



(10) **DE 10 2012 205 874 B4** 2018.02.22

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2012 205 874.5**

(22) Anmeldetag: **11.04.2012**

(43) Offenlegungstag: **31.10.2012**

(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **22.02.2018**

(51) Int Cl.: **C09D 11/34 (2014.01)**
C09D 11/00 (2006.01)

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(30) Unionspriorität:
13/095,715 27.04.2011 US

(73) Patentinhaber:
Xerox Corp., Norwalk, Conn., US

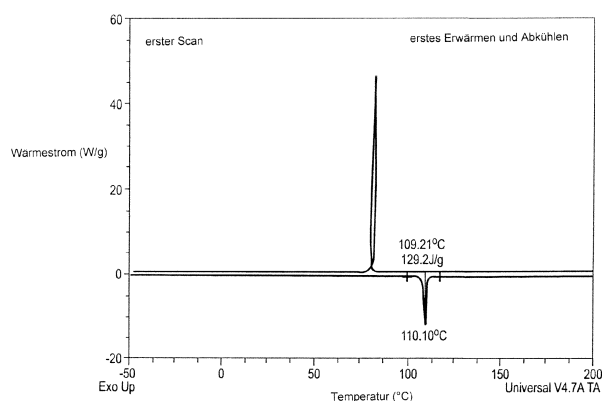
(74) Vertreter:
**Grünecker Patent- und Rechtsanwälte PartG
mbB, 80802 München, DE**

(72) Erfinder:
**Morimitsu, Kentaro, Mississauga, CA; Belelie,
Jennifer L., Oakville, Ontario, CA; Chopra,
Naveen, Oakville, Ontario L6J 3W2, CA; Drappel,
Stephan V., Toronto, Ontario, M5N 1X4, CA;
Tracy, Corey, Mississauga, CA; Odell, Peter G.,
Mississauga, CA**

(56) Ermittelter Stand der Technik:
US 2008 / 0 302 272 A1

(54) Bezeichnung: **Heißschmelztinte**

(57) Hauptanspruch: Heißschmelztinte, umfassend einen amorphen Bestandteil und einen kristallinen Bestandteil, wobei der amorphe Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Di-L-menthyl-L-tartrat, Di-DL-menthyl-L-tartrat, Di-L-menthyl-DL-tartrat, Di-DL-menthyl-DL-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon, und wobei der kristalline Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, 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-*t*-butylcyclohexyl)-L-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon.



Beschreibung

[0001] Diese Erfindung betrifft eine feste Tintenzusammensetzung (im Folgenden auch als "Heißschmelztinte" bezeichnet), die bei Raumtemperatur fest ist und die bei einer erhöhten Temperatur geschmolzen ist und in geschmolzenem Zustand auf einem Substrat aufgebracht werden kann. Diese Heißschmelztinte kann beim Tintenstrahldrucken verwendet werden. Die Erfindung betrifft insbesondere eine feste Tintenzusammensetzung, die einen amorphen Bestandteil, einen kristallinen Bestandteil und gegebenenfalls einen färbenden Bestandteil umfasst. Bekannte Heißschmelztinten für die Tintenstrahlaufzeichnung werden beispielsweise in den U.S. Patenten Nr. 6,958,406, Nr. 7,053,227, Nr. 7,381,831 und Nr. 7,427,323 beschrieben.

[0002] U.S. Patentanmeldung 2008/0302272 A offenbart eine Tintenzusammensetzung, umfassend einen Träger, nanoskalige Pigmentteilchen und eine Zusammensetzung, enthaltend ein Chinacridonpigment und mindestens eine Stabilisatorverbindung. Die Stabilisatorverbindung kann ein Tartratderivativ sein.

[0003] Beim Tintenstrahldrucken können Tinten verwendet werden, die bei Raumtemperatur fest sind und die bei einer erhöhten Temperatur flüssig sind. Solche Tinten werden gewöhnlich als "feste Tinten", "Heißschmelztinten", "Phasenumwandlungstinten" oder dergleichen bezeichnet. Eine Apparatur, mit der eine feste Drucktinte auf einem Aufzeichnungsmedium, wie beispielsweise Papier, aufgebracht werden kann, wird zum Beispiel im U.S. Patent Nr. 4,490,731 beschrieben. Wenn eine Heißschmelztinte in einem Thermo-Inkjet-Drucker verwendet wird, wird die feste Tinte mit der Erwärmungsvorrichtung des Druckers geschmolzen und ähnlich wie beim gewöhnlichen thermischen Tintenstrahldrucken mit einer flüssigen Tinte in Form einer Flüssigkeit versprüht. Wenn die geschmolzene Tinte auf das Aufzeichnungsmedium trifft, erstarrt die Tinte sehr schnell, so dass der färbende Bestandteil im Wesentlichen an der Oberfläche des Aufzeichnungsmediums verbleibt und nicht aufgrund von Kapillarkräften in das Aufzeichnungsmedium (wie beispielsweise Papier) eindringt, wodurch eine Ausdruckdichte (Bildichte) erzielt wird, die höher als die Ausdruckdichte ist, die gewöhnlich bei der Verwendung flüssiger Tinten erhalten wird. Die Verwendung von Heißschmelztinten beim Tintenstrahldrucken hat die folgenden Vorteile: es besteht keine Gefahr, dass die Tinte während der Handhabung verschüttet wird; es können Ausdrücke mit verschiedensten Bildichten und unterschiedlicher Qualität hergestellt werden; das Papier wird nur minimal gekräuselt oder verzerrt; und die Düsen des Tintenstrahldruckkopfes verstopfen nicht, selbst wenn über einen längeren Zeitraum hinweg nicht gedruckt wird und die Düsen dabei nicht abgedeckt werden.

[0004] Heißschmelztinten liegen bei Umgebungstemperatur gewöhnlich in fester Form vor, während sie bei der Betriebstemperatur eines Tintenstrahldruckers in flüssiger Form vorliegen. Beim Drucken werden feine Tröpfchen der flüssigen Tinte versprüht, und wenn die Tintentröpfchen auf die Oberfläche des Aufzeichnungsmediums treffen, entweder direkt oder über ein erwärmtes Zwischenübertragungselement, das ein Band oder eine Walze sein kann, erstarren sie sehr schnell, wobei das gewünschte Muster aus erstarrten Tintentröpfchen erhalten wird.

[0005] Heißschmelztinten, die zum Herstellen farbiger Ausdrücke verwendet werden, umfassen gewöhnlich einen Tintenträger und einen färbenden Bestandteil, der mit dem Tintenträger kompatibel ist. Es können mehrere farbige Heißschmelztinten hergestellt werden, die jeweils einen Tintenträger und einen kompatiblen Bestandteil mit einer Primärfarbe für die subtraktive Farbmischung enthalten. Die Heißschmelztinten für die subtraktive Farbmischung können jeweils einen Farbstoff oder ein Pigment der Farbe Cyan, Magenta, Gelb oder Schwarz umfassen; es können aber auch Tinten mit anderen Farben verwendet werden. Diese gefärbten Tinten mit einer Primärfarbe für die subtraktive Farbmischung können unter Verwendung eines einzelnen Farbstoffes, eines einzelnen Pigments oder eines Gemisches aus verschiedenen Farbstoffen oder Pigmenten hergestellt werden. Eine Tinte der Farbe Magenta kann beispielsweise unter Verwendung eines Gemisches aus Solvent Red Farbstoffen hergestellt werden, und eine Tinte mit einem Schwarztönen kann durch Vermischen mehrerer Farbstoffe erhalten werden.

[0006] Heißschmelztinten sind insbesondere deshalb zur Verwendung in Tintenstrahldruckern geeignet, weil sie in fester Form verbleiben, wenn sie bei Raumtemperatur transportiert oder über einen längeren Zeitraum hinweg gelagert werden. Ein Verstopfen der Düsen des Tintenstrahldruckkopfes, was bei der Verwendung von flüssigen Tinten infolge des Verdampfens des Lösungsmittels vorkommen kann, tritt bei der Verwendung von Heißschmelztinten ebenfalls nicht auf, wodurch die Druckzuverlässigkeit beim Tintenstrahldrucken verbessert wird. In einem Tintenstrahldrucker, in dem eine Heißschmelztinte verwendet wird und in dem die Tintentröpfchen direkt auf einem Aufzeichnungsmedium (wie zum Beispiel einem Blatt Papier, einer Transparentfolie oder dergleichen) aufgebracht werden, erstarren die Tintentröpfchen sofort, wenn sie auf das Aufzeichnungsmedium treffen, so dass ein Eindringen der Tinte in das Aufzeichnungsmedium verhindert wird, wodurch die Qualität des Ausdruckes, der aus Tintenpunkten besteht, verbessert wird.

[0007] Mit der zuvor beschriebenen Tintenstrahldrucktechnologie, bei der herkömmliche feste Tinten verwendet werden, können gewöhnlich lebendige Ausdrücke kostengünstig auf einer Vielzahl von porösen Papiersubstraten hergestellt werden; mit dieser Technologie können jedoch keine zufriedenstellenden Ergebnisse auf beschichteten Substraten erhalten werden. Es besteht deshalb ein Bedarf an einer Heißschmelztinte, mit der Bilder oder Ausdrücke auf beschichteten Papiersubstraten erzeugt werden können. Es besteht ebenfalls ein Bedarf an alternativen Heißschmelztinten und Drucktechnologien für die Zukunft, mit denen qualitativ hochwertige Bilder auf allen Substraten erzeugt werden können.

[0008] Diese Erfindung betrifft feste Tintenzusammensetzungen, die amorphe und kristalline Bestandteile, die aus Weinsäure hergestellt wurden, enthalten und die zum Tintenstrahldrucken, einschließlich zum Drucken auf beschichteten Papiersubstraten, verwendet werden können.

[0009] Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfassen:

- (1) Eine Heißschmelztinte, umfassend einen amorphen Bestandteil und einen kristallinen Bestandteil, wobei der amorphe Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Di-L-menthyl-L-tartrat, Di-DL-menthyl-L-tartrat, Di-L-menthyl-DL-tartrat, Di-DL-menthyl-DL-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon, und wobei der kristalline Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, 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-methyl-benzyl)-L-tartrat, Bis(4-methoxybenzyl)-L-tartrat, Dicyclohexyl-L-tartrat, Bis(4-t-butyl-cyclohexyl)-L-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon.
- (2) Eine Heißschmelztinte gemäß Punkt (1), wobei der amorphe Bestandteil in einer Menge von 5 Gewichtsprozent bis 40 Gewichtsprozent enthalten ist, bezogen auf das Gesamtgewicht der Heißschmelztinte, und wobei der kristalline Bestandteil in einer Menge von 60 Gewichtsprozent bis 95 Gewichtsprozent enthalten ist, bezogen auf das Gesamtgewicht der Heißschmelztinte.
- (3) Eine Heißschmelztinte gemäß einem der Punkte (1) oder (2), wobei der kristalline Bestandteil und der amorphe Bestandteil in einem Gewichtsverhältnis von 1,5 bis 20 miteinander vermischt sind.
- (4) Eine Heißschmelztinte gemäß einem der Punkte (1) bis (3), weiterhin umfassend einen färbenden Bestandteil, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus einem Pigment, einem Farbstoff und Gemischen von Pigmenten und/oder Farbstoffen.
- (5) Eine Heißschmelztinte gemäß einem der Punkte (1) bis (4) mit einer Viskosität von 15 mPa·s (15 cPs) oder weniger bei einer Temperatur von 140°C
- (6) Eine Heißschmelztinte gemäß einem der Punkte (1) bis (5) mit einer Viskosität von mehr als 10⁶ mPa·s (10⁶ cPs) bei Raumtemperatur.

[0010] Die **Fig. 1** zeigt die DSC(Differential-Scanning-Kalorimetrie)-Daten von Diphenethyl-L-tartrat (DPT), die bestätigen, dass die Verbindung kristallin ist (die DSC-Daten wurden mit der Vorrichtung Q 1000 Differential Scanning Calorimeter (TA Instruments) bei einer Geschwindigkeit von 10°C/Min. im Bereich von -50 bis 200 bis -50°C erhalten).

[0011] Die **Fig. 2** zeigt die DSC-Daten der in den Beispielen hergestellten Tintenprobe, die das Gemisch Diphenethyl-L-tartrat (DPT)/Di-L-menthyl-L-tartrat (70/30 Gewichtsprozent) enthielt.

[0012] Die **Fig. 3** zeigt die rheologischen Daten der Tintenprobe, die das Gemisch DPT/Di-L-menthyl-L-tartrat (70/30 Gewichtsprozent) enthielt.

[0013] Alle rheologischen Messungen wurden mit der Vorrichtung RFS3 Controlled Strain Rheometer (TA Instruments), ausgestattet mit einer Peltier-Heizplatte, unter Verwendung einer 25 mm Parallelplatte durchgeführt. Das Messverfahren wurde im Temperature-Sweep-Modus in Temperaturschritten von 5°C von einer hohen Temperatur zu einer niedrigen Temperatur, wobei die Haltezeit (Gleichgewichtseinstellungszeit) 120 Sekunden zwischen den jeweiligen Temperaturschritten betrug, und bei einer konstanten Frequenz von 1 Hz durchgeführt.

[0014] Die Verwendung von festen Tinten ermöglicht neue Druckanwendungen in unterschiedlichsten Bereichen, und durch eine geeignete Auswahl der Druckkopftechnologie, des Druckprozesses und der Tintenmaterialien können viele Druckanwendungen optimiert werden. Diese Heißschmelztinten sind bei Raumtemperatur (20 bis 27°C) fest und bei einer erhöhten Temperatur geschmolzen und können in geschmolzenem Zustand auf einem Substrat aufgebracht werden. Wie zuvor beschrieben wurde, können zufriedenstellende Ergebnis-

se erhalten werden, wenn herkömmliche feste Tinten auf porösen Papiersubstraten aufgebracht werden; auf beschichteten Papiersubstraten werden jedoch nicht immer zufriedenstellende Ergebnisse erhalten.

[0015] Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben entdeckt, dass widerstandsfähige Bilder beziehungsweise Ausdrücke sowohl auf unbeschichteten als auch auf beschichteten Papieren erhalten werden, wenn eine feste Tintenzusammensetzung verwendet wird, die ein Gemisch aus kristallinen und amorphen Bestandteilen enthält. Verbindungen mit einer kleinen Molekülgröße kristallisieren gewöhnlich aus, wenn sie vom geschmolzenen in den festen Zustand übergehen, und organische Feststoffe mit einem niedrigen Molekulargewicht liegen gewöhnlich in Form von Kristallen vor. Kristalline Verbindungen sind gewöhnlich relativ hart und widerstandsfähig; sie sind jedoch ebenfalls relativ spröde, und wenn eine Tintenzusammensetzung, die hauptsächlich kristalline Bestandteile enthält, zum Herstellen eines Ausdruckes verwendet wird, kann der erhaltene Ausdruck leicht beschädigt werden. Amorphe Verbindungen mit einem hohen Molekulargewicht, wie beispielsweise Polymere, liegen bei erhöhter Temperatur in Form von viskosen und klebrigen Flüssigkeiten vor; sie haben jedoch bei hohen Temperaturen keine ausreichend niedrige Viskosität. Deshalb können Polymere nicht über die Düsen eines Tintenstrahldruckkopfes (Betriebstemperatur: $\leq 140^{\circ}\text{C}$) versprüht werden. Entsprechend der vorliegenden Erfindung werden kristalline und amorphe Materialien in Kombination miteinander verwendet, um eine widerstandsfähige Heißschmelztinte herzustellen.

[0016] Die vorliegende Erfindung stellt eine feste Tintenzusammensetzung für die Tintenstrahlaufzeichnung bereit, die ein Gemisch von (1) kristallinen und (2) amorphen Bestandteilen umfasst, die gewöhnlich in einem Gewichtsverhältnis im Bereich von 60:40 bis 95:5 vorliegen. Das Gewichtsverhältnis von kristallinen zu amorphen Bestandteilen liegt bevorzugt im Bereich von 65:35 bis 95:5 und besonders bevorzugt im Bereich von 70:30 bis 90:10. Entsprechend einer anderen Ausführungsform der Erfindung werden die kristallinen und amorphen Bestandteile jeweils in einem Gewichtsverhältnis von 1,5 bis 20 oder in einem Gewichtsverhältnis von 2,0 bis 10 miteinander vermischt.

[0017] Erfindungsgemäß wird der kristalline Bestandteil ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Dibenzyl-L-tartrat, Diphenethyl-L-tartrat (DPT), 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-t-butylcyclohexyl)-L-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon. Der amorphe Bestandteil ist ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Di-L-menthyl-L-tartrat, Di-DL-menthyl-L-tartrat, Di-L-menthyl-DL-tartrat, Di-DL-menthyl-DL-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon. Jeder dieser Bestandteile verleiht der Heißschmelztinte bestimmte Eigenschaften, und die Kombination der Bestandteile ermöglicht die Herstellung von Tinten, mit denen widerstandsfähige Bilder beziehungsweise Ausdrücke sowohl auf unbeschichteten als auch auf beschichteten Substraten erhalten werden. Der kristalline Bestandteil in der Tintenzusammensetzung begünstigt die Phasenumwandlung durch schnelles Auskristallisieren beim Abkühlen der Tinte. Der kristalline Bestandteil bestimmt ebenfalls die Struktur des erhaltenen Tintenfilms und verringert die Klebrigkeit des amorphen Bestandteils, so dass eine harte Tinte erhalten wird. Der amorphe Bestandteil verleiht der Tinte die erforderliche Klebrigkeit und dem Ausdruck die erforderliche Widerstandsfähigkeit.

[0018] Die Erfindung betrifft die Verwendung von kristallinen Materialien, die für die Herstellung von festen Tinten verwendet werden. Die kristallinen Materialien werden durch Veresterung von Weinsäure hergestellt. Diese Materialien haben eine Schmelztemperatur (T_{schm}) von 150°C oder weniger, wie beispielsweise eine Schmelztemperatur im Bereich von 65 bis 150°C oder 66 bis 145°C ; eine Kristallisationstemperatur (T_{krist}) von 60°C oder mehr, wie beispielsweise eine Kristallisationstemperatur im Bereich von 60 bis 140°C oder 65 bis 120°C ; und bei der Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird (90 bis 150°C), eine Viskosität von $10\text{ mPa}\cdot\text{s}$ (10 cPs) oder weniger, wie beispielsweise eine Viskosität im Bereich von $0,5$ bis $10\text{ mPa}\cdot\text{s}$ ($0,5$ bis 10 cPs) oder 1 bis $10\text{ mPa}\cdot\text{s}$ (1 bis 10 cPs). Die Materialien liegen bei Raumtemperatur in Form von Kristallen vor und haben bei dieser Temperatur eine Viskosität von mehr als $10^6\text{ mPa}\cdot\text{s}$ (10^6 cPs).

[0019] Der kristalline Bestandteil wird mit einem amorphen Bestandteil vermischt, wobei die feste Tintenzusammensetzung erhalten wird. Die erfindungsgemäßen Tintenzusammensetzungen haben gute rheologische Eigenschaften. Bildproben, die unter Verwendung der erfindungsgemäßen Heißschmelztinten mit der Vorrichtung K-Proofer auf beschichtetem Papier hergestellt wurden, hatten eine ausgezeichnete Widerstandsfähigkeit.

[0020] Die Vorrichtung K-Proofer ist eine Testapparatur, die häufig in Druckereien verwendet wird. In diesem Fall wurde die Apparatur so modifiziert, dass die Druckplatte erwärmt wurde, um die feste Tinte zu schmelzen. Der verwendete K-Proofer hatte drei rechteckige Tiefdruckmuster mit jeweils einer Größe von etwa $9,4 \times 4,7\text{ cm}$. Die Zelldichte des ersten Rechteckes betrug nominell 100%, die des zweiten 80% und die des dritten 60%.

Mit dieser K-Proofer-Platte werden gewöhnlich Filme (oder Pixel) mit einer Dicke (oder Höhe) von etwa 5 μm hergestellt. Die Tinte, die getestet werden sollte, wurde auf der erwärmten Tiefdruckplatte aufgebracht; dann wurde ein Wischblatt über die Plattenoberfläche gezogen, um die Tinte zu verteilen; und unmittelbar danach wurde eine Gummiwalze, an deren Oberfläche ein Testpapier befestigt worden war, über die Plattenoberfläche gezogen. Beim Ziehen der Walze über die Plattenoberfläche wurde die Tinte von den Tiefdruckzellen auf das Papier übertragen, wobei ein Testausdruck erhalten wurde.

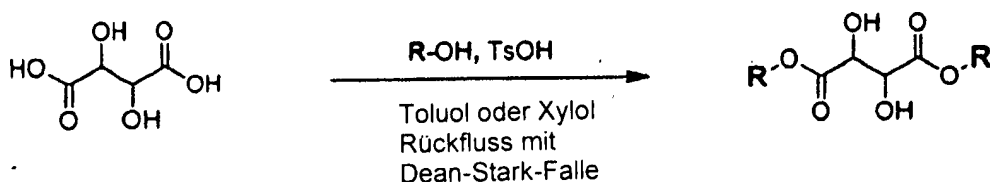
[0021] Die Verwendung von Weinsäure bei der Herstellung der erfindungsgemäß verwendeten Ester hat den Vorteil, dass ein billiges Ausgangsmaterial verwendet werden kann, das aus einer natürlichen (biologischen) Quelle stammt.

[0022] Erfindungsgemäß wird die Heißschmelztinte unter Verwendung eines kristallinen Materials hergestellt, das durch Veresterung von Weinsäure mit mindestens einem Alkohol erhalten wurde. Die Heißschmelztinte umfasst das kristalline Material in Kombination mit einem amorphen Material, und gegebenenfalls einen färbenden Bestandteil. Die erfindungsgemäße Kombination aus amorphen und kristallinen Materialien ermöglicht die Herstellung einer Tinte mit einem genau definierten (scharfen) Phasenübergang von Flüssig nach Fest und einer geeigneten Viskosität, mit der harte und widerstandsfähige Bilder ausgedruckt werden können. Ausdrücke, die unter Verwendung dieser Tinte hergestellt wurden, haben bessere Eigenschaften als Ausdrücke, die unter Verwendung handelsüblich erhältlicher Tinten hergestellt wurden; sie werden beispielsweise nicht so leicht verkratzt beziehungsweise abgerieben. Die Ester von Weinsäure, die den kristallinen Bestandteil der erfindungsgemäßen Heißschmelztinten bilden, ermöglichen die Herstellung von widerstandsfähigen Tinten mit den gewünschten rheologischen Eigenschaften, die beim Tintenstrahldrucken erforderlich sind.

[0023] Die erfindungsgemäße Tintenzusammensetzung kann weiterhin einen färbenden Bestandteil enthalten, der ein Pigment oder ein Farbstoff sein kann und der in der Tintenzusammensetzung gewöhnlich in einer Menge im Bereich von 0,1 Gewichtsprozent bis 50 Gewichtsprozent und bevorzugt in einer Menge im Bereich von 0,2 Gewichtsprozent bis 20 Gewichtsprozent enthalten ist, bezogen auf das Gesamtgewicht der Tintenzusammensetzung. Die Heißschmelztinte enthält einen kristallinen Bestandteil. Der kristalline Bestandteil ist gewöhnlich in einer Menge von 60 Gewichtsprozent bis 95 Gewichtsprozent und bevorzugt in einer Menge von 65 Gewichtsprozent bis 95 Gewichtsprozent in der Tinte enthalten, bezogen auf das Gesamtgewicht der Tintenzusammensetzung. Der amorphe Bestandteil ist gewöhnlich in einer Menge von 5 Gewichtsprozent bis 40 Gewichtsprozent und bevorzugt in einer Menge von 5 Gewichtsprozent bis 35 Gewichtsprozent in der Tinte enthalten, bezogen auf das Gesamtgewicht der Tintenzusammensetzung.

[0024] Die erfindungsgemäße Heißschmelztinte kann eine Viskosität im Bereich von 1 bis 14 mPa·s (1 bis 14 cPs), im Bereich von 2 bis 13 mPa·s (2 bis 13 cPs) oder im Bereich von 3 bis 12 mPa·s (3 bis 12 cPs) bei einer Temperatur von 140°C haben. Es ist bevorzugt, dass die Heißschmelztinte eine Viskosität von $> 10^6$ mPa·s ($> 10^6$ cPs) bei Raumtemperatur hat. Es ist bevorzugt, dass die Heißschmelztinte eine Schmelztemperatur (T_{schm}) von 65 bis 140°C, 65 bis 135°C oder 70 bis 130°C, und eine Kristallisationstemperatur (T_{krist}) von 40 bis 140°C, 45 bis 130°C oder 50 bis 125°C hat, bestimmt mittels DSC-Messung bei einer Geschwindigkeit von 10°C/Min.

[0025] Die Tintenzusammensetzung entsprechend der vorliegenden Erfindung enthält einen kristallinen Bestandteil. Entsprechend dem folgenden Syntheschema, das die Herstellung eines Weinsäurediesters zeigt, wurde Weinsäure mit verschiedenen Alkoholen umgesetzt.



[0026] Die Veresterung wurde als Ein-Schritt-Reaktion durchgeführt. Von zehn verwendeten Alkoholen (Benzylalkohol, Phenethylalkohol, 2-Phenoxyethanol, 3-Phenyl-1-propanol, 4-Methylbenzylalkohol, 4-Methoxyphenol, Cyclohexanol, Cyclopentanol, 4-t-Butylcyclohexanol und 3,5,5-Trimethyl-1-hexanol) war Phenethylalkohol das beste Material, um einen beständigen kristallinen Bestandteil mit geeigneten physikalischen Eigenschaften herzustellen. Die Diester von 3,5,5-Trimethyl-1-hexanol und Cyclopentanol waren bei Raumtemperatur viskose Flüssigkeiten, und die restlichen hergestellten Diester waren kristallin. Nicht unter die Ansprüche fallende Beispiele für Alkohole, die bei der Veresterung verwendet werden können, umfassen Alkylalkohole, in denen der Alkylrest geradkettig, verzweigt oder zyklisch, gesättigt oder ungesättigt, substituiert oder unsub-

stituiert sein kann, mit 1 bis 40 Kohlenstoffatomen, sowie substituierte oder unsubstituierte aromatische oder heteroaromatische Alkohole, und Gemische davon. Es können zwei oder mehr Moläquivalente Alkohol bei der Veresterung verwendet werden, um die Diester von Weinsäure herzustellen. Wenn ein Moläquivalent Alkohol verwendet wird, werden hauptsächlich Monoester erhalten.

[0027] Die DSC(Differential-Scanning-Kalorimetrie)-Daten von Diphenethyl-L-tartrat (DPT), die in der **Fig. 1** gezeigt sind, zeigen sehr scharfe Phasenumwandlungen, das heißt eine Schmelztemperatur (T_{schm}) von 110°C und eine Kristallisationstemperatur (T_{krist}) von 83°C; aufgrund dieser Daten ist das Material sehr gut als Phasenumwandlungsmaterial für die erfindungsgemäße Heißschmelztinte geeignet. Die relativ geringe Temperaturdifferenz zwischen T_{schm} und T_{krist} ermöglicht eine schnelle Phasenumwandlung, so dass das DPT ein besonders bevorzugtes kristallines Material für die erfindungsgemäße Heißschmelztinte ist.

[0028] Die Viskosität von DPT wurde gemessen und betrug 4,7 mPa·s (4,7 cPs) bei 140°C und 10,3 mPa·s (10,3 cPs) bei 110°C. Die niedrige Viskosität bei den Temperaturen (100 bis 140°C), bei denen die Tinte versprüht wird, ermöglicht einen breiten Spielraum bei der Herstellung der Tintenzusammensetzungen. Die Viskosität bei Raumtemperatur konnte nicht mit einem Rheometer gemessen werden, weil DPT bei dieser Temperatur ein kristalliner Feststoff ($\eta > 10^6$ mPa·s (10^6 cPs)) ist; es wird aber davon ausgegangen, dass die Kristallinität der erfindungsgemäß verwendeten kristallinen Materialien dazu führt, dass eine Heißschmelztinte mit der erforderlichen Härte erhalten wird. Diese Eigenschaften führen dazu, dass die hergestellten Materialien gut als kristalline Bestandteile in den erfindungsgemäßen Heißschmelztinten verwendet werden können.

[0029] Die erfindungsgemäße Heißschmelztinte kann weiterhin herkömmlich verwendete Additive enthalten, die der Tinte zusätzliche Eigenschaften verleihen. Beispiele für solche Additive, die in Kombination miteinander verwendet werden können, umfassen Antioxidationsmittel, Entschäumungsmittel, Gleitmittel, Einebner, Klärmittel, Mittel zum Modifizieren der Viskosität, Haft- beziehungsweise Klebstoffe, und Weichmacher.

[0030] Die erfindungsgemäße Tinte kann ein Antioxidationsmittel enthalten, das die Bilder beziehungsweise Ausdrücke oder die Tintenbestandteile selbst vor Oxidation schützt, während die Tinte in Form einer erwärmten Schmelze in dem Tintenvorratsbehälter vorliegt. Beispiele für geeignete Antioxidationsmittel umfassen (1) N,N'-Hexamethylen-bis(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyhydrocinnamamid) (IRGANOX 1098, erhältlich von BASF), (2) 2,2-Bis(4-(2-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyhydrocinnamoyloxy)ethoxyphenyl)propan (TOPANOL-205, erhältlich von Vertellus), (3) Tris(4-t-butyl-3-hydroxy-2,6-dimethylbenzyl)isocyanurat (Aldrich D12840-6), (4) 2,2'-Ethyliden-bis(4,6-di-t-butylphenyl)fluorophosphonit (ETHANOX-398, erhältlich von Albermarle Corporation), (5) Tetrakis(2,4-di-t-butylphenyl)-4,4'-biphenyldiphosphonit (ALDRICH 46852-5), (6) Pentaerythritoltertrastearat (TCI America), (7) Tributylammoniumhypophosphit (Aldrich 42009-3), (8) 2,6-Di-t-butyl-4-methoxyphenol (Aldrich 25106-2), (9) 2,4-Di-t-butyl-6-(4-methoxybenzyl)phenol (Aldrich 23008-1), (10) 4-Brom-2,6-dimethylphenol (Aldrich 34951-8), (11) 4-Brom-3,5-dimethylphenol (Aldrich B6420-2), (12) 4-Brom-2-nitrophenol (Aldrich 30987-7), (13) 4-(Diethylaminomethyl)-2,5-dimethylphenol (Aldrich 14668-4), (14) 3-Dimethylaminophenol (Aldrich ID14400-2), (15) 2-Amino-4-t-amyphenol (Aldrich 41258-9), (16) 2,6-Bis(hydroxymethyl)-p-kresol (Aldrich 22752-8), (17) 2,2'-Methylenidiphenol (Aldrich B4680-8), (18) 5-(Diethylamino)-2-nitrosophenol (Aldrich 26951-4), (19) 2,6-Dichlor-4-fluorphenol (Aldrich 28435-1), (20) 2,6-Dibromfluorphenol (Aldrich 26003-7), (21) α -Trifluor-o-kresol (Aldrich 21979-7), (22) 2-Brom-4-fluorphenol (Aldrich 30246-5), (23) 4-Fluorphenol (Aldrich F1320-7), (24) 4-Chlorphenyl-2-chlor-1,1,2-trifluorethylsulfon (Aldrich 13823-1), (25) 3,4-Difluorphenyllessigsäure (Aldrich 29043-2), (26) 3-Fluorphenyllessigsäure (Aldrich 24804-5), (27) 3,5-Difluorphenyllessigsäure (Aldrich 29044-0), (28) 2-Fluorphenyllessigsäure (Aldrich 20894-9), (29) 2,5-Bis(trifluormethyl)benzoesäure (Aldrich 32527-9), (30) Ethyl-2-(4-(4-(trifluormethyl)phenoxy)phenoxy)propionat (Aldrich 25074-0), (31) Tetrakis(2,4-di-t-butylphenyl)-4,4'-biphenyldiphosphonit (Aldrich 46852-5), (32) 4-t-Amyphenol (Aldrich 15384-2), (33) 3-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4-hydroxyphenethylalkohol (Aldrich 43071-4), NAUGARD 76, NAUGARD 445, NAUGARD 512 und NAUGARD 524 (hergestellt von Chemtura Corporation), und Gemische davon. Das Antioxidationsmittel kann in der Tintenzusammensetzung in einer geeigneten oder effektiven Menge enthalten sein, wie zum Beispiel in einer Menge im Bereich von 0,25 Gewichtsprozent bis 10 Gewichtsprozent oder in einer Menge im Bereich von 1 Gewichtsprozent bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht der Tinte.

[0031] Die erfindungsgemäße Heißschmelztinte kann ebenfalls einen färbenden Bestandteil enthalten. Die erfindungsgemäße Tinte muss jedoch keinen färbenden Bestandteil enthalten. Der färbende Bestandteil kann ein beliebiger färbender Bestandteil sein, wie beispielsweise ein Farbstoff, ein Pigment oder dergleichen, oder ein Gemisch davon, vorausgesetzt, dass der färbende Bestandteil in dem Tintenträger gelöst oder dispergiert werden kann. Es kann jeder Farbstoff oder jedes Pigment verwendet werden, vorausgesetzt, dass der färbende Bestandteil in dem Tintenträger dispergiert oder gelöst werden kann und dass der färbende Bestandteil kompatibel mit den anderen Bestandteilen der Tinte ist. Der Tintenträger der erfindungsgemäßen Heißschmelztinte

kann in Kombination mit herkömmlichen färbenden Bestandteilen für Heißschmelztinten verwendet werden, wie zum Beispiel in Kombination mit den Solvent Dyes, Disperse Dyes, modifizierten Acid und Direct Dyes, Basic Dyes, Sulphur Dyes, Vat Dyes und dergleichen, die im Color Index (C. I.) aufgeführt sind. Beispiele für geeignete Farbstoffe 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 Spilon Yellow C-GNH (Hodogaya Chemical); Bemachrome Yellow GD Sub (Classic Dyestuffs); Cartasol Brilliant Yellow 4GF (Clariant); Cibano-ne Yellow 2G (Classic Dyestuffs); Orasol Black RLI (BASF); 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); und Metallphthalocyaninfarbstoffe. Polymere Farbstoffe können ebenfalls verwendet werden, wie zum Beispiel die Farbstoffe, die von Milliken & Company handelsüblich erhältlich sind, wie beispielsweise Milliken Ink Yellow 869, Milliken Ink Blue 92, Milliken Ink Red 357, Milliken Ink Yellow 1800, Milliken Ink Black 8915-67, nicht verschnittenes Reactint Orange X-38, nicht verschnittenes Reactint Blue X-17, Solvent Yellow 162, Acid Red 52, Solvent Blue 44, und nicht verschnittenes Reactint Violet X-80.

[0032] Die erfindungsgemäße Heißschmelztinte kann ebenfalls ein Pigment als färbenden Bestandteil enthalten. 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 Ruße, wie beispielsweise REGAL 330TM (Cabot), Nipex 150 (Evonik), Carbon Black 5250 und Carbon Black 5750 (Columbia Chemical); und Gemische davon.

[0033] Die Dispersion des Pigments in dem Tintenträger kann mit synergistischen Mitteln und mit Dispergiermitteln stabilisiert werden. Die Pigmente, die erfindungsgemäß verwendet werden können, können organische oder anorganische Materialien sein. Pigmente auf der Basis von magnetischen Materialien sind ebenfalls geeignet und können zum Beispiel für die Herstellung von widerstandsfähigen MICR (Magnetic Ink Character Recognition)-Tinten verwendet werden. Beispiele für magnetische Pigmente umfassen magnetische Nanoteilchen, wie zum Beispiel ferromagnetische Nanoteilchen.

[0034] Entsprechend einer Ausführungsform der Erfindung werden Solvent Dyes verwendet. Beispiele für Solvent Dyes, die entsprechend der vorliegenden Erfindung verwendet werden können, umfassen spritlösliche Farbstoffe, weil diese Farbstoffe mit den erfindungsgemäß verwendeten Tintenträgern kompatibel sind. Beispiele für geeignete spritlösliche Farbstoffe 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 %RA EX (Classic Dyestuffs); Orasol Black RLI (BASF); Orasol Blue GN (Pylam Products); Savinyl Black RLS (Clariant); Morfast Black 101 (Rohm & Haas); Thermoplast Blue 670 (BASF); Savinyl Blue GLS (Sandoz); Luxol Fast Blue MBSN (Pylam); Sevron Blue 5GMF (Classic Dyestuffs); Basacid Blue 750 (BASF); Keyplast Blue (Keystone Aniline Corporation); Neozapon Black X51 (C. I. Solvent Black, C. I. 12195) (BASF); Sudan Blue 670 (C. I. 61554) (BASF); Sudan Yellow 146 (C. I. 12700) (BASF); Sudan Red 462 (C. I. 260501) (BASF); und Gemische davon.

[0035] Die Heißschmelztinte kann den färbenden Bestandteil in einer geeigneten oder effektiven Menge enthalten, so dass die gewünschte Farbe oder der gewünschte Farbton erhalten wird, wie beispielsweise in einer Menge im Bereich von 0,1 Gewichtsprozent bis 50 Gewichtsprozent, in einer Menge im Bereich von 0,2 Gewichtsprozent bis 20 Gewichtsprozent oder in einer Menge im Bereich von 0,5 Gewichtsprozent bis 10 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht der Tinte.

[0036] Der Tintenträger der Heißschmelztinte kann einen Schmelzpunkt im Bereich von 65 bis 150°C, im Bereich von 70 bis 140°C, im Bereich von 75 bis 135°C, im Bereich von 80 bis 130°C oder im Bereich von 85 bis 125°C haben; der Schmelzpunkt kann beispielsweise mittels Differential-Scanning-Kalorimetrie bei einer Geschwindigkeit von 10°C/Min. bestimmt werden. Die Viskosität der Heißschmelztinte bei der Temperatur (etwa 140°C), bei der die Tinte versprüht wird, kann im Bereich von 1 bis 13 mPa·s (1 cPs bis 13 cPs), im Bereich von 2 bis 13 mPa·s (2 cPs bis 13 cPs) oder im Bereich von 4 bis 12 (4 cPs bis 12 cPs) liegen.

[0037] Die erfindungsgemäße Tintenzusammensetzung kann unter Anwendung eines geeigneten Verfahrens hergestellt werden. Die Bestandteile des Tintenträgers können beispielsweise miteinander vermischt werden, und dann wird das Gemisch mindestens auf die Temperatur erwärmt, bei der das Gemisch schmilzt, wie zum Beispiel auf eine Temperatur im Bereich von 60 bis 150°C, auf eine Temperatur im Bereich von 80 bis 145°C oder auf eine Temperatur im Bereich von 85 bis 140°C. Der färbende Bestandteil kann vor dem Erwärmen der Tintenbestandteile oder nach dem Erwärmen der Tintenbestandteile zugegeben werden. Wenn der färbende Bestandteil ein Pigment ist, kann das geschmolzene Gemisch in einem Attritor, in einer Kugelmühle oder in einer anderen Mischvorrichtung, in der hohe Mischkräfte auftreten, gemahlen werden, um das Pigment in dem Tintenträger zu dispergieren. Das erwärmte Gemisch wird danach 5 Sekunden bis 30 Minuten oder länger gerührt, um eine im Wesentlichen homogene, gleichmäßige Schmelze zu erhalten, und dann wird die Tinte auf Umgebungstemperatur (20 bis 25°C) abgekühlt. Die Tinte ist bei Umgebungstemperatur fest. Entsprechend einer Ausführungsform der Erfindung wird die Tinte in geschmolzenem Zustand in eine Form gefüllt und dann abgekühlt, wobei ein fester Tintenstift erhalten wird. Beispiele für geeignete Verfahren zum Herstellen der Tinte werden im US Patent Nr. 7,186,762 beschrieben.

[0038] Die erfindungsgemäße Tinte kann in einer Apparatur zum direkten Tintenstrahldrucken oder beim indirekten Tintenstrahldrucken (Offset-Drucken) verwendet werden. Ein Beispiel für ein Tintenstrahldruckverfahren ist ein Verfahren, umfassend das Einbringen der erfindungsgemäßen Tinte in einen Tintenstrahldrucker, das Schmelzen der Tinte, das Versprühen von feinen Tröpfchen der geschmolzenen Tinte und das Aufbringen der Tröpfchen in Form eines bildförmigen Musters auf einem Aufzeichnungssubstrat. Ein anderes Beispiel für ein Tintenstrahldruckverfahren ist ein Verfahren, umfassend das Einbringen der erfindungsgemäßen Tinte in einen Tintenstrahldrucker, das Schmelzen der Tinte, das Versprühen von feinen Tröpfchen der geschmolzenen Tinte, das Aufbringen der Tröpfchen in Form eines bildförmigen Musters auf einem Zwischenübertragungselement und das Übertragen der Tinte in Form eines bildförmigen Musters vom Zwischenübertragungselement auf ein Aufzeichnungssubstrat. Das Zwischenübertragungselement kann auf eine Temperatur erwärmt werden, die höher als die Temperatur des Aufzeichnungsblattes und niedriger als die Temperatur der geschmolzenen Tinte in dem Drucker ist. Es ist bevorzugt, dass sowohl das Zwischenübertragungselement als auch das Aufzeichnungsblatt erwärmt werden; entsprechend dieser Ausführungsform werden sowohl das Zwischenübertragungselement als auch das Aufzeichnungsblatt auf eine Temperatur erwärmt, die niedriger als die Temperatur der geschmolzenen Tinte in dem Drucker ist, wobei (1) das Zwischenübertragungselement auf eine Temperatur erwärmt wird, die höher als die Temperatur des Aufzeichnungssubstrats und niedriger als die Temperatur der geschmolzenen Tinte in dem Drucker ist; (2) das Aufzeichnungssubstrat auf eine Temperatur erwärmt wird, die höher als die Temperatur des Zwischenübertragungselementes und niedriger als die Temperatur der geschmolzenen Tinte in dem Drucker ist; oder (3) das Zwischenübertragungselement und das Aufzeichnungsblatt auf annähernd die gleiche Temperatur erwärmt werden. Der Drucker kann eine piezoelektrische Vorrichtung umfassen; in diesem Fall werden die feinen Tröpfchen der Tinte aufgrund von Schwingungen piezoelektrischer Elemente in Form eines bildförmigen Musters versprüht. Die erfindungsgemäße Tinte kann aber auch in anderen Druckprozessen verwendet werden, in denen Heißschmelztinten verwendet werden, wie zum Beispiel beim akustischen Tintenstrahldrucken; beim thermischen Tintenstrahldrucken; bei einem Tintenstrahldruckverfahren, in dem ein kontinuierlicher Tintenstrahl erzeugt und abgelenkt wird; oder dergleichen. Die erfindungsgemäße Heißschmelztinte kann auch in einem Druckprozess verwendet werden, der kein Tintenstrahldruckverfahren ist, bei dem eine Heißschmelztinte verwendet wird.

[0039] Das Aufzeichnungssubstrat oder Aufzeichnungsblatt kann ein Normalpapier sein, wie zum Beispiel XEROX 4200 Papier, XEROX Image Series Papier, Courtland 4024 DP Papier, liniertes Notizpapier, Wertzeichenpapier, ein mit Siliziumoxid beschichtetes Papier, wie beispielsweise ein mit Siliziumoxid beschichtetes Papier von Sharp Company, JuJo Papier, HAMMERMILL LASERPRINT Papier, oder dergleichen; ein be-

schichtetes Glanzpapier, wie zum Beispiel XEROX Digital Color Elite Gloss, oder Sappi Warren Papers LUSTROGLOSS; ein Spezialpapier, wie beispielsweise Xerox DURAPAPER oder dergleichen; eine Transparentfolie; ein Gewebe; ein Textilprodukt; ein Kunststoff; ein Polymerfilm; ein anorganisches Aufzeichnungsmedium, wie beispielsweise ein Metall; oder Holz.

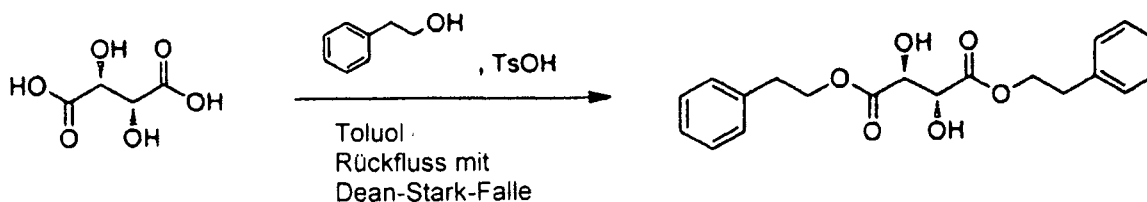
[0040] Die Erfindung wird im Folgenden anhand von Beispielen genauer beschrieben. Alle Teil- und Prozentangaben sind auf das Gewicht bezogen, wenn nicht anders angegeben.

Beispiele

Herstellung der verwendeten Materialien

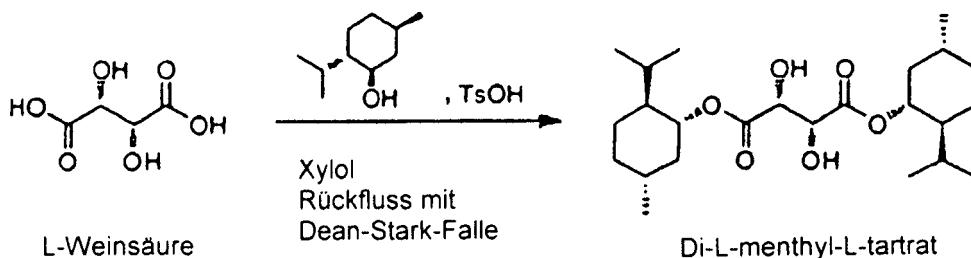
Herstellung von Diphenethyl-L-tartrat (DPT)

[0041] L-Weinsäure (9,0 g; 60 mMol), Phenethylalkohol (22,0 g; 180 mMol) und Toluol (120 ml) wurden in einen 500 ml Kolben eingebracht, der mit einem Dean-Stark-Abscheider ausgestattet war, wobei eine Suspension erhalten wurde. Dann wurde p-Toluolsulfonsäure-Monohydrat (0,14 g; 0,75 mMol) zugegeben, und das Gemisch wurde 17 Stunden lang unter Rückfluss erwärmt, wobei das Wasser azeotrop entfernt wurde. Das Reaktionsgemisch wurde auf Raumtemperatur abgekühlt, mit einer wässrigen NaHCO_3 -Lösung gewaschen (2×), dann mit einer Kochsalzlösung gewaschen (1×) und danach über MgSO_4 getrocknet. Nach dem Abfiltrieren und Entfernen des Lösungsmittels wurde der Rückstand unter Verwendung von Toluol umkristallisiert, wobei 16,9 g (Ausbeute: 79%) weiße Kristalle erhalten wurden. Die Probe wurde mittels ^1H NMR-Spektroskopie identifiziert, und eine Analyse zeigte, dass die Säurezahl der Probe 4,06 mg KOH/g betrug. Das Syntheschema ist im Folgenden angegeben:



Herstellung von Di-L-menthyl-L-tartrat (DMT)

[0042] L-Weinsäure (18,0 g; 120 mMol), 1-Menthol (37,5 g; 240 mMol) und Xylol (240 ml) wurden in einen 500 ml Kolben eingebracht, der mit einem Dean-Stark-Abscheider ausgestattet war, wobei eine Suspension erhalten wurde. Dann wurde p-Toluolsulfonsäure-Monohydrat (0,29 g; 1,5 mMol) zugegeben, und das Gemisch wurde 18 Stunden lang unter Rückfluss erwärmt, wobei das Wasser azeotrop entfernt wurde. Das Reaktionsgemisch wurde auf Raumtemperatur abgekühlt, mit einer 10-gewichtsprozentigen wässrigen KOH-Lösung gewaschen (1×), dann mit einer Kochsalzlösung gewaschen (2×) und danach über MgSO_4 getrocknet. Nach dem Abfiltrieren und Entfernen des Lösungsmittels wurde der Rückstand bei 120°C unter Rühren im Vakuum getrocknet, wobei 34,9 g (Ausbeute: 68%) eines amorphen Feststoffes erhalten wurden. Die Probe wurde mittels ^1H NMR-Spektroskopie identifiziert, und eine Analyse zeigte, dass die Säurezahl der Probe 1,23 mg KOH/g betrug. Das Syntheschema ist im Folgenden angegeben:



Herstellung einer Heißschmelztinte

[0043] DMT wurde als amorpher Bestandteil (η ($> 100^\circ\text{C}$) $< 10^2$ mPa·s (10^2 cPs) und η (bei Raumtemperatur) $> 10^6$ mPa·s (10^6 cPs)) der Heißschmelztinte verwendet. DPT und DMT wurden bei 120°C in geschmolzenem Zustand gerührt und dann abgekühlt, wobei eine Tintenprobe erhalten wurde. Das Verhältnis kristallines Ma-

terial/amorphes Material der Tintenprobe betrug 70/30 Gewichtsprozent. Bei diesem Mischverhältnis waren die beiden Materialien gut miteinander vermischbar.

[0044] Die Fig. 2 zeigt die DSC-Daten der hergestellten Tinte. Sowohl T_{schm} als auch T_{krist} waren in Richtung niedrigerer Temperaturen verschoben, aber die Tinte zeigte trotzdem scharfe Phasenübergänge, obwohl sie einen amorphen Bestandteil enthielt. Die Fig. 3 zeigt die rheologischen Daten der hergestellten Tintenprobe. Die Tintenprobe zeigte eine Phasenumwandlung auf $> 10^6$ mPa·s ($> 10^6$ cPs) bei etwa 85°C, wobei die Phasenübergangstemperatur durch Verändern des Verhältnisses kristallines Material/amorphes Material eingestellt werden konnte. Die Viskosität der Tinte bei etwa 130°C betrug weniger als 12 mPa·s (12 cPs).

Druckeigenschaften

[0045] Zu der Tintenprobe wurden 3 Gewichtsprozent eines Cyanfarbstoffes (Ciba Orasol Blue GN), der in der Tinte gut löslich war, gegeben. Die erhaltene Tinte wurde unter Verwendung der Vorrichtung K Printing Proofer (hergestellt von RK Print Coat Instrument Ltd., Litlington, Royston, Heris, SG8 0OZ, U.K.) auf das Papier Xerox Digital Color Elite Gloss (DCEG) mit einem Flächengewicht von 120 g/m² aufgebracht. Wenn ein Kratz/Mess-Finger mit einer gewölbten Spitze bei einem Winkel von etwa 15° zur Vertikalen mit einem Andruck von 528 g mit einer Geschwindigkeit von etwa 13 mm/s über das erhaltene Bild gezogen wurde, ergab die visuelle Überprüfung, dass sich keine Tinte vom Bild abgelöst hatte. Der Kratz/Mess-Finger war vergleichbar mit einer Schneidplatte mit runder Schneidkante mit einer Krümmung von etwa 12 mm.

[0046] Die Erfindung stellt feste Tintenzusammensetzungen bereit, die insbesondere für das Tintenstrahldrucken verwendet werden können und die mindestens einen kristallinen Bestandteil und mindestens einen amorphen Bestandteil enthalten. Die Tinten können ebenfalls einen färbenden Bestandteil enthalten, wie beispielsweise ein Pigment oder einen Farbstoff. Der erfindungsgemäß verwendete kristalline Bestandteil wird aus Weinsäure und mindestens einem Alkohol, wie beispielsweise Phenethylalkohol, bei einer Veresterungsreaktion erhalten. Der erhaltene kristalline Bestandteil hat die gewünschten physikalischen Eigenschaften und kann für die Herstellung widerstandsfähiger Tinten verwendet werden.

Patentansprüche

1. Heißschmelztinte, umfassend einen amorphen Bestandteil und einen kristallinen Bestandteil, wobei der amorphe Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Di-L-menthyl-L-tartrat, Di-DL-menthyl-L-tartrat, Di-L-menthyl-DL-tartrat, Di-DL-menthyl-DL-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon, und

wobei der kristalline Bestandteil ausgewählt ist aus der Gruppe, 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-t-butylcyclohexyl)-L-tartrat und Stereoisomeren und Gemischen davon.

2. Heißschmelztinte nach Anspruch 1, wobei der amorphe Bestandteil in einer Menge von 5 Gewichtsprozent bis 40 Gewichtsprozent enthalten ist, bezogen auf das Gesamtgewicht der Heißschmelztinte, und wobei der kristalline Bestandteil in einer Menge von 60 Gewichtsprozent bis 95 Gewichtsprozent enthalten ist, bezogen auf das Gesamtgewicht der Heißschmelztinte.

3. Heißschmelztinte nach Anspruch 1 oder 2, wobei der kristalline Bestandteil und der amorphe Bestandteil in einem Gewichtsverhältnis von 1,5 bis 20 miteinander vermischt sind.

4. Heißschmelztinte nach einem der Ansprüche 1 bis 3, weiterhin umfassend einen färbenden Bestandteil, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus einem Pigment, einem Farbstoff und Gemischen von Pigmenten und/oder Farbstoffen.

5. Heißschmelztinte nach einem der Ansprüche 1 bis 4 mit einer Viskosität von 15 mPa·s (15 cPs) oder weniger bei einer Temperatur von 140°C.

6. Heißschmelztinte nach einem der Ansprüche 1 bis 5 mit einer Viskosität von mehr als 10^6 mPa·s (10^6 cPs) bei Raumtemperatur.

Es folgen 3 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

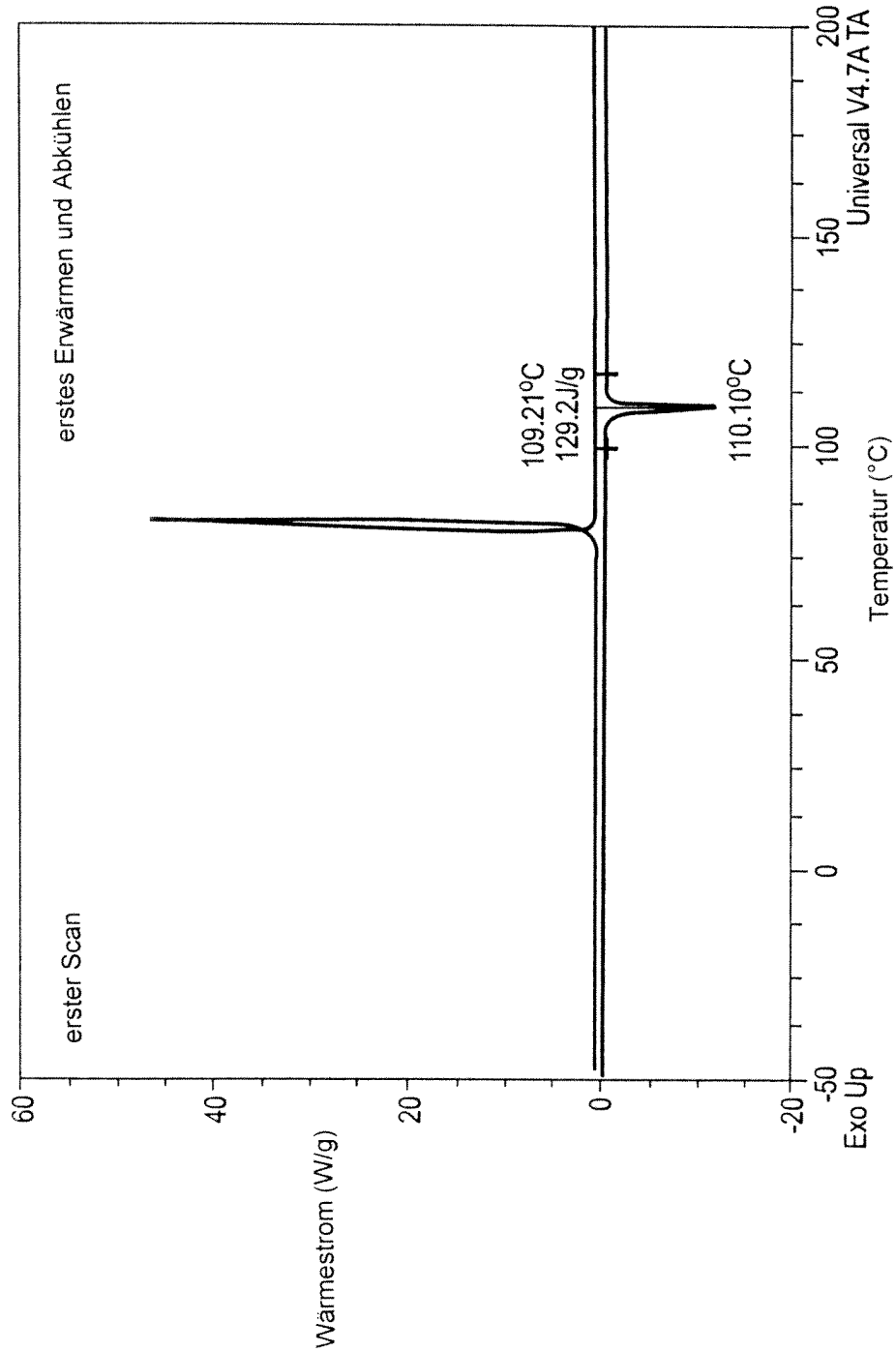


FIG. 1

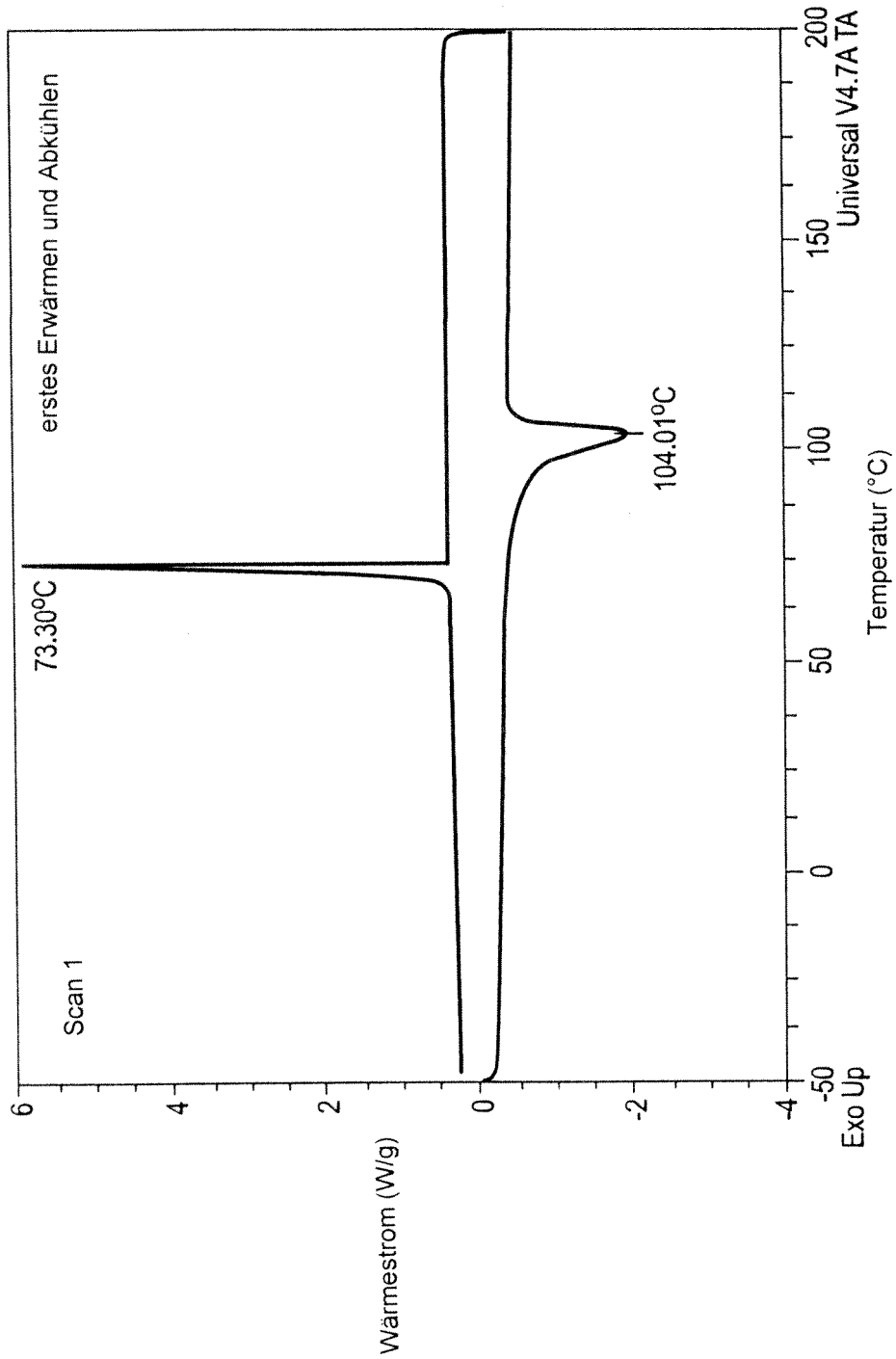


FIG. 2

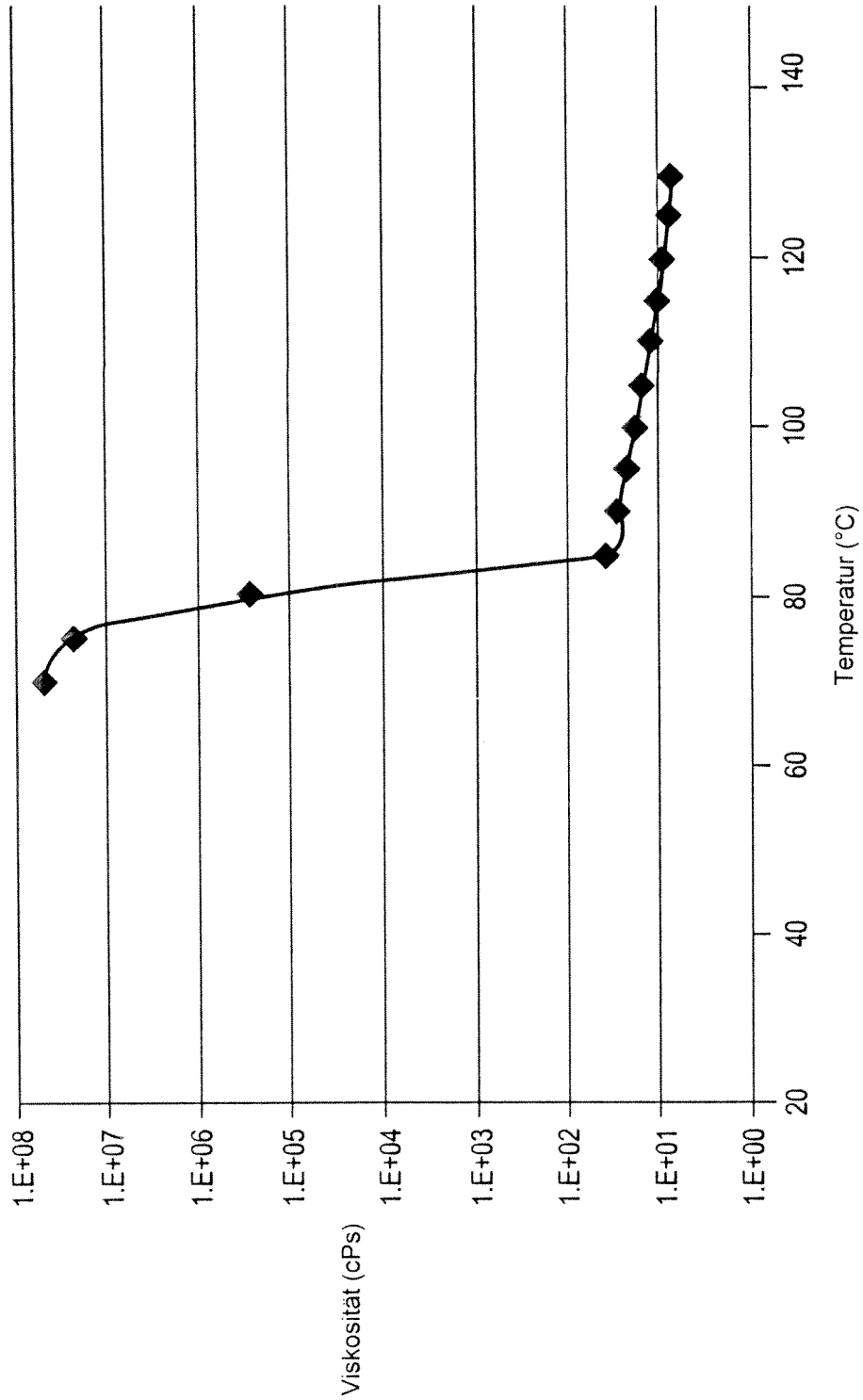


FIG. 3