



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 697 24 705 T2 2004.03.25**

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 816 447 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **697 24 705.8**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **97 304 730.1**

(96) Europäischer Anmeldetag: **30.06.1997**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **07.01.1998**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **10.09.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **25.03.2004**

(51) Int Cl.7: **C09D 11/00**
C08G 18/28

(30) Unionspriorität:

671998	28.06.1996	US
672609	28.06.1996	US
672617	28.06.1996	US
672815	28.06.1996	US
672816	28.06.1996	US
678386	28.06.1996	US

(73) Patentinhaber:

Xerox Corp., Stamford, Conn., US

(74) Vertreter:

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

(84) Benannte Vertragsstaaten:

CH, DE, FR, GB, IE, LI, NL

(72) Erfinder:

**Bui, Loc V., Valencia, US; King, Clifford R., Salem,
Oregon 97301, US; Banning, Jeffery H., Hillsboro,
Oregon 97124, US; Titterington, Donald R.,
Tualatin, Oregon 97062, US**

(54) Bezeichnung: **Phasenaustauschtintenzusammensetzung basierend auf von Isocyanat abgeleiteter Urethan- und Wachsharz**

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 bezieht sich auf die Verwendung von Harzen oder Wachsen, die durch Umsetzen von Isocyanaten mit ausgewählten Nukleophilen, die Alkohole oder Amine sind, hergestellt wurden. Die Nukleophile können allein oder in Kombination zum Erzielen bestimmter gewünschter Eigenschaften bei den Harzen verwendet werden. Die vorliegende Erfindung bezieht sich auch auf Phasenaustauschtintenzusammensetzungen, sowohl allgemein als auch in speziellen Zusammensetzungen, die derartige Harze und/oder Wachse enthalten. Genauer wird bei der vorliegenden Erfindung die Verwendung eines aus einem Isocyanat abgeleiteten Urethanharzes, eines aus einem Isocyanat abgeleiteten Urethanwachses und eines aus einem Isocyanat abgeleiteten Harnstoffharzes oder eines Klebrigmachers in einer Phasenaustauschtinträgerzusammensetzung und die daraus gebildete Tinte bei Druckanwendungen eingesetzt. Noch weiter bezieht sich die vorliegende Erfindung auf das Verfahren des Verwendens derartiger Phasenaustauschtintenzusammensetzungen, die derartige Harze und/oder Wachse enthalten, in einer Druckvorrichtung.

[0002] Im allgemeinen befinden sich Phasenaustauschtinten (manchmal als „Hot-melt-Tinten“ bezeichnet) bei Raumtemperatur in fester Phase, liegen aber bei den erhöhten Betriebstemperaturen einer Tintenstrahl-druckvorrichtung in flüssiger Phase vor. Bei der Tintenstrahlbetriebstemperatur werden Tröpfchen aus flüssiger Tinte aus der Druckvorrichtung ausgestoßen und wenn die Tintentröpfchen die Oberfläche des Druckmediums berühren, verfestigen sie sich rasch unter Bilden eines vorbestimmten Musters aus verfestigten Tintentropfen. Phasenaustauschtinten sind auch für die Verwendung in anderen Drucktechnologien wie etwa Tiefdruck, worauf sich etwa das US-Patent Nr. 5 496 879 und die an Siegwirk Farbenfabrik Keller, Dr. Rung und Co. übertragenen deutschen Patentveröffentlichungen DE-A-42 05 636 und DE-A-42 05 713 beziehen, untersucht worden.

[0003] Phasenaustauschtinten zum Farbdruck umfassen im allgemeinen eine Phasenaustauschtinträgerzusammensetzung, die mit einem Phasenaustauschtinten-verträglichen Farbmittel kombiniert ist. Vorzugsweise wird eine farbige Phasenaustauschtinte durch Kombinieren der vorstehend beschriebenen Tinträgerzusammensetzung mit verträglichen, subtraktiven, Grundfarbmitteln gebildet. Die subtraktiven, gefärbten Phasenaustauschgrundtinten dieser Erfindung können vier Farbstoffbestandteile, nämlich Cyan, Magenta, Gelb und Schwarz umfassen. Das US-Patent Nr. 4 889 506, 4 889 761 und 5 372 852 lehrt, daß die eingesetzten subtraktiven, Grundfarbmittel typischerweise Farbstoffe aus den Klassen der Lösungsfarbstoffe, Dispersionsfarbstoffe, modifizierten Säure- und Direktfarbstoffe und eine limitierte Anzahl basischer Farbstoffe des Color Index (C.I) umfassen können. Die Farbmittel können auch im auf Coates Electrographics LTD. übertragenen US-Patent Nr. 5 221 335 veranschaulichte Pigmente einschließen. Die europäische Veröffentlichung Nr. 0 723 999 (entspricht der US-08/381610) im Namen von Tektronix, Inc., ist auf die Verwendung einer speziellen Klasse polymerer Farbstoffe in Phasenaustauschtintenzusammensetzungen gerichtet.

[0004] Phasenaustauschtinten sind für Tintenstrahl-drucker erwünscht, da sie bei Raumtemperatur während des Versands, der Langzeitlagerung und dergleichen in fester Phase verbleiben. Ferner sind die mit dem Verstopfen der Düsen aufgrund einer Tintenverdunstung verbundenen Probleme größtenteils beseitigt, wodurch die Zuverlässigkeit des Tintenstrahl-drucks verbessert wird. Weiterhin wird bei den vorstehend angeführten Phasenaustauschtintenstrahl-druckern des Standes der Technik, wenn die Tintentröpfchen direkt auf das Druckmedium aufgebracht werden und die Tröpfchen bei Berührung mit dem Substrat sofort fest werden, eine Wanderung von Tinte entlang des Druckmediums verhindert und wird die Punktqualität verbessert. Dies trifft auch auf die hierin beschriebenen Verfahren und Tintenzusammensetzungen zu.

[0005] Außer den vorstehend angeführten US-Patenten beschreiben viele andere Patente Materialien zur Verwendung in Phasenaustauschtintenstrahl-tinten. Einige repräsentative Beispiele schließen sowohl das US-Patent Nr. 3 653 932, 4 390 369, 4 484 948, 4 684 956, 4 851 045, 4 889 560, 5 006 170 und 5 151 120 als auch die EP-Veröffentlichung Nr. 0 187 352 und 0 206 286 ein. Diese Materialien können Paraffine, mikrokristalline Wachse, Polyethylenwachse, Esterwachse, Fettsäuren und andere wachsartige Materialien, fettamidhaltige Materialien, Sulfonamidmaterialien, aus verschiedenen natürlichen Quellen hergestellte harzartige Materialien (Tallöl-Harzsäuren und Harzsäureester sind ein Beispiel) und viele synthetische Harze, Oligomere, Polymere und Copolymere einschließen.

[0006] Getrennt davon lehrt die PCT-Patentanmeldung Nr. WO/14902, die am 7. Juli 1994 veröffentlicht wurde und an Coates Brothers PLC übertragen ist, eine Hot-melt-Tinte, die ein Farbmittel und als Träger für die Hot-melt-Tinte ein Oligourethan mit einem Schmelzpunkt von mindestens 65°C enthält und die durch Umsetzen eines aliphatischen oder aromatischen Diisocyanats mit mindestens der stöchiometrischen Menge entweder (i) eines einwertigen Alkoholbestandteils oder (ii) eines einwertigen Alkoholbestandteils, gefolgt von einem weiteren, unterschiedlichen einwertigen Alkoholbestandteil oder (iii) eines einwertigen Alkoholbestandteils, gefolgt von einem zweiwertigen Alkoholbestandteil, gefolgt von einem einwertigen Alkoholbestandteil erhalten wurde.

[0007] Diese PCT-Patentanmeldung definiert den einwertigen Alkoholbestandteil als entweder einen einwertigen, aliphatischen Alkohol (z. B. C₁- bis C₂₂-Alkohole), einen veretherten, zweiwertigen, aliphatischen Alkohol

(z. B. Propylenglykoldimethylether (PGME), Dipropylenglykoldimethylether (DPGME), Ethylenglykolbutylether (EGBE), Diethylenglykolbutylether (DPGEBE), Tripropylenglykolbutylether (TPGEBE) und Propylenglykolphenylether (PPL)), veresterten, zweiwertigen, aliphatischen Alkohol (z. B. kann die veresternde Säure eine ethylenisch ungesättigte Säure (wie etwa Acrylsäure oder Methacrylsäure) sein, wodurch in das Oligourethan eine ethylenische Ungesättigkeit eingeführt wird und es für eine mögliche weitere, zusätzliche Polymerisation (Härten), nachdem es durch Hot-melt-Drucken auf ein Substrat aufgebracht worden ist, geeignet gemacht wird) oder ein zweiwertiges Polyalkylenglykol. Diese PCT-Anmeldung definiert weiter den zweiwertigen Alkoholbestandteil als zweiwertigen, aliphatischen Alkohol oder ein zweiwertiges Polyalkylenglykol (z. B. Ethylenglykol, Polyethylenglykol (PEG 1500), Polypropylenglykol (PPG 750, 1000 und 1500), Trimethylenglykol, Dipropylenglykol, Methylpropanediol und 1,6-Hexandiol).

[0008] Ferner lehrt die an General Electric Company übertragene PCT-Patentanmeldung Nr. WO94/04619 die Verwendung ionomerer Materialien in Kombination mit bilderzeugenden Mitteln zum Bilden einer Hot-melt-Tintenstrahl-tinte. Die ionomeren Materialien können viele verschiedene Typen copolymerer oder polymerer Ionomeren einschließlich carboxyfunktioneller, aus einem Diol oder Polyol und einer Hydroxysäure gebildeter Polyurethane einschließen. Viele andere Trägermaterialien und Farbmittel für das bilderzeugende Mittel der Erfindung sind in dieser PCT-Anmeldung eingeschlossen.

[0009] Die JP-A-64-000181 offenbart eine Zusammensetzung, die ein Polyurethanharz und ein klebrigmachendes Harz, das ein Harzsäureharz sein kann, umfaßt.

[0010] Die EP-A-665 120 offenbart eine Zusammensetzung, die ein Reaktionsprodukt eines Diisocyanats und eines Alkohols umfaßt. Die Zusammensetzung enthält weiter Harzsäureesterklebstoff.

[0011] Die GB-A-2294939 offenbart eine Zusammensetzung, die ein Reaktionsprodukt eines Diisocyanats, eines Amins und eines Alkohols umfaßt.

[0012] Die vorliegende Erfindung ist auf die Verwendung einer Phasenaustauschtintenträgerzusammensetzung gerichtet, umfassend in Kombination:

(a) ein aus einem Isocyanat abgeleitetes Urethanharz, das aus Di- oder Polyisocyanaten abgeleitet ist,

(b) ein aus einem Isocyanat abgeleitetes Urethanwachs, das aus einem einwertigen Alkohol und einem Monoisocyanat abgeleitet ist, wobei entweder der Alkohol oder das Isocyanat oder beide eine Fettverbindung sind, und

(c) einen Harzsäureesterklebstoff oder ein aus einem Isocyanat abgeleitetes Harnstoffharz zur Herstellung einer Phasenaustauschtintenzusammensetzung für den Tintenstrahldruck.

[0013] Bevorzugte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung werden in den Unteransprüchen aufgeführt.

[0014] Der in der vorliegenden Erfindung verwendete Ausdruck „Nukleophil“ wird wie auf Seite 179 von „Advanced Organic Chemistry“, 3. Ausgabe, von Jerry March, ©1985 von John Wiley and Sons, definiert zum Beschreiben eines Reagenzes verwendet, das ein Elektronenpaar zur Reaktion unter Bilden einer neuen Bindung veranlaßt. Die in der Erfindung verwendeten Nukleophile sind Alkohole oder Amine.

[0015] Der Ausdruck „Oligomer“ in der vorliegenden Beschreibung wird wie auf Seite 7 von „Polymer Chemistry – The Basic Concepts“ von Paul Hiemenz, ©1984 von Marcel Decker, Inc., definiert zum Beschreiben eines Ausdrucks verwendet, der zum Bezeichnen von Molekülen geschaffen wurde, bei denen n (das die Anzahl der sich wiederholenden Monomereinheiten darstellt) kleiner als 10 ist.

[0016] Der in der vorliegenden Beschreibung verwendete Ausdruck „aus einem Isocyanat abgeleitetes Harz“ ist als irgendein monomeres, oligomeres oder nicht-polymeres, harzartiges Material definiert, das aus der Reaktion von Di- oder Polyisocyanaten mit geeigneten nukleophilen Molekülen stammt.

[0017] Der in der vorliegenden Beschreibung verwendete Ausdruck „aus einem Isocyanat abgeleitetes Wachs“ ist als irgendein kristallines oder halbkristallines, wachsartiges Material definiert, das aus der Reaktion eines Fettisocyanats mit einem geeigneten Nukleophil oder der Reaktion eines Fettisocyanats mit einem geeigneten Isocyanat oder der Reaktion eines Fettisocyanats mit einem Fettisocyanat stammt.

[0018] Der in der vorliegenden Beschreibung und den Ansprüchen verwendete Ausdruck „aus einem Isocyanat abgeleitetes Urethanharz“ ist als irgendein Harz definiert, das ein Urethan ist, das das Reaktionsprodukt eines Isocyanats und eines Alkohols ist.

[0019] Der in der vorliegenden Beschreibung und den Ansprüchen verwendete Ausdruck „aus einem Isocyanat abgeleitetes Harnstoffharz“ ist als irgendein Harz definiert, das ein Harnstoff ist, der das Produkt der Reaktion eines Isocyanats und eines Amins ist.

[0020] Jede geeignete Reaktionsbedingung zum Herstellen von Urethan- oder Harnstoffverbindungen durch Kondensieren von Alkoholen oder Aminen mit Isocyanaten kann bei der Ausführung der vorliegenden Erfindung eingesetzt werden. Vorzugsweise wird die Reaktion bei erhöhten Temperaturen (z. B. 60°C bis 160°C) in Gegenwart eines Urethanreaktionskatalysators wie etwa Dibutylzinn-dilaurat, Bismuttrisneodecanoat, Kobaltbenzoat, Lithiumacetat, Zinnoctanoat oder Triethylamin durchgeführt. Die Reaktionen werden vorzugsweise in einer inerten Atmosphäre wie etwa Argon- oder Stickstoffgas oder einer anderen geeigneten Atmosphäre zum

Verhindern einer Oxidation oder eines Vergilbens der Reaktionsprodukte und zum Verhindern unerwünschter Nebenreaktionen ausgeführt. Das Molverhältnis der Reaktanten wird so eingestellt, daß die Isocyanatfunktionalitäten bei der Reaktion vollständig verbraucht werden, wobei typischerweise ein leichter molarer Alkohol- oder Aminüberschuß zurückbleibt. Vom Konzept her können die Reaktanten zusammen in jeder Reihenfolge zugefügt werden und/oder können der Reaktion als physikalische Gemische zugefügt werden. Bei den bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung werden die Reaktionsbedingungen und die Reihenfolge der Zugabe der Reaktanten aus mehreren Gründen jedoch sorgfältig kontrolliert. Erstens werden die Reaktionsbedingungen und die Reaktantenzugaben so gewählt, daß eine kontrollierte exotherme Reaktion bereitgestellt wird. Zweitens, wenn Gemische aus Alkoholen und/oder Aminen mit Diisocyanaten wie etwa Isophorondiisocyanat (IPDI) umgesetzt werden, wird die Reihenfolge der Zugabe des Isocyanats und der verschiedenen Nucleophile zu der Reaktion so gewählt, daß die Verteilung der Diurethanmoleküle und/oder gemischten Urethan/Harnstoffmoleküle und/oder Diharnstoffmoleküle im fertigen Harz maßgeschneidert ist. Wird dies getan, werden die unterschiedlichen Reaktivitäten von Alkoholen gegenüber Aminen zu Isocyanaten sowie die unterschiedlichen Reaktivitäten der zwei getrennten Isocyanatgruppen am IPDI genutzt; siehe J. H. Saunders und K. C. Frischs „Polyurethanes Part I, Chemistry“, verlegt von Interscience aus New York, New York, 1962, und das technische Produktinformationsblatt zu Olin Chemicals Luxate® IM Isophorondiisocyanat, die weitere Erläuterungen zu dieser Chemie geben. Diese Kontrolle der Reaktionsbedingungen und der Zugabereihenfolge der Reaktanten wird zum speziellen Maßschneiden oder individuellen Anpassen der unterschiedlichen Typen von Molekulararten in dem fertigen Harz durchgeführt, so daß das Harz:

- (1) eine kontrollierte Viskosität aufweist, die für eine spezielle Anwendung ausgelegt ist,
- (2) eine kontrollierte Glasübergangstemperatur und/oder Schmelzpunkt aufweist und
- (3) von Ansatz zu Ansatz gleichbleibende Eigenschaften aufweist.

[0021] Die aus einem Isocyanat abgeleiteten Harze aus diesen Reaktionen sind im allgemeinen durchsichtige Feststoffe mit Schmelzpunkten im Bereich von 20°C bis 150°C, Viskositäten im Bereich von 10 cPs bis 5000 cPs bei 150°C und T_g von -30°C bis 100°C. Die aus einem Isocyanat abgeleiteten Wachse aus diesen Reaktionen sind im allgemeinen undurchsichtige, wachsartige Feststoffe, mit scharfen Schmelzpunkten von 50°C bis 130°C und Viskositäten von 1 cPs bis 25 cPs bei 140°C. Die aus einem Isocyanat stammenden Harze und Wachse zeigen Eigenschaften, wie daß je höher die T_g und der Schmelzpunkt sind, desto höher die Viskosität ist. Obschon die Zusammenhänge von Struktur und Aktivität nicht völlig verstanden werden, ist bekannt, daß die T_g der aus einem Isocyanat abgeleiteten Harze durch die geeignete Wahl des Gemisches aus Nucleophilen bei der in der nachstehenden Tabelle 3 veranschaulichten Reaktion kontrolliert wird. Das Ändern einer oder mehrerer der als chemische Vorläufer verwendeten Grundchemikalien gestattet das Maßschneiden der Eigenschaften der aus einem Isocyanat abgeleiteten Harz- und Wachsmaterialien.

[0022] Bevorzugte Alkohole zum Umsetzen mit difunktionellen und höheren Isocyanaten zum Herstellen der in der vorliegenden Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Wachse und Harze schließen jeden einwertigen Alkohol ein. Zum Beispiel kann der einwertige Alkohol irgendein aliphatischer Alkohol [z. B. ein C₁-C₂₂- oder höherer gerader Alkohol, irgendein verzweigter Alkohol oder irgendein cyclischer aliphatischer Alkohol wie etwa Methanol, Ethanol, (n- und iso-)Propanol, (n-, iso-, t-)Butanol, (n-, iso-, t-)Pentanol, (n-, iso-, t-)Hexanol, (n-, iso-, t-)Octanol, (n-, iso-, t-)Nonanol, (n- und verzweigtes)Decanol, (n- und verzweigtes)Undecanol, (n- und verzweigtes)Dodecanol, (n- und verzweigtes)Hexadecanol, (n- und verzweigtes)Octadecanol, 3-Cyclohexyl-1-propanol, 2-Cyclohexyl-1-ethanol, Cyclohexylmethanol, Cyclohexanol, 4-Methylcyclohexanol, 4-Ethylcyclohexanol, 4-t-Butylcyclohexanol]; ein aliphatischer/aromatischer Alkohol [z. B. Benzylalkohol, Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenol, Alkoxyate von Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenol und Alkoxyphenol]; aromatische Alkohole wie etwa Phenol, Naphthol und ihre Derivate; Alkohole mit einem kondensierten Ring (z. B. Harzalkohole, Hydroabietylalkohol, Cholesterin, Vitamin E) und andere geeignete Alkohole (z. B. N,N-Dimethyl-N-ethanolamin, Stearamid-monoethanolamin, Tripropylenglykolmonomethylether, Hydroxybutanon, Menthol, Isoborneol, Terpeneol, 12-Hydroxystearylstearamid). Für den Fachmann ist offensichtlich, daß gewünschtenfalls zum Herstellen oligomerer Vertreter in den Harzen geringe Mengen (auf molarer Grundlage) Polyole ebenfalls in das Reaktionsgemisch eingearbeitet werden können. Die bevorzugten Alkohole sind Hydroabietylalkohol, Octylphenoethoxyat und Octadecylalkohol.

[0023] Bevorzugte Amine zum Umsetzen mit di- und höherfunktionellen Isocyanaten zum Herstellen der in dieser Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Wachse und Harze schließen jedes monofunktionelle Amin mit Ausnahme tertiärer Amine ein, denen eine andere nucleophile funktionelle Gruppe fehlt (z. B. Triethylamin). Zum Beispiel kann das Monoamin jedes primäre oder sekundäre, aliphatische Amin (z. B. ein C₁-C₂₂- oder höheres gerades Amin, jedes verzweigte Amin oder jedes cyclische, aliphatische Amin) wie etwa Methylamin, Ethylamin (n- und iso-)Propylamin (n-, iso- und t-)Butylamin, (n-, iso-, t-)Pentylamin, (n-, iso-, t-)Hexylamin, (n-, iso-, t-)Octylamin, (n-, iso-, t-)Nonylamin, (n- und verzweigtes)Decylamin, (n- und verzweigtes)Undecylamin, (n- und verzweigtes)Dodecylamin, (n- und verzweigtes)Hexadecylamin, (n- und verzweigtes)Dodecylamin, Dimethylamin, Diethylamin, Di(n- und iso-)propylamin, Di(n-, iso-, t-)butylamin, Di(n-, iso-,

t-)pentylamin, Di(n-, iso-, t-)hexylamin, Di(n-, iso-, t-)cyclohexylamin, Di(n-, iso-, t-)heptylamin, Di(n-, iso-, t-)octylamin, Di(n-, iso-, t-)decylamin, Di(n-, iso-, t-)dodecylamin, Di(n-, iso-, t-)octadecylamin, Cyclohexylamin, 2,3-Dimethyl-1-cyclohexylamin, Piperidin, Pyrrolidin; ein aliphatisches/aromatisches Amin (z. B. Benzylamin oder Analoga mit längeren oder zusätzlichen Alkylketten); aromatische Amine wie etwa Anilin, Anisidin; Amine mit einem kondensierten Ring wie etwa Harzamin, Dehydroabietylamin, Dihydroabietylamin, Hydroabietylamin und verschiedene Amine (z. B. Adamantylamin, Isonipecotamid, Polyoxyalkylenmonoamine wie etwa von Huntsman Chemical Company aus Austin, Texas, im Handel erhältliche Jeffamine der M-Reihe und 3,3'-Diamino-N-methyl-dipropylamin. Für den Fachmann ist offensichtlich, daß gewünschtenfalls auch kleine Mengen (auf molarer Grundlage) Polyamine in das Reaktionsgemisch zum Herstellen oligomerer Vertreter eingearbeitet werden können. Octadecylamin ist das bevorzugte Amin.

[0024] Bevorzugte Alkohole zum Umsetzen mit monofunktionellen Isocyanaten zum Herstellen der in der vorliegenden Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Wachse und Harze schließen jeden einwertigen Alkohol ein. Zum Beispiel kann der einwertige Alkohol irgendein aliphatischer Alkohol [z. B. ein C₁-C₂₂- oder höherer gerader Alkohol, irgendein verzweigter Alkohol oder irgendein cyclischer aliphatischer Alkohol wie etwa Methanol, Ethanol, (n- und iso-)Propanol, (n-, iso-, t-)Butanol, (n-, iso-, t-)Pentanol, (n-, iso-, t-)Hexanol, (n-, iso-, t-)Octanol, (n-, iso-, t-)Nonanol, (n- und verzweigtes)Decanol, (n- und verzweigtes) Undecanol, (n- und verzweigtes) Dodecanol, (n- und verzweigtes)Hexadecanol, (n- und verzweigtes)Octadecanol, 3-Cyclohexyl-1-propanol, 2-Cyclohexyl-1-ethanol, Cyclohexylmethanol, Cyclohexanol, 4-Methylcyclohexanol, 4-Ethylcyclohexanol, 4-t-Butylcyclohexanol]; ein aliphatischer/aromatischer Alkohol (z. B. Benzylalkohol, Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenol, Alkoxylate von Octyl-, Nonyl- und Dodecylphenol und Alkoxyphenol); aromatische Alkohole wie etwa Phenol, Naphthol und ihre Derivate; Alkohole mit einem kondensierten Ring (z. B. Harzalkohole, Hydroabietylalkohol, Cholesterin, Vitamin E) und andere geeignete Alkohole (z. B. N,N-Dimethyl-N-ethanolamin, Stearamid-monoethanolamin, Tripropylenglykolmonomethylether, Hydroxybutanon, Menthol, Isoborneol, Terpeneol, 12-Hydroxystearylstearamid) als auch multifunktionelle Alkohole wie etwa Ethylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Dimethylolpropionsäure, Sucrose, Polytetramethylenglykol (MG < ~3000), Polypropylenglykol (MG < ~3000), Polyesterpolyale (MG < ~3000), Polyethylenglykol (MG < ~3000), Pentaerythrit, Triethanolamin, Glycerin, 1,6-Hexandiol, N-Methyl-N,N-diethanolamin, Trimethylolpropan, N,N,N',N'-Tetrakis(2-hydroxypropyl)ethylendiamin. Octadecanol ist der bevorzugte Alkohol.

[0025] Bevorzugte Amine zum Umsetzen mit monofunktionellen Isocyanaten zum Herstellen der in dieser Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Wachse und Harze schließen jedes monofunktionelle Amin mit Ausnahme tertiärer Amine ein, denen eine andere nukleophile funktionelle Gruppe fehlt (z. B. Triethylamin). Zum Beispiel kann das Monoamin jedes primäre oder sekundäre, aliphatische Amin [z. B. ein C₁-C₂₂- oder höheres lineares Amin, jedes verzweigte Amin oder jedes cyclische, aliphatische Amin wie etwa Methylamin, Ethylamin (n- und iso-)Propylamin (n-, iso- und t-)Butylamin, (n-, iso-, t-)Pentylamin, (n-, iso-, t-)Hexylamin, (n-, iso-, t-)Octylamin, (n-, iso-, t-)Nonylamin, (n- und verzweigtes)Decylamin, (n- und verzweigtes)Undecylamin, (n- und verzweigtes) Octadecylamin, (n- und verzweigtes)Hexadecylamin, (n- und verzweigtes)Dodecylamin, Dimethylamin, Diethylamin, Di(n- und iso-)propylamin, Di(n-, iso-, t-)butylamin, Di(n-, iso-, t-)pentylamin, Di(n-, iso-, t-)hexylamin, Di(n-, iso-, t-)cyclohexylamin, Di(n-, iso-, t-)heptylamin, Di(n-, iso-, t-)octylamin, Di(n-, iso-, t-)decylamin, Di(n-, iso-, t-)octadecylamin, Di(n-, iso-, t-)dodecylamin, Cyclohexylamin, 2,3-Dimethyl-1-cyclohexylamin, Piperidin, Pyrrolidin]; ein aliphatisches/aromatisches Amin (z. B. Benzylamin oder Analoga mit längeren oder zusätzlichen Alkylketten); aromatische Amine wie etwa Anilin, Anisidin; Amine mit einem kondensierten Ring wie etwa Harzamin, Dehydroabietylamin, Dihydroabietylamin, Hydroabietylamin und verschiedene Amine (z. B. Adamantylamin, Isonipecotamid, Polyoxyalkylenmono-, di- oder triamine wie etwa von Huntsman Chemical Company aus Austin, Texas, im Handel erhältliche Jeffamine der M-, D- und T-Reihe und 3,3'-Diamino-N-methyl-dipropylamin als auch multifunktionelle Amine wie etwa Polyethylenimin, Ethylendiamin, Hexamethylendiamin, Isomere von Cyclohexyldiaminen, 1,3-Pentadiamin, 1,12-Dodecandiamin, 3-Dimethylaminopropylamin, 4,7,10-Trioxa-1,13-tridecandiamin, Diethylentriamin, 3,3-Diamino-N-methyldipropylamin oder Tris(2-aminoethyl)amin sein. Das bevorzugte Amin ist Octadecylamin.

[0026] Außerdem können Hydroxy/Aminogruppen enthaltende Verbindungen (wobei di- und höherfunktionelle Isocyanate aus dem Unterschied bei der Reaktionsfähigkeit der Amine gegenüber der Hydroxygruppe Vorteil ziehen oder Monoisocyanate bevorzugt mit dem Amin oder sowohl mit dem Amin als auch den Hydroxygruppen reagieren) eingesetzt werden. Beispiele davon schließen Ethanolamin und Diethanolamin ein.

[0027] Weitere Amide oder andere, ein Nukleophil enthaltende Verbindungen können mit den (Mono-, Di- und dergleichen) Isocyanaten umgesetzt werden. Einige Beispiele schließen Harnstoff, Oleamid oder Stearamid ein.

[0028] Bevorzugte Vorstufen für die in der vorliegenden Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Harze und Wachse schließen Mono-, Di- und andere Polyisocyanate ein. Beispiele von Monoisocyanaten schließen Octadecylisocyanat, Octylisocyanat, Butyl- und t-Butylisocyanat, Cyclohexylisocyanat, Adamantylisocyanat, Ethylisocyanatoacetat, Ethoxycarbonylisocyanat, Phenylisocyanat, alpha-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)ethylisocyanat ein. Beispiele von Diisocyanaten schließen Isophorondiisocyanat (IPDI), Toluoldiisocyanat (TDI), Diphenylmethan-4,4'-diisocyanat (MDI), hydriertes Diphenylmethan-4,4'-diisocyanat (H_{12} MDI), Tetramethylxyloldiisocyanat (TMXDI), 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 seine Isomeren und Urettidiondimere von HDI ein. Beispiele von Triisocyanaten oder ihren Äquivalenten schließen das Trimethylolpropantrimer von TDI, Isocyanuratrimere von TDI, HDI, IPDI und Biurettrimere von TDI, HDI, IPDI ein. Beispiele höherer Isocyanatfunktionalitäten schließen sowohl Copolymere von TDI/HDI als auch MDI-Oligomere ein.

[0029] Phasenaustauschtinten dieser Erfindung enthalten ein Phasenaustauschträgersystem oder -zusammensetzung. Die Phasenaustauschträgerzusammensetzung ist allgemein zur Verwendung entweder im direkten Druckmodus oder zur Verwendung in einem indirekten oder Offsetdrucktransfersystem ausgelegt. Bei dem direkten Druckmodus besteht die Phasenaustauschträgerzusammensetzung im allgemeinen aus einer oder mehr Chemikalien, die die notwendigen Eigenschaften bereitstellen, die es erlauben, daß die Phasenaustauschtinte (1) als dünner Film gleichförmiger Dicke auf dem endgültigen Empfängersubstrat beim Abkühlen auf Raumtemperatur nach dem direkten Drucken auf das Substrat aufgebracht wird, (2) duktil ist, während sie genügend Flexibilität behält, so daß das auf das Substrat aufgebrachte Bild beim Biegen nicht bricht und (3) ein hohes Maß an Helligkeit, Buntheit, Durchsichtigkeit und Wärmestabilität besitzt. Beim Offsetdrucktransfer- oder indirekten Druckmodus ist die Phasenaustauschträgerzusammensetzung so ausgelegt, daß sie nicht nur die vorstehend angeführten Eigenschaften, sondern auch bestimmte Fluid- und mechanische Eigenschaften besitzt, die zur Verwendung in einem wie im US-Patent Nr. 5 389 958 beschriebenen System notwendige Eigenschaften besitzt. Die Phasenaustauschtinten schließen aus einem Isocyanat abgeleitete Wachse und aus einem Isocyanat abgeleitete Harze als gesamte oder als Teil der Trägerzusammensetzung ein und können ein Ergänzungsbestandteil oder Ergänzungsbestandteile für eine bestehende Phasenaustauschträgerzusammensetzung des Handels sein. Die in der vorliegenden Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Materialien werden durch Ändern eines oder mehrerer der leicht erhältlichen Grundchemikalienvorstufen maßgeschneidert, um die vorstehend angeführten gewünschten Eigenschaften aufzuweisen, wenn sie in der Trägerzusammensetzung der Tinten verwendet werden.

[0030] Die Phasenaustauschträgerzusammensetzungen können in Kombination mit herkömmlichen Phasenaustauschtintenfarbmittelmaterien wie etwa Lösungsfarbstoffe, Dispersionsfarbstoffe, modifizierte saure und Direktfarbstoffe, basische Farbstoffe, Schwefelfarbstoffe, Küpenfarbstoffe und/oder polymere Farbstoffe des Color Index (C.I.) wie etwa die in der europäischen Veröffentlichung Nr. 0 723 999 offenbarten und/oder Pigmente verwendet werden. Sie können auch in Kombination mit den aus einem Isocyanat abgeleiteten, farbigen Harzen der mitanhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. (noch nicht zugewiesen), unsere Akte APEP97524, die gleichzeitig hiermit und im Namen des Anmelders der vorliegenden Erfindung angemeldet wurde, zum Herstellen einer Phasenaustauschtinte verwendet werden.

[0031] Phasenaustauschtinten des Standes der Technik zur Verwendung in direkten und indirekten Transferdrucksystemen werden im US-Patent Nr. 4 889 560 und 5 372 852 beschrieben. Diese Tinten bestehen aus einer Phasenaustauschtintenträgerzusammensetzung, die ein oder mehr fettamidhaltige Materialien, die üblicherweise aus einem Monoamidwachs und einem Tetraamidharz bestehen, einen oder mehr Klebrigmacher, einen oder mehr Weichmacher und einen oder mehr Antioxidantien in Kombination mit verträglichen Farbmitteln umfassen. Ein bevorzugtes Tetraamidharz ist ein Tetraamid auf Grundlage einer dimeren Säure, das das Reaktionsprodukt einer dimeren Säure, Ethylendiamin und Stearinsäure ist. Ein bevorzugtes Monoamid ist Stearylstearamid. Ein bevorzugtes klebrigmachendes Harz ist ein Glycerinester von hydrierter Abietinsäure (Harzsäure) und ein bevorzugtes Antioxidans ist das von Uniroyal Chemical Company unter dem Handelsnamen Naugard 524 gelieferte. Die in der vorliegenden Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Harze und/oder von einem Isocyanat abgeleiteten Wachse ersetzen einen oder mehr Bestandteile bei den vorstehenden Phasenaustauschtintenträgerzusammensetzungen oder bei den in der vorliegenden Erfindung verwendeten Tinten können alle vorstehenden Bestandteile durch die in der vorliegenden Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Harze und/oder Wachse ersetzt sein. Die Vorteile mit den aus einem Isocyanat abgeleiteten Harzen und/oder aus einem Isocyanat abgeleiteten Wachsen formulierter Tinten gegenüber den Phasenaustauschtinten des Standes der Technik sind:

(1) Die in dieser Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Harze und Wachse sind sehr rein, wobei sie frei von Salzen und anderen unlöslichen Verunreinigungen sind. Dies macht die aus diesen Materialien hergestellten Tinten leicht filterbar und sorgt für eine hohe Zuverlässigkeit bei Tintenstrahldruckvorrichtungen. Dies ist ein Hauptvorteil.

(2) Die in dieser Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Harze und Wachse sind besonders maßgeschneidert, um gewisse physikalische Eigenschaften zu ergeben, die das Leistungsverhalten der in dieser Erfindung verwendeten Tinten in Tintenstrahldruckvorrichtungen und auf dem Ausgabesubstrat optimieren. Diese gewünschten Tinteneigenschaften schließen den Schmelzpunkt, die Viskosität, Transparenz und die im vorgenannten US-Patent Nr. 5 389 958 zitierten dynamischen mechanischen Eigenschaften ein.

(3) Die in dieser Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Harze können in bestimmten Kombinationen mit anderen Phasenaustauschtintenträgermaterialien unter Ergeben von Tintenzusammensetzungen verwendet werden, die eine gegenüber Tintenzusammensetzungen des Standes der Technik verbesserte Streckspannung-Temperatur-Kurve zeigen. Dies ermöglicht es, daß Tintentröpfchen während des Fixier- und Transferschritts bei einem indirekten Druckverfahren bei erhöhten Temperaturen, aber bei einem niedrigeren Druck aufgetragen werden, als es bei Tinten des Standes der Technik möglich war.

[0032] Viele andere Patente beschreiben andere Materialien zur Verwendung in Phasenaustauschtintenstrahl-tinten. Einige repräsentative Beispiele schließen US-Patent Nr. 3 653 932, 4 390 369, 4 484 948, 4 684 956, 4 851 045, 5 006 170, 5 151 120, die EP-Veröffentlichung Nr. 0 187 352 und 0 206 286 und die PCT-Patentanmeldung 94/04619 ein. Diese anderen Materialien können Paraffine, mikrokristalline Wachse, Polyethylenwachse, Esterwachse, Amidwachse, Fettwachse, Fettalkohole, Fettamide und andere Wachsmaterialien, Sulfonamidmaterialien, aus verschiedenen natürlichen Quellen hergestellte Harzmaterialien (Tallöl-Harzsäuren und Harzsäureester sind ein Beispiel) und viele synthetische Harze, Oligomere, Polymere, Copolymere und Ionomere einschließen. Für den Fachmann ist offensichtlich, daß die in dieser Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Materialien in Tinten verwendet werden können, die aus vielen verschiedenen Kombinationen dieser Materialien hergestellt wurden.

[0033] Das vorgenannte US-Patent Nr. 5 496 879 und die an Siegwirk Farbenfabrik Keller, Dr. Rung und Co. übertragenen deutschen Patentveröffentlichungen DE-A-42 05 636 und DE-A-42 05 713 beschreiben Materialien, die zum Phasenaustausch- oder Hot-melt-Tiefdruck verwendet werden. Für den Fachmann ist offensichtlich, daß die in dieser Erfindung verwendeten, aus einem Isocyanat abgeleiteten Materialien mit diesen Materialien verträglich sind und ebenfalls bei dieser Anwendung oder anderen, ähnlichen Druckverfahren verwendet werden können, die die Hot-melt-Tintentechnologie einsetzen.

[0034] Für den Fachmann ist ferner offensichtlich, daß andere Tintenfarben außer den subtraktiven, Grundfarben für Anwendungen wie etwa postalische Kennzeichnung oder industrielle Kennzeichnung und Markierung unter Anwenden des Phasenaustauschdrucks erwünscht sind und daß diese Erfindung auf diese Bedürfnisse anwendbar ist. Infrarot (IR) oder Ultraviolett (UV) absorbierende Farbstoffe können ebenfalls in die in dieser Erfindung verwendeten Tinten zur Verwendung bei Anwendungen wie etwa „unsichtbares“ Kodieren oder Markieren von Erzeugnissen aufgenommen werden.

[0035] Die in der vorliegenden Erfindung verwendeten Tinten können gleichermaßen gut in Geräten für den direkten oder indirekten (Offset-) Druck eingesetzt werden. Beim Einsetzen in direkten Druckanwendungen kann ein geeignetes Verfahren zum direkten Drucken oder Herstellen einer Schicht aus einer farbigen Phasenaustauschtinte auf der Oberfläche eines Substrats folgendes umfassen:

- (1) Bilden einer Phasenaustauschtintenzusammensetzung in fester Phase, die ein Gemisch aus (a) einer Phasenaustauschträgerzusammensetzung und (b) einem Phasenaustausch-verträglichen Farbmittel umfaßt;
- (2) Überführen der farbigen Phasenaustauschtintenzusammensetzung in fester Phase zu einem Mittel oder Druckkopf für eine Phasenaustauschtintenanwendung;
- (3) Erhöhen der Betriebstemperatur des Mittels oder Druckkopfs für die Anwendung auf einen Wert, bei dem eine farbige Phasenaustauschtintenzusammensetzung in flüssiger Phase gebildet wird;
- (4) Bereitstellen eines Substrats in der Nähe des Mittels für die Anwendung;
- (5) Aufbringen eines vorbestimmten Musters aus der farbigen Phasenaustauschtintenzusammensetzung in flüssiger Phase auf wenigstens eine Oberfläche des Substrats und
- (6) Erniedrigen der Temperatur der aufgebracht Tintenzusammensetzung unter Bilden eines Phasenaustauschtintensmusters in fester Phase auf dem Substrat.

[0036] Ein geeignetes direktes Druckverfahren wird im US-Patent Nr. 5 195 430 genauer beschrieben.

[0037] Beim Einsetzen in indirekten oder Offsetdruckanwendungen kann ein geeignetes Verfahren zum indirekten Drucken oder Herstellen einer Schicht aus einer farbigen Phasenaustauschtinte auf der Oberfläche eines Substrats durch Überführen von einer Zwischenübertragungsfläche folgendes umfassen:

- (1) Bilden einer Phasenaustauschtintenzusammensetzung in fester Phase, die ein Gemisch aus (a) einer Phasenaustauschträgerzusammensetzung und (b) einem Phasenaustausch-verträglichen Farbmittel umfaßt;
- (2) Überführen der farbigen Phasenaustauschtintenzusammensetzung in fester Phase zu einem Mittel oder Druckkopf für eine Phasenaustauschtintenanwendung;
- (3) Erhöhen der Betriebstemperatur des Mittels oder Druckkopfs für die Anwendung auf einen Wert, bei dem

eine farbige Phasenaustauschtintenzusammensetzung in flüssiger Phase gebildet wird;

(4) Bereitstellen einer Zwischenübertragungsoberfläche in der Nähe des Mittels für die Anwendung;

(5) Aufbringen eines vorbestimmten Musters aus der farbigen Phasenaustauschtintenzusammensetzung in flüssiger Phase auf die Zwischenübertragungsoberfläche;

(6) Erniedrigen der Temperatur der aufgetragenen Tintenzusammensetzung unter Bilden eines Phasenaustauschtintensmusters in fester Phase auf der Zwischenübertragungsoberfläche bei einer zweiten, dazwischen liegenden Temperatur;

(7) Überführen der Phasenaustauschtintenzusammensetzung von der Zwischenübertragungsoberfläche auf ein endgültiges Substrat und

(8) Fixieren der Phasenaustauschtintenzusammensetzung auf dem Substrat und Bilden eines bedruckten Substrats, wobei die Phasenaustauschtintenzusammensetzung (a) eine Druckfließgrenze, die es erlaubt, daß sie zum Auftragen und Verformen ohne Spannungszunahme gedehnt werden kann, wenn Druckkräfte bei der zweiten Betriebstemperatur darauf angewendet werden und eine ausreichende innere Bindefestigkeit zum Vermeiden einer Streifenbildung durch Scherung und eines schlechten Verhaltens, wenn die Phasenaustauschtintenzusammensetzung auf das Substrat überführt und darauf fixiert wird und (b) eine Biegsamkeit auf dem Substrat nach dem Fixieren aufweist.

[0038] Ein geeignetes Offset- oder indirektes Druckverfahren wird im US-Patent Nr. 5 389 958 genauer beschrieben.

[0039] Die vorliegende Erfindung wird mittels der folgenden Beispiele und Vergleiche genauer beschrieben. Beispiel 1, 5, 7, 8, 9 und 10 zeigen die Herstellung der in der Erfindung verwendeten Harze und Wachse. Beispiel 16 und 17 sind erfindungsgemäß hergestellte Tinten gerichtet. Alle Teile und Prozentangaben sind in Gewicht und alle Temperaturen sind Grad Celsius, solange nicht ausdrücklich anders angegeben. Es ist anzumerken, daß obschon die folgenden Beispiele nur ein Farbmittel anführen können, es sich versteht, daß jedes einzelne Beispiel nur zur Veranschaulichung dient und jedes beim subtraktiven Farbdruck verwendete Grundfarbmittel (cyan, gelb, magenta und schwarz) in jedem Fall eingesetzt werden kann.

BEISPIEL 1

Reaktionsprodukt von Hydroabietylalkohol und Isophorondiisocyanat

[0040] Etwa 391,9 g (1,351 Mol) Abitol E Hydroabietylalkohol (Abitol E – von Hercules Inc. aus Wilmington, Delaware, erhältlichlicher Hydroabietylalkohol) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N₂-Atmosphäreneinlaß, 200-ml-Zugabetrichter und einem Thermolement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 1000 ml-Vierhals-Harzessel zugefügt. Der Kessel wurde unter Rühren unter einer N₂-Atmosphäre auf etwa 100°C erhitzt und etwa 150,0 Gramm (0,676 Mol) Isophorondiisocyanat (Desmodur 1 – von Bayer Corp. aus Pittsburg, Pennsylvania, erhältlichliches Isophorondiisocyanat) wurden dem Zugabetrichter zugefügt. Etwa 0,50 Gramm Dibutylzinndilaurat (von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältlichliches Dibutylzinndilaurat)-Katalysator wurden dem Abitol E zugefügt, gefolgt von der tropfenweisen Zugabe des Isophorondiisocyanats über 3 Stunden. Die Temperatur wurde während dieses Zeitraums von 3 Stunden allmählich auf etwa 155°C erhöht. Nach weiteren 2 Stunden bei etwa 155°C wurde eine Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie (FT-IR) des Produkts durchgeführt, um sicherzustellen, daß alles Isocyanat (NCO) verbraucht wurde. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Urethanfrequenzen entsprechender Peaks bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹ wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das fertige Diurethanharzprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur ein klares, festes Harz, das durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Plattviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 4072,9 cPs, ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 72,0°C bis etwa 76,0°C und eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa 48°C.

BEISPIEL 2

Reaktionsprodukt aus 1,5 Teilen Hydroabietylalkohol, 0,5 Teilen Octadecylamin und Isophorondiisocyanat

[0041] Etwa 240,2 g (0,676 Mol) Hydroabietylalkohol (Abitol E – von Hercules Inc. aus Wilmington, Delaware, erhältlichlicher Hydroabietylalkohol) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N₂-Atmosphäreneinlaß, 200-ml-Zugabetrichter und einem Thermolement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 1000 ml-Vierhals-Harzessel zugefügt. Etwa 100,0 Gramm (0,45 Mol) Isophorondiisocyanat (Desmodur I – von Bayer Corp.

aus Pittsburg, Pennsylvania, erhältliches Isophorondiisocyanat) wurden dem Zugabetrichter zugefügt. Zuerst wurde das Rühren des Hydroabietylalkohols begonnen und anschließend wurde alles Isophorondiisocyanat während ungefähr 5 Minuten zugefügt. Etwa 0,22 Gramm Dibutylzinndilaurat(von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat)-Katalysator wurden zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde unter einer N₂-Atmosphäre auf etwa 125°C erhitzt. Nach 4 Stunden bei 125°C wurden etwa 59,95 Gramm (0,225 Mol) Octadecylamin(von ACROS Organics of New Jersey erhältliches Octadecylamin (technische Qualität)) zugefügt und die Temperatur wurde auf etwa 150°C erhöht und ungefähr 2 Stunden gehalten. Ein FT-IR des Produkts wurde durchgeführt, um sicherzustellen, daß alle NCO-Funktionen verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Harnstofffrequenzen bei etwa 1705–1635 cm⁻¹ und etwa 1515–1555 cm⁻¹ und Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das fertige gemischte Urethan/Harnstoffharzprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur ein klares, festes Harz, das durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 314,8 cPs, ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 67,9°C bis etwa 87,0°C und eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa 23°C.

BEISPIEL 3

Reaktionsprodukt von 1,25 Teilen Hydroabietylalkohol, 0,75 Teilen Octadecylamin und Isophorondiisocyanat

[0042] Etwa 150,1 Gramm (0,422 Mol) Hydroabietylalkohol(Abitol E – von Hercules Inc. aus Wilmington, Delaware, erhältliches Hydroabietylalkohol) und etwa 75,0 Gramm (0,338 Mol) Isophorondiisocyanat(Desmodur I – von Bayer Corp. aus Pittsburg, Pennsylvania, erhältliches Isophorondiisocyanat) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 500 ml-Dreihals-Harzessel zugefügt. Das Rühren wurde begonnen und anschließend wurden etwa 0,22 Gramm Dibutylzinndilaurat(von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat)-Katalysator zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde unter einer N₂-Atmosphäre auf etwa 130°C erhitzt. Nach 4 Stunden bei etwa 130°C wurden etwa 67,45 Gramm (0,253 Mol) Octadecylamin(von ACROS Organics of New Jersey erhältliches Octadecylamin (technische Qualität)) zugefügt und die Temperatur wurde auf etwa 150°C erhöht und ungefähr 2 Stunden gehalten. Ein FT-IR des Produkts wurde durchgeführt, um sicherzustellen, daß alle NCO-Funktionen verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Harnstofffrequenzen bei etwa 1705–1635 cm⁻¹ und etwa 1515–1555 cm⁻¹ und Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das fertige gemischte Urethan/Harnstoffharzprodukt wurde anschließend in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur ein klares, festes Harz, das durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 275,0 cPs, ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 68,4°C bis etwa 89,0°C und eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa 17°C.

BEISPIEL 4

Reaktionsprodukt von 1 Teil Hydroabietylalkohol, 1 Teil Octadecylamin und Isophorondiisocyanat

[0043] Etwa 120,1 g (0,338 Mol) Hydroabietylalkohol(Abitol E – von Hercules Inc. aus Wilmington, Delaware, erhältliches Hydroabietylalkohol) und etwa 75,0 Gramm (0,338 Mol) Isophorondiisocyanat(Desmodur 1 – von Bayer Corp. aus Pittsburg, Pennsylvania, erhältliches Isophorondiisocyanat) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 500 ml-Dreihals-Harzessel zugefügt. Das Rühren wurde begonnen und anschließend wurden etwa 0,22 Gramm Dibutylzinndilaurat(von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat)-Katalysator zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde unter einer N₂-Atmosphäre auf etwa 90°C erhitzt. Nach 1 Stunde bei etwa 90°C wurde die Temperatur auf etwa 110°C erhöht und 2 Stunden gehalten. Etwa 89,93 Gramm (0,338 Mol) Octadecylamin(von ACROS Organics of New Jersey erhältliches Octadecylamin (technische Qualität)) wurden zugefügt und die Temperatur wurde auf etwa 130°C erhöht und ungefähr 2 Stunden gehalten. Ein FT-IR des Produkts wurde durchgeführt, um sicherzustellen, daß alle NCO-Funktionen verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftre-

ten (oder die Größenzunahme) Harnstofffrequenzen bei etwa 1705–1635 cm^{-1} und etwa 1515–1555 cm^{-1} und Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm^{-1} und etwa 1540–1530 cm^{-1} entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das fertige gemischte Urethan/Harnstoffharzprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur ein klares, festes Harz, das durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 15,7 cPs, ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 73,2°C bis etwa 110°C und eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa 16°C.

BEISPIEL 5

Reaktionsprodukt aus Octylphenoethoxylat und Isophorondiisocyanat

[0044] Etwa 450,4 g (1,802 Mol) Triton X15 Octylphenoethoxylat (Triton X15 Octylphenoethoxylat ist von Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc. aus Danbury, Connecticut, erhältlich. Anmerkung: von Rhone-Poulenc Co., Cranbury, NJ, erhältlich IGEPAL CA-210 Octylphenoethoxylat kann bei dieser Reaktion Triton X15 direkt ersetzen) und etwa 200,0 Gramm (0,901 Mol) Isophorondiisocyanat (VESTANAT IPDI – von Huls America, Inc. aus Piscataway, New Jersey, erhältlich Isophorondiisocyanat) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N_2 -Atmosphäreinlaß und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 1000 ml-Drehhals-Harzessel zugefügt. Das Gemisch wurde 10 Minuten gerührt und anschließend wurden etwa 0,33 Gramm Dibutylzinndilaurat (von Aldrich Chemical aus Milwaukee, Wisconsin, erhältlich Dibutylzinndilaurat)-Katalysator zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde unter einer N_2 -Atmosphäre auf etwa 150°C erhitzt. Nach 5,5 Stunden bei etwa 150°C wurde ein FT-IR des Produkts durchgeführt, um sicherzustellen, daß alle NCO-Funktionen verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm^{-1} (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm^{-1} und etwa 1540–1530 cm^{-1} entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das fertige Diurethanharzprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur ein klares, festes Harz, das durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 124,7 cPs, ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 51,3°C bis etwa 81,9°C und eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa 36°C.

BEISPIEL 6

Reaktionsprodukt aus Octadecylalkohol, Octadecylamin und Isophorondiisocyanat

[0045] Etwa 243,2 g (0,901 Mol) Octadecylalkohol (von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältlich Octadecylalkohol) und etwa 200,0 Gramm (0,901 Mol) Isophorondiisocyanat (Desmodur I – von Bayer Corp. aus Pittsburg, Pennsylvania, erhältlich Isophorondiisocyanat) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N_2 -Atmosphäreinlaß und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 1000 ml-Drehhals-Harzessel zugefügt. Das Rühren wurde begonnen und anschließend wurden etwa 0,33 Gramm Dibutylzinndilaurat (von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältlich Dibutylzinndilaurat)-Katalysator zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde unter einer N_2 -Atmosphäre auf etwa 90°C erhitzt. Nach 4 Stunden wurde die Temperatur auf etwa 120°C erhöht und etwa 239,8 Gramm (0,901 Mol) Octadecylamin (von ACROS Organics aus New Jersey erhältlich Octadecylamin (technische Qualität)) wurden während 15 Minuten zugefügt. Die Temperatur wurde auf etwa 150°C erhöht und ungefähr 4 Stunden gehalten. Ein FT-IR des Produkts wurde durchgeführt, um sicherzustellen, daß alle NCO-Funktionen verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm^{-1} (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Harnstofffrequenzen bei etwa 1705–1635 cm^{-1} und etwa 1515–1555 cm^{-1} und Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm^{-1} und etwa 1540–1530 cm^{-1} entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das fertige gemischte Urethan/Harnstoffharzprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur ein klares, festes Harz, das durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 39,9 cPs, ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 63,2°C bis etwa 92,0°C und eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa -29°C.

BEISPIEL 7

Reaktionsprodukt aus Octadecylalkohol und Isophorondiisocyanat

[0046] Etwa 103,14 g (0,382 Mol, 0,382 Äquiv.) Octadecylalkohol(von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältlich Octadecylalkohol) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N₂-Atmosphäreneinlaß, einem 200-ml-Zugabetrichter und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 500 ml-Vierhals-Harzkessel zugefügt. Der Kessel wurde unter Rühren unter einer N₂-Atmosphäre auf etwa 80°C erhitzt und etwa 42,4 Gramm (0,191 Mol, 0,382 Äquiv.) Isophorondiisocyanat(Desmodur I – von Bayer Corp. aus Pittsburgh, Pennsylvania, erhältlich Isophorondiisocyanat) wurden dem Zugabetrichter zugefügt. Isophorondiisocyanat wurde anschließend während 1 Stunde bei etwa 80°C tropfenweise zugefügt. Die Temperatur wurde auf etwa 120°C erhöht und 3 Stunden gehalten. Ein FT-IR des Produkts wurde durchgeführt, um sicherzustellen, daß alle NCO-Funktionen verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das fertige Diurethanharzprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur ein klares, festes Harz, das durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 10,8 cPs und ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 51,2°C. Es wurde ein Versuch zum Messen der T_g mittels Differentialscanningkalorimetrie durch ein Kalorimeter DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute unternommen, aber es wurde festgestellt, daß die T_g nicht meßbar war.

BEISPIEL 8

Reaktionsprodukt aus Octadecylamin und Isophorondiisocyanat

[0047] Etwa 359,7 g (1,351 Mol) Octadecylamin(von ACROS Organics aus New Jersey erhältlich Octadecylamin (technische Qualität)) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N₂-Atmosphäreneinlaß, Zugabetrichter (200 ml) und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 1000 ml-Vierhals-Harzkessel zugefügt. Der Kessel wurde unter Rühren unter einer N₂-Atmosphäre auf etwa 70°C erhitzt und etwa 150 Gramm (0,676 Mol) Isophorondiisocyanat(Desmodur I – von Bayer Corp. aus Pittsburgh, Pennsylvania, erhältlich Isophorondiisocyanat) wurden dem Zugabetrichter zugefügt. Das Isophorondiisocyanat wurde anschließend dem Octadecylamin während 2 Stunden tropfenweise zugefügt, wobei die Temperatur allmählich auf 165°C erhöht wurde als die Viskosität zunahm. Der Inhalt wurde 1 Stunde bei etwa 165°C gehalten und ein FT-IR des Produkts wurde durchgeführt, um sicherzustellen, daß alle NCO-Funktionen verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Harnstofffrequenzen bei etwa 1705–1635 cm⁻¹ und etwa 1515–1555 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das fertige Diharnstoffharzprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur ein klares, festes Harz, das durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 988,0 cPs, ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 84,4°C bis etwa 93,9°C und durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa -14°C.

BEISPIEL 9

Reaktionsprodukt aus Octadecylamin und Octadecylisocyanat

[0048] Etwa 250,0 g (0,877 Mol) Octadecylisocyanat(Mondur O– von Bayer Corp. aus Pittsburgh, Pennsylvania erhältlich Octadecylisocyanat) und etwa 233,3 Gramm (0,877 Mol) Octadecylamin(von ACROS Organics aus New Jersey erhältlich Octadecylamin (technische Qualität)) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 1000 ml-Drehhals-Harzkessel zugefügt. Der Kessel wurde unter Rühren unter einer N₂-Atmosphäre auf etwa 130°C erhitzt und 6 Stunden gehalten. Ein FT-IR des Produkts wurde durchgeführt, um sicherzustellen, daß alle NCO-Funktionen verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Harnstofffrequenzen bei etwa 1705–1635 cm⁻¹ und etwa 1515–1555 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das fertige Monoharnstoffwachsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses Endpro-

DE 697 24 705 T2 2004.03.25

dukt war bei Raumtemperatur ein weißer, wachsartiger Feststoff, der durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 13,2 cPs und ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 113,4°C bis etwa 113,6°C.

BEISPIEL 10

Reaktionsprodukt aus Octadecylalkohol und Octadecylisocyanat

[0049] Etwa 250,0 g (0,877 Mol) Octadecylisocyanat(Mondur O – von Bayer Corp. aus Pittsburg, Pennsylvania erhältlich Octadecylisocyanat) und etwa 236,7 Gramm (0,867 Mol) Octadecylalkohol(von Vista Chemical Company aus Houston, Texas, erhältlich Alfol 18 Alkohol (Octadecylalkohol)) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 1000 ml-Dreihals-Harzessel zugefügt. Der Kessel wurde unter Rühren unter einer N₂-Atmosphäre auf etwa 120°C erhitzt und etwa 0,5 Gramm Dibutylzinndilaurat(von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältlich Dibutylzinndilaurat)-Katalysator wurden zugefügt. Das Reaktionsgemisch wurde ungefähr 4 Stunden auf etwa 120°C erhitzt, anschließend wurde auf etwa 140°C erhöht und 2 Stunden gehalten. Ein FT-IR des Produkts wurde durchgeführt, um sicherzustellen, daß alle NCO-Funktionen verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das fertige Monourethanwachsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses Endprodukt war bei Raumtemperatur ein weißer, wachsartiger Feststoff, der durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet ist: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 3,7 cPs und ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 84,5°C bis etwa 87,7°C.

BEISPIEL 11

Aus Monoamidwachs, Urethanharz und

Klebrigmacherharz hergestellte Cyantinte

[0050] Etwa 62,5 Gramm Diurethanharz-Reaktionsprodukt aus Beispiel 5, etwa 62,5 Gramm im Handel als Arakawa KE-100(KE-100 – von Arakawa Chemical Industries, Ltd. aus Osaka, Japan, erhältlich Glycerinester hydrierter Abietinsäure (Harzsäure)) erhältlich Harzsäureester-Klebrigmacherharz, etwa 125 Gramm im Handel als Witco S-180(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältlich Stearylstearamid) erhältlich Stearylstearamid und etwa 0,4 Gramm Antioxidans(Naugard 445– von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältlich Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 wurden in einem Edelstahl-Becherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch etwa 1/2 Stunde Rühren in einem Mantel mit einer auf etwa 115°C eingeregelter Temperatur vermischt. Diesem Gemisch wurden etwa 5 Gramm Solvent Blue 44 zugefügt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die Cyantinte durch eine beheizte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenaustauschtinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen gelassen. Dieses fertige Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 12,4 cPs, ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bestimmter Schmelzpunkt von etwa 90°C und eine durch dynamisch-mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 42°C. Die Farbstärke der Tinte wurde mittels eines spektrophotographischen Verfahrens bestimmt, das auf der Messung des Farbmittels in Lösung durch Auflösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS beruht. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 2705 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{\max} gemessen.

BEISPIEL 12

Aus Amidwachs, gemischtem Urethan/Harnstoffharz und

Klebrigmacherharz hergestellte Cyantinte

[0051] Etwa 62,5 Gramm des Reaktionsproduktgemisches aus Urethan/Harnstoffharzmaterial aus Beispiel 6,

etwa 65 Gramm im Handel als Arakawa KE-100(KE-100 – von Arakawa Chemical Industries, Ltd. aus Osaka, Japan, erhältlichlicher Glycerinester hydrierter Abietinsäure (Harzsäure)) erhältliches Harzsäureester-Klebrigmacherharz, etwa 120 Gramm Stearylstearamid Witco S-180(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältlichliches Stearylstearamid) und 0,4 Gramm Antioxidans Uniroyal Naugard 445(Naugard 445 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältlichliches Antioxidans) wurden in einem Edelstahl-Becherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch etwa 1/2 Stunde Rühren in einem Mantel mit einer auf etwa 115°C eingeregelter Temperatur vermischt. Diesem Gemisch wurden etwa 5 Gramm Solvent Blue 44 zugefügt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die Cyantinte durch eine beheizte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenaustauschtinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen gelassen. Dieses fertige Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 12,9 cPs, ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bestimmter Schmelzpunkt von etwa 88°C und eine durch dynamisch-mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 41°C. Die Farbstärke der Tinte wurde mittels eines spektrophotographischen Verfahrens bestimmt, das auf der Messung des Farbmittels in Lösung durch Auflösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS beruht. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 2698 Milliliter·Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 13

Aus Amidwachs, Urethanharz und Klebrigmacherharz hergestellte Cyantinte

[0052] Etwa 57,5 Gramm des Diurethanharz-Reaktionsprodukts aus Beispiel 1, etwa 57,5 Gramm im Handel als Arakawa KE-100(KE-100 – von Arakawa Chemical Industries, Ltd. aus Osaka, Japan, erhältlichlicher Glycerinester hydrierter Abietinsäure (Harzsäure)) erhältliches Harzsäureester-Klebrigmacherharz, etwa 135 Gramm Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältlichliches Stearylstearamid) und etwa 0,5 Gramm Antioxidans Uniroyal Naugard 445(Naugard – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältlichliches Antioxidans) wurden in einem Edelstahl-Becherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch etwa 1/2 Stunde Rühren in einem Mantel mit einer auf etwa 115°C eingeregelter Temperatur vermischt. Diesem Gemisch wurden etwa 5 Gramm Solvent Blue 44 zugefügt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die Cyantinte durch eine beheizte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenaustauschtinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken vertestigen gelassen. Dieses fertige Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 13,2 cPs, ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bestimmter Schmelzpunkt von etwa 90°C und eine durch dynamisch-mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 49°C. Die Farbstärke der Tinte wurde mittels eines spektrophotographischen Verfahrens bestimmt, das auf der Messung des Farbmittels in Lösung durch Auflösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS beruht. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 2721 Milliliter·Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 14

Aus Amidwachs, Urethanharz und Harnstoffharz hergestellte Cyantinte

[0053] Etwa 56,25 Gramm des Diurethanharz-Reaktionsprodukts aus Beispiel 5, etwa 56,25 Gramm des Di-harnstoffharz-Reaktionsprodukts aus Beispiel 8, etwa 137,5 Gramm Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältlichliches Stearylstearamid) und etwa 0,5 Gramm Antioxidans Uniroyal Naugard 445(Naugard 455 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältlichliches Antioxidans) wurden in einem Edelstahl-Becherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch etwa 1/2 Stunde Rühren in einem Mantel mit einer auf etwa 115°C eingeregelter Temperatur vermischt. Diesem Gemisch wurden etwa 5 Gramm Solvent Blue 44 zugefügt.

[0054] Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die Cyantinte durch eine beheizte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von 15 psi filtriert. Die

filtrierte Phasenaustauschtinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken vertestigen gelassen. Dieses fertige Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 14,1 cPs, ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bestimmter Schmelzpunkt von etwa 90°C und eine durch dynamischmechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 30°C. Die Farbstärke der Tinte wurde mittels eines spektrophotographischen Verfahrens bestimmt, das auf der Messung des Farbmittels in Lösung durch Auflösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS beruht. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 2690 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 15

Aus Amidwachs, Urethanharz und gemischtem

[0055] Urethan/Harnstoffharz hergestellte Cyantinte Etwa 70 Gramm des Urethanmaterial-Reaktionsprodukts aus Beispiel 5, etwa 70 Gramm des Urethan/Harnstoffmischmaterial-Reaktionsprodukts aus Beispiel 6, etwa 110 Gramm Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältliches Stearylstearamid) und etwa 0,5 Gramm Antioxidans(Naugard 455 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 wurden in einem Edelstahl-Becherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch etwa 1/2 Stunde Rühren in einem Mantel mit einer auf etwa 115°C eingeregelter Temperatur vermischt. Diesem Gemisch wurden etwa 5 Gramm Solvent Blue 44 zugefügt.

[0056] Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die Cyantinte durch eine beheizte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenaustauschtinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken vertestigen gelassen. Dieses fertige Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 12,9 cPs, ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bestimmter Schmelzpunkt von etwa 88°C und eine durch dynamischmechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 24°C. Die Farbstärke der Tinte wurde mittels eines spektrophotographischen Verfahrens bestimmt, das auf der Messung des Farbmittels in Lösung durch Auflösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS beruht. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 2714 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 16

Aus Urethanwachs, Urethanharz, Klebrigmacherharz und polymerem Farbstoff hergestellte Gelbtinte

[0057] Etwa 77,8 Gramm des Urethanmaterial-Reaktionsprodukts aus Beispiel 5, etwa 77,7 Gramm im Handel als Arakawa KE-100(KE-100 – von Arakawa Chemical Industries, Ltd. aus Osaka, Japan, erhältlichlicher Glycerinester hydrierter Abietinsäure (Harzsäure)) erhältliches Harzsäureester-Klebrigmacherharz, etwa 132,5 Gramm des Monourethanwachsmaterial-Reaktionsprodukt aus Beispiel 10 (Stearylsteareurethan) und etwa 0,5 Gramm Antioxidans Uniroyal Naugard 445 wurden in einem Edelstahl-Becherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch etwa 1/2 Stunde Rühren in einem Mantel mit in einer auf etwa 115°C eingeregelter Temperatur vermischt. Diesem Gemisch wurden etwa 11,6 Gramm polymeres Farbmittel Milliken Chemical Y869 zugefügt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die Gelbtinte durch eine beheizte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenaustauschtinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken vertestigen gelassen. Dieses fertige Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 11,8 cPs und ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bestimmter Schmelzpunkt von etwa 80°C. Die T_g des fertigen Tintenprodukts wurde nicht gemessen. Die Farbstärke der Tinte wurde mittels eines spektrophotographischen Verfahrens bestimmt, das auf der Messung des Farbmittels in Lösung durch Auflösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS beruht. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 726 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 17

Aus Urethanwachs, Urethanharz und

Harnstoffharz hergestellte Schwarztinte

[0058] Etwa 79,3 Gramm des Urethanmaterial-Reaktionsprodukts aus Beispiel 5, etwa 79,3 Gramm des Harnstoffharzmaterial-Reaktionsprodukt aus Beispiel 8, etwa 135 Gramm des Monourethanwachsmaterial-Reaktionsprodukts aus Beispiel 10 (Stearylsteareurethan) und etwa 0,5 Gramm Antioxidans(Naugard 455 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 wurden in einem Edelstahl-Becherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch etwa 1/2 Stunde Rühren in einem Mantel mit einer auf etwa 115°C eingeregelter Temperatur vermischt. Diesem Gemisch wurden etwa 5,8 Gramm Solvent Black 45 zugefügt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die Schwarztinte durch eine beheizte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenaustauschtinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen gelassen. Dieses fertige Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 15,2 cPs, ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bestimmter Schmelzpunkt von etwa 81 °C und eine durch dynamisch-mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 25°C. Die Farbstärke der Tinte wurde mittels eines spektrophotographischen Verfahrens bestimmt, das auf der Messung des Farbmittels in Lösung durch Auflösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS beruht. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 583 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 18

Aus Amidwachs, gemischtem Urethan/Harnstoffharz und cyanfarbenem Urethanharz hergestellte Cyantinte

[0059] Etwa 250 Gramm des cyanfarbenen Harzes aus Beispiel 2 der mitanhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. (noch nicht zugeteilt), unsere Akte APEP97524, die gleichzeitig hiermit und im Namen des Anmelders der vorliegenden Erfindung angemeldet wurde, etwa 250 Gramm des Urethan/Harnstoffmischmaterial-Reaktionsprodukts aus Beispiel 2, etwa 540 Gramm Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180 – von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältliches Stearylstearamid) und etwa 2,0 Gramm Antioxidans(Naugard 455 – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 wurden in einem Edelstahl-Becherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch etwa 1/2 Stunde Rühren in einem Mantel mit einer auf etwa 115°C eingeregelter Temperatur vermischt. Diesem Gemisch wurden etwa 5 Gramm Solvent Blue 44 zugefügt. Nach etwa 1/2 Stunde Rühren wurde die Cyantinte durch eine beheizte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenaustauschtinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken verfestigen gelassen. Dieses fertige Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 13,0 cPs, ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bestimmter Schmelzpunkt von etwa 89°C und eine durch dynamisch-mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 27,5°C. Die Farbstärke der Tinte wurde mittels eines spektrophotographischen Verfahrens bestimmt, das auf der Messung des Farbmittels in Lösung durch Auflösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS beruht. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 1069 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 19

Aus Amidwachs, gemischtem Urethan/Harnstoffharz und gelbfarbenem Urethanharz hergestellte Gelbtinte

[0060] Etwa 98,6 Gramm des gefärbten Harzes aus Beispiel 1 der mitanhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. (noch nicht zugeteilt), unsere Akte APEP97524, die gleichzeitig hiermit und im Namen des Anmelders der vorliegenden Erfindung angemeldet wurde, etwa 80,7 Gramm des Materials aus Beispiel 2, etwa 179 Gramm Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180 von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältliches Stearylstearamid) und etwa 0,7 Gramm Antioxidans(Naugard 455 – von Uniroyal Chemical

Company aus Oxford, Connecticut, erhältliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 wurden in einem Edelstahl-Becherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch etwa 1/2 Stunde Rühren in einem Mantel mit einer auf etwa 115°C eingeregelteten Temperatur vermischt. Die gelbe Tinte wurde anschließend durch eine beheizte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenaustauschtinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken vertfestigen gelassen. Dieses fertige Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 13,6 cPs, ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bestimmter Schmelzpunkt von etwa 90°C und eine durch dynamisch-mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 20°C. Die Farbstärke der Tinte wurde mittels eines spektrophotographischen Verfahrens bestimmt, das auf der Messung des Farbmittels in Lösung durch Auflösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS beruht. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 1497 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 20

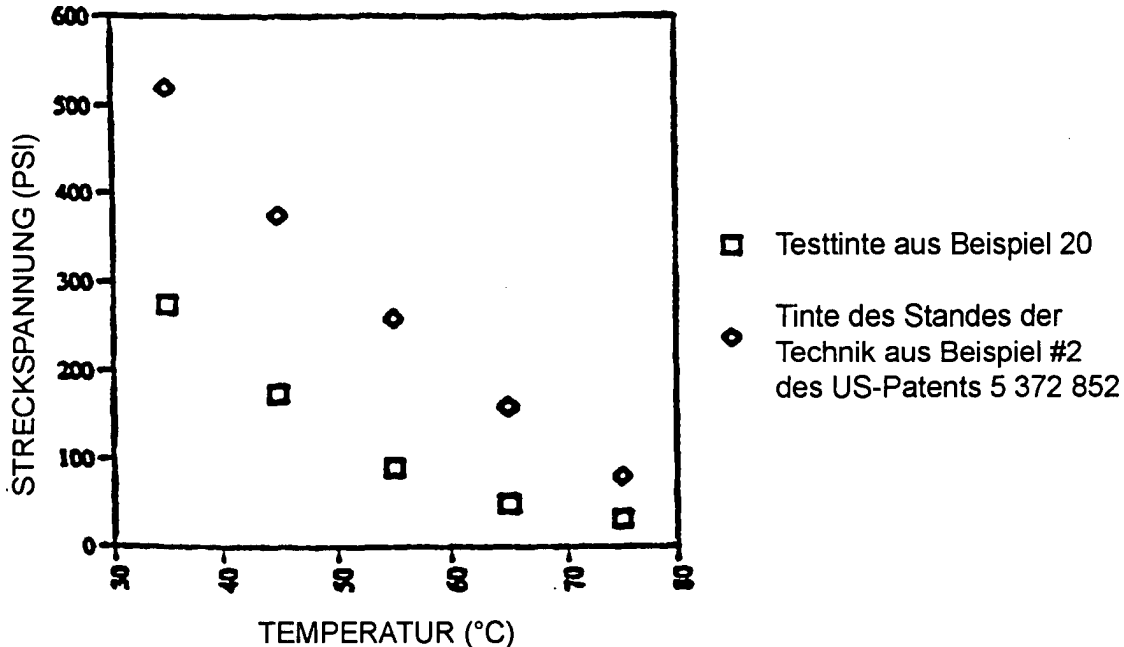
Aus Amidwachs, gemischtem Urethan/Harnstoffharz und schwarzfarbenem Urethanharz hergestellte
Schwarzintinte

[0061] Etwa 301 Gramm des gefärbten Harzes aus Beispiel 3 der mitanhängigen europäischen Patentanmeldung Nr. (noch nicht zugeteilt), unsere Akte APEP97524, die gleichzeitig hiermit und im Namen des Anmelders der vorliegenden Erfindung angemeldet wurde, etwa 374 Gramm des Urethan/Harnstoffmischmaterial-Reaktionsprodukts aus Beispiel 2, etwa 802 Gramm Witco S-180 Stearylstearamid(Kemamide S-180 von Witco Chemical Company aus Memphis, Tennessee, erhältliches Stearylstearamid) und etwa 3,0 Gramm Antioxidans(Naugard – von Uniroyal Chemical Company aus Oxford, Connecticut, erhältliches Antioxidans) Uniroyal Naugard 445 wurden in einem Edelstahl-Becherglas vereinigt. Die Materialien wurden bei einer Temperatur von etwa 140°C in einem Ofen zusammengeschmolzen und anschließend durch etwa 1/2 Stunde Rühren in einem Mantel mit einer auf etwa 115°C eingeregelteten Temperatur vermischt. Die Schwarzintinte wurde anschließend durch eine beheizte Mott-Apparatur (von Mott Metallurgical erhältlich) unter Verwenden von Whatman Filterpapier #3 und einem Druck von 15 psi filtriert. Die filtrierte Phasenaustauschtinte wurde in Formen gegossen und unter Bilden von Tintenblöcken vertfestigen gelassen. Dieses fertige Tintenprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 13,3 cPs, ein durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bestimmter Schmelzpunkt von etwa 89°C und eine durch dynamisch-mechanische Analyse mittels eines Rheometrics Solids Analyzers (RSAII) gemessene T_g von etwa 16°C. Die Farbstärke der Tinte wurde mittels eines spektrophotographischen Verfahrens bestimmt, das auf der Messung des Farbmittels in Lösung durch Auflösen der festen Tinte in Butanol und Messen der Absorption mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 2S UV/VIS beruht. Die Farbstärke der Tinte wurde zu etwa 869 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} gemessen.

BEISPIEL 21

Streckspannung-Temperatur-Kurve für die Tinte aus Beispiel 20 im Vergleich mit einer Phasenaustauschtinte des Standes der Technik

GRAPHISCHE DARSTELLUNG DER STAUCHUNGSDATEN FÜR BEISPIEL #20 GEGENÜBER EINER PHASENAUSTAUSCHTINTE DES STANDES DER TECHNIK



Die Tests wurden auf einem mechanischen Testgerät MTS SINTECH 2/D unter Verwenden zylindrischer Probenblöcke von etwa 19 mm x 19 mm ausgeführt

[0062] Diese Ergebnisse zeigen, daß die Testtinte aus Beispiel 20 weniger Druck zum Schmelzen der Testtinte bei erhöhter Temperatur als die Tinte des Standes der Technik erfordert und daher besser an Offsetdruckanwendungen angepaßt ist, obschon sie auch zum direkten Drucken geeignet ist.

DRUCKTEST

[0063] Die Tinten in Beispiel 11–20 wurden in einem Drucker Tektronix Phaser® 340, der ein Offsettransferdrucksystem verwendet, getestet. Von allen vorstehenden Tinten wurde gefunden, daß sie vollständig übertragen werden und Bilder mit guter Farbe, Druckqualität und Beständigkeit entweder als Grundfarben oder beim Verwenden in Kombination miteinander oder den im Handel erhältlichen Phaser® 340 Druckertinten ergeben.

[0064] Die Tinten in Beispiel 18–20 wurden in einem Drucker Tektronix Phaser® 300, der ein direktes Drucksystem verwendet, getestet. Von allen vorstehenden Tinten wurde gefunden, daß sie vollständig übertragen werden und Bilder mit guter Farbe, Druckqualität und Beständigkeit entweder als Grundfarben oder beim Verwenden in Kombination miteinander oder den im Handel erhältlichen Phaser® 300 Druckertinten ergeben.

PHYSIKALISCHE EIGENSCHAFTEN AUSGEWÄHLTER WACHSE, HARZE UND TINTEN

[0065] Tabelle 1 und 2 werden zum Veranschaulichen der Unterschiede bei den physikalischen Eigenschaften verwendet, die durch die geeignete Wahl der Funktionalität in analogen Testmolekülen erzielt werden können.

TABELLE 1		
Analoge Wachse		
	SCHMELZPUNKT	VISKOSITÄT BEI 140°C
Stearylsteareurethan (BEISPIEL 10)	84°C	3,7 cPs
Stearylstearamid (Witco S-180)	92°C	5,9 cPs
Stearylstearharnstoff (BEISPIEL 9)	113°C	13,2 cPs

TABELLE 2		
Analoge Stearyl/IPDI-Produkte		
	SCHMELZPUNKT	VISKOSITÄT bei 140°C
Stearyl/IPDI-Urethan (BEISPIEL 7)	48°C	11 cPs
gemischtes Stearyl/IPDI- Harnstoff/Urethan (Beispiel 6)	82°C	40 cPs
Stearyl/IPDI-Harnstoff (BEISPIEL 8)	107°C	988 cPs

[0066] Tabelle 3 veranschaulicht den Unterschied bei den physikalischen Eigenschaften von Harzen, die durch Mischen sowohl der Funktionalität als auch der Molekülgestalt und -größe erhalten werden können.

TABELLE 3	
Gemische aus Abietylalkohol und Stearylamin, die mit IPDI umgesetzt wurden	
Verhältnis Alkohol/Amin	T _g /Schmelzpunkt/Viskosität
100% Alkohol (BEISPIEL 1)	48°C / 72-76°C / 4079 cPs bei 140°C
75% Alkohol/25% Amin (BEISPIEL 2)	23°C / 68-87°C / 315 cPs bei 140°C
62,5% Alkohol/37,5% Amin (BEISPIEL 3)	17°C / 68-89°C / 275 cPs bei 140°C
50% Alkohol/50% Amin (BEISPIEL 4)	16°C / 73-110°C / 15,7 cPs bei 140°C

[0067] Die in der vorliegenden Erfindung verwendete Phasenaustauschtintenzusammensetzung kann eine

prozentuale Zusammensetzung von 0% bis 75 Gew.-% farbiges Harz, 0% bis 75 Gew.-% farbloses Harz und 25% bis 75 Gew.-% Wachs aufweisen. Ein bevorzugter Bereich ist 0% bis 50 Gew.-% farbiges Harz, 0% bis 50 Gew.-% farbloses Harz und 25% bis 75 Gew.-% Wachs. Der bevorzugteste Bereich ist 0% bis 40 Gew.-% farbiges Harz, 0% bis 40 Gew.-% farbloses Harz und 40% bis 60 Gew.-% Wachs.

[0068] Obschon die Erfindung vorstehend unter Bezug auf spezielle Ausführungsformen davon beschrieben worden ist, ist offensichtlich, daß viele Änderungen, Modifikationen und Variationen durchgeführt werden können, ohne von dem hierin offenbarten erfinderischen Konzept abzuweichen. Es ist zum Beispiel anzumerken, daß wenn ein Urethanprodukt erhalten wird, eine einzige Alkoholvorstufe oder mehrere Alkoholvorstufen mit einem geeigneten Isocyanat verwendet werden können, solange das erforderliche stöchiometrische Verhältnis erhalten bleibt. Wenn ein Harnstoff das Reaktionsprodukt ist, können eine einzige Aminvorstufe oder mehrere Aminvorstufen eingesetzt werden, solange das erforderliche stöchiometrische Verhältnis erhalten wird. Dementsprechend sollen alle derartigen Änderungen, Modifikationen und Variationen umfaßt sein, die unter den Umfang der angefügten Ansprüche fallen.

[0069] Beispiel 1 bis 3 der in Beispiel 18 bis 20 angeführten, mitanhängigen Anmeldung werden bequemlichkeitshalber nachstehend angeführt.

ERGÄNZUNGSBEISPIEL 1

Reaktionsprodukt von Octylphenoethoxylat, Isophorondiisocyanat und gelbem, reaktivem Farbmittel

[0070] Etwa 525,0 Gramm (4,73 Äquiv.) Isophorondiisocyanat(Desmodur I – von Bayer Corp, aus Pittsburg, Pennsylvania, erhältliches Isophorondiisocyanat) und 1,5 Gramm Dibutylzinndilaurat(von Aldrich Chemicals von Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat)-Katalysator, gefolgt von etwa 986 Gramm (3,88 Äquiv.) Octylphenoethoxylat(IGEPAL CA-210 Octylphenoethoxylat ist von Rhone-Poulenc Co., Cranbury, NJ, erhältlich) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermolement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 3000 ml-Drehhals-Harzessel zugefügt. Das Reaktionsgemisch wurde unter Rühren unter Stickstoff auf etwa 135°C erhitzt. Nach 2,0 Stunden bei etwa 135°C wurden etwa 346,1 Gramm (0,497 Äquiv.) eines gelben, polymeren Farbmittels, das Farbmittel A aus Tabelle 1 des US-Patents Nr. 5 231 135 entsprach, zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde ungefähr 2 Stunden erhitzt. Etwa 110,0 Gramm (0,433 Äquiv.) Octylphenoethoxylat wurden zusätzlich zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde ungefähr 2 Stunden auf etwa 150°C erhitzt. Ein FT-IR des Produkts wurde erhalten, um sicherzustellen, daß alle Isocyanatfunktionen (NCO) verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm⁻¹ (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Urethanfrequenzen bei etwa 1740–1680 cm⁻¹ und etwa 1540–1530 cm⁻¹ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das Diurethanreaktionsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses farbige Harzendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa 121 cPs, ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa 38°C bis etwa 115°C, eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von 20°C/Minute gemessene T_g von etwa 12,4°C und eine durch Verdünnen in n-Butanol mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 25 UV/VIS gemessene Farbstärke von etwa 5634 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} .

ERGÄNZUNGSBEISPIEL 2

Reaktionsprodukt von Octylphenoethoxylat, Isophorondiisocyanat und cyanfarbenem, reaktivem Farbmittel

[0071] Etwa 525,0 Gramm (4,73 Äquiv.) Isophorondiisocyanat(Desmodur I – von Bayer Corp. aus Pittsburg, Pennsylvania, erhältliches Isophorondiisocyanat), etwa 1,5 Gramm Dibutylzinndilaurat(von Aldrich Chemicals aus Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinndilaurat) -Katalysator und etwa 992,0 Gramm (3,91 Äquiv.) Octylphenoethoxylat(IGEPAL CA-210 Octylphenoethoxylat ist von Rhone-Poulenc Co., Cranbury, NJ, erhältlich) wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N₂-Atmosphäreneinlaß und einem Thermolement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 3000 ml-Drehhals-Harzessel zugefügt. Das Reaktionsgemisch wurde auf etwa 135°C erhitzt und unter Rühren unter Stickstoff ungefähr 3,5 Stunden dabei gehalten. Etwa 240,6 Gramm (0,473 Äquiv.) eines cyanfarbenen, polymeren Farbmittels(von Milliken and Company aus Spartanburg, South Carolina, erhältliches Experimental Blue III 9495–28) wurden anschließend zugefügt und das Gemisch wurde 2 Stunden auf etwa 135°C erhitzt. Etwa 110,0 Gramm (0,433 Äquiv.) Octylphenoethoxylat(IGEPAL CA-210 Octylphenoethoxylat ist von Rhone-Poulenc Co., Cranbury, NJ, erhältlich) wurden zusätzlich zugefügt und das Reaktionsgemisch wurde ungefähr 2 Stunden auf etwa 150°C erhitzt. Ein FT-IR des Produkts wurde erhalten, um sicherzustellen, daß alle Isocyanatfunktionen (NCO) verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwin-

den) eines Peaks bei etwa 2285 cm^{-1} (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Urethanfrequenzen bei etwa $1740\text{--}1680\text{ cm}^{-1}$ und etwa $1540\text{--}1530\text{ cm}^{-1}$ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das Diurethanreaktionsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses farbige Harzendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa $181,8\text{ cPs}$, ein durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät bestimmter Schmelzpunkt von etwa $59,9\text{--}70,2^\circ\text{C}$, eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von $20^\circ\text{C}/\text{Minute}$ gemessene T_g von etwa $23,1^\circ\text{C}$ und eine durch Verdünnen in n-Butanol mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 25 UV/VIS gemessene Farbstärke von etwa 5588 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} .

ERGÄNZUNGSBEISPIEL 3

Reaktionsprodukt von Octylphenoethoxylat, Isophorondiisocyanat und gemischten, schwarzen, reaktiven Farbstoffen

[0072] Etwa $150,0\text{ Gramm}$ ($0,295\text{ Äquiv.}$) cyanfarbenes, polymeres, reaktives Farbstoff (von Milliken and Company aus Spartanburg, South Carolina, erhältliches Experimental Blue III 9495–28), etwa $225,0\text{ Gramm}$ ($0,147\text{ Äquiv.}$) eines dem Farbstoff U aus Tabelle 1 des US-Patents Nr. 5 231 135 entsprechenden, violetten, polymeren Farbstoffs, etwa $345,0\text{ Gramm}$ ($0,552\text{ Äquiv.}$) eines Farbstoff B aus Tabelle 1 des US-Patents Nr. 5 231 135 entsprechenden, orangefarbenen, polymeren, reaktiven Farbstoffs, etwa $450,0\text{ Gramm}$ ($4,054\text{ Äquiv.}$) Isophorondiisocyanat (Desmodur 1 – von Bayer Corp. aus Pittsburg, Pennsylvania, erhältliches Isophorondiisocyanat) und etwa $0,18\text{ Gramm}$ Dibutylzinn-dilaurat (von Aldrich Chemicals von Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinn-dilaurat) -Katalysator wurden einem mit einem Trubore-Rührer, einem N_2 -Atmosphärenreinlaß und einem Thermoelement-Temperaturkontrollgerät ausgestatteten 3000 ml -Dreihals-Harzessel zugefügt. Das Reaktionsgemisch wurde unter Rühren unter Stickstoff auf etwa 90°C erhitzt. Nach $3,5\text{ Stunden}$ bei etwa 90°C wurden etwa $1,0\text{ Gramm}$ weiterer Dibutylzinn-dilaurat-Katalysator (von Aldrich Chemicals von Milwaukee, Wisconsin, erhältliches Dibutylzinn-dilaurat) und etwa $805,0\text{ Gramm}$ ($3,012\text{ Äquiv.}$) Octylphenoethoxylat (Triton X15 Octylphenoethoxylat ist von Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc. aus Danbury, Connecticut, erhältlich) zugefügt und die Temperatur wurde auf etwa 130°C erhöht und ungefähr $3,5\text{ Stunden}$ gehalten. Ein FT-IR des Produkts wurde erhalten, um sicherzustellen, daß alle Isocyanatfunktionen (NCO) verbraucht wurden. Die Abwesenheit (das Verschwinden) eines Peaks bei etwa 2285 cm^{-1} (NCO) und das Auftreten (oder die Größenzunahme) Urethanfrequenzen bei etwa $1740\text{--}1680\text{ cm}^{-1}$ und etwa $1540\text{--}1530\text{ cm}^{-1}$ entsprechender Peaks wurden dazu verwendet, dies zu bestätigen. Das Diurethanreaktionsprodukt wurde in Aluminiumformen gegossen und Abkühlen und Härten gelassen. Dieses farbige Harzendprodukt war durch die folgenden physikalischen Eigenschaften gekennzeichnet: eine durch ein Ferranti-Shirley-Kegel-Platteviskosimeter bei etwa 140°C gemessene Viskosität von etwa $163,0\text{ cPs}$, ein unter Raumtemperatur liegender und durch ein elektrothermisches Kapillarschmelzpunktgerät nicht meßbarer Schmelzpunkt, eine durch Differentialscanningkalorimetrie mittels eines Kalorimeters DuPont 2100 bei einer Scangeschwindigkeit von $20^\circ\text{C}/\text{Minute}$ gemessene T_g von etwa $3,8^\circ\text{C}$ und eine durch Verdünnen in n-Butanol mittels eines Spektrophotometers Perkin Elmer Lambda 25 UV/VIS gemessene Farbstärke von etwa 4667 Milliliter-Absorptionseinheiten je Gramm bei λ_{max} .

Patentansprüche

1. Verwendung einer Phasenaustauschtintenträgerzusammensetzung, umfassend in Kombination:
 - (a) ein aus einem Isocyanat abgeleitetes Urethanharz, das aus Di- oder Polyisocyanaten abgeleitet ist,
 - (b) ein aus einem Isocyanat abgeleitetes Urethanwachs, das aus einem einwertigen Alkohol und einem Monoisocyanat abgeleitet ist, wobei entweder der Alkohol oder das Isocyanat oder beide eine Fettverbindung sind und
 - (c) einen Harzsäureesterklebstoff, zur Herstellung einer Phasenaustauschtintenzusammensetzung für den Tintenstrahldruck.
2. Verwendung des Anspruchs 1, wobei das aus einem Isocyanat abgeleitete Urethanharz das Reaktionsprodukt
 - (a) wenigstens eines Alkohols und
 - (b) eines Isocyanats ist.
3. Verwendung des Anspruchs 2, wobei das Isocyanat aus der aus einem Monoisocyanat, einem Diisocyanat, einem Triisocyanat, einem Copolymer eines Diisocyanats und einem Copolymer eines Triisocyanats be-

stehenden Gruppe ausgewählt ist.

4. Verwendung des Anspruchs 3, wobei das Isocyanat Isophorondiisocyanat ist.

5. Verwendung des Anspruchs 2, wobei der Alkohol aus der Gruppe einwertiger Alkohole ausgewählt ist, die aus einem aliphatischen Alkohol, einem aromatischen Alkohol und Derivaten davon, einem aliphatisch/aromatischen Alkohol, einem Alkohol eines kondensierten Rings und einem multifunktionellen Alkohol besteht.

6. Verwendung des Anspruchs 5, wobei der Alkohol aus der aus Hydroabietylalkohol, Octylphenoethoxylat und Octadecylalkohol bestehenden Gruppe ausgewählt ist.

7. Verwendung des Anspruchs 6, wobei der Alkohol Octylphenoethoxylat ist.

8. Verwendung des Anspruchs 1, wobei der einwertige Alkohol aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus einem aliphatischen Alkohol, einem aromatischen Alkohol und Derivaten davon, einem aliphatisch/aromatischen Alkohol, einem Alkohol eines kondensierten Rings und einem multifunktionellen Alkohol besteht.

9. Verwendung des Anspruchs 8, wobei der Alkohol aus der aus Hydroabietylalkohol, Octylphenoethoxylat und Octadecylalkohol bestehenden Gruppe ausgewählt ist.

10. Verwendung des Anspruchs 9, wobei der Alkohol Octadecylalkohol ist.

11. Verwendung des Anspruchs 1, wobei der Harzsäureester ein Glycerinharzsäureester ist.

12. Verwendung des Anspruchs 1, wobei die Zusammensetzung weiter ein Antioxidans enthält.

13. Verwendung einer Phasenaustauschtinträgerzusammensetzung, umfassend in Kombination:

- (a) ein aus einem Isocyanat abgeleitetes Urethanharz, das aus Di- oder Polyisocyanaten abgeleitet ist,
- (b) ein aus einem Isocyanat abgeleitetes Urethanwachs, das aus einem einwertigen Alkohol und einem Monoisocyanat abgeleitet ist, wobei entweder der Alkohol oder das Isocyanat oder beide eine Fettverbindung sind und
- (c) ein aus einem Isocyanat abgeleitetes Harnstoffharz, zur Herstellung einer Phasenaustauschtintenzusammensetzung für den Tintenstrahldruck.

14. Verwendung des Anspruchs 13, wobei das aus einem Isocyanat abgeleitete Urethanharz das Reaktionsprodukt

- (a) wenigstens eines Alkohols und
- (b) eines Isocyanats ist.

15. Verwendung des Anspruchs 14, wobei das Isocyanat aus der aus einem Monoisocyanat, einem Diisocyanat, einem Triisocyanat, einem Copolymer eines Diisocyanats und einem Copolymer eines Triisocyanats bestehenden Gruppe ausgewählt ist.

16. Verwendung des Anspruchs 15, wobei das Isocyanat Isophorondiisocyanat ist.

17. Verwendung des Anspruchs 14, wobei der Alkohol aus der Gruppe einwertiger Alkohole ausgewählt ist, die aus einem aliphatischen Alkohol, einem aromatischen Alkohol und Derivaten davon, einem aliphatisch/aromatischen Alkohol, einem Alkohol eines kondensierten Rings und einem multifunktionellen Alkohol besteht.

18. Verwendung des Anspruchs 17, wobei der Alkohol aus der aus Hydroabietylalkohol, Octylphenoethoxylat und Octadecylalkohol bestehenden Gruppe ausgewählt ist.

19. Verwendung des Anspruchs 18, wobei der Alkohol Octylphenoethoxylat ist.

20. Verwendung des Anspruchs 13, wobei der einwertige Alkohol aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus einem aliphatischen Alkohol, einem aromatischen Alkohol und Derivaten davon, einem aliphatisch/aromatischen Alkohol, einem Alkohol eines kondensierten Rings und einem multifunktionellen Alkohol besteht.

21. Verwendung des Anspruchs 20, wobei der Alkohol aus der aus Hydroabietylalkohol, Octylphenoetho-

xylat und Octadecylalkohol bestehenden Gruppe ausgewählt ist.

22. Verwendung des Anspruchs 21, wobei der Alkohol Octadecylalkohol ist.

23. Verwendung des Anspruchs 13, wobei das aus einem Isocyanat abgeleitete Harnstoffharz das Reaktionsprodukt

(a) wenigstens eines Amins und

(b) eines Isocyanats ist.

24. Verwendung des Anspruchs 23, wobei das Isocyanat aus der aus einem Monoisocyanat, einem Diisocyanat, einem Triisocyanat, einem Copolymer eines Diisocyanats und einem Copolymer eines Triisocyanats bestehenden Gruppe ausgewählt ist.

25. Verwendung des Anspruchs 24, wobei das Isocyanat Isophorondiisocyanat ist.

26. Verwendung des Anspruchs 23, wobei das Amin aus der Gruppe der Monoamine ausgewählt ist, die aus einem aliphatischen Amin, einem aromatischen Amin, einem aliphatisch/aromatischen Amin, einem Amin eines kondensierten Ringsystems, einem multifunktionellen Amin, einer eine Hydroxy/Aminogruppe enthaltenden Verbindung und einem Amid besteht.

27. Verwendung des Anspruchs 26, wobei das Amin Octadecylamin ist.

28. Verwendung des Anspruchs 13, wobei das aus einem Isocyanat abgeleitete Harnstoffharz durch Mischen und Erhitzen des Isocyanats und des Amins in einer inerten Atmosphäre hergestellt wird.

29. Verwendung des Anspruchs 13, wobei die Zusammensetzung weiter ein Antioxidans enthält.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen