



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년12월10일
(11) 등록번호 10-1927545
(24) 등록일자 2018년12월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09D 11/00 (2014.01)
(21) 출원번호 10-2013-0044256
(22) 출원일자 2013년04월22일
심사청구일자 2018년04월05일
(65) 공개번호 10-2013-0119366
(43) 공개일자 2013년10월31일
(30) 우선권주장
13/453,916 2012년04월23일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
JP2008189926 A
JP평성11286640 A
US20070120915 A1

(73) 특허권자
제록스 코퍼레이션
미국 06851-1056 코네티컷주 노워크 메리트 7 201
피.오. 박스 4505
(72) 발명자
비라우 마리아
캐나다 엘5비 4엔4 온타리오 미시사우가 에이퍼터
912 번햄스프 로드 웨스트 220
투시 살마 팔라흐
캐나다 엘5엠 0엔9 온타리오 미시사우가 윈스턴
처칠 블리바드 #110 5100
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인태평양

전체 청구항 수 : 총 13 항

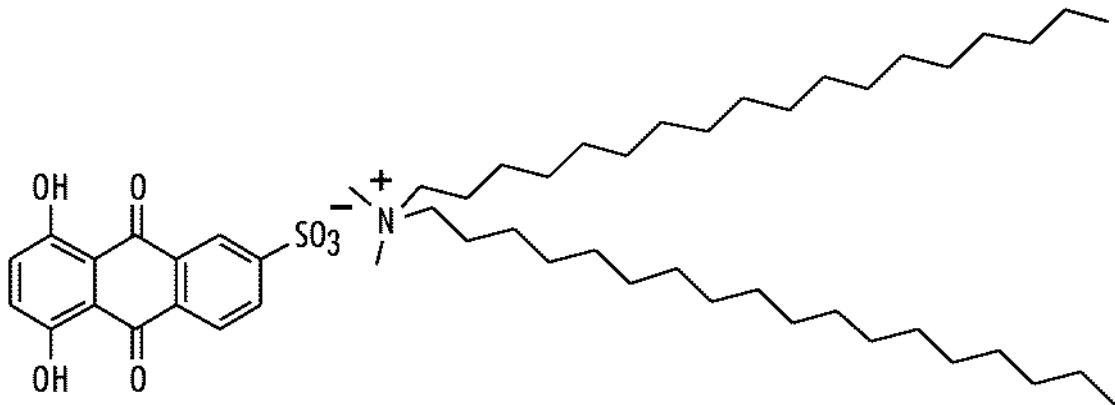
심사관 : 강영진

(54) 발명의 명칭 상 변화 잉크 조성물 및 이 조성물에 이용되는 술폰화 화합물

(57) 요약

본 발명은 잉크젯 프린터에서 잉크에 의해 면판의 드롤링 및 부착물에 의해 초래되는 프린트헤드 및 노즐 오염을 방지 및/또는 감소시키기 위한 항-드롤 첨가제를 포함하는 상 변화 잉크 조성물에 관한 것이다. 특히, 상 변화 잉크 성분과 호환되는 상 변화 잉크 조성물에서 이용하기 위한 술폰화 소분자가 제공된다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

알렌 씨 제프리

캐나다 엘0알 2에이치5 온타리오 워터다운 헤스필
드 크레센트 8

아브라함 비비 이.

캐나다 엘5엠 7이2 온타리오 미시사우가 파운틴 파
크 애비뉴 3377

마요 제임스 디.

캐나다 엘4와이 1브이1 온타리오 미시사우가 코트
랜드 크레센트 2033

오델 피터 지.

캐나다 엘5제이 1엘3 온타리오 미시사우가 발삼 애
비뉴 1855

명세서

청구범위

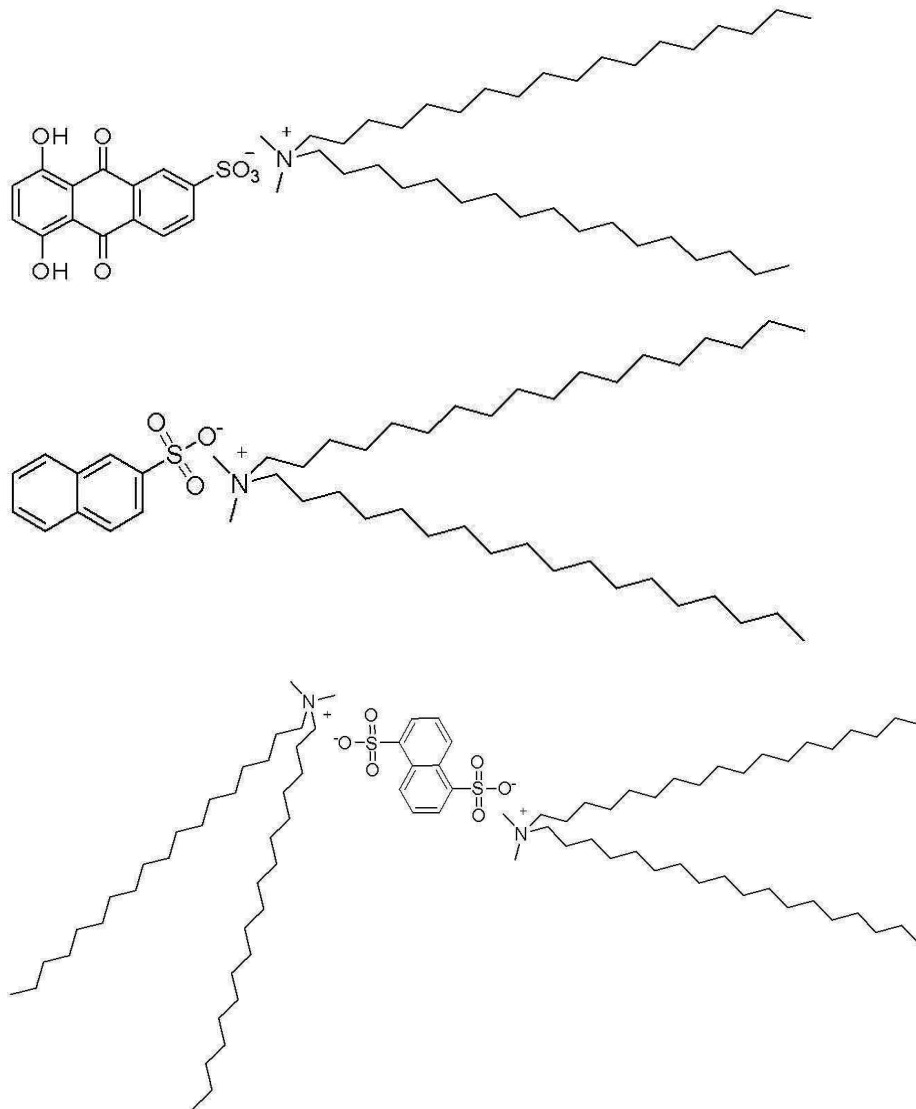
청구항 1

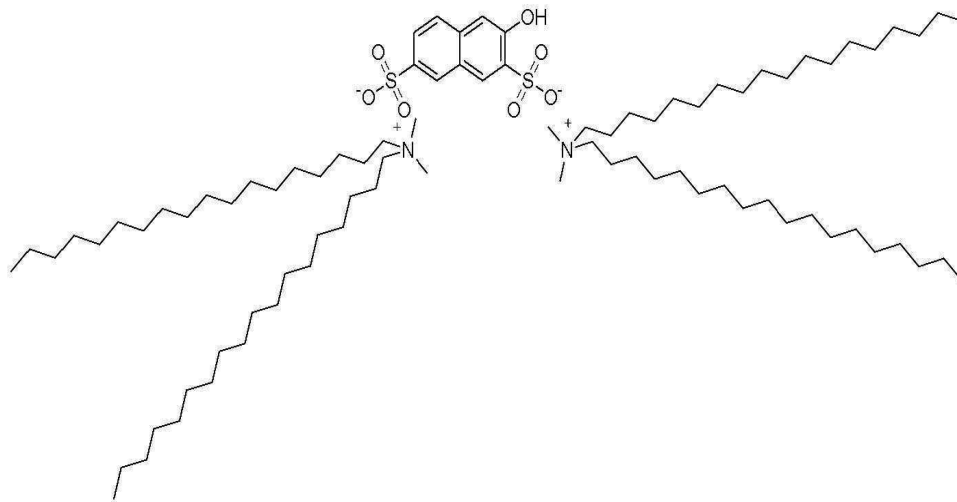
착색제(colorant);

잉크 전색제(vehicle); 및

항-드루 첨가제(anti-drool additive)를 포함하는 상 변화 잉크 조성물로서,

상기 항-드루 첨가제는





및 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 화합물인 상 변화 잉크 조성물.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 상 변화 잉크는 프린터에서 1.5 인치의 물 내지 6.0 인치의 물의 Δ (드름 압력)를 갖는 상 변화 잉크 조성물.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

이소시아네이트 유래 물질, 향산화제, 소포제, 슬립 및 균염제(leveling agent), 청정제(clarifier), 점도 개질제, 접착제, 가소제 및 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 첨가제를 추가로 포함하며,

상기 이소시아네이트 유래 물질은 알코올 2 당량 및 이소시아네이트 또는 디이소시아네이트 1 당량을 반응시킴으로써 수득된 우레탄 수지, 또는 스테아릴 이소시아네이트 삼 당량과 글리세롤계 알코올의 부가체인 우레탄 수지인 상 변화 잉크 조성물.

청구항 4

청구항 1에 있어서,

프린터 내에서 적어도 1.5 인치의 물의 드름 압력을 갖는 상 변화 잉크 조성물.

청구항 5

청구항 1에 있어서,

프린터 내에서 1.5 인치의 물 내지 4.0 인치의 물의 드름 압력을 갖는 상 변화 잉크 조성물.

청구항 6

청구항 1에 있어서,

육안 관측을 통해 얼룩이 적거나 없는 것으로 나타나는 상 변화 잉크 조성물.

청구항 7

청구항 1에 있어서,

상기 항-드름 첨가제는 상기 상 변화 잉크 조성물 총 중량의 0.1 내지 20 중량%의 양으로 상기 상 변화 잉크 조성물에 존재하는 상 변화 잉크 조성물.

청구항 8

청구항 7에 있어서,

상기 항-드를 첨가제는 상기 상 변화 잉크 조성물 총 중량의 0.2 내지 20 중량%의 양으로 상기 상 변화 잉크 조성물에 존재하는 상 변화 잉크 조성물.

청구항 9

청구항 7에 있어서,

상기 항-드를 첨가제는 상기 상 변화 잉크 조성물 총 중량의 0.5 내지 10 중량%의 양으로 상기 상 변화 잉크 조성물에 존재하는 상 변화 잉크 조성물.

청구항 10

청구항 1에 있어서,

폴리에틸렌이민, 4차 암모늄염을 함유하는 폴리머, 폴리알킬화 숙신이미드를 함유하는 폴리머 및 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 분산제를 추가로 포함하는 상 변화 잉크 조성물.

청구항 11

청구항 10에 있어서,

상기 분산제는 상기 상 변화 잉크 조성물 총 중량의 0.1 내지 25 중량%의 양으로 상기 상 변화 잉크 조성물에 존재하는 상 변화 잉크 조성물.

청구항 12

청구항 11에 있어서,

상기 분산제는 상기 상 변화 잉크 조성물 총 중량의 0.5 내지 10 중량%의 양으로 상기 상 변화 잉크 조성물에 존재하는 상 변화 잉크 조성물.

청구항 13

청구항 11에 있어서,

상기 분산제는 상기 상 변화 잉크 조성물 총 중량의 1 내지 6 중량%의 양으로 상기 상 변화 잉크 조성물에 존재하는 상 변화 잉크 조성물.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 상 변화 잉크 조성물 및 이 조성물에 이용되는 술폰화 화합물에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 상 변화 잉크 또는 고체 잉크 프린터는 관용적으로 때때로 잉크 스틱으로 불리는 고체 형태로 잉크를 수용한다. 상기 잉크 스틱은 일반적으로 프린터용 잉크 로더(loader)의 삽입구를 통해 삽입되고, 공급 메카니즘(feed mechanism) 및/또는 중력에 의해 히터 플레이트(heater plate)로 이동된다. 상기 히터 플레이트는 플레이트 위 충돌하는(impinging) 상 변화 잉크를 액체로 용융시키고, 상기 액체는 프린트헤드 어셈블리로 전달되어 기록 매체 위로 분사된다. 상기 기록 매체는 일반적으로 용지 또는 금속 드럼 또는 벨트와 같은 중간 이미징 부재(intermediate imaging member)로 지지되는 액체층이다.

[0003] 상 변화 프린터의 프린트헤드 어셈블리는 용융된 상 변화 잉크의 방울(drop)이 기록 부재로 토출되는 다수의 잉크젯을 갖는 하나 이상의 각 프린트헤드를 포함한다. 상기 프린트헤드의 잉크젯은 상기 프린트헤드 내에서 용융된 잉크 저장소 또는 잉크 카트리지와 같은 공급원으로부터 잉크를 수용하는 잉크 공급 챔버 또는 매니폴드(manifold)로부터 상기 용융된 잉크를 수용한다. 각 잉크젯은 상기 잉크 공급 매니폴드로 연결된 하나의 말단을 갖는 채널을 포함한다. 상기 잉크 채널의 다른 말단은 잉크의 방울 토출용 오리피스(orifice), 또는 노즐을 갖는다. 상기 잉크젯의 노즐은 구멍(aperture) 또는 잉크젯의 노즐에 해당하는 개구부를 가지는 노즐 플레이트에

형성될 수 있다. 작동 동안, 방울 토출 신호는 상기 잉크젯 노즐로부터 기록 매체 위로 유체의 방울을 방출하기 위해 상기 잉크젯 내의 작동기를 활성화시킨다. 상기 기록 부재 및/또는 프린트헤드 어셈블리가 서로에 대해 이동될 때 방울을 토출하기 위해 상기 잉크젯의 작동기를 선택적으로 작동시킴으로써, 증착된 방울은 기록 부재 위에 특정한 문자 및 그래픽 이미지를 형성하기 위해 정확히 패터닝될 수 있다.

[0004] 유체 잉크젯 시스템이 직면한 하나의 문제점은 상기 상 변화 잉크에 사용되는 유기 안료 및 염료가 상기 프린트 헤드 내에 드롤링 거동(drooling behavior) 및 면판 얼룩(faceplate staining)을 보인다는 것이다. 드롤링은 압력이 가해질 때 프린트헤드로부터 잉크가 파열되어 나오는 것으로 정의되며, Low Pressure Assist(LPA) 사이클에서 인지의 물로 표현된다. 얼룩은 잉크에 의한 면판의 부착물(fouling)을 나타낸다.

선행기술문헌

특허문헌

(특허문헌 0001) 미국 특허공보 제6,858,070호

발명의 내용

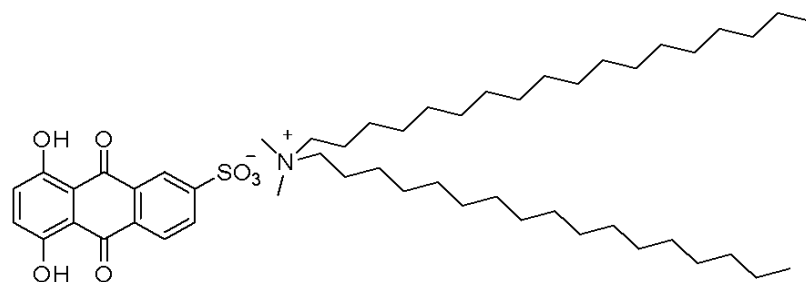
해결하려는 과제

[0005] 상 변화 잉크 조성물 및 이 조성물에 이용되는 술폰화 화합물을 개시한다. 상기 술폰화 화합물은 상기 상 변화 잉크 조성물의 Δ (드롤 압력(drool pressure))을 감소시킨다.

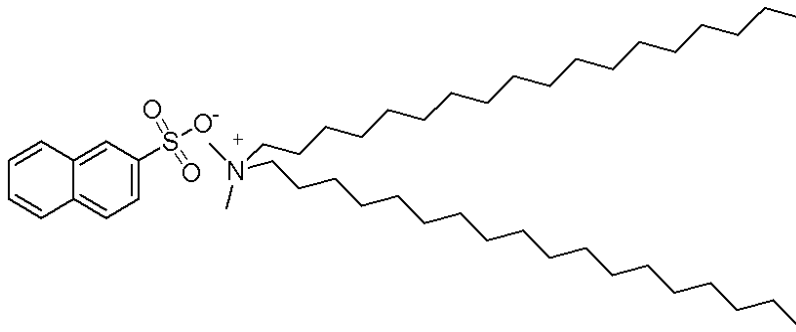
과제의 해결 수단

[0006] 본 명세서에 예시된 구현예에 따르면, 착색제(colorant); 잉크 전색제(vehicle); 및 항-드롤 첨가제를 포함하는 상 변화 잉크 조성물이 제공된다. 상기에서, 상기 항-드롤 첨가제는 하나 이상의 술폰산기 및 4급 암모늄 NH_4 또는 테트라부틸암모늄, 테트라옥틸암모늄, 테트라도데실암모늄, 테트라옥타데실암모늄, N,N-디메틸 디옥타데실, N,N-디메틸 디옥틸, N,N-디메틸 디데실 및 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 알킬 또는 아릴 4급 암모늄인 N-알킬 또는 N-아릴 카운터이온(counterion)을 갖는 술폰화 화합물이고, 추가로 상기 항-드롤 첨가제는 상기 왁스 잉크 전색제에 용해된다.

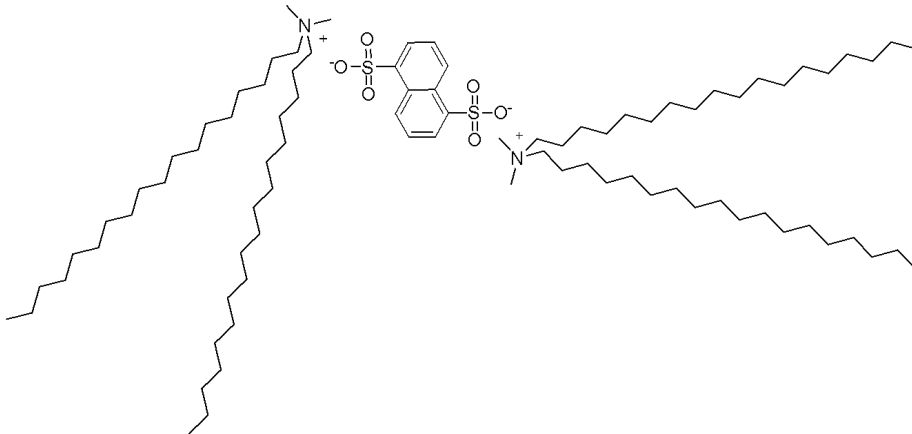
[0007] 특히, 본 발명의 구현예는 착색제; 잉크 전색제; 및 항-드롤 첨가제를 포함하는 상 변화 잉크 조성물을 제공한다. 상기에서, 상기 항-드롤 첨가제는 하기 화합물 및 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 화합물이다:



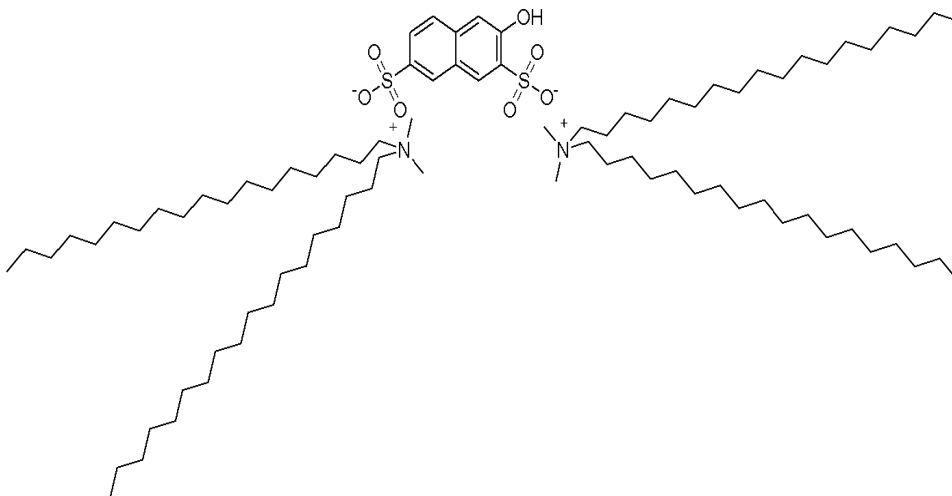
[0008]



[0009]



[0010]



[0011]

[0012]

[0013]

추가 구현예에서, 착색제; 잉크 전색제; 및 상기 왁스 잉크 전색제에 용해되는 항-드룰 첨가제를 포함하는 상 변화 잉크 조성물이 제공된다. 상기에서, 상기 항-드룰 첨가제는 하나 이상의 술폰산기 및 NH_4 또는 테트라메틸 암모늄, 테트라에틸암모늄, 테트라프로필암모늄, 테트라부틸암모늄, 테트라펜틸암모늄, 테트라헥실암모늄, 테트라헵틸암모늄, 테트라옥틸암모늄, 테트라노닐암모늄, 테트라데실암모늄, 테트라도데실암모늄, 테트라옥타데실암모늄, N,N-디메틸 디옥타데실, N,N-디메틸 디옥틸, N,N-디메틸 디데실, 및 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 N-알킬 또는 N-아릴 4급 암모늄 카운터이온을 갖는 술폰화 화합물이고, 추가로 상기 상 변화 잉크는 프린터에서 약 1.5 인치의 물 내지 약 6.0 인치의 물의 Δ (드룰 압력)을 갖는다.

도면의 간단한 설명

[0014]

도 1은 본 발명의 구현예에 따라 만들어진(domesticated) 술폰화 소분자의 예를 나타낸다.

도 2은 본 발명의 구현예에 따라 만들어진 술폰화 소분자의 제2 예를 나타낸다.

도 3은 본 발명의 구현예에 따라 만들어진 술폰화 소분자의 제3 예를 나타낸다.

도 4는 본 발명의 구현예에 따라 만들어진 술폰화 소분자의 제4 예를 나타낸다.

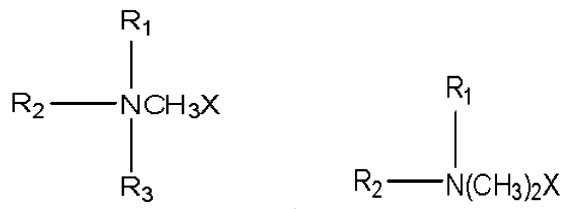
발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0015] 상 변화 잉크 기술은 많은 시장에 걸쳐 인쇄 용량 및 고객층을 확장하고, 상기 인쇄 애플리케이션(application)의 다양성은 프린트헤드 기술, 인쇄 공정 및 잉크 재료의 효율적인 통합에 의해 촉진될 것이다. 상기 상 변화 잉크 조성물은 실온에서 고체이고, 상기 잉크가 기체에 도포되는 상승 온도에서 녹는 것으로 특징화된다. 그러나, 상 변화 잉크 시스템은 또한 분사 온도를 포함하는 다른 온도에서 수행시 문제를 겪는다. 예를 들면, 상 변화 잉크에 사용되는 유기 안료 및 염료는 드롤링 거동 및 프린트헤드의 앞면에 면판 얼룩을 보일 수 있다.
- [0016] 드롤링은 압력이 적용되거나, 적용되지 않는 프린트헤드로부터 잉크가 파열되어 나오는 것으로 정의된다. 드롤을 정량하기 위한 목적으로, 임의의 착색제(colorant) 및/또는 분산제(dispersant)가 없는 잉크 베이스와 같은 비-드롤링 참조물(reference)에 대한 주어진 시험 잉크 시료의 드롤을 표시하는 것이 편리하다.
- [0017] Δ (드롤 압력) = 드롤 압력(시료) - 드롤 압력(참조물)
- [0018] 최적의 분사 및 프린트 성능이 실현될 수 있도록 주어진 잉크가 가능한 작은 델타 드롤 압력을 가지는 것이 바람직하다.
- [0019] 게이지 압력(gauge pressure)은 대기압 이상에서 프린터의 Low Pressure Assist 사이클에서 인식된 측정된 압력이다. 시료 잉크의 드롤 압력은 프린트헤드 내에서 노즐의 적어도 일부분에서 잉크가 파열되어 나오도록 하는 것으로 인식된 게이지 압력이고, 미세압력(micropressure) 측정기로 정확히 측정할 수 있다. 프린트헤드 내의 잉크의 드롤링은 원하지 않는 노즐간 색상 혼합뿐만 아니라 잉크 로더로부터 잉크의 원하지 않는 소모가 생기는 것 때문에 분사 공정을 복잡하게 만든다. 참조물 잉크의 드롤 압력은 프린트헤드 내에서 상기 참조물 잉크가 적어도 몇 개의 노즐에서 파열되어 나오도록 하는 것으로 인식된 게이지 압력이고, 이는 미세기압 게이지로 측정될 수 있다. 일반적으로 상기 압력 값은 프린터의 수명 동안 일어나는 많은 퍼지(purge) 및 닦기(wipe) 세척 사이클 동안 성공적인 분사에 대한 요구를 만족시킨다. 프린트헤드의 얼룩은 육안 관측을 통해 질적으로 평가될 수 있는 잉크 또는 적어도 잉크의 일부에 의한 면판의 원하지 않는 부착물이다. 예를 들면, 얼룩은 면판의 표면에 잉크가 스며들 때 보일 수 있다. 따라서, 바람직한 관찰은 면판에 관찰된 잉크가 없거나, 거의 없을 경우이다. 잉크 또는 잉크의 일부로부터의 얼룩에 의하여 매우 바람직하지 않게 손상된 프린트헤드는 프린터의 정상 퍼지 및 닦기 세척 사이클의 과정시 낮은 압력이 적용될 때조차 잉크 드롤링이 더 쉬워질 수 있을 것이다. 본 발명의 구현예에서, 프린터 내에 적어도 1.5 인치의 물의 드롤 압력을 가지는 상 변화 잉크 조성물이 제공된다. 추가 구현예에서, 상기 조성물은 약 1.5 인치의 물 내지 약 6.0 인치의 물 또는 약 2.8 인치의 물 내지 약 6.0 인치의 물의 드롤 압력을 가진다.
- [0020] 본 발명의 구현예는 상기 상 변화 잉크 내에서 항-드롤 첨가제인 특정 유형의 화합물을 이용함으로써 드롤링 및 면판의 얼룩을 해소한다. 구체적으로, 본 발명의 구현예는 항-드롤 첨가제로서 예를 들면, 디술폰화 3-히드록시 나프탈렌과 같은 두 개 또는 세 개의 방향족 고리 및 SO_3M (M = 금속)기를 함유하는 특정한 소분자의 이용을 제공한다. 구현예에서, M은 Na, K, Li와 같은 1가 금속, Ca, Mg, Ba, Cu, Cd, Zn, Mn과 같은 2가 금속 및/또는 Al, Cr 및 Co와 같은 3가 금속으로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 그러나, 이러한 첨가제는 잉크내에서 사용되기 전에 작은 변형을 필요로 한다. 상기 SO_3^- 기로부터의 금속 카운터이온은 상기 고체 잉크 전색제와 호환성을 촉진하기 위해 긴 그리스상(greasy) 사슬을 함유하는 4차 암모늄 염(quaternary ammonium salt)으로 교체된다. 보다 구체적으로, 상기 금속 카운터이온은 상기 고형 잉크 전색제와 호환성을 가능하게 하는 긴 그리스상 사슬을 함유하는 4차 암모늄 염에 의해 교체된다. 상기 말단 술폰기 및 말단 4차 암모늄기는 상호작용하여 카운터이온을 교환하고, 상기 변형된 첨가제 표면에 분산제가 고정되는 것을 촉진한다. 상기 적어도 두 개의 SO_3 변형을 함유하는 술폰화 변형된 화합물은 만족스러운 약 -0.8 내지 약 0 인치의 물 범위의 Δ (드롤 압력)을 갖는다. 이러한 화합물의 첨가는 또한 프린트헤드 면판의 부착물을 제거한다. 이와 같이, 본 발명의 구현예는 작은 변형 후에 항-드롤 첨가제로서 사용되는 두 개 또는 세 개의 방향족 고리 및 SO_3Me 기를 갖는 소분자를 제공한다. 본 발명의 구현예에서 사용된 술폰화 소분자의 일부 예는 술폰화 퀴니자린, N,N-디메틸-디옥타데실 염(술폰화 퀴니자린)(도 1), 2-나프탈렌 N,N-디메틸-디옥타데실(도 2), 1,5-디술폰 나프탈렌 N,N-디메틸-디옥타데실 염(도 3), 및 3-히드록시 나프탈렌-2,7-디술폰 N,N-디메틸-디옥타데실 염(도 4)이다.

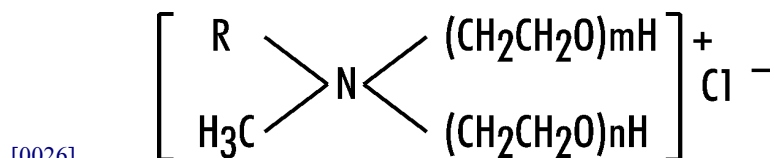
[0021] 본 발명의 구현예의 상기 술폰화 화합물로 제조된 상 변화 잉크는 드물링 및 얼룩에 대하여 Phaser 8860 프린터 (제록스 코포레이션으로부터 구입가능함)로 시험하였다. 상기 시험된 잉크는 드물링 및 얼룩 거동이 완전히 제거되지는 않더라도, 적어도 드물링 및 얼룩 거동이 감소된 것을 보여주었다. 이와 같이, 본 발명의 구현예의 항-드물 첨가제는 원하지 않는 드물링 및 얼룩 거동을 방지하거나 감소시킴으로써 프린트헤드 내의 잉크의 안전성을 개선하는 주요한 이점을 제공하고, 또한 상 변화 잉크젯 프린트헤드 내에서 개선된 성능을 위해 변형될 수 있는 더 싼 상업적 염료를 이용하기 위한 기회를 허용한다.

[0022] 상기 본 발명의 구현예의 술폰화 화합물은 보통 해당 산 기능성(COO^- 또는 SO_3^-)의 나트륨 염으로 판매된다. 이러한 기성품(off-the-shelf) 착색제는 상 변화 잉크 내에서 젤화 거동을 보이기 때문에, 상기 착색제는 금속 카운터이온을 상 변화 잉크 성분과 훨씬 개선된 호환성을 허용하게 되는 더 적합한 N-알킬/아릴 카운터이온으로 교체함으로써 변형되어야 한다. 변형에 사용되는 적합한 N-알킬/아릴 카운터이온은 4차 암모늄 NH_4^+ , 또는 테트라메틸암모늄, 테트라에틸암모늄, 테트라프로필암모늄, 테트라부틸암모늄, 테트라펜틸암모늄, 테트라헥실암모늄, 테트라헵틸암모늄, 테트라옥틸암모늄, 테트라노닐암모늄, 테트라데실암모늄, 테트라도데실암모늄, 테트라옥타데실암모늄, N,N-디메틸 디옥타데실, N,N-디메틸 디옥틸, N,N-디메틸 디데실, N,N,N-트리메틸-1-도코산아미늄, 베헤닐 트리메틸암모늄, N-옥타데실트리메틸암모늄과 같은 임의의 알킬 또는 아릴 4차 암모늄 및 ARQUAD와 같은 다른 4차 암모늄 화합물 및 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다.

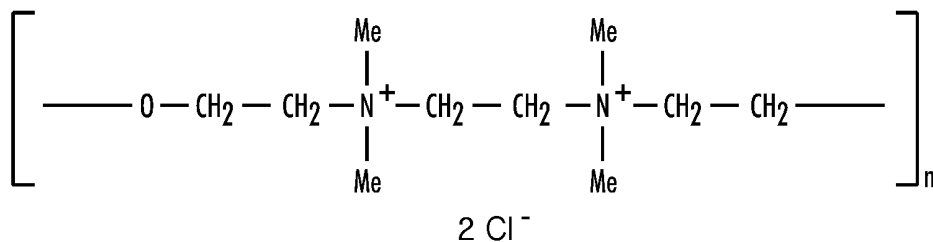
[0023] 상기 ARQUAD로 알려진 4차 암모늄 화합물은 1차적으로 알킬트리메틸암모늄 클로라이드이고, 화학식 $\text{R-N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}$ 로 나타낼 수 있으며, 상기 R은 적어도 8 개의 탄소 원자를 갖는 긴 사슬 알킬기이다. 이러한 특정한 4차 암모늄 화합물은 상표명 ARQUAD로 Akzo Nobel N.V.에 의해 시판된다. 적합한 ARQUAD 물질의 예는 아래와 같다: Arquad 316, ARQUAD C-35로부터의 코코알킬트리메틸암모늄, ARQUAD 2.10-50, ARQUAD 2.10-70 HFP, 2.10-80 으로부터의 디데시디메틸암모늄, ARQUAD MCB 33, ARQUAD MCB 50, ARQUAD MCB 80 으로부터의 코코(coco)(분획화) 디메틸벤질암모늄, ARQUAD 16-29로부터의 헥사데실트리메틸암모늄, ARQUAD 18-50 으로부터의 스테아릴트리메틸암모늄, ARQUAD 20-80 으로부터의 베헤닐트리메틸암모늄 또는 이의 염. 이 종류의 다양한 화합물은 질소 원자에 부착된 긴 사슬 알킬기의 길이 및 수에 대해 다르게 하여 이용가능하다. 다른 구현예에서, 상기 N-알킬 또는 N-아릴 카운터이온은 아래 중 하나로부터 선택된다:



[0024] [0025] 상기에서, R_1 , R_2 및 R_3 은 서로 동일하거나 다를 수 있고, 각각은 알킬, 알콕시, 아릴 및 알킬아릴로 이루어진 군으로부터 선택되며, X는 임의의 할로젠 원자이다. 구현예에서, 상기 알킬, 알콕시, 아릴 및 알킬아릴기는 4 개 이상의 탄소 원자를 가진다. 상기 4차 암모늄 카운터이온은 또한 하기와 같은 알콕시화물(alcoxyate)을 포함할 수 있다:



[0027] 예는 Ethoquad C/12(상기에서, R은 코코(코코넛 오일 유래의 불포화 및 포화 C6 내지 C18 산의 복합 혼합물)이며, $m+n$ 은 2이다), Ethoquad C/25(상기에서 R은 코코이고, $m+n$ 은 15이다), Ethoquad O/12(상기에서 R은 오레일이고, $m+n$ 은 2이다)를 포함하고, 이들 모두는 Lion Akzo Corporation으로부터 구입가능하다. 상기 4차 암모늄 카운터이온은 또한 하기와 같은 올리고머일 수 있다.



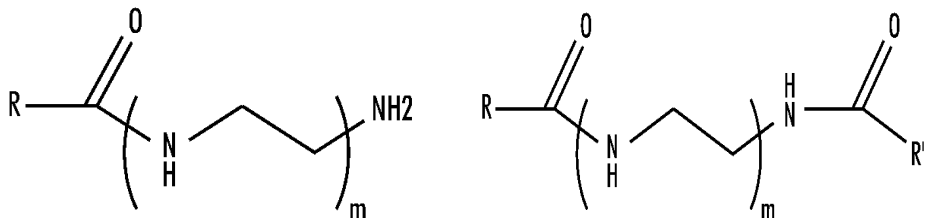
[0028]

[0029]

Shijiazhuang Guhong Chemicals Co., Ltd로부터 구입가능한 폴리[옥시-1,2-에탄디일(디메틸이미니오)-1,2-에탄디일(디메틸이미니오)-1,2-에탄디일클로라이드](1:2). 아릴기를 함유하는 카운터이온의 예는 하기를 포함하지만 이에 한정되지 않는다: 벤질트리부틸암모늄 브로마이드, 벤질트리부틸암모늄 클로라이드, 벤질트리에틸암모늄 클로라이드, 벤질트리에틸암모늄 브로마이드, 벤질트리에틸암모늄 아이오다이드, 벤질트리메틸암모늄 아이오다이드, 벤질트리메틸암모늄 브로마이드, 벤질트리메틸암모늄 클로라이드(니트(neat) 또는 수용액 내).

[0030]

상 변화 잉크에 사용된 분산제는 Cytec Surface Specialties로부터 구입가능한 MODAFLOW 2100, Chevron Oronite Company LLC로부터 구입가능한 OLOA 1200, OLOA 11000, OLOA 11001, Lubrizol Corporation로부터 구입가능한 IRKASPERSE 2153, 2155, SOLSPERSE 9000, 16000, 17000, 17940, 18000, 19000, 19240, 20000, 36000, 39000, 41000, 54000 및 이의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 것들을 포함하지만 이에 한정되지 않는다. 또한, 사용될 수 있는 특정 분산제는 그 전체가 본 발명에 포함되는 미국 특허 제7,973,186호에 개시된 하기 화학식을 가지는 화합물 또는 그 혼합물이다;



[0031]

[0032]

상기에서, R 및 R'는 동일하거나 다르며, R 및 R'는 독립적으로 알킬기, 아릴알킬기, 또는 알킬아릴기로부터 선택될 수 있고, 상기 알킬기, 아릴알킬기, 또는 알킬아릴기는 약 18 개 내지 약 60 개 탄소 원자를 가지며; m은 약 1 내지 약 30의 정수이다. 예시적인 잉크 조성물은 하나 이상의 분산제 및/또는 상기 잉크 조성물의 수분 특성 조절 및 안료화 착색제의 안정과 같은 알려진 특성을 갖는 하나 이상의 계면활성제를 포함할 수 있다.

[0033]

상기 항-드를 첨가제는 상 변화 잉크 내에 드룰링 및/또는 얼룩을 방지하기 위해 임의의 원하는 또는 효과적인 양으로, 예를 들면 적어도 상기 잉크의 약 0.05 중량% 내지 상기 잉크의 약 20 중량%, 적어도 상기 잉크의 약 0.2 중량% 내지 상기 잉크의 약 10 중량%, 적어도 상기 잉크의 약 0.5 중량% 내지 상기 잉크의 약 5 중량%로 존재할 수 있다. 상기 분산제는 상 변화 잉크 내에 상기 잉크의 총 중량의 약 0.1 내지 약 25 중량%의 양으로 존재할 수 있다. 추가 구현예에서, 상기 분산제는 상 변화 잉크 내에 상기 잉크의 총 중량의 약 0.2 내지 약 10, 또는 약 0.5 내지 약 6 중량%의 양으로 존재할 수 있다.

[0034]

본 발명의 구현예의 잉크는 종래의 첨가제와 관련된 알려진 기능성의 장점을 취하기 위해 이러한 종래의 첨가제를 추가로 포함할 수 있다. 이러한 첨가제는, 예를 들면 적어도 하나의 이소시아네이트 유래 물질, 향산화제, 소포제, 슬립 및 균염제(leveling agent), 청정제(clarifier), 점도 개질제, 접착제, 가소제 등을 포함할 수 있다.

[0035]

상기 잉크 전색제 또는 운반체(carrier)는 또한 적어도 하나의 이소시아네이트 유래 물질을 포함할 수 있다. 상기 이소시아네이트 유래 물질은 히드로아비에틸 알코올과 같은 알코올 2 당량(equivalent) 및 이소시아네이트 또는 디이소시아네이트(이소포론 디이소시아네이트) 1 당량을 반응시킴으로써 수득된 우레탄 수지일 수 있고, 예를 들면, 그 전체가 인용에 의해 본 발명에 전부 포함되는 미국 특허 제5,782,966호의 실시예 1에 개시되어 있다. 상기 이소시아네이트 유래 물질은 상기 잉크 운반체 내에 잉크 운반체의 약 2 내지 약 99 중량%, 또는 약 2 내지 약 90 중량%, 또는 약 3 내지 약 80 중량%의 양으로 존재할 수 있다. 다른 적합한 이소시아네이트-유래 물질은 스테아릴 이소시아네이트 삼 당량과 글리세롤계 알코올의 부가체로서, 그 전체가 인용에 의해 본 발명에 전부 포함되는 미국 특허 제6,309,453호의 실시예 4에 기재된 바와 같이 제조되는 우레탄 수지를 포함한다.

[0036]

상기 잉크는 선택적으로 산화로부터 이미지를 보호하기 위하여 향산화제를 함유할 수 있고, 또한 상기 잉크 저

장소 내의 가열된 멜트(melt)로서 존재하는 동안 산화로부터 잉크 성분을 보호할 수 있다. 적합한 항산화제의 예는 (1) N,N'-헥사메틸렌 비스(3,5-디-tert-부틸-4-히드록시 히드로신나마이드)(Ciba Inc.로부터 구입가능한 IRGANOX 1098), (2) 2,2-비스(4-(2-(3,5-디-tert-부틸-4-히드록시히드로신나모일옥시))에톡시페닐)프로판(ICI America Corporation로부터 구입가능한 TOPANOL-205), (3) 트리스(4-tert-부틸-3-히드록시-2,6-디메틸 벤질)이 소시아누레이트(CYANOX 1790, 41, 322-4, LTDP, Aldrich D12,840-6), (4) 2,2'-에틸렌 비스(4,6-디-tert-부틸페닐)플루오로 포스포나이트(Ethyl Corporation로부터 구입가능한 ETHANOX-398), (5) 테트라키스(2,4-디-tert-부틸페닐)-4,4'-비페닐 디포스포나이트(ALDRICH 46,852-5; 경도 값 90), (6) 펜타에리트리톨 테트라스테아레이트(TCI America #P0739), (7) 트리부틸암모늄 하이포포스파이트(Aldrich 42,009-3), (8) 2,6-디-tert-부틸-4-메톡시페놀(Aldrich 25,106-2), (9) 2,4-디-tert-부틸-6-(4-메톡시벤질)페놀(Aldrich 23,008-1), (10) 4-브로모-2,6-디메틸페놀(Aldrich 34,951-8), (11) 4-브로모-3,5-디디메틸페놀(Aldrich B6,420-2), (12) 4-브로모-2-니트로페놀(Aldrich 30,987-7), (13) 4-(디에틸 아미노메틸)-2,5-디메틸페놀(Aldrich 14,668-4), (14) 3-디메틸아미노페놀(Aldrich ID14,400-2), (15) 2-아미노-4-tert-아밀페놀(Aldrich 41,258-9), (16) 2,6-비스(히드록시메틸)-p-크레졸(Aldrich 22,752-8), (17) 2,2'-메틸렌디페놀(Aldrich B4,680-8), (18) 5-(디에틸아미노)-2-니트로소페놀(Aldrich 26,951-4), (19) 2,6-디클로로-4-플루오로페놀(Aldrich 28,435-1), (20) 2,6-디브로모플루오로 페놀(Aldrich 26,003-7), (21) α-트리플루오로-o-크레조-1(Aldrich 21,979-7), (22) 2-브로모-4-플루오로페놀(Aldrich 30,246-5), (23) 4-플루오로페놀(Aldrich F1,320-7), (24) 4-클로로페닐-2-클로로-1,1,2-트리-플루오로에틸 술폰(Aldrich 13,823-1), (25) 3,4-디플루오로 페닐아세트산(Aldrich 29,043-2), (26) 3-플루오로페닐아세트산(Aldrich 24,804-5), (27) 3,5-디플루오로 페닐아세트산(Aldrich 29,044-0), (28) 2-플루오로페닐아세트 산(Aldrich 20,894-9), (29) 2,5-비스(트리플루오로메틸) 벤조산(Aldrich 32,527-9), (30) 에틸-2-(4-(4-(트리플루오로메틸)페녹시)페녹시) 프로피오네이트 (Aldrich 25,074-0), (31) 테트라키스(2,4-디-tert-부틸 페닐)-4,4'-비페닐 디포스포나이트(Aldrich 46,852-5), (32) 4-tert-아밀 페놀(Aldrich 15,384-2), (33) 3-(2H-벤조트리아졸-2-일)-4-히드록시 펜에틸알코올(Aldrich 43,071-4), NAUGARD 76, NAUGARD 445, NAUGARD 512, AND NAUGARD 524 (Chemtura Corporation에 의해 제조됨) 등 및 이의 혼합물을 포함한다. 존재시, 상기 항산화제는 잉크 내에 잉크의 약 0.25 중량% 내지 약 10 중량% 또는 잉크의 약 1 중량% 내지 약 5 중량%와 같은 임의의 원하는 또는 효과적인 양으로 존재할 수 있다.

[0037] 상기 잉크는 추가로 수소화(hydrogenated) 아비에트산(로진)의 글리세롤 에스테르인 FORAL 85(Eastman사로부터 상업적으로 구입가능함), 히드로아비에트산(로진)의 펜타에리트리톨 에스테르인 FORAL 105(Eastman사로부터 상업적으로 구입가능함), 프탈산의 히드로아비에트산(로진) 알코올 에스테르인 CELLOLYN 21(Eastman사로부터 상업적으로 구입가능함), 수소화 아비에트산(로진)의 트리글리세라이드인 ARAKAWA KE-311 및 KE-100 수지(Arakawa Chemical Industries, Ltd로부터 상업적으로 구입가능함), NEVTAC 2300, NEVTAC 100 및 NEVTACO 80과 같은 합성 폴리테르펜 수지(Neville Chemical Company로부터 상업적으로 구입가능함), 변형된 합성 폴리테르펜 수지인 WINGTACK 86(Sartomer사로부터 상업적으로 구입가능함)과 같은 선택적인 점도 개질제를 함유할 수 있다. 점도 개질제는 잉크의 약 0.01 내지 잉크의 약 98 중량%, 잉크의 약 0.1 내지 잉크의 약 50 중량%, 잉크의 약 5 중량% 내지 잉크의 약 10 중량%와 같은 임의의 효과적인 양으로 잉크 내에 존재할 수 있다.

[0038] 접착제, 예컨대 VERSAMID 757, 759 또는 744(Cognis로부터 상업적으로 구입가능함)는 잉크 내에 잉크의 약 0.01 중량% 내지 잉크의 약 98 중량%, 잉크의 약 0.1 중량% 내지 잉크의 약 50 중량%, 잉크의 약 5 중량% 내지 잉크의 약 10 중량%로 존재할 수 있다.

[0039] 가소제, 예컨대 UNIPLEX 250(Unitex로부터 상업적으로 구입가능함), 상품명 SANTICIZER으로 Ferro사에서 상업적으로 이용가능한 프탈레이트 에스테르 가소제, 예컨대 디옥틸 프탈레이트, 디우테실 프탈레이트, 알킬벤질 프탈레이트 (SANTICIZER 278), 트리페닐 포스페이트(Ferro로부터 상업적으로 구입가능함), 트리부톡시에틸 포스페이트인 KP-140(Great Lakes Chemical Corporation로부터 상업적으로 구입가능함), 디시클로헥실 프탈레이트인 MORFLEX 150(Morflex Chemical Company Inc.로부터 상업적으로 구입가능함), 트리옥틸 트리멜리테이트(Sigma Aldrich Co.로부터 상업적으로 구입가능함) 등이 사용될 수 있다. 가소제는 잉크의 약 0.01 중량% 내지 잉크의 약 98 중량%, 잉크의 약 0.1 중량% 내지 잉크의 약 50중량%, 잉크의 약 5 중량% 내지 잉크의 약 10 중량%의 양으로 존재할 수 있다.

[0040] 존재시, 상기 선택적인 첨가제는 각각 또는 조합으로 잉크 내에 잉크의 약 1 중량% 내지 약 10 중량% 또는 잉크의 약 3 중량% 내지 약 5 중량%와 같은 임의의 원하는 또는 효과적인 양으로 존재할 수 있다.

[0041] 구현예에서, 상 변화 잉크용 잉크 운반체는 예를 들면, 바인더 물질이 유리 슬라이드에서 가열되고 현미경으로 관찰되는 현미경 고열기에서 관찰 및 측정되어 결정될 때, 약 60℃ 내지 약 150℃, 예를 들면 약 80℃ 내지 약

120℃, 약 85℃ 내지 약 110℃, 약 100℃ 내지 약 110℃ 또는 약 105℃ 내지 약 110℃의 녹는점을 가질 수 있다. 프린트헤드 수명이 150℃ 보다 더 높은 온도에서는 감소될 수 있지만, 더 높은 녹는점이 또한 허용가능하다. 또한, 저 에너지 잉크는 약 107℃ 내지 약 111℃의 녹는점에서 약 9 cP 내지 약 13 cP, 예컨대 약 10 cP 내지 약 11 cP의 분사 점도를 가진다.

[0042] 상기 잉크 조성물은 임의의 원하는 또는 적합한 방법으로 제조될 수 있다. 예를 들면, 잉크 운반체의 각 성분을 서로 혼합한 후, 예를 들면, 약 60℃ 내지 약 150℃, 약 80℃ 내지 약 120℃ 및 85℃ 내지 약 110℃와 같은 적어도 상기 혼합물의 녹는점으로 가열할 수 있다. 상기 착색제는 잉크 재료가 가열되기 전 또는 잉크 재료가 가열된 후 첨가될 수 있다. 선택된 착색제가 안료일 때, 상기 용융된 혼합물은 잉크 운반체 내에서 안료를 효과적으로 분산시키기 위하여 어트리터(attritor) 또는 볼 밀(ball mill) 장치 내에서 분쇄될 수 있다. 이후 상기 가열된 혼합물을 약 5초 내지 약 10분 이상 교반하여 실질적으로 동종의 균일한 멜트를 얻은 후, 주위 온도(ambient temperature)(일반적으로 약 20℃ 내지 약 25℃) 상기 잉크를 냉각시킨다. 상기 잉크는 주위 온도에서 고체이다. 특정 구현예에서, 상기 형성 공정 동안, 상기 잉크는 용융 상태에서 주형(mold)으로 부은 후, 냉각 및 고체화시켜 잉크 스틱을 형성한다. 적합한 잉크 제조 기술은 개시된 내용 전체가 인용에 의해 본 발명에 포함되는 미국 특허 제7,186,762호에 개시된다.

[0043] 상기 잉크는 직접 인쇄 잉크젯 공정 및 간접(오프셋) 인쇄 잉크젯 적용을 위한 기구에 이용될 수 있다. 본 발명에 개시된 다른 구현예는 본 발명에 개시된 잉크를 잉크젯 인쇄 기구로 포함시키는 단계, 상기 잉크를 용융시키는 단계, 및 상기 용융된 잉크의 액적(droplet)을 기록 기재 위에 이미지화 패턴으로 토출시키는 단계를 포함하는 공정에 관한 것이다. 직접 인쇄 공정은 또한 예를 들면, 그 개시된 내용이 인용에 의해 본 발명에 전부 포함되는 미국 특허 제5,195,430호에 개시된다. 본 발명에 개시된 다른 구현예는 본 발명에 개시된 잉크를 잉크젯 인쇄 기구로 포함시키는 단계, 상기 잉크를 용융시키는 단계, 상기 용융된 잉크의 액적을 중간 전달 부재(intermediate transfer member) 위에 이미지화 패턴으로 토출시키는 단계, 및 상기 중간 전달 부재로부터의 이미지화 패턴 내의 잉크를 최종 기록 기재로 전달하는 단계를 포함하는 공정에 관한 것이다. 특정 구현예에서, 상기 중간 전달 부재는 최종 기록 시트와 인쇄 기구 내의 용융된 잉크 사이의 온도로 가열된다. 다른 특정 구현예에서, 상기 중간 전달 부재 및 상기 최종 기록 시트는 이 구현예에서 상기 중간 전달 부재 및 상기 최종 기록 시트 모두에서 인쇄 기구 내의 용융된 잉크 이하의 온도로 가열된다; 이 구현예에서, 상기 중간 전달 부재 및 상기 최종 기록 시트의 상대적인 온도는 (1) 상기 중간 전달 부재가 상기 최종 기록 기재와 상기 인쇄 기구 내의 용융된 잉크 사이의 온도로 가열되거나; (2) 상기 최종 기록 기재가 상기 중간 전달 부재와 상기 인쇄 기구 내의 용융된 잉크 사이의 온도로 가열되거나; 또는 (3) 상기 중간 전달 부재 및 상기 최종 기록 시트가 대략 동일한 온도로 가열될 수 있다. 오프셋 또는 간접 인쇄 공정은, 예를 들면, 그 개시된 내용이 인용에 의해 본 발명에 전부 포함되는 미국 특허 제5,389,958호에 개시되어 있다. 한 특정 구현예에서, 상기 인쇄 기구는 잉크의 액적이 압전기 진동 요소의 진동에 의해 이미지화 패턴 내에 토출되도록 하는 압전기 인쇄 공정을 도입한다. 본 발명에 개시된 잉크는 또한 핫(hot) 멜트 음향 잉크젯 인쇄 등과 같은 다른 핫 멜트 잉크 공정에 도입될 수 있다. 본 발명에 개시된 상 변화 잉크는 또한 핫 멜트 잉크젯 인쇄 공정 이외의 인쇄 공정에서 사용될 수 있다.

[0044] XEROX 4200 용지, XEROX 이미지 시리즈 용지, 코트랜드 4024 DP 용지, 패션 공책 용지, 본드 용지와 같은 보통 용지(plain paper), 샤프 컴패니 실리카 코팅 용지, JuJo 용지, HAMMERMILL LASERPRINT 용지 등과 같은 실리카 코팅 용지, XEROX 디지털 컬러 글로스, 사피 워렌 용지 LUSTROGLOSS와 같은 광택이 나는 코팅 용지, Xerox DURAPAPER 등과 같은 특수 용지, 투명성 물질, 직물, 섬유 제품, 플라스틱, 고분자 필름, 금속 및 목재와 같은 무기물 기록 매체 등, 투명성 물질, 직물, 섬유 제품, 플라스틱, 고분자 필름, 금속 및 목재 등과 같은 무기 기재를 포함하는 임의의 적합한 기재 또는 기록 시트가 도입될 수 있다.

[0045] 실시예

[0046] 변형된 나프탈렌 화합물이 있거나 없는 다양한 분산제를 함유하는 몇 가지 잉크 및 잉크 베이스를 타이폰 프린트헤드 내의 드를을 위해 평가하였다. SOLSPERSE 17000(Lubrizol Corporation사로부터 구입가능함) 및 미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1에서 제조된 것과 같은 분산제 수지를 실시예 데이터를 위한 분산제로 사용하였다. 상기 잉크 성분은 표 1에 나타나 있다. 상기 잉크 제형(formulation)의 백분율은 중량 기준이다.

표 1

잉크 베이스 성분	세부 사항
폴리메틸렌 왁스	IGI Inc로부터 구입가능한 분획화 폴리메틸렌 왁스
폴리에틸렌 왁스	Baker Petrolite로부터 구입가능한 분획화 폴리에틸렌 왁스
트리아미드 왁스	미국 특허 제6,860,930호의 실시예 1에 의해 제조된 것
Kemamide S-180®	Witco Chemical Corporation으로부터 구입가능한 스테아릴 스테아르아미드
KE-100®	Arakawa Industries로부터 구입가능한 수소화 아비에트산의 트리글리세라이드
우레탄 수지	미국 특허 제6,309,453호의 실시예 4에서 제조된 것
Naugard® 445	Uniroyal Chemical Company로부터 구입가능한 항산화제

아래 표 2에 나타낸 항-드룰 물질(ADM)을 본 실시예에서 사용하였다.

표 2

조성물	항-드룰 물질 설명	항-드룰 물질 명칭
실시예 1	N,N-디메틸 디옥타데실 술폰화 퀴니자린	ADM-1
실시예 2	(2-나프탈렌 N,N-디메틸 디옥타데실)	ADM-2
실시예 3	(1,5-디설포닉 나프탈렌 N,N-디메 틸디옥타데실)	ADM-3
실시예 4	(3-히드록시 나프탈렌 2,7-디술폰 화 N,N-디메틸디옥타데실)	ADM-4
실시예 5	(3-히드록시 나프탈렌 2,7-디술폰 화 N,N-디메틸디옥타데실)	ADM-4
실시예 6	(3-히드록시 나프탈렌 2,7-디술폰 화 N,N-디메틸디옥타데실)	ADM-4
실시예 7	(3-히드록시 나프탈렌 2,7-디술폰 화 N,N-디 메틸디옥타데실)	ADM-4

비교예 1: 표준 잉크 베이스의 제조

500 mL 비커에 84.9 g (54.16%) 폴리메틸렌 왁스, 20.0 g (12.76%) 트리아미드 왁스, 28.0 g (17.86%) S180®, 20 g (12.76%) KE-100®, 3.52 g (2.25%) 우레탄 수지, 0.336 g (0.21%) Naugard® 445를 넣었다. 상기 고체를 모든 성분이 용융될 때까지 오븐 내에서 130℃에서 녹도록 두었다. 결과물인 잉크 베이스를 5 μm 메시(mesh)를 통해 여과시켰다.

비교예 2: 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1)가 있는 잉크 베이스의 제조

500 mL 비커에 84.9 g (53.08%) 폴리에틸렌 왁스, 20 g (12.5%) 트리아미드 왁스, 28 g (17.5%) S180®, 20 g (12.5%) KE-100®, 3.52 g (2.2%) 우레탄 수지, 0.336 g (0.21%) Naugard® 445 및 3.2 g (2%) 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1)를 넣었다. 상기 혼합물을 모든 성분이 용융될 때까지 오븐 내에서 130℃에서 녹도록 두었다. 결과물인 혼합물을 5 μm 메시를 통해 여과시켰다.

비교예 3: 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1)가 있는 안료화 잉크의 제조

아래의 물질들을 600 mL 비커에서 칭량하였다. 수반하는 중량%는 그 후의 혼합 단계에서 첨가되는 안료, 분산제

및 안료 상승제를 포함한다: 80.48 g (50.85%) 폴리에틸렌 왁스, 18.51 g (11.57%) 트리아미드 왁스, 26.66 g (16.66%) S-180®, 18.66 g (11.66%) KE-100®, 1.712 g (1.07%) 우레탄 수지, 0.224 g (0.14%) Naugard® 445 (항산화제), 및 8.0 g (5%) SOLSPERSE 17000. 상기 물질들을 오븐 내에서 120℃에서 녹이고, 잘 혼합한 후 120℃로 가열되고, Hoover Precision Products로부터 구입가능한 1800 g 440 C 타입 1/8 인치의 물 직경 스테인레스 스틸 볼이 장착된 Union Process로부터 구입가능한 Szgevari 01 어트리터로 전달하였다. 가열된 임펠러(impeller)를 상기 어셈블리에 부착시켰고, 상기 임펠러 속도는 상기 스테인레스 스틸 볼이 용기(vessel)의 맨 위에서 서로 부드럽게 내려오기(tumble) 시작하도록 조정하였다. 이 교반 용액에 안료 바이올렛 19 4.032 g (2.52%)을 첨가하였다. 상기 안료화 잉크를 300 RPM에서 18 시간 동안 마모되도록 한 후 상기 최종 마모된 혼합물을 상기 스테인레스 스틸 볼로부터 분리하였고, Advantec Corporation으로부터 상업적으로 구입가능한 KST-47 여과 기구를 이용하여 5 µm 스테인레스 스틸 메쉬로 여과하였다.

[0056] **비교예 4: 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1)가 있는 안료화 잉크의 제조**

[0057] 아래의 물질들을 600 mL 비커에서 칭량하였다. 수반하는 중량%는 또한 그 후의 혼합 단계에서 첨가되는 안료, 분산제 및 안료 상승제를 포함한다: 82.81 g (51.79%) 폴리메틸렌 왁스, 19.2 g (12.01%) 트리아미드 왁스, 28.09 g (17.57%) S-180®, 19.2 g (12.01%) KE-100®, 1.712 g (1.07%) 우레탄 수지, 0.224 g (0.14%) Naugard® 445 (항산화제), 및 3.824 g (2.39%) 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1). 상기 물질들을 오븐 내에서 120℃에서 녹이고, 잘 혼합한 후 120℃로 가열되고, Hoover Precision Products로부터 구입가능한 1800 g 440 C 타입 1/8 인치의 물 직경 스테인레스 스틸 볼이 장착된 Union Process로부터 구입가능한 Szgevari 01 어트리터로 전달하였다. 가열된 임펠러(impeller)를 상기 어셈블리에 부착시켰고, 상기 임펠러 속도는 상기 스테인레스 스틸 볼이 용기(vessel)의 맨 위에서 서로 부드럽게 내려오기(tumble) 시작하도록 조정하였다. 이 교반 용액에 안료 모글 L 4.032 g (2.52%), Sunflo B124(Synergist) 0.8 g(0.5%)을 첨가하였다. 상기 안료화 잉크를 250 RPM에서 18 시간 동안 마모되도록 한 후 상기 최종 마모된 혼합물을 상기 스테인레스 스틸 볼로부터 분리하였고, Advantec Corporation으로부터 상업적으로 구입가능한 KST-47 여과 기구를 이용하여 5 µm 스테인레스 스틸 메쉬로 여과하였다.

[0058] **실시예 1: 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1) 및 2.0 중량% 숄폰화 퀴니자린, N,N-디메틸-디옥타데실을 함유하는 상 변화 잉크 베이스의 제조**

[0059] 500 mL 비커에 83.36 g (51.761%) 폴리메틸렌 왁스, 20.48 g (12.72%) 트리아미드 왁스, 27.84 g (17.29%) S180®, 20 g (12.42%) KE-100®, 2.62 g (1.63%) 우레탄 수지, 0.336 g (0.21%) Naugard® 445 및 3.2 g (1.99%) 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호)의 실시예 1를 넣었다. 상기 혼합물을 모든 성분이 용융될 때까지 오븐 내에서 130℃에서 용융시켰다. 상기 혼합물이 균일하게 보일 때, 숄폰화 퀴니자린(N,N-디메틸-디옥타데실) 3.2 g (1.99%)을 교반하면서 첨가하였다. 결과물인 혼합물을 5 µm 메시를 통해 여과시켰다.

[0060] **실시예 2: 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1) 및 2.0% 2-나프탈렌 N,N-디메틸-디옥타데실을 함유하는 상 변화 잉크 베이스의 제조**

[0061] 500 mL 비커에 83.36 g (51.76%) 폴리메틸렌 왁스, 20.48 g (12.72%) 트리아미드 왁스, 27.84 g (17.29%) S180®, 20 g (12.42%) KE-100®, 2.62 g (1.63%) 우레탄 수지, 0.336 g (0.21%) Naugard® 445 및 3.2 g (1.99%) 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1)를 넣었다. 상기 혼합물을 모든 성분이 용융될 때까지 오븐 내에서 130℃에서 용융시켰다. 상기 혼합물이 균일하게 보일 때, 나프탈렌 N,N-디메틸-디옥타데실 3.2 g(1.99%)을 교반하면서 첨가하였다. 결과물인 혼합물을 5 µm 메시를 통해 여과시켰다.

[0062] **실시예 3: 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1) 및 2.0% 나프탈렌 1,5-디숄포닉 N,N-디메틸-디옥타데실을 함유하는 상 변화 잉크 베이스의 제조**

[0063] 500 mL 비커에 83.36 g (51.76%) 폴리메틸렌 왁스, 20.48 g (12.72%) 트리아미드 왁스, 27.84 g (17.29%) S180®, 20 g (12.42%) KE-100®, 2.62 g (1.63%) 우레탄 수지, 0.336 g (0.21%) Naugard® 445 및 3.2 g (1.99%) 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1)를 넣었다. 상기 혼합물을 모든 성분이 용융될 때까지 오븐에

서 130℃에서 용융시켰다. 상기 혼합물이 균일하게 보일 때, 나프탈렌 1,5-디술포닉 N,N 디메틸-디옥타데실 3.2 g(1.99%)을 교반하면서 첨가하였다. 결과물인 혼합물을 5 μm 메시를 통해 여과시켰다.

[0064] 실시예 4: 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1) 및 1.0% 3-히드록시 나프탈렌-2,7-디술포닉 N,N-디메틸-디옥타데실 염을 함유하는 상 변화 잉크 베이스의 제조

[0065] 500 mL 비커에 83.36 g (51.76%) 폴리메틸렌 왁스, 20.48 g (12.72%) 트리아미드 왁스, 27.84 g (17.29%) S180®, 20 g (12.42%) KE-100®, 2.62 g (1.63%) 우레탄 수지, 0.336 g (0.21%) Naugard® 445 및 3.2 g (1.99%) 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예1)를 넣었다. 상기 혼합물은 모든 성분이 용융될 때까지 오븐 내에서 130℃에서 용융시켰다. 상기 혼합물이 균일하게 보일 때, 3-히드록시 나프탈렌-2,7-디술포닉 N,N-디메틸-디옥타데실 염을 교반하면서 첨가하였다. 결과물인 혼합물을 5 μm 메시를 통해 여과시켰다.

[0066] 실시예 5: 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1) 및 2.0% 3-히드록시 나프탈렌-2,7-디술포닉 N,N-디메틸-디옥타데실 염을 함유하는 상 변화 잉크 베이스의 제조

[0067] 500 mL 비커에 81.76 g (51.28%) 폴리메틸렌 왁스, 20.48 g (12.85%) 트리아미드 왁스, 27.84 g (17.46%) S180®, 20 g (12.54%) KE-100®, 2.62 g (1.64%) 우레탄 수지, 0.336 g (0.21%) Naugard® 445 및 3.2 g (2.01%) 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1)를 넣었다. 상기 혼합물을 모든 성분이 용융될 때까지 오븐 내에서 130℃에서 용융시켰다. 상기 혼합물이 균일하게 보일 때, 3-히드록시 나프탈렌-2,7-디술포닉 N,N-디메틸-디옥타데실 염을 교반하면서 첨가하였다. 결과물인 혼합물을 5 μm 메시를 통해 여과시켰다.

[0068] 실시예 6: 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1) 및 2.0% 3-히드록시 나프탈렌-2,7-디술포닉 N,N-디메틸-디옥타데실 염을 함유하는 상 변화 안료화 잉크의 제조

[0069] 비교예 3의 잉크 제형을 반복하였고, 3-히드록시 나프탈렌-2,7-디술포닉 N,N-디메틸-디옥타데실 염 3.2 g (1.98%)를 상기 용융된 잉크로 교반하면서 첨가하였다. 결과물인 혼합물을 5 μm 메시를 통해 여과시켰다.

[0070] 실시예 7: 분산제 수지(미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1) 및 2.0% 3-히드록시 나프탈렌-2,7-디술포닉 N,N-디메틸-디옥타데실 염을 함유하는 상 변화 안료화 잉크의 제조

[0071] 비교예 4의 잉크 제형을 반복하였고, 3-히드록시 나프탈렌-2,7-디술포닉 N,N-디메틸-디옥타데실 염 3.2 g (1.96%)를 상기 용융된 잉크에 교반하면서 첨가하였다. 결과물인 혼합물을 5 μm 메시를 통해 여과시켰다.

[0072] 드를 시험 및 결과

[0073] 먼저 상기 잉크 베이스에 사용된 범위에서 압력을 가함으로써 주어진 시험 잉크의 드를 압력 한계점(threshold)을 측정하였다. 만약 드를링이 관찰되면, 상기 시험 잉크의 드를링 압력 한계점은 점진적으로 감소하는 압력을 가함으로써 측정될 것이다. 상기 제시된 시험 잉크의 델타 드를 압력은 또한 참조물 잉크 베이스 및 시험 잉크 시료의 측정된 드를 압력 한계점의 차이에 의해 계산하였다.

[0074] $\Delta(\text{드를 압력}) = \text{드를 압력(시료)} - \text{드를 압력(참조물)}$

[0075] 따라서, 상업적으로 구입가능한 잉크로부터 잉크 베이스(대조군 역할을 함)에 대하여 음의 인치의 물의 차이의 드를 압력을 갖는 시험 잉크는 프린터 내에서 일반적으로 사용되는 더 낮은 적용 압력에서 드를하였다.

[0076] 시험 잉크의 드를링에 대한 저항성을 평가하기 위하여, 상기 잉크를 타이폰 프린트헤드 내에서 시험하였다. 상기 프린트헤드는 양면 채우기(duplex solid fill)로 20 회 인쇄함으로써 비웠다. 면 채우기 인쇄가 용지에 균일하게 나타날 때까지 상기 채널을 오븐에서 용융된 잉크를 다시 채우고, 퍼지하고, 비우고, 다시 채웠다. 퍼지/뉘기 사이클에서 시험 잉크의 양이 그 압력에서 퍼지된 후 상기 프린트헤드의 세척 또는 퍼지/뉘기 사이클 내에서 프린트헤드의 와이퍼 날(wiper blade)로부터 앞면을 뉘아내도록 대략 2.8 인치의 물의 압력으로 프린터 내에 설정하였다. 이 시점에서, 상기 프린터의 앞면을 프린트헤드의 앞면에 임의의 드를링이 개시 및/또는 지속되는

지에 대해 시각적으로 관찰하였다. 만약, 시험 잉크의 드물링이 특정 압력에서 관찰되면, 상기 가해진 압력을 시험 잉크의 드물링이 시각적으로 관찰되지 않을 때까지 점진적으로 감소시켰고, 이러한 압력 수준을 상기 시험 잉크의 드물 압력 한계로 기록하였다.

[0077] 시험 종료시, 상기 시험 잉크를 클리어 베이스(clear base)로 세정해 내었고, 보통 4 내지 6회의 채우기/퍼지/비우기 사이클을 필요로 하였다.

[0078] 상기 잉크 베이스의 드물링 수준에 관하여 각 시험 잉크의 드물 압력 차이 또는 Δ (드물 압력)을 인치의 물 차이로 기록하였고, 하기와 같이 계산하였다:

[0079] Δ (시험 잉크의 드물 압력)=안료화 잉크 장애(failure)(인치의 물)-잉크 베이스 장애(인치의 물)

[0080] 따라서, 상기 잉크 베이스에 대해 음의 인치의 물의 차이를 가지는 시험 잉크는 더 낮은 가해진 압력에서 드물링한다. 시료 잉크의 드물 압력은 프린트헤드 내에서 노즐의 적어도 일부분에서 잉크가 파열되어 나오도록 하는 것으로 인식된 게이지 압력이며, 미세압력 측정기로 정확히 측정할 수 있다. 잉크 베이스 및 잉크에 대한 드물 시험의 결과는 아래 표 3에 나타나 있다:

표 3

[0081]

실시예	시료	사용된 분산제	항-드물 물질 명칭	드물 압력 (게이지), 인치의 물	Δ (드물 압력), 인치의 물	프린트헤드에서 관찰된 시각적 부착물
비교예 1	잉크 베이스 단독	없음	해당 없음	2.31	0.0	없음
비교예 2	잉크 베이스	¹ 구입한 분산제 화합물	해당 없음	1.59	-0.64	있음
비교예 3	마젠타 잉크 안료 바이올렛 19	SOLSPERSE 17000	해당 없음	0.37	-1.73	있음
비교예 4	잉크 카본 블랙 모굴 상충제 SunFlo SFB 124	¹ 구입한 분산제 화합물	해당 없음	1.50	-0.62	없음
1	잉크 베이스	¹ 구입한 분산제 화합물	ADM-1	0.68	-1.42	있음
2	잉크 베이스	¹ 구입한 분산제 화합물	ADM-2	1.29	-0.82	있음
3	잉크 베이스	¹ 구입한 분산제 화합물	ADM-3	해당 없음	겔화됨	해당 없음
4	잉크 베이스	¹ 구입한 분산제 화합물	ADM-4	1.61	-0.49	없음
5	잉크 베이스	¹ 구입한 분산제 화합물	ADM-4	2.11	0	없음
6	마젠타 잉크 안료 바이올렛 19	SOLSPERSE 17000	ADM-4	1.31	-0.80	없음
7	잉크 카본 블랙 모굴 안료	¹ 구입한 분산제 화합물	ADM-4	2.42	0.00	없음

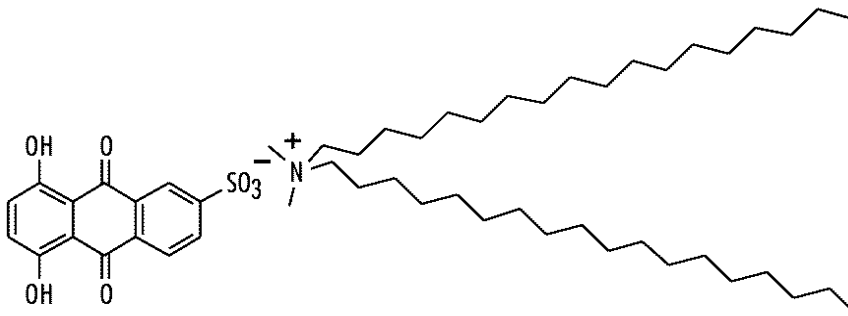
[0082] ¹미국 특허 제7,973,186호의 실시예 1에 따라 제조된 구입한 분산제 화합물

[0083] 약 -0.8 내지 약 +0.8 인치의 물의 드물 압력 값 차이가 바람직하고, 이는 퍼지/뿔기 사이클 동안 최적의 성능

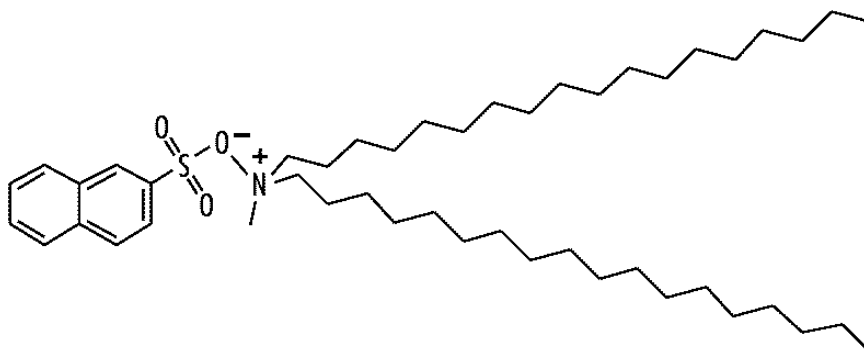
을 위한 프린트헤드 값의 정상 범위를 나타낸다. 표 3에서 알 수 있듯이, 본 발명의 구현예의 많은 실시예는 -0.8 내지 0 인치의 물의 Δ (드름 압력)의 드름 값이 생기며, 이는 소분자의 변형된 화합물을 포함하지 않는 비교예에 대해 현저히 개선된 것이다. 예를 들면, SOLSPERSE 17000을 함유하는 비교예 3은 프린트헤드의 드름링으로 현저한 장애가 생겼으며, 심각한 부착물이 증거이다. 실시예 6에서, 단지 2%의 변형된 소분자 화합물(3-히드록시 나프탈렌 2,7-디술폰화 N,N-디메틸디옥타데실)을 첨가하면 Δ (드름 압력) 값을 절반으로 감소시켰다. 실시예 7에서, 단지 2%의 변형된 소분자 화합물(3-히드록시 나프탈렌 2,7-디술폰화 N,N-디메틸디옥타데실)을 첨가하면 Δ (드름 압력) 값을 0으로 감소시켰다.

도면

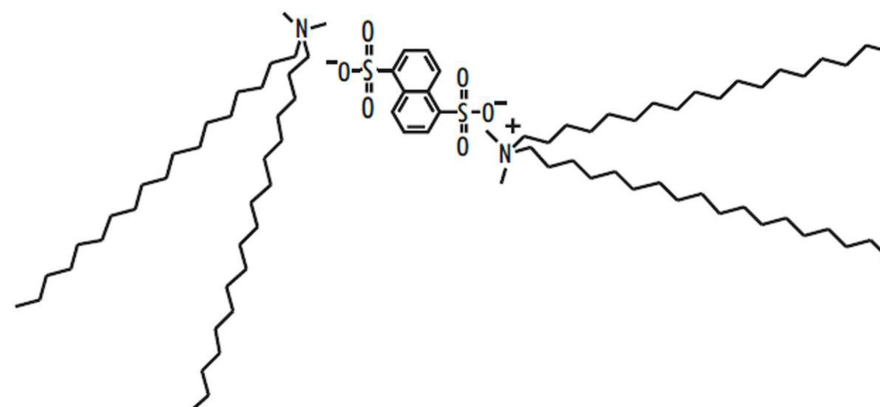
도면1



도면2



도면3



도면4

