstoff, das wenigstens ein farbiges, von einem Isocyanat abgeleitetes Harz umfaßt.

[0014] Die vorliegende Erfindung stellt weiter ein Verfahren zum Herstellen einer Schicht aus einer farbigen Phasenwechsellinte auf einer Substratoberfläche bereit, wobei das Verfahren das

- (1) Bilden einer Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung in fester Phase, die ein Gemisch aus (a) einer Phasenwechsel-Trägerzusammensetzung und (b) einem verträglichen Phasenwechsel-Farbstoff umfaßt, das wenigstens ein farbiges, von einem Isocyanat abgeleitetes Harz umfaßt, das durch die Reaktion einer Isocyanatvorstufe und wenigstens eines Alkohols gebildet wurde,
- (2) Überführen der Phasenwechsel-Farbtintenzusammensetzung in fester Phase in ein Phasenwechsel-Tintenauftragungsmittel,
- (3) Erhöhen der Betriebstemperatur des Auftragungsmittels auf einen Wert, durch den eine farbige Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung in flüssiger Phase gebildet wird,
- (4) Bereitstellen eines Substrats in der Nähe des Auftragungsmittels,
- (5) Auftragen eines vorbestimmten Musters aus der farbigen Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung in flüssiger Phase auf wenigstens eine Oberfläche des Substrats und
- (6) Erniedrigen der Temperatur der aufgetragenen Tintenzusammensetzung unter Bilden eines Phasenwechsel-Tintenzugendmusters in fester Phase auf dem Substrat umfaßt.

[0015] Die vorliegende Erfindung stellt weiter ein Verfahren zum Herstellen einer Schicht aus einer farbigen Phasenwechsellinte auf einer Substratoberfläche bereit, wobei das Verfahren das

- (1) Einsetzen einer Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung in fester Phase in einem Druckgerät, die ein Gemisch aus (a) einer Phasenwechsel-Trägerzusammensetzung und (b) einem verträglichen Phasenwechsel-Farbstoff umfaßt, das wenigstens ein farbiges, von einem Isocyanat abgeleitetes Harz umfaßt, das durch die Reaktion einer Isocyanatvorstufe und wenigstens eines Alkohols gebildet wurde,
- (2) Aufbringen der Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung in einem gewünschten Muster auf eine Zwischenübertragungsoberfläche und

(3) Überführen des gewünschten Musters aus der Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung auf die Substratoberfläche umfaßt.

[0016] Bevorzugte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung werden in den Unteransprüchen angeführt.

[0017] Ein Vorteil der vorliegenden Erfindung ist, daß die farbigen, von einem Isocyanat abgeleiteten Harze sehr rein sind, wobei sie frei von Salzen und anderen unlöslichen Verunreinigungen sind.

[0018] Es ist ein weiterer Vorteil der vorliegenden Erfindung, daß die farbigen, von einem Isocyanat abgeleiteten Harze der vorliegenden Erfindung, wenn sie zusammen mit einer typischen Trägerzusammensetzung in einer Phasenwechseltintenformulierung verwendet werden, die Notwendigkeit eines getrennten Farbmittels vermeiden.

[0019] Noch ein weiterer Vorteil der vorliegenden Erfindung ist, daß die farbigen, von einem Isocyanat abgeleiteten Harze eine oder mehr Komponenten bei den früheren amidhaltigen Phasenwechseltinten wie etwa eine Tetraamid-, Monoamid-, Klebrigmacher- oder Weichmacherkomponente ersetzen können.

[0020] Diese und andere Aspekte, Merkmale und Vorteile werden durch die Verwendung von Reaktionsprodukten ausgewählter Isocyanate mit ausgewählten Alkoholen oder Gemischen ausgewählter Alkohole und/oder ausgewählter Amine oder Gemischen ausgewählter Amine erhalten, wovon einige oder alle ein Chromogen enthalten können, um von einem Isocyanat abgeleitete Harze herzustellen, die zur Verwendung in Phasenwechseltinten geeignet sind, die in direkten oder indirekten Druckanwendungen eingesetzt werden können.

[0021] Der Ausdruck „Chromogen“ wird in der vorliegenden Beschreibung und den Ansprüchen wie auf Seite 82 von „Colour and Constitution of Organic Molecules“ von John Griffiths, ©1976 von Academic Press, definiert verwendet und bedeutet ein halbwegs gut definiertes, ungesättigtes System, das entweder farbige ist oder durch das Binden einfacher Substituenten farbige gemacht werden kann.

[0022] Der Ausdruck „Nukleophil“ in der vorliegenden Beschreibung und den Ansprüchen wird wie auf Seite 179 von „Advanced Organic Chemistry, 3rd Edition“ von Jerry March, ©1985 von John Wiley and Sons, definiert zum Beschreiben eines Reagenzes verwendet, das ein Elektronenpaar zu einer Reaktion unter Bilden einer neuen Bindung veranlaßt. Die bevorzugten Nukleophilen dieser Erfindung sind Alkohole, Amine und chromogenhaltige Alkohole oder Amine, es versteht sich aber, daß andere nukleophile, funktionelle Gruppen, die mit der Isocyanatstruktur einheitlich reagieren können, ebenfalls in der vorliegenden Erfindung eingesetzt werden können.

[0023] Der Ausdruck „Oligomer“ in der gegenwärtigen Beschreibung und Ansprüchen wird wie auf Seite 7 von „Polymer Chemistry – The Basic Concepts“ von Paul Hiemenz, ©1984 von Marcel Dekker, Inc., ver-

wendet, um einen Ausdruck zu beschreiben, der zum Bezeichnen von Molekülen geprägt wurde, bei denen n (das die Anzahl der sich wiederholenden Monomereinheiten darstellt) kleiner als 10 ist.

[0024] Der in der vorliegenden Beschreibung und den Ansprüchen verwendete Ausdruck „farbiges, von einem Isocyanat abgeleitetes Harz“ ist als irgendein monomeres, oligomeres oder nicht-polymeres, harzartiges Material definiert, das aus der Reaktion von Mono-, Di- oder Polyisocyanaten mit einem geeigneten nukleophilen Molekül, das ein Chromogen enthält, dem Gemisch eines monofunktionellen Alkohols und eines geeigneten nukleophilen Moleküls, das ein Chromogen enthält, dem Gemisch eines monofunktionellen Amins und eines geeigneten nukleophilen Moleküls, das ein Chromogen enthält, oder dem Gemisch eines monofunktionellen Amins und eines geeigneten nukleophilen Moleküls, das ein Chromogen enthält, stammt.

[0025] Bevorzugte Alkohole zum Reagieren mit difunktionellen und höheren Isocyanaten, um die von einem Isocyanat abgeleiteten Harze herzustellen, schließen irgendeinen einwertigen Alkohol ein. Der einwertige Alkohol kann zum Beispiel irgendein aliphatischer Alkohol [z. B. ein C₁-C₂₂- oder höherer, gerader Alkohol, ein verzweigter Alkohol oder ein cyclischer, aliphatischer Alkohol wie etwa Methanol, Ethanol, (n- und iso-) Propanol, (n-, iso-, t-) Butanol, (n-, iso-, t-) Pentanol, (n-, iso-, t-) Hexanol, (n-, iso-, t-) Octanol, (n-, iso-, t-) Nonanol, (n- und verzweigte) Decanole, (n- und verzweigte) Undecanole, (n- und verzweigte) Dodecanole, (n- und verzweigte) Hexadecanole, (n- und verzweigte) Octadecanole, 3-Cyclohexyl-1-propanol, 2-Cyclohexyl-1-ethanol, Cyclohexylmethanol, Cyclohexanol, 4-Methylcyclohexanol, 4-Ethylcyclohexanol, 4-t-Butylcyclohexanol; ein aliphatisch/aromatischer Alkohol [z. B. Benzylalkohol, Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenolalkoxylate von Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenol und Alkoxyphenol]; aromatische Alkohole wie etwa Phenol, Naphthol und ihre Derivate; Alkohole mit einem kondensierten Ring (z. B. Harzalkohole, Hydroabietylalkohol, Cholesterin, Vitamin E) und andere geeignete Alkohole (z. B. N,N-Dimethyl-N-ethanolamin, Stearamid-Monoethanolamin, Tripropylenglykolmonomethylether, Hydroxybutanon, Menthol, Isoborneol, Terpineol, 12-Hydroxystearylstearamid. Für den Fachmann ist offensichtlich, daß geringe Mengen (auf molekularer Grundlage) Polyole ebenfalls in das Reaktionsgemisch eingearbeitet werden können, um gewünschtenfalls oligomere Vertreter in den Harzen herzustellen. Die bevorzugten Alkohole sind Hydroabietylalkohol, Octylphenolethoxyolat und Octadecylalkohol.

[0026] Bevorzugte Alkohole zum Umsetzen mit monofunktionellen Isocyanaten zum Herstellen der von einem Isocyanat abgeleiteten Harze schließen einen einwertigen Alkohol ein. Zum Beispiel kann der einwertige Alkohol irgendein aliphatischer Alkohol [z. B. ein C₁-C₂₂- oder höherer, gerader Alkohol, ein ver-

zweigter Alkohol oder ein cyclischer, aliphatischer Alkohol wie etwa Methanol, Ethanol, (n- und iso-) Propanol, (n-, iso-, t-) Butanol, (n-, iso-, t-) Pentanol, (n-, iso-, t-) Hexanol, (n-, iso-, t-) Octanol, (n-, iso-, t-) Nonanol, (n- und verzweigte) Decanole, (n- und verzweigte) Undecanole, (n- und verzweigte) Dodecanole, (n- und verzweigte) Hexadecanole, (n- und verzweigte) Octadecanole, 3-Cyclohexyl-1-propanol, 2-Cyclohexyl-1-ethanol, Cyclohexylmethanol, Cyclohexanol, 4-Methylcyclohexanol, 4-Ethylcyclohexanol, 4-t-Butylcyclohexanol; ein aliphatisch/aromatischer Alkohol (z. B. Benzylalkohol, Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenolalkoxylate oder Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenol, Alkoxyphenol); aromatische Alkohole wie etwa Phenol, Naphthol und ihre Derivate; Alkohole mit einem kondensierten Ring (z. B. Harzalkohole, Hydroabietylalkohole, Cholesterin, Vitamin E) und andere geeignete Alkohole (z. B. N,N-Dimethyl-N-ethanolamin, Stearamid-Monoethanolamin, Tripropylenglykolmonomethylether, Hydroxybutanon, Menthol, Isoborneol, Terpeneol, 12-Hydroxystearylstearamid) als auch multifunktionale Alkohole wie etwa Ethylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Dimethylolpropionsäure, Sucrose, Polytetramethylenglykol (MW < ~3000), Polypropylenglykol (MW < ~3000), Polyesterpolyole (MW < ~3000), Polyethylenglykol (MW < ~3000), Pentaerythrit, Triethanolamin, Glycerin, 1,6-Hexandiol, N-Methyl-N,N-diethanolamin, Trimethylolpropan, N,N,N',N'-Tetrakis(2-hydroxypropyl)ethylendiamin. Der bevorzugte Alkohol ist Octadecanol.

[0027] Bevorzugte Amine zum Reagieren mit monofunktionellen Isocyanaten zum Herstellen der von einem Isocyanat abgeleiteten Harze schließen irgend ein monofunktionelles Amin mit Ausnahme tertiärer Amine ein, denen eine andere nukleophile funktionelle Gruppe fehlt (z. B. Triethylamin). Zum Beispiel kann das Monoamin jedes primäre oder sekundäre, aliphatische Amin [z. B. ein C₁-C₂₂- oder höheres lineares Amin, jedes verzweigte Amin oder jedes cyclische, aliphatische Amin wie etwa Methylamin, Ethylamin, (n- und iso-) Propylamin (n-, iso- und t-) Butylamin, (n-, iso-, t-) Pentylamin, (n-, iso-, t-) Hexylamin, (n-, iso-, t-) Octylamin, (n-, iso-, t-) Nonylamin, (n- und verzweigtes) Decylamin, (n- und verzweigtes) Undecylamin, (n- und verzweigtes) Octadecylamin, (n- und verzweigtes) Hexadecylamin, (n- und verzweigtes) Dodecylamin, Dimethylamin, Diethylamin, Di(n- und iso-)propylamin, Di(n-, iso-, t-)butylamin, Di(n-, iso-, t-)pentylamin, Di(n-, iso-, t-)hexylamin, Di(n-, iso-, t-)cyclohexylamin, Di(n-, iso-, t-)heptylamin, Di(n-, iso-, t-)octylamin, Di(n-, iso-, t-)decylamin, Di(n-, iso-, t-)octadecylamin, Di(n-, iso-, t-)dodecylamin, Cyclohexylamin, 2,3-Dimethyl-1-cyclohexylamin, Piperidin, Pyrrolidin]; ein aliphatisches/aromatisches Amin (z. B. Benzylamin oder Analoga mit längeren oder zusätzlichen Alkylketten); aromatische Amine wie etwa Anilin, Anisidin; Amine mit einem kondensierten Ring wie etwa Harzamin, Dehydroabietylamin, Dihydroabietylamin, Hydroabietylamin und verschiedene Amine (z. B. Adamantylamin, Isonipecotamid, Polyoxyalkylenmonoamine wie etwa von Huntsman Chemical Company aus Austin, Texas, im Handel erhältliche Jeffamine der M-Reihe und 3,3'-Diamino-N-methyl-dipropylamin sein. Für den Fachmann ist offensichtlich, daß geringe Mengen (auf molarer Grundlage) Polyamine auch in das Reaktionsgemisch eingebaut werden können, um gewünschtenfalls oligomere Vertreter in den Harzen herzustellen. Das bevorzugte Amin ist Octadecylamin.

schiedene Amine (z. B. Adamantylamin, Isonipecotamid, Polyoxyalkylenmono-, di- oder triamine wie etwa von Huntsman Chemical Company aus Austin, Texas, im Handel erhältliche Jeffamine der M-, D- und T-Reihe und 3,3'-Diamino-N-methyl-dipropylamin als auch multifunktionelle Amine wie etwa Polyethylenimin, Ethylendiamin, Hexamethylendiamin, Isomere von Cyclohexyldiaminen, 1,3-Pentadiamin, 1,12-Dodecandiamin, 3-Dimethylaminopropylamin, 4,7,10-Trioxa-1,13-tridecandiamin, Diethylentriamin, 3,3'-Diamino-N-methyldipropylamin oder Tris(2-aminoethyl)amin sein. Das bevorzugte Amin ist Octadecylamin.

[0028] Bevorzugte Amine zum Reagieren mit difunktionellen und höheren Isocyanaten zum Herstellen der von einem Isocyanat abgeleiteten Harze schließen jedes monofunktionelle Amin mit Ausnahme tertiärer Amine ein, denen eine andere nukleophile funktionelle Gruppe fehlt (z. B. Triethylamin). Zum Beispiel kann das Monoamin jedes primäre oder sekundäre, aliphatische Amin (z. B. ein C₁-C₂₂- oder höheres lineares Amin, jedes verzweigte Amin oder jedes cyclische, aliphatische Amin) wie etwa Methylamin, Ethylamin (n- und iso-)Propylamin (n-, iso- und t-)Butylamin, (n-, iso-, t-)Pentylamin, (n-, iso-, t-)Hexylamin, (n-, iso-, t-)Octylamin, (n-, iso-, t-)Nonylamin, (n- und verzweigtes)Decylamin, (n- und verzweigtes) Undecylamin, (n- und verzweigtes) Octadecylamin, (n- und verzweigtes) Hexadecylamin, (n- und verzweigtes) Dodecylamin, Dimethylamin, Diethylamin, Di(n- und iso-)propylamin, Di(n-, iso-, t-)butylamin, Di(n-, iso-, t-)pentylamin, Di(n-, iso-, t-)hexylamin, Di(n-, iso-, t-)cyclohexylamin, Di(n-, iso-, t-)heptylamin; Di(n-, iso-, t) octylamin, Di(n-, iso-, t-)decylamin, Di(n-, iso-, t-)octadecylamin, Di(n-, iso-, t-)dodecylamin, Cyclohexylamin, 2,3-Dimethyl-1-cyclohexylamin, Piperidin, Pyrrolidin; ein aliphatisches/aromatisches Amin (z. B. Benzylamin oder Analoga mit längeren oder zusätzlichen Alkylketten); aromatische Amine wie etwa Anilin, Anisidin; Amine mit einem kondensierten Ring wie etwa Harzamin, Dehydroabietylamin, Dihydroabietylamin, Hydroabietylamin und verschiedene Amine (z. B. Adamantylamin, Isonipecotamid, Polyoxyalkylenmonoamine wie etwa von Huntsman Chemical Company aus Austin, Texas, im Handel erhältliche Jeffamine der M-Reihe und 3,3'-Diamino-N-methyl-dipropylamin sein. Für den Fachmann ist offensichtlich, daß geringe Mengen (auf molarer Grundlage) Polyamine auch in das Reaktionsgemisch eingebaut werden können, um gewünschtenfalls oligomere Vertreter in den Harzen herzustellen. Das bevorzugte Amin ist Octadecylamin.

[0029] Außerdem können hydroxy-/aminohaltige Verbindungen eingesetzt werden (wobei di- und höherfunktionelle Isocyanate aus dem Reaktivitätsunterschied der Amin- gegenüber der Hydroxygruppe Vorteil ziehen oder Monoisocyanate vorzugsweise mit der Amin- oder sowohl mit der Amin- als auch Hydroxygruppe reagieren). Beispiele davon schließen

Ethanolamin und Diethanolamin ein.

[0030] Weitere Amide oder andere ein Nukleophil enthaltende Verbindungen können mit den (Mono-, Di-) Isocyanaten umgesetzt werden. Einige Beispiele schließen Harnstoff, Oleamid und Stearamid ein.

[0031] Bevorzugte Vorstufen der von einem Isocyanat abgeleiteten Harze schließen Mono-, Di- und andere Polyisocyanate ein. Beispiele von Monoisocyanaten schließen Octadecylisocyanat, Octylisocyanat, Butyl- und t-Butylisocyanat, Cyclohexylisocyanat, Adamantylisocyanat, Ethylisocyanatoacetat, Ethoxycarbonylisocyanat, Phenylisocyanat, alpha-Methylbenzylisocyanat, 2-Phenylcyclopropylisocyanat, Benzylisocyanat, 2-Ethylphenylisocyanat, Benzoylisocyanat, meta- und para-Tolylisocyanat, 2-, 3- oder 4-Nitrophenylisocyanat, 2-Ethoxyphenylisocyanat, 3-Methoxyphenylisocyanat, 4-Methoxyphenylisocyanat, Ethyl-4-isocyanatobenzoat, 2,6-Dimethylphenylisocyanat, 1-Naphthylisocyanat und (Naphthyl)ethylisocyanate ein. Beispiele von Diisocyanaten schließen Isophorondiisocyanat (IPDI), Toluoldiisocyanat (TDI), Diphenylmethan-4,4'-diisocyanat (MDI), hydriertes Diphenylmethan-4,4'-diisocyanat (H₁₂MDI), Tetramethylxyloldiisocyanat (TMXDI), Hexamethylen-1,6-diisocyanat (HDI), Hexamethylen-1,6-diisocyanat, Naphthyl-1,5-diisocyanat, 3,3'-Dimethoxy-4,4'-biphenyldiisocyanat, 3,3'-Dimethyl-4,4'-bimethyl-4,4'-biphenyldiisocyanat, Phenylendiisocyanat, 4,4'-Biphenyldiisocyanat, Trimethylhexamethylendiisocyanat, Tetramethylenxyloldiisocyanat, 4,4'-Methylenbis(2,6-diethylphenylisocyanat), 1,12-Diisocyanatododecan, 1,5-Diisocyanato-2-methylpentan, 1,4-Diisocyanatobutan und Cyclohexylendiisocyanat und seine Isomere und Urettdimere von HDI ein. Beispiele von Triisocyanaten oder ihren Äquivalenten schließen das Trimethylolpropantrimer von TDI, Isocyanuratrimere von TDI, HDI, IPDI und Biuretrimere von TDI, HDI, IPDI ein. Beispiele höherer Isocyanatfunktionalitäten schließen sowohl Copolymere von TDI/HDI als auch MDI-Oligomere ein.

[0032] Jede geeignete Reaktionsbedingung zum Herstellen von Urethan- oder Harnstoffverbindungen durch Kondensieren von Alkoholen und/oder Aminen mit Isocyanaten kann eingesetzt werden. Vorzugsweise wird die Reaktion bei erhöhten Temperaturen (z. B. 60°C bis 160°C) in Gegenwart eines Urethanreaktionskatalysators wie etwa Dibutylzinn-dilaurat, Bismuttrisneodecanoat, Cobaltbenzoat, Lithiumacetat, Zinnoctoat oder Triethylamin durchgeführt. Die Reaktionsbedingungen werden vorzugsweise in einer inerten Atmosphäre wie etwa Argon oder Stickstoffgas oder einer anderen geeigneten Atmosphäre ausgeführt, um das Oxidieren oder Vergilben der Reaktionsprodukte zu verhindern und unerwünschte Nebenreaktionen zu vermeiden. Das Molverhältnis der Reaktanten wird so eingestellt, daß die Isocyanatfunktionalitäten bei der Reaktion vollständig verbraucht werden und ein geringer molarer Überschuß Alkohol oder Amin zurückbleibt. Man kann sich vorstellen, daß die Reaktanten in jeder Reihenfolge zu-

sammen zugefügt und/oder der Reaktion als physikalische Gemische zugefügt werden können. Bei den bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung werden die Reaktionsbedingungen und die Zugabereihenfolge der Reaktanten jedoch aus mehreren Gründen sorgfältig kontrolliert. Erstens werden die Reaktionsbedingungen und Reaktantenzugaben zum Liefern einer kontrollierten exothermen Reaktion gewählt. Wenn zweitens Gemische aus Alkoholen und/oder Aminen mit Diisocyanaten wie etwa Isophorondiisocyanat (IPDI) umgesetzt werden, wird die Zugabereihenfolge der verschiedenen Nukleophile zu der Reaktion zum Maßschneidern der Verteilung von Diurethanmolekülen und/oder gemischten Urethan/Harnstoffmolekülen und/oder Diharnstoffmolekülen in dem fertigen Harz gewählt. Wenn dies geschieht, werden die unterschiedlichen Reaktivitäten gegenüber Isocyanaten von Alkoholen gegenüber Aminen eingesetzt, so wie die Reaktivitäten der beiden getrennten Isocyanatgruppen bei IPDI sind; siehe J. H. Saunders und K. C. Frisch „Polyurethanes Part I Chemistry“, verlegt von Interscience aus New York, New York, 1962, und Olin Chemicals technisches Produktinformationsblatt zu Isophorondiisocyanat Luxate® IM, die weitere Erläuterungen zu dieser Chemie geben. Wenn schließlich chromogenhaltige, nukleophile Moleküle verwendet werden, die mehr als ein Nukleophil je Molekül aufweisen, wird die Zugabereihenfolge des Nukleophils zu dem Reaktionsgemisch so gewählt, daß die Anzahl der oligomeren Vertreter in dem fertigen Harz auf ein Mindestmaß zurückgeführt wird. Dies geschieht deshalb, um die Endviskosität des Harzes auf ein Mindestmaß zurückzuführen. Die Produkte dieser Reaktion sind farbige, im allgemeinen transparente Feststoffe mit Schmelzpunkten im Bereich von 20°C bis 150°C und Viskositäten im Bereich von 10 mPa·s (cPs) bis 2000 mPa·s (cPs) bei 150°C und einer T_g von -30°C bis 100°C.

[0033] Die bevorzugten chromogenhaltigen, nukleophilen Moleküle schließen Farbstoffe wie etwa die im an Bayer übertragenen US-Patent Nr. 3 994 835 und 4 132 840 und an Milliken Research Corporation übertragenen US-Patent Nr. 4 284 729, 4 507 407, 4 751 254, 4 846 846, 4 912 203, 5 270 363 und 5 290 921 offenbarten ein. Ebenfalls geeignet können alle Lösungsmittelfarbstoffe, Dispersionsfarbstoffe, modifizierten Säure- und Direktfarbstoffe, basischen Farbstoffe, Schwefelfarbstoffe oder Küpenfarbstoffe des Color Index (C. I.) sein, die eine Alkohol-, Amin- oder andere nukleophile funktionelle Gruppe enthalten, die mit einem Isocyanat reagieren kann. Die bevorzugteren chromogenhaltigen nukleophilen Moleküle enthalten wenigstens eine funktionelle Alkoholgruppe. Am bevorzugtesten ist diese funktionelle Alkoholgruppe endständig zu einer polymeren Polyethylenoxid-, Polypropylenoxid- oder einer Polyethylen/Polypropylenoxidkette.

[0034] In die Phasenwechseltinten der gegenwärtigen Erfindung ist das farbige, von einem Isocyanat

abgeleitete Harz als gesamtes oder ein Teil ihres Farbmittels eingearbeitet. Die farbigen, von einem Isocyanat abgeleiteten Harze können entweder das einzige Farbmittelmaterial sein oder können in Kombination mit herkömmlichen Phasenwechsellinten-Farbmaterialien wie etwa Lösungsmittelfarbstoffe, Dispersionsfarbstoffe, modifizierten Säure- und Direktfarbstoffe, basische Farbstoffe, Schwefelfarbstoffe oder Küpenfarbstoffe des Color Index (C. I.) und/oder die in der US-Patentanmeldung Seriennr. 08/381610 offenbarten polymeren Farbstoffe und/oder Pigmente verwendet werden.

[0035] Außer Farbmittelmaterialien enthalten Phasenwechsellinten dieser Erfindung ein Phasenwechselträger-system oder -zusammensetzung. Die Phasenwechselträgerzusammensetzung ist im allgemeinen zur Verwendung entweder im Direktdruckmodus oder zur Verwendung in einem Offset- oder indirekten Transferdrucksystem ausgelegt. Beim Direktdruckmodus besteht die Phasenwechselträgerzusammensetzung im allgemeinen aus einer oder mehr Chemikalien, die die notwendigen Eigenschaften liefern, die es erlauben, daß die Phasenwechsellinte (1) nach dem Abkühlen auf Umgebungstemperatur nach dem direkten Drucken auf das Substrat als dünner Film gleichförmiger Dicke auf das endgültige Empfänger-substrat aufgebracht werden kann; (2) verformbar ist, während sie genügend Biegsamkeit behält, so daß das auf das Substrat aufgebrachte Bild beim Biegen nicht bricht, und (3) einen hohen Grad an Helligkeit, Chrominanz, Transparenz und thermischer Stabilität besitzt. Beim Offset- oder indirekten Transferdruckmodus ist die Phasenwechselträgerzusammensetzung so ausgelegt, daß sie nicht nur die vorstehenden Eigenschaften, sondern auch gewisse Fluid- und mechanische Eigenschaften besitzt, die zur Verwendung in einem derartigen wie im US-Patent Nr. 5 389 958 beschriebenen System notwendig sind. Die von einem Isocyanat abgeleiteten, farbigen Materialien sind maßgeschneidert, um die vorstehend angeführten, erwünschten Eigenschaften aufzuweisen, wenn sie in den Trägerzusammensetzungen der Tinten der vorliegenden Erfindung durch Verändern einer oder mehr der leicht erhältlichen, chemischen Grundvorstufen verwendet werden.

[0036] Phasenaustauschtinten des Standes der Technik zur Verwendung in direkten und indirekten Transferdrucksystemen werden im US-Patent Nr. 4 889 560 und 5 372 852 beschrieben. Diese Tinten bestehen aus einer Phasenaustauschtintenträgerzusammensetzung, die ein oder mehr fettamidhaltige Materialien, die üblicherweise aus einem Monoamidwachs und einem Tetraamidharz bestehen, einen oder mehr Klebrigmacher, einen oder mehr Weichmacher und ein oder mehr Antioxidantien in Kombination mit verträglichen Farbmitteln umfassen. Die in der vorliegenden Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten farbigen Harze ersetzen einen oder mehr Bestandteile bei dem vorstehenden Träger. Die in der vorliegenden Erfindung verwendete-

ten, farbigen, von einem Isocyanat abgeleiteten Harze können deshalb sowohl als Farbmittel für die Tinte als auch als ergänzender Teil der Trägerzusammensetzung verwendet werden. Die Vorteile davon sind:

(1) Die farbigen Harze dieser Erfindung sind mit herkömmlichen Phasenwechsellintenträgermaterialien sehr verträglich. Es ist gebräuchlich, diese farbigen Harze so zu verwenden, daß sie bis zu 20 Gew.-% bis 30 Gew.-% der Tintenformulierung umfassen und ein Prozentsatz an der Zusammensetzung von bis zu 50 Gew.-% ist möglich. Dies liefert verhältnismäßig hohe Farbzusätze bei den Tinten, während bei der Tintenformulierung optimale physikalische Eigenschaften erhalten bleiben.

(2) Es können bei der Tinte sehr hohe Farbstärken erhalten werden, da die farbigen Harze mit herkömmlichen Farbmitteln in derselben Formulierung kombiniert werden können. Dies ist bei Anwendungen wichtig, wo sehr dünne Tintenfilme benötigt werden, wie etwa dem Hot-melt-Tiefdruck oder dem Phasenwechsellintenstrahldrucken mit sehr hoher Auflösung.

(3) Die farbigen Harze dieser Erfindung sind sehr rein, das heißt frei von Salzen und anderen unlöslichen Verunreinigungen. Dies macht die aus diesen Materialien hergestellten Tinten leicht filtrierbar und sorgt für eine hohe Zuverlässigkeit bei Tintenstrahldruckvorrichtungen. Dies ist ein Hauptvorteil gegenüber vielen herkömmlichen Phasenwechsellintenfarbmitteln.

[0037] Viele andere Patente beschreiben andere Materialien zur Verwendung in Phasenaustauschtintenstrahl-tinten. Einige repräsentative Beispiele schließen das vorstehend angeführte US-Patent Nr. 3 653 932, 4 390 369, 4 484 948, 4 684 956, 4 851 045, 5 006 170, 5 151 120, die EP-Veröffentlichung Nr. 0 187 352 und 0 206 286 und die PCT-Patentveröffentlichung WO94/04619 ein. Diese anderen Materialien können Paraffine, mikrokristalline Wachse, Polyethylenwachse, Esterwachse, Amidwachse, Fettwachse, Fettalkohole, Fettamide und andere Wachsmaterialien, Sulfonamidmaterialien, aus verschiedenen natürlichen Quellen hergestellte Harzmaterialien (Tallölharzsäuren und Harzsäureester sind ein Beispiel) und viele synthetische Harze, Oligomer, Polymere, Copolymere und Ionomere einschließen. Für den Fachmann ist offensichtlich, daß die aus einem Isocyanat abgeleiteten, farbigen Materialien dieser Erfindung in Tinten verwendet werden können, die aus vielen verschiedenen Kombinationen dieser Materialien hergestellt wurden.

[0038] Das vorgenannte US-Patent Nr. 5 496 879 und die an Siegwerk Farbenfabrik Keller, Dr. Rung und Co. übertragenen deutschen Patentveröffentlichungen DE-A-42 05 636 und DE-A-42 05 713 beschreiben Materialien, die zum Phasenaustausch- oder Hot-melt-Tiefdruck verwendet werden. Für den Fachmann ist offensichtlich, daß die aus einem Iso-

cyanat abgeleiteten, farbigen Materialien dieser Erfindung mit diesen Materialien verträglich sind und ebenfalls bei dieser Anwendung oder anderen, ähnlichen Druckverfahren verwendet werden können, die die Hot-melt-Tintentechnologie einsetzen.

[0039] Für den Fachmann ist ferner offensichtlich, daß andere Tintenfarben außer den subtraktiven Grundfarben für Anwendungen wie etwa postalische Kennzeichnung oder industrielle Kennzeichnung und Markierung unter Anwenden des Phasenaustauschdrucks erwünscht sind und daß diese Erfindung auf diese Bedürfnisse anwendbar ist. Infrarot (IR) oder Ultraviolett (UV) absorbierende Farbstoffe können ebenfalls in die Tinten dieser Erfindung zur Verwendung bei Anwendungen wie etwa „unsichtbares“ Kodieren oder Markieren von Erzeugnissen aufgenommen werden.

[0040] Die vorliegende Erfindung wird mittels der folgenden Beispiele und Vergleiche genauer beschrieben. Alle Teile und Prozentangaben sind in Gewicht und alle Temperaturen sind Grad Celsius, solange nicht ausdrücklich anders angegeben. Es ist anzumerken, daß obschon die folgenden Beispiele nur ein bestimmtes gefärbtes, von einem Isocyanat abgeleitetes Harz anführen können, es sich versteht, daß jedes einzelne Beispiel nur zur Veranschaulichung dient und jedes beim subtraktiven Farbdruck verwendete Grundfarbmittel (cyan, gelb, magenta und schwarz) in jedem Fall eingesetzt werden kann.

BEISPIEL 1

Reaktionsprodukt von Octylphenoethoxylat, Isophorondiisocyanat und gelbem Reaktivfarbmittel

[0041] Etwa 525,0 Gramm (4,73 Äquiv.) Isophorondiisocyanat(Desmodur I – von Bayer Corp. aus Pittsburgh, Pennsylvania, erhältliches Isophorondiisocyanat) und 1,5 Gramm Dibutylzinndilaurat(von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat)-Katalysator, gefolgt von etwa 986 Gramm (3,88 Äquiv.) Octylphenoethoxylat(Octylphenoethoxylat IGEPAL CA-210 ist von Rhone-Poulenc Co., Cranbury, NJ, erhältlich) wurden einem 3000-ml-Dreihals-Harzessel zugefügt, der mit einem Trubore-Rührer, N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestattet war. Das Reaktionsgemisch wurde unter Rühren unter Stickstoff auf etwa 135°C erhitzt. Nach 2,0 Stunden bei etwa 135°C wurden etwa 346,1 Gramm (0,497 Äquiv.) eines gelben, polymeren Farbmittels, das dem Farbmittel A aus Tabelle I des US-Patents Nr. 5 231 135 entsprach, zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde ungefähr 2 Stunden erhitzt. Es wurden weitere etwa 110,0 Gramm (0,433 Äquiv.) Octylphenoethoxylat³ zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde ungefähr 2 Stunden auf etwa 150°C erhitzt. Es wurde ein FT-IR des Produkts erhalten, um sicherzustellen, daß alle Isocyanatfunktionen (NCO) verbraucht waren. Die Abwesenheit (das Ver-

schwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das Diurethanreaktionsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Das farbige Harzendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 121 mPa·s (cPs), ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von 38°C bis 115°C, eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa 12,4°C und eine durch Verdünnen in n-Butanol mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS gemessene Farbstärke von etwa 5634 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max}.

BEISPIEL 2

Reaktionsprodukt von Octylphenoethoxylat, Isophorondiisocyanat und cyanfarbenem Reaktivfarbmittel

[0042] Etwa 525,0 Gramm (4,73 Äquiv.) Isophorondiisocyanat(Desmodur I – von Bayer Corp. aus Pittsburgh, Pennsylvania, erhältliches Isophorondiisocyanat), etwa 1,5 Gramm Dibutylzinndilaurat(von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat)-Katalysator, gefolgt von etwa 992,0 Gramm (3,91 Äquiv.) Octylphenoethoxylat(Octylphenoethoxylat IGEPAL CA-210 ist von Rhone-Poulenc Co., Cranbury, NJ, erhältlich) wurden einem 3000-ml-Dreihals-Harzessel zugefügt, der mit einem Trubore-Rührer, N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestattet war. Das Reaktionsgemisch wurde auf etwa 135°C erhitzt und ungefähr 3,5 Stunden unter Rühren unter Stickstoff gehalten. Etwa 240,6 Gramm (0,473 Äquiv.) eines cyanfarbenen, polymeren Farbmittels(von Milliken and Company aus Spartanburg, South Carolina, erhältliches Experimental Blue III 9495-28) wurden anschließend zugefügt und das Gemisch wurde ungefähr 2 Stunden auf 135°C erhitzt. Es wurden weitere etwa 110,0 Gramm (0,433 Äquiv.) Octylphenoethoxylat(Octylphenoethoxylat IGEPAL CA-210 ist von Rhone-Poulenc Co., Cranbury, NJ, erhältlich) zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde ungefähr 2 Stunden auf etwa 150°C erhitzt. Es wurde ein FT-IR des Produkts erhalten, um sicherzustellen, daß alle Isocyanatfunktionen (NCO) verbraucht waren. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das Diurethanreakti-

onsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Das farbige Harzendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 181,8 mPa·s (cPs), ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von 59,9–70,2°C, eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa 23,1°C und eine durch Verdünnen in n-Butanol mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS gemessene Farbstärke von etwa 5588 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} .

BEISPIEL 3

Reaktionsprodukt von Octylphenoethoxyolat, Isophorondiisocyanat und gemischten, schwarzen Reaktivfarbmitteln

[0043] Etwa 150,0 Gramm (0,295 Äquiv.) eines cyanfarbenen, polymeren Reaktivfarbmittels (von Milliken and Company aus Spartanburg, South Carolina, erhältliches Experimental Blue III 9495-28), etwa 225,0 Gramm (0,147 Äquiv.) eines dem Farbmittel U aus Tabelle I des US-Patents Nr. 5 231 135 entsprechenden violetten, polymeren Farbmittels, etwa 345,0 Gramm (0,552 Äquiv.) eines Farbmittel B aus Tabelle I des US-Patents Nr. 5 231 135 entsprechenden orangefarbenen, polymeren Reaktivfarbmittels, etwa 450,0 Gramm (4,054 Äquiv.) Isophorondiisocyanat (Desmodur I – von Bayer Corp. aus Pittsburg, Pennsylvania, erhältliches Isophorondiisocyanat) und etwa 0,18 Gramm Dibutylzinndilauratkatalysator (von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat) wurden einem 3000-ml-Drehhals-Harzkessel zugefügt, der mit einem Trubore-Rührer, N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermolement-Temperaturkontrollgerät ausgestattet war. Das Reaktionsgemisch wurde unter Rühren unter Stickstoff auf etwa 90°C erhitzt. Nach 3,5 Stunden bei 90°C wurden etwa 1,0 Gramm zusätzlicher Dibutylzinndilauratkatalysator (von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat) und etwa 805,0 Gramm (3,012 Äquiv.) Octylphenoethoxyolat (Octylphenoethoxyolat Triton X15 ist von Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc., aus Danbury, Connecticut, erhältlich) zugefügt und die Temperatur wurde auf etwa 130°C erhöht und ungefähr 3,5 Stunden gehalten. Es wurde ein FT-IR des Produkts erhalten, um sicherzustellen, daß alle Isocyanatfunktionen (NCO) verbraucht waren. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet,

dies zu bestätigen. Das Diurethanreaktionsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses farbige Harzendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 163,0 mPa·s (cPs), ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät nicht meßbarer Schmelzpunkt unter Umgebungstemperatur, eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa 3,8°C und eine durch Verdünnen in n-Butanol mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS gemessene Farbstärke von etwa 4667 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} .

BEISPIEL 4

Reaktionsprodukt von Hydroabietylalkohol, Octadecylamin, cyanfarbenem Reaktivfarbmittel und Isophorondiisocyanat

[0044] Etwa 150,0 Gramm (1,35 Äquiv.) Isophorondiisocyanat (Luxate IM – von OLIN Corp. von Stanford, CT, erhältliches Isophorondiisocyanat) und etwa 0,22 Gramm Dibutylzinndilaurat (von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat)-Katalysator und etwa 240,2 Gramm (0,676 Äquiv.) auf etwa 90°C vorerhitzter Hydroabietylalkohol (Abitol E – von Hercules Inc. von Wilmington, Delaware, erhältliches Hydroabietylalkohol) wurden einem 1000-ml-Drehhals-Harzkessel zugefügt, der mit einem Trubore-Rührer, N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermolement-Temperaturkontrollgerät ausgestattet war. Das Reaktionsgemisch wurde unter Stickstoff auf etwa 130°C erhitzt. Nach 1 Stunde bei Raumtemperatur wurden etwa 90,9 Gramm (0,338 Äquiv.) Octadecylamin (ARMEEN 18D FLK – von AKZO NOBEL Chemicals Inc. von McCook, ILL., erhältliches Octadecylamin) zugefügt und die Temperatur wurde auf etwa 150°C erhöht und ungefähr 1 Stunde gehalten. Ein cyanfarbenes, polymeres Reaktivfarbmittel (von Milliken and Company aus Spartanburg, South Carolina, erhältliches Experimental Blue III 9495-28) (etwa 68,8 Gramm, 0,1352 Mol) wurde anschließend zugefügt und 2 Stunden reagieren gelassen. Es wurde weiterhin, auf etwa 90°C vorerhitzter Hydroabietylalkohol (Abitol E – von Hercules Inc. von Wilmington, Delaware, erhältliches Hydroabietylalkohol) (etwa 73,7 Gramm, 0,2073 Mol) zugefügt und die Reaktionstemperatur wurde auf 155°C erhöht und 2 Stunden gehalten. Es wurde ein FT-IR des Produkts erhalten, um sicherzustellen, daß alle Isocyanatfunktionen (NCO) verbraucht waren. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Harnstofffrequenzen bei etwa 1705–1635 cm⁻¹ und etwa 1515–1555 cm⁻¹ entspre-

chender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das Urethan-/Harnstoffreaktionsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Das farbige Harzendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 419,5 mPa·s (cPs), ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät gemessener Schmelzpunkt von 49,7–119,7°C, eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa 15,5°C und eine durch Verdünnen in n-Butanol mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS gemessene Farbstärke von etwa 4436 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{\max} .

BEISPIEL 5

Reaktionsprodukt von Octadecylamin, gelbem Reaktivfarbmittel und Isophorondiisocyanat

[0045] Etwa 150,0 Gramm (1,35 Äquiv.) Isophorondiisocyanat(Luxate IM – von OLIN Corp. von Stanford, CT, erhältliches Isophorondiisocyanat) und etwa 0,22 Gramm Dibutylzinndilaurat(von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat)-Katalysator wurden einem 1000-ml-Dreihals-Harzessel zugefügt, der mit einem Trubore-Rührer, N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestattet war. Etwa 272 Gramm (1,011 Äquiv.) Octadecylamin(ARMEEN 18D FLK – von AKZO NOBEL Chemicals Inc. von McCook, ILL., erhältliches Octadecylamin) wurden während 1 Stunde zugefügt, während unter Stickstoff auf etwa 145°C erhitzt wurde. Das reaktive Diharnstoffgemisch wurde 1 Stunde bei der Temperatur gehalten und anschließend wurde ein Farbmittel A aus Tabelle I des US-Patents Nr. 5 231 135 (etwa 98,9 Gramm, 0,142 Äquiv.) entsprechendes gelbes, polymeres Farbmittel zugefügt und mit dem restlichen Isophorondiisocyanat 3 Stunden reagieren gelassen. Anschließend wurde weiteres Octadecylamin(ARMEEN 18D FLK – von AKZO NOBEL Chemicals Inc. von McCook, ILL., erhältliches Octadecylamin) (etwa 60,0 Gramm, 0,223 Äquiv.) zugefügt, um den vollständigen Verbrauch des Isophorondiisocyanats sicherzustellen und die Temperatur wurde auf 155°C erhöht und 2 Stunden gehalten. Es wurde ein FT-IR des Produkts erhalten, um sicherzustellen, daß alle Isocyanatfunktionen (NCO) verbraucht waren. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Harnstofffrequenzen bei etwa 1705–1635 cm⁻¹ und etwa 1515–1555 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das mit einem Urethanfarbmittel modifizierte Diharnstoffharzreaktionsprodukt wurde

in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses farbige Harzendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 325,0 mPa·s (cPs), ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät gemessener Schmelzpunkt von 83,2°C bis 124,7°C, eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa -15,8°C und eine durch Verdünnen in n-Butanol mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS gemessene Farbstärke von etwa 2532 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{\max} .

BEISPIEL 6

Aus Amidwachs, Tetraamidharz und farbigem Urethanharz hergestellte gelbe Tinte

[0046] In einem Edelstahlbecher wurden etwa 500 Gramm Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältliches Stearylstearamid) Witco S-180, etwa 125 Gramm Tetraamidharz(Unirez 2970 – von Union Camp Corporation aus Wayne, New Jersey, erhältliches Tetraamid) Union Camp Unirez 2970, etwa 208 Gramm farbiges Harz als Reaktionsprodukt aus Beispiel 1 und etwa 1,6 Gramm Antioxidans(Naugard 445 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch Rühren in einem temperaturkontrollierten Mantel bei etwa 115°C etwa 1/2 Stunde vermischt. Nach dem Rühren wurde die gelbe Tinte durch eine erhitzte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von etwa 103 kPa (15 psi) filtriert. Die filtrierte Phasenwechseltinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen lassen. Dieses gelbe Tintenendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 15,6 mPa·s (cPs), ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 gemessener Schmelzpunkt von etwa 89°C und eine durch dynamische mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 8°C. Die Farbstärke der Tinte wurde durch ein spektroskopisches Verfahren auf der Grundlage der Messung des Farbmittels in Lösung durch Lösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS bestimmt. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 1635 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{\max} .

ten je Gramm bei λ_{\max} gemessen.

BEISPIEL 7

Aus Amidwachs, Klebrigmacherharz und farbigem Urethanharz hergestellte cyanfarbene Tinte

[0047] Etwa 275 Gramm Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältliches Stearylstearamid) Kemamide S-180, etwa 112,5 Gramm im Handel als Arakawa KE-100(KE-100 – von Arakawa Chemical Industries, Ltd. aus Osaka, Japan, erhältlichlicher Glycerinester von hydrierter Abietin-(Harz-)säure) erhältlichlicher Harzester-Klebrigmacher, etwa 112,5 Gramm farbiges Harz als Reaktionsprodukt des Beispiels 2 und etwa 1,0 Gramm Antioxidans(Naugard 445 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältlichliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 wurden in einem Edelstahlbecherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch Rühren in einem temperaturkontrollierten Mantel bei etwa 115°C etwa 1/2 Stunde vermischt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die cyanfarbene Tinte durch eine erhitzte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und eines Drucks von 103 kPa (15 psi) filtriert. Die filtrierte Phasenwechselltinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen lassen. Dieses farbige Tintenendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 15,6 mPa·s (cPs), ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 gemessener Schmelzpunkt von etwa 89°C und eine durch dynamische mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 37°C. Die Farbstärke der Tinte wurde durch ein spektroskopisches Verfahren auf der Grundlage der Messung des Farbmittels in Lösung durch Lösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS bestimmt. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 1323 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{\max} gemessen.

BEISPIEL 8

Aus Amidwachs, Klebrigmacherharz und farbigem Urethanharz hergestellte schwarze Tinte

[0048] Etwa 275 Gramm Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältlichliches Stearylstearamid) Kemamide S-180, etwa 112,5 Gramm im Handel als Arakawa KE-100(KE-100 – von Arakawa Chemical Industries, Ltd. aus Osaka, Japan, erhältlichlicher Glycer-

inester von hydrierter Abietin-(Harz-)säure) erhältlichlicher Harzester-Klebrigmacher, etwa 112,5 Gramm farbiges Harz als Reaktionsprodukt des Beispiels 3 und etwa 1,0 Gramm Antioxidans(Naugard 445 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältlichliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 wurden in einem Edelstahlbecherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch Rühren in einem temperaturkontrollierten Mantel bei etwa 115°C etwa 1/2 Stunde vermischt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die schwarze Tinte durch eine erhitzte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) mittels eines Whatman-Filterpapiers #3 und eines Drucks von etwa 103 kPa (15 psi) filtriert. Die filtrierte Phasenwechselltinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen lassen. Dieses Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 12,8 mPa·s (cPs), ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 gemessener Schmelzpunkt von etwa 91°C und eine durch dynamische mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 28,1°C. Die Farbstärke der Tinte wurde durch ein spektroskopisches Verfahren auf der Grundlage der Messung des Farbmittels in Lösung durch Lösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS bestimmt. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 1006 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{\max} gemessen.

BEISPIEL 9

Aus Amidwachs, Klebrigmacherharz und farbigem Urethan-/Harnstoffharz hergestellte cyanfarbene Tinte

[0049] Etwa 250 Gramm Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältlichliches Stearylstearamid) Kemamide S-180, etwa 125 Gramm im Handel als Arakawa KE-100(KE-100 – von Arakawa Chemical Industries, Ltd. aus Osaka, Japan, erhältlichlicher Glycerinester von hydrierter Abietin-(Harz-)säure) erhältlichlicher Harzester-Klebrigmacher, etwa 125 Gramm farbiges Harz als Reaktionsprodukt des Beispiels 4 und etwa 1,0 Gramm Antioxidans(Naugard 445 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältlichliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 wurden in einem Edelstahlbecherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch Rühren in einem temperaturkontrollierten Mantel bei etwa 115°C etwa 1/2 Stunde vermischt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die

cyanfarbene Tinte durch eine erhitzte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) mittels eines Whatman-Filterpapiers #3 und eines Drucks von etwa 103 kPa (15 psi) filtriert. Die filtrierte Phasenwechselltinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen lassen. Dieses Tintenendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 12,9 mPa·s (cPs), ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 gemessener Schmelzpunkt von etwa 89°C und eine durch dynamische mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 34°C. Die Farbstärke der Tinte wurde durch ein spektroskopisches Verfahren auf der Grundlage der Messung des Farbmittels in Lösung durch Lösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS bestimmt. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 1046 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 10

Aus Amidwachs, Tetraamidharz und farbigem Harnstoffharz hergestellte gelbe Tinte

[0050] In einem Edelstahlbecherglas wurden etwa 250 Gramm Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältliches Stearylstearamid) Witco S-180, etwa 125 Gramm Tetraamidharz(Unirez 2970 – von Union Camp Corporation aus Wayne, New Jersey, erhältliches Tetraamid) Union Camp Unirez 2970, etwa 125 Gramm farbiges Harz als Reaktionsprodukt des Beispiels 5 und etwa 1,6 Gramm Antioxidans(Naugard 445 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch Rühren in einem temperaturkontrollierten Mantel bei etwa 115°C etwa 1/2 Stunde vermischt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die gelbe Tinte durch eine erhitzte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) mittels eines Whatman-Filterpapiers #3 und eines Drucks von etwa 103 kPa (15 psi) filtriert. Die filtrierte Phasenwechselltinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen lassen. Dieses Tintenendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 13,9 mPa·s (cPs), ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 gemessener Schmelzpunkt von etwa 91,5°C und eine durch dynamische mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers

(RSAII) gemessene T_g von etwa 49°C. Die Farbstärke der Tinte wurde durch ein spektroskopisches Verfahren auf der Grundlage der Messung des Farbmittels in Lösung durch Lösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS bestimmt. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 590 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 11

Aus Amidwachs, gemischtem Urethan-/Harnstoffharz und cyanfarbigem Urethanharz hergestellte cyanfarbene Tinte

[0051] In einem Edelstahlbecherglas wurden etwa 250 Gramm cyanfarbenes Harz aus Beispiel 2 und etwa 250 Gramm des Urethan-/Harnstoffgemischmaterials als Reaktionsprodukt aus Beispiel 2 der mitanhängigen, hiermit gleichzeitig und im Namen des Anmelders der vorliegenden Erfindung angemeldeten europäischen Patentanmeldung Nr. (noch nicht zugeteilt), unsere Akte APEP97526, etwa 540 Gramm Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältliches Stearylstearamid) Witco S-180 und etwa 2,0 Gramm Antioxidans(Naugard 445 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch Rühren in einem temperaturkontrollierten Mantel bei etwa 115°C etwa 1/2 Stunde vermischt. Diesem Gemisch wurden etwa 5 Gramm Solvent Blue 44 zugefügt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die cyanfarbene Tinte durch eine erhitzte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) mittels eines Whatman-Filterpapiers #3 und eines Drucks von etwa 103 kPa (15 psi) filtriert. Die filtrierte Phasenwechselltinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen lassen. Dieses Tintenendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 13,0 mPa·s (cPs), ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 gemessener Schmelzpunkt von etwa 89°C und eine durch dynamische mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 27,5°C. Die Farbstärke der Tinte wurde durch ein spektroskopisches Verfahren auf der Grundlage der Messung des Farbmittels in Lösung durch Lösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS bestimmt. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 1069 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 12

Aus Amidwachs, gemischtem Urethan-/Harnstoffharz und gelbem Urethanharz hergestellte gelbe Tinte

[0052] In einem Edelstahlbecherglas wurden etwa 98,6 Gramm farbiges Harz aus Beispiel 1, etwa 80,7 Gramm des Materials aus Beispiel 2 der mitanhängigen, hiermit gleichzeitig und im Namen des Anmelders der vorliegenden Erfindung angemeldeten europäischen Patentanmeldung Nr. (noch nicht zugeteilt), unsere Akte APEP97526, etwa 179 Gramm Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältliches Stearylstearamid) Witco S-180 und etwa 0,7 Gramm Antioxidans(Naugard 445 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch Rühren in einem temperaturkontrollierten Mantel bei etwa 115°C etwa 1/2 Stunde vermischt. Die gelbe Tinte wurde anschließend durch eine erhitzte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) mittels eines Whatman-Filterpapiers #3 und eines Drucks von etwa 103 kPa (15 psi) filtriert. Die filtrierte Phasenwechselltinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen lassen. Dieses Tintenendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 13,6 mPa·s (cPs), ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 gemessener Schmelzpunkt von etwa 90°C und eine durch dynamische mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 20°C. Die Farbstärke der Tinte wurde durch ein spektroskopisches Verfahren auf der Grundlage der Messung des Farbmittels in Lösung durch Lösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS bestimmt. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 1497 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 13

Aus Amidwachs, gemischtem Urethan-/Harnstoffharz und schwarzem Urethanharz hergestellte schwarze Tinte

[0053] In einem Edelstahlbecherglas wurden etwa 301 Gramm farbiges Harz aus Beispiel 3, etwa 374 Gramm des Urethan-/Harnstoffgemischmaterial als Reaktionsprodukt aus Beispiel 2 der mitanhängigen, hiermit gleichzeitig und im Namen des Anmelders der vorliegenden Erfindung angemeldeten europäischen Patentanmeldung Nr. (noch nicht zugeteilt), unsere

Akte APEP97526, etwa 802 Gramm Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältliches Stearylstearamid) Witco S-180 und etwa 3,0 Gramm Antioxidans(Naugard 445 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch Rühren in einem temperaturkontrollierten Mantel bei etwa 115°C etwa 1/2 Stunde vermischt. Die schwarze Tinte wurde anschließend durch eine erhitzte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) mittels eines Whatman-Filterpapiers #3 und eines Drucks von etwa 103 kPa (15 psi) filtriert. Die filtrierte Phasenwechselltinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen lassen. Dieses Tintenendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 13,3 mPa·s (cPs), ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 gemessener Schmelzpunkt von etwa 89°C und eine durch dynamische mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 16°C. Die Farbstärke der Tinte wurde durch ein spektroskopisches Verfahren auf der Grundlage der Messung des Farbmittels in Lösung durch Lösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS bestimmt. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 869 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

DRUCKTEST

[0054] Die Tinten in Beispiel 6–10 wurden in einem im Handel erhältlichen Drucker Tektronix Phaser 340 getestet, der ein Offsettransferdrucksystem verwendet, das das im US-Patent Nr. 5 389 958 genauer beschriebene Druckverfahren einsetzt. Von allen vorstehenden Tinten wurde gefunden, daß sie vollständig übertragen werden und Bilder mit guter Farbe, Druckqualität und Beständigkeit entweder als Grundfarben oder beim Verwenden in Kombination miteinander oder den Standardtinten für den Phaser 340 ergeben.

[0055] Die Tinten in Beispiel 6–10 wurden in einem im Handel erhältlichen Drucker Tektronix Phaser 300 getestet, der ein direktes Drucksystem verwendet, das das im US-Patent Nr. 5 195 430 genauer beschriebene Druckverfahren einsetzt. Von allen vorstehenden Tinten wurde gefunden, daß sie Bilder mit guter Farbe, Druckqualität und Beständigkeit entweder als Grundfarben oder beim Verwenden in Kombination miteinander oder den Standardtinten für den Phaser 300 ergeben.

Patentansprüche

1. Von einem Isocyanat abgeleitetes, farbiges, monomeres, oligomeres oder nicht-polymeres Harz umfassend das Reaktionsprodukt

- (a) eines Isocyanats und
- (b) wenigstens eines chromogenhaltigen Nukleophils.

2. Von einem Isocyanat abgeleitetes, farbiges, monomeres oder nicht-polymeres Harz umfassend das Reaktionsprodukt

- (a) eines Isocyanats;
- (b) eines Nukleophils, das aus der aus wenigstens einem Alkohol, wenigstens einem Amin und Gemischen daraus bestehenden Gruppe ausgewählt ist, und
- (c) wenigstens eines chromogenhaltigen Nukleophils.

3. Harz wie in Anspruch 1 oder Anspruch 2 beansprucht, wobei das Isocyanat ein Monoisocyanat, ein Diisocyanat, ein Triisocyanat, ein Copolymer eines Diisocyanats oder ein Copolymer eines Triisocyanats ist.

4. Harz wie in Anspruch 3 beansprucht, wobei das Isocyanat Isophorondiisocyanat ist.

5. Harz wie in einem vorangehenden Anspruch beansprucht, wobei das chromogenhaltige Nukleophil ein Farbstoff ist, der wenigstens eine funktionelle Alkoholgruppe enthält.

6. Harz wie in einem vorangehenden Anspruch beansprucht, wobei das chromogenhaltige Nukleophil ein polymerer Farbstoff ist.

7. Harz wie in einem der Ansprüche 1 bis 5 beansprucht, wobei das chromogenhaltige Nukleophil eine Verbindung ist, die wenigstens eine funktionelle Alkoholgruppe aufweist, die zu einer Alkylenoxid- oder Styroloxid-Polymerkette endständig ist.

8. Harz wie in einem der Ansprüche 1 bis 5 beansprucht, wobei das chromogenhaltige Nukleophil eine Verbindung ist, die wenigstens eine funktionelle Gruppe aufweist, die zu einer Butylenoxid-, Polyethylenoxid-, Polypropylenoxid- oder Polyethylen/Polypropylenoxid-Polymerkette endständig ist.

9. Harz wie in einem der Ansprüche 1 bis 5 beansprucht, wobei das Reaktionsprodukt eines ist, das durch Reaktion eines Isocyanats und einer nukleophilen Komponente, die ein hierin nachstehend aufgeführter einwertiger Alkohol, nämlich ein aliphatischer Alkohol, ein aromatischer Alkohol oder ein Derivat davon, ein aliphatisch/aromatischer Alkohol, ein Alkohol eines kondensierten Rings oder ein multifunktionaler Alkohol ist, hergestellt wurde, wobei die

nukleophile Komponente ein chromogenhaltiges Nukleophil oder ein derartiges Nukleophil zusammen mit einem weiteren Nukleophil umfaßt.

10. Harz wie in Anspruch 9 beansprucht, wobei der einwertige Alkohol Hydroabietylalkohol, Octylphenolethoxylat, Octadecylalkohol, Octadecanol oder ein Gemisch zweier oder mehrerer davon ist.

11. Harz wie in einem der Ansprüche 1 bis 4 beansprucht, wobei das Reaktionsprodukt eines ist, das durch Reaktion eines Isocyanats und einer nukleophilen Komponente, die ein hierin nachstehend aufgeführtes Monoamin, nämlich ein aliphatisches Amin, ein aromatisches Amin, ein aliphatisch/aromatisches Amin, ein Amin eines kondensierten Ringsystems, ein multifunktionelles Amin, eine hydroxy/aminohaltige Verbindung, ein Amid oder ein Gemisch zweier oder mehrerer davon ist, hergestellt wurde, wobei die nukleophile Komponente ein chromogenhaltiges Nukleophil oder ein derartiges Nukleophil zusammen mit einem weiteren Nukleophil umfaßt.

12. Harz wie in Anspruch 11 beansprucht, wobei das Monoamin Octadecylamin ist.

13. Harz wie in einem der Ansprüche 1 bis 5 beansprucht, wobei das Reaktionsprodukt eines ist, das durch Reaktion eines Isocyanats und einer nukleophilen Komponente hergestellt wurde, die einen einwertigen Alkohol umfaßt und wie in Anspruch 9 oder Anspruch 10 definiert ist, und/oder ein Monoamin umfaßt und wie in Anspruch 11 oder Anspruch 12 definiert ist.

14. Harz wie in einem vorangehenden Anspruch beansprucht, wobei das Reaktionsprodukt eines ist, das durch ein Verfahren hergestellt wurde, das das Mischen und Erhitzen des (der) nukleophilen Reaktanten und des Isocyanats in einer inerten Atmosphäre umfaßt.

15. Harz wie in Anspruch 14 beansprucht, wobei die inerte Atmosphäre eine Stickstoffatmosphäre ist.

16. Harz wie in einem vorangehenden Anspruch beansprucht, wobei das Reaktionsprodukt das Produkt eines Verfahrens ist, das das Mischen und Erhitzen wenigstens eines Alkohols und des Isocyanats in Gegenwart eines Katalysators umfaßt.

17. Harz wie in einem vorangehenden Anspruch beansprucht, wobei das Reaktionsprodukt das Produkt einer Reaktion zwischen 65% und 100% eines Äquivalents eines nukleophilen Reaktanten je Äquivalent des Isocyanats ist.

18. Harz wie in Anspruch 17 beansprucht, wobei der nukleophile Reaktant in einer Menge von 75% bis

90% eines Äquivalents je Äquivalent des Isocyanats umgesetzt wird.

19. Harz wie in einem vorangehenden Anspruch beansprucht, das ein Farbmittel, ein gefärbtes Di-harnstoffharz oder ein gefärbtes Urethan/Harnstoffharz ist.

20. Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung umfassend in Kombination
(a) ein Monoamid,
(b) einen Klebrigmacher und
(c) ein Farbmittel, das wenigstens ein farbiges, von einem Isocyanat abgeleitetes Harz umfaßt.

21. Zusammensetzung wie in Anspruch 20 beansprucht, die ein Antioxidans und/oder ein Tetraamid einschließt.

22. Zusammensetzung wie in Anspruch 20 oder Anspruch 21 beansprucht, wobei das gefärbte, von einem Isocyanat abgeleitete Harz das Reaktionsprodukt
(a) eines Isocyanats,
(b) eines Nukleophils, das aus der aus wenigstens einem Alkohol, wenigstens einem Amin und Gemischen daraus bestehenden Gruppe ausgewählt ist, und
(c) wenigstens eines chromogenhaltigen Nukleophils ist.

23. Zusammensetzung wie in einem der Ansprüche 20 bis 22 beansprucht, wobei das Amid in einer Menge von 1 bis 20 Gewichtsteilen vorliegt, der Klebrigmacher in einer Menge von 15 Gew.-% bis 60 Gew.-% des Amids vorliegt und das Harz in einer Menge von 0,5 bis 10 Gewichtsteilen vorliegt, vorausgesetzt, daß die Harzmenge von 25 Gew.-% bis 50 Gew.-% der Amidmenge beträgt.

24. Zusammensetzung wie in Anspruch 23 beansprucht, wobei die Amidmenge von 2 bis 15 Gewichtsteile beträgt, die Menge des Klebrigmachers von 25 Gew.-% bis 50 Gew.-% des Amids beträgt und die Harzmenge von 1 bis 6 Gewichtsteile beträgt, vorausgesetzt, daß die Harzmenge von 40 Gew.-% bis 50 Gew.-% der Amidmenge beträgt.

25. Verfahren zum Herstellen einer Schicht aus einer gefärbten Phasenwechseltinte auf einer Substratoberfläche, wobei das Verfahren das
(1) Bilden einer Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung in fester Phase, die ein Gemisch aus (a) einer Phasenwechsel-Trägerzusammensetzung und (b) einem verträglichen Phasenwechsel-Farbmittel umfaßt, das wenigstens ein farbiges, von einem Isocyanat abgeleitetes Harz umfaßt, das durch die Reaktion einer Isocyanatvorstufe und wenigstens eines Alkohols gebildet wurde,
(2) Überführen der Phasenwechsel-Farbtintenzu-

sammensetzung in fester Phase in ein Phasenwechsel-Tintenauftragungsmittel,
(3) Erhöhen der Betriebstemperatur des Auftragungsmittels auf einen Wert, durch den eine farbige Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung in flüssiger Phase gebildet wird,
(4) Bereitstellen eines Substrats in der Nähe des Auftragungsmittels,
(5) Auftragen eines vorbestimmten Musters aus der farbigen Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung in flüssiger Phase auf wenigstens eine Oberfläche des Substrats und
(6) Erniedrigen der Temperatur der aufgetragenen Tintenzusammensetzung unter Bilden eines Phasenwechsel-Tintensmusters in fester Phase auf dem Substrat umfaßt.

26. Verfahren zum Herstellen einer Schicht aus einer farbigen Phasenwechseltinte auf einer Substratoberfläche, wobei das Verfahren das
(1) Einsetzen einer Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung in fester Phase in einem Druckgerät, die ein Gemisch aus (a) einer Phasenwechsel-Trägerzusammensetzung und (b) einem verträglichen Phasenwechsel-Farbmittel umfaßt, das wenigstens ein farbiges, von einem Isocyanat abgeleitetes Harz umfaßt, das durch die Reaktion einer Isocyanatvorstufe und wenigstens eines Alkohols gebildet wurde,
(2) Aufbringen der Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung in einem gewünschten Muster auf eine Zwischenübertragungsoberfläche und
(3) Überführen des gewünschten Musters aus der Phasenwechsel-Tintenzusammensetzung auf die Substratoberfläche umfaßt.

27. Harz wie in Anspruch 2 beansprucht, wobei das Nukleophil (b) aus der aus wenigstens einem monofunktionellen Alkohol, wenigstens einem monofunktionellen Amin und Gemischen daraus bestehenden Gruppe ausgewählt ist.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen