



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0102020
(43) 공개일자 2013년09월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G03G 9/08 (2006.01) G03G 9/093 (2006.01)
G03G 13/14 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0023873
(22) 출원일자 2013년03월06일
심사청구일자 없음
(30) 우선권주장
13/413,251 2012년03월06일 미국(US)

(71) 출원인
제록스 코포레이션
미국 코네티컷주 노워크 피.오.박스 4505 글로버
애비뉴 45
(72) 발명자
워스너 조단
캐나다 엠6이 3브이7 온타리오 토론토 데이 애비
뉴 29
베레진 리차드 피.엔.
캐나다 엠5엘 5티6 온타리오 미시사우가 도버 크
레센트 3218
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인태평양

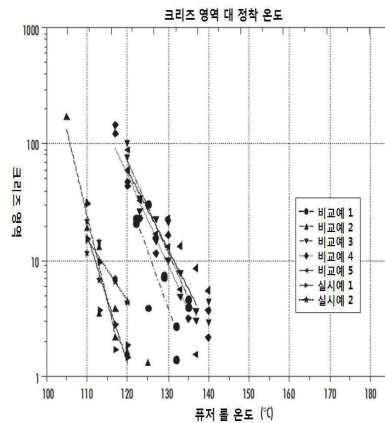
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 코어-셸 토너 입자를 갖는 초저 용융 토너

(57) 요약

코어 및 셸을 갖는 토너 입자 및 상기 토너 입자를 제조하는 방법. 상기 코어는 결정질 수지를 포함하고, 상기 셸은 비결정질 수지를 포함한다. 상기 셸은 상기 결정질 수지가 실질적으로 내지는 완전히 없는 것이다. 상기 토너 입자는 상기 코어 내에 보다 많은 양의 결정질 수지 물질이 포함될 수 있도록 함으로써, 상기 입자로부터 형성되는 상기 토너의 최소 정착 온도를 낮춘다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

즈와츠 에드워드 지.

캐나다 엘5제이 4비2 온타리오 미시사우가 유니트
#85 인버하우스 드라이브 915

호킨스 마이클 에스.

캐나다 엔1에스 3엘6 온타리오 캠브리지 힐크레스
트 드라이브 14

특허청구의 범위

청구항 1

셀 및 코어를 포함하는 토너 입자로서,
 상기 코어는 결정질 수지를 토너 입자의 약 10 중량% 내지 약 35 중량%의 양으로 포함하고,
 상기 셀은 상기 코어를 캡슐화하는 비결정질 수지를 포함하며,
 상기 셀은 상기 토너 입자의 약 45 중량% 내지 약 70 중량%의 양으로 존재하는 토너 입자.

청구항 2

청구항 1에 있어서,
 상기 셀은 상기 토너 입자의 약 50 중량% 내지 약 65 중량%의 양으로 존재하는 토너 입자.

청구항 3

청구항 1에 있어서,
 상기 결정질 수지는 상기 토너 입자의 약 15 중량% 내지 약 35 중량%의 양으로 존재하는 토너 입자.

청구항 4

청구항 1에 있어서,
 상기 셀은 상기 결정질 수지가 실질적으로 없는 토너 입자.

청구항 5

청구항 1에 있어서,
 상기 셀은 상기 토너 입자의 약 45 중량% 내지 약 70 중량%의 양으로 존재하고, 상기 결정질 수지는 상기 토너 입자의 약 15 중량% 내지 약 35 중량%의 양으로 존재하는 토너 입자.

청구항 6

잠상 반송 부재의 표면 상에 정전 잠상을 형성하는 단계;
 상기 잠상 반송 부재의 표면 상에 형성된 정전 잠상을, 토너를 포함하는 현상제로 현상하여 토너상을 형성하는 단계;
 상기 잠상 반송 부재의 표면 상에 형성된 토너상을 전사재의 표면 상으로 전사시키는 단계; 및
 상기 전사재의 표면 상에 전사된 토너상을 가열하여 정착시키는 단계를 포함하는 이미지 형성 방법으로서,
 상기 토너는 셀과 코어를 갖는 토너 입자를 포함하고,

상기 코어는 결정질 수지를 상기 토너 입자의 약 10 중량% 내지 약 35 중량%의 양으로 포함하고,
 상기 셀은 상기 코어를 캡슐화하는 비결정질 수지를 포함하며,
 상기 셀은 상기 토너 입자의 약 45 중량% 내지 약 70 중량%의 양으로 존재하는 이미지 형성 방법.

청구항 7

청구항 6에 있어서,
 상기 토너 입자의 셀은 상기 토너 입자의 약 50 중량% 내지 약 65 중량%의 양으로 존재하는 이미지 형성 방법.

청구항 8

청구항 6에 있어서,

상기 토너 입자의 결정질 폴리에스터는 상기 토너 입자의 약 15 중량% 내지 약 35 중량%의 양으로 존재하는 이미지 형성 방법.

청구항 9

청구항 6에 있어서,

상기 토너 입자의 셀은 상기 결정질 수지가 실질적으로 없는 이미지 형성 방법.

청구항 10

결정질 수지를 토너 입자의 약 10 중량% 내지 35 중량%의 양으로 포함하는 코어를 제공하는 단계; 및

상기 코어를 캡슐화하는 비결정질 수지를 포함하는 셀을 제공하는 단계를 포함하는 토너 입자 형성 방법으로서,

상기 셀은 상기 토너 입자의 약 45 중량% 내지 약 70 중량%의 양으로 존재하는 토너 입자 형성 방법.

명세서

기술분야

- [0001] 본 발명은 셀과 코어를 포함하는 토너 입자를 제공한다. 상기 코어는 결정질 수지를 상기 토너 입자의 중량에 대하여 약 10% 내지 약 35%의 양으로 포함할 수 있다. 상기 셀은 상기 토너 입자의 약 45 중량% 내지 약 70 중량%의 양으로 존재할 수 있다. 본 발명은 또한 상기 토너 입자를 이용한 이미지 형성 방법을 제공한다.

도면의 간단한 설명

- [0002] 도 1은 실시예에서 상술된 토너에 대한, 인쇄 크리즈 영역(print crease area) 대 정착(fusing) 온도의 플롯을 나타낸다.
- 도 2는 실시예에서 상술된 토너에 대한, 광택(gloss) 대 정착 온도의 플롯을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0003] 본 발명은 코어 및 셀을 포함하는 토너 입자를 제공하고, 상기 코어는 결정질 수지 및 선택적으로 비결정질 수지를 포함하고, 상기 셀은 비결정질 수지를 포함한다. 상기 코어 내에 함유된 결정질 수지의 양은 종래의 토너에 비해 많아서, 종래의 토너들 보다 정착 온도가 낮다. 게다가, 상기 셀 두께가 두꺼워서, 상기 증가된 양의 결정질 수지가 상기 토너 입자의 표면에 닿는 것을 방지한다. 상기 토너 입자의 셀, 또는 적어도 상기 셀의 외부 표면은 결정질 수지가 실질적으로 내지는 완전히 없을 수 있고, 상기 코어를 캡슐화할 수 있다. 즉, 상기 결정질 수지는 실질적으로 완전히 상기 토너 입자의 코어 내에 남아있게 된다.
- [0004] 본 발명은 또한 상기 토너 입자를 제조하는 방법을 제공하고, 상기 방법은 결정질 수지와 선택적으로 비결정질 수지를 포함하는 코어와, 비결정질 수지를 포함하는 셀을 갖는 토너 입자를 제공하는 단계를 포함하며, 상기 입자의 셀은 상기 토너 입자의 코어를 캡슐화하고, 상기 결정질 수지가 실질적으로 내지는 완전히 없을 수 있다. 본 발명에 따른 상기 토너 입자의 가소화 효과는, 심지어 상기 토너입자의 셀 내 비결정질 수지가 결정질 수지로부터 완전히 유리된 경우에도 나타날 수 있다.
- [0005] 본 발명의 공정들은 응고제의 존재 하에서, 폴리에스터와 같은 결정질 및 비결정질 중합체성 수지들, 선택적으로 왁스, 및 선택적으로 착색제를 포함하는 입자와 같은, 입자를 응집시키는 단계를 포함할 수 있다.
- [0006] 상기 공정들에 의해 수득되는 토너 및 토너 조성물들과 관련된 많은 이점들이 본 명세서에 상술된다. 예를 들어, 본 발명의 상기 토너 입자는 약 80℃ 내지 약 140℃, 또는 약 100℃ 내지 120℃, 또는 약 105℃ 내지 약 115℃의, 허용가능한 크리즈 고정(crease fix) 성능을 위한 최저 정착 온도를 가질 수 있다. 따라서, 상기 최저 정착 온도는 본 발명의 조성물 및 공정에 의해 제조되지 않은 대조군 토너들에 보다 약 10℃ 내지 30℃ 낮을 수 있다. 게다가, 본 발명의 상기 토너 입자는 전하 유지(charge maintenance)와 같이 대조군 토너들과 비교될 수 있는 제노그래픽의 성능 또한 제공한다.

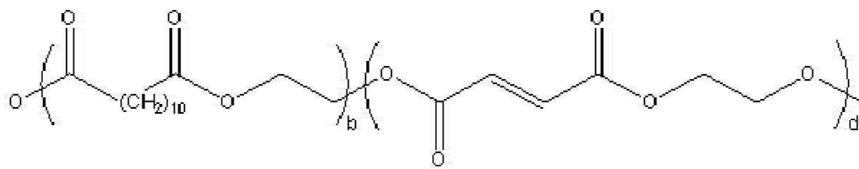
- [0007] 구현예에서, 본 발명의 상기 토너 입자는 셀의 부하(load)가 증가된 반면, 바람직한 정착 특성, 저 용융 거동, 및 충전을 나타낸다.
- [0008] 본 발명의 토너는 토너를 형성하는데 이용될 수 있는 모든 적합한 수지를 포함할 수 있다. 따라서, 상기 수지는 모든 적절한 단량체로 구성될 수 있다. 상기 수지를 형성하는데 유용한 적절한 단량체는 아크릴로니트릴, 디올, 이산, 디아민, 디에스터, 디이소시아네이트, 그들의 조합 및 그와 동등한 것들을 포함하나, 이에 한정되지 아니한다. 채택되는 모든 단량체들은 이용되는 특정 중합체에 따라 선택될 수 있다.
- [0009] 구현예에서, 상기 수지를 형성하는데 이용되는 상기 중합체는 폴리에스터 수지일 수 있다. 적합한 폴리에스터 수지는, 예를 들어 설폰화된(sulfonated), 비-설폰화된, 결정질, 비결정질, 그들의 조합 및 그와 동등한 것들을 포함한다. 상기 폴리에스터 수지는 선형, 분지형, 그들의 조합 및 그와 동등한 것들을 포함할 수 있다. 구현예에서, 폴리에스터 수지는 미국 특허 제6,593,049호 및 제6,756,176호에 개시된 수지들을 포함할 수 있다. 또한, 적합한 수지는 미국 특허 제6,830,860호에 개시된 바와 같은 비결정질 폴리에스터 수지 및 결정질 폴리에스터 수지의 혼합물을 포함한다.
- [0010] 하나, 둘, 또는 그 이상의 수지가 토너를 형성하는데 이용될 수 있다. 둘 이상의 수지가 이용되는 구현예에서, 상기 수지는 예를 들어, 약 1%(제1 수지)/99%(제2 수지) 내지 약 99%(제1 수지)/1%(제2 수지), 구현예에서 약 10%(제1 수지)/90%(제2 수지) 내지 약 90%(제1 수지)/10%(제2 수지)와 같은 모든 적절한 비율(예, 중량 비율)로 존재할 수 있다.
- [0011] 구현예에서, 본 발명의 적절한 토너는 하나 또는 그 이상의 비결정질 폴리에스터 수지 및 결정질 폴리에스터 수지를 포함할 수 있다. 상기 수지의 중량 비율은 약 98%(비결정질 수지)/2%(결정질 수지) 내지 약 70%(비결정질 수지)/30%(결정질 수지), 구현예에서 약 90%(비결정질 수지)/10%(결정질 수지) 내지 약 75%(비결정질 수지)/25%(결정질 수지)일 수 있다.
- [0012] 상기 수지는 에멀전 응집 방법들에 의해 형성될 수 있다. 상기 방법들을 이용하여, 상기 수지는 다른 성분들 및 첨가제들과 혼합되어 본 발명의 토너를 형성할 수 있는 수지 에멀전 상태로 존재할 수 있다.
- [0013] 상기 수지는 고체 기반의 상기 토너 입자(즉, 외부 첨가제들을 배제한 토너 입자)의 약 65 내지 95 중량%, 또는 약 70 내지 90 중량%, 또는 약 75 내지 85 중량%의 양으로 존재할 수 있다. 상기 결정질 수지 대 비결정질 수지의 비율은 약 5:95 내지 약 35:65, 10:90 내지 30:70, 약 15:75 내지 약 30:70, 20:80 내지 약 25:75, 약 25:75 내지 약 30:70과 같은 약 1:99 내지 약 40:60의 범위일 수 있다.
- [0014] 상기 결정질 수지는 선택적인 촉매의 존재 하에서 디올을 이산 또는 디에스터와 반응시킴으로써 형성된 폴리에스터 수지일 수 있다. 결정질 폴리에스터를 형성함에, 적합한 유기 디올은 1,2-에탄디올, 1,3-프로판디올, 1,4-부탄디올, 1,5-펜탄디올, 1,6-헥산디올, 1,7-헵탄디올, 1,8-옥탄디올, 1,9-노난디올, 1,10-데칸디올, 1,12-도데칸디올, 에틸렌 글리콜, 그들의 조합 및 그와 동등한 것들처럼, 약 2 내지 약 36개의 탄소 원자를 갖는 지방족(aliphatic) 디올을 포함한다. 상기 지방족 디올은 예를 들어, 상기 수지의 약 40 내지 60 몰%, 구현예에서 약 42 내지 55 몰%, 또는 약 45 내지 53 몰%의 양으로 선택될 수 있다.
- [0015] 상기 결정질 수지의 제조를 위해 선택되는 유기 이산 또는 디에스터의 예는 옥살산, 숙신산, 글루타르산, 아디프산, 수베르산, 아젤라산, 푸마르산, 말레산, 도데칸이산, 세바식산, 프탈산, 이소프탈산, 테레프탈산, 나프탈렌-2,6-디카복실산, 나프탈렌-2,7-디카복실산, 사이클로헥산 디카복실산, 말론산 및 메사콘산, 디에스터 또는 그들의 무수물, 및 그들이 조합을 포함한다. 상기 유기 이산은 예를 들어, 상기 수지의 약 40 내지 60 몰%, 구현예에서 약 42 내지 55 몰%, 예를 들어, 약 45 내지 53 몰%의 양으로 선택될 수 있다.
- [0016] 결정질 수지의 예는 폴리에스터, 폴리아미드, 폴리이미드, 폴리올레핀, 폴리에틸렌, 폴리부틸렌, 폴리이소부틸레이트, 에틸렌-프로필렌 공중합체, 에틸렌-비닐 아세트산 공중합체, 폴리프로필렌, 그들의 혼합물, 및 그와 동등한 것들을 포함한다. 특정 결정질 수지는 폴리(에틸렌-아디프산), 폴리(프로필렌-아디프산), 폴리(부틸렌-아디프산), 폴리(펜틸렌-아디프산), 폴리(헥실렌-아디프산), 폴리(옥틸렌-아디프산), 폴리(에틸렌-숙신산), 폴리(프로필렌-숙신산), 폴리(부틸렌-숙신산), 폴리(펜틸렌-숙신산), 폴리(헥실렌-숙신산), 폴리(옥틸렌-숙신산), 폴리(에틸렌-세바식산), 폴리(프로필렌-세바식산), 폴리(부틸렌-세바식산), 폴리(펜틸렌-세바식산), 폴리(헥실렌-세바식산), 폴리(옥틸렌-세바식산), 알칼리 코폴리(5-설폰이소프탈로일)-코폴리(에틸렌-아디프산), 폴리(데실렌-세바식산), 폴리(데실렌-데칸산), 폴리(에틸렌-데칸산), 폴리(에틸렌-도데칸산), 폴리(노닐렌-세바식산), 폴리(노닐렌-데칸산), 폴리(노닐렌-도데칸산), 코폴리(에틸렌-푸마르산)-코폴리(에틸렌-세바식산), 코폴리(에틸렌-푸마르산)-코폴리(에틸렌-데칸산), 코폴리(에틸렌-푸마르산)-코폴리(에틸렌-도데칸산), 및 그들의 조합과 같

은 폴리에스테르계일 수 있다.

[0017] 상기 토너 입자의 코어 내에 함유된 결정질 수지의 양은 토너 입자의 약 12 중량% 내지 약 30 중량%, 또는 약 15 중량% 내지 약 25 중량%와 같은 토너 입자의 약 10 중량% 내지 약 35 중량%일 수 있다. 구현예에서, 상기 결정질 수지는 예를 들어, 약 30℃ 내지 약 120℃, 약 50℃ 내지 약 90℃의 다양한 용융점(melting point)을 가질 수 있다. 상기 결정질 수지는 예를 들어, 약 30℃ 내지 약 120℃, 구현예에서 약 50℃ 내지 약 90℃의 다양한 용융점(melting point)을 가질 수 있다. 상기 결정질 수지는 GPC(gel permeation chromatography)로 측정된 약 1,000 내지 약 50,000, 구현예에서 약 2,000 내지 약 25,000의 수 평균 분자량(number average molecular weight, M_n)을 가질 수 있고, 폴리스티렌 표준 물질을 이용하여 GPC로 측정된 예를 들어, 약 2,000 내지 약 100,000, 구현예에서 약 3,000 내지 약 80,000의 중량 평균 분자량(weight average molecular weight, M_w)을 가질 수 있다. 상기 결정질 수지의 분자량 분포(M_w/M_n)는 예를 들어 약 2 내지 약 6, 구현예에서 약 3 내지 약 4일 수 있다.

[0018] 상기 결정질 폴리에스테르를 위해 이용될 수 있는 중축합 촉매는 테트라알킬 티탄산, 디부틸틴 옥사이드와 같은 디알킬틴 옥사이드, 디부틸틴 디라우르산과 같은 테트라알킬틴 및 부틸틴 옥사이드 하이드록사이드와 같은 디알킬틴 옥사이드 하이드록사이드, 알루미늄 알콕사이드, 알킬 아연, 디알킬 아연, 아연 옥사이드, 제1 주석 옥사이드, 또는 그들의 조합을 포함한다. 상기 촉매는 상기 폴리에스테르 수지를 생성하는데 이용되는 시작 이산 또는 디에스터를 기준으로 예를 들어, 약 0.01 몰% 내지 약 5 몰%의 양이 이용될 수 있다.

[0019] 적절한 결정질 수지는 미국 특허 출원 공개 제2006/0222991호에 개시된 것을 포함한다. 구현예에서, 적절한 결정질 수지는 에틸렌 글리콜과, 하기 화학식을 갖는 도데칸산 및 푸마르산 공-단량체의 혼합물로 구성될 수 있다:



[0020] 여기서, b는 약 7 내지 약 1750, 구현예에서 약 10 내지 약 1500과 같은 약 5 내지 약 2000이고; d는 약 7 내지 약 1750, 구현예에서 약 10 내지 약 1500과 같은 약 5 내지 약 2000이다.

[0022] 구현예에서, 본 발명의 토너에 이용되는 적절한 결정질 수지는 약 12,000 내지 약 75,000, 구현예에서 약 15,000 내지 약 30,000와 같은 약 10,000 내지 약 100,000의 중량 평균 분자량을 가질 수 있다.

[0023] 마찬가지로, 상기 비결정질 수지는 디올을 선택적인 촉매의 존재 하에서 이산 또는 디에스터와 반응시킴으로써 형성되는 폴리에스테르 수지일 수 있다. 적합한 촉매는 상술된 중축합 촉매를 포함한다.

[0024] 비결정질 폴리에스테르의 제조를 위해 선택되는 이산 또는 디에스터의 예는 테레프탈산, 프탈산, 이소프탈산, 푸마르산, 말레산, 숙신산, 이타콘산, 숙신산 무수물, 도데실숙신산, 도데실숙신산 무수물, 도데세닐숙신산, 도데세닐숙신산 무수물, 글루타르산, 글루타르산 무수물, 아디프산, 피멜산, 수베르산, 아젤라산, 도데칸이산, 디메틸 테레프탈레이트, 디에틸 테레프탈레이트, 디메틸이소프탈레이트, 디에틸이소프탈레이트, 디메틸프탈레이트, 프탈산 무수물, 디에틸프탈레이트, 디메틸숙시네이트, 디메틸푸마레이트, 디메틸말레이트, 디메틸글루타레이트, 디메틸아디페이트, 디메틸 도데실숙시네이트 및 그들이 조합과 같은 디카복실산 또는 디에스터를 포함한다. 상기 유기 이산 또는 디에스터는 예를 들어, 상기 수지의 약 40 내지 약 60 몰%, 구현예에서 상기 수지의 약 42 내지 약 55 몰%, 구현예에서 상기 수지의 약 45 내지 약 53 몰%의 양으로 존재할 수 있다.

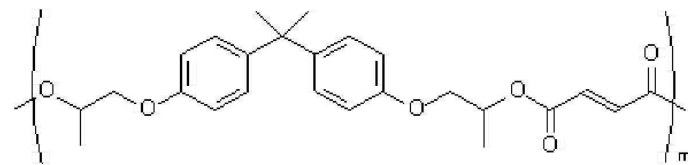
[0025] 상기 비결정질 폴리에스테르를 생산하는데 이용되는 디올의 예는 1,2-프로판디올, 1,3-프로판디올, 1,2-부탄디올, 1,3-부탄디올, 1,4-부탄디올, 펜탄디올, 헥산디올, 2,2-디메틸프로판디올, 2,2,3-트리메틸헥산디올, 헵탄디올, 도데칸디올, 비스(하이드록시에틸)-비스페놀 A, 비스(2-하이드록시프로필)-비스페놀 A, 1,4-사이클로헥산디메탄올, 1,3-사이클로헥산디메탄올, 자일렌디메탄올, 사이클로헥산디올, 디에틸렌 글리콜, 비스(2-하이드록시에틸) 옥사이드, 디프로필렌 글리콜, 디부틸렌 및 그들의 조합을 포함한다. 상기 선택된 유기 디올의 양은 변할 수 있고, 예를 들어, 상기 수지의 약 40 내지 약 60 몰%, 구현예에서 상기 수지의 약 42 내지 약 55 몰%, 구현예에서 상기 수지의 약 45 내지 약 53 몰%의 양으로 존재할 수 있다.

[0026] 구현예에서, 적절한 비결정질 수지는 폴리에스테르, 폴리아미드, 폴리이미드, 폴리올레핀, 폴리에틸렌, 폴리부틸렌, 폴리이소부티레이트, 에틸렌-프로필렌 공중합체, 에틸렌-비닐 아세트산 공중합체, 폴리프로필렌, 그들의 조

합 및 그와 동등한 것들을 포함한다. 이용될 수 있는 비결정질 수지의 예는 알칼리 설포화-폴리에스터 수지, 분지형 알칼리 설포화-폴리에스터 수지, 알칼리 설포화-폴리이미드 수지 및 분지형 알칼리 설포화-폴리이미드 수지를 포함한다. 구현예에서, 코폴리(에틸렌-테레프탈산)-코폴리(에틸렌-5-설포-이소프탈산), 코폴리(프로필렌-테레프탈산)-코폴리(프로필렌-5-설포-이소프탈산), 코폴리(디에틸렌-테레프탈산)-코폴리(디에틸렌-5-설포-이소프탈산), 코폴리(프로필렌-디에틸렌-테레프탈산)-코폴리(프로필렌-디에틸렌-5-설포-이소프탈산), 코폴리(프로필렌-부틸렌-테레프탈산)-코폴리(프로필렌-부틸렌-5-설포-이소프탈산), 및 코폴리(프로폭실화 비스페놀-A-푸마르산)-코폴리(프로폭실화 비스페놀 A-5-설포-이소프탈산)의 금속 또는 알칼리 염과 같은 알칼리 설포화 폴리에스터 수지는 유용하다.

[0027] 구현예에서, 불포화된 비결정질 폴리에스터 수지가 수지로서 이용될 수 있다. 상기와 같은 수지의 예는 미국 특허 제6,063,827호에 개시된 것들을 포함한다. 예시적인 불포화 비결정질 폴리에스터 수지는 폴리(프로폭실화 비스페놀 코-푸마르산), 폴리(에톡실화 비스페놀 코-푸마르산), 폴리(부틸옥실화 비스페놀 코-푸마르산), 폴리(코-프로폭실화 비스페놀 코-에톡실화 비스페놀 코-푸마르산), 폴리(1,2-프로필렌 푸마르산), 폴리(프로폭실화 비스페놀 코-말레산), 폴리(에톡실화 비스페놀 코-말레산), 폴리(부틸옥실화 비스페놀 코-말레산), 폴리(코-프로폭실화 비스페놀 코-에톡실화 비스페놀 코-말레산), 폴리(1,2-프로필렌 말레산), 폴리(프로폭실화 비스페놀 코-이타콘산), 폴리(에톡실화 비스페놀 코-이타콘산), 폴리(부틸옥실화 비스페놀 코-이타콘산), 폴리(코-프로폭실화 비스페놀 코-에톡실화 비스페놀 코-이타콘산), 폴리(1,2-프로필렌 이타콘산), 및 그들의 조합을 포함하나, 이에 한정되지 아니한다. 구현예에서, 상기 코어에 이용되는 상기 비결정질 수지는 선형일 수 있다.

[0028] 구현예에서, 적합한 비결정질 폴리에스터 수지는 하기 화학식을 갖는 폴리(프로폭실화 비스페놀 A 코-푸마르산) 수지일 수 있고:



[0030] 여기서 m은 약 7 내지 약 750, 구현예에서 약 10 내지 약 500과 같은 약 5 내지 약 1000일 수 있다. 상기와 같은 수지 및 그들의 생산 공정의 예들은 미국 특허 제6,063,827호에 개시된 것들을 포함한다.

[0031] 수지로서 이용될 수 있는 선형 프로폭실화 비스페놀 A 푸마르산 수지의 예는 Resana S/A Industrias Quimicas 사(Sao Paulo, Brazil)로부터 SPARII라는 상표명으로 입수가 가능하다. 이용될 수 있고, 상업적으로 입수가 가능한 다른 프로폭실화 비스페놀 A 푸마르산 수지는 Kao Corporation 사(Japan)의 GTUF 및 FPESL2, Reichhold 사(Research Triangle Park, North Carolina)의 XP777 및 그와 동등한 것들을 포함한다.

[0032] 구현예에서, 본 발명의 토너에 이용되는 적합한 비결정질 수지는 약 12,000 내지 약 75,000, 구현예에서 약 15,000 내지 약 30,000과 같은 약 10,000 내지 약 100,000의 중량 평균 분자량을 가질 수 있다.

[0033] 구현예에서, 상술된 수지 에멀전의 비결정질 폴리에스터 수지 및 결정질 폴리에스터 수지와 같은 상기 수지는 토너 조성물을 형성하는데 이용될 수 있다. 상기와 같은 토너 조성물들은 선택적으로 착색제, 왁스 및 다른 첨가제들을 포함할 수 있다. 토너는 이에 특별히 한정되지 아니하나, 에멀전 응집 방법들과 같은 당업자의 이해 범위 내의 모든 방법들을 이용하여 형성될 수 있다.

[0034] 구현예에서, 토너 조성물을 형성하기 위해 이용되는 착색제, 왁스 및 다른 첨가제들은 계면활성제를 포함하는 분산물의 형태일 수 있다. 더욱이, 토너 입자는 상기 수지 및 상기 토너의 다른 구성 성분들이 하나 이상의 계면활성제 내에 배치되는 에멀전 응집 방법들에 의해 형성될 수 있고, 에멀전이 형성되고, 토너 입자가 응집, 합체, 선택적으로 세척 및 건조, 및 회수된다.

[0035] 하나, 둘 또는 그 이상의 계면활성제가 이용될 수 있다. 상기 계면활성제는 이온성 계면활성제 및 비이온성 계면활성제로부터 선택될 수 있다. 음이온성 계면활성제 및 양이온성 계면활성제는 용어 "이온성 계면활성제"로 통칭된다. 구현예에서, 상기 계면활성제가 이용되어 상기 토너 조성물의 약 0.01 중량% 내지 약 5 중량%, 예를 들어, 상기 토너 조성물의 약 0.75 중량% 내지 4 중량%, 구현예에서 상기 토너 조성물의 약 1 중량% 내지 약 3 중량%의 양으로 존재할 수 있다.

[0036] 상기 착색제가 첨가되는 경우, 염료, 색소, 염료의 혼합물, 색소의 혼합물, 염료와 색소의 혼합물, 및 그와 동등한 것들과 같은, 다양하게 알려진 적절한 착색제가 상기 토너에 포함될 수 있다. 상기 착색제는 예를 들어,

상기 토너의 약 0.1 내지 약 35 중량%, 상기 토너의 약 1 내지 약 15 중량%, 상기 토너의 약 3 내지 약 10 중량%의 양으로 상기 토너에 포함될 수 있다.

[0037] 또한, 중합체 바인더 수지와 함께, 본 발명의 상기 토너는 선택적으로 왁스를 포함할 수 있고, 상기 왁스는 단일 유형의 왁스 또는 둘 이상의 다른 왁스들의 혼합물일 수 있다. 단일 왁스는 토너 제형에 첨가되어, 예를 들어, 특별한 토너 특성, 예컨대 토너 입자 형태, 상기 토너 입자 표면 상에 왁스의 존재 및 양, 하전 및/또는 정착 특성, 광택, 스트리핑(striping), 오프셋 특성 및 그와 동등한 것들을 향상시킬 수 있다. 대신에, 왁스의 조합은 첨가되어 상기 토너 조성물에 다양한 특성을 제공할 수 있다.

[0038] 또한, 선택적으로, 왁스는 토너 입자를 형성함에, 상기 수지와 혼합될 수 있다. 상기와 같이 왁스가 포함되는 경우, 상기 왁스는 예를 들어, 상기 토너 입자의 약 1 중량% 내지 약 25 중량%, 또는 약 2 중량% 내지 약 25 중량%, 또는 상기 토너 입자의 약 5 중량% 내지 약 20 중량%의 양으로 존재할 수 있다.

[0039] 상기 토너 입자는 당업자의 이해 범위 내의 모든 방법에 의하여 제조될 수 있다. 미국 특허 제5,290,654호 및 제5,302,486호에 개시된 현탁(suspension) 및 캡슐화 공정과 같은 화학적 공정을 포함하여, 토너 입자 제조의 모든 적절한 방법이 이용될 수 있다. 구현예에서, 토너 조성물 및 토너 입자는 작은 크기의 수지 입자들이 적절한 토너 입자 크기로 응집된 다음 합체되어, 최종 토너-입자 형상(shape) 및 형태(morphology)로 되는 응집 및 합체 공정에 의하여 제조될 수 있다.

[0040] 구현예에서, 토너 조성물은 선택적인 왁스 및 다른 적당한 또는 필수 첨가제들의 혼합물과 상술한 수지들을 포함하는 에멀전을, 선택적으로 상술한 바와 같은 계면활성제 내에서 응집시킨 다음, 상기 응집 혼합물들을 합체하는 단계를 포함하는 공정들과 같은 에멀전-응집 공정들을 통해 제조될 수 있다. 혼합물은 계면활성제를 포함하는 분산물 내에 존재할 수 있는 선택적인 왁스 또는 다른 물질들을 상기 수지를 포함하는 둘 이상의 에멀전의 혼합물일 수 있는 상기 에멀전에 첨가함으로써 제조될 수 있다.

[0041] 상기 혼합물을 제조한 다음, 응집제(agggregating agent)가 상기 혼합물에 첨가될 수 있다. 토너를 형성하는데 모든 적절한 응집제가 이용될 수 있다. 구현예에서, 상기 응집제는 상기 수지의 유리 전이 온도(Tg) 아래의 온도에서 상기 혼합물에 첨가될 수 있다.

[0042] 토너를 형성, 상기 응집제는 예를 들어, 상기 혼합물 내 상기 수지의 약 0.1 중량% 내지 8 중량%, 일 구현예에서 약 0.2 중량% 내지 5 중량%, 다른 구현예에서 약 0.5 중량% 내지 5 중량%의 양으로 상기 혼합물에 첨가될 수 있으나, 상기 양은 상기 범위를 벗어날 수도 있다. 이는 충분한 양의 응집제를 제공한다.

[0043] 토너의 광택은 상기 입자 내에 보유된 Al^{3+} 와 같은 금속 이온의 양에 영향을 받을 수 있다. 보유된 금속 이온의 양은 EDTA와 같은 물질의 첨가에 의하여 추가적으로 조정될 수 있다. 구현예에서, 본 발명의 토너 입자에 보유된 가교제, 예를 들어 Al^{3+} 의 양은 약 0.1 pph 내지 약 1 pph, 구현예에서 약 0.25 pph 내지 0.8 pph, 구현예에서 약 0.5 pph일 수 있다.

[0044] 상기 입자의 응집과 합체를 조절하기 위해서, 상기 혼합물 내 응집제는, 구현예에서 일정 시간 동안 계량될 수 있다. 예를 들어, 상기 혼합물 내의 응집제는 약 5 내지 약 240분, 구현예에서 약 30분 내지 200분의 시간 동안 계량될 수 있으나, 그 이상 또는 그 이하의 시간이 임의적으로 또는 필수적으로 이용될 수도 있다. 또한, 상기 응집제는 상기 혼합물이 교반되는 조건, 구현예에서 약 50 rpm 내지 약 1,000 rpm, 다른 구현예에서 약 100 rpm 내지 약 500 rpm, 및 상술된 바와 같이 상기 수지의 유리 전이 온도보다 낮은 온도에서, 구현예에서 약 30℃ 내지 약 90℃, 구현예에서 약 35℃ 내지 약 70℃에서 유지되는 동안 첨가될 수 있다.

[0045] 상기 입자는 미리 결정된 바람직한 입자 크기로 될 때까지 응집될 수 있다. 따라서, 상기 응집은 계속 교반하면서, 상승된 온도를 유지하거나, 또는 천천히 온도를, 예를 들어 약 40℃ 내지 약 100℃로 상승시키고, 상기 혼합물을 그 온도에서 약 0.5시간 내지 약 6시간, 구현예에서 약 1시간 내지 약 5시간 동안 교반하면서 유지시킴으로써 진행되어 응집된 입자를 제공할 수 있다. 일단, 상기 미리 결정된 바람직한 입자 크기에 다다르면, 상기 성장(growth) 공정은 중지된다. 구현예에서, 상기 미리 결정된 바람직한 입자 크기는 상술된 상기 토너 입자 크기 범위들 내이다.

[0046] 상기 응집제의 첨가에 이은, 상기 입자의 성장 및 성형은 모든 적합한 조건 하에서 달성될 수 있다. 예를 들어, 상기 성장 및 성형은 합체와 별도로 응집이 일어나는 조건에서 수행될 수 있다. 개별 응집 및 합체 단계들에서, 상기 응집 공정은 상승된 온도, 예를 들어 상술된 상기 수지의 유리 전이 온도 보다 낮을 수 있는, 약 40℃ 내지 약 90℃, 구현예에서 약 45℃ 내지 약 80℃에서 전단 조건 하에서 수행될 수 있다.

- [0047] 구현예에서, 셸은 형성된 응집 토너 입자에 도포된다. 코어 수지로서 적합한 것으로 상술된 모든 비결정질 수지가 상기 셸 수지로 이용될 수 있다. 상기 셸 수지는 당업자의 이해 범위 내의 모든 방법에 의하여 상기 응집된 입자에 도포될 수 있다. 구현예에서, 상기 셸 수지는 상술된 계면활성제를 포함하는 에멀전 내에 존재할 수 있다. 상술된 상기 응집된 입자는 상기 에멀전과 혼합되어, 상기 수지는 상기 형성된 응집체 위에 셸을 형성할 수 있다. 구현예에서, 비결정질 폴리에스터는 상기 응집체 위에 셸을 형성하여 코어-셸 형태를 갖는 토너 입자를 형성하는데 이용될 수 있다. 상기 코어는 결정질 수지를 포함할 수 있다. 상기 셸은 결정질 수지가 실질적으로 내지는 완전히 존재하지 않는 비결정질 수지를 포함할 수 있다.
- [0048] 상기 셸 수지는 두꺼워서, 증가된 부하의 상기 결정질 수지가 상기 토너 입자의 표면에 닿는 것을 방지할 수 있다. 따라서, 상기 셸 수지는 상기 토너 입자의 약 20 중량% 내지 약 70 중량%, 구현예에서 상기 토너 입자의 약 30 중량% 내지 약 70 중량%, 예컨대 상기 토너 입자의 약 45 중량% 내지 약 70 중량%, 예컨대 상기 토너 입자의 약 50 중량% 내지 65 중량%, 또는 상기 토너 입자의 약 55 중량% 내지 60 중량%의 양으로 존재할 수 있다. 상기 토너 입자의 표면에 결정질 수지가 닿는 것을 방지함으로써, 상기 토너 입자는 최소한 약 1×10^{11} ohm-cm 내지 약 1×10^{14} ohm-cm의 비저항(resistivity)을 나타낼 수 있다.
- [0049] 상술된 수지 및 선택적 첨가제들을 포함하는 본 발명의 에멀전은 약 100 nm 내지 약 260 nm, 일 구현예에서 약 105 nm 내지 155 nm, 다른 구현예에서 약 110 nm의 입자 크기를 갖는 입자들을 포함할 수 있다.
- [0050] 상기 수지를 포함하는 에멀전은 약 10 중량% 고형분 내지 약 50 중량% 고형분, 구현예에서 약 15 중량% 고형분 내지 약 40 중량% 고형분, 구현예에서 약 35 중량% 고형분의 고형분 부하를 가질 수 있다.
- [0051] 일단, 토너 입자가 바람직한 최종 크기에 다다르면, 상기 혼합물의 pH는 염기를 이용하여 약 6 내지 약 10, 구현예에서 약 6.2 내지 약 8의 값으로 조절될 수 있다. 상기 pH의 조절은 토너 성장을 동결, 즉 중지시키는데 이용될 수 있다. 토너 성장을 중지시키는데 이용되는 염기는 예를 들어, 수산화 나트륨, 수산화 칼륨, 수산화 암모늄, 그들의 조합 및 그와 동등한 것들과 같은 알칼리 금속 하이드록사이드와 같은 모든 적절한 염기들을 포함할 수 있다. 킬레이트제가 첨가되어, 상기 pH를 상기 언급된 바람직한 값으로 조정할 수 있다. 구현예에서, 상기 염기는 상기 혼합물의 약 2 내지 약 25 중량%, 구현예에서 상기 혼합물의 약 4 내지 약 10 중량%의 양으로 첨가될 수 있다.
- [0052] 상술된 선택적 셸의 형성으로 인해 바람직한 입자 크기로 응집된 다음, 상기 입자는 바람직한 최종 형태로 합체될 수 있고, 상기 합체는 예를 들어, 상기 혼합물을 상기 결정질 수지의 용융점보다 낮아 가소화가 방지되는 약 55℃ 내지 약 100℃, 구현예에서 약 65℃ 내지 약 85℃, 구현예에서 약 70℃의 온도로 가열함으로써 달성될 수 있다. 더 높거나 또는 더 낮은 온도가 이용될 수 있고, 상기 온도들은 상기 바인더로 이용되는 수지와 상관관계가 있음이 알려져 있다.
- [0053] 합체는 약 0.1 내지 약 9시간, 구현예에서 약 0.5 내지 약 4시간 동안 진행되어 달성될 수 있고, 상기 범위를 벗어나는 시간도 이용될 수 있다.
- [0054] 합체 후, 상기 혼합물은 약 20℃ 내지 약 25℃와 같은 실온으로 냉각될 수 있다. 상기 냉각은 바람직하게 급속하게 또는 천천히 수행될 수 있다. 적절한 냉각 방법은 반응기 주위의 자켓(jacket)에 냉수를 주입하는 것을 포함할 수 있다. 냉각 후에, 상기 토너 입자는 선택적으로 물로 세척된 후 건조될 수 있다. 건조는, 예를 들어, 동결-건조를 포함하는 모든 적절한 건조 방법에 의하여 수행될 수 있다.
- [0055] 구현예에서, 상기 토너 입자는 또한 임의적으로 또는 필수적으로 다른 선택적 첨가제들을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 토너는 양전하 또는 음전하 조절제를, 예를 들어, 상기 토너의 약 0.1 내지 약 10 중량%, 구현예에서 상기 토너의 약 1 내지 약 3 중량%의 양으로 포함할 수 있다. 상기와 같은 전하 조절제는 상술된 셸 수지와 동시에 또는 상기 셸 수지의 도포 후에 도포될 수 있다.
- [0056] 또한, 상기 토너 입자는 흐름 보조 첨가제들을 포함하는 외부 첨가제 입자들과 혼합될 수도 있고, 상기 첨가제들은 상기 토너 입자의 표면 상에 존재할 수 있다. 다시, 상기 첨가제들은 상술된 셸 수지와 동시에, 또는 상기 셸 수지의 도포 후에 도포될 수 있다.
- [0057] 상기 토너 입자의 특성들은 모든 적절한 기술 및 장비들로 측정될 수 있다. 부피 평균 입자 직경 D_{50v} , GSD_v , 및 GSD_n 은 제조사의 지시에 따라 작동되는 Beckman Coulter Multisizer 3와 같은 측정 장비로 측정될 수 있다. 대표 샘플링은 다음과 같이 수행할 수 있다: 적은 양의 토너 시료, 약 1 g,을 수득하여 25 마이크로미터 스크린을

통해 여과한 다음, 등장성 용액에 넣어 약 10%의 농도로 조절한 후, 상기 시료를 Beckman Coulter Multisizer 3에 주입한다. 본 발명에 따라 제조된 토너들은 극한의 상대 습도(RH) 조건에 노출되었을 때, 우수한 충전 특성을 가질 수 있다. 상기 저-습도 영역(C 영역)은 약 10℃/15% RH인 반면, 상기 고-습도 영역(A 영역)은 약 28℃/85% RH일 수 있다. 또한, 본 발명의 토너는 약 $-3 \mu\text{C/g}$ 내지 약 $-45 \mu\text{C/g}$, 구현예에서 약 $-10 \mu\text{C/g}$ 내지 약 $-40 \mu\text{C/g}$ 의 중량당 모체 토너 전하(parent toner charge per mass)의 비(Q/M) 및 약 $-10 \mu\text{C/g}$ 내지 약 $-45 \mu\text{C/g}$ 의 표면 첨가제 혼합 후의 최종 토너 충전을 갖는다.

[0058] 본 발명의 방법을 이용하여, 바람직한 광택도가 획득될 수 있다. 따라서, 예를 들어, 본 발명의 토너는 ggu(Gardner Gloss Units)로 측정된 광택도가 약 20 ggu 내지 약 100 ggu, 구현예에서 약 50 ggu 내지 약 95 ggu, 구현예에서 약 60 ggu 내지 약 90 ggu의 광택을 가질 수 있다.

[0059] 구현예에서, 본 발명의 토너는 저 용융 토너로 이용될 수 있다. 구현예에서, 외부 표면 첨가제를 배제한 상기 건조 토너 입자는 하기와 같은 특징을 가질 수 있다:

[0060] (1) 약 2.5 내지 약 20 마이크로미터, 구현예에서 약 2.75 내지 약 10 마이크로미터, 다른 구현예에서 약 3 내지 약 9 마이크로미터의 부피 평균 직경(또한 "부피 평균 입자 직경"으로도 일컬어짐).

[0061] (2) 약 1.05 내지 약 1.55, 구현예에서 약 1.1 내지 약 1.4의 수 평균 기하학적 표준 편차(GSDn) 및/또는 부피 평균 기하학적 표준 편차(GSDv).

[0062] (3) 약 0.9 내지 약 1, 구현예에서 약 0.93 내지 약 0.99, 다른 구현예에서 약 0.95 내지 약 0.98의 진원도(circularity)(예를 들어, Sysmex FPIA 2100 분석기로 측정된).

[0063] (4) 약 45℃ 내지 약 60℃의 유리 전이 온도.

[0064] (5) 상기 토너 입자는 잘 알려진 BET 방법으로 측정된, 약 1.3 내지 약 $6.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 의 표면적을 가질 수 있다. 예를 들어, 청록색, 노랑색 및 검정색 토너 입자들의 경우, 상기 BDT 표면적은 $2 \text{ m}^2/\text{g}$ 이하, 약 1.4 내지 약 $1.8 \text{ m}^2/\text{g}$ 일 수 있고, 자홍색 토너의 경우, 약 1.4 내지 약 $6.3 \text{ m}^2/\text{g}$ 일 수 있다.

[0065] 구현예에서, 상기 토너 입자는 DSC로 측정되었을 때, 개별적으로 결정질 폴리에스터 및 왁스 용융점, 및 비결정질 폴리에스터 유리전이 온도를 가지는 것이 바람직하고, 상기 용융 온도 및 유리 전이 온도는 상기 비결정질 또는 결정질 폴리에스터의 가소화 또는 모든 선택적 왁스에 의해 실질적으로 저하되지 않는 것이 바람직하다. 비-가소화를 달성하기 위해, 상기 결정질 성분 및 왁스 성분의 용융점보다 낮은 합체 온도에서 상기 에멀전 응집을 수행하는 것이 바람직하다.

[0066] 따라서, 상기 형성되는 토너 입자는 현상제 조성물로 제형화될 수 있다. 상기 토너 입자는 담체 입자와 혼합되어 2-원(two-component) 현상제 조성물로 제조될 수 있다. 상기 현상제 내 토너 농도는 상기 현상제의 전체 중량의 약 1 중량% 내지 약 25 중량%, 구현예에서 상기 현상제의 전체 중량의 약 2% 내지 약 15%일 수 있다.

[0067] 상기 토너는 미국 특허 제4,295,990호에 개시된 바를 포함하는 전자사진 공정(electrophotographic processes)에 이용될 수 있다. 구현예에서, 모든 알려진 유형의 상 현상 시스템이 예를 들어, 자기 브러쉬 현상(magnetic brush development), 점핑 단일-성분 현상(jumping single-component development), 하이브리드 스캐벤지리스 현상(hybrid scavengeless development, HSD) 및 그와 동등한 것들을 포함하는 이미지 현상 장치에 이용될 수 있다. 이러한 현상 시스템 및 유사 현상 시스템은 당업자의 이해 범위 내이다.

[0068] 실시예

[0069] 비교예 1: 6.8% 결정질 폴리에스터 수지(CPE) 및 28% 셀룰 85℃에서 합체한 토너

[0070] 선형 비결정질 폴리에스터 라텍스(105g), 분지형 비결정질 폴리에스터 라텍스(99g), 결정질 지방족 폴리에스터 라텍스(29g), 탈이온수(516g), Dowfax 2A1(2.6g), 피그먼트 블루(Pigment Blue) 15:3 분산(52g) 및 IGI 왁스 D1509 분산(46g)을 혼합하고, 희석 HNO_3 를 이용하여 pH 4.2로 조정하였다. 상기 혼합물을 IKA ULTRA TURRAX 균질기로부터 고-전단 혼합 하에서 교반하였고, 2.7g 알루미늄 설페이트 용액(28%)과 72g 물의 혼합물을 실온에서 천천히 첨가하였다. 수득한 두꺼운 혼합물을 가열 맨틀(heating mantle)에 옮기고, 약 50℃까지 천천히 가열하면서 250-350 rpm으로 교반하였다.

- [0071] 평균 입자 크기가 약 $5.3\mu\text{m}$ 로 될 때, 탈이온수(56g), 선형 비결정질 폴리에스터 라텍스(58g), 분지형 비결정질 폴리에스터 라텍스(55g) 및 DOWFAX 2A1(1.3g)로 구성된 셀 혼합물을 첨가하였다. 상기 혼합물을 약 $5.7\mu\text{m}$ 의 입자 크기로 될 때까지 50°C 에서 가열하였다. 그런 다음, 10ml의 물에 용해된 5.8g DOW VERSENE 100의 용액을 첨가하고, 희석 NaOH를 이용하여 pH를 7.8로 조정하였다. 교반을 180 rpm까지 감소시키고, 온도를 85°C 까지 천천히 증가시켰다. 이 온도에서 45분 후, 3M pH 5.7 아세트산 나트륨 염 버퍼를 천천히 포션와이즈(portionwise)로 첨가함으로써 산성화시켰다. 원하는 원형 모양으로 입자가 얻어지면(광학 현미경에 의해), 가열을 중지하고 상기 혼합물을 쇠빙 위에 부었다.
- [0072] 상기 냉각된 반응 혼합물을 $25\mu\text{m}$ 공극을 갖는 금속체에 통과시킨 다음, 탈이온수로 3회 여과하여 재현탁하였다. 상기 세척된 토너 입자를 여과하고 동결건조하여 입자 크기 $6.0\mu\text{m}$, GSDv 1.20, GSDn 1.25, 및 0.975의 평균 진원도를 갖는 모체 토너 입자를 수득하였다.
- [0073] 비교예 2: 17% CPE 및 28% 셀을 85°C 에서 합체한 토너
- [0074] 17%의 최종 결정질 폴리에스터 함량을 갖는 토너를 제공하기 위해, 모든 폴리에스터 라텍스의 양을 조절하여, 비교예 1의 일반적인 과정을 따라 토너 입자를 제조하였다. 입자는 평균 크기 $6.3\mu\text{m}$, GSDv 1.32, GSDn 1.26, 및 0.973의 평균 진원도를 가졌다.
- [0075] 비교예 3: 6.8% CPE 및 56% 셀을 85°C 에서 합체한 토너
- [0076] 56%의 셀 함량을 갖는 토너를 제공하기 위해, 모든 폴리에스터 라텍스의 양을 조절하여, 비교예 1의 일반적인 과정을 따라 토너 입자를 제조하였다. 입자는 평균 크기 $5.4\mu\text{m}$, GSDv 1.23, GSDn 1.26, 및 0.958의 평균 진원도를 가졌다.
- [0077] 비교예 4: 6.8% CPE 및 28% 셀을 70°C 에서 합체한 토너
- [0078] 최종 합체 단계를 85°C 가 아닌 70°C 에서 수행하면서, 비교예 1의 일반적인 과정을 따라 토너 입자를 제조하였다. 입자는 평균 크기 $5.7\mu\text{m}$, GSDv 1.24, GSDn 1.29, 및 0.968의 평균 진원도를 가졌다.
- [0079] 비교예 5: 6.8% CPE 및 56% 셀을 70°C 에서 합체한 토너
- [0080] 56%의 셀 함량을 갖는 토너를 제공하기 위해 모든 폴리에스터 라텍스의 양을 조절하고, 최종 합체 단계를 85°C 가 아닌 70°C 에서 수행하면서, 비교예 1의 일반적인 과정을 따라 토너 입자를 제조하였다. 입자는 평균 크기 (D50) $6.0\mu\text{m}$, GSDv 1.25, GSDn 1.23, 및 0.955의 평균 진원도(SYSMEX FPIA)를 가졌다.
- [0081] 실시예 1: 17% CPE 및 56% 셀을 70°C 에서 합체한 토너
- [0082] 17%의 최종 결정질 폴리에스터 함량과 56%의 셀 함량을 갖는 토너를 제공하기 위해 모든 폴리에스터 라텍스의 양을 조절하고, 최종 합체 단계를 85°C 가 아닌 70°C 에서 수행하면서, 비교예 1의 일반적인 과정을 따라 토너 입자를 제조하였다. 입자는 평균 크기 $5.9\mu\text{m}$, GSDv 1.21, GSDn 1.23, 및 0.959의 평균 진원도를 가졌다.
- [0083] 실시예 2: 17% CPE 및 56% 셀을 85°C 에서 합체한 토너
- [0084] 7%의 최종 결정질 폴리에스터 함량과 56%의 셀 함량을 갖는 토너를 제공하기 위해 모든 폴리에스터 라텍스의 양을 조절하여, 비교예 1의 일반적인 과정을 따라 토너 입자를 제조하였다. 입자는 평균 크기 $6.3\mu\text{m}$, GSDv 1.31, GSDn 1.25, 및 0.985의 평균 진원도를 가졌다.
- [0085] 정착 평가(Fusing assessment)

[0086] 이러한 스코핑(scoping) 활성을 위해 Patriot fuser (DC250 프린터)에서 무-오일 컬러 퓨저(fuser)를 테스트 픽스처(test fixture)로 사용하였다. 퓨저를 통해 작동되기 전에, 변형된 DC21을 사용하여 단위 면적 당 $0.50\text{mg}/\text{cm}^2$ 및 $1.00\text{mg}/\text{cm}^2$ 의 토너 질량으로 비코팅지 Color Xpressions+ (90gsm)와 코팅지 Digital Color Elite gloss (120gsm) 상에 비정착된 이미지를 생성하였다. 상기 퓨저의 처리 속도는 $220\text{mm}/\text{s}$ 로 설정하였고, 퓨저 롤 온도를 광택 오프셋에서 핫 오프셋이 발생하는 곳까지 변화시켰다. 그런 다음 정착된 프린트의 프린트 광택은 BYK Gardner 750 글로스 미터를 사용하여 측정하였다. 크리즈는 상기 프린트를 접고, 상기 접힌 영역을 따라 표준 크리즈 톨로 롤링함으로써 측정하였다. 상기 프린트를 펼쳐서 파쇄된 토너는 프린트로부터 닦았다. 이미지 분석은 상기 프린트로부터 제거된 토너의 양으로부터 정량화하였다.

[0087] 충전 평가(Charging assessment)

[0088] 충전 평가를 위해, 첨가제를 모체 토너 입자와 혼합하였다. 30-40g의 모체 토너를 실험실 규모 SK-M10 체분기(mill)의 시료 홀더 내에서 칭량하였다. 첨가제를 모체 입자 100 중량부 마다 조각으로 나누어서 체분기 내에서 칭량하였다. 상기 토너를 30초간 13.5Krpm 에서 체분기에 혼합하였다. 혼합이 끝난 후 상기 토너를 음과 체 혼합기를 사용하여 $45\mu\text{m}$ 체를 통해 걸렀다.

[0089] 첨가제에 따른 전하 측정(Measurement of Charge with Additives)

[0090] 현상제 시료는 세척된 60ml 유리병에서 Xerox 700 carrier 10g 위에 0.5g의 첨가 토너를 칭량함으로써 제조하였다. 현상제 시료는 평가될 각각의 토너에 대해 상기와 같이 2번 반복하여 제조하였다. 그 쌍 중 하나의 시료는 $28^\circ\text{C}/85\% \text{RH}$ 의 A-영역 조건에 두었고, 다른 하나는 $21^\circ\text{C}/15\% \text{RH}$ 의 J-영역 조건에 두었다. 상기 시료들은 완전히 평형을 유지하기 위해 하룻밤 동안 각각의 조건에서 유지시켰다. 그 다음날 현상제를 그 각각의 영역에서 Turbula 믹서로 상기 시료를 60분간 교반(agitating)함으로써 충전하였다. 토너 입자 상의 q/d 전하는 전하 분광기를 사용하여 측정하였다. 토너 전하는 CSG로부터 토너 전하 트레이스의 중심점으로서 측정하였다. Q/d는 체로선으로부터의 밀리미터 변위로 나타내었다. 또한, 상기 시료에 대해, Q/m도 상응하는 $\mu\text{C}/\text{g}$ 단위로 측정하였다.

[0091] 첨가제에 의한 전하 유지 측정(Measurement of Charge Maintenance with Additives)

[0092] 현상제 시료는 세척된 60ml 유리병에서 10g의 Xerox 700 carrier 상에서 0.6g의 첨가 토너를 칭량함으로써 제조하였다. 상기 현상제는 완전히 평형을 유지하기 위해 $28^\circ\text{C}/85\% \text{RH}$ 의 A-영역 조건에 하룻밤 동안 두었다. 그 다음날 상기 현상제를 Turbula 믹서로 상기 시료를 2분간 교반함으로써 충전하였다. 상기 시료의 단위 부피 당 전하는 트라이보 블로우-오프(tribo blow-off)를 사용하여 측정하였다. 그런 다음 상기 시료는 휴지 상태(idle position)에서 A-영역 챔버로 되돌려 보냈다. 단위 부피 당 상기 전하 측정은 24시간 및 7일 후에 다시 반복하였다. 전하 유지는 초기 전하의 퍼센트로서 24시간 및 7일 전하로부터 측정하였다.

[0093] 열 용착 측정(Measurement of Heat Cohesion)

[0094] 첨가 토너의 약 2 그램을 오픈 디쉬에서 칭량하였고 특정 온도 및 50% 상대 습도에서 환경 챔버에 두었다. 17시간 후 상기 시료를 제거하였고 30분간 환경 조건에서 순응시켰다. 각각의 재순응된 시료는 2개 층의 미리 칭량된 메쉬 체를 통해 걸러냄으로써 측정하였고, 이는 하기와 같이 쌓았다: 위에 $1000\mu\text{m}$ 아래에 $106\mu\text{m}$. 상기 체는 Hosokawa flow tester에서 am 진폭으로 90초간 진동시켰다. 진동이 완결된 후 상기 체를 재칭량하였고, 두 체 위에 남아있는 토너의 총 함량으로부터 시작 중량의 퍼센트로서 토너 열 용착을 측정하였다.

[0095] 모체 전하의 측정(Measurement of Parent Charge)

[0096] 현상제 시료를 세척된 60ml 유리병에서 10g Xerox 700 캐리어에 모체 입자의 0.8g을 칭량함으로써 제조하였다. 현상제 시료는 측정될 각 토너에 대해 상기와 같이 2회 반복하여 제조하였다. 그 쌍 중 하나의 시료는 $28^\circ\text{C}/85\% \text{RH}$ 의 A-영역 조건에 두었고, 다른 하나는 $21^\circ\text{C}/15\% \text{RH}$ J-영역 조건에 두었다. 상기 시료들은 완전히 평형을 유지

하기 위해 하룻밤 동안 각각의 조건에서 유지시켰다. 그 다음날 상기 현상제를 그 각각의 영역에서 Turbula 믹서로 60분간 시료를 교반함으로써 충전하였다. 그 다음날 상기 발색제를 Turbula 믹서로 10분간 시료를 교반함으로써 충전하였다. 상기 토너 입자에서 q/d 전하는 전하 분광기를 사용하여 측정하였다. 또한, 상기 시료에 대하여 Q/m을 uC/g 단위로 측정하였다.

[0097] **현저한 충전 데이터(Notable Charging Data)**

[0098] 실시예 1 및 2의 토너는 A- 및 J-영역 전하와 RH 비율이 상업적으로 구입가능한 Xerox 700 대조군과 비슷하고 허용가능한 범위 내인 것으로 나타났다. 전하 유지는 비교예 2의 토너보다 유의적으로 향상되었고 상업적으로 구입가능한 Xerox 700 컨트롤과 비슷하였다. 특히, 실시예 1의 토너는 상기 Xerox 700 디자인 컨트롤 청록색 토너보다 전하 유지가 다소 좋았다.

[0099] **주요 결과의 요약**

[0100] 비교예 1의 토너와 비교하여, 비교예 3-5에서 두꺼운 토너 쉘 및/또는 낮은 합체 온도 도입은 1) 크리즈 고정, 광택 얼룩(gloss mottle), 핫 오프셋 또는 정착 영역에 유의적인 효과가 없고; 2) 높은 온도에 대해 광택 커브에서 약간의 이동을 야기하고; 3) 56% 쉘 및 70℃ 합체를 갖는 토너에 대해 낮은 60분 A-영역 Q/d를 갖는 전자인쇄 충전에 작은 효과를 가지며; 4) 전하 유지를 향상시킨다.

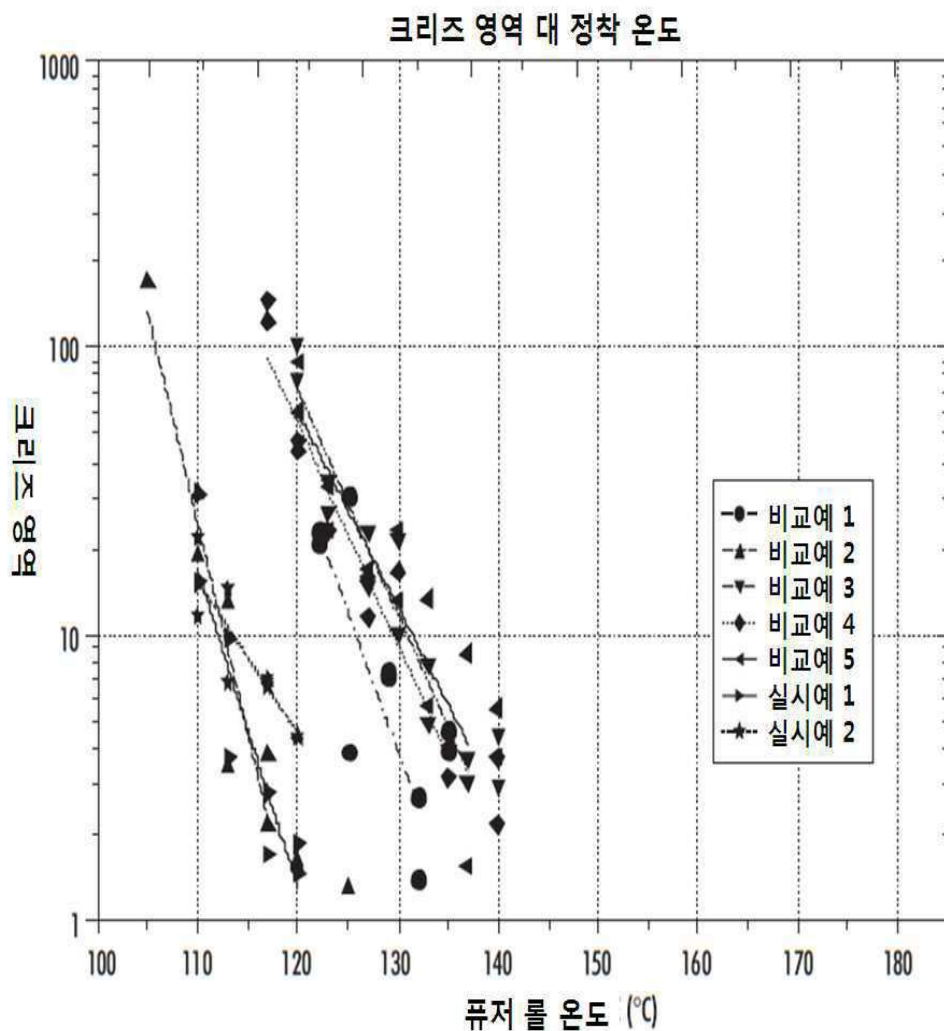
[0101] 비교예 1의 토너와 비교하여, 비교예 2에서 17%까지 CPE 함량 증가는: 1) 약 14℃까지 최소 정착 온도가 감소하고, 약간 광택 얼룩이 증가하고, 약간 핫 오프셋이 감소하고; 2) 낮은 온도에서 광택 커브에 이동을 야기하고; 3) 정착 영역에 유의적인 효과를 가지지 않고; 4) 전자인쇄 충전에 유의적인 효과를 가지지 않으며; 전하 유지를 감소시킨다.

[0102] 비교예 2와 같이, 17%의 CPE 함량을 갖는 상기 토너와 비교하여, 실시예 1-2에서의 17% CPE 보유 및 두꺼운 토너 쉘 도입은: 최소 정착 온도 (85℃에서 합체) 및 피크 광택이 다소 감소하고; 콜드 오프셋, 광택 얼룩 또는 핫 오프셋에 유의적인 효과를 가지지 않고; 전자인쇄 충전, 특히 모체 전하가 향상되며; 및 전하 유지가 향상된다.

[0103] 실시예 1-2에서와 같이, 17%의 CPE 함량 및 두꺼운 토너 쉘을 갖는 토너의 정착 수행은 크리즈 고정보다 콜드 오프셋에 의해 제한되고, 비교예보다 약 40℃ 낮은 효과적인 최소 정착 온도를 나타낸다.

도면

도면1



도면2

