



(10) **DE 10 2012 206 747 B4** 2018.03.01

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2012 206 747.7**

(22) Anmeldetag: **25.04.2012**

(43) Offenlegungstag: **31.10.2012**

(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **01.03.2018**

(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:
13/095,043 27.04.2011 US

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

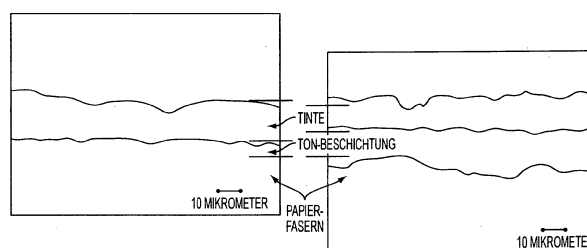
(74) Vertreter:
**Grünecker Patent- und Rechtsanwälte PartG
mbB, 80802 München, DE**

(72) Erfinder:
**Odell, Peter G., Mississauga, Ontario, CA;
Carlini, Rina, Oakville, Ontario, CA; Gardner,
Sandra, Oakville, Ontario, CA; Belelie, Jennifer L.,
Oakville, Ontario, CA; McConville, Paul, Webster,
N.Y., US; Morimitsu, Kentaro, Mississauga, CA;
Mahabadi, Hadi K., Mississauga, Ontario, CA;
Drappel, Stephan V., Toronto, Ontario, CA**

(54) Bezeichnung: **Heißschmelztinte und Druckverfahren**

(57) Hauptanspruch: Heißschmelztinte umfassend:
wenigstens eine kristallisierbare Komponente umfassend ein Material, welches kristallisiert, während es von einer ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, auf eine zweite Temperatur abkühlt, welche niedriger ist als die Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, wobei die zweite Temperatur ausreicht, um eine Kristallisation der wenigstens einen kristallisierbaren Komponente einzuleiten;
wenigstens eine amorphe Komponente umfassend ein Material, welches bei der zweiten Temperatur amorph bleibt;
und
ein optionales Farbmittel;
wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente und die wenigstens eine amorphe Komponente bei der ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, in einem geschmolzenen Einphasenzustand vorliegen;
wobei bei der zweiten Temperatur die Heißschmelztinte eine kristalline Phase, umfassend die wenigstens eine kristallisierbare Komponente, und eine amorphe Phase, umfassend die wenigstens eine amorphe Komponente, umfasst;
wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Diphenethyl-L-tartrat ist und die wenigstens eine amorphe Komponente Di-L-menthyl-L-tartrat ist; oder
wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Bis(4-methoxy-phenyl)octandioat ist und die wenigstens eine amorphe Komponente Tri-DL-menthylcitrat ist;
wobei die amorphe Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte in das endgültige Bildempfangssubstrat eindringt; und

wobei die kristalline Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte an der Oberfläche des endgültigen Bildempfangssubstrats bleibt.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft eine Heißschmelztinte und ein Druckverfahren. Genauer gesagt, die Erfindung betrifft eine Heißschmelztinte, umfassend wenigstens eine kristallisierbare Komponente, wenigstens eine amorphe Komponente und ein optionales Farbmittel. Bekannte Heißschmelztinten werden beispielsweise in den U.S. Patenten Nr. US 6 958 406 B2, US 7 053 227 B2, US 7 381 831 B1 und US 7 427 323 B1 beschrieben.

[0002] Bei Tintenstrahldruckverfahren können Tinten eingesetzt werden, welche bei Raumtemperatur fest und bei erhöhter Temperatur flüssig sind. Solche Tinten können als Heißschmelztinten oder Phasenumwandlungstinten bezeichnet werden. Zum Beispiel offenbart das US 4 490 731 A eine Vorrichtung zum Verteilen von fester Tinte zum Drucken auf einem Substrat wie etwa Papier. In thermischen Tintenstrahldruckverfahren, die Heißschmelztinten einsetzen, wird die feste Tinte durch den Heizer in der Druckvorrichtung geschmolzen und ähnlich wie beim herkömmlichen thermischen Tintenstrahldrucken in Form einer Flüssigkeit verwendet (d. h. versprüht). Bei Kontakt mit dem Drucksubstrat verfestigt sich die geschmolzene Tinte schnell, so dass das Farbmittel im Wesentlichen an der Oberfläche des Substrats bleiben kann und nicht durch Kapillarwirkung in das Substrat (z. B. Papier) eingetragen wird, wodurch eine Druckdichte ermöglicht wird, die höher ist als die Druckdichte, die im Allgemeinen mit flüssigen Tinten erreicht wird. Vorteile einer Phasenumwandlungstinte beim Tintenstrahldrucken sind somit die Eliminierung eines möglichen Verschüttens der Tinte während der Handhabung, ein breiter Bereich von Druckdichte und -qualität, minimales Runzeln oder Verzerren des Papiers und die Möglichkeit, dass ohne die Gefahr einer Verstopfung der Düse über unbegrenzte Zeiträume hinweg nicht gedruckt wird, selbst wenn die Düsen dabei nicht abgedeckt werden.

[0003] Zur Zeit verfügbare Druckverfahren mit Heißschmelztinte oder fester Tinte eignen sich für ihre beabsichtigten Zwecke. Es besteht jedoch ein Bedarf für ein Druckverfahren und eine Heißschmelztinte, die verbesserte Eigenschaften bereitstellen, einschließlich einer verbesserten Anhaftung des Bildes am Papier, einer verbesserten Dauerhaftigkeit des Bildes, einer verbesserten Robustheit gegenüber mechanischen Belastungen, und verbesserter Bildeigenschaften einschließlich des Oberflächenglanzswerts. Außerdem besteht ein Bedarf für ein Direkt-auf-Papier-Druckverfahren für Heißschmelztinten.

[0004] Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfassen:

(1) Eine Heißschmelztinte umfassend:

wenigstens eine kristallisierbare Komponente umfassend ein Material, welches kristallisiert, während es von einer ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, auf eine zweite Temperatur abkühlt, welche niedriger ist als die Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, wobei die zweite Temperatur ausreicht, um eine Kristallisation der wenigstens einen kristallisierbaren Komponente einzuleiten;

wenigstens eine amorphe Komponente umfassend ein Material, welches bei der zweiten Temperatur amorph bleibt; und

ein optionales Farbmittel;

wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente und die wenigstens eine amorphe Komponente bei der ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, in einem geschmolzenen Einphasenzustand vorliegen;

wobei bei der zweiten Temperatur die Heißschmelztinte eine kristalline Phase, umfassend die wenigstens eine kristallisierbare Komponente, und eine amorphe Phase, umfassend die wenigstens eine amorphe Komponente, umfasst;

wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Diphenethyl-L-tartrat ist und die wenigstens eine amorphe Komponente Di-L-menthyl-L-tartrat ist; oder wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Bis(4-methoxyphenyl)octandioat ist und die wenigstens eine amorphe Komponente Tri-DL-menthyl-citrat ist;

wobei die amorphe Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte in das endgültige Bildempfangssubstrat eindringt; und

wobei die kristalline Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte an der Oberfläche des endgültigen Bildempfangssubstrats bleibt.

(2) Eine Heißschmelztinte gemäß Punkt (1), wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente und die wenigstens eine amorphe Komponente bei der ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, in einem geschmolzenen Einphasenzustand vorliegen und wobei die erste Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, 100°C bis 140°C beträgt; und

wobei gegebenenfalls bei der zweiten Temperatur die Heißschmelztinte eine kristalline Phase und eine amorphe Phase umfasst und wobei die zweite Temperatur 60°C bis 120°C beträgt.

(3) Eine Heißschmelztinte gemäß einem der Punkte (1) oder (2), wobei die amorphe Phase der Heißschmelztinte in das endgültige Bildempfangssubstrat bis zu einer maximalen Tiefe von 10 µm eindringt.

(4) Eine Heißschmelztinte gemäß einem der Punkte (1) bis (3), wobei das endgültige Bildempfangssubstrat eine Grundschicht, eine Deckschicht, die über einer ersten Oberfläche der Grundschicht angeordnet ist; und gegebenenfalls eine Unterschicht, die über einer zweiten gegenüberliegenden Oberfläche der Grundschicht angeordnet ist, umfasst; und wobei die amorphe Phase der Heißschmelztinte in die Deckschicht des endgültigen Bildempfangssubstrats bis zu einer maximalen Tiefe von 10 µm eindringt, und wobei gegebenenfalls die Grundschicht Papier umfasst.

(5) Eine Heißschmelztinte gemäß Punkt (3), wobei die kristalline Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte an der Oberfläche des endgültigen Bildempfangssubstrats bleibt, wobei sie eine Schutzschicht darauf bereitstellt.

(6) Eine Heißschmelztinte gemäß einem der Punkte (1) bis (5), wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente ein Material mit einer Rekristallisationstemperatur von 30°C bis 135°C umfasst; und wobei gegebenenfalls die wenigstens eine kristallisierbare Komponente ein Material mit einer Viskosität von 2 bis 50 mPa·s (2 bis 50 Centipoise) bei einer Temperatur von 140°C umfasst; und wobei gegebenenfalls die wenigstens eine kristallisierbare Komponente eine Schmelztemperatur von 40°C bis 150°C aufweist; und

wobei gegebenenfalls die wenigstens eine amorphe Komponente ein Material mit einer Viskosität von 10 bis 500 mPa·s (10 bis 500 Centipoise) bei einer Temperatur von 140°C umfasst; und

wobei gegebenenfalls die wenigstens eine amorphe Komponente ein Material mit einer Viskosität von mehr als 10⁵ mPa·s (10⁵ Centipoise) bei einer Temperatur von 30°C bis weniger als 120°C umfasst; und

wobei gegebenenfalls die wenigstens eine amorphe Komponente eine Glasübergangstemperatur von -5°C bis 50°C aufweist; und

wobei die wenigstens eine amorphe Komponente ein Molekulargewicht von 100 bis 1000 g/mol aufweist.

(7) Eine Heißschmelztinte gemäß einem der Punkte (1) bis (6), wobei der Unterschied der Viskosität zwischen der wenigstens einen kristallisierbaren Komponente und der wenigstens einen amorphen Komponente wenigstens 500 mPa·s (500 Centipoise) bei einer Temperatur von 30°C beträgt.

(8) Eine Heißschmelztinte gemäß einem der Punkte (1) bis (7), wobei das Verhältnis in Gewichtsprozent der kristallisierbaren Komponente zu der amorphen Komponente von 60:40 bis 95:5 Gew.-%, bezogen auf das gesamte kombinierte Gewicht der kristallinen und amorphen Komponenten, beträgt.

(9) Ein Verfahren, welches umfasst:

(1) das Einbringen einer Heißschmelztinte in eine Tintenstrahldruckvorrichtung, wobei die Heißschmelztinte wenigstens eine kristallisierbare Komponente umfassend ein Material, welches kristallisiert, während es von einer ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, auf eine zweite Temperatur abkühlt, welche niedriger ist als die Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, wobei die zweite Temperatur ausreicht, um eine Kristallisation der wenigstens einen kristallisierbaren Komponente einzuleiten; wenigstens eine amorphe Komponente umfassend ein Material, welches bei der zweiten Temperatur amorph bleibt; und ein optionales Farbmittel umfasst; wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente und die wenigstens eine amorphe Komponente bei der ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, in einem geschmolzenen Einphasenzustand vorliegen; wobei bei der zweiten Temperatur die Heißschmelztinte eine kristalline Phase, umfassend die wenigstens eine kristallisierbare Komponente, und eine amorphe Phase, umfassend die wenigstens eine amorphe Komponente, umfasst; wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Diphenethyl-L-tartrat ist und die wenigstens eine amorphe Komponente Di-L-menthyl-L-tartrat ist, oder wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Bis(4-methoxyphenyl)octandioat ist und die wenigstens eine amorphe Komponente Tri-DL-menthylcitrat ist; wobei die amorphe Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte in das endgültige Bildempfangssubstrat eindringt; und wobei die kristalline Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte an der Oberfläche des endgültigen Bildempfangssubstrats bleibt;

(2) das Schmelzen der Tinte;

(3) das Bewirken, dass Tröpfchen der geschmolzenen Tinte in einem bildweisen Muster auf ein Zwischenübertragungselement oder direkt auf das endgültige Bildempfangssubstrat ausgestoßen werden; und

(4) gegebenenfalls, falls ein Zwischenübertragungselement verwendet wird, das Übertragen des Bildes auf das endgültige Bildempfangssubstrat.

[0005] Es wird eine Heißschmelztinte beschrieben, umfassend wenigstens eine kristallisierbare Komponente umfassend ein Material, welches kristallisiert, während es von einer ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, auf eine zweite Temperatur abkühlt, welche niedriger ist als die Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, wobei die zweite Temperatur ausreicht, um eine Kristallisation der wenigstens einen kristallisierbaren Komponente einzuleiten; wenigstens eine amorphe Komponente umfassend ein Material, welches bei der zweiten Temperatur amorph bleibt; und ein optionales Farbmittel, wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente und die wenigstens eine amorphe Komponente bei der ersten Temperatur, bei der die

Tinte versprüht wird, in einem geschmolzenen Einphasenzustand vorliegen; wobei die erste Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, 100°C bis 140°C beträgt; wobei bei der zweiten Temperatur, wobei die zweite Temperatur 20°C bis 120°C, 60°C bis 120°C, 20°C bis 100°C, 20°C bis 80°C beträgt, die Heißschmelztinte eine kristalline Phase, umfassend die wenigstens eine kristallisierbare Komponente, und eine amorphe Phase, umfassend die wenigstens eine amorphe Komponente, umfasst; wobei die amorphe Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte in das endgültige Bildempfangssubstrat eindringt; und wobei die kristalline Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte an der Oberfläche des endgültigen Bildempfangssubstrats bleibt.

[0006] Die kristallisierbare Komponente kristallisiert schnell, während sie von der Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, abkühlt, während die amorphe Phase amorph und mobil bleibt, obwohl die Viskosität zunimmt, während sie von der Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, abkühlt.

[0007] Die Morphologie des Tintenbildes auf Papier kann beim Bestimmen der Robustheit des Bildes eine große Rolle spielen. Eine Tinte, welche tief in das Papier einsickert, kann die Robustheit des Papiers selbst erreichen, da sie nicht ohne Schaden für das Papier selbst beschädigt werden kann. Eine solche Tinte wird ein deutlich bemerkbares und unerwünschtes Durchschlagen des Bildes auf der Rückseite des Papiers aufweisen. Die Heißschmelztinte in der vorliegenden Erfindung weist Eigenschaften auf, welche ein teilweises Eindringen der Tinte in beschichtete Papiere ergeben. Ein teilweises Eindringen der Tinte wird erzielt durch das Einsickern der Tinte in die dünne Beschichtung auf der Papieroberfläche. Die Beschichtung besteht in den meisten Papieren aus Calciumcarbonat und/oder Kaolinton mit einer kleinen Menge an Polymerbindemittel. Die Heißschmelztinten in der vorliegenden Erfindung weisen Tintenmaterialeigenschaften auf, welche dieses Eindringverhalten in die Papierbeschichtung begünstigen. Die Heißschmelztintenzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung ergeben ein Eindringen in die Papierbeschichtung, aber nicht in die Papierfasern.

[0008] Die Tintendicke der kristallinen Phase auf der Oberfläche des Bildempfangssubstrats beträgt 10 µm. Die amorphe Phase der Tinte dringt in die Deckschicht des endgültigen Bildempfangssubstrats bis zu einer maximalen Tiefe von 10 µm ein.

[0009] Die Heißschmelztinte in der vorliegenden Erfindung kann bei der Versprühtemperatur eine einzige Phase umfassen und kann nach dem Abkühlen zwei Phasen umfassen, wobei eine Phase kristallin ist und eine Phase amorph ist, wobei die kristalline Phase eine wesentlich geringere Mobilität aufweist als die separate amorphe Phase, und wobei die amorphe Phase in das Bildempfangssubstrat eindringen kann, innerhalb einer Deckschicht des beschichteten Papiersubstrats, während die kristalline Phase oder vollständig auf der Deckschicht bleibt ohne einzudringen. Es wurde überraschenderweise herausgefunden, dass es nicht der Viskositätsunterschied zwischen den kristallinen und amorphen Komponenten der Tinte ist, welcher die Phasentrennung antreibt, sondern vielmehr die schnelle Kristallisation der kristallinen Phasenumwandlungskomponente, welche die Tiefe des Eindringens der noch immer mobilen amorphen Komponente in die Papierbeschichtung und die Papierfasern diktiert. Als Ergebnis weist die Bildoberfläche einen erhöhten Gehalt an kristallinem Material auf und der Tintenteil, welcher in die Papierbeschichtung eindringt, ist amorph. Es wurde herausgefunden, dass das Farbmittel die amorphe Phase bevorzugt. Das Farbmittel weist eine größere Affinität für die amorphe Phase als für die kristalline Phase auf, so dass das Farbmittel zusammen mit der amorphen Phase in das endgültige Bildempfangssubstrat eindringt. Die Kristallisation der wenigstens einen kristallisierbaren Komponente treibt das Farbmittel in die amorphe Phase.

[0010] Das Verfahren kann ein direktes Druckverfahren sein, bei dem eine oder mehrere Heißschmelztinten direkt auf ein endgültiges Bildempfangssubstrat aufgebracht werden, insbesondere wenn das endgültige Bildempfangssubstrat Papier ist. In einer "Direkt-auf-Papier"(DTP)-Tintenstrahldruckarchitektur trifft die Tinte mit der gleichen Temperatur wie die Versprühtemperatur auf das Papier (wobei die Versprühtemperatur typischerweise 100°C bis 140°C beträgt). Während die Tinte von der Versprühtemperatur abkühlt, kann bei der Tinte in der vorliegenden Erfindung eine Phasentrennung erfolgen, wobei eine Tintenkomponente schnell kristallisiert, während eine andere Tintenkomponente in einem amorphen Zustand vorliegt. Die amorphe Phase dringt weiterhin in die Papierbeschichtung ein und kann einen großen Teil des Farbmittels mit sich führen. Die obere Schicht des kristallinen Materials kann als eine weniger farbintensive Schutzschicht dienen, welche die Beständigkeit des Bildes gegenüber mechanischer Beschädigung erhöht. Die Heißschmelztintenmaterialien in der vorliegenden Erfindung dringen nicht über die Beschichtung hinaus in das Papier ein (eine Eindringtiefe von 10 µm) und weisen somit keine Durchdruck- oder Durchschlagmängel auf. Die kristalline Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte bleibt auf der Oberfläche des endgültigen Bildempfangssubstrats und stellt eine Schutzschicht darauf bereit.

[0011] Die Heißschmelztinte in der vorliegenden Erfindung umfasst eine Tinte, welche bei einer ersten Temperatur, die einer Temperatur entspricht, bei der die Tinte verteilt oder versprüht wird, in einem geschmolzenen, ungetrennten Zustand vorliegt, d. h. in einer geschmolzenen flüssigen einzelnen Phase und welche bei einer zweiten Temperatur in einem Mehrphasenzustand vorliegt, wobei die zweite Temperatur ausreicht, um eine Kristallisation von wenigstens einer Komponente der Heißschmelztinte einzuleiten, und wobei bei der zweiten Temperatur die Heißschmelztinte eine kristalline Phase und eine amorphe Phase umfasst. Das heißt, die Heißschmelztinte kann wenigstens eine Komponente, welche bei der zweiten Temperatur kristallisiert, und wenigstens eine Komponente, welche bei der zweiten Temperatur amorph ist, umfassen.

[0012] Eine kristalline Komponente oder kristallisierbare Komponente bedeutet ein festes Material, dessen Atome, Moleküle oder Ionen, aus denen es aufgebaut sind, in einem sich regelmäßig wiederholenden Muster angeordnet sind, das sich in alle drei Raumrichtungen erstreckt. Die kristallinen Materialien der vorliegenden Erfindung weisen Schmelz- und Kristallisationspeaks, bestimmt durch Differentialscanningkalorimetrie, DSC, 10°C/Minute, von -50°C bis 200°C bis -50°C auf.

[0013] Eine amorphe Komponente bedeutet ein festes Material, welches keine kristalline Struktur aufweist. Das heißt, wenngleich es eine lokale Ordnung der Atome oder Moleküle geben kann, gibt es keine langfristige Ordnung derselben. Die amorphen Materialien der vorliegenden Erfindung weisen T_g s (Glasübergangstemperaturen) auf, weisen aber keine Kristallisations- und Schmelzpeaks, bestimmt durch DSC, 10°C/Minute, von -50°C bis 200°C bis -50°C auf.

[0014] Die kristalline Komponente ist mit der amorphen Komponente mischbar. Die kristalline Komponente kann in der vorliegenden Erfindung eine Schmelztemperatur von 40°C bis 150°C, 50°C bis 145°C oder 55°C bis 140°C aufweisen. In Ausführungsformen weist die wenigstens eine kristalline Komponente in der vorliegenden Erfindung eine Schmelztemperatur von weniger als 150°C, bestimmt durch Differentialscanningkalorimetrie mit einer Geschwindigkeit von 10°C/Minute, auf.

[0015] Die kristalline Komponente kann eine geeignete Kristallisationstemperatur aufweisen wie 30°C bis 140°C, 31°C bis 125°C oder 32°C bis 120°C, bestimmt durch Differentialscanningkalorimetrie mit einer Geschwindigkeit von 10°C/Minute. In anderen Ausführungsformen weist die wenigstens eine kristalline Komponente in der vorliegenden Erfindung eine Kristallisationstemperatur von mehr als 65°C bis weniger als 140°C auf.

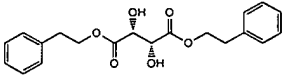
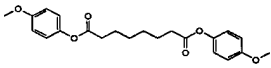
[0016] Die Kristallisationstemperatur der kristallisierbaren Komponente kann durch verschiedene Faktoren wie etwa die Anwesenheit von anderen Materialien in der Tinte oder durch das Papier oder die Umgebung des Druckverfahrens herabgesetzt werden. Die wenigstens eine kristallisierbare Komponente weist eine Rekristallisationstemperatur von 30°C bis 135°C, oder 30°C bis 110°C oder 30°C bis 100°C auf.

[0017] Die wenigstens eine kristallisierbare Komponente weist eine Viskosität von 1 mPa·s (1 Centipoise (cps)) bis 22 mPa·s (22 cps) oder 2 bis 15 mPa·s (2 cps bis 15 cps) oder 2 bis 11 mPa·s (2 cps bis 11 cps) bei einer Temperatur von 100°C bis 140°C auf. In spezifischen Ausführungsformen weist die wenigstens eine kristallisierbare Komponente eine Viskosität von 2 bis 50 mPa·s (2 bis 50 Centipoise) bei einer Temperatur von mehr als 110°C auf. In einer spezifischen Ausführungsform weist die wenigstens eine kristallisierbare Komponente eine Viskosität von 2 bis 50 mPa·s (2 bis 50 Centipoise) bei einer Temperatur von 140°C auf.

[0018] Die wenigstens eine kristallisierbare Komponente ist Diphenethyl-L-tartrat, wenn die wenigstens eine amorphe Komponente Di-L-menthyl-L-tartrat ist; oder die wenigstens eine kristallisierbare Komponente ist Bis(4-methoxy-phenyl)octandioat, wenn die wenigstens eine amorphe Komponente Tri-DL-menthylcitrat ist.

[0019] Kristalline oder kristallisierbare Komponenten sind in Tabelle 1 veranschaulicht.

Tabelle 1

Verbindung	Struktur	T _{schmelz} (°C)*	T _{krist} (°C)*	η @ 140°C (mPa·s (cps))**	η @ RT (cps)**
1		110	83	4,7	>10 ⁶
2		119	80	3,3	>10 ⁶

*Die Proben wurden an einem Q1000 Differentialscanningkalorimeter (TA Instruments) mit einer Geschwindigkeit von 10°C/Minute von –50°C bis 200°C bis –50°C gemessen, wobei ein Aufheiz/Abkühl/Aufheiz-Verfahren verwendet wurde. Mittelpunktswerte sind angegeben.

**Die Viskositäten wurden an einem ARES-Flüssigkeitsrheometer RFS3 (TA Instruments) gemessen, das mit einer Peltier-Heizplatte ausgestattet war, wobei eine 25 Millimeter-Parallelplatte verwendet wurde. Das verwendete Verfahren war ein Temperatursweep von hohen zu tiefen Temperaturen, in Temperaturdekrementen von 5°C, mit einer Haltezeit (Äquilibrierungszeit) von 120 Sekunden zwischen jeder Temperatur und einer konstanten Frequenz von 1 Hz.

[0020] Die kristalline Komponente kann durch eine Veresterungsreaktion zwischen einer Verbindung mit einer Hydroxylgruppe und einer Verbindung mit einer Carbonsäuregruppe oder einer Säurechloridgruppe hergestellt werden. Kristalline Komponenten sind auch handelsüblich erhältlich, z. B. von TCI America.

[0021] Die amorphe Komponente stellt Klebrigkeit bereit und verleiht dem gedruckten Bild Robustheit. Wünschenswerte amorphe Materialien weisen eine relativ niedrige Viskosität (< 10³ mPa·s (< 10³ cps) oder 1 bis 500 mPa·s (1 bis 500 cps), oder 5 bis 300 mPa·s (5 bis 300 cps) bei Temperaturen von mehr als 120°C, aber eine sehr hohe Viskosität (> 10⁵ mPa·s (> 10⁵ cps)) bei Raumtemperatur auf. Die niedrige Viskosität bei Temperaturen von mehr als 120°C ergibt einen breiten Formulierungsspielraum, während die hohe Viskosität bei Raumtemperatur Robustheit verleiht.

[0022] Die wenigstens eine amorphe Komponente weist eine Viskosität von 10 bis 500 mPa·s (10 bis 500 Centipoise) bei einer Temperatur von 140°C auf. In weiteren Ausführungsformen weist die wenigstens eine amorphe Komponente eine Viskosität von mehr als 10⁵ mPa·s (10⁵ Centipoise) bei einer Temperatur von 30°C bis weniger als 120°C, oder mehr als 10⁶ mPa·s (10⁶ Centipoise) bei einer Temperatur von 30°C bis weniger als 120°C auf. In einer spezifischen Ausführungsform weist die wenigstens eine amorphe Komponente eine Viskosität von mehr als 10⁵ mPa·s (10⁵ Centipoise) bei einer Temperatur von 30°C auf.

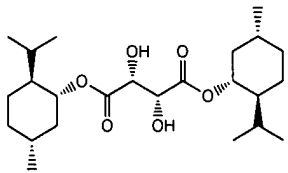
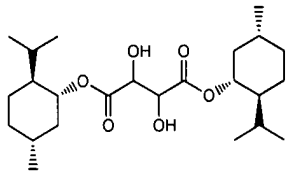
[0023] Die Differenz der Viskosität zwischen der wenigstens einen kristallisierbaren Komponente und der wenigstens einen amorphen Komponente beträgt wenigstens 500 mPa·s (500 Centipoise) bei einer Temperatur von 30°C.

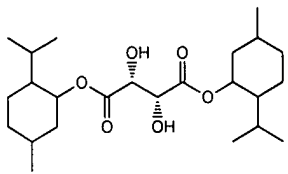
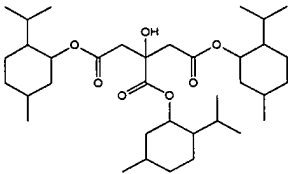
[0024] Die amorphen Materialien haben eine Glasübergangstemperatur (T_g), aber weisen keine durch DSC (10°C/Minute von –50 bis 200 bis –50°C) bestimmte Kristallisations- und Schmelzpeaks auf. Die T_g-Werte betragen typischerweise –5°C bis 50°C oder –5°C bis 40°C, oder –5°C bis 35°C, um den Tinten eine erwünschte Zähigkeit und Flexibilität zu verleihen. In einer Ausführungsform hat die wenigstens eine amorphe Komponente eine Glasübergangstemperatur von –5°C bis 50°C. Die ausgewählten amorphen Materialien weisen niedrige Molekulargewichte wie weniger als 1000 g/mol oder 100 bis 1000 g/mol, oder 200 bis 1000 g/mol oder 300 bis 1000 g/mol auf. Amorphe Materialien mit höherem Molekulargewicht wie Polymere werden bei hohen Temperaturen viskose und klebrige Flüssigkeiten, haben aber Viskositäten, die zu hoch sind, um mit piezoelektrischen Druckköpfen bei wünschenswerten Temperaturen versprühbar zu sein.

[0025] Die wenigstens eine amorphe Komponente ist Di-L-menthyl-L-tartrat, wenn die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Diphenethyl-L-tartrat ist; oder die wenigstens eine amorphe Komponente ist Tri-DL-menthylcitrat, wenn die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Bis(4-methoxy-phenyl)octandioat ist.

[0026] Beispiele für geeignete amorphe Materialien, welche Derivate von Weinsäure und Citronensäure sind, sind in Tabelle 2 veranschaulicht, wobei die Verbindungen 4 und 5 nicht unter den Wortlaut der Ansprüche fallen.

Tabelle 2

Verbindung	Struktur	T _g (°C)*	η @ 140°C (mPa·s (cps))	MW (g/mol)
3		19	10	426,59
4		18	10	426,59

Verbindung	Struktur	T _g (°C)*	η @ 140°C (mPa·s (cps))	MW (g/mol)
5		13	10	426,59
6		11	27	606,87

*Die Proben wurden an einem Q1000 Differentialscanningkalorimeter (TA Instruments) mit einer Geschwindigkeit von 10°C/Minute von –50°C bis 200°C bis –50°C gemessen; Mittelpunktswerte sind angegeben.

**Die Viskositäten wurden an einem ARES-Flüssigkeitsrheometer RFS3 (TA Instruments) gemessen, das mit einer Peltier-Heizplatte ausgestattet war, wobei eine 25 Millimeter-Parallelplatte verwendet wurde. Das verwendete Verfahren war ein Temperatursweep von hohen zu tiefen Temperaturen, in Temperaturdekrementen von 5°C, mit einer Haltezeit (Äquilibrationszeit) von 120 Sekunden zwischen jeder Temperatur und mit einer konstanten Frequenz von 1 Hz.

[0027] Die kristalline Komponente wird in einer Menge von 60 bis 95 Gew.-%, bezogen auf das gesamte kombinierte Gewicht der kristallinen und amorphen Komponenten, bereitgestellt.

[0028] Die amorphe Komponente wird in einer Menge von 5 bis 40 Gew.-%, bezogen auf das gesamte kombinierte Gewicht der kristallinen und amorphen Komponenten, bereitgestellt.

[0029] Das Verhältnis von kristalliner Komponente zu amorpher Komponente beträgt 60:40 bis 95:5 Gew.-%, bezogen auf das gesamte kombinierte Gewicht der kristallinen und amorphen Komponenten. Das Gewichtsverhältnis der kristallinen Komponente zu der amorphen Komponente beträgt 65:35 bis 95:5, oder 70:30 bis 90:10 Gew.-%, bezogen auf das gesamte kombinierte Gewicht der kristallinen und amorphen Komponenten. In einigen Ausführungsformen beträgt das Gewichtsverhältnis der kristallinen Komponente zu der amorphen Komponente 95:5, 80:20 oder 60:40. In anderen Ausführungsformen beträgt das Gewichtsverhältnis der kristallinen Komponente zu der amorphen Komponente 70:30, 50:50 oder 30:70.

[0030] Die Heißschmelztinte kann außerdem ein optionales Farbmittel in jeder beliebigen gewünschten oder wirksamen Menge von 0,1% bis 50 Gew.-% der Tinte enthalten. Es kann jedes beliebige gewünschte oder wirksame Farbmittel eingesetzt werden, einschließlich Farbstoffe, Pigmente, Mischungen davon und dergleichen, vorausgesetzt, dass das Farbmittel in dem Tintenträger gelöst oder dispergiert werden kann.

[0031] Die Komponenten der Heißschmelztinte können mit Rühren und Erwärmen vereinigt werden, um die Heißschmelztinte zu bilden. Die Komponenten des Tintenträgers können zusammengemischt werden, gefolgt von einem Erwärmen der Mischung auf wenigstens ihren Schmelzpunkt, z. B. 60°C bis 150°C, wenngleich dies keinen Einschränkungen unterliegt.

[0032] Die Tintenzusammensetzungen in der vorliegenden Erfindung haben allgemein Schmelzviskositäten von 1 bis 14 mPa·s (1 Centipoise bis 14 Centipoise) bei der Versprühtemperatur, wobei die Versprühtemperatur 95°C bis 150°C beträgt. Die Heißschmelztinte in der vorliegenden Erfindung hat eine Viskosität bei der Versprühtemperatur von 2 mPa·s (2 Centipoise) bis weniger als 12 mPa·s (12 Centipoise). In Ausführungsformen hat die Heißschmelztinte in der vorliegenden Erfindung eine Viskosität von weniger als 12 mPa·s (12 Centipoise) bei der Versprühtemperatur, wobei die Versprühtemperatur 50°C bis 140°C beträgt. In einer anderen Ausführungsform hat die Heißschmelztinte in der vorliegenden Erfindung eine Viskosität von 2 bis 12 mPa·s (2 bis 12 Centipoise) bei einer Versprühtemperatur von 140°C.

[0033] Die Heißschmelztinte in der vorliegenden Erfindung kann in einem Verfahren verwendet werden, welches umfasst (1) das Einbringen der erfindungsgemäßen Heißschmelztinte in eine Tintenstrahldruckvorrichtung; (2) das Schmelzen der Tinte; (3) das Bewirken, dass Tröpfchen der geschmolzenen Tinte in einem bildweisen Muster auf ein Zwischenübertragungselement oder direkt auf das endgültige Bildempfangssubstrat ausgestoßen werden; und (4) gegebenenfalls, falls ein Zwischenübertragungselement verwendet wird, das Übertragen des Bildes auf das endgültige Bildempfangssubstrat.

[0034] Es kann jedes geeignete Substrat oder Aufzeichnungsblatt eingesetzt werden, einschließlich Normalpapiere wie XEROX® 4200-Papiere, XEROX® Image Series-Papiere, Courtland 4024 DP-Papier, liniertes Notizbuchpapier, Bankpostpapier, gestrichenes bzw. beschichtetes Papier, mit Siliciumdioxid beschichtete Papiere wie mit Siliciumdioxid beschichtetes Papier von Sharp Company, JuJo-Papier, Hammermill® Laserprint Papier und dergleichen, glänzende beschichtete Papiere wie XEROX® Digital Color Elite Gloss, Sappi Warren Papers LUSTROGLOSS®, Spezialpapiere wie Xerox® DURAPAPER® und dergleichen, mit Calciumcarbonat beschichtetes Papier, mit Ton beschichtetes Papier, mit Kaolinton beschichtetes Papier und dergleichen, transparente Materialien, Gewebe, Textilerzeugnisse, Kunststoffe, polymere Filme, anorganische Substrate wie Metalle und Holz und dergleichen. In einer spezifischen Ausführungsform ist das endgültige Bildempfangssubstrat ein beschichtetes Papier. In einer anderen spezifischen Ausführungsform ist das endgültige Bildempfangssubstrat ein mit Ton beschichtetes Papier.

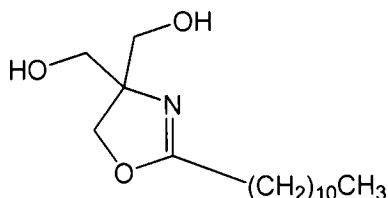
[0035] In Ausführungsformen umfasst das endgültige Bildempfangssubstrat eine Grundschicht, eine Deckschicht, die über einer ersten Oberfläche der Grundschicht angeordnet ist; und gegebenenfalls eine Unterschicht, die über einer zweiten, gegenüberliegenden Oberfläche der Grundschicht angeordnet ist; wobei das Tintenbild auf der Deckschicht angeordnet ist; wobei die amorphe Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte in die Deckschicht des endgültigen Bildempfangssubstrats bis zu einer maximalen Tiefe von 10 Mikrometer eindringt; und wobei die kristalline Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte an der Oberfläche der Deckschicht des endgültigen Bildempfangssubstrats bleibt. Die Grundschicht umfasst Papier.

BEISPIELE

[0036] Die Teile und Prozentsätze in den folgenden Beispielen beziehen sich auf das Gewicht, sofern nichts anderes angegeben ist. Die Beispiele 1, 2, 3a, 3b und 5 sind keine erfindungsgemäßen Beispiele.

Beispiel 1 (Referenzbeispiel)

Herstellung einer kristallinen Oxazolin-Phasenumwandlungskomponente

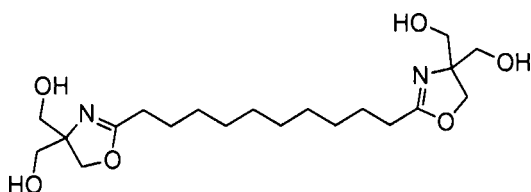


[0037] Ein 1 Liter Parr-Reaktor, der mit einem Doppelturbinenrührer und einer Destillationsapparatur ausgestattet war, wurde mit Dodecansäure (200 g; SIGMA ALDRICH, Milwaukee, WI), Tris(hydroxymethyl)aminomethan (92 g; EMD Chemicals), und FASCAT® 4100 als Katalysator (0,45 g; Arkema Inc) befüllt. Der Inhalt wurde während eines 2 Stunden-Zeitraums auf 165°C erwärmt, gefolgt von einem Erhöhen der Temperatur auf 205°C über einen 2 Stunden-Zeitraum, wobei während dieses Zeitraums das Wasserdestillat in einer Destillationsvorlage gesammelt wurde. Der Reaktordruck wurde dann eine Stunde lang auf 1–2 mmHg vermindert, gefolgt von dem Austragen in einen Behälter und Kühlung auf Raumtemperatur. Das Produkt wurde durch Auflösen unter mildem Erwärmen in einer Mischung aus Ethylacetat (2,5 Teile) und Hexan (10 Teile) und anschließend Kühlen auf Raumtemperatur zum Kristallisieren des reinen Produkts als ein weißes granuläres Pulver gereinigt. Der Peakschmelzpunkt (DSC) wurde zu 99°C bestimmt. Eine rheologische Analyse dieses Materials wurde über einen Temperaturbereich von 130°C bis herab zu 40°C gemessen, wobei ein ARES-Flüssigkeitsrheometer RFS3 (TA Instruments) (Oszillationsfrequenz 1 Hz, 25 Millimeter-Parallelplatten-Geometrie, 200% angelegte Spannung (strain)) verwendet wurde. Das Material wies eine Schmelzviskosität bei 130°C von 8,2 mPa·s (8,2 cps), eine Onset-Temperatur der Kristallisation bei 95°C, eine Peakviskosität von $4,5 \times 10^6$ mPa·s ($4,5 \times 10^6$ cps) und eine Peakkristallisationstemperatur bei 85°C auf.

Beispiel 2 (Referenzbeispiel)

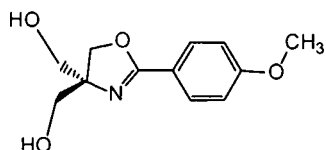
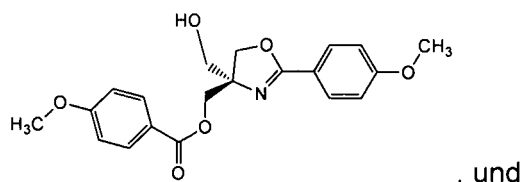
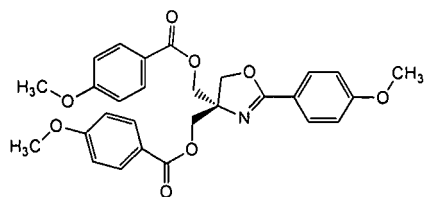
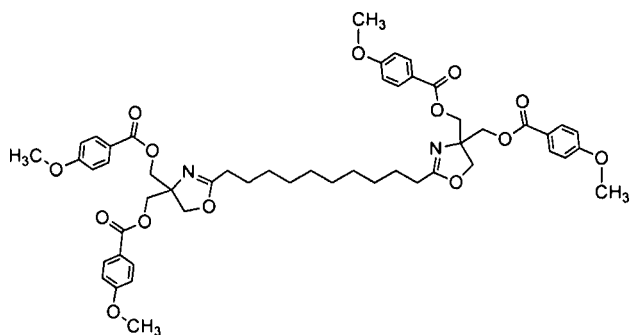
Herstellung eines amorphen Bindemittelharzes von Oxazolintinte

Schritt I: Synthese einer Dimer-Oxazolin-Tetraalkohol-Vorstufe



[0038] In einen 1 Liter Parr-Reaktor, der mit einem Doppelturbinenrührer und einer Destillationsapparatur ausgestattet war, wurde (in dieser Reihenfolge) eingefüllt: 1,12-Dodecandisäure (291 g; SIGMA-ALDRICH), Tris(hydroxymethyl)aminomethan (306,9 g; EMD Chemicals), und FASCAT® 4100-Katalysator (1,0 g). Die Reaktionsmischung wurde auf eine Innentemperatur von 165°C während eines 2 Stunden-Zeitraums erwärmt, gefolgt vom Erhöhen der Temperatur auf 205°C über einen weiteren 2 Stunden-Zeitraum, wobei während dieser Zeit das Wasserdestillat in einer Vorlage gesammelt wurde. Der Reaktionsdruck wurde dann eine Stunde lang auf ungefähr 1–2 mmHg vermindert, wonach der Inhalt in einen Behälter ausgetragen und gekühlt wurde. Die Rohproduktausbeute betrug annähernd 480 g eines sehr harten bernsteinfarbenen Glasharzes (wobei mittels 1H-NMR abgeschätzt wurde, dass es eine Reinheit von 80% aufwies). Das Produkt wurde gereinigt, indem zuerst die Rohverbindung in siedendem Methanol gelöst wurde, welches dann heiß filtriert wurde, um unlösliches Material zu entfernen, und dann allmählich auf Raumtemperatur gekühlt wurde, um das umkristallisierte Produkt zu erhalten. Nach einer Vakuumfiltration und Spülen mit kaltem Methanol wird das reine Produkt als weißes granuläres Pulver erhalten, mit einem Peakschmelzpunkt > 170°C (mittels DSC).

Schritt II: Herstellung eines amorphen Bindemittelharzes, einer Mischung aus Oxazolinverbindungen



[0039] In einen 1 Liter Edelstahl-ummantelten Büchi-Reaktor, der mit einem Destillationskühler, einem Impeller mit 4 Rührflügeln und einem Thermoelement ausgestattet war, wurde in dieser Reihenfolge eingefüllt: 30,4 g (0,075 mol) Dimer-Oxazolin-Tetraalkohol von Schritt I, 228,2 g (1,50 mol) 4-Methoxybenzoesäure, 51,48 g (0,425 mol) Tris(hydroxymethyl)aminomethan (98%) und 0,26 g (1,2 mmol) FASCAT® 4100-Katalysator. Die Mischung wurde unter einer Stickstoffdruckatmosphäre von 50 kPa ohne Rühren auf eine Manteltemperatur von 160°C erwärmt. Sobald die Temperatur erreicht war, wurde mit dem Rühren begonnen und die Manteltemperatur wurde allmählich im Laufe von 30 Minuten auf 180°C erhöht und dann 2 Stunden lang beibehalten. Ein Wasserdestillat aus der Kondensationsreaktion wurde über diesen Zeitraum gesammelt (10 g). Die Manteltemperatur wurde dann auf 190°C erhöht und 1 Stunde beibehalten, wodurch mehr Wasserdestillat erzeugt wurde. Ein verminderter Vakuumdruck von ~10 Torr wurde eine weitere 1 Stunde lang angelegt, wodurch ~10 g Wasserdestillat erzeugt wurden. Sobald kein weiteres Wasserdestillat gesammelt wurde, wurde die Reaktion durch Kühlen auf 130°C angehalten und anschließend wurde das Produkt ausgetragen. Die Rohausbeute an Harzprodukt betrug 400 g, welches als ein helles bernsteinfarbenes viskoses Harz ohne weitere Reinigung erhalten wurde. Eine rheologische Analyse dieses Materials wurde über einen Temperaturbereich von 130°C bis herab auf 40°C gemessen, wobei ein ARES-Flüssigkeitsrheometer RFS3 (TA Instruments) (Oszillationsfrequenz 1 Hz, 25 mm Parallelplatten-Geometrie, 200% angelegte Spannung) verwendet wurde. Die Viskosität dieses Materials bei 130°C wurde gemessen und betrug 75 mPa·s (75 cps) und die Viskosität betrug $1,5 \times 10^5$ mPa·s ($1,5 \times 10^5$ cps) bei 50°C.

Beispiele 3a und 3b (Referenzbeispiele)

[0040] Allgemeine Herstellung einer Oxazolintinte. Zwei Beispielformulierungen von Oxazolintinten sind in nachstehender Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3

		Beispiel 3a	Beispiel 3b
	Komponente	Gew.-%	Gew.-%
Kristallines Phasenumwandlungsmittel	Beispiel 1 Oxazolinverbindung	62,80	63,5
Amorphes Bindemittelharz	Beispiel 2 Oxazolinmaterial	30,00	30,00
Mittel zur Veränderung der Viskosität	(KEMAMIDE S-180 (Witco Corp., USA))	4,00	3,50
Antioxidationsmittel	Naugard 445 (Chemtura, USA)	0,20	0,00
Farbmittel	Orasol Blue GN Farbstoff (Ciba-Geigy, USA)	3,00	3,00
	*Viskosität bei 130°C (mPa·s (cps))	13,6	11,20
	*Viskosität bei 60°C (mPa·s (cps))	$4,6 \times 10^6$	$5,4 \times 10^7$
Tinteneigenschaften	Onset Tkrist. (°C) (mittels Rheologie)	78	88
	Schmelztemperatur (°C) (mittels DSC**)	81,5	89
	Tkrist. (°C) (mittels DSC**)	62 (klein) 54 (groß)	66,5

*Oszillationsfrequenz = 1 Hz; 25 mm Parallelplatten-Geometrie; Spalt = 0,2 mm;

Spannung-% (strain %) = 200%–400%, spannungsunabhängige Viskositäten, wie sie an einem ARES-Flüssigkeitsrheometer RFS3 gemessen werden.

**DSC-Analyse durchgeführt an einer TA Instruments Q1000-Maschine, gemessen nach zwei Aufheiz- und Abkühlzyklen unter Verwendung einer Scanngeschwindigkeit von 10°C/min.

[0041] In einen 500 ml Harzkessel wurden in der folgenden Reihenfolge eingefüllt: ein amorphes Oxazolinbindemittelharz, hergestellt gemäß Beispiel 2 (30 Gew.-% der Tinte); eine geschmolzene kristalline Oxazolinverbindung, hergestellt gemäß Beispiel 1 (62–64 Gew.-% der Tinte; siehe Formulierungen in Tabelle 5); Kemamid® S-180 als Mittel zur Veränderung der Viskosität (handelsüblich erhältlich von Chemtura Corporation) (3–4 Gew.-% der Tinte); NAUGARD 445® als Antioxidationsmittel (erhalten von Chemtura, USA); und zuletzt ein Farbmittel (Orasol Blue GN Farbstoff, erhalten von Ciba Geigy, USA). Die Mischung wurde in einem Mantel auf eine Innentemperatur von 130°C erwärmt und 2 Stunden mechanisch gerührt, wobei ein Edelstahl-Impeller mit 4 Flügeln und 90° Steigung mit annähernd 175–250 U/min verwendet wurde. Die Tintengrundmischung wurde dann bei 120°C unter Verwendung eines KST-Filtrationsapparats durch ein 5-Mikrometer-Edelstahl-Drahtfiltertuch mit 325 × 2300 Maschen (Typ 304 SS, erhalten von Gerard Daniel Worldwide, Hanover, USA) heiß filtriert, um teilchenförmiges Material zu entfernen. Die geschmolzene Mischung wurde in einen 500 ml-Harzkessel zurückgegeben und auf eine Innentemperatur von 130°C erwärmt, während mechanisch gerührt wurde. In diese Tintengrundlage wurde Farbmittel (6,0 g Orasol® Blue GN Farbstoff; 3 Gew.-%) in kleinen Portionen über einen Zeitraum von 0,5 Stunden zugegeben, während weiter erwärmt wurde. Sobald die Farbstoffzugabe beendet war, wurde die gefärbte Tintenzusammensetzung zusätzliche 3–4 h bei 130°C rühren gelassen, wobei mit 275 U/min gerührt wurde, um die Homogenität der Tintenzusammensetzung zu gewährleisten. Die gefärbte Tintenzusammensetzung wurde dann noch einmal bei 120°C durch das 325 × 2300 Maschen-Stahl-drahtfiltertuch heiß filtriert, bevor sie in Formschalen verteilt und beim Kühlen auf Raumtemperatur fest werden gelassen wurde. Die gefärbten Tintenzusammensetzungen wurden im Hinblick auf thermische Eigenschaften durch DSC und auf rheologische Eigenschaften unter Verwendung eines ARES-Flüssigkeitsrheometers RFS3 charakterisiert.

[0042] Die Viskosität der Tinte von Beispiel 3a bei 130°C betrug 13 mPa·s (13 Centipoise) und sie wies eine Kristallisations-Onset-Temperatur bei annähernd 80°C auf. Die Viskosität der Tinte von Beispiel 3b bei 130°C

betrug 11 Centipoise und sie wies eine Kristallisations-Onset-Temperatur bei annähernd 90°C auf. **Fig. 6** zeigt vollständige rheologische Profile für die Tinte von Beispiel 3a (in **Fig. 6** als RC-87-Tinte markiert), die Tinte von Beispiel 3b (in **Fig. 6** als RC-89-Tinte markiert) sowie für eine handelsüblich erhältliche Vergleichstinte Océ TonerPearls, Cyan-Tinte.

Beispiel 4

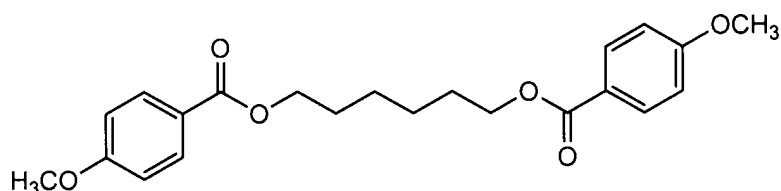
Synthese einer amorphen Tri-DL-menthylcitrat(TMC)-Komponente.

[0043] 20 g (104 mmol) Citronensäure, 48,8 g (312 mmol) DL-Menthol und 240 ml Xylol wurden in einen mit einem Dean-Stark-Abscheider ausgestatteten 500 ml-Kolben gegeben, um eine Suspension zu erhalten. 0,396 g (2,08 mmol) p-Toluolsulfonsäure-Monohydrat wurde zugegeben und die Mischung wurde 21 Stunden refluxiert, wobei Wasser azeotrop entfernt wurde. Die Reaktionsmischung wurde auf Raumtemperatur abgekühlt und mit 10 Gew.-% KOH aq. (1×) und Salzlösung (2×) gewaschen, anschließend über MgSO₄ getrocknet. Nach einer Filtration und dem Entfernen des Lösungsmittels wurde der Rückstand unter Vakuum mit Rühren bei 120°C getrocknet, um 49,3 g (Ausbeute: 78%) eines amorphen Feststoffs zu erhalten. Die Probe wurde durch ¹H-NMR und Säurezahlanalyse (16,34 mg KOH/g) charakterisiert.

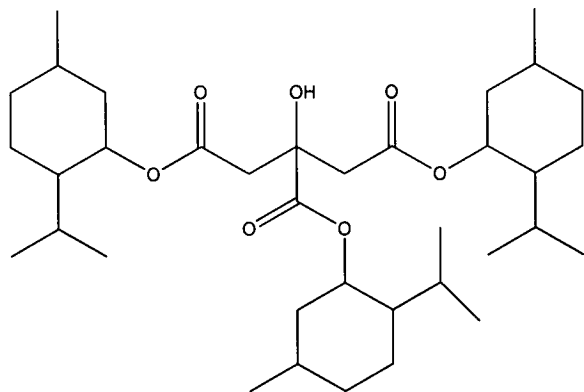
Beispiel 5 (Referenzbeispiel)

Herstellung einer Tinte.

[0044] 1,6-Hexandiol-bis(4-methoxybenzoat)ester (Schmelzpunkt = 91°C) mit der Formel



wurde für die kristalline Komponente für Beispiel 5 verwendet. 1,6-Hexandiol-bis(4-methoxybenzoat) wurde wie in US-Patent 6,682,587 beschrieben hergestellt. Tri-DL-menthylcitrat (TMC) mit der Formel



wurde für die amorphe Komponente für Beispiel 5 verwendet. Das TMC und das kristalline Material wurden in dem geschmolzenen Zustand bei 120°C gerührt, anschließend abgekühlt, um Tintenproben zu erhalten. Das kristallin/amorph-Verhältnis der Tintenproben betrug 100/0, 70/30, 50/50, 30/70 und 0/100 in Gewichtsprozent, wie in nachstehender Tabelle 4 gezeigt ist.

Tabelle 4

Probe	amorph (Gew.-%)	kristallin (Gew.-%)
Beispiel 5a	0	100
Beispiel 5b	30	70

Beispiel 5c	50	50
Beispiel 5d	70	30
Beispiel 5e	100	0

[0045] Die zwei Materialien waren in allen von diesen Mischungsverhältnissen gut mischbar. **Fig. 7** zeigt Rheologiedaten der Tintenproben von Tabelle 4. Alle von diesen Tinten zeigten Phasenübergänge bis $> 10^6$ mPa·s ($> 10^6$ Centipoise) in dem wünschenswerten Temperaturbereich ($60^\circ\text{C} < T < 130^\circ\text{C}$) und die Phasenübergangstemperatur kann durch Ändern des kristallin/amorph-Verhältnisses eingestellt werden. Außerdem betrugen die Viskositäten bei ungefähr 130°C (Versprühtemperatur) 10 mPa·s (10 Centipoise) und waren wiederum durch Ändern des kristallin/amorph-Verhältnisses einstellbar.

[0046] Eine Querschnittsmikroskopie bietet einen Einblick in den Mechanismus, der an der Bereitstellung des verbesserten Bildkratz- und Faltungsverhaltens beteiligt ist, das mit den Heißschmelztinten der vorliegenden Erfindung erzielt wird. **Fig. 1** ist eine Mikrofotografie, die einen Querschnitt von einem gedruckten Bild zeigt, das mit einer zur Zeit erhältlichen Tinte (Xerox® Part Number 108R00749) zeigt, welcher kein Eindringen der Tinte in die Papierdeckschicht oder das Papiersubstrat zeigt (linkes Bild), gegenüber einem gedruckten Bild, das mit der Tinte von Beispiel 3 hergestellt ist (rechtes Bild). Die linken und rechten Bilder wurden auf Xerox® Digital Color Elite Gloss-Papier, 120 gsm (DCEG) gedruckt. Die Tinte von Beispiel 3 und die Vergleichstinte wurden getrennt in einen modifizierten Xerox® 8860-Drucker eingefüllt. Jede Tinte wurde bei 115°C geschmolzen und auf das DCEG-Glanzpapier bei 55°C versprüht. Das Papier mit der aufgesprühten Tinte wurde für ein Ausbreitungsverfahren zu einem zweiten modifizierten Xerox® 8860 transportiert. Der Drucker übte einen Druck von 800 Pfund pro Quadratzoll bei einer erhöhten Temperatur von $57,5^\circ\text{C}$ mit einer Geschwindigkeit von 1 Buchstabengröße Papier pro Sekunde auf das Tintenbild aus. **Fig. 1** zeigt die Vergleichstinte (links), die sich auf der Papieroberfläche befindet, während die Oxazolintinte von Beispiel 3 (rechts) Eigenschaften aufweist, zu denen das Eindringen in die Papierbeschichtung gehört.

[0047] **Fig. 2** ist eine Mikrofotografie, die einen Querschnitt von einem gedruckten Bild zeigt, das mit der Tinte von Beispiel 5 hergestellt ist, die einen Citratester und eine kristalline Komponente gemäß der vorliegenden Erfindung enthält. Ein farbiges Tintenbild wurde hergestellt durch Einarbeiten von 3 Gew.-% Orasol Blue GN in den Tintenträger von Beispiel 5b (Tintenformulierung: amorph/kristallin/Farbstoff = 1,16/2,72/0,12 (g) = 29,1/67,9/3 (Gew.-%)) mit Rühren bei 120°C und Drucken. Die farbige Tinte von Beispiel wurde in einen modifizierten Xerox® 8860-Drucker eingefüllt, bei 115°C geschmolzen und auf das DCEG-Glanzpapier bei 55°C versprüht. Das Papier mit der aufgesprühten Tinte wurde für ein Ausbreitungsverfahren zu einem zweiten modifizierten Xerox® 8860 transportiert. Der Drucker übte einen Druck von 800 Pfund pro Quadratzoll bei einer erhöhten Temperatur von $57,5^\circ\text{C}$ mit einer Geschwindigkeit von 1 Buchstabengröße Papier pro Sekunde auf das Tintenbild aus.

[0048] **Fig. 3** liefert eine schematische Darstellung (linkes Bild von **Fig. 3**) und eine Mikrofotografie (rechtes Bild von **Fig. 3**), welche die Tinte von Beispiel 3 als ein Querschnittsbild nach dem Drucken zeigen. Die Querschnittsmikrofotografie von **Fig. 3** wurde wie alle in dieser Anmeldung beschriebenen Mikrofotografien mit einem optischen Mikroskop Axialplan aufgenommen, das von Carl Zeiss, Inc. erhältlich ist. Die schematische Darstellung soll als Anhaltspunkt für das Auge bei der Untersuchung der Mikrofotografie auf der rechten Seite dienen und zeigt das Eindringen der Tinte in die Papierbeschichtung.

[0049] **Fig. 4** ist eine Mikrofotografie eines gedruckten Bildes, das mit der Tinte von Beispiel 3 hergestellt ist, welches auf die gleiche Weise wie vorstehend beschrieben gedruckt wurde. **Fig. 4** zeigt ein teilweises Eindringen der Tinte in die Papierdeckschicht, aber nicht in das Papiersubstrat.

[0050] **Fig. 5** ist eine Mikrofotografie von einem gedruckten Bild, das mit einer zur Zeit erhältlichen Tinte (Xerox® Part Number 108R00749) hergestellt wurde, welche kein Eindringen der Tinte in die Papierdeckschicht oder das Papiersubstrat zeigt.

[0051] **Fig. 6** ist eine grafische Darstellung, welche die Viskosität (y-Achse, Centipoise) gegen die Temperatur (x-Achse, $^\circ\text{C}$) für eine Vergleichstinte (Xerox® Part Number 108R00749) und für die Tinte der Beispiele 3a (als RC-87 in **Fig. 6** markiert) und 3b (als RC-89 in **Fig. 6** markiert) zeigt.

[0052] Fig. 7 ist eine grafische Darstellung, welche die Viskosität (y-Achse, Centipoise) gegen die Temperatur (x-Achse, °C) für fünf Tintenproben der Tinte von Beispiel 5, Beispiele 5a, 5b, 5c, 5d, 5e mit den amorph/kristallin-Verhältnissen, wie sie in Tabelle 4 angegeben sind, zeigt.

Patentansprüche

1. Heißschmelztinte umfassend:

wenigstens eine kristallisierbare Komponente umfassend ein Material, welches kristallisiert, während es von einer ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, auf eine zweite Temperatur abkühlt, welche niedriger ist als die Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, wobei die zweite Temperatur ausreicht, um eine Kristallisation der wenigstens einen kristallisierbaren Komponente einzuleiten;

wenigstens eine amorphe Komponente umfassend ein Material, welches bei der zweiten Temperatur amorph bleibt; und

ein optionales Farbmittel;

wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente und die wenigstens eine amorphe Komponente bei der ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, in einem geschmolzenen Einphasenzustand vorliegen; wobei bei der zweiten Temperatur die Heißschmelztinte eine kristalline Phase, umfassend die wenigstens eine kristallisierbare Komponente, und eine amorphe Phase, umfassend die wenigstens eine amorphe Komponente, umfasst;

wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Diphenethyl-L-tartrat ist und die wenigstens eine amorphe Komponente Di-L-menthyl-L-tartrat ist; oder

wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Bis(4-methoxy-phenyl)octandioat ist und die wenigstens eine amorphe Komponente Tri-DL-menthylcitrat ist;

wobei die amorphe Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte in das endgültige Bildempfangssubstrat eindringt; und

wobei die kristalline Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte an der Oberfläche des endgültigen Bildempfangssubstrats bleibt.

2. Heißschmelztinte nach Anspruch 1, wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente und die wenigstens eine amorphe Komponente bei der ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, in einem geschmolzenen Einphasenzustand vorliegen und wobei die erste Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, 100°C bis 140°C beträgt; und wobei gegebenenfalls bei der zweiten Temperatur die Heißschmelztinte eine kristalline Phase und eine amorphe Phase umfasst und wobei die zweite Temperatur 60°C bis 120°C beträgt.

3. Heißschmelztinte nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei die amorphe Phase der Heißschmelztinte in das endgültige Bildempfangssubstrat bis zu einer maximalen Tiefe von 10 µm eindringt.

4. Heißschmelztinte nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei das endgültige Bildempfangssubstrat eine Grundschrift, eine Deckschrift, die über einer ersten Oberfläche der Grundschrift angeordnet ist; und gegebenenfalls eine Unterschicht, die über einer zweiten, gegenüberliegenden Oberfläche der Grundschrift angeordnet ist, umfasst; und wobei die amorphe Phase der Heißschmelztinte in die Deckschrift des endgültigen Bildempfangssubstrats bis zu einer maximalen Tiefe von 10 µm eindringt, und wobei gegebenenfalls die Grundschrift Papier umfasst.

5. Heißschmelztinte nach Anspruch 3, wobei die kristalline Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte an der Oberfläche des endgültigen Bildempfangssubstrats bleibt, wobei sie eine Schutzschicht darauf bereitstellt.

6. Heißschmelztinte nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente ein Material mit einer Rekristallisationstemperatur von 30°C bis 135°C umfasst; und

wobei gegebenenfalls die wenigstens eine kristallisierbare Komponente ein Material mit einer Viskosität von 2 bis 50 mPa·s (2 bis 50 Centipoise) bei einer Temperatur von 140°C umfasst; und

wobei gegebenenfalls die wenigstens eine kristallisierbare Komponente eine Schmelztemperatur von 40°C bis 150°C aufweist; und

wobei gegebenenfalls die wenigstens eine amorphe Komponente ein Material mit einer Viskosität von 10 bis 500 mPa·s (10 bis 500 Centipoise) bei einer Temperatur von 140°C aufweist; und

wobei gegebenenfalls die wenigstens eine amorphe Komponente ein Material mit einer Viskosität von mehr als 100 Pa·s (10⁵) Centipoise bei einer Temperatur von 30°C bis weniger als 120°C aufweist; und

wobei gegebenenfalls die wenigstens eine amorphe Komponente eine Glasübergangstemperatur von -5°C bis 50°C aufweist; und

wobei gegebenenfalls die wenigstens eine amorphe Komponente ein Molekulargewicht von 100 bis 1000 g/mol aufweist.

7. Heißschmelztinte nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei der Unterschied der Viskosität zwischen der wenigstens einen kristallisierbaren Komponente und der wenigstens einen amorphen Komponente wenigstens 0,5 Pa·s (500 Centipoise) bei einer Temperatur von 30°C beträgt.

8. Heißschmelztinte nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei das Verhältnis in Gewichtsprozent der kristallisierbaren Komponente zu der amorphen Komponente 60:40 bis 95:5 Gew.-%, bezogen auf das gesamte kombinierte Gewicht der kristallinen und amorphen Komponenten, beträgt.

9. Verfahren, welches umfasst:

(1) das Einbringen einer Heißschmelztinte in eine Tintenstrahldruckvorrichtung, wobei die Heißschmelztinte wenigstens eine kristallisierbare Komponente umfassend ein Material, welches kristallisiert, während es von einer ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, auf eine zweite Temperatur abkühlt, welche niedriger ist als die Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, wobei die zweite Temperatur ausreicht, um eine Kristallisation der wenigstens einen kristallisierbaren Komponente einzuleiten; wenigstens eine amorphe Komponente umfassend ein Material, welches bei der zweiten Temperatur amorph bleibt; und ein optionales Farbmittel umfasst; wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente und die wenigstens eine amorphe Komponente bei der ersten Temperatur, bei der die Tinte versprüht wird, in einem geschmolzenen Einphasenzustand vorliegen; wobei bei der zweiten Temperatur die Heißschmelztinte eine kristalline Phase, umfassend die wenigstens eine kristallisierbare Komponente, und eine amorphe Phase, umfassend die wenigstens eine amorphe Komponente, umfasst; wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Diphenethyl-L-tartrat ist und die wenigstens eine amorphe Komponente Di-L-menthyl-L-tartrat ist; oder wobei die wenigstens eine kristallisierbare Komponente Bis(4-methoxyphenyl)octandioat ist und die wenigstens eine amorphe Komponente Tri-DL-menthylcitrat ist; wobei die amorphe Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte in das endgültige Bildempfangssubstrat eindringt; und wobei die kristalline Phase der wenigstens einen Heißschmelztinte an der Oberfläche des endgültigen Bildempfangssubstrats bleibt;

(2) das Schmelzen der Tinte;

(3) das Bewirken, dass Tröpfchen der geschmolzenen Tinte in einem bildweisen Muster auf ein Zwischenübertragungselement oder direkt auf das endgültige Bildempfangssubstrat ausgestoßen werden; und

(4) gegebenenfalls, falls ein Zwischenübertragungselement verwendet wird, das Übertragen des Bildes auf das endgültige Bildempfangssubstrat.

Es folgen 6 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

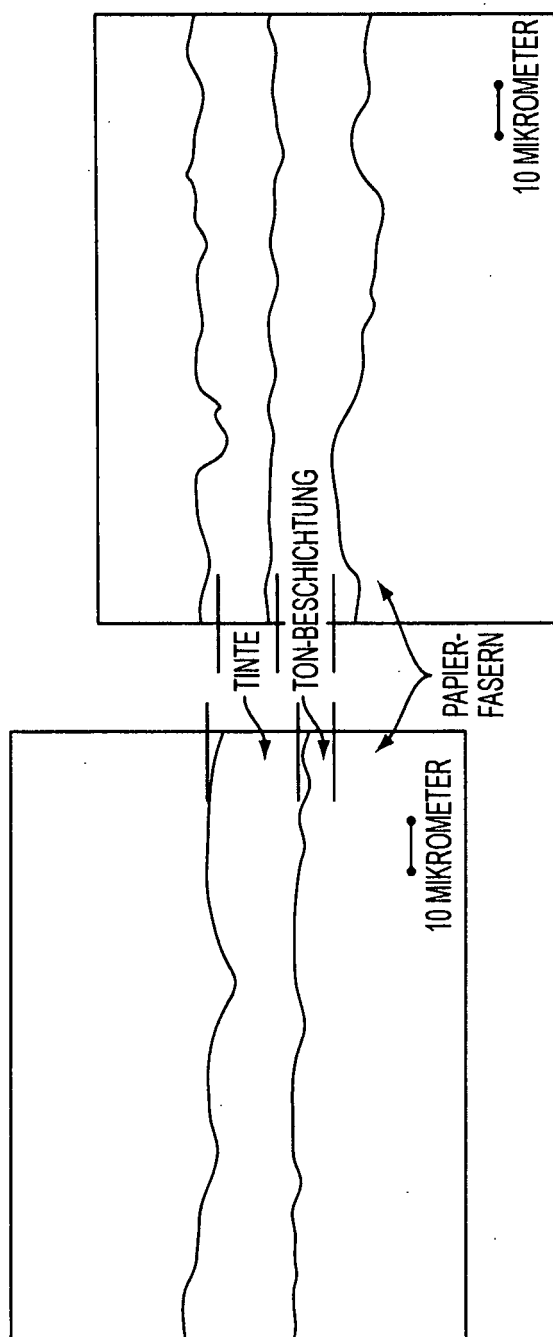


FIG. 1

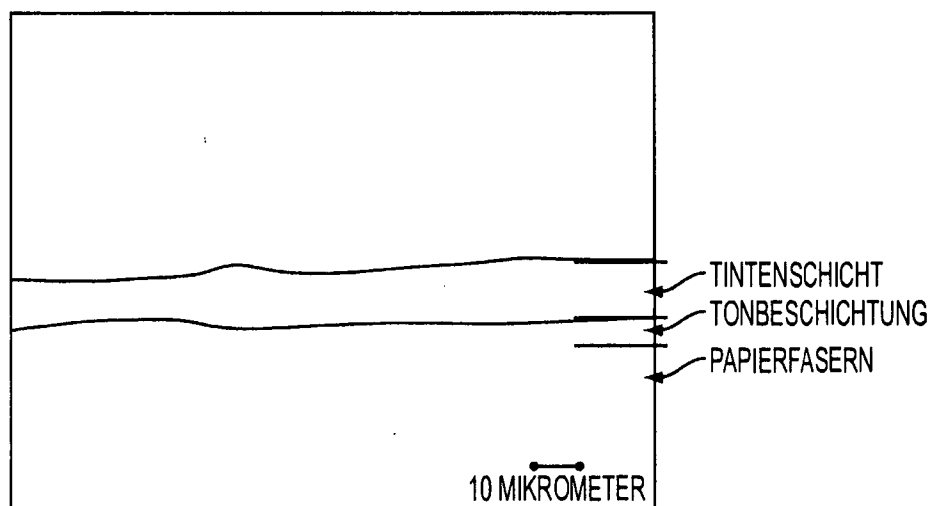


FIG. 2

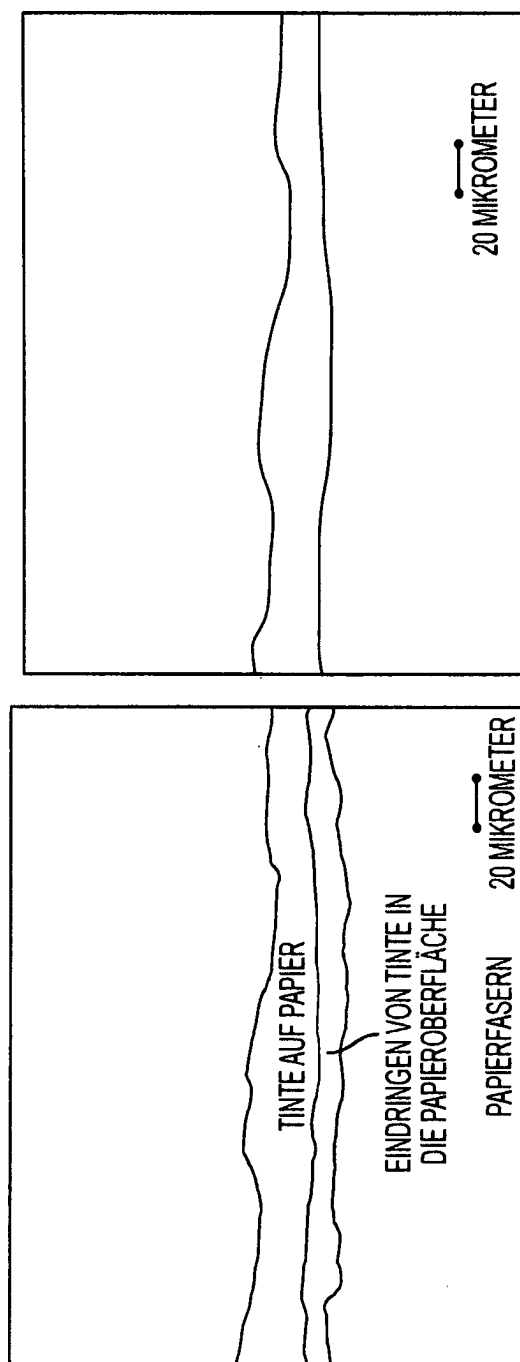


FIG. 3

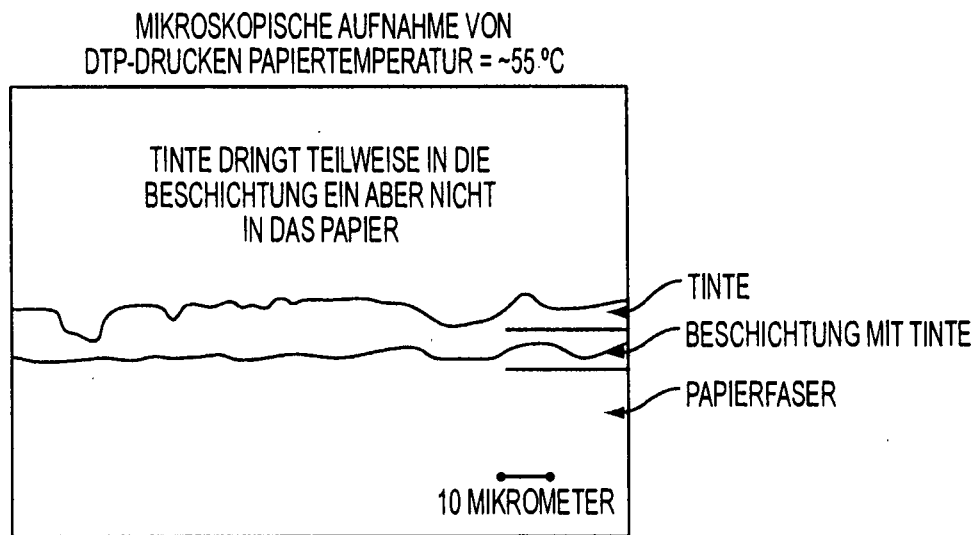


FIG. 4

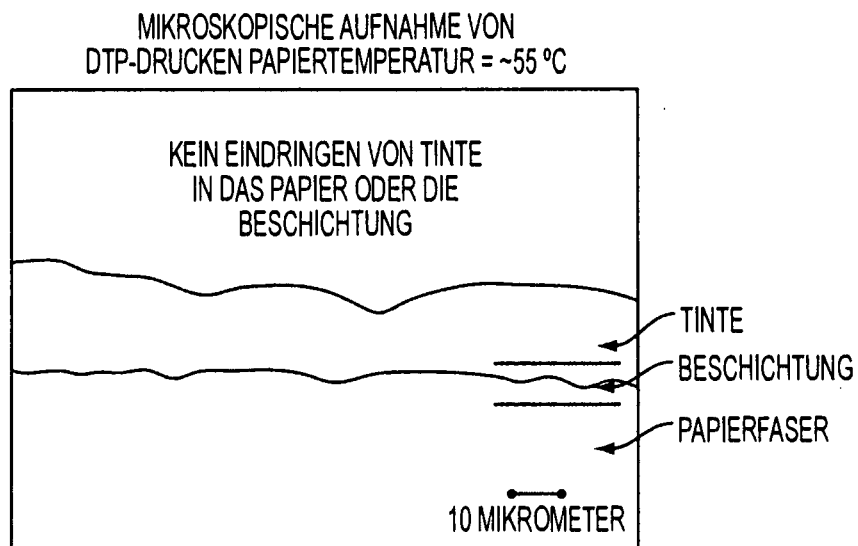


FIG. 5

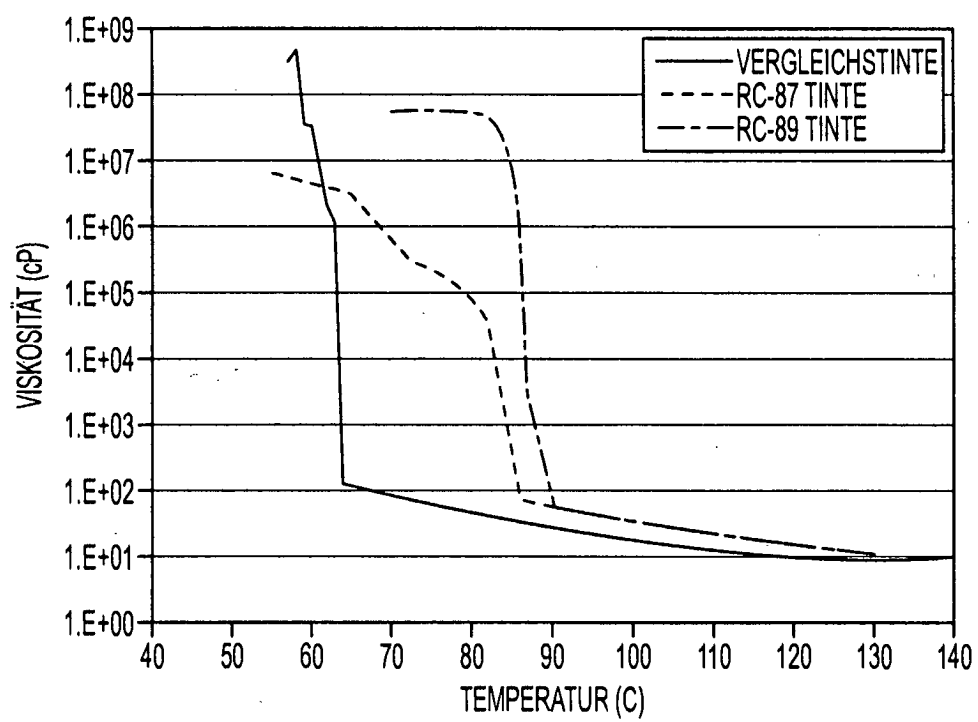


FIG. 6

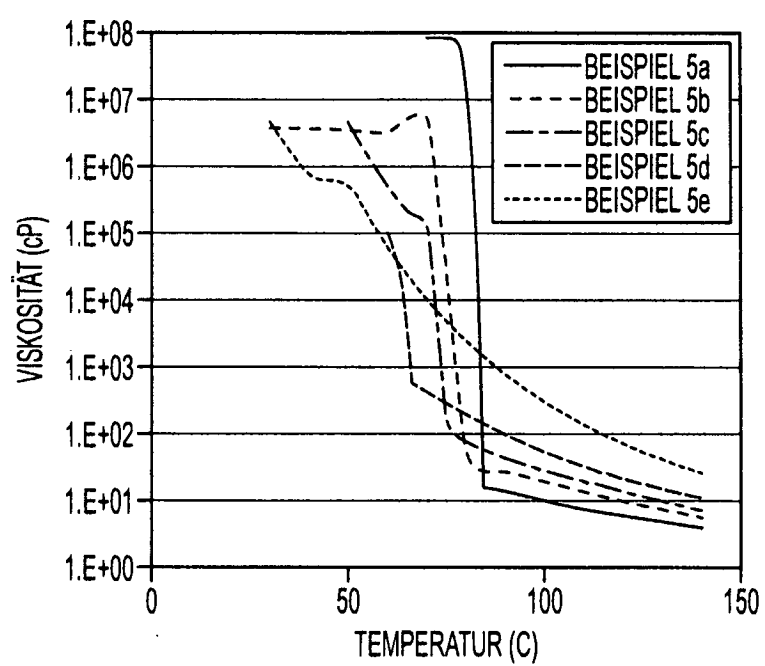


FIG. 7