



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 17 820 T2 2004.10.07**

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 936 255 B1**

(51) Int Cl.⁷: **C09D 11/00**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 17 820.7**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 300 886.1**

(96) Europäischer Anmeldetag: **08.02.1999**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **18.08.1999**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **09.06.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **07.10.2004**

(30) Unionspriorität:

21599 10.02.1998 US

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB

(73) Patentinhaber:

Xerox Corp., Stamford, Conn., US

(72) Erfinder:

**Bridgeman, Randall R., Hubbard, Oregon 97032,
US; Titterington, Donald R., Tualatin, Oregon
97062, US; King, Clifford R., Salem, Oregon 97301,
US; Banning, Jeffery H., Hillsboro, Oregon 97124,
US**

(74) Vertreter:

**Grünecker, Kinkeldey, Stockmair &
Schwanhäusser, 80538 München**

(54) Bezeichnung: **Phasenaustauschtintenzusammensetzung die einen organoleptischen Maskierungszusatzstoff enthält**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft Phasenumwandlungstinten. Genauer gesagt, die vorliegende Erfindung betrifft Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen, die mindestens ein Urethan-Harz und/oder mindestens ein Urethan/Harnstoff-Harz, mindestens ein Monoamid und mindestens einen organoleptischen Maskierungszusatzstoff in Kombination miteinander enthalten. Die vorliegende Erfindung betrifft weiterhin Tinten, die zum Drucken verwendet werden können und die hergestellt werden, indem färbende Materialien zu den Trägerzusammensetzungen gegeben werden. Die vorliegende Erfindung betrifft ebenfalls Verfahren, bei denen diese Phasenumwandlungstintenzusammensetzungen in einer Druckvorrichtung verwendet werden.

[0002] Phasenumwandlungstinten (auch als Schmelztinten bezeichnet) sind bei Umgebungstemperatur gewöhnlich fest, bei der erhöhten Betriebstemperatur einer Tintenstrahlaufzeichnungsvorrichtung jedoch flüssig. Bei der Betriebstemperatur beim Drucken werden Tröpfchen der flüssigen Tinte von der Druckvorrichtung versprüht, und wenn die Tintentröpfchen mit der Oberfläche des Aufzeichnungsmediums in Kontakt kommen, werden sie sofort verfestigt, wobei das gewünschte Muster aus verfestigten Tintentröpfchen entsteht. Phasenumwandlungstinten werden ebenfalls bei anderen Aufzeichnungsverfahren, wie z. B. bei der Herstellung eines Tiefdrucks, verwendet; diesbezüglich wird auf das US-Patent Nr. 5496879 und auf die Veröffentlichungen der deutschen Patentanmeldungen DE 42 05 636 AL und DE 42 05 713 AL, angemeldet von Siegwirk Farbenfabrik Keller, Dr. Rung & Co., verwiesen.

[0003] Phasenumwandlungstinten werden bevorzugt in Tintenstrahldruckern verwendet, da sie bei Umgebungstemperatur beim Transport oder bei der Lagerung über einen langen Zeitraum hinweg in fester Form vorliegen. Wenn Phasenumwandlungstinten bei der Tintenstrahlaufzeichnung verwendet werden, werden die Düsen des Tintenstrahldruckkopfes nicht verstopft, was bei der Verwendung verdampfbarer Tinten passieren kann, so dass das Tintenstrahldrucken zuverlässig durchgeführt werden kann. Wenn die Tintentröpfchen einer Phasenumwandlungstinte beim Tintenstrahldrucken direkt auf einem Aufzeichnungsmedium aufgebracht werden, werden die Tröpfchen beim Kontakt mit dem Substrat sofort verfestigt, so dass eine Migration der Tinte entlang des Aufzeichnungsmediums verhindert wird und die Druckqualität verbessert werden kann, was ein weiterer Vorteil ist. Diese Vorteile werden ebenfalls bei der Anwendung der erfindungsgemäßen Verfahren und bei der Verwendung der erfindungsgemäßen Tintenzusammensetzungen erzielt.

[0004] Die Veröffentlichung EP-A-0307551 beschreibt eine Tintenzusammensetzung, umfassend eine wässrige alkalische Lösung eines Polyamid-Harzes, einen Duftstoff, wobei das Poly-

mid-Harz als Träger für den Duftstoff dient, ein wässriges Lösungsmittel und ein Pigment. Beispiele für Duft- oder Parfümstoffe umfassen verschiedenste natürliche etherische Öle, wie z. B. Lavendelöl, die gewöhnlich aromatische Aldehyde oder Ketone sind. [0005] Ein Aspekt der vorliegenden Erfindung betrifft Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen, umfassend ein Gemisch aus (1) mindestens einem Urethan-Harz und/oder (2) mindestens einem Urethan/Harnstoff-Harz und (3) mindestens einem Monoamid und (4) mindestens einem organoleptischen Maskierungszusatzstoff, wobei der organoleptische Maskierungszusatzstoff der geschmolzenen Zusammensetzung einen angenehmen Geruch verleiht, so dass unangenehme Gerüche bei der Verwendung der Zusammensetzung vermieden werden und der gewünschte Geruch erhalten wird.

[0006] Ein anderer Aspekt der vorliegenden Erfindung betrifft Phasenumwandlungstintenzusammensetzungen, umfassend ein Gemisch aus (a) der zuvor beschriebenen Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung und (b) einem färbenden Material, das mit der Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung kompatibel bzw. verträglich ist.

[0007] Ein weiterer Aspekt der vorliegenden Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Schicht aus einer Phasenumwandlungsfarbtinte auf der Oberfläche eines Substrats unter Anwendung eines direkten Druckverfahrens oder eines indirekten Druckverfahrens, wobei die Phasenumwandlungstintenzusammensetzung in fester Form ein Gemisch aus (a) der zuvor beschriebenen Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung und (b) einem färbenden Material, das mit der Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung kompatibel bzw. verträglich ist, umfasst.

[0008] Die Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen und die Farbtinten entsprechend der vorliegenden Erfindung sind beim Schmelzen geruchlos oder haben beim Schmelzen einen angenehmen Geruch.

[0009] Ein Vorteil der vorliegenden Erfindung besteht darin, dass beim Schmelzen der erfindungsgemäßen Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen und Tinten ein wohlriechender Duftstoff freigesetzt wird, der, wenn er in einem Drucker freigesetzt wird, über einen langen Zeitraum hinweg in dem Drucker verbleibt.

[0010] Beispiele für die organoleptischen Maskierungszusatzstoffe, die entsprechend der vorliegenden Erfindung verwendet werden können, umfassen alle Materialien, die mit den Phasenumwandlungstinten und den Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzungen kompatibel bzw. verträglich sind und die unangenehme Gerüche, die bei der Verwendung der Phasenumwandlungstinten und Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzungen entstehen, maskieren, indem sie entweder die Entstehung der Gerüche verhindern (d. h. die Tinten oder Träger sind geruchlos) oder indem sie einen angenehmen Ge-

ruch verleihen, indem sie einen unangenehmen Geruch unterdrücken oder indem sie einen unangenehmen Geruch modifizieren, so dass er angenehm wird. Beispiele für solche Materialien umfassen Duftstoffe per se sowie andere Materialien, welche Gerüche modifizieren oder unterdrücken können.

[0011] Der Ausdruck "Nucleophil", der in dieser Beschreibung und in den Patentansprüchen verwendet wird, wird auf Seite 179 der Veröffentlichung "Advanced Organic Chemistry", 3. Auflage von Jerry March, ©1985 von John Wiley and Sons, definiert und bedeutet ein Reagenz, das eine Reaktion eines Elektronenpaares verursacht, wobei eine neue Bindung gebildet wird. Bevorzugte Nucleophile, die erfindungsgemäß verwendet werden, sind Alkohole oder Amine, aber erfindungsgemäß können auch andere funktionelle Nucleophile, die mit einem Isocyanat reagieren können, verwendet werden.

[0012] Der Ausdruck "Oligomer", der in dieser Beschreibung und in den Patentansprüchen verwendet wird, wird auf Seite 7 der Veröffentlichung "Polymer Chemistry – The Basic Concepts" von Paul Hiemenz, 81984 von Marcel Dekker, Inc., definiert und beschreibt Moleküle, in denen n (n entspricht der Anzahl an sich wiederholenden Monomereinheiten) kleiner als 10 ist.

[0013] Der Ausdruck "Isocyanat-Harz", der in dieser Beschreibung und in den Patentansprüchen verwendet wird, bedeutet jedes monomere, oligomere oder nicht polymere harzartige Material, erhalten bei der Umsetzung eines Mono-, Di- oder Polyisocyanats mit einem geeigneten nucleophilen Molekül.

[0014] Der Ausdruck "von einem Isocyanat abgeleitetes Wachs", der in dieser Beschreibung und in den Patentansprüchen verwendet wird, bedeutet jedes kristalline oder halbkristalline wachsartige Material, erhalten bei der Umsetzung eines Isocyanats auf der Basis einer Fettsäure mit einem geeigneten Nucleophil, bei der Umsetzung eines Nucleophils auf der Basis einer Fettsäure mit einem geeigneten Isocyanat, oder bei der Umsetzung eines Nucleophils auf der Basis einer Fettsäure mit einem Isocyanat auf der Basis einer Fettsäure.

[0015] Der Ausdruck "Urethan-Harz" oder der Ausdruck "von einem Isocyanat abgeleitetes Urethan-Harz", der in dieser Beschreibung und in den Patentansprüchen verwendet wird, bedeutet jedes Harz, das ein Urethan-Harz ist, erhalten bei der Umsetzung eines Isocyanats mit einem Alkohol.

[0016] Der Ausdruck "Urethan/Harnstoff-Harz" oder der Ausdruck "von einem Isocyanat abgeleitetes Urethan/Harnstoff-Harz", der in dieser Beschreibung und in den Patentansprüchen verwendet wird, bedeutet jedes Harz, das ein Urethan/Harnstoff-Harz ist, erhalten bei der Umsetzung eines Isocyanats mit einem Alkohol und einem Amin.

[0017] Die Reaktionsbedingungen bei der Herstellung der Urethan-Harze und der Urethan/Harnstoff-Harze durch Kondensation von Alkoholen und/oder Aminen mit Isocyanaten sind nicht auf be-

stimmte Reaktionsbedingungen beschränkt. Es ist bevorzugt, dass die Umsetzung bei erhöhter Temperatur (z. B. bei einer Temperatur im Bereich von 60°C bis 160°C) in Gegenwart eines Katalysators, wie z. B. Dibutylzinn-dilaurat, Bismuttrisneodecanoat, Cobaltbenzoat, Lithiumacetat, Zinn(II)octoat oder Triethylamin, durchgeführt wird. Es ist bevorzugt, dass die Umsetzung in einer inerten Atmosphäre, wie z. B. unter Argon oder Stickstoff oder in einem anderen geeigneten Inertgas, durchgeführt wird, um eine Oxidation oder Gelbfärbung des Reaktionsproduktes zu verhindern und um unerwünschte Nebenreaktionen zu verhindern. Die Molverhältnisse der Reaktionsteilnehmer werden so gewählt, dass die funktionellen Isocyanatgruppen während der Reaktion vollständig umgesetzt werden, wobei gewöhnlich ein geringer molarer Überschuss an Alkohol oder Amin übrig bleibt. Die Reaktionsteilnehmer können in jeder beliebigen Reihenfolge in das Reaktionssystem eingebracht werden und/oder sie können dem Reaktionssystem in Form von physikalischen Gemischen zugegeben werden. Entsprechend bevorzugter Ausführungsformen der Erfindung werden die Reaktionsbedingungen und die Reihenfolge der Zugabe der Reaktionsteilnehmer jedoch sorgfältig gewählt, was mehrere Gründe hat. Erstens werden die Reaktionsbedingungen und die Reihenfolge der Zugabe der Reaktionsteilnehmer geeignet gewählt, um die exotherme Reaktion zu steuern. Zweitens, wenn Gemische aus Alkoholen und/oder Aminen mit Diisocyanaten, wie z. B. Isophorondiisocyanat (IPDI), umgesetzt werden, wird die Reihenfolge der Zugabe des Isocyanats und der unterschiedlichen Nucleophile zu dem Reaktionssystem geeignet gewählt, um die Verteilung von Diurethan-Molekülen und/oder Urethan/Harnstoff-Molekülen und/oder Diharnstoff-Molekülen in dem Harzprodukt zu steuern. Dies kann unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Reaktivitäten von Isocyanaten mit Alkoholen gegenüber Aminen sowie unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Reaktivitäten der beiden Isocyanatgruppen in IPDI erfolgen. Diesbezüglich wird auf die Veröffentlichung von J. H. Saunders und K. C. Frisch, "Polyurethanes Part I, Chemistry", herausgegeben von Interscience of New York, New York (1962), sowie auf die Veröffentlichung "Olin Chemicals' Luxate™ IM isophorone diisocyanate technical product information sheet" verwiesen, welche diese Umsetzungen detailliert beschreiben. Die Reaktionsbedingungen und die Reihenfolge der Zugabe der Reaktionsteilnehmer werden insbesondere geeignet gewählt, um die Bildung der molekularen Bestandteile in dem Harzprodukt zu steuern, so dass das Harz:

- (1) eine für eine spezifische Anwendung geeignete Viskosität aufweist,
- (2) die gewünschte Glasübergangstemperatur und/oder den gewünschten Schmelzpunkt aufweist, und
- (3) von Charge zu Charge konstante Eigenschaften aufweist.

[0018] Die von einem Isocyanat abgeleiteten Harze, die bei diesen Umsetzungen entstehen, sind gewöhnlich transparente Feststoffe mit einem Schmelzpunkt im Bereich von 20°C bis 150°C, einer Viskosität im Bereich von 10 cPs bis 5000 cPs bei 150°C, und einem Tg-Wert im Bereich von -30°C bis 100°C. Die von einem Isocyanat abgeleiteten Wachse, die bei diesen Umsetzungen entstehen, sind gewöhnlich undurchsichtige wachsartige Feststoffe mit einem deutlichen Schmelzpunkt im Bereich von 50°C bis 130°C und einer Viskosität im Bereich von 1 cPs bis 25 cPs bei 140°C. Die von einem Isocyanat abgeleiteten Harze und Wachse haben bestimmte Eigenschaften; je höher z. B. der Tg-Wert und der Schmelzpunkt, desto höher ist die Viskosität. Die Zusammenhänge zwischen den Bestandteilen der Zusammensetzungen und den physikalischen Eigenschaften der Zusammensetzungen sind noch nicht vollständig geklärt; es ist jedoch bekannt, dass der Tg-Wert der von einem Isocyanat abgeleiteten Harze durch geeignete Wahl des Gemisches der nucleophilen Bestandteile, die umgesetzt werden, gesteuert werden kann, wie in Tabelle 3 der europäischen Patentanmeldung Nr. 97304727 gezeigt wird. Durch Variation der Bestandteile, die bei der Herstellung der Harze und Wachse verwendet werden und die leicht erhältlich sind, können die Eigenschaften der von Isocyanaten abgeleiteten harzartigen und wachsartigen Materialien gezielt eingestellt werden.

[0019] Beispiele für bevorzugte Alkohole, die mit zweiwertigen oder höherwertigen Isocyanaten umgesetzt werden, um die erfindungsgemäßen Urethan-Harze oder Urethan/Harnstoff-Harze zu erhalten, umfassen alle einwertigen Alkohole. Beispiele für die einwertigen Alkohole umfassen aliphatische Alkohole [wie z. B. C₁-C₂₂ oder höhere geradkettige, verzweigte oder cyclische Alkohole, wie z. B. Methanol, Ethanol, n- und iso-Propanol, n-, iso- und t-Butanol, n-, iso- und t-Pentanol, n-, iso- und t-Hexanol, n-, iso- und t-Octanol, n-, iso- und t-Nonanol, n-Decanol, verzweigte Decanole, n-Undecanol, verzweigte Undecanole, n-Dodecanol, verzweigte Dodecanole, n-Hexadecanol, verzweigte Hexadecanole, n-Octadecanol, verzweigte Octadecanole, 3-Cyclohexyl-1-propanol, 2-Cyclohexyl-1-ethanol, Cyclohexylmethanol, Cyclohexanol, 4-Methylcyclohexanol, 4-Ethylcyclohexanol und 4-t-Butylcyclohexanol]; aliphatisch-aromatische Alkohole [wie z. B. Benzylalkohol, Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenolalkoxylyate von Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenol, und Alkoxyphenole]; aromatische Alkohole, wie z. B. Phenol, Naphthol und Derivate davon; Alkohole mit einem kondensierten Ring (wie z. B. Harzalkohole, Hydroabietylalkohol, Cholesterol und Vitamin E) und andere geeignete Alkohole (wie z. B. N,N-Dimethyl-N-ethanolamin, Stearamid-Monoethanolamin, Tripropylenglycolmonomethylether, Hydroxybutanon, Menthol, Isoborneol, Terpeneol und 12-Hydroxystearylstearamid). Dem Reaktionsgemisch können ebenfalls kleine (molare) Mengen an Polyolen zugegeben werden, um oligo-

mere Bestandteile in den Harzen zu bilden. Die bevorzugten Alkohole sind Hydroabietylalkohol, Octylphenolethoxylyat und Octadecylalkohol.

[0020] Beispiele für bevorzugte Amine, die mit zweiwertigen oder höherwertigen Isocyanaten umgesetzt werden, um die erfindungsgemäßen Urethan/Harnstoff-Harze zu erhalten, umfassen alle einwertigen Amine, mit der Ausnahme von tertiären Aminen (wie z. B. Triethylamin), da diese keine anderen nucleophilen funktionellen Gruppen haben. Beispiele für die einwertigen Amine umfassen alle aliphatischen primären oder sekundären Amine (wie z. B. C₁-C₂₂ oder höhere geradkettige, verzweigte oder cyclische Amine), wie z. B. Methylamin, Ethylamin, n- und iso-Propylamin, n-, iso- und t-Butylamin, n-, iso- und t-Pentylamin, n-, iso- und t-Hexylamin, n-, iso- und t-Octylamin, n-, iso- und t-Nonylamin, n-Decylamin, verzweigte Decylamine, n-Undecylamin, verzweigte Undecylamine, n-Dodecylamin, verzweigte Dodecylamine, n-Hexadecylamin, verzweigte Hexadecylamine, n-Dodecylamin, verzweigte Dodecylamine, Dimethylamin, Diethylamin, Di-(n- oder iso-)propylamin, Di-(n-, iso- oder t-)butylamin, Di-(n-, iso- oder t-)pentylamin, Di-(n-, iso- oder t-)hexylamin, Di-(n-, iso- oder t-)cyclohexylamin, Di-(n-, iso- oder t-)heptylamin, Di-(n-, iso- oder t-)octylamin, Di-(n-, iso- oder t-)decylamin, Di-(n-, iso- oder t-)dodecylamin, Di-(n-, iso- oder t-)octadecylamin, Cyclohexylamin, 2,3-Dimethyl-1-cyclohexylamin, Piperidin und Pyrrolidin; und aliphatisch-aromatische Amine (wie z. B. Benzylamin oder analoge Verbindungen mit längeren oder zusätzlichen Alkylketten); aromatische Amine, wie z. B. Anilin und Anisidin; Amine mit einem kondensierten Ring, wie z. B. Harzamine, Dehydroabietylamin, Dihydroabietylamin und Hydroabietylamin; und verschiedenste andere Amine (wie z. B. Adamantylamin, Isonipecotamid, Polyoxyalkylenmonoamine, wie z. B. die Produkte unter der Bezeichnung "M-series Jeffamines", handelsüblich erhältlich von Huntsman Chemical Company of Austin, Texas; und 3,3'-Diamino-N-methyl-dipropylamin). Dem Reaktionsgemisch können ebenfalls kleine (molare) Mengen an Polyaminen zugegeben werden, um oligomere Bestandteile in den Harzen zu bilden. Das bevorzugte Amin ist Octadecylamin.

[0021] Beispiele für bevorzugte Alkohole, die mit einwertigen Isocyanaten umgesetzt werden, um die erfindungsgemäßen Urethan/Harnstoff-Harze zu erhalten, umfassen alle einwertigen Alkohole. Beispiele für die einwertigen Alkohole umfassen aliphatische Alkohole [wie z. B. C₁-C₂₂ oder höhere geradkettige, verzweigte oder cyclische Alkohole, wie z. B. Methanol, Ethanol, n- und iso-Propanol, n-, iso- und t-Butanol, n-, iso- und t-Pentanol, n-, iso- und t-Hexanol, n-, iso- und t-Octanol, n-, iso- und t-Nonanol, n-Decanol, verzweigte Decanole, n-Undecanol, verzweigte Undecanole, n-Dodecanol, verzweigte Dodecanole, n-Hexadecanol, verzweigte Hexadecanole, n-Octadecanol, verzweigte Octadecanole, 3-Cyclohexyl-1-propanol, 2-Cyclohexyl-1-ethanol, Cyclohexyl-

methanol, Cyclohexanol, 4-Methylcyclohexanol, 4-Ethylcyclohexanol und 4-t-Butylcyclohexanol]; aliphatisch-aromatische Alkohole [wie z. B. Benzylalkohol, Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenolalkoxyolate oder Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenol, und Alkoxyphenole]; aromatische Alkohole, wie z. B. Phenol, Naphthol und Derivate davon; Alkohole mit einem kondensierten Ring (wie z. B. Harzalkohole, Hydroabietylalkohol, Cholesterol und Vitamin E) und andere geeignete Alkohole (wie z. B. N,N-Dimethyl-N-ethanolamin, Stearamid-Monoethanolamin, Tripropylenglycolmonomethylether, Hydroxybutanon, Menthol, Isoborneol, Terpeneol und 12-Hydroxystearylstearamid); sowie mehrwertige Alkohole, wie z. B. Ethylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Dimethylolpropionsäure, Sucrose, Polytetramethylenglycol (Molekulargewicht (MG) < ~3000), Polypropylenglycol (MG < ~3000), Polyesterpolyole (MG < ~3000), Polyethylenglycol (MG < ~3000), Pentaerythrit, Triethanolamin, Glycerin, 1,6-Hexandiol, N-Methyl-N,N-diethanolamin, Trimethylolpropan und N,N,N',N'-Tetrakis(2-hydroxypropyl)ethylendiamin. Der bevorzugte Alkohol ist Octadecanol.

[0022] Beispiele für bevorzugte Amine, die mit einwertigen Isocyanaten umgesetzt werden, um die erfindungsgemäßen, von Isocyanaten abgeleiteten Wachse und Harze zu erhalten, umfassen alle einwertigen Amine, mit der Ausnahme von tertiären Aminen (wie z. B. Triethylamin), da diese keine anderen nucleophilen funktionellen Gruppen haben. Beispiele für die einwertigen Amine umfassen alle aliphatischen primären oder sekundären Amine [wie z. B. C₁-C₂₂ oder höhere geradkettige, verzweigte oder cyclische Amine, wie z. B. Methylamin, Ethylamin, n- und iso-Propylamin, n-, iso- und t-Butylamin, n-, iso- und t-Pentylamin, n-, iso- und t-Hexylamin, n-, iso- und t-Octylamin, n-, iso- und t-Nonylamin, n-Decylamin, verzweigte Decylamine, n-Undecylamin, verzweigte Undecylamine, n-Octadecylamin, verzweigte Octadecylamine, n-Hexadecylamin, verzweigte Hexadecylamine, n-Dodecylamin, verzweigte Dodecylamine, Dimethylamin, Diethylamin, Di-(n- oder iso-)propylamin, Di-(n-, iso- oder t-)butylamin, Di-(n-, iso- oder t-)pentylamin, Di-(n-, iso- oder t-)hexylamin, Di-(n-, iso- oder t-)cyclohexylamin, Di-(n-, iso- oder t-)heptylamin, Di-(n-, iso- oder t-)octylamin, Di-(n-, iso- oder t-)decylamin, Di-(n-, iso- oder t-)octadecylamin, Di-(n-, iso- oder t-)dodecylamin, Cyclohexylamin, 2,3-Dimethyl-1-cyclohexylamin, Piperidin und Pyrrolidin]; und aliphatisch-aromatische Amine (wie z. B. Benzylamin oder analoge Verbindungen mit längeren oder zusätzlichen Alkylketten); aromatische Amine, wie z. B. Anilin und Anisidin; Amine mit einem kondensierten Ring, wie z. B. Harzamine, Dehydroabietylamin, Dihydroabietylamin und Hydroabietylamin; und verschiedenste andere Amine (wie z. B. Adamantylamin, Isonipecotamid, Polyoxyalkylenmono-, di- oder triamine, wie z. B. die Produkte unter der Bezeichnung "M-, D- und T-series Jeffamines", handelsüblich erhältlich von Huntsman Chemical Com-

pany of Austin, Texas; 3,3'-Diamino-N-methyl-dipropylamin, sowie mehrwertige Amine, wie z. B. Polyethylenimin; Ethylendiamin; Hexamethylendiamin; Isomere von Cyclohexyldiaminen; 1,3-Pentandiamin; 1,12-Dodecandiamin; 3-Dimethylamino-propylamin; 4,7,10-Trioxa-1,13-tridecandiamin; Diethylentriamin; 3,3-Diamino-N-methyldipropylamin und Tris(2-aminoethyl)amin. Das bevorzugte Amin ist Octadecylamin.

[0023] Zusätzlich können Verbindungen mit einer Hydroxygruppe und einer Aminogruppe verwendet werden (wobei die Umsetzung gesteuert werden kann, wenn zwei- oder höherwertige Isocyanate gewählt werden, die sich bezüglich der Aminogruppe und der Hydroxygruppe unterschiedlich reaktiv verhalten, oder wenn einwertige Isocyanate gewählt werden, die bevorzugt mit der Aminogruppe oder sowohl mit der Aminogruppe als auch mit der Hydroxygruppe reagieren). Beispiele für Verbindungen mit einer Hydroxygruppe und einer Aminogruppe umfassen Ethanolamin und Diethanolamin.

[0024] Amide oder andere Verbindungen mit einer nucleophilen Gruppe können ebenfalls mit Mono- oder Diisocyanaten umgesetzt werden. Beispiele dafür umfassen Harnstoff, Oleamid und Stearamid.

[0025] Beispiele für bevorzugte Ausgangsverbindungen bzw. Vorläufer für die erfindungsgemäßen Urethan-Harze und Urethan/Harnstoff-Harze umfassen Mono-, Di- und Polyisocyanate. Beispiele für die Monoisocyanate umfassen Octadecylisocyanat; Octylisocyanat; Butylisocyanat und t-Butylisocyanat; Cyclohexylisocyanat; Adamantylisocyanat; Ethylisocyanataacetat; Ethoxycarbonylisocyanat; Phenylisocyanat; α -Methylbenzylisocyanat; 2-Phenylcyclopropylisocyanat; Benzylisocyanat; 2-Ethylphenylisocyanat; Benzoylisocyanat; meta- und para-Tolylisocyanat; 2-, 3- oder 4-Nitrophenylisocyanat; 2-Ethoxyphenylisocyanat; 3-Methoxyphenylisocyanat; 4-Methoxyphenylisocyanat; Ethyl-4-isocyanatobenzoat; 2,6-Dimethylphenylisocyanat; 1-Naphthylisocyanat und (Naphthyl)ethylisocyanate. Beispiele für die Diisocyanate umfassen Isophorondiisocyanat (IPDI); Toluoldiisocyanat (TDI); Diphenylmethan-4,4'-diisocyanat (MDI); hydriertes Diphenylmethan-4,4'-diisocyanat (H₁₂MDI); Tetramethylxyloldiisocyanat (TMX-DI); Hexamethylen-1,6-diisocyanat (HDI); Hexamethylen-1,6-diisocyanat; Naphthylen-1,5-diisocyanat; 3,3'-Dimethoxy-4,4'-biphenyldiisocyanat; 3,3'-Dimethyl-4,4'-bimethyl-4,4'-biphenyldiisocyanat; Phenylendiisocyanat; 4,4'-Biphenyldiisocyanat; Trimethylhexamethylendiisocyanat; Tetramethylenxyloldiisocyanat; 4,4'-Methylenbis(2,6-diethylphenylisocyanat); 1,12-Diisocyanatododecan; 1,5-Diisocyanato-2-methylpentan; 1,4-Diisocyanatobutan; und Cyclohexylendiisocyanat und Isomere davon; und Uretidiondimere von HDI. Beispiele für die Triisocyanate und äquivalente Verbindungen umfassen das Trimethylolpropantrimer von TDI, Isocyanuratrimere von TDI, HDI und IPDI, und Biurettrimere von TDI, HDI und IPDI. Beispiele für höhere Isocyanate umfassen

Copolymere von TDI/HDI sowie MDI-Oligomere.

[0026] Die Phasenumwandlungstinten entsprechend der vorliegenden Erfindung umfassen ein Phasenumwandlungsträgersystem bzw. eine Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung. Die Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung kann in einem direkten Druckverfahren oder in einem indirekten oder Offset-Druckübertragungsverfahren eingesetzt werden. Bei dem direkten Druckverfahren umfasst die Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung gewöhnlich mindestens einen Bestandteil, der gewährleistet, dass die Phasenumwandlungstinte (1) in Form eines dünnen Films mit einer gleichförmigen Dicke auf einem Aufzeichnungssubstrat aufgebracht wird, wenn die Tinte nach dem direkten Bedrucken des Substrats auf Umgebungstemperatur abgekühlt wird, (2) duktil und gleichzeitig ausreichend flexibel ist, so dass das auf dem Substrat aufgebrachte Bild beim Biegen keine Risse bildet bzw. zerbricht, und (3) einen ausgezeichneten Helligkeitsgrad, eine ausgezeichnete Farbsättigung und Transparenz sowie eine ausgezeichnete thermische Beständigkeit aufweist. Bei dem Offset-Druckübertragungsverfahren oder indirekten Druckverfahren muss die Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung nicht nur die zuvor genannten Eigenschaften, sondern auch eine gewisse Fluidität und mechanische Eigenschaften, die für die Verwendung bei diesen Verfahren erforderlich sind, aufweisen, wie im US-Patent Nr. 5389958 beschrieben. Die erfindungsgemäßen Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen und die daraus hergestellten erfindungsgemäßen Tinten umfassen Urethan-Harze und/oder Urethan/Harnstoff-Harze sowie andere wesentliche Bestandteile. Zu diesen wesentlichen Bestandteilen können weitere wahlweise Bestandteile gegeben werden, um Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen für den Verkauf herzustellen. Die erfindungsgemäßen Urethan-Harze und Urethan/Harnstoff-Harze haben die zuvor beschriebenen Eigenschaften, wenn sie in den Trägerzusammensetzungen der erfindungsgemäßen Tinten verwendet werden, wobei die leicht erhältlichen Bestandteile der Zusammensetzungen bezüglich der Art und der Menge variiert werden können.

[0027] Die Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen entsprechend der vorliegenden Erfindung können in Kombination mit herkömmlichen färbenden Bestandteilen für Schmelztinten verwendet werden, wie z. B. Lösungsmittelfarbstoffen, die im Color Index (C.I.) aufgeführt sind, Dispersionsfarbstoffen, modifizierten Säurefarbstoffen und modifizierten Direktfarbstoffen, basischen Farbstoffen, Schwefelfarbstoffen, Fettfarbstoffen und/oder Polymerfarbstoffen, wie z. B. die Farbstoffe, die im US-Patent Nr. 5621022 beschrieben werden, und/oder Pigmenten, um die Phasenumwandlungstinten herzustellen. Die Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen entsprechend der vorliegenden Erfindung können alternativ gefärbte Urethan-Harze oder gefärbte Urethan/Harnstoff-Harze oder andere, von Isocyanaten

abgeleitete gefärbte Harze umfassen, wie in der europäischen Patentanmeldung Nr. 97304729.2, die vom Anmelder der vorliegenden Erfindung eingereicht wurde, beschrieben wird, um Phasenumwandlungstinten zu erhalten.

[0028] Der dritte wesentliche Bestandteil der erfindungsgemäßen Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen und der daraus hergestellten Tinten ist ein Monoamid. Beispiele für die Monoamidverbindungen umfassen primäre und sekundäre Monoamide, wobei sekundäre Monoamide bevorzugt verwendet werden. Beispiele für primäre Monoamide umfassen Stearamid, wie z. B. das Produkt "KEMAMIDE S", hergestellt von Witco Chemical Company, das erfindungsgemäß verwendet werden kann. Beispiele für sekundäre Monoamide umfassen Behenylbenenamid (KEMAMIDE EX-666) und Stearylstearamid (KEMAMIDE S-180), beide hergestellt von Witco Chemical Company, die erfindungsgemäß bevorzugt verwendet werden. Stearylstearamid (KEMAMIDE S-180) ist das Monoamid, das erfindungsgemäß besonders bevorzugt verwendet wird.

[0029] Die erfindungsgemäßen Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen und die daraus hergestellten Tinten können mindestens ein Polyethylenwachs enthalten. Das Polyethylenwachs hat bevorzugt ein Molekulargewicht im Bereich von 500 bis 5000, besonders bevorzugt im Bereich von 700 bis 2000 und ganz besonders bevorzugt im Bereich von 800 bis 1200. Beispiele für bevorzugte Polyethylenwachse umfassen Polywax 850, Polywax 1000 und Polywax 2000, die von Petrolite erhältlich sind.

[0030] Es ist bevorzugt, dass die Gesamtmenge an Urethan-Harzen) in der Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung und in der daraus hergestellten Tinte im Bereich von 10 bis 40 Gew.-%, besonders bevorzugt im Bereich von 15 bis 35 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt im Bereich von 20 bis 30 Gew.-% liegt, bezogen auf das Gewicht der Trägerzusammensetzung. Es ist weiterhin bevorzugt, dass die Gesamtmenge an Urethan-/Harnstoff-Harz(en) in der Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung im Bereich von 10 bis 40 Gew.-%, besonders bevorzugt im Bereich von 15 bis 35 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt im Bereich von 20 bis 30 Gew.-% liegt, bezogen auf das Gewicht der Trägerzusammensetzung. Es ist ebenfalls bevorzugt, dass die Gesamtmenge an Monoamidwachs und an Polyethylenwachs, falls dieses verwendet wird, im Bereich von 40 bis 70 Gew.-%, besonders bevorzugt im Bereich von 45 bis 60 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt im Bereich von 48 bis 57 Gew.-% liegt, bezogen auf das Gewicht der Trägerzusammensetzung.

[0031] Bekannte Phasenumwandlungstinten, die in direkten und indirekten Druckübertragungssystemen verwendet werden können, werden in den US-Patenten Nr. 4889560 und Nr. 5372852 beschrieben. Diese Tinten bestehen aus einer Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung, umfassend mindestens ein Material mit einem Fettsäureamid, das gewöhn-

lich aus einem Monoamidwachs und einem Tetraamidharz besteht, mindestens einen Klebrigmacher, mindestens einen Weichmacher und mindestens ein Antioxidationsmittel, in Kombination mit kompatiblen färbenden Bestandteilen. Ein bevorzugtes Tetraamidharz ist ein Tetraamid auf der Basis einer Dimersäure, erhalten bei der Umsetzung einer Dimersäure mit Ethylendiamin und Stearinsäure. Ein typisches Monoamid ist Stearylstearamid. Ein bevorzugtes klebrig machendes Harz ist ein Glycerinester von hydrierter Abietin(Harz)säure, und ein bevorzugtes Antioxidationsmittel ist ein Produkt mit dem Handelsnamen Naugard 524, erhältlich von Uniroyal Chemical Company. Die Urethan-Harze und die Urethan/Harnstoff-Harze, die erfindungsgemäß verwendet werden, können einen oder mehrere Bestandteile herkömmlicher Trägerzusammensetzungen ersetzen, oder alle Bestandteile herkömmlicher Tinten können durch die erfindungsgemäßen Urethan-Harze und/oder Urethan/Harnstoff-Harze und/oder durch die von Isocyanaten abgeleiteten Wachse ersetzt werden.

[0032] Beim Schmelzen der Tinten, welche die Urethan-Harze und/oder Urethan/Harnstoff-Harze und das Monoamid enthalten, können unangenehme Gerüche entstehen, wie z. B. beißende oder stechende Gerüche oder ein modriger Geruch. Die Zugabe des organoleptischen Maskierungszusatzstoffes, wie z. B. eines Duftstoffes, in einer Menge im Bereich von 0,0005 bis 0,25 Gew.-% und bevorzugt in einer Menge im Bereich von 0,001 bis 0,01 Gew.-% führt dazu, dass der Geruch der Tinte vollständig eliminiert oder modifiziert wird, so dass die Tinte angenehm riecht. Beispiele für organoleptische Maskierungszusatzstoffe umfassen die Produkte 8125-HAZ Golden Forest und 8126 und 8127 HAZ Maskant, die von International Flavors and Fragrances of Union Beach, New Jersey, erhältlich sind. Alle diese Produkte sind Flüssigkeiten, die in der Trägerzusammensetzung bis etwa 140°C thermisch beständig, nicht extrem flüchtig, öllöslich und chemisch inert sind. Die Flammpunkte liegen jeweils im Bereich von 91,1°C bis 89,3°C bis 61,1°C (196°F bis 182°F bis 142°F). Alle Produkte enthalten aktive Bestandteile, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Estern, Lactonen, Aldehyden, Ketonen, Alkoholen, Ethern, Acetalen, Ketalen, Heterocyclen, Verbindungen mit kumulativen Doppelbindungen, umfassend Pheromone, Acetylene, Amine und Gemische davon. Diese funktionellen Gruppen kommen in natürlichen Duftstoffextrakten vor, z. B. in brasilianischem Pfefferminz.

[0033] Die Vorteile der Tinten, hergestellt aus den zuvor genannten Bestandteilen (Urethan-Harz, Urethan/Harnstoff-Harz, Monoamid) und dem organoleptischen Maskierungszusatzstoff, gegenüber herkömmlichen Phasenumwandlungstinten sind:

(1) Die erfindungsgemäßen Urethan-Harze und Urethan/Harnstoff-Harze sind sehr rein und enthalten keine Salze und andere unlösliche Verunreinigungen. Deshalb können die Tinten, die aus

diesen Materialien hergestellt werden, leicht filtriert werden und zuverlässig in Tintenstrahlauzeichnungsrichtungen verwendet werden. Das ist der wesentliche Vorteil.

(2) Die erfindungsgemäßen Urethan-Harze und Urethan/Harnstoff-Harze können so hergestellt werden, dass sie bestimmte physikalische Eigenschaften besitzen, so dass die Leistungsfähigkeit der erfindungsgemäßen Tinten in den Tintenstrahlauzeichnungsrichtungen und auf dem Aufzeichnungsmedium optimiert werden kann. Diese Tinteneigenschaften umfassen den Schmelzpunkt, die Viskosität, die Transparenz und die dynamisch-mechanischen Eigenschaften, beschrieben im US-Patent Nr. 5389958.

(3) Die erfindungsgemäßen Urethan-Harze und Urethan/Harnstoff-Harze werden in Kombination mit dem Monoamidwachs und dem Polyethylenwachs verwendet, so dass Tintenzusammensetzungen erhalten werden, die gegenüber herkömmlichen Tintenzusammensetzungen eine verbesserte Fließspannung/Temperatur-Kurve aufweisen. Dies ermöglicht das Versprühen der Tintentröpfchen und das Schmelzen der Tinte bei erhöhten Temperaturen beim Schmelzen und Übertragen bei einem indirekten Druckverfahren, aber bei einem geringeren Druck als bei herkömmlichen Tinten.

(4) Die erfindungsgemäßen Tintenzusammensetzungen mit dem organoleptischen Maskierungszusatzstoff haben beim Schmelzen keinen unangenehmen Geruch, wie z. B. einen beißenden oder stechenden Geruch oder einen modrigen Geruch, sondern einen angenehmen Geruch.

[0034] Es gibt viele andere Veröffentlichungen, die andere Materialien beschreiben, die in Phasenumwandlungstinten für die Tintenstrahlauzeichnung verwendet werden können. Beispiele für diese Veröffentlichungen umfassen die US-Patente Nr. 3653932, Nr. 4390369, Nr. 4484948, Nr. 4684956, Nr. 4851045, Nr. 5006170 und Nr. 5151120, die europäischen Patentanmeldungen Nr. 0187352 und Nr. 0206286, sowie die PCT-Veröffentlichung WO 94/04619. Beispiele für diese anderen Materialien umfassen Paraffine, mikrokristalline Wachse, Esterwaxse, Amidwaxse, Fettsäuren, Fettalkohole, Fettsäureamide und andere wachsartige Materialien, Sulfonamidmaterialien, harzartige Materialien, hergestellt aus verschiedensten natürlichen Quellen (z. B. Tallölarze und Harzester), und viele synthetische Harze, Oligomere, Polymere, Copolymere und Ionomere. Diese anderen Materialien können in die erfindungsgemäßen Phasenumwandlungsträgerzusammensetzungen eingebracht werden.

[0035] Das zuvor genannte US-Patent Nr. 5496879 und die Veröffentlichungen DE 42 05 636 AL und DE 42 05 713 AL, angemeldet von Siegwirk Farbenfabrik Keller, Dr. Rung & Co., beschreiben Materialien, die beim Phasenumwandlungsdruck oder Schmelz-

tiefdruck verwendet werden können. Die erfindungsgemäßen, von Isocyanaten abgeleiteten Materialien sind mit diesen Materialien kompatibel und können bei diesen Anwendungen oder ähnlichen Verfahren auf dem Gebiet der Schmelztintentechnologie verwendet werden.

[0036] Die vorliegende Erfindung kann auch mit anderen Tintenfarben, die nicht den Primärfarben für die subtraktive Farbmischung entsprechen, durchgeführt werden, und Beispiele für solche Verfahren umfassen das Stempeln von Briefmarken oder das industrielle Markieren und Beschriften unter Anwendung von Phasenumwandlungszusammensetzungen. Farbstoffe, die Infrarotlicht (IR) oder Ultraviolettlicht (UV) absorbieren, können ebenfalls in die erfindungsgemäßen Tinten eingebracht werden, und solche Tinten können dann zum "unsichtbaren" Kodieren oder Markieren von Produkten verwendet werden.

[0037] Die Tinten entsprechend der vorliegenden Erfindung können sowohl bei direkten Druckverfahren als auch bei indirekten Druckverfahren (Offset-Druckverfahren) verwendet werden. Wenn die Tinten bei einem direkten Druckverfahren eingesetzt werden, kann ein Verfahren, bei dem eine Schicht aus einer gefärbten Phasenumwandlungstinte direkt auf der Oberfläche eines Substrats aufgebracht wird, die folgenden Schritte umfassen:

- (1) das Bilden einer festen Phasenumwandlungstintenzusammensetzung, umfassend (a) eine Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung, umfassend mindestens ein von einem Isocyanat abgeleitetes Harz oder Wachs, (b) einen organoleptischen Maskierungszusatzstoff und (c) einen färbenden Bestandteil, der mit der Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung kompatibel ist;
- (2) das Überführen der gefärbten festen Phasenumwandlungstintenzusammensetzung in eine Druckvorrichtung oder einen Druckkopf;
- (3) das Erhöhen der Betriebstemperatur der Druckvorrichtung oder des Druckkopfes auf einen bestimmten Wert, um eine gefärbte flüssige Phasenumwandlungstintenzusammensetzung zu bilden;
- (4) das Bereitstellen eines Substrats in unmittelbarer Nähe der Druckvorrichtung;
- (5) das Aufbringen eines gewünschten Musters aus der gefärbten flüssigen Phasenumwandlungstintenzusammensetzung auf mindestens einem Teil der Substratoberfläche; und
- (6) das Verringern der Temperatur der aufgegebenen Tintenzusammensetzung, um ein Muster der festen Phasenumwandlungstinte auf dem Substrat zu erzeugen.

[0038] Ein geeignetes Verfahren zum direkten Drucken wird detailliert im US-Patent Nr. 5195430 beschrieben.

[0039] Wenn die Tinten bei einem indirekten Druck-

verfahren oder Offset-Druckverfahren eingesetzt werden, kann ein Verfahren, bei dem eine Schicht aus einer gefärbten Phasenumwandlungstinte indirekt über ein Übertragungssubstrat auf der Oberfläche eines Substrats aufgebracht wird, die folgenden Schritte umfassen:

- (1) das Bilden einer festen Phasenumwandlungstintenzusammensetzung, umfassend (a) eine Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung, umfassend mindestens ein von einem Isocyanat abgeleitetes Harz oder Wachs, (b) einen organoleptischen Maskierungszusatzstoff und (c) einen färbenden Bestandteil, der mit der Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung kompatibel ist;
- (2) das Überführen der gefärbten festen Phasenumwandlungstintenzusammensetzung in eine Druckvorrichtung oder einen Druckkopf;
- (3) das Erhöhen der Betriebstemperatur der Druckvorrichtung oder des Druckkopfes auf einen bestimmten Wert, um eine gefärbte flüssige Phasenumwandlungstintenzusammensetzung zu bilden;
- (4) das Bereitstellen eines Übertragungssubstrats in unmittelbarer Nähe der Druckvorrichtung;
- (5) das Aufbringen eines gewünschten Musters aus der gefärbten flüssigen Phasenumwandlungstintenzusammensetzung auf der Oberfläche des Übertragungssubstrats;
- (6) das Verringern der Temperatur der aufgegebenen Tintenzusammensetzung auf eine zweite Betriebstemperatur, um ein Muster der festen Phasenumwandlungstinte auf dem Übertragungssubstrat zu erzeugen;
- (7) das Übertragen der Phasenumwandlungstintenzusammensetzung vom Übertragungssubstrat auf das Substrat; und
- (8) das Fixieren der Phasenumwandlungstintenzusammensetzung auf dem Substrat, um ein bedrucktes Substrat zu erhalten, wobei die Phasenumwandlungstintenzusammensetzung (a) eine Fließspannung, so dass sie bei der zweiten Betriebstemperatur dehnbar verteilt und verformt werden kann, ohne dass Spannungen erzeugt werden, wenn Druckkräfte auf die Zusammensetzung ausgeübt werden, sowie eine ausreichende interne Kohäsionsfestigkeit aufweist, so dass sie Scherkräften widerstehen kann, wenn die Phasenumwandlungstintenzusammensetzung übertragen und auf dem Substrat fixiert wird, und (b) nach dem Fixieren auf dem Substrat duktil ist.

[0040] Ein geeignetes Offset-Druckverfahren oder Verfahren zum indirekten Drucken wird detailliert im US-Patent Nr. 5389958 beschrieben.

[0041] Die vorliegende Erfindung wird im Folgenden anhand von Beispielen und Vergleichsbeispielen genauer beschrieben. Alle Teile und Prozentangaben sind auf das Gewicht bezogen und alle Temperaturangaben sind Grad Celsius, wenn nicht anders an-

gegeben.

BEISPIEL 1

Cyanfarbene Tinte, hergestellt aus einem Amidwachs, einem Urethan/Harnstoff-Harz und einem cyan gefärbten Urethan-Harz

[0042] Etwa 250 g des cyan gefärbten Harzes von Beispiel 2 der anhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. 97304729.3 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), die vom Anmelder der vorliegenden Erfindung eingereicht wurde, etwa 250 g des Reaktionsproduktes (Urethan/Harnstoff-Material) von Beispiel 2 des US-Patents Nr. 5830942 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), etwa 540 g Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180, Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Company of Memphis, Tennessee), etwa 2,0 g Uniroyal Naugard 445 Antioxidationsmittel(Naugard 445, Antioxidationsmittel, erhältlich von Uniroyal Chemical Company of Oxford, Connecticut) und etwa 0,01 g des organoleptischen Maskierungszusatzstoffes(8125-HAZ Golden Forrest, organoleptischer Maskierungszusatzstoff, erhältlich von International Flavors and Fragrances of Union Beach, New Jersey) IFF 8125 HAZ wurden in einen Edelstahlbehälter eingebracht. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von 140°C in einem Ofen geschmolzen und dann etwa ½ Stunde lang bei etwa 115°C unter Rühren in einem thermostatisierten Mantel miteinander vermischt. Nach dem Rühren über einen Zeitraum von etwa ½ Stunde wurde die Cyantinte durch eine erwärmte Mott-Apparatur (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung eines #3 Whatman-Filterpapiers bei einem Druck von etwa 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenumwandlungstinte wurde in Formen gegossen und verfestigt, wobei Tintenstäbe erhalten wurden. Die gebildeten Tintenstäbe wurden in einen Ofen mit einer Temperatur von etwa 125°C eingebracht und mit einer Folie abgedeckt. Ein Loch mit einer Fläche von 1 cm² wurde in jede Tintenabdeckung gestoßen, und die geschmolzene Tinte emittierte einen durchdringenden reinen seifenartigen Duftstoff. Der Geruch blieb erhalten, nachdem die Proben in einem Ofen bei der selben Temperatur über Nacht gelagert worden waren.

[0043] Das fertige Tintenprodukt hatte die folgenden physikalischen Eigenschaften: eine Viskosität von etwa 13,0 cPs, gemessen mit einem Ferranti-Shirley-Viskosimeter mit einer Kegelplatte bei etwa 140°C, einen Schmelzpunkt von etwa 89°C, gemessen unter Anwendung des DSC-Verfahrens unter Verwendung eines DuPont 2100 Kalorimeters, und einen Tg-Wert von etwa 27,5°C, gemessen durch dynamische mechanische Analyse unter Verwendung der Vorrichtung Rheometrics Solids Analyser (RSAII). Die Farbintensität der Tinte wurde spektrophotographisch durch Vermessen des Farbstoffes in Lösung gemessen, wobei die feste Tinte in Butanol

gelöst wurde und die Absorption unter Verwendung eines Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS-Spektrophotometers gemessen wurde. Die Farbintensität der Tinte wurde zu etwa 1069 ml-Absorptionseinheiten pro Gramm bei λ_{\max} bestimmt.

BEISPIEL 2

Cyanfarbene Tinte, hergestellt aus einem Amidwachs, einem Urethan/Harnstoff-Harz und einem cyan gefärbten Urethan-Harz

[0044] Etwa 250 g des cyan gefärbten Harzes von Beispiel 2 der anhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. 97304729.3 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), die vom Anmelder der vorliegenden Erfindung eingereicht wurde, etwa 250 g des Reaktionsproduktes (Urethan/Harnstoff-Material) von Beispiel 2 des US-Patents Nr. 5830942 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), etwa 540 g Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180, Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Company of Memphis, Tennessee), etwa 2,0 g Uniroyal Naugard 445 Antioxidationsmittel(Naugard 445, Antioxidationsmittel, erhältlich von Uniroyal Chemical Company of Oxford, Connecticut) und etwa 0,01 g des organoleptischen Maskierungszusatzstoffes(8126-HAZ Maskant, organoleptischer Maskierungszusatzstoff, erhältlich von International Flavors and Fragrances of Union Beach, New Jersey) IFF 8127 HAZ wurden in einen Edelstahlbehälter eingebracht. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von 140°C in einem Ofen geschmolzen und dann etwa ½ Stunde lang bei etwa 115°C unter Rühren in einem thermostatisierten Mantel miteinander vermischt. Nach dem Rühren über einen Zeitraum von etwa ½ Stunde wurde die Cyantinte durch eine erwärmte Mott-Apparatur (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung eines #3 Whatman-Filterpapiers bei einem Druck von etwa 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenumwandlungstinte wurde in Formen gegossen und verfestigt, wobei Tintenstäbe erhalten wurden. Die gebildeten Tintenstäbe wurden in einen Ofen mit einer Temperatur von etwa 125°C eingebracht und mit einer Folie abgedeckt. Ein Loch mit einer Fläche von 1 cm² wurde in jede Tintenabdeckung gestoßen, und die geschmolzene Tinte emittierte einen durchdringenden reinen seifenartigen Duftstoff. Der Geruch blieb erhalten, nachdem die Proben in einem Ofen bei der selben Temperatur über Nacht gelagert worden waren.

[0045] Das fertige Tintenprodukt hatte die folgenden physikalischen Eigenschaften: eine Viskosität von etwa 13,0 cPs, gemessen mit einem Ferranti-Shirley-Viskosimeter mit einer Kegelplatte bei etwa 140°C, einen Schmelzpunkt von etwa 89°C, gemessen unter Anwendung des DSC-Verfahrens unter Verwendung eines DuPont 2100 Kalorimeters, und einen Tg-Wert von etwa 27,5°C, gemessen durch dynamische mechanische Analyse unter Verwendung

der Vorrichtung Rheometrics Solids Analyser (RSAII). Die Farbintensität der Tinte wurde spektrophotographisch durch Vermessen des Farbstoffes in Lösung gemessen, wobei die feste Tinte in Butanol gelöst wurde und die Absorption unter Verwendung eines Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS-Spektrophotometers gemessen wurde. Die Farbintensität der Tinte wurde zu etwa 1069 ml-Absorptionseinheiten pro Gramm bei λ_{\max} bestimmt.

BEISPIEL 3

Cyanfarbene Tinte, hergestellt aus einem Amidwachs, einem Urethan/Harnstoff-Harz und einem cyan gefärbten Urethan-Harz

[0046] Etwa 250 g des cyan gefärbten Harzes von Beispiel 2 der anhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. 97304729.3 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), die vom Anmelder der vorliegenden Erfindung eingereicht wurde, etwa 250 g des Reaktionsproduktes (Urethan/Harnstoff-Material) von Beispiel 2 des US-Patents Nr. 5830942 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), etwa 540 g Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180, Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Company of Memphis, Tennessee), etwa 2,0 g Uniroyal Naugard 445 Antioxidationsmittel(Naugard 445, Antioxidationsmittel, erhältlich von Uniroyal Chemical Company of Oxford, Connecticut) und etwa 0,01 g des organoleptischen Maskierungszusatzstoffes(8127-HAZ Maskant, organoleptischer Maskierungszusatzstoff, erhältlich von International Flavors and Fragrances of Union Beach, New Jersey) IFF 8126 HAZ wurden in einen Edelstahlbehälter eingebracht. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von 140°C in einem Ofen geschmolzen und dann etwa ½ Stunde lang bei etwa 115°C unter Rühren in einem thermostatisierten Mantel miteinander vermischt. Nach dem Rühren über einen Zeitraum von etwa ½ Stunde wurde die Cyantinte durch eine erwärmte Mott-Apparatur (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung eines #3 Whatman-Filterpapiers bei einem Druck von etwa 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenumwandlungstinte wurde in Formen gegossen und verfestigt, wobei Tintenstäbe erhalten wurden. Die gebildeten Tintenstäbe wurden in einen Ofen mit einer Temperatur von etwa 125°C eingebracht und mit einer Folie abgedeckt. Ein Loch mit einer Fläche von 1 cm² wurde in jede Tintenabdeckung gestoßen, und die geschmolzene Tinte emittierte einen durchdringenden leichten fruchtartigen Duftstoff. Der Geruch blieb erhalten, nachdem die Proben in einem Ofen bei der selben Temperatur über Nacht gelagert worden waren.

[0047] Das fertige Tintenprodukt in Form eines Stabes hatte die folgenden physikalischen Eigenschaften: eine Viskosität von etwa 13,0 cPs, gemessen mit einem Ferranti-Shirley-Viskosimeter mit einer Kegelplatte bei etwa 140°C, einen Schmelzpunkt von etwa

89°C, gemessen unter Anwendung des DSC-Verfahrens unter Verwendung eines DuPont 2100 Kalorimeters, und einen Tg-Wert von etwa 27,5°C, gemessen durch dynamische mechanische Analyse unter Verwendung der Vorrichtung Rheometrics Solids Analyser (RSAII). Die Farbintensität der Tinte wurde spektrophotographisch durch Vermessen des Farbstoffes in Lösung gemessen, wobei die feste Tinte in Butanol gelöst wurde und die Absorption unter Verwendung eines Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS-Spektrophotometers gemessen wurde. Die Farbintensität der Tinte wurde zu etwa 1069 ml-Absorptionseinheiten pro Gramm bei λ_{\max} bestimmt.

BEISPIEL 4

Schwarze Tinte, hergestellt aus einem Amidwachs, einem Urethan/Harnstoff-Harz und einem schwarz gefärbten Urethan-Harz

[0048] Etwa 301 g des gefärbten Harzes von Beispiel 3 der anhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. 97304729.3 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), die vom Anmelder der vorliegenden Erfindung eingereicht wurde, etwa 374 g des Reaktionsproduktes (Urethan/Harnstoff-Material) von Beispiel 2 des US-Patents Nr. 5830942 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), etwa 802 g Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180, Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Company of Memphis, Tennessee), etwa 3,0 g Uniroyal Naugard 445 Antioxidationsmittel(Naugard 445, Antioxidationsmittel, erhältlich von Uniroyal Chemical Company of Oxford, Connecticut) und etwa 0,02 g des organoleptischen Maskierungszusatzstoffes(8125-HAZ Golden Forrest, organoleptischer Maskierungszusatzstoff, erhältlich von International Flavors and Fragrances of Union Beach, New Jersey) IFF 8125 HAZ wurden in einen Edelstahlbehälter eingebracht. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von 140°C in einem Ofen geschmolzen und dann etwa ½ Stunde lang bei etwa 115°C unter Rühren in einem thermostatisierten Mantel miteinander vermischt. Die schwarze Tinte wurde dann durch eine erwärmte Mott-Apparatur (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung eines #3 Whatman-Filterpapiers bei einem Druck von etwa 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenumwandlungstinte wurde in Formen gegossen und verfestigt, wobei Tintenstäbe erhalten wurden. Die gebildeten Tintenstäbe wurden in einen Ofen mit einer Temperatur von etwa 125°C eingebracht und mit einer Folie abgedeckt. Ein Loch mit einer Fläche von 1 cm² wurde in jede Tintenabdeckung gestoßen, und die geschmolzene Tinte emittierte einen durchdringenden reinen seifenartigen Duftstoff. Der Geruch blieb erhalten, nachdem die Proben in einem Ofen bei der selben Temperatur über Nacht gelagert worden waren.

[0049] Das fertige Tintenprodukt hatte die folgenden physikalischen Eigenschaften: eine Viskosität von

etwa 13,3 cPs, gemessen mit einem Ferranti-Shirley-Viskosimeter mit einer Kegelplatte bei etwa 140°C, einen Schmelzpunkt von etwa 89°C, gemessen unter Anwendung des DSC-Verfahrens unter Verwendung eines DuPont 2100 Kalorimeters, und einen Tg-Wert von etwa 16°C, gemessen durch dynamische mechanische Analyse unter Verwendung der Vorrichtung Rheometrics Solids Analyser (RSAII). Die Farbintensität der Tinte wurde spektrophotographisch durch Vermessen des Farbstoffes in Lösung gemessen, wobei die feste Tinte in Butanol gelöst wurde und die Absorption unter Verwendung eines Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS-Spektrophotometers gemessen wurde.

[0050] Die Farbintensität der Tinte wurde zu etwa 869 ml-Absorptionseinheiten pro Gramm bei λ_{\max} bestimmt.

BEISPIEL 5

Schwarze Tinte, hergestellt aus einem Amidwachs, einem Urethan/Harnstoff-Harz und einem schwarz gefärbten Urethan-Harz

[0051] Etwa 301 g des gefärbten Harzes von Beispiel 3 der anhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. 97304729.3 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), die vom Anmelder der vorliegenden Erfindung eingereicht wurde, etwa 374 g des Reaktionsproduktes (Urethan/Harnstoff-Material) von Beispiel 2 des US-Patents Nr. 5830942 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), etwa 802 g Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180, Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Company of Memphis, Tennessee), etwa 3,0 g Uniroyal Naugard 445 Antioxidationsmittel(Naugard 445, Antioxidationsmittel, erhältlich von Uniroyal Chemical Company of Oxford, Connecticut) und etwa 0,02 g des organoleptischen Maskierungszusatzstoffes(8126-HAZ Maskant, organoleptischer Maskierungszusatzstoff, erhältlich von International Flavors and Fragrances of Union Beach, New Jersey) IFF 8126 HAZ wurden in einen Edelstahlbehälter eingebracht. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von 140°C in einem Ofen geschmolzen und dann etwa ½ Stunde lang bei etwa 115°C unter Rühren in einem thermostatisierten Mantel miteinander vermischt. Die schwarze Tinte wurde dann durch eine erwärmte Mott-Apparatur (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung eines #3 Whatman-Filterpapiers bei einem Druck von etwa 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenumwandlungstinte wurde in Formen gegossen und verfestigt, wobei Tintenstäbe erhalten wurden. Die gebildeten Tintenstäbe wurden in einen Ofen mit einer Temperatur von etwa 125°C eingebracht und mit einer Folie abgedeckt. Ein Loch mit einer Fläche von 1 cm² wurde in jede Tintenabdeckung gestoßen, und die geschmolzene Tinte emittierte einen durchdringenden reinen seifenartigen Duftstoff. Der Geruch blieb erhalten, nachdem die Proben in ei-

nem Ofen bei der selben Temperatur über Nacht gelagert worden waren.

[0052] Das fertige Tintenprodukt hatte die folgenden physikalischen Eigenschaften: eine Viskosität von etwa 13,3 cPs, gemessen mit einem Ferranti-Shirley-Viskosimeter mit einer Kegelplatte bei etwa 140°C, einen Schmelzpunkt von etwa 89°C, gemessen unter Anwendung des DSC-Verfahrens unter Verwendung eines DuPont 2100 Kalorimeters, und einen Tg-Wert von etwa 16°C, gemessen durch dynamische mechanische Analyse unter Verwendung der Vorrichtung Rheometrics Solids Analyser (RSAII). Die Farbintensität der Tinte wurde spektrophotographisch durch Vermessen des Farbstoffes in Lösung gemessen, wobei die feste Tinte in Butanol gelöst wurde und die Absorption unter Verwendung eines Perkin Elmer Lambda 2S UVNIS-Spektrophotometers gemessen wurde. Die Farbintensität der Tinte wurde zu etwa 869 ml-Absorptionseinheiten pro Gramm bei λ_{\max} bestimmt.

BEISPIEL 6

Schwarze Tinte, hergestellt aus einem Amidwachs, einem Urethan/Harnstoff-Harz und einem schwarz gefärbten Urethan-Harz

[0053] Etwa 301 g des gefärbten Harzes von Beispiel 3 der anhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. 97304729.3 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), die vom Anmelder der vorliegenden Erfindung eingereicht wurde, etwa 374 g des Reaktionsproduktes (Urethan/Harnstoff-Material) von Beispiel 2 des US-Patents Nr. 5830942 (dieses Beispiel ist im Folgenden angegeben), etwa 802 g Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180, Stearylstearamid, erhältlich von Witco Chemical Company of Memphis, Tennessee), etwa 3,0 g Uniroyal Naugard 445 Antioxidationsmittel(Naugard 445, Antioxidationsmittel, erhältlich von Uniroyal Chemical Company of Oxford, Connecticut) und etwa 0,02 g des organoleptischen Maskierungszusatzstoffes(8127-HAZ Maskant, organoleptischer Maskierungszusatzstoff, erhältlich von International Flavors and Fragrances of Union Beach, New Jersey) IFF 8127 HAZ wurden in einen Edelstahlbehälter eingebracht. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von 140°C in einem Ofen geschmolzen und dann etwa ½ Stunde lang bei etwa 115°C unter Rühren in einem thermostatisierten Mantel miteinander vermischt. Die schwarze Tinte wurde dann durch eine erwärmte Mott-Apparatur (erhältlich von Mott Metallurgical) unter Verwendung eines #3 Whatman-Filterpapiers bei einem Druck von etwa 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenumwandlungstinte wurde in Formen gegossen und verfestigt, wobei Tintenstäbe erhalten wurden. Die gebildeten Tintenstäbe wurden in einen Ofen mit einer Temperatur von etwa 125°C eingebracht und mit einer Folie abgedeckt. Ein Loch mit einer Fläche von 1 cm² wurde in jede Tintenabdeckung

gestoßen, und die geschmolzene Tinte emittierte einen durchdringenden leichten fruchtartigen Duftstoff. Der Geruch blieb erhalten, nachdem die Proben in einem Ofen bei der selben Temperatur über Nacht gelagert worden waren.

[0054] Das fertige Tintenprodukt hatte die folgenden physikalischen Eigenschaften: eine Viskosität von etwa 13,3 cPs, gemessen mit einem Ferranti-Shirley-Viskosimeter mit einer Kegelplatte bei etwa 140°C, einen Schmelzpunkt von etwa 89°C, gemessen unter Anwendung des DSC-Verfahrens unter Verwendung eines DuPont 2100 Kalorimeters, und einen Tg-Wert von etwa 16°C, gemessen durch dynamische mechanische Analyse unter Verwendung der Vorrichtung Rheometrics Solids Analyser (RSAII). Die Farbintensität der Tinte wurde spektrophotographisch durch Vermessen des Farbstoffes in Lösung gemessen, wobei die feste Tinte in Butanol gelöst wurde und die Absorption unter Verwendung eines Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS-Spektrophotometers gemessen wurde. Die Farbintensität der Tinte wurde zu etwa 869 ml-Absorptionseinheiten pro Gramm bei λ_{\max} bestimmt.

[0055] Die Beispiele 2 und 3 der anhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. 97304729.3 und Beispiel 2 des US-Patents Nr. 5830942, auf die in den Beispielen 1 bis 6 der vorliegenden Anmeldung Bezug genommen wurde, sind im Folgenden angegeben:

BEISPIEL 2 (der europäischen Patentanmeldung Nr. 97304729.3)

Das Reaktionsprodukt von Octylphenoethoxylat, Isophorondiisocyanat und einem reaktiven Cyanfarbstoff

[0056] Etwa 525,0 g (4,73 Äquivalente) Isophorondiisocyanat(Desmodur I, Isophorondiisocyanat, erhältlich von Bayer Corp. of Pittsburg, Pennsylvania), etwa 1,5 g Dibutylzinndilaurat(Dibutylzinndilaurat, erhältlich von Aldrich Chemicals of Milwaukee, Wisconsin), das als Katalysator verwendet wurde, und etwa 992,0 g (3,91 Äquivalente) Octylphenoethoxylat(IGEPAL CA-210, Octylphenoethoxylat, erhältlich von Rhone-Poulenc Co., Cranbury, NJ) wurden in einen 3000 ml Dreihalsharzbehälter gegeben, der mit einem Turborührwerk, einem Einlass zum Einleiten von N₂-Gas und einem Temperaturfühler für die Temperaturkontrolle ausgestattet war. Das Reaktionsgemisch wurde auf etwa 135°C erwärmt und etwa 3,5 Stunden lang unter Rühren und unter Stickstoff bei dieser Temperatur gehalten. Dann wurden etwa 240,6 g (0,473 Äquivalente) eines polymeren Cyanfarbstoffes(Experimental Blue III 9495-28, erhältlich von Milliken and Company of Spartanburg, South Carolina) zugegeben, und das Gemisch wurde 2 Stunden lang auf etwa 135°C erwärmt. Dann wurden zusätzlich etwa 110,0 g (0,433 Äquivalente) Octylphenoethoxylat(IGEPAL CA-210, Octylphenoethoxylat,

erhältlich von Rhone-Poulenc Co., Cranbury, NJ) zugegeben, und das Reaktionsgemisch wurde etwa 2 Stunden lang auf etwa 150°C erwärmt. Das Produkt wurde mittels FT-IR untersucht, um sicherzustellen, dass alle Isocyanatgruppen (NCO) umgesetzt worden waren. Die Abwesenheit (bzw. das Verschwinden) des Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftauchen (bzw. die Vergrößerung) der Peaks bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹, die dem Urethan zugeschrieben werden konnten, bestätigten die Umsetzung. Das Diurethanreaktionsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen, abgekühlt und verfestigt. Das gefärbte Harzprodukt hatte die folgenden physikalischen Eigenschaften: eine Viskosität von etwa 181,8 cPs, gemessen mit einem Ferranti-Shirley-Viskosimeter mit einer Kegelplatte bei etwa 140°C, einen Schmelzpunkt von etwa 59,9–70,2°C, gemessen unter Verwendung einer elektrothermischen Kapillarschmelzpunktsbestimmungsapparatur, einen Tg-Wert von etwa 23,1°C, gemessen unter Anwendung des DSC-Verfahrens unter Verwendung eines DuPont 2100 Kalorimeters mit einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute, und eine Farbintensität von etwa 5588 ml-Absorptionseinheiten pro Gramm bei λ_{\max} , bestimmt durch Auflösen des Produktes in n-Butanol und Messen der Absorption unter Verwendung eines Perkin Elmer Lambda 25 UV/VIS-Spektrophotometers.

BEISPIEL 3 (der europäischen Patentanmeldung Nr. 97304729.3)

Das Reaktionsprodukt von Octylphenoethoxylat, Isophorondiisocyanat und einem Gemisch aus schwarzen reaktiven Farbstoffen

[0057] Etwa 150,0 g (0,295 Äquivalente) eines polymeren reaktiven Cyanfarbstoffes(Experimental Blue III 9495-28, erhältlich von Milliken and Company of Spartanburg, South Carolina), etwa 225,0 g (0,147 Äquivalente) eines polymeren violetten Farbstoffes, entsprechend dem Farbstoff U aus Tabelle I des US-Patents Nr. 5231135, etwa 345,0 g (0,552 Äquivalente) eines polymeren reaktiven Orangefarbstoffes, entsprechend dem Farbstoff B aus Tabelle I des US-Patents Nr. 5231135, etwa 450,0 g (4,054 Äquivalente) Isophorondiisocyanat(Desmodur I, Isophorondiisocyanat, erhältlich von Bayer Corp. of Pittsburg, Pennsylvania) und etwa 0,18 g Dibutylzinndilaurat(Dibutylzinndilaurat, erhältlich von Aldrich Chemicals of Milwaukee, Wisconsin), das als Katalysator verwendet wurde, wurden in einen 3000 ml Dreihalsharzbehälter gegeben, der mit einem Turborührwerk, einem Einlass zum Einleiten von N₂-Gas und einem Temperaturfühler für die Temperaturkontrolle ausgestattet war. Das Reaktionsgemisch wurde unter Rühren und unter Stickstoff auf etwa 90°C erwärmt. Nachdem das Gemisch 3,5 Stunden lang bei etwa 90°C gerührt worden war, wurden zusätzlich etwa 1,0 g Dibutylzinndilaurat(Dibutylzinndilaurat, erhältlich

von Aldrich Chemicals of Milwaukee, Wisconsin) und etwa 805,0 g (3,012 Äquivalente) Octylphenoethoxylat (Triton X15, Octylphenoethoxylat, erhältlich von Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc., of Danbury, Connecticut) zugegeben, die Temperatur wurde auf etwa 130°C erhöht und das Gemisch wurde etwa 3,5 Stunden lang bei dieser Temperatur gehalten. Das Produkt wurde mittels FT-IR untersucht, um sicherzustellen, dass alle Isocyanatgruppen (NCO) umgesetzt worden waren. Die Abwesenheit (bzw. das Verschwinden) des Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftauchen (bzw. die Vergrößerung) der Peaks bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹, die dem Urethan zugeschrieben werden konnten, bestätigten die Umsetzung. Das Diurethanreaktionsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen, abgekühlt und verfestigt. Das gefärbte Harzprodukt hatte die folgenden physikalischen Eigenschaften: eine Viskosität von etwa 163,0 cPs, gemessen mit einem Ferranti-Shirley-Viskosimeter mit einer Kegelplatte bei etwa 140°C, einen Schmelzpunkt unterhalb der Umgebungstemperatur, der unter Verwendung einer elektrothermischen Kapillarschmelzpunktsbestimmungsapparatur nicht gemessen werden konnte, einen Tg-Wert von etwa 3,8°C, gemessen unter Anwendung des DSC-Verfahrens unter Verwendung eines DuPont 2100 Kalorimeters mit einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute, und eine Farbintensität von etwa 4667 ml·Absorptionseinheiten pro Gramm bei λ_{\max} , bestimmt durch Auflösen des Produktes in n-Butanol und Messen der Absorption unter Verwendung eines Perkin Elmer Lambda 25 UV/VIS-Spektrophotometers.

BEISPIEL 2 (des US-Patents Nr. 5830942)

Das Reaktionsprodukt von 1,5 Teilen Hydroabietylalkohol, 0,5 Teilen Octadecylamin und Isophorondiisocyanat

[0058] Etwa 240,2 g (0,676 Mol) Hydroabietylalkohol (Abitol E, Hydroabietylalkohol, erhältlich von Hercules Inc. of Wilmington, Delaware) wurden in einen 1000 ml Vierhalsharzbehälter gegeben, der mit einem Turborührwerk, einem Einlass zum Einleiten von N₂-Gas, einem 200 ml Tropftrichter und einem Temperaturfühler für die Temperaturkontrolle ausgestattet war. Dann wurden etwa 100,0 g (0,45 Mol) Isophorondiisocyanat (Desmodur I, Isophorondiisocyanat, erhältlich von Bayer Corp. of Pittsburg, Pennsylvania) über den Tropftrichter zugegeben. Zuerst wurde der Hydroabietylalkohol gerührt, und dann wurde das gesamte Isophorondiisocyanat über einen Zeitraum von etwa 5 Minuten zugegeben. Dann wurden etwa 0,22 g Dibutylzinndilaurat (Dibutylzinndilaurat, erhältlich von Aldrich Chemicals of Milwaukee, Wisconsin), das als Katalysator verwendet wurde, zugegeben, und das Reaktionsgemisch wurde unter Stickstoff auf etwa 125°C erwärmt. Nachdem das Gemisch 4 Stunden lang auf 125°C erwärmt worden war, wurden

etwa 59,95 g (0,225 Mol) Octadecylamin (Octadecylamin (technische Qualität), erhältlich von ACROS Organics of New Jersey) zugegeben, die Temperatur wurde auf etwa 150°C erhöht und das Gemisch wurde etwa 2 Stunden lang bei dieser Temperatur gehalten. Das Reaktionsprodukt wurde mittels FT-IR untersucht, um sicherzustellen, dass alle NCO-Gruppen umgesetzt worden waren. Die Abwesenheit (bzw. das Verschwinden) des Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftauchen (bzw. die Vergrößerung) der Peaks bei etwa 1705–1635 cm⁻¹ und etwa 1515–1555 cm⁻¹, die dem Harnstoff zugeschrieben werden konnten, sowie das Auftauchen (bzw. die Vergrößerung) der Peaks bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹, die dem Urethan zugeschrieben werden konnten, bestätigten die Umsetzung. Das Urethan/Harnstoff-Harzprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen, abgekühlt und verfestigt. Das Harzprodukt war bei Raumtemperatur ein durchsichtiges, festes Harz und hatte die folgenden physikalischen Eigenschaften: eine Viskosität von etwa 314,8 cPs, gemessen mit einem Ferranti-Shirley-Viskosimeter mit einer Kegelplatte bei etwa 140°C, einen Schmelzpunkt von etwa 67,9°C bis etwa 87,0°C, gemessen unter Verwendung einer elektrothermischen Kapillarschmelzpunktsbestimmungsapparatur, und einen Tg-Wert von etwa 23°C, gemessen unter Anwendung des DSC-Verfahrens unter Verwendung eines DuPont 2100 Kalorimeters mit einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute.

Patentansprüche

1. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung, umfassend:
 - a) ein Urethan-Harz, wobei das Urethan-Harz ein Produkt ist, erhalten bei der Umsetzung mindestens eines Alkohols mit einem Isocyanat, wobei der mindestens eine Alkohol aus einwertigen aliphatischen Alkoholen, einwertigen aromatischen Alkoholen, einwertigen aliphatisch-aromatischen Alkoholen, einwertigen Alkoholen mit einem kondensierten Ring, Polyolen und Gemischen dieser Alkohole ausgewählt ist; und/oder ein Urethan/Harnstoff-Harz, wobei das Urethan/Harnstoff-Harz ein Produkt ist, erhalten bei der Umsetzung mindestens eines Alkohols mit einem Isocyanat und mindestens einem Monoamin;
 - b) ein Monoamid; und
 - c) einen organoleptischen Maskierungszusatzstoff.
2. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die Zusammensetzung etwa 0,0005 bis etwa 0,25 Gew.-% des organoleptischen Maskierungszusatzstoffes enthält.
3. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 2, wobei die Zusammensetzung etwa 0,001 bis etwa 0,01 Gew.-% des organoleptischen Maskierungszusatzstoffes enthält.

4. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei der organoleptische Maskierungszusatzstoff ein Duftstoff ist.

5. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei der organoleptische Maskierungszusatzstoff aus Estern, Lactonen, Aldehyden, Ketonen, Alkoholen, Ethern, Acetalen, Ketalen, Heterocyclen, Verbindungen mit kumulativen Doppelbindungen, umfassend Pheromone, Acetylenen, Aminen und Gemischen davon ausgewählt ist.

6. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das Isocyanat, das bei der Herstellung des Urethan-Harzes verwendet wird, ein Monoisocyanat, ein Diisocyanat, ein Triisocyanat, ein Copolymer eines Diisocyanats oder ein Copolymer eines Triisocyanats ist.

7. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 6, wobei das Isocyanat Isophorondiisocyanat ist.

8. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei der mindestens eine Alkohol, der bei der Herstellung des Urethan-Harzes verwendet wird, Hydroabietylalkohol, ethoxyliertes Octylphenol oder Octadecylalkohol ist.

9. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 8, wobei der mindestens eine Alkohol Octylphenoethoxylat ist.

10. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei der mindestens eine Alkohol, der bei der Herstellung des Urethan/Harnstoff-Harzes verwendet wird, aus einwertigen aliphatischen Alkoholen, einwertigen aromatischen Alkoholen, einwertigen aliphatisch-aromatischen Alkoholen, einwertigen Alkoholen mit einem kondensierten Ring, Polyolen und Gemischen dieser Alkohole ausgewählt ist.

11. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 10, wobei der mindestens eine Alkohol Hydroabietylalkohol, Octylphenoethoxylat oder Octadecylalkohol ist.

12. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das Isocyanat, das bei der Herstellung des Urethan/Harnstoff-Harzes verwendet wird, ein Monoisocyanat, ein Diisocyanat, ein Triisocyanat, ein Copolymer eines Diisocyanats oder ein Copolymer eines Triisocyanats ist.

13. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 12, wobei das Isocyanat Isophorondiisocyanat ist.

14. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das mindestens eine Amin, das bei der Herstellung des Urethan/Harnstoff-Harzes verwendet wird, ein aliphatisches Monoamin, ein aromatisches Monoamin, ein aliphatisch-aromatisches Monoamin, ein Monoamin mit einem kondensierten Ring, ein mehrwertiges Monoamin oder eine Verbindung mit einer Hydroxygruppe und einer Aminogruppe ist.

15. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 14, wobei das Amin Octadecylamin ist.

16. Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach Anspruch 1, weiterhin umfassend ein Antioxidationsmittel.

17. Phasenumwandlungstintenzusammensetzung, umfassend eine Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung nach einem der vorangehenden Ansprüche und mindestens einen färbenden Bestandteil, der mit der Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung kompatibel ist.

18. Phasenumwandlungstintenzusammensetzung nach Anspruch 17, wobei der färbende Bestandteil, der mit der Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung kompatibel ist, ein Farbstoff, ein gefärbtes Harz oder ein Pigment ist.

19. Verfahren zur Herstellung einer Schicht aus einer Phasenumwandlungstinte auf der Oberfläche eines Substrats, umfassend

(1) das Bilden einer festen Phasenumwandlungstintenzusammensetzung, umfassend (a) eine Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung, umfassend mindestens ein von einem Isocyanat abgeleitetes Harz oder Wachs, (b) einen organoleptischen Maskierungszusatzstoff und (c) einen färbenden Bestandteil, der mit der Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung kompatibel ist;

(2) das Überführen der festen Phasenumwandlungstintenzusammensetzung in eine Druckvorrichtung;

(3) das Erhöhen der Betriebstemperatur der Druckvorrichtung auf einen bestimmten Wert, um eine flüssige Phasenumwandlungstintenzusammensetzung zu bilden;

(4) das Bereitstellen eines Substrats in unmittelbarer Nähe der Druckvorrichtung;

(5) das Aufbringen eines gewünschten Musters aus der flüssigen Phasenumwandlungstintenzusammensetzung auf mindestens einem Teil der Substratoberfläche; und

(6) das Verringern der Temperatur der aufgetragenen Tintenzusammensetzung, um ein Muster der festen Phasenumwandlungstinte auf dem Substrat zu erzeugen.

20. Verfahren zur Herstellung einer Schicht aus

einer Phasenumwandlungstinte auf der Oberfläche eines Substrats, umfassend

(1) das Verwenden, in einer Druckvorrichtung, einer festen Phasenumwandlungstintenzusammensetzung, umfassend (a) eine Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung, umfassend mindestens ein von einem Isocyanat abgeleitetes Harz oder Wachs, (b) einen organoleptischen Maskierungszusatzstoff und (c) einen färbenden Bestandteil, der mit der Phasenumwandlungsträgerzusammensetzung kompatibel ist;

(2) das Aufbringen der Phasenumwandlungstintenzusammensetzung in einem gewünschten Muster auf der Oberfläche eines Übertragungssubstrats; und

(3) das Übertragen des gewünschten Musters aus der Phasenumwandlungstintenzusammensetzung auf die Oberfläche des Substrats.

21. Verwendung einer Phasenumwandlungstintenträgerzusammensetzung, umfassend einen organoleptischen Maskierungszusatzstoff, in einem Tintenstrahldrucker.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen