



(10) **DE 10 2014 221 605 A1** 2015.04.30

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2014 221 605.2**

(22) Anmeldetag: **23.10.2014**

(43) Offenlegungstag: **30.04.2015**

(51) Int Cl.: **G03G 9/113** (2006.01)

G03G 9/08 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

14/066,254 **29.10.2013** **US**

(71) Anmelder:

Xerox Corporation, Norwalk, Conn., US

(74) Vertreter:

**Grünecker Patent- und Rechtsanwälte PartG
mbB, 80802 München, DE**

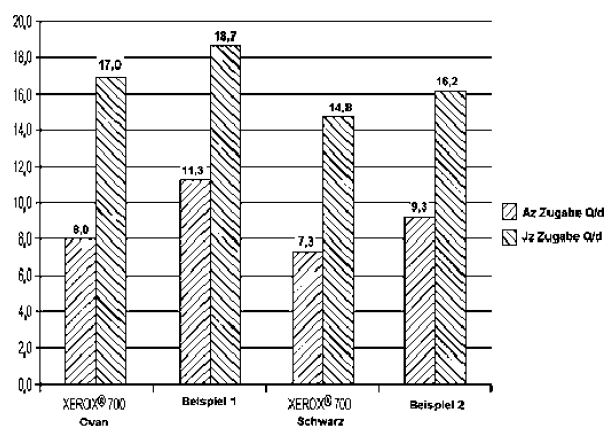
(72) Erfinder:

**Nosella, Kimberly D., Mississauga, Ontario, CA;
Sacripante, Guerino G., Oakville, Ontario, CA;
Zwartz, Edward G., Mississauga, Ontario, CA;
Veregin, Richard P.N., Mississauga, Ontario, CA;
Hawkins, Michael S., Cambridge, Ontario, CA;
Lawton, David J.W., Stoney Creek, Ontario, CA**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **HYBRID-EMULSIONSAGGREGATTONER**

(57) Zusammenfassung: Toneradditive, um gedruckten Bildern bestimmte Eigenschaften zu verleihen. Insbesondere Toneradditive, die gewünschte abstimmbare Glanzintensitäten bereitstellen. Die vorliegenden Toneradditive umfassen Polyolefine. Der Einbau derartiger Additive in Toner, insbesondere Emulsionsaggregations-(EA)-Toner, liefert Glanzkontrolle ohne irgendeinen signifikanten negativen Einfluss auf die Mindestfixiereigenschaften des Toners.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Offenbarung betrifft Toner und Verfahren, die zur Bereitstellung von Tonern brauchbar sind, die für elektrophotographische Vorrichtungen geeignet sind, einschließlich Vorrichtungen wie Digital-, Bild-auf-Bild- und ähnlichen Vorrichtungen. Die Offenbarung betrifft insbesondere Emulsionsaggregationstonzusammensetzungen, die zwei verschiedene Emulsionsaggregations-(EA)-Technologien verwenden. Die vorliegenden Ausführungsformen stellen nämlich einen Emulsionsaggregationstoner bereit, der ein Basisharz umfasst, das sowohl aus Styrol-Acrylat- als auch aus Polyesterharzen zusammengesetzt ist. Derartige Hybridemulsionsaggregationstonzusammensetzungen sind preisgünstiger, behalten jedoch erwünschte Tonereigenschaften bei, wie niedrige Mindestfixiertemperatur (MFT) und niedrigeren dielektrischen Verlust.

[0002] Emulsionsaggregationstoner können verschiedene Harze umfassen, die zur Bildung des Latex verwendet werden. Ein Emulsionsaggregationstonertyp liefert hohen Glanz und verwendet Styrol-Acrylat, ein preiswerteres Harz. Ein anderer Emulsionsaggregationstonertyp liefert eine bessere Fixierleistung (z. B. niedrigere Mindestfixiertemperatur (MFT) von etwa 20 °C) und verwendet Polyester als Basisharz. Die verwendeten Polyesterharze sind jedoch teuer. Die vorliegenden Ausführungsformen streben somit die Bildung eines Hybrid-Emulsionsaggregationstoners an, der die Vorteile von beiden Tonertypen kombiniert. Die vorliegenden Ausführungsformen ersetzen einen Teil des Polyesterharzes, das im Kern des niedriger fixierenden Toners verwendet wird, durch einen Teil des Styrol-Acrylats des Hochglanztoners. Eine derartige Hybridzusammensetzung stellt einen preiswerteren Toner bereit, der gute Fixierleistung und niedrigen dielektrischen Verlust beibehält.

[0003] Die vorliegenden Ausführungsformen stellen eine Tonerzusammensetzung bereit, umfassend eine Tonerzusammensetzung, umfassend: Tonerpartikel mit einem Kern, wobei der Kern ein Harz, ein Färbungsmittel und ein Wachs umfasst, wobei das Harz ein Styrol-Acrylat-Harz, ein kristallines Polyesterharz und ein amorphes Polyesterharz umfasst; und einem Mantel, der über dem Kern angeordnet ist.

[0004] Fig. 1 zeigt einen Graphen, der die Ladungsleistung der nach den vorliegenden Ausführungsformen hergestellten Toner illustriert, verglichen mit Kontrolltonern;

[0005] Fig. 2 illustriert die Druckglanzkurve von gemäß den vorliegenden Ausführungsformen hergestellten Tonern, verglichen mit Kontrolltonern; und

[0006] Fig. 3 zeigt die Falzfixier-MFT der nach den vorliegenden Ausführungsformen hergestellten Toner, verglichen mit Kontrolltonern.

[0007] Die vorliegenden Ausführungsformen liefert, wie bereits erörtert, einen Hybrid-Emulsionsaggregations-(EA)-Toner, wobei ein konventioneller Polyesterpartikelkern durch einen Anteil Styrol-Acrylat-Harz ersetzt wird. Die neue Tonerzusammensetzung hat somit Styrol-Acrylat im Kern sowie kristalline und amorphe Polyesterharze im Kern. Diese Harze werden zur Bildung der Latexemulsion verwendet und werden letztendlich in den resultierenden Partikelkern eingebaut. Der Mantel des Tonerpartikels umfasst Polyesterharz und spezieller kristallines Polyesterharz. Das Styrol-Acrylat-Harz ist ein preiswertes Harz, verglichen mit dem verwendeten Polyesterharz, und senkt dadurch die Gesamtproduktionskosten des Toners, während dennoch gute Fixierleistung, dielektrischer Verlust, Ladungsverhalten, Blockieren und Prozent Kohäsion erhalten werden.

[0008] In Ausführungsformen ist das Styrol-Acrylat-Harz in dem Tonerpartikelkern in einer Menge von etwa 5 bis etwa 35 oder etwa 10 bis etwa 35 oder etwa 20 bis etwa 35 Gew.% des Gesamtgewichts des Kerns vorhanden.

[0009] In Ausführungsformen können die Harze ein Polyesterharz, wie ein amorphes Harz, ein kristallines Harz und/oder eine Kombination davon sein, einschließlich der Harze, die in den US-Patenten Nr. 6,593,049 und 6,756,176 beschrieben sind, deren Offenbarungen hier jeweils durch Bezugnahme aufgenommen sind. Geeignete Harze können auch eine Mischung eines amorphen Polyesterharzes und eines kristallinen Polyesterharzes einschließen, wie in US-Patent Nr. 6,830,860 beschrieben ist, dessen Offenbarung hier in vollem Umfang durch Bezugnahme aufgenommen ist.

[0010] In Ausführungsformen sind die kristallinen Polyesterharze in dem Tonerpartikelkern in einer Menge von etwa 1 bis etwa 20 oder etwa 1 bis etwa 15 oder etwa 3 bis etwa 10 Gew.% des Gesamtgewichts des Kerns vorhanden. In Ausführungsformen ist das kristalline Polyesterharz, das in dem Kern verwendet wird, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Poly(ethylenadipat), Poly(propylenadipat), Poly(butylenadipat), Poly

(pentylenadipat), Poly(hexylenadipat), Poly(octylenadipat), Poly(ethylensuccinat), Poly(propylensuccinat), Poly(butylensuccinat), Poly(pentylensuccinat), Poly(hexylensuccinat), Poly(octylensuccinat), Poly(ethylensebacat), Poly(propylensebacat), Poly(butylensebacat), Poly(pentylensebacat), Poly(hexylensebacat), Poly(octylensebacat), Poly(decylensebacat), Poly(decylendecanoat), Poly(ethylendecanoat), Poly(ethylendodecanoat), Poly(nonylensebacat), Poly(nonylendecanoat), Copoly(ethylenfumarat)-copoly(ethylensebacat), Copoly(ethylenfumarat)-copoly(ethylendecanoat), Copoly(ethylenfumarat)-copoly(ethylendodecanoat), um die Kosten weiter zu reduzieren. Bevorzugte preiswerte kristalline Polyester sind Poly(1,9-nonylen-1,12-dodecanoat), Poly(1,6-hexylen-1,12-dodecanoat) und Poly(1,6-hexylen-1,10-decanoat).

[0011] In Ausführungsformen ist das amorphe Polyesterharze in dem Tonerpartikelkern in einer Menge von etwa 20 bis etwa 80 oder etwa 20 bis etwa 70 oder etwa 30 bis etwa 65 Gew.% des Gesamtgewichts des Kerns vorhanden. Solche amorphen Polyesterharze sind ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Poly(alkoxyliertem Bisphenol-A-co-fumarat-coterephthalat-cododeceny succinat) und Mischungen davon. In Ausführungsformen wie bereits genannt kann ein ungesättigtes amorphes Polyesterharz als Latexharz verwendet werden. Beispiele für solche Harze schließen jene ein, die in den US-Patenten Nr. 6,063,827 und 8,466,254 beschrieben sind, deren Offenbarungen hier in vollem Umfang durch Bezugnahme aufgenommen sind. Beispielhafte ungesättigte amorphe Polyesterharze schließen, ohne darauf begrenzt zu sein, Poly(propoxyliertes Bisphenol-co-fumarat), Poly(ethoxyliertes Bisphenol-co-fumarat), Poly(butyloxyliertes Bisphenol-co-fumarat), Poly(co-propoxyliertes Bisphenol-co-ethoxyliertes Bisphenol-co-fumarat), Poly(1,2-propylenfumarat), Poly(propoxyliertes Bisphenol-co-maleat), Poly(ethoxyliertes Bisphenol-co-maleat), Poly(butyloxyliertes Bisphenol-co-maleat), Poly(co-propoxyliertes Bisphenol-co-ethoxyliertes Bisphenol-co-maleat), Poly(1,2-propylenmaleat), Poly(propoxyliertes Bisphenol-co-itaconat), Poly(ethoxyliertes Bisphenol-co-itaconat), Poly(butyloxyliertes Bisphenol-co-itaconat), Poly(co-propoxyliertes Bisphenol-co-ethoxyliertes Bisphenol-co-itaconat), Poly(1,2-propylenitaconat), Poly(co-propoxyliertes Bisphenol-co-ethoxyliertes Bisphenol-co-fumarat-coterephthalat-co-dodeceny succinat) und Kombinationen davon ein.

[0012] Der Emulsionsaggregationstoner der vorliegenden Ausführungsformen hat eine Mindestfixiertemperatur (MFT) von etwa 90 bis etwa 150 oder von etwa 100 bis etwa 130 oder von etwa 100 bis etwa 125. Dies ist etwa 15 bis etwa 20 niedriger als bei anderen Emulsionsaggregationstonern ohne Polyester im Kern oder im Mantel. Die vorliegenden Ausführungsformen haben auch akzeptablen dielektrischen Verlust von etwa 10 bis etwa 40 oder von etwa 20 bis etwa 40 oder von etwa 20 bis etwa 35. Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben aus vorhergehenden Untersuchungen gefunden, dass der dielektrische Verlust von Tonern verbessert werden kann, indem die Manteldicke erhöht und die Koaleszenztemperatur verringert wird. Die vorliegende Tonerzusammensetzung hat als solche einen bevorzugten Mantelprozentsatz von etwa 28 bis etwa 40 oder von etwa 30 bis etwa 38 oder von etwa 30 bis etwa 36 % der Tonerpartikel. Die bei der Herstellung dieser Tonerzusammensetzungen verwendete Koaleszenztemperatur ist vorzugsweise etwa 70 bis etwa 90 °C oder etwa 70 bis etwa 80 °C oder etwa 70 bis etwa 77 °C. Die zur Herstellung dieser Tonerzusammensetzungen verwendete Latexpartikelgröße beträgt etwa 50 bis etwa 300 nm oder etwa 100 bis etwa 250 nm oder etwa 160 bis etwa 180 nm. Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben auch gefunden, dass durch Absenkung der Koaleszenztemperatur und Verwendung kleinerer Latexpartikelgrößen jedweder Phasentrennung des Styrol-Acrylat-Harzes von den Polyesterharzen vorgebeugt werden kann und das Styrol-Acrylat im Kern gehalten werden kann, statt an die Oberfläche zu migrieren. Auf diese Weise bleiben gute elektrische und Fixiereigenschaften erhalten.

[0013] In Ausführungsformen wird ein Entwickler offenbart, der einen harzbeschichteten Träger und einen Toner einschließt, wobei der Toner ein Emulsionsaggregationstoner sein kann, der ein Latexharz, ein Wachs und einen Polymermantel enthält, ohne darauf begrenzt zu sein.

[0014] Das Latexharz kann allgemein aus einer ersten und einer zweiten Monomerzusammensetzung zusammengesetzt sein. Jedes geeignete Monomer oder jede geeignete Mischung von Monomeren kann gewählt werden, um die erste Monomerzusammensetzung und die zweite Monomerzusammensetzung herzustellen. Die Auswahl von Monomer oder Mischung von Monomeren für die erste Monomerzusammensetzung ist unabhängig von derjenigen für die zweite Monomerzusammensetzung und anders herum. Falls eine Mischung von Monomeren verwendet wird, ist das Latexpolymer in der Regel ein Copolymer. Das Latexharz ist, wie bereits erörtert, aus mindestens Styrolacrylat, einem Polyesterharz und einem kristallinen Harz zusammengesetzt.

[0015] Beispielhafte Monomere für die erste und/oder zweite Monomerzusammensetzung umfassen, ohne darauf begrenzt zu sein, Polyester, Styrol, Alkylacrylat, wie Methylacrylat, Ethylacrylat, Butylacrylat, Isobutylacrylat, Dodecylacrylat, n-Octylacrylat, 2-Chlorethylacrylat; β -Carboxyethylacrylat (β -CEA), Phenylacrylat, Methyl- α -chloracrylat, Methylmethacrylat, Ethylmethacrylat und Butylmethacrylat; Butadien; Isopren; Methacrylni-

tril; Acrylnitril; Vinylether, wie Vinylmethylether, Vinylisobutylether, Vinylethylether und dergleichen; Vinylester, wie Vinylacetat, Vinylpropionat, Vinylbenzoat und Vinylbutyrat; Vinylketone, wie Vinylmethylketon, Vinylhexylketon und Methylisopropenylketon; Vinylidenhalogenide, wie Vinylidenchlorid und Vinylidenchlorfluorid; N-Vinylindol; N-Vinylpyrrolidon; Methacrylat; Acrylsäure; Methacrylsäure; Acrylamid; Methacrylamid; Vinylpyridin; Vinylpyrrolidon; Vinyl-N-methylpyridiniumchlorid; Vinylnaphthalin; p-Chlorstyrol; Vinylchlorid; Vinylbromid; Vinylfluorid; Ethylen; Propylen; Butylen; Isobutylen und dergleichen sowie Mischungen davon.

[0016] Die erste Monomierzusammensetzung und die zweite Monomierzusammensetzung können in einigen Ausführungsformen unabhängig voneinander zwei oder drei oder mehr verschiedene Monomere umfassen.

[0017] Das Gewichtsverhältnis zwischen der ersten Monomierzusammensetzung und der zweiten Monomierzusammensetzung kann im Bereich von etwa 0,1:99,9 bis etwa 50:50 liegen, einschließlich etwa 0,5:99,5 bis etwa 25:75, von etwa 1:99 bis etwa 10:90.

[0018] Das kristalline Harz kann verschiedene Schmelzpunkte besitzen, beispielsweise etwa 30 °C bis etwa 120 °C, in Ausführungsformen von etwa 50 °C bis etwa 90 °C. Das kristalline Harz kann ein durchschnittliches Molekulargewicht (Zahlenmittel, M_n), gemessen mittels Gelpermeationschromatographie (GPC), von beispielsweise etwa 1000 bis etwa 50.000, in Ausführungsformen von etwa 2000 bis etwa 25.000, und ein durchschnittliches Molekulargewicht (Gewichtsmittel, M_w) von beispielsweise etwa 2000 bis etwa 100.000 in Ausführungsformen von etwa 3000 bis etwa 80.000 haben, bestimmt mittels Gelpermeationschromatographie unter Verwendung von Polystyrolstandards. Die Molekulargewichtsverteilung (M_w/M_n) des kristallinen Harzes kann beispielsweise etwa 2 bis etwa 6 sein, in Ausführungsformen etwa 3 bis etwa 4.

[0019] In Ausführungsformen kann ferner ein kristallines Polyesterharz in dem Bindeharz enthalten sein. Das kristalline Polyesterharz kann aus einer Säure-(Dicarbonsäure)-Komponente und einer Alkohol-(Diol)-Komponente synthetisiert werden. Nachfolgend bedeutet eine „von Säure abgeleitete Komponente“ einen konstituierenden Anteil, der vor der Synthese eines Polyesterharzes ursprünglich eine Säurekomponente war, und eine „von Alkohol abgeleitete Komponente“ bedeutet einen konstituierenden Anteil, der vor der Synthese des Polyesterharzes ursprünglich eine alkoholische Komponente war.

[0020] Ein „kristallines Polyesterharz“ bezeichnet eines, welches keine schrittweise Variation des endothermen Betrags, sondern einen klaren endothermen Peak in der Differentialscanningkalorimetrie (DSC) zeigt. Ein durch Copolymerisieren der kristallinen Polyesterhauptkette und mindestens einer anderen Komponente erhaltenes Polymer wird auch als kristalliner Polyester bezeichnet, wenn die Menge der anderen Komponente 50 Gew.% oder weniger beträgt.

[0021] Jegliche geeigneten Tenside können zur Herstellung der Latex- und Wachsdispersionen gemäß der vorliegenden Offenbarung verwendet werden. Je nach Emulsionssystem kommt jegliches gewünschte nichtionische oder ionische Tensid in Frage, wie anionisches oder kationisches Tensid.

[0022] In dem Latexprozess und dem Tonerprozess kann jeglicher geeignete Initiator oder jegliche geeignete Mischung von Initiatoren ausgewählt werden. In Ausführungsformen wird der Initiator aus bekannten freiradikalischen Polymerisationsinitiatoren ausgewählt. Der freiradikalische Initiator kann jeder freiradikalische Polymerisationsinitiator sein, der in der Lage ist, einen freiradikalischen Polymerisationsprozess zu initiieren, und Mischungen davon, wobei ein derartiger freiradikalischer Initiator in der Lage ist, bei Erwärmen auf mehr als etwa 30 °C freie Radikalspezies zu liefern.

[0023] Typischere freiradikalische Initiatoren umfassen, ohne darauf begrenzt zu sein, Ammoniumpersulfat, Wasserstoffperoxid, Acetylperoxid, Cumylperoxid, tert.-Butylperoxid, Propionylperoxid, Benzoylperoxid, Chlorbenzoylperoxid, Dichlorbenzoylperoxid, Brommethylbenzoylperoxid, Lauroylperoxid, Natriumpersulfat, Kaliumpersulfat, Diisopropylperoxycarbonat und dergleichen.

[0024] Der Initiator kann bezogen auf das Gesamtgewicht der zu polymerisierenden Monomere in einer Menge von etwa 0,1 bis etwa 5 %, von etwa 0,4 % bis etwa 4 %, von etwa 0,5 % bis etwa 3 % vorhanden sein, obwohl er in größeren oder kleineren Mengen vorhanden sein kann.

[0025] Es kann gegebenenfalls ein Kettenübertragungsmittel verwendet werden, um den Polymerisationsgrad des Latex zu steuern und dadurch das Molekulargewicht und die Molekulargewichtsverteilung der Produktlatizes des Latexprozesses und/oder des Tonerprozesses gemäß der vorliegenden Offenbarung zu steuern. Wie zu erkennen ist, kann ein Kettenübertragungsmittel Teil des Latexpolymers werden.

[0026] Das Kettenübertragungsmittel hat in Ausführungsformen eine kovalente Kohlenstoff-Schwefel-Bindung. Die kovalente Kohlenstoff-Schwefel-Bindung hat einen Absorptionspeak in einem Wellenzahlregionsbereich von 500 bis 800cm⁻¹ in einem Infrarotabsorptionsspektrum. Wenn das Kettenübertragungsmittel in den Latex und den aus dem Latex hergestellten Toner eingebaut wird, kann sich der Absorptionspeak beispielsweise auf eine Wellenzahlregion von 400 bis 4000 cm⁻¹ ändern.

[0027] Das Kettenübertragungsmittel kann bezogen auf das Gesamtgewicht der zu polymerisierenden Monomere in einer Menge von etwa 0,1 bis etwa 7 %, von etwa 0,5 % bis etwa 6 %, von etwa 1,0 % bis etwa 5 % vorhanden sein, obwohl es in größeren oder kleineren Mengen vorhanden sein kann.

[0028] In dem Latexprozess und Tonerprozess der Offenbarung kann Emulgierung nach jedem geeigneten Prozess erfolgen, wie Mischen bei erhöhter Temperatur. Die Emulsionsmischung kann beispielsweise für einen Zeitraum von etwa 1 Minute bis etwa 20 Minuten in einem Homogenisierer gemischt werden, der auf etwa 200 bis etwa 400 UpM und eine Temperatur von etwa 40 °C bis etwa 80 °C eingestellt ist.

[0029] Nach dem Abschluss der Monomerzugabe kann der Latex stabilisieren gelassen werden, indem die Bedingungen für einen Zeitraum von beispielsweise etwa 10 bis etwa 300 Minuten vor dem Abkühlen gehalten werden. Der nach dem obigen Prozess gebildete Latex kann gegebenenfalls nach Standardverfahren isoliert werden, die in der Technik bekannt sind, beispielsweise Koagulierung, Auflösung und Ausfällung, Filtrieren, Waschen, Trocknen oder dergleichen.

[0030] Der Latex der vorliegenden Offenbarung kann nach Emulsions-Aggregations-Koaleszenzverfahren zur Bildung von Tonern, Tinten und Entwicklern nach bekannten Verfahren ausgewählt werden. Der Latex der vorliegenden Offenbarung kann mit verschiedenen Tonerbestandteilen, wie einer Wachsdispersion, einem Koagulans, einem optionalen Silika, einem optionalen Ladungserhöhungsadditiv oder Ladungssteuerungsadditiv, einem optionalen Tensid, einem optionalen Emulgator, einem optionalen Fließadditiv und dergleichen schmelzgemischt oder anderweitig gemischt werden. Der Latex (z. B. um die 40 % Feststoffe) kann gegebenenfalls auf die gewünschte Feststoffbeladung (z. B. etwa 12 bis etwa 15 Gew.% Feststoffe) verdünnt werden, bevor er zu einer Tonerzusammensetzung formuliert wird.

[0031] Der Latex kann bezogen auf das Gesamttonergewicht in einer Menge von etwa 50 % bis etwa 100 %, von etwa 60 % bis etwa 98 %, von etwa 70 % bis etwa 95 % vorhanden sein, obwohl er in größeren oder kleineren Mengen vorhanden sein kann. Verfahren zur Herstellung derartiger Latexharze können durchgeführt werden, wie in der Offenbarung von US-Patent Nr. 7,524,602 beschrieben ist, die hier vollständig durch Bezugnahme aufgenommen ist.

[0032] Verschiedene bekannte geeignete Färbungsmittel, wie Farbstoffe Pigmente, Mischungen von Farbstoffen, Mischungen von Pigmenten, Mischungen von Farbstoffen und Pigmenten und dergleichen können in den Toner eingeschlossen werden. Das Färbungsmittel kann in einer Menge von beispielsweise etwa 0,1 bis etwa 35 Gew.% des Toners, etwa 1 bis etwa 15 Gew.% des Toners, etwa 3 bis etwa 10 Gew.% des Toners in den Toner eingeschlossen werden, obwohl Mengen außerhalb dieser Bereiche verwendet werden können.

[0033] Als Beispiele für geeignete Färbungsmittel können Ruß und dergleichen genannt werden. Als Farbpigmente können cyan, magenta, gelb, rot, grün, braun, blau oder Mischungen davon ausgewählt werden. Allgemein werden cyan, magenta oder gelbe Pigmente oder Farbstoffe oder Mischungen davon verwendet. Das Pigment oder die Pigmente kann bzw. können Pigmentdispersionen auf Wasserbasis sein.

[0034] Die Toner der vorliegenden Offenbarung können zusätzlich zu dem Polymerharz auch ein Wachs enthalten, das entweder ein einzelner Wachstyp oder eine Mischung von zwei oder mehr verschiedenen Wachsen sein kann. Ein einzelnes Wachs kann Tonerformulierungen beispielsweise zugegeben werden, um bestimmte Eigenschaften des Toners zu verbessern, wie Partikelform des Toners, Anwesenheit und Menge an Wachs auf der Tonerpartikeloberfläche, Ladungs- und/oder Fixiercharakteristika, Glanz, Strippen, Offseteigenschaften und dergleichen. Alternativ kann eine Kombination von Wachsen zugegeben werden, um der Tonerzusammensetzung mehrere Eigenschaften bereitzustellen.

[0035] Das Wachs kann, sofern es eingeschlossen wird, in einer Menge von beispielsweise etwa 1 Gew.% bis etwa 25 Gew.% der Tonerpartikel vorhanden sein, in Ausführungsformen etwa 5 Gew.% bis etwa 20 Gew.% der Tonerpartikel.

[0036] Auswählbare Wachse schließen Wachse mit beispielsweise einem durchschnittlichen Molekulargewicht (Gewichtsmittel) von etwa 500 bis etwa 20.000, in Ausführungsformen etwa 1000 bis etwa 10.000 ein.

[0037] Die Tonerpartikel können nach jeglichem Verfahren hergestellt werden, das ein Fachmann für geeignet hält. Obwohl Ausführungsformen in Bezug auf die Produktion von Tonerpartikeln anschließend in Bezug auf Emulsions-Aggregationsprozesse beschrieben sind, kann jedes geeignete Verfahren zur Herstellung von Tonerpartikeln verwendet werden, einschließlich chemischer Prozesse, wie Suspensions- und Verkapselungsprozesse.

[0038] Tonerzusammensetzungen können in Ausführungsformen durch Emulsions-Aggregationsprozesse hergestellt werden, wie einen Prozess, der Aggregieren einer Mischung eines optionalen Wachses und jeglicher anderen gewünschten oder erforderlichen Additive einschließt, und Emulsionen, die die oben beschriebenen Harze einschließen, gegebenenfalls mit Tensiden wie oben beschrieben, und anschließendes Koaleszieren der Aggregatmischung. Eine Mischung kann hergestellt werden, indem ein optionales Wachs oder andere Materialien, die gegebenenfalls auch in einer Dispersion oder Dispersionen einschließlich eines Tensids vorliegen können, der Emulsion zugegeben werden, die eine Mischung aus zwei oder mehr Emulsionen sein kann, die das Harz enthalten. Der pH-Wert der resultierenden Mischung kann durch eine Säure eingestellt werden (d. h. ein pH-Einstellmittel), wie beispielsweise Essigsäure, Salpetersäure oder dergleichen. Der pH-Wert der Mischung kann in Ausführungsformen von etwa 2 bis etwa 4,5 eingestellt werden. In Ausführungsformen kann die Mischung zudem homogenisiert werden. Wenn die Mischung homogenisiert ist, kann die Homogenisierung durch Mischen mit etwa 600 bis etwa 4000 Umdrehungen pro Minute (UpM) bewirkt werden. Homogenisierung kann durch jedes geeignete Mittel bewirkt werden, einschließlich beispielsweise mit einem IKA ULTRA TURRAX T50 Sondenhomogenisierer oder einem Gaulin 15MR Homogenisierer.

[0039] Nach der Herstellung der obigen Mischung kann ihr ein Aggregationsmittel zugefügt werden. Geeignete Aggregationsmittel schließen beispielsweise wässrige Lösungen eines zweiwertigen Kation- oder mehrwertigen Kationmaterials ein.

[0040] Das Aggregationsmittel kann der Mischung zur Bildung eines Toners in einer Menge von beispielsweise etwa 0,1 Teilen auf hundert Teile (pph) bis etwa 1 pph zugefügt werden, in Ausführungsformen von etwa 0,25 pph bis etwa 0,75 pph.

[0041] Der Ganz des Toners kann durch die Menge an in dem Partikel zurückgehaltenem Metallion, wie Al^{3+} , beeinflusst werden. Die Menge an zurückgehaltenem Metallion kann ferner durch die Zugabe von Ethylen-diamintetraessigsäure (EDTA) eingestellt werden. Die Menge an zurückgehaltenem Metallion, beispielsweise Al^{3+} , in Tonerpartikeln der vorliegenden Offenbarung kann in Ausführungsformen etwa 0,1 pph bis etwa 1 pph betragen, in Ausführungsformen etwa 0,25 pph bis etwa 0,8 pph.

[0042] Die Offenbarung liefert auch ein Schmelzmischverfahren zur Produktion von preiswerten und sicheren vernetzten thermoplastischen Bindeharzen für Tonerzusammensetzungen, die beispielsweise eine niedrige Fixiertemperatur und/oder hohe Offsettemperatur aufweisen und die minimierten oder im Wesentlichen keinen Vinyloffset aufweisen. In dem Verfahren werden ungesättigte Basispolyesterharze oder -polymere schmelzgemischt, das bedeutet im geschmolzenen Zustand unter Bedingungen mit hoher Scherung, wodurch im Wesentlichen gleichförmig dispergierte Tonerbestandteile produziert werden, wobei das Verfahren ein Harzgemisch und Tonerprodukt mit optimierten Glanzeigenschaften bereitstellt. Mit „hochvernetzt“ ist gemeint, dass das beteiligte Polymer im Wesentlichen vernetzt ist, das bedeutet gleich oder oberhalb des Gelpunkts. „Gelpunkt“ bedeutet hier den Punkt, an dem das Polymer nicht länger in Lösung löslich ist.

[0043] Um die Aggregation und Koaleszenz der Partikel zu steuern, kann das Aggregationsmittel in Ausführungsformen im Zeitverlauf in die Mischung dosiert werden.

[0044] Die Partikel können aggregieren gelassen werden, bis eine festgelegte gewünschte Partikelgröße erhalten wird. Eine festgelegte gewünschte Größe bezieht sich auf die gewünschte Partikelgröße, wie sie vor der Bildung bestimmt wird, wobei, wie in der Technik bekannt ist, die Partikelgröße während des Wachstumsprozesses überwacht wird, bis diese Partikelgröße erreicht ist. Während des Wachstumsprozesses können Proben genommen und auf durchschnittliche Partikelgröße analysiert werden, beispielsweise mit einem Coulter-Zähler. Die Aggregation kann somit vorankommen, indem die erhöhte Temperatur gehalten wird oder die Temperatur langsam erhöht wird, beispielsweise von etwa 40 °C auf etwa 65 °C, und die Mischung auf jener Temperatur für eine Zeit von etwa 0,5 h bis etwa 6 h gehalten wird, in Ausführungsformen von etwa 1 h bis etwa 5 h, während das Rühren beibehalten wird, um die aggregierten Partikel bereitzustellen. Der Wachstums-

prozess wird angehalten, nachdem die festgelegte erwünschte Partikelgröße erhalten worden ist. In Ausführungsformen liegt die festgelegte gewünschte Partikelgröße innerhalb der oben genannten Bereiche für die Tonerpartikelgröße. Die Partikelgröße kann in Ausführungsformen etwa 5,0 bis etwa 6,0 μm , etwa 6,0 bis etwa 6,5 μm , etwa 6,5 bis etwa 7,0 μm , etwa 7,0 bis etwa 7,5 μm sein.

[0045] Wachstum und Formgebung der Partikel nach Zugabe des Aggregationsmittels können unter jeglichen geeigneten Bedingungen bewirkt werden. Das Wachstum und die Formgebung können beispielsweise unter Bedingungen durchgeführt werden, unter denen Aggregation getrennt von Koaleszenz erfolgt.

[0046] Nach der Aggregation zu der gewünschten Partikelgröße mit der optionalen Bildung eines Mantels wie oben beschrieben können die Partikel dann zu der gewünschten endgültigen Form koalesziert werden, wobei die Koaleszenz beispielsweise erreicht wird, indem die Mischung auf eine Temperatur von etwa 55 °C bis etwa 100 °C erwärmt wird, in Ausführungsformen von etwa 65 °C bis etwa 75 °C, was unter dem Schmelzpunkt eines kristallinen Harzes liegen kann, um Plastifizierung vorzubeugen.

[0047] Es können höhere oder niedrigere Temperaturen verwendet werden, wobei es so zu verstehen ist, dass die Temperatur eine Funktion der verwendeten Harze ist.

[0048] Die Koaleszenz kann über einen Zeitraum von etwa 0,1 bis etwa 9 Stunden ablaufen, in Ausführungsformen von etwa 0,5 bis etwa 4 Stunden.

[0049] Die Mischung kann nach der Koaleszenz auf Raumtemperatur gekühlt werden, wie von 20 °C bis etwa 25 °C. Das Kühlen kann wahlweise rasch oder langsam erfolgen. Ein geeignetes Kühlverfahren kann das Einbringen von kaltem Wasser in einen Mantel um den Reaktor einschließen. Die Tonerpartikel können nach dem Kühlen gegebenenfalls mit Wasser gewaschen und dann getrocknet werden. Das Trocknen kann nach jedem geeigneten Verfahren durchgeführt werden, beispielsweise Gefriertrocknen.

[0050] Toner können günstige Ladungscharakteristika besitzen, wenn sie Bedingungen mit extrem hoher relativer Feuchtigkeit ausgesetzt werden. Die Zone mit niedriger Feuchtigkeit (Zone C) kann etwa 12 °C/15 % RH sein, während die Zone mit hoher Feuchtigkeit (Zone A) etwa 28 °C/85 % RH sein kann. Toner der Offenbarung können ein Verhältnis von Ladung pro Masse (Q/M) des Stammtoners von etwa -5 $\mu\text{C/g}$ bis etwa -80 $\mu\text{C/g}$ besitzen, in Ausführungsformen von etwa -10 $\mu\text{C/g}$ bis etwa -70 $\mu\text{C/g}$, und eine am Ende vorliegende Toneraufladung nach Mischen mit Oberflächenadditiv von -15 $\mu\text{C/g}$ bis etwa -60 $\mu\text{C/g}$, in Ausführungsformen etwa -20 $\mu\text{C/g}$ bis etwa -55 $\mu\text{C/g}$.

[0051] In Ausführungsformen kann auf die geformten aggregierten Tonerpartikel ein Mantel aufgebracht werden. Als Mantelharz kann jegliches Harz verwendet werden, das oben als geeignet für das Kernharz beschrieben wurde. Das Mantelharz kann nach jeglichem Verfahren aufgebracht werden, das ein Fachmann für geeignet hält. Das Mantelharz kann in Ausführungsformen in einer Emulsion vorliegen, die jegliches hier beschriebene Tensid einschließt. Die oben beschriebenen aggregierten Partikel können mit der Emulsion kombiniert werden, so dass das Harz einen Mantel über den gebildeten Aggregaten bildet. In Ausführungsformen kann ein amorpher Polyester verwendet werden, um einen Mantel über den Aggregaten zu bilden, um Tonerpartikel mit einer Kern-Mantel-Konfiguration zu bilden.

[0052] Tonerpartikel können eine Durchmessergröße von etwa 4 bis etwa 8 μm , in Ausführungsformen von etwa 5 bis etwa 7 μm haben, wobei die optimale Mantelkomponente etwa 26 bis etwa 30 Gew.% der Tonerpartikel ausmachen kann.

[0053] Alternativ kann ein dickerer Mantel erwünscht sein, um aufgrund der höheren Oberfläche des Tonerpartikels erwünschte Ladungscharakteristika bereitzustellen. Das Mantelharz kann somit in einer Menge von etwa 30 Gew.% bis etwa 40 Gew.% der Tonerpartikel vorhanden sein, in Ausführungsformen von etwa 32 Gew.% bis etwa 38 Gew.% der Tonerpartikel, in Ausführungsformen von etwa 34 Gew.% bis etwa 36 Gew.% der Tonerpartikel.

[0054] In Ausführungsformen kann ein Photoinitiator in den Mantel eingeschlossen werden. Der Photoinitiator kann somit in dem Kern, dem Mantel oder beiden vorliegen. Der Photoinitiator kann in einer Menge von etwa 1 Gew.% bis etwa 5 Gew.% der Tonerpartikel vorhanden sein, in Ausführungsformen von etwa 2 Gew.% bis etwa 4 Gew.% der Tonerpartikel.

[0055] Nachdem die endgültige Größe der Tonerpartikel erreicht worden ist, kann der pH-Wert der Mischung mit einer Base (d. h. pH-Einstellmittel) auf einen Wert von etwa 6 bis etwa 10 und in Ausführungsformen von etwa 6,2 bis etwa 7 eingestellt werden. Die Einstellung des pH-Werts kann verwendet werden, um das Tonerwachstum einzufrieren, das bedeutet zu stoppen. Die zum Stoppen des Tonerwachstums eingesetzte Base kann jegliche geeignete Base einschließen, wie beispielsweise Alkalimetallhydroxide, wie beispielsweise Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Ammoniumhydroxid, Kombinationen davon und dergleichen. EDTA kann in Ausführungsformen zugefügt werden, um das Einstellen des pH-Werts auf die oben genannten gewünschten Werte zu unterstützen. Die Base kann in Mengen von etwa 2 Gew.% bis etwa 25 Gew.% der Mischung zugefügt werden, in Ausführungsformen von etwa 4 Gew.% bis etwa 10 Gew.% der Mischung. In Ausführungsformen hat der Mantel eine höhere Tg als die aggregierten Tonerpartikel.

[0056] Für die Träger und Entwickler der vorliegenden Offenbarung können verschiedene geeignete feste Kern- oder Partikelmaterialien verwendet werden. Charakteristische Partikeleigenschaften schließen jene ein, die es in Ausführungsformen den Tonerpartikeln ermöglichen, eine positive Ladung oder eine negative Ladung anzunehmen, und Trägerkerne, die erwünschte Fließeigenschaften in dem Entwicklerreservoir bereitstellen, das in einem elektrophotografischen Bildgebungsapparat vorhanden ist. Andere gewünschte Eigenschaften des Kerns schließen beispielsweise geeignete magnetische Charakteristika, die die Bildung einer Magnetbürste in Entwicklungsprozessen mit Magnetbürste ermöglichen; erwünschte mechanische Alterungscharakteristika und erwünschte Oberflächenmorphologie ein, um hohe elektrische Leitfähigkeit von jeglichem Entwickler zu ermöglichen, der den Träger und einen geeigneten Toner einschließt.

[0057] Beispiele für Trägerpartikel oder Kerne, die eingesetzt werden können, umfassen Eisen und/oder Stahl, wie zerstäubte Eisen- oder Stahlpulver, die von Hoeganaes Corporation oder Pomaton S.p.A (Italien) erhältlich sind; Ferrite, wie Cu/Zn-Ferrit, der beispielsweise etwa 11 % Kupferoxid, etwa 19 % Zinkoxid und etwa 70 % Eisenoxid enthält, einschließlich jener, die von D.M. Steward Corporation oder Powdertech Corporation im Handel erhältlich sind, Ni/Zn-Ferrit, erhältlich von Powdertech Corporation, Sr (Strontium)-Ferrit, der beispielsweise etwa 14 % Strontiumoxid und etwa 86 % Eisenoxid enthält, im Handel erhältlich von Powdertech Corporation, und Ba-Ferrite; Magnetite, einschließlich jener, die beispielsweise von Hoeganaes Corporation (Schweden) im Handel erhältlich sind; Nickel; Kombinationen davon und dergleichen. Andere geeignete Trägerkerne können körnigen Zirkon, körniges Silicium, Glas, Siliciumdioxid, Kombinationen davon und dergleichen einschließen. Geeignete Trägerkerne können in Ausführungsformen eine durchschnittliche Partikelgröße von beispielsweise etwa 20 µm bis etwa 400 µm im Durchmesser, in Ausführungsformen von etwa 40 µm bis etwa 200 µm im Durchmesser aufweisen.

[0058] In Ausführungsformen kann ein Ferrit als Kern verwendet werden, einschließlich eines Metalls, wie Eisen und mindestens ein weiteres Metall, wie Kupfer, Zink, Nickel, Mangan, Magnesium, Calcium, Lithium, Strontium, Zirkonium, Titan, Tantal, Wismut, Natrium, Kalium, Rubidium, Cäsium, Strontium, Barium, Yttrium, Lanthan, Hafnium, Vanadium, Niob, Aluminium, Gallium, Silicium, Germanium, Antimon, Kombinationen davon und dergleichen.

[0059] Die Trägerbeschichtung kann in einigen Ausführungsformen eine leitfähige Komponente einschließen. Geeignete leitfähige Komponenten schließen beispielsweise Ruß ein.

[0060] Es können zahlreiche Additive zu dem Träger gegeben werden. Die Ladungsadditivkomponenten können in verschiedenen effektiven Mengen ausgewählt werden, wie etwa 0,5 Gew.% bis etwa 20 Gew.%, von etwa 1 Gew.% bis etwa 3 Gew.%, basierend beispielsweise auf der Summe der Gewichte von Polymer/Copolymer, leitfähiger Komponente und anderen Ladungsadditivkomponenten. Die Zugabe der leitfähigen Komponenten kann zur weiteren Erhöhung der negativen triboelektrischen Ladung wirksam sein, die dem Träger verliehen wird, und kann daher die dem Toner verliehene negative triboelektrische Ladung in einem elektrophotografischen Entwicklungssystem weiter erhöhen. Die Komponenten können durch Walzmischen, Trommelmahlen, Mahlen, Schütteln, elektrostatisches Pulverbeschichten (Pulverwolke), Wirbelbett, elektrostatische Scheibenverarbeitung und einen elektrostatischen Vorhang eingeschlossen werden, und wobei die Trägerbeschichtung in einem Drehofen oder durch Leiten durch einen geheizten Extruderapparat auf dem Trägerkern fixiert wird.

[0061] Die Leitfähigkeit kann für halbleitende Magnetbürstenentwicklung wichtig sein, um eine gute Entwicklung von Volltonbereichen zu ermöglichen, die anderweitig eventuell schwach entwickelt werden. Die Zugabe einer polymeren Beschichtung der vorliegenden Offenbarung, gegebenenfalls mit einer leitfähigen Komponente wie Ruß, kann zu Trägern mit verminderter triboelektrischer Reaktion des Entwicklers bei Änderung der relativen Feuchtigkeit von etwa 20 % bis etwa 90 %, in Ausführungsformen von etwa 40 % bis etwa 80 % sein, so

dass die Ladung bei Änderung der relativen Feuchtigkeit konsistenter ist. Es gibt somit eine geringere Abnahme der Ladung bei hoher relativer Feuchtigkeit, wodurch Hintergrundtoner auf den Drucken reduziert wird, und einen geringeren Ladungsanstieg und somit weniger Entwicklungsverlust bei niedriger relativer Feuchtigkeit, was infolge von verbesserter optischer Dichte zu verbesserter Bildqualitätsleistung führt.

[0062] In Ausführungsformen kann, wie bereits gesagt, die polymere Beschichtung getrocknet werden, wobei sie nach dieser Zeit als trockenes Pulver auf den Kernträger aufgebracht werden kann. Pulverbeschichtungsverfahren unterscheiden sich von konventionellen Lösungsbeschichtungsverfahren. Lösungsbeschichtung erfordert ein Beschichtungspolymer, dessen Zusammensetzung und Molekulargewichtseigenschaften es dem Harz ermöglichen, sich in einem Lösungsmittel in dem Beschichtungsprozess zu lösen. Das erfordert Komponenten mit relativ niedrigem Mw, verglichen mit Pulverbeschichtung. Der Pulverbeschichtungsprozess erfordert keine Lösungsmittellöslichkeit, sondern erfordert, dass das Harz als Partikelmaterial mit einer Partikelgröße von etwa 10 nm bis etwa 2 µm, in Ausführungsformen etwa 30 nm bis etwa 1 µm, in Ausführungsformen von etwa 50 nm bis etwa 500 nm, als Beschichtung aufgebracht wird.

[0063] Beispiele für Prozesse, die zum Auftragen der Pulverbeschichtung genutzt werden können, schließen beispielsweise Kombinieren des Trägerkernmaterials und der Harzbeschichtung durch Kaskadenwalzmischen, Trommelmahlen, Mahlen, Schütteln, elektrostatisches Pulverbeschichten (Pulverwolke), Wirbelbett, elektrostatische Scheibenverarbeitung, elektrostatische Vorhänge, Kombinationen davon und dergleichen ein. Wenn harzbeschichtete Trägerpartikel durch einen Pulverbeschichtungsprozess hergestellt werden, kann der überwiegende Teil der Beschichtungsmaterialien an der Trägersoberfläche fixiert werden, wodurch die Anzahl der Tonerauftreffstellen auf dem Träger reduziert wird. Das Fixieren der polymeren Beschichtung kann durch mechanisches Auftreffen, elektrostatische Anziehung, Kombinationen davon und dergleichen erfolgen.

[0064] Nach dem Aufbringen des Harzes auf den Kern kann mit dem Erwärmen begonnen werden, um das Fließen des Beschichtungsmaterials über die Oberfläche des Trägerkerns zu ermöglichen. Die Konzentration des Beschichtungsmaterials, in Ausführungsformen Pulverpartikel, und die Erwärmungsparameter können so gewählt werden, dass die Bildung eines zusammenhängenden Films der Beschichtungspolymere auf der Oberfläche des Trägerkerns möglich ist, oder dass nur ausgewählte Bereiche des Trägerkerns beschichtet werden können. Der Träger mit der polymeren Pulverbeschichtung kann in Ausführungsformen auf eine Temperatur von etwa 170 °C bis etwa 280 °C, in Ausführungsformen von etwa 190 °C bis etwa 240 °C, für einen Zeitraum von beispielsweise etwa 10 Minuten bis etwa 180 Minuten, in Ausführungsformen von etwa 15 Minuten bis etwa 60 Minuten erwärmt werden, damit die Polymerbeschichtung schmelzen und an die Trägerkernpartikeln fixieren kann. Nach dem Einbau des Pulvers auf der Oberfläche des Trägers kann mit dem Erwärmen begonnen werden, um das Fließen des Beschichtungsmaterials über die Oberfläche des Trägerkerns zu ermöglichen. Das Pulver kann in Ausführungsformen entweder in einem Drehofen oder durch Leiten durch einen erwärmten Extruderapparat an dem Trägerkern fixiert werden.

[0065] Die Beschichtungsabdeckung umfasst in Ausführungsformen etwa 10 % bis etwa 100 % des Trägerkerns. Wenn ausgewählte Bereiche des Metallträgerkerns unbeschichtet oder frei bleiben, können die Trägerpartikel elektrisch leitfähige Eigenschaften besitzen, wenn das Kernmaterial ein Metall ist.

[0066] Die beschichteten Trägerpartikel können dann gekühlt werden, in Ausführungsformen bis auf Raumtemperatur, und zur Verwendung zur Bildung von Entwickler gewonnen werden.

[0067] In Ausführungsformen können Träger der vorliegenden Offenbarung einen Kern einschließen, in Ausführungsformen einen Ferritkern mit einer Größe von etwa 20 µm bis etwa 100 µm, in Ausführungsformen von etwa 30 µm bis etwa 75 µm, beschichtet mit etwa 0,5 Gew.% bis etwa 10 Gew.%, in Ausführungsformen von etwa 0,7 Gew.% bis etwa 5 Gew.% der Polymerbeschichtung der vorliegenden Offenbarung, die gegebenenfalls Ruß einschließt.

[0068] Mit Trägerzusammensetzungen und Verfahren der vorliegenden Offenbarung können somit Entwickler mit ausgewählten hohen triboelektrischen Ladecharakteristika und/oder Leitfähigkeitswerten unter Verwendung einer Reihe von unterschiedlichen Kombinationen formuliert werden.

[0069] Die so gebildeten Tonerpartikel können zu einer Entwicklerzusammensetzung formuliert werden. Die Tonerpartikel können mit Trägerpartikeln gemischt werden, um eine Zweikomponenten-Entwicklerzusammensetzung zu erreichen. Die Tonerkonzentration in dem Entwickler kann etwa 1 Gew.% bis etwa 25 Gew.% des Gesamtgewichts des Entwicklers betragen, in Ausführungsformen etwa 2 Gew.% bis etwa 15 Gew.% des Gesamtgewichts des Entwicklers.

[0070] Das Verfahren zur Herstellung der vorliegenden Tonerzusammensetzung beinhaltet die Verwendung einer Pufferlösung, die vorzugsweise aus Natriumacetat mit Essigsäure zusammengesetzt ist, um den pH-Wert der Toneraufschlämmung während der Koaleszenz von 7,5 auf 6,5 zu reduzieren, um Säurelokalisierung zu vermeiden.

Herstellung der Pufferlösung

[0071] Zur Herstellung von 100 ml Pufferlösung (3,0 M NaAc) werden 40,8 g Natriumacetattri-hydrat (NaAc) zu 70 ml entionisiertem Wasser gegeben und danach der pH-Wert mit Eisessig (HAc) auf pH 6 eingestellt. Es wird mehr entionisiertes Wasser zugegeben, bis die gesamten 100 ml erreicht sind. Der pH-Wert wird erneut auf 6,0 eingestellt, falls dies notwendig ist.

Beispiel 1

Tonerbeispiel 1 Herstellung von 25 % Styrol-Acrylat-Kern
(Latexpartikelgröße 162 nm) Cyantonerpartikeln bei 80 °C

[0072] In einem 2 L Reaktor wurden 54 g amorphe Polyesteremulsion (FXC42), 55 g amorphe Polyesteremulsion, 95 g Styrol-Acrylat-Latex, 30 g kristalline Polyesteremulsion, 46 g Wachs, 53 g Cyanpigment, 0,8 g Tensid (Dowfax) und 539 g entionisiertes (DI)-Wasser kombiniert. Dann wurden unter Homogenisierung mit 3000–4000 UpM 2,7 g Aluminiumsulfat, gemischt mit 33 g entionisiertem (DI)-Wasser, zu der Aufschlämmung gegeben. Der Reaktor wurde auf 260 UpM eingestellt und auf 42 °C erwärmt, um die Tonerpartikel zu aggregieren. Als die Größe 4,8–5 µm erreicht hatte, wurde eine Mantelbeschichtung zugefügt, die aus 60 g amorpher Polyesteremulsion, 62 g amorpher Polyesteremulsion mit 0,5 g Tensid (Dowfax) bestand, wobei alle pH-Werte mit 0,3 M Salpetersäure auf 3,3 eingestellt wurden. Die Reaktion wurde ferner auf 50 °C erwärmt. Als die Tonerpartikelgröße 5,6–6 µm erreichte, begann das Einfrieren, wobei der pH-Wert der Aufschlämmung mit einer 4 % NaOH-Lösung auf 4,5 eingestellt wurde. Die UpM des Reaktors wurden auf 220 heruntergeregt, gefolgt von der Zugabe von 5,77 Gramm eines Chelatbildners (Versene100) und weiterer NaOH-Lösung, bis der pH-Wert 7,8 erreichte. Die Reaktortemperatur wurde auf 85 °C hochgefahren. Der pH-Wert der Aufschlämmung wurde bis 80 °C auf 7,8 oder höher gehalten. Nachdem die Aufschlämmung die Koaleszenztemperatur erreicht hatte, wurde ihr pH-Wert mit pH 5,7-Puffer auf 6,8 reduziert und es wurde etwa 1 Stunde koalesziert, bis die Partikelzirkularität zwischen 0,955 und 0,960 lag, gemessen mit dem Partikelfluss-Bildgebungsanalyse (Flow Particle Image Analysis, FPIA)-Gerät. Die Aufschlämmung wurde dann in 770 g DI-Eis quenchgeköhlt. Die am Ende vorliegende Partikelgröße betrug 6,02 µm, GSDv 1,22, GSDn 1,26 und die Zirkularität betrug 0,957. Der Toner wurde dann gewaschen und gefriergetrocknet.

Beispiel 2

Tonerbeispiel 2: Herstellung von 22 % Styrol-Acrylat-Kern
(Latexpartikelgröße 162 nm) Schwarztonerpartikeln bei 70°C

[0073] In einem 2 L Reaktor wurden 43 g amorphe Polyesteremulsion (FXC42), 47g amorphe Polyesteremulsion (FXC 56), 81 g Styrol-Acrylat-Latex (EP07, Partikelgröße 162 nm), 29 g kristalline Polyesteremulsion, 43 g Wachs, 9,6 g Cyanpigment, 57 g schwarzes Pigment (Nipex-35), 0,7 g Tensid (Dowfax) und 534 g entionisiertes (DI)-Wasser kombiniert. Dann wurden unter Homogenisierung mit 3000–4000 UpM 2,7 g Aluminiumsulfat, gemischt mit 33 g DI-Wasser, zu der Aufschlämmung gegeben. Der Reaktor wurde auf 260 UpM eingestellt und auf 42 °C erwärmt, um die Tonerpartikel zu aggregieren. Als die Größe 4,8–5 µm erreicht hatte, wurde eine Mantelbeschichtung zugefügt, die aus 69 g amorpher Polyesteremulsion (FXC42), 74 g amorpher Polyesteremulsion (FXC56) mit 1,15 g Tensid (Dowfax) bestand, wobei alle pH-Werte mit 0,3 M Salpetersäure auf 3,3 eingestellt wurden. Die Reaktion wurde weiter auf 50 °C erwärmt. Als die Tonerpartikelgröße 5,6–6 µm erreichte, begann das Einfrieren, wobei der pH-Wert der Aufschlämmung mit einer 4 % NaOH-Lösung auf 4,5 eingestellt wurde. Die UpM des Reaktors wurden auf 220 heruntergeregt, gefolgt von der Zugabe von 5,77 Gramm eines Chelatbildners (Versene100) und weiterer NaOH-Lösung, bis der pH-Wert 7,8 erreichte. Die Reaktortemperatur wurde auf 70 °C hochgefahren. Der pH-Wert der Aufschlämmung wurde bis 70 °C auf 7,8 oder höher gehalten. Nachdem die Aufschlämmung die Koaleszenztemperatur erreicht hatte, wurde ihr pH-Wert mit pH 5,7-Puffer auf 6,0 reduziert und es wurde etwa 1 Stunde koalesziert, bis die Partikelzirkularität zwischen 0,955 und 0,960 lag, gemessen mit dem Partikelfluss-Bildgebungsanalyse (Flow Particle Image Analysis, FPIA)-Gerät. Die Aufschlämmung wurde dann in 770 g DI-Eis quenchgeköhlt. Die am Ende vorliegende Partikelgröße betrug 5,90 µm, GSDv 1,21, GSDn 1,22 und die Zirkularität betrug 0,958. Der Toner wurde dann gewaschen und gefriergetrocknet.

[0074] Tabelle 1 zeigt die Merkmale und Eigenschaften der Tonerbeispiele 1 und 2, die beide mindestens 20 % Styrol-Acrylat-Latex eingebaut hatten.

Tabelle 1

TONER-ID	Tonerbeispiel 1	Tonerbeispiel 2
Kernlatex	25 % amorpher Polyester 25 % Styrol-Acrylat 7 % kristalliner Polyester	22 % amorpher Polyester 22 % Styrol-Acrylat 7 % kristalliner Polyester
Mantellatex	28 % amorpher Polyester	34 % amorpher Polyester
Koaleszenztemp. (°C)	85	70
D50	6,02	5,90
GSDv/n	1,22/1,26	1,21/1,22
Zirkularität	0,957	0,958

[0075] Die Lade- und Fixierleistung der Toner wurde analysiert, und die Ergebnisse sind unten aufgeführt.

Xerox 700 Toner (Cyan oder Schwarz)

[0076] Dieser im Handel erhältliche Toner wurde als Vergleich zu den erfindungsgemäßen Tonern verwendet. Der Xerox 700 Toner ist aus einem Emulsionsaggregationstoner zusammengesetzt, wobei der Kern aus etwa 6 bis 7 Gew.% eines kristallinen Harzes, 5 bis 6 Gew.% Cyan- oder Schwarzpigment, 8 bis 10 Gew.% Wachs und etwa 50 bis etwa 52 Gew.% amorphem Polyesterharz zusammengesetzt ist, und wobei der Mantel etwa 28 Gew.% des Toners ist.

Xerox Docucolor 2240 Cyantoner

[0077] Dieser im Handel erhältliche Toner wurde als Vergleich zu den erfindungsgemäßen Tonern verwendet. Der Xerox Docucolor 2240 Toner ist aus einem Emulsionsaggregationstoner zusammengesetzt, wobei der Kern aus etwa 5 bis 6 Gew.% Cyan- oder Schwarzpigment, 10 bis 12 Gew.% Wachs und etwa 54 bis etwa 56 Gew.% Styrol-Acrylat-Harz zusammengesetzt ist, und wobei der Mantel Styrol-Acrylat-Harz in etwa 28 Gew.% des Toners ist.

Ergebnisse der Entwicklerleistung

[0078] Die Ladeleistung des gemischten Cyantoners ist etwas hoch, wie in Graph 1 gezeigt ist, aber die Ladung des gemischten Schwarztoners liegt nahe an derjenigen des Eco-Kontrollmaterials. Die bessere Leistung bei dem Schwarztoner kann auf die niedrigere Temperatur bei der Koaleszenz von 70 °C oder den dickeren 34 % Mantel zurückzuführen sein (der Eco HY-Schwarztoner verwendet zurzeit eine niedrigere Koaleszenztemperatur von 75 °C und einen dickeren Mantel, um die Ladungsleistung und dielektrische Verlustleistung zu verbessern). Das Waschen muss möglicherweise ebenfalls optimiert werden, da der Toner sowohl EA-1- als auch Polyesterlatizes enthält, die zurzeit unterschiedliche Waschprotokolle verwenden. Die Gesamtladungsleistung mit dem EA-1-Latex ist in jedem Fall sehr vielversprechend und führt nicht zu signifikanten Bedenken.

[0079] Fig. 1 zeigt einen Graphen, der die Ladungsleistung der Tonerbeispiele 1 und 2 im Vergleich zu den Kontrolltonern zeigt. Die folgende Tabelle 2 zeigt einen Vergleich des dielektrischen Verlusts der Tonerbeispiele 1 und 2 gegenüber den Kontrolltonern.

Tabelle 2

Dielektrischer Verlust Probe 24 Stunden lang in J-Zone konditioniert. Kapazität und Verlustfaktor bei 100 kHz und 1 VAC gemessen.		
	E' (Dielektrizitätskonstante)	E''* 1000 (Verlust)
Xerox 700 Toner (Cyan)	2,42	20

Tonerbeispiel 1	2,37	16
Xerox 700 Toner (Schwarz)	3,61	36
Tonerbeispiel 2	3,10	34

[0080] Wie aus den Daten zum dielektrischen Verlust erkennbar ist, haben die erfindungsgemäßen Toner ähnliche, wenn nicht sogar etwas bessere Leistung als die Kontrolltoner. Guter dielektrischer Verlust ist wichtig, um gute A-Zonen-Transfereffektivität und Druckqualität zu erhalten.

Zusammenfassung des Fixierens

[0081] Glanz-, Falz- und Heißoffset-Daten der Partikel wurden an Proben erfasst, die an Color Xpressions Select (90 g) unter Verwendung eines hausinternen Xerox-Fixiergeräts fixiert erfasst wurden.

[0082] Die Druckglanzkurve lag bei Tonerbeispiel 1 zwischen dem Pinot und XC EAHG, wie in **Fig. 2** zu sehen ist. Eine Fixierwalzentemperatur von 154 °C ist notwendig, um 50 Glanzeinheiten zu erreichen, während für Xerox 700 Cyantoner 144 °C und für Xerox Docucolor 2240 Cyantoner 164 °C erforderlich sind. Falzfixier-MFT für Tonerbeispiel 1 lag innerhalb der experimentellen Unsicherheit (121°C versus 123°C) gegenüber dem Xerox 700 Cyantoner und lag erheblich unter dem Xerox Docucolor 2240 Cyantoner mit einer MFT von 140°C, wie in **Fig. 3** zu sehen ist. Tonerbeispiel 1 hatte einen umfangreichen Fixierspielraum und zeigte keinen Heißoffset an der Fixierwalze bei 210 °C.

[0083] Bei Tonerbeispiel 2 lag die Druckglanzkurve in **Fig. 2** zwischen derjenige von Xerox 700 Cyantoner und Xerox Docucolor 2240 Cyantoner und hatte einen niedrigeren Spitzenglanz (57 gu gegenüber 63 gu). Die zum Erreichen von 50 Glanzeinheiten (gu) erforderliche Temperatur betrug 158 °C, während Xerox Docucolor 2240 Cyantoner 166 °C und Xerox 700 Cyantoner 146 °C benötigten. Die Falzfixier-MFT von Tonerbeispiel 2 lag unter derjenigen von Xerox 700 Cyantoner (117 °C gegenüber 123 °C) und deutlich unter derjenigen von Xerox Docucolor 2240 Cyantoner (117 °C gegenüber 143 °C). Es trat kein Toner-Heißoffset an der Fixierwalze bei 210 °C auf, was zu einem umfangreichen Fixierspielraum führt.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

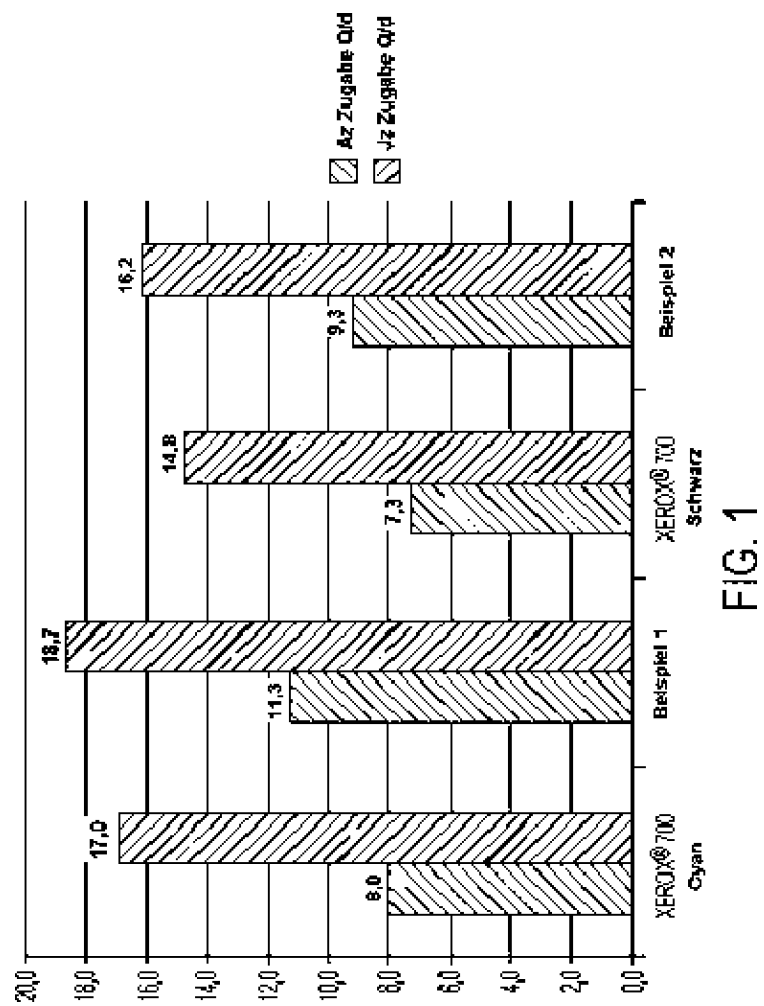
- US 6593049 [0009]
- US 6756176 [0009]
- US 6830860 [0009]
- US 6063827 [0011]
- US 8466254 [0011]
- US 7524602 [0031]

Patentansprüche

1. Tonerzusammensetzung, umfassend:
Tonerpartikel mit einem Kern, wobei der Kern umfasst:
ein Harz,
ein Färbungsmittel und
ein Wachs, wobei das Harz ein Styrol-Acrylat-Harz, ein kristallines Polyesterharz und ein amorphes Polyesterharz umfasst; und
einen über dem Kern angeordneten Mantel.
2. Tonerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das Styrol-Acrylat-Harz in dem Kern in einer Menge von etwa 5 bis etwa 30 Gew.% vorhanden ist, bezogen auf das Gesamtgewicht des Kerns.
3. Tonerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das kristalline Polyesterharz in dem Kern in einer Menge von etwa 5 bis etwa 8 Gew.% des Gesamtgewichts des Toners vorhanden ist, und wobei das amorphe Polyesterharz in dem Kern in einer Menge von etwa 20 bis etwa 30 Gew.% des Gesamtgewichts der Tonerzusammensetzung vorhanden ist.
4. Tonerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das amorphe Harz in dem Mantel in einer Menge von etwa 30 bis etwa 36 Gew.% der Tonerzusammensetzung vorhanden ist.
5. Tonerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das amorphe Polyesterharz ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Poly(alkoxyliertem Bisphenol A-co-fumarat-co-terephthalat-co-dodecenylnsuccinat), Poly(propoxyliertem Bisphenol-co-fumarat), Poly(ethoxyliertem Bisphenol-co-fumarat) und Mischungen davon.
6. Tonerzusammensetzung nach Anspruch 1, wobei der Mantel etwa 30 bis etwa 36 Gew.% der Tonerzusammensetzung umfasst.
7. Tonerzusammensetzung nach Anspruch 1 mit einer Mindestfixieremperatur von etwa 100 °C bis etwa 130 °C.
8. Tonerzusammensetzung nach Anspruch 1 mit einem dielektrischen Verlust von etwa 20 bis etwa 40.
9. Entwickler, umfassend:
eine Tonerzusammensetzung und
einen Tonerträger, wobei die Tonerzusammensetzung umfasst:
Tonerpartikel mit einem Kern, wobei der Kern umfasst:
ein Harz,
ein Färbungsmittel und
ein Wachs, wobei das Harz ein Styrol-Acrylat-Harz, ein kristallines Polyesterharz und ein amorphes Polyesterharz umfasst; und
einen über dem Kern angeordneten Mantel.
10. Verfahren zur Herstellung eines Toners, umfassend:
Zusammenmischen und Emulgieren eines Harzes, eines Färbungsmittels und eines Wachses, wobei das Harz ein Styrol-Acrylat-Harz, ein kristallines Polyesterharz und ein amorphes Polyesterharz umfasst, zur Bildung einer Latexemulsion;
Aggregieren der Latexemulsion zur Bildung von Tonerpartikelkernen, wobei die Tonerpartikelkerne das Styrol-Acrylat-Harz, das kristalline Polyesterharz und den amorphen Polyester umfassen;
Bilden eines Mantels über den Tonerpartikelkernen zur Bildung von Tonerpartikeln;
Koaleszieren der Tonerpartikel und
Kühlen der Tonerpartikel. .

Es folgen 3 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen



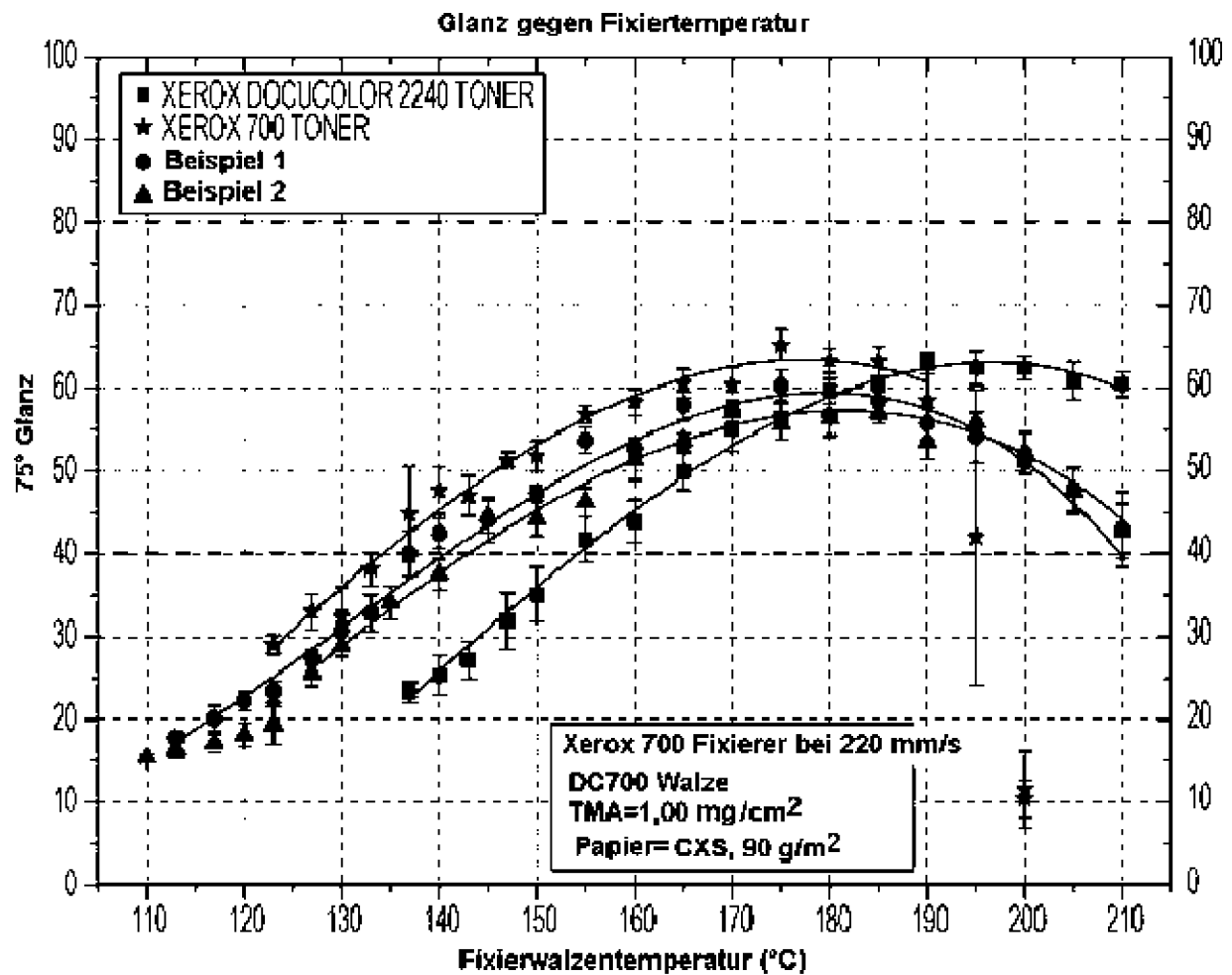


FIG. 2

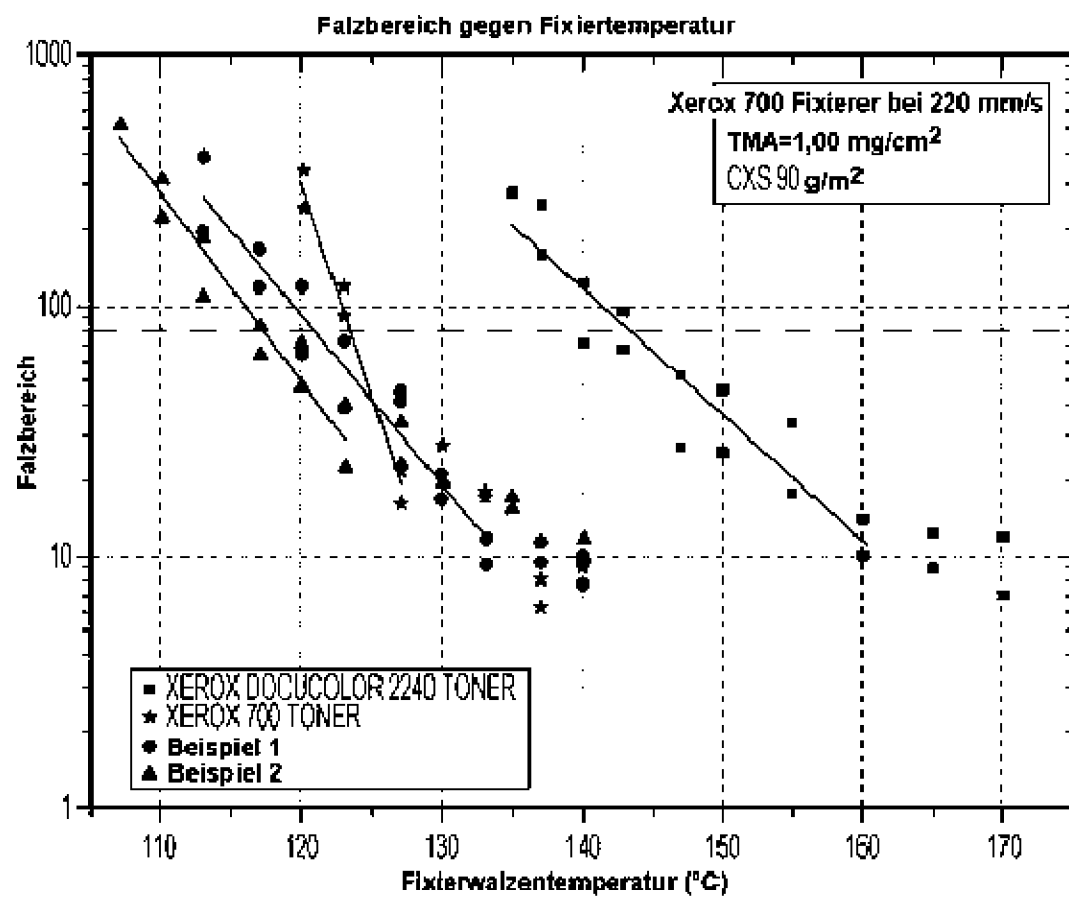


FIG. 3