

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2013-227571

(P2013-227571A)

(43) 公開日 平成25年11月7日(2013.11.7)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C09D 11/00 (2006.01)</b>	C09D 11/00	2C056
<b>B41J 2/01 (2006.01)</b>	B41J 3/04 1O1Y	2H186
<b>B41M 5/00 (2006.01)</b>	B41M 5/00 E	4J039

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 22 頁)

(21) 出願番号	特願2013-85467 (P2013-85467)	(71) 出願人	596170170 ゼロックス コーポレイション XEROX CORPORATION アメリカ合衆国、コネチカット州 068 56、ノーウォーク、ピーオーボックス 4505、グローバー・アヴェニュー 4 5
(22) 出願日	平成25年4月16日 (2013. 4. 16)	(74) 代理人	100079049 弁理士 中島 淳
(31) 優先権主張番号	13/456, 722	(74) 代理人	100084995 弁理士 加藤 和詳
(32) 優先日	平成24年4月26日 (2012. 4. 26)	(72) 発明者	ガブリエル・イフタイム カナダ国 オンタリオ州 エル5エヌ 4 ティー1 ミシサガ ガニメデ・ロード 6629
(33) 優先権主張国	米国 (US)		最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 脂肪酸を含む相変化インク

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】コーティングされた紙基材上への印刷を含む、インクジェット印刷に好適な固体インク組成物。

【解決手段】固体インク組成物は、結晶性化合物および非晶質化合物の両方、および脂肪酸を含み、この相変化インクは、脂肪酸を含まない同じ組成物よりも液体状態から迅速に結晶化する堅牢性インクを提供する。非晶質化合物が酒石酸ジエステルまたはクエン酸ジエステルであるインク組成物。

【選択図】なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

非晶質化合物；

結晶性化合物；および

脂肪酸を含む相変化インクであって；

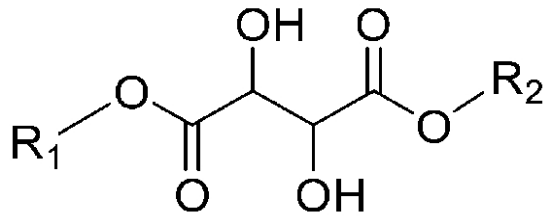
ここでこの相変化インクが、脂肪酸を含まない同じ組成物よりも液体状態から迅速に結晶化する、インク。

## 【請求項 2】

前記非晶質化合物が、式 I の第 1 の酒石酸エステルまたは式 I I の第 1 のクエン酸エステルを含み

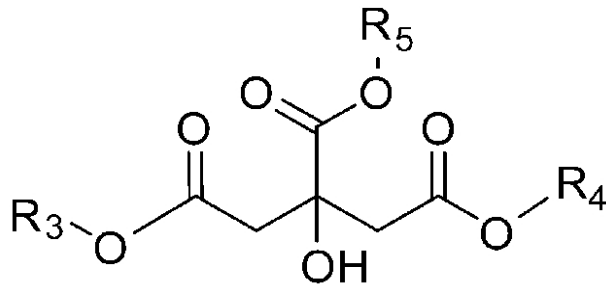
10

## 【化 1】



式 I

20



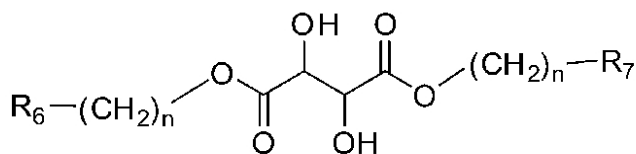
式 I I

30

式中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$  および  $R_5$  のそれぞれは、独立に、アルキル基（ここでこのアルキルは、約 1 ~ 約 40 個の炭素原子を有する直鎖、分岐状または環状の飽和または不飽和の置換または非置換であることができる）であり；および

前記結晶性化合物が、式 I I I の第 2 の酒石酸エステルを含む、請求項 1 に記載の相変化インク

## 【化 2】



式 I I I

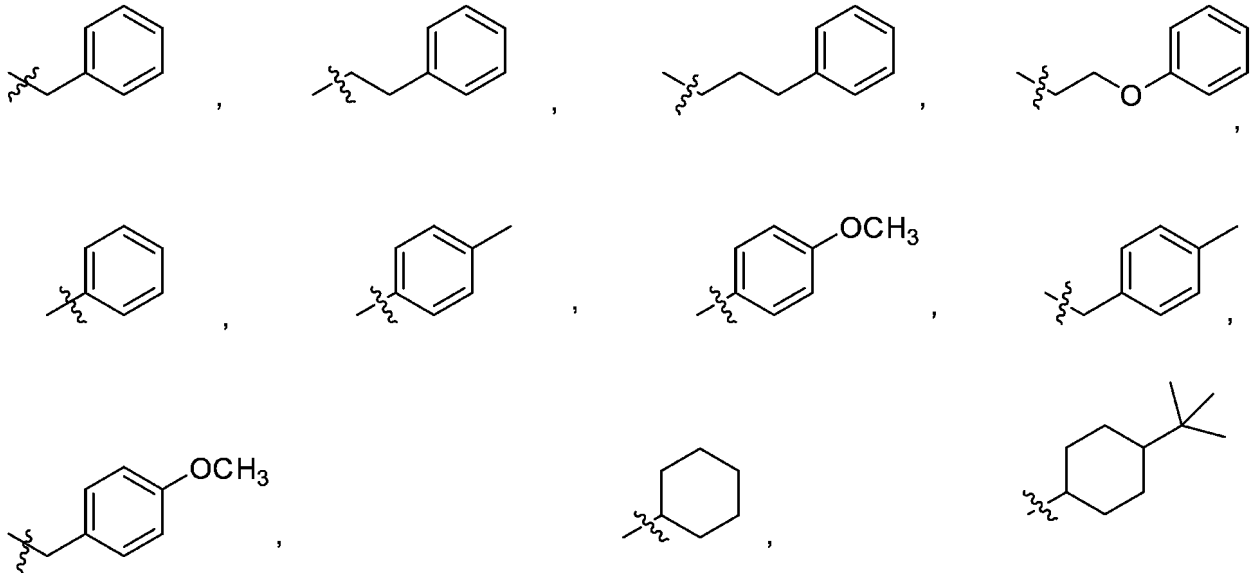
40

式中、 $R_6$  および  $R_7$  のそれぞれは、独立に、低級アルキルおよびアルコキシで場合により置換されたアリールまたはヘテロアリールであり、各  $n$  は独立に 0 ~ 3 である。

## 【請求項 3】

$R_6$  および  $R_7$  のそれぞれは、独立に、

## 【化 3】



10

およびこれらの混合物からなる群から選択される、請求項 2 に記載の相変化インク。

## 【請求項 4】

前記脂肪酸が、パルミチン酸（ヘキサデカン酸）、パルミトレイン酸（9 - ヘキサデセン酸）、ステアリン酸（オクタデカン酸）、オレイン酸（9 - オクタデセン酸）、リノール酸（12 - ヒドロキシ - 9 - オクタデセン酸）、バクセン酸（11 - オクタデセン酸）、リノール酸（9, 12 - オクタデカジエン酸）、 $\alpha$ -リノール酸（9, 12, 15 - オクタデカトリエン酸）、 $\beta$ -リノール酸（6, 9, 12 - オクタデカトリエン酸）、アラキジン酸（エイコサン酸）、ガドレイン酸（9 - エイコセン酸）、アラキドン酸（5, 8, 11, 14 - エイコサテトラエン酸）、エルカ酸（13 - ドコセン酸）、ベヘン酸およびこれらの混合物からなる群から選択される、請求項 1 に記載の相変化インク。

20

## 【請求項 5】

前記脂肪酸が、前記相変化インク全体に基づいて約 0.1 重量% ~ 約 2.5 重量% の量で存在する、請求項 1 に記載の相変化インク。

30

## 【請求項 6】

前記非晶質化合物が、式 I の第 1 の酒石酸エステルであり、ここで  $R_1$  および  $R_2$  のそれぞれは、独立に、シクロヘキシル基、あるいはメチル、エチル、 $n$ -プロピル、イソプロピル、 $n$ -ブチルおよび  $t$ -ブチルから選択される 1 つ以上のアルキル基で置換されたシクロヘキシル (cyclohexyl) 基である、請求項 2 に記載の相変化インク。

## 【請求項 7】

$R_1$  および  $R_2$  が 2 - イソプロピル - 5 - メチルシクロヘキシル、ならびに 4 -  $t$ -ブチルシクロヘキシルおよびシクロヘキシルの混合物である、請求項 6 に記載の相変化インク。

## 【請求項 8】

前記非晶質化合物が、式 II の第 1 のクエン酸エステルである、請求項 2 に記載の相変化インク。

40

## 【請求項 9】

前記結晶性化合物が、式 III の第 2 の酒石酸エステルであり、式中、 $R_6$  および  $R_7$  のそれぞれは、独立に、メチルまたはメトキシで場合により置換されたフェニルである、請求項 2 に記載の相変化インク。

## 【請求項 10】

前記結晶性化合物が、ジベンジル L - タートラート、ジフェネチル L - タートラート、ビス (3 - フェニル - 1 - プロピル) L - タートラート、ビス (2 - フェノキシエチル) L - タートラート、ジフェニル L - タートラート、ビス (4 - メチルフェニル) L - ター

50

トレート、ビス(4-メトキシルフェニル)L-タートレート、ビス(4-メチルベンジル)L-タートレート、ビス(4-メトキシルベンジル)L-タートレート、ジシクロヘキシルL-タートレート、ビス(4-tert-ブチルシクロヘキシル)-L-タートレートおよびこれらの混合物からなる群から選択される、請求項1に記載の相変化インク。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本実施形態は、室温にて固体であり、溶融インクが基材に適用される高温においては溶融状態であることを特徴とする固体インク組成物に関する。これらの固体インク組成物は、インクジェット印刷のために使用できる。本実施形態は、非晶質化合物、結晶性化合物、および場合により着色剤を含む新規な固体インク組成物、およびそれらの製造方法を対象とする。特に、化合物は、酒石酸またはクエン酸のエステルであり、結晶性化合物は酒石酸のエステルである。

10

【背景技術】

【0002】

相変化インクは、輸送、長期間貯蔵などの間、室温にて固相状態を保つので、インクジェット印刷機に望ましい。加えて、液体インクジェットインクのインク蒸発の結果としてノズル目詰まりに関連する問題が大きく除外され、それによってインクジェット印刷の忠実度を改善する。さらに、インク液滴が最終記録媒体(例えば、紙、透明材料など)に直接適用される相変化インクジェット印刷機において、液滴は、記録媒体と接触直後に固化し、印刷媒体に沿ったインクの移動が防止され、ドット品質が改善される。

20

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

上述の従来 of 固体インク技術は、一般に鮮明な画像を製造し、ジェット使用の経済性および多孔質紙にて基材自由度を与えるのに成功している一方で、こうした技術はコーティングされた基材については満足するものではない。故に、既知の組成物およびプロセスはそれらの意図する目的に好適であるが、コーティングされた紙基材上に画像を形成するまたは印刷するための追加手段を必要とする。

【0004】

30

さらに、プロダクション印刷のような迅速印刷環境に好適なこうした固体インク組成物を提供することが必要とされている。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本明細書で例示される実施形態によれば、コーティングされた紙基材での印刷を含むインクジェット印刷のための、結晶性化合物、非晶質化合物、および脂肪酸を含む新規な固体インク組成物が提供され、ここでこの相変化インクは、脂肪酸を含まない同じ組成物に比べて、液体状態から迅速に結晶化する。

【0006】

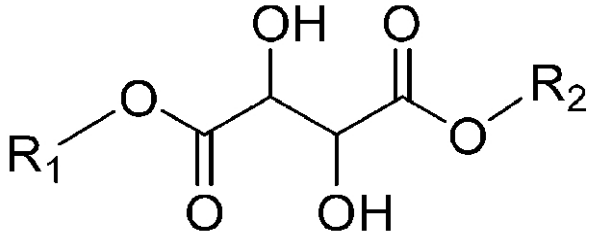
特に、本実施形態は、非晶質化合物；結晶性化合物；および脂肪酸を含む相変化インクを提供し、ここでこの相変化インクは、脂肪酸を含まない同じ組成物よりも液体状態から迅速に結晶化する。

40

【0007】

さらなる実施形態において、非晶質化合物であって、この非晶質化合物が、式Iの第1の酒石酸エステルを含み

## 【化 1】

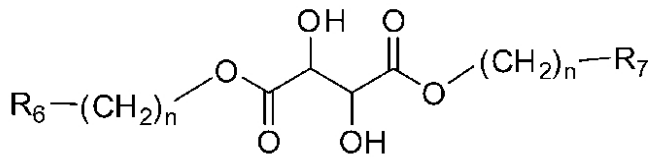


式 I

式中、 $R_1$  および  $R_2$  のそれぞれは、独立に、アルキル基（ここでこのアルキル部分は、約 1 ~ 約 40 個の炭素原子を有する直鎖、分岐状または環状、飽和または不飽和、置換または非置換であることができる）あるいは置換または非置換芳香族またはヘテロ芳香族基およびこれらの混合物である非晶質化合物；

結晶性化合物であって、この結晶性化合物が式 I I I の第 2 の酒石酸エステルを含み

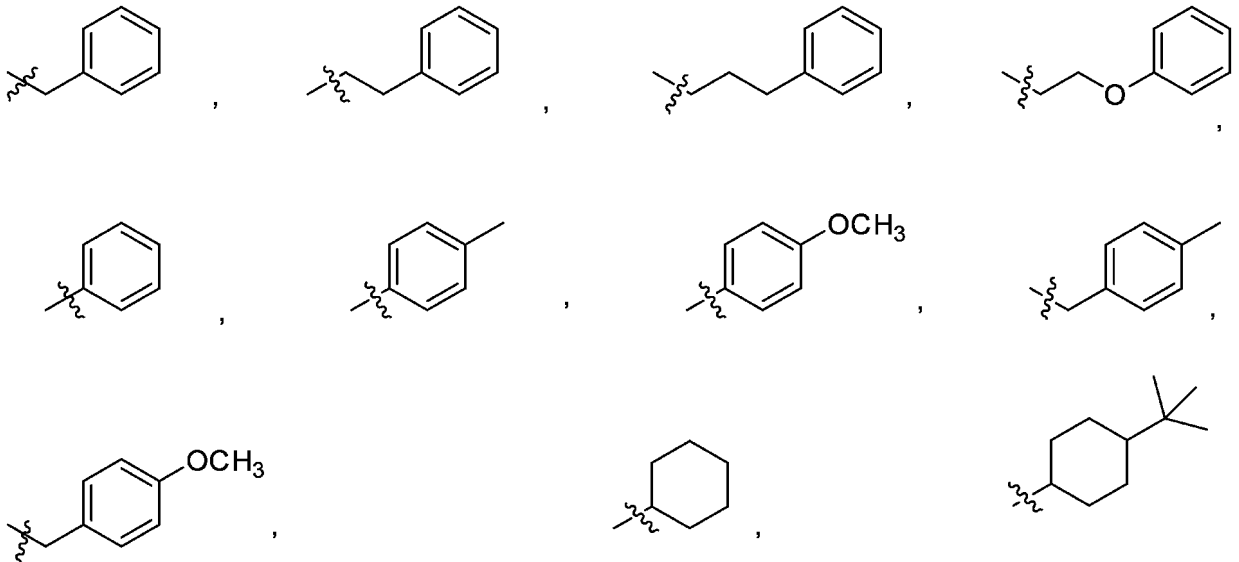
## 【化 2】



式 I I I

式中、 $R_6$  および  $R_7$  のそれぞれが独立に、

## 【化 3】



およびこれらの混合物からなる群から選択される結晶性化合物；および脂肪酸を含む相変化インクが提供され、ここでこの酒石酸骨格は、L - (+) - 酒石酸、D - (-) - 酒石酸、DL - 酒石酸、またはメソ酒石酸およびこれらの混合物から選択される。

## 【0008】

さらに他の実施形態において、非晶質化合物、結晶性化合物および脂肪酸を含む相変化インクが提供され、非晶質化合物が、ビス(2 - イソプロピル - 5 - メチルシクロヘキシル) L - タートラート) であり；結晶性化合物が、ジベンジル L - タートラート、ジフェネチル L - タートラート、ビス(3 - フェニル - 1 - プロピル) L - タートラート、ビス

10

20

30

40

50

(2-フェノキシエチル) L-タートラート、ジフェニル L-タートラート、ビス(4-メチルフェニル) L-タートラート、ビス(4-メトキシフェニル) L-タートラート、ビス(4-メチルベンジル) L-タートラート、ビス(4-メトキシベンジル) L-タートラート、ジシクロヘキシル L-タートラート、ならびにこれらのいずれかの立体異性体および混合物からなる群から選択される。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1】開示の実施形態に従う、インクベースにおける、結晶化オンセットから結晶化終了までの結晶形成の画像を示すTROMプロセスを例示する。

【発明を実施するための形態】

【0010】

本明細書で使用される場合、「アルキル」という用語は、脂肪族炭化水素基を指す。アルキル部分は、アルケンまたはアルキン部分を含めないことを意味する「飽和アルキル」基であってもよい。アルキル部分はまた、アルケンまたはアルキン部分を少なくとも1つ含有することを意味する「不飽和アルキル」部分であってもよい。「アルケン」部分は、少なくとも2つの炭素原子および少なくとも1つの炭素-炭素二重結合からなる基を指し、「アルキン」部分は、少なくとも2つの炭素原子および少なくとも1つの炭素-炭素三重結合からなる基を指す。アルキル部分は、飽和または不飽和であるかに拘わらず、分岐状、直鎖状または環状であってもよい。

【0011】

アルキル基は、1~40個の炭素原子を有していてもよい(それが本明細書で現れるときはいつでも、数値範囲、例えば「1~40」は、所与の範囲にある各整数を指す、例えば「1~40個の炭素原子」は、アルキル基が、1個の炭素原子、2個の炭素原子、3個の炭素原子などから、40個を含む炭素原子までからなってもよいことを意味するが、本定義はまた、数値範囲が指定されていない「アルキル」という用語の発生もカバーする)。アルキル基はまた、1~10個の炭素原子を有する中サイズアルキルであってもよい。アルキル基はまた、1~4個の炭素原子を有する低級アルキルであってもよい。本発明の化合物のアルキル基は、「C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>アルキル」または同様の指定として指定されてもよい。例にすぎないが、「C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>アルキル」は、アルキル鎖に1から4個の炭素原子が存在すること、すなわちアルキル鎖は、メチル、エチル、プロピル、イソ-プロピル、n-ブチル、イソ-ブチル、sec-ブチル、およびt-ブチルからなる群から選択されることを示す。

【0012】

アルキル基は、置換または非置換であってもよい。置換されている場合、水素の他、いずれかの基は置換基であることができる。置換されている場合、置換基は、1つ以上の基であり、個々におよび独立に、アルキル、シクロアルキル、ヒドロキシ、アルコキシ、シアノ、ハロ、およびモノ-およびジ-置換されたアミノ基を含むアミノから選択されるが、これらの例示リストに限定されない。典型的なアルキル基としては、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、三級ブチル、ペンチル、ヘキシル、エテニル、プロペニル、ブテニル、シクロプロピル、シクロブチル、シクロペンチル、シクロヘキシルなどが挙げられるが、これらに限定されない。各置換基は、さらに置換されてもよい。

【0013】

本明細書で使用される場合、「アリール」という用語は、単独または組み合わせて、1つ、2つまたは3つの環を含有する炭素環式芳香族システムを意味し、ここでこうした環は、ペンダント様式で一緒に結合されてもよく、または縮合されてもよい。「アリール」という用語は、芳香族ラジカル、例えばベンジル、フェニル、ナフチル、アントラセニル、およびビフェニルを包含する。

【0014】

本明細書で使用される場合、「アリールアルキル」という用語は、単独または組み合わ

10

20

30

40

50

せて、アルキル基を通して親分子部分と結合するアリール基を指す。

【0015】

固体インク技術は、多くの市場に対して印刷能および顧客基盤を拡大し、印刷用途の多様性は、プリントヘッド技術、プリントプロセスおよびインク材料の有効な集積によって促進される。固体インク組成物は、室温(RT)(例えば20~27)にて固体であり、溶融インクが基材に適用される高温においては溶融状態であることを特徴とする。上記で議論されたように、現在のインク選択肢は多孔質紙基材について成功しているが、これらの選択肢はコーティングされた紙基材については必ずしも満足するものではない。

【0016】

以前には、固体インク配合物において結晶性および非晶質小分子化合物の混合物を用いることにより、堅牢性インクを提供し、特にコーティングされた紙上に堅牢性の画像を示す固体インクを提供することが見出された。(しかし、この手法を用いることは、結晶性材料または非晶質材料の既知の特性からは、驚くべきことである。結晶性材料について、小分子は、一般に固化するときに結晶化する傾向があり、低分子量有機固体は一般に結晶である。結晶性材料は一般に硬質であり、より抵抗性であるが、こうした材料は相当脆弱でもあり、結果として主に結晶性のインク組成物を用いて製造された印刷物は損傷に対して非常に感受性となる。非晶質材料に関して、高分子量非晶質材料、例えばポリマーは、高温で粘稠になり、粘着性の液体になるが、高温では十分に低い粘度を示さない。結果として、ポリマーは、所望の噴出温度(140)にてプリントヘッドノズルから噴出させることができない。しかし、本実施形態において、堅牢性の固体インクは、結晶性および非晶質化合物のブレンドを通して得ることができることを見出した。

【0017】

しかし本発明者らは、多くの場合、染料着色剤を、非晶質および結晶性化合物を含むインクベース組成物に添加すると、通常、迅速な印刷に有用ではなくなる程度に非常に遅く固化する、すなわち結晶化するインクが得られることを見出した。さらに、非晶質および結晶性構成成分の混合物で構成された多くのインクベース組成物は、非常に遅く固化することも示された。インクの固化は、冷却時にインク中の結晶性構成成分の結晶化によるものである。本発明者らは、迅速な結晶化は、結晶性-非晶質組成物の固有の特性ではないことを見出した。迅速に結晶化する結晶性-非晶質インクを提供する方法は自明でない。

【0018】

本発明者らは、結晶性および非晶質構成成分で構成された組成物に脂肪酸添加剤を添加すると、溶融状態から冷却される場合に、インクの結晶化が加速されることを見出した。

【0019】

本実施形態は、一般にそれぞれ約60:40~約95:5の重量比において(1)結晶性および(2)非晶質化合物のブレンドを含むインクジェット固体インク組成物の新規なタイプを提供する。より詳細な実施形態において、結晶性化合物と非晶質化合物との重量比は、約65:35~約95:5、または約70:30~約90:10、または約70:30~約80:20である。他の実施形態において、結晶性および非晶質化合物は、それぞれ約1.5~約2.0または約2.0~約1.0の重量比でブレンドされる。

【0020】

各化合物または構成成分は特定の特性を固体インクに付与し、これらの非晶質および結晶性化合物のブレンドを組み込んで得られたインクは、コーティングされていない基材およびコーティングされた基材上での優れた堅牢性を示す。インク配合物中の結晶性化合物は、冷却時の迅速な結晶化を通して相変化を駆動する。結晶性化合物はまた、最終インクフィルムの構造を設定し、非晶質化合物の粘着性を低下させることによって硬質インクを創製する。非晶質化合物は、粘着性を提供し、印刷されたインクに堅牢性を付与する。

【0021】

実施形態において、非晶質化合物は、式Iの第1の酒石酸エステルまたは式IIの第1のクエン酸エステルを含む

10

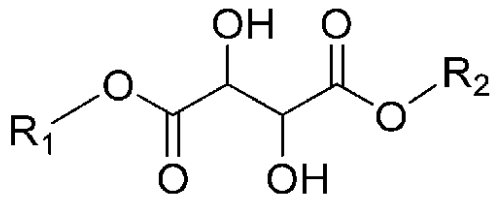
20

30

40

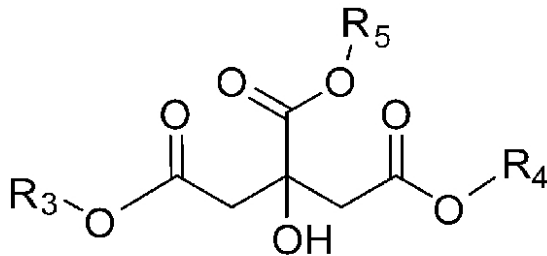
50

## 【化4】



式 I

10



式 I I

20

式中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ 、および $R_5$ のそれぞれは、独立に、アルキル基（ここでこのアルキルは、約1～約40個の炭素原子を有する、直鎖、分岐状または環状、飽和または不飽和、置換または非置換であることができる）である。特定実施形態において、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ および $R_5$ のそれぞれは、独立に、メチル、エチル、 $n$ -プロピル、イソプロピル、 $n$ -ブチルおよび $t$ -ブチルから選択される1つ以上のアルキル基で場合により置換されたシクロヘキシル基である。特定実施形態において、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ および $R_5$ のそれぞれは、独立に、シクロヘキシル基、あるいはメチル、エチル、 $n$ -プロピル、イソプロピル、 $n$ -ブチルおよび $t$ -ブチルから選択される1つ以上のアルキル基で置換されたシクロヘキシル(cyclohexyl)基である。

## 【0022】

30

式Iを参照して、特定実施形態においては、 $R_1$ および $R_2$ の1つが、2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシルであり、 $R_1$ および $R_2$ の他の1つは、2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシル、4- $t$ -ブチルシクロヘキシル、またはシクロヘキシルであり、あるいは $R_1$ および $R_2$ の1つは、4- $t$ -ブチルシクロヘキシルであり、 $R_1$ および $R_2$ の他の1つはシクロヘキシルである。特定実施形態において、 $R_1$ および $R_2$ のそれぞれは、2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシルである。特定実施形態において、 $R_1$ は、2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシルであり、 $R_2$ は、4- $t$ -ブチルシクロヘキシルである。特定実施形態において、 $R_1$ は、2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシルであり、 $R_2$ は、シクロヘキシルである。特定実施形態において、 $R_1$ は、4- $t$ -ブチルシクロヘキシルであり、 $R_2$ は、シクロヘキシルである。

40

## 【0023】

式IIを参照すれば、特定実施形態において、 $R_3$ 、 $R_4$ および $R_5$ の1つは、2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシルであり、 $R_3$ 、 $R_4$ および $R_5$ の他の1つは、2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシル、4- $t$ -ブチルシクロヘキシル、またはシクロヘキシルであり、あるいは $R_3$ 、 $R_4$ および $R_5$ の1つは、4- $t$ -ブチルシクロヘキシルであり、 $R_3$ 、 $R_4$ および $R_5$ の他の1つはシクロヘキシルである。特定実施形態において、 $R_3$ 、 $R_4$ および $R_5$ のそれぞれが、2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシルである。特定実施形態において、 $R_3$ は、2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシルであり、 $R_4$ および $R_5$ のそれぞれは4- $t$ -ブチルシクロヘキシルである。特定実施形態において、 $R_3$ は2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキシルであり、 $R_4$ お

50

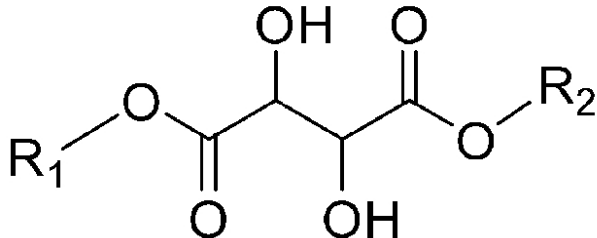


よび  $R_5$  のそれぞれがシクロヘキシルである。特定実施形態において、 $R_3$  は 4 - t - ブチルシクロヘキシルであり、 $R_4$  および  $R_5$  はそれぞれシクロヘキシルである。

【0024】

一部の好適な非晶質材料は、その全体を参考として本明細書に組み込む米国特許出願整理番号 13 / 095 , 784 ( Morimitsu et al. ) に開示される。非晶質材料は、式

【化5】



10

を有する酒石酸のエステルを含んでいてもよく、式中、 $R_1$  および  $R_2$  はそれぞれ、互いに独立に、またはそれらは同一または異なることができることを意味して、アルキル基（ここでこのアルキル部分は、約 1 ~ 約 40 個の炭素原子を有する直鎖、分岐状または環状、飽和または不飽和、置換または非置換基であることができる）からなる群から選択される。特定実施形態において、 $R_1$  および  $R_2$  のそれぞれは、独立に、メチル、エチル、n - プロピル、イソプロピル、n - ブチルおよび t - ブチルから選択される 1 つ以上のアルキル基で場合により置換されたシクロヘキシル基である。特定実施形態において、 $R_1$  および  $R_2$  のそれぞれは、2 - イソプロピル - 5 - メチルシクロヘキシルである。

20

【0025】

酒石酸骨格は L - ( + ) - 酒石酸、D - ( - ) - 酒石酸、DL - 酒石酸、またはメソ酒石酸、およびこれらの混合物から選択される。R 基および酒石酸の立体化学に依存して、エステルは結晶または安定な非晶質化合物を形成できる。特定実施形態において、非晶質化合物は、ジ - L - メンチル L - タートラート、ジ - DL - メンチル L - タートラート ( DMT )、ジ - L - メンチル DL - タートラート、ジ - DL - メンチル DL - タートラート、ならびにこれらのいずれかの立体異性体および混合物からなる群から選択される。

30

【0026】

これらの材料は、噴出温度付近において ( 140 、または約 100 ~ 約 140 、または約 105 ~ 約 140 )、相対的に低い粘度 ( < 10<sup>2</sup> センチポイズ ( cps )、または約 1 ~ 約 100 cps、または約 5 ~ 約 95 cps ) を示すが、室温において非常に高い粘度 ( > 10<sup>5</sup> cps ) を示す。

【0027】

非晶質構成成分を合成するために、酒石酸は、種々のアルコールと反応させ、ジ - エステルを製造した。本実施形態にて使用されるべき好適なアルコールは、アルキルアルコール（ここでアルコールのアルキル部分は、約 1 ~ 約 40 個の炭素原子を有する直鎖、分岐状または環状の飽和または不飽和、置換または非置換であることができる）、あるいは置換または非置換の芳香族またはヘテロ芳香族基、およびこれらの混合物からなる群から選択されてもよい。種々のアルコール、例えばメントール、イソメントール、ネオメントール、イソネオメントールならびにこれらのいずれかの立体異性体および混合物がエステル化に使用されてもよい。脂肪族アルコールの混合物は、エステル化に使用されてもよい。混合反応のために好適なアルコールとしては、シクロヘキサノールおよび置換されたシクロヘキサノール（例えば、2、3または 4 - t - ブチルシクロヘキサノール）が挙げられる。例えば、2 つの脂肪族アルコールの混合物は、エステル化に使用されてもよい。脂肪族アルコールのモル比は、25 : 75 ~ 75 : 25、40 : 60 ~ 60 : 40、または約 50 : 50 であってもよい。

40

50

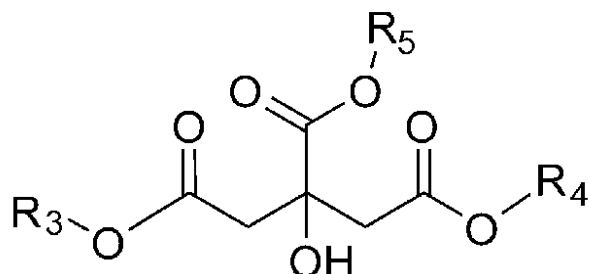
## 【0028】

実施形態において、2モル当量以上のアルコールは、酒石酸のジエステルを製造するための反応中に使用されてもよい。1モル当量のアルコールが使用される場合、結果は大部分がモノエステルである。

## 【0029】

非晶質材料は、以下の構造を有する化合物を含んでいてもよく；

## 【化6】



10

$R_3$ 、 $R_4$  および  $R_5$  は、独立に、アルキル基（ここでこのアルキルは、約1～約40個の炭素原子を有する、直鎖、分岐状または環状、飽和または不飽和、置換または非置換基であることができる）である。

20

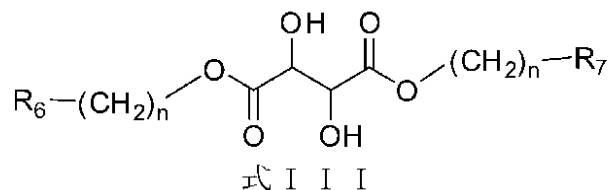
## 【0030】

これらの非晶質材料は、クエン酸のエステル化反応によって合成される。特に、クエン酸は、そこで開示される合成スキームに従って、トリエステルを製造するために種々のアルコールと反応させた。

## 【0031】

結晶性化合物は、式IIIの第2の酒石酸エステルを含んでいてもよい

## 【化7】



30

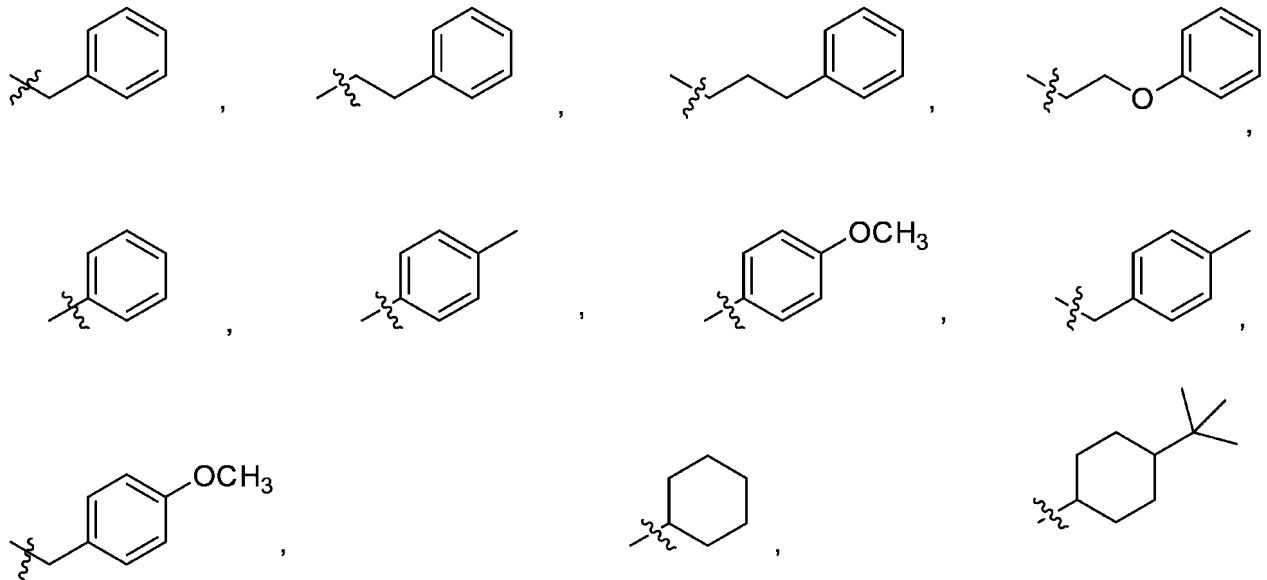
式中、 $R_6$  および  $R_7$  のそれぞれは独立に、場合により低級アルキルおよびアルコキシで置換されたアリールまたはヘテロアリールであり、各  $n$  は独立に0～3である。特定実施形態において、 $R_6$  および  $R_7$  のそれぞれは、独立に、フェニルのような、場合により置換されたアリールである。特定実施形態において、 $R_6$  および  $R_7$  のそれぞれは、独立に、置換されていない、あるいはメチル、エチル、イソプロピル、メトキシまたはエトキシで置換されている。特定実施形態において、 $R_6$  および  $R_7$  のそれぞれは、独立に、メチルまたはメトキシで場合により置換されたフェニルである。

40

## 【0032】

特定実施形態において、 $R_6$  および  $R_7$  のそれぞれは、独立に、

## 【化 8】



10

およびこれらの混合物からなる群から選択される。

特定実施形態において、酒石酸骨格は L - ( + ) - 酒石酸、D - ( - ) - 酒石酸、D L - 酒石酸、またはメソ酒石酸、およびこれらの混合物から選択される。

20

## 【0033】

特定実施形態において、結晶性化合物は、ジベンジル L - タートラート、ジフェネチル L - タートラート、ビス(3 - フェニル - 1 - プロピル) L - タートラート、ビス(2 - フェノキシエチル) L - タートラート、ジフェニル L - タートラート、ビス(4 - メチルフェニル) L - タートラート、ビス(4 - メトキシフェニル) L - タートラート、ビス(4 - メチルベンジル) L - タートラート、ビス(4 - メトキシベンジル) L - タートラート、ジシクロヘキシル L - タートラート、ビス(4 - tert - ブチルシクロヘキシル) - L - タートラートおよびこれらの混合物からなる群から選択される。

## 【0034】

結晶性材料は、シャープな結晶化を示し、約 140 の温度において、相対的に低い粘度 ( $10^1$  センチポイズ (cps)、または約 0.5 ~ 約 20 cps、または約 1 ~ 約 15 cps) を示すが、室温にて非常に高い粘度 ( $> 10^6$  cps) を示す。これらの材料は、150 未満、または約 65 ~ 約 150、または約 66 ~ 約 145 の溶融温度 ( $T_{\text{溶融}}$ ) を有し、60 を超える、または約 60 ~ 約 140、または約 65 ~ 約 120 の結晶化温度 ( $T_{\text{結晶}}$ ) を有する。 $T_{\text{溶融}}$  と  $T_{\text{結晶}}$  との間の  $T$  は約 55 未満である。

30

## 【0035】

本実施形態は、液体から固体へのシャープな相転移を実現するためにバランスのとれた非晶質および結晶性化合物を含み、所望のレベルの粘度を維持しながら、硬質および堅牢性の印刷画像を促進する。このインクで製造されたプリントは、市販のインクにも優る利点、例えばスクラッチに対する良好な堅牢性を示した。故に、固体インクのために非晶質化合物を提供する酒石酸の本エステルは、所望のレオロジープロファイルを有する堅牢性インクを製造することを見出し、インクジェット印刷に関する多くの要件を満たす。

40

## 【0036】

本実施形態において、固体インク組成物はまた、着色剤と組み合わせた結晶性および非晶質材料を含んでいてもよい。本実施形態は、液体から固体へのシャープな相転移を実現するためにバランスのとれた非晶質および結晶性材料を含み、所望のレベルの粘度を維持しながら、硬質および堅牢性の印刷画像を促進する。このインクで製造されたプリントは、市販のインクにも優る利点、例えばスクラッチに対する良好な堅牢性を示した。故に、

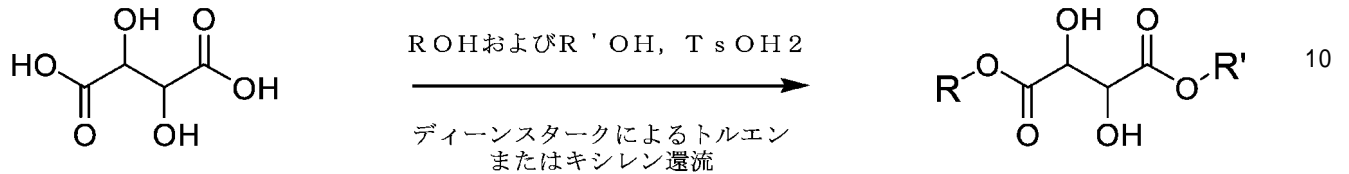
50

結晶性および非晶質化合物のブレンドを含む得られたインク組成物は、良好なレオロジープロファイルを示し、インクジェット印刷に関する多くの要件を満たす。

【0037】

酒石酸は、本実施形態の酒石酸ジエステル化合物の調製を例示する以下の合成スキームにおいて示されるようにジエステルを製造するために種々のアルコールと反応させた。エステル化は、1工程反応によって行われた：

【化9】



ROHおよびR'OHは同一または異なってもよい。

【0038】

非晶質材料を合成するために、種々の脂肪族アルコール、例えばメントール、イソメントール、ネオメントール、イソネオメントールならびにこれらのいずれかの立体異性体および混合物がエステル化に使用されてもよい。脂肪族アルコールの混合物は、エステル化に使用されてもよい。混合反応のために好適なアルコールとしては、シクロヘキサノールおよび置換されたシクロヘキサノール（例えば、2、3または4-t-ブチルシクロヘキサノール）が挙げられる。例えば、2つの脂肪族アルコールの混合物は、エステル化に使用されてもよい。脂肪族アルコールのモル比は、25：75～75：25、40：60～60：40、または約50：50であってもよい。

【0039】

メントールは、実験データのために選択されたアルコールであった。酒石酸およびメントールの両方が立体異性体を有するので、キラリティに関して多くの可能性としての組み合わせが存在する。酒石酸およびメントール（ジ-L-メンチルL-タートラート、ジ-DL-メンチルL-タートラート、ジ-L-メンチルDL-タートラート）の3つの組み合わせを合成した。驚くべきことに、すべての組み合わせは、光学的に純粋なL-メントールおよびL-酒石酸の組み合わせであっても、無定形に設定された材料を製造したが、これは結晶化を示さなかった。本実施形態にて使用されるべき好適なアルコールは、アルキルアルコールからなる群から選択されてもよく、ここでアルコールのアルキル部分は、約1～約16個の炭素原子を有する直鎖、分岐状または環状、飽和または不飽和、置換または非置換であることができる。

【0040】

結晶性材料を合成するために、種々の芳香族アルコールをエステル化に使用してもよい。芳香族アルコールの非限定例としては、以下に示される構造ならびにこれらのいずれかの立体異性体および混合物が挙げられる。

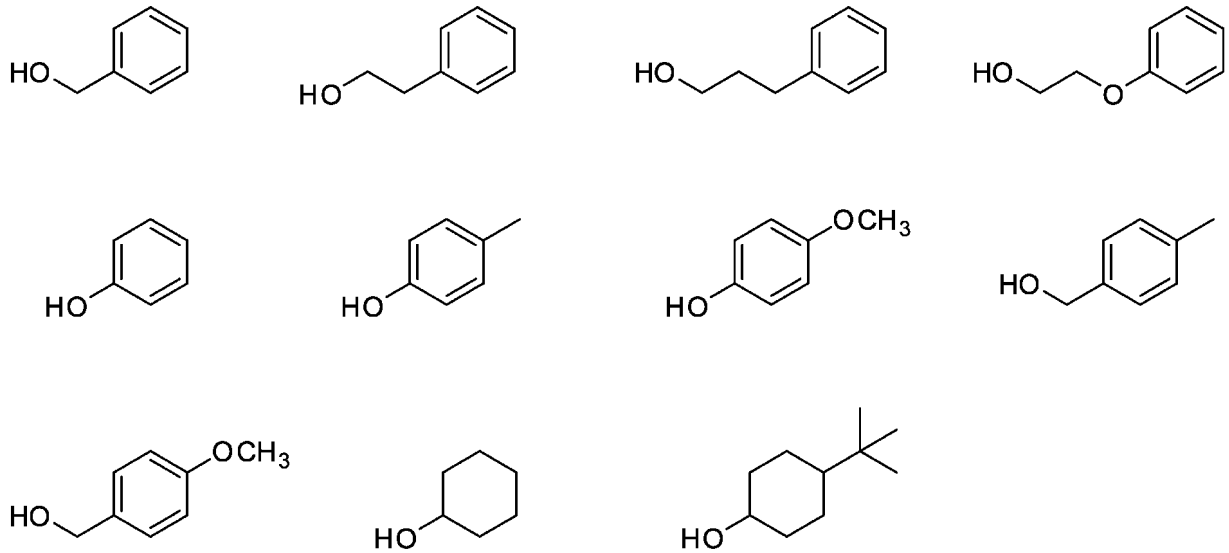
10

20

30

40

## 【化 1 0】



10

## 【0041】

実施形態において、2モル当量以上のアルコールは、酒石酸のジエステルを製造するための反応中に使用されてもよい。1モル当量のアルコールが使用される場合、結果は大部分がモノエステルである。

20

## 【0042】

本実施形態のインク組成物は、脂肪酸を含む。脂肪酸は、約12～約28個の炭素、約16～約24個の炭素、または約18～約22個の炭素の炭素鎖を含有してもよい。脂肪酸は、飽和または不飽和であってもよい。脂肪酸の特定の非限定例としては、パルミチン酸（ヘキサデカン酸）、パルミトレイン酸（9-ヘキサデセン酸）、ステアリン酸（オクタデカン酸）、オレイン酸（9-オクタデセン酸）、リシノール酸（12-ヒドロキシ-9-オクタデセン酸）、パクセン酸（11-オクタデセン酸）、リノール酸（9,12-オクタデカジエン酸）、 $\alpha$ -リノール酸（9,12,15-オクタデカトリエン酸）、 $\gamma$ -リノール酸（6,9,12-オクタデカトリエン酸）、アラキジン酸（エイコサン酸）、ガドレイン酸（9-エイコセン酸）、アラキドン酸（5,8,11,14-エイコサテトラエン酸）、エルカ酸（13-ドコセン酸）、およびこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。特定実施形態において、脂肪酸は、ステアリン酸である。特定実施形態において、脂肪酸はベヘン酸である。

30

## 【0043】

本発明のインク組成物における脂肪酸の重量%は、約0.1重量%～25重量%、約1重量%～15重量%、または約2重量%～約10重量%であることができる。

## 【0044】

インク組成物は、特定実施形態において、インク組成物に存在する顔料または染料であってもよい着色剤を、インク組成物の総重量の少なくとも約0.1重量%～約50重量%、または少なくとも約0.2重量%～約20重量%、または約0.5重量%～約10重量%の量で含む。実施形態において、結晶性材料は、インク組成物の総重量の約60重量%～約95重量%、または約65重量%～約95重量%、または約70重量%～約90重量%の量で存在する。実施形態において、非晶質材料は、インク組成物の総重量の約5重量%～約40重量%、または約5重量%～約35重量%、または約10重量%～約30重量%の量で存在する。

40

## 【0045】

実施形態において、溶融状態において、得られた固体インクは、噴出温度で約1～約22cps、または約4～約15cps、または約6～約12cpsの粘度を有する。噴出温度は、通常、約100～約140の範囲に含まれる。実施形態において、固体イン

50

クは、室温にて約  $> 10^6$  cps の粘度を有する。実施形態において、固体インクは、10 / 分の速度にて DSC によって測定される場合に、約 65 ~ 約 140、または約 70 ~ 約 140、約 80 ~ 約 135 の  $T_{\text{溶融}}$ 、および約 40 ~ 約 140、または約 45 ~ 約 130、約 50 ~ 約 120 の  $T_{\text{結晶}}$  を有する。

【0046】

実施形態のインクは、従来の添加剤をさらに含み、こうした従来の添加剤と関連した既知の機能を活用してもよい。こうした添加剤としては、例えば少なくとも1つの酸化防止剤、消泡剤、スリップおよび平滑剤、浄化剤、粘度調整剤、接着剤、可塑剤などを挙げることができる。

【0047】

インクは、場合により、酸化から画像を保護するための酸化防止剤を含有してもよく、インク貯蔵器にて加熱された溶融物として存在する間、酸化からインク構成成分を保護してもよい。好適な酸化防止剤の例としては、N, N' - ヘキサメチレンビス(3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシヒドロシナムアミド) (IRGANOX 1098、BASF から入手可能)、2, 2 - ビス(4 - (2 - (3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシヒドロシナモイルオキシ))エトキシフェニル)プロパン (TOPANOL - 205、Vertullus から入手可能)、トリス(4 - tert - ブチル - 3 - ヒドロキシ - 2, 6 - ジメチルベンジル)イソシアヌレート (Aldrich)、2, 2' - エチリデンビス(4, 6 - ジ - tert - ブチルフェニル)フルオロホスホナイト (ETHANOX - 398、Albermarle Corporation から入手可能)、テトラキス(2, 4 - ジ - tert - ブチルフェニル) - 4, 4' - ビフェニルジホスホナイト (Aldrich)、ペンタエリスリトールテトラステアレート (TCI America)、トリブチルアンモニウム次亜リン酸塩 (Aldrich)、2, 6 - ジ - tert - ブチル - 4 - メトキシフェノール (Aldrich)、2, 4 - ジ - tert - ブチル - 6 - (4 - メトキシベンジル)フェノール (Aldrich)、4 - プロモ - 2, 6 - ジメチルフェノール (Aldrich)、4 - プロモ - 3, 5 - ジメチルフェノール (Aldrich)、4 - プロモ - 2 - ニトロフェノール (Aldrich)、4 - (ジエチルアミノメチル) - 2, 5 - ジメチルフェノール (Aldrich)、3 - ジメチルアミノフェノール (Aldrich)、2 - アミノ - 4 - tert - アミルフェノール (Aldrich)、2, 6 - ビス(ヒドロキシメチル) - p - クレゾール (Aldrich)、2, 2' - メチレンジフェノール (Aldrich)、5 - (ジエチルアミノ) - 2 - ニトロソフェノール (Aldrich)、2, 6 - ジクロロ - 4 - フルオロフェノール (Aldrich)、2, 6 - ジプロモフルオロフェノール (Aldrich)、トリフルオロ - o - クレゾール (Aldrich)、2 - プロモ - 4 - フルオロフェノール (Aldrich)、4 - フルオロフェノール (Aldrich)、4 - クロロフェニル - 2 - クロロ - 1, 1, 2 - トリ - フルオロエチルスルホン (Aldrich)、3, 4 - ジフルオロフェニル酢酸 (Aldrich)、3 - フルオロフェニル酢酸 (Aldrich)、3, 5 - ジフルオロフェニル酢酸 (Aldrich)、2 - フルオロフェニル酢酸 (Aldrich)、2, 5 - ビス(トリフルオロメチル)安息香酸 (Aldrich)、エチル - 2 - (4 - (4 - (トリフルオロメチル)フェノキシ)フェノキシ)プロピオネート (Aldrich)、テトラキス(2, 4 - ジ - tert - ブチルフェニル) - 4, 4' - ビフェニルジホスホナイト (Aldrich)、4 - tert - アミルフェノール (Aldrich)、3 - (2H - ベンゾトリアゾール - 2 - イル) - 4 - ヒドロキシフェネチルアルコール (Aldrich)、NAUGARD 76、NAUGARD 445、NAUGARD 512、および NAUGARD 524 (Chemtura Corporation が製造) など、ならびにこれらの混合物が挙げられる。存在する場合、酸化防止剤は、いずれかの所望のまたは有効な量、例えばインクの約 0.25 重量% ~ 約 10 重量% またはインクの約 1 重量% ~ 約 5 重量% でインク中に存在してもよい。

【0048】

10

20

30

40

50

カラー印刷のための相変化インクは、通常、相変化インク相溶性の着色剤と組み合わせた相変化インクキャリア組成物を含む。特定実施形態において、一連の着色された相変化インクは、インクキャリア組成物を相溶性の減法混色の原色着色剤と組み合わせることによって形成できる。減法混色の原色相変化インクは、4つの構成成分染料または顔料、すなわちシアン、マゼンタ、イエローおよびブラックを含み得るが、インクはこれらの4つの色に限定されない。これらの減法混色の原色インクは、単一染料もしくは顔料、または染料の混合物もしくは顔料の混合物を用いることによって形成できる。

【0049】

実施形態において、本明細書に記載される相変化インク組成物はまた、着色剤を含む。故に本実施形態のインクは、着色剤を有するまたは有していないインクであることができる。いずれかの所望のまたは有効な着色剤は、着色剤がインクキャリア中に溶解または分散できる限り、相変化インク組成物に利用されることができ、それらとしては染料、顔料、これらの混合物などが挙げられる。インクキャリア中に分散または溶解でき、他のインク構成成分と相溶性である限り、いかなる染料または顔料が選択されてもよい。相変化キャリア組成物は、従来相変化インク着色剤材料、例えばカラーインデックス(C.I.)溶媒染料、分散染料、改質酸および直接染料、塩基性染料、硫黄染料、バット染料などと組み合わせて使用できる。好適な染料の例としては、Neozapon Red 492 (BASF); Orasol Red G (Pyram 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); Cibanone Yellow 2G (Classic Dyestuffs); Orasol Black RLI (BASF); Orasol Black CN (Pyram Products); Savinyl Black RLSN (Clariant); Pyrazol Black BG (Clariant); Morfast Black 101 (Rohm & Haas); Diaazol Black RN (ICI); Thermoplast Blue 670 (BASF); Orasol Blue GN (Pyram Products); Savinyl Blue GLS (Clariant); Luxol Fast Blue MBSN (Pyram 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); 金属フタロシアニン着色剤などが挙げられる。ポリマー染料はまた、例えばMilliken & CompanyからMilliken Ink Yellow 869、Milliken Ink Blue 92、Milliken Ink Red 357、Milliken Ink Yellow 1800、Milliken Ink Black 8915-67、uncut Reactant Orange X-38、uncut Reactant Blue X-17、

10

20

30

40

50

Solvent Yellow 162、Acid Red 52、Solvent Blue 44、およびuncut Reactint Violet X-80として市販されるものが使用できる。

#### 【0050】

顔料はまた、相変化インクのための好適な着色剤である。好適な顔料の例としては、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 3871K (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 B2G01 (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 0991K (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 E02 (Clariant); Hansa Brilliant Yellow 5GX03 (Clariant); Permanent Yellow GRL02 (Clariant); Permanent Rubine L6B05 (Clariant); ANAL Pink D4830 (BASF); CINQUASIA Magenta (DU PONT); PALIOGEN Black L0084 (BASF); Pigment Black K801 (BASF); およびカーボンブラック、例えばREGAL 330 (商標) (Cabot)、Nipex 150 (Evonik) Carbon Black 5250 および Carbon Black 5750 (Columbia Chemical) など、ならびにこれらの混合物が挙げられる。

#### 【0051】

インクベース中の顔料分散液は、共力剤および分散剤によって安定化されてもよい。一般に、好適な顔料は、有機材料または無機材料であってもよい。磁気材料系顔料はまた、例えば堅牢性磁気インク文字認識(MICR)インクの製造に好適である。磁気顔料としては、磁気ナノ粒子、例えば強磁性ナノ粒子が挙げられる。

#### 【0052】

10

20

30

40

50



着色剤は、所望の色または色相を得るためにいずれかの所望のまたは有効量、例えば少なくともインクの約0.1重量%～約50重量%、少なくともインクの約0.2重量%～約20重量%、および少なくともインクの約0.5重量%～約10重量%で相変化インク中に存在してもよい。

#### 【0053】

実施形態において、相変化インクは、例えば示差走査熱量測定によって10 /分で測定される場合、約65 ～約140、例えば約70 ～約140、約75 ～約135、約80 ～約130、または約85 ～約125 Cの融点を有していてもよい。実施形態において、相変化インクは、約100 ～約140 の範囲を含む噴出温度において、約1 cps～約22 cps、例えば約5 cps～約15 cps、約8 cps～約12 cpsの噴出粘度を有していてもよい。インク組成物は、いずれかの所望のまたは好適な方法によって調製できる。例えば、インクキャリアの各構成成分は、共に混合されることができ、その後この混合物を少なくともその融点、例えば約60 ～約150、80 ～約145 および85 ～約140 に加熱する。着色剤は、インク成分を加熱する前またはインク成分を加熱した後に添加されてもよい。顔料が選択された着色剤である場合、溶融混合物は、磨砕機またはボールミル装置または他の高エネルギー混合装置での粉砕に供されることができ、インクキャリア中の顔料の分散に影響を与える。次いで加熱された混合物は、約5秒～約30分以上攪拌され、実質的に均質で、均一な溶融物が得られ、続いてインクを周囲温度（通常約20 ～約25）まで冷却する。インクは周囲温度にて固体である。特定実施形態において、形成プロセス中、それらの溶融状態におけるインクは、モールドに注がれ、次いで冷却され、固化されてインクスティックを形成する。インクは、直接印刷インクジェットプロセスのための装置および間接（オフセット）印刷インクジェット用途に利用できる。本明細書に開示される別の実施形態は、本明細書に開示されるインクをインクジェット印刷装置に組み込む工程、インクを溶融する工程、および溶融したインクの液滴を記録基材上に画像様パターンに放出させる工程を含むプロセスを対象とする。本明細書に開示されるさらに別の実施形態は、本明細書に開示されるインクをインクジェット印刷装置に組み込む工程、インクを溶融させる工程、溶融したインクの液滴を中間転写部材上に画像様パターンに放出させる工程および中間転写部材から画像様パターンのインクを最終記録基材に転写する工程を含むプロセスを対象とする。特定実施形態において、中間転写部材を最終記録シートを超える温度で、印刷装置の溶融したインクの温度未満の温度に加熱する。別の特定実施形態において、中間転写部材および最終記録シートの両方を加熱し；この実施形態において、中間転写部材および最終記録シートの両方を印刷装置の溶融インクの温度未満の温度に加熱し；この実施形態において、中間転写部材および最終記録シートの相対温度は、（1）中間転写部材を、最終記録基材の温度を超える温度で、印刷装置の溶融したインクの温度未満の温度に加熱する；（2）最終記録基材を、中間転写部材の温度を超える温度で、印刷装置の溶融したインクの温度未満の温度に加熱する；または（3）中間転写部材および最終記録シートをほぼ同じ温度に加熱することであることができる。1つの特定実施形態において、印刷装置は、圧電印刷プロセスを利用するが、ここでインクの液滴は、圧電振動素子の振幅によって画像様パターンに放出される。本明細書に開示されたインクはまた、他のホットメルト印刷プロセス、例えばホットメルト音響インクジェット印刷、ホットメルト熱インクジェット印刷、ホットメルト連続ストリームまたは偏向インクジェット印刷などに利用されることができ。本明細書に開示される相変化インクはまた、ホットメルトインクジェット印刷プロセス以外の印刷プロセスに使用できる。

#### 【0054】

いずれかの好適な基材または記録シートは、コーティングされたまたは普通紙を含むものが利用できる。コーティングされた紙としては、シリカコーティングされた紙、例えばSharp Companyシリカコーティングされた紙、JuJo紙、HAMMERMILL LASER PRINT紙など、光沢コーティングされた紙、例えばXEROX Digital Color Elite Gloss、Sappi Warren P

10

20

30

40

50

apers LUSTROGLOSS、特殊紙、例えば XEROX DURAPAPER などが挙げられる。普通紙としては、例えば XEROX 4200 紙、XEROX Image Series 紙、Courtl and 4024 DP 紙、罫線入りノート紙、ボンド紙が挙げられる。透明材料、布地、繊維製品、プラスチック、ポリマーフィルム、無機記録媒体、例えば金属および木材も使用されてもよい。

#### 【0055】

こうした堅牢性インクは、高速での印刷設備と共に使用されてもよい。通常、プロダクションデジタルプレスは、約100～500フィート/分以上を含む速度にて印刷する。これは、印刷紙が積み重ねられている（カット・シート印刷機）または巻かれている（連続フィード印刷機）のいずれかである場合に、迅速な印刷プロセス中に印刷された画像のオフセットを防止するために、紙上に配置されたら非常に迅速に固化できるインクを必要とする。迅速な結晶化は、結晶性・非晶質堅牢性インクの一般的なまたは固有の特性ではない。そのため、すべての結晶性・非晶質インクが、迅速な印刷に向いているわけではない。

10

#### 【0056】

迅速な印刷のための試験インクの好適性を評価するために、結晶性構成成分を含有する固体インクの結晶化速度を測定するための定量方法が開発された。TROM（時間分解光学顕微鏡法）は、種々の試験サンプルを比較でき、結果として、迅速な結晶化インクの設計に関して行われた進行をモニターするための有用なツールである。

20

#### 【0057】

TROMは、偏光顕微鏡法（POM）を用いることによって結晶の外観および成長をモニターする。サンプルは、顕微鏡の直交偏光子間に置かれる。結晶性材料は、それらが複屈折であるために視覚可能である。光を通さない、例えばそれらの溶融状態のインクと同様の非晶質材料または液体は、POMの下では黒色に見える。故に、POMは、結晶性構成成分を見る場合に画像コントラストを可能にし、溶融状態から設定温度に冷却された場合に結晶性・非晶質インクの結晶化動力学を追跡できる。偏光顕微鏡法（POM）は、結晶性構成成分を見る場合に特別な画像コントラストを可能にする。

#### 【0058】

異なるおよび種々のサンプルを比較できるデータを得るために、実際の印刷プロセスに関連する多くのパラメータを含むことを目的として標準化TROM実験条件を設定した。

30

#### 【0059】

重要な設定パラメータは以下を含む：

- (a) 16～25 mm直径および0.2 mm～0.5 mmを含む厚さのガラススライド
- (b) 5～25ミクロンの範囲を含むインクサンプルの厚さ
- (c) 40 に設定される冷却温度。

#### 【0060】

結晶化速度の測定に関して、サンプルは、オフラインホットプレートを通じて予測される噴出温度（粘度 = 10～12 cps）に加熱され、次いで光学顕微鏡と連結させた冷却段階に移される。冷却段階は、熱および液体窒素の制御された供給によって維持される予備設定温度にサーモスタッドで調節する。この実験の準備作業は、インク液滴が実際の印刷プロセスにて噴出される予測ドラム/紙温度（ここで報告される実験に関しては40）をモデルとする。結晶形成および成長は、カメラで記録される。

40

#### 【0061】

TROMプロセスにおける重要な工程を図1に例示するが、非晶質および結晶性構成成分だけを含む（染料または顔料を含まない）メインラインインクベースを用いる測定プロセスにおいて重要な工程を強調している。POMの下で見える場合に、溶融状態および時間ゼロにおいて、結晶性・非晶質インクは、光を通さないの黒色に見える。サンプルが結晶化するときに、結晶性領域はより明るく見える。TROMによって報告される数は、最初の結晶（結晶化オンセット）から最後の結晶（結晶化終了）までの時間を含む。

#### 【0062】

50

TROMプロセスの重要な測定されたパラメータの定義を以下に記載する：  
時間ゼロ (  $T = 0 \text{ s}$  ) - 溶融サンプルは、顕微鏡の下で冷却段階に置かれる。

Tオンセット = 第1の結晶が現れる時間

T成長 = 第1の結晶 ( Tオンセット ) から結晶化終了までの結晶成長期間 ( T合計 )

T合計 = Tオンセット + T成長

#### 【0063】

選択されたインクのためのTROM方法を用いて得られた結晶化時間は、実際の印刷デバイスにおけるインク液滴の結晶化時間であることとは同一ではないことが理解されるべきである。実際の印刷デバイス、例えば印刷機において、インクは相当速く固化する。本発明者らは、TROM方法によって測定される合計結晶化時間と印刷機内のインクの固化時間との間には良好な相関が存在することを決定した。上記で記載される標準化条件において、本発明者らは、インクは、TROM方法によって測定される10～15秒以内に固化し、通常100フィート/分以上の速度での迅速な印刷に好適であることを決定した。そのため、本開示の趣旨上、15秒未満の結晶化速度は、迅速な結晶化であると考えられる。

10

#### 【0064】

特定実施形態において、相変化インクは、15秒未満で結晶化する。

#### 【0065】

##### 実施例1

サンプル1 (インクベース) : インクにおいて、ジ-DL-メンチルL-タートラート (DMT) を非晶質化合物として使用し、ジ-フェネチルL-タートラート (DPT) を結晶性化合物として使用した。DMT (10g, 20重量%) およびDPT (40g, 80重量%) の混合物は、染料を含まずに、140にて溶融状態で攪拌され、次いで冷却されて、インクベースサンプルを得た。

20

#### 【0066】

サンプル2 : インクベースサンプル1 (2.375g, 95重量%) およびステアリン酸 (0.125g, 5重量%) を合わせ、140で1時間攪拌した。混合物は、アルミニウム製パンに放出し、冷却させた。

#### 【0067】

サンプル3 : インクベースサンプル1 (2.375g, 95重量%) およびベヘン酸 (0.125g, 5重量%) を合わせ、140で1時間攪拌した。混合物は、アルミニウム製パンに放出し、冷却させた。

30

#### 【0068】

サンプル4 : DPT (176.4g, 78.4重量%) およびDMT (44.1g, 19.6重量%) を合わせ、140で1時間攪拌した。この溶液に、Solvent Blue 101 (4.5g, 2重量%) を添加した。完全なインクを140でさらに1時間攪拌した後、5 $\mu\text{m}$ の金属シープを通してろ過した。インクをアルミニウム製パンに放出し、冷却させた。

#### 【0069】

サンプル5 : サンプル4 (2.375g, 95重量%) およびステアリン酸 (0.125g, 5重量%) を合わせ、140で1時間攪拌した。サンプルは、アルミニウム製パンに放出し、冷却させた。

40

#### 【0070】

表1は、脂肪酸添加剤を含有しないコントロールインク (サンプル1および4)、および脂肪酸添加剤を含有するインクサンプル2、3、および5についての結晶化速度を示す。サンプル1は、脂肪酸を含有せず、測定された結晶化時間は24sである。測定された結晶化時間は、5%のステアリン酸 (サンプル2) を添加して14sに、および5%ベヘン酸 (サンプル3) を添加して7sに短縮された。

#### 【0071】

インクサンプル1に、着色剤、solvent blue 101染料 (SB101) を

50

添加し、結晶化時間は実質的に145 sに上昇した(サンプル4)。驚くべきことに、脂肪酸、例えばステアリン酸を同じインクサンプル(サンプル4)に添加した場合、結晶化時間は、14 s(10倍短縮)に短縮し、顕著な向上を示した。

【表1】

表1

サンプル	配合物	T試験 (°C)	Tオンセット (s)	T成長 (s)	T合計 (s)
1	インクベース： DPT(80%) + DMT(20%)	120	3	21	24
2	#1からのインクベース： DPT+DMT(95%) ステアリン酸(5%)	120	3	11	14
3	#1からのインクベース： DPT+DMT(95%) ベヘン酸(5%)	120	5	2	7
4	#1からのインク：(DPT+DMT) (98%) + SB101染料(2%)	120	7	138	145
5	インクサンプル4(95%) ステアリン酸(5%)	120	6	8	14

\* T<sub>試験</sub> = インクが試験のために溶融される温度。この温度は、一般に、予測された噴出温度、通常、インクが約10~12 cpsの粘度を有する温度である。

10

20

【 図 1 】

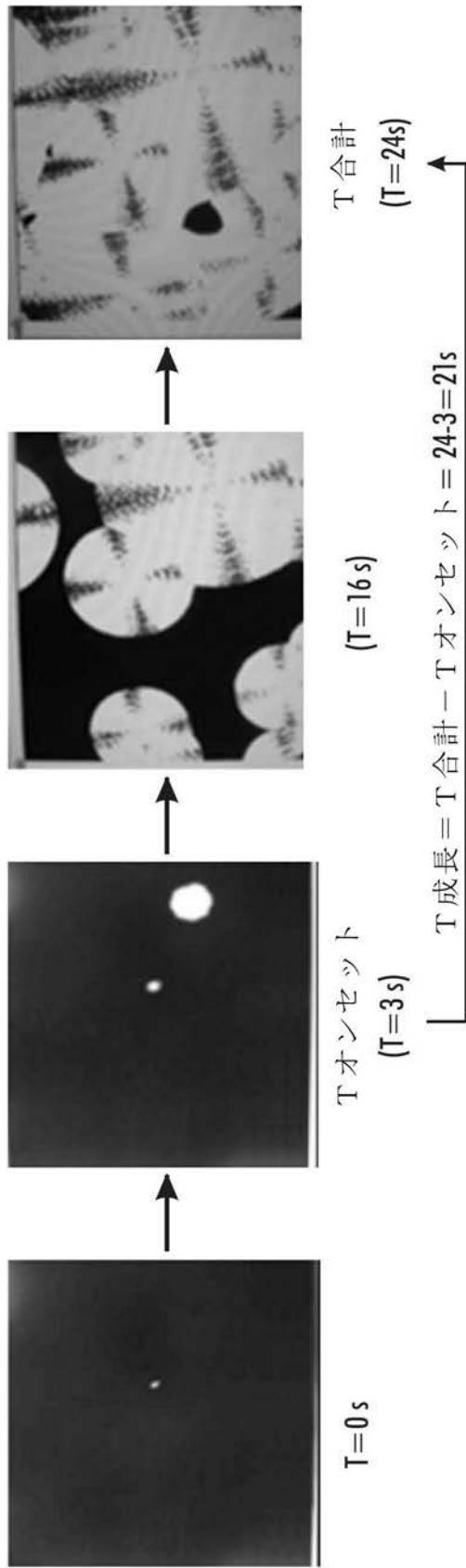


図 1

## フロントページの続き

- (72)発明者 ジェニファー・エル・ベレリー  
カナダ国 オンタリオ州 エル6エム 4エイ5 オークビル リッジバンク・ドライブ 1320
- (72)発明者 テレサ・カイ  
カナダ国 オンタリオ州 エル8ジェイ 1ジェイ6 ストニー クリーク オーデュボン ストリート サウス 9
- (72)発明者 ダリル・ダブリュ・ヴァンベシエン  
カナダ国 オンタリオ州 エル7エル 6エル6 バーリントン パスフィンダー・ドライブ 2249
- (72)発明者 ピーター・ジー・オデール  
カナダ国 オンタリオ州 エル5ジェイ 1エル3 ミシサガ バルサム・アベニュー 1855
- (72)発明者 ナヴィーン・チョプラ  
カナダ国 オンタリオ州 エル6エイチ 5ダブリュ4 オークビル スプルーすデイル・ドライブ 2071

Fターム(参考) 2C056 EA09 FC02 FD02

2H186 FA18 FB05 FB29 FB53

4J039 BC07 BC19 BC20 BC27 CA09 EA10 EA41 EA42 EA46 GA24