〔19〕中华人民共和国专利局

〔11〕公开号 CN 1047400A

〔12〕发明专利申请公开说明书

〔21〕申请号 90102740.5

〔51〕Int.Cl⁵
G03G 9/135

〔43〕公开日 1990年12月5日

〔22〕申请日 90.5.10

〔30〕优先权

〔32〕89.5.10 〔33〕US 〔31〕350,026

〔71〕申请人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

〔72〕发明人 詹姆斯·罗德尼·拉森

〔74〕专利代理机构 中国专利代理有限公司

代理人 王景朝 黄家伟

说明书页数: 28 附图页数:

〔54〕发明名称 铬、钼和钨的化合物作为静电显影液的带电辅助剂

〔57〕摘要

一种静电显影液主要含有（A）主要组分和一种非极性液体，其贝壳杉脂[illegible]均粒径小于30微米的热塑性树脂颗粒，(C)氧化态至少为+3的铬、钼或钨的化合物，其阴离子则如前面的定义；(D)一种可溶于非极性液体中的离子型或两性离子型电荷指示剂化合物。还叙述了制备此静电显影液的方法。该显影液可用于复印、彩色打样，包括数字彩色打样，平版印刷版及树脂膜。

权　利　要　求　书

1、一种具有改善的带电特性的静电显影液，主要含有：

（A）一种非极性液体，其贝壳杉脂丁醇值小于30，它构成主要成分；

（B）平均粒径小于30微米的热塑性树脂颗粒；

（C）一种无机金属化合物固体，其阳离子组分是周期表6B族的一种金属，氧化态为＋3或更高，其阴离子组分则选自氟离子、氯离子、氢氧根、碳酸根、柠檬酸根、乙酸根、草酸根、三氟乙酸根、硫酸根、硼酸根、硝酸根、磷酸根、氯羟离子、乙基己酸根、草酸钾根、硫酸钾根、和苯酚根；

（D）一种可溶于非极性液体中的离子型或两性离子型电荷指示剂化合物。

2、根据权利要求1的静电显影液，其特征在于，其中的无机金属化合物的阳离子为铬（Ⅲ）。

3、根据权利要求1的静电显影液，其特征在于，其中的无机金属化合物为六氯化钨。

4、根据权利要求2的静电显影液，其特征在于，其中的无机金属化合物是$CrCl_3$。

5、根据权利要求2的静电显影液，其特征在于，其中的无机金属化合物是CrF_3。

6、根据权利要求2的静电显影液，其特征在于，其中的无机金属化合物是$CrPO_4$。

7、根据权利要求1的静电显影液，其特征在于，其中的无机金属化合物是$MoCl_3$。

8、根据权利要求2的静电显影液，其特征在于，其中的无机金属化合物是$CrK(SO_4)_2$。

9、根据权利要求1的静电显影液，其特征在于，其中组分（A）占显影液总重量的85至99.9%，显影剂固体占0.1至15.0%，组分（C）占显影剂固体重量的0.1至40%，组分（D）的含量为每克显影剂固体0.25至1500毫克。

10、根据权利要求1的静电显影液，其特征在于，它含有最多可占显影剂固体总重60%左右的一种着色剂。

11、根据权利要求10的静电显影液，其特征在于，其中的着色剂为颜料。

12、根据权利要求10的静电显影液，其特征在于，其中的着色剂为染料。

13、根据权利要求1的静电显影液，其特征在于，它含有一种细粒氧化物。

14、根据权利要求1的静电显影液，其特征在于，它含有一种补加化合物，该化合物是选自多羟基化合物、氨基醇、聚丁烯琥珀酰亚胺、金属皂和芳烃的一种辅助剂。

15、根据权利要求10的静电显影液，其特征在于，它含有一种补加化合物，该化合物是选自多羟基化合物、氨基醇、聚乙烯琥珀酰亚胺、金属皂和芳烃的一种辅助剂。

16、根据权利要求14的静电显影液，其特征在于，它含有一种多羟基辅助剂化合物。

17、根据权利要求14的静电显影液，其特征在于，它含有一种氨基醇辅助剂化合物。

18、根据权利要求14的静电显影液，其特征在于，它含有一种聚丁烯琥珀酰亚胺辅助剂化合物。

19、根据权利要求14的静电显影液，其特征在于，热塑性树脂中分散着一种金属皂辅助剂化合物。

20、根据权利要求14的静电显影液，其特征在于，它含有一种贝壳杉脂丁醇值大于30的芳烃辅助剂化合物。

21、根据权利要求17的静电显影液，其特征在于，氨基醇辅助剂是三异丙醇胺。

22、根据权利要求1的静电显影液，其特征在于，热塑性树脂是乙烯与选自丙烯酸和甲基丙烯酸的α、β—不饱和烯酸的共聚物。

23、根据权利要求1的静电显影液，其特征在于，热塑性树脂为聚苯乙烯。

24、根据权利要求1的静电显影液，其特征在于，热塑性树脂是乙烯（80至99.9%）／丙烯酸或甲基丙烯酸（20至0%）／丙烯酸或甲基丙烯酸的（C_1 —$^{n}C_5$）烷基酯（0至20%）的共聚物。

25、根据权利要求10的静电显影液，其特征在于，热塑性树脂是乙烯（80至99.9%）／丙烯酸或甲基丙烯酸（20至0%）／丙烯酸或甲基丙烯酸的（C_1 —C_5）烷基酯（0至20%）的共聚物。

26、根据权利要求24的静电显影液，其特征在于，热塑性树脂是乙烯（89%）／甲基丙烯酸（11%）的共聚物，其190℃的熔体指数为100。

27、根据权利要求24的静电显影液，其特征在于，热塑性树

脂是乙烯（９１％）／甲基丙烯酸（９％）的共聚物，其１９０℃的熔体指数为５００。

２８、根据权利要求１的静电显影液，其特征在于，颗粒的平均粒径小于１５微米。

２９、根据权利要求１的静电显影液，其特征在于，组分（Ｄ）是一种油溶性的石油磺酸盐。

３０、根据权利要求１的静电显影液，其特征在于，组分（Ｄ）是带有不饱和或饱和酸取代基的磷酸化甘油单和二酯的钠盐。

３１、根据权利要求１的静电显影液，其特征在于，其中的无机金属化合物是分散在树脂颗粒之中。

３２、根据权利要求２的静电显影液，其特征在于，其中的无机金属化合物是分散在树脂颗粒之中。

３３、一种制备静电成象用的静电显影液的方法，包括：

（Ａ）在高温下于容器中将热塑性树脂、固态无机金属化合物和一种贝壳杉脂丁醇值小于３０的非极性液体分散剂一起分散，同时维持容器内的温度足以使树脂塑化和液化，但低于非极性液体分散剂降解和树脂分解的温度；所述无机金属化合物的阳离子是周期表６Ｂ族的一种金属，其氧化态为＋３或更高，阴离子则选自氟离子、氯离子、氢氧根、碳酸根、柠檬酸根、乙酸根、草酸根、三氟乙酸根、硫酸根、硼酸根、硝酸根、磷酸根、氯羟离子、乙基已酸根、草酸钾根、硫酸钾根和苯酚根；

（Ｂ）将分散体冷却，方式为以下三种之一：

（１）不加搅动而形成凝胶或大块物，接着将凝胶或大块物粉碎，在加或不加补充液体的条件下用粒状磨料将其磨细；

（２）冷却时加以搅动，形成粘性混合物，并用粒状磨料在加或不加补充液体的条件下将其磨细；

（３）冷却的同时用粒状磨料在加或不加补充液体的条件下研磨，以防止凝胶或大块物的形成；

（Ｃ）将平均粒径小于３０微米的调色剂颗粒分散体与粒状磨料分开；

（Ｄ）在分散体中加入一种可溶于非极性液体的离子型或两性离子型电荷指示剂。

３４、根据权利要求３３的方法，其特征在于，其中的无机盐金属化合物是在步骤（Ｄ）中或之后加到分散体中。

３５、根据权利要求３３的方法，其特征在于，其中的无机金属化合物的阳离子是铬（Ⅲ）。

３６、根据权利要求３３的方法，其特征在于，其中的无机金属化合物是六氯化钨。

３７、根据权利要求３５的方法，其特征在于，其中的无机金属化合物是$CrCl_3$。

３８、根据权利要求３５的方法，其特征在于，其中的无机金属化合物是CrF_3。

３９、根据权利要求３５的方法，其特征在于，其中的无机金属化合物是$CrPO_4$。

４０、根据权利要求３３的方法，其特征在于，其中的无机金属化合物是$MoCl_3$。

４１、根据权利要求３５的方法，其特征在于，其中的无机金属化合物是$CrK(SO_4)_2$。

42、根据权利要求33的方法，其特征在于，容器中有一种贝壳杉脂丁醇值至少为30的极性液体，其数量最多可达显影剂液体总重的100%。

43、根据权利要求33的方法，其特征在于，其中的粒状磨料选自不锈钢、炭素钢、陶瓷、氧化铝、氧化锆、二氧化硅和硅线石。

44、根据权利要求33的方法，其特征在于，其中的热塑性树脂是乙烯和选自丙烯酸与甲基丙烯酸的一种α、β－不饱和烯酸的共聚物。

45、根据权利要求33的方法，其特征在于，其中的热塑性树脂是乙烯（80至99.9%）／丙烯酸或甲基丙烯酸（20至0%）／丙烯酸或甲基丙烯酸的（C_1-C_5）烷基酯（0至20%）的共聚物。

46、根据权利要求45的方法，其特征在于，其中的热塑性树脂是乙烯（89%）／甲基丙烯酸（11%）的共聚物，其190℃的熔体指数为100。

47、根据权利要求45的方法，其特征在于，其中的热塑性树脂是乙烯（91%）／甲基丙烯酸（9%）的共聚物，其190℃的熔体指数为500。

48、根据权利要求33的方法，其特征在于，其中的电荷指示剂化合物是油溶性石油磺酸盐。

49、根据权利要求33的方法，其特征在于，其中的电荷指示剂是带有不饱和或饱和酸取代基的磷酸化甘油单和二酯钠盐。

50、根据权利要求33的方法，其特征在于，其中补加了非极性液体分散剂、极性液体、或二者的混合物，以便将调色剂颗粒的浓

度降低到显影剂液体重量的０．１至１５％。

５１、根据权利要求５０的方法，其特征在于，用补加非极性液体分散剂的方法降低调色剂颗粒的浓度。

５２、根据权利要求３３的方法，其特征在于，在冷却分散体的同时，用粒状磨料在加或不加补充液体的条件下进行研磨，以防止形成凝胶或大块物。

５３、根据权利要求３３的方法，其特征在于，在冷却分散体时不加搅动而形成凝胶或大块物，接着将凝胶或大块物粉碎，用粒状磨料在加或不加补充液体的条件下磨细。

５４、根据权利要求３３的方法，其特征在于，在冷却分散体时加以搅动以形成粘性混合物，并用粒状磨料在加或不加补充液体的条件下将其磨细。

５５、根据权利要求３３的方法，其特征在于，在分散步骤（A）中加入一种辅助剂化合物，它选自多羟基化合物、氨基醇、聚丁烯琥珀酰亚胺、金属皂和芳烃。

５６、根据权利要求５５的方法，其特征在于，其中的辅助剂化合物是氨基醇。

５７、根据权利要求５０的方法，其特征在于，加入一种辅助剂化合物，它选自多羟基化合物、氨基醇、聚丁烯琥珀酰亚胺、金属皂和芳烃。

５８、根据权利要求５７的方法，其特征在于，其中的辅助剂化合物是多羟基化合物。

５９、根据权利要求５７的方法，其特征在于，其中的辅助剂化合物是金属皂，它分散在热塑性树脂中。

６０、根据权利要求５９的方法，其特征在于，其中的金属皂辅助剂化合物是硬脂酸铝，它分散在热塑性树脂中。

６１、一种制备静电显影液的方法，包括

（Ａ）在不加贝壳杉脂丁醇值小于３０的非极性液体分散剂的条件下，将着色剂和固态无机金属化合物分散到热塑性树脂之中，形成大块物，该无机金属化合物的阳离子选自周期表６Ｂ族的一种金属，其氧化态为＋３或更高，该化合物的阴离子选自氟离子、氯离子、氢氧根、碳酸根、柠檬酸根、乙酸根、草酸根、三氯乙酸根、硫酸根、硼酸根、硝酸根、磷酸根、氯羟离子、乙基己酸根、草酸钾根、硫酸钾根及苯酚根；

（Ｂ）将大块物粉碎；

（Ｃ）用粒状磨料在液体存在下将粉碎的大块物磨细，所述液体选自贝壳杉脂丁醇值至少为３０的极性液体、贝壳杉脂丁醇值小于３０的非极性液体、以及二者的混合物；

（Ｄ）将平均粒径小于３０微米的调色剂颗粒分散体与粒状磨料分开；

（Ｅ）补充加入非极性液体、极性液体、或二者的混合物，将调色剂颗粒的浓度降低至液体重量的０．１至１５％；

（Ｆ）在分散体中加入一种可溶于液体的离子型或两性离子型电荷指示剂化合物。

６２、一种制备静电显影液的方法，包括

（Ａ）在不加贝壳杉脂丁醇值小于３０的非极性液体分散剂的条件下，将着色剂与无机金属化合物分散到热塑性树脂之中，形成大块物，该无机金属化合物的阳离子选自周期表６Ｂ族的一种金属，其氧

化态为＋3或更高，该无机金属化合物的阴离子选自氟离子、氯离子、氢氧根、碳酸根、柠檬酸根、乙酸根、草酸根、三氟乙酸根、硫酸根、硼酸根、硝酸根、磷酸根、氯羟离子、乙基已酸根、草酸钾根、硫酸钾根和苯酚根；

（B）将大块物粉碎；

（C）在容器中于高温下将粉碎的大块物在加有贝壳杉脂丁醇值小于30的非极性液体分散剂的条件下重新分散，同时维持容器内的温度足以使树脂塑化和液化，但低于非极性液体分散剂降解及树脂和／或着色剂分解的温度；

（D）将分散体冷却，方式为下列三种之一

（1）冷却时不搅动而形成凝胶或大块物，接着将凝胶或大块物粉碎，并且在加或不加补充液体的条件下用粒状磨料磨细；

（2）冷却时加以搅动，形成粘性混合物，并且在加或不加补充液体的条件下用粒状磨料磨细；

（3）在冷却的同时用粒状磨料研磨以防止形成凝胶或大块物，可以加或不加补充液体；

（E）将平均粒径小于30微米的调色剂颗粒的分散体与粒状磨料分开；

（F）加入补充的非极性液体、极性液体、或二者的混合物，将调色剂颗粒的浓度降低到显影剂液体重量的0．1至15％；

（G）在分散体中加入一种可溶于液体的离子型或两性离子型电荷指示剂化合物。

说　　明　　书

铬、钼和钨的化合物作为静电显影液的带电辅助剂

本发明涉及一种性能改进的静电显影液。更具体地说，本发明涉及一种静电显影液，它含有树脂颗粒和铬、钼或钨的化合物。

已知可以用分散在非极性绝缘液体中的调色剂粒子显影静电潜象。这类分散态的物质称为液体调色剂或显影液。使光敏层带上均匀的静电荷，接着将其在一个已调制的辐射光束下曝光，使静电荷放电，就可以产生静电潜象。还有其它的形成静电潜象的方法。例如，一种方法是在载体上形成一个介电表面，然后将预先形成的静电荷转移到该表面上。常用的液体调色剂包含热塑性树脂和非极性液体分散剂。通常加有一种合适的着色剂，例如颜料或染料。着色的调色剂粒子分散在非极性液体中，该液体通常具有超过10^9欧姆厘米的高体积电阻率、低于3.0的介电常数、和高蒸汽压。调色剂颗粒的平均粒径用下述的Malvern 3600E粒度分析仪测定小于30微米，或是用Horiba CAPA-500 离心式自动粒度分析仪（Horiba 仪器公司，Irvine，CA）测得面均粒径小于10微米。在静电潜象形成之后，用分散在所述非极性液体分散剂中的着色的调色剂颗粒将潜象显影，图象可以随后转移到载体上。

因为完美图象的形成取决于显影液与欲显影的静电潜象之间的电荷差，所以最好是在由热塑性树脂、非极性液体分散剂、最好还有一种着色剂所组成的液体调色剂中，加入一种电荷指示剂（charge director）化合物，最好还加入辅助剂，例如多羟基化合物、氨

基醇、聚丁烯琥珀酰亚胺、芳烃、金属皂等。这种显影液能得到高分辨率的图象，但发现其带电和图象质量与颜料有显著关系。某些配方所形成的图象质量差，表现为分辨率低、转移效率和实地覆盖度（密度）差。为了克服这类问题，已进行了许多研究以便研制出供液体静电调色剂使用的新型电荷指示剂和／或带电辅助剂。

已经发现，可以克服上述缺点而制备出一种带电性质改进的显影剂，其中含有非极性液体分散剂、离子型或两性离子型电荷指示剂化合物、热塑性树脂、以及本发明的辅助剂。当用这种改良的液体显影剂使静电潜象显影时，图象的质量改进，转移效率和实地覆盖度增加，且不再依赖于所用的颜料和电荷指示剂。

本发明提供一种具有改进的带电特点的改良的静电显影液，它主要含有：

（A）作为主要成分的一种非极性液体，其贝壳杉脂丁醇值小于30；

（B）热塑性树脂颗粒，其平均颗粒大小小于30微米；

（C）一种无机金属化合物固体，该化合物的阳离子组分是周期表6B族的一种金属，其氧化态为＋3或更高，该化合物的阴离子组分则选自氟离子，氯离子、氢氧根、柠檬酸根、乙酸根、草酸根、三氟乙酸根、硫酸根、硼酸根、硝酸根、磷酸根、氯羟离子、乙基己酸根、草酸钾根、硫酸钾根和苯酚根；

（D）一种可溶于非极性液体中的离子型或两性离子型电荷指示剂化合物。

本发明的一种实施方案提供了一种用于静电显影液的制备方法，包括

（A）在高温下于容器中将塑性树脂、固态无机金属化合物、贝壳杉脂丁醇值小于30的非极性液体分散剂一起分散，其间维持容器内的温度足以使树脂塑化和液化，但低于非极性液体分散剂降解和树脂分解的温度；上述的无机金属化合物的阳离子组分是周期表6B族的一种金属，其氧化态为＋3或更高，而该化合物的阴离子组分则选自氟离子、氯离子、氢氧根、碳酸根、柠檬酸根、乙酸根、草酸根、三氟乙酸根、硫酸根、硼酸根、硝酸根、磷酸根、氯羟离子、乙基己酸根、草酸钾根、硫酸钾根和苯酚根，

（B）将分散体冷却，方式为下列三种之一：

（1）不加搅拌以形成凝胶或固体大块物，接着将凝胶或大块物粉碎并用颗粒状磨料将其磨细，可以加或不加补充液体；

（2）搅动以形成粘性混合物，在加或不加补充液体的情形下用颗粒状磨料将其磨细；

（3）冷却的同时用颗粒状磨料研磨之，以防止形成凝胶或大块物，可以加或不加补充液体；

（C）将平均粒径小于30微米的调色剂粒子的分散体与颗粒状磨料分开；

（D）在分散体中加入可溶于非极性液体中的离子型或两性离子型电荷指示剂化合物。

在整个说明书中，下面列出的术语的意义如下：

在本发明所附的权利要求中，“主要含有”指静电显影液的成分中不排除未指出的组分，这些组分不妨碍显影剂优点的发挥。例如，除主要组分之外，可以有另一些组分，例如细粒度氧化物、辅助剂（如多羟基化合物、氨基醇、聚丁烯琥珀酰亚胺、金属皂、芳烃等）。

氨基醇是指在一个化合物中同时有氨基官能度和羟基官能度。

电导率是在5赫兹和5伏下测得的显影剂的电导率，以微微姆欧／厘米表示。

非极性液体分散剂（A）最好是支链脂族烃，更具体地说，是Isopar®-G、Isopar®-H、Isopar®-K、Isopar®-L、Isopar®-M和Isopar®-V。这些液态烃是链烷烃的很窄馏分，具有极高的纯度。例如，Isopar®-G的沸程在150℃与176℃之间，Isopar®-H 在176℃与191℃之间，Isopar®-K 在177℃与197℃之间，Isopar®-L 在188℃与206℃之间，Isopar®-M在207℃与254℃之间，Isopar®- 在254.4℃与329.4℃之间。Isopar®-L 的中沸点约为194℃。Isopar®-M 的闪点为80℃，自燃温度为338℃。严格的生产规格规定硫、酸、羧基和氯化物等限制在几个ppm。它们基本上无气味，仅有很淡的烷烃气味。它们具有优良的气味稳定性，全是Exxon 公司的产品。可以用Exxon 公司的高纯度液体正烷烃Norpar®12、Norpar®13和Norpar®15。这些液态烃的闪点及自燃温度如下：

液　体	闪点（℃）	自燃温度（℃）
Norpar®12	69	204
Norpar®13	93	210
Norpar®15	118	210

这些非极性液体分散剂的体积电阻率都超过10^9欧姆厘米，介电常数低于3.0。25℃的蒸汽压低于10托。用泰格闭杯试验法

测得Isopar®－G 的闪点为40℃，按ASTM D56 测得Isopar®－H 的闪点为53℃。按同一方法测得Isopar®－L和Isopar®－M 的闪点分别为61℃和80℃。虽然这些是优选的非极性液体分散剂，但是所有合适的非极性液体分散剂都是以体积电阻率及介电常数为基本特征。此外，非极性液体分散剂的一个特点是按ASTM D 1133 测得的贝壳杉脂丁醇值低于30，最好是在27或28附近。热塑性树脂与非极性液体分散剂的比例应使各成分的组合物在操作温度下变为流体。非极性液体的量应占显影液总重量的85至99．9%，最好是97至99．5%。显影液中固体总重为0．1至15%，最好是0．5至3．0%。显影液中固体总重完全以树脂（包括分散于其中的组分，例如颜料、辅助剂等）为基准。

常用的热塑性树脂或聚合物包括：乙烯乙酸乙烯酯（EVA）共聚物（Elvax® 树脂，杜邦公司，Wilmington，DE）；乙烯和一种α、β－不饱和烯酸的共聚物，该酸可从丙烯酸和甲基丙烯酸中选择；乙烯（80至99．9%）／丙烯酸或甲基丙烯酸（20至0%）／甲基丙烯酸或丙烯酸的烷基（C_1 至C_5）酯（0至20%）的共聚物；聚乙烯；聚苯乙烯；等规立构的聚丙烯（晶态）；乙烯丙烯酸乙酯系列商品，其商品名称为Bakelite® DPD 6169、DPDA 6182 Natural 和 DTDA 9169 Natural（联合碳化物公司，Stamford，CN）；乙烯乙酸乙烯酯树脂，例如也是联合碳化物公司商品的DQDA 6479 Natural 和 DQDA 6832 Natural 7；Surlyn® 离子交联聚合物树脂（杜邦公司，Wilmington，DE）等或其掺合物。优先选用的共聚物是乙烯与丙烯或甲基丙烯酸这样一种α，β－不饱和烯酸的共聚物。Rees的

美国专利3，264，272号叙述了此类共聚物的合成，该专利的公开内容在此列为参考文献。为了制备此类优选的共聚物，略去了如Rees的专利所述的含酸共聚物与可离解的金属化合物的反应。共聚物中乙烯组分占大约80至99.9%(重量)，酸组分占约20至0.1%。共聚物的酸值范围从1到120，最好是54至90。酸值是中和1克聚合物所需的氢氧化钾毫克数。按ASTM D 1238 步骤A测得的熔体指数(克／10分钟)为10至500。这类共聚物中特别优越者的酸值分别为66和54，190℃测得的熔体指数分别为100和500。

上述热塑性树脂最好含有一种分散于其中的固体无机金属化合物，该化合物的阳离子组分是周期表中6B族的一种金属，即铬、钼或钨，其氧化态为+3或更高；该化合物的阴离子组分则选自氟离子、氯离子、氢氧根、碳酸根、柠檬酸根、乙酸根、草酸根、三氟乙酸根、硫酸根、硼酸根、硝酸根、磷酸根、氯羟离子、乙基己酸根、草酸钾根、硫酸钾根和苯酚根。如后面的对照例5A和5B所示，碘化物和溴化物的效果不好。WF。被排除，因为它在室温下为气体。

无机金属化合物占调色剂固体重量的0.1至40%，最好是显影剂固体总重的1至10%。无机金属化合物分散在热塑性树脂中的方法在后面叙述。无机金属化合物也可以晚些时候在制备调色剂期间、例如和电荷指示剂一起加入。在这一具体实施方案中，无机金属化合物存在于显影剂的液相中。

合适的无机金属化合物包括：乙酸铬(Ⅲ)、乙酸羟铬(Ⅲ)、硼酸铬(Ⅲ)、碳酸铬(Ⅲ)、氯化铬(Ⅲ)、羟氯化铬(Ⅲ)、柠檬酸铬、2－乙基己酸铬(Ⅲ)、氟化铬(Ⅲ)、氢氧化铬(Ⅲ)、

硝酸铬（Ⅲ）、草酸铬（Ⅲ）、磷酸铬（Ⅲ）、草酸铬（Ⅲ）钾、硫酸铬（Ⅲ）钾、硫酸铬（Ⅲ）钠、三氯乙酸铬（Ⅲ）、氯化钼（Ⅱ）、氯化钼（Ⅳ）、二氯二羟钼（Ⅳ）、氯化钼（Ⅴ）、氯化钨（Ⅳ）、氯化钨（Ⅴ）、氯化钨（Ⅵ）、苯酚钨（Ⅵ）等。

另外，树脂具有以下的优选特性：

1、能分散辅助剂、着色剂（例如颜料）；

2、在低于40℃时基本上不溶于液体分散剂，因此树脂在贮存时不会溶解或溶剂化；

3、在50℃以上的温度能溶剂化；

4、能被研磨成直径在0.1至15微米之间的颗粒；

5、能形成用Malvern 3600E粒度分析仪（Malvern公司制造，Southborough，MA）测得平均粒径小于30微米的颗粒。Malvern 3600E粒度分析仪利用搅动着的样品的激光衍射光散射来测定平均颗粒大小。

6、在超过70℃时能够熔化。

由于上述第3点中的溶剂化作用，构成调色剂颗粒的树脂会变得溶胀、胶凝化或软化。

适用的可溶于非极性液体中的离子型或两性离子型电荷指示剂化合物（C），其用量一般为每克显影剂固体0.25至1500毫克，最好是2.5至400毫克，这些化合物包括：卵磷脂；碱式石油磺酸钙、碱式石油磺酸钡等Witco化学公司Sonneborn分公司（New York，NY）制造的油溶性石油磺酸盐；Chevron化学公司（California）制造的烷基琥珀酰亚胺等；上述Witco化学公司制造的Emphos ® D 70-30C和Emphos ® F-27-85，

它们分别是具有不饱和和饱和酸取代基的磷酸化甘油单酯和二酯的钠盐。

正如上面所指出的，可以将着色剂分散于树脂之中。最好是使用着色剂，例如颜料或染料，以使潜象可见。着色剂（例如颜料）的数量可高达显影剂固体总重的60%左右，最好是0.01至30%。着色剂的用量依显影剂的用途而变。颜料的实例包括：

颜 料 名 单

颜料商品名称	制造厂	染料索引(C.I.)颜料
Permanent 黄（永久黄）DHG	Hoechst	黄12
Permanent 黄（永久黄）GR	Hoechst	黄13
Permanent 黄（永久黄）G	Hoechst	黄14
Permanent 黄（永久黄）NCG-71	Hoechst	黄16
Permanent 黄（永久黄）GG	Hoechst	黄17
Hansa 黄（汉撒黄）RA	Hoechst	黄73
Hansa 亮黄（汉撒亮黄）5GX-02	Hoechst	黄74
Dalamar®黄YT-858-D	Heubach	黄74
Hansa黄（汉撒黄）X	Hoechst	黄75
Novoperm®黄HR	Hoechst	黄83
Cromophtal®黄3G	Ciba-Geigy	黄93
Cromophtal®黄GR	Ciba-Geigy	黄95
Novoperm®黄FGL	Hoechst	黄97
Hansa亮黄（汉撒亮黄）10GX	Hoechst	黄98
Lumogen®淡黄（路玛近淡黄）	BASF	黄110

Permanent 黄(永久黄)G3R-01	Hoechst	黄114
Cromophtal®黄8 G	Ciba-Geigy	黄128
Irgazine®黄5GT	Ciba-Geigy	黄129
Hostaperm®黄H 4G	Hoechst	黄151
Hostaperm ®黄 H3G	Hoechst	黄154
L 74 - 1357黄	Sun Chem.	黄14
L 75 - 1331黄	Sun Chem.	黄17
L 75 - 2337黄	Sun Chem.	黄83
Hostaperm®橙GR	Hoechst	橙43
Paliogen®橙	BASF	橙51
Irgalite®玉红4BL	Ciba-Geigy	红57:1
Quindo®品红	Mobay	红122
Indofast®亮猩红	Mobay	红123
Hostaperm® 猩红GO	Hoechst	红168
Permanent 玉红(永久玉红)F6B	Hoechst	红184
Monastral® 品红(单星品红)	Ciba-Geigy	红202
Monastral® 猩红(单星猩红)	Ciba-Geigy	红207
Heliogen®蓝L 6901F	BASF	蓝15:2
Heliogen®蓝NBD 7010	BASF	蓝: 3
Heliogen®蓝K 7090	BASF	蓝15:3
Heliogen®蓝L 7101F	BASF	蓝15:4
Paliogen®蓝L 6470	BASF	蓝60
Heliogen®绿K 8683	BASF	绿7
Heliogen®绿L 9140	BASF	绿36

Monastral®紫（单星紫）R	Ciba-Geigy	紫19
Monastral®红（单星红）B	Ciba-Geigy	紫19
Quindo®红R6700	Mobay	紫19
Quindo®红R6713	Mobay	
Indofast®紫	Mobay	紫23
Monastral®酱紫(单星酱紫)B	Ciba-Geigy	紫42
Sterling®NS黑	Cabot	黑7
Sterling®NSX 76	Cabot	
Tipure®R－101	Du Pont	白6
Mogul L	Cabot	黑，CI 77266
Uhlich®BK 8200	Paul Uhlich	黑（黑度指数155）

加到静电显影液中的其它组分，例如细粒氧化物（如二氧化硅、氧化铝、二氧化钛等），可以分散到液化的树脂中，其粒度最好是在0．5微米的量级或更细。这些氧化物可代替着色剂使用或与着色剂一起使用。也可以加金属颗粒。

静电显影液的另一补充组分是一种辅助剂，选自含至少两个羟基的多羟基化合物、氨基醇、聚丁烯琥珀酰亚胺、金属皂和贝壳杉脂丁醇值大于30的芳烃。辅助剂的用量一般为每克固体显影剂用1至1000毫克，最好是1至200毫克。上述各种辅助剂的实例包括

多羟基化合物：如在Mitchell的美国专利4734352号中所提到的乙二醇、2，4，7，9－四甲基－5－癸炔－4，7－二醇，聚丙二醇、五乙二醇、三丙二醇、三乙二醇、甘油、季戊四醇、甘油－三－12－羟基硬脂酸酯、乙二醇单羟基硬脂酸酯、1，2－亚丙基甘油单羟基硬脂酸酯等。

氨基醇化合物：如Larson 的美国专利4，702，985号所提到的三异丙醇胺、三乙醇胺、乙醇胺、3－氨基－1－丙醇、间氨基苯酚、5－氨基－1－戊醇、四（2－羟乙基）乙二胺等。

聚丁烯／琥珀酰亚胺：Chevron公司出售的商品OLOA®-1200，在Kosel 的美国专利3，900，412 第20栏5至13行中有分析资料，这里引用作为参考；Amoco 575，通过使马来酸酐与聚丁烯反应得到烯基琥珀酸酐，随后与多胺反应而制得，其数均分子量约为600（用蒸汽压渗透计测得）。Amoco 575含40至45%的表面活性剂、36%的芳烃、其余为油等。在El-Sayed 和 Taggi 的美国专利4，702，984中提到了这些辅助剂。

金属皂：三硬脂酸铝；二硬脂酸铝；硬脂酸钡、钙、铅和锌；亚油酸钴、锰、铅和锌；辛酸铝、钙和钴；油酸钙和钴；棕榈酸锌；环烷酸钙、钴、锰、铅和锌；树脂酸钙、钴、锰、铅和锌等。金属皂如Trout 的美国专利4，707，429和4，740，444 中所述分散在热塑性树脂中。

芳烃：如Mitchell的美国专利4，631，244 所提到的苯、甲苯、萘、取代苯和萘化合物，例如三甲苯、二甲苯、二甲基乙基苯、乙基甲基苯、丙苯、Aromatic 100（Exxon公司制造的C_9与C_{10}烷基取代苯的混合物）。

上面列出的提到辅助剂的美国专利的公开内容，在这里引用作为参考。

静电显影液中的颗粒用上述Malvern 3600E粒度分析仪测得平均粒径小于30微米，最好是平均粒径小于15微米。具有金属皂分散于其中的显影剂树脂颗粒可以有也可以没有由它整体伸展出去的大量纤维状物，虽然最好是形成这种由调色剂颗粒伸展出的纤维状物。“纤维状物”一词在这里是指所形成的着色的调色剂颗粒具有纤维、卷须、触角、细线、微丝、丝带、毛状物、絮毛状物等。

静电显影液可用多种方法制备。例如，在一个合适的混合或掺和容器例如磨碎机、加热球磨机、加热振动磨，如由Sweco公司（Los Angeles，CA）制造的装有粒状磨料供分散与研磨用的Sweco磨、Charles Ross父子公司（Hauppauge，N.Y）制造的Ross双行星式混合器、或双辊加热磨（无须粒状磨料）中，加入至少一种热塑性树脂、无机金属化合物和上述的非极性液体分散剂。通常在开始分散步骤之前将树脂、着色剂（非必需的）、上述金属化合物和非极性液体分散剂置于容器中。该金属化合物可以随后加入，例如与电荷指示剂化合物一起或在这之后加入。着色剂也可以在树脂与非极性液体分散剂均化处理之后加入。容器中还可以加入极性液体，其量最高可达显影剂液体总重量的１００%。分散步骤一般在高温下进行，即，容器中各组分的温度应足以使树脂塑化和液化。但是低于非极性液体分散剂或极性液体（如果有）发生降解以及树脂和／或着色剂（如果有）发生分解的温度。优选温度范围为８０至１２０℃。但是，此范围外的其它温度也可能合适。这取决于所用的具体组分。在制备调色剂颗粒的分散体时最好在容器中有粒状磨料作不规则运动。但是也可以采用其它的搅动手段以制备具有适当尺寸、构型和形态的分散的调色剂颗粒。常用的粒状磨料是选自不锈钢、炭素钢、氧化铝、陶瓷、氧化锆、二氧化硅以及硅线石的粒状（例如球形、圆柱形等）材料。若使用非黑色的着色剂，炭素钢粒状磨料特别有用。粒状磨料的典型直径范围为０．０４至０．５英寸（１．０至约１３毫米）。

在容器内各组分（加或不加极性液体）分散成所要求的分散体之后，将其冷却至例如０℃至５０℃。在混合物是流体的条件下，分散

通常需1小时。冷却可以在同一容器（例如磨碎机）内完成，同时在加或不加补充液体的条件下用粒状磨料研磨以防止凝胶或大块物形成；或是不加搅动以形成凝胶或大块物，接着将凝胶或大块物粉碎并且在加或不加补充液体的条件下用粒状磨料磨细；或是搅动而形成粘性混合物，并且在加或不加补充液体的条件下用粒状磨料磨细。补充液体是指非极性液体分散剂、极性液体、或它们的混合物。冷却采用本领域技术人员已知的方法完成，不限于用在贴近分散装置的外冷夹套中通入循环冷水或冷却材料的方法或是令分散体自然地冷至室温的方法。在冷却过程中树脂由分散剂中沉淀出来。通过较短时间的研磨，即形成用Malvern 3600 E粒度分析仪测得平均粒径小于30微米的调色剂颗粒。在整个说明书与权利要求中，平均粒子大小均用Malvern仪器测定。

在用本领域技术人员已知的方法将调色剂颗粒的分散体冷却并与粒状磨料（如果存在）分离开之后，则有可能降低分散体中调色剂颗粒的浓度，使调色剂颗粒带上预定极性的静电荷，或是这两种措施一起进行。分散体中调色剂颗粒的浓度可以用先前所述的加入补充的非极性液体分散剂的方法降低。稀释操作通常进行到调色剂颗粒的浓度降至非极性液体分散剂的0.1至15%（重量），0.3至3.0%更好，最好是0.5至2%。可以加入前面提到的一种或多种可溶于非极性液体的离子型或两性离子型电荷指示剂化合物（C）。使颗粒按照要求带上正或负电荷。可以在加工过程的任何时候加入；最好是在过程结束时，例如，如果使用了粒状磨料，则在将它除去并降低了调色剂颗粒的浓度之后。如果还加入稀释用的非极性液体分散剂，则可在这之前、同时、或之后加入离子型或两性离子型化合物。如果前

面提到的某类辅助剂化合物在制备显影剂时没有预先加入，则可以在使显影剂带电荷之前或之后加入。

制备静电显影液的其它具体操作方案包括：

（A）将本发明提到的着色剂与无机金属化合物在不加贝壳杉脂丁醇值小于30的非极性液体分散剂的情形下分散在热塑性树脂之中，形成大块物；

（B）将大块物粉碎；

（C）用粒状磨料在加有液体的情况下将粉碎的大块物磨细。该液体选自贝壳杉脂丁醇值至少为30的极性液体，贝壳杉脂丁醇值小于30的非极性液体，或二者的混合物；

（D）将平均粒径小于30微米的调色剂颗粒的分散体与粒状磨料分离；

（E）加入补充的非极性液体、极性液体或二者的混合物，使调色剂颗粒的浓度降至液体重量的0.1至15%；

（F）在分散体中加入可溶于液体的离子型或两性离子型电荷指示剂化合物；以及

（A）将本发明提到的着色剂与无机金属化合物在不加贝壳杉脂丁醇值小于30的非极性液体的情形下分散在热塑性树脂之中，形成大块物；

（B）将大块物粉碎；

（C）将粉碎的大块物在容器中于高温下在加有贝壳杉脂丁醇值小于30的非极性液体分散剂的条件下重新分散，同时维持容器内的温度足以使树脂塑化和液化，但低于非极性液体分散剂降解及树脂和／或着色剂分解的温度；

（ D ）将分散体冷却，方式为下列三种之一：

（ 1 ）不加搅动，形成凝胶或大块物，接着将凝胶或大块物粉碎，在加或不加补充液体的情形下用粒状磨料磨细；

（ 2 ）搅动，形成粘性混合物，在加或不加补充液体的条件下用粒状磨料磨细；

（ 3 ）冷却的同时，在加或不加补充液体的情形下用粒状磨料研磨，以防止形成凝胶或大块物；

（ E ）将平均粒径小于３０微米的调色剂颗粒的分散体与粒状磨料分开；

（ F ）加入补充的非极性液体、极性液体或二者的混合物，使调色剂颗粒的浓度降至显影剂液体重量的０．１至１５％；

（ G ）在分散体中加入可溶于液体的离子型或两性离子型电荷指示剂化合物。

本发明的优选模式在实例２和３中叙述。

工业应用

本发明的静电显影液显示出改进的图象质量、分辨率、实地区域复盖度（密度）、细节色调、色调均匀性、和边缘变形减小，且不受所加的电荷指示剂和颜料的影响。本发明的显影剂可用于复印，例如制作办公室用黑白及各种彩色复印件；或彩色打样，例如用标准色黄、青、品红与黑色一起按要求复制图象。在复印和打样时，调色剂颗粒被涂镀在静电潜象上。静电显影液的其它可预见的用途有：数字式彩色打样，平版印刷版及耐蚀膜。

实例

下列对照与实例具体说明了本发明，但并不限制本发明，其中的

份数及百分数均为重量。实例中的熔体指数按ASTM D 1238 步骤A测定，平均粒径则如前述用Malvern公司(Southborough，MA) 制造的Malvern 3600 E 粒度分析仪测定，电导率在5赫兹及5伏的低压下测定，以微微姆欧／厘米表示，密度用RD 918型Macbeth密度计测量。实例中的分辨率用线对／毫米(lp/mm)表示。下述实例及对照中的Aldrich代表Aldrich化学公司(Milwaukee，WI)。

对照1

在一台Union Process 01磨碎机(Union Process 公司，Akron，Ohio)中加入以下组分：

组　　分	数量(克)
乙烯(91%)与甲基丙烯酸(9%)的共聚物，190℃熔体指数为500，酸值54	25
Heucophthal 兰G XBT—583 D (Heubach 公司，Newark，NJ)	2.7
Isopar®—L，贝壳杉脂丁醇值为27的非极性液体(Exxon 公司)	140

将上述各组分在磨碎机中加热至100℃±10℃，用直径0.1875英寸(4.76毫米)的炭素钢球研磨1小时。将磨碎机冷却至室温，同时继续研磨3小时以得到平均粒径为6.9微米的调色剂颗粒。除去粒状磨料，加入补充的Isopar®—L 将调色剂颗粒的分散体稀释到1.5%固体含量。在1500克分散体中加入11.2克溶于Isopar®—L 中的碱式石油磺酸钡(Witco 化学公司，New York，NY)。用Savin 870 复印机按标准方式测

定图象质量：充电电晕设定在6．8千伏，转移电晕8．0千伏，使用象3号60磅级的Plainwell 胶版印图纸和Savin 2200纸这样的载材。结果示于下面的表1。

对照2

按对照1所述制备调色剂，但有以下变动：与树脂和颜料一起加入0.507 克氯化铬（Aldrich）。颗粒大小为7．1微米。结果列于下面的表1。

对照3

在一台Union Process 1S磨碎机（Union Process 公司，Akron，Ohio）中加入以下组分：

组　　分	数量（克）
乙烯（91%）和甲基丙烯酸（9%）的共聚物，190℃熔体指数为500，酸值54	75
Mobay R 6700 颜料，Mobay 化学公司，（Haledon，NJ）制造	8．1
Isopar®-L，贝壳杉脂丁醇值为27的非极性液体（Exxon 公司）	420

将上述组分在磨碎机中加热至100℃±10℃，用直径0．1875英寸（4．76毫米）的炭素钢球以230转／分的转速研磨1小时。将研磨机冷却至室温，同时继续以330转／分的转速研磨5小时，得到平均粒径为6．9微米的调色剂颗粒。除去粒状磨料，补充加入Isopar®-L 将调色剂颗粒的分散体稀释到1.5%固体含量。在1500克分散体中加入11．2克溶于Isopar®-L中的碱式石油磺酸钡（Witco 化学公司）。图象质量用Savin

870 复印机按标准方式测定，载材如对照1所述。结果列于下面的表1。

对照4

在一台Union Process 01磨碎机(Union Process 公司，Akron，Ohio)中加入以下组分：

组　　分	数量(克)
乙烯(91%)与甲基丙烯酸(9%)的共聚物，190℃熔体指数为500，酸值54	25
Mobay R 6700 颜料，Mobay 化学公司(Haledon，NJ)制造	2.7
$CrCl_2$ (Aldrich，90%)	0.507
Isopar®-L，贝壳杉脂丁醇值为27的非极性液体(Exxon 公司)	140

将上述组分在研磨机中加热至100℃±10℃，用直径0.1875英寸(4.76毫米)的炭素钢球研磨1小时。将研磨机冷却至室温，同时继续研磨3小时，得到平均粒径为7.4微米的调色剂颗粒。除去粒状磨料，补充加入Isopar®-L 将调色剂颗粒的分散体稀释到1.5%固体含量。在1600克分散体中加入12克溶于Isopar®-L 中的碱式石油磺酸钡(Witco 化学公司)。用Savin 870 复印机按标准方式测定图象质量，载材如对照1所述。结果列在下面的表1中。

实例1

按对照1所述制备调色剂，但有以下变动：与树脂和颜料一起加入1.27克六氯化钨(Aldrich)。在冷磨21小时后粒径为5.7

微米。结果列在下面的表1中。

实例2

按对照4所述制备调色剂，但有以下变动：用0．507 克 $CrCl_3$（Aldrich)代替 $CrCl_2$。在冷磨4．5小时后粒径为6．3微米。结果列在下面的表1。

表1

调色剂	添加剂	电导率(微微姆欧/厘米)	纸	密度	分辨率(线对/毫米)	转移效率(%)
对照1	无	22	Savin	0.7	8	77
			胶版印图纸	0.7	7	86
对照2	$CrCl_2$	41	Savin	0.1	1	35
			胶版印图纸	0.1	1	41
对照3	无	13	Savin	1.1	6	61
			胶版印图纸	1.4	6	91
对照4	$CrCl_2$	38	Savin	0.3	1	40
			胶版印图纸	0.4	3	35
实例1	WCl_6	25	Savin	0.4	12	81
			胶版印图纸	0.6	14	84
实例2	$CrCl_3$	15	Savin	0.9	8	84
			胶版印图纸	1.4	10	89

对照5

在一台Union Process 1S磨碎机(Union Process公司，Akron，Ohio)中加入以下组分：

组分	数量(克)
乙烯(91%)与甲基丙烯酸(9%)的共聚物，190℃熔体指数为500，酸值54	225
Mobay R 6700 颜料，Mobay 化学公司	75

(Haledon，NJ)制造	
Isopar®-L，贝壳杉脂丁醇值为27的非极性液体(Exxon 公司)	609

将上述组分在研磨机中加热至100℃±10℃，用直径0.1875英寸(4.76毫米)的炭素钢球以230转/分的转速研磨1小时。将研磨机冷却至室温，同时继续研磨2小时，得到平均粒径为6.3微米的调色剂颗粒。除去粒状磨料，补充加入Isopar®-L 将调色剂颗粒分散体稀释到1.5%固体含量。在2500克分散体中加入18.75克10%的碱式石油磺酸钡(Witco 化学公司)的Isopar®-L 溶液。用Savin 870 复印机按标准方式测定图象质量，载材如对照1所述。结果列于下面的表2。

对照5A

在一台Union Process 01磨碎机(Union Process 公司，Akron，Ohio)中加入以下组分：

组分	数量(克)
乙烯(91%)和甲基丙烯酸(9%)的共聚物，190℃熔体指数为500，酸值54	24.75
Mobay R 6700 颜料，Mobay 化学公司(Haledon，NJ)制造	7.27
CrI_2，无水，99%(Alfa 化学公司，Danvers，MA)	0.98
Isopar®-L，贝壳杉脂丁醇值为27的非极性液体(Exxon 公司)	77

将上述组分在研磨机中加热至１００℃±１０℃，用直径０．1875英寸（４．７６毫米）的不锈钢球磨１小时。将研磨机冷至室温，同时继续研磨３．５小时，得到平均粒径为６．４微米的调色剂颗粒。除去粒状磨料，补充加入Isopar®-L 将调色剂颗粒分散体稀释到１．５%固体含量。在２５００克分散体中加入18.75克１０%的碱式石油磺酸钡（Witco 化学公司）的Isopar®-L溶液。用Savin 870 复印机按标准方式测定图象质量，转材如对照１所述。结果列在下面的表２中。

对照５Ｂ

按对照５Ａ所述制备一种品红调色剂，但有以下变动：在热磨步骤之后将组分冷磨２小时，生成平均粒径为６．７微米的调色剂颗粒，使用６．８克Mobay R 6700 颜料并用１．４克WI_2（Alfa，９９%）代替CrI_2。结果列在下面的表２。

实例３

按对照５Ａ所述制备一种品红调色剂，但有以下变动：在热磨步骤之后将组分冷磨４小时，得到平均粒径为６．４微米的调色剂颗粒，使用７．７克Mobay R 6700 颜料，并且用０．５５克$CrF_3 \cdot 3.5H_2O$（Alfa）代替CrI_2。结果列在下面的表２。

实例４

按对照５Ａ所述制备一种品红调色剂，但有以下变动：在热磨步骤之后将组分冷磨２．５小时，得到平均粒径为５．０微米的调色剂颗粒，使用７．５５克Mobay R 6700 颜料，并且用０．７克$CrPO_4 \cdot 4H_2O$（Alfa）代替CrI_2。结果列在下面的表２。

表２

调色剂	添加剂	电导率(微微姆欧/厘米)	纸	密度	分辨率(线对/厘米)	转移效率(%)
对照5	无	20	Savin	1.10	9	87
			胶版印图纸	1.75	10	97
对照5A	CrI_2	6	图象很差			
对照5B	WI_2	13	完全无图象			
实例3	CrF_3	18	Savin	1.37	9	92
			胶版印图纸	2.10	10	99
实例4	$CrPO_4$	23	Savin	1.22	10	95
			胶版印图纸	1.93	11	99

对照6

在一台Union Process 1S磨碎机(Union Process公司，Akron，Ohio)中加入以下组分：

组分	数量(克)
乙烯(91%)和甲基丙烯酸(9%)共聚物，190℃熔体指数为500，酸值54	300
Heucophthal兰G XBT — 583 ?（Heubach公司，Newark，NJ）	32
Isopar®-L，贝壳杉脂丁醇值为27的非极性液体，（Exyon 公司）	776

将上述组分在磨碎机中加热至100℃±10℃，用直径为0.1875英寸(4.76毫米)的炭素钢球以230转/分的转速磨1小时。将研磨机冷却至室温，同时继续研磨2小时，得到平均粒

径为9．0微米的调色剂颗粒。除去粒状磨料；补充加入Isopar®-L 将调色剂颗粒的分散体稀释到1．0%固体含量。在1500克分散体中加入7．5克10%的碱式石油磺酸钡（Witco化学公司）的Isopar®-L 溶液。用Savin 870 复印机按标准方式测定图象质量，载材如对照1所述。结果列在下面的表3。

实例5

按对照6所述制备5种青调色剂，但有以下变动：加入表3中列出的五种金属化合物（各0．5克）。结果列在下面的表3中。实例5调色剂在胶版印图纸上的实地区域的均匀性远优于对照6的调色剂。

表3

调色剂	添加剂	电导率(微微姆欧／厘米)	纸	密度	分辨率(线对／毫米)
对照6	无	15	胶版印图纸	2.05	6
实例5A	$CrK(SO_4)_2$[1]	18	胶版印图纸	2.16	9
实例5B	$MoCl_3$[2]	16	胶版印图纸	2.10	8
实例5C	$CrPO_4$[3]	17	胶版印图纸	2.10	10
实例5D	$CrCl_3$[4]	16	胶版印图纸	2.02	8
实例5E	CrF[5]	17	胶版印图纸	2.10	9

1、$CrK(SO_4)_2$ 是$CrK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (Aldlich)

2、$MoCl_3$ 是$MoCl_3$ (Alfa)

3、$CrPO_4$ 是$CrPO_4 \cdot 4H_2O$ (Alfa)

4、$CrCl_3$ 是$CrCl_3$ (Aldlch)

5、CrF_3是$CrF_3 \cdot 5H_2O$ (Aldlich)

对照7

在一台Union Process 1S磨碎机(Union Process 公司，Akron，Ohio)中加入下列组分：

组　　分	数量(克)
乙烯(91%)与甲基丙烯酸(9%)的共聚物，190℃熔体指数为500，酸值54	308
Uhlich® BK 8200 碳黑颜料	196
对甲苯磺酸	10.6
Isopar®-L，贝壳杉脂丁醇值为27的非极性液体(Exxon 公司)	1700

将上述组分在磨碎机中加热至100℃±10℃，用直径0.1875英寸(4.76毫米)的炭素钢球以230转／分的转速研磨1小时。将研磨机冷至室温，同时继续研磨2小时，得到平均粒径为7.8微米的调色剂颗粒。除去粒状磨料，补充加入Isopar®-L 将调色剂颗粒的分散体稀释到1.0%固体含量。在1500克分散体中加入15克5%的Emphos® D 70 — 30 C 油酸甘油酯磷酸钠(Witco 化学公司，New York，NJ)的Isopar®-L 溶液。用Savin 870 复印机在正性调色剂试验条件下测定图象质量：充电电晕设定在+6.8千伏，显影偏压设定在+650伏，转移电晕设定为－6.6千伏，使用颠倒的靶象，即，靶象上的黑色区域用负性调色剂着色，白色区域用正性调色剂着色，灰色区域为本底。使用对照1中所述的Plainwell 胶版印图纸。结果列在下面的表4。

实例6

按对照7所述制备一种黑调色剂并令其带电。但有以下变动：加入1克$CrPO_4 \cdot 4H_2O$（Alfa）。此调色剂在胶版印图纸上的实地区域均匀性远优于对照7的调色剂。

表4

调色剂	$CrPO_4 \cdot 4H_2O$（克）	电导率(微微姆欧/毫米）	纸	密度	分辨率(线对／毫米)	转移效率
对照7	无	8	胶版印图纸	0.4	8	差
实例6	1．0	8	胶版印图纸	0.4	10	差

对照8

在一台Union Process 1S磨碎机(Union Process 公司，Akron，Ohio)中加入以下组分：

组分	数量（克）
聚苯乙烯（Aldrich，编号18242—7，1988—89，分子量250，000，密度1.047，Tg 100℃，熔点237.5℃，折射率$n_d^{20}=1.5916$	394
N—774 Sterling NS 碳黑颜料（Cabot公司）	99.8
硬脂酸铝（Nuodex公司）	5
Aromatic® 150，贝壳杉脂丁醇值为95的一种高纯度芳香族溶剂（Exxon 公司）	1167

将上述组分在研磨机中加热至100℃±10℃，用直径0．1875英寸（4．76毫米）的炭素钢球以230转／分的转速

研磨1小时。将研磨机冷却至30℃，同时继续研磨4小时，得到平均粒径为2．1微米的调色剂颗粒。除去粒状磨料，用Isopar®-L将调色剂颗粒的分散体稀释到1．5%固体含量。在1500克分散体中加入11．2克10%的碱式石油磺酸钡（Witco 化学公司）的Isopar®-L 溶液。用Savin 870 复印机按对照1所述的标准方式测定图象质量。下面的表5列出了在对照1所述的Plainwell 胶版印图纸上的结果。

实例7

按对照8所述制备一种黑调色剂，但有以下变动：加入1克$CrPO_4 \cdot 4H_2O$（Alfa）。在胶版印图纸上的实地区域均匀性远优于用对照8中制备的调色剂所得到的。结果列在下面的表5中。

表5

调色剂	$CrPO_4 \cdot 4H_2O$（克）	电导率(微微姆欧/毫米）	纸	密度	分辨率(线对／毫米)	转移效率(%)
对照8	无	32	胶版印图纸	1.91	8	74
实例7	1．0	34	胶版印图纸	2.20	9	75

对照9

在一台装有直径0．1875英寸（4．76毫米）炭素钢球的Union Process 01磨碎机（Union Process 公司，Akron，Ohio）中加入25克乙烯（91%）和甲基丙烯酸（9%）的共聚物（190℃熔体指数为500，酸值54）和140克Isopar®-L，用以制备一种不着色的调色剂。将混合物在100℃研磨1小时，然后冷至室温，混合物再磨3小时。调色剂

的稀释和带电操作如下：用１１．２克１０%的碱式石油磺酸钡使１５００克固体含量为１．５%的分散体带电。用Savin 870 复印机按对照１所述的标准方式测定图象质量。

实例８

按照与对照９相同的步骤制备一种不着色的调色剂，但有以下变动：与树脂一起加入０．５克WCl_6（Aldrich，９９%）。按对照９的同样步骤将调色剂稀释、带电并进行试验。与对照９的调色剂相比，本例的调色剂的转移效率、分辨率、以及实地区域复盖度均有改进。