

ÖZET**ELEKTROFOTOGRAFİK TONER BİLEŞİMİ İÇİN HİDROFOBİK SİLİS**

Buluş, sayesinde elektrofotografik tonerin basılan görüntüde sabit kaliteye yol açan
5 sabit elektro statik yüke sahip olabildiği çevresel nemden eşi görülmemiş şekilde
etkilenmeyen hidrofobik silis tozuyla ilgilidir.

Hidrofobik silis tozu aşağıdaki fizyokimyasal özelliklere sahiptir;

- ortalama birincil parçacık büyüklüğü (D) 30-2000 nm'dir,

10 - $B \cdot D < 430$ nm'dir; 25°C'de suyun denge buhar basıncına suyun kısmi basıncı %80
olduğunda B, silis üzerinde absorbe edilen su buharının % ağırlığını belirtirken
(ağırlıkça %100), D, silis tozunun ortalama birincil parçacık büyüklüğünü (nm)
göstermektedir,

15 - $B / C < 2.7$ 'dir; 25°C'de suyun denge buhar basıncına suyun kısmi basıncı %20
olduğunda C, silis üzerinde absorbe edilen su buharının % ağırlığını belirtir (ağırlıkça
%100), ve

- karbon içeriği > ağırlıkça %0.30.

İSTEMLER

1. Aşağıdaki fizyokimyasal özelliklere sahip olan hidrofobik silis tozudur;
 - ortalama birincil parçacık büyüklüğü (D) 30-2000 nm'dir,
 - 5 - $B \cdot D < 430$ nm'dir; 25°C'de suyun denge buhar basıncına suyun kısmi basıncı %80 olduğunda B, silis üzerinde absorbe edilen su buharının % ağırlığını belirtirken (ağırlıkça %100), D silis tozunun ortalama birincil parçacık büyüklüğünü (nm) göstermektedir,
 - 10 - $B / C < 2.7$ 'dir; 25°C'de suyun denge buhar basıncına suyun kısmi basıncı %20 olduğunda C, silis üzerinde absorbe edilen su buharının % ağırlığını belirtir (ağırlıkça %100), ve
 - karbon içeriği (ağırlıkça %) > 0.30 .
2. İstem 1'e göre hidrofobik silis tozu olup özelliği, hidrofobisitenin %50'den daha fazla olması ile karakterize edilmesidir.

15
3. İstemler 1 veya 2'den birine göre hidrofobik silis tozu olup özelliği, koloidal bir silis tozu olması ile karakterize edilmesidir.
4. İstemler 1 ila 3'ten birine göre hidrofobik silis tozu olup özelliği, en boy oranının 1.0-1.5 olması ile karakterize edilmesidir.

20
5. İstem 1'e göre hidrofobik silis tozu olup özelliği, hidrofobisitenin %55'ten fazla olması ile karakterize edilmesidir.

25
6. İstemler 1 ila 5'ten birine göre hidrofobik silisi hazırlama prosesi olup, özelliği aşağıdaki adımları içermesi ile karakterize edilmesidir:
 - a. silis dispersiyonunun hazırlanması,
 - 30 b. hidrofilik silis tozunu elde etmek için adım a'daki dispersiyonun kurutulması,
 - c. 100 ila 170°C arasında bir sıcaklıkta adım b'deki silis tozunu olgunlaştırma işlemi, adım c'deki sıcaklık, adım b'deki sıcaklıktan daha yüksektir,
 - d. adım c'deki silis tozunun su geçirmez hale getirilmesi.
7. İstem 6'ya göre hidrofobik silisin hazırlanma prosesi olup özelliği, adım a'daki

35

silis dispersiyonunun, alkoksi silanın veya alkalin su camı ile asidin reaksiyonuyla hazırlanması ile karakterize edilmesidir.

- 5 8. İstemler 6 veya 7'den birine göre hidrofobik silisin hazırlanma prosesi olup özelliği, adım b'deki kurutma işleminin dondurucu bir kurutucuda gerçekleştirilmesi ile karakterize edilmesidir.
- 10 9. İstemler 6 ila 8'den birine göre hidrofobik silisin hazırlanma prosesi olup özelliği, adım c'deki olgunlaştırma işleminin bir kurutma fırınında gerçekleştirilmesi ile karakterize edilmesidir.
- 15 10. İstemler 6 ila 9'dan birine göre hidrofobik silisin hazırlanma yöntemi olup özelliği, adım d'deki hidrofobize etme işleminin, adım c'deki silisin üzerine hidrofobize edici bir ajanın püskürtülmesi yoluyla gerçekleştirilmesi ile karakterize edilmesidir.
- 20 11. İstem 10'a göre hidrofobik silisin hazırlanma prosesi olup özelliği, hidrofobize edici ajanın, bir alkilsilan, polidimetil siloksan veya silazan olması ile karakterize edilmesidir.
- 25 12. İstemler 1 ila 5'ten herhangi birine göre en az bir hidrofobik silis tozu içeren elektrofotografi için toner bileşimidir.

TARİFNAME

ELEKTROFOTOGRAFİK TONER BİLEŞİMİ İÇİN HİDROFOBİK SİLİS

Buluş hidrofobik silisle, hazırlanma yöntemiyle ve tonerde kullanımıyla ilgilidir.

5

Kopya makineleri lazer yazıcıları ve benzerleri gibi elektrofotografik teknolojiyi kullanan ofis otomasyon ekipmanları elektrofotografik bir yıkayıcı aracılığıyla görüntüler oluşturmaktadır. İki bileşen sistemli bilinen elektrofotografik yıkayıcılar renkli inde reçine tozu ve bir taşıyıcı içeren bir toner kullanmaktadır. Taşıyıcı manyetik veya manyetik olmayan parçacıklardan oluşmaktadır; bu toneri elektrik gücüyle doldurma ve taşıma işlevi görmektedir. Toner ve taşıyıcı harekete geçirilmektedir ve bir yıkayıcı makinesinde birbirine karıştırılmaktadır ve karşılıklı sürtünme sonucunda elektrik gücüyle şarj edilmektedir. Işıklamayla oluşturulan elektrostatik gizli görüntü bu şarjın kullanılmasıyla geliştirilmektedir.

15

Toner ince toz formunda olduğu için, akışkanlık gibi toz özellikleri ve doldurma özellikleri ayrıca önemlidir, böylelikle elektrofotografik işlemde yeterli ölçüde işlev görebilmektedir. Parçacık büyüklüğü olarak 10 µm veya daha büyük olduğu için, saf ezilmiş parçalar olduklarından geleneksel tipteki toner tutularak kullanılmaktaydı. Güncel tipte toner çok daha gelişmiş baskı kalitesiyle gerçekleştirilmektedir, çünkü bunlar 5 ila 8 µm arasında parçacık büyüklüğüne sahip ince toz formundadırlar. Bu tonerlerin çeşitli dış katkı maddelerine ihtiyacı vardır.

Toner tribo-elektrostatik yük kontrol edildiği için, yükün çeşitli çevre koşulları altında sabit olması gerekmektedir. Tonerin kullanıldığı ortamlar genellikle nispi nemi %20 civarında olan düşük nemli ortam ile nispi nemi %80 veya daha fazla olan yüksek nemli ortamı arasındadır. Yük toner reçinesindeki entegre yük kontrol maddeleriyle ve dış katkı maddeleriyle kontrol edilmektedir. Özellikle, dış katkı maddeleri çok önemli rol oynamaktadır.

30

Geleneksel olarak genelde yıllardır kullanılan dış katkı maddeleri yüzey-değiştirilmiş silis gibi metal oksit parçacıkları ve bir kurutma yöntemiyle üretilen titanyadır, çünkü bunlar az kümelenme eğilimi göstermektedir ve toner yüzeyi üzerinde düzgün biçimde dağılmaları kolaydır (JP S58-132757 A, JP S59-034539 A, JP H10-312089 A).

35

JP 2002-108001 A, sol-gel yöntemi olarak adlandırılan bir yöntemle üretilen ince silis tozunun toner parçacıklarına eklenmesini önermektedir. Bu yöntemlerin uygun çevre koşulları altında kesinlikle mükemmel baskı görüntüleri sağlayabilmesine rağmen, ince silis tozunun özellikleri yüzeyin üzerinde kalan silanol grupları sebebiyle nem emme eğilimine sahiptir. Silanol grupları nemi çekebilmektedir, bu tonerdeki elektrostatik yükün bozulmasını ve dolayısıyla yüksek nemli ortamda baskı görüntüsünün nedenini açıklamaktadır.

EP1031885 A, hidrofobik ince silis tozu içeren bir toneri açıklamaktadır. DE102007035951 A, silanlarla yapılan işleme su geçirmez hale getirilen, $>1,1$ karbon içeriğine sahip ince hidrofobik silisi açıklamaktadır. EP1316589 A, silan işlemiyle su geçirmez hale getirilen hidrofobik silisi açıklamaktadır.

Mevcut buluşun amacı ortamdaki neme eşi görülmemiş şekilde duyarsız olan bir silis tozunu sağlamaktır. Bu tonerlerde oldukça üstün bir dış katkı maddesinin oluşturulmasında faydalıdır.

Yukarıda belirtilen amaçlara aşağıdaki tarifnamede, örneklerde ve istemlerde daha detaylı olarak tanımlanan silis tozuyla ulaşılmaktadır.

20

Mevcut buluş bu sebeple aşağıdaki fizyokimyasal özelliklerle karakterize edilen hidrofobik silis tozuyla ilgilidir:

- ortalama birincil parçacık büyüklüğü (D), TEM ile belirlendiği gibi 30-2000 nm, tercihen 40-1000 nm, özellikle tercihen 50-400 nm, çok özellikle tercihen 50-200 nm'dir,
 - $B \cdot D < 430$ nm, tercihen < 375 nm'dir, özellikle tercihen 65 ila 350 nm arasındadır, 25°C'de suyun denge buhar basıncına suyun kısmi basıncı %80 olduğunda B, silis üzerinde absorbe edilen su buharının % ağırlığını belirtirken (ağırlıkça %100), D silis tozunun nm cinsinden ortalama birincil parçacık büyüklüğünü göstermektedir,
 - $B / C < 2.7$, tercihen < 2.5 'dir, özellikle tercihen 1.0 ila 2.4 arasındadır, 25°C'de suyun denge buhar basıncına suyun kısmi basıncı %20 olduğunda C, silis üzerinde absorbe edilen su buharının % ağırlığını belirtirken (ağırlıkça %100),
- ve

35

- karbon içeriği > ağırlıkça %0.30, tercihen > ağırlıkça %0.40, özellikle tercihen ağırlıkça %0.50 ila %5.00 arasındadır.

5 Mevcut buluştaki hidrofobik silis tozuna ait birincil parçacıkların en boy oranı 1.0-1.5, tercihen 1.0-1.3, özellikle tercihen 1.0-1.2 olabilmektedir.

Mevcut buluştaki hidrofobik silisin hidrofobisitesi %50'den daha fazla, tercihen %55'ten daha fazla, özellikle tercihen %63'ten daha fazla olabilmektedir.

Mevcut buluştaki hidrofobik silisin pH değeri 2.5 ila 9.5 arasında, tercihen 3.5 ila 8.5 arasında, özellikle tercihen 4.5 ila 8.0 arasındadır.

10 Mevcut buluştaki hidrofobik silis bir toz olabilmektedir.

Mevcut buluştaki hidrofobik silis koloidal silis olabilmektedir.

15 Mevcut buluştaki hidrofobik silis tozu sayesinde elektrofotografik tonerin basılan görüntüde sabit kaliteye yol açan sabit elektro statik yük kazandırabildiği çevresel nemden eşi görülmemiş şekilde etkilenmemektedir.

Mevcut buluş bunun yanında mevcut buluştaki hidrofobik silisin hazırlanma yöntemiyle ilgilidir.

- 20
- a. silis dispersiyonunun hazırlanması,
 - b. hidrofilik silis tozunu elde etmek için adım a'daki dispersiyonun kurutulması,
 - c. 100 ila 170°C arasında bir sıcaklıkta adım b'deki hidrofilik silis tozunun olgunlaştırma işlemi ve adım c'deki sıcaklık adım b'deki sıcaklıktan daha yüksektir,
 - d. adım c'deki silis tozunun su geçirmez hale getirilmesi.

25

Adım a'daki silis dispersiyonu tekil dağılımlı bir koloidal silis dispersiyonu olabilmektedir. Tekil dağılımlı koloidal silis dispersiyonu sol-gel yöntemi veya Stöber yöntemi olarak bilindiği gibi alkoksil silanın (Werner Stöber, Arthur Fink, Ernst Bohn, Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range, Journal of Colloid and Interface Science, Vol.26, pp. 62-69 (1968)) veya koloidal yöntemle alkalın su camının ve asidin (K Ralph K. Iler, The Chemistry of Silica, Wiley, New York, pp. 331-337 (1979)) kullanılmasıyla elde edilmektedir. Asit örneğin hidroklorik asit veya sülfürik asit olabilmektedir. Bu tekil dağılımlı koloidal silis dispersiyonları genellikle bilinmektedir ve suda ve/veya organik çözücüde dispersiyon olarak ticari olarak elde edilebilmektedir. Evonik Industries AG'den elde edilebilen sulu dispersiyonlar örneğin

30

35

IDISIL™ EM13530P, EM7530P veya EM5530P'dir.

Silis dispersiyonu örneğin kurutma fırını, döner buharlaştırıcı, kanatlı kurutucu, donmalı kurutucu, akışkan yataklı kurutucu ve sprey kurutucu aracılığıyla adım b'deki genellikle bilinen yöntemlerle kurutulabilmektedir. Dispersiyonun iyonu tercihen bir katyon değiştiriciyle adım b'den önce alınmaktadır, böylelikle 2.2-3.8, tercihen 2.4-3.5, özellikle tercihen 2.5-3.2 pH değeri elde edilmektedir. Yukarıdaki doğrudan kurutma yönteminin yanı sıra, silis tozu ayrıca bir presli filtre kullanılarak dispersiyondan filtre çamurunun kurutulmasıyla elde edilebilmektedir. Bilinen herhangi bir madde filtre işleminden önce çökelmeyi, jelleşmeyi veya kümelenmeyi arttırmak için eklenebilmektedir. Bilinen herhangi bir araç kuru filtre çamuruna uygulanabilmektedir. Kurutma yöntemindeki (b) ortam sıcaklığının adım c'deki sonraki olgunlaştırma adımından daha düşük tutulması gerektiği belirtilmelidir. Adım b'deki kurutma işlemi tercihen 150°C'den daha düşük bir sıcaklıkta, özellikle tercihen 130°C'den daha düşük bir sıcaklıkta, özellikle tercihen -30°C - 100°C arasında bir sıcaklıkta gerçekleştirilebilmektedir. Adım b'deki kurutma adımı tercihen donmalı kurutucuda, çevre sıcaklığı altındaki kurutma fırınında veya düşük basınç altında döner buharlaştırıcıda gerçekleştirilebilmektedir. Adım b'deki silis silisin nemi ağırlıkça %5.0'dan daha az, tercihen ağırlıkça %3.0'dan daha az olana kadar kurutulabilmektedir.

20

Daha sonra, adım b'deki kurutulmuş silis su geçirmez hale getirilmeden önce olgunlaştırma işlemine (adım c) tabi tutulmaktadır ve yüzeydeki silanol grubu sayısı kontrol altında azalmaktadır. Özellikle, komşu silanol grupları bu silanol gruplarını geometrik olarak ayrılan yüzeyin üzerinde bırakmak üzere yoğunlaşmaktadır. Adım c herhangi bir katalizör veya katalizör olmadan kontrollü sıcaklıkta ve nemde yapılabilmektedir. Bu 100°C-170°C sıcaklıkta, tercihen 110°C-160°C sıcaklıkta gerçekleştirilmektedir. Sonraki olgunlaştırma adımındaki (c) sıcaklık kurutma adımındakinden (b) daha yüksek olacak şekilde en az 10°C, tercihen en az 30°C, daha tercihen en az 50°C, özellikle tercihen en az 70°C olabilmektedir. Adım c'deki silis silisin nemi <%2.0, tercihen <%1.5 olana kadar olgunlaştırılabilir. Adım c'deki olgunlaştırma işlemi ortam sıcaklığında veya nitrojen veya argon gibi atıl bir gaz altında gerçekleştirilebilmektedir.

Özellikle sınırlandırılmamasına rağmen, mevcut buluşa göre olan hidrofobik silisi elde etmek için adım d'de kullanılan hidrofobik maddeler silazanlar, siklik organosiloksanlar,

35

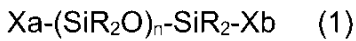
silikon yağları ve silan bağlanma maddeleri olabilmektedir.

Silazanlar, hekzametildisilazan (HMDS), hekzaetildisilazan, tetrametildisilazan, hekzabutildisilazan, hekzapropildisilazan, hekzapentildisilazan, 5 hekzametilsiklotrisilazan, 1,3-diviniltetrametildisilazan, oktametilsiklotetrasilazan ve diviniltetrametildisilazanı içermektedir.

Siklik organosiloksanlar, hekzafenilsiklotrisiloksan, oktafenilsiklotetrasiloksan, tetraviniltetrametilsiklotetrasiloksan, hekzametilsiklotrisiloksan, 10 oktametilsiklotetrasiloksan, pentametilsiklotetrasiloksan, tetrametilsiklotetrasiloksan, oktametilsiklotetrasiloksan, dekametilsiklopentasiloksan, dodekametilsikloheksasiloksan, tetrametiltetrahidrojensiklotetrasiloksan, tetrametiltetratrifloropropilsiklotetrasiloksan, tetrametiltetratrifloropropilsiklotetrasiloksan ve pentametilpentatrifloropropilsiklopentasiloksanı içermektedir.

15

Silikon yağları, dimetilpolisiloksan, metilfenilpolisiloksan, metilhidrojenpolisiloksan, metiltrimetikon, metilsiloksan/metilfenilsiloksan kopolimerleri gibi düşük viskoziteden yüksek viskoziteye organopolisiloksanları ve benzerlerini içermektedir. Buna ek olarak, ayrıca yüksek polimerizasyon dereceli kauçuk benzeri dimetilpolisiloksanlar, stearoksi 20 silikonlar veya benzerleri gibi yüksek alkoksi-değiştirilmiş silikonlar, yüksek yağ asidi-değiştirilmiş silikonlar, alkil-değiştirilmiş silikonlar, amino-değiştirilmiş silikonlar, florin-değiştirilmiş silikonlar ve benzerlerinin kullanılması mümkündür. Ayrıca bir uçta veya her iki uçta reaktif fonksiyonel bir gruba sahip organopolisiloksanların kullanılması mümkündür. Aşağıdaki formül (1) ile ifade edilen bu organopolisiloksanlar kullanım için 25 uygundur:



Formüldeki R grubu, metil grubu veya etil grubu içeren bir alkil grubu olarak aynı veya 30 farklı olabilmektedir; bunun bir kısmı vinil grubu, fenil grubu ve amino grubu dahil olmak üzere fonksiyonel gruplardan birini içeren bir alkil grubuyla değiştirilebilmektedir, Xa ve Xb grupları aynı veya farklı olabilmektedir ve halojen atomu, hidroksil grubu, alkoksi grubunu içeren fonksiyonel reaktif gruplardır. n, siloksan bağlantısının polimerizasyon derecesini gösteren bir tamsayıdır ve 1 ila 1000 arasındadır.

35

Silan bağlayıcı grupları örneğin 1,3-diviniltetrametildisiloksan, 1,3-difeniltetrametildisiloksan, 3-aminopropiltrimetoksisilan, 3-aminopropilmetildietoksisilan, i-butiltrietoksisilan, i-butiltrimetoksisilan, i-propiltrietoksisilan, i-propiltrimetoksisilan, N-beta (aminoetil) gama-aminopropiltrimetoksisilan, N-beta (aminoetil) gamaaminopropilmetildimetoksisilan, n-oktadesiltrimetoksisilan, N-fenil-gama-aminopropiltrimetoksisilan, n-butiltrimetoksisilan, n-propiltrietoksisilan, n-propiltrimetoksisilan, n-hekzadesiltrimetoksisilan, o-metilfeniltrimetoksisilan, p-metilfeniltrimetoksisilan, tert-butildimetilklorosilan, a-kloroetiltriklorosilan, beta-(3,4-epoksisiklohekzil) etiltrimetoksisilan, beta-(2-aminoetil) aminopropiltrimetoksisilan, gama-(2-aminoetil) aminopropilmetildimetoksisilan, gama-anilinopropiltrimetoksisilan, gamamainopropiltrietoksisilan, gama-aminopropiltrimetoksisilan, gama-glisidoksi-propiltrimetoksisilan, gama-glisidoksi-propilmetildietoksisilan, gama-glisidoksi-propilmetildimetoksisilan, gama-kloropropiltrimetoksisilan, gama-kloropropilmetildimetoksisilan, gama-metakriloksi-propiltrimetoksisilan, gama-mersaptopropiltrimetoksisilan, aminopropiltrietoksisilan, aminopropiltrimetoksisilan, alildimetilklorosilan, aliltroetoksisilan, alilfenildiklorosilan, izobutiltrimetoksisilan, etiltrietoksisilan, etiltriklorosilan, etiltrimetoksisilan, oktadesiltrietoksisilan, oktadesiltrimetoksisilan, oktiltrimetoksisilan, klorometildimetilklorosilan, dietilaminopropiltrimetoksisilan, dietildietoksisilan, dietildimetoksisilan, dioktilaminopropiltrimetoksisilan, difenildietoksisilan, difenildiklorosilan, difenildimetoksisilan, dibutilaminopropildimetoksisilan, dibutilaminopropiltrimetoksisilan, dibutilaminopropilmonometoksisilan, dipropilaminopropiltrimetoksisilan, dihekzildietoksisilan, dihekzildimetoksisilan, dimetilaminofeniltrietoksisilan, dimetiletoksisilan, dimetildietoksisilan, dimetildiklorosilan, dimetildimetoksisilan, desiltrietoksisilan, desiltrimetoksisilan, dodesiltrimetoksisilan, trietiletoksisilan, trietilklorosilan, trietilmetoksisilan, triorganosilil akrilat, tripropiletoksisilan, tripropilklorosilan, tripropilmetoksisilan, trihekziletoksisilan, trihekzilklorosilan, trimetiletoksisilan, trimetilklorosilan, trimetilsilan, trimetilsililmersaptan, trimetilmetoksisilan, trimetoksisilil-gama-propilfenilamin, trimetoksisilil-gama-propilbenzilamin, naftiltrietoksisilan, naftiltrimetoksisilan, noniltrietoksisilan, hidroksi-propiltrimetoksisilan, vinildimetilasetoksisilan, viniltriasetoksisilan, viniltrietoksisilan, viniltriklorosilan, viniltris (beta-metoksietoksi) silan, viniltrimetoksisilan, feniltrietoksisilan, feniltriklorosilan, feniltrimetoksisilan, butiltrietoksisilan, butiltrimetoksisilan, propiltrietoksisilan, propiltrimetoksisilan, bromometildimetilklorosilan, hekzametildisiloksan, hekziltrimetoksisilan,

benzildimetilchlorosilan, pentiltrimetoksisilan, metakriloksietildimetil (3-trimetoksisililpropil) amonyum klorid, metilrietoksisilan, metilriklorosilan, metiltrimetoksisilan, metilfenildimetoksisilan ve monobutilaminopropiltrimetoksisilani içermektedir.

- 5 Bu hidrofobik maddeler bağımsız olarak ya da başka bir maddeyle veya diğer maddelerle birlikte kullanılabilir.

Adım c'deki hidrofilik silis tozunun su geçirmez hale getirilmesi açıkça bilinen yöntemlerle gerçekleştirilebilir. Kurutma işlemi düşünüldüğünde, örneğin hidrofobik madde silise püskürtülebilmektedir ya da karıştırılırken veya akış gazıyla akışkan duruma getirilirken reaksiyon kabına buhar formunda sokulabilir. Islatma adımında, adım c'deki silis toluen gibi bir çözücüde dağıtılabilir ve daha sonra ısıtılabilir veya hidrofobik bir maddenin eklenmesinden sonra gerektiği gibi geri akışla ısıtılabilir. Ya da ayrıca çözücünden damıtıldıktan sonra yüksek sıcaklıklarda ısıtılabilir. İki veya daha fazla hidrofobik madde kullanıldığında, hidrofobizasyon yönteminde de herhangi bir sınırlama uygulanmamaktadır; böylelikle bunlar reaksiyona aynı zamanda veya ardışık olarak koyulabilir.

Adım d'deki hidrofobizasyon işlemi tercihen hidrofobik bir maddenin adım c'deki silisin üzerine püskürtülmesiyle gerçekleştirilebilir.

Hidrofobik madde tercihen bir alkilsilan, bir polidimetil siloksan veya bir silazan, özellikle tercihen oktiltrimetoksisilan veya heksametilsilazan olabilir.

Gerektiğinde mevcut buluştaki silis örneğin kurutma adımından (adım b), olgunlaştırma adımından (adım c) veya hidrofobizasyon adımından (adım d) sonra herhangi bir zamanda herhangi bir öğütme işlemine tabi tutulabilir. Bu ayrıca birden fazla kez yapılabilir. Özellikle tercih edilen püskürtmeli bir öğütücü içeren öğütme sistemidir; burada öğütme sistemindeki öğütücü gaz ve/veya buhar, tercihen buhar ve/veya buhar içeren gazdan oluşan gruptan seçilen bir işlem aracıyla öğütme aşamasında çalıştırılarak karakterize edilmektedir ve öğütme haznesi örneğin işlem aracıyla gerçek işlemden önce ısıtma aşamasında ısıtılacak şekilde karakterize edilmektedir, böylelikle öğütme haznesindeki ve/veya öğütücü çıkışındaki sıcaklık buharın ve/veya işlem aracının yoğunlaşma noktasından daha yüksektir.

35 Mevcut buluş bunun yanında yeni hidrofobik silis tozu içeren bir toner bileşimiyle

ilgilidir. Mevcut buluşa göre olan toner bileşimi Henschel mikseri gibi bir karıştırıcı aracılığıyla yeni hidrofobik silis tozuyla renkli parçacıkların karıştırılmasıyla elde edilebilmektedir.

- 5 Renkli parçacıklar bağlayıcı bir reçine ve bir renklendirici madde içerebilmektedir. Bunların üretim yöntemi özel bir sınırlamaya tabi değildir, ancak bunlar tipik olarak örneğin öğütme işlemiyle (içerisinde renklendirici maddenin bağlayıcı reçine bileşeni olarak termoplastik reçinede eritildiği ve bir bileşim oluşturmak için düzgün bir dispersiyon için karıştırıldığı işlem, bu daha sonra öğütülmektedir ve renkli parçacıkları
- 10 elde etmek için sınıflandırılmaktadır) veya polimerizasyon işlemiyle (içerisinde renklendirici maddenin eritildiği veya bağlayıcı reçine için ham malzeme olarak polimerleştirilebilir bir monomere dağıtıldığı ve daha sonra polimerizasyon başlatıcının eklenmesinden sonra bir dispersiyon sabitleyici içeren su bazlı bir dispersiyon aracında askıda bırakıldığı ve süspansiyonun polimerizasyon tamamlandıktan sonra filtrasyon,
- 15 durulama, su giderme ve kurutma yoluyla renkli parçacıkları elde etmek için polimerizasyonu başlatmak üzere önceden belirlenen bir sıcaklığa ısıtıldığı işlem) üretilmektedir.

- Bu bağlayıcı reçineler örneğin stiren polimerleri ve polistiren, poli-p-klorostiren ve
- 20 polivinil toluen gibi değişim ürünleri, stiren-p-klorostiren, stiren-propilen, stiren-viniltoluen, stiren-vinilnaftalen, stiren-metil akrilat, stiren-etil akrilat, stiren-butil akrilat, stiren-oktil akrilat, stiren-metil metakrilat, stiren-etil metakrilat, stiren-butil metakrilat, stiren-alfa-metil klorometakrilat, stiren-akrilonitril, stiren-vinilmetileter, stiren-viniletileter, stiren-vinilmetilketon, stirenbutadien, stiren-izopren, stiren-akrilonitril-inden, stiren-
- 25 maleik asit ve stiren maleat gibi stiren kopolimerleri, polimetil metakrilat, polivinil klorid, polivinil asetat, polietilen, polipropilen, polyester, poliüretan, poliamid, epoksi reçineleri, polivinil butiral, poliakrilik reçineler, rosin, değiştirilmiş rosin, terpen reçineleri, fenol reçineleri, alifatik reçineler veya alisiklik hidrokarbon reçineleri ve aromatik petrol reçineleri gibi tonerler için bir süre yaygın olarak kullanılan reçineleri içermektedir.
- 30 Bunlar bağımsız olarak veya karışımla kullanılabilir. Açıkça bilinen kalıp salma maddesi, antistatik madde ve benzerleri ayrıca mevcut buluşun amacından ayrılmadan aralıktaki sözü edilen reçinelere eklenebilmektedir.

- Her pigment ve/veya karbon siyahı ve titanyum beyazı içeren boya renkli parçacıklarda
- 35 bulunan renklendirici madde olarak kullanılabilir. Renkli parçacıklar herhangi bir

manyetik malzeme içerebilmektedir. Burada kullanılan malzemeler magnetit, gama-demir-oksit, ferrit ve demiri fazla ferrit gibi demir oksitleri, demir, kobalt ve nikel gibi metalleri veya sözü edilen metallerle alüminyum, bakır, magnezyum, kalay, çinko, kalsiyum, titanyum, tungsten veya vanadyum gibi metallerden oluşan karışımlarını ve alaşımlarını içermektedir.

5

Mevcut buluşa göre olan her toner bileşimi tek bileşenli bir toner olarak kullanılabilir. Bu ayrıca iki bileşenli toner olarak kullanılmak üzere bir taşıyıcıyla karıştırılabilir.

10 Elektrofotografik yöntemde, tonerin şarj edici hammaddeyle sürtünerek hemen şarj edilmesi gerekmektedir ve toner şarjının zaman olarak ve sıcaklık ve nem gibi çevresel koşullar altında sabit olması gerekmektedir. Genelde toner malzemesi stiren-akrilik veya polyester reçine içerebilmektedir.

15 Stiren-akrilik reçineler stiren ve akrilat ester ve/veya metakrilat ester kopolimeridir ve örneğin stiren-metil akrilat, stiren-etil akrilat, stiren-butil akrilat, stiren-oktil akrilat, stiren-metil metakrilat, stiren-etil metakrilat veya stiren-butil metakrilatı içermektedir.

Polyester reçineleri polihidrik alkolden ve polibazik asitten oluşmaktadır ve gerektiği gibi bir monomer bileşiminin polimerleştirilmesiyle elde edilmektedir; burada en azından polihidrik alkol ya da polibazik asit üç değerli veya çok değerli bir bileşen (çapraz bağlanma bileşeni) içermektedir. Bu polyester reçineler bilinen herhangi bir yöntemle sentezlenebilir. Spesifik olarak, reaksiyon koşulu reaksiyon sıcaklığı (170-250°C) ve reaksiyon basıncı (5 mmHg ila olağan basınç) gibi kullanılan monomerin reaktifliğine göre seçilebilir ve önceden tanımlanan özellikler elde edildiğinde durdurulabilir.

20

25

Polyester reçineleri sentezlemek için kullanılan dihidrik alkoller örneğin etilen glikol, trietilen glikol, 1,2-propilen glikol, 1,3-propilen glikol, 1,4-butandiol, neopentil glikol, 1,4-butandiol, 1,4-bis (hidroksimetil) sikloheksan, bisfenol A, hidrojenize bisfenol A, polioksietilen bisfenol A, polioksipropilen (2,2)-2,2'-bis(4-hidroksifenil) propan, polioksipropilen (3,3)-2,2-bis (4-hidroksifenil) propan, polioksietilen (2,2)-2,2-bis (4-hidroksifenil) propan veya polioksipropilen (2,2)-2,2'-bis (4-hidroksifenil) propanı içermektedir.

30

35

Polyesterlerin çapraz bağlanmasına dahil edilen trihidrik veya polihidrik alkoller örneğin sorbitol, 1,2,3,6-hekzantetrol, 1,4-sorbitan, pentaeritrol, dipentaeritrol, tripentaeritrol, sukroz, 1,2,4-butandiol, 1,2,5-pentantriol, gliserol, 2-metilpropanetriol, 2-metil-1,2,4-butantriol, trimetilol etan, trimetilol propan veya 1,3,5-trihidroksimetil benzeni
5 içermektedir.

Polibazik asitler örneğin maleik asit, fumarik asit, sitrakonik asit, itakonik asit, glutakonik asit, ftalik asit, izoftalik asit, terefralik asit, siklohekzandikarboksilik asit, sukkinik asit, adipik asit, sebakik asit, azelaik asit, malonik asit, alkenilsukkinik asitler,
10 örneğin n-dodesenilsukkinik asit ve n-dodesilsukkinik asit, alkilsukkinik asitler, diğer iki değerli organik asitler ve anhidridler sözü edilen asitlerin düşük alkil esterini içermektedir.

Polyesterlerin çapraz bağlanmasına dahil edilen üç değerli veya çok değerli polibazik
15 asitler örneğin 1,2,4-benzenkarboksilik asit, 1,2,5-benzentrikarboksilik asit, 1,2,4-sikloheksantrikarboksilik asit, 2,5,7-naftalentrikarboksilik asit, 1,2,4-naftalentrikarboksilik asit, 1,2,5-hekzantrikarboksilik asit, 1,3-dikarboksil-2-metil-2-metilenkarboksipropan, tetra (metilenkarboksil) metan, 1,2,7,8-oktantetrakarboksilik asit ve yukarıdakilerin anhidridlerini içermektedir.

20

Yeni hidrofobik silisin avantajı ortamdaki neme duyarsız olmasıdır.

Ortalama birincil parçacık büyüklüğü ve en boy oranı

25 Ortalama birincil parçacık büyüklüğü aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır. Her birincil parçacığın uzun ve kısa eksenini 100,000 kez büyütülerek bir transmisyon elektron mikroskopuyla görüntülerin analiz edilmesiyle silis tozundan rastgele seçilen 1,000'den fazla parçacık için ölçülmektedir. Uzun ve kısa eksenin toplam parçacık büyüklüğü
30 ortalama birincil parçacık büyüklüğünü vermek için (2* parçacık sayısına) bölünmektedir.

En boy oranı (toplam uzun eksen) / (toplam kısa eksen) ile verilmektedir.

Absorbe edilen nem ölçümü

35 Yüzey-değiştirilmiş hidrofobik silisin nem emme miktarı 25°C'de BELSOROP-max

kullanılarak belirlenmektedir. Her örnek ön işlem olarak absorbe edilen nemi ortadan kaldırmak için 3 saat süreyle 10 Pa'dan daha az basınç altında 150°C'de ısıtılmaktadır. Su buharı emme miktarı dengeli su buharı basıncına ilgili %20 (C) ve %80 (B) su buharı basıncı altında 25°C'de ölçülmektedir.

5

Tonerin tribo-elektrostatik yükünün ölçülmesi

2 g toner örneği ve 48 g ferrit taşıyıcı cam bir konteynere (75 ml) koyulmaktadır ve sırasıyla HH ortamında ve LL ortamında 24 saat hareketsiz tutulmaktadır. HH ortamı burada 40°C sıcaklığa ve %85 nispi neme sahip olan atmosfer anlamına gelmektedir; buna karşın LL ortamı 20°C sıcaklığa ve %20 nispi neme sahip olan atmosfer anlamına gelmektedir. Sözü edilen ortamda 24 saat saklandıktan sonra, karışım sırasıyla bir TURBULA® çalkalayıcı-karıştırıcı aracılığıyla 5 dakika çalkalanmaktadır. Daha sonra, bu karışımın 0.2 gramı alınmaktadır ve her HH ve LL ortamında toner bileşiminin yük miktarını elde etmek üzere yük boşaltma ölçüm cihazı TB-200 (Toshiba Chemical) aracılığıyla 1 dakika için hava üflenmektedir.

15

Hidrofobisite

Öncelikle, 1 g hidrofobik silis tozu tartılmaktadır ve 200 ml'lik bir ayırma hunisine yerleştirilmektedir ve 100 ml saf su eklenmektedir. Bunun üzerine bir kapak koyulduktan sonra, karışım 10 dakika süreyle türbülanslı bir mikserle çalkalanmaktadır. Daha sonra karışım 10 dakika süreyle hareketsiz tutulmaktadır. Bu alt tortu katmanının 20 ila 30 ml'si huniden ayrılmaktadır. Oluşan su katmanının bir kısmı daha sonra bir renk ölçere yerleştirilen 10 mm kuvars hücreye bölünmektedir. Hidrofobisite (%) 500 nm dalga boyuyla ışık geçişi (%) olarak ölçülmektedir.

25

Karbon içeriği

Örneklerdeki ve karşılaştırmalı örneklerdeki hidrofobik silis tozunun karbon içeriği ISO3262-19 aracılığıyla ölçülmüştür.

30

Hidrofilik silis tozunun pH değeri

4 g hidrofilik silis tozu manyetik bir karıştırıcıyla 100 g iyonu giderilmiş suda

35

dağıtılmaktadır. Dispersiyonun pH değeri bir pH ölçer ile ölçülmektedir.

Hidrofobik silis tozunun pH değeri

- 5 4 g hidrofobik silis tozu manyetik bir karıştırıcıyla 50 g metanol ve 50 g iyonu giderilmiş su karışımında dağıtılmaktadır. Dispersiyonun pH değeri bir pH ölçer ile ölçülmektedir.

Nem içeriği

- 10 1 g silis tozu bir tartı kabında tartılmaktadır ve kapaksız bir kurutma haznesinde 105°C'de iki saat süreyle ısıtılmaktadır. Isıtma işleminden sonra, kap bir kapakla kapatılmaktadır ve 20°C'ye soğutmak için bir kurutma cihazında saklanmaktadır. Silis tozunun ağırlığı tartılmaktadır. Tozun ağırlık kaybı nem içeriğini belirlemek için örneğin ilk ağırlığına bölünmektedir.

15

Örnekler

Buradan itibaren, mevcut buluş Örneklerle ve Karşılaştırmalı Örneklerle gönderme yapılarak daha spesifik olarak açıklanmaktadır.

20

Ticari olarak elde edilebilen sulu dispersiyonlar IDISIL™ EM13530P, EM7530P veya EM5530P'nin iyonu (Evonik Industries AG) bir katyon değiştiricisiyle (Lanxess AG'den satın alınan Lewatit® S 108 H) giderilmiştir; böylelikle 2.5-3.0 pH değeri elde edilmiştir. Bunun ardından dispersiyon sıvı nitrojenle dondurulmuştur ve birinci kurutma adımında 10 saatten fazla bir süre için Christ Alpha 2-4 LDplus Donmalı Kurutucu ile 0.2 mbar basınçta oda sıcaklığı altına dondurularak kurutulmuştur. İkinci kurutma adımı için, basınç hidrofilik silis tozunu vermek üzere en az 2 saat süreyle 0.005 mbar değerine düşürülmüştür.

30

Toz, bir kurutma fırınında Tablo 1'de belirtilen sıcaklıkta 1 saat süreyle olgunlaştırma işlemine tabi tutulmuştur.

Reaksiyon konteynerinde, adım c'den 100 parça ağırlığında olgunlaştırılmış silis eklenmiştir. Toz karıştırılarak sıvılaştırılmıştır. Ağırlık olarak hidrofobik reaktif maddenin 35 açıklanan miktarı Tablo 1'de gösterildiği gibi nitrojen atmosferi altında bunun üzerine

püskürtülmüştür. Bu reaksiyon karışımı nitrojen atmosferi altında listelendiği gibi bir sıcaklıkta bir süre sıvılaştırılmıştır. Oluşan karışım hidrofobik silis tozunu vermek üzere soğutulmuştur.

5

Tablo 1

Örnek	Silis dispersiyonu	Olgunlaştırma		Yüzey modifikasyonu				Hidrofobisite (%)	pH
		Sıc. (°C)	Süre (saat)	Yüzey değiştirici	Miktar (parça)	Sıc. (°C)	Süre (saat)		
C 1	EM13530P	-	-	HDMS	5	200	1	22	8.3
C 2	EM13530P	90	1	HDMS	5	200	1	35	7.6
E 1	EM13530P	110	1	HDMS	5	200	1	66	7.5
E 2	EM13530P	130	1	HDMS	5	200	1	81	6.3
E 3	EM13530P	160	1	HDMS	5	200	1	79	6.6
C 3	EM13530P	190	1	HMDS	5	200	1	51	6.4
C 4	EM13530P	220	1	HMDS	5	200	1	42	6.4
C 5	EM13530P	90	1	OCTMO	5	200	1	45	4.9
E 4	EM13530P	130	1	OCTMO	5	200	1	80	4.7
E 5	EM13530P	160	1	OCTMO	5	200	1	83	4.9
C 6	EM7530P	90	1	HMDS	8	200	1	24	8.5
E 6	EM7530P	110	1	HMDS	8	200	1	64	7.0
E 7	EM7530P	130	1	HMDS	8	200	1	75	7.1
E 8	EM7530P	160	1	HMDS	8	200	1	77	6.9
C 7	EM7530P	190	1	HMDS	8	200	1	51	7.2
C 8	EM5530P	90	1	HMDS	10	200	1	36	6.9
E 9	EM5530P	110	1	HMDS	10	200	1	72	6.4
E 10	EM5530P	130	1	HMDS	10	200	1	70	6.5

Bir öğütme yöntemiyle üretilen 8 µm ortalama parçacık büyüklüğüne sahip negatif yüklü stiren-akrilik-reçineden oluşan iki bileşenli toner tozu kullanılmıştır. Tablo 2'deki toner tozu ve her silis tozu aşağıdaki denklemle hesaplanan orana sahip olacak şekilde birlikte karıştırılmıştır:

10

Silis (ağırlıkça parça) = Silis tozunun ortalama birincil parçacık boyutu (nm) / 40

Yukarıdaki karışım bir Henschel tipi mikser (Kawata MFG Co., Ltd.'den Super Mixer Piccolo SMP-2) eklenmiştir, daha sonra bir toner bileşimi elde etmek üzere 600 rpm'de 1 dakika ve ardından 3,000 rpm'de 3 dakika süreyle karıştırılmıştır.

- 5 Toner bileşiminin tribo-elektrostatik yükü HH ve LL koşulları altında ölçülmüştür. Sonuç Tablo 2'de gösterilmektedir. Yükün mutlak değeri herhangi bir örnek için LL'de her zaman daha büyüktür. Yük miktarlarıyla ilgili daha küçük oran çeşitli ortamlar altında daha sabit toner bileşimi anlamına gelmektedir.

10

Tablo 2

Örn.	Karbon içeriği (ağırlıkça %)	C (ağırlıkça %)	B (ağırlıkça %)	B/C	D (nm)	B*D (nm)	LL ($\mu\text{C}/\text{gr}$)	HH ($\mu\text{C}/\text{gr}$)	LL/HH
C 1	0.84	1.9	5.2	2.7	132	686	-14	-4.9	2.9
C 2	0.81	1.4	3.9	2.8	132	515	-20	-6.4	3.1
E 1	0.81	1.3	2.6	2.0	132	343	-22	-15	1.5
E 2	0.78	1.3	2.4	1.8	132	317	-22	-15	1.5
E 3	0.8	1.2	2.3	1.9	132	304	-23	-16	1.4
C 3	0.73	0.73	2.4	3.3	132	317	-29	-10	2.9
C 4*	0.65	0.71	2.4	3.4	132	317	-	-	-
C 5	1.6	1.2	3.3	2.8	132	436	-22	-6.5	3.4
E 4	1.4	0.81	1.3	1.6	132	172	-27	-19	1.4
E 5	1.4	0.74	1.3	1.8	132	172	-28	-18	1.6
C 6	1.5	2.6	7.9	3.0	77	608	-30	-3.5	8.6
E 6	1.3	2.2	4.5	2.0	77	347	-38	-24	1.6
E 7	1.3	2.1	3.9	1.9	77	300	-37	-21	1.8
E 8	1.4	1.7	3.9	2.3	77	300	-37	-22	1.7
C 7	1.2	1.2	3.9	3.3	77	300	-55	-20	2.8
C 8	1.5	3.1	10.7	3.5	55	589	-45	-8	5.6
E 9	1.6	2.7	5.8	2.1	55	319	-53	-29	1.8
E 10	1.4	2.7	5.7	2.2	55	314	-52	-30	1.7

*C4 toner parçacıklarının yüzeyinde dağılmayacak kadar çok kümelenmiştir.

Tablo 2'de, yeni hidrofobik silis tozları ortam nemine gelişmiş duyarsızlıkla sonuçlanan düşük LL/HH oranları göstermiştir.