



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1967393 B

(45) 授权公告日 2012.07.04

(21) 申请号 200610148411.0

(22) 申请日 2006.11.14

(30) 优先权数据

11/273,751 2005.11.14 US

(73) 专利权人 施乐公司

地址 美国康涅狄格州

(72) 发明人 R·D·帕特 D·J·桑德斯 T·H·伍

S·V·德拉佩 S·J·加德纳

S·哈德兹德迪

L·V·伊斯加尼蒂斯 T·L·林科恩

K·F·马塞尔

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 刘锴 林森

(51) Int. Cl.

G03G 9/08(2006.01)

(56) 对比文件

US 2005/0244735 A1, 2005.11.03, 全文.

US 2003/0049552 A1, 2003.03.13, 全文.

EP 0276147 A2, 1988.07.27, 全文.

US 5863695 A, 1999.01.26, 说明书第1栏第

50行至第65行,第2栏第20行至第61行,第3
栏第4行至第60行,第4栏第11行至第22行,
第5栏第5行至第6栏第8行,第7栏第18行至
第44行,第55行至第60行,第12栏第60行至
第13栏第10行,第28行至第37行,表1,表2,
第15栏例5.

审查员 周明新

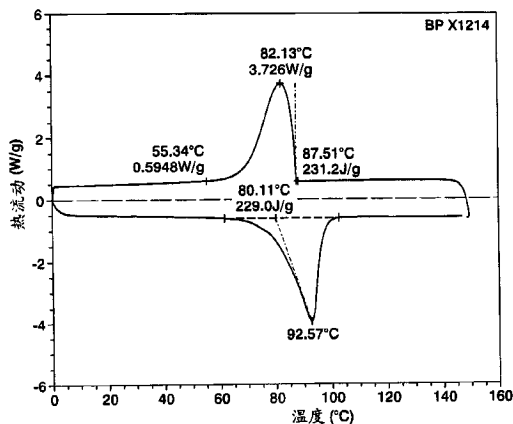
权利要求书 1 页 说明书 13 页 附图 4 页

(54) 发明名称

具有结晶蜡的调色剂

(57) 摘要

具有结晶蜡的调色剂本申请包括含有经分馏
和/或蒸馏的蜡的调色剂,所述蜡具有大约30至
大约64个碳单元,通过熔融热计算并经DSC计算,
蜡的结晶度为大约55%至大约100%,Mw为大约
500至大约800,多分散度为大约1至大约1.05。



1. 一种包括经蒸馏的结晶蜡的调色剂,所述结晶蜡具有 30 至 62 个碳单元,通过熔融热计算并经 DSC 测量的结晶度为 55%至 100%, M_w 为 500 至 800,并且多分散度 (M_w/M_n) 为 1 至 1.05,

其中所述结晶度通过以下表达式计算:

$$[\text{热焓 (Hm) J/g}/294\text{J/g}] \times 100 = \text{结晶度 (Xc)}。$$

2. 如权利要求 1 所述的调色剂,其中所述结晶度为 60%至 98%。

3. 如权利要求 1 所述的调色剂,其中所述结晶蜡具有 42 至 55 个碳单元。

4. 如权利要求 1 所述的调色剂,其中所述结晶蜡在 92°C 下的粘度为 10 至 10000 厘泊。

5. 如权利要求 1 所述的调色剂,其中所述结晶蜡包括选自以下组的材料,所述组由聚乙烯、聚丙烯、固体石蜡、费托蜡、微晶体蜡、巴西棕榈蜡、加州希蒙得木蜡、米蜡、蜂蜡、褐煤酸酯蜡、蓖麻蜡或它们的混合物组成。

具有结晶蜡的调色剂

技术领域

[0001] 本申请内容通常涉及调色剂,所述调色剂具有在本文中称为蜡的经蒸馏或分馏的蜡,尤其是涉及通过乳化聚集(EA)和凝结工艺制备得到的调色剂。

[0002] 本文中的蜡为结晶蜡,并具有结晶度。所得到的调色剂可以选择用于公知的电子照相、静电照相、静电复印和类似的成像工艺,包括复印、打印、传真、扫描以及类似的仪器,包括数码、image-on-image、彩色、平板印刷和类似工艺。

背景技术

[0003] 在复印技术中,例如静电复印和离子复印装置,需要提供具有高光泽度的调色剂。还需要提供能够用于少油环境以及在非常低的熔化温度下使用的调色剂。另外还需要提供能够用于高速打印和/或复印等机器的调色剂。

发明内容

[0004] 本发明包括一种调色剂,所述调色剂包括经蒸馏的蜡,所述蜡具有大约 30 至 62 个碳单元,通过熔融热计算并经 DSC 测量的结晶度为大约 55% 至大约 100%, M_w 为大约 500 至大约 800,多分散度(M_w/M_n)为大约 1 至大约 1.05。

[0005] 本发明包括一种调色剂,所述调色剂包括经蒸馏的蜡,所述蜡具有大约 30 至 62 个碳单元,通过熔融热计算并经 DSC 测量的结晶度为大约 55% 至大约 100%, M_w 、 M_n 和 M_p 均为大约 640 至 725,多分散度为大约 1 至大约 1.05。

[0006] 此外,本发明包括一种调色剂,所述调色剂包括经蒸馏的蜡,所述蜡具有大约 30 至 62 个碳单元,92°C 下的粘度为大约 100 至大约 1000 厘泊,通过熔融热计算并经 DSC 测量的结晶度为大约 55% 至大约 100%, M_w 、 M_n 和 M_p 均为大约 640 至 725,多分散度为大约 1 至大约 1.05。

附图说明

[0007] 可以参考以下附图,其中包括:附图 1 为本文公开的一个实施方式的蜡的热流动-温度的 DSC 曲线。

[0008] 附图 2 为本文公开的一个实施方式的蜡的 x 线衍射强度相对于 $2-\theta$ ($^\circ$) 的曲线。

[0009] 附图 3 为根据本文公开的一个实施方式的粘度-温度图形,显示了有效的凝结温度范围,由方程限定,所述斜率提供了给定温度下的粘度。

[0010] 附图 4 为本文公开的一个实施方式的蜡的重量百分比-碳数量图形。

具体实施方式

[0011] 在实施方式中公开了一种包含经分馏或蒸馏的蜡的调色剂,更特别是,一种结晶蜡。所述蜡可以选自例如,聚烯烃蜡、烯炔蜡、聚乙烯蜡、聚丙烯蜡、固体石蜡、Fisher Tropsch 蜡、微晶体蜡、巴西棕榈蜡、加州希蒙得木蜡、米蜡、蜂蜡、褐煤酸酯蜡、蓖麻蜡

(castor wax) 或它们的混合物。在实施方式中,所述蜡为聚乙烯蜡或 Fisher Tropsch 蜡,在特定的实施方式中为经分馏的、结晶和 / 或经蒸馏的聚乙烯蜡。在实施方式中,所述聚乙烯蜡衍生自乙烯聚合作用。

[0012] 可以采用不同的催化剂来制备蜡,所述催化剂包括

[0013] Ziegler-Natta, Fischer Tropsch, 茂金属和类似催化剂。如何制备蜡的具体细节可以参见美国专利申请公开号 No. US2005130054A1 和美国专利 5500321, 上述主题通过全文引用的方式结合至本文。

[0014] 在实施方式中,蜡中碳单元的数量在大约 30 至大约 62 个碳,峰值在大约 42 至大约 55 个碳单元。在 30 个碳单元时,重量百分比为大约 0.5 重量%;而在 60 个碳单元时,重量百分比为大约 0.5 重量%。通过气相色谱测量,最高重量百分比低于或等于 20%,或大约 1% 至大约 15%。附图 4 表示了分布以及重复碳单元的峰值范围示意图。

[0015] 在实施方式中,通过熔化热或熔融热或焓计算,并通过 DSC 测量,蜡的结晶度 (X_c) 为大约 55% 至大约 100%,或大约 60% 至大约 98%,或大约 70% 至大约 95%,或大约 75% 至大约 90%。

[0016] 在 DSC 过程中,加热速率为大约 $10^\circ\text{C}/\text{min}$,熔融热焓 (heat of enthalpy) 大于大约 150J/g ,并在二次扫描过程中进行测量,参见附图 1。结晶百分比通过以下表达式计算:

[0017] $[\text{热焓 (Hm)} \text{J/g}/294\text{J/g}] \times 100 = \text{结晶度 (Xc)}$

[0018] 在冷却循环周期或通过再结晶热测量的蜡结晶度为大约 55% 至大约 100%,或大约 60% 至大约 98%,或大约 70% 至大约 95%,或大约 75% 至大约 90%。采用再结晶热测量结晶度,其中采用以下公式测量结晶度:

[0019] $[\text{再结晶热 (Hm)} \text{J/g}/294\text{J/g}] \times 100 = \text{结晶度 (Xc)}$

[0020] 在实施方式中,通过上述热焓所测得的结晶度与通过上述再结晶热所测得的结晶度之间的差值不超过大约 15%,或大约 0.01% 至大约 15%, ; 不大于大约 10%,或大约 0.01% 至大约 10%; 不大于大约 5%,或大约 0.01% 至大约 5%; 或不大于大约 1%,或大约 0.01% 至大约 1%。

[0021] 通过 X 线衍射测量的蜡结晶度 (X_c) 为大约 55% 至大约 100%,或大约 60% 至大约 98%,或大约 70% 至大约 95%,或大约 75% 至大约 90%。采用 X 衍射测量结晶度,其中采用以下公式测量结晶度:

[0022]
$$X_c = [S_c / (S_c + S_a)] \times 100\%$$

[0023] 其中 S_c 为蜡的结晶成分的衍射峰面积, S_a 为蜡中无定形成分的衍射峰面积。

[0024] 在含有树脂、着色剂和蜡的聚集物的凝结过程中,温度高于树脂的 T_g 。因此,选择的温度范围所产生的粘度允许蜡在树脂基质中流动,并允许形成蜡区。调色剂颗粒中的蜡区 (例如,大约 0.5 至大约 2 微米) 可以比起始大小 (例如,大约 0.15 至大约 0.8 微米) 大。凝结 / 熔融步骤中的有效温度范围为大约 92°C 至大约 100°C 。具有适当流动性质以形成所需要的蜡区的蜡具有作为温度函数而变化的粘度,从而满足以下方程的要求:

[0025]
$$\eta (\text{cp}) \leq 10^{27-0.25T} \quad \text{其中 } 92^\circ\text{C} \leq T \leq 100^\circ\text{C}$$

[0026] 该方程限定了在有效的凝结温度范围内蜡粘度的上限值,尤其是经分馏或蒸馏的蜡 (参见附图 3)。在实施方式中,蜡具有满足上述方程要求的粘度 - 温度关系。

[0027] 不论是加热周期还是熔融周期,例如蜡在 92°C 的熔化粘度小于或大约为 10000 厘

泊,或大约 10 至大约 10000 厘泊,100°C 的粘度小于或等于 100 厘泊,或大约 1 至大约 100 厘泊。而且,凝结/熔融步骤的有效温度可以低于 92°C,例如当最高碳数量小于或等于 45 时,其可以低至 88°C。其应当提供小于或等于 10000cps 的熔融粘度 (η)。在实施方式中,所述蜡满足了符合方程的标准。而且,在实施方式中,所述蜡满足热焓 (Hc) 或再结晶 (Hrc)。

[0028] 在加热周期(即熔化)中,当加热速率为 10°C/min 时,通过 DSC 测量,蜡的起始(onset)温度为大约 65°C 至大约 70°C,偏移(offset)温度为大约 95°C 至大约 100°C。

[0029] 蜡的针入点(needle penetration point)为大约 0.1 至大约 10,或大约 0.5 至大约 8,或大约 1 至 5dmm(微米)。可以采用 K95500Koehler Instruments 数字针入计根据 ASTM1321 测量针入点,或可以采用其他已知的方式测量。

[0030] 基于组合物的总重量,调色剂材料中存在蜡例如大约 6 重量%至大约 30 重量%,或大约 7 重量%至大约 20 重量%。

[0031] 蜡的例子包括本文中所述的蜡,例如上述共同未决申请中提及的蜡、聚烯烃,例如聚丙烯、聚乙烯等,例如 Allied Chemical 和 BakerPetrolite 公司的市售产品,来自 Michaelman Inc. 和 DanielsProducts 公司的蜡乳液,来自 Eastman Chemical Products, Inc. 的 Epolene N-15™, Viscol 550-P™, 来自 Sanyo Kasei K.K. 的低重量平均分子量聚丙烯,以及类似的材料。功能化蜡的来自包括胺、酰胺,例如来自 Micro Powder Inc. 的 Aqua Superslip 6550™, Superslip6530™;氟化蜡,例如来自 Micro Powder Inc. 的 Polyfluo 190™, Polyfluo 200™, Polyfluo 523XF™, Aqua Polyfluo 411™, AquaPolysilk 19™, Polysilk 14™;混合的氟化、酰胺蜡,例如来自 MicroPowder Inc. 的 Microspersion 19™;酰亚胺,酯、季胺、羧酸或丙烯聚合乳剂,例如来自 SC Johnson Wax 的 Joncryl 74™, 89™, 130™, 537™, 538™。来自 Allied Chemical and Petrolite Corporation 和 SC Johnson Wax 的氯化聚丙烯和聚乙烯。可以选择性地对所述蜡进行分馏或蒸馏,以提供满足粘度和/或温度标准的特定类型,其中粘度的上限为 10000cps,温度上限为 100°C。

[0032] 在实施方式中,所述蜡包括分散系统形式的蜡,所述分散系统包括例如粒径为大约 100 纳米至大约 500 纳米或大约 100 纳米至大约 300 纳米的蜡,水,阴离子表面活性剂或聚合稳定剂,以及可选择性地含有非离子表面活性剂。在实施方式中,所述蜡包括聚乙烯蜡颗粒,例如 POLYWAX® 655, 或 POLYWAX® 725, POLYWAX® 500 (Baker Petrolite 出售的 POLYWAX® 蜡), 以及例如本文称为 X1214, X1240, X1242, X1244 的市售 POLYWAX® 655 类型等的经分馏/蒸馏的蜡,但是并不局限于 POLYWAX® 655 类型的蜡。可以使用提供特殊类型以满足粘度/温度标准的蜡,其中粘度的上限为 10000cps,温度上限为 100°C。所述蜡的粒径可以为大约 100 至大约 500 纳米,但是不局限于此。其他例子包括来自 Shell (SMDA) 的 FT-100 蜡,以及来自 Nippon Seiro 的 FNP0092。用于分散蜡的表面活性剂可以为阴离子表面活性剂,但是不局限于此,例如 Daiichi Kogyo Seiyaku 出售的 Neogen RK®, 或 Tayca Corporation 出售的 TAYCAPOWER® BN2060, 或来自 DuPont 的 Dowfax。

[0033] 在实施方式中,蜡的起始熔化温度为大约 65 至大约 75°C,偏移温度为大约 95 至大约 100°C。

[0034] 在实施方式中,蜡具有 Mn, Mw 和 Mp,其中每个均可以在大约 500 至大约 800 的范

围内,或者大约 600 至大约 750,或大约 640 至大约 725。所述蜡的多分散度 (M_w/M_n) 为大约 1 至大约 1.05。

[0035] 此处调色剂可以包括树脂。在实施方式中,所述树脂颗粒可以为以不同有效量存在的苯乙烯丙烯酸酯、苯乙烯丁二烯、苯乙烯丙烯酸甲酯或聚酯,基于调色剂总重量百分比,所述量例如为大约 70 重量%至 98 重量%,更特别是,大约 80 重量%至大约 92 重量%。所述树脂可以具有小的平均粒径,例如通过 Brookhaven 纳米颗粒分析仪测量的平均体积直径为大约 0.01 微米至大约 1 微米。可以选择其他有效量的树脂。

[0036] 在此处,非交联树脂为基本上没有交联的树脂,例如,具有基本 0%至大约 0.2%交联率的树脂,或具有小于大约 0.1%交联率的树脂。交联树脂是指例如,包括大约 0.3%至大约 20%交联率的交联树脂或凝胶。

[0037] 在实施方式中,选择的树脂可以是非交联树脂,例如包括苯乙烯:丙烯酸丁酯: β -羧乙基丙烯酸酯,但是并不局限于这些单体,其中例如,基于单体的总重量,所述非交联树脂单体的量为大约 40 重量%至大约 95 重量%的苯乙烯,大约 5 重量%至大约 60 重量%的丙烯酸丁酯,以及每百重量份中大约 0.05 份或大约 10 份的 β -羧乙基丙烯酸酯;或大约 60 重量%至大约 85 重量%的苯乙烯,大约 15 重量%至大约 40 重量%的丙烯酸丁酯,以及每百重量份中大约 1 份至大约 5 份的 β -羧乙基丙烯酸酯。

[0038] 例如,可以选择含有羧酸基团的树脂,所述羧酸基团选自例如由以下构成的组,所述组包括丙烯酸、甲基丙烯酸、衣康酸、 β -羧乙基丙烯酸酯 (β -CEA)、富马酸、马来酸和肉桂酸,其中,例如羧酸的量选为树脂总重量的大约 0.1 重量%至大约 10 重量%。

[0039] 在实施方式中,第二乳胶可以为具有高玻璃转化温度 (高 T_g) 的树脂,所述树脂包括基于单体总重量的大约 40 重量%至大约 95 重量%的苯乙烯,大约 5 重量%至大约 60 重量%的丙烯酸丁酯,以及每百份中大约 0.05 重量份或大约 10 重量份的 β -羧乙基丙烯酸酯;或大约 65 重量%至大约 90 重量%的苯乙烯,大约 10 重量%至大约 35%重量的丙烯酸丁酯,以及每百份中大约 1 重量份至大约 5 重量份的 β -羧乙基丙烯酸酯。

[0040] 在进一步的实施方式中,所述工艺提供了包括非交联树脂的第一树脂 (树脂 A) 和第二非交联树脂 (树脂 B),所述第一树脂的第一 T_g 为大约 46°C 至大约 56°C,大约 48°C 至大约 54°C,或大约 51°C,第二非交联树脂具有较高的 T_g (高 T_g ,是指例如比第一树脂 T_g 高大约 5°C 至大约 10°C 的玻璃转化温度),例如 T_g 为大约 54°C 至 65°C,大约 56°C 至大约 64°C,或大约 59°C。

[0041] 乳胶聚合物或树脂颗粒的示意性例子包括已知的选自以下组的聚合物,所述组包括苯乙烯丙烯酸酯、苯乙烯甲基丙烯酸酯、丁二烯、异戊二烯、丙烯腈、丙烯酸、丙烯酸甲酯、 β -羧乙基丙烯酸酯、聚酯、聚(苯乙烯-丁二烯)、聚(甲基苯乙烯-丁二烯)、聚(甲基丙烯酸甲酯-丁二烯)、聚(甲基丙烯酸乙酯-丁二烯)、聚(甲基丙烯酸丙酯-丁二烯)、聚(甲基丙烯酸丁酯-丁二烯)、聚(丙烯酸甲酯-丁二烯)、聚(丙烯酸乙酯-丁二烯)、聚(丙烯酸丙酯-丁二烯)、聚(丙烯酸丁酯-丁二烯)、聚(苯乙烯-异戊二烯)、聚(甲基苯乙烯-异戊二烯)、聚(甲基丙烯酸甲酯-异戊二烯)、聚(甲基丙烯酸乙酯-异戊二烯)、聚(甲基丙烯酸丙酯-异戊二烯)、聚(甲基丙烯酸丁酯-异戊二烯)、聚(丙烯酸甲酯-异戊二烯)、聚(丙烯酸乙酯-异戊二烯)、聚(丙烯酸丙酯-异戊二烯)、聚(丙烯酸丁酯-异戊二烯);聚(苯乙烯-丙烯酸丙酯)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯)、聚(苯乙烯-丁

二烯-丙烯酸)、聚(苯乙烯-丁二烯-甲基丙烯酸)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯酸)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-甲基丙烯酸)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯腈)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯腈-丙烯酸)、以及苯乙烯/丙烯酸丁酯/羧酸三聚物、苯乙烯/丙烯酸丁酯/ β -羧乙基丙烯酸酯三聚物、来自 Goodyear 的 PLIOTONE™、及其混合物。所选择的乳胶乳液树脂和可选的第二乳胶树脂可以包括相同的树脂或不同的树脂。

[0042] 所选择的树脂颗粒可以通过例如包括半连续乳化聚合方法的乳化聚合技术制备,在所述工艺中采用的单体可以选自例如,苯乙烯、丙烯酸酯、甲基丙烯酸酯、丁二烯、异戊二烯,以及可选的酸或碱性烯烃单体,例如丙烯酸、甲基丙烯酸、丙烯酰胺、甲基丙基酰胺、二烷基或三烷基丙烯酰胺或甲基丙烯酰胺的季铵卤化物、乙烯吡啶、乙烯吡咯烷酮、乙烯-N-甲基吡咯氯化物等。单体或聚合物树脂中可以选择性地存在酸基或碱基,基于聚合物树脂的重量,所述基团可以大约 0.1% 至大约 10% 的不同量存在。当通过乳化聚合制备树脂颗粒时可以选择链转移剂,例如十二烷基硫醇或四溴化碳。获得大约 0.01 微米至大约 1 微米的树脂颗粒的其它工艺可以选自聚合物微悬浮工艺(例如美国专利 3674736 中所述,该申请的公开内容通过引用的方式完全结合至本文)、聚合物溶液微悬浮工艺(例如美国专利 5290654 中所述,该申请的公开内容通过引用的方式完全结合至本文)、机械研磨工艺或其他已知工艺。

[0043] 在实施方式中,本文所公开的调色剂工艺包括在引发剂、链转移剂以及表面活性剂的存在下通过乳化聚合制备非交联乳胶树脂(树脂 A),其包括例如,苯乙烯:丙烯酸丁酯: β -羧乙基丙烯酸酯(β -CEA)(单体 A, B, C)。所述树脂单体的量和组成包括例如,大约 70% 至 90% 的苯乙烯、大约 10% 至大约 30% 的丙烯酸丁酯、以及每百份中大约 0.5 份至 10 份的 β -羧乙基丙烯酸酯,或大约 76.5% 的苯乙烯、23.5% 的丙烯酸丁酯、以及每百份中大约 3 份的 β -羧乙基丙烯酸酯。引发剂的量,例如过硫酸钠、过硫酸钾或过硫酸铵,可以选择为单体重量的大约 0.5% 至大约 5.0%。所使用的链转移剂的量可以选择为单体 A 和 B 重量的大约 0.5% 至大约 5.0%。所述表面活性剂可以为阴离子表面活性剂,可以选择为水相重量的大约 0.7% 至大约 5.0%。例如,单体在供料不足(starve fed)的条件下聚合,参见有关静电复印的专利,例如美国专利 6447974、美国专利 6576389、美国专利 6617092 以及美国专利 6664017,以上专利通过引用的方式完全结合至本文,从而提供直径为大约 100 纳米至大约 300 纳米的乳胶树脂颗粒。乳胶树脂 A 的分子量可以为例如大约 30000 至大约 37000,但是不局限于此。树脂 A 的起始玻璃转化温度(Tg)为大约 46°C 至大约 56°C,或者大约 48°C 至大约 54°C,或大约 51°C。羧基团的量可以选择为每百份树脂单体 A 和 B 中含有大约 0.05 份至 5.0 份。所得到的树脂 A 的分子量为大约 34000,分子数大约为 11000,提供了 PH 为大约 2.0 的非交联乳胶树脂 A。

[0044] 在引发剂、链转移剂以及表面活性剂的存在下,通过乳化聚合可以选择的高 Tg 非交联乳胶树脂(树脂 B)包括苯乙烯:丙烯酸丁酯: β -羧乙基丙烯酸酯(β -CEA),本文中也称为单体 A、B 和 C。在实施方式中,单体 A : B : C 的组成可以选择为,包含大约 70% 至 90% 的苯乙烯、大约 10% 至大约 30% 的丙烯酸丁酯、以及每百份中含有大约 0.5 份至 10 份的 β -羧乙基丙烯酸酯,或大约 81.7% 的苯乙烯、18.3% 的丙烯酸丁酯、以及每百份中含有大约 3 份的 β -羧乙基丙烯酸酯。引发剂的量,例如过硫酸钠或过硫酸铵,可以选择为单体重量的大约 0.5% 至大约 3.0%。所使用的链转移剂的量可以选择为单体 A 和 B 重量的大

约 0.5 重量% 至大约重量 3.0%。所述表面活性剂可以为阴离子表面活性剂,可以选择为水相重量的大约 0.7% 至大约 5.0%。在上述引用的静电复印专利中称为供料不足聚合条件下进行乳化聚合,从而提供体积平均粒径为大约 100 纳米至大约 300 纳米的乳胶树脂颗粒。乳胶树脂 B 的分子量为大约 30000 至大约 40000,或大约 34000,分子数为大约 11000,提供 PH 大约为 2.0 的非交联乳胶树脂 B。高 Tg 树脂 B 的起始 Tg 比树脂 A 的 Tg 高大约 5°C 至大约 10°C,或者为大约 54°C 至 65°C,或者大约 56°C 至 64°C,或者大约 59°C。羧基团的量可以选择为每百份树脂单体 A 和 B 中含有大约 0.05 份至大约 5.0 份。

[0045] 适合用于所述树脂乳胶分散系统的阴离子表面活性剂的例子可以包括,例如十二烷基硫酸钠 (SDS)、十二烷基苯基磺酸钠、十二烷基萘基硫酸钠、二烷基苯烷基、硫酸盐和磺酸盐、己二酸、来自 Aldrich 的、来自 Daiichi Kogyo Seiyaku 的 NEOGEN RK™, NEOGENSC™、或者 Tayca 公司出售的 TAYCAPOWERBN2060、或 DuPont 的 Dowfax 等。通常采用的阴离子表面活性剂的有效浓度为例如用于制备调色剂聚合物树脂的单体重量的大约 0.01% 至大约 10%,更特别是,大约 0.1% 至大约 5%。

[0046] 可以包括在树脂乳胶分散系统中的非离子表面活性剂的例子包括例如,聚乙烯醇、聚丙烯酸、methalose、甲基纤维素、乙基纤维素、丙基纤维素、羟乙基纤维素、羧基甲基纤维素、聚氧乙烯鲸蜡烯、聚氧乙烯月桂酸醚、聚氧乙烯辛基醚、聚氧乙烯辛苯基醚、聚氧乙烯油烯醚、聚氧乙烯山梨糖醇单月桂酸酯、聚氧乙烯硬脂酰醚、聚氧乙烯壬基苯基醚、二烷基苯氧基聚(乙烯氧基)乙醇、来自 Rhodia 的 IGEPAL CA-210™、IGEPAL CA-520™、IGEPAL CA-720™、IGEPAL CO-890™、IGEPAL CO-720™、IGEPAL CO-290™、IGEPAL CA-210™、ANTAROX 890™ 和 ANTAROX 897™。非离子表面活性剂的适当浓度可以为例如用于制备调色剂聚合物树脂的单体重量的大约 0.01% 至大约 10%,或者大约 0.1% 至大约 5%。色素分散系统可以包括分散在具有非离子分散剂/表面活性剂的水性介质中的色素颗粒。还可以采用极性与树脂乳胶分散系统相同的分散剂。

[0047] 可以在凝结之前或凝结过程中选择性加入聚集悬浮液中、从而随着温度的增加用于例如防止聚集物增大或者使聚集物的大小保持稳定的其它表面活性剂的例子可以选自阴离子表面活性剂,例如十二烷基苯基磺酸钠、十二烷基萘基硫酸钠、二烷基苯烷基、硫酸盐和磺酸盐、己二酸、来自 Aldrich 的、来自 Daiichi Kogyo Seiyaku 的 NEOGEN R™、NEOGENSC™ 等。

[0048] 可以采用的酸的例子包括例如硝酸、硫酸、盐酸、醋酸、柠檬酸、三氟醋酸、琥珀酸、水杨酸等,其中酸在实施方式中以稀释的形式使用,其范围是水重量的大约 0.5 重量% 至大约 10 重量%,或者是水重量的 0.7 重量% 至大约 5 重量%。

[0049] 在实施方式中,引入多价螯合剂或络合剂包括引入选自以下组的有机络合剂,所述组包括乙二胺四醋酸、gluconal、葡糖酸钠、柠檬酸钾、柠檬酸钠、硝基醋酸盐、腐殖酸、富里酸;乙二胺四醋酸、gluconal、葡糖酸钠、柠檬酸钾、柠檬酸钠、硝基醋酸盐、腐殖酸和富里酸的盐;乙二胺四醋酸、gluconal、葡糖酸钠、柠檬酸钾、柠檬酸钠、硝基醋酸盐、腐殖酸和富里酸的碱金属盐;乙二胺四醋酸、gluconal、葡糖酸钠、酒石酸、葡糖酸、草酸、聚丙烯酸酯、蔗糖丙烯酸酯、柠檬酸、柠檬酸钾、柠檬酸钠、硝基醋酸盐、腐殖酸和富里酸的钠盐;乙二胺四醋酸、gluconal、葡糖酸钠、柠檬酸钾、柠檬酸钠、硝基醋酸盐、腐殖酸和富里酸的钾盐;乙二胺四醋酸、gluconal、葡糖酸钠、柠檬酸钾、柠檬酸钠、硝基醋酸盐、腐殖酸和富里酸

的钙盐；脱水乙二胺四醋酸二钠钙、乙二胺四醋酸二铵、二乙三胺五醋酸五钠盐、N-(羟乙基)-乙二胺四醋酸三钠盐、polyaspartic acid、二乙三胺五醋酸盐、3-羟基-4-吡啶酮、多巴胺、胺、亚胺二琥珀酸、乙二胺二琥珀酸盐、聚多糖、乙烯二次氨基四醋酸钠、次氨基三醋酸钠盐、硫酸焦磷酸、法呢基焦磷酸、2-氨基乙基焦磷酸、羟基乙缩醛-1,1-二膦酸、氨基三甲烯基膦酸、二乙烯基三胺五甲烯基膦酸、乙二胺四甲烯基膦酸及其混合物。例如，在(vii)中引入多价螯合剂或络合成分可以包括在实施方式中引入含有乙二胺四醋酸等有机络合剂。

[0050] 无机络合剂可以选自由以下构成的组，所述组包括硅酸钠、硅酸钾、硫酸硅酸镁、六偏磷酸钠、多磷酸钠、三磷酸钠、三偏磷酸钠、焦磷酸钠、膨润土、滑石等。基于调色剂的总重量，有机和无机络合剂的量可以选择为大约 0.01 重量%至大约 10.0 重量%，或大约 0.4 重量%至大约 4.0 重量%。

[0051] 凝结剂的其它例子包括阳离子表面活性剂，例如，二烷基苯烷基氯化铵、月桂酸三甲基氯化铵、烷基苯甲基氯化铵、烷基苯基二甲基溴化铵、苯扎氯胺、十六烷基吡啶溴化物、C12、C15、C17 三甲基溴化铵、季胺化聚乙氧烷基胺的卤化物、十二烷基苯基三乙基氯化铵、来自 Alkaryl Chemical 公司的 MIRAPOL 和 ALKAQUAT，来自 KaoChemicals 的 SANIZOL B(苯扎氯胺)等、以及它们的混合物。

[0052] 无机阳离子凝结剂包括例如聚合氯化铝(PAC)，聚合硫代硅酸铝，硫酸铝，硫酸锌，硫酸镁，镁、钙、锌、铍、铝、钠的氯化物、以及包括单价和二价卤化物的其它金属卤化物。所述凝结剂可以以下量存在于水性介质中，例如占调色剂中总固体重量的大约 0.05 重量%至大约 10 重量%，或者大约 0.075 重量%至大约 5.0 重量%。所述凝结剂还可以含有少量的其它成分，例如硝酸。

[0053] 在本发明的另一方面，凝结剂可以包括无机和有机凝结剂的混合物，例如包括 PAC 和 SANIZOL B，硫酸铝和 SANIZOL B 等。凝结剂的上述混合物优选用于水性介质中，每个存在的量例如占调色剂总固体重量的大约 0.05 重量%至大约 5.0 重量%。

[0054] 选择着色剂分散系统，例如包括分散在阴离子表面活性剂中的青色、深红、黄色或黑色色素的分散系统，或者是可选的非离子分散系统，以提供例如体积平均粒径为大约 50 纳米至大约 500 纳米的色素颗粒。用于分散每个着色剂的表面活性剂可以为例如阴离子表面活性剂，例如 Neogen RK™。可以采用 Ultimaizer 设备以提供色素分散系统，但是可以采用介质研磨机或其他装置。

[0055] 调色剂还可以包含着色剂。适当的着色剂包括色素、染料、色素和染料的混合物、色素混合物、染料混合物等。在实施方式中，着色剂包括碳黑、磁铁体、黑色、青色、深红、黄色、红色、绿色、蓝色、棕色染料、及其混合物，例如选择的量为基于组合物总重量的大约 1 重量%至大约 25 重量%。

[0056] 着色剂可以选择为色素分散系统的形式，所述分散系统包括大小为大约 50 至大约 500 纳米的色素颗粒、水、和阴离子表面活性剂或聚合稳定剂。

[0057] 在某些情况下，色素可以为湿滤饼状或含有水的浓缩形式，可以采用均质器或简单地通过搅拌、球磨、粉碎、介质研磨轻易地分散。在其它情况下，色素只能为干的形式，由此通过采用例如 M-110 微流化仪器或 Ultimaizer 进行微流化，使色素分散系统通过腔室大约 1 至大约 10 次，或通过超声作用，例如采用 Branson 700 超声波仪，或通过均质器、球磨、

粉碎、或介质研磨,选择地加入分散剂例如上述提及的离子或非离子表面活性剂,从而分散在水中。在制备碳黑色素或其他色素分散系统中,还可以在表面活性剂存在的情况下实施上述方法。

[0058] 可以采用的特定着色剂包括 Paliogen Violet 5100 和 5890 (BASF)、Normandy Magenta RD-2400 (Paul Ulrich)、PermanentViolet VT2645 (Paul Ulrich)、Heliogen Green L8730 (BASF)、Argyle Green XP-111-S (Paul Ulrich)、Brilliant Green TonerGR0991 (Paul Ulrich)、Lithol Scarlet D3700 (BASF)、ToluidineRed (Aldrich)、Scarlet for Thermoplast NSD Red (Aldrich)、Lithol Rubine Toner (Paul Ulrich)、Lithol Scarlet 4440, NBD3700 (BASF)、Bon Red C (Dominion Color)、Royal Brilliant RedRD-8192 (Paul Ulrich)、Oracet Pink RF (Ciba Geigy)、PaliogenRed 3340 和 3871K (BASF)、Lithol Fast Scarlet L4300 (BASF)、Heliogen Blue D6840, D7080, K7090, K6910 and L7020 (BASF)、Sudan Blue OS (BASF)、Neopen Blue FF4012 (BASF)、PV Fast BlueB2G01 (American Hoechst)、Irgalite Blue BCA (Ciba Geigy)、Paliogen Blue 6470 (BASF)、苏丹 II, III 和 IV (Matheson, Coleman, Bell)、Sudan Orange (Aldrich)、Sudan Orange 220 (BASF)、Paliogen Orange 3040 (BASF)、Ortho Orange OR 2673 (PaulUlrich)、PaliogenYellow 152 和 1560 (BASF)、Lithol FastYellow 0991K (BASF)、Paliotol Yellow 1840 (BASF)、NovapermYellow FGL (Hoechst)、Permanerit Yellow YE 0305 (Paul Ulrich)、Lumogen Yellow D0790 (BASF)、Suco-Gelb 1250 (BASF)、Suco-Yellow D1355 (BASF)、Suco Fast Yellow D1165, D1355 and D1351 (BASF)、Hostaperm Pink E (Hoechst)、Fanal Pink D4830 (BASF)、Cinquasia Magenta (DuPont)、Paliogen Black L99849 (BASF)、Pigment Black K801 (BASF)、更特别是碳黑,例如 REGAL [®] 330 (Cabot)、Carbon Black 5250 和 5750 (Columbian Chemicals) 等等或它们的混合物。

[0059] 其他有用的着色剂包括位于基于水的分散系统中的色素,例如 SunChemical 出售的产品, SUNSPERSE BHD 6011 (Blue 15 Type)、SUNSPERSE BHD 9312 (Pigment Blue 15)、SUNSPERSE BHD 6000 (PigmentBlue 15 :374160)、SUNSPERSE GHD 9600 和 GHD 6004 (Pigment Green774260)、SUNSPERSE QHD 6040 (Pigment Red 122)、SUNSPERSE RHD9668 (Pigment Red 185)、SUNSPERSE RHD 9365 和 9504 (Pigment Red57)、SUNSPERSE YHD 6005 (Pigment Yellow 83)、FLEXIVERSE YFD 4249 (Pigment Yellow 17)、SUNSPERSE YHD 6020 和 6045 (Pigment Yellow74)、SUNSPERSE YHD 600 和 9604 (Pigment Yellow 14)、FLEXIVERSELFD 4343 和 LFD 9736 (Pigment Black 7) 等及其混合物。其它有用的基于水的着色剂分散系统包括 Clariant 出售的产品,例如 HOSTAFINEYellow GR, HOSTAFINE Black T 和 Black TS, HOSTAFINE Blue B2G, HOSTAFINE Rubine F6B, 和深红干色素,例如在使用前能够分散在水 / 或表面活性剂中的 Toner Magenta 6BVP2213 和 Toner Magenta E02。

[0060] 其它有用的着色剂包括磁铁体,例如 Mobay 磁铁体 M08029, M08960 ;Columbian 磁铁体, MAPICO BLACKS, 和经表面处理的磁铁体 ;Pfizer 磁铁体 CB4799, CB5300, CB5600, MCX6369 ;Bayer 磁 铁 体, BAYFERROX8600, 8610 ;Northern Pigments 磁 铁 体, NP-604, NP-608 ;Magnox 磁铁体 TMB-100 或 TMB-104 等及其混合物。另外特定的色素例子包括酞菁 HELIOGEN BLUE L6900, D6840, D7080, D7020, PYLAM OIL BLUE, PYLAM OIL YELLOW, Paul Ulrich & Company, Inc. 的 PIGMENT BLUE 1, PIGMENT VIOLET 1, PIGMENT RED 48, LEMON

CHROME YELLOW DCC 1026,来自 Dominion Color 有限公司的 E. D. TOLUIDINE RED 和 BON RED C, Toronto, Ontario, NOVAPERM YELLOW FGL, Hoechst 的 HOSTAPERM PINKE,以及来自 E. I. DuPont de Nemours & Company 的 CINQUASIA MAGENTA 等。深红色色素的例子包括,例如在 Color Index (色彩索引) 中为 CI60710 的 2,9-二甲基取代的喹吡二酮和蒽醌染料、CI Dispersed Red 15、Color Index 中为 CI 26050 的重氮染料、CI Solvent Red 19 等及其混合物。青色色素的示意性例子包括铜四(十八烷基磺酰胺)酞菁、Color Index 中为 CI74160 的 x-铜酞菁色素、CI Pigment Blue,和 Color Index 中为 DI 69810 的 Anthrathrene Blue、Special Blue X-2137 等及其混合物。可以选择的黄色色素的示意性例子包括二芳基化黄色 3,3'-二氯 benzidine 乙酰乙酰苯胺、Color Index 中为 CI 12700 的单偶氮染料、CI Solvent Yellow 16、Color Index 中为 Foron Yellow SE/GLN 的硝基苯基胺磺酰胺、CI Dispersed Yellow 33 2,5-二甲氧基-4-磺酰苯胺、苯偶氨基-4'-氯-2,4-二甲氧基乙酰乙酰苯胺、以及 Permanent Yellow FGL。有颜色的磁铁体,例如还可以选择 MAPICO BLACK 和青色染料成分的混合物。

[0061] 调色剂还可以包括有效量的已知电荷添加剂,例如大约 0.1 重量%至大约 5 重量%,例如烷基吡啶鎓卤化物、硫酸氢盐,以及美国专利 3,944,493、4,007,293、4,079,014、4,394,430 和 4,560,635 中的电荷控制添加剂等。

[0062] 在清洗或干燥之后可以加入所述调色剂组合物中的表面添加剂包括例如,金属盐、脂肪酸的金属盐、硅胶、金属氧化物、它们的混合物等,其中添加剂的量常常为大约 0.1 重量%至 2 重量%,参见美国专利 3,590,000、3,720,617、3,655,374 和 3,983,045。适当的添加剂的例子包括硬脂酸锌和来自 Degussa 的 AEROSIL R972[®],在聚合过程或混合入形成的调色剂产品中可以添加的量为大约 0.1%至大约 2%。

[0063] 本文还提供了显影剂和成像工艺,包括制备显影剂的工艺,所述工艺包括采用本文所述的调色剂工艺制备调色剂组合物,将所得到的调色剂组合物与载体混合。显影剂组合物可以通过以下步骤制备:将通过本公开内容中的工艺制备得到的调色剂与已知的载体颗粒混合,所述载体颗粒包括有涂层的载体,例如钢、铁氧体等,参考美国专利号 4,937,166 和 4,935,326,所采用的调色剂的浓度例如为大约 2%至大约 8%。所选择的载体还可以含有分散在聚合物涂层中的导电化合物,例如导电炭黑,其中导电化合物以不同的适当量存在,例如总固体量的大约 15 重量%至大约 65 重量%,或大约 20 重量%至大约 45 重量%。

[0064] 成像方法也作为本公开内容的一部分,参考例如本文提及的大量专利以及美国专利 4265660。成像工艺包括例如,用电子照相装置或静电复印装置制备图像,所述装置包括充电组件、成像组件、光导组件、显影组件、转移组件、熔融组件;其中显影组件包括将载体与调色剂组合物混合得到的显影剂,所述调色剂组份通过本文所述的调色剂工艺制备得到;成像工艺包括用电子照相装置或静电复印装置生成图像,所述装置包括充电组件、成像组件、光导组件、显影组件、转移组件、熔融组件;其中显影组件包括将载体与调色剂组合物混合得到的显影剂,所述调色剂组份通过本文所述的调色剂工艺制备得到;以及其中电子照相装置或静电复印装置包括高速打印机、黑白高速打印机、彩色打印机或其组合。

[0065] 调色剂颗粒的大小可以为例如大约 1 至大约 25 微米,大约 3 至大约 9 微米,更特别是,大约 4 至大约 6 微米或大约 5 微米。

[0066] 实施例

[0067] 实施例 1

[0068] 测量蜡的分子量分布

[0069] 将市售的聚乙烯蜡例如 Baker Petrolite 的 POLYWAX[®] 655, POLYWAX550, POLYWAX[®] 725 等, 尤其是 POLYWAX[®] 655 样品进行分馏或蒸馏, 从而提供以下样品。例子包括 Baker Petrolite 的 X1211, X1241, X1240, X1242, X1244 和 X1214 (此处没有显示)。然后在 120°C 下将蜡样品溶解于 1,2,4-三氯苯 (TCB), 当溶解后进行注射 (大约 7mg/ml)。注射量为大约 100 微升。将样品在自动取样器中保持在 90°C, 然后在注射之前, 加热至 140°C 并持续 2 小时。

[0070] 采用 1,2,4-三氯苯 (TCB) 作为流动相, 两个 Polymer Labs 的 3 微米 Mixed-E 柱用于分离。样品在 Polymer Labs 220HT 系统上进行分离, 采用折射率检测分子量的分布。将整个系统加热至 140°C。结果见下表 1。

[0071]

表 1

样品	Mp	Mn	Mw	PDI
X 1211	714	693	709	1.02
X 1240	645	632	646	1.02
X 1242	676	655	671	1.02
X 1244	699	675	692	1.02

[0072] 实施例 2

[0073] 采用冷却循环测定蜡的结晶度

[0074] 还在大约 100 至大约 55°C 的冷却循环周期中测量经分馏和 / 或蒸馏的蜡的结晶度。这些测定的条件是冷却速率 2°C /min (第一次扫描)。冷却期间的再结晶热 (Hrc) 等于或大于 150J/g (参见附图 1)。然后通过以下表达式计算结晶度百分比:

[0075] $[\text{再结晶热 (Hrc) J/g} / 295\text{J/g}] \times 100 = \text{结晶度 (Xc)}$ 。

[0076] 按照附图 1, 当在特定温度之间进行积分时, 再结晶期间放出的热为 231.2J/g。从而得出结晶度为 78.4%。

[0077] 测定二次加热后蜡的结晶度 - 热焓 (Hm)

[0078] 还在大约 60 至大约 100°C 的冷却循环周期中测量经分馏和 / 或蒸馏的蜡的结晶度。这些测定的条件是加热速率 10°C /min (第二次扫描)。加热期间的热焓 (Hm) 等于或大于 150J/g (参见附图 1)。然后通过以下表达式计算结晶度百分比:

[0079] $[\text{热焓 (Hm) J/g} / 294\text{J/g}] \times 100 = \text{结晶度 (Xc)}$ 。

[0080] 按照附图 1, 当在特定温度之间进行积分时, 加热期间放出的热焓为 229.0J/g。从而得出结晶度为 77.9%。

[0081] 附图 1 显示了对 Baker Petrolite 的 BP×1214 的测定结果。

[0082] 实施例 3

[0083] 采用 X 线衍射测定蜡的结晶度

[0084] 采用 X 线衍射对三个蜡样品测定结晶度。样品为 Polywax 655, X1214 和 X1242 (所

有三个均为 Baker Petrolite 的结晶聚乙烯蜡)。采用由 Rigaku 公司生产的 Rigaku Miniflex 仪器通过 X 线衍射测量,所述蜡的结晶度为大约 55% 至大约 100%。所述仪器配备有铜靶,在管电压为 3KV、管输出电流为 30mA 的条件下操作。测量范围为 $5^{\circ} 2-\theta$ 至大约 $35^{\circ} 2-\theta$ 。清楚地显示两个尖锐的峰,出现在大约 $21.5^{\circ} 2-\theta$ 和大约 $23.7^{\circ} 2-\theta$ (参见附图 2 和表 2),其归因于高结晶度,这是因为没有观察到通常与蜡的无定形部分有关的宽峰。通过计算 / 积分峰值下的强度计数 (21.5° 和 $23.7^{\circ} 2-\theta$),计算结晶度。通过上述的 x 线衍射设备测量,发现经蒸馏 / 未蒸馏的蜡的结晶度 (X_c) 大于 85%,计算如下:

$$[0085] \quad X_c = [S_c / (S_c + S_a)] \times 100\%$$

[0086] 其中 S_c 为两个峰的结晶组分的衍射峰面积,由 2 个位于 $21.5^{\circ} 2-\theta$ 和大约 $23.7^{\circ} 2-\theta$ 的高强度尖锐峰表示, S_a 为无定形组份的衍射峰面积,由包括 2 个结晶峰基底面积的较宽的低强度峰表示。得到结晶峰和无定形峰的总面积,以每秒 x 线记数表示,cps,将其放入附图 2 的方程中得到结晶百分率。

[0087] 表 2

P 655 粉末	
结晶度 = 96%	
$\theta 2-\theta$	峰下的面积, 强度, 最大百分数
	cps
21.4 (S_{a_1})	42230 3
23.8 (S_{c_1})	328280 60
21.5 (S_{c_2})	721456 100

[0088]

X 1214	
结晶度 = 98%	
2θ	峰下的面积, 强度, 最大百分数
22.0 (Sa)	16800 3
21.6 (Sc₁)	687814 100
23.9 (Sc₂)	317821 60
X1242	
结晶度 = 87%	
2θ	峰下的面积, cps
21.8 (Sa)	111574 6
21.4 (Sc₁)	523221 100
23.7 (Sc₂)	211054 50

[0089] 实施例 4

[0090] 测定蜡的粘度

[0091] 采用配备有 Peltier 电池的 Rheometric Scientific RFS 3 流体分光计, 采用的几何形状为圆锥和板, 标称间距为 53 微米, 弧度为 0.04, 50mm 的圆锥, 以 2°C/min 进行温度扫描, 测量蜡的粘度。在数学上, 粘度 - 温度的关系可以用以下表示:

[0092] η (cp) $\leq 10^{27-0.25T}$ 其中 $92^\circ\text{C} \leq T \leq 100^\circ\text{C}$

[0093] 附图 3 显示了有效的凝结温度范围和粘度范围。试验方案为 Dynamic Temperature Steps 测定。所述测定的起始温度为 100°C, 之后以每步骤 2°C 降至 84°C 并返回 100°C。每个温度步骤之间的停留时间为 150 秒以达到温度平衡。改变应变振幅, 从而将数据维持在换能器的运行限度内。上述方程定义了斜率, 以及在给定凝结温度下蜡的粘度应该为多少。例如, 如果凝结温度为 94°C, 则采用上述方程, 蜡的粘度 (cp) 应计算为 $\leq 10^{3.5}$ 。由此适合斜率。

[0094] 实施例 5

[0095] 测定碳单元的碳链长度

[0096] 将大约 40 至大约 60mg 的蜡溶解于 15ml 温 (80°C) 甲苯中, 制备蜡溶液。采用热注射器在温暖 (80°C) 的条件下注射该溶液。注射 C13, 15, 20 和 36 的烷烃混合物, 确定烷烃分布。

[0097] GC 条件: Hewlett Packard HP6890

- [0098] 炉 :50℃ 1 分钟,15℃ /min,至 400℃,保持 10min
- [0099] FID 检测器 :425℃
- [0100] 柱 :MXT [®] -1 经 Silcosteel 处理的不锈钢柱 (6m×0.28mm 内径,0.1μm 膜厚度)。
- [0101] 注射器 :Gerstel Cooled 可编程 CIS4 注射系统
- [0102] 起始温度 :10℃,保持 0.1 分钟,以 12℃ /ms 斜线上升至 400℃,保持 1 分钟
- [0103] 分流 60ml/min
- [0104] 柱压力 :5psi,恒定压力
- [0105] 自动取样仪 :具有加热注射器的 Gerstel MPS2 多用途取样仪
- [0106] 注射器温度 85℃
- [0107] 注射体积 :5ul
- [0108] 结果见附图 4。采用上述方案获得的其它信息例如分子性质见表 3。

[0109]

表 3

批次	X-1214	X-1240
AS 数	505393	505394
Mw	649.2	626.3
Mn	639.1	617.0
MWD	1.02	1.02
Mp	C46	C44
Mp	646	618

[0110]

批次	X-1242	X-1244
AS 数	505395	505396
Mw	654.2	656.5
Mn	644.1	644.0
MWD	1.02	1.02
Mp	C48	C48

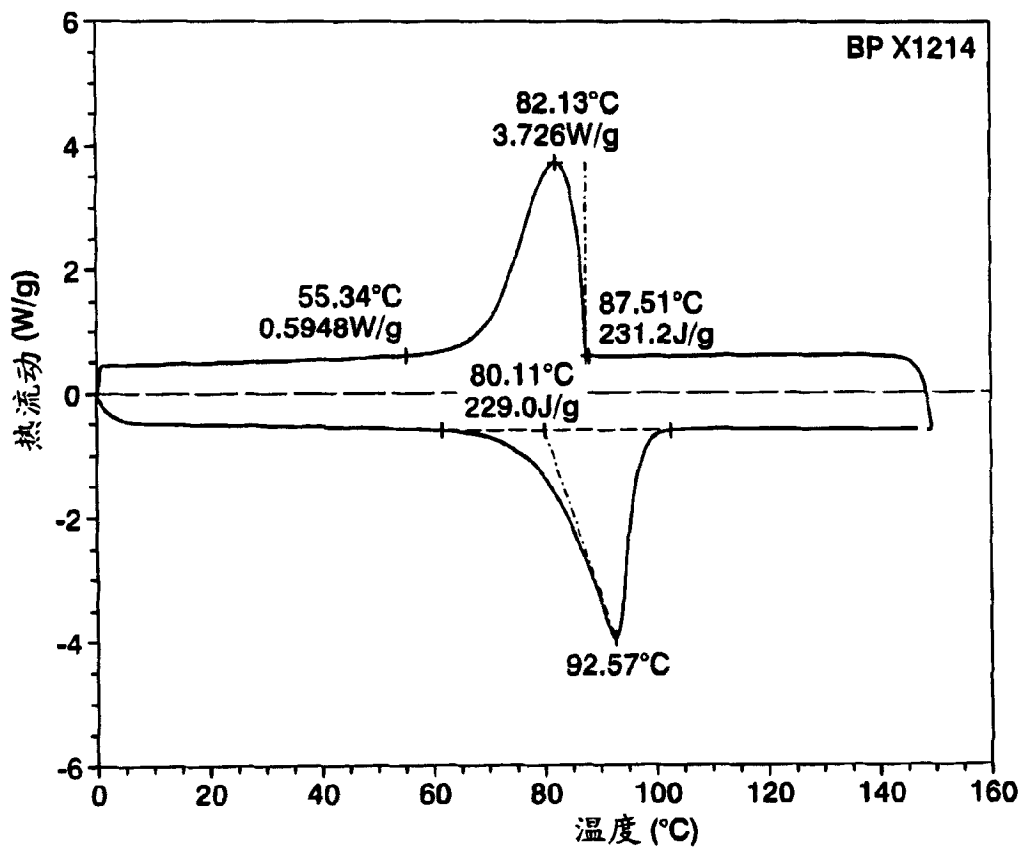


图 1

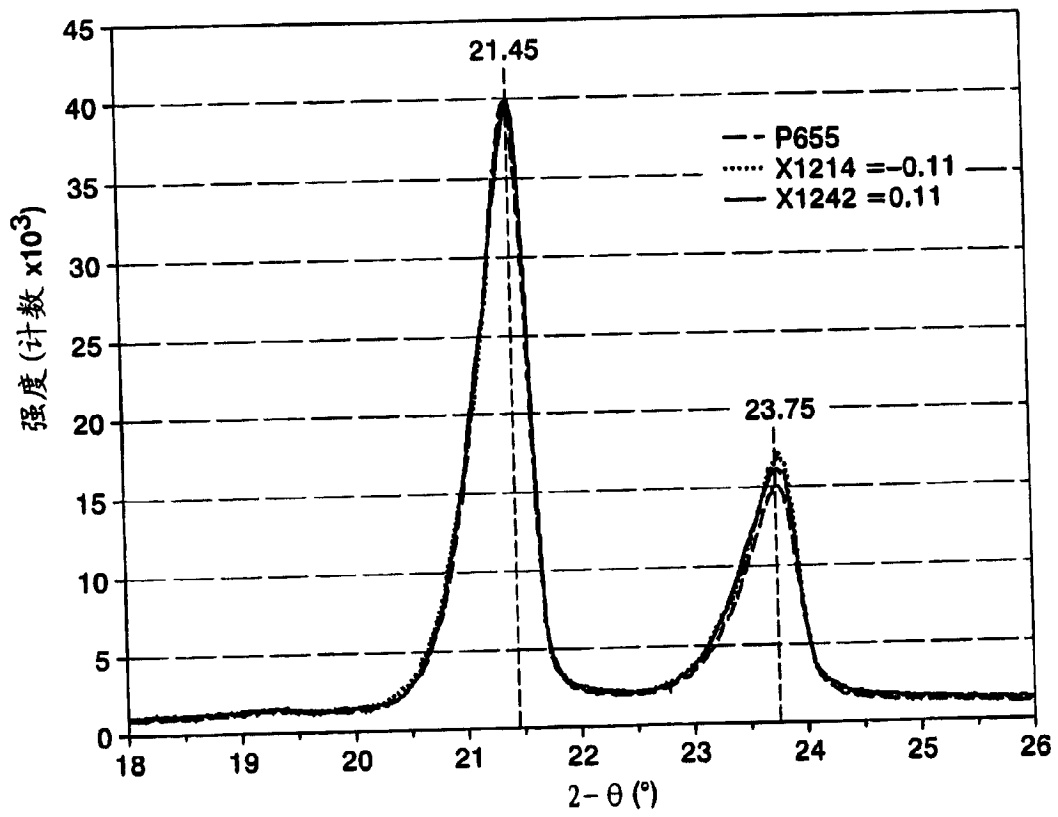


图 2

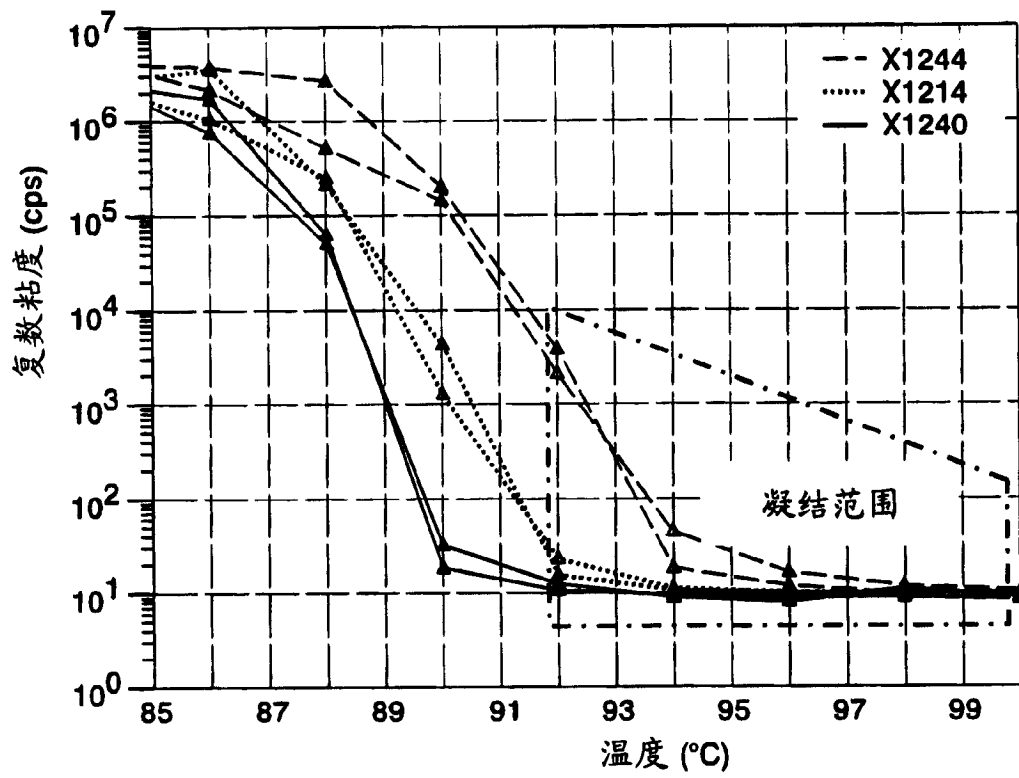


图 3

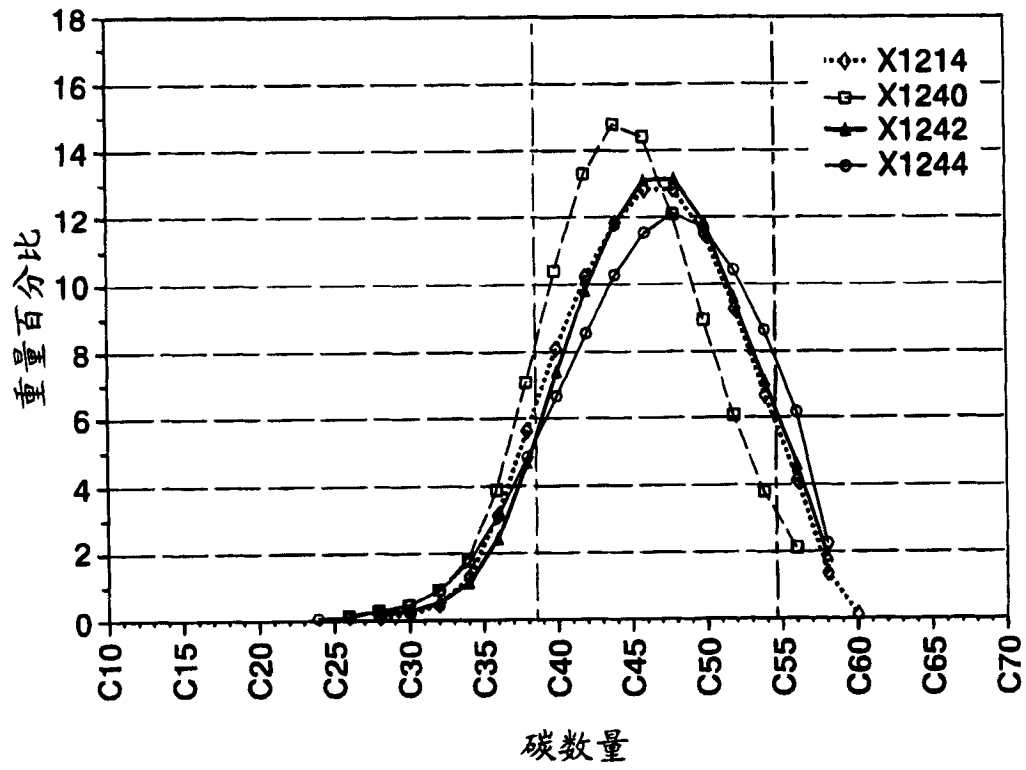


图 4