



(10) **DE 10 2014 210 120 A1** 2014.12.04

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2014 210 120.4**

(22) Anmeldetag: **27.05.2014**

(43) Offenlegungstag: **04.12.2014**

(51) Int Cl.: **C09D 11/34 (2014.01)**

(30) Unionspriorität:

13/909,975 **04.06.2013** **US**

(71) Anmelder:

Xerox Corporation, Norwalk, Conn., US

(74) Vertreter:

**Grünecker, Kinkeldey, Stockmair &
Schwanhäusser, 80802 München, DE**

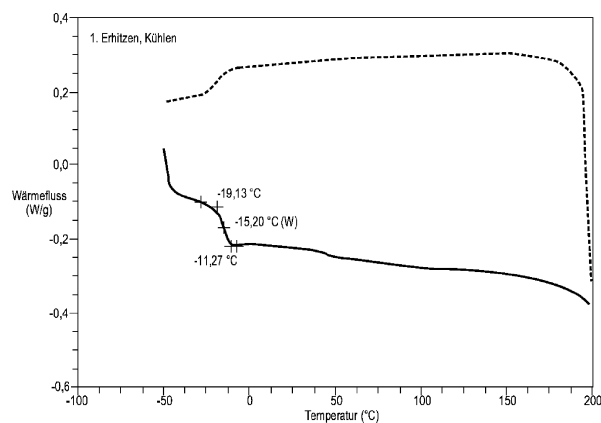
(72) Erfinder:

**Morimitsu, Kentaro, Mississauga, Ontario, CA;
Goredema, Adela, Mississauga, Ontario, CA;
Chopra, Naveen, Oakville, Ontario, CA**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **MISCHUNGEN AUS WEINSÄUREESTER UND ZITRONENSÄUREESTER ALS AMORPHE MATERIALIEN FÜR PHASENÜBERGANGS-DRUCKFARBEN**

(57) Zusammenfassung: Die Offenbarung stellt amorphe Materialien bereit, die Mischungen aus Weinsäureester und Zitronensäureester umfassen, die sich für Phasenübergangs-Druckfarben eignen.



Beschreibung

[0001] Die vorliegenden Ausführungsformen beziehen sich auf amorphe Materialien, die sich zur Verwendung bei Phasenübergangs-Druckfarben eignen, wobei die amorphen Materialien einen Weinsäureester und einen Zitronensäureester umfassen.

[0002] Feste Druckfarben umfassen Phasenübergangs-Druckfarbenzusammensetzungen, die dadurch gekennzeichnet sind, dass sie bei Raumtemperatur (z. B. 20–27 °C) fest und bei einer erhöhten Temperatur, bei der die geschmolzene Druckfarbe auf ein Substrat angewandt wird, geschmolzen sind, ohne jedoch darauf beschränkt zu sein. Diese Phasenübergangs-Druckfarbenzusammensetzungen können für den Tintenstrahl-druck verwendet werden.

[0003] Tintenstrahl-druckprozesse können Druckfarben verwenden, die bei Raumtemperatur fest und bei erhöhten Temperaturen flüssig sind. Solche Druckfarben können als feste Druckfarben, Hot-Melt-Druckfarben, Phasenübergangs-Druckfarben und dergleichen bezeichnet werden. Bei Piezotintenstrahl-druckprozessen, bei denen Hot-Melt-Druckfarben verwendet werden, wird die Phasenübergangs-Druckfarbe durch die Heizeinheit in der Druckvorrichtung geschmolzen und als Flüssigkeit auf ähnliche Weise wie beim herkömmlichen Piezotintenstrahl-druck verwendet (strahlausgestoßen). Bei Kontakt mit dem Druckaufzeichnungsmedium verfestigt sich die geschmolzene Druckfarbe schnell, wodurch ermöglicht wird, dass der Farbstoff im Wesentlichen auf der Oberfläche des Aufzeichnungsmedium bleibt und nicht durch Kapillarwirkung in das Aufzeichnungsmedium (z. B. Papier) getragen wird, wodurch eine höhere Druckdichte möglich wird als mit flüssigen Druckfarben im Allgemeinen erhalten wird. Die Vorteile einer Phasenübergangs-Druckfarbe beim Tintenstrahl-druck sind somit das Umgehen eines potenziellen Verschüttens von Druckfarbe während der Handhabung, eine große Bandbreite an Druckdichte und -qualität, minimales Welligwerden oder Verzerren von Papier und Ermöglichung von unendlich langen drucklosen Zeiträumen, ohne dass die Gefahr eines Verstopfens von Düsen besteht, sogar wenn die Düsen nicht verschlossen werden.

[0004] Im Allgemeinen sind Phasenübergangs-Druckfarben (manchmal auch als "Hot-Melt-Druckfarben" bezeichnet) bei Umgebungstemperatur in der festen Phase, liegen aber bei der erhöhten Betriebstemperatur einer Tintenstrahl-druckvorrichtung in der flüssigen Phase vor. Bei der Strahlausstoßtemperatur werden Tropfen flüssiger Druckfarbe aus der Druckeinheit ausgestoßen und wenn die Druckfarbentropfen die Oberfläche des Aufzeichnungsmediums direkt oder über ein erhitztes Zwischenübertragungsband oder eine erhitzte Zwischenübertragungstrommel berühren, verfestigen sich diese schnell, um ein vorab festgelegtes Muster verfestigter Druckfarbentropfen zu bilden.

[0005] Phasenübergangs-Druckfarben für den Farbdruk umfassen für gewöhnlich eine Phasenübergangs-Druckfarbenträgerzusammensetzung, die mit einem mit Phasenübergangs-Druckfarbe kompatiblen Farbstoff kombiniert ist. Bei einer spezifischen Ausführungsform kann eine Reihe von farbigen Phasenübergangs-Druckfarben durch Kombinieren von Druckfarbenträgerzusammensetzungen mit kompatiblen subtraktiven Grundfarbstoffen gebildet werden. Die subtraktiven farbigen Phasenübergangs-Grunddruckfarben können vier Komponentenfärbemittel oder -pigmente umfassen, nämlich Cyan, Magenta, Gelb und Schwarz, auch wenn die Druckfarben nicht auf diese vier Farben beschränkt sind. Diese subtraktiven farbigen Grunddruckfarben können gebildet werden, indem ein einzelnes Färbemittel oder Pigment oder eine Mischung von Färbemitteln oder Pigmenten verwendet wird. Beispielsweise kann Magenta unter Verwendung einer Mischung von roten Solvensfärbemitteln erhalten werden oder zusammengesetztes Schwarz kann durch Vermischen mehrerer Färbemittel erhalten werden.

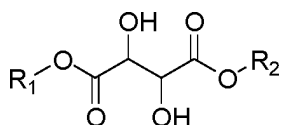
[0006] Phasenübergangs-Druckfarben sind für Tintenstrahl-drucker wünschenswert, da sie während des Transports, der Langzeitlagerung und dergleichen bei Raumtemperatur in der festen Phase bleiben. Darüber hinaus werden die Probleme in Zusammenhang mit dem Verstopfen von Düsen infolge von Druckfarbenverdampfung bei flüssigen Tintenstrahl-druckfarben größtenteils umgangen, wodurch die Zuverlässigkeit des Tintenstrahl-drucks verbessert wird. Darüber hinaus verfestigen sich die Tropfen bei Phasenübergangs-Tintenstrahl-druckern, bei denen die Druckfarbentropfen direkt auf das finale Aufzeichnungsmedium (z. B. Papier, Transparenzmaterial und dergleichen) aufgetragen werden, bei Kontakt mit dem Aufzeichnungsmedium sofort, so dass das Wandern von Druckfarbe entlang des Druckmediums verhindert und die Punktqualität verbessert wird.

[0007] Auch wenn die obige herkömmliche Phasenübergangs-Druckfarbentechnologie bei der Herstellung von lebendigen Bildern erfolgreich ist und Wirtschaftlichkeit in Bezug auf Strahlnutzung und Substratbreite auf porösen Papieren bereitstellt, ist eine solche Technologie bei beschichteten Substraten bislang nicht zufrieden-

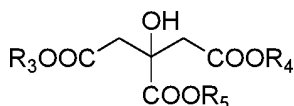
stellend. Auch wenn bekannte Zusammensetzungen und Prozesse für ihre jeweiligen Zwecke geeignet sind, besteht somit weiterhin ein Bedarf an einem weiteren Mittel für die Bildung von Bildern oder für das Drucken auf beschichtete Papiersubstrate. Es besteht als solches ein Bedarf daran, alternative Zusammensetzungen für Phasenübergangs-Druckfarbenzusammensetzungen und künftige Drucktechnologien zu finden, um Kunden ausgezeichnete Bildqualität auf allen Substraten zu bieten, darunter das Auswählen und Identifizieren unterschiedlicher Klassen von Materialien, die sich zur Verwendung als wünschenswerte Druckfarbenkomponenten eignen.

[0008] Gemäß hier veranschaulichten Ausführungsformen wird ein amorphes Material zur Verwendung als Komponente einer Phasenübergangs-Druckfarbe bereitgestellt, wobei das amorphe Material eine Mischung aus einem Weinsäureester; und einem Zitronensäureester umfasst, wobei das amorphe Material eine Glasübergangstemperatur von ungefähr $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis ungefähr $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ hat.

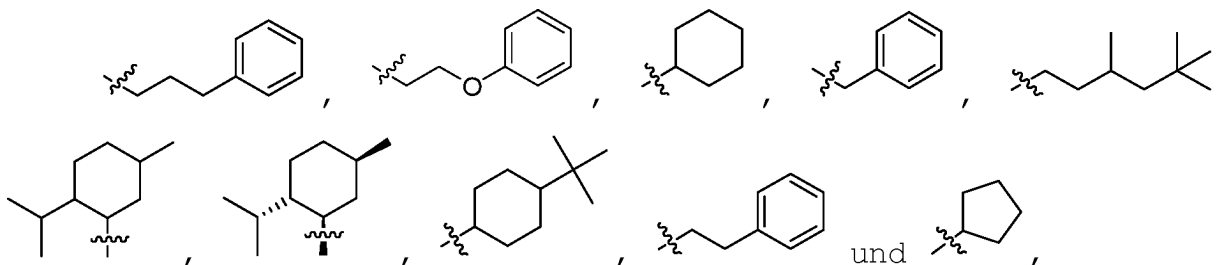
[0009] Insbesondere stellen die vorliegenden Ausführungsformen amorphes Material zur Verwendung als Komponente einer Phasenübergangs-Druckfarbe bereit, wobei das amorphe Material eine Mischung aus einem Ester von Weinsäure mit einer folgenden Formel:



wobei R_1 und R_2 jeweils unabhängig eine Alkyl-, Aryl- oder Heteroarylgruppe sind, und darüber hinaus wobei das Weinsäurerückgrat aus L-(+)-Weinsäure, D-(-)-Weinsäure, DL-Weinsäure, meso-Weinsäure und Mischungen davon ausgewählt ist; und einem Zitronensäureester umfasst, der eine folgende Formel hat:



wobei R_3 , R_4 und R_5 jeweils unabhängig aus der Gruppe ausgewählt sind, bestehend aus



wobei die amorphe Komponente eine Glasübergangstemperatur von ungefähr $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis ungefähr $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ hat. Bei weiteren Ausführungsformen wird ein amorphes Material zur Verwendung als Komponente einer Phasenübergangs-Druckfarbe bereitgestellt, wobei das amorphe Material eine Mischung aus einem Weinsäureester, der aus der Gruppe ausgewählt ist, bestehend aus Dibenzyl-L-tartrat, Diphenethyl-L-tartrat, Bis(3-phenyl-1-propyl)-L-tartrat, Bis(2-phenoxyethyl)-L-tartrat, Diphenyl-L-tartrat, Bis(4-methylphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxyphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methylbenzyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxybenzyl)-L-tartrat, Dicyclohexyl-L-tartrat, Bis(4-tert-butylcyclohexyl)-L-tartrat und beliebigen Stereoisomeren oder Mischungen davon, und aus einem Zitronensäureester umfasst, der aus der Gruppe ausgewählt ist, bestehend aus Tris(3-phenylpropyl)citrat, Tris(2-phenoxyethyl)citrat, Tricyclohexylcitrat, Tribenzylcitrat, Tris(3,5,5-trimethylhexyl)citrat, Tri-DL-menthylcitrat, Tri-L-menthylcitrat, Tris(4-tert-butylcyclohexyl)citrat, Tris(2-phenylethyl)citrat, Tricyclopentylcitrat und Mischungen davon, wobei die amorphe Komponente eine Glasübergangstemperatur von ungefähr $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis ungefähr $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ aufweist.

[0010] Fig. 1 zeigt Daten einer dynamischen Differenzkalorimetrie (DDK) zu einem amorphen Material, die die amorphen Eigenschaften gemäß den vorliegenden Ausführungsformen (die DDK-Daten wurde mit einem Q1000 Differential Scanning Calorimeter (TA Instruments) bei einer Rate von $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ von -50 auf 200 auf $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ bestätigen).

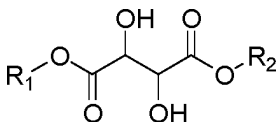
[0011] Fig. 2 ist ein Graph, der Rheologiedaten zu amorphen Materialien gemäß den vorliegenden Ausführungsformen zeigt; und

[0012] Fig. 3 ist ein Graph, der Rheologiedaten zu Druckfarbenproben zeigt, die amorphe Materialien umfassen und gemäß den vorliegenden Ausführungsformen hergestellt wurden.

[0013] Die vorliegenden Ausführungsformen stellen ein Material als eine amorphe Komponente einer Phasenübergangs-Druckfarbe bereit, das eine Mischung aus (1) einem Weinsäureester und (2) einem Zitronensäureester im Allgemeinen in einem Mol.-%-Verhältnis von ungefähr 10:90 bis ungefähr 90:10 umfasst. Bei spezifischeren Ausführungsformen ist das Mol.-%-Verhältnis des Weinsäureesters zum Zitronensäureester ungefähr 15:85 bis ungefähr 85:15 oder ungefähr 20:80 bis ungefähr 80:20 oder ungefähr 25:75 bis ungefähr 75:25.

[0014] Im Allgemeinen zeigt das amorphe Material der vorliegenden Ausführungsformen typische amorphe Charakteristika. Beispielsweise kann das amorphe Material eine Glasübergangstemperatur (T_g) von ungefähr $-20\text{ }^\circ\text{C}$ bis ungefähr $50\text{ }^\circ\text{C}$, ungefähr $-17\text{ }^\circ\text{C}$ bis ungefähr $40\text{ }^\circ\text{C}$ oder ungefähr $-15\text{ }^\circ\text{C}$ bis ungefähr $30\text{ }^\circ\text{C}$ aufweisen.

[0015] Das amorphe Material kann zwar eine relativ geringe Viskosität (< 200 Centipoise (cPs) oder ungefähr 1 bis ungefähr 200 cPs oder ungefähr 5 bis ungefähr 150 cPs) nahe der Strahlausstoßtemperatur ($\leq 140\text{ }^\circ\text{C}$ oder ungefähr 100 bis ungefähr $140\text{ }^\circ\text{C}$ oder ungefähr 105 bis ungefähr $140\text{ }^\circ\text{C}$), aber eine sehr hohe Viskosität ($> 10^5$ cPs) bei Raumtemperatur zeigen. Der im amorphen Material der vorliegenden Ausführungsformen vorhandene Weinsäureester kann die folgende Formel aufweisen:

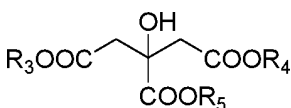


wobei R_1 und R_2 jeweils unabhängig eine Alkyl-, Aryl- oder Heteroarylgruppe sind. Die Alkylgruppe kann gerade, verzweigt oder cyclisch, gesättigt oder ungesättigt, substituiert oder unsubstituiert sein und ungefähr 1 bis ungefähr 40 Kohlenstoffatome oder ungefähr 1 bis ungefähr 20 Kohlenstoffatome aufweisen. Die Alkylgruppe kann mit einer oder mehreren Aryl- oder Heteroarylgruppen substituiert sein. Die Aryl- oder Heteroarylgruppe von R_1 und R_2 kann substituiert oder unsubstituiert sein. Die Aryl- oder Heteroarylgruppe kann ungefähr 4 bis ungefähr 40 Kohlenstoffe oder ungefähr 5 bis ungefähr 20 Kohlenstoffe aufweisen. Das Weinsäurerückgrat kann aus L-(+)-Weinsäure, D-(-)-Weinsäure, DL-Weinsäure oder meso-Weinsäure und Mischungen davon ausgewählt sein. Bei einer Ausführungsform können R_1 und R_2 jeweils eine Alkylgruppe sein. Bei einer spezifischen Ausführungsform können R_1 und R_2 jeweils eine Cyclohexylgruppe sein.

[0016] Bei spezifischen Ausführungsformen kann der Weinsäureester Dibenzyl-L-tartrat, Diphenethyl-L-tartrat, Bis(3-phenyl-1-propyl)-L-tartrat, Bis(2-phenoxyethyl)-L-tartrat, Diphenyl-L-tartrat, Bis(4-methylphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxyphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methylbenzyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxybenzyl)-L-tartrat, Dicyclohexyl-L-tartrat, Bis(4-tert-butylcyclohexyl)-L-tartrat und beliebige Stereoisomere und Mischungen davon sein.

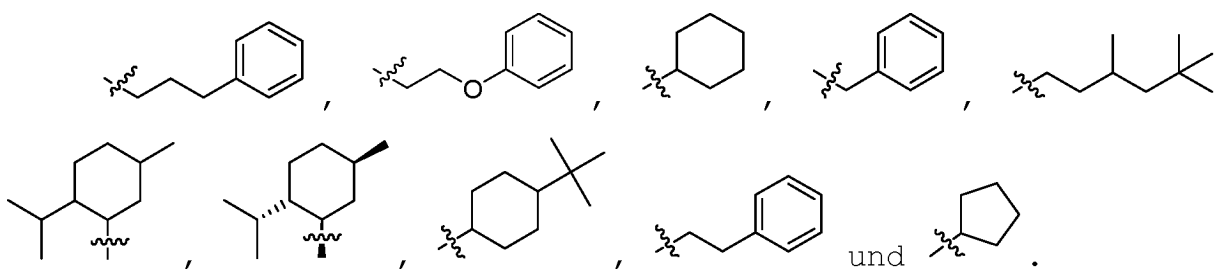
[0017] Der Weinsäureester kann mithilfe einer Veresterungsreaktion von Weinsäure synthetisiert werden.

[0018] Der im amorphen Material der vorliegenden Ausführungsformen vorhandene Zitronensäureester kann die folgende Formel aufweisen:



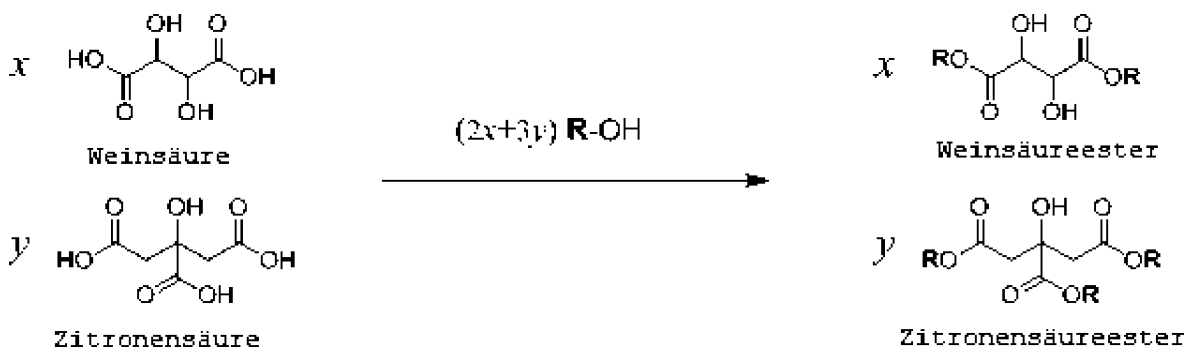
wobei R_3 , R_4 und R_5 jeweils unabhängig Alkyl, Aryl oder Heteroaryl sind. Die Alkylgruppe kann gerade, verzweigt oder cyclisch, gesättigt oder ungesättigt, substituiert oder unsubstituiert sein und ungefähr 1 bis ungefähr 40 oder ungefähr 1 bis ungefähr 20 Kohlenstoffatome aufweisen. Die Alkylgruppe kann mit einer oder mehreren Aryl- oder Heteroarylgruppen substituiert sein. Die Aryl- oder Heteroarylgruppe von R_3 , R_4 und R_5 kann substituiert oder unsubstituiert sein. Die Aryl- oder Heteroarylgruppe kann ungefähr 4 bis ungefähr 40 Kohlenstoffe oder ungefähr 5 bis ungefähr 20 Kohlenstoffe aufweisen. Bei einer Ausführungsform können R_3 , R_4 und R_5 jeweils eine Alkylgruppe sein. Bei einer spezifischen Ausführungsform können R_3 , R_4 und R_5 jeweils

eine Cyclohexylgruppe sein. Bei gewissen Ausführungsformen können R_3 , R_4 und R_5 jeweils unabhängig aus der Gruppe ausgewählt sein, bestehend aus



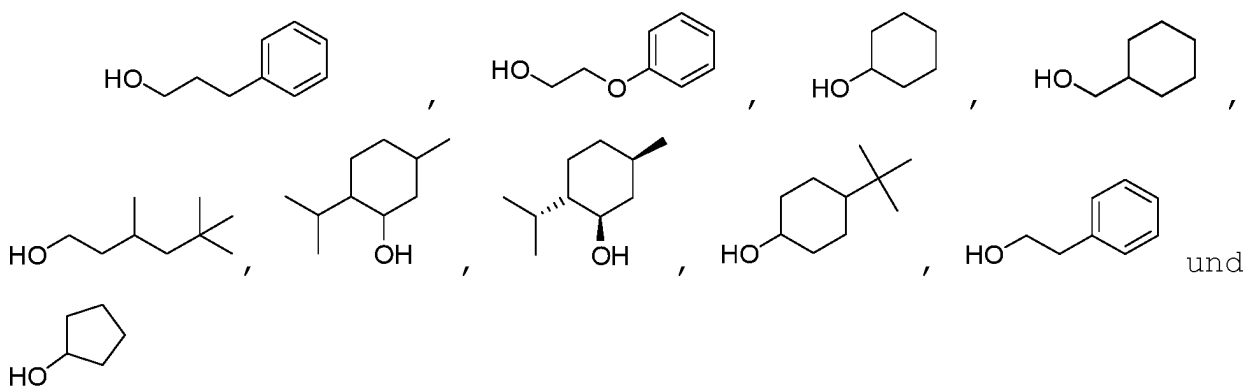
[0019] Bei spezifischen Ausführungsformen kann der Zitronensäureester Tris(3-phenylpropyl)citrat, Tris(2-phenoxyethyl)citrat, Tricyclohexylcitrat, Tribenzylcitrat, Tris(3,5,5-trimethylhexyl)citrat, Tri-DL-menthylcitrat, Tri-L-menthylcitrat, Tris(4-tert-butylcyclohexyl)citrat, Tris(2-phenylethyl)citrat, Tricyclopentylcitrat und beliebige Stereoisomere und Mischungen davon sein.

[0020] Die Mischung aus Weinsäure- und Zitronensäureestern kann durch Reagieren einer Weinsäure und einer Zitronensäure mit einem Alkohol im Rahmen einer einfachen Ein-Topf-Reaktion hergestellt werden, wie in Schema 1 gezeigt, das die Herstellung eines amorphen Materials der gewissen Ausführungsformen der vorliegenden Offenbarung veranschaulicht.



Schema 1

[0021] Geeignete Alkohole zur Verwendung bei den vorliegenden Ausführungsformen können aus der Gruppe ausgewählt sein, bestehend aus Alkylalkohol, wobei der Alkylabschnitt des Alkohols gerade, verzweigt oder cyclisch, gesättigt oder ungesättigt, substituiert oder unsubstituiert sein kann, mit ungefähr 1 bis ungefähr 40 Kohlenstoffatomen, oder einer substituierten oder unsubstituierten aromatischen oder heteroaromatischen Gruppe und Mischungen davon. Bei Ausführungsformen können die Alkohole die Folgenden umfassen:



[0022] Bei Ausführungsformen kann die Menge an Alkohol, die in der Reaktion zur Herstellung einer Mischung von Weinsäure- und Zitronensäureestern verwendet werden kann, gleich der Summe der Moläquivalente oder mehr (d. h. größer gleich $2x + 3y$) der Ausgangsmaterialien, nämlich Weinsäure und Zitronensäure, sein. Bei Ausführungsformen werden die amorphen Materialien mit einem kristallinen Material formuliert, um eine Phasenübergangs-Druckfarbenzusammensetzung zu bilden. Die Druckfarbenzusammensetzungen zeigen gute

rheologische Profile. Bildproben, die mit der Phasenübergangs-Druckfarbenzusammensetzung auf beschichtetem Papier mittels K-Proof erstellt werden, zeigen eine ausgezeichnete Robustheit.

[0023] Ein K-Proof ist eine übliche Testeinrichtung in einem Druckshop. In diesem Fall wurde der K-Proof dahingehend modifiziert, dass er die Druckplatte erhitzt, um die Phasenübergangs-Druckfarbe zu schmelzen. Der verwendete K-Proof hat drei rechteckige Tiefdruckmuster zu jeweils ungefähr 9,4 x 4,7 cm. Die Zelldichte des ersten Rechtecks ist nominell 100 %, des zweiten 80 % und des dritten 60 %. In der Praxis führt diese K-Proof-Platte zu Filmen (oder Pixeln) mit einer Dicke (oder Höhe) von ungefähr 5 Mikrometern. Testdruckfarbe wird über die erhitzte Tiefdruckplatte verteilt und ein Testdruck wird gemacht, indem eine Wischrakel über die Plattenoberfläche geführt wird, worauf direkt eine Gummirolle folgt, auf der ein Testpapier befestigt wurde. Wenn die Papierrolle passiert, wird Druckfarbe aus den Tiefdruckzellen auf das Papier übertragen.

[0024] Bei Ausführungsformen wird die Phasenübergangs-Druckfarbenzusammensetzung unter Verwendung der amorphen Materialien der vorliegenden Offenbarung erhalten, die aus einer Mischung aus Weinsäure und Zitronensäure und einem Alkohol im Rahmen einer Veresterungsreaktion synthetisiert wurden. Die Phasenübergangs-Druckfarbenzusammensetzung umfasst das amorphe Material der vorliegenden Ausführungsformen in Kombination mit einem kristallinen Material und einem optionalen Farbstoff.

[0025] Die Phasenübergangs-Druckfarbenzusammensetzung umfasst eine kristalline Komponente, und eine amorphe Komponente umfasst einen Weinsäureester und einen Zitronensäureester der vorliegenden Ausführungsformen, im Allgemeinen in einem Gewichtsverhältnis von ungefähr 60:40 bis ungefähr 95:5. Bei spezifischeren Ausführungsformen beläuft sich das Gewichtsverhältnis der kristallinen Komponente zur amorphen Komponente auf ungefähr 65:35 bis ungefähr 95:5 oder ungefähr 70:30 bis ungefähr 90:10. Bei weiteren Ausführungsformen werden die kristallinen und amorphen Komponenten in einem Gewichtsverhältnis von ungefähr 1,5 zu ungefähr 20 bzw. ungefähr 2,0 zu ungefähr 10 vermischt.

[0026] Bei Ausführungsformen ist das kristalline Material in einer Menge von ungefähr 60 Gew.-% bis ungefähr 95 Gew.-% oder von ungefähr 65 Gew.-% bis ungefähr 95 Gew.-% oder von ungefähr 70 Gew.-% bis ungefähr 90 Gew.-% in Bezug auf das Gesamtgewicht der Druckfarbenzusammensetzung vorhanden. Bei Ausführungsformen ist das amorphe Material in einer Menge von ungefähr 5 Gew.-% bis ungefähr 40 Gew.-% oder von ungefähr 5 Gew.-% bis ungefähr 35 Gew.-% oder von ungefähr 10 Gew.-% bis ungefähr 30 Gew.-% in Bezug auf das Gesamtgewicht der Druckfarbenzusammensetzung vorhanden.

[0027] Die vorliegenden Ausführungsformen umfassen ein Gleichgewicht an amorphen und kristallinen Materialien, um einen starken Phasenübergang von flüssig zu fest umzusetzen und harte und robuste gedruckte Bilder zu erleichtern, wobei gleichzeitig eine gewünschte Viskositätshöhe beibehalten wird. Mit dieser Druckfarbe durchgeführte Drucke zeigten Vorteile gegenüber im Handel erhältlichen Druckfarben, z. B. eine bessere Kratzfestigkeit. Somit wurde die vorliegende Mischung von Weinsäureester und Zitronensäureester, die amorphe Komponenten für die Phasenübergangs-Druckfarben bereitstellen, entdeckt, um robuste Druckfarben mit wünschenswerten rheologischen Profilen vorzusehen, die viele Anforderungen des Tintenstrahldrucks erfüllen.

[0028] Die Druckfarbe von Ausführungsformen kann außerdem herkömmliche Zusatzstoffe enthalten, um sich die bekannte Funktionalität zu Nutze zu machen, die mit solchen herkömmlichen Zusatzstoffen assoziiert ist. Solche Zusatzstoffe können beispielsweise zumindest ein/en Antioxidationsmittel, Entschäumer, Gleit- und Verlaufsmittel, Klärungsmittel, Viskositätsmodifikator, Haftmittel, Weichmacher und dergleichen umfassen.

[0029] Die Druckfarbe kann optional Antioxidationsmittel enthalten, um die Bilder vor Oxidation zu schützen, und kann auch die Druckfarbenkomponenten, wenn in Form einer erhitzten Schmelze im Druckfarbenreservoir vorhanden, vor Oxidation schützen. Beispiele für geeignete Antioxidationsmittel umfassen N,N'-Hexamethylenbis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyhydrocinnamamid) (IRGANOX 1098, erhältlich von BASF), 2,2-Bis(4-(2-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyhydrocinnamoyloxy))ethoxyphenyl)propan (TOPANOL-205, erhältlich von Vertellus), Tris(4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6-dimethylbenzyl)isocyanurat (Aldrich), 2,2'-Ethylidenbis(4,6-di-tert-butylphenyl)fluorophosphonit (ETHANOX-398, erhältlich von Albermarle Corporation), Tetrakis(2,4-di-tert-butylphenyl)-4,4'-biphenyldiphosphonit (Aldrich 46), Pentaerythritoltetrastearat (TCI America), Tributylammoniumhypophosphit (Aldrich), 2,6-Di-tert-butyl-4-methoxyphenol (Aldrich), 2,4-Di-tert-butyl-6-(4-methoxybenzyl)phenol (Aldrich), 4-Brom-2,6-dimethylphenol (Aldrich), 4-Brom-3,5-dimethylphenol (Aldrich), 4-Brom-2-nitrophenol (Aldrich), 4-(Diethylaminomethyl)-2,5-dimethylphenol (Aldrich), 3-Dimethylaminophenol (Aldrich), 2-Amino-4-tert-amylphenol (Aldrich), 2,6-Bis(hydroxymethyl)-p-Cresol (Aldrich), 2,2'-Methylen-diphenol (Aldrich), 5-(Diethylamino)-2-nitrosophenol (Aldrich), 2,6-Dichlor-4-fluorphenol (Aldrich), 2,6-Dibromfluorphenol (Aldrich), α -Trifluor-o-cresol (Aldrich), 2-Brom-4-fluorphenol (Aldrich), 4-Fluorphenol (Aldrich), 4-Chlorphenyl-2-chlor-1,

1,2-trifluorethylsulfon (Aldrich), 3,4-Difluorphenylelessigsäure (Aldrich), 3-Fluorphenylelessigsäure (Aldrich), 3,5-Difluorphenylelessigsäure (Aldrich), 2-Fluorphenylelessigsäure (Aldrich), 2,5-Bis(trifluormethyl)benzoesäure (Aldrich), Ethyl-2-(4-(4-(trifluormethyl)phenoxy)phenoxy)propionat (Aldrich), Tetrakis(2,4-di-tert-butylphenyl)-4,4'-biphenyldiphosphonit (Aldrich), 4-tert-Amylphenol (Aldrich), 3-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4-hydroxyphenethylalkohol (Aldrich), NAUGARD 76, NAUGARD 445, NAUGARD 512 und NAUGARD 524 (hergestellt von Chemtura Corporation) und dergleichen sowie Mischungen davon. Falls vorhanden, kann das Antioxidationsmittel in einer beliebigen gewünschten oder wirksamen Menge in der Druckfarbe vorhanden sein, beispielsweise von ungefähr 0,25 Gew.-% bis ungefähr 10 Gew.-% der Druckfarbe oder von ungefähr 1 Gew.-% bis ungefähr 5 Gew.-% der Druckfarbe.

[0030] Bei Ausführungsformen können die hier beschriebenen Phasenübergangs-Druckfarbenzusammensetzungen auch einen Farbstoff umfassen. Bei den Phasenübergangs-Druckfarbenzusammensetzungen kann jeder gewünschte oder wirksame Farbstoff verwendet werden, einschließlich Färbemitteln, Pigmenten, Mischungen davon und dergleichen, mit der Maßgabe, dass der Farbstoff im Druckfarbenträger aufgelöst oder dispergiert werden kann. Jedes Färbemittel oder Pigment kann ausgewählt werden, mit der Maßgabe, dass es im Druckfarbenträger dispergiert oder aufgelöst werden kann und mit den anderen Druckfarbenkomponenten kompatibel ist. Die Phasenübergangs-Trägerzusammensetzungen können in Kombination mit herkömmlichen Phasenübergangs-Druckfarben-Farbstoffmaterialien verwendet werden, wie Solvensfärbemittel, Dispersionsfärbemittel, modifizierte saure und Direktfärbemittel, alkalische Färbemittel, Schwefelfärbemittel, Küpenfärbemittel und dergleichen gemäß Color Index (C.I.). Beispiele für geeignete Färbemittel umfassen Neozapon Red 492 (BASF); Orasol Red G (Pylam Products); Direct Brilliant Pink B (Oriental Giant Dyes); Direct Red 3BL (Classic Dyestuffs); Supranol Brilliant Red 3BW (Bayer AG); Lemon Yellow 6G (United Chemie); Light Fast Yellow 3G (Shaanxi); Aizen Sylon Yellow C-GNH (Hodogaya Chemical); Bemachrome Yellow GD Sub (Classic Dyestuffs); Cartasol Brilliant Yellow 4GF (Clariant); Cibanone Yellow 2G (Classic Dyestuffs); Orasol Black RLI (BASF); Orasol Black CN (Pylam Products); Savinyl Black RLSN (Clariant); Pyrazol Black BG (Clariant); Morfast Black 101 (Rohm & Haas); Diaazol Black RN (ICI); Thermoplast Blue 670 (BASF); Orasol Blue GN (Pylam Products); Savinyl Blue GLS (Clariant); Luxol Fast Blue MBSN (Pylam Products); Sevron Blue 5GMF (Classic Dyestuffs); Basacid Blue 750 (BASF); Keyplast Blue (Keystone Aniline Corporation); Neozapon Black X51 (BASF); Classic Solvent Black 7 (Classic Dyestuffs); Sudan Blue 670 (C.I. 61554) (BASF); Sudan Yellow 146 (C.I. 12700) (BASF); Sudan Red 462 (C.I. 26050) (BASF); C.I. Disperse Yellow 238; Neptune Red Base NB543 (BASF, C.I. Solvent Red 49); Neopen Blue FF-4012 (BASF); Lampronol Black BR (C.I. Solvent Black 35) (ICI); Morton Morplas Magenta 36 (C.I. Solvent Red 172); Metalphthalocyanin und dergleichen. Polymere Färbemittel können ebenfalls verwendet werden, z. B. jene, die im Handel erhältlich sind, z. B. von Milliken & Company wie Milliken Ink Yellow 869, Milliken Ink Blue 92, Milliken Ink Red 357, Milliken Ink Yellow 1800, Milliken Ink Black 8915-67, ungeschnittenes Reactint Orange X-38, ungeschnittenes Reactint Blue X-17, Solvent Yellow 162, Acid Red 52, Solvent Blue 44 und ungeschnittenes Reactint Violet X-80.

[0031] Pigmente sind ebenfalls geeignete Farbstoffe für die Phasenübergangs-Druckfarben. Beispiele für geeignete Pigmente umfassen PALIOGEN Violet 5100 (BASF); PALIOGEN Violet 5890 (BASF); HELIOGEN Green L8730 (BASF); LITHOL Scarlet D3700 (BASF); SUNFAST Blue 15:4 (Sun Chemical); Hostaperm Blue B2G-D (Clariant); Hostaperm Blue B4G (Clariant); Permanent Red P-F7RK; Hostaperm Violet BL (Clariant); LITHOL Scarlet 4440 (BASF); Bon Red C (Dominion Color Company); ORACET Pink RF (BASF); PALIOGEN Red 3871 K (BASF); SUNFAST Blue 15:3 (Sun Chemical); PALIOGEN Red 3340 (BASF); SUNFAST Carbazole Violet 23 (Sun Chemical); LITHOL Fast Scarlet L4300 (BASF); SUNBRITE Yellow 17 (Sun Chemical); HELIOGEN Blue L6900, L7020 (BASF); SUNBRITE Yellow 74 (Sun Chemical); SPECTRA PAC C Orange 16 (Sun Chemical); HELIOGEN Blue K6902, K6910 (BASF); SUNFAST Magenta 122 (Sun Chemical); HELIOGEN Blue D6840, D7080 (BASF); Sudan Blue OS (BASF); NEOPEN Blue FF4012 (BASF); PV Fast Blue B2GO1 (Clariant); IRGALITE Blue GLO (BASF); PALIOGEN Blue 6470 (BASF); Sudan Orange G (Aldrich), Sudan Orange 220 (BASF); PALIOGEN Orange 3040 (BASF); PALIOGEN Yellow 152, 1560 (BASF); LITHOL Fast Yellow 0991 K (BASF); PALIOTOL Yellow 1840 (BASF); NOVOPERM Yellow FGL (Clariant); Ink Jet Yellow 4G VP2532 (Clariant); Toner Yellow HG (Clariant); Lumogen Yellow D0790 (BASF); Suco-Yellow L1250 (BASF); Suco-Yellow D1355 (BASF); Suco Fast Yellow D1355, D1351 (BASF); HOSTAPERM Pink E 02 (Clariant); Hansa Brilliant Yellow 5GX03 (Clariant); Permanent Yellow GRL 02 (Clariant); Permanent Rubine L6B 05 (Clariant); FANAL Pink D4830 (BASF); CINQUASIA Magenta (DU PONT); PALIOGEN Black L0084 (BASF); Pigment Black K801 (BASF); und Industrieruße wie REGAL 330™ (Cabot), Nipex 150 (Evonik) Carbon Black 5250 und Carbon Black 5750 (Columbia Chemical) und dergleichen sowie Mischungen davon.

[0032] Pigmentdispersionen in der Druckfarbenbasis können durch Synergisten und Dispergiermittel stabilisiert werden. Im Allgemeinen können geeignete Pigmente organische Materialien oder anorganisch sein. Auf magnetischem Material basierende Pigmente eignen sich beispielsweise auch für die Herstellung von robu-

ten Magnetic-Ink-Character-Recognition-(MICR-)Druckfarben. Magnetische Pigmente umfassen magnetische Nanopartikel wie z. B. ferromagnetische Nanopartikel.

[0033] Bei Ausführungsformen werden Solvensfärbemittel verwendet. Ein Beispiel für ein Solvensfärbemittel, das sich zur Verwendung hierin eignet, kann alkohollösliche Färbemittel enthalten, aufgrund deren Kompatibilität mit den hier offenbarten Druckfarbeträgern. Beispiele für geeignete Alkohol-Solvensfärbemittel umfassen Neozapon Red 492 (BASF); Orasol Red G (Pylam Products); Direct Brilliant Pink B (Global Colors); Aizen Spilon Red C-BH (Hodogaya Chemical); Kayanol Red 3BL (Nippon Kayaku); Spirit Fast Yellow 3G; Aizen Spilon Yellow C-GNH (Hodogaya Chemical); Cartasol Brilliant Yellow 4GF (Clariant); Pergasol Yellow 5RA EX (Classic Dyestuffs); Orasol Black RLI (BASF); Savinyl Black RLS (Clariant); Morfast Black 101 (Rohm and Haas); Orasol Blue GN (Pylam Products); Thermoplast Blue 670 (BASF); Savinyl Blue GLS (Sandoz); Luxol Fast Blue MBSN (Pylam); Sevron Blue 5GMF (Classic Dyestuffs); Basacid Blue 750 (BASF); Keyplast Blue E (Keystone Aniline Corporation); Neozapon Black X51 (C.I. Solvent Black, C.I. 12195) (BASF); Sudan Blue 670 (C.I. 61554) (BASF); Sudan Yellow 146 (C.I. 12700) (BASF); Sudan Red 462 (C.I. 260501) (BASF) Mischungen davon und dergleichen.

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

[0035] Bei Ausführungsformen können die Druckfarbeträger für die Phasenübergangs-Druckfarben im geschmolzenen Zustand bei Strahlausstoßtemperatur eine Viskosität von ungefähr 1 bis ungefähr 22 cPs oder von ungefähr 4 bis ungefähr 15 cPs oder von ungefähr 6 bis ungefähr 12 cPs aufweisen. Die Strahlausstoßtemperatur ist für gewöhnlich in einem Bereich von ungefähr 100 °C bis ungefähr 140 °C umfasst. Bei Ausführungsformen hat die Phasenübergangs-Druckfarbe bei Raumtemperatur eine Viskosität von ungefähr $> 10^6$ cPs. Bei Ausführungsformen hat die Phasenübergangs-Druckfarbe eine Schmelztemperatur (T_{melt}) von ungefähr 65 bis ungefähr 150 °C oder von ungefähr 70 bis ungefähr 140 °C, von ungefähr 80 bis ungefähr 135 °C und eine Kristallisationstemperatur (T_{crys}) von ungefähr 40 bis ungefähr 140 °C oder von ungefähr 45 bis ungefähr 130 °C, von ungefähr 50 bis ungefähr 120 °C, wie mittels DKK bei einer Rate von 10 °C/min ermittelt.

[0036] Bei Ausführungsformen hat die entstehende Phasenübergangs-Druckfarbe in einem Strahlausstoßbereich von ungefähr 100 bis ungefähr 140 °C eine Viskosität von ungefähr 1 bis ungefähr 22 cPs oder ungefähr 4 bis ungefähr 15 cPs oder ungefähr 6 bis ungefähr 12 cPs. Bei Ausführungsformen hat die Phasenübergangs-Druckfarbe bei Raumtemperatur eine Viskosität von ungefähr $> 10^6$ cPs. Bei Ausführungsformen hat die Phasenübergangs-Druckfarbe eine T_{melt} von ungefähr 65 bis ungefähr 150 °C oder von ungefähr 70 bis ungefähr 140 °C, von ungefähr 80 bis ungefähr 135 °C und eine T_{crys} von ungefähr 40 bis ungefähr 140 °C oder von ungefähr 45 bis ungefähr 130 °C, von ungefähr 50 bis ungefähr 120 °C, wie mittels DKK bei einer Rate von 10 °C/min ermittelt.

[0037] Die Druckfarbenzusammensetzungen können mithilfe eines beliebigen gewünschten oder geeigneten Verfahrens hergestellt werden. Beispielsweise kann jede der Komponenten des Druckfarbeträgers miteinander vermischt werden, gefolgt von einem Erhitzen der Mischung auf zumindest ihren Schmelzpunkt, z. B. ungefähr 60 °C bis ungefähr 150 °C, 80 °C bis ungefähr 145 °C und 85 °C bis ungefähr 140 °C. Der Farbstoff kann hinzugefügt werden, bevor oder nachdem die Druckfarbeninhaltsstoffe erhitzt wurden. Wenn Pigmente die ausgewählten Farbstoffe sind, kann die geschmolzene Mischung einer Mahlung in einem Attritor oder einer Kugelmahlvorrichtung oder einer anderen energiestarken Mischgerätschaft unterzogen werden, um eine Dispergierung des Pigments im Druckfarbeträger zu bewirken. Die erhitzte Mischung wird danach für ungefähr 5 Sekunden bis ungefähr 30 Minuten oder mehr gerührt, um eine im Wesentlichen homogene einheitliche Schmelze zu erhalten, gefolgt von einem Kühlen der Druckfarbe auf Umgebungstemperatur (für gewöhnlich ungefähr 20 °C bis ungefähr 25 °C). Die Druckfarben sind bei Umgebungstemperatur fest. Bei einer spezifischen Ausführungsform werden die Druckfarben während des Herstellungsprozesses in ihrem geschmolzenen Zustand in Formen gegossen und dürfen danach abkühlen und sich verfestigen, um Druckfarbenstäbchen zu bilden. Geeignete Druckfarbenherstellungstechniken sind im US-Patent Nr. 7,186,762 offenbart, dessen Offenbarung hiermit durch Bezugnahme in ihrer Gesamtheit berücksichtigt ist.

[0038] Die Druckfarben können in Vorrichtungen für Direktdruck-Tintenstrahlprozesse und bei Indirekt-(Offset-)Tintenstrahldruckanwendungen verwendet werden. Eine weitere hier offenbarte Ausführungsform ist auf ein Verfahren gerichtet, das das Integrieren einer Druckfarbe, wie hier offenbart, in eine Tintenstrahldruckvor-

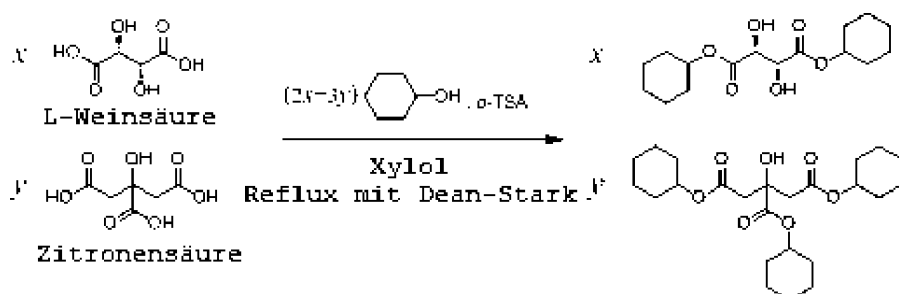
richtung, Schmelzen der Druckfarbe und Bewirken, dass Tropfen der geschmolzenen Druckfarbe in einem bildweisen Muster auf ein Aufzeichnungssubstrat ausgestoßen werden, umfasst. Eine noch weitere hier offenbarte Ausführungsform ist auf ein Verfahren gerichtet, das das Integrieren einer Druckfarbe, wie hier offenbart, in eine Tintenstrahldruckvorrichtung, Schmelzen der Druckfarbe, Bewirken, dass Tropfen der geschmolzenen Druckfarbe in einem bildweisen Muster auf ein Zwischenübertragungselement ausgestoßen werden, und Übertragen der Druckfarbe in dem bildweisen Muster vom Zwischenübertragungselement auf ein Endaufzeichnungssubstrat umfasst. Bei einer spezifischen Ausführungsform wird das Zwischenübertragungselement auf eine Temperatur über jener des Endaufzeichnungsbogens und unter jener der geschmolzenen Druckfarbe in der Druckvorrichtung erhitzt. Bei einer weiteren spezifischen Ausführungsform werden sowohl das Zwischenübertragungselement als auch der Endaufzeichnungsbogen erhitzt; bei dieser Ausführungsform werden sowohl das Zwischenübertragungselement als auch der Endaufzeichnungsbogen auf eine Temperatur unter jener der geschmolzenen Druckfarbe in der Druckvorrichtung erhitzt; bei dieser Ausführungsform können die relativen Temperaturen des Zwischenübertragungselements und des Endaufzeichnungsbogens so sein, dass (1) das Zwischenübertragungselement auf eine Temperatur über jener des Endaufzeichnungssubstrats und unter jener der geschmolzenen Druckfarbe in der Druckvorrichtung erhitzt wird; (2) das Endaufzeichnungssubstrat auf eine Temperatur über jener des Zwischenübertragungselements und unter jener der geschmolzenen Druckfarbe in der Druckvorrichtung erhitzt wird; oder (3) das Zwischenübertragungselement und der Endaufzeichnungsbogen auf ungefähr die gleiche Temperatur erhitzt werden. Bei einer spezifischen Ausführungsform verwendet die Druckvorrichtung einen piezoelektrischen Druckprozess, wobei Oszillationen von piezoelektrischen Schwingelementen bewirken, dass Tropfen der Druckfarbe in einem bildweisen Muster ausgestoßen werden. Druckfarben, wie hier offenbart, können auch in anderen Hot-Melt-Druckprozessen wie akustischer Hot-Melt-Tintenstrahldruck, thermischer Hot-Melt-Tintenstrahldruck, Hot-Melt-Tintenstrahldruck mit kontinuierlichem Zustrom oder Deflektion oder dergleichen verwendet werden. Phasenübergangs-Druckfarben, wie hier offenbart, können auch in Druckprozessen verwendet werden, bei denen es sich nicht um Hot-Melt-Tintenstrahldruckprozesse handelt.

[0039] Es kann jedes beliebige geeignete Substrat oder jeder beliebige geeignete Aufzeichnungsbogen verwendet werden, darunter Normalpapiere wie die Papiere XEROX 4200, XEROX® Image Series, Courtland® 4024 DP, liniertes Notizblockpapier, Hartpostpapier, mit Siliciumdioxid beschichtete Papiere wie mit Siliciumdioxid beschichtetes Papier von Sharp Company, JuJo-Papier, HAMMERMILL® LASERPRINT-Papier und dergleichen, beschichtete Glanzpapiere wie XEROX® Digital Color Elite Gloss, Sappi Warren Papers LUSTROGLOSS®, Spezialpapiere wie Xerox DURAPAPER® und dergleichen, Transparenzmaterialien, Gewebe, Textilprodukte, Kunststoffe, Polymerfilme, anorganische Aufzeichnungsmedien wie Metalle und Holz und dergleichen, Transparenzmaterialien, Gewebe, Textilprodukte, Kunststoffe, Polymerfilme anorganische Substrate wie Metalle und Holz und dergleichen.

[0040] Die hier beschriebenen Druckfarben sind darüber hinaus in den folgenden Beispielen veranschaulicht. Alle Teile und Prozentsätze sind nach Gewicht ausgewiesen, außer wenn anderweitig angegeben.

Beispiel 1

Synthese von amorphen Materialien



Schema 2

[0041] Die amorphen Materialien gemäß gewisser Ausführungsformen der vorliegenden Offenbarung können entsprechend Schema 2 synthetisiert werden. Veresterungsreaktionen zwischen einem Alkohol und einer Mischung von L-Weinsäure und Zitronensäure wurden über eine einfache Ein-Topf-Reaktion durchgeführt. Cyclohexanol wurde in diversen Verhältnissen der Säuren (d. h. L-Weinsäure und Zitronensäure) reagiert, um

die entsprechenden Ester zu bilden. Die physikalischen Eigenschaften der entstehenden Ester sind in Tabelle 1 gezeigt.

Tabelle 1

| Probenkennung | L-Weinsäure-Verhältnis x (Mol.-%) | Zitronensäure-Verhältnis y (Mol.-%) | Säurezahl (mg-KOH/g) | Tg (°C) | Viskosität bei 140 °C (cPs) |
|---------------|-----------------------------------|-------------------------------------|----------------------|---------|-----------------------------|
| K-68 | 75 | 25 | 2,27 | -13 | N. B.* |
| K-71 | 60 | 40 | 4,06 | -14 | 13 |
| K-74 | 55 | 45 | 5,48 | -12 | 198 |
| K-65 | 50 | 50 | 11,76 | -11 | 3425 |
| K-66 | 25 | 75 | 13,41 | -15 | N. B.* |

* N. B. – nicht bestimmt

Beispiel 2

Synthese der Probe K-71

[0042] In einen 500-ml-Kolben, der mit einer Dean-Stark-Falle ausgestattet war, wurden L-Weinsäure (12,0 g, 80 mmol), Zitronensäure (10,24 g, 53,3 mmol), Cyclohexanol (32,0 g, 320 mmol) und Xylol (200 ml) hinzugefügt, um eine Suspension zu erhalten. p-Toluolsulfonsäuremonohydrat (0,61 g, 3,2 mmol) wurde hinzugefügt und die Mischung wurde für 3 Stunden mit azeotroper Entfernung von Wasser refluxiert. Die Reaktionsmischung wurde auf Raumtemperatur gekühlt und mit wässr. NaHCO₃ (1 x) und Sole (1 x) gewaschen und danach über MgSO₄ getrocknet. Nach Filtration und Entfernung des Lösungsmittels wurde der Rückstand unter Vakuum unter Rühren bei 100 °C getrocknet, um 34,0 g (Ausbeute: 70,2 %) amorphen Feststoff zu erhalten. ¹H-NMR indizierte, dass sich das gewünschte Produkt gebildet hatte.

[0043] Die Proben K-68, K-74, K-65 und K-66 wurden gemäß der gleichen Vorgehensweise wie in Bezug auf die Synthese von Beispiel K-71 beschrieben hergestellt, mit der Ausnahme, dass die Mengen von L-Weinsäure und Zitronensäure gemäß dem in Tabelle 1 angeführten Mol.-%-Verhältnis verändert wurden.

Beispiel 3

Materialeigenschaften

[0044] Fig. 1 zeigt Daten einer dynamischen Differenzkalorimetrie (DDK) zu Probe K-71. Die DDK-Daten zeigen, dass die Glasübergangstemperatur (Tg) der Probe K-71 -14 °C beträgt, und es wurde kein Kristallisations-Peak verzeichnet, was indiziert, dass das Material ein amorpher Feststoff ist. Wie in Tabelle 1 dargestellt, zeigten die anderen Proben ebenfalls Glasübergänge, was ein Charakteristikum von amorphen Feststoffen ist.

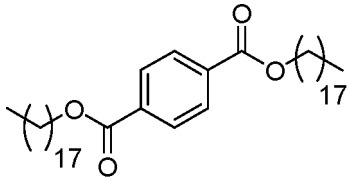
[0045] Die Rheologie von Probe K-71 ist in Fig. 2 gezeigt und wurde unter Verwendung eines dehnungsregulierten RFS3-Rheometers (TA Instruments), das mit einer Peltier-Heizplatte versehen war, und mithilfe einer 25-mm-Parallelplatte gemessen. Beim verwendeten Verfahren erfolgte ein Temperatur-Sweep von hohen zu niedrigen Temperaturen in Temperaturschritten von ungefähr 5 °C, eine Haltezeit (Äquilibrierungszeit) von 120 Sekunden zwischen jeder Temperatur, bei einer konstanten Frequenz von 1 Hz.

[0046] Die Rheologiekurve der Probe K-71 hat bei hohen Temperaturen (> 100 °C) eine relative niedrige Viskosität (< 200 cPs), bei Raumtemperatur hingegen eine sehr hohe Viskosität (> 10⁵ cPs). Die Proben K-65 und K-74 zeigten höhere Viskositäten als die Probe K-71, was auf die Tatsache zurückzuführen ist, dass die amorphe Komponente ungefähr 20 % der Druckfarbenformulierung ist, wobei ein solcher Viskositätsbereich strahlausstoßbare Druckfarben mit einer geeigneten Druckfarbenformulierung bereitstellen konnte.

Beispiel 4

Druckfarbencharakterisierung

[0047] Druckfarbenproben wurden aus den amorphen Materialien (Proben K-71, K-74 und K-65), einem kristallinen Material, nämlich Distearylterephthalat (DST) mit einer nachstehend gezeigten Struktur und einem Pigmentkonzentrat formuliert.



DST

[0048] Die Formulierungen sind in Tabelle 2 gezeigt, und die Druckfarbenproben wurden als Druckfarbe A, Druckfarbe B bzw. Druckfarbe C markiert. Die Pigmentkonzentrate umfassten kristallines DST, Cyan-Pigment B4G, Polyethylenimin-(PEI)-Dispergiermittel, wie im US-Patent 7,973,186 beschrieben, und den Synergisten SunFlo SFD-B124. Der Pigmentgehalt des Pigmentkonzentrats betrug 20 %. Solche bereitgestellten Verhältnisse führten jeweils zu einer Pigmentladung von 2 %.

Tabelle 2

| Komponente | Druckfarbe A | | Druckfarbe B | | Druckfarbe C | |
|------------------------------|---------------------------|-------------|---------------------------|-------------|---------------------------|-------------|
| | Relative Anteile (Gew.-%) | Gewicht (g) | Relative Anteile (Gew.-%) | Gewicht (g) | Relative Anteile (Gew.-%) | Gewicht (g) |
| DST (kristallin) | 70 | 7 | 70 | 7 | 70 | 7 |
| K-71 | 20 | 2 | | | | |
| K-74 | | | 20 | 2 | | |
| K-65 | | | | | 20 | 2 |
| Cyan-Pigmentkonzentrat (B4G) | 10 | 1 | 10 | 1 | 10 | 1 |
| Gesamt | 100 | 10 | 100 | 10 | 100 | 10 |

Beispiel 5

[0049] Fig. 3 zeigt Rheologiedaten zu Druckfarbe A, Druckfarbe B und Druckfarbe C. Die Druckfarben zeigten bei ungefähr 85–90 °C einen starken Phasenübergang auf $> 10^6$ cPs. Die Viskositäten der Druckfarbe A und der Druckfarbe B bei 140 °C betragen ungefähr 5,75 cPs bzw. 7,42 cPs, die unter der annehmbaren Strahl- ausstoßviskosität (10 cPs) liegen. Die erwarteten Strahl- ausstoßtemperaturen auf der Grundlage der Rheologie beliefen sich auf 105 °C bzw. 120 °C. Druckfarbe C zeigte bei gleicher Temperatur eine höhere Viskosität (17, 20 cPs); eine Verringerung der Viskosität kann durch Verwenden eines Viskositätsmodifikators oder Verringern der Menge an amorphem Material erzielt werden.

Beispiel 6

Leistung in Bezug auf Robustheit

[0050] Die Druckfarben A, B und C wurden unter Verwendung der K-Proofer-Tiefdruckplatte, die mit einer auf niedrigen Druck eingestellten Andruckrolle ausgestattet ist, auf beschichtetes Xerox® Digital Color Elite Gloss-Papier, 120 g/m² (DCEG), gedruckt. Die Temperatur der Tiefdruckplatte war auf 142 °C eingestellt, aber die tatsächliche Plattentemperatur beträgt ungefähr 134 °C. Die K-Proofer-Vorrichtung (hergestellt von RK Print Coat Instrument Ltd., Litlington, Royston, Heris, SG8 0OZ, GB) ist ein nützliches Druckwerkzeug, um eine

Vielzahl von Druckfarben im kleinen Maßstab zu screenen und die Bildqualität auf diversen Substraten zu bewerten. Die Druckfarben ergaben robuste Bilder, die von den Substraten nicht leicht entfernt werden konnten. Wenn eine Metallspitze mit einer gekrümmten Spitze in einem Winkel von ungefähr 15° aus der Vertikalen mit einem angelegten Gewicht von 528 g in einer Rate von ungefähr 13 mm/s über das Bild gezogen wurde, wurde keine Druckfarbe sichtbar vom Bild entfernt. Die Metallspitze ähnelt einem Drechselbank-Rundnasenfräser mit einem Krümmungsradius von ungefähr 12 mm.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

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

Zitierte Patentliteratur

- US 7973186 [0048]

Patentansprüche

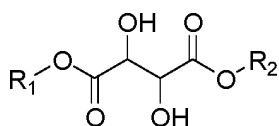
1. Amorphes Material zur Verwendung als Komponente einer Phasenübergangs-Druckfarbe, wobei das amorphe Material eine Mischung umfasst aus:
einem Weinsäureester; und
einem Zitronensäureester,
wobei das amorphe Material eine Glasübergangstemperatur von ungefähr $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis ungefähr $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ hat.

2. Amorphes Material nach Anspruch 1, wobei das amorphe Material eine Glasübergangstemperatur von ungefähr $-17\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis ungefähr $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ aufweist.

3. Amorphes Material nach Anspruch 1, wobei das amorphe Material bei einer Temperatur von ungefähr 100 bis ungefähr $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ eine Viskosität von ungefähr 1 cPs bis ungefähr 200 cPs aufweist.

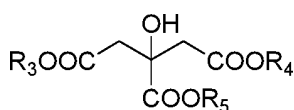
4. Amorphes Material nach Anspruch 1, wobei das Mol-%-Verhältnis der Weinsäure zur Zitronensäure ungefähr $10:90$ bis ungefähr $90:10$ ist.

5. Amorphes Material nach Anspruch 1, wobei der Weinsäureester eine folgende Formel hat:



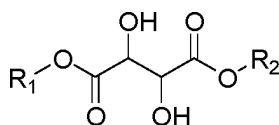
wobei R_1 und R_2 jeweils unabhängig eine Alkyl-, Aryl- oder Heteroarylgruppe sind, und darüber hinaus wobei das Weinsäurerückgrat aus L-(+)-Weinsäure, D-(-)-Weinsäure, DL-Weinsäure, meso-Weinsäure und Mischungen davon ausgewählt ist.

6. Amorphes Material nach Anspruch 1, wobei der Zitronensäureester eine folgende Formel hat:

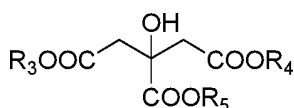


wobei R_3 , R_4 und R_5 jeweils unabhängig eine Alkyl-, Aryl- oder Heteroarylgruppe sind.

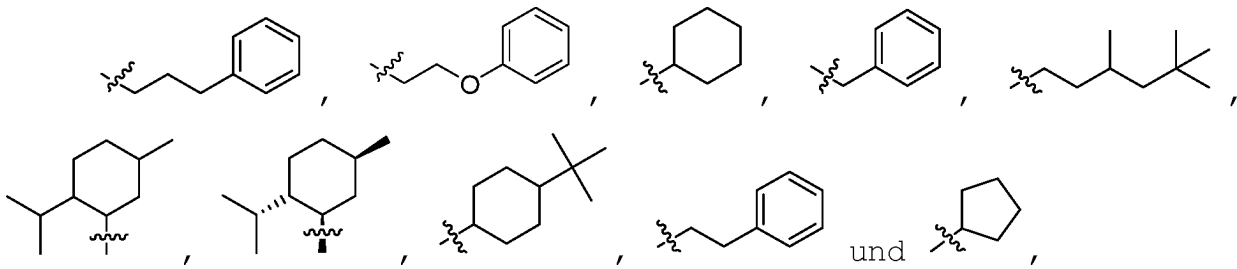
7. Amorphes Material zur Verwendung als Komponente einer Phasenübergangs-Druckfarbe, wobei das amorphe Material eine Mischung umfasst aus:
einem Weinsäureester mit einer folgenden Formel:



wobei R_1 und R_2 jeweils unabhängig eine Alkyl-, Aryl- oder Heteroarylgruppe sind, und darüber hinaus wobei das Weinsäurerückgrat aus L-(+)-Weinsäure, D-(-)-Weinsäure, DL-Weinsäure, meso-Weinsäure und Mischungen davon ausgewählt ist; und
einem Zitronensäureester mit einer folgenden Formel:



wobei R_3 , R_4 und R_5 jeweils unabhängig aus der Gruppe ausgewählt sind, bestehend aus



wobei die amorphe Komponente eine Glasübergangstemperatur von ungefähr $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis ungefähr $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ hat.

8. Amorphes Material nach Anspruch 13, wobei R_1 und R_2 jeweils eine Cyclohexylgruppe sind.

9. Amorphes Material nach Anspruch 13, wobei R_3 , R_4 und R_5 jeweils eine Cyclohexylgruppe sind.

10. Amorphes Material zur Verwendung als Komponente einer Phasenübergangs-Druckfarbe, wobei das amorphe Material eine Mischung umfasst aus:

einem Weinsäureester, der aus der Gruppe ausgewählt ist, bestehend aus Weinsäureester Dibenzyl-L-tartrat, Diphenethyl-L-tartrat, Bis(3-phenyl-1-propyl)-L-tartrat, Bis(2-phenoxyethyl)-L-tartrat, Diphenyl-L-tartrat, Bis(4-methylphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxyphenyl)-L-tartrat, Bis(4-methylbenzyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxybenzyl)-L-tartrat, Dicyclohexyl-L-tartrat, Bis(4-tert-butylcyclohexyl)-L-tartrat und beliebigen Stereoisomeren und Mischungen davon; und

einem Zitronensäureester, der aus der Gruppe ausgewählt ist, bestehend aus Tris(3-phenylpropyl)citrat, Tris(2-phenoxyethyl)citrat, Tricyclohexylcitrat, Tribenzylcitrat, Tris(3,5,5-trimethylhexyl)citrat, Tri-DL-menthylcitrat, Tri-L-menthylcitrat, Tris(4-tert-butylcyclohexyl)citrat, Tris(2-phenylethyl)citrat, Tricyclopentylcitrat und beliebigen Mischungen davon,

wobei die amorphe Komponente eine Glasübergangstemperatur von ungefähr $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis ungefähr $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ hat.

Es folgen 3 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

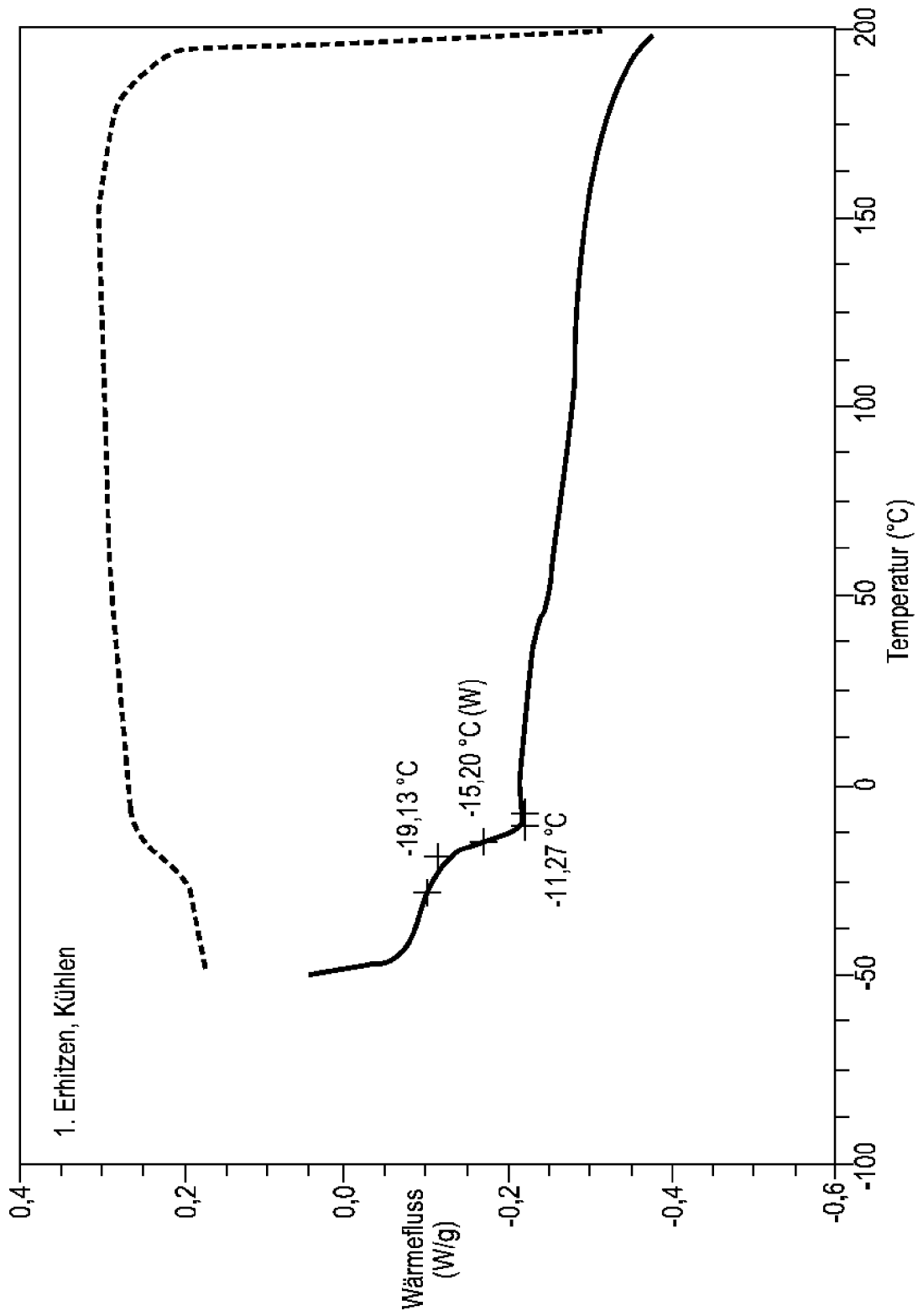


FIG. 1

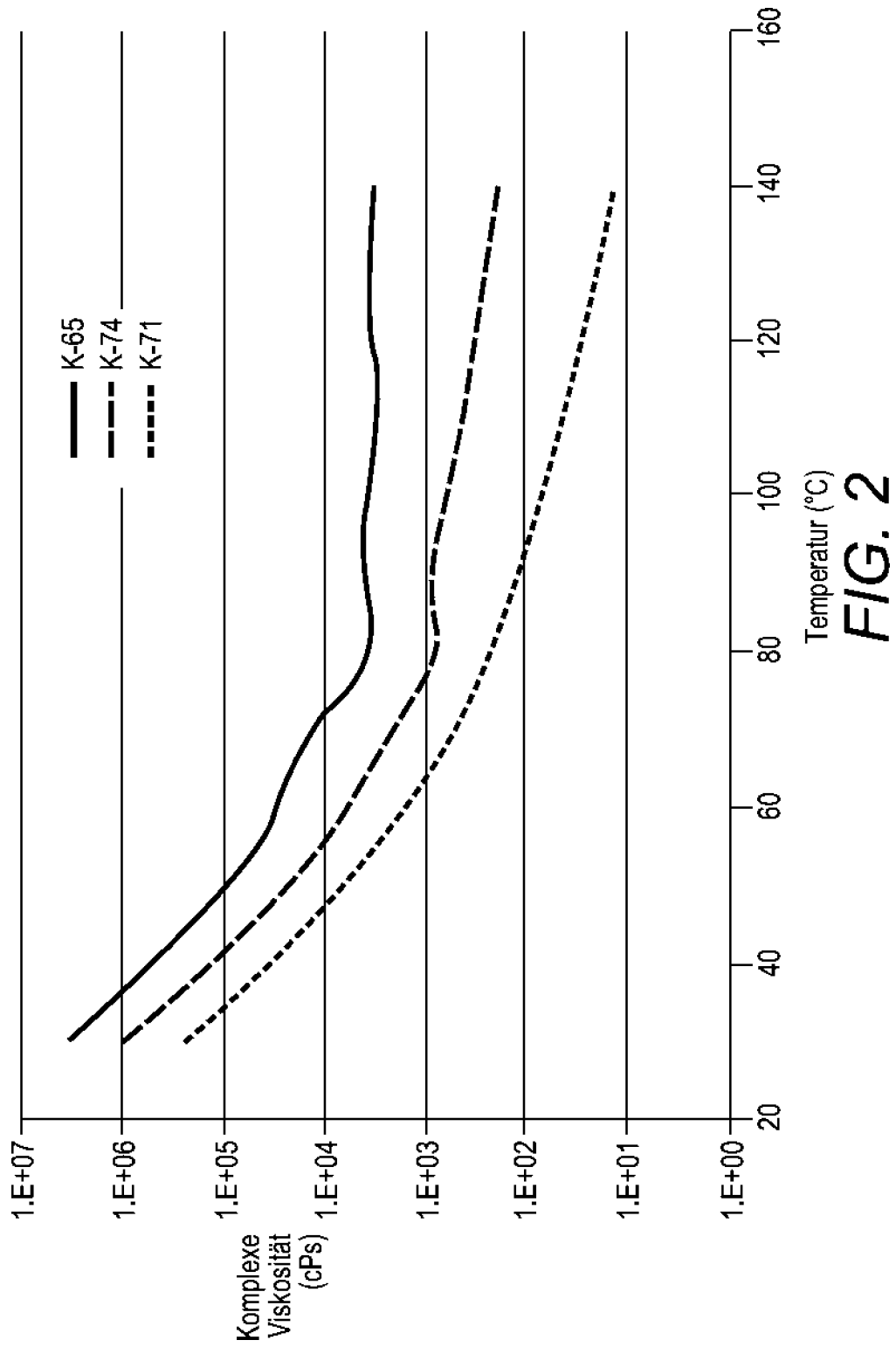
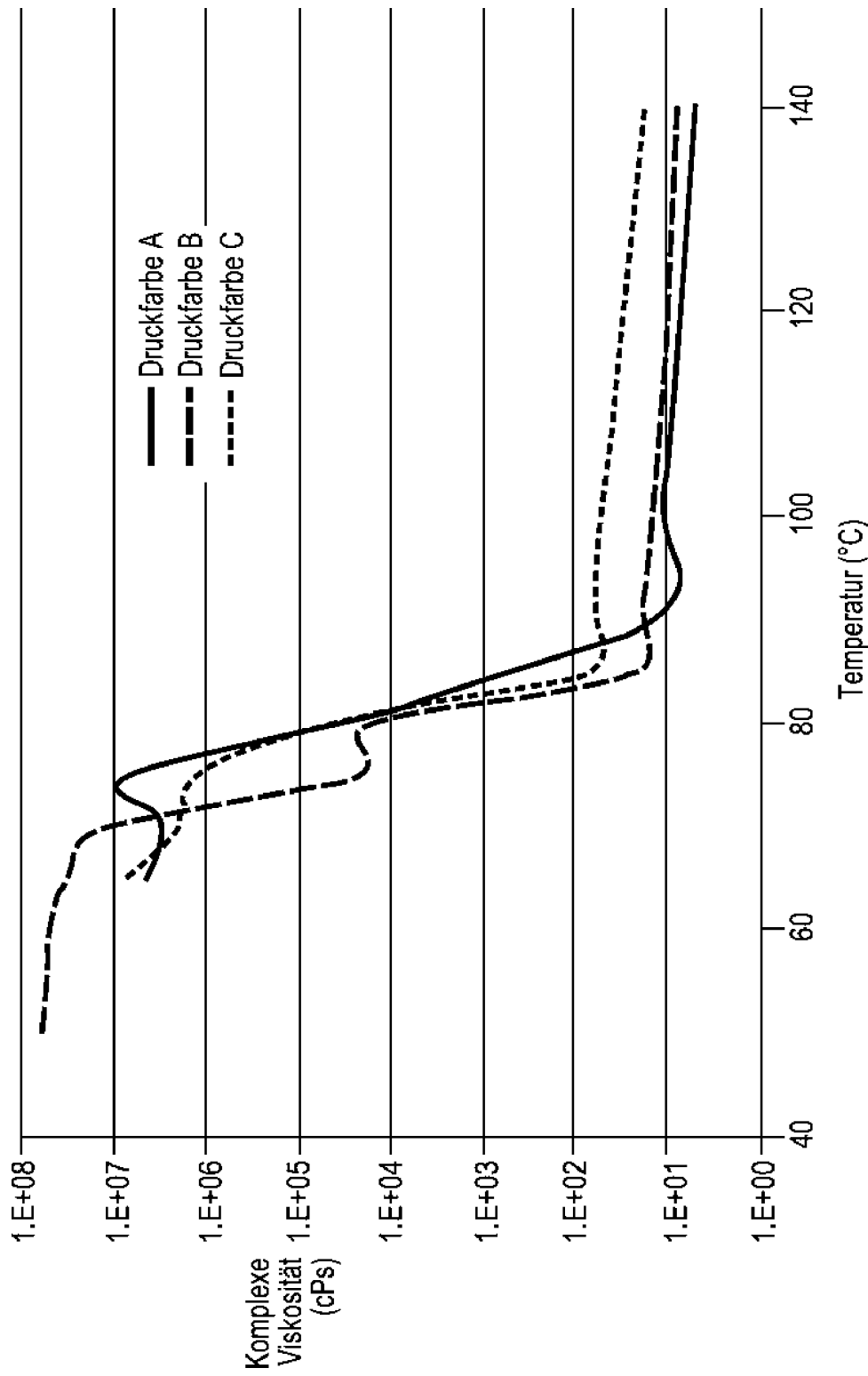


FIG. 2



Temperatur (°C)

FIG. 3