



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 600 35 155 T2 2007.09.27

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 085 063 B1

(21) Deutsches Aktenzeichen: 600 35 155.6

(96) Europäisches Aktenzeichen: 00 120 599.6

(96) Europäischer Anmeldetag: 20.09.2000

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 21.03.2001

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: 13.06.2007

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 27.09.2007

(51) Int Cl.⁸: C09D 11/00 (2006.01)

C08G 18/71 (2006.01)

C08G 18/48 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
400127 20.09.1999 US

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE, FR, GB, NL

(73) Patentinhaber:
Xerox Corp., Rochester, N.Y., US

(72) Erfinder:
**Banning, Jeffrey H., Hillsboro, Oregon 97062, US;
Titterington, Donald R., Tualatin, Oregon 97062,
US; Wedler, Wolfgang G., Tualatin, Oregon 97062,
US**

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

(54) Bezeichnung: **Farblose Verbindungen, feste Tinten und Druckverfahren**

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 eingereicht, 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 Heißschmelztinten und schließt neue farblose Verbindungen ein, die als zähmachendes Mittel (toughening agents) in Heißschmelztinten verwendet werden können. Die Erfindung schließt auch feste Heißschmelztinten mit darin eingearbeiteten farblosen Verbindungen und Druckverfahren unter Verwendung der Heißschmelztinten ein.

[0002] Heißschmelztinten sind Zusammensetzungen, die sich bei Raumtemperatur in fester Phase befinden, die aber bei einer erhöhten Betriebstemperatur einer Tintenstrahldruckvorrichtung in flüssiger Phase vorliegen. Bei der Strahlbetriebstemperatur werden Tröpfchen von flüssiger Tinte aus der Druckvorrichtung ausgestoßen. Wenn die Tintentröpfchen die Oberfläche eines Druckmediums berühren, verfestigen sie sich unter Bildung eines gedruckten Musters. Die Heißschmelztinten-Methodik ist allgemein in den US-Patentschriften Nr. 4,889,560, 5,372,852, 5,827,918 und 5,919,839 beschrieben.

[0003] Eine mit Heißschmelztinten verbundene Schwierigkeit kann in automatisierten Dokumentzufuhranwendungen auftreten. Speziell kann sich ein Substrat (wie z.B. Papier), das mit einer Heißschmelztinte beschichtet ist, als schwierig beim Verwenden in automatisierten Dokumentzufuhranwendungen erweisen. Die Schwierigkeit kann auftreten, falls der Reibungskoeffizient der gedruckten Heißschmelztinte hoch genug ist, um den Durchgang des bedruckten Dokuments durch automatisierte Dokumentzufuhrsysteme zu behindern und kann zu einem Versagen der Dokumentzufuhr führen.

[0004] Zusätzliche Schwierigkeiten, die mit gedruckten Heißschmelztinten auftreten können, röhren daher, dass die Tinten manchmal zu brüchig sind und demgemäß die Haltbarkeit fehlt. Falls die Tinten zu brüchig sind und als Bild auf ein flexibles Substrat gedruckt werden, können die gedruckten Tinten brechen, wenn das Substrat gebogen wird. Ein solches Brechen kann die Qualität des gedruckten Bildes verringern.

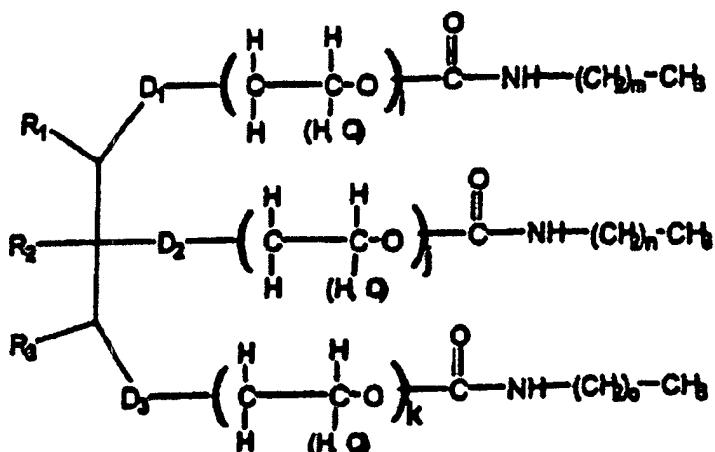
[0005] Es ist häufig schwierig, eine geeignete Tintenzusammensetzung aufzufinden, die sowohl eine geeignete Haltbarkeit als auch einen geeigneten Reibungskoeffizient hat. Häufig verringern auch Modifikationen, welche die Eignung der Tinte in automatisierten Dokumentzufuhrmechanismen verbessern (d.h. welche den Reibungskoeffizient der Tinte verringern), die Haltbarkeit der Tinte.

[0006] Eine allgemeine Klasse von Verbindungen, die zum Verringern einiger oder sämtlicher der vorstehend beschriebenen Schwierigkeiten entwickelt wurden, sind sogenannte zähmachende Mittel. Zähmachende Mittel sind Materialien, die in eine Heißschmelztinte eingearbeitet (d.h. als ein Zusatz zu der Tinte verwendet) werden können, und welche die Haltbarkeit der gedruckten Tinte gegen Biegen verbessern. Die idealsten zähmachenden Mittel verbessern nicht nur die Haltbarkeit der Tinte gegen Biegen, sondern tun dies ohne den Reibungskoeffizient der Tinte im Vergleich zu dem Reibungskoeffizient zu erhöhen, der ohne das zähmachende Mittel vorliegen würde.

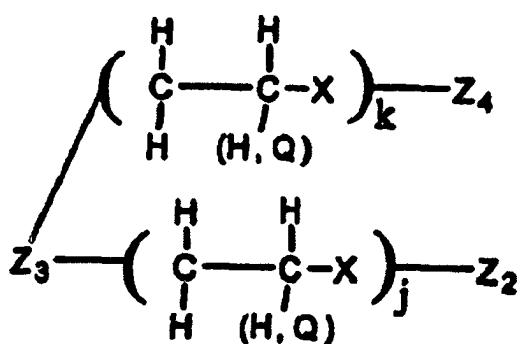
[0007] Die US-Patentschrift Nr. 4,180,491 beschreibt eine Druckpaste zum Färben fasriger Gegenstände, wobei die Paste ein nicht-ionisches Polyurethan, einen oberflächenaktiven Stoff, ein nicht-wässriges inertes organisches Verdünnungsmittel und Wasser enthält. Das nicht-ionische Polyurethan wird als Verdicker für die Paste verwendet.

[0008] Es ist erwünscht, zusätzliche zähmachende Mittel zu entwickeln, die in Heißschmelztinten zum Verbessern der Haltbarkeit der Tinten verwendet werden können, und die bevorzugt die mit den Tinten verbundenen Reibungskoeffizienten nicht erhöhen.

[0009] Die vorliegende Erfindung stellt eine farblose Verbindung der Formel



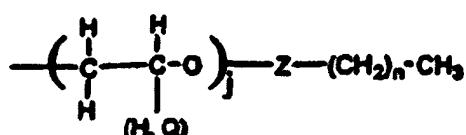
bereit, worin i, j und k ganze Zahlen von 1 bis 50 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann, worin m, n und o ganze Zahlen von größer als 13 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin wenigstens eine Gruppe von R₁, R₂ und R₃ Wasserstoff umfasst, worin R₁, R₂ und R₃ gleich oder verschieden voneinander sein können, worin zwei oder mehr von R₁, R₂ und R₃ von einem gemeinsamen Ring umfasst sein können, und worin D₁, D₂ und D₃ ein oder mehrere Atome umfassen; und eine farblose Verbindung, wiedergegeben durch die Formel



worin X ein einzelnes Atom ist, das N oder O entspricht, worin Z₂, Z₃ und Z₄ Substituenten sind, die ein oder mehrere Atome umfassen, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist, worin k eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist und gleich oder verschieden von j sein kann, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, und worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann.

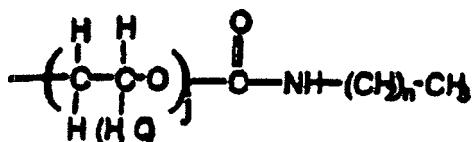
[0010] Die vorliegende Erfindung stellt ferner eine feste Tinte bereit, umfassend:
ein Färbemittel und
eine farblose Verbindung, wie vorstehend definiert.

[0011] Darüber hinaus stellt die vorliegende Erfindung ein Druckverfahren bereit, umfassend: Schmelzen einer Heißschmelztinte, umfassend
eine farblose Verbindung (a), umfassend einen zentralen Kern und wenigstens zwei sich von dem Kern erstreckende Arme, wobei die wenigstens zwei Arme durch die Formel



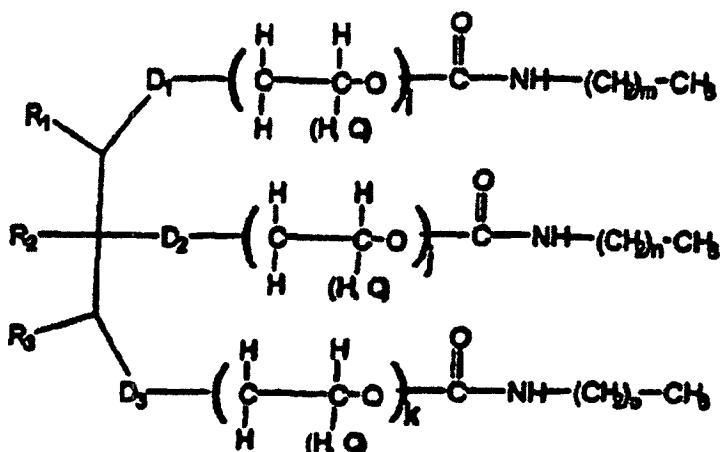
wiedergegeben sind, worin Z ein Segment aus einem oder mehreren Atomen ist, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 300 ist und unter den wenigstens zwei Armen variieren kann, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q unter verschiede-

nen Alkyl- und Arylgruppen in der Kette variieren kann, und worin n eine ganze Zahl von größer als 1 ist und unter den wenigstens zwei Armen variieren kann; eine farblose Verbindung (b), umfassend einen zentralen Kern und wenigstens zwei sich von dem Kern erstreckende Arme, wobei die wenigstens zwei Arme durch die Formel



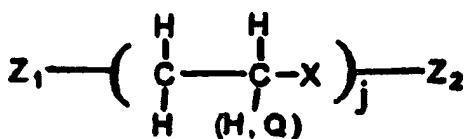
wiedergegeben sind, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q in den einzelnen Armen der wenigstens zwei Arme unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann, und worin n eine ganze Zahl größer als 0 ist;

eine farblose Verbindung (c) der Formel



worin i, j und k ganze Zahlen von 1 bis 50 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann, worin m, n und o ganze Zahlen von größer als 13 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin wenigstens eine Gruppe von R₁, R₂ und R₃ Wasserstoff umfasst, worin R₁, R₂ und R₃ gleich oder verschieden voneinander sein können, worin zwei oder mehr von R₁, R₂ und R₃ von einem gemeinsamen Ring umfasst sein können, und worin D₁, D₂ und D₃ ein oder mehrere Atome umfassen; oder

eine farblose Verbindung (d) wiedergegeben durch die Formel



worin X ein einzelnes Atom ist, das N oder O entspricht, worin Z₁ und Z₂ Substituenten sind, die ein oder mehrere Atome umfassen, worin Z₁ und Z₂ gleich oder voneinander verschieden sein können, worin Z₁ und Z₂ in einem gemeinsamen Ring sein können, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, und worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann;

Aufbringen der geschmolzenen Tinte auf ein Substrat und

Abkühlen der geschmolzenen Tinte auf dem Substrat;

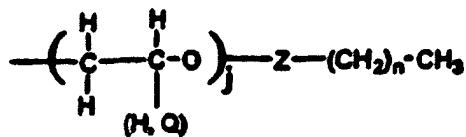
und

ein Druckverfahren, umfassend:

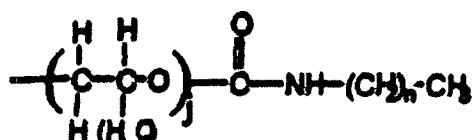
Schmelzen einer festen Tinte, umfassend

ein Färbemittel und

eine farblose Verbindung (a), umfassend einen zentralen Kern und wenigstens zwei sich von dem Kern erstreckende Arme, wobei die wenigstens zwei Arme durch die Formel

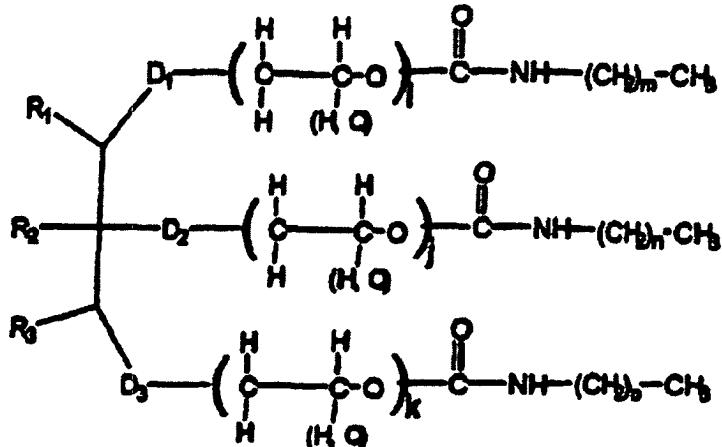


wiedergegeben sind, worin Z ein Segment aus einem oder mehreren Atomen ist, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 300 ist und unter den wenigstens zwei Armen variieren kann, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen in der Kette variieren kann, und worin n eine ganze Zahl größer als 1 ist und unter den wenigstens zwei Armen variieren kann;
eine farblose Verbindung (b), umfassend einen zentralen Kern und wenigstens zwei sich von dem Kern erstreckende Arme, wobei die wenigstens zwei Arme durch die Formel

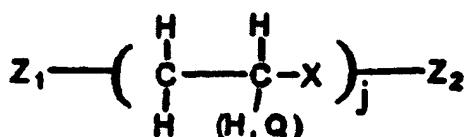


wiedergegeben sind, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q in den einzelnen Armen der wenigstens zwei Arme unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann, und worin n eine ganze Zahl größer als 0 ist;

eine farblose Verbindung (c) der Formel



worin i, j und k ganze Zahlen von 1 bis 50 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann, worin m, n und o ganze Zahlen von größer als 13 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin wenigstens eine Gruppe von R₁, R₂ und R₃ Wasserstoff umfasst, worin R₁, R₂ und R₃ gleich oder verschieden voneinander sein können, worin zwei oder mehr von R₁, R₂ und R₃ von einem gemeinsamen Ring umfasst sein können, und worin D₁, D₂ und D₃ ein oder mehrere Atome umfassen; oder
eine farblose Verbindung (d) wiedergegeben durch die Formel



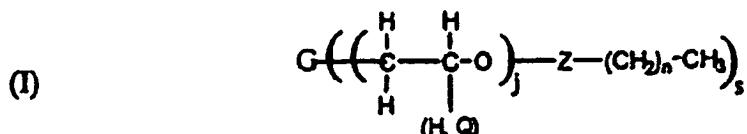
worin X ein einzelnes Atom ist, das N oder O entspricht, worin Z₁ und Z₂ Substituenten sind, die ein oder mehrere Atome umfassen, worin Z₁ und Z₂ gleich oder voneinander verschieden sein können, worin Z₁ und Z₂ in einem gemeinsamen Ring sein können, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, und worin Q in der Verbindung unter ver-

schiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann;
Aufbringen der geschmolzenen Tinte auf ein Substrat und
Abkühlen der geschmolzenen Tinte auf dem Substrat.

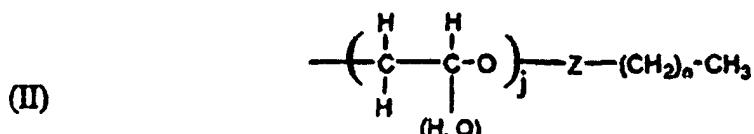
[0012] Bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung sind in den Unteransprüchen wiedergegeben.

[0013] Die Figur zeigt ein Reaktionsschema zum Bilden eines von der vorliegenden Erfindung umfassten zähmachenden Mittels.

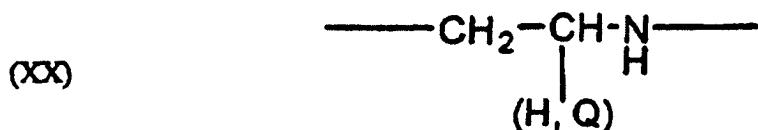
[0014] Gemäß der vorliegenden Erfindung ist festgestellt worden, dass zähmachende Mittel der allgemeinen Formel I zum Verbessern der Haltbarkeit von Heißschmelztinten geeignet sein können.



[0015] Die Formel I kann als Moleküle beschreibend angesehen werden, die einen zentralen Kern (dargestellt durch "G") mit einigen Armen, bevorzugt wenigstens drei Armen der (nachstehenden) Formel II hat, die sich von dem Kern erstrecken.



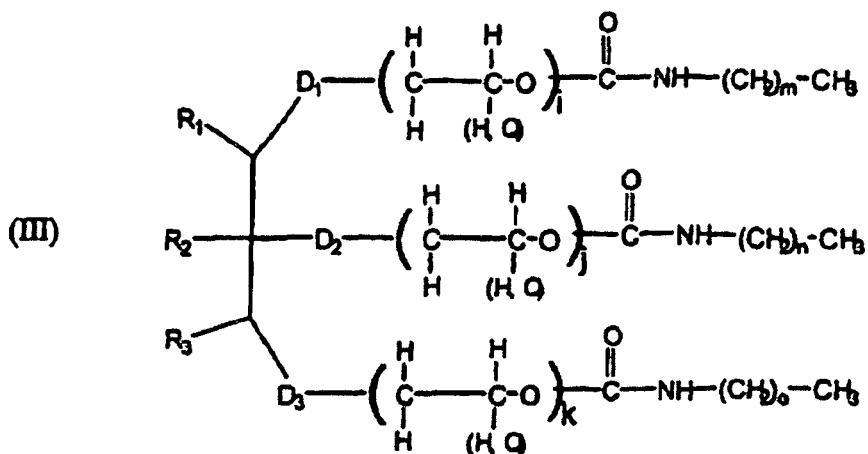
[0016] Mit Bezug auf die Formeln I und II bedeutet die Bezeichnung "Z" ein Segment aus einem oder mehreren Atomen und umfasst bevorzugt eine Amidbindung, j ist eine ganze Zahl von 1 bis 300, Q ist eine Alkyl- oder Arylgruppe, und n ist eine ganze Zahl größer als 1, n ist bevorzugt größer als 13, bevorzugt an jedem der wenigstens zwei Arme. Der Substituent Q kann in jedem der Arme unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren, und in besonderen Ausführungsformen ist Q überall in den Armen CH_3 . Es wird darauf hingewiesen, dass das Segment "Z" jedes von verschiedenen Mehratomsegmenten umfassen kann, einschließlich z.B. ein Material XX.



[0017] Der zentrale Kern "G" der Formel I kann ein einzelnes Atom oder eine Gruppe von Atomen sein. Die Anzahl der Arme wird durch "s" der Formel I bestimmt und beträgt bevorzugt wenigstens 2 und bevorzugter wenigstens 3. Demgemäß ist "s" eine ganze Zahl, die bevorzugt wenigstens 2 und bevorzugter wenigstens 3 ist. Ein Grund für das Vorliegen von wenigstens zwei Armen ist, den hydrophoben Charakter des Mittels der Formel I über denjenigen hinaus zu erhöhen, der vorliegen würde, falls weniger als zwei Arme verwendet würden. Der erhöhte hydrophobe Charakter kann die Löslichkeit des Mittels der Formel I in Heißschmelztintenmaterialien verbessern (die gewöhnlich wachsartig und hydrophob sind) und kann so das Dispergieren der Verbindung in den Heißschmelztintenmaterialien verbessern.

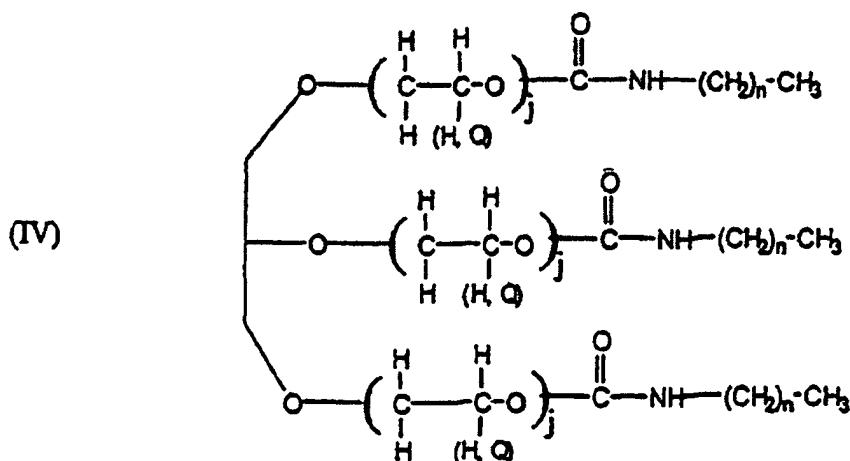
[0018] Die Materialien der Formel I sind farblose Verbindungen. Der Ausdruck "farblos" wird verwendet, um Verbindungen zu bezeichnen, die kein Licht aus dem sichtbaren Wellenlängenspektrum (d.h. von 400 Nanometer bis 750 Nanometer) absorbieren. Farblose Verbindungen können in einfacher Weise als Zusätze in vorliegenden Heißschmelztintenzusammensetzungen verwendet werden. Speziell sollten die farblosen Verbindungen die Farben der vorliegenden Tintenzusammensetzung nicht ändern, wenn sie dazu zugesetzt werden.

[0019] Eine spezielle Unterklasse der durch die Formel I wiedergegebenen Materialien ist nachstehend als Formel III gezeigt. In einer solchen Unterklasse ist die ganze Zahl "s" der Formel I 3, und der zentrale Kern "G" ist ein Mehratomsegment.



[0020] Mit Bezug auf die Formel III sind "i", "j" und "k" ganze Zahlen von 1 bis 50 und können gleich oder verschieden voneinander sein, "Q" ist eine Alkyl- oder Arylgruppe und kann in einer durch die Formel III umfassten Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren, "m", "n" und "o" sind ganze Zahlen größer als 13 und können gleich oder verschieden voneinander sein, R_1 , R_2 und R_3 können eine oder beide aus der Gruppe von Wasserstoff und Kohlenstoff umfassen und können gleich oder verschieden voneinander sein, und D_1 , D_2 und D_3 umfassen ein oder mehrere Atome. Ferner können zwei oder mehr von R_1 , R_2 und R_3 durch einen gemeinsamen Ring umfasst sein. Die Verwendung des Symbols "(H, Q)" in einer Stellung zeigt an, dass sich entweder Wasserstoff oder eine Gruppe "Q" in der Stellung befinden kann. Die Gruppen R_1 , R_2 und R_3 können Wasserstoffatome sein oder können z.B. Aryl- oder Alkylgruppen sein. Bevorzugt sind R_1 , R_2 und R_3 Wasserstoff. Es ist weiter bevorzugt, dass R_1 , R_2 und R_3 Kohlenstoff umfassen. Es ist weiter bevorzugt, dass R_1 , R_2 und R_3 aliphatische Ketten sind. Es ist weiter bevorzugt, dass R_1 , R_2 und R_3 Alkylketten sind.

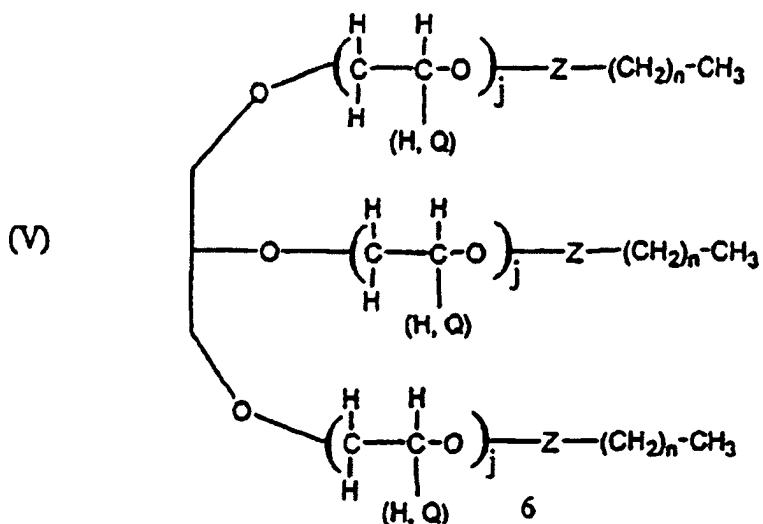
[0021] In besonderen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung sind D_1 , D_2 und D_3 in der Formel III Sauerstoffatome, "i", "j" und "k" sind gleich, und R_1 , R_2 und R_3 sind Wasserstoffatome. Die resultierende Klasse von Verbindungen wird durch die Formel IV wiedergegeben.



[0022] Die durch die Formel IV umfassten Materialien können unter Verwendung der in der Figur gezeigten Methodik synthetisiert werden. Speziell können von der Formel IV umfasste Verbindungen aus den Reaktanten ARCOL POLYOL LHT-112® (CAS[25791-96-2], 1,2,3-Propantriolpolymer mit Methyloxiran) und $\text{CH}_3\text{---}(\text{CH}_2)_n\text{---NCO}$ in Gegenwart eines Dibutylzinnndilaurat (CAS[77-58-7]) umfassenden Katalysators gebildet werden. Der Katalysator ist typischerweise in einer Konzentration von weniger als 1 Gew.-% vorhanden.

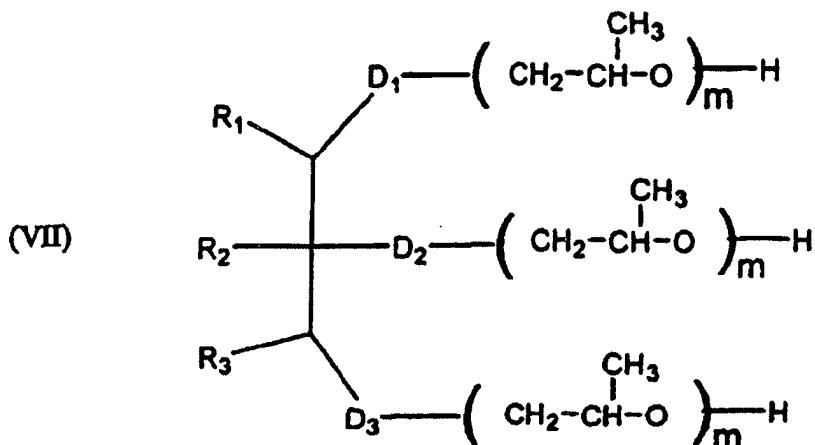
[0023] Das Material $\text{CH}_3\text{---}(\text{CH}_2)_n\text{---NCO}$ ist bevorzugt das limitierende Reagens in der Figur und kann z.B. MON-DUR O® (Octadecylisocyanat (CAS[112-96-9])/Hexadecylisocyanat (CAS[1943-84-6])) umfassen.

[0024] Es wird darauf hingewiesen, dass die Formel IV nur ein Verfahren zum Beschreiben der durch die Reaktion der Figur gebildeten Verbindungen ist, und dass eine allgemeinere Beschreibung solcher Verbindungen durch die Formel V wiedergegeben wird.



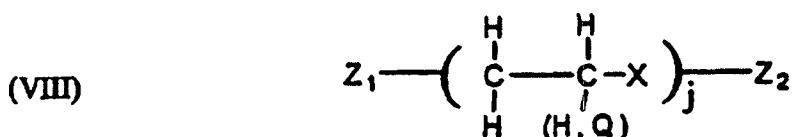
[0025] Das Segment "Z" der Formel V umfasst die Amidbindung der Formel IV. Die Formel V wird verwendet, um anzusehen, dass die Amidbindung der Formel IV durch andere Bindungen ersetzt sein kann, um farblose Verbindungen der vorliegenden Erfindung zu bilden.

[0026] Es wird auch darauf hingewiesen, dass die Formeln IV und V spezielle Materialien beschreiben, die von der vorstehend als Formel III beschriebenen Klasse umfasst sind, und dass andere farblose Materialien von der Formel III umfasst sind. Solche anderen Materialien können durch das Reaktionsschema der Figur gebildet werden, wenn das gezeigte ARCOL®-Polyol durch ein Material mit der nachstehend als Formel VII gezeigten Formel ersetzt wird.



[0027] In der Formel VII umfassen R_1 , R_2 und R_3 wenigstens eine von Kohlenstoff und Wasserstoff, und wenigstens eine von R_1 , R_2 und R_3 kann ein Segment sein, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Alkyl- und Arylgruppen. Die Gruppen D_1 , D_2 und D_3 der Formel VII können ein oder mehrere Atome umfassen und sind in besonderen Ausführungsformen Sauerstoffatome.

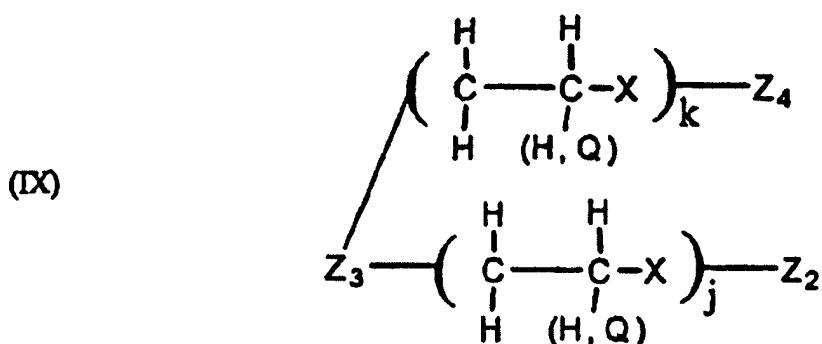
[0028] Eine andere allgemeine Kategorie von zähmendem Mittel wird durch die Formel VIII beschrieben.



[0029] Der Substituent X in der Formel VIII zeigt ein einzelnes Atom an und kann z.B. O oder N sein. Die Substituenten Z₁ und Z₂ der Formel VIII umfassen ein oder mehrere Atome, können gleich oder verschieden voneinander sein und können in einem gemeinsamen Ring umfasst sein (d.h. sie können zusammen eine cyclische Struktur bilden). Die Bezeichnung j in der Formel VIII ist eine ganze Zahl, die 1 bis 50 beträgt, und die Wiedergabe von "(H, Q)" zeigt an, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen der Formel VIII sein kann. Die Gruppe Q kann entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe sein.

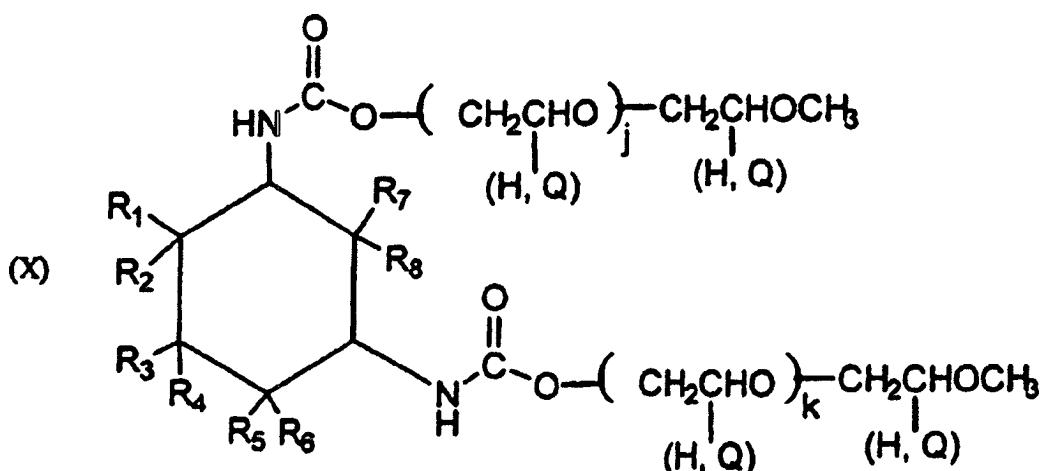
und kann in einer durch die Formel VIII umfassten Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren.

[0030] Eine spezielle Klasse von Verbindungen, die durch die Formel VIII umfasst ist, wird durch die Formel IX beschrieben.



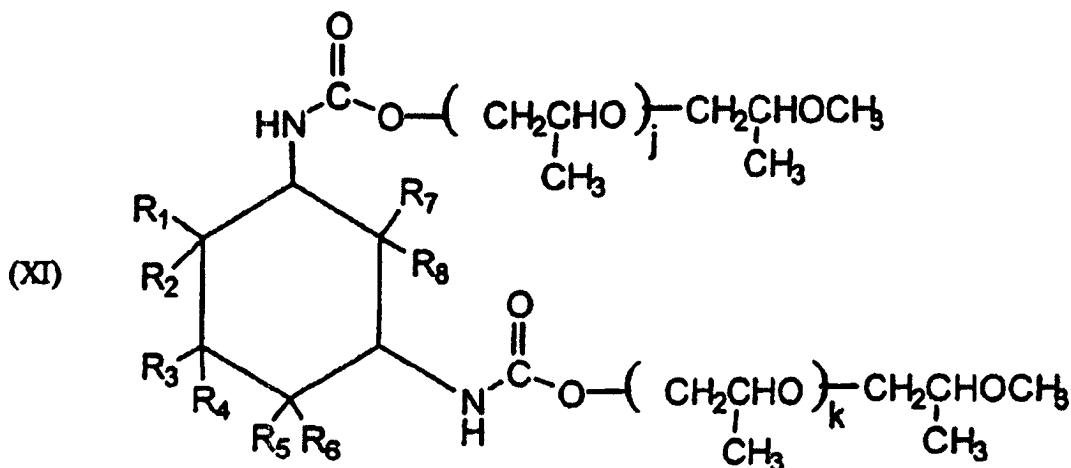
[0031] In der Formel IX sind Z_3 und Z_4 Substituenten, die ein oder mehrere Atome umfassen. Die Bezeichnung k der Formel IX ist eine ganze Zahl, die 1 bis 50 beträgt und die gleich oder verschieden von j sein kann.

[0032] Eine speziellere Klasse von Verbindungen, die durch die Formeln VIII und IX umfasst sind, wird durch die Formel X beschrieben.



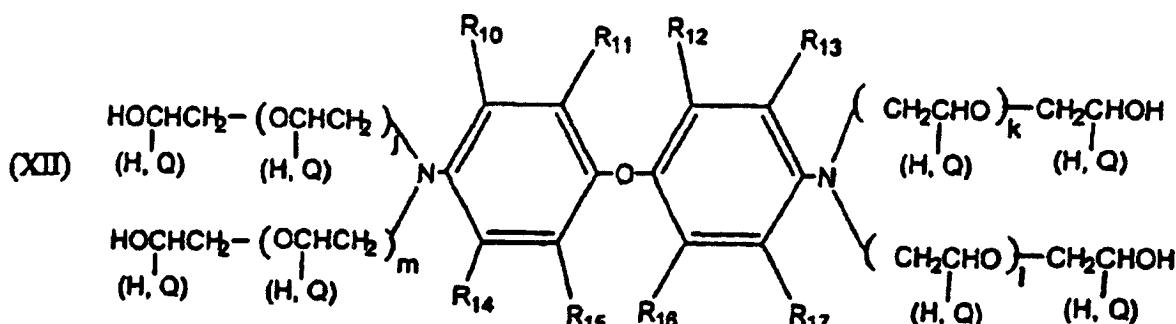
[0033] Die Komponenten R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 , R_7 und R_8 der Formel X können z.B. ausgewählt sein aus der Gruppe bestehend aus Wasserstoff, Halogenen, Hydroxygruppen, Alkoxygruppen, Trifluormethylgruppen und Alkylgruppen und können gleich oder verschieden voneinander sein. Zwei oder mehrere der Komponenten R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 , R_7 und R_8 der Formel X können in einem gemeinsamen Ring umfasst sein.

[0034] Eine noch andere spezielle Klasse von Verbindungen, die durch die Formeln VIII und IX umfasst sind, wird durch die Formel XI beschrieben.



[0035] Die Komponenten R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 , R_7 und R_8 der Formel XI, wie diejenigen der Formel X, können z.B. ausgewählt sein aus der Gruppe bestehend aus Wasserstoff, Halogenen, Hydroxygruppen, Alkoxygruppen, Trifluormethylgruppen und Alkylgruppen und können gleich oder verschieden voneinander sein. Zwei oder mehrere der Komponenten R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 , R_7 und R_8 der Formel XI können in einem gemeinsamen Ring umfasst sein.

[0036] Eine andere spezielle Klasse von Verbindungen, die durch die Formeln VIII und IX umfasst sind, wird durch die Formel XII beschrieben.



[0037] Die Komponenten R_{10} , R_{11} , R_{12} , R_{13} , R_{14} , R_{15} , R_{16} und R_{17} der Formel XII können z.B. ausgewählt sein aus der Gruppe bestehend aus Wasserstoff, Halogenen, Hydroxygruppen, Alkoxygruppen, Trifluormethylgruppen und Alkylgruppen und können gleich oder verschieden voneinander sein. Ferner können zwei oder mehrere der Komponenten R_{10} , R_{11} , R_{12} , R_{13} , R_{14} , R_{15} , R_{16} und R_{17} der Formel XII sich in einem gemeinsamen Ring befinden. Die Bezeichnungen j , k , l und m der Verbindung XII sind ganze Zahlen von 1 bis 50 und können gleich oder verschieden voneinander sein.

[0038] Zähmachende Verbindungen zur Verwendung in der vorliegenden Erfindung (d.h. Materialien, die durch eine oder mehrere der Formeln I bis XII beschrieben sind) können in Heißschmelztinten eingearbeitet werden, indem die Materialien in eine Tinte in einer Konzentration von 0,5 Gew.-% bis 50 Gew.-% eingearbeitet werden. Die erhaltene Heißschmelztinte ist bei Raumtemperatur bevorzugt ein Feststoff und ist speziell bevorzugt bei Temperaturen unter 30°C ein Feststoff. Ferner schmilzt eine solche Heißschmelztinte bevorzugt bei einer Temperatur über 30°C (typischerweise viel höher als 30°C), so dass die Tinte durch einen Druckkopf und auf ein Substrat ausgestoßen werden kann. Eine beispielhafte Betriebstemperatur eines Druckkopfes einer Druckvorrichtung für eine Heißschmelztinte beträgt etwa 140°C. Demgemäß hat eine bevorzugte Heißschmelztinte eine Schmelztemperatur von 140°C oder darunter.

[0039] Durch die vorliegende Erfindung umfasste Heißschmelztinten können in Druckanwendungen verwendet werden, indem wenigstens ein Teil eines festen Blockes der Tinte geschmolzen wird, um einen solchen Teil in eine flüssige Phase umzuwandeln. Die Flüssigphasentinte kann dann durch einen Druckkopf ausgestoßen und auf ein Substrat aufgebracht werden. Wenn sich die Tinte auf dem Substrat befindet, kann sie zum Bilden eines Tintenmusters abgekühlt werden, das wenigstens einen Teil eines sichtbaren Bildes auf dem Substrat definiert. Es ist festgestellt worden, dass das Einarbeiten von zähmachenden Mitteln, die zur Verwendung in der vorliegenden Erfindung umfasst sind (d.h. Materialien, die durch eine oder mehrere der Formeln I bis XII beschrieben sind), die Brüchigkeit verringern und demgemäß die Haltbarkeit von Tinten verbessern kann im

Vergleich zu einer Brüchigkeit und Haltbarkeit, die vorliegen würde, falls die zähmachenden Mittel nicht in die Tinten eingearbeitet wären, und dass eine solche Verringerung der Brüchigkeit (und Verbesserung der Haltbarkeit) durch die in der vorliegenden Erfindung verwendeten zähmachenden Mittel erreicht werden kann, ohne den Reibungskoeffizient der Heißschmelztinte über denjenigen zu erhöhen, der in Abwesenheit des zähmachenden Mittels vorliegen würde.

BEISPIEL 1 (Unithox farbloses Harz)

[0040] Eine Menge von linearem C₅₀-Alkoholethoxylat(UNITHOX 750 – lineares C₅₀-Alkoholethoxylat, erhältlich von Baker Petrolite, Tulsa, OK.) (1894,9 g (1,06 mol)) wurden in ein 3000 ml-Vierhals-Harzgefäß eingebracht, das mit einem Trubore-Rührer ausgerüstet war. Das lineare C₅₀-Alkoholethoxylat wurde unter einer N₂-Atmosphäre auf 140°C erwärmt, und das Rühren des linearen Alkohols wurde begonnen als das Material schmolz (bei etwa 100°C). Das geschmolzene lineare C₅₀-Alkoholethoxylat wurde etwa 1 Stunde bei 140°C gerührt, um Wasser zu entfernen. An das Gefäß bei 140°C wurde dann etwa 1 Stunde ein verminderter Druck angelegt, um restliche Feuchtigkeit zu entfernen. Die Stickstoffatmosphäre wurde dann wieder eingeführt, und etwa 0,60 g Dibutylzinndilaurat(FASCAT 4202 – Dibutylzinndilaurat, erhältlich von Elf Atochem North America, Inc., Philadelphia, PA.) wurden zugesetzt. Etwa 115,0 g (0,52 mol) Isophorondiisocyanat(Desmodur I – Isophorondiisocyanat, erhältlich von Bayer Corp., Pittsburgh, PA.) wurden dann zu dem Gefäß in etwa 2 Minuten zugesetzt. Die Reaktion lief exotherm bis etwa 150°C ab und wurde etwa 2 Stunden bei dieser Temperatur gehalten. Die Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FT-IR) des Reaktionsprodukts bestätigte, dass die gesamte NCO-Funktionalität verbraucht war. Speziell zeigte die FT-IR des Produkts die Abwesenheit (das Verschwinden) einer Spalte bei ~2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder Ansteigen der Größenordnung) von Spitzen bei ~1740–1680 cm⁻¹ und ~1540–1530 cm⁻¹ entsprechend Urethanfrequenzen. Das Urethanprodukt wurde dann in Aluminiumformen gegossen und abkühlen und härten gelassen. Das Produkt war bei Raumtemperatur ein Feststoff, gekennzeichnet durch eine Viskosität von 69,1 cP, gemessen mittels eines Ferranti-Shirley-Kegel-Platte-Viskosimeters bei etwa 140°C, und eine T_g (Glasübergangstemperatur) von etwa -42,5°C, gemessen durch Differenzialabtastkalorimetrie unter Verwendung eines Kalorimeters DuPont 2100 mit einer Abtastgeschwindigkeit von 20°C/Minute.

BEISPIEL 2 (farbloses Material)

[0041] Etwa 70,0 g (0,34 mol) Tripropylenglycolmonomethylether(Tripropylenglycolmonomethylether, erhältlich von Aldrich Chemicals Milwaukee, WL.) und etwa 37,7 g (0,17 mol) Isophorondiisocyanat(Desmodur I – Isophorondiisocyanat, erhältlich von Bayer Corp., Pittsburgh, PA.) wurden in einen 200 ml-Becher eingebracht, der mit einem Magnet ausgerüstet war. Der Becher wurde dann unter Verwendung eines Siliconölbades auf 115°C erwärmt. Drei Tropfen Katalysator (Fascat 4202)(FASCAT 4202 – Dibutylzinndilaurat, erhältlich von Elf Atochem North America, Inc., Philadelphia, PA.) wurden dann zugesetzt, und die Mischung wurde 2 Stunden bei 115°C reagieren gelassen. Eine FT-IR des Reaktionsprodukts zeigte an, dass die gesamte NCO-Funktionalität verbraucht war. Speziell zeigte die FT-IR die Abwesenheit (das Verschwinden) einer Spalte bei ~2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder Ansteigen der Größenordnung) von Spitzen bei ~1740–1680 cm⁻¹ und ~1540–1530 cm⁻¹ entsprechend Urethanfrequenzen. Das Endurethanprodukt wurde dann in ein Probenglas gegossen und abkühlen gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur eine Flüssigkeit, gekennzeichnet durch eine Viskosität von 14,6 cP, gemessen mittels eines Ferranti-Shirley-Kegel-Platte-Viskosimeters bei etwa 135°C.

BEISPIEL 3 (farbloses Wachs)

[0042] Etwa 90,0 g (0,045 mol) Polypropylenglycol 2000 (PPG 2000)(Polypropylenglycol 2000, erhältlich von Aldrich Chemicals Milwaukee, WL.) und etwa 26,6 g (0,09 mol) Octadecylisocyanat(Mondur O – Octadecylisocyanat, erhältlich von Bayer Corp., Pittsburgh, PA.) wurden in einen 200 ml-Becher mit einem darin befindlichen Magnet eingebracht. Der Becher wurde dann unter Verwendung eines Siliconölbades auf 115°C erwärmt. Drei Tropfen Katalysator (Fascat 4202)(FASCAT 4202 – Dibutylzinndilaurat, erhältlich von Elf Atochem North America, Inc., Philadelphia, PA.) wurden zugesetzt, und die Mischung wurde 2 Stunden bei 115°C reagieren gelassen. Eine FT-IR des Reaktionsprodukts zeigte die Abwesenheit (das Verschwinden) einer Spalte bei ~2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder Ansteigen der Größenordnung) von Spitzen bei ~1740–1680 cm⁻¹ und ~1540–1530 cm⁻¹ entsprechend Urethanfrequenzen. Das Endurethanprodukt wurde dann in ein Probenglas gegossen und abkühlen gelassen. Dieses Endprodukt war ein viskoses halbfestes Produkt bei Raumtemperatur, gekennzeichnet durch eine Viskosität von etwa 15,5 cP, gemessen mittels eines Ferranti-Shirley-Kegel-Platte-Viskosimeters bei etwa 135°C, und einen Schmelzpunkt von etwa 1,8°C, gemessen durch Differenzialabtastkalorimetrie unter Verwendung eines Kalorimeters DuPont 2100 mit einer Abtastgeschwindigkeit von

20°C/Minute.

BEISPIEL 4 (farbloses Wachs)

[0043] Etwa 80,0 g (0,052 mol) ARCOL LHT 112(ARCOL LHT – Glycerinpropoxylat, erhältlich von ARCO Chemical Co., Newtown Square, PA.) und etwa 46,6 g (0,156 mol) Octadecylisocyanat(Mondur O – Octadecylisocyanat, erhältlich von Bayer Corp., Pittsburgh, PA.) wurden in einen 200 ml-Becher mit einem Magnet eingebracht und mit einem Siliconölbad auf 115°C erwärmt. Fünf Tropfen Katalysator (Fascat 4202)(FASCAT 4202 – Dibutylzinnlaurat, erhältlich von Elf Atochem North America, Inc., Philadelphia, PA.) wurden zugesetzt, und die Mischung wurde 2 Stunden bei 115°C reagieren gelassen. Eine FT-IR des Reaktionsprodukts zeigte die Abwesenheit (das Verschwinden) einer Spitze bei ~2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder Ansteigen der Größenordnung) von Spitzen bei ~1740–1680 cm⁻¹ und ~1540–1530 cm⁻¹ entsprechend Urethanfrequenzen. Das Endurethanprodukt wurde dann in ein Probenglas gegossen und abkühlen gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur ein Feststoff, gekennzeichnet durch eine Viskosität von etwa 15,8 cP, gemessen mittels eines Ferranti-Shirley-Kegel-Platte-Viskosimeters bei etwa 135°C, und einen Schmelzpunkt von etwa 23,8°C, gemessen durch Differenzialabtastkalorimetrie unter Verwendung eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Abtastgeschwindigkeit von 20°C/Minute.

BEISPIEL 5 (cyanfarbene Tinte)

[0044] Etwa 217 g des Urethanharzes von Beispiel 1 der US-Patentanmeldung Serial No. 09/023,366 (Tektronix Docket 6224 US 3), 254 g des Urethanharzes des vorstehenden Beispiels 1 (Unithox farbloses Harz ("Unithox"-Harz), 313 g des Harzes von Beispiel 1 der US-Patentschrift Nr. 5,783,658 ("Abitol"-Harz), 561 g Stearylstearamid-Wachs Witco S-180(Kemamide S-180 – Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Co., Memphis, TN.), 561 g Polyethylenwachs(Polywax 850 – erhältlich von Petrolite Corp., Tulsa, OK.) und 4,0 g Antioxidans Uniroyal Naugard 445(Naugard 445 – Antioxidans, erhältlich von Uniroyal Co., Oxford, CT, Stepan Co., Northfield, IL.) wurden in einem nicht rostenden Stahlbecher vereinigt. Die Materialien wurden etwa 3 Stunden bei 125°C in einem Ofen geschmolzen, dann durch 1/2-stündiges Rühren bei 125°C in einem temperaturgeregelten Mantel vermischt. Zu der geschmolzenen Tintengrundlage wurden 121,8 g des cyanfarbenen Wachses von Beispiel 4 der US-Patentschrift Nr. 5,919,839 zugesetzt. Die erhaltene cyanfarbene Tinte wurde weitere 2 Stunden bei 125°C gerührt. Die Tinte wurde dann durch eine erwärmte (125°C) Mott-Vorrichtung (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung von Whatman #3-Papier bei 5 psi filtriert, in Formen gegossen und zu Tintenstäbchen verfestigen gelassen. Dieses cyanfarbene Endtintenprodukt war gekennzeichnet durch eine Viskosität von etwa 12,9 cP bei 135°C, gemessen mittels eines Ferranti-Shirley-Kegel-Platte-Viskosimeters, und zwei Schmelzpunkte bei etwa 86°C und 98°C, gemessen durch Differenzialabtastkalorimetrie unter Verwendung eines Kalorimeters DuPont 2100. Die Spektralstärke dieser Tinte wurde in n-Butanol als etwa 1645 (Milliliter-Extinktionseinheiten/Gramm) bei einem Lambda_{max} von 670 nm unter Verwendung eines Spektrofotometers Perkin-Elmer Lambda 25 UV/VIS gemessen.

BEISPIEL 6 (klare Tintengrundlage)

[0045] Etwa 399 g des Urethanharzes von Beispiel 1 der US-Patentanmeldung Serial No. 09/023,366 (Tektronix Docket 6224 US 3), 469 g des Urethanharzes des vorstehenden Beispiels 1 (Unithox farbloses Harz), 574 g des Harzes von Beispiel 1 der US-Patentschrift Nr. 5,783,658 ("Abitol"-Harz), 1029 g Stearylstearamid-Wachs Witco S-180(Kemamide S-180 – Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Co., Memphis, TN.), 1029 g Polyethylenwachs(Polywax 850 – erhältlich von Petrolite Corp., Tulsa, OK.) und 7,0 g Antioxidans Uniroyal Naugard 445(Naugard 445 – Antioxidans, erhältlich von Uniroyal Co., Oxford, CT, Stepan Co., Northfield, IL.) wurden in einem nicht rostenden Stahlbecher vereinigt. Die Materialien wurden etwa 8 Stunden bei 125°C in einem Ofen geschmolzen und durch 1/2-stündiges Rühren bei 125°C in einem temperaturgeregelten Mantel vermischt. Die erhaltene Tintengrundlage wurde durch eine erwärmte (125°C) Mott-Vorrichtung (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung von Whatman #3-Papier bei 5 psi filtriert. Die Tintengrundlage wurde dann in Formen gegossen und zum Bilden von Tintenstäbchen verfestigen gelassen.

BEISPIEL 7 (schwarze Tinte)

[0046] Etwa 910 g der klaren Tintengrundlage von Beispiel 6, 60 g des Materials von Beispiel 2 und 30 g Solvent Black 45¹⁹(Solvent Black 45 – Farbstoff, erhältlich von Clariant Corp., Charlotte, NC.) wurden in einem nicht rostenden Stahlbecher vereinigt. Die Materialien wurden etwa 8 Stunden bei 125°C in einem Ofen geschmolzen, dann durch 1/2-stündiges Rühren bei 125°C in einem temperaturgeregelten Mantel vermischt. Zu der erhaltenen geschmolzenen Tintenbase wurden weitere 65 g S-180-Wachs(Kemamide S-180 – Stearylste-

aramid, erhältlich von Witco Chemical Co., Memphis, TN.) und weitere 65 g Polyethylenwachs(Polywax 850 – erhältlich von Petrolite Corp., Tulsa, OK.) zugesetzt. Die erhaltene schwarze Tinte wurde weitere 2 Stunden bei 125°C gerührt, durch eine erwärmte (125°C) Mott-Vorrichtung (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung von Whatman #3-Papier bei 5 psi filtriert, in Formen gegossen und zum Bilden von Tintenstäbchen verfestigen gelassen. Das schwarze Endtintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: Viskosität von etwa 12,9 cP bei 135°C, gemessen mittels eines Ferranti-Shirley-Kegel-Platte-Viskosimeters, zwei Schmelzpunkte bei 86°C und 98°C, gemessen durch Differenzialabtastkalorimetrie unter Verwendung eines Kalorimeters DuPont 2100, und eine T_g von etwa 1,4°C, gemessen durch dynamische mechanische Analyse unter Verwendung eines Rheometrics Solids-Analysators (RSAII).

BEISPIEL 8 (schwarze Tinte)

[0047] Etwa 910 g der klaren Tintengrundlage von Beispiel 6, 60 g des Materials von Beispiel 3 und 30 g Solvent Black 45²²(Solvent Black 45 – Farbstoff, erhältlich von Clariant Corp., Charlotte, NC.) wurden in einem nicht rostenden Stahlbecher vereinigt. Die Materialien wurden etwa 8 Stunden bei 125°C in einem Ofen geschmolzen, dann durch 112-stündiges Röhren bei 125°C in einem temperaturgeregelten Mantel vermischt. Zu der geschmolzenen Tintengrundlage wurden weitere 30 g S-180-Wachs(Kemamide S-180 – Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Co., Memphis, TN.) und weitere 30 g Polyethylenwachs(Polywax 850 – erhältlich von Petrolite Corp., Tulsa, OK.) zugesetzt. Die schwarze Tinte wurde dann weitere 2 Stunden bei 125°C gerührt. Die Tinte wurde dann durch eine erwärmte (125°C) Mott-Vorrichtung (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung von Whatman #3-Papier bei 5 psi filtriert, in Formen gegossen und zum Bilden von Tintenstäbchen verfestigen gelassen. Das schwarze Endtintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: Viskosität von etwa 13,0 cP bei 135°C, gemessen mittels eines Ferranti-Shirley-Kegel-Platte-Viskosimeters, zwei Schmelzpunkte bei 86°C und 98°C, gemessen durch Differenzialabtastkalorimetrie unter Verwendung eines Kalorimeters DuPont 2100, und eine T_g von etwa 0°C, gemessen durch dynamische mechanische Analyse unter Verwendung eines Rheometrics Solids-Analysators (RSAII).

BEISPIEL 9 (schwarze Tinte)

[0048] Etwa 910 g der Tintengrundlage von Beispiel 6, 60 g des Materials von Beispiel 4 und 30 g Solvent Black 45²⁵(Solvent Black 45 – Farbstoff, erhältlich von Clariant Corp., Charlotte, NC.) wurden in einem nicht rostenden Stahlbecher vereinigt. Die Materialien wurden etwa 8 Stunden bei 125°C in einem Ofen geschmolzen, dann durch 1/2-ständiges Röhren bei 125°C in einem temperaturgeregelten Mantel vermischt. Zu der geschmolzenen Tintengrundlage wurden weitere 62 g S-180-Wachs(Kemamide S-180 – Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Co., Memphis, TN.) und weitere 62 g Polyethylenwachs(Polywax 850 – erhältlich von Petrolite Corp., Tulsa, OK.) zugesetzt. Die schwarze Tinte wurde dann weitere 2 Stunden bei 125°C gerührt. Die Tinte wurde dann durch eine erwärmte (125°C) Mott-Vorrichtung (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung von Whatman #3-Papier bei 5 psi filtriert. Die Tinte wurde dann in Formen gegossen und zum Bilden von Tintenstäbchen verfestigen gelassen. Das schwarze Endtintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: Viskosität von etwa 12,9 cP bei 135°C, gemessen mittels eines Ferranti-Shirley-Kegel-Platte-Viskosimeters, zwei Schmelzpunkte bei 86°C und 98°C, gemessen durch Differenzialabtastkalorimetrie unter Verwendung eines Kalorimeters DuPont 2100, und eine T_g von etwa 2,4°C, gemessen durch dynamische mechanische Analyse unter Verwendung eines Rheometrics Solids-Analysators (RSAII).

BEISPIEL 10 (schwarze Tinte ohne Weichmacher)

[0049] Etwa 240 g des Urethanharzes von Beispiel 1 der US-Patentanmeldung Serial No. 09/023,366 (Tektronix Docket 6224 US 3), 224 g des Urethanharzes des vorstehenden Beispiels 4 ("Unithox"-Harz), 309 g des Harzes von Beispiel 1 der US-Patentschrift Nr. 5,783,658 ("Abitol"-Harz), 566 g Stearylstearamid-Wachs Witco S-180(Kemamide S-180 – Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Co., Memphis, TN.), 566 g Polyethylenwachs(Polywax 850 – erhältlich von Petrolite Corp., Tulsa, OK.) und 4,0 g Antioxidans Uniroyal Naugard 445(Naugard 445 – Antioxidans, erhältlich von Uniroyal Co., Oxford, CT, Stepan Co., Northfield, IL.) wurden in einem nicht rostenden Stahlbecher vereinigt. Die Materialien wurden etwa 3 Stunden bei 125°C in einem Ofen geschmolzen, dann durch 1/2-ständiges Röhren bei 125°C in einem temperaturgeregelten Mantel vermischt. Zu der geschmolzenen Tintengrundlage wurden 54 g Solvent Black 45(Solvent Black 45 – Farbstoff, erhältlich von Clariant Corp., Charlotte, NC.) zugesetzt. Die Tinte wurde dann weitere 2 Stunden bei 125°C gerührt und anschließend durch eine erwärmte (125°C) Mott-Vorrichtung (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung von Whatman #3-Papier bei 5 psi filtriert. Die Tinte wurde dann in Formen gegossen und zu Tintenstäbchen verfestigen gelassen. Das schwarze Endtintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigen-

schaften gekennzeichnet: eine Viskosität von etwa 13,1 cP bei 135°C, gemessen mittels eines Ferranti-Shirley-Kegel-Platte-Viskosimeters, und zwei Schmelzpunkte bei etwa 87°C und 100°C, gemessen durch Differenzialabtastkalorimetrie unter Verwendung eines Kalorimeters DuPont 2100, und eine T_g von etwa 25°C, gemessen durch dynamische mechanische Analyse unter Verwendung eines Rheometrics Solids-Analysators (RSAII).

PRÜFUNG DER TINTEN DER BEISPIELE 1 BIS 10

[0050] Es wurden drei verschiedene Prüfungen angewandt, um die vorteilhaften Eigenschaften der von der vorliegenden Erfindung umfassten neuen Tinten zu messen. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 1 aufgeführt, und kurze Beschreibungen der in den Prüfungen verwendeten Verfahren sind wie folgt.

[0051] Die Hohleisen-Beständigkeit ist ein Maß für den Tintenschmelzgrad und kann ein Maß für die Tintenhaltbarkeit sein. Speziell misst die Hohleisen-Beständigkeit, wie gut eine Tinte an Medien haftet (ein Maß für die Tintenhaftung) und wie gut die Tinte an sich selbst haftet (ein Maß für die Kohäsionsfestigkeit der Tinte oder für ihre Zähigkeit). Die Hohleisen-Beständigkeit wurde mit einem Hohleisen-Prüfgerät mit variablem Gewicht (VWGT), entwickelt von Tektronix Inc., gemessen. Zur Vorbereitung der Prüfung wurden Drucke mit fester Füllung der Tinten, aufgeführt in der Tabelle 1, unter Verwendung eines Tintenstrahldruckers Tektronix Phaser 840® gebildet. In sämtlichen Fällen wurden die Trommeltemperatur und die Vorheiztemperatur auf 60°C eingestellt. Der zu prüfende Druck wurde auf der Oberfläche eines ebenen Tisches befestigt, der zu einer ruhigen Linearbewegung mit einer definierten Geschwindigkeit befähigt ist. Vor dem Beginn der Prüfung brachte das Prüfgerät definierte, aber verschiedene Normallasten auf drei Oberflächenpunkte des Drucks durch Metall-Hohleisenfinger auf. Nach dem Beginn der Prüfung bewegte sich der Tisch mit dem Druck, und die stationären Hohleisenfinger entfernten Tinte von seiner Oberfläche entlang drei parallelen linearen Spuren. Unter Verwendung eines elektronischen Scanners (Hewlett-Packard SCANJET 3c®) wurde der Gesamtbereich der entfernten Tinte gemessen. Sein Wert (in der Tabelle 1 als mm² angegeben) ist umgekehrt proportional zu der Kohäsionsfestigkeit oder Zähigkeit der Tinte. Wenn Drucke von zwei Tinten verglichen werden, wird daher die zähere und haltbarere Tinte durch eine kleinere "Hohleisen-Zahl" (Bereich der entfernten Tinte) angezeigt.

[0052] Die Faltbarkeitsprüfung ist ein noch anderer Weg, um die Haltbarkeit einer gedruckten Tinte durch Messen der Beständigkeit gegen Rissbildung während des Faltens zu kennzeichnen. Die Prüfungen verwendeten Drucke mit fester Füllung der in Tabelle 1 aufgeführten Tinten, die in der vorstehend genannten Weise gebildet wurden, die mit einer Papierfaltvorrichtung Duplo D-590L maschinell gefaltet wurden. Die Drucke wurden dann entfaltet, von Staub gereinigt und wie vorstehend beschrieben gescannt. Als ein Ergebnis dieses Verfahrens wurde der Faltrissbereich gemessen, welcher die Menge von weiß ist, die sich ergibt, wenn der Druck gefaltet wird. Daraus wird die mittlere Rissbreite (in Inch) – in der Tabelle 1 als "Faltzahl" angegeben – berechnet durch Dividieren des Faltrissbereichs durch die Länge der Abtastung. Wie im Fall der Hohleisen-Beständigkeit kennzeichnen kleinere Zahlen zähre und haltbarere Tinten.

[0053] Reibungskoeffizienten (COF) gegen Glas wurden auf einem Reibungs-/Ablöse-Prüfgerät mit horizontaler Ebene Modell 225-1 von Thwing-Albert Instrument Company, Philadelphia (Pennsylvania) gemessen, das mit einem mit "Talas" 3,0 Software laufenden PC – ebenfalls von Thwing-Albert Instrument Company vertrieben – verbunden war. Bei der Vorbereitung der Prüfung wurden quadratische Proben mit Abmessungen von 2,5" × 2,5" aus Drucken mit fester Füllung der Tinten aus der Tabelle 1 ausgeschnitten, die in der vorstehend genannten Weise gebildet waren und mit der Oberfläche nach unten auf dem unteren Teil des Reibungsprüfslittens unter Verwendung von zwei Streifen von doppelseitigem Klebeband befestigt. Der Schlitten hatte ein Gewicht von 200 g. Als stationäres Gegenstück wurde eine 1/8" dicke getemperte Natronkalk-Glasplatte mit den Abmessungen 21,5" × 7,5" an die Oberfläche der horizontalen Ebene des Prüfgeräts unter Verwendung einer mit Siliconkautschuk gepolsterten Klammer befestigt. Sämtliche Messungen wurden bei Raumtemperatur durchgeführt. Beim weiteren Durchführen der Prüfroutine wurde der Schlitten mit dem befestigten Druck mit der Lastzelle des Instruments (maximale Kapazität 2 kg) unter Verwendung einer Nylon-Schnur verbunden. Unter Aufrechterhaltung einer geringen Spannung in der Nylonschnur wurden der Schlitten und die befestigte Probe in Berührung mit der horizontalen Glasoberfläche gebracht, und die Datenaufnahme wurde begonnen. Während der Prüfung schlepppte das Instrument die Druckoberfläche 10 Sekunden mit einer Geschwindigkeit von 2"/min über die Glasplatte. Bei Beendigung des Vorgangs wurde der Schlitten vertikal von der Glasoberfläche abgehoben, die Lastzelle wurde in ihre ursprüngliche Stellung zurückgebracht, und die Probe wurde wieder herabgesenkt, bevor der nächste Datenaufnahmzyklus begann. Mit jeder Probe wurden nacheinander fünf solcher Zyklen gemessen, und die Daten wurden protokolliert.

[0054] Das Reibungsprüfgerät und die Software ermöglichen, dass die Schleppkraft als Funktion der Zeit auf-

gezeichnet wird und ermöglichen ferner eine statistische Bewertung der durchzuführenden Messergebnisse. Gewöhnlich wird der Koeffizient der (Gleit-)Reibung definiert als das Verhältnis dieser Schleppkraft zu der Normalkraft (Gewicht) des Gleitgegenstandes. Da das Prüfgerät eine horizontale Vorrichtung darstellt, und da das Gewicht des Gegenstandes (der Schlitten mit der befestigten Probe) und seine Gleitgeschwindigkeit bekannt sind, kann der Koeffizient der (Gleit-)Reibung als Funktion der Schlittenverschiebung abgeleitet werden. Es ist in der Technik bekannt, dass der statische und der kinetische Reibungskoeffizient unterschieden werden sollten. Das Reibungs-/Ablöse-Prüfgerät von Thwing-Albert ist in der Lage, beide Reibungskoeffizienten zu messen. Insbesondere wird der kinetische Reibungskoeffizient – wie in der Tabelle 1 angegeben – definiert als der zu überwindende Widerstand, um eine Gleitbewegung aufrechtzuerhalten, wobei niedrigere Zahlen einen niedrigeren Widerstand anzeigen. Aus Erfahrungs- und Bequemlichkeitsgründen wird der kinetische Reibungskoeffizient als der Mittelwert der Gesamtmittelwerte der genannten fünf Messungen genommen.

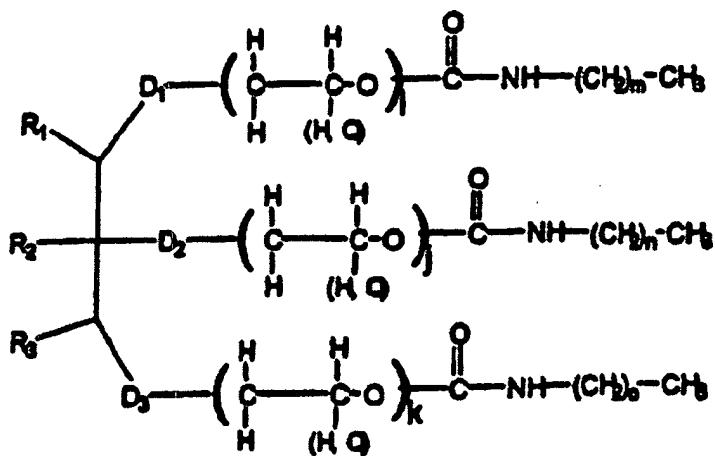
[0055] Wenn die Daten der Tabelle 1 zusammen berücksichtigt werden, zeigen sie, dass die Tinten, welche das dreiarmige Material auf "Arcol"-Grundlage als Weichmacher und zähmachendes Mittel enthalten (vgl. z.B. die Tinte von Beispiel 9), niedrige Reibungskoeffizienten haben können, wobei sie eine gute Beständigkeit gegen Beschädigungen, hervorgerufen durch Falten und Behandeln mit einem Hohleisen, haben.

TABELLE 1

Tintentyp	Hohleisen-Zahl	Faltungszahl	dynamischer Reibungskoeffizient
cyanfarbene Tinte von Beispiel 5	610 mm ²	0,0031 in.	0,47
schwarze Tinte von Beispiel 10	1898 mm ²	0,0169 in.	0,56
schwarze Tinte von Beispiel 7	257 mm ²	0,0067 in.	0,67
schwarze Tinte von Beispiel 8	185 mm ²	0,0044 in.	0,56
schwarze Tinte von Beispiel 9	224 mm ²	0,0051 in.	0,48

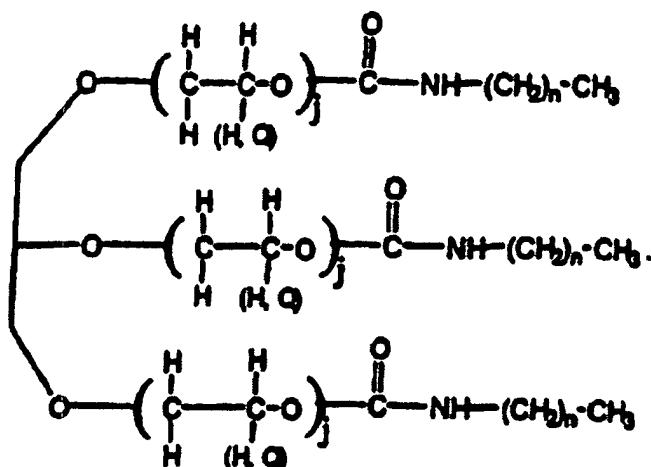
Patentansprüche

1. Farblose Verbindung der Formel

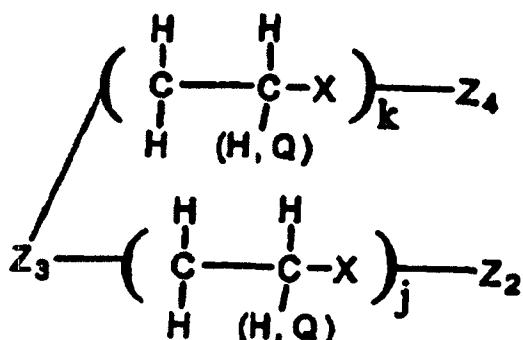


worin i, j und k ganze Zahlen von 1 bis 50 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann, worin m, n und o ganze Zahlen von größer als 13 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin wenigstens eine Gruppe von R_1 , R_2 und R_3 Wasserstoff umfasst, worin R_1 , R_2 und R_3 gleich oder verschieden voneinander sein können, worin zwei oder mehr von R_1 , R_2 und R_3 von einem gemeinsamen Ring umfasst sein können, und worin D_1 , D_2 und D_3 ein oder mehrere Atome umfassen.

2. Farblose Verbindung nach Anspruch 1, wiedergegeben durch die Formel



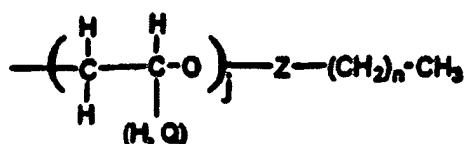
3. Farblose Verbindung, wiedergegeben durch die Formel



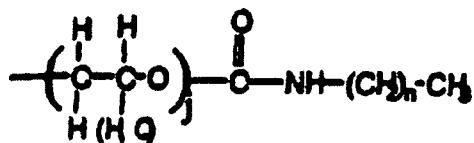
worin X ein einzelnes Atom ist, das N oder O entspricht, worin Z_2 , Z_3 und Z_4 Substituenten sind, die ein oder mehrere Atome umfassen, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist, worin k eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist und gleich oder verschieden von j sein kann, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann.

4. Feste Tinte, umfassend:
ein Färbemittel und
eine farblose Verbindung, wie in einem der Ansprüche 1 bis 3 definiert.

5. Druckverfahren, umfassend:
Schmelzen einer Heißschmelztinte, umfassend
eine farblose Verbindung (a), umfassend einen zentralen Kern und wenigstens zwei sich von dem Kern erstreckende Arme, wobei die wenigstens zwei Arme durch die Formel

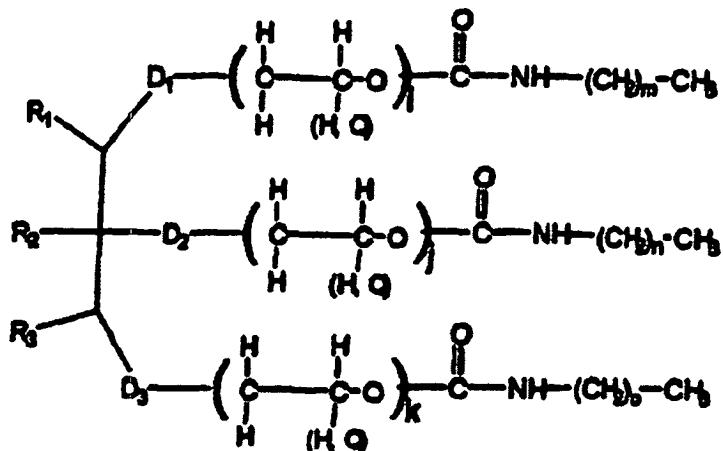


wiedergegeben sind, worin Z ein Segment aus einem oder mehreren Atomen ist, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 300 ist und unter den wenigstens zwei Armen variieren kann, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen in der Kette variieren kann; eine farblose Verbindung (b), umfassend einen zentralen Kern und wenigstens zwei sich von dem Kern erstreckende Arme, wobei die wenigstens zwei Arme durch die Formel

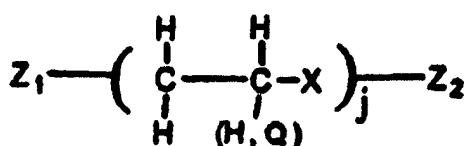


wiedergegeben sind, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q in den einzelnen Armen der wenigstens zwei Arme unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann, und worin n eine ganze Zahl größer als 0 ist;

eine farblose Verbindung (c) der Formel



worin i, j und k ganze Zahlen von 1 bis 50 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann, worin m, n und o ganze Zahlen von größer als 13 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin wenigstens eine Gruppe von R₁, R₂ und R₃ Wasserstoff umfasst, worin R₁, R₂ und R₃ gleich oder verschieden voneinander sein können, worin zwei oder mehr von R₁, R₂ und R₃ von einem gemeinsamen Ring umfasst sein können, und worin D₁, D₂ und D₃ ein oder mehrere Atome umfassen; oder
eine farblose Verbindung (d), wiedergegeben durch die Formel

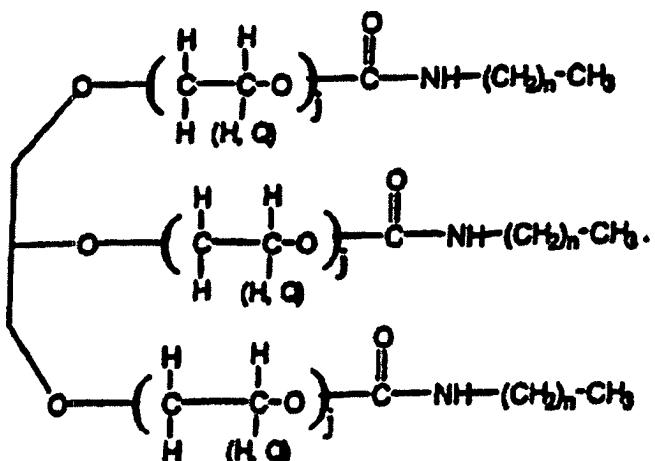


worin X ein einzelnes Atom ist, das N oder O entspricht, worin Z₁ und Z₂ Substituenten sind, die ein oder mehrere Atome umfassen, worin Z₁ und Z₂ gleich oder voneinander verschieden sein können, worin Z₁ und Z₂ in einem gemeinsamen Ring sein können, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, und worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann;

Aufbringen der geschmolzenen Tinte auf ein Substrat und
Abkühlen der geschmolzenen Tinte auf dem Substrat.

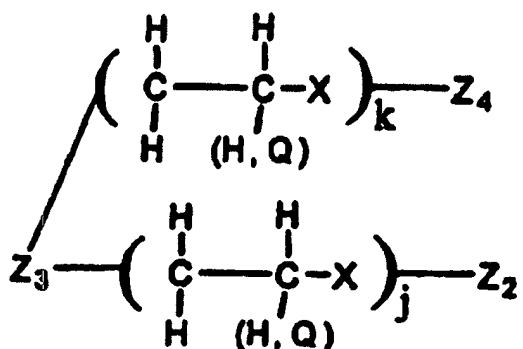
6. Druckverfahren nach Anspruch 5, worin die farblose Verbindung (a) oder (b) wenigstens drei der Arme umfasst.

7. Druckverfahren nach Anspruch 5, worin die farblose Verbindung (c) durch die Formel



wiedergegeben wird.

8. Druckverfahren nach Anspruch 5, worin die farblose Verbindung (d) durch die Formel

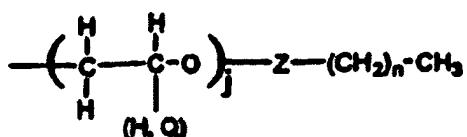


wiedergegeben wird, worin Z_3 und Z_4 Substituenten sind, die ein oder mehrere Atome umfassen, und worin k eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist und gleich oder verschieden von j sein kann.

9. Druckverfahren, umfassend:

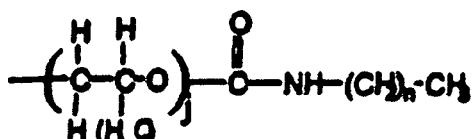
Schmelzen einer festen Tinte, umfassend
ein Färbemittel und

eine farblose Verbindung (a), umfassend einen zentralen Kern und wenigstens zwei sich von dem Kern erstreckende Arme, wobei die wenigstens zwei Arme durch die Formel



wiedergegeben sind, worin Z ein Segment aus einem oder mehreren Atomen ist, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 300 ist und unter den wenigstens zwei Armen variieren kann, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen in der Kette variieren kann, und worin n eine ganze Zahl größer als 1 ist und unter den wenigstens zwei Armen variieren kann;

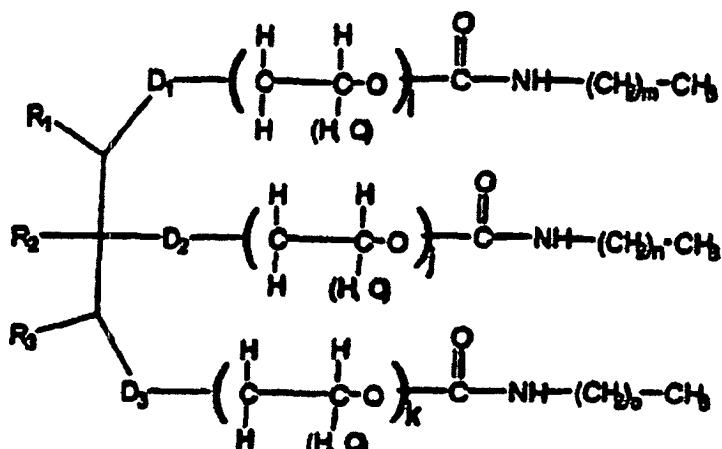
eine farblose Verbindung (b), umfassend einen zentralen Kern und wenigstens zwei sich von dem Kern erstreckende Arme, wobei die wenigstens zwei Arme durch die Formel



wiedergegeben sind, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein

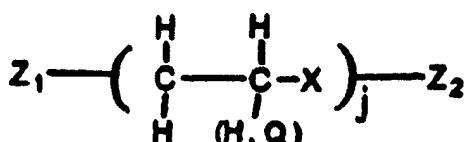
kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q in den einzelnen Armen der wenigstens zwei Arme unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann, und worin n eine ganze Zahl größer als 0 ist;

eine farblose Verbindung (c) der Formel



worin i, j und k ganze Zahlen von 1 bis 50 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" in den gezeigten Stellungen anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann, worin m, n und o ganze Zahlen von größer als 13 sind und gleich oder verschieden voneinander sein können, worin wenigstens eine Gruppe von R₁, R₂ und R₃ Wasserstoff umfasst, worin R₁, R₂ und R₃ gleich oder verschieden voneinander sein können, worin zwei oder mehr von R₁, R₂ und R₃ von einem gemeinsamen Ring umfasst sein können, und worin D₁, D₂ und D₃ ein oder mehrere Atome umfassen; oder

eine farblose Verbindung (d) wiedergegeben durch die Formel

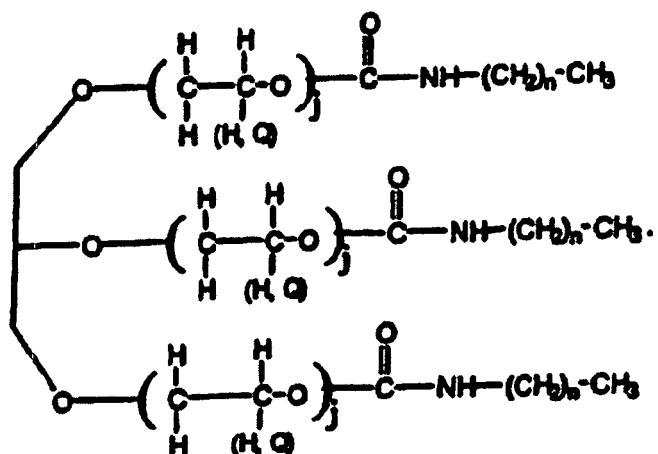


worin X ein einzelnes Atom ist, das N oder O entspricht, worin Z₁ und Z₂ Substituenten sind, die ein oder mehrere Atome umfassen, worin Z₁ und Z₂ gleich oder voneinander verschieden sein können, worin Z₁ und Z₂ in einem gemeinsamen Ring sein können, worin j eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist, worin die Wiedergabe von "(H, Q)" anzeigt, dass entweder eine Gruppe Q oder ein Wasserstoff in den gezeigten Stellungen sein kann, worin die Gruppe Q entweder eine Alkylgruppe oder eine Arylgruppe ist, und worin Q in der Verbindung unter verschiedenen Alkyl- und Arylgruppen variieren kann;

Aufbringen der geschmolzenen Tinte auf ein Substrat und
Abkühlen der geschmolzenen Tinte auf dem Substrat.

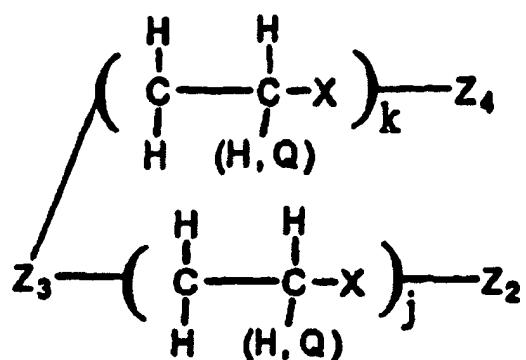
10. Druckverfahren nach Anspruch 9, worin die farblose Verbindung (a) oder (b) wenigstens drei der Arme umfasst.

11. Druckverfahren nach Anspruch 9, worin die farblose Verbindung (c) durch die Formel



wiedergegeben wird.

12. Druckverfahren nach Anspruch 9, worin die farblose Verbindung (d) durch die Formel



wiedergegeben wird, worin Z₃ und Z₄ Substituenten sind, die ein oder mehrere Atome umfassen, und worin k eine ganze Zahl von 1 bis 50 ist und gleich oder verschieden von j sein kann.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

