

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 014 448**

51 Int. Cl.:

G03G 9/097

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.07.2019** **PCT/JP2019/028916**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.01.2020** **WO20022351**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.07.2019** **E 19841083 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.01.2025** **EP 3828634**

54 Título: **Composición de cera y tóner para electrofotografía**

30 Prioridad:

23.07.2018 JP 2018137991

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

22.04.2025

73 Titular/es:

BOSO OIL & FAT CO., LTD. (50.00%)
4-5-12, Nihombashihongokucho, Chuo-ku
Tokyo, 103-0021, JP y
TOMOEGAWA CORPORATION (50.00%)

72 Inventor/es:

KOIDE, MASUMI;
KUMETA, JUN;
GOTO, MORIYUKI y
KIMURA, YUDAI

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 3 014 448 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

Composición de cera y tóner para electrofotografía

5 Antecedentes

1. Campo técnico

10 La presente invención se refiere a un tóner electrofotográfico que contiene una composición de cera que puede dar fijabilidad a baja temperatura al tóner y excelente dispersabilidad de un agente colorante contenido en el tóner.

2. Técnica relacionada

15 Los tóneres utilizados en aparatos electrofotográficos, tales como impresora y facsímil para electrofotografía y multicopista que tiene estas funciones, contienen agente colorante (negro de humo, polvo magnético, pigmento, etc.), agente controlador de carga y cera, además de resina termoplástica (resina aglutinante) como componente principal, y agente de mejora de la fluidez, agente auxiliar de limpieza y agente auxiliar de transferencia, en caso de que sea necesario.

20 El tóner se ablanda en un paso de fijación al calentarse con un rodillo de fijación y se fija en la superficie de un medio de impresión para formar una imagen al recibir la presión del rodillo de fijación. La cera para tóner contenida en el tóner tiene dos funciones, una de las cuales es un efecto de mejora de las características de fijación. Se trata de un efecto de anclaje por el que la cera que empezó a rezumar a bajas temperaturas impide el desplazamiento ("offset") a bajas temperaturas manteniendo una fuerte adhesividad a una hoja de grabación a bajas temperaturas. La otra
25 función es un efecto de liberación que impide el desplazamiento a altas temperaturas. La cera rezuma a altas temperaturas para cubrir la superficie del rodillo de fijación y se introduce entre el tóner y el rodillo de fijación para disminuir la fuerza de adherencia entre el tóner y el rodillo de fijación.

30 En los últimos años, se requieren prestaciones más avanzadas para aparatos electrofotográficos tales como impresoras, facsímil y multicopista. Además de la mejora del aparato, se requiere una función superior para el tóner utilizado en estos aparatos. Por consiguiente, para conseguir una alta calidad de imagen, el tóner necesita agente colorante y cera con una alta capacidad de dispersión. Además, se desean unos con baja temperatura de fijación para una rápida puesta en marcha, potencia de espera reducida, etc., excelente resistencia al desplazamiento y una excelente fuerza de fijación.

35 Además, las imágenes a todo color se forman generalmente mediante la fusión por calor de cuatro tipos de tóneres, es decir, magenta, cian, amarillo y negro, y la transferencia de cada uno de ellos a un elemento de transferencia en múltiples procesos separados. El tóner utilizado debe tener una buena capacidad de fusión y de mezcla de colores cuando se calienta; por lo tanto, se requieren un bajo punto de reblandecimiento y una baja viscosidad de fusión.
40 Especialmente, si el tóner de color contiene el agente colorante en alta concentración y tiene poca dispersabilidad, la viscosidad del tóner fundido aumenta y la fluidez del fundido disminuye, lo que provoca una escasa capacidad de liberación del tambor y las denominadas características de desplazamiento se degradan. Además, debido a la disminución de la fluidez del fundido, la capacidad de mezcla de colores por fusión de los tóneres superpuestos se degrada.

45 Además, para obtener una imagen en color parecida al original, se requiere que el agente colorante y la cera tengan una buena dispersabilidad, ya que la transparencia es menor cuando la dispersabilidad del agente colorante y de la cera es baja.

50 El documento de patente 1 divulga un método para permitir que un tóner presente fijabilidad a baja temperatura que es un método que usa cera natural tal como cera de carnauba y cera de arroz como agente de liberación. El uso de estas ceras puede permitir que un tóner presente una fijabilidad a baja temperatura, pero puede presentar una resistencia insuficiente al desplazamiento debido a una capacidad de liberación insuficiente. Asimismo, estas ceras naturales tienen escasa dispersabilidad del agente colorante y no se obtuvo una imagen de alta calidad.

55 El documento de patente 2 describe un monoéster que tiene una viscosidad compleja específica. A pesar de que la cera de monoéster tiene esta viscosidad compleja muestra una excelente capacidad de fijación, en el caso de la impresión en color puede haber problemas tales como la reproducibilidad del color y la dispersabilidad del agente colorante, ya que la cera de éster obtenida muestra una coloración significativa debido al uso de ácido sulfúrico como catalizador y a la realización de una reacción a una temperatura elevada de 240 °C en la síntesis de la cera de monoéster.
60

El documento de patente 3 divulga un tóner que utiliza una mezcla de cera de carnauba y cera de parafina apolar como agente de liberación.

65 De acuerdo con esta técnica, se supone que se puede proporcionar un tóner de color que tiene una excelente

capacidad de fijación, brillo, transparencia y capacidad de liberación sin aplicar aceite fijador al aparato fijador utilizando una mezcla de cera de carnauba y cera de parafina apolar como agente de liberación y una resina aglutinante con un índice de acidez de 5 a 20 mg de KOH/g y que comprende ciclohexano dimetanol como componente esencial de un componente de alcohol polihídrico.

Sin embargo, la cera de parafina apolar tiene el problema de que es difícil garantizar una excelente dispersabilidad incluso cuando se aumenta el índice de acidez de la resina como se ha descrito anteriormente.

Como se ha explicado anteriormente, la composición de cera para tóner que tiene una excelente dispersabilidad de la cera y del agente colorante fue requerida en la composición de cera para tóner fijable a baja temperatura. Además, se requiere un tóner que no se agregue en condiciones de alta temperatura. Es decir, era necesaria una composición de cera para tóner que tuviera una mejora de la estabilidad de almacenamiento térmico.

[Documentos de la técnica anterior]

[Documento de patente]

[Documento de patente 1] Publicación de solicitud de patente japonesa N.º H 4-362953
 [Documento de patente 2] Publicación de solicitud de patente japonesa N.º 2013-015673
 [Documento de patente 3] Publicación de solicitud de patente japonesa N.º 2004-287218 [0014A] El documento EP 2 415 459 A1 describe una preparación externa para la piel que comprende una composición de cera finamente dispersa en la que la cera está finamente dispersa en forma sólida o semisólida en un medio de dispersión acuoso, esta preparación se caracteriza por que la composición de cera finamente dispersa anteriormente mencionada contiene una cera que es sólida o semisólida a temperatura normal, un tensioactivo no iónico, un medio de dispersión acuoso y un espesante iónico soluble en agua, opcionalmente contiene además aceite de silicona y/o aceite fluorado que es líquido a temperatura normal, y la relación en masa del tensioactivo no iónico con respecto a la cera es de 1,0 o superior, el tamaño de las partículas de la cera finamente es de 500 nm o inferior, y no contiene prácticamente ningún tensioactivo iónico.

El documento JP 2015 004962 A describe una composición de cera para tóner que está compuesta por un éster de ácido graso A y un éster de ácido graso B y contiene el éster de ácido graso A y el éster de ácido graso B en una relación en masa de 2:1 a 1:2. El éster de ácido graso A es un éster compuesto por un condensado de glicerol y un ácido graso saturado lineal que tiene un número de carbonos de 16 a 24. El éster de ácido graso B es un éster compuesto por un alcohol saturado lineal que tiene un número de carbonos de 16 a 24 y un ácido graso saturado lineal que tiene un número de carbonos de 16 a 24.

El documento JP 2016 145857 A describe un tóner que comprende una resina aglutinante que contiene una resina de poliéster amorfa y una resina de poliéster cristalina, y un agente de liberación, en el que la resina de poliéster amorfo se obtiene por condensación de polimerización de un monómero de ácido dicarboxílico que comprende prácticamente ácido tereftálico o ácido isoftálico con un monómero de diol que comprende prácticamente etilenglicol. La resina de poliéster cristalina se obtiene por condensación de polimerización de un monómero de ácido dicarboxílico que comprende prácticamente un ácido dicarboxílico alifático que tiene de 9 a 22 átomos de carbono con un monómero de diol que comprende prácticamente un diol alifático que tiene de 2 a 10 átomos de carbono. El agente de liberación es una cera de éster sintético que tiene un índice de hidroxilo inferior a 5 mg de KOH/g.

[Problemas a resolver]

La presente invención está prevista para proporcionar una composición de cera para el tóner que pueda conferir adecuadamente estabilidad de almacenamiento térmico y fijabilidad a baja temperatura al tóner y, asimismo, que tenga una excelente dispersabilidad del agente colorante independientemente de la cargabilidad de la resina.

[Divulgación general]

La invención se define en las reivindicaciones adjuntas.

Como resultado del estudio exhaustivo para resolver el problema descrito anteriormente, los presentes inventores han descubierto que el uso de una composición constituida por una cera de monoéster (a) constituida por un ácido monocarboxílico de cadena lineal y un monoalcohol de cadena lineal y un éster en particular (b) como cera para el tóner puede mejorar la dispersabilidad del agente colorante del tóner y conferir estabilidad de almacenamiento térmico y fijabilidad a baja temperatura al tóner.

[Efecto de la invención]

Mezclando la composición de cera con un tóner, el agente colorante contenido en el tóner muestra una dispersabilidad

favorable y se puede conferir al tóner una fijabilidad a baja temperatura y una estabilidad de almacenamiento térmico.

Descripción de ejemplos de realización

5 A continuación, en el presente documento, se describe la realización de la presente invención.

La composición de cera utilizada en la presente invención contiene la cera (a) que contiene el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y monoalcohol de cadena lineal y el éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24. A continuación, en el presente documento, se describe cada componente.

[Cera (a)]

15 En la presente invención, la cera (a) que contiene el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y monoalcohol de cadena lineal tiene un índice de hidroxilo igual o inferior a 30. El índice de hidroxilo de la cera (a) procede no sólo del grupo hidroxilo del monoéster, sino de alcohol libre, componente de resina, etc. Por lo tanto, la estabilidad térmica de la cera (a) puede degradarse cuando el índice de hidroxilo supera 30 y la calidad de la imagen puede degradarse por disminución de la cargabilidad. Además, la compatibilidad de la cera (a) con el éster (b) disminuye cuando el índice de hidroxilo es superior a 30, y la dispersabilidad disminuye debido a la agregación de la cera (a) sola, incluso cuando aumenta el índice de hidroxilo de la composición de cera. Además, es deseable que el monoéster sea un monoéster lineal de número de carbonos 42 o superior. Es necesario para usar el monoéster lineal ya que, cuando la cadena de carbono tiene una estructura ramificada, aumenta la compatibilidad con la resina aglutinante contenida en el tóner para disminuir el efecto de liberación de fijación. Asimismo, es deseable que la cera (a) comprenda un monoéster lineal saturado, como el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y un monoalcohol de cadena lineal. La cera es menos propensa a la oxidación y su estabilidad térmica se mejora por la saturación de monoéster. La cera (a) puede contener un monoéster lineal insaturado en lugar de/además de monoéster lineal saturado.

30 El contenido del monoéster lineal en la cera (a) es preferentemente del 40 % en masa o superior, más preferentemente del 60 % en masa o superior, y asimismo preferentemente del 80 % en masa o superior. A medida que aumenta el contenido del monoéster lineal, aumenta la capacidad de liberación de la fijación y se reducen las manchas en la abertura de expulsión de la hoja debidas a la adherencia del agente de liberación. La capacidad de liberación de la fijación es baja si el contenido del monoéster lineal es inferior al 40 % en masa y la abertura de expulsión de la hoja puede mancharse debido a la adherencia del agente liberador. Por ejemplo, el contenido del monoéster lineal puede medirse por cromatografía de gases.

Compuesto de éster sintético, cera de éster natural, etc., puede citarse como ejemplo del monoéster lineal utilizado en la presente invención.

40 El compuesto de éster sintético puede obtenerse por reacción de esterificación de un alcohol superior lineal con un ácido carboxílico superior lineal o un haluro de ácido carboxílico superior lineal.

45 El alcohol superior lineal puede incluir, por ejemplo, alcohol estearílico, alcohol aralquílico, alcohol behenílico, tetracosanol, hexacosanol, octacosanol, triacontanol, etc.

El ácido carboxílico superior lineal puede incluir, por ejemplo, ácido esteárico, ácido araquídico, ácido behénico, ácido lignocérico, ácido cerótico, ácido montánico, ácido melísico, etc.

50 El método para la producción de compuesto de éster sintético incluye un método mediante, por ejemplo, en primer lugar, reacción de esterificación (reacción de condensación) de alcohol con exceso de ácido carboxílico superior lineal al componente de alcohol superior lineal y eliminación del exceso del ácido carboxílico superior lineal mediante desacidificación con una solución alcalina acuosa. En esta reacción, el catalizador puede utilizarse según sea necesario. Además, es mejor realizar la reacción de esterificación junto con la destilación del agua del sistema, ya que la reacción es una reacción de equilibrio que acompaña a la deshidratación. La reacción se lleva a cabo a un nivel de temperatura elevado en el que el agua del sistema puede destilarse, aunque la materia prima de la reacción no salga del sistema.

La cera de éster natural puede obtenerse por separación y purificación de cera extraída de animales y plantas.

60 Ejemplos de la misma incluyen la cera de candelilla, cera de carnauba, cera de arroz, cera japonesa, aceite de jojoba, cera de abeja, cera de lanolina, cera montana, cera de girasol, etc. Sin embargo, ya que la cera de éster natural es una mezcla de muchos tipos de compuestos, a veces es necesario separarlas y purificarlas para poder utilizarlas. Entre estas, son preferibles la cera de arroz y la cera de girasol, ya que el contenido de monoéster de ácido graso saturado de cadena lineal C20 a C24 y de alcohol saturado de cadena lineal C22 a C38 es elevado y el índice de hidroxilo es 30 o inferior. Preferentemente, el índice de hidroxilo es de 1 a 30, y más preferentemente de 1 a 20. Cabe

señalar que la cera de carnauba contiene alcohol libre y resina y tiene un alto índice de hidroxilo de 35 o superior. Desde este punto de vista, se desea que la cera (a) no sea cera de carnauba.

[Método de fabricación de la cera de arroz]

La cera de arroz se obtiene mediante el refinado (purificación) de la cera gruesa, que es un subproducto de la etapa de purificación del aceite de salvado de arroz (aceite de arroz crudo) que se extrae del salvado de arroz. Esta cera gruesa contiene aproximadamente del 55 al 65 % en masa de componente de cera (cera de éster), aproximadamente del 20 al 30 % en masa de ácidos grasos libres y aproximadamente del 5 al 15 % en masa de triglicéridos. Mediante la eliminación de la cera blanda compuesta por ácido graso libre y triglicérido de la cera gruesa, se obtiene cera de arroz que contiene ésteres alcohólicos de ácidos grasos, que contiene un ácido monocarboxílico saturado de cadena lineal con un número de carbonos alrededor de 22 a 24 y un alcohol saturado de cadena lineal con un número de carbonos alrededor de 24 a 38, como componente principal. El componente principal significa que la relación de composición de la cera de éster de cadena lineal saturada en la composición de cera de arroz es elevada, por ejemplo, el contenido de éster saturado de cadena lineal en 100 partes en masa de cera de arroz puede ser de 60 partes en masa o superior y de 99 partes en masa o inferior, y asimismo de 75 partes en masa o superior y de 98 partes en masa o inferior. Además, la cera de arroz tiene un índice de hidroxilo de 30 o superior, ya que el contenido de sustancias polares tales como la resina es bajo. El método para eliminar la cera blanda compuesta por ácido graso libre o triglicérido de la cera gruesa incluye la repetición de métodos conocidos de purificación de la cera de arroz tales como la obtención por recristalización utilizando disolvente orgánico, la mejora de la esterificación durante la purificación, la esterificación de la cera de arroz mediante la adición de alcohol polihídrico, la fundición de la cera de arroz bajo vacío calentado, y la combinación de los métodos de purificación y similares para eliminar o disminuir el ácido graso libre y las impurezas de los triglicéridos de bajo punto de fusión y los hidrocarburos alifáticos para obtener la cera de arroz. Además, el método de purificación tal como agitar una mezcla de cera gruesa extraída del salvado de arroz y etanol manteniendo la mezcla caliente y separar las partículas coloidales que contienen cera y el componente de etanol que contiene cera blanda, seguido de la recuperación de las partículas coloidales que contienen cera desde el líquido que contiene coloides.

[Ester (b)]

No hay ninguna limitación en el método para preparar este éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que forma la composición de cera para tóner de la presente invención siempre que se cumpla el requisito descrito anteriormente. El ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo puede ser un ácido monocarboxílico de cadena lineal saturado y el ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 también puede ser un ácido monocarboxílico de cadena lineal saturado. De esta manera, la composición de cera es menos propensa a la oxidación y se mejora la estabilidad térmica. Cabe señalar que al menos una parte del ácido monocarboxílico de cadena lineal que forma el éster (b) puede ser insaturado.

Por ejemplo, el éster separado, realizando únicamente un proceso de purificación tal como hidrogenación, extracción, destilación, filtración, cristalización, o cromatografía en columna, o combinando una pluralidad de los procesos para grasas y aceites existentes de forma natural, tales como el aceite de ricino, puede utilizarse como éster (b). Además, existen métodos de preparación tales como la síntesis de ésteres a partir de materias primas de ácido carboxílico monocomponente y glicerina, seguido de la mezcla de cada uno de los ésteres para tener la composición de ácido carboxílico descrita anteriormente o preparando con antelación materias primas de ácido monocarboxílico para hacer el éster sintetizado de la composición de ácido carboxílico descrita anteriormente, a continuación, mediante preparación por esterificación. Cuando se realiza métodos de esterificación, de fabricación, por ejemplo, incluye métodos tales como la síntesis por reacción de oxidación, síntesis a partir de ácido carboxílico y sus derivados, utilización de la reacción de condensación de deshidratación de compuesto de ácido carboxílico y compuesto de alcohol, reacción de haluro de ácido y compuesto alcohólico o reacción de intercambio de ésteres. Cuando se produce reacción, puede utilizarse un catalizador, en el que el catalizador incluye catalizador ácido o alcalino, por ejemplo, acetato de zinc y compuesto de titanio. Cuando se produce reacción, la materia prima de ácido carboxílico y la materia prima de alcohol de la misma relación molecular o añadiendo un componente en exceso reaccionan. A continuación, la purificación puede realizarse por el método de recristalización, el método de destilación, el método de extracción con disolventes, etc.

El ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo puede estar representado por una fórmula química $\text{CH}_3\text{--}[\text{CH}_2]_x\text{--CHOH--}[\text{CH}_2]_y\text{--COOH}$ (donde, x e y en la fórmula anteriormente mencionada son números enteros de 0 o superior, satisfaciendo $9 \leq x + y \leq 21$ (es decir, $x + y = \text{número de carbonos} - 3$)), incluyendo, por ejemplo, ácido hidroximirístico, ácido hidroxipalmitico, ácido hidroxisteárico, ácido hidroxiaquídico, ácido hidroxibehénico, etc., entre los que es más preferido el ácido hidroxisteárico que tiene un número de carbonos de 18. La posición del grupo hidroxilo no está particularmente limitada, pero es preferible el ácido 12-hidroxisteárico que tiene el grupo hidroxilo en la posición 12.

Ejemplos del ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 pueden mostrarse mediante una fórmula química $\text{CH}_3\text{--}[\text{CH}_2]_z\text{--COOH}$ (donde z en la fórmula anteriormente mencionada es un número entero que satisface $10 \leq z \leq 22$,

es decir, $z = (\text{número de carbonos}) - 2$, incluyendo, por ejemplo, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido aráquico, ácido behénico, ácido tetracosanoico, etc.

El ácido carboxílico que forma el éster (b) está compuesto preferentemente por, el 60 % en masa o superior de ácido monocarboxílico lineal C18 saturado con grupo hidroxilo, y más preferentemente ácido monocarboxílico lineal C18 saturado con grupo hidroxilo en el intervalo del 65 al 95 % en masa. Es preferible que si el contenido de ácido monocarboxílico lineal C18 saturado que tiene grupo hidroxilo es del 60 % en masa o superior, la capacidad de liberación del tóner es favorable, y es menos probable que se produzca el enrollamiento y la generación de desplazamiento a baja temperatura en la imagen impresa.

Es preferible que cuando el esqueleto constituyente del ácido monocarboxílico de cadena lineal que tiene grupo hidroxilo y el ácido monocarboxílico de cadena lineal sin grupo hidroxilo del éster (b) tienen un número de carbonos de 12 o superior, se impide la generación del bloqueo de partículas de tóner incluso cuando el tóner se almacena en un entorno a una temperatura de aproximadamente 50 °C, y cuando el esqueleto constituyente tiene un número de carbonos de 24 o superior, la capacidad de liberación del tóner es favorable y se impide el enrollamiento y la generación de desplazamiento a baja temperatura en la imagen impresa. Igualmente, es preferible que cuando el esqueleto constituyente del ácido monocarboxílico de cadena lineal que tiene grupo hidroxilo y del ácido monocarboxílico de cadena lineal sin grupo hidroxilo es un ácido monocarboxílico C14 a C22 de cadena lineal, la prevención del enrollamiento de la hoja en el rodillo de fijación y el efecto de prevención del desplazamiento a baja temperatura se vuelven significativos al imprimir una imagen.

El índice de acidez del éster (b) es preferentemente de 3 mg de KOH/g o inferior, y más preferentemente de 2 mg de KOH/g o inferior. Es preferible en términos de cargabilidad y estabilidad de almacenamiento a alta temperatura, cuando el índice de acidez es de 3 mg de KOH/g o inferior.

[Composición de la cera]

La relación en masa de la cera (a) que contiene el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y monoalcohol de cadena lineal con respecto al éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 en la composición de cera de la presente invención es preferentemente de 1:4 a 4:1 y más preferentemente de 2:3 a 3:2. En términos de dispersabilidad del agente colorante y estabilidad de almacenamiento, es preferible que el contenido del éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 sea igual o superior al valor límite inferior descrito anteriormente. Por otra parte, en términos de capacidad de liberación y resistencia a la volatilidad, es preferible que el contenido del éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y de ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 sea igual o inferior al valor límite superior descrito anteriormente.

Caber señalar que uno o más tipos de la cera (a) que contiene el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y monoalcohol de cadena lineal pueden mezclarse respectivamente con uno o más tipos de éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24.

De esta manera, la composición de cera, obtenida mezclando la cera descrita anteriormente (a) que contiene el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y monoalcohol de cadena lineal y el éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mezclado compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 en una relación predeterminada según sea necesario, puede mejorar la dispersabilidad de la cera y el agente colorante en la composición del tóner. A continuación, se explica un posible mecanismo subyacente.

La cera que contiene el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y monoalcohol de cadena lineal tiene baja polaridad y naturaleza altamente cristalina cuando se usa sola y la dispersabilidad de la cera puede disminuir y puede producirse una impresión defectuosa debido a la agregación y cristalización de la cera sola, cuando se solidifica después de haber sido fundida. Por otra parte, el éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y el ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 tiene alta afinidad con el agente colorante que contribuye a la dispersabilidad del agente colorante en la resina aglutinante debido a que contiene un grupo hidroxilo que tiene alta polaridad, pero tiene poca dispersabilidad de la cera y cuando se mezcla en el tóner solo, pueden producirse defectos de liberación y degradación de la estabilidad de almacenamiento, aunque mejora la dispersabilidad del agente colorante.

Se deduce que la dispersabilidad de la cera o del agente colorante en la composición del tóner aumentará combinando la cera (a) que contiene el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y monoalcohol de cadena lineal y el éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 para provocar cambios en la naturaleza cristalina, comportamiento de cristalización, o polaridad de la cera que contiene el monoéster de ácido

monocarboxílico de cadena lineal y monoalcohol de cadena lineal para permitir una gran mejora del defecto de liberación y la degradación de la estabilidad de almacenamiento del éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 solo, así como una mejora significativa de la disminución de la dispersabilidad debida a la agregación y cristalización de la cera, que contiene el monoéster del ácido monocarboxílico de cadena lineal y el monoalcohol de cadena lineal, solos. Cabe señalar que incluso en presencia de muchos grupos hidroxilo, no se producirá perjuicio de la estabilidad térmica por el alcohol libre, etc., ya que el éster (b) tiene un grupo hidroxilo en su molécula, a diferencia de la cera (a). En lugar de ello, el grupo hidroxilo del éster (b) contribuye a la mejora de la dispersabilidad y similares de la composición de cera.

La curva endotérmica de la composición de cera de la presente invención medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC) tiene un pico endotérmico máximo con una temperatura máxima preferentemente de 60 °C o superior y de 100 °C o inferior, más preferentemente de 70 °C o superior y 90 °C o inferior. Es preferible que la composición de cera utilizada en la presente invención tenga la temperatura máxima igual o superior a la temperatura límite inferior descrita anteriormente, ya que el grado de cristalización de la composición de cera en el tóner no disminuirá y, de este modo, la estabilidad de almacenamiento y la capacidad de desarrollo no se degradan. Además, es preferible que la temperatura máxima sea igual o inferior a la temperatura límite superior descrita anteriormente, ya que la temperatura de fijación del tóner no aumenta.

La composición de cera utilizada en la presente invención comprende la cera (a) que contiene el monoéster del ácido monocarboxílico de cadena lineal y el monoalcohol de cadena lineal y el éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y el ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 y tiene un índice de hidroxilo 30 o superior y un índice de yodo 13 o inferior.

El índice de hidroxilo de la composición de cera es de 30 mg de KOH/g o superior y preferentemente de 160 mg de KOH/g o inferior, ya que cuando el índice de hidroxilo de la composición de cera es demasiado bajo, la polaridad es baja y la afinidad con el agente colorante es baja, y la dispersabilidad del agente colorante en la resina aglutinante puede disminuir generando una impresión defectuosa. Asimismo, el índice de yodo de la composición de cera es igual o inferior a 13, ya que cuando el valor es demasiado alto, en las imágenes impresas pueden producirse desplazamientos por enrollamiento y a baja temperatura debido a la agregación de la cera sola y a la disminución de la dispersabilidad. Cabe señalar que el valor límite inferior del índice de yodo es normalmente de 0,01 mg. Asimismo, el índice de acidez preferido de la composición de cera es de 10 mg de KOH/g o inferior. Cuando el índice de acidez es igual o superior a 10 mg de KOH/g, la polaridad se vuelve baja y es probable que la dispersabilidad se degrade; por lo tanto, el índice de acidez preferido es de 10 mg de KOH/g o inferior. La cargabilidad del tóner que contiene la composición de cera de la presente invención llega a ser aún mejor. Cabe señalar que el valor límite inferior del índice de acidez de la cera (a) es normalmente de 0,01 mg de KOH/g.

En este caso, el índice de yodo de la composición de cera es el valor medido mediante un método conforme a JOCS 2.3.4.1-2013 en los "Standard Methods for the Analysis of Fats, Oils and Related Materials, 2003 Version" por la Japan Oil Chemist's Society. De manera similar, el índice de acidez puede medirse de conformidad con JOCS 2.3.1-2013. El índice de hidroxilo de la composición de cera y de la cera (a) puede medirse de conformidad con JOCS 2.3.6.2-2013.

[Método de fabricación de la composición de cera]

La composición de cera utilizada en la presente invención puede fabricarse por un método conocido. Por ejemplo, la composición puede fabricarse fabricando la cera (a) que contiene el monoéster del ácido monocarboxílico de cadena lineal y el monoalcohol de cadena lineal, mezclando, a continuación, el éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mixto compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 y mezclando además resinas aglutinantes, etc., que se describen más adelante.

En términos de variación de la calidad, es preferible mezclar de forma homogénea la cera (a) que contiene el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y el monoalcohol de cadena lineal y el éster (b) de glicerina con el ácido carboxílico mezclado compuesto por ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y de ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 bajo calentamiento a una temperatura igual o superior al punto de fusión y, a continuación, realizar filtración, refrigeración, granulación fina, etc.

De esta manera, se pueden conseguir imágenes de alta calidad con la composición de cera así obtenida de la presente invención, que puede dar fijabilidad a baja temperatura al tóner y dispersar favorablemente el agente colorante. Por lo tanto, la presente invención puede ser adecuada para utilizarse como composición de cera para tóner.

La composición de cera de la presente invención se mezcla con resina aglutinante, agente colorante, agente controlador de cargas, etc. para fabricar el tóner mediante una formulación típica. La cantidad de formulación (cantidad de aditivo) de la composición de cera para tóner de la presente invención en el tóner es normalmente de 1 a 20 partes en masa, preferentemente, de 2 a 20 partes en masa, más preferentemente de 8 a 20 partes en masa, en particular

preferentemente de 12 a 20 partes en masa, por 100 partes en peso del tóner completo. Cuando el valor límite inferior está en el intervalo descrito anteriormente, se puede presentar con éxito una excelente estabilidad de almacenamiento térmico del tóner y cuando el valor límite superior está en el intervalo descrito anteriormente, se puede presentar con éxito la fijabilidad del tóner a baja temperatura. La composición de cera de la presente invención tiene una excelente dispersabilidad en el tóner, por lo que puede estar presente en el tóner sin agregarse incluso al aumentar la cantidad de aditivo. La composición de cera para tóner de la presente invención se mezcla en el tóner, sola o en una mezcla de 2 tipos o más. El método para comprobar si el tóner contiene la composición de cera no está particularmente limitado, pero, por ejemplo, puede utilizarse un método en el que el tóner se agita con un disolvente orgánico que funde selectivamente el componente de cera del tóner. Secando el extracto líquido obtenido por agitación, se obtiene un sólido blanco (cera) en el residuo.

El extracto se mide, por ejemplo, utilizando un aparato de espectrometría de infrarrojos (FT-IR), calorimetría diferencial de barrido (DSC), de descomposición térmica (GC/MS). Las respectivas estructuras de la cera (a) y el éster (b) pueden especificarse por comparación con los picos de referencia de los grupos hidroxilo para diversos tipos de ceras y ésteres (b). Igualmente, la relación de masas de la cera (a) y el éster (b) puede calcularse mediante el análisis cuantitativo del pico del alcohol superior que forma el éster en la cera (a) y el pico del ácido carboxílico que tiene grupo hidroxilo y forma el éster (b).

Cabe señalar que los ejemplos específicos de resina aglutinante, agente colorante y agente controlador de carga son los siguientes y pueden utilizarse materiales conocidos según convenga.

(Resina aglutinante)

Ejemplos de resina aglutinante incluyen resina de tipo poliéster, resina copolímera de tipo estireno-ácido (met)acrílico, elastómero termoplástico, resina estirénica, resina de tipo ácido (met)acrílico, resina olefínica (por ejemplo, resinas α -olefínicas tales como el polietileno, polipropileno, etc.), resinas de tipo vinílico (por ejemplo, cloruro de polivinilo, cloruro de polivinilideno, etc.), resina de tipo poliamida, resina de tipo poliéter, resina de tipo uretano, resina de tipo epoxi, resina de tipo óxido de polifenileno, resina de fenol terpeno, resina de ácido poliláctico, colofonia hidrogenada, caucho ciclado y resina de copolímero de cicloolefina, etc. Estas pueden utilizarse solas o en combinaciones de dos o más tipos. Entre estas, la resina de tipo poliéster y la resina copolímera de tipo estireno-ácido (met)acrílico son preferidas por su capacidad de satisfacer requisitos tales como las características de calidad de imagen, durabilidad y productividad del tóner en un buen equilibrio.

(Agente colorante)

El agente colorante puede ser pigmento para el negro, pigmento para el magenta, pigmento para el cian, pigmento para el amarillo o pigmento para otros colores. En cuanto al pigmento para el negro, negro de carbón tal como el negro de humo, negro térmico, negro de acetileno, negro canal, o negro horno, tintes de nigrosina, etc.; como pigmento para el magenta, rosa de bengala, Oil Red de Dupont, C.I. Pigmento Rojo 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 21, 22, 23, 30, 31, 32, 37, 38, 39, 40, 41, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 57, 58, 60, 63, 64, 68, 81, 83, 87, 88, 89, 90, 112, 114, 122, 123, 163, 202, 206, 207, 209; C.I. Pigmento Violeta 19; C.I. Violeta 1, 2, 10, 13, 15, 23, 29, 35, etc.; como pigmento para el cian, azul de anilina, azul de aceite calco, azul ultramar, cloruro de metiltioninio, azul de ftalocianina, C.I. Pigmento Azul 2, 3, 15, 16, 17; C.I. Vat Blue 6; C.I. Azul Ácido 45, etc.; y en cuanto al pigmento para el amarillo, amarillo de cromo, amarillos de quinolina, C.I. Pigmento Amarillo 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 23, 65, 73, 74, 83, 93, 97, 128, 155, 180 se utilizan solos o como una mezcla. El agente colorante preferido para usar a todo color por su capacidad especialmente buena de mezcla de colores y su excelente reproducibilidad del color incluye C.I. Pigmento rojo 57, 122 para el magenta, C.I. Pigmento Azul 15 para el cian y C.I. Pigmento Amarillo 17, 93, 155, 180 para el amarillo, etc.

(Agente controlador de carga)

Ejemplos para el agente controlador de carga que tiene cargabilidad positiva incluyen, por ejemplo, nigrosina y productos modificados tales como sales metálicas de ácidos grasos; sales de amonio cuaternario tales como el tributilbencilamonio-1-hidroxi-4-nafosulfonato y el tetrafluoroborato de tetrabutylamonio; óxidos de diorganotina tales como el óxido de dibutilestaño, óxido de dioctilestaño, óxido de dicitclohexiltina; boratos de diorganotina tales como el borato de dibutilestaño, borato de dioctilestaño, borato de dicitclohexiltina; sales de piridio, azinas, compuestos de tipo trifenilmetano, polímeros de bajo peso molecular que tienen un grupo funcional catiónico, etc. Estos agentes controladores de carga que tienen cargabilidad positiva pueden utilizarse solos o en combinaciones de dos o más tipos. Entre estos agentes controladores de carga que tienen cargabilidad positiva, se utilizan preferentemente el compuesto de tipo nigrosina y la sal de amonio cuaternario. El agente controlador de carga que tiene cargabilidad negativa incluye, por ejemplo, compuestos organometálicos tales como el complejo metálico de acetilacetona, complejo metálico monoazo, complejo metálico o sal de tipo ácido naftóico o ácido salicílico, compuestos de quelato, polímeros de bajo peso molecular que tienen un grupo funcional aniónico, etc.

Estos agentes controladores de carga que tienen cargabilidad negativa pueden utilizarse solos o en combinaciones de dos o más tipos. Entre estos agentes controladores de carga que tienen cargabilidad negativa, se utilizan

preferentemente complejos metálicos de tipo ácido salicílico y complejos metálicos de tipo monoazo. El contenido de agente controlador de carga está normalmente en el intervalo de 0,1 a 5,0 partes en peso, y preferentemente de 0,5 a 3,0 partes en peso por 100 partes en peso de resina aglutinante.

5 [Ejemplos]

A continuación, la presente invención se describe específicamente en más detalle, ejemplo de fabricación de composiciones de cera para tóneres de la presente invención y método de evaluación de las mismas.

10 [Composición de cera para tóner]

Las composiciones de cera para tóneres (C-1) a (C-5) y las composiciones de cera para comparación se preparan de acuerdo con la siguiente formulación y la dispersabilidad del agente colorante de las composiciones de cera obtenidas se muestra en la Tabla 1. Cabe señalar que, (C-1) a (C-5) corresponden a los Ejemplos 1 a 5.

15 [Preparación de la composición de cera para el tóner (C-1)]

Se recogieron cera de arroz (90 % de contenido en monoéster lineal) 480 g y aceite de ricino hidrogenado 120 g [(a): (b) = 4:1] en un matraz de cuatro bocas provisto de termómetro, un tubo de alimentación de nitrógeno, agitador y un tubo de refrigeración y se fundieron por calentamiento a 100 °C bajo nitrógeno para agitar bajo calentamiento durante 30 minutos para que el contenido fuera homogéneo. Esta mezcla se solidificó dejándola enfriar a temperatura ambiente para obtener la composición de cera (C-1). El índice de hidroxilo de la cera de arroz obtenida fue 8.

Cabe señalar que, la medición cromatográfica de gases se realizó utilizando un cromatógrafo de gases (GC-2025 fabricado por Shimadzu Science) y una columna (DB-1 HT fabricada por Agilent) para medir el contenido del monoéster lineal elevando la temperatura de 150 °C a 370 °C (5 °C /minuto) bajo una condición de cámara de vaporización de 380 °C y manteniendo 10 minutos y calculando la relación entre el área del pico del monoéster lineal y el área total del pico. Las mediciones se realizaron mediante un método similar para C-2 a C-4 y D-1 a D-5, a continuación.

30 [Composición de cera para tóner (C-2)]

La composición de cera para el tóner (C-2) se obtuvo por un método similar al de (C-1), excepto por el ajuste de la relación de masa de la cera de arroz: aceite de ricino hidrogenado a 1:1 [(a): b = 1:1]. El índice de hidroxilo de la cera de arroz en la composición de cera era 8.

35 [Composición de cera para tóner (C-3)]

La composición de cera para el tóner (C-3) se obtuvo por un método similar al de (C-1), excepto por el ajuste de la relación de masa de la cera de arroz: aceite de ricino hidrogenado a 1:4 [(a): b = 1:4]. El índice de hidroxilo de la cera de arroz en la composición de cera era 8.

[Composición de cera para tóner (C-4)]

La composición de cera para tóner (C-4) se obtuvo por un método similar al de (C-2), excepto por utilizar una cera de arroz que tiene un índice de hidroxilo 25 y un contenido de monoéster de cadena lineal del 78 %.

[Composición de cera para los ejemplos comparativos 1 a 5]

Para las composiciones de cera para tóneres (D-1 a D-5), las composiciones de cera para tóneres se obtuvieron mediante un método similar al de (C-1), excepto por las siguientes modificaciones. Cabe señalar que, (D-1) a (D-5) corresponden a los ejemplos comparativos 1 a 5.

[Preparación de la composición de cera (D-1)]

En (D-1), se utilizó cera de polietileno (Mitsui Hi-Wax 320 P fabricada por Mitsui Chemicals) en lugar del aceite de ricino hidrogenado de (C-1). El índice de hidroxilo de la cera de arroz en la composición de cera era 8.

[Preparación de la composición de cera (D-2)]

En (D-2), no se utilizó aceite de ricino hidrogenado y se empleó sólo cera de arroz. El índice de hidroxilo de la cera de arroz en la composición de cera era 8.

[Preparación de la composición de cera (D-3)]

En (D-3), se utilizó ácido monocarboxílico solo en lugar de aceite de ricino hidrogenado de (C-3). El índice de hidroxilo de la cera de arroz en la composición de cera era 8.

[Preparación de la composición de cera (D-4)]

En (D-4), no se utilizó cera de arroz y se utilizó aceite de ricino hidrogenado solo.

[Preparación de la composición de cera (D-5)]

En (D-5), se utilizó cera de carnauba en lugar de la cera de arroz de (C-2). El índice de hidroxilo de la cera de éster de la composición de cera era de 38.

[Método de evaluación de la composición de cera]

Índice de acidez, se evaluaron el índice de yodo y el índice de hidroxilo de las composiciones de cera (C-1) a (C-5) y (D-1) a (D-5) mediante el siguiente método. (1) Índice de acidez de la composición de cera; de conformidad con la norma JOCS (Japan Oil Chemist's Society) 2.3.1-2013.

(2) Índice de yodo de la composición de cera; de conformidad con la norma JOCS (Japan Oil Chemist's Society) 2.3.1-2013.

(3) Índice de hidroxilo de la composición de cera y de la cera (a); de conformidad con la norma JOCS (Japan Oil Chemist's Society) 2.3.6.2-2013.

(4) Características térmicas de la composición de cera

Se evaluó la característica térmica de las composiciones de cera (C-1) a (C-4) y (D-1) a (D-5). se utilizó "DSC-50" fabricado por Shimadzu Science para la medición de las características térmicas de la composición de cera. La medición se realizó colocando aproximadamente 20 mg de las composiciones de cera C-1 a C-3 y D-1 a D-3 respectivamente en portaobjetos hechos de aluminio para verificar las características térmicas al elevar la temperatura de la temperatura ambiente hasta 120 °C a 5 °C /minuto, enfriando de nuevo hasta 0 °C a -5 °C /minuto y elevando de nuevo la temperatura hasta 120 °C a 5 °C /minuto bajo atmósfera de nitrógeno (200 ml/minuto) utilizando alúmina como material de referencia. Los resultados de la misma se muestran en las Tablas 2 a 3 que se describen más adelante.

[Evaluación de la dispersabilidad de los agentes colorantes utilizando una composición de cera]

[Ejemplo 1]

En el ejemplo 1, la composición de cera de acuerdo con (C-1) se mezcló suficientemente respectivamente con resina (poliéster), agente colorante (Pigmento rojo), agente controlador de carga (polímero de bajo peso molecular que tiene un grupo funcional catiónico), etc., con un aparato mezclador y, a continuación, se amasa en caliente a una temperatura de 130 a 140 °C con una amasadora biaxial de extrusión de masa fundida. Se evaluó el estado de dispersión de la mezcla amasada. Después de amasar, la mezcla se enfrió, se trituró en bruto con una máquina trituradora de cuchillas, se molió finamente con un molino de chorro y se clasificó para obtener tóneres de cada tono de color. Cabe señalar que, la cantidad de aditivo (contenido) de las composiciones de cera en los tóneres era del 10 % en masa.

Además, se observó la sección transversal de una parte de la mezcla amasada utilizando un microscopio óptico para evaluar la dispersabilidad del agente colorante y del agente de liberación. De manera específica, se midió el diámetro de dominio del mayor agregado del agente colorante para evaluar la dispersabilidad del agente colorante y la cera por el diámetro de dominio medido, ◦ cuando es inferior a 3 μm, Δ cuando es igual o superior a 3 μm e inferior a 6 μm y × cuando es igual o superior a 6 μm. Además, se midió el diámetro de dominio del mayor agregado del agente colorante para evaluar la dispersabilidad del agente de liberación por el diámetro de dominio medido, ◦ cuando es inferior a 5 μm, Δ cuando es igual o superior a 5 μm e inferior a 10 μm y × cuando es igual o superior a 10 μm.

○: Las partículas de agente colorante se dispersan de forma homogénea sin agregación.

Δ: Se observa una ligera agregación.

×: Se observan huecos debido a la agregación.

[Estabilidad de almacenamiento térmico]

El grado de agregación de los tóneres que contienen composiciones de cera de acuerdo con los ejemplos y los ejemplos comparativos se midió mediante el siguiente método para evaluar la estabilidad de almacenamiento térmico del tóner. En detalle, 20 g del tóner se introdujeron en un recipiente de plástico de 200 ml de volumen, se dejaron reposar en un termohigrostat ("PH-3 KT" fabricado por Espec Corp.) ajustado a 50 °C durante 48 horas y se extrajeron a partir de los mismos. A continuación, tres tipos de tamices con aberturas de 150 μm, 75 μm y 45 μm se fijaron en este orden a un medidor de polvo (PT-S fabricado por Hosokawa Micron Corporation). Se introdujeron 2 g del tóner en el tamiz de 150 μm de abertura para evaluar la estabilidad de almacenamiento térmico. El tóner para la evaluación de la estabilidad de almacenamiento térmico se tamizó en las condiciones de escala de reóstato 2 y un período de 10

ES 3 014 448 T3

segundos. Se midió la masa del tóner sobredimensionado sobrante. El grado de agregación del tóner (% en masa) se calculó desde la masa medida del tóner de acuerdo con las siguientes ecuaciones.

Se evaluó que el tóner que tiene un grado de agregación inferior al 20 % en masa es un tóner que tiene una excelente estabilidad de almacenamiento térmico.

$$\text{Grado de agregación (\% en masa)} = a + b + c$$

$$a = (\text{peso del tóner sobredimensionado que queda en el tamiz de abertura } 150 \mu\text{m}/2) \times 100$$

$$b = (\text{peso del tóner sobredimensionado que queda en el tamiz de abertura } 75 \mu\text{m}/2) \times 100 \times (3/5)$$

$$c = (\text{peso del tóner sobredimensionado que queda en el tamiz de abertura } 45 \mu\text{m}/2) \times 100 \times (1/5)$$

[Fijabilidad a baja temperatura]

Los tóneres obtenidos en los ejemplos y ejemplos comparativos fueron los objetivos de medición y la imagen no fijada de la imagen de tóner en una hoja de transferencia se fijó mediante el ajuste de la temperatura del rodillo de fijación de calor de una multicopista disponible en el mercado (nombre comercial; EP-870 Z, fabricada por Minolta) a 120 °C. Además, se realizaron frotaciones en la imagen fija formada con un algodón para obtener un índice de fijabilidad de baja energía calculando una fuerza de fijación mediante la siguiente ecuación. La fijabilidad a baja temperatura se evaluó como ○○, ○, Δ y X, cuando la fuerza de fijación era del 80 % o superior, 70 % o superior e inferior al 80 %, 60 % o superior e inferior al 70 % e inferior al 60 %, respectivamente, en la que la fuerza de fijación = (densidad de imagen de la imagen fijada después del frotamiento/densidad de imagen de la imagen fijada antes del frotamiento) × 100 (%).

[Ejemplos 2 a 5]

Los tóneres se obtuvieron por un método similar al del Ejemplo 1, excepto por utilizar las composiciones de cera de acuerdo con (C-2) a (C-4) en lugar de (C-1). Sin embargo, en el Ejemplo 5, se utilizó un copolímero del tipo estireno-ácido acrílico en lugar de poliéster. Se evaluaron la dispersabilidad, la estabilidad de almacenamiento térmico y la fijabilidad a baja temperatura de los Ejemplos 2 a 5, de manera similar al Ejemplo 1.

[Ejemplos comparativos 1 a 5]

Los tóneres se obtuvieron por un método similar al del Ejemplo 1, excepto por utilizar composiciones de cera de acuerdo con (D-1) a (D-5) en lugar de (C-1). Se evaluaron la dispersabilidad, la estabilidad de almacenamiento térmico y la fijabilidad a baja temperatura en los ejemplos comparativos 1 a 5, de manera similar al Ejemplo 1. Los resultados de la evaluación de los Ejemplos 1 a 5 y de los ejemplos comparativos 1 a 5 se muestran en la Tabla 1.

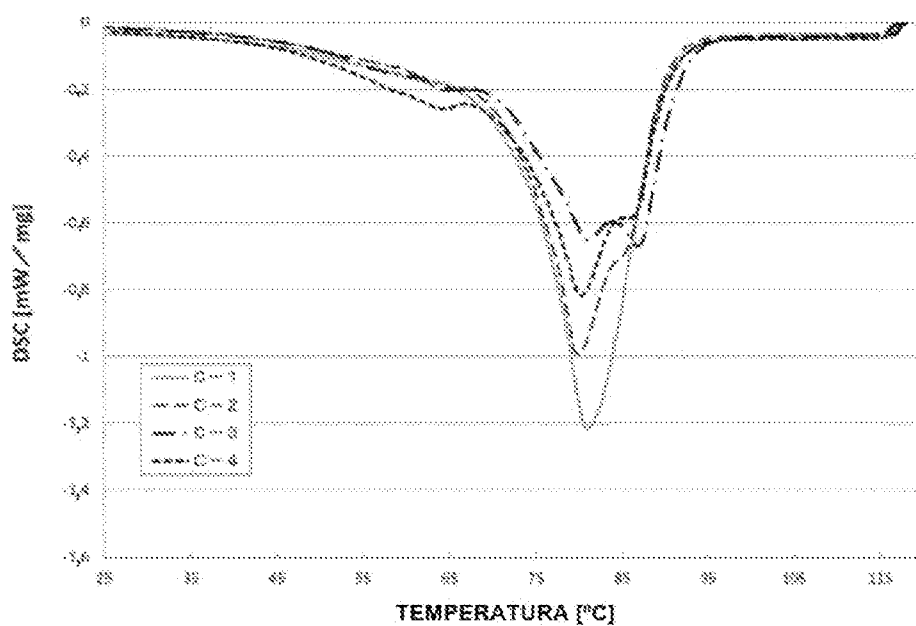
Tabla 1

	Composición de cera para tóner	Propiedades físicas			Evaluación			
		Índice de yodo	Índice de hidroxilo	Índice de acidez	Dispersabilidad		Estabilidad de almacenamiento térmico	Fijación a baja temperatura
					Cera	Agente colorante		
Ejemplo 1	C-1	8,9	40,2	3,0	○	○	○	○
Ejemplo 2	C-2	6,4	88,6	2,6	○	○	○	○○
Ejemplo 3	C-3	5,6	129,5	2,0	○	○	○	Δ
Ejemplo 4	C-4	8,4	91,5	2,6	○	○	○	Δ
Ejemplo 5	C-2	6,4	88,6	2,6	○	○	○	○○
Ejemplo comparativo 1	D-1	3,4	4,8	3,5	X	X	X	X
Ejemplo comparativo 2	D-2	8,3	9,5	2,7	X	X	X	X

(continuación)

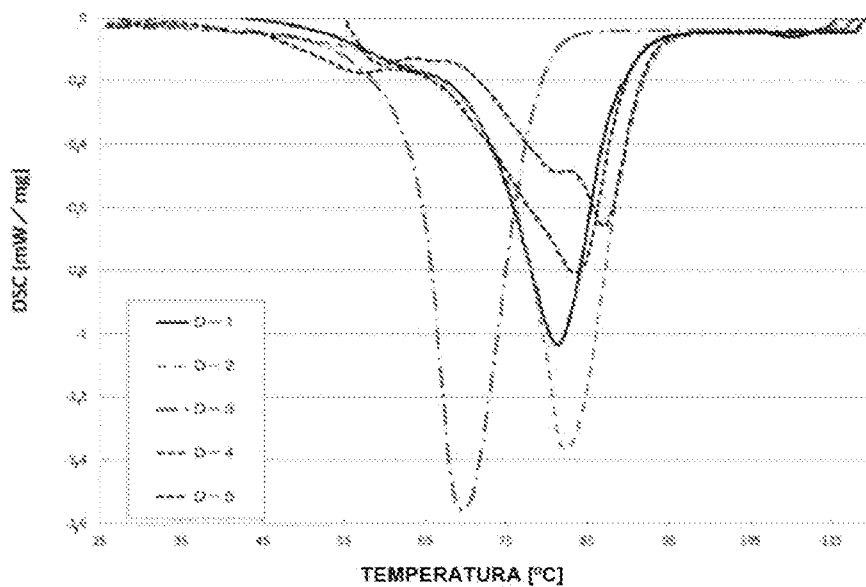
	Composición de cera para tóner	Propiedades físicas			Evaluación			
		5,1	5,6	99,4	O	O	X	X
Ejemplo comparativo 3	D-3	5,1	5,6	99,4	O	O	X	X
Ejemplo comparativo 4	D-4	2,3	158,0	1,4	×	Δ	X	Δ
Ejemplo comparativo 5	D-5	11,8	98,0	4,9	Δ	X	X	X

Tabla 2



5

Tabla 3



Como se muestra en la Tabla 1, todas las composiciones de cera (C-1) a (C-4) de los Ejemplos 1 a 5 mostraron una excelente dispersabilidad del agente colorante debido al bajo índice de acidez y al alto índice de hidroxilo que aumentaron la afinidad del grupo hidroxilo que tiene alta polaridad y el agente colorante.

- 5 Las Tablas 2 a 3 muestran las curvas endotérmicas en calorimetría diferencial de barrido (DSC) de las composiciones de cera (C-1) a (C-4) y (D-1) a (D-5). De acuerdo con los resultados de la Tabla 2, disminuyendo la naturaleza cristalina de la cera, se demostró una excelente dispersabilidad y otros picos endotérmicos en el intervalo de 60 a 100 °C, lo que dio lugar a una excelente fijabilidad a baja temperatura. El uso de estas composiciones como cera para el tóner puede contribuir a una mayor calidad de imagen gracias a la alta dispersión del agente colorante en la resina aglutinante.

- 10 De acuerdo con las Tablas 1 a 3, los ejemplos comparativos 1 a 2 mostraron índices de acidez significativamente bajos y picos endotérmicos más agudos y dieron lugar a una baja dispersabilidad de la cera y una baja dispersabilidad del agente colorante debido a la agregación y cristalización de la cera sola al solidificarse después de haberse fundido.
- 15 Además, en el ejemplo comparativo 3, la composición del tóner tenía una alta polaridad debido al alto índice de acidez a pesar del bajo índice de hidroxilo, y el resultado mostraba una excelente dispersabilidad, pero una escasa estabilidad de almacenamiento térmico. En el Ejemplo comparativo 4, la dispersabilidad de la cera se degradó debido a que se utilizó aceite de ricino hidrogenado solo y no contenía cera de arroz. En el Ejemplo comparativo 5, se utilizó cera de carnauba en lugar de cera de arroz. Aunque el índice de hidroxilo de la composición de cera era próximo al índice del
- 20 Ejemplo 4, la dispersabilidad era escasa debido a que la cera de carnauba contiene además una gran cantidad de resina, etc., y tiene bajo contenido de monoéster lineal.

- 25 A partir de los resultados que se muestran en las Tablas 1 a 3, puede observarse que el tóner de la presente invención tiene una excelente dispersabilidad del agente colorante y una excelente fijabilidad a baja temperatura, y que también tiene una excelente estabilidad de almacenamiento térmico y unas excelentes características de impresión.

[Aplicabilidad industrial]

- 30 La presente invención proporciona ceras que tienen una excelente dispersabilidad del agente colorante, una elevada transparencia, características de imagen de alta calidad y excelente estabilidad de almacenamiento térmico y tóneres que utilizan las ceras.

REIVINDICACIONES

1. Un tóner electrofotográfico que comprende una composición de cera:
 - 5 en donde un índice de hidroxilo de la composición de cera es 30 o superior y un índice de yodo de la composición de cera es 13 o inferior,
en donde la composición de cera comprende:
 - 10 una cera (a) que contiene un monoéster de un ácido monocarboxílico de cadena lineal y un monoalcohol de cadena lineal; y
un éster (b) de glicerina con un ácido carboxílico mixto compuesto por un ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y un ácido monocarboxílico de cadena lineal C12 a C24,
en donde la cera (a) que contiene el monoéster del ácido monocarboxílico de cadena lineal y el monoalcohol de cadena lineal tienen un índice de hidroxilo de 30 o inferior.
- 15 2. El tóner electrofotográfico de acuerdo con la reivindicación 1,

en donde el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y el monoalcohol de cadena lineal, y
20 el ácido monocarboxílico de cadena lineal tiene un número de carbonos de 20 a 24 y el monoalcohol de cadena lineal tiene un número de carbonos de 22 a 38.
3. El tóner electrofotográfico de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en donde la cera (a) y el éster (b) están contenidos en una relación de masa de 1:4 a 4:1.
- 25 4. El tóner electrofotográfico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3,

en donde el monoéster de ácido monocarboxílico de cadena lineal y monoalcohol de cadena lineal es un monoéster de un ácido monocarboxílico de cadena lineal saturado y un alcohol de cadena lineal saturado,
30 en donde el ácido carboxílico mixto es un ácido carboxílico mixto compuesto por un ácido monocarboxílico saturado de cadena lineal C12 a C24 que tiene un grupo hidroxilo y un ácido monocarboxílico saturado de cadena lineal C12 a C24.
5. El tóner electrofotográfico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la cera (a) contiene monoéster lineal en el 60 % en peso o superior.
- 35 6. El tóner electrofotográfico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde una cantidad aditiva de la composición de cera es del 2 al 20 % en masa.