

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5632600号
(P5632600)

(45) 発行日 平成26年11月26日(2014.11.26)

(24) 登録日 平成26年10月17日(2014.10.17)

(51) Int.Cl.

F 1

C09D 11/10 (2014.01)

C09D 11/10

C09D 11/30 (2014.01)

C09D 11/30

B41M 5/00 (2006.01)

B41M 5/00

E

請求項の数 2 (全 21 頁)

(21) 出願番号 特願2009-213783 (P2009-213783)
 (22) 出願日 平成21年9月15日 (2009.9.15)
 (65) 公開番号 特開2010-77431 (P2010-77431A)
 (43) 公開日 平成22年4月8日 (2010.4.8)
 審査請求日 平成24年9月10日 (2012.9.10)
 (31) 優先権主張番号 12/236,029
 (32) 優先日 平成20年9月23日 (2008.9.23)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 596170170
 ゼロックス コーポレイション
 XEROX CORPORATION
 アメリカ合衆国、コネチカット州 06856、ノーウォーク、ピーオーボックス 4505、グローバー・アヴェニュー 45
 (74) 代理人 100075258
 弁理士 吉田 研二
 (74) 代理人 100096976
 弁理士 石田 純
 (72) 発明者 アデラ ゴレデマ
 カナダ オンタリオ ミッシソーガ シャウンマール ロード 130-1050

最終頁に続く

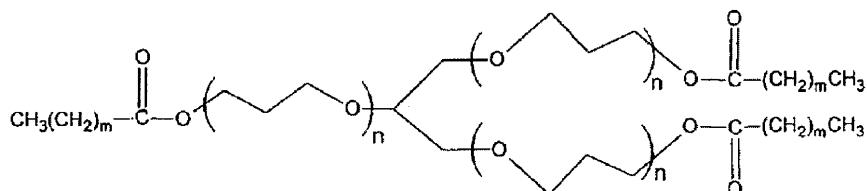
(54) 【発明の名称】低粘度の官能化ワックスを含むインクキャリアを含有する相変化インク

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

着色剤とインクキャリアとを含有する相変化インクであって、
 前記インクキャリアが、下記に示す式のトリエステルを含む、相変化インク。

【化1】



10

(上記式中、mは、15～50の平均値を有する整数であり、nは、5～17の平均値を有する整数である。)

【請求項2】

請求項1に記載の相変化インクであって、トリエステルが、植物油のエステル交換によるバイオディーゼル製造の副産物であるプロポキシル化グリセロール出発原料を用いて調製される、相変化インク。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

20

本発明は、相変化インクに関し、特にインクキャリアを含有する相変化インクに関する。

【背景技術】

【0002】

一般に、相変化インク（時には、「ホットメルトインク」と呼ばれる）は、外界温度では固相であるが、インクジェット印刷装置の高められた作動温度では液相で存在する。ジェット作動温度で、液状インクの小滴は印刷装置から噴射され、該インク小滴が、直接にまたは加熱された中間転写ベルトもしくはドラムを経由して記録基材の表面に接触すると、それらの小滴は急速に固化し、固化したインク小滴からなる所定のパターンを形成する。相変化インクは、グラビア印刷などの他の印刷技術でも使用されている。カラー印刷用の相変化インクは、典型的には、相変化インクに適合性のある着色剤と組み合わされる相変化インクキャリア組成物を含有する。

【0003】

相変化インクのキャリア組成物として使用するのに適した組成物は、周知である。適切なキャリア材料としては、パラフィン、マイクロクリスタリンワックス、ポリエチレンワックス、エステルワックス、脂肪酸およびその他のワックス状材料、脂肪アミド含有材料、スルホンアミド材料、様々な天然資源から作られる樹脂状材料（例えば、トール油ロジン（tall oil rosins）およびロジンエステル）、ならびに多くの合成の樹脂、オリゴマー、ポリマーおよびコポリマーを挙げることができる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】米国特許第4,889,560号明細書

【特許文献2】米国特許第4,889,761号明細書

【特許文献3】米国特許第5,372,852号明細書

【特許文献4】米国特許第5,221,335号明細書

【特許文献5】米国特許第3,653,932号明細書

【特許文献6】米国特許第4,390,369号明細書

【特許文献7】米国特許第4,484,948号明細書

【特許文献8】米国特許第4,684,956号明細書

【特許文献9】米国特許第4,851,045号明細書

【特許文献10】米国特許第5,006,170号明細書

【特許文献11】米国特許第5,151,120号明細書

【特許文献12】米国特許第5,496,879号明細書

【特許文献13】欧州特許出願公開第0187352号明細書

【特許文献14】欧州特許出願公開第0206286号明細書

【特許文献15】獨国特許出願公開第4,205,636号明細書

【特許文献16】獨国特許出願公開第4,205,713号明細書

【特許文献17】国際公開第94/04619号パンフレット

【特許文献18】米国特許第6,547,380号明細書

【特許文献19】米国特許第5,372,852号明細書

【特許文献20】米国特許第4,601,777号明細書

【特許文献21】米国特許第4,251,824号明細書

【特許文献22】米国特許第4,410,899号明細書

【特許文献23】米国特許第4,412,224号明細書

【特許文献24】米国特許第4,532,530号明細書

【特許文献25】米国特許第4,490,731号明細書

【特許文献26】米国特許出願公開第2007/0120927号明細書

【特許文献27】米国特許第7,381,254号明細書

【特許文献28】米国特許出願公開第2008/0098927号明細書

10

20

30

40

50

【特許文献 29】米国特許第 6,309,453 号明細書

【特許文献 30】欧州特許第 0759422 号明細書

【0005】

本明細書の相変化インクの例は、23 ~ 27 の温度、例えば室温で固体であり、より正確には 60 未満の温度で固体であるインクビヒクルを含むインクである。しかし、該インクは、加熱すると相を変え、噴射温度では溶融状態である。したがって、該インクは、インクジェット印刷に好適な高められた温度 (elevated temperature)、例えば 60 ~ 150 の温度で、1 ~ 20 センチポイズ (c p)、5 ~ 15 c P、または 8 ~ 12 c P の粘度を有する。

【0006】

いくつかの実施形態において、本明細書のインクは、低エネルギーインクであってよい。低エネルギーインクは、40 未満の温度で固体であり、かつ 60 ~ 100、80 ~ 100、または 90 ~ 120 の噴射温度で、1 ~ 20、5 ~ 15 センチポイズ、または 8 ~ 約 12 c P の粘度を有する。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

向上した相変化インク、より具体的には、制作 (production)、業務印刷 (transactions printing)、および包装に適する向上した印刷品質特性を有し、したがって、より強固なインクである相変化インクが依然として求められている。向上した磨耗耐性および紙に対する向上した接着性を有する相変化インクが依然として求められている。また、性能を高めると同時に、固体インクのコストを低減する必要性もある。

【0008】

前述のそれぞれの適切な成分および方法の様子を、本明細書中における開示のためにその実施形態中で選択することができる。

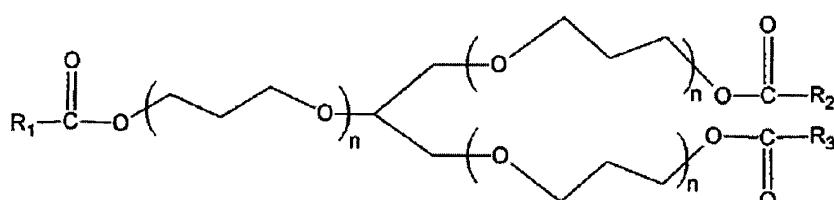
【課題を解決するための手段】

【0009】

本明細書中の実施形態で開示されるのは、次式に示す化合物である。

【0010】

【化 1】



【0011】

上記式中、R₁、R₂ および R₃ は、それぞれ、他とは独立して、(a) 直鎖および分枝のアルキル基を含むアルキル基 (ここで、該アルキル基、環式および非環式、置換および非置換のアルキル基中にはヘテロ原子が存在してもしなくてもよい)、(b) 置換および非置換のアリール基を含むアリール基 (ここで、該アリール基中にはヘテロ原子が存在してもしなくてもよい)、(c) 置換および非置換のアリールアルキル基を含むアリールアルキル基 (ここで、該アリールアルキル基のアルキル部分は、直鎖または分枝であっても、環式または非環式であっても、置換または非置換であってもよく、かつ該アリールアルキル基のアリール部分またはアルキル部分のどちらかにはヘテロ原子が存在してもしなくてもよい)、あるいは (d) 置換および非置換のアルキルアリール基を含むアルキルアリール基 (ここで、該アルキルアリール基のアルキル部分は、直鎖または分枝であっても、環式または非環式であっても、置換または非置換であってもよく、かつ該アルキルアリール基のアリール部分またはアルキル部分のどちらかにはヘテロ原子が存在してもしなくてもよい) であり、n は整数である。

10

20

30

40

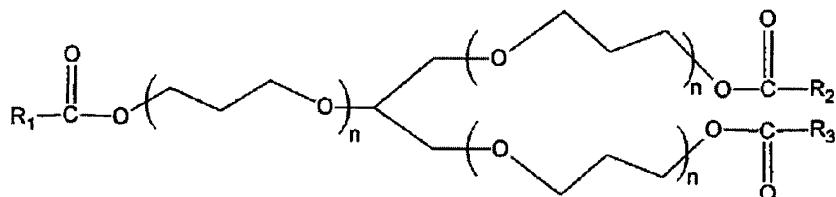
50

【0012】

本明細書中の実施形態でさらに開示されるのは、トリエステルを含む低粘度の官能化ワックスを含有するインクキャリアを含有する相変化インク組成物であり、ここで、いくつかの実施形態において、トリエステルは、次式に示すものである。

【0013】

【化2】



10

【0014】

上記式中、 R_1 、 R_2 および R_3 は、それぞれ、他とは独立して、アルキル基、アリール基、アリールアルキル基、またはアルキルアリール基であり、 n は、整数である。

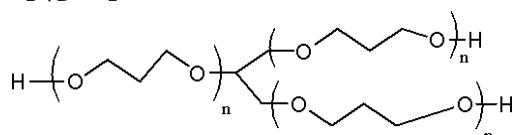
【0015】

さらに開示されるのは、以下に示す、プロポキシル化グリセロール（化3）とカルボン酸（化4）とを組み合わせて、低粘度トリエステル（化5）を形成する工程と、該低粘度トリエステルを、例えば低粘度のアミド、アルコールおよびエステルなどの任意に適用し得る適切な成分と組み合わせてインクキャリアを形成する工程と、を含むインクキャリアの形成方法である。

20

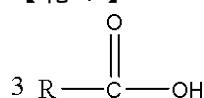
【0016】

【化3】



【0017】

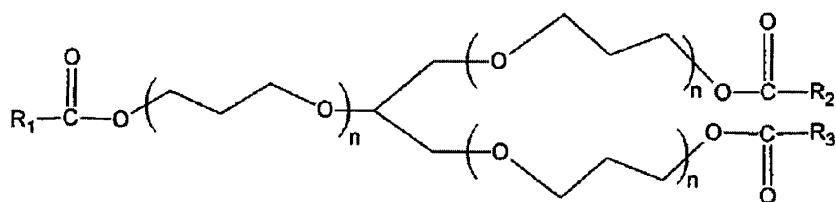
【化4】



30

【0018】

【化5】



40

【0019】

さらに開示されるのは、本明細書に記載するようなインクキャリアと着色剤とを組み合わせて相変化インクを形成する工程を含む、相変化インクの形成方法である。

【0020】

本明細書中で開示される相変化インクは、いくつかの実施形態において、より高価な染料の代わりにあまり高価でない顔料系着色剤 (pigment colorant) を用いて配合できる相変化インクを提供することをはじめとする利点を提供することができる。このことは、顔料をベースにした着色剤と相溶性のある (compatible) 成分を含めることによって達成される。本発明のインクキャリアは、いくつかの実施形態において、顔料と相互作用できる官能基を備えたより極性のあるインクビヒクルを提供する。本発明の官能化されたインク

50

ビヒクルは、いくつかの実施形態において、紙に対する向上した接着性をも提供することができる。一般に、官能化ワックスは、高い粘度を有し、インクジェット印刷機での主要ビヒクルとして使用できない。本発明の相変化インク組成物は、インクジェット印刷機で成功裏に採用できる低粘度の官能化ワックスを提供する。いくつかの実施形態において、これらの材料の低粘度は、星形状の構造のためである。さらに提供されるのは、再生可能な資源を採用し、それによって再生可能資源から誘導され、かつ環境に優しい方法を使用して合成される、使用するのが簡単で、低コストで、洗練され、かつ環境に優しいインクジェット成分を提供する相変化インク組成物である。いくつかの実施形態において、低粘度のトリエステルは、バイオディーゼル製造の副産物であるグリセロールから作られるブロポキシル化グリセロールを用いて調製される。

10

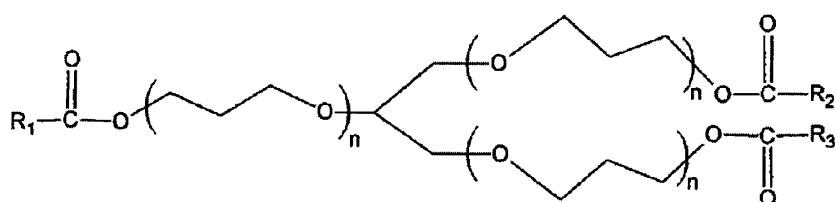
【発明を実施するための形態】

【0021】

本発明は、本明細書に記載の構造式を有するトリエステル、該トリエステルを含む低粘度の官能化ワックスを含有するインクキャリア(carrier、担体)を対象としている。ここで、いくつかの実施形態において、該トリエステルは、次式に示すものである。

【0022】

【化6】



20

【0023】

上記式中、R₁、R₂およびR₃は、それぞれ、独立して、アルキル基、アリール基、アリールアルキル基、またはアルキルアリール基であり、nは、整数であり、いくつかの実施形態において、nは、1～50、または4～20の整数である。本明細書の相変化インクは、上述のインクキャリアおよび着色剤を含有することができる。着色剤は、顔料化着色剤および染料をベースにした着色剤などの任意の適切な着色剤を含むことができる。

【0024】

30

いくつかの実施形態において、上記化6中、R₁、R₂およびR₃は、それぞれ互いに独立して、以下に示す(i)～(iv)のいずれかであってよい。

【0025】

(i)少なくとも20個、少なくとも30個、または少なくとも50個の炭素原子を有する、あるいは100個を超えない、80個を超えない、または60個を超えない炭素原子、あるいは25個の炭素原子を有する(炭素原子数はこれらの範囲を超えてよい)、直鎖状および分枝状のアルキル基、環式および非環式のアルキル基、置換および非置換のアルキル基などのアルキル基(ここで、該アルキル基中には、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもしなくてよい)。

【0026】

40

(ii)少なくとも6個、少なくとも12個、または18個を超えない炭素原子を有する(炭素原子数はこれらの範囲を超えてよい)、置換および非置換のアリール基などのアリール基(ここで、該アリール基中には、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもしなくてよい)。

【0027】

(iii)少なくとも7個、少なくとも20個、または100個を超えない炭素原子を有する(炭素原子数はこれらの範囲を超えてよい)、置換および非置換のアリールアルキル基などのアリールアルキル基(すなわち、R₁、R₂またはR₃が、アルキル置換基を有するアリール基である)(ここで、該アリールアルキル基のアルキル部分は、直鎖または分枝、環式または非環式、置換または非置換であることができ、かつ該アリールアル

50

キル基のアリールまたはアルキル部分のどちらかには、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもしなくてよい)。

【0028】

(i v) 少なくとも 7 個、少なくとも 20 個、または 100 個を超えない炭素原子を有する(炭素原子数はこれらの範囲を超えてよい)、置換および非置換のアルキルアリール基などのアルキルアリール基(すなわち、R₁、R₂ または R₃ が、アリール置換基を有するアルキル基である)(ここで、該アルキルアリール基のアルキル部分は、直鎖または分枝、環式または非環式、置換または非置換であることができ、かつ該アルキルアリール基のアリールまたはアルキル部分のどちらかには、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもしなくてよい)。

10

【0029】

ここで、置換されている場合には、置換されたアルキル基、アリールアルキル基、およびアルキルアリール基上の置換基は、ハロゲン原子、エーテル基、アルデヒド基、ケトン基、エステル基、アミド基、カルボニル基、チオカルボニル基、硫酸エステル基、スルホン酸エステル基、スルホン酸基、スルフィド基、スルホキシド基、ホスфин基、ホスホニウム基、リン酸エステル基、ニトリル基、メルカプト基、ニトロ基、ニトロソ基、スルホン基、アシル基、酸無水物基、アジド基、アゾ基、シアナト基、イソシアナト基、チオシアナト基、イソチオシアナト基、カルボン酸エステル基、カルボン酸基、ウレタン基、尿素基、これらの混合でよく、ここで、2つ以上の置換基は、互いに連結して環を形成してもよい。

20

【0030】

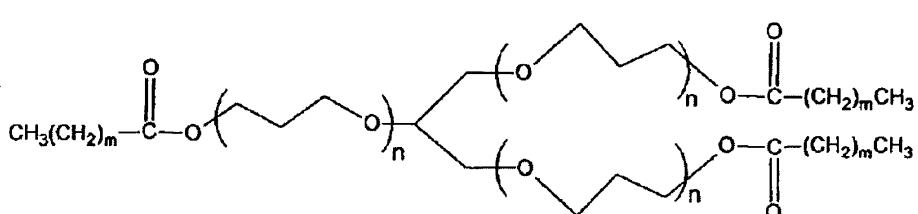
一実施形態において、R₁、R₂ および R₃ の中の少なくとも 1 つは、少なくとも 25 個の炭素原子を有するアルキル基であり、n は、1 ~ 50 の整数である。

【0031】

一実施形態において、R₁、R₂ および R₃ は、互いに同一である。別の実施形態において、R₁、R₂ および R₃ は、互いに同一であり、トリエステルは、次式に示すものである。

【0032】

【化7】



30

【0033】

上記式中、m は、21 であり、n は、5 である平均値を有する。

【0034】

別の実施形態において、m は、15 ~ 50 である平均値を有する整数であり、n は、5 ~ 17 である平均値を有する整数である。

40

【0035】

別の実施形態において、m は、21 であり、n は、17 である平均値を有する。具体的な実施形態において、トリエステルのカルボン酸部分は、ベヘン酸である。

【0036】

別の実施形態において、m は、21 である平均値、および 15 ~ 30 の範囲を有し、n は、5 である平均値を有する。

【0037】

別の実施形態において、m は、21 である平均値、および 15 ~ 30 の範囲を有し、n は、17 である平均値を有する。具体的な実施形態において、選択されるトリエステルのカルボン酸部分は、ベーカー・ペトロライト社 (Baker-Petrolite Corporation) から入

50

手できる炭素原子数 22 のカルボン酸、Unicid（登録商標）350 である。各鎖の末端に CH_3 が存在するので、mは、全炭素原子数よりも 1だけ小さいことに留意されたい。

【 0 0 3 8 】

別の実施形態において、mは、27である平均値、および20～40個の炭素原子の範囲を有し、nは、5である平均値を有する。

【 0 0 3 9 】

別の実施形態において、 m は、27である平均値、および20～40個の炭素原子の範囲を有し、 n は、17である平均値を有する。別の実施形態において、選択されるカルボン酸は、ベーカー・ペトロライト社から入手できる炭素原子数27のカルボン酸、Unicid（登録商標）425である。

【 0 0 4 0 】

別の例で、 m は、36である平均値、および34~40個の炭素原子の範囲を有し、 n は、5である平均値を有する。

【 0 0 4 1 】

別の実施形態において、カルボン酸は、炭素鎖の規定された分枝を有する飽和第1級カルボン酸(saturated primary carboxylic acid)であるIsocarb(登録商標)32である。

【 0 0 4 2 】

別の例において、mは、36である平均値、および34～40個の炭素原子の範囲を有し、nは、17である平均値を有する。具体的な実施形態において、選択されるカルボン酸は、炭素原子数37のカルボン酸、Unicid（登録商標）550である。

[0 0 4 3]

別の例において、 m は、34～50の範囲を有する47である平均値を有し、 n は、5である平均値を有する。

【 0 0 4 4 】

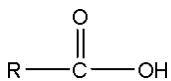
別の例において、mは、34～50の範囲を有する47である平均値を有し、nは、17である平均値を有する。別の実施形態において、選択されるカルボン酸は、入手可能な炭素原子数48のカルボン酸、Unicid(登録商標)700である。

[0 0 4 5]

本明細書中の低粘度トリエステルは、所望されるまたは適切な任意の方法で調製できる。いくつかの実施形態において、本明細書中のトリエステルは、下記で例示するように、約1分子の、次式に示す酸

[0 0 4 6]

【化 8】



【 0 0 4 7 】

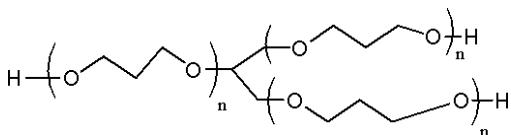
(上記式中、Rは、前にR₁、R₂およびR₃について定義した通りのアルキル基、アリール基、アリールアルキル基、またはアルキルアリール基である)と、

〔 0 0 4 8 〕

約 1 分子の、次式に示すプロポキシリ化グリセロール

【 0 0 4 9 】

【化 9】



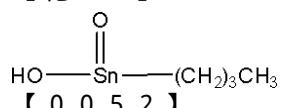
【 0 0 5 0 】

(上記式中、 n は整数であり、いくつかの実施形態で、 n は、1 ~ 50、または4 ~ 200 である)

0の整数である)とを、次式に示す錫触媒の存在下に、

【0051】

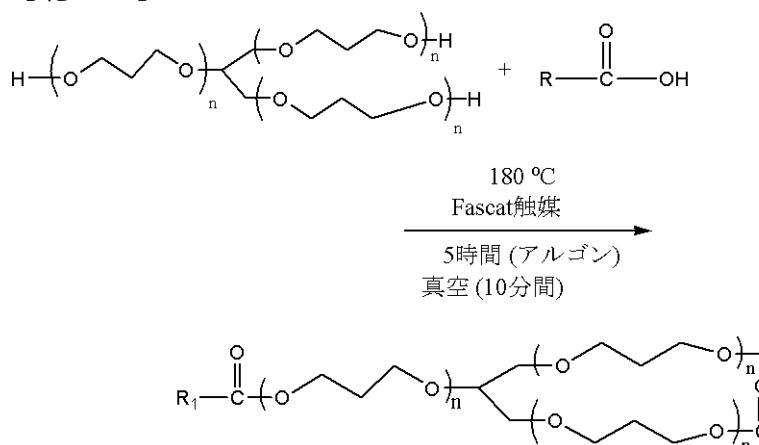
【化10】



非希釈条件下に(すなわち、溶媒不存在下に)高められた温度で、反応混合物から水を除去しながら反応させることによって調製して、次式に示すようなトリエステルを得ることができる。

【0053】

【化11】



【0054】

好都合なことに、該反応は、非希釈で行なうことができ、反応を環境に優しく、かつ費用効果の高い方法とすることができる。

【0055】

プロポキシル化グリセロールとしては、例えば、150～2000、または200～約1500、または266～100の分子量を有するものを挙げることができる。

【0056】

プロポキシル化グリセロールおよびカルボン酸は、不活性雰囲気下の反応容器に添加される。反応混合物は、例えば、100～120の温度まで、成分が溶融するまで、例えば0.25時間～0.4時間、攪拌しながら加熱される。次いで、昇温し、混合物を4～10時間攪拌する。次いで、真空にして水を除去する。次いで、生成物を例えば25まで冷却して、灰白色の固体を得る。場合によっては任意に、生成物を、適切な溶媒中で再結晶して精製することができる。適切な溶媒としては、限定はされないが、エタノール、トルエン、メタノール、プロパノール、またはこれらの混合物が挙げられる。

【0057】

いくつかの実施形態において、本明細書で使用されるプロポキシル化グリセロールは、再生可能な資源から誘導される。いくつかの実施形態において、プロポキシル化グリセロールは、バイオディーゼル製造からの相当量の副産物であるグリセロールから作られる。バイオディーゼルは、短鎖アルキル(メチルまたはエチル)エステルからなる非石油系ディーゼル燃料である。バイオディーゼルの典型的な製造方法は、植物油、アルコール、および水酸化ナトリウムを混合することを含むエステル交換による。グリセロールは、副産物として約10重量%の量で生じる。グリセロールは、バイオディーゼル製造の相当量の副産物であるので、重要な再生可能原料となりつつある。

【0058】

いくつかの実施形態において、本明細書の低粘度官能化トリエステルは、120の温度で3から100センチポイズ未満の、または120の温度で、3～50、または5～40または6～30、あるいは100センチポイズ未満の粘度を有する。

10

20

30

40

50

【0059】

いくつかの実施形態において、トリエステルは、66～120、または70を超える、または70～105、または110を超えない結晶化開始温度を有する。

【0060】

いくつかの実施形態において、トリエステルは、130未満、または120未満、または100未満の上限融点（すなわち、本質的に成分のすべてが液状である点）を有する。いくつかの実施形態において、トリエステルは、50または60の溶融ピークを有する（すなわち、溶融がほぼ半分終わる温度）。

【0061】

本明細書の相変化インク組成物は、適切なまたは所望される任意の方法によって、例えば、インクキャリアと着色剤とを組み合わせて相変化インクを形成することによって調製することができ、ここで、該インクキャリアは、本明細書に記載のトリエステルを含む低粘度官能化ワックスを含有する。

【0062】

低粘度官能化ワックスは、インク中に所望されるまたは有効な任意の量で存在し、いくつかの実施形態において、低粘度官能化ワックスは、インク組成物の大部分を、一実施形態では、インクの少なくとも30重量%、少なくとも40重量%、少なくとも50重量%、またはインクの80重量%以下、70重量%以下、または60重量%以下を構成するが、その量はこれらの範囲を超えてよい。

【0063】

インクビヒクルには、他の適切な任意のインクビヒクルを含めることができる。適切な成分としては、パラフィン、マイクロクリスタリンワックス、ポリエチレンワックス、エステルワックス、アミド、脂肪酸およびその他のワックス状材料、脂肪アミド含有材料、スルホンアミド材料、様々な天然資源から作られる樹脂状材料（トール油ロジンおよびロジンエステル）、ならびに多くの合成の樹脂、オリゴマー、ポリマーおよびコポリマーを挙げることができる。

【0064】

適切なアミドの例には、ジアミド、トリアミド、テトラアミド、環式アミドが含まれる。適切なトリアミドには、米国特許第6,860,930号に開示されているものが含まれる。適切なその他のアミドには、モノアミド、テトラアミド、これらの混合物をはじめとする脂肪アミドが含まれる。

【0065】

固体インク組成物中で使用できるその他の適切なキャリア材料には、イソシアネートに由来する樹脂およびワックス、例えば、ウレタンイソシアネートに由来する材料、尿素イソシアネートに由来する材料、ウレタン／尿素イソシアネートに由来する材料、これらの混合物が含まれる。

【0066】

適切なインクキャリア材料のさらなる例には、ベーカー・ペトロライト社から入手できるようなエチレン／プロピレンコポリマーが含まれる。このようなコポリマーの市販例には、例えば、P e t r o l i t e C P - 7 (数平均分子量Mn = 650)、P e t r o l i t e C P - 11 (Mn = 1,100)、P e t r o l i t e C P - 12 (Mn = 1,200)が含まれる。該コポリマーは、例えば、70～150、80～130、または90～120の融点、および500～4,000の分子量範囲(Mn)を有することができる。

【0067】

別なタイプのインクキャリア材料は、典型的には5～100個、20～80個、または30～60個の炭素原子を有し、天然に存在する炭化水素の精留によって一般には調製される、n-パラフィン系、分枝パラフィン系、および／またはナフテン系炭化水素、例えば、100～5,000、250～1,000、または500～800の分子量(Mn)を有するB E S Q U A R E 185およびB E S Q U A R E 195でよい。

10

20

30

40

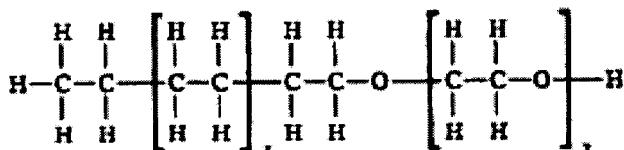
50

【0068】

典型的にはオレフィンの重合によって調製される高分枝炭化水素、例えば、V Y B A R (商標) 253 ($M_n = 520$)、V Y B A R (商標) 5013 ($M_n = 420$) をはじめとするベーカー・ペトロライト社から入手できる V Y B A R 材料も使用できる。インクビヒクルは、次に示す一般式を有するエトキシル化アルコールでもよい。

【0069】

【化12】



10

【0070】

上記式中、 x は、1 ~ 50、5 ~ 40、または 11 ~ 24 の整数であり、 y は、1 ~ 70、1 ~ 50、または 1 ~ 40 の整数である。該材料は、60 ~ 150、70 ~ 120、または 80 ~ 110 の融点、および 100 ~ 5,000、500 ~ 3,000、または 500 ~ 2,500 の範囲の分子量 (M_n) を有することができる。市販の例には、UNITHOX (登録商標) 420 ($M_n = 560$)、UNITHOX (登録商標) 450 ($M_n = 900$)、UNITHOX (登録商標) 480 ($M_n = 2,250$)、UNITHOX (登録商標) 520 ($M_n = 700$)、UNITHOX (登録商標) 550 ($M_n = 1,100$)、UNITHOX (登録商標) 720 ($M_n = 875$)、UNITHOX (登録商標) 750 ($M_n = 1,400$) が含まれる。

20

【0071】

さらなる例として、インクビヒクルは、例えば米国特許第 6,858,070 号に記載されているように、モノアミド、テトラアミド、これらの混合物などの脂肪アミドから作製できる。適切なモノアミドは、少なくとも 50、50 ~ 150 の融点を有することができるが、該融点はこれらの範囲を超えてよい。適切なモノアミドの具体例には、第 1 級モノアミドおよび第 2 級モノアミドが含まれる。ステアルアミド、ベヘンアミド / アラキドアミド (behenamide/arachidamide)、オレアミド、工業級オレアミド、およびエルカミドが、適切な第 1 級アミドのいくつかの例である。ベヘニルベヘンアミド、ステアリルステアルアミド、ステアリルエルカミド、エルシルエルカミド、オレイルパルミトアミド、およびエルシルステアルアミドが、適切な第 2 級アミドのいくつかの例である。さらなる適切なアミド材料には、N, N' - エチレンビスステアルアミド、オレイルパルミトアミド、N, N' - エチレンビスステルアミド、および N, N' - エチレンビスオレアミドが含まれる。

30

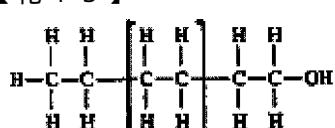
【0072】

さらなる成分としては、次に示す一般式の高分子量直鎖アルコールを挙げることができ、該成分を、インクビヒクルとして任意に使用することもできる（式中、 x は、1 ~ 50、5 ~ 35、または 11 ~ 23 の整数である）。

【0073】

40

【化13】



【0074】

これらの材料は、50 ~ 150、70 ~ 120、または 75 ~ 110 の融点、および 100 ~ 5,000、200 ~ 2,500、または 300 ~ 1,500 の範囲の分子量 (M_n) を有することができる。市販の例には、UNILIN (登録商標) 材料、例えば、UNILIN (登録商標) 425 ($M_n = 460$)、UNILIN (登録商標) 50

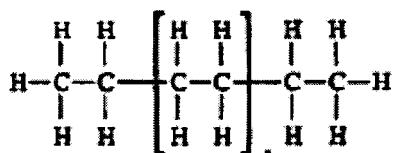
) 550 (Mn = 550)、UNILIN(登録商標)700 (Mn = 700)、および
一実施形態において、その粘度が噴射温度で非蒸留アルコールよりも5%~50%高くて
もよい蒸留アルコールが含まれる。

【0075】

さらなる例には、炭化水素をベースにしたワックス、例えば、次に示す一般式を有する
ポリエチレンホモポリマーが含まれる(式中、xは、1~200、5~150、または1
2~105の整数である)。

【0076】

【化14】



10

【0077】

これらの材料は、60~150、70~140、または80~130の融
点、および約100~約5,000、例えば、約200~約4,000、または400~
3,000の分子量(Mn)を有することができる。

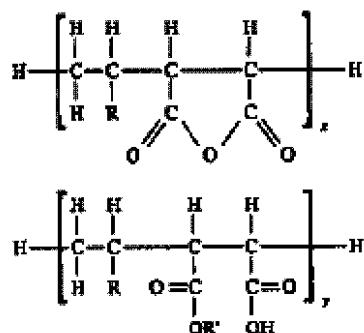
【0078】

さらなる例には、グラフト共重合によって調製され、次に示す一般式を有する、ポリオ
レフィンの修飾無水マレイン酸炭化水素付加物(式中、Rは、1~50、5~35、または
6~28個の炭素原子を有するアルキル基であり、R'は、エチル基、プロピル基、イ
ソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、または5~500、10~300、または20
~200個の炭素原子を有するアルキル基であり、xは、9~13の整数であり、yは、
1~50、5~25、または9~13の整数であり、50~150、60~120
、または70~100の融点を有する)；

20

【0079】

【化15】



30

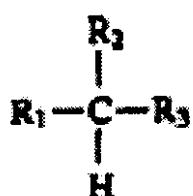
【0080】

および次に示す一般式の付加物が含まれる。

40

【0081】

【化16】



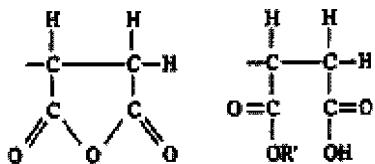
【0082】

50

上記式中、R₁ および R₃ は、炭化水素基であり、R₂ は、次に示す一般式の中のどちらか 1 つ、またはこれらの混合であり、ここで、R' は、イソプロピル基であり、該材料は、70 ~ 150、80 ~ 130、または 90 ~ 125 の融点を有する。

【0083】

【化17】



10

【0084】

相変化インクに適したインクビヒクルのさらなる例には、ロジンエステル；ポリアミド；ダイマー酸アミド；脂肪酸アミド；エポキシ樹脂；流動パラフィンワックス；流動マイクロクリスタリンワックス；フィッシャートロプシュワックス；ポリビニルアルコール樹脂；ポリオール；セルロースエステル；セルロースエーテル；ポリビニルピリジン樹脂；脂肪酸；脂肪酸エステル；ポリスルホンアミド；安息香酸エステル；フタル酸エステル可塑剤；クエン酸エステル可塑剤；マレイン酸エステル可塑剤；ジフェニルスルホン、n-デシルスルホン、n-アルニルスルホン、クロロフェニルメチルスルホンなどのスルホン；ポリビニルピロリジノンコポリマー；ポリビニルピロリドン / ポリ酢酸ビニルコポリマー；ノボラック樹脂；および蜜蠟、モンタン (montan) ワックス、カンデリラワックスなどの天然物ワックス；直鎖第1級アルコールの 6 ~ 24 個の炭素原子を有するような直鎖の長鎖アミドまたは脂肪酸アミドとの、例えば、モノヒドロキシステアリン酸プロピレングリコール、モノヒドロキシステアリン酸グリセロール、モノヒドロキシステアリン酸エチレングリコール、N(2-ヒドロキシエチル)-12-ヒドロキシスレアルアミド、N,N'-エチレンビス-12-ヒドロキシステアルアミド、N,N'-エチレンビスリシリノールアミドを含む混合物が含まれる。さらに、4 ~ 16 個の炭素原子を含む直鎖の長鎖スルホン、例えば、n-プロピルスルホン、n-ペンチルスルホン、n-ヘキシルスルホン、n-ヘプチルスルホン、n-オクチルスルホン、n-ノニルスルホン、n-デシルスルホン、n-ウンデシルスルホン、n-ドデシルスルホン、n-トリデシルスルホン、n-テトラデシルスルホン、n-ペントデシルスルホン、n-ヘキサデシルスルホンなどが、適切なインクビヒクル材料である。

20

【0085】

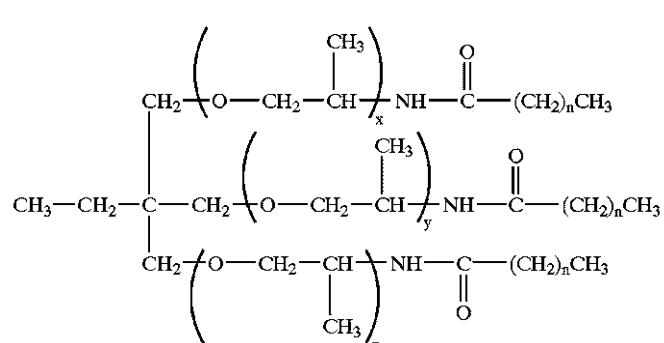
米国特許第 6,906,118 号に記載のインクビヒクルも使用できる。インクビヒクルは、米国特許第 6,860,930 号に記載されているような分枝トリアミドを含むことができる（一般式を以下に示す。式中、n は、34 から 40 以下の平均値を有し、x、y および z は、それぞれ 0 または整数であってよく、x、y および z の和は 5 ~ 6 以下である）。

30

【0086】

【化18】

40



50

【0087】

インクキャリア中には、フタル酸ベンジル、リン酸トリアリールエステル、テトラ安息香酸ペンタエリスリトール、アジピン酸ジアルキル、フタル酸ジアルキル、セバシン酸ジアルキル、フタル酸アルキルベンジル、モノステアリン酸エチレングリコール、モノステアリン酸グリセロール、モノステアリン酸プロピレングリコール、フタル酸ジシクロヘキシル、イソフタル酸ジフェニル、リン酸トリフェニル、イソフタル酸ジメチル、およびこれらの混合物などの可塑剤（固体または液体の可塑剤でよい）を含めることもできる。可塑剤は、インクキャリア中に、所望されるまたは有効な任意の量で、インクキャリアの少なくとも0.05重量%、1重量%、または2重量%の量で、インクキャリアの15重量%、10重量%、または5重量%以下の量で存在するが、その量はこれらの範囲を超えてよい。10

【0088】

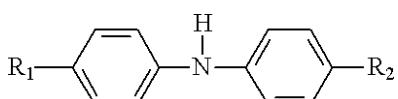
ヒンダードアミン系酸化防止剤は、インク中に所望されるまたは有効な任意の量で、インクキャリアの少なくとも0.001重量%、0.05重量%、0.10重量%の量で、またはインクキャリアの0.50重量%、0.25重量%、または0.15重量%以下の量で存在できるが、その量はこれらの範囲を超えてよい。

【0089】

適切なヒンダードアミン系酸化防止剤の例には、次に示す一般式を有するものが含まれる。

【0090】

【化19】



【0091】

上記式中、R₁およびR₂は、それぞれ互いに独立して、水素原子、またはアルキル基（直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、置換、および非置換のアルキル基を含む）でよく、ここで、該アルキル基中には、酸素、窒素、硫黄、ケイ素、リン、ホウ素などのヘテロ原子が存在してもしなくてもよく、少なくとも1個の炭素原子を有する一実施形態において、置換されているなら、その置換は、アルキルまたはフェニルであってよい。30

【0092】

ヒンダードフェノール系酸化防止剤を提供することもできる。一実施形態において、ヒンダードフェノールは、比較的高濃度で存在する。高濃度のヒンダードフェノール系酸化防止剤は、酸化開始それ自体を遅延させることによって長期熱安定性を最大化する。ヒンダードフェノール系酸化防止剤は、インク中に所望されるまたは有効な量で、一実施形態ではインクキャリアの少なくとも0.01重量%、0.5重量%、1.5重量%の量で、あるいはインクキャリアの4.0重量%以下、インクキャリアの3.0重量%、または2.5重量%の量で存在するが、その量は、これらの範囲を超えてよい。適切なヒンダードフェノール系酸化防止剤の具体例には、含まれる。これらのヒンダードフェノール系酸化防止剤の2種以上からなる混合物も採用できる。40

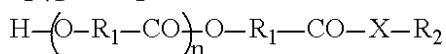
【0093】

インク中には、該インクビヒクル中に存在する顔料または代替粒子を分散しあつ安定化する目的で、分散剤が、所望されるまたは有効な任意の量で、例えば、インクキャリアの少なくとも 1×10^{-5} 重量%、 1×10^{-3} 重量%、または 5×10^{-1} 重量%の量で、あるいはインクキャリアの30重量%、20重量%、または10重量%以下の量で存在できるが、その量はこれらの範囲を超えてよい。適切なポリエステル系分散剤の例が、米国特許第3,996,059号中に開示されている。分散剤が次式に示すポリエステルである場合、式中の各R₁は、少なくとも8個の炭素原子、8~40個、または8~30個、または8~20個の炭素原子（その数はこれらの範囲を超えてよい）を含むアルキレン(alkylene)基、例えば、直鎖、分枝、飽和、不飽和、環式、置換、および非置換の50

アルキル(alkyl)基であり、置換されているなら、その置換は、(限定はされないが)ハロゲン原子、エーテル基、アルデヒド基、ケトン基、エステル基、アミド基、カルボニル基、チオカルボニル基、硫酸エステル基、スルホン酸エステル基、スルホン酸基、スルフィド基、スルホキシド基、ホスフィン基、ホスホニウム基、リン酸エステル基、ニトリル基、メルカプト基、ニトロ基、ニトロソ基、スルホン基、アシル基、酸無水物基、アジド基、アゾ基、シアナト基、イソシアナト基、チオシアナト基、イソチオシアナト基、カルボン酸エステル基、カルボン酸基、ウレタン基、尿素基、これらの混合であってよく、ここで、2つ以上の置換基は、互いに連結して環を形成してもよい。

【0094】

【化20】



10

【0095】

また、上記式中、Xは、(i)酸素原子、(ii)酸素または窒素原子を介してカルボニル基に結合される、少なくとも2個の炭素原子を有するアルキレン基であり；R₂は、(i)水素原子、(ii)第1、第2もしくは第3級アミン基、またはその酸との塩、あるいは第4級アンモニウム塩基であり；nは、基の反復数(number of repeating groups)を表す整数、例えば、2～20、または2～10である。

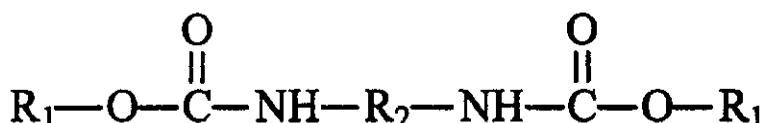
【0096】

別の部類の適切な分散剤には、酸化された合成または石油ワックスのウレタン誘導体、例えば、ベーカー・ペトロライト社から入手できる、次に示す一般式を有するものが含まれる。

20

【0097】

【化21】



30

【0098】

上記式中、R₁は、式CH₃(CH₂)_nを有するアルキル基であり、nは、5～200、10～150、または10～100の整数であり、R₂は、アリーレン基であり、これらのウレタン誘導体は、インクビヒクルとしても使用できる。これらの材料は、60～120、70～100、または70～90の融点を有することができる。

【0099】

適切な分散剤の他の例は、米国特許第6,858,070号に開示されているようなポリアルキレンコハク酸イミド分散剤である。適切なポリアルキレンコハク酸イミドおよびそれらの前駆体、およびそれらの製造法の例は、例えば、米国特許第3,172,892号、米国特許第3,202,678号、米国特許第3,280,034号、米国特許第3,442,808号、米国特許第3,361,673号、米国特許第3,172,892号、米国特許第3,912,764号、米国特許第5,286,799号、米国特許第5,319,030号、米国特許第3,219,666号、米国特許第3,381,022号、米国特許第4,234,435号、および欧州特許公開第0776963号に開示されている。

40

【0100】

インクキャリアには、ロジンエステル樹脂、その混合物などを含めることができる。ロジンエステル樹脂は、インクキャリア中に所望されるまたは有効な任意の量で、例えば、インクキャリアの少なくとも0.5重量%、2重量%または3重量%の量で、あるいはインクキャリアの20重量%、15重量%または10重量%以下の量で存在するが、その量

50

はこれらの範囲を超えてよい。

【0101】

インクキャリアは、調製された相変化インク中に所望されるまたは有効な任意の量で、インクの少なくとも 50 重量%、70 重量% または 90 重量% の量で、あるいはインクの 99 重量%、98 重量% または 95 重量% 以下の量で存在できるが、その量は、これらの範囲を超えてよい。

【0102】

1 つの具体的実施形態において、インクキャリアは、110 未満または 100 未満の融点を有するが、インクキャリアの融点は、これらの範囲を超えてよい。

【0103】

相変化インク組成物は、また、着色剤を含むことができる。該着色剤をインクビヒクリ中で溶解または分散することができるとの条件で、所望されるまたは効果的な任意の着色剤、例えば、染料、顔料、それらの混合物などを採用することができる。相変化キャリア組成物は、従来からの相変化インク用着色剤材料、例えば、カラーインデックス (C. I.) 溶剤染料、分散染料、修飾された酸性および直接染料、塩基性染料、硫化染料、建染染料 (Vat Dyes) などと組み合わせて使用できる。適切な染料の例には、ネオザポンレッド (Neozapon Red) 492 (ビーエーエスエフ社) ; オラソールレッド (Orasol Red) G (チバ・ガイギー社) ; ダイレクトブリリアントピンク (Direct Brilliant Pink) B (クロンプトン・アンド・ノウレス社 (Crompton & Knowles)) ; アイゼンスピロンレッド (Aizen Spilon Red) C - BH (保土ヶ谷化学) ; カヤノールレッド (Kayanol Red) 3 BL (日本化薬) ; レバノールブリリアントレッド (Levanol Brilliant Red) 3 BW (モバイ・ケミカル社 (Mobay Chemical)) ; レバデルムレモンイエロー (Levaderm Lemon Yellow) (モバイ・ケミカル社) ; スピリットファーストイエロー (Spirit Fast Yellow) 3 G ; アイゼンスピロンイエロー (Aizen Spilon Yellow) C - GNH (保土ヶ谷化学) ; シリューススープライエロー (Sirius Supra Yellow) GD 167 ; カルタソールブリリアントイエロー (Cartasol Brilliant Yellow) 4 GF (サンドズ社 (Sandoz)) ; ペルガソールイエロー (Pergasol Yellow) CGP (チバ・ガイギー社) ; オラソールブラック (Orasol Black) RL P (チバ・ガイギー社) ; サビニルブラック (Saviny Black) RLS (サンドズ社) ; デルマカルボン (Dermacarbon) 2 GT (サンドズ社) ; ピラゾールブラック (Pyrazol Black) BG (アイ・シー・アイ社 (ICI)) ; モルファストブラック (Morfast Black) CONC. A (モートン・チオコール社 (Morton-Thiokol)) ; ジアゾールブラック (Diaazol Black) RN Quad (アイ・シー・アイ社) ; オラソールブルー (Orasol Blue) GN (チバ・ガイギー社) ; サビニルブルー (Saviny Blue) GLS (サンドズ社) ; ルクソールブルー (Luxol Blue) MBSN (モートン・チオコール社) ; セブロンブルー (Sevron Blue) 5 GMF (アイ・シー・アイ社) ; バサシドブルー (Basacid Blue) 750 (ビーエーエスエフ社) 、ネオザポンブラック (Neozapon Black) X51 [C. I. ソルベントブラック、C. I. 12195] (ビーエーエスエフ社) ; スーダンブルー (Sudan Blue) 670 [C. I. 61554] (ビーエーエスエフ社) ; スーダンイエロー (Sudan Yellow) 146 [C. I. 12700] (ビーエーエスエフ社) ; スーダンレッド (Sudan Red) 462 [C. I. 26050] (ビーエーエスエフ社) ; クロンプトン・アンド・ノウレス社から市販されているイントラヘルムイエロー (Intratherm Yellow) 346 ; ビーエーエスエフ社から市販されている C. I. ディスパースイエロー (Disperse Yellow) 238 、ネプテューンレッドベース (Neptune Red Base) NB 543 (ビーエーエスエフ社、C. I. ソルベントレッド 49) 、ネオペンブルー (Neopen Blue) FF - 4012 ; アイ・シー・アイ社から市販されているランプロノールブラック (Lampronol Black) BR (C. I. ソルベントブラック 35) ; モートンモルプラスマゼンタ (Morton Morplas Magenta) 36 (C. I. ソルベントレッド 172) ; 米国特許第 6,221,137 号に開示されているような金属フタロシアニン着色剤が含まれる。米国特許第 5,621,022 号および米国特許第 5,231,135 号中に開示されているような高分子染料も使用できる。

10

20

30

40

50

【0104】

具体的実施形態において、本明細書の相変化インクキャリアは、顔料と相溶性のあるより極性のあるインクビヒクルを提供する低粘度官能化ワックスを含む。いくつかの実施形態において、本発明のインクキャリアは、高価な染料をあまり高価でない顔料着色剤で代替することを可能にする。

【0105】

適切な顔料の例には、バイオレットトナー (Violet Toner) V T - 8 0 1 5 ; パリオゲンバイオレット (Paliogen Violet) 5 1 0 0 ; パリオゲンバイオレット 5 8 9 0 ; パーマネントバイオレット (Permanent Violet) V T 2 6 4 5 ; ヘリオゲングリーン (Helio Green) L 8 7 3 0 ; アーガイルグリーン (Argyle Green) X P - 1 1 1 - S ; ブリリアントグリーントナー (Brilliant Green Toner) G R 0 9 9 1 ; リソールスカーレット (Lithol Scarlet) D 3 7 0 0 ; トルイジンレッド (Toluidine Red) ; 熱可塑性樹脂用スカーレット (Scarlet for Thermoplast) N S D P S P A ; E . D . トルイジンレッド ; リソールルビントナー (Lithol Rubine Toner) ; リソールスカーレット (Lithol Scarlet) 4 4 4 0 ; ボンレッド (Bon Red) C ; ローヤルブリリアントレッド (Royal Brilliant Red) R D - 8 1 9 2 ; オラセットピンク (Oracet Pink) R F ; パリオゲンレッド (Paliogen Red) 3 8 7 1 K ; パリオゲンレッド 3 3 4 0 ; リソールファストスカーレット (Lithol Fast Scarlet) L 4 3 0 0 ; ヘリオゲンブルー (Helio Green Blue) L 6 9 0 0 、 L 7 0 2 0 ; ヘリオゲンブルー K 6 9 0 2 、 K 6 9 1 0 ; ヘリオゲンブルー D 6 8 4 0 、 D 7 0 8 0 ; スーダンブルー (Sudan Blue) O S ; ネオペンブルー (Neopen Blue) F F 4 0 1 2 ; P V ファストブルー (Fast Blue) B 2 G 0 1 ; イルガライトブルー (Irgalite Blue) B C A ; パリオゲンブルー (Paliogen Blue) 6 4 7 0 ; スーダン (Sudan) I I I ; スーダン I I ; スーダンオレンジ (Sudan Orange) G ; スーダンオレンジ 2 2 0 ; パリオゲンオレンジ (Paliogen Orange) 3 0 4 0 ; オルソオレンジ (Ortho Orange) O R 2 6 7 3 ; パリオゲンイエロー (Paliogen Yellow) 1 5 2 、 1 5 6 0 ; リソールファストイエロー (Lithol Fast Yellow) 0 9 9 1 K ; パリオトールイエロー (Paliotol Yellow) 1 8 4 0 ; ノボパークイエロー (Novoperm Yellow) F G L ; パーマネントイエロー (Permanent Yellow) Y E 0 3 0 5 ; ルモゲンイエロー (Lumogen Yellow) D 0 7 9 0 ; スコ - イエロー (Suco-Yellow) L 1 2 5 0 ; スコ - イエロー D 1 3 5 5 ; スコファストイエロー (Suco Fast Yellow) D 1 3 5 5 、 D 1 3 5 1 ; ホスタパークピンク (Hostaperm Pink) E ; フアナルピンク (Fanal Pink) D 4 8 3 0 ; シンクアシアマゼンタ (Cinquasia Magenta) ; パリオゲンブラック (Paliogen Black) L 0 0 8 4 ; ピグメントブラック (Pigment Black) K 8 0 1 ; およびリーガル (Regal) 3 3 0 (登録商標) 、 カーボンブラック 5 2 5 0 、 およびカーボンブラック 5 7 5 0 などのカーボンブラックが含まれる。

【0106】

また、米国特許第 6 , 4 7 2 , 5 2 3 号、米国特許第 6 , 7 2 6 , 7 5 5 号、米国特許第 6 , 4 7 6 , 2 1 9 号、米国特許第 6 , 5 7 6 , 7 4 7 号、米国特許第 6 , 7 1 3 , 6 1 4 号、米国特許第 6 , 6 6 3 , 7 0 3 号、米国特許第 6 , 7 5 5 , 9 0 2 号、米国特許第 6 , 5 9 0 , 0 8 2 号、米国特許第 6 , 6 9 6 , 5 5 2 号、米国特許第 6 , 5 7 6 , 7 4 8 号、米国特許第 6 , 6 4 6 , 1 1 1 号、米国特許第 6 , 6 7 3 , 1 3 9 号、米国特許第 6 , 9 5 8 , 4 0 6 号、および米国特許第 7 , 0 5 3 , 2 2 7 号中に開示されている着色剤も適切である。

【0107】

着色剤は、所望される色彩または色相を得るために、相変化インク中に所望されるまたは有効な任意の量で、一実施形態ではインク組成物の少なくとも 0 . 1 重量 % または 0 . 2 重量 % で、一実施形態ではインク組成物の 1 5 重量 % を超えない、または 8 重量 % を超えない量で存在するが、その量はこれらの範囲を超えてよい。

【0108】

本明細書中で開示されるインク組成物は、一実施形態で、 1 3 0 、 1 2 0 、 1 1 0 50

または 100 以下の融点を有するが、その融点は、これらの範囲を超えてよい。

【0109】

本明細書に開示の方法によって調製されるインク組成物は、一般に、145、130、120、110 または 80 以下であり得る噴射温度（噴射温度は、これらの範囲を超えてよい）で、一実施形態において、30 センチポイズ（c p s）または 20 センチポイズ以下、あるいは 2 センチポイズ、3 センチポイズまたは 4 センチポイズ未満である溶融粘度を有するが、溶融粘度はこれらの範囲を超えてよい。

【0110】

本明細書中で開示されるインクは、直接印刷インクジェット法および間接（オフセット）印刷インクジェット用途のための装置中で採用できる。別の実施形態は、本明細書中で開示されるようなインクをインクジェット印刷装置に組み込むこと、該インクを溶融すること、および該溶融インクの小滴を記録基材上に画像様パターンで噴射させることを含む方法を対象とする。本明細書中で開示するように調製されたインクは、間接（オフセット）印刷インクジェット用途のための装置で採用できる。別の実施形態は、本明細書中で開示するようなインクをインクジェット印刷装置に組み込むこと、該インクを溶融すること、該溶融インクの小滴を中間転写部材上に画像様パターンで噴射すること、および該画像様パターンのインクを中間転写部材から最終記録基材に転写することを含む方法を対象とする。具体的な実施形態では、中間転写部材を、最終記録シートの温度を超えるか、かつ印刷装置中の溶融インクの温度よりも低い温度まで加熱する。1つの具体的な実施形態において、印刷装置は、インク小滴が、圧電振動素子の振動によって画像様パターンで噴射されることになる圧電印刷法を採用する。

【0111】

任意の適切な基材または記録シート、例えば、XEROX（登録商標）4024 紙などの普通紙、XEROX（登録商標）イメージシリーズ紙、コートランド（Courtland）4024 DP 紙、罫線入りノート紙、ボンド紙、シャープ社のシリカ被覆紙などのシリカ被覆紙、十條紙、ハンマーミル（Hammermill）レーザプリント紙など、透明材料、織物、纖維製品、プラスチック、ポリマーフィルム、金属などの無機基材、および木材などを採用できる。

【実施例】

【0112】

（実施例 1 ~ 9）

一連のトリエステル、すなわち表 1 に示す実施例 1 ~ 9 は、次の典型的手順を使用して合成した。プロポキシル化グリセロール（10.14 wt %、35.47 g、分子数（M_n）～266、ウィスコンシン州ミルオーキーのシグマ・アルドリッヂ・ファインケミカル社（Sigma-Aldrich Fine Chemical）から）、Unicid（登録商標）550（89.86 wt %、314.35 g、テキサス州シュガーランドのベーカー・ペトロライト社から入手できるカルボン酸）および Fascat（登録商標）4100（0.1 wt %、0.35 g、ペンシルバニア州フィラデルフィアのアルケマ（Arkema）社から入手できるブチル錫酸触媒）を、4 N の蓋を有し、機械式攪拌機、熱電対、ディーンスタークトラップを備えた 1 リットルの反応釜に不活性雰囲気下で仕込んだ。反応混合物を、すべての成分を溶融しながら 100 まで加熱し、攪拌を開始し、そして温度を 180 まで昇温した。混合物を 180 で 5 時間攪拌し、その間に若干の水を捕集した。真空を 10 分間印加し、すべての水を除去し、真空を止め、不活性雰囲気で置換し、加熱を停止した。生成物を、120 まで冷却し、アルミニウム皿に注ぎ、室温まで冷却して灰白色の固体を得た。フーリエ変換赤外分光法（FT-IR）を使用して生成物を評価した。FT-IR は、エステルの存在を示す 1738 cm⁻¹ にピークを示した。複合粘度を、コーン・プレート形状（50 mm）の Rheometrics Fluid Spectrometer RFS3 を用い、120 で低から高の剪断速度を使用して測定し、結果を表 1 に報告する。

【0113】

10

20

30

40

50

表1に示す一連のトリエステルを、上述の手順を使用して合成した。これらは、比較的低い粘度を有する高分子量の官能化ワックスである。クラリアント社(Clariant)の酸性ワックス(例えば、Licowax)のような市販の官能化ワックスは、より低い分子量(C22~28)および比較的高い粘度(120で14センチポイズ(cps))を有する。モンタン酸ワックスは、100で約30cpsの粘度を有する。低い粘度のために、これらのトリエステルは、本発明の固体インク中の主要成分として使用できる。

【0114】

実施例2、3、4および7のトリエステルは、硬質材料であり、かつ蒸留ポリエチレンワックス500よりも脆性が小さい。

【0115】

【表1】

低粘度トリエステル

トリエステル 実施例番号	フロボキル化 グリセロール		カルボン酸		120°C での 粘度 (cps)	DSCの結果(℃)			
	Mn	Wt %	R	Wt %		結晶化 開始温度	結晶化 ピーク温度	溶融 ピーク温度	溶融 終末温度
1	266	15	Unicid®* 350 (~C22)	85	7.83	77.42	50.25	60.16	92.78
2	266	12.82	Unicid®* 425 (~C28)	87.18	11.86	85.78	72.55	80.5	105.57
3	266	10.14	Unicid®* 550 (~C37)	89.86	17.16	93.76	90.77	85.55	106.38
4	266	7.9	Unicid®* 700 (~C48)	93.1	23.26	98.41	91.93	97.57	112.22
5	266	14.91	Isocarb®* 32(分枝 C32カルボ ン酸)	85.09	5.83	---	---	---	---
6	1000	40	Unicid®* 350	60	8.24	---	---	---	---
7	1000	24.4	Unicid®* 700	75.6	21.77	99.57	90.97	97.12	114.93
8	1000	31.95	Unicid®* 425	68.05	11.7	92.57	78.06	72.89	101.44
9	266	20.6	ベヘン酸 (C22カル ボン酸)	79.4	6.7	---	---	---	---

* ®は、登録商標を示す。

【0116】

(実施例10~14)

表2のインク組成物を、150mLガラスビーカーの2アリコート(2 aliquots)中で、インク実施例2について本明細書に重量部で記載した通りのそれぞれの成分量；すなわち、実施例2のトリエステル(55.58wt%、27.79g)、ベヘン酸ベヘニル(22.43wt%、11.21g、コネティカット州ウォータータウンのコスター・ケウネン社(Koster Keunen)から入手したKesterワックス)、ステアリルステアルア

10

20

30

40

50

ミド(9.75wt%、4.88g、ケムチュラ社(Chemtura)から入手できるS-180)、米国特許第6,860,930号の実施例IIに記載のように調製されたトリアミド樹脂(9.75wt%、4.88g)を添加することによって調製した。材料を、オーブン中、約120°の温度で約1時間一緒に溶融し、120°に設定されたTelemedel 40CTで制御された反応ブロック(ミュンヘンのハー・プラス・ペー・ラボアテヒニク社(H+P Labortechnik)製)に移した。混合物を、約300rpmで約2時間攪拌した。次いで、この混合物に、ソルベントレッド(Solvent Red)49(ビーエースエフ社)(2.5wt%、1.25g)を添加した。インクを、さらに3時間攪拌し、次いで、120°で、6psig(ゲージ圧で6psi)に加圧した0.45μmのParker(登録商標)ディスクフィルターを通して濾過した。濾過した相変化インクを、アルミニウムの型に注いで固化させて、インクスティックを形成した。インクを、コーン・プレート形状(50mm)のRheometrics Fluid Specrometer RFS3を用いてレオロジーを測定することによって特徴付けた。

【0117】

【表2】

インク組成物

成分	インク実施例1 wt%	インク実施例2 wt%	インク実施例3 wt%	インク実施例4* wt%	インク実施例5* wt%
実施例1の トリエステル	97.50	---	---	---	---
実施例2の トリエステル	---	55.58	51.00	82.35	---
実施例3の トリエステル	---	---	---	---	72.35
ベンゼン酸ベニル (Kester ワックス)	---	22.43	27.00	---	---
高MW 直鎖アルコール (Unilin®*425)	---	---	---	15	25
ステアリル ステアルアミド	---	9.75	9.75	---	---
トリアミド樹脂 ¹	---	9.75	9.75	---	---
Naugard®*445	---	---	---	0.15	0.15
Solvent Red 49(BASF社)	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50
合計	100	100.01	100	100	100
120°Cでの粘度 (cps)(濾過後)	10.34	10.58	9.70		

* ®は、登録商標を示す。

* インク実施例4および5は、予言的実施例である。

¹ 米国特許第6,860,930号に記載のように調製されたトリアミド樹脂。

【0118】

実施例1、2および3のインクを、XEROX(登録商標)PHASER(登録商標)860ソリッドインクプリンターを使用して紙に直接噴射し、光沢処理し、折り曲げた(

10

20

30

40

50

folded)。印刷の結果を表3に示す。

【0119】

【表3】

	PHASER° 860 マゼンタインク (紙へ直接)	インク実施例3
噴射温度	112°C	125°C
60°C光沢	22.5	19.5
折り曲げ(しわ)	0.38%	0.37%

10

【0120】

インク実施例3は、紙に直接印刷されたXEROX(登録商標)PHASER(登録商標)860マゼンタインクのそれに匹敵する光沢およびしわ(crease)を有した。

フロントページの続き

(72)発明者 キャロリン エム トゥレク
カナダ オンタリオ ミッシソーガ ラスバーン ロード イースト 405-1360

(72)発明者 クリストファー エイ ワグナー
カナダ オンタリオ エトビコーケ ゴルフ クレスト ロード 28

(72)発明者 シー ジョフェリー アレン
カナダ オンタリオ ウォーターダウン ヘルスフィールド クレッセント 8

審査官 桜田 政美

(56)参考文献 特開2002-256189(JP,A)

特開平11-100537(JP,A)

特開2006-169525(JP,A)

特開2001-064556(JP,A)

特表2008-502780(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

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

C 0 9 D 1 1 / 1 0

B 4 1 M 5 / 0 0

C 0 9 D 1 1 / 3 0