



(10) **DE 10 2014 201 906 A1** 2014.08.14

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2014 201 906.0**

(22) Anmeldetag: **03.02.2014**

(43) Offenlegungstag: **14.08.2014**

(51) Int Cl.: **C09D 11/02 (2006.01)**
B41J 2/05 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
13/765,827 13.02.2013 US

(71) Anmelder:
Xerox Corporation, Norwalk, Conn., US

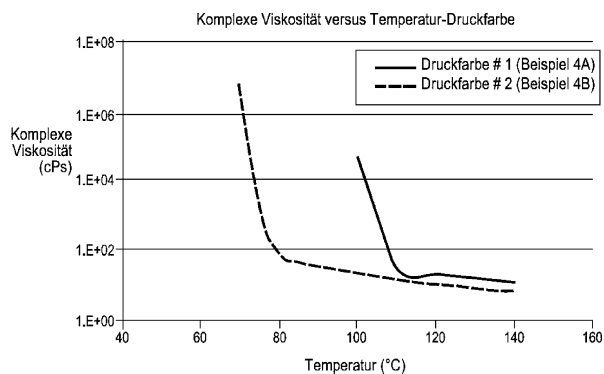
(74) Vertreter:
**Grünecker, Kinkeldey, Stockmair &
Schwanhäusser, 80802, München, DE**

(72) Erfinder:
**Chopra, Naveen, Oakville, Ontario, CA;
Goredema, Adela, Mississauga, Ontario, CA;
Morimitsu, Kentaro, Mississauga, Ontario, CA;
Keoshkerian, Barkev, Thornhill, Ontario, CA;
Belelie, Jennifer L., Oakville, Ontario, CA; IFTIME,
Gabriel, Mississauga, Ontario, CA**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Druckfarbenzusammensetzung und Verfahren zum Strahlausstossen von Druckfarbe**

(57) Zusammenfassung: Eine feste Druckfarbenzusammensetzung enthält eine kristalline Komponente; eine amorphe Amidkomponente; und einen Farbstoff. Die kristalline Komponente enthält eine Monoamidverbindung mit einem aromatischen Ringkern.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Offenbarung ist auf eine feste Druckfarbenzusammensetzung und mehr im Detail auf eine Phasenwechsel-Druckfarbenzusammensetzung gerichtet, die Amidverbindungen in sowohl einer kristallinen Komponente als auch einer amorphen Komponente der Druckfarbe umfasst.

[0002] Auf dem Gebiet der Phasenwechsel-Druckfarben sind kristallin-amorphe Druckfarben dahingehend bekannt, dass sie im Vergleich zu wachsbasierten herkömmlichen festen Druckfarben auf beschichteten Substraten eine verbesserte Robustheit in Hinblick auf Kratzen, Falzen und Falz-Offset bereitstellen. Viele amorphe und kristalline Materialien wurden zur Verwendung in kristallin-amorphen Druckfarben entwickelt.

[0003] In Bezug auf kristallin-amorphe Druckfarben kann das kristalline Material Härte verleihen und in einigen Fällen können sie aufgrund eines schnellen Phasenwechsels für DTP-(Direct-to-Paper-)Druckarchitekturen verwendet werden, auch wenn die Druckfarben auch für andere Anwendungen herangezogen werden können. Das amorphe Material (für gewöhnlich ein viskoses, klebriges Material) unterstützt die Adhäsion an das Substrat und erweicht die kristalline Komponente, um ein Verspröden und Reißen des gedruckten Bildes zu verhindern.

[0004] Oft ist es der Fall, dass die kristallinen und amorphen Materialien ausschließlich aus Estern bestehen. Eine bisherige Formulierung verwendete ein kristallines Bisurethanmaterial. Urethanen kann es jedoch an der gewünschten Wärmestabilität fehlen und sie können eine Deblockierung und/oder Zersetzung zu unlöslichen Harnstoffen durchlaufen. Darüber hinaus können Ester für Hydrolyse anfällig sein.

[0005] Eine bekannte kristalline Komponente ist DST (Distearylterephthalat), das aus Stearylalkohol und Terephthalsäure hergestellt wird. DST leidet jedoch unter beeinträchtigter Kratzbeständigkeit.

[0006] Eine bekannte amorphe Komponente ist ein Derivat von L-Weinsäure/Cyclohexanol/-t-Butylcyclohexanol (TBCT), von dem man sagt, dass es zu den annehmbaren robusten Bildern beiträgt. TBCT kann allerdings mit diversen Nachteilen verbunden sein, z. B. Wärmestabilität während der Synthese und Schwankungen in Hinblick auf Produktverteilungen – beides stellt eine Herausforderung für die großmaßstäbliche Synthese dar.

[0007] Bislang verwenden Druckfarbenzusammensetzungen im Allgemeinen unterschiedliche Klassen von Verbindungen für die kristallinen und die amorphen Komponenten. Es wäre wünschenswert, eine Kombination von kristallinen und amorphen Komponenten zu entdecken, die beide die gleiche funktionelle Gruppe verwenden. Es wäre auch wünschenswert, neue Kombinationen von kristallinen und amorphen Materialien zu entdecken, die verwendet werden können, um schnell kristallisierende Druckfarben zu formulieren.

[0008] Somit besteht weiterhin ein Bedarf an einer erweiterten Vielfalt an neuen kristallinen und amorphen Materialien mit verbesserter Leistung in Phasenwechsel-Druckfarben.

[0009] Eine Ausführungsform der vorliegenden Offenbarung ist auf eine feste Druckfarbenzusammensetzung gerichtet. Die Zusammensetzung umfasst eine kristalline Komponente, die eine Monoamidverbindung mit einem aromatischen Ringkern umfasst; eine amorphe Amidkomponente; und einen Farbstoff.

[0010] Eine weitere Ausführungsform der vorliegenden Offenbarung ist auf ein Verfahren gerichtet. Das Verfahren umfasst das Bereitstellen einer Tintenstrahldruckvorrichtung, die eine feste Druckfarbenzusammensetzung umfasst, wobei die feste Druckfarbenzusammensetzung umfasst: (a) eine kristalline Komponente, die eine Monoamidverbindung mit einem aromatischen Ringkern umfasst, (b) eine amorphe Amidkomponente und (c) einen Farbstoff. Die feste Druckfarbenzusammensetzung wird auf eine Temperatur höher als der Schmelzpunkt der Zusammensetzung erhitzt, um die Druckfarbenzusammensetzung zu verflüssigen. Die verflüssigte Druckfarbenzusammensetzung wird aus der Tintenstrahldruckvorrichtung auf ein Substrat strahlausgestoßen, um ein Bild zu bilden.

[0011] Eine noch weitere Ausführungsform der vorliegenden Offenbarung ist auf eine feste Druckfarbenzusammensetzung gerichtet. Die feste Druckfarbenzusammensetzung umfasst eine kristalline Komponente, die eine Monoamidverbindung mit einem aromatischen Ringkern umfasst; eine amorphe Amidkomponente; und einen Farbstoff. Die kristalline Komponente hat bei einer Temperatur von ungefähr 140 °C eine Viskosität von weniger als 12 cPs; die amorphe Amidkomponente hat eine höhere Viskosität als die kristalline Komponente und bei einer Temperatur von ungefähr 140 °C eine Viskosität von weniger als 100 cPs; und sowohl die kris-

talline Komponente als auch die amorphe Amidkomponente hat bei ungefähr 25 °C eine Viskosität von mehr als $1 \times 10^{5.5}$ cPs.

[0012] Fig. 1 zeigt die Rheologieprofile für Druckfarben unter Verwendung von amorphen Amidverbindungen als sowohl kristalline als auch amorphe Komponenten gemäß Ausführungsformen der vorliegenden Offenbarung.

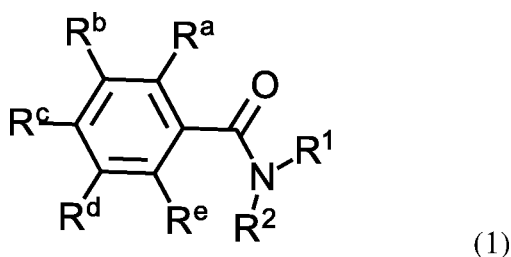
[0013] Fig. 2 zeigt beispielhafte K-Proof-Daten für Druckfarben gemäß Ausführungsformen der vorliegenden Offenbarung.

[0014] Eine Ausführungsform der vorliegenden Offenbarung ist auf eine feste Druckfarbenzusammensetzung gerichtet. Die Druckfarbenzusammensetzung enthält (a) eine kristalline Komponente, die eine kristalline Monoamidverbindung mit einem aromatischen Ringkern umfasst, (b) eine amorphe Amidkomponente und (c) einen Farbstoff.

[0015] Es kann jede beliebige kristalline Monoamidverbindung mit einem aromatischen Ringkern verwendet werden, die sich zur Verwendung als kristalline Komponente einer Phasenwechsel-Druckfarbe eignet. Beispielsweise können Monoamidverbindungen mit einem aromatischen Ringkern, beispielsweise aus einer Benzolgruppe oder einer Naphthalengruppe ausgewählt, verwendet werden. Bei einer Ausführungsform ist die kristalline Monoamidverbindung ein Produkt einer Reaktion von Benzoesäure und einem primären oder sekundären Amin.

[0016] Die Amidgruppe der kristallinen Monoamidkomponente kann zumindest eine C_1 - bis C_{40} -Substituentengruppe umfassen, die entweder an eine Carbonylgruppe oder ein Stickstoffatom des Amids gebunden ist. Die Substituentengruppe kann eine substituierte oder unsubstituierte, lineare, verzweigte oder cyclische, gesättigte oder ungesättigte, aliphatische oder aromatische Gruppe sein, die zu einer kristallinen Verbindung führt, die die gewünschten Druckfarbeneigenschaften bereitstellt, z. B. einen Flüssigphasenzustand mit geeigneter Viskosität bei Strahlausstoßtemperaturen und einen Festphasenzustand bei ungefähr Raumtemperatur (z. B. ungefähr 25 °C).

[0017] Eine beispielhafte kristalline Monoamidverbindung kann eine Verbindung der Formel 1 sein:



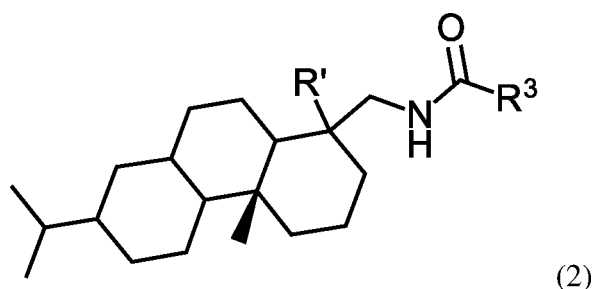
wobei R^1 , R^2 , R^a , R^b , R^c , R^d und R^e unabhängig aus der Gruppe ausgewählt sind, bestehend aus einem Wasserstoffatom und aliphatischen C_1 - bis C_{40} - oder aromatischen C_1 - bis C_{40} -Substituenten, wobei zumindest eines von R^1 und R^2 kein Wasserstoffatom ist. Bei einer Ausführungsform sind R^1 , R^2 , R^a , R^b , R^c , R^d und R^e unabhängig aus der Gruppe ausgewählt, bestehend aus einem Wasserstoffatom oder linearen, verzweigten oder cyclischen C_1 - bis C_{40} -Alkyl-, -Alkenyl-, -Aryl-, -Alkaryl-, -Arylalkylgruppen oder beliebigen C_1 - bis C_{40} -Alkyl-, -Alkenyl-, -Aryl-, -Alkaryl- oder -Arylalkylgruppen, die eine oder mehrere Heteroatome enthalten. Beispielsweise können R^1 , R^a , R^b , R^c , R^d und R^e Wasserstoffatome sein und R^2 kann aus einer Alkylphenylgruppe oder einer C_8 - bis C_{30} -Hydrocarbylgruppe ausgewählt sein.

[0018] Substituenten mit Kohlenwasserstoffketten mit mehr als 22 Kohlenstoffatomen können eine wachsbaasierte kristalline Komponente bilden. Bei einigen Fällen kann es wünschenswert sein, eine nicht auf Wachs basierende kristalline Komponente zu verwenden, wobei in diesem Fall die auf der kristallinen Monoamidkomponente substituierten Gruppen Kettenlängen von 22 Kohlenstoffatomen oder weniger aufweisen können. Beispielsweise können die oben erörterten R^1 - und R^2 -Substituenten aus linearen, verzweigten oder cyclischen, substituierten oder unsubstituierten, aliphatischen oder aromatischen C_2 - bis C_{18} -Gruppen wie C_2 - bis C_{18} -Alkyl-, -Alkenyl-, -Aryl-, -Alkaryl-, -Arylalkylgruppen ausgewählt sein, die optional ein oder mehrere Heteroatome (z. B. Sauerstoff, Stickstoff oder Halogen wie Chlor oder Brom) enthalten.

[0019] Die kristalline Komponente in der Druckfarbenformulierung steuert den Phasenwechsel durch schnelle Kristallisation bei Kühlung der Druckfarbe. Die kristalline Komponente stellt auch die Struktur des finalen Druckfarbenfilms ein und bildet eine harte Druckfarbe, indem die Klebrigkeit der amorphen Komponente verringert wird. Die kristallinen Komponenten können eine relativ niedrige Viskosität aufweisen, z. B. eine Viskosität von weniger als 12 cPs bei einer Temperatur von ungefähr 140 °C, wie z. B. 10¹ Centipoise (cPs) oder von ungefähr 0,5 bis ungefähr 10 cPs oder von ungefähr 1 bis ungefähr ≤ 10 cPs bei ungefähr 140 °C. Die kristallinen Komponenten können eine relativ hohe Viskosität aufweisen, z. B. mehr als 10^{5,5} cPs bei Raumtemperatur, z. B. mehr als ungefähr 10⁶ cPs oder ungefähr 10^{6,5} cPs bei ungefähr Raumtemperatur. Die Viskosität wurde unter Verwendung eines dehnungsgeregelten Rheometers von TA Instruments (Rheometrics RFS-3) gemessen. Beim verwendeten Verfahren erfolgte ein Temperatur-Sweep von ungefähr 140 °C auf ungefähr 90 °C bei einer Sweep-Rate von 1 Hz, wobei die Messungen alle 5 Grad durchgeführt wurden. Je nach getestetem Harz wurde die Temperatur-Sweep-Endtemperatur durch die Viskosität gesteuert. Wenn der Übergangspunkt passiert war und die Viskosität stark erhöht, wurde das Temperatur-Sweep-Testexperiment beendet.

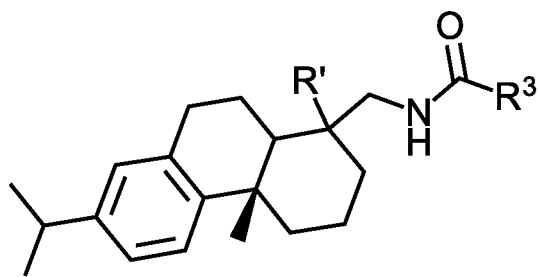
[0020] Da die kristallinen Komponenten im Allgemeinen den Phasenwechsel der Druckfarbe vorschreiben, kann die schnelle Kristallisation eine sofortige Druckverarbeitung (z. B. Verteilung oder Duplex-Druck) bereitstellen und das übermäßige Durchscheinen auf unbeschichteten Substraten verringern oder verhindern. Wie z. B. mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DDK) (z. B. 10 °C/min von -50 auf 200 auf -50 °C) gemessen, können die wünschenswerten kristallinen Komponenten relativ starke Kristallisations- und Schmelz-Peaks zeigen. Bei einer Ausführungsform ist die Änderung der Temperatur zwischen den Kristallisations- und Schmelz-Peaks relativ gering, wie z. B. weniger als ungefähr 55 °C oder ungefähr 60 °C. Bei einer Ausführungsform kann der Schmelzpunkt unter der oberen Grenze der Strahlausstoßtemperatur liegen. Beispielsweise kann der Schmelzpunkt unter ungefähr 150 °C liegen, z. B. von ungefähr 100 °C bis ungefähr 145 °C, z. B. ungefähr 140 °C. Ein geeigneter Schmelzpunkt kann die Blockade und den Drucktransfer verringern oder verhindern und kann je nach Stehtemperaturen variieren, die in der Druckvorrichtung auftreten. Beispielsweise kann der Schmelzpunkt über 65 °C liegen, z. B. über 66 °C oder 67 °C, um die Blockade und den Drucktransfer beim Stehen bei Temperaturen von bis zu 65 °C zu verringern oder verhindern.

[0021] Die amorphe Amidkomponente ist aus polycyclischen Amiden ausgewählt, z. B. polycyclischen Monoamiden, polycyclischen Diamiden oder Mischungen davon. Jedwede polycyclische Amide, die sich als die amorphe Amidkomponente für feste Druckfarbenzusammensetzungen eignen, können verwendet werden. Beispiele für geeignete polycyclische Amidverbindungen umfassen jene mit einer Abietyleinheit, z. B. Verbindungen der Formel 2:



wobei R' aus der Gruppe ausgewählt ist, bestehend aus einem Wasserstoffatom oder -NHC=OR⁴, und wobei R³ und R⁴ unabhängig aus der Gruppe ausgewählt sind, bestehend aus aliphatischen C₁- bis C₄₀- oder aromatischen C₁- bis C₄₀-Substituenten wie aliphatische oder aromatische C₁- bis C₂₂- oder C₂- bis C₁₈-Gruppen. Bei einer Ausführungsform ist R' Wasserstoff und R³ ist ein C₁- bis C₁₂-Alkyl.

[0022] Bei einer Ausführungsform können ein oder mehrere Ringe der Verbindungen der Formel 2 ungesättigt sein, wie z. B. in Formel 3 gezeigt, wobei R' und R³ wie oben in Bezug auf Formel 2 beschrieben definiert sind:



(3)

[0023] Die amorphe Amidkomponente der Druckfarbenzusammensetzung kann Klebrigkeit bereitstellen und/oder der gedruckten Druckfarbe Robustheit verleihen. Geeignete Materialien für die amorphe Amidkomponente können keine Kristallisation, eine relativ niedrige Viskosität (z. B. $< 10^2$ Centipoise (cPs) oder von ungefähr 1 bis ungefähr 100 cPs oder von ungefähr 5 bis ungefähr 95 cPs) nahe der Strahlausstoßtemperatur (z. B. ≤ 140 °C oder von ungefähr 100 °C bis ungefähr 140 °C oder von ungefähr 105 °C bis ungefähr 140 °C) zeigen, aber eine sehr hohe Viskosität (z. B. mehr als ungefähr $10^{5.5}$ cPs oder mehr als ungefähr 10^6 oder ungefähr $10^{6.5}$ cPs) bei ungefähr Raumtemperatur. Die Viskosität der amorphen Amidkomponente ist im Allgemeinen höher als jene der kristallinen Komponente.

[0024] Wie oben erörtert, können die kristallinen und amorphen Amidkomponenten den festen Druckfarben jeweils spezifische Eigenschaften verleihen, und die Mischung der Komponenten kann Druckfarben bereitstellen, die eine gewünschte Robustheit auf unbeschichteten und beschichteten Substraten aufweisen. Bei einer Ausführungsform umfasst eine feste Tintenstrahl-Druckfarbenzusammensetzung eine Mischung von (1) kristallinen und (2) amorphen Amidkomponenten in einem Gewichtsverhältnis, das die gewünschten Druckfarbeneigenschaften bereitstellt. Beispiele für geeignete Gewichtsverhältnisse von kristallinen zu amorphen Materialien reichen von ungefähr 60:40 bis ungefähr 95:5, z. B. ungefähr 65:35 bis ungefähr 95:5 oder von ungefähr 70:30 bis ungefähr 90:10. Bei einer Ausführungsform beträgt das Gewichtsverhältnis ungefähr 70:30 für die kristallinen bzw. amorphen Amidkomponenten. Bei einer weiteren Ausführungsform beträgt das Gewichtsverhältnis ungefähr 80:20 für die kristallinen bzw. amorphen Amidkomponenten.

[0025] Bei einer Ausführungsform sind einige oder alle der kristallinen Amid- und/oder amorphen Amidkomponenten biologisch erneuerbar. Beispielsweise können Druckfarben der vorliegenden Offenbarung nach Wunsch einen biologisch erneuerbaren Gehalt von zumindest 20 Gew.-% umfassen. Einige der Druckfarben dieser Offenbarung können potenziell einen biologisch erneuerbaren Gehalt von bis zu 66 % oder mehr aufweisen. Biologisch erneuerbare Ressourcen werden als gewisse Vorteile aufweisend angesehen, z. B. dass sie nachhaltige Ressourcen bereitstellen und/oder für die Umwelt potenziell gut sind.

[0026] Druckfarbenzusammensetzungen der vorliegenden Offenbarung können eine Reihe von Kristallisationsraten aufweisen, je nach der spezifischen verwendeten Zusammensetzung. Beispielsweise kann die Gesamtkristallisationszeit im Bereich von 3 Sekunden oder mehr liegen, z. B. ungefähr 4 Sekunden bis ungefähr 10 oder 12 Sekunden oder von ungefähr 5 Sekunden bis ungefähr 9 Sekunden, wie mittels zeitaufgelöster optischer Mikroskopie (TROM) gemessen. Das TROM-Verfahren ist nachstehend ausführlich beschrieben, wie auch in der US-Patentanmeldung Nr. 13/456,847, eingereicht am 26. April 2011 im Namen von Gabriel Iftime et al. mit dem Titel "Time Resolved Optical Microscopy ("TROM) Process for Measuring the Rate of Crystallization of Solid Inks".

[0027] Druckfarben mit langsamerer Kristallisation können zur Verwendung in Druckern herangezogen werden, die für den Büromarkt konzipiert sind, während schnellere Druckfarben für Drucker mit höherer Produktion geeignet sein können. Stehen sowohl schnell als auch langsam kristallisierende Druckfarbenzusammensetzungen bereit, wird der Umfang des Druckverfahrens erweitert und kann eine "maßgeschneiderte" Leistung für entweder Büro- oder Produktionsraum ermöglicht werden.

[0028] Bei einer Ausführungsform ist der in den Druckfarben der vorliegenden Offenbarung verwendete Farbstoff aus einem Färbemittel, einem Pigment oder Mischungen davon ausgewählt. Jedes Färbemittel oder Pigment kann ausgewählt werden, mit der Maßgabe, dass es im Druckfarbeträger dispergiert oder aufgelöst werden kann und mit den anderen Druckfarbenkomponenten kompatibel ist.

[0029] Die Phasenwechsel-Trägerzusammensetzungen der vorliegenden Offenbarung können in Kombination mit herkömmlichen Phasenwechsel-Druckfarben-Farbstoffmaterialien verwendet werden, wie Solvensfärbemittel, Dispersionsfärbemittel, modifizierte saure und Direktfärbemittel, alkalische Färbemittel, Schwefelfär-

bemittel, Küpenfärbemittel und dergleichen gemäß Color Index (C.I.). Beispiele für geeignete Färbemittel umfassen Neozapon Red 492 (BASF); Orasol Red G (Pylam Products); Direct Brilliant Pink B (Oriental Giant Dyes); Direct Red 3BL (Classic Dyestuffs); Supranol Brilliant Red 3BW (Bayer AG); Lemon Yellow 6G (United Chemie); Light Fast Yellow 3G (Shaanxi); Aizen Sylon Yellow C-GNH (Hodogaya Chemical); Bemachrome Yellow GD Sub (Classic Dyestuffs); Cartasol Brilliant Yellow 4GF (Clariant); Cibanone Yellow 2G (Classic Dyestuffs); Orasol Black RLI (BASF); Orasol Black CN (Pylam Products); Savinyl Black RLSN (Clariant); Pyrazol Black BG (Clariant); Morfast Black 101 (Rohm & Haas); Diaazol Black RN (ICI); Thermoplast Blue 670 (BASF); Orasol Blue GN (Pylam Products); Savinyl Blue GLS (Clariant); Luxol Fast Blue MBSN (Pylam Products); Sevron Blue 5GMF (Classic Dyestuffs); Basacid Blue 750 (BASF); Keyplast Blue (Keystone Aniline Corporation); Neozapon Black X51 (BASF); Classic Solvent Black 7 (Classic Dyestuffs); Sudan Blue 670 (C.I. 61554) (BASF); Sudan Yellow 146 (C.I. 12700) (BASF); Sudan Red 462 (C.I. 26050) (BASF); C.I. Disperse Yellow 238; Neptune Red Base NB543 (BASF, C.I. Solvent Red 49); Neopen Blue FF-4012 (BASF); Lampronol Black BR (C.I. Solvent Black 35) (ICI); Morton Morplas Magenta 36 (C.I. Solvent Red 172); Metallphthalocyaninfarbstoffe, wie z. B. im US-Patent Nr 6,221,137 offenbart. Polymere Färbemittel können ebenfalls verwendet werden, wie z. B. im US-Patent Nr 5,621,022 und im US-Patent Nr. 5,231,135 offenbart und im Handel erhältlich, z. B. von Milliken & Company wie Milliken Ink Yellow 869, Milliken Ink Blue 92, Milliken Ink Red 357, Milliken Ink Yellow 1800, Milliken Ink Black 8915-67, ungeschnittenes Reactint Orange X-38, ungeschnittenes Reactint Blue X-17, Solvent Yellow 162, Acid Red 52, Solvent Blue 44 und ungeschnittenes Reactint Violet X-80.

[0030] Bei einer Ausführungsform werden Solvensfärbemittel verwendet. Ein Beispiel für ein Solvensfärbemittel, das sich zur Verwendung hierin eignet, kann alkohollösliche Färbemittel beinhalten, aufgrund deren Kompatibilität mit den hier offenbarten Druckfarbenträgern. Beispiele für geeignete Alkohol-Solvenslösungsmittel umfassen Neozapon Red 492 (BASF); Orasol Red G (Pylam Products); Direct Brilliant Pink B (Global Colors); Aizen Sylon Red C-BH (Hodogaya Chemical); Kayanol Red 3BL (Nippon Kayaku); Spirit Fast Yellow 3G; Aizen Sylon Yellow C-GNH (Hodogaya Chemical); Cartasol Brilliant Yellow 4GF (Clariant); Pergasol Yellow 5RA EX (Classic Dyestuffs); Orasol Black RLI (BASF); Orasol Blue GN (Pylam Products); Savinyl Black RLS (Clariant); Morfast Black 101 (Rohm and Haas); Thermoplast Blue 670 (BASF); Savinyl Blue GLS (Sandoz); Luxol Fast Blue MBSN (Pylam); Sevron Blue 5GMF (Classic Dyestuffs); Basacid Blue 750 (BASF); Keyplast Blue (Keystone Aniline Corporation); Neozapon Black X51 (C.I. Solvent Black, C.I. 12195) (BASF); Sudan Blue 670 (C.I. 61554) (BASF); Sudan Yellow 146 (C.I. 12700) (BASF); Sudan Red 462 (C.I. 260501) (BASF) Mischungen davon und dergleichen.

[0031] Pigmente sind ebenfalls geeignete Färbemittel für die Phasenwechsel-Druckfarben der vorliegenden Offenbarung. Beispiele für geeignete Pigmente umfassen PALIOGEN Violet 5100 (BASF); PALIOGEN Violet 5890 (BASF); HELIOGEN Green L8730 (BASF); LITHOL Scarlet D3700 (BASF); SUNFAST Blue 15:4 (Sun Chemical); Hostaperm Blue B2G-D (Clariant); Hostaperm Blue B4G (Clariant); Permanent Red P-F7RK; Hostaperm Violet BL (Clariant); LITHOL Scarlet 4440 (BASF); Bon Red C (Dominion Color Company); ORACET Pink RF (BASF); PALIOGEN Red 3871 K (BASF); SUNFAST Blue 15:3 (Sun Chemical); PALIOGEN Red 3340 (BASF); SUNFAST Carbazole Violet 23 (Sun Chemical); LITHOL Fast Scarlet L4300 (BASF); SUNBRITE Yellow 17 (Sun Chemical); HELIOGEN Blue L6900, L7020 (BASF); SUNBRITE Yellow 74 (Sun Chemical); SPECTRA PAC C Orange 16 (Sun Chemical); HELIOGEN Blue K6902₇, K6910 (BASF); SUNFAST Magenta 122 (Sun Chemical); HELIOGEN Blue D6840, D7080 (BASF); Sudan Blue OS (BASF); NEOPEN Blue FF 4012 (BASF); PV Fast Blue B2GO1 (Clariant); IRGALITE Blue GLO (BASF); PALIOGEN Blue 6470 (BASF); Sudan Orange G (Aldrich), Sudan Orange 220 (BASF); PALIOGEN Orange 3040 (BASF); PALIOGEN Yellow 152, 1560 (BASF); LITHOL Fast Yellow 0991 K (BASF); PALIOTOL Yellow 1840 (BASF); NOVOPERM Yellow FGL (Clariant); Ink Jet Yellow 4G VP2532 (Clariant); Toner Yellow HG (Clariant); Lumogen Yellow D0790 (BASF); Suco-Yellow L1250 (BASF); Suco-Yellow D1355 (BASF); Suco Fast Yellow D1355, D1351 (BASF); HOSTAPERM Pink E 02 (Clariant); Hansa Brilliant Yellow 5GX03 (Clariant); Permanent Yellow GRL 02 (Clariant); Permanent Rubine L6B 05 (Clariant); FANAL Pink D4830 (BASF); CINQUASIA Magenta (DU PONT); PALIOGEN Black L0084 (BASF); Pigment Black K801 (BASF); und Industrieruße wie REGAL 330™ (Cabot), Nipex 150 (Evonik) Carbon Black 5250 und Carbon Black 5750 (Columbia Chemical) und dergleichen sowie Mischungen davon.

[0032] Auf magnetischem Material basierende Pigmente eignen sich beispielsweise auch für die Herstellung von robusten Magnetic-Ink-Character-Recognition-(MICR)-Druckfarben. Magnetische Pigmente umfassen magnetische Nanopartikel wie z. B. ferromagnetische Nanopartikel.

[0033] Pigmentdispersionen in der Druckfarbenbasis können durch Synergisten und Dispergiermittel stabilisiert werden. Es können beliebige geeignete Synergisten und/oder Dispergiermittel verwendet werden. Geeignete Synergisten und Dispergiermittel sind auf dem Gebiet hinlänglich bekannt. Beispiele für geeignete Dis-

pergiermittel umfassen Polyethylenimin und SOLSPERSE®, erhältlich von Lubrizol Corporation. Ein Beispiel für einen geeigneten Synergisten ist SUNFLO SFD-B124, erhältlich von Sun Chemicals.

[0034] Der Farbstoff kann in der Phasenwechsel-Druckfarbe in einer beliebigen gewünschten oder wirksamen Menge enthalten sein, um die gewünschte Farbe oder den gewünschten Farbton zu erhalten, z. B. ungefähr 0, 1 Gew.-% der Druckfarbe bis ungefähr 50 Gew.-% der Druckfarbe, oder ungefähr 0,2 Gew.-% der Druckfarbe bis ungefähr 20 Gew.-% der Druckfarbe oder ungefähr 0,5 Gew.-% der Druckfarbe bis ungefähr 10 Gew.-% der Druckfarbe.

[0035] Die Druckfarbenzusammensetzungen können mithilfe eines beliebigen gewünschten oder geeigneten Verfahrens hergestellt werden. Beispielsweise kann jede der Komponenten des Druckfarbenträgers miteinander vermischt werden, gefolgt von einem Erhitzen der Mischung auf zumindest deren Schmelzpunkt, wie z. B. von ungefähr 60 °C bis ungefähr 150 °C, ungefähr 80 °C bis ungefähr 145 °C oder ungefähr 85 °C bis ungefähr 140 °C. Das Färbemittel kann hinzugefügt werden, vor oder nachdem die kristallinen und amorphen Inhaltsstoffe erhitzt wurden.

[0036] Wenn Pigmente die ausgewählten Farbstoffe sind, kann die geschmolzene Mischung einer Mahlung in einem Attritor oder einer Medienmahlvorrichtung unterzogen werden, um eine Dispergierung des Pigments im Druckfarbenträger zu bewirken. Die erhitzte Mischung kann danach z. B. für ungefähr 5 Sekunden bis ungefähr 30 Minuten oder mehr gerührt werden, um eine im Wesentlichen homogene einheitliche Schmelze zu erhalten, gefolgt von einem Kühlen der Druckfarbe auf Umgebungstemperatur (für gewöhnlich ungefähr 20 °C bis ungefähr 25 °C).

[0037] Die entstehenden Druckfarben sind bei Umgebungstemperatur fest. Die Druckfarben können in einer Vorrichtung für Direktdruck-Tintenstrahlverfahren oder bei Indirekt-(Offset-)Druck-Tintenstrahlanwendungen verwendet werden.

[0038] Die vorliegende Offenbarung ist auch auf ein Druckverfahren gerichtet. Das Verfahren umfasst das Bereitstellen einer Tintenstrahldruckvorrichtung, die eine feste Druckfarbenzusammensetzung umfasst. Wie hier vorstehend beschrieben, umfasst die feste Druckfarbenzusammensetzung (a) eine kristalline Komponente, die eine Monoamidverbindung mit einem aromatischen Ringkern umfasst, (b) eine amorphe Amidkomponente und (c) ein Färbemittel. Die feste Druckfarbenzusammensetzung wird auf eine Temperatur höher als der Schmelzpunkt der Zusammensetzung erhitzt, um die Druckfarbenzusammensetzung zu verflüssigen. Die verflüssigte Druckfarbenzusammensetzung wird aus der Tintenstrahldruckvorrichtung auf ein Substrat strahlausgestoßen, um ein Bild zu bilden.

[0039] Bei einer Ausführungsform kann die geschmolzene Druckfarbe zunächst auf ein Zwischentransferelement strahlausgestoßen werden. Die Druckfarbe kann danach vom Zwischentransferelement auf ein Endaufzeichnungssubstrat übertragen werden. Beispiele für geeignete Offset- oder Indirektdruckverfahren sind z. B. im US-Patent Nr. 5,389,958 offenbart.

[0040] Bei einer Ausführungsform verwendet die Druckvorrichtung ein piezoelektrisches Druckverfahren, wobei Tropfen der Druckfarbe durch Oszillationen von piezoelektrischen Schwingelementen veranlasst werden, in einem bildweisen Muster ausgestoßen zu werden. Druckfarben, wie hier offenbart, können auch in anderen Hot-Melt-Druckverfahren wie akustischer Hot-Melt-Tintenstrahldruck, thermischer Hot-Melt-Tintenstrahldruck, Hot-Melt-Tintenstrahldruck mit kontinuierlichem Zustrom oder Deflektions-Tintenstrahldruck und dergleichen verwendet werden. Phasenwechsel-Druckfarben, wie hier offenbart, können auch in Druckverfahren verwendet werden, bei denen es sich nicht um Hot-Melt-Tintenstrahldruckverfahren handelt.

[0041] Bei den Druckverfahren der vorliegenden Offenbarung kann jedweder geeignete Substrat- oder Aufzeichnungsbogen verwendet werden. Beispielhafte Substrate umfassen unlinierte Papiere wie XEROX® 4200-Papier, Papiere der Serien XEROX® Image, Courtland 4024 DP-Papier, liniertes Notizblockpapier, Hartpostpapier, siliciumdioxidbeschichtete Papiere wie siliciumdioxidbeschichtetes Papier von Sharp Company, JuJo-Papier, HAMMERMILL LASERPRINT-Papier und dergleichen sowie glanzbeschichtete Papiere wie XEROX® Digital Color Elite Gloss, Sappi Warren Papers LUSTROGLOSS, Spezialpapiere wie XEROX® DURAPAPER und dergleichen, Transparenzmaterialien, Gewebe, Textilprodukte, Kunststoffe, Polymerfilme, anorganische Aufzeichnungsmedien wie Metalle und Holz und dergleichen.

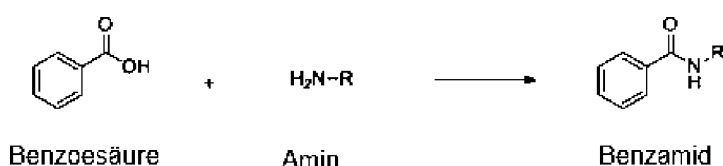
BEISPIELE

[0042] In den nachstehenden Beispielen wurden Benzamidderivate als die kristallinen Verbindungen verwendet. Zwei Benzamidderivate wurden hergestellt: N-Phenylethylbenzamid und N-Stearylbenzamid wurden durch Reagieren von Benzoesäure mit Phenylethylamin bzw. Stearylamin hergestellt.

[0043] Ein auf Amin D basiertes Monoamid, deren Synthese nachstehend beschrieben ist, wurde als die amorphe Verbindung verwendet. Das in den Beispielen verwendete Amin D war eine Terpenoidverbindung, erhalten von Eastman Chemicals, Kingsport, Tennessee. Amin D, das manchmal als "Kolophoniumamin" bezeichnet wird, kann auch von PDM, Inc., oder Hercules, Inc., erhalten werden, beide Wilmington, Delaware.

[0044] Amin D kann von Dehydroabietinsäure abgeleitet werden und ist bei diesen Beispielen das Rückgratmaterial der amorphen Komponente. Diese Materialien eignen sich aufgrund ihres polycyclischen Wesens im Allgemeinen gut für amorphe Materialien und sind nachhaltiger, da sie von Pinie abgeleitet werden, eine erneuerbaren Ressource. Amin D wurde mit Hexansäure reagiert, um das nachstehend beschriebene Monoamid herzustellen.

Synthese von kristallinen Benzamiden



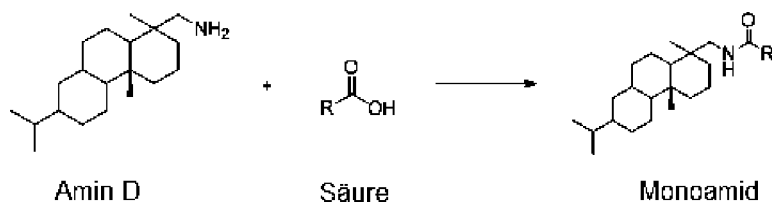
Beispiel 1: N-Phenylethylamin, R = C₆H₅CH₂CH₂

[0045] Zu einem 500-ml-Dreihals-Rundkolben, der mit einer Dean-Stark-Falle und einem Kondensator, einem Thermoelement und einem Argoneinlass ausgestattet war, wurden Benzoesäure (108,41 g, 887,74 mmol, erhältlich von Sigma Aldrich) und Phenylethylamin (107,58 g, 887,74 mmol, erhältlich von Sigma Aldrich) hinzugefügt. Die Mischung wurde unter Argon langsam auf ungefähr 160 °C erhitzt, währenddessen die Reagenzien schmolzen/sich auflösten. Die Temperatur wurde auf ungefähr 180 °C erhöht. Die Reaktionsmischung wurde bei ungefähr 180 °C über Nacht (~20 Stunden) gerührt, währenddessen 14 ml Wasser in der Dean-Stark-Falle gesammelt wurden. Vakuum (1 bis 2 mmHg) wurde für ~10 Minuten angewandt. Das entstehende Produkt wurde unter Argon auf ~140°C gekühlt und in eine Aluminiumschale entladen und auf Raumtemperatur gekühlt, um 190,5 g Produkt (95 % Ausbeute) in Form eines grauweißen kristallinen Feststoffs zu erhalten. ¹H-NMR indizierte, dass sich das gewünschte Produkt gebildet hatte. Die physikalischen Eigenschaften dieser Verbindung sind in Tabelle 1 gezeigt.

Beispiel 2: N-Stearylamin, R = C₁₈H₃₇

[0046] Zu einem 1-l-Dreihals-Rundkolben, der mit einer Dean-Stark-Falle und einem Kondensator, einem Thermoelement und einem Argoneinlass ausgestattet war, wurden Benzoesäure (65,37 g, 535,3 mmol, erhältlich von Sigma Aldrich) und Octadecylamin (144,27 g, 535,3 mmol, erhältlich von Sigma Aldrich) hinzugefügt. Die Mischung wurde unter Argon langsam auf ungefähr 160 °C erhitzt, währenddessen die Reagenzien schmolzen/sich auflösten. Die Temperatur wurde auf ungefähr 180 °C erhöht. Die Reaktionsmischung wurde bei ungefähr 180 °C über Nacht (~20 Stunden) gerührt, währenddessen 6 ml Wasser in der Dean-Stark-Falle gesammelt wurden. Vakuum (1 bis 2 mmHg) wurde für ~10 Minuten angewandt. Das entstehende Produkt wurde unter Argon auf ~140°C gekühlt und in eine Aluminiumschale entladen und danach auf Raumtemperatur gekühlt, um 195,8 g Produkt (98 % Ausbeute) in Form eines grauweißen kristallinen Feststoffs zu erhalten. ¹H-NMR indizierte, dass sich das gewünschte Produkt gebildet hatte. Die physikalischen Eigenschaften dieser Verbindung sind in der nachstehenden Tabelle 1 gezeigt.

Beispiel 3: Synthese von amorphem Amin-D-Monoamid unter Verwendung von Hexansäure, R = C₅H₁₁



[0047] Zu einem 250-ml-Dreihals-Rundkolben, der mit einer Dean-Stark-Falle und einem Kondensator, einem Thermoelement und einem Argoneinlass ausgestattet war, wurden Amin D (42,27 g, 145 mmol, erhältlich von Eastman Corporation) und Hexansäure (16,84 g, 145 mmol, erhältlich von Sigma Aldrich) hinzugefügt. Die Mischung wurde unter Argon langsam auf ungefähr 160 °C erhitzt, währenddessen die Reagenzien schmolzen/ sich auflösten. Die Temperatur wurde auf ungefähr 180 °C erhöht. Die Reaktionsmischung wurde bei 180 °C über Nacht (~20 Stunden) gerührt, währenddessen ungefähr 2,6 ml Wasser in der Dean-Stark-Falle gesammelt wurden. Vakuum (1 bis 2 mmHG) wurde für ~10 Minuten angewandt. Das entstehende Produkt wurde unter Argon auf ~140°C gekühlt und in eine Aluminiumschale entladen und auf Raumtemperatur gekühlt, um 53, 8 g Produkt (95 % Ausbeute) in Form eines klebrigen hellbraunen Feststoffs zu erhalten. ¹H-NMR indizierte, dass sich das gewünschte Produkt gebildet hatte. Die physikalischen Eigenschaften dieser Verbindung sind in Tabelle 1 gezeigt.

Tabelle 1: Zusammenfassung der Materialeigenschaften

Bsp.	Kompo- nente	Amin	Säure	Säure- zahl (mg KOH/g)	Tm/ Tcrys (°C)	Tg (°C)	Viskosi- tät bei 140 °C (cPs)	% BRC (biolo- gisch erneuer- barer Gehalt)
1	Kristallin	Phenyle- thyl	Benzoe	11,8	117/90	-	3,39	0
2	Kristallin	Stearyl	Benzoe	2,8	90/77	-	4,13	68
3	Amorph	Amin D	Hexan	4,1	-	10	41,8	71

Beispiele 4A und 4B: Druckfarbenformulierungen

[0048] Zwei gänzlich amide kristallin-amorphe Druckfarbenzusammensetzungen wurden unter Verwendung von N-Phenylethylbenzamid und N-Stearylbenzamid als die kristallinen Materialien und Amin-D-Hexansäure-monoamid als das amorphe Material hergestellt:

Beispiel 4A: Druckfarbenformulierung unter Verwendung von N-Phenylethylbenzamid

Komponente	Gew.-%	m (g)
N-Phenylethylbenzamid (kristallin)	66,7	6,67
Amine-D-monoamid (amorph)	20,0	2,00
Pigmentkonzentrat*	13,33	1,33
GESAMT	100,00	10,00

Beispiel 4B: Druckfarbenformulierung unter Verwendung von N-Stearylbenzamid

Komponente	Gew.-%		m (g)
N-Stearylbenzamid (kristallin)	66,7		6,67
Amine-D-monoamid (amorph)	20,0		2,00
Pigmentkonzentrat*	13,33		1,33
GESAMT	100,00		10,00

* Pigmentkonzentrat wurde aus 67%igem Diästylylterephthalat (80 % BRC), PEI-Dispergiermittel und SunFlo-SFD-B124-Synergisten hergestellt

Druckfarbeneigenschaften

[0049] Die Druckfarbenrheologie wurde für beide Druckfarben gemessen. Ein Beispiel ist in **Fig. 1** gezeigt. Tabelle 2 zeigt, dass die getesteten Druckfarbenformulierungen bei 140 °C die für den Strahlausstoß geeignete Viskosität (ungefähr 10 cPs) aufweisen und den erforderlichen Phasenwechsel durchlaufen. Im Fall der Druckfarbe von Beispiel 4B ist die Zugabe von Rheologiemodifikatoren möglich, um die Viskosität bei Bedarf auf ungefähr 10 cPs zu senken. Der BRC (biologisch erneuerbarer Gehalt der Druckfarbe im Bereich von 21 bis 66 %) wird ebenfalls erfasst.

Tabelle 2: Viskositätsmessungen der Druckfarbenformulierungen 1 und 2

Druckfarbenbeispiel #	Viskosität bei 140 °C (cPs)	% BRC
4A	11,39	21
4B	6,36	66

Robustheitstests

[0050] Um die Robustheit von Drucken zu testen, wurden die Druckfarben aus den Beispielen 4A und 4B jeweils einem K-Proof auf beschichtetem Papier (DCEG: Xerox® Colour Elite Gloss, 120 g/m²) unterzogen. Die K-Proof-Probe wurde für eine Untersuchung auf Kratzen, Falzen und Falz-Offset zweifach ausgeführt. K-Proof-Proben von wachsbasierten herkömmlichen festen Druckfarben und Oce-Cyan wurden auf die gleiche Weise wie die Kontrollproben hergestellt. Danach wurden die K-Proofs verteilt, indem jeder Druck bei 1 Zoll/Sekunde (2,54 cm/Sekunde) bei einer Trommel- und Papiertemperatur von 50 °C durch eine Typhoon-Einrichtung geführt wurde, wobei die Druckfarbenoberfläche der Transfixiertrommel zugewandt war.

[0051] Danach wurde ein K-Proof jeder Druckfarbe unter Verwendung des 3-Finder-Hohleisen-Systems von XRCC zerkratzt und ein weiterer K-Proof wurde in einer Formax-Falzvorrichtung bei einer Geschwindigkeit von 100 % gefalzt, mit einer gegenüberliegenden Seite von Xerox® Business 4200 (75 g/m²), und in Hinblick auf Falzzerknitterung und Falz-Offset bewertet. Die Bewertung erfolgte unter Verwendung von SIR und unter Vergleich mit anderen Druckfarben.

[0052] **Fig. 2** zeigt die Robustheitsbewertungsergebnisse von Beispiel 4A und Beispiel 4B, die eine im Vergleich zu wachsbasierten herkömmlichen festen Druckfarbe und aktuellen Chandra-Druckfarben verbesserte Robustheit bezüglich Kratzen, Falzzerknitterung und Falz-Offset zeigen (Rangfolge 2 für die amorphe amidhaltige Druckfarbe vs. 3 für die Chandra-3P-Druckfarbenkontrolle, die einen amorphen TBCT-Ester verwendet). Die Druckfarben von Beispiel 4A und Beispiel 4B zeigten auch eine Verbesserung ihrer SIR-Robustheitsbewertungen gegenüber wachsbasierten herkömmlichen Druckfarben.

Druckfarbenkristallisationsrate (TROM bzw. zeitaufgelöste optische Mikroskopie)

[0053] Die Druckfarben wurden in Bezug auf Kristallisationsrate, ein Messwert für die Geschwindigkeit der Verfestigung, getestet. Die Kristallisationsrate wurde unter Verwendung des TROM-Verfahrens wie unten beschrieben gemessen. Die Probe wurde von der Schmelztemperatur auf 40 °C gequench und der Kristallisationsprozess wurde mittels polarisierter optischer Mikroskopie verfolgt. In Tabelle 3 sind die TROM-Ergebnisse für ausgewählte Druckfarben und Komponenten zusammengefasst.

[0054] Die Gesamtkristallisationszeit lag im Bereich von ungefähr 5 bis ungefähr 9 Sekunden gemäß Standard-TROM-Protokoll, wie nachstehend beschrieben. TROM überwacht das Auftreten und das Wachstum von Kristallen mithilfe von polarisierter optischer Mikroskopie (POM). Die Probe wird zwischen gekreuzten Polarisatoren des Mikroskops platziert. Kristalline Materialien sind sichtbar, da sie doppelbrechend sind. Amorphe Materialien oder Flüssigkeiten, die Druckfarben in ihrem geschmolzenen Zustand ähnlich sind, die kein Licht übertragen, erscheinen unter der POM schwarz. Somit ermöglicht die POM bei der Betrachtung von kristallinen Komponenten einen Bildkontrast und das Verfolgen der Kristallisationskinetik von kristallin-amorphen Druckfarben, wenn diese aus dem geschmolzenen Zustand auf eine festgelegte Temperatur gekühlt werden. Die polarisierte optische Mikroskopie (POM) ermöglicht bei Betrachtung kristalliner Komponenten einen außergewöhnlichen Bildkontrast.

[0055] Kristallbildung und -wachstum werden mit einer Kamera aufgezeichnet. Unter POM-Betrachtung erscheinen die kristallin-amorphen Druckfarben, wenn die Druckfarbenprobe zu Zeitpunkt Null geschmolzen ist, schwarz, wenn kein Licht passiert. Wenn die Probe kristallisiert, erscheinen die kristallinen Bereiche heller. Die von TROM berichteten Zahlen umfassen: den Zeitpunkt des ersten Kristalls (Beginn der Kristallisation) zum letzten (Abschluss der Kristallisation). Die Definition der gemessenen Schlüsselparameter des TROM-Verfahrens ist nachstehend angeführt:

[0056] Zeitpunkt Null ($T = 0$ s) – die geschmolzene Probe wird in der Kühlstufe unter dem Mikroskop platziert. T_{Beginn} = Zeitpunkt, an dem sich der erste Kristall zeigt.

T_{Wachstum} = Dauer des Kristallwachstums vom ersten Kristall (T_{Beginn}) bis zum Abschluss der Kristallisation (T_{Gesamt}).

$T_{\text{Gesamt}} = T_{\text{Beginn}} + T_{\text{Wachstum}}$.

[0057] Um Daten zu erhalten, die einen Vergleich zwischen unterschiedlichen und diversen Proben ermöglichen, wurden standardisierte TROM-Experimentbedingungen eingestellt, mit dem Ziel, so viele für den tatsächlichen Druckprozess relevante Parameter wie möglich mit einzuschließen. Die eingestellten Schlüsselparameter beinhalten:

- (a) Glasobjektträger mit einem Durchmesser von 16 bis 25 mm und einer Dicke im Bereich von 0,2 mm bis 0,5 mm.
- (b) Druckfarbenprobendicken in einem Bereich von 5 bis 25 μm
- (c) Kühltemperatur auf 40 °C eingestellt.

[0058] Es sei verstanden, dass die mithilfe des TROM-Verfahrens erhaltenen Kristallisationszeiten für ausgewählte Druckfarben nicht mit den Kristallisationszeiten eines Druckfarbentropfens bei einer tatsächlichen Druckvorrichtung identisch sind. Bei einer tatsächlichen Druckvorrichtung wie einem Drucker verfestigt sich die Druckfarbe viel schneller. Es wurde ermittelt, dass eine gute Korrelation zwischen der Gesamtkristallisationszeit, wie mithilfe des TROM-Verfahrens gemessen, und der Verfestigungszeit einer Druckfarbe in einem Drucker besteht. Unter den oben beschriebenen standardisierten Bedingungen wurde ermittelt, dass Druckfarben, die sich gemäß der TROM-Methode gemessen innerhalb von 10 bis 15 Sekunden oder weniger verfestigen, für einen Druck bei Geschwindigkeiten von für gewöhnlich 304,80 Metern (100 Fuß) pro Minute oder mehr ausreichend schnell sind.

[0059] Korrelationsstudien zwischen TROM-Zahlen und Druckgeschwindigkeit auf einer Rollendrucktestvorrichtung zeigten, dass Druckfarben mit einer T_{Gesamt} -Kristallisationszeit von ungefähr 4 bis 5 Sekunden, wie gemäß TROM ermittelt, und mit einem Kristallisationsbeginn von ungefähr 2 Sekunden schnell genug waren, um mit der höchsten Geschwindigkeit auf der Drucktestvorrichtung ohne Blockade gedruckt zu werden. An sich wurde die Druckfarbe von Beispiel 4B als für den Produktionsdruck, bei dem ein schneller Druck eine wesentliche Anforderung ist, geeignet befunden.

[0060] Die Druckfarbe von Beispiel 4A zeigte eine Gesamtkristallisationszeit von ungefähr 9 Sekunden und eine Kristallisationsbeginnzeit von ungefähr 4 Sekunden. Diese langsamere Kristallisationsrate kann als für einige Produktionsumgebungen ungeeignet erachtet werden. Geringfügig langsamere Druckfarben wie diese sind jedoch für den Druck in einer Büroumgebung ideal geeignet. Schlüsselvorteile, die für gewöhnlich mit geringfügig langsamer kristallisierenden Druckfarben assoziiert sind, umfassen verbesserte Robustheit, Verteilung und/oder potenziell höheren Glanz.

Tabelle 3. Zusammenfassung der Ergebnisse in Bezug auf TROM-Kristallisationsrate

Probenkennung	Material	Zusammensetzung	T _{Test} (°C)	T _{Krist. Beginn} (s)	T _{Krist.} verstrichen (s)	T _{Krist.} gesamt (s)	Kristallisations- rate
Beispiel 1	Kristallin	Nur krist. (N-PhEt-Benzamid)	140	1	2	3	Schnell
Beispiel 4A	Druckfarbe	Krist: N-PhEt-Benzamid Am: Amid-D-Hexansäuremonoamid + Pigment	140	4	5	9	Langsam
Beispiel 4B	Druckfarbe	Krist: N-Stearylbenzamid Am: Amid-D-Hexansäuremonoamid + Pigment	140	4	1	5	Schnell
Beispiel 3	Basis	Krist: Am, kein Pigment	140	2	1	3	Schnell
Beispiel 2	Kristallin	Nur krist. (N-Stearylbenzamid)	140	3	1	4	Schnell

[0061] Die obigen Daten indizierten, dass die Amide der vorliegenden Offenbarung geeignete physikalische Eigenschaften für die kristallinen und amorphen Komponenten der festen Druckfarbe aufweisen. Die Beispiele zeigten eine im Vergleich zu wachsbasierten herkömmlichen festen Druckfarben auf den gleichen Medien verbesserte Robustheit in Bezug auf Kratzen, Falzen und Falz-Offset. Druckfarben für sowohl Produktionsdruck- als auch Bürodruckeranwendungen können gebildet werden.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

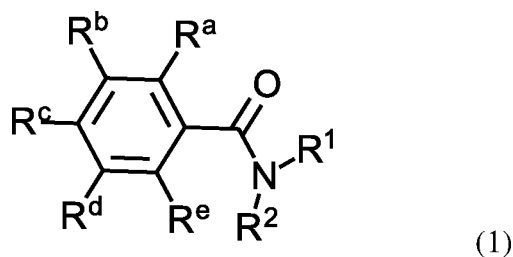
Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- US 6221137 [0029]
- US 5621022 [0029]
- US 5231135 [0029]
- US 5389958 [0039]

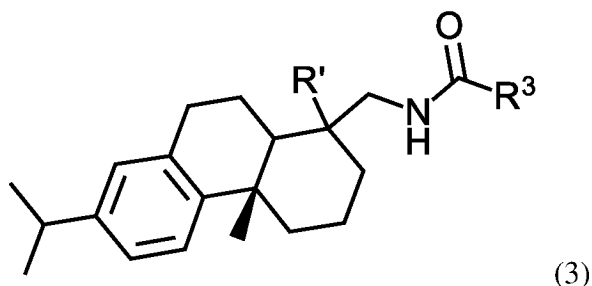
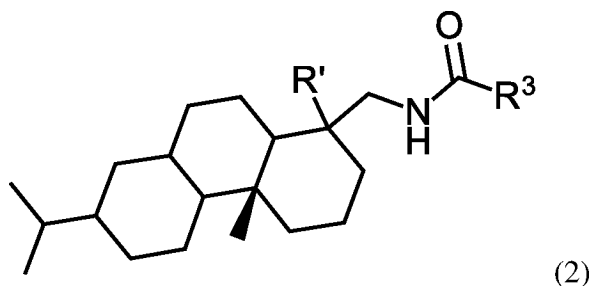
Patentansprüche

1. Feste Druckfarbenzusammensetzung, die umfasst:
eine kristalline Komponente, die eine Monoamidverbindung mit einem aromatischen Ringkern umfasst;
eine amorphe Amidkomponente; und
einen Farbstoff.
2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die Monoamidverbindung ein Produkt von Benzoesäure und einem primären oder sekundären Amin ist.
3. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die Monoamidverbindung eine Verbindung der Formel 1 ist:



wobei R^1 , R^2 , R^a , R^b , R^c , R^d und R^e unabhängig aus der Gruppe ausgewählt sind, bestehend aus einem Wasserstoffatom, einem aliphatischen C_1 - bis C_{40} -Substituenten oder einem aromatischen C_1 - bis C_{40} -Substituenten, wobei zumindest eines von R^1 und R^2 kein Wasserstoffatom ist.

4. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die amorphe Amidkomponente aus der Gruppe ausgewählt ist, bestehend aus polycyclischen Monoamiden, polycyclischen Diamiden oder Mischungen davon.
5. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die amorphe Amidkomponente eine Verbindung der Formel 2 oder Formel 3 umfasst:



wobei R' aus der Gruppe ausgewählt ist, bestehend aus einem Wasserstoffatom oder $-NHC=OR^4$, und R^3 und R^4 unabhängig aus der Gruppe ausgewählt sind, bestehend aus aliphatischen C_1 - bis C_{40} - oder aromatischen C_1 - bis C_{40} -Substituenten.

6. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die Druckfarbenzusammensetzung gemäß Messung mittels zeitaufgelöster optischer Mikroskopie eine Gesamtkristallisationszeit im Bereich von ungefähr 4 Sekunden bis ungefähr 10 Sekunden aufweist.
7. Verfahren, umfassend:

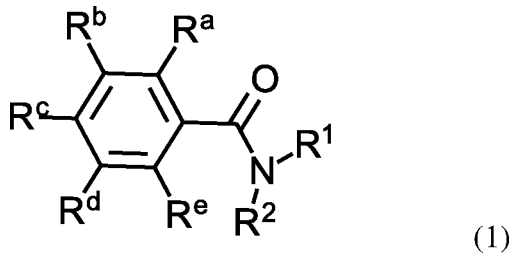
Bereitstellen einer Tintenstrahldruckvorrichtung, die eine feste Druckfarbenzusammensetzung umfasst, wobei die feste Druckfarbenzusammensetzung umfasst:

(a) eine kristalline Komponente, die eine Monoamidverbindung mit einem aromatischen Ringkern umfasst, (b) eine amorphe Amidkomponente und (c) einen Farbstoff;

Erhitzen der festen Druckfarbenzusammensetzung auf eine Temperatur höher als der Schmelzpunkt der Zusammensetzung, um die Druckfarbenzusammensetzung zu verflüssigen; und

Strahlausstoßen der verflüssigten Druckfarbenzusammensetzung aus der Tintenstrahldruckvorrichtung auf ein Substrat, um ein Bild zu bilden.

8. Verfahren nach Anspruch 7, wobei die Monoamidverbindung eine Verbindung der Formel 1 ist:



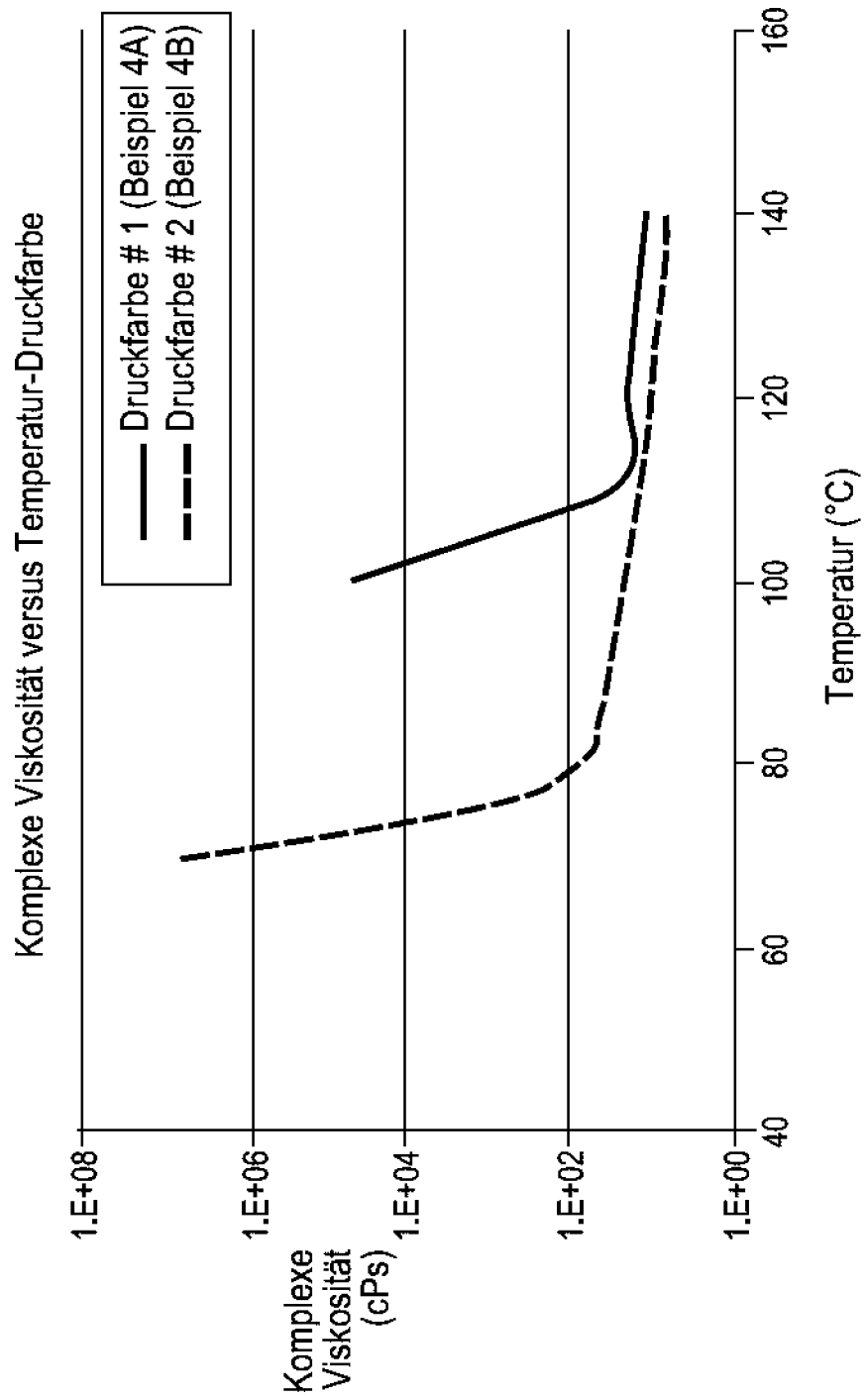
wobei R^1 , R^2 , R^a , R^b , R^c , R^d und R^e unabhängig aus der Gruppe ausgewählt sind, bestehend aus einem Wasserstoffatom, einem aliphatischen C_1 - bis C_{40} -Substituenten oder einem aromatischen C_1 - bis C_{40} -Substituenten, wobei zumindest eines von R^1 und R^2 kein Wasserstoffatom ist.

9. Verfahren nach Anspruch 7, wobei die amorphe Amidkomponente aus der Gruppe ausgewählt ist, bestehend aus polycyclischen Monoamiden, polycyclischen Diamiden oder Mischungen davon.

10. Verfahren nach Anspruch 7, wobei die verflüssigte Druckfarbenzusammensetzung gemäß Messung mittels zeitaufgelöster optischer Mikroskopie eine Gesamtkristallisationszeit im Bereich von ungefähr 4 Sekunden bis ungefähr 10 Sekunden aufweist.

Es folgen 2 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

**FIG. 1**

Einstufung sichtigeprüfter K-Proof-Kennzahlen				(Künftig)	
Falz-Offset		Falzerkni- terung	Kratzen	Mail-Ersatz	Verfestigung
SIR-Klasse		SIR-Klasse	SIR-Klasse	(wenn geprüft)	Zeit
Beispiel 4A		1,5	2		
Beispiel 4B		1,5	2		
Oce-Cyan		1	1		5 s
Lance-Cyan		2,5	5		sofort
1 = am besten		1 = am besten	1 = am besten		
5 = am schlechtesten		5 = am schlechtesten	5 = am schlechtesten		

* bezeichnet vollständigen Bild-Offset während des Falzvorgangs

Kodierung

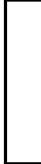
-  = das Bessere von Oce und Lance
-  = Äquivalent zum Besten von Oce und Lance
-  = zwischen Lance und Oce
-  = schlechter oder gleich dem Schlechtesten von Lance und Oce

FIG. 2