



(10) **DE 10 2013 225 295 A1** 2014.06.26

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2013 225 295.1**

(22) Anmeldetag: **09.12.2013**

(43) Offenlegungstag: **26.06.2014**

(51) Int Cl.: **G03G 15/20 (2006.01)**  
**G03G 15/00 (2006.01)**

(30) Unionspriorität:  
**13/722,283**                      **20.12.2012**      **US**

(71) Anmelder:  
**Xerox Corporation, Norwalk, Conn., US**

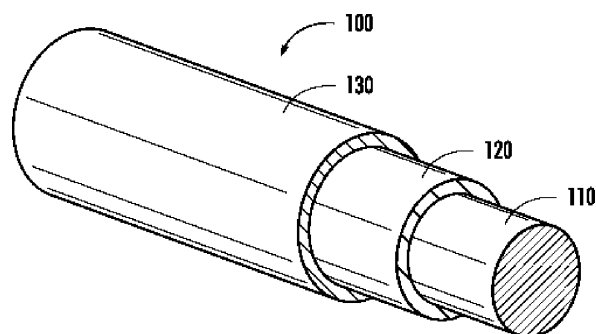
(74) Vertreter:  
**Grünecker, Kinkeldey, Stockmair &  
Schwanhäusser, 80802, München, DE**

(72) Erfinder:  
**Qi, Yu, Oakville, Ontario, CA; Hu, Nan-Xing,  
Oakville, Ontario, CA**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Bezeichnung: **Fixierelement**

(57) Zusammenfassung: Es ist ein Fixierelement mit einem Substrat und einer Polyimid-Aerogelschicht dargestellt, die auf das Substrat aufgebracht ist. Die Polyimid-Aerogelschicht weist eine Porosität von etwa 50 Prozent bis etwa 95 Prozent auf. Eine Fluorpolymer-Oberflächenschicht ist auf die Polyimid-Aerogelschicht aufgebracht.



## Beschreibung

**[0001]** Die Offenbarung betrifft im Allgemeinen Zwischenschichten für Fixierelemente, die in elektrofotografischen Bildgebungsvorrichtungen, einschließlich digitaler, Bild-auf-Bild- und dergleichen Bildgebungsvorrichtungen, verwendbar sind. Typische Fixierelemente umfassen eine Zwischenschicht, die Polsterung und einen Träger für eine Trennschicht bereitstellt. Die Zwischenschicht ist für gewöhnlich irgendeine Art von Elastomer oder Kautschuk, wie beispielsweise Silikon. Silikon und andere elastomere Materialien können jedoch zerfallen, wenn sie während der Herstellung erhöhten Temperaturen ausgesetzt werden. Dies kann eine unangemessene Leistung des Fixierelements verursachen. Es wäre wünschenswert, über Materialien zu verfügen, die als Zwischenschichten in Fixierelementen verwendbar sind und höheren Herstellungstemperaturen standhalten könnten.

**[0002]** Gemäß einer Ausführungsform wird ein Fixierelement bereitgestellt, das ein Substrat und eine Polyimid-Aerogelschicht umfasst, die auf das Substrat aufgebracht ist. Die Polyimid-Aerogelschicht weist eine Porosität von etwa 50 Prozent bis etwa 95 Prozent auf. Eine Oberflächenschicht, die ein Fluorpolymer umfasst, ist auf die Polyimid-Aerogelschicht aufgebracht.

**[0003]** Gemäß einer anderen Ausführungsform wird ein Fixierelement bereitgestellt, das ein Substrat, eine Polyimid-Aerogelschicht, die auf das Substrat aufgebracht ist, und eine Oberflächenschicht aufweist, die ein Fluorpolymer umfasst und auf die wärmebeständige Schicht aufgebracht ist. Die Polyimid-Aerogelschicht umfasst eine Porosität von etwa 50 Prozent bis etwa 95 Prozent und eine Porengröße von etwa 2 nm bis etwa 200 nm.

**[0004]** Gemäß einer anderen Ausführungsform wird ein Fixierelement beschrieben, das ein Substrat, eine Polyimid-Aerogelschicht, die auf das Substrat aufgebracht ist, und eine Oberflächenschicht aufweist, die auf die Polyimid-Aerogelschicht aufgebracht ist.

**[0005]** Die Polyimid-Aerogelschicht weist eine Porosität von etwa 50 Prozent bis etwa 95 Prozent und eine Porengröße von etwa 2 nm bis etwa 200 nm auf. Die Polyimid-Aerogelschicht weist eine Dicke von etwa 0,5 mm bis etwa 10 mm auf. Die Trennschicht ist ein Fluorkunststoff, der aus der Gruppe bestehend aus Polytetrafluorethylen und Perfluoralkoxypolymerharz ausgewählt ist.

**[0006]** Fig. 1 stellt ein beispielhaftes Fixierelement mit einem zylindrischen Substrat gemäß den vorliegenden Lehren dar.

**[0007]** Fig. 2 stellt ein beispielhaftes Fixierelement mit einem Bandsubstrat gemäß den vorliegenden Lehren dar.

**[0008]** Fig. 3A und Fig. 3B stellen eine beispielhafte Fixierkonfiguration unter Verwendung der in Fig. 1 dargestellten Fixierwalzen gemäß den vorliegenden Lehren dar.

**[0009]** Fig. 4A und Fig. 4B stellen eine andere beispielhafte Fixierkonfiguration unter Verwendung des in Fig. 2 dargestellten Fixierbandes gemäß den vorliegenden Lehren dar.

**[0010]** Fig. 5 stellt eine beispielhafte Fixierkonfiguration unter Verwendung einer Transfixiervorrichtung dar.

**[0011]** In verschiedenen Ausführungsformen kann das Fixierelement zum Beispiel ein Substrat mit einer oder mehreren darauf ausgebildeten Funktionsschichten umfassen. Wie in Fig. 1 und Fig. 2 dargestellt, kann das Substrat unter Verwendung von geeigneten Materialien, die nichtleitend oder abhängig von einer spezifischen Konfiguration leitend sind, in verschiedenen Formen ausgebildet sein, z. B. einem Zylinder (z. B. einem Zylinderrohr), einer zylindrischen Trommel, einem Band oder einem Film.

**[0012]** Konkret stellt Fig. 1 ein beispielhaftes Fixierungs- oder Fixierelement **100** mit einem zylindrischen Substrat **110** dar, und Fig. 2 stellt ein anderes beispielhaftes Fixierungs- oder Fixierelement mit einem Bandsubstrat **210** gemäß den vorliegenden Lehren dar. Für den Durchschnittsfachmann sollte leicht zu erkennen sein, dass das Fixierungs- oder Fixierelement, das in Fig. 1 dargestellt ist, und das Fixierungs- oder Fixierelement **200**, das in Fig. 2 dargestellt ist, verallgemeinerte schematische Darstellungen veranschaulichen und dass andere Schichten/Substrate hinzugefügt oder bestehende Schichten/Substrate entfernt oder modifiziert werden können.

**[0013]** In Fig. 1 kann das beispielhafte Fixierelement **100** eine Fixierwalze mit einem zylindrischen Substrat **110** mit einer oder mehreren Funktionsschichten **120** (auch als Zwischenschichten bezeichnet) und einer äußeren Schicht **130** darauf ausgebildet sein. In verschiedenen Ausführungsformen kann das zylindrische Substrat **110** die Form eines zylindrischen Rohres, z.B. mit einer hohlen Struktur, die eine Heizlampe darin enthält, oder einer massiven zylindrischen Welle annehmen. In Fig. 2 kann das beispielhafte Fixierelement **200** ein Bandsubstrat **210** mit einer oder mehreren Funktionsschichten, z. B. **220**, und einer Außenfläche **230** darauf ausgebildet umfassen.

## Substratschicht

**[0014]** Das Bandssubstrat **210 (Fig. 2)** und das zylindrische Substrat **(Fig. 1)** können zum Beispiel aus polymeren Materialien (z. B. Polyimid, Polyamid, Polyetheretherketon, Polyetherimid, Polyphthalamid, Polyamidimid, Polyketon, Polyphenylsulfid, Fluorpolyimiden oder Fluorpolyurethanen) und Metallmaterialien (z. B. Aluminium, Nickel oder Edelstahl) gebildet sein, um Steifheit und strukturelle Integrität aufrechtzuerhalten, wie dem Durchschnittsfachmann bekannt ist.

## Zwischenschicht

**[0015]** Hierin wird ein Polyimid-Aerogel offenbart, das als eine Zwischenschicht **120 (Fig. 1)**, **220 (Fig. 2)** in einem Fixierelement geeignet ist. Das Polyimid-Aerogel bietet Polsterung für die Trennschicht und stellt ein Trägersubstrat für die Trennschicht bereit. Das Polyimid-Aerogel ist mechanisch fest, flexibel und wärmebeständig. Das Polyimid-Aerogel weist eine Porosität von etwa 50 Prozent bis etwa 95 Prozent auf. Das Polyimid-Aerogel besitzt eine ausgezeichnete Flexibilität, hohe Zugfestigkeiten (d. h. 4 bis 9 MPa) und eine hohe Zersetzungsfangtemperatur. Ein Fixierband kann durch Auftragen der Hochtemperatur-Polyimidgelschicht auf die Oberseite der Substratschicht und anschließendes Auftragen einer Oberflächentrennschicht hergestellt werden. Optional kann eine wärmebeständige Verstärkungsschicht zwischen den Schaumstoff und die Oberflächentrennschicht aufgetragen werden.

**[0016]** Für eine Walzenkonfiguration kann die Dicke der Zwischen- oder Funktionsschicht etwa 0,010 mm bis etwa 10 mm oder etwa 1 mm bis etwa 8 mm oder etwa 2 mm bis etwa 7 mm betragen. Für eine Bandkonfiguration kann die Funktionsschicht etwa 10 Mikrometer bis zu etwa 2 mm oder 25 Mikrometer bis etwa 1,5 mm oder 50 Mikrometer bis etwa 1 mm sein.

## Trennschicht

**[0017]** Eine beispielhafte Ausführungsform einer Trennschicht **130 (Fig. 1)**, **230 (Fig. 2)** umfasst ein Fluorpolymer. Fluorpolymere, die zur Verwendung bei der hierin beschriebenen Formulierung geeignet sind, umfassen fluorhaltige Polymere. Diese Polymere umfassen Fluorpolymere, die eine monomere Wiederholungseinheit umfassen, die aus der Gruppe bestehend aus Vinylidenfluorid, Hexafluorpropylen, Tetrafluorethylen, Perfluoralkylvinylether und Mischungen davon ausgewählt ist. Die Fluorpolymere können lineare oder verzweigte Polymere und vernetzte Fluorelastomere umfassen. Beispiele für Fluorpolymer umfassen Polytetrafluorethylen (PTFE); Perfluoralkoxyolymerharz (PFA); Copolymere von Tetrafluorethylen (TFE) und Hexafluorpropylen (HFP); Copolymere von Hexafluorpropylen (HFP) und Vi-

nylidenfluorid (VDF oder VF2); Terpolymere von Tetrafluorethylen (TFE), Vinylidenfluorid (VDF) und Hexafluorpropylen (HFP); und Tetrapolymere von Tetrafluorethylen (TFE), Vinylidenfluorid (VF2) und Hexafluorpropylen (HFP) und einem Cure-Site-Monomer und Mischungen davon. Die Fluorpolymerteilchen stellen chemische und thermische Stabilität bereit und weisen eine niedrige Oberflächenenergie auf. Die Fluorpolymerteilchen weisen eine Schmelz- oder Vulkanisationstemperatur von etwa 255 °C bis etwa 360 °C oder von etwa 280 °C bis etwa 330 °C auf. Diese Teilchen werden geschmolzen oder vulkanisiert, um die Trennschicht zu bilden. Für das Fixierelement **100 (Fig. 1)**, **200 (Fig. 2)** kann die Oberflächen- oder Trennschicht **130 (Fig. 1)**, **230 (Fig. 2)** etwa 10 Mikrometer bis etwa 100 Mikrometer oder etwa 20 Mikrometer bis etwa 80 Mikrometer oder etwa 40 Mikrometer bis etwa 60 Mikrometer sein.

**[0018]** Es können Zusatzstoffe und zusätzliche leitende oder nichtleitende Füllstoffe in den Substratschichten **110 (Fig. 1)** und **210 (Fig. 2)**, den Zwischenschichten **120 (Fig. 1)** und **220 (Fig. 2)** und den Trennschichten **130 (Fig. 1)** und **230 (Fig. 2)** vorhanden sein. In verschiedenen Ausführungsformen können andere Füllmaterialien und Zusatzstoffe, die zum Beispiel anorganische Teilchen umfassen, für die Beschichtungszusammensetzung und die anschließend gebildete Oberflächenschicht verwendet werden. Leitende Füllstoffe, die hierin verwendet werden, können Carbon-Blacks, wie beispielsweise Kohleschwarz, Grafit, Fulleren, Acetylschwarz, fluoriertes Kohleschwarz und dergleichen; Kohlenstoff-Nanoröhrchen, Metalloxide und dotierte Metalloxide, wie beispielsweise Zinnoxid, Antimondioxid, antimon-dotiertes Zinnoxid, Titandioxid, Indiumoxid, Zinkoxid, Indiumoxid, indiumdotiertes Zinntrioxid und dergleichen; und Mischungen davon umfassen. Bestimmte Polymere, wie beispielsweise Polyaniline, Polythiophene, Polyacetylen, Poly(p-phenylenvinyl), Poly(p-phenylsulfid), Pyrrole, Polyindol, Polypyren, Polycarbazol, Polyazulen, Polyazepin, Poly(fluor), Polynaphthalen, Salze von organischer Sulfonsäure, Ester von Phosphorsäure, Ester von Fettsäuren, Ammonium- oder Phosphoniumsalze und Mischungen davon, können als leitende Füllstoffe verwendet werden. In verschiedenen Ausführungsformen können auch andere Zusatzstoffe, die dem Durchschnittsfachmann bekannt sind, eingebunden werden, um die offenbarten Verbundmaterialien zu bilden.

**[0019]** Die Trennschicht wird auf jede bekannte Art und Weise auf die Polyimid-Aerogelschicht aufgetragen. Typische Techniken zum Auftragen solcher Materialien auf die Substratschicht umfassen Fluten, Beschichten durch Flüssigkeitszerstäubung, Tauchbeschichten, Spiralrakelbeschichtung, Fließbettbeschichtung, Pulverschichtung, elektrostatisches Spritzen, Schallzerstäubung, Rakelstreichen, Spritzgießen, Laminieren und dergleichen.

Das Fluorpolymer wird dann vulkanisiert oder geschmolzen, um eine Trennschicht zu bilden.

#### Klebstoffschicht

**[0020]** Optional kann jede bekannte und verfügbare geeignete Klebstoffschicht zwischen der Trennschicht **130** (Fig. 1), **230** (Fig. 2), der Zwischenschicht **120** (Fig. 1), **220** (Fig. 2) und dem Substrat **110** (Fig. 1), **210** (Fig. 2) positioniert werden. Beispiele für geeignete Klebstoffschichten umfassen Silane, wie beispielsweise Aminosilane (wie zum Beispiel HV Primer **10** von Dow Corning), Titanate, Zirconate, Aluminate und dergleichen sowie Mischungen davon. In einer Ausführungsform kann ein Klebstoff in etwa 0,001%iger bis etwa 10%iger Lösung auf das Substrat gestrichen werden. Die Klebstoffschicht kann auf das Substrat oder auf die äußere Schicht bis zu einer Dicke von etwa 2 Nanometern bis etwa 2.000 Nanometer oder von etwa 2 Nanometer bis etwa 500 Nanometer aufgetragen werden. Der Klebstoff kann durch jede geeignete bekannte Technik, einschließlich Sprühbeschichtung oder Aufstrichs, aufgetragen werden. Es können Zusatzstoffe und zusätzliche leitende oder nichtleitende Füllstoffe in den Substratschichten **110** (Fig. 1) und **210** (Fig. 2) und **230** (Fig. 2) und den Trennschichten **130** (Fig. 1) und **230** (Fig. 2) vorhanden sein. In verschiedenen Ausführungsformen können andere Füllmaterialien und Zusatzstoffe, die zum Beispiel anorganische Teilchen umfassen, für die Beschichtungszusammensetzung und die anschließend gebildete Oberflächenschicht verwendet werden. Leitende Füllstoffe, die hierin verwendet werden, können Carbon-Blacks, wie beispielsweise Kohleschwarz, Grafit, Fulleren, Acetylen-schwarz, fluoriertes Kohleschwarz und dergleichen; Kohlenstoff-Nanoröhrchen, Metalloxide und dotierte Metalloxide, wie beispielsweise Zinnoxid, Antimon-dioxid, antimondotiertes Zinnoxid, Titandioxid, Indiumoxid, Zinkoxid, Indiumoxid, indiumdotiertes Zinn-trioxid und dergleichen; und Mischungen davon umfassen. Bestimmte Polymere, wie beispielsweise Polyaniline, Polythiophene, Polyacetylen, Poly(p-phenylenvinyl), Poly(p-phenylensulfid), Pyrrole, Polyindol, Polypyren, Polycarbazol, Polyazulen, Polya-zepin, Poly(fluor), Polynaphthalen, Salze von organischer Sulfonsäure, Ester von Phosphorsäure, Ester von Fettsäuren, Ammonium- oder Phosphoniumsalze und Mischungen davon, können als leitende Füllstoffe verwendet werden. In verschiedenen Ausführungsformen können auch andere Zusatzstoffe, die dem Durchschnittsfachmann bekannt sind, eingebunden werden, um die offenbarten Verbundmaterialien zu bilden.

**[0021]** Fig. 3A und Fig. 3B sowie Fig. 4A und Fig. 4B stellen beispielhafte Fixierkonfigurationen für den Fixierprozess gemäß den vorliegenden Lehren dar. Für den Durchschnittsfachmann sollte leicht zu erkennen sein, dass die Fixierkonfigurationen **300A** und B, die

in Fig. 3A und Fig. 3B dargestellt sind, und die Fixierkonfigurationen **400A** und B, die in Fig. 4A und Fig. 4B dargestellt sind, verallgemeinerte schematische Darstellungen veranschaulichen und dass andere Elemente/ Schichten/ Substrate/ Konfigurationen hinzugefügt oder bestehende Elemente/ Schichten/ Substrate/ Konfigurationen entfernt oder modifiziert werden können. Obwohl hierin ein elektrofotografischer Drucker beschrieben wird, können die offenbarte Vorrichtung und das offenbarte Verfahren auch auf andere Drucktechnologien angewendet werden. Beispiele umfassen Offsetdruck und Tintenstrahl- und Fest-Transfixiermaschinen.

**[0022]** Fig. 3A und Fig. 3B stellen die Fixierkonfigurationen **300A** und B unter Verwendung einer in Fig. 1 dargestellten Fixierwalze gemäß den vorliegenden Lehren dar. Die Konfigurationen **300A** und B können eine Fixierwalze **100** (d. h. **100** von Fig. 1) umfassen, die einen Fixierspalt mit einem Druckbeaufschlagungsmechanismus **335**, wie beispielsweise einer Druckwalze in Fig. 3A oder einem Druckband in Fig. 3B, für ein Bildträgermaterial **315** bildet. In verschiedenen Ausführungsformen kann der Druckbeaufschlagungsmechanismus **335** in Kombination mit einer Heizlampe **337** verwendet werden, um sowohl Druck als auch Wärme für den Fixierprozess der Tonerteilchen auf dem Bildträgermaterial **315** bereitzustellen. Außerdem können die Konfigurationen **300A** und B eine oder mehrere externe Heizwalzen **350** z. B. zusammen mit einer Reinigungsbahn **360** umfassen, wie in Fig. 3A und Fig. 3B dargestellt.

**[0023]** Fig. 4A und Fig. 4B stellen die Fixierkonfigurationen **400A** und B unter Verwendung eines in Fig. 2 dargestellten Fixierbandes gemäß den vorliegenden Lehren dar. Die Konfigurationen **400A** und B können ein Fixierband **200** (d. h. **200** von Fig. 2) umfassen, das einen Fixierspalt mit einem Druckbeaufschlagungsmechanismus **435**, wie beispielsweise einer Druckwalze in Fig. 4A oder einem Druckband in Fig. 4B für ein Mediensubstrat **415** bildet. In verschiedenen Ausführungsformen kann der Druckbeaufschlagungsmechanismus **435** in Kombination mit einer Heizlampe verwendet werden, um sowohl Druck als auch Wärme für den Fixierprozess der Tonerteilchen auf dem Mediensubstrat **415** bereitzustellen. Außerdem können die Konfigurationen **400A** und B ein mechanisches System **445** umfassen, um das Fixierband **200** zu bewegen und infolgedessen die Tonerteilchen zu fixieren und Bilder auf dem Mediensubstrat **415** zu erzeugen. Das mechanische System **445** kann eine oder mehrere Walzen **445a** bis c umfassen, die nötigenfalls als Heizwalzen verwendet werden können.

**[0024]** Fig. 5 zeigt eine Ansicht einer Ausführungsform eines Transfixierelements **7**, welches in der Form eines Bandes, einer Folie, eines Films oder einer ähnlichen Form sein kann. Das Transfixierele-

ment **7** ist ähnlich wie das zuvor beschriebene Fixierband **200** aufgebaut. Das entwickelte Bild **12**, das auf dem Zwischenübertragungselement **1** positioniert ist, wird über Walzen **4** und **8** mit dem Transfixierelement **7** in Kontakt gebracht und darauf übertragen. Die Walze **4** und/oder die Walze **8** können Wärme damit verbunden aufweisen oder auch nicht. Das Transfixierelement **7** bewegt sich in der Richtung von Pfeil **13**. Das entwickelte Bild wird auf ein Kopiersubstrat **9** übertragen und darauf fixiert, wenn das Kopiersubstrat **9** zwischen den Walzen **10** und **11** vorwärts bewegt wird. Die Walze **10** und/oder die Walze **11** können Wärme damit verbunden aufweisen oder auch nicht.

**[0025]** Es wird eine Zwischenschicht eines Polyimid-Aerogels (auch als Polyimidschaum bezeichnet) zur Verwendung als eine Zwischenschicht in einem Fixierelement offenbart. Die Polyimid-Aerogelschicht ist zwischen dem Substrat und der Oberflächentrennschicht **130** (Fig. 1), **230** (Fig. 2), obwohl andere optionale Zwischenschichten im Fixierelement enthalten sein können. Die Polyimid-Aerogelschicht verbessert die Leistung bei Stoßdämpfung, Formanpassung, Flexibilität und Energieverwaltung. Folglich minimieren Fixierelemente mit einer Polyimid-Aerogelschicht Papierschaden, stellen eine verbesserte Fixierleistung bereit, ermöglichen eine größere Medienauswahl, verbessern die Bildqualität und erhöhen die Energieeffizienz.

**[0026]** Hierin wird ein Polyimid-Aerogel oder Polyimidschaum zur Verwendung als eine Zwischenschicht in einem Fixierelement beschrieben, die Wärmebeständigkeit und -isolierung bereitstellt. Das Polyimid-Aerogel weist eine Dichte von etwa  $0,1 \text{ gm/cm}^3$  bis etwa  $0,5 \text{ gm/cm}^3$  oder von etwa  $0,15 \text{ gm/cm}^3$  bis etwa  $0,45 \text{ gm/cm}^3$  oder von etwa  $0,2 \text{ gm/cm}^3$  bis etwa  $0,4 \text{ gm/cm}^3$  auf. Das Polyimid-Aerogel weist einen Oberflächenbereich von etwa  $100 \text{ m}^2/\text{g}$  bis etwa  $550 \text{ m}^2/\text{g}$  oder von etwa  $150 \text{ m}^2/\text{g}$  bis etwa  $450 \text{ m}^2/\text{g}$  oder von etwa  $200 \text{ m}^2/\text{g}$  bis etwa  $400 \text{ m}^2/\text{g}$  auf. Das Polyimid-Aerogel weist einen Porendurchmesser von etwa  $2 \text{ nm}$  bis etwa  $200 \text{ nm}$  oder von  $5 \text{ nm}$  bis etwa  $180 \text{ nm}$  oder  $10 \text{ nm}$  bis etwa  $150 \text{ nm}$  auf.

**[0027]** Die Polyimid-Aerogelschicht wird durch Auftragen einer Zusammensetzung hergestellt, die ein Gel bildet. Das Lösungsmittel wird aus dem Polyimidgel extrahiert. Nach der Extraktion des Lösungsmittels bleibt eine Polyimid-Aerogelschicht, welche als eine Zwischenschicht in einem Fixierelement geeignet ist. Eine Fluorpolymer-Trennschicht wird dann auf die Polyimid-Aerogelschicht aufgetragen und vulkanisiert, um ein Fixierelement zu bilden.

**[0028]** Polyimidgele werden hergestellt, indem eine Zusammensetzung eines oder mehrerer anhydridüberkappter Polycarbamoylcarbonsäure-Oligomere und eines oder mehrerer Multiamine (Diamine

oder Triamine) in einem Lösungsmittel aufgetragen wird, um ein Gel zu bilden. Die Multiamine vernetzen die Polycarbamoylcarbonsäure-Oligomere durch eine Imidisierungsreaktion, um eine Polyimidgelschicht zu bilden. Nach Abschluss der Imidisierungsreaktion wird das Lösungsmittel durch Lösungsmittelextraktion entfernt, um eine Polyimid-Aerogelschicht bereitzustellen. Die Lösungsmittelextraktion kann durch superkritisches  $\text{CO}_2$  erreicht werden. Die Polyimid-Aerogelgießfolien besitzen eine ausgezeichnete Flexibilität, hohe Zugfestigkeiten (d. h. 4 bis 9 MPa) und hohe Zersetzungsanfangstemperaturen (d. h.  $460 \text{ }^\circ\text{C}$  bis  $610 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

**[0029]** Die offenbarten anhydridüberkappten Polycarbamoylcarbonsäure-Oligomere umfassen eine von einer Polycarbamoylcarbonsäure von Pyromellitsäuredianhydrid, eine Polycarbamoylcarbonsäure von Pyromellitsäuredianhydrid, eine Polycarbamoylcarbonsäure von Biphenyltetracarbonsäuredianhydrid, eine Polycarbamoylcarbonsäure von Biphenyltetracarbonsäuredianhydrid, eine Polycarbamoylcarbonsäure von Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid, Polycarbamoylcarbonsäure von Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid und dergleichen sowie Mischungen davon.

**[0030]** In Ausführungsformen werden die anhydridüberkappten Polycarbamoylcarbonsäure-Oligomere aus der Reaktion eines Dianhydrids und eines Diamins gebildet. Geeignete Dianhydride umfassen aromatische Dianhydride und aromatische Tetracarbonsäuredianhydride, wie beispielsweise 9,9-Bis(trifluormethyl)xanthen-2,3,6,7-tetracarbonsäuredianhydrid, 2,2-Bis(3,4-dicarboxyphenyl)hexafluorpropandianhydrid, 2,2-Bis((3,4-dicarboxyphenoxy)phenyl)hexafluorpropandianhydrid, 4,4'-Bis(3,4-dicarboxy-2,5,6-trifluorphenoxy)octafluorbiphenyldianhydrid, 3,3',4,4'-Tetracarboxybiphenyldianhydrid, 3,3',4,4'-Tetracarboxybenzophenondianhydrid, Di-(4-(3,4-dicarboxyphenoxy)phenyl)etherdianhydrid, Di-(4-(3,4-dicarboxyphenoxy)phenyl)sulfiddianhydrid, Di-(3,4-dicarboxyphenyl)methandianhydrid, Di-(3,4-dicarboxyphenyl)etherdianhydrid, 1,2,4,5-Tetracarboxybenzendianhydrid, 1,2,4-Tricarboxybenzendianhydrid, Butantetracarbonsäuredianhydrid, Cyclopentantetracarbonsäuredianhydrid, Pyromellitsäuredianhydrid, 1,2,3,4-Benzen-tetracarbonsäuredianhydrid, 2,3,6,7-Naphthalentetracarbonsäuredianhydrid, 1,4,5,8-Naphthalentetracarbonsäuredianhydrid, 1,2,5,6-Naphthalentetracarbonsäuredianhydrid, 3,4,9,10-Perylentetracarbonsäuredianhydrid, 2,3,6,7-Anthracentetracarbonsäuredianhydrid, 1,2,7,8-Phenanthrentetracarbonsäuredianhydrid, 3,3',4,4'-Biphenyltetracarbonsäuredianhydrid, 2,2',3,3'-Biphenyltetracarbonsäuredianhydrid, 3,3',4,4'-Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid, 2,2',3,3'-Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid, 2,2-Bis(3,4-dicarboxyphenyl)propandianhydrid, 2,2-Bis(2,3-dicarboxyphenyl)propandianhydrid, Bis

(3,4-dicarboxyphenyl)etherdianhydrid, Bis(2,3-dicarboxyphenyl)etherdianhydrid, Bis(3,4-dicarboxyphenyl)sulfondianhydrid, Bis(2,3-dicarboxyphenyl)sulfon, 2,2-Bis(3,4-dicarboxyphenyl)-1,1,1,3,3,3-hexafluorpropandianhydrid, 2,2-Bis(3,4-dicarboxyphenyl)-1,1,1,3,3,3-hexachlorpropandianhydrid, 1,1-Bis(2,3-dicarboxyphenyl)ethandianhydrid, 1,1-Bis(3,4-dicarboxyphenyl)ethandianhydrid, Bis(2,3-dicarboxyphenyl)methandianhydrid, Bis(3,4-dicarboxyphenyl)methandianhydrid, 4,4'-(p-Phenylendioxy)diphthalsäuredianhydrid, 4,4'-(m-Phenylendioxy)diphthalsäuredianhydrid, 4,4'-Diphenylsulfiddioxybis(4-phthalsäure)dianhydrid, 4,4'-Diphenylsulfondioxybis(4-phthalsäure)dianhydrid, Methylenbis(4-phenyleneoxy-4-phthalsäure)dianhydrid, Ethylenbis(4-phenyleneoxy-4-phthalsäure)dianhydrid, Isopropylidenbis(4-phenyleneoxy-4-phthalsäure)dianhydrid, Hexafluoriso-propylidenbis(4-phenyleneoxy-4-phthalsäure)dianhydrid und dergleichen.

**[0031]** Beispielhafte Diamine, die zur Verwendung bei der Herstellung der anhydridüberkappten Polycarbamoylcarbonsäure-Oligomere geeignet sind, umfassen 4,4'-bis-(m-Aminophenoxy)-biphenyl, 4,4'-bis-(m-Aminophenoxy)-diphenylsulfid, 4,4'-bis-(m-Aminophenoxy)-diphenylsulfon, 4,4'-bis-(p-Aminophenoxy)-benzophenon, 4,4'-bis-(p-Aminophenoxy)-diphenylsulfid, 4,4'-bis-(p-Aminophenoxy)-diphenylsulfon, 4,4'-Diamino-azobenzen, 4,4'-Diaminobiphenyl, 4,4'-Diaminodiphenylsulfon, 4,4'-Diaminop-terphenyl, 1,3-Bis-(gamma-aminopropyl)-tetramethyl-disiloxan, 1,6-Diaminohexan, 4,4'-Diaminodiphenylmethan, 3,3'-Diaminodiphenylmethan, 1,3-Diaminobenzen, 4,4'-Diaminodiphenylether, 2,4'-Diaminodiphenylether, 3,3'-Diaminodiphenylether, 3,4'-Diaminodiphenylether, 1,4-Diaminobenzen, 4,4'-Diamino-2,2',3,3',5,5',6,6'-octafluorbiphenyl, 4,4'-Diamino-2,2',3,3',5,5',6,6'-octafluordiphenylether, Bis[4-(3-aminophenoxy)-phenyl]sulfid, Bis[4-(3-aminophenoxy)phenyl]sulfon, Bis[4-(3-aminophenoxy)phenyl]keton, 4,4'-Bis(3-aminophenoxy)biphenyl, 2,2-Bis[4-(3-aminophenoxy)phenyl]-propan, 2,2-Bis[4-(3-aminophenoxy)phenyl]-1,1,1,3,3,3-hexafluorpropan, 4,4'-Diaminodiphenylsulfid, 4,4'-Diaminodiphenylether, 4,4'-Diaminodiphenylsulfon, 4,4'-Diaminodiphenylmethan, 1,1-Di(p-aminophenyl)ethan, 2,2-Di(p-aminophenyl)propan und 2,2-Di(p-aminophenyl)-1,1,1,3,3,3-hexafluorpropan und dergleichen sowie Mischungen davon.

**[0032]** Beispielhafte Multiamine, die zum Vernetzen von anhydridüberkappten Polycarbamoylcarbonsäure-Oligomeren geeignet sind, umfassen Diamine und Triamine. Die vorstehend aufgeführten Diamine können zum Vernetzen der dianhydridüberkappten Poly(carbamoylcarbon)säure-Oligomere verwendet werden. Beispiele für zusätzliche Multiaminverbindungen umfassen 1,3,5-Triaminophenoxybenzen, 1,3,5-Triaminobenzen, Cyclohexan-1,3,5-triamin, 1,3,5-Triazin-2,4,6-triamin, 1,3,5-Triazin-2,4,6-tria-

min, N2-(4,6-Diamino-1,3,5-triazin-2-yl)-1,3,5-triazin-2,4,6-triamin, N2-(4,6-Diamino-1,3,5-triazin-2-yl)-1,3,5-triazin-2,4,6-triamin, N2-(4,6-Diamino-1,3,5-triazin-2-yl)-1,3,5-triazin-2,4,6-triamin, N2-(4,6-Diamino-1,3,5-triazin-2-yl)-1,3,5-triazin-2,4,6-triamin, N2-(4,6-Diamino-1,3,5-triazin-2-yl)-octa(aminophenyl)silsesquioxan.

**[0033]** Die anhydridüberkappten Polycarbamoylcarbonsäure-Oligomere und Multiamine sind zum Beispiel in einem Gewichtsverhältnis von Diamin oder Triamin zu Polycarbamoylcarbonsäure-Oligomeren von etwa 1 Prozent bis etwa 5 Prozent und insbesondere in einem Gewichtsverhältnis von etwa 2 Prozent ausgewählt. Die zuvor erwähnten Anhydride und Diamine und Triamide werden einzeln bzw. als ein Gemisch verwendet. Ein Dianhydrid und ein Diamin werden bei Raumtemperatur in einem aprotischen organischen Lösungsmittel, wie beispielsweise NMP, DMAc oder DMF gemischt, um eine Polycarbamoylcarbonsäure zu bilden. Das Triamin wird der Polycarbamoylcarbonsäurelösung zugegeben, und anschließend werden Essigsäureanhydrid und Pyridin zur chemischen Imidisierung zugegeben. Ungefähr 20 min nach der Zugabe von Essigsäureanhydrid und Pyridin werden Gele gebildet. Nach 12-stündiger Alterung wird das Gel mit einer Reihe von Lösungen extrahiert, die eine Lösung von 75 Gewichtsprozent NMP in Aceton, 25 Gewichtsprozent NMP in Aceton und 100 Prozent Aceton umfassen. Das Lösungsmittel wird durch Extraktion mit superkritischem CO<sub>2</sub> bei 31 °C und 1100 bis 1400 psi und anschließendem Trocknen unter Vakuum bei 80 °C extrahiert.

**[0034]** Die Zusammensetzung von Polycarbamoylcarbonsäure-Oligomeren und Amin umfasst ein Lösungsmittel. Beispiele des Lösungsmittels, das zur Bildung der Zusammensetzung ausgewählt wird, umfassen Toluol, Hexan, Cyclohexan, Heptan, Tetrahydrofuran, Methylethylketon, Methylisobutylketon, N,N'-Dimethylformamid, N,N'-Dimethylacetamid, N-Methylpyrrolidon (NMP), Methylenchlorid und dergleichen sowie Mischungen davon, wobei das Lösungsmittel zum Beispiel in einer Menge von etwa 70 Gewichtsprozent bis etwa 95 Gewichtsprozent und von etwa 80 Gewichtsprozent bis etwa 90 Gewichtsprozent bezogen auf die Menge im Beschichtungsgemisch ausgewählt ist.

**[0035]** Nach der Bildung der Polyimidgelschicht muss das Lösungsmittel aus dem Gel entfernt werden. Dies wird durch Austauschen des Lösungsmittels mit superkritischem CO<sub>2</sub> und Vakuumtrocknen zum Entfernen des CO<sub>2</sub> erreicht, um die Poren im Gel intakt zu lassen. In Ausführungsformen kann das Lösungsmittel der Beschichtungslösung mit einem zweiten Lösungsmittel, wie beispielsweise Aceton, ausgetauscht werden, das im superkritischen CO<sub>2</sub> löslich ist, was die Entfernung des Lösungsmittels verbessert. Die Bedingungen für das Entfernen des

CO<sub>2</sub> umfassen eine Temperatur von etwa 31 °C und einen Druck von etwa 1100 psi bis etwa 1400 psi.

**[0036]** Nach dem Bereitstellen der Polyimid-Aerogelschicht auf dem Fixierelement wird eine Trennschicht auf der Oberseite der Polyimid-Aerogelschicht bereitgestellt. Typische Techniken zum Auftragen solcher Materialien auf die Substratschicht umfassen Fluten, Beschichten durch Flüssigkeitszerstäubung, Tauchbeschichten, Spiralrakelbeschichtung, Fließbettbeschichtung, Pulverschichtung, elektrostatisches Spritzen, Schallzerstäubung, Rakelstreichen, Spritzgießen, Laminieren und dergleichen. Nach dem Auftragen der Fluorpolymer-Trennschicht wird die Beschichtung bei einer Temperatur von etwa 255 °C bis 360 °C oder von etwa 280 °C bis etwa 330 °C vulkanisiert.

**[0037]** Fluorpolymere, die zur Verwendung als die Trennschicht-Fluorkunststoffe geeignet sind, umfassen eine monomere Wiederholungseinheit, die aus der Gruppe bestehend aus Vinylidenfluorid, Hexafluorpropylen, Tetrafluorethylen, Perfluoralkylvinylether und Mischungen davon ausgewählt ist. Beispiele für Fluorkunststoffe umfassen Polytetrafluorethylen (PTFE); Perfluoralkoxypolymerharz (PFA); und Copolymer von Tetrafluorethylen (TFE) und Hexafluorpropylen (HFP) sowie Mischungen davon. Der Fluorkunststoff stellt chemische und thermische Stabilität bereit und weist eine niedrige Oberflächenenergie auf. Der Fluorkunststoff weist eine Schmelztemperatur von etwa 320 °C bis etwa 380 °C oder von etwa 290 °C bis etwa 370 °C oder von etwa 300 °C bis etwa 380 °C auf. Fluorpolymere, die zur Verwendung als die Trennschicht geeignet sind, umfassen Fluorelastomere, die zur Verwendung bei der beschriebenen Formulierung geeignet und von der folgende Klasse sind: 1) Copolymere von zwei von Vinylidenfluorid, Hexafluorpropylen und Tetrafluorethylen; wie beispielsweise jene, die im Handel als VITON A<sup>®</sup> bekannt sind, 2) Terpolymere von Vinylidenfluorid, Hexafluorpropylen und Tetrafluorethylen, wie beispielsweise jene, die im Handel als VITON B<sup>®</sup> bekannt sind; und 3) Tetrapolymere von Vinylidenfluorid, Hexafluorpropylen, Tetrafluorethylen und einem Cure-Site-Monomer, wie beispielsweise jene, die im Handel als VITON GH<sup>®</sup> oder VITON GF<sup>®</sup> bekannt sind. Diese Fluorelastomere sind im Handel unter verschiedenen Bezeichnungen bekannt, wie beispielsweise die zuvor aufgeführten zusammen mit VITON E<sup>®</sup>, VITON E 60C<sup>®</sup>, VITON E430<sup>®</sup>, VITON 910<sup>®</sup> und VITON ETP<sup>®</sup>. Die Bezeichnung VITON<sup>®</sup> ist eine Marke von E.I. DuPont de Nemours, Inc. Beim Cure-Site-Monomer kann es sich um 4-Bromperfluorbuten-1, 1,1-Dihydro-4-bromperfluorbuten-1, 3-Bromperfluorpropen-1, 1,1-Dihydro-3-bromperfluorpropen-1 oder ein beliebiges anderes geeignetes, bekanntes Cure-Site-Monomer handeln, wie beispielsweise jene, die von DuPont erhältlich sind. Andere im Handel erhältliche Fluorpolymere umfassen FLUOREL 2170<sup>®</sup>, FLUO-

REL 2174<sup>®</sup>, FLUOREL 2176<sup>®</sup>, FLUOREL 2177<sup>®</sup> und FLUOREL LVS 76<sup>®</sup>, wobei FLUOREL<sup>®</sup> eine eingetragene Marke von der 3M Company ist. Weitere im Handel erhältliche Materialien umfassen AFLAS<sup>™</sup>, ein Poly(propylentetrafluorethylen), und FLUOREL II<sup>®</sup> (LII900), ein Poly(propylentetrafluorethylenvinylidenfluorid), die beide ebenfalls von der 3M Company erhältlich sind, sowie die Tecnoflons, die als FOR-60 KIR<sup>®</sup>, FOR-LHF<sup>®</sup>, NM<sup>®</sup> FOR-THF<sup>®</sup>, FOR-TFS<sup>®</sup>, TH<sup>®</sup>, NH<sup>®</sup>, P757<sup>®</sup>, TNS<sup>®</sup>, T439<sup>®</sup>, PL958<sup>®</sup>, BR9151<sup>®</sup> und TN 505<sup>®</sup> bezeichnet werden und von Ausimont erhältlich sind.

**[0038]** Die Fluorelastomere VITON GH<sup>®</sup> und VITON GF<sup>®</sup> weisen verhältnismäßig geringe Mengen von Vinylidenfluorid auf. VITON GF<sup>®</sup> und VITON GH<sup>®</sup> weisen etwa 35 Gewichtsprozent Vinylidenfluorid, etwa 34 Gewichtsprozent Hexafluorpropylen und etwa 29 Gewichtsprozent Tetrafluorethylen bei etwa 2 Gewichtsprozent Cure-Site-Monomer auf. Die Fluorelastomere werden bei einer Temperatur von etwa 80 °C bis etwa 250 °C vulkanisiert.

**[0039]** Die Polyimid-Aerogelschicht besitzt im Vergleich zu Silikon oder Fluorelastomeren verbesserte Eigenschaften. Die Polyimid-Aerogelschicht ist mechanisch zäh und wärmebeständig. Die Polyimidstruktur kann maßgeschneidert werden. Die Polyimid-Aerogelschicht haftet leicht an Polyimidsubstraten.

**[0040]** Es erfolgte die Herstellung einer Polyimid-Aerogelbeschichtung. Eine Lösung von Biphenyl-3,3',4,4'-tetracarbonsäuredianhydrid (BPDA) (2,395 g, 8,15 mmol) und 4,4'-Oxydianilin (ODA) (1,58 g, 7,9 mmol) in 25 mL n-Methylpyrrolidin (NMP) wurde bei Raumtemperatur unter Argongas für 30 min gerührt. Der Lösung wurde eine Lösung von 1,3,5-Triaminophenoxybenzen (TAB) (0,175 mmol, 0,07 g) in 8 mL NMP zugegeben. Diese Lösung wurde für 1 Stunde gerührt, und anschließend wurden der Lösung Essigsäureanhydrid (65 mmol, 6,15 g) und Pyridin (65 mmol, 5,14 g) zugegeben. Die Lösung wurde auf ein Polyimid-Bandsubstrat aufgetragen, und innerhalb von 20 Minuten wurde eine Gelschicht gebildet. Die Gelschicht wurde für 24 Stunden gealtert. Nach dem Altern wurde das Gel mit einer Lösung von 75 % NMP in Aceton extrahiert und über Nacht eingeweicht. Das Lösungsmittel im Gel wurde in 24-Stunden-Intervallen mit 25 % NMP in Aceton und dann 100 % Aceton ausgetauscht. Schließlich führten Extraktion mit superkritischem CO<sub>2</sub> bei etwa 1100 psi und 31 °C und Trocknen unter Vakuum zu einer Polyimid-Aerogelschicht mit einer Porosität von etwa 90 Prozent. Die Polyimid-Aerogelschicht besitzt eine ausgezeichnete Flexibilität, hohe Zugfestigkeiten (d. h. 4 bis 9 MPa) und hohe Zersetzungsanfangstemperaturen (d. h. 460 °C bis 610 °C).

**[0041]** Eine Oberflächentrennschicht aus Fluorkunststoff wurde auf die Polyimid-Aerogelschicht aufgetragen. Eine PFA-Beschichtungsdispersion mit PFA MP320 (9 Gramm), erworben von DuPont, Poly(propylencarbonat) (0,675 Gramm), fluoriertem Tensid GF400 (0,09 Gramm), Methylethylketon (9 Gramm) und Cyclohexanon (9 Gramm) wurde vereinigt, beschallt und durch Fluten bei einer Fließgeschwindigkeit von 3 ml/min mit einer Auftragsgeschwindigkeit von 2 mm/sec auf die Polyimid-Aerogelschicht aufgetragen. Die resultierende Beschichtung wurde für eine Stunde im Ofen erwärmt, um die Lösungsmittel zu entfernen, und anschließend für 15 Minuten bei 340 °C erwärmt, um die Endlos-Fixierdeckschicht zu bilden.

### Patentansprüche

1. Fixierelement, umfassend:

ein Substrat;  
eine Polyimid-Aerogelschicht, die auf das Substrat aufgebracht ist, wobei die Polyimid-Aerogelschicht eine Porosität von etwa 50 Prozent bis etwa 95 Prozent umfasst; und  
eine Oberflächenschicht, die ein Fluorpolymer umfasst und auf die Polyimid-Aerogelschicht aufgebracht ist.

2. Fixierelement, umfassend:

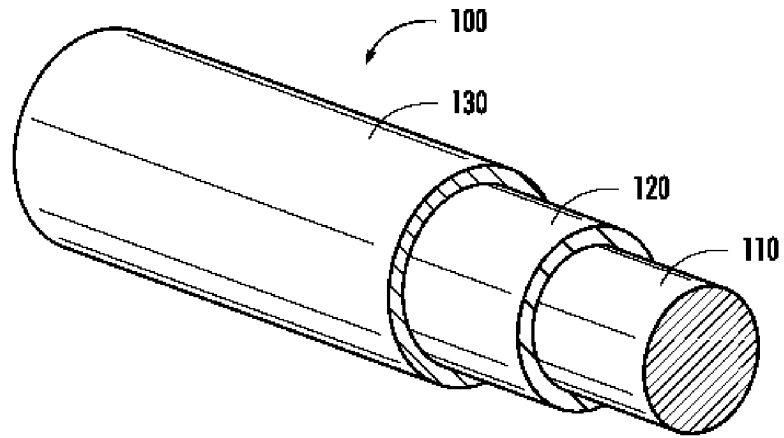
ein Substrat;  
eine Polyimid-Aerogelschicht, die auf das Substrat aufgebracht ist, wobei die Polyimid-Aerogelschicht eine Porosität von etwa 50 Prozent bis etwa 95 Prozent umfasst, und wobei die Polyimid-Aerogelschicht einen Porendurchmesser von etwa 2 nm bis etwa 200 nm aufweist; und  
eine Oberflächenschicht, die ein Fluorpolymer umfasst und auf die wärmebeständige Schicht aufgebracht ist.

3. Fixierelement, umfassend:

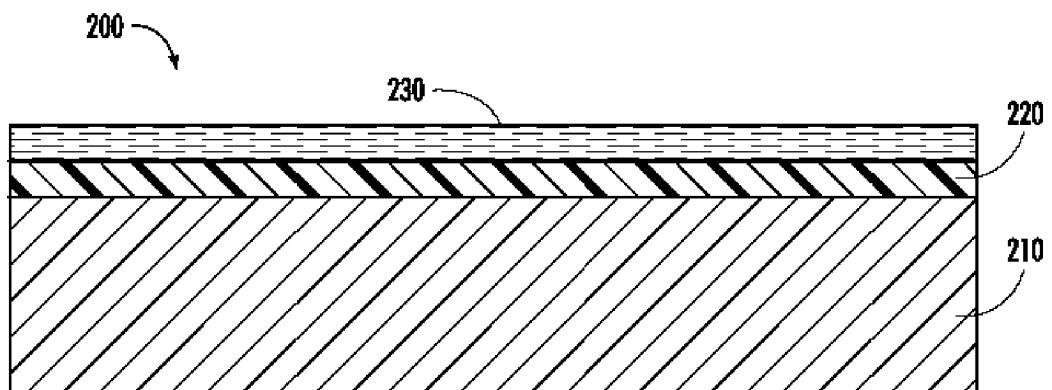
ein Substrat;  
eine Polyimid-Aerogelschicht, die auf das Substrat aufgebracht ist, wobei die Polyimid-Aerogelschicht eine Porosität von etwa 50 Prozent bis etwa 95 Prozent umfasst, und wobei die Polyimid-Aerogelschicht Poren mit einem Porendurchmesser von etwa 2 nm bis etwa 200 nm aufweist, wobei die Polyimid-Aerogelschicht eine Dicke von etwa 0,5 mm bis etwa 10 mm aufweist; und  
eine Oberflächenschicht, die einen Fluorkunststoff umfasst, der aus der Gruppe bestehend aus Polytetrafluorethylen und Perfluoralkoxypolymerharz ausgewählt ist, und auf die Polyimid-Aerogelschicht aufgebracht ist.

Es folgen 4 Seiten Zeichnungen

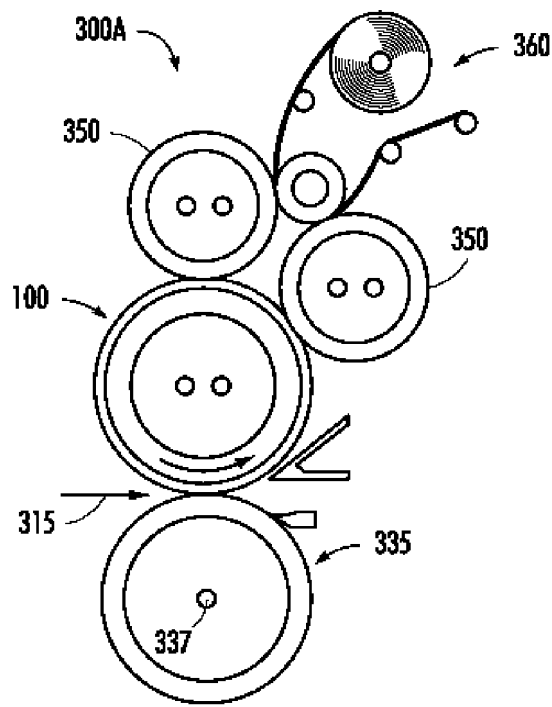
Anhängende Zeichnungen



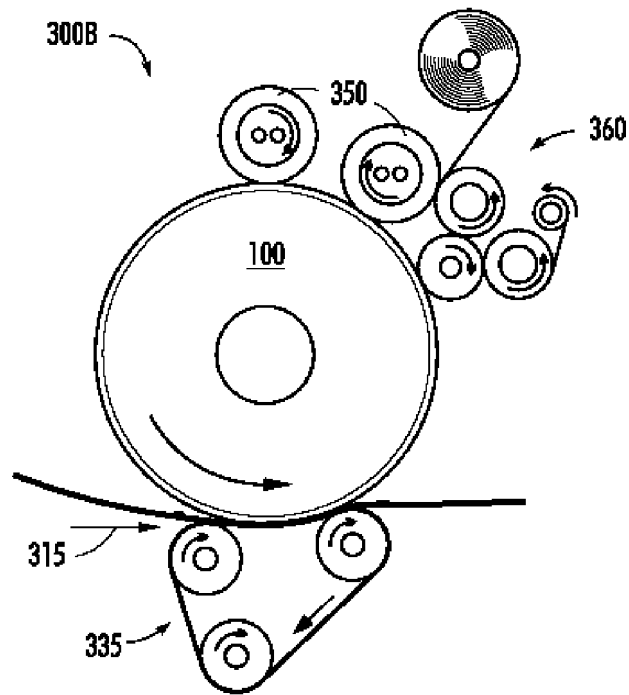
**FIG. 1**



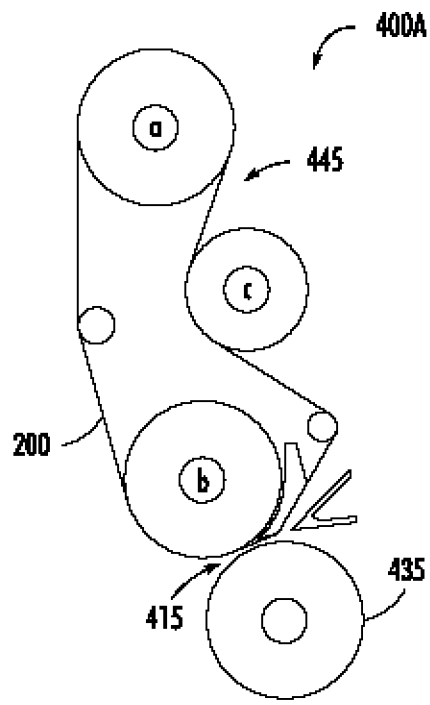
**FIG. 2**



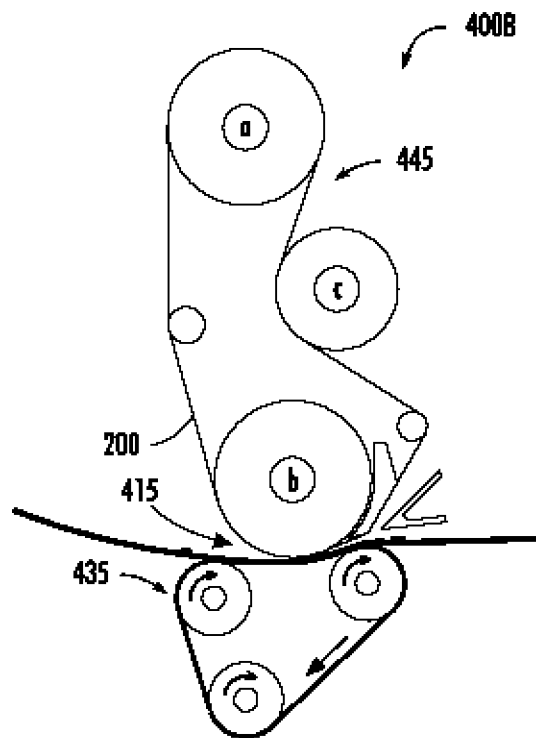
**FIG. 3A**



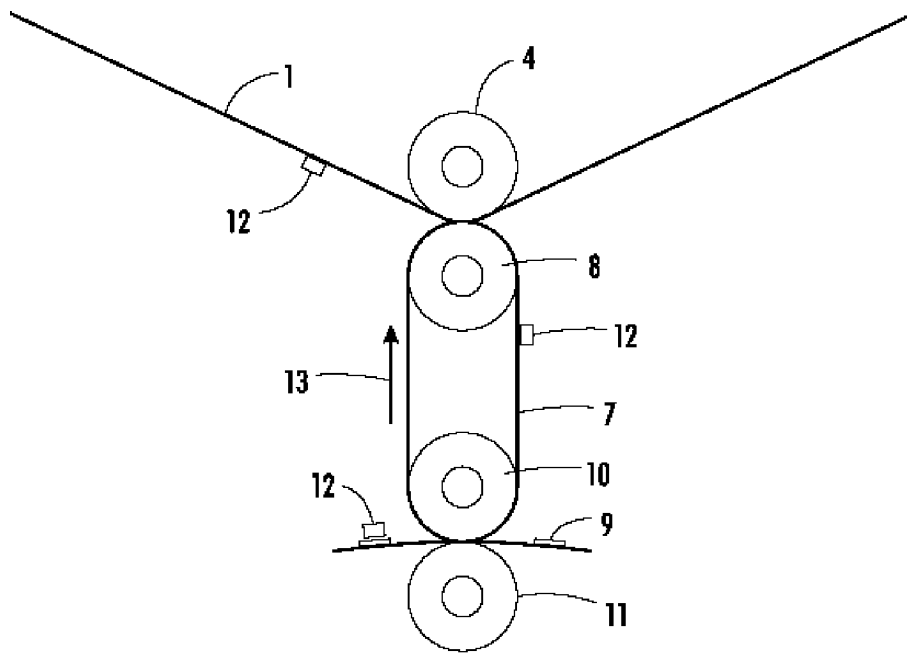
**FIG. 3B**



**FIG. 4A**



**FIG. 4B**



**FIG. 5**