



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 359 710**

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

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **05253638 .0**

(96) Fecha de presentación : **13.06.2005**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1609829**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **28.12.2005**

(54) Título: **Aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta y composición de tinta para chorro de tinta.**

(30) Prioridad: **22.06.2004 US 581965 P**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
26.05.2011

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
26.05.2011

(73) Titular/es: **ROHM AND HAAS COMPANY**
100 Independence Mall West
Philadelphia, Pennsylvania 19106-2399, US

(72) Inventor/es: **Hallden-Abberton, Michael y**
Crescimanno, Stephen A.

(74) Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 359 710 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta y composición de tinta para impresión por chorro de tinta

La invención se refiere a una composición de aglutinante de tintas para impresión por chorro de tinta y a las tintas para impresión por chorro de tinta que incluye el aglutinante. En particular, esta invención se refiere a un aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta que incluye una dispersión acuosa de partículas de polímero, el polímero incluye como unidades polimerizadas entre un 3% y un 20% en peso de monómero ácido monoetilénicamente insaturado, basándose en el peso del polímero, y tiene una temperatura de transición vítrea (de aquí en adelante "Tg") en la banda de entre -40° C y 120° C, y las partículas del polímero tienen un diámetro medio volumétrico de partícula medido mediante dispersión luminosa dinámica ("DLS") de al menos 35 nm mayor que el diámetro medio másico de partícula medido mediante fraccionamiento hidrodinámico capilar ("CHDF"). Además la invención se refiere a una composición de tinta para impresión por chorro de tinta que incluye el aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta, un colorante y un medio líquido.

La patente de EE.UU. núm. 6.716.912 divulga un aglutinante polimérico útil para tintas para impresión por chorro de tinta resistentes al agua en las que el aglutinante contiene un componente ácido en la banda de entre aproximadamente un 1% y aproximadamente un 10% en peso del polímero, una Tg en la banda de entre aproximadamente -20° C y aproximadamente 25° C y un diámetro medio de partícula en la banda de entre aproximadamente 250 y aproximadamente 400 nm y una distribución del tamaño de las partículas tal que esencialmente todas las partículas tienen un diámetro en la banda de entre 130 y 450 nm. La resistencia al emborronamiento por frotamiento en húmedo de las impresiones formadas a partir de estas tintas o la resistencia al emborronamiento mediante el uso de rotuladores fluorescentes fueron excelentes.

Similarmente, el documento US 6646024 divulga una composición de tinta que comprende un aglutinante polimérico que tiene entre un 1% y un 10% en peso de monómero ácido insaturado copolimerizado y que tiene una temperatura de transición vítrea Tg en la banda de entre -20° C y 70° C. El diámetro medio másico de partícula de las partículas del polímero aglutinante oscilaba entre 250 nm y aproximadamente 400 nm. La composición de tinta mostró una mayor resistencia a los rotuladores fluorescentes y disminuyó la aparición de problemas de mantenimiento tales como las obstrucciones.

Los aglutinantes de tinta para impresión por chorro de tinta que, cuando se incorporan dentro de una tinta para impresión por chorro de tinta, suministran resistencia al emborronamiento por frotamiento en húmedo y al emborronamiento debido al uso de rotuladores fluorescentes en una variedad de formulaciones de tinta. Sin embargo, el aglutinante para impresión por chorro de tinta, cuando se incorpora dentro de una tinta para impresión por chorro de tinta, puede tener un efecto negativo en la capacidad de expulsión de los chorros desde la cabeza de impresión. Además, la capacidad de formar chorros con tintas que contienen un pigmento de superficie modificada en combinación con los aglutinantes poliméricos de emulsión de látex tradicionales necesita mejoras. Consecuentemente, existe la necesidad de composiciones de tinta para impresión por chorro de tinta que contengan pigmento de superficie modificada que exhiban buenas propiedades de impresión particularmente en términos de mejor resistencia al emborronamiento por rotuladores fluorescentes a la par que mantengan una fiabilidad aceptable del cartucho de impresión y de la capacidad de formar chorros de la composición de tinta.

El aglutinante de tinta de la presente invención, cuando se incorpora en tintas para impresión por chorro de tinta, suministra dichas características.

De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención se suministra un aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta que comprende una dispersión acuosa de partículas de polímero, dicho polímero comprende como unidades polimerizadas entre un 3% y un 20% en peso de monómero ácido monoetilénicamente insaturado, basándose en el peso del polímero, y tiene una temperatura de transición vítrea en la banda de entre -40° C y 120° C, y dichas partículas de polímero tienen un diámetro medio volumétrico de partícula medido mediante dispersión de luz dinámica ("DLS") de al menos 35 nanómetros mayor que el diámetro medio másico de partícula medido por fraccionamiento hidrodinámico capilar ("CHDF").

De acuerdo con un segundo aspecto de la presente invención, se suministra una composición de tinta para impresión por chorro de tinta que comprende un colorante, un medio líquido y un aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta. Dicho aglutinante comprende una dispersión acuosa de partículas de polímero, dicho polímero comprende como unidades polimerizadas entre un 3% y un 20% en peso de monómero ácido monoetilénicamente insaturado, basándose en el peso del polímero, y tiene una temperatura de transición vítrea (Tg) en la banda de --40° C y 120° C, y dichas partículas de polímero tienen un diámetro medio volumétrico de partícula medido mediante DLS de al menos 35 nanómetros mayor que el diámetro medio másico de partícula medido mediante CHDF.

La presente invención se refiere a un aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta que incluye una dispersión acuosa de partículas de polímero, el polímero incluye como unidades polimerizadas entre un 3% y un

20% en peso, preferiblemente entre un 3,5% y un 8% en peso, más preferiblemente entre un 4% y un 7% en peso y mucho más preferiblemente entre un 3% y un 6% en peso, de monómero ácido monoetilénicamente insaturado, basándose en el peso del polímero. Monómeros ácidos adecuados incluyen, por ejemplo, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido crotónico, ácido itacónico, ácido fumárico, ácido maleico, monometil itaconato, monometil fumarato, monobutil fumarato, ácido bisulfónico de sodio y ácido sulfónico de acrilamidopropano. También se incluyen los monómeros precursores que forman monómeros ácidos antes, durante o después de la polimerización, tales como el anhídrido maleico y los bisulfonatos de sodio. Los monómeros ácidos preferidos son los monómeros del ácido carboxílico tales como el ácido metacrílico, el ácido acrílico y sus combinaciones.

El polímero del aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta también incluye al menos un segundo monómero copolimerizado etilénicamente insaturado tal como, por ejemplo, monómeros de ésteres (meth)acrílicos que incluyen metil acrilato, etil acrilato, butil acrilato, 2-etilhexil acrilato, decil acrilato, lauril acrilato, metil metacrilato, butil metacrilato, isodecil metacrilato, lauril metacrilato, hidroxietil metacrilato, hidroxipropil metacrilato; (meth)acrilonitrilo; (meth)acrilamido; (meth)acrilamidos sustituidos con N; monómeros aminofuncionales y ureidofuncionales; monómeros que soportan grupos funcionales de acetoacetato; estireno y estirenos sustituidos; butadieno; fluoro(meth)acrilatos; etileno, propileno, α -olefinas tales como 1-deceno; vinil acetato, vinil butirato y otros ésteres de vinilo; y monómeros de vinilo tales como cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno.

El copolímero de la emulsión acuosa puede contener entre un 0% y un 5% en peso, basándose en el peso en seco de copolímero, de monómeros copolimerizados multietilénicamente insaturados tales como, por ejemplo, alil metacrilato, dialil ftalato, 1,4-butileno glicol dimetacrilato, 1,2-etileno glicol dimetacrilato, 1,6-hexanodiol diacrilato y divinil benceno. Se prefiere el uso de monómeros no copolimerizados multietilénicamente insaturados.

La temperatura de transición vítrea ("Tg") del copolímero de la emulsión es de entre -40° C y 120° C, preferiblemente entre -30° C y 100° C, más preferiblemente entre -30° C y 40° C y mucho más preferiblemente entre -20° C y 25° C. Las Tg aquí usadas son aquellas de terminadas mediante calorimetría diferencial de barrido ("DSC").

Los aglutinantes de tinta para impresión por chorro de tinta se preparan típicamente mediante la polimerización de la emulsión. Las técnicas de polimerización usadas para preparar polímeros de emulsión acuosa son bien conocidas en la técnica. En el proceso de polimerización de la emulsión pueden usarse tensoactivos convencionales tales como, por ejemplo, emulsificantes aniónicos y/o no iónicos, tales como por ejemplo, metal álcali o sales de amonio de sulfatos, sulfonatos o fosfatos de alquilo, arilo o alquilarilo; ácidos sulfónicos de alquilo, sales de sulfosuccinato; ácidos grasos; monómeros tensioactivos etilénicamente insaturados y alcoholes o fenoles etoxilados. La cantidad de tensoactivo utilizado está habitualmente entre el 0,1% y el 6% en peso, basándose en el peso del monómero. Pueden utilizarse procesos bien térmicos o bien de iniciación redox. La temperatura de reacción se mantiene a una temperatura inferior a 100° C a través del curso de la reacción. Se prefiere una temperatura de reacción de entre 10° C y 95° C, más preferiblemente entre 20° C y 90° C. La mezcla de monómeros puede añadirse pura o como una emulsión en agua. La mezcla de monómeros puede añadirse en una o más adiciones o de forma continua, linealmente o no, o cualquiera de sus combinaciones, a lo largo del período de reacción que está típicamente entre 60 y 140 minutos.

Pueden utilizarse iniciadores de radicales libres convencionales tales como, por ejemplo, peróxido de hidrógeno, peróxido de sodio, peróxido de potasio, hidroperóxido de t-butilo, hidroperóxido de cumeno, persulfatos de amonio y/o metal álcali, perborato de sodio, ácido perfosfórico y sus sales, permanganato de potasio y sales de amonio o de metal álcali de ácido peroxibisulfúrico, típicamente a un nivel de entre 0,01% y un 3,0% en peso, basándose en el peso del monómero total. Pueden utilizarse sistemas redox usando los mismos iniciadores acoplados con un reductor adecuado tal como, por ejemplo, formaldehído de sulfoxilato de sodio, ácido ascórbico, ácido isoascórbico, sales de metal álcali y de amonio de ácidos que contengan azufre, tal como sulfito, bisulfito, tiosulfato, hidrosulfito, sulfuro, hidrosulfuro o tionito de sodio, ácido formadinosulfónico, ácido hidroximetanosulfónico, bisulfito de acetona, aminos tales como etanolamino, ácido glicólico, hidrato de ácido glioxílico, ácido láctico, ácido glicérico, ácido málico, ácido tartárico y las sales de los ácidos anteriores. Pueden usarse para catalizar la reacción redox sales metálicas de hierro, cobre, manganeso, plata, platino, vanadio, níquel, cromo, paladio o cobalto. Opcionalmente pueden usarse agentes quelantes para los metales.

En una realización preferida de la presente invención las partículas de polímero del aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta se forman mediante polimerización en emulsión en la presencia de un neutralizador en una cantidad de entre el 15% y el 75%, sobre una base equivalente, basándose en el monómero ácido monoetilénicamente insaturado. Aquí "neutralizador" significa un material básico que sea capaz de penetrar dentro de una reacción de ácido – base con el monómero ácido. Neutralizadores adecuados incluyen, por ejemplo, bases fuertes y bases débiles, tales como amoniaco, hidróxido de sodio, carbonato de potasio, carbonato de sodio y bicarbonato de sodio. Preferiblemente se usan bases fuertes como neutralizador. El pH del medio de reacción está típicamente entre 5 y 9. En otra realización, al menos la mitad del polímero (en peso) se forma en la presencia de

un neutralizador en una cantidad de entre el 15% y el 75%, sobre una base equivalente, basándose en el monómero ácido monoetilénicamente insaturado empleado en esa fracción de la reacción de polimerización.

En una realización de la presente invención, el polímero de la emulsión acuosa puede prepararse mediante un proceso de polimerización en emulsión de etapas múltiples, en el cual al menos dos etapas que se diferencian en su composición se polimerizan de forma secuencial. Dicho proceso da como resultado habitualmente la formación de al menos dos composiciones poliméricas mutuamente incompatibles, dando así como resultado la formación de al menos dos fases dentro de las partículas del polímero. Dichas partículas se componen de dos o más fases de diferentes geometrías, tal como, por ejemplo, partículas de núcleo / cubierta o núcleo / envoltura, partículas de núcleo / cubierta, con fases de cubierta que encapsulan de forma incompleta el núcleo, partículas de núcleo / cubierta con una multiplicidad de núcleos y partículas interpenetrantes en red. Cada una de las etapas del polímero de emulsión de etapas múltiples puede contener los mismos monómeros, tensoactivos, agentes de transferencia de cadena, etc que los anteriormente aquí presentados para el polímero. En el caso de una partícula de polímero de etapas múltiples, la Tg para los propósitos de esta invención se calcula mediante la ecuación de Fox según aquí se detalla usando la composición completa del polímero de la emulsión sin tener en cuenta el número de etapas o fases del mismo. Similarmente, para una partícula de polímero de etapas múltiples la cantidad de monómero ácido se determinará a partir de la composición total del polímero en emulsión sin tener en cuenta el número de etapas o fases del mismo. Las técnicas de polimerización usadas para preparar dichos polímeros en emulsión de etapas múltiples son bien conocidas en la técnica tal como, por ejemplo, en las patentes de EE.UU. núm. 4.325.856, 4.654.397 y 4.814.373.

El diámetro medio másico de partícula de las partículas del polímero está típicamente entre 100 y 450 nm, preferiblemente entre 140 y 400 nm y más preferiblemente entre 200 y 350 nm, medido mediante CHDF. El diámetro medio volumétrico de partícula medido mediante DLS es al menos 35 nm, preferiblemente al menos 40 nm y más preferiblemente al menos 45 nm, y mucho más preferiblemente al menos 55 nm, mayor que el diámetro medio másico de partícula medido mediante CHDF. La distribución de tamaño de las partículas puede ser unimodal, bimodal o polimodal; se prefiere una distribución unimodal.

La tinta para impresión por chorro de tinta de la presente invención incluye un aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta; un medio líquido, preferiblemente predominantemente agua y más preferiblemente agua desionizada, y un colorante, tal como un tinte, pigmento o sus combinaciones, preferiblemente un pigmento orgánico o inorgánico. Típicamente, el aglutinante está presente en un nivel de entre un 0,1% y un 10% en peso, preferiblemente entre un 0,5% y un 3% en peso, basándose en el peso total de la tinta. El portador acuoso puede ser agua; preferiblemente agua desionizada. Típicamente el portador acuoso está presente entre un 40% y un 95% en peso, preferiblemente entre un 55% y un 80% en peso y más preferiblemente entre un 70% y un 80% en peso, basándose en el peso total de la tinta.

La tinta para impresión por chorro de tinta típicamente incluye un pigmento. Como resultado de las propiedades físicas de los pigmentos, las composiciones de tinta basadas en pigmentos tienen tendencia a emborronarse en seco, tienen baja resistencia al frotamiento en húmedo y tienen baja resistencia a los rotuladores fluorescentes. El término "emborronamiento en seco", según aquí se utiliza, significa la aplicación de presión abrasiva a través del sustrato impreso y la medición de cualquier borrón creado por la misma. El término "resistencia a los rotuladores fluorescentes", según aquí se utiliza, significa la aplicación de presión abrasiva a través del sustrato impreso con un rotulador fluorescente comercialmente disponible y la medición de cualquier borrón creado por el mismo; un ejemplo de dichos rotuladores fluorescentes son los rotuladores fluorescentes de marca MAJOR ACCENT de Sanford Corp.

Los pigmentos adecuados incluyen, por ejemplo, pigmentos orgánicos tales como compuestos azo, pigmentos de ftalocianina, pigmentos de quinacridona, pigmentos de antraquinona, pigmentos de dioxacina, índigo, negro de carbón, pigmentos de tioíndigo, pigmentos de perinona, pigmentos de perileno e isoindoleno; pigmentos inorgánicos tales como dióxido de titanio, óxido de hierro y polvo metálico. Típicamente, la cantidad de colorante utilizado es inferior al 10% en peso, preferiblemente entre el 0,5% y el 10% en peso y más preferiblemente entre el 0,5% y el 7% en peso, basándose en el peso total de la tinta. Preferiblemente, el tamaño de las partículas del pigmento está entre 0,05 y 5 micrones, más preferiblemente no más de 1 micrón y mucho más preferiblemente no más de 0,3 micrones.

La tinta para impresión por chorro de tinta puede incluir un dispersante de pigmento. Dispersantes poliméricos adecuados se conocen en la técnica, por ejemplo, en la patente de EE.UU. 5.821.283, en la patente de EE.UU. 5.221.334, en la patente de EE.UU. 5.712.338 y en la patente de EE.UU. 5.714.538. Alternativamente, puede usarse un pigmento conocido como pigmento autodisperso o mezclas de un pigmento autodisperso y un pigmento con dispersante. Pigmentos conocidos como pigmentos autodispersos o autodispersantes se han creado con una modificación superficial. Tales pigmentos pueden ser superficialmente modificados en una gran variedad de formas, incluyendo, aunque no en sentido limitativo, el tratamiento con sales alcali de hipoclorito, ozono y sales de diazonio

de adiciones ácidas aromáticas sulfónicas. Estos pigmentos de superficie modificada tienen la ventaja de autodispersarse en un medio acuoso y pueden utilizarse sin el agente dispersante polimérico correspondiente. La modificación superficial puede realizarse tanto en el negro como en los pigmentos de color.

5 Para los propósitos de esta invención, la composición del dispersante polimérico no es crítica en tanto que su uso de como resultado una tinta estable e imprimible. Los dispersantes poliméricos se utilizan típicamente en entre un 0,1% y un 5% en peso, basándose en el peso total de la tinta. Las dispersiones de pigmentos pueden hacerse mezclando pigmento, dispersante, agua y aditivos opcionales y moliéndolos, por ejemplo, en un molino de medios horizontales, un molino de medios verticales y un molino de bolas.

10 La tinta para impresión por chorro de tinta también puede incluir, por ejemplo, humectantes, dispersantes, penetrantes, agentes quelantes, neutralizadores, biocidas, fungicidas, bactericidas, tensioactivos, agentes antiondulantes, agentes antisangrado y modificadores de la tensión superficial. Los humectantes útiles incluyen etilenoglicol, 1,3propanodiol, 1,4butanodiol, 1,4ciclohexanodimetanol, 1,5pentanodiol, 1,2-hexanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,8octanodiol, 1,2 propanodiol, 1,2 butanodiol, 1,3 butanodiol, 2,3 butanodiol, dietileno glicol, trietileno glicol, tetraetileno glicol, polietileno glicol con un peso molecular medio de 200, 300, 400, 600, 900, 1.000, 1.500 y 2.000, dipropileno glicol, polipropileno glicol con un peso molecular medio de 425, 725, 1.000 y 2.000, 2-pirrolidona, 1-metil-2-pirrolidona, 1-metil-2-piperidona, N-etilacetamida, N-metilpropionamida, N-acetiletanolamina, N-metilacetamida, formamida, 3-amino-1,2-propanodiol, 2,2-tiodietanol, 3,3-tiodipropanol, tetrametileno sulfona, butadieno sulfona, carbonato de etileno, butiroacetona, alcohol de tetrahidrofurfurilo, glicerol, 1,2,4-butenotriol, trimetil propano, sorbital, pantotenol, Liponic EG-1. Los humectantes preferidos son polietileno glicol con un peso molecular medio de entre 400 y 1.000, 2-pirrolidona, 2,2-tiodietanol y 1,5pentanodiol. La cantidad de humectante utilizado puede oscilar entre un 1% y un 30% en peso, preferiblemente entre un 5% y un 15% en peso, basándose en el peso total de la tinta. Los penetrantes preferidos son los dioles de alquilo C₁-C₆ 1,2 tales como 1,2hexanodiol; N-propanol, isopropanol y hexil carbitol. La cantidad de penetrante utilizado puede oscilar entre un 0,1% y un 10% en peso, basándose en el peso total de la tinta.

25 La tinta para impresión por chorro de tinta puede prepararse mediante cualquier procedimiento conocido en la técnica tal como, por ejemplo, mezclando, removiendo o agitando los ingredientes juntos.

La tinta para impresión por chorro de tinta puede aplicarse en un sustrato tal como papel, vinilo y similares utilizando impresoras de chorro de tinta térmicas o piezoeléctricas tales como, por ejemplo, las impresoras Lexmark 7000, Lexmark 5700, Lexmark Z32, Lexmark Z51, Lexmark Z-65, Lexmark 2050, Epson Stylus 3000, C-82, C-84, Hewlett-Packard DeskJet 550, 570, 694C, 698, 894, 895Ci y Canon 750. La tinta puede dejarse secar a temperatura ambiente o calentarse para que se seque a una temperatura mayor.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos de la invención.

Composición 1 de tinta para impresión por chorro de tinta (en % en peso):

4% colorante (negro de carbono autodisperso)

35 3% aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta

7,5% de polietileno glicol 400

7,5% 2-pirrolidona

1,2% 1,2-hexanodiol

0,4% hexil carbitol

40 resto agua desionizada

Composición 2 de tinta para impresión por chorro de tinta (en % en peso):

4% colorante (2% negro de carbón autodisperso y 2% de mezcla de negro de carbono/dispersante)

3% aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta

7,5% polietileno glicol 400

45 7,5% 2-pirrolidona

1,2% 1,2-hexanodiol

0,4% hexil carbitol

resto agua desionizada

Procedimientos experimentales

Se evaluó la fiabilidad y la resistencia a los rotuladores fluorescentes de las composiciones de tinta. La fiabilidad se comprobó usando un cartucho de impresión comercial actual en una prueba de alto estrés de 90 páginas. El cartucho de impresión comercial utilizado tenía 208 boquillas y el número suministrado por la prueba de fiabilidad fue el número de boquillas que disparaban en la página 90; los valores presentados fueron la media de 6 ensayos. La prueba de resistencia a los rotuladores fluorescentes se utilizó para comprobar la resistencia al emborronamiento. La resistencia a los rotuladores fluorescentes se comprobó usando entre 2 y 3 rotuladores fluorescentes (Hi-Lighter® de Avery, Acent® de Sanford, y Spotlitter Supreme® de Pilot) sobre texto o imágenes impresos sobre papel (papel Microprint Laser® 1000 de Georgia Pacific) a lo largo de un período de tiempo predeterminado.

El diámetro medio másico de partícula de aquí en adelante es el determinado mediante CHDF usando un sistema de medición CHDF Matec modelo 2000 con un cartucho C-202 y eluyente GR-500 (2X) (diluido a 1/20). El instrumento CHDF se calibró con estándares nominales de columna de poliestireno de 50, 100, 200, 300, 400, 500, 600 y 700 nm (estándares de "Nanosphere" de Duke Scientific Corp Palo Alto, California, EE.UU.) usando el procedimiento "new sigmoid fit" (software de Matec CHDF-2000 versión 3.20). Los tamaños de las partículas se calcularon utilizando el cálculo de combolución para una resolución máxima. El diámetro medio volumétrico de partícula "DLS" de aquí en adelante es el medido mediante dispersión luminosa dinámica usando un instrumento microtrac modelo # UPA-150 (Microtrac Industries, Northborough, MA, EE.UU.)

Las temperaturas de transición vítrea se midieron mediante calorimetría diferencial de barrido con un instrumento modelo Q-1000 DSC (TA Instruments, New Castle, DE, EE.UU.) con una tasa en rampa de temperaturas de 20° C / minuto (después de precalentar la muestra hasta 150° C durante 5 minutos) sobre una muestra de 16 mg en una atmósfera de nitrógeno, utilizando software de "Universal Análisis" (versión 4.0.0) para calcular el punto medio de la transición.

Todos los rangos aquí presentados son inclusivos y los mínimos y los máximos de los rangos anidados son combinables.

Abreviaturas utilizadas

% peso = porcentaje en peso

SLS = lauril sulfato de sodio

NaPS = persulfato de sodio

KDDBS = n-dodecil bencenosulfato de potasio

MMA = metil metacrilato

MAA = ácido metacrílico

AA = ácido acrílico

BA = butil acrilato

EHA = 2-etilhexil acrilato

Agua DI = agua desionizada

EJEMPLO COMPARATIVO A. Preparación del aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta

Este ejemplo se prepara de acuerdo con las enseñanzas de la patente de EE.UU. núm. 6.716.912. Después de calentar 225 g de agua DI neutralizada (0,169 meq neutralizante / g de agua y 1,3 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 4% de una mezcla de 293 g de agua, 3,56 g de SLS (28%), 175 g de MMA, 388 g de BA y 7,5 g de MAA con un enjuagado con 6 g de agua seguido por 2,25 g de NaPs en 4,7 g de agua. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Después, se añadió gradualmente el monómero restante seguido de 8,5 g de agua. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y se enfrió entonces hasta 50° C, siguiendo con la adición de 1.136 g de agua desionizada. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se añadió una parte de 27 g de KHO al 4% en agua hasta un pH 8,7. El producto se filtró entonces a través de tamices de mallas de 100 y de 325. A 500 g del producto filtrado se añadieron 0,78 g de SLS (28%). La muestra tenía un 25,0% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 270 nm, el diámetro medio volumétrico fue 291 nm y la Tg fue -10,6°

C (DSC).

EJEMPLO 1. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

Después de calentar 240 g de agua DI neutralizada (0,573 meq neutralizante / g de agua) y 0,40 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 293 g de agua, 3,56 g de SLS (28%), 188 g de MMA, 89 g de BA, 266 g de EHA, 27,1 g de MMA y 6 g de agua siguiendo con 2,25 g de NaPS en 4,7 g de agua. Esta combinación se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes seguida de 8,5 g de agua. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 1026 g de agua desionizada. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se añadió una parte de 134 g de KOH al 4% en agua hasta un pH 8,7. Entonces se filtro el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. A 500 g del producto filtrado se añadieron 0,97 g de SLS (28%). El diámetro medio másico de partícula CHDF fue 269 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 353 nm y la Tg fue -10,1° C (DSC).

EJEMPLO 2. Preparación y evaluación de tintas para impresión por chorro de tinta.

Se prepararon tintas a partir de los aglutinantes de tinta para impresión por chorro de tinta del ejemplo comparativo A y del ejemplo 1 en cada caso de acuerdo con las composiciones 1 y 2 de tinta para impresión por chorro de tinta.

Tabla 2.1

Evaluación de tintas para impresión por chorro de tinta					
Aglutinante de tinta del ejemplo	Composición de la tinta	Diámetro medio de peso (CHDF)	Diámetro medio volumétrico (DLS)	Fiabilidad de la impresión en la página 90	Resistencia a los rotuladores fluorescentes
Comp. A	1	270	291	8	Buena +
Comp. A	2	270	291	181	Buena +
1	1	269	353	207	Buena
1	2	269	353	190	Buena

Las tintas para impresión por chorro de tinta que incluyen el aglutinante del ejemplo 1 exhiben tanto buena resistencia a los rotuladores fluorescentes como fiabilidad de impresión independientemente de la composición de la tinta, mientras que la fiabilidad de la impresión de las tintas que incluyen el aglutinante del ejemplo comparativo A no lo hicieron.

EJEMPLO COMPARATIVO B. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

Después de calentar 265 g de agua DI y 0,41 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 5% de una mezcla de 280 g de agua, 3,60 g de SLS (28%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 909 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,7 con KOH al 4%. Entonces se filtro el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. A 1.200 g de la muestra resultante se añadieron 2,46 g de SLS (28%). La muestra tenía un 24,9% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 186 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 206 nm y la Tg fue -4° C (estimada).

EJEMPLO COMPARATIVO C. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

Después de calentar 240 g de agua DI neutralizada (0,133 meq neutralizante / g de agua) y 0,41 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 5% de una mezcla de 280 g de agua, 3,60 g de SLS (28%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Entonces se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 809 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,7 con KOH al 4%. Entonces se filtro el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. A

una parte de 1.200 g de la muestra resultante se añadieron 2,46 g de SLS (28%). La muestra tenía un 25,5% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 249 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 269 nm y la Tg fue -4° C (estimada).

EJEMPLO 3. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

Después de calentar 240 g de agua DI neutralizada (0,264 meq neutralizante / g de agua) y 0,41 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 5% de una mezcla de 280 g de agua, 3,60 g de SLS (28%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. La mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Entonces se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. Después de finalizar la adición de los monómeros, el vaso se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 600 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,7 con KOH al 4%. Entonces se filtró el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. A una parte de 1.200 g de la muestra resultante se añadieron 2,46 g de SLS (28%). La muestra tenía un 23,7% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 269 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 306 nm y la Tg fue -4° C (estimada).

EJEMPLO 4. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

Después de calentar 240 g de agua DI neutralizada (0,394 meq neutralizante / g de agua) y 0,41 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 5% de una mezcla de 280 g de agua, 3,60 g de SLS (28%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Entonces se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. El vaso de la mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 600 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,7 con KOH al 4%. Entonces se filtró el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. A una parte de 1.200 g de la muestra resultante se añadieron 2,46 g de SLS (28%). La muestra tenía un 24,7% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 270 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 341 nm y la Tg fue -4° C (estimada).

EJEMPLO 5. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

Después de calentar 240 g de agua DI neutralizada (0,580 meq neutralizante / g de agua) y 0,41 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 5% de una mezcla de 280 g de agua, 3,60 g de SLS (28%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Entonces se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 809 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,7 con KOH al 4%. Entonces se filtró el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. A una parte de 1.200 g de la muestra resultante se añadieron 2,46 g de SLS (28%). La muestra tenía un 24,6% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 258 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 346 nm y la Tg fue -4° C (estimada).

EJEMPLO 6. Preparación y evaluación de tintas para impresión por chorro de tinta.

Las tintas se prepararon a partir de los aglutinantes de tinta para impresión por chorro de tinta de los ejemplos comparativos B -C y de los ejemplos 3 - 5 en cada caso de acuerdo con la composición 1 de tinta para impresión por chorro de tinta.

Tabla 6.1

Evaluación de tintas para impresión por chorro de tinta					
Agglutinante de tinta del ejemplo	Neutralizador (% equiv.)	Diámetro medio de peso (CHDF)	Diámetro medio volumétrico (DLS)	Fiabilidad de la impresión en la página 90	Resistencia a los rotuladores fluorescentes
Comp. B	0%	186 nm	206 nm	0	Sin comprobar
Comp. C	10%	253	269	36	Buena
3	20%	269	306	167	Buena
4	30%	270	342	183 / 203	Buena
5	44%	258	346	205	Buena

Las tintas para impresión por chorro de tinta que incluyen el aglutinante de los ejemplos 3 - 5 de la presente invención exhiben buena fiabilidad de impresión y resistencia a los rotuladores fluorescentes mientras que las que incluyen el aglutinante de los ejemplos comparativos B - C no proporcionan una fiabilidad de impresión aceptable.

EJEMPLO COMPARATIVO D. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

- 5 Un vaso de reacción que contenía 242 g de agua DI neutralizada (0,574 meq neutralizante / g de agua) y 0,39 g de KDDBS (29,1% de sólidos) se calentó hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 280 g de agua, 3,45 g de KDDBS (29,1%), 39,6 g de MMA, 128 g de BA, 283 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Entonces se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 824 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,8 con KOH al 4%. Entonces se filtro el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 24,8% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 349 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 387 nm y la Tg fue -50° C (DSC).

EJEMPLO 7. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

- 15 Un vaso de reacción que contenía 242 g de agua DI neutralizada (0,574 meq neutralizante / g de agua) y 0,39 g de KDDBS (29,1% de sólidos) se calentó hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 280 g de agua, 3,45 g de KDDBS (29,1%), 100 g de MMA, 113 g de BA, 337 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. La mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 825 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,7 con KOH al 4%. Entonces se filtro el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 24,8% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 306 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 378 nm y la Tg fue -39° C (DSC).

EJEMPLO 8. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

- 25 Un vaso de reacción que contenía 242 g de agua DI neutralizada (0,574 meq neutralizante / g de agua) y 0,39 g de KDDBS (29,1% de sólidos) se calentó hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 280 g de agua, 3,45 b de KDDBS (29,1%), 161 g de MMA, 97,8 g de BA, 292 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. LA mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 825 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,7 con KOH al 4%. Entonces se filtro el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 24,8% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 295 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 376 nm y la Tg fue -22° C (DSC).

EJEMPLO 9. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

- 35 Un vaso de reacción que contenía 242 g de agua DI neutralizada (0,574 meq neutralizante / g de agua) y 0,39 g de KDDBS (29,1% de sólidos) se calentó hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 280 g de agua, 3,45 b de KDDBS (29,1%), 191 g de MMA, 90,2 g de BA, 269 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 825 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 9,0 con KOH al 4%. Entonces se filtro el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 25,7% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 288 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 376 nm y la Tg fue -12° C (DSC).

EJEMPLO 10. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

- 45 Un vaso de reacción que contenía 242 g de agua DI neutralizada (0,574 meq neutralizante / g de agua) y 0,39 g de KDDBS (29,1% de sólidos) se calentó hasta 88° C, se añadió un 6% una mezcla de 280 g de agua, 3,45 b de KDDBS (29,1%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 825 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,7 con KOH al 4%. Entonces se filtro el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 24,9% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 304 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 393 nm y la Tg fue -3,4° C (DSC).

EJEMPLO 11. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

Un vaso de reacción que contenía 242 g de agua DI neutralizada (0,264 meq neutralizante / g de agua) y 0,39 g de KDDBS (29,1% de sólidos) se calentó hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 280 g de agua, 3,45 g de KDDBS (29,1%), 342 g de MMA, 52,2 g de BA, 156 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 593 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,9 con KOH al 4%. Entonces se filtró el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 24,7% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 306 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 353 nm y la Tg fue -40° C (DSC).

EJEMPLO 12. Preparación y evaluación de tintas para impresión por chorro de tinta.

Las tintas se prepararon a partir de los aglutinantes de tinta para impresión por chorro de tinta del ejemplo comparativo D y de los ejemplos 7 - 11 en cada caso de acuerdo con la composición 1 de la tinta.

Tabla 12.1

Evaluación de tintas para impresión por chorro de tinta					
Aglutinante de tinta del ejemplo	Tg °C (DSC)	Diámetro medio de peso (CHDF)	Diámetro medio volumétrico (DLS)	Fiabilidad de la impresión en la página 90	Resistencia a los rotuladores fluorescentes
Comp. D	-50,4	349	387	<2	Buena +
7	-39,5	306	378	48	Buena +
8	-21,5	294	376	201	Buena +
9	-12	288	376	205	Buena +
10	-3,4	304	393	207	Buena
11	+40,0	306	353	206	Buena

Las tintas para impresión por chorro de tinta que incluyen el aglutinante de los ejemplos 7 - 11 de la presente invención exhiben buena fiabilidad de impresión y resistencia a los rotuladores fluorescentes mientras que las que incluyen el aglutinante del ejemplo comparativo D no proporcionan una fiabilidad de impresión aceptable.

EJEMPLO 13. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

Después de calentar un vaso de reacción que contenía 240 g de agua DI neutralizada (0,580 meq neutralizante / g de agua) y 0,41 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 280 g de agua, 3,60 g de SLS (28%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA y 27,5 g de MMA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 809 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,8 con KOH al 4%. Entonces se filtró el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 24,6% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 281 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 371 nm y la Tg fue -4° C (estimada).

EJEMPLO 14. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

Después de calentar un vaso de reacción que contenía 240 g de agua DI neutralizada (0,609 meq neutralizante / g de agua) y 0,41 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 280 g de agua, 3,60 g de SLS (28%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA, 20,6 g de MMA y 6,9 g de AA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 790 g de agua DI. La

mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 9,8 con KOH al 4%. Entonces se filtró el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 24,4% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 247 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 357 nm y la Tg fue -4° C (estimada).

EJEMPLO 15. Preparación de aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

- 5 Después de calentar un vaso de reacción que contenía 240 g de agua DI neutralizada (0,637 meq neutralizante / g de agua) y 0,41 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 280 g de agua, 3,60 g de SLS (28%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA, 13,8 g de MMA y 13,8 g de AA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 772 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,7 con KOH al 4%. Entonces se filtró el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 24,3% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 283 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 370 nm y la Tg fue -4° C (estimada).

EJEMPLO 16. Preparación del aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

- 15 Después de calentar un vaso de reacción que contenía 240 g de agua DI neutralizada (0,665 meq neutralizante / g de agua) y 0,41 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 280 g de agua, 3,60 g de SLS (28%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA, 6,90 g de MMA y 20,6 g de AA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 10 minutos. Luego se añadió gradualmente la mezcla de monómeros restantes. La mezcla de reacción se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 757 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 8,7 con KOH al 4%. Entonces se filtró el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 24,1% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 304 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 409 nm y la Tg fue -4° C (estimada).

EJEMPLO 17. Preparación del aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta.

- 25 Después de calentar un vaso de reacción que contenía 240 g de agua DI neutralizada (0,693 me de neutralizante / g de agua) y 0,41 g de SLS (28% de sólidos) hasta 88° C, se añadió un 6% de una mezcla de 280 g de agua, 3,60 g de SLS (28%), 221 g de MMA, 82,7 g de BA, 247 g de EHA y 27,5 g de AA siguiendo con 2,3 g de NaPS. Esta mezcla se mantuvo a 88° C durante 35 minutos y luego se enfrió hasta 70° C y se mantuvo durante 15 minutos, entonces se enfrió hasta 50° C siguiendo con la adición de 739 g de agua DI. La mezcla se enfrió adicionalmente hasta 30° C y se ajustó a un pH 9,0 con KOH al 4%. Entonces se filtró el producto a través de tamices de mallas de 100 y de 325. La muestra contenía un 24,5% de sólidos, el diámetro medio másico de partícula CHDF fue 301 nm, el diámetro medio volumétrico DLS fue 407 nm y la Tg fue -4° C (estimada).

EJEMPLO 18. Preparación y evaluación de tintas para impresión por chorro de tinta.

- 35 Se prepararon tintas a partir de los aglutinantes de los ejemplos 13 - 17 en cada caso de acuerdo con la composición 1 de tinta para impresión por chorro de tinta.

Tabla 18.1

Evaluación de tintas para impresión por chorro de tinta						
Aglutinante de tinta del ejemplo	% Peso MAA	% Peso AA	Diámetro medio de peso (CHDF)	Diámetro medio volumétrico (DLS)	Fiabilidad de la impresión en la página 90	Resistencia a los rotuladores fluorescentes
13	4,7	0,0	281	371	203	Buena
14	3,5	1,2	274	357	189	Buena
15	2,35	2,35	283	370	196	Buena
16	1,2	3,5	304	410	206	Buena
17	0,0	4,7	301	407	204	Buena

Las tintas para impresión por chorro de tinta que incluyen el aglutinante de los ejemplos 13 - 17 de la presente invención muestran que pueden usarse grupos ácidos diferentes o mezclas de los mismos y exhiben una buena fiabilidad de impresión y resistencia a los rotuladores fluorescentes.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Un aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta que comprende una dispersión acuosa de partículas de polímero, comprendiendo dicho polímero como unidades polimerizadas entre un 3 y un 20% en peso de monómero ácido monoetilénicamente insaturado, basándose en el peso del polímero, y teniendo una temperatura de transición vítrea (Tg) en la banda de entre -40° C y 120° C y teniendo dichas partículas de polímero un diámetro medio volumétrico de partícula, medido mediante dispersión luminosa dinámica (DLS), al menos 35 nanómetros mayor que el diámetro medio másico de partícula medido mediante fraccionamiento hidrodinámico capilar (CHDF).
- 10 2.- El aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta de la reivindicación 1, en el que dichas partículas de polímero tienen un diámetro medio volumétrico de partícula, medido mediante DLS, al menos 45 nanómetros mayor que el diámetro medio másico de partícula medido mediante CHDF.
- 15 3.- El aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta de la reivindicación 1, en el que dichas partículas de polímero tienen un diámetro medio volumétrico de partícula, medido mediante DLS, al menos 55 nanómetros mayor que el diámetro medio másico de partícula medido mediante CHDF.
- 4.- El aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta de la reivindicación 1, en el que dichas partículas de polímero se han formado mediante polimerización en emulsión en la presencia de un neutralizador en una cantidad de entre un 15 y un 75%, sobre una base equivalente, basándose en dicho monómero ácido monoetilénicamente insaturado.
- 5.- El aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta de la reivindicación 4, en el que el neutralizador es una base fuerte.
- 20 6.- El aglutinante de tinta para impresión por chorro de tinta de la reivindicación 1, en el que dichas partículas de polímero tienen un diámetro medio másico de partícula de entre 100 y 450 nanómetros.