



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101430513 B

(45) 授权公告日 2012. 01. 18

(21) 申请号 200810173698. 1

(22) 申请日 2008. 11. 07

(30) 优先权数据

2007-290732 2007. 11. 08 JP

2008-224651 2008. 09. 02 JP

(73) 专利权人 佳能株式会社

地址 日本东京都大田区下丸子 3 丁目 30 番  
2 号

(72) 发明人 半田智史 矶野直也 野中克之

阿部浩次 桥本康弘 杉山亨

照井雄平

(74) 专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事

务所 (普通合伙) 11277

代理人 刘新宇 李茂家

(51) Int. Cl.

G03G 9/087 (2006. 01)

G03G 9/08 (2006. 01)

G03G 13/00 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 4707429 A, 1987. 11. 17, 全文.

EP 1061420 A2, 2000. 12. 20, 全文.

CN 1774669 A, 2006. 05. 17, 全文.

CN 1957302 A, 2007. 05. 02, 全文.

US 7252916 B2, 2007. 08. 07, 全文.

CN 101038458 A, 2007. 09. 19, 全文.

审查员 申红胜

权利要求书 1 页 说明书 40 页 附图 3 页

(54) 发明名称

调色剂和图像形成方法

(57) 摘要

一种调色剂和图像形成方法,所述调色剂具有 i) 至少包含粘结剂树脂和着色剂的调色剂母粒和 ii) 作为外部添加剂的脂肪酸金属盐组合物。该脂肪酸金属盐组合物包含非离子表面活性剂和脂肪酸金属盐。在整个运行中该调色剂和使用该调色剂的图像形成方法能够防止调色剂粘附至调色剂承载构件,保证调色剂的稳定带电能力并且能够防止由调色剂过量带电引起的任何半色调图像质量劣化和由调色剂不充分带电引起的任何图像起雾。

1. 一种调色剂,其包括 i) 至少具有粘结剂树脂和着色剂的调色剂母粒和 ii) 作为外部添加剂的脂肪酸金属盐组合物;

所述脂肪酸金属盐组合物包含非离子表面活性剂和脂肪酸金属盐。

2. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中所述非离子表面活性剂为醚型非离子表面活性剂。

3. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中所述非离子表面活性剂具有范围为 5.0 以上至 15.0 以下的 HLB 值。

4. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中在脂肪酸金属盐组合物中的所述非离子表面活性剂的含量为 10ppm 至 500ppm。

5. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中所述非离子表面活性剂选自由聚氧乙烯烷基醚、聚亚烷基烷基醚和聚氧乙烯烷基苯基醚组成的组。

6. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中在所述脂肪酸金属盐组合物中的金属种类为锌或钙。

7. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中所述脂肪酸金属盐组合物包括硬脂酸锌或硬脂酸钙。

8. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中所述脂肪酸金属盐组合物具有 122.0℃ 以上至 130.0℃ 以下的熔点。

9. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中所述脂肪酸金属盐组合物在其用激光衍射 / 散射粒度分布测量仪测量的基于体积的粒度分布中,具有 0.15  $\mu\text{m}$  以上至 1.05  $\mu\text{m}$  以下的基于体积的中值直径 (D50s)。

10. 根据权利要求 9 所述的调色剂,其中所述基于体积的中值直径 (D50s) 为 0.15  $\mu\text{m}$  以上至 0.65  $\mu\text{m}$  以下。

11. 根据权利要求 9 所述的调色剂,其中所述基于体积的中值直径 (D50s) 为 0.30  $\mu\text{m}$  以上至 0.60  $\mu\text{m}$  以下。

12. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中所述脂肪酸金属盐组合物的含量为 0.02 质量份至 1.00 质量份,基于 100 质量份所述调色剂母粒。

13. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中所述脂肪酸金属盐组合物的含量为 0.05 质量份至 0.50 质量份,基于 100 质量份所述调色剂母粒。

14. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其为用于非磁性单组分显影系统的调色剂。

15. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中所述调色剂母粒为通过在水性介质中将至少包含可聚合单体、脱模剂和着色剂的可聚合单体组合物聚合而生产的颗粒。

16. 一种图像形成方法,其包括:

通过使用调色剂使保持在调色剂承载构件上的静电潜像可视化的显影步骤;

将通过使用调色剂可视化的调色剂图像转印至记录介质的转印步骤;和

将转印至记录介质的调色剂图像定影的定影步骤;

所用的调色剂为根据权利要求 1 所述的调色剂。

## 调色剂和图像形成方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及用于使用电子照相或静电记录的图像形成方法的调色剂。更具体地，其涉及使用具有以下的调色剂的图像形成方法：i) 包含粘结剂树脂、着色剂和脱模剂的调色剂母粒 (base particle) 和 ii) 外部添加剂粉末。

### 背景技术

[0002] 用于电子照相设备等的显影方法为以下方法：其中使调色剂粘附到形成于静电潜像承载构件的静电潜像以使静电潜像可视化来形成调色剂图像，然后将该调色剂图像转印至记录介质，然后通过定影步骤以获得定影图像。

[0003] 作为用于电子照相的显影剂，将它们分类成单组分显影剂和双组分显影剂。关于调色剂，还将它们分类为磁性的和非磁性的。

[0004] 本发明的调色剂可用于二者中的任一显影剂。

[0005] 近年来，在电子照相系统中，单组分显影系统已得到广泛应用。在此类系统中，调色剂通过在调色剂承载构件和调色剂层厚度控制构件间的滑动摩擦静电带电。此类使调色剂静电带电的系统的应用已使得易于成功地使打印机低成本和小型化。随着近年来对彩色图像形成的需要，非磁性单组分显影系统也已得到广泛应用，其对于使打印机低成本和小型化是有利的。

[0006] 关于使调色剂稳定地带电，双组分显影剂是有利的。因此，单组分和双组分显影剂和显影系统都用于电子照相。

[0007] 同时，当使打印机低成本和小型化时，还寻求使总的粉末消耗小。具体地，在定影步骤中，寻求减少要消耗的能量。为此目的，需要使在较低温度下可定影的调色剂更先进。

[0008] 当使调色剂由此在较低温度下可定影时，调色剂显示具有对机械应力的不良耐久性的趋势。认为这是由于以下事实：优先选择调色剂的定影性能以使调色剂适于更低温度定影，这使得调色剂在通常设定的使用温度范围内具有对机械应力的不良性质。

[0009] 此外，在商业上存在使打印机更高速的高需求。关于以高速打印的问题不仅是对于上述低温定影性能的要求，而且是对更高的耐应力性的需求。通常，高速机器在设备中具有快的机械运动。因此，在其辊的轴等和摩擦部分处趋于产生热。具体地，在单组分显影系统中，其中调色剂通过在调色剂承载构件和调色剂层厚度控制构件间的滑动摩擦静电带电，当使打印机高速时，需要在技术上高水平地平衡对于调色剂和调色剂的耐久性的需要。

[0010] 为了以高水平满足此类需要，提出以下作为调色剂颗粒：由聚合生产的调色剂、通过加热使粉碎的调色剂成球形获得的调色剂、由使乳化颗粒附聚获得的调色剂等。

[0011] 许多此类调色剂是设计为具有比传统的熔融-捏合并粉碎型调色剂更高的机械强度的那些。例如，使组成调色剂颗粒表面和调色剂颗粒内部的树脂在成分上改变，以提供具有核壳结构的调色剂颗粒。对于此类结构，提出以下调色剂：其中将具有高机械强度的材料用于壳以及将在定影方面有效的材料用于核（参见，例如，日本专利 No. 3055119）。

[0012] 然而,即使使用此类调色剂,在具有高处理速度的非磁性单组分显影系统中,伴随调色剂输送构件的表面被调色剂污染现象(即,调色剂熔融粘附至调色剂承载构件)的不良调色剂输送趋于发生。

[0013] 作为检查此类调色剂熔融粘附至调色剂承载构件的结果,认为其是由在调色剂中具有小粒度的颗粒(细粉末组分)引起的,所述具有小粒度的颗粒不参予显影并且在运行(外部运行)期间在调色剂承载构件的表面上累积以在其上变厚。为了减少运行期间在调色剂中的颗粒的此类选择,使调色剂从调色剂承载构件表面高度可脱模以及使调色剂稳定地带电是重要的。

[0014] 此类调色剂还趋于引起问题例如任何图像起雾和任何线图像显影(显影线),所述问题为通过由于调色剂粘附至调色剂层厚控制构件引起的限制所引起。

[0015] 优选将如上所述的在机械强度上改进的调色剂用于此类具有高处理速度的非磁性单组分显影图像形成设备。然而,尚未获得满足对更节能和更高速要求的任何调色剂。

[0016] 同时,关于在调色剂运行性能方面的改进,已提出各种表面处理剂(外部添加剂)。

[0017] 这些提议中,已发明使用脂肪酸金属盐作为调色剂母粒的外部添加剂。

[0018] 例如,公开一种调色剂,其由带负电的调色剂母粒和脂肪酸金属盐组成(参见,例如,日本专利申请特开 H08-129304 和 2002-014488)。

[0019] 还公开一种调色剂,其包含具有特定体积平均粒径的脂肪酸金属盐(参见,例如,日本专利申请特开 2004-163807 和 2002-296829)。

[0020] 还公开一种调色剂,其已经详细说明了包含脂肪酸金属盐的调色剂的圆形成度和脂肪酸金属盐的粒径比例(参见,例如,日本专利申请特开 2006-017934)。

[0021] 使用这些外部添加剂的调色剂在改进刮板清洁性能方面、在改进抗刮板翘起方面和在防止静电潜像承载构件表面磨损方面是有效的。它们在实现均匀的带电性和在防止出现鼓成膜(drum filming)方面也是有效的。

[0022] 此类调色剂显示在静电潜像承载构件表面上优良的润滑性。然而,在运行期间脂肪酸金属盐趋于选择性的消耗,因此调色剂在运行的后半段在保持此类润滑性方面变得效率较低。此外,为了使调色剂如上所述地有效,必须以足够的量加入脂肪酸金属盐,但这趋于引起问题例如在任何过量脂肪酸金属盐的影响下带电部分污染。此外,此类问题趋于成为在用于高速型图像形成设备中的彩色调色剂的显著问题,因此,当用于高速型设备时,必须保持以合适的量使用充分有效的材料。

[0023] 对于调色剂还已经获得发明,注意其数均粒径  $3.17\ \mu\text{m}$  以下颗粒的比例和脂肪酸金属盐的数均粒径间的关系。

[0024] 根据此类发明,可获得一种调色剂,其可几乎不磨损感光构件,能够无任何图像起雾或模糊图像,能够形成均匀的半色调图像,并且还可以几乎不引起微小点(minute dots)周围的调色剂斑点(toner spots)(参见,例如日本专利 3467966)。

[0025] 还公开一种调色剂,其为包含具有在特定范围内的熔融粘度的调色剂母粒、流动性改进剂和脂肪酸金属盐的单组分显影剂,并且已经详细说明了调色剂粒径和脂肪酸金属盐粒径间的关系。据此,获得一种调色剂,其允许高图像浓度,几乎不引起起雾和能够提供优良的清晰度(sharpness)(参见,例如日本专利申请特开 H09-311499)。

[0026] 如上指出的调色剂可以几乎不引起起雾和能够再现精密图像 (minute image)。然而,对于具有高处理速度的非磁性单组分显影图像形成设备的应用需要进一步的改进。此类发明在实现任何充分性能方面尚未成功。

[0027] 这样,如上所述的传统可获得的技术具有一些对于目前形成的高需求需要解决的问题。

[0028] 同时,作为用于生产脂肪酸金属盐的目前可获得的典型方法,可以包括以下方法:其中将无机金属化合物的溶液逐滴地加入至脂肪酸碱金属盐的溶液以进行反应的方法(复分解方法),以及其中将脂肪酸和无机金属化合物在高温下捏合以进行反应的方法(熔融方法)。

[0029] 此外,对于如何使脂肪酸金属盐更细进行了各种研究。例如,对于将脂肪酸金属盐制成细颗粒的生产方法和对于使用此颗粒的调色剂已经进行了发明(参见,例如日本专利 3906580)。

[0030] 此类调色剂为这样的调色剂:当其通过湿法生产时,通过在合成时控制溶剂浓度和温度使脂肪酸金属盐更细。包含此类脂肪酸金属盐的调色剂良好地显示至少作为润滑剂的性能,并且作为清洁助剂能够高度有效。

## 发明内容

[0031] 传统的脂肪酸金属盐在防止调色剂粘附至调色剂承载构件表面的方面不是充分有效的,由此仍然存在改进的余地。此外,在包含脂肪酸金属盐的调色剂中,其能够提供具有高浓度、较少起雾和优良清晰度的图像,但是对于在具有高处理速度的高速彩色图像形成机器中产生的高水平需要存在问题。

[0032] 因此,本发明人已经进行了广泛研究。结果,他们已经发现:可以将包含特定化合物的脂肪酸金属盐作为外部添加剂加入至调色剂母粒中,并且这能够解决上述问题,这样他们完成了本发明。

[0033] 本发明的第一目的是提供一种调色剂以及使用该调色剂的图像形成方法,该调色剂在整个运行中能够防止自身粘附至调色剂承载构件。

[0034] 本发明的第二目的是提供一种调色剂以及使用该调色剂的图像形成方法,该调色剂能够在整个运行中将带电能力保持在合适的范围内,并且可以极少地引起任何由于调色剂过量带电引起的半色调图像质量的劣化和任何由于调色剂不充分带电引起的图像起雾。

[0035] 本发明的第三目的是提供一种调色剂以及使用该调色剂的图像形成方法,该调色剂可以在整个运行中较少地引起任何由在静电潜像承载构件上的转印残留调色剂产生的一次充电构件的污染。

[0036] 通过以下描述的本发明能够实现上述目的。

[0037] 即,本发明为包含以下的调色剂:i) 至少具有粘结剂树脂和着色剂的调色剂母粒,和 ii) 作为外部添加剂的脂肪酸金属盐组合物;该脂肪酸金属盐组合物包含非离子表面活性剂和脂肪酸金属盐。

[0038] 使用本发明的调色剂能够使调色剂在从调色剂承载构件表面的脱模性方面得到改进,还能够极少地引起任何问题,例如在调色剂承载构件表面上的细粉的增厚。结果,在整个运行中能够保持稳定的调色剂粒度,并且能够防止调色剂熔融-粘附(调色剂成膜

(toner filming)) 至调色剂承载构件。

[0039] 使用本发明的调色剂还能够使调色剂在整个运行中具有在合适的范围内的带电能力。结果,能够形成图像,该图像绝对没有由于调色剂过量带电引起的任何半色调图像不均匀性和由于调色剂不充分带电引起的任何图像起雾。

[0040] 此外,使用本发明的调色剂能够防止充电构件由于静电潜像承载构件上的转印残留调色剂包含的外部添加剂而污染。结果,极少地发生运行期间任何静电潜像承载构件的不良一次充电和任何半色调图像不均匀性,并且能够在整个运行中形成稳定的图像。

[0041] 参考附图从以下示例性实施方案的描述中,本发明进一步的特征将变得显而易见。

## 附图说明

[0042] 图 1 为用于合成脂肪酸金属盐组合物的连续反应系统的示意图。

[0043] 图 2 为非磁性单组分显影组件的示意图。

[0044] 图 3 为全色图像形成设备的示意图。

[0045] 图 4 为另一全色图像形成设备的示意图。

## 具体实施方式

[0046] 在本发明中,将包含非离子表面活性剂的脂肪酸金属盐组合物作为外部添加剂加入至调色剂母粒。这能够改进调色剂的脱模性以及能够防止调色剂熔融-粘附(调色剂成膜)至调色剂承载构件。此外,由于其优良的脱模性,能够防止具有相对小粒径的细粉滞留在调色剂承载构件表面上,并且这使在整个运行中可保持稳定的粒度分布。

[0047] 此外,只要将包含非离子表面活性剂的脂肪酸金属盐组合物作为外部添加剂加入至调色剂母粒,调色剂的带电稳定性得到改进,并且在整个运行中能够使电荷量保持在合适的范围内。因此,这能够良好地防止任何半色调图像不均匀性和图像起雾的发生。

[0048] 本发明的组成还能够防止充电构件被由于包含于在静电潜像承载构件上的转印残留调色剂中的外部添加剂所污染,因此运行期间任何静电潜像承载构件的不良一次充电和任何半色调图像不均匀性可以极少地发生,并且在整个运行中能够形成稳定的图像。

[0049] 以下描述包含非离子表面活性剂的脂肪酸金属盐组合物,其有利地用于本发明中。

[0050] 首先,以下具体地描述非离子表面活性剂的实例。

[0051] 非离子表面活性剂为以下物质的通用术语,具体地说,该物质属于根据由经济和工业部作为各种工业产品质量指标所规定的内容分组的非离子表面活性剂。

[0052] 此外,存在阴离子、阳离子和两性表面活性剂。然而,任何包含此类离子表面活性剂的脂肪酸金属盐组合物在带电特性方面显示使调色剂极大地经受环境改变的趋势。此类在带电特性方面可以极大地经受环境改变的材料趋于抑制调色剂的带电特性以致在高湿环境中产生问题,例如起雾和调色剂成滴漏出。作为出现此类在带电特性方面环境改变的原因,推测:水趋于吸附至脂肪酸金属盐组合物具有的脂肪酸的极化部分,这样在吸附于其上的水的影响下,电荷不能够部分地保持。对于阳离子和阴离子表面活性剂进行的研究也揭示:任何具有优选粒径和带电特性的脂肪酸金属盐组合物不能够稳定地形成,并且此类

表面活性剂不适合用于它们在脂肪酸金属盐组合物中的用途。

[0053] 将非离子表面活性剂进一步分类成脂肪酸型、高级醇型和烷基酚型。作为要包含于脂肪酸金属盐组合物中的表面活性剂而优选的组为高级醇型或烷基酚型表面活性剂。

[0054] 作为要包含于脂肪酸金属盐组合物中的非离子表面活性剂,其可以优选为醚型表面活性剂,其可具体地包括聚氧乙烯烷基醚例如聚氧乙烯月桂基醚、聚氧乙烯十三烷基醚、聚氧乙烯十六烷基醚、聚氧乙烯硬脂基醚和聚氧乙烯油基醚;聚氧乙烯烷基苯基醚例如聚氧乙烯壬基苯基醚和聚氧乙烯辛基苯基醚;以及聚亚烷基烷基醚 (polyalkylene alkyl ethers)。

[0055] 其中,优选的是月桂醇环氧乙烷加合醚、油醇环氧乙烷加合醚和壬基酚醇环氧乙烷加合醚。

[0056] 在脂肪酸金属盐组合物中的非离子表面活性剂可以优选 10ppm 至 500ppm、更优选 10ppm 至 400ppm、还更优选 15ppm 至 350ppm 的含量。

[0057] 只要非离子表面活性剂的含量在 10ppm 以上,即使在运行的后半部分,脂肪酸金属盐组合物也能够适当地带电,并且显影剂也能够更均匀地消耗,从而能够防止任何粗劣的半色调图像的形成。此外,调色剂消耗迅速地进行,因此,能够防止调色剂熔融粘附至调色剂承载构件表面,还能够防止发生任何图像起雾和线图像。

[0058] 只要非离子表面活性剂的含量在 500ppm 以下,在高湿环境中也能够保持良好的带电特性,并且即使作为长期运行的结果或作为长期放置的结果,也能够良好地防止发生任何图像起雾。

[0059] 在脂肪酸金属盐组合物中的脂肪酸可以包括一元饱和脂肪酸例如丁酸、戊酸、月桂酸、肉豆蔻酸、棕榈酸、硬脂酸和褐煤酸;多元饱和脂肪酸例如己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸和癸二酸;一元不饱和脂肪酸例如巴豆酸和油酸;和多元不饱和脂肪酸例如马来酸和柠康酸。

[0060] 优选具有 8 至 35 个碳原子的饱和或不饱和脂肪酸。具体地,优选其为主要由硬脂酸组成的酸。

[0061] 许多脂肪酸以具有不同碳原子数量的酸组分的混合物的形式存在于自然界。为了描述以作为天然产物获得的硬脂酸为例的脂肪酸,其为主要由具有 18 个碳原子的硬脂酸组成的脂肪酸,并且进一步以非常少的量包含具有例如 14 个碳原子、16 个碳原子、20 个碳原子或 22 个碳原子的脂肪酸组分。通常,进行纯化步骤至特定程度以使脂肪酸组分具有更高的纯度的那些为工业上可获得的。此外,作为高纯度产品,还存在日本药典级产品,并且还优选使用任意这些而获得效果。当将硬脂酸用作脂肪酸时,硬脂酸可以优选具有占全部的 90.0 质量%以上,更优选 95.0 质量%以上的纯度。

[0062] 只要硬脂酸具有 90.0 质量%以上的纯度,硬脂酸金属盐的颗粒能够具有特别良好的耐热性,从易于生产和易于处理的观点来看,这是优选的。

[0063] 此处,脂肪酸的纯度是作为硬脂酸组分纯度的纯度。将任何具有除了 18 个碳原子之外的碳原子的脂肪酸和其它有机物质和无机物质认为是杂质。

[0064] 形成盐的主要金属物质可以为锂、钠、钾、铜、铷、银、锌、镁、钙、锶、铝、铁、钴和镍,可使用任意的这些金属。此外,为了在整个运行中使调色剂的带电能力保持在合适的范围,优选使用锌或钙。

[0065] 其它金属种类也可以与主要金属种类一起引入。在此情况下,此类其它金属种类可以优选为低于 30% 的元素比例(其它金属种类在全部种类中所占比例)。

[0066] 作为脂肪酸金属盐最优选的是硬脂酸锌和硬脂酸钙。

[0067] 以下具体地描述脂肪酸金属盐组合物优选的物理性质。

[0068] 为了优选带来本发明的效果,脂肪酸金属盐组合物可以优选具有 0.15  $\mu\text{m}$  以上至 1.05  $\mu\text{m}$  以下,更优选 0.15  $\mu\text{m}$  以上至 0.65  $\mu\text{m}$  以下,还更优选 0.30  $\mu\text{m}$  以上至 0.60  $\mu\text{m}$  以下的基于体积的中值直径(volume-based median diameter)(D50s)。

[0069] 只要用于本发明调色剂的脂肪酸金属盐组合物具有 0.15  $\mu\text{m}$  以上的基于体积的中值直径(D50s),其可良好地作为润滑剂起作用,并且能够充分地获得防止调色剂熔融粘附至调色剂承载构件的效果。另一方面,当脂肪酸金属盐组合物具有 1.05  $\mu\text{m}$  以下的基于体积的中值直径(D50s)时,本发明的效果尤其显著。认为这是由于以下事实引起的:脂肪酸金属盐组合物具有在尺寸上适于其粘附至调色剂母粒的粒径,因此高度地粘附至调色剂母粒。当脂肪酸金属盐组合物具有 0.15  $\mu\text{m}$  以上至 0.65  $\mu\text{m}$  以下的基于体积的中值直径(D50s)时,其对于调色剂母粒的粘附和其由于脂肪酸金属盐而作为润滑剂的作用能够尤其良好地得到平衡,这非常好地带来本发明的效果。还有助于此的是防止调色剂过量带电的效果,这由在脂肪酸金属盐组合物的颗粒表面上存在的非离子表面活性剂所带来,正如所认为的。

[0070] 作为脂肪酸金属盐组合物的热性质,当将通过差示扫描量热法分析的吸热峰值温度设定为熔点时,其可以优选具有 122.0 $^{\circ}\text{C}$  以上至 130.0 $^{\circ}\text{C}$  以下的熔点。

[0071] 只要脂肪酸金属盐组合物具有上述范围内的熔点,控制由于热引起的附聚和控制调色剂熔融粘附能够得到平衡,还能够更好地改进调色剂的贮藏稳定性。

[0072] 作为将非离子表面活性剂引入脂肪酸金属盐组合物中的方法,对其没有特别的限定。容易和优选的方法为稍后将描述的方法,在该方法中,将脂肪酸金属盐在水中合成,并且在该水中保持非离子表面活性剂作为分散稳定剂存在,以使将其引入脂肪酸金属盐。然而,如上所述,方法绝不限于此。还可以通过在脂肪酸金属盐形成后对其进行处理来引入非离子表面活性剂。

[0073] 用于生产脂肪酸金属盐组合物的优选方法具体描述如下。

[0074] 目前可获得的用于生产脂肪酸金属盐的典型方法包括作为其实例的以下方法:其中将无机金属化合物的溶液逐滴加入脂肪酸金属盐的溶液以进行反应的方法(复分解方法),和其中将脂肪酸和无机金属化合物在高温下捏合以进行反应的方法(熔融方法)。

[0075] 用于本发明的脂肪酸金属盐组合物包含非离子表面活性剂。为了将表面活性剂以在脂肪酸金属盐组合物的颗粒之间较少的不均匀状态引入而优选的生产方法为湿法。特别地,优选复分解方法。

[0076] 该方法具有以下生产步骤:将无机金属化合物的溶液逐滴加入至脂肪酸金属盐的溶液,以用无机金属化合物的金属取代脂肪酸金属盐的步骤。

[0077] 然而,注意:通过通常可用的复分解方法进行合成显示以下趋势:可以制成具有大于 7.0  $\mu\text{m}$  的平均粒径且还包含约 20 质量%以上具有 10  $\mu\text{m}$  以上粒径的颗粒的脂肪酸金属盐组合物。

[0078] 在应该生产制成细颗粒的脂肪酸金属盐的情况下,在水性介质中合成时,可以将



具有分散稳定作用的物质加入至水性体系,以改变要形成的脂肪酸金属盐组合物和分散介质之间的界面能。用于改变此界面能的方法可以包括使用表面活性剂的方法。

[0079] 作为可实现此类作用的表面活性剂,特别优选使用非离子表面活性剂。可以将之前已经描述的那些用作非离子表面活性剂。

[0080] 关于表面活性剂,已经提出亲水-亲脂平衡的数值表示法的 HLB 值并且在各种领域中已广泛使用。

[0081] 然后,本发明人已经研究了关于在合成脂肪酸金属盐组合物时所用的表面活性剂的各种表面活性剂,以发现存在能够有效形成脂肪酸金属盐组合物的表面活性剂的类型和 HLB 值的组。

[0082] 为了使脂肪酸金属盐组合物稳定地分散而优选的 HLB 值为 5.0 至 15.0。

[0083] 满足优选 HLB 值的非离子表面活性剂为通过控制在各表面活性剂中的醇组分和环氧乙烷加合组分来获得。更具体地说,它们可以包括以下化合物。

[0084] 月桂醇环氧乙烷加合醚:

[0085] 环氧乙烷 5-mol 加合产物,HLB 值:10.8

[0086] 环氧乙烷 10-mol 加合产物,HLB 值:14.1

[0087] 环氧乙烷 23-mol 加合产物,HLB 值:16.9

[0088] 油醇环氧乙烷加合醚:

[0089] 环氧乙烷 10-mol 加合产物,HLB 值:12.4

[0090] 环氧乙烷 20-mol 加合产物,HLB 值:15.3

[0091] 壬基苯基醇环氧乙烷加合醚:

[0092] 环氧乙烷 4-mol 加合产物,HLB 值:8.9

[0093] 环氧乙烷 6-mol 加合产物,HLB 值:10.9

[0094] 环氧乙烷 7-mol 加合产物,HLB 值:11.7

[0095] 环氧乙烷 10-mol 加合产物,HLB 值:13.3

[0096] 环氧乙烷 12-mol 加合产物,HLB 值:14.1

[0097] 环氧乙烷 14-mol 加合产物,HLB 值:14.8

[0098] 作为用于计算本发明中所使用的表面活性剂组分的 HLB 值的表达式,可以使用以下所示的格里芬 HLB 数值法 (Griffin's HLB value-number method)。

[0099] (1) 在多元醇脂肪酯的情况下:HLB 值 =  $20(1-S/A)$ ;

[0100] S:酯皂化值;和

[0101] A:脂肪酸的中和值。

[0102] (2) 在妥儿油、松香、蜂蜡和月桂多元醇 (lauric polyhydric alcohol) 衍生物的情况下:

[0103] HLB 值 =  $(E+P)/5$ ;

[0104] E:在组成分子中的环氧乙烷含量(质量%);和

[0105] P:在组成分子中的多元醇含量(质量%);

[0106] (3) 当亲水性基团为环氧乙烷时,

[0107] HLB 值 =  $E/5$ ;

[0108] E:在组成分子中的环氧乙烷含量(质量%)。

[0109] 作为生产系统,可以优选使用图 1 中所示的连续反应系统。

[0110] 在图 1 中,附图标记 001 和 002 表示其中容纳水溶液的罐,其中之一为其中容纳 (a) 包含表面活性剂的脂肪酸盐水溶液 [组分 (a)] 的罐,其另一种为其中容纳 (b) 包含表面活性剂的无机金属盐水溶液或分散体 [组分 (b)] 的罐。附图标记 003 表示反应器;附图标记 007,粉碎机;和附图标记 008,脂肪酸金属盐组合物浆料罐。附图标记 004 各自表示恒速泵。

[0111] 作为反应器 003,优选这样的反应器,在该反应器中,组分 (a) 和组分 (b) 能够分别进给其混合机中以将它们混合。尤其优选组分 (a) 和组分 (b) 能够分别进给至混合机并在混合机中以尽可能高的速率和速度混合。例如,反应器优选使各原料溶液 (或分散体) 能够分别从不同的方向引入其混合罐以一起混合溶液 (或分散体),并且同时,能够将所得的混合物从混合罐中排出至系统的外部。具体地,优选其中组分 (a) 和组分 (b) 能够以良好效率混合的反应器。还优选使组分 (a) 和组分 (b) 在将它们控制温度在 70℃ 至 90℃ 的状态下相互反应。

[0112] 作为用于这些的设备,优选使用线轧机 (line mill) 例如流动喷射混合机,线匀化器 (line homogenizer) 或砂磨机。

[0113] 当组分 (a) 与组分 (b) 反应后,任何未反应的脂肪酸碱金属盐或铵盐残留在反应产物中时,可以按以下方式进行反应。组分 (a) 与组分 (b) 的反应产物已经排出混合罐后,可以将以 0.001 至 15.0% 的量包含无机金属盐的水溶液或分散体与反应产物混合,这样未反应的脂肪酸碱金属盐或铵盐能够与脂肪酸金属盐组合物反应。

[0114] 使反应已经完成的包含脂肪酸金属盐组合物的浆料通过粉碎机 007,然后将其作为反应浆料容纳在浆料罐 008 中,随后送至下一步骤 (此处,其可进行分级步骤)。还可以建立循环系统,其中反应浆料首先返回至粉碎机 007,然后再次进行粉碎。

[0115] 在此处用作粉碎机的设备没有特别的限定。可用的是,例如 Milder L-Series (由 Pacific Machinery & Engineering Co., Ltd. 制造) 和 Proshear Mixer (由 Pacific Machinery & Engineering Co., Ltd. 制造)。可优选使用的是发生器 (generator) 已经转变为具有齿的形状的 Milder L-Series。

[0116] 借助于本领域常用的过滤器将这样获得的反应浆料分成脂肪酸金属盐组合物滤饼和滤液。用热水等将该脂肪酸金属盐组合物滤饼充分地洗涤以降低其杂质水平。作为此处使用的洗涤水,优选使用已经调整到 50 微西门子 /m 以下的离子交换水。

[0117] 在下一步骤中将已经洗涤的该脂肪酸金属盐组合物滤饼进行干燥,这样获得脂肪酸金属盐组合物。干燥时,如果脂肪酸金属盐组合物滤饼为少量时,可以将其在盘形容器中铺展成为薄层,然后可以将其在设定为指定温度的干燥箱中干燥。当脂肪酸金属盐组合物滤饼为大量时,优选使用在气流中进行干燥的流化床干燥器 (由 Y. K. Ohkawara Seisakusho 制造) 等。具体的干燥温度可以依赖于要获得的脂肪酸金属盐组合物类型而不同,例如在硬脂酸锌的情况下,可以为 40℃ 以上至 90℃ 以下。在高于 90℃ 的温度下干燥可引起细颗粒的相互附聚,从而带来使颗粒具有大的平均粒径的可能性。另一方面,在低于 40℃ 的温度下干燥是不期望的,这是因为通过干燥除去脂肪酸金属盐组合物中的水分花费时间。脂肪酸金属盐组合物滤饼的干燥可以在常压下进行,但是在某些情况下,为了有效地进行干燥,可以通过减压干燥或真空干燥实现。此外,脂肪酸金属盐组合物滤饼可以用低沸点溶剂等进行洗涤,然后将所得的脂肪酸金属盐组合物滤饼干燥。作为用于此类情况中的

低沸点溶剂,优选能够以良好效率从脂肪酸金属盐组合物滤饼中除去水的溶剂,其可包括例如甲醇、乙醇、丙酮和二氯甲烷。

[0118] 接下来描述当生产脂肪酸金属盐组合物时使用的原料。

[0119] 作为原料组分,使用 (a) 包含表面活性剂的脂肪酸盐水溶液 [组分 (a)] 和 (b) 包含表面活性剂的无机金属盐水溶液或分散体 [组分 (b)]。

[0120] 作为用于制备组分 (a) 脂肪酸金属盐水溶液的脂肪酸盐,可使用任何之前所述的优选脂肪酸和其它脂肪酸的盐(例如,碱金属盐和铵盐)。考虑到制造,优选使用具有 4 至 30 个碳原子的脂肪酸的盐。具有在此范围内的碳原子的脂肪酸具有在水中合适的溶解度和能够实现高生产效率。

[0121] 在组分 (a) 脂肪酸金属盐水溶液中,脂肪酸盐的含量范围可为 0.001 质量%至 20 质量%。只要其含量在此范围内,要获得的脂肪酸金属盐组合物的生产效率和粒度控制能够良好地得到平衡。考虑到要获得的脂肪酸金属盐组合物的量及其粒度,在水溶液中的脂肪酸的碱金属盐或铵盐的含量范围可更优选为 0.5 质量%至 15 质量%。

[0122] 还可将非离子表面活性剂加入至组分 (a) 的水性体系。作为此处使用的表面活性剂,可使用选自之前例举的非离子表面活性剂中的一种或几种。

[0123] 可以以基于组分 (a) 的水性体系为 0.1 质量%至 10.0 质量%的量使用非离子表面活性剂。如果非离子表面活性剂以低于 0.1 质量%的量加入,难以降低脂肪酸金属盐组合物的中心粒度。另一方面,如果其为高于 10.0 质量%的量,要获得的脂肪酸金属盐组合物可能具有不良的带电特性,并且除此之外,废水处理可能不经济地需要大的负荷。

[0124] 用于组分 (b) 无机金属盐水溶液或分散体的无机金属盐可以包括作为其实例的碱土金属例如钙、钡和镁的氯化物、硫酸盐、碳酸盐、硝酸盐或磷酸盐,和金属例如钛、锌、铜、锰、镉、汞、镓、铅、铁、铝、钴、镍和银的氯化物、硫酸盐、碳酸盐、硝酸盐或磷酸盐。任何这些材料可单独使用或可以两种以上组合使用。

[0125] 在组分 (b) 无机金属盐水溶液或分散体中,无机金属盐的含量范围可优选为 0.001 质量%至 20 质量%。只要其含量在此范围内,要获得的脂肪酸金属盐组合物的生产效率和粒度控制能够良好地得到平衡。考虑到要获得的脂肪酸金属盐组合物的量及其粒度,在水溶液或分散体中的无机金属盐的含量范围可更优选为 0.01 质量%至 10 质量%。

[0126] 同样关于组分 (b),使用与组分 (a) 类似的表面活性剂是良好的。表面活性剂的种类和量可与组分 (a) 中的种类相同且对于水的含量相同,但是该种类可以改变以使用多种表面活性剂。还优选使用与组分 (a) 中相同的表面活性剂来控制其相对于组分 (b) 的含量。

[0127] 作为用于制备组分 (a) 和组分 (b) 的水,可使用任何常用的水。优选的为具有低水平的杂质例如金属离子的水,例如离子交换水、纯化水或蒸馏水。

[0128] 在生产脂肪酸金属盐组合物中组分 (a) 与组分 (b) 的反应比可任意地改变。具体地,可如此设定 (b) 组分:使其以该组份中的阳离子原子表示的相对于包含于组分 (a) 的脂肪酸盐中的羧酸的摩尔重量是理论上所需的摩尔当量以上。这是优选的,从而稳定脂肪酸金属盐组合物的带电特性和补救调色剂至调色剂承载构件的熔融粘附。更优选如此设定组分 (b):使其是相对于组分 (a) 的 1.1 倍以上的摩尔当量。

[0129] 这样,通过混合两种组分以使它们相互反应来获得包含表面活性剂的脂肪酸金属

盐组合物。

[0130] 脂肪酸金属盐组合物的含量可优选为 0.02 质量份至 1.00 质量份,更优选 0.05 质量份至 0.50 质量份,基于 100 质量份调色剂母粒。

[0131] 只要脂肪酸金属盐组合物的含量在上述范围内,就能够良好地获得防止调色剂成膜至调色剂输送构件的效果,还能够良好地防止发生调色剂成滴漏出。

[0132] 脂肪酸金属盐组合物用作外部添加剂,其可以优选与稍后描述的其它外部添加剂组合使用。

[0133] 作为用于其外部添加至调色剂母粒的处理方法,已知的方法是可用的。例如可将汉歇尔 (Henschel) 混合机 (由 Mitsui Miike Engineering Corporation 制造) 和 Hybridizer (由 Nara Machinery Co., Ltd. 制造) 用作为此的设备。

[0134] 接下来描述调色剂母粒的优选实施方案。

[0135] 对于如何生产调色剂母粒没有特别的限定,只要能够实现所期望的性质即可。更具体地,可用的为熔融捏合粉碎法、悬浮聚合法、乳液聚合法、悬浮造粒法等。

[0136] 其中,优选悬浮聚合法、乳液聚合法和悬浮造粒法的体系,其具有在水性介质中生产调色剂母粒的步骤,尤其优选在水性介质中进行的悬浮聚合和悬浮造粒。进一步优选的是使用以下生产方法:其能够形成具有作为调色剂母粒组成的此类带来耐应力性的核-壳结构的调色剂母粒。

[0137] 用于通过聚合生产调色剂母粒的方法可以包括直接聚合法、悬浮聚合法、乳液聚合法和种子聚合法。其中,考虑到易于平衡粒径和颗粒形状,尤其优选通过悬浮聚合法来生产调色剂母粒。在此悬浮聚合法中,在可聚合单体中,将着色剂和另外任选的聚合引发剂、交联剂、电荷控制剂和其它添加剂均匀地溶解或分散以制造单体组合物。其后,借助于合适的搅拌器,将该单体组合物分散于包含分散稳定剂的连续相(如水相)中,然后进行聚合反应以获得具有有所期望粒径的调色剂母粒。

[0138] 在当通过该悬浮聚合法生产调色剂的情况下,单个调色剂颗粒以基本球形的形式保持均匀性,因此,能够容易地获得具有高圆形度的调色剂。此外,此类调色剂还具有相对均匀的电荷量分布,因此能够具有高转印性能。

[0139] 此外,可以任选设计具有核-壳结构的调色剂母粒,其中通过再次将可聚合单体和聚合引发剂加入至通过悬浮聚合获得的细颗粒中来设置表面层。

[0140] 调色剂包含着色剂例如颜料或染料作为基本组分以提供着色力。在本发明中优选使用的有机颜料或染料可以包括以下。

[0141] 用作青色着色剂的有机颜料或有机染料可以包括铜酞菁化合物及其衍生物、蒽醌化合物、碱性染料色淀化合物等。具体地说,它们可以包括 C. I. 颜料蓝 1、C. I. 颜料蓝 7、C. I. 颜料蓝 15、C. I. 颜料蓝 15:1、C. I. 颜料蓝 15:2、C. I. 颜料蓝 15:3、C. I. 颜料蓝 15:4、C. I. 颜料蓝 60、C. I. 颜料蓝 62 和 C. I. 颜料蓝 66。

[0142] 作为用作品红色着色剂的有机颜料或有机染料,使用缩合 (condensation) 偶氮化合物、二酮基吡咯并吡咯化合物、蒽醌化合物、喹吡啶酮化合物、碱性染料色淀化合物、萘酚化合物、苯并咪唑酮化合物、硫靛化合物和花化合物。具体地说,它们可以包括 C. I. 颜料红 2、C. I. 颜料红 3、C. I. 颜料红 5、C. I. 颜料红 6、C. I. 颜料红 7、C. I. 颜料红 19、C. I. 颜料红 23、C. I. 颜料红 48:2、C. I. 颜料红 48:3、C. I. 颜料红 48:4、C. I. 颜料红 57:1、C. I. 颜

料红 81:1、C. I. 颜料红 122、C. I. 颜料红 144、C. I. 颜料红 146、C. I. 颜料红 150、C. I. 颜料红 166、C. I. 颜料红 169、C. I. 颜料红 177、C. I. 颜料红 184、C. I. 颜料红 185、C. I. 颜料红 202、C. I. 颜料红 206、C. I. 颜料红 220、C. I. 颜料红 221 和 C. I. 颜料红 254。

[0143] 用作黄色着色剂的有机颜料或有机染料可以包括缩合偶氮化合物、异吲哚啉酮化合物、蒽醌化合物、偶氮金属配合物、次甲基化合物和烯丙基酰胺化合物。具体地说，它们可以包括 C. I. 颜料黄 12、C. I. 颜料黄 13、C. I. 颜料黄 14、C. I. 颜料黄 15、C. I. 颜料黄 17、C. I. 颜料黄 62、C. I. 颜料黄 74、C. I. 颜料黄 83、C. I. 颜料黄 93、C. I. 颜料黄 94、C. I. 颜料黄 95、C. I. 颜料黄 97、C. I. 颜料黄 109、C. I. 颜料黄 110、C. I. 颜料黄 111、C. I. 颜料黄 120、C. I. 颜料黄 127、C. I. 颜料黄 128、C. I. 颜料黄 129、C. I. 颜料黄 147、C. I. 颜料黄 151、C. I. 颜料黄 154、C. I. 颜料黄 168、C. I. 颜料黄 174、C. I. 颜料黄 175、C. I. 颜料黄 176、C. I. 颜料黄 180、C. I. 颜料黄 181、C. I. 颜料黄 191 和 C. I. 颜料黄 194。

[0144] 任何这些着色剂可以单独、以混合物的形式或进一步以固体溶液的状态使用。考虑到色相角、色度、亮度、耐光性、在 OHP 膜上的透明度和在调色剂母粒中的分散性，可以选择用于调色剂的着色剂。

[0145] 着色剂可以以 1 质量份至 20 质量份的添加量使用，基于 100 质量份粘结剂树脂。

[0146] 作为黑色着色剂，可以使用炭黑和通过使用如上所示的黄色、品红色和青色着色剂调和成黑色的着色剂。

[0147] 为了获得良好的定影图像，本发明的调色剂可优选基于 100 质量份粘结剂树脂以 0.5 质量份至 50 质量份的量具有脱膜剂。作为脱膜剂，可以例举各种类型的蜡。

[0148] 用于本发明调色剂中的脱膜剂可以包括石油蜡及其衍生物，例如石蜡、微晶蜡和矿脂；褐煤蜡及其衍生物；通过费-托 (Fischer-Tropsch) 合成获得的烃蜡，及其衍生物；由聚乙烯蜡代表的聚烯烃蜡，及其衍生物；天然存在的蜡例如巴西棕榈蜡和小烛树蜡，及其衍生物。

[0149] 此类衍生物包括氧化物、具有乙烯基单体的嵌段共聚物和接枝改性的产物。有用的还有高级脂肪醇、脂肪酸例如硬脂酸和棕榈酸，或其化合物，酸酰胺蜡、酯蜡、酮、硬化蓖麻油及其衍生物，植物蜡和动物蜡。

[0150] 这些蜡中，优选具有在差示扫描量热法 (DSC) 中最大吸热峰值温度为 40℃ 至 110℃ 的那些蜡，更优选具有最大吸热峰值温度为 45℃ 至 90℃ 的那些蜡。还更优选石蜡和费-托 (Fischer-Tropsch) 蜡，其具有通过 DSC 测量的 70℃ 至 85℃ 的最大吸热峰值温度。

[0151] 脱膜剂组分的最大吸热峰值温度根据 ASTM D3418-82 测量。为了测量，例如使用由 Perkin-Elmer Corporation 制造的 DSC-7。在仪器检测部分处的温度基于钢和锌的熔点来校正，并且热量基于钢的熔合热来校正。将由铝制成的盘用作测量用样品，将空盘设定为对照以在 10℃ /min 的加热速率下进行测量。

[0152] 当使用脱膜剂时，其可以优选含量范围为从 0.5 质量份至 50 质量份，基于 100 质量份粘结剂树脂。如果其含量低于 0.5 质量份，可能低效率地防止调色剂低温污损。如果其含量高于 50 质量份，该调色剂可以具有不良的长期贮存稳定性，除此之外，其它调色剂材料可能变得不良地分散，导致调色剂流动性的降低和图像特性的降低。

[0153] 此外，在本发明的调色剂中，优选使用电荷控制剂。

[0154] 作为电荷控制剂，例如有机金属化合物和螯合化合物是有效的，包括单偶氮金属

化合物、乙酰丙酮金属化合物、芳香羟基羧酸和芳香二羧酸金属化合物。此外,其可以包括芳香单羧酸或多羧酸,及这些的金属盐、这些的酸酐、这些的酯和这些的酚衍生物例如双酚衍生物。其还可以包括苯乙烯-丙烯酸共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸共聚物、苯乙烯-丙烯酸-磺酸共聚物和非金属羧酸化合物。

[0155] 其中,进一步优选单偶氮金属配合物、芳香羟基羧酸金属配合物、芳香二羧酸金属配合物和这些的金属盐。还进一步优选的是中心金属原子为 Fe、Al、Cr 或 Ni 的单偶氮金属配合物、中心金属原子为 Fe 或 Al 的芳香羟基羧酸金属配合物,和这些的金属盐,以及包含苯乙烯-丙烯酸酯-磺酸基团的单体的共聚物。

[0156] 具体地,当通过在水性介质中进行聚合生产调色剂母粒时,从聚合反应期间能够控制它们的层结构的观点,优选的是中心金属原子为 Fe 或 Al 的芳香羟基羧酸金属配合物和包含苯乙烯-丙烯酸酯-磺酸基团的单体的共聚物。

[0157] 考虑到耐久性(运行性能),本发明的调色剂可优选具有从  $3.0\mu\text{m}$  至  $15.0\mu\text{m}$ 、更优选从  $5.0\mu\text{m}$  至  $10.0\mu\text{m}$  的重均粒径(D4)。D4 低于  $3.0\mu\text{m}$  的调色剂趋于在显影时粘附至调色剂承载构件的表面层,以趋于抑制其充电能力。尤其当具有不同的图像打印百分比的图案已经再现后立刻再现半色调图像时,大量地使用包含 D4 低于  $3.0\mu\text{m}$  的调色剂颗粒的调色剂趋于引起显影重影。具有此类小粒径的调色剂也趋于熔融粘附至调色剂承载构件表面,因此在运行期间其显示引起调色剂承载构件污染的趋势。

[0158] 在其粒度分布上,本发明的调色剂还优选具有从 1.05 以上至低于 1.90、更优选从 1.05 以上至低于 1.50,还更优选从 1.10 以上至低于 1.30 的通过用重均粒径(D4)除以数均粒径(D1)得到的 D4/D1 的比例。当调色剂满足该值在此范围内时,半色调图像的质量在整个运行中能够良好地保持。

[0159] 在本发明的调色剂中,优选控制颗粒形状以旨在改进带电稳定性、显影性能、转印性能和流动性。

[0160] 作为用于本发明调色剂中的此类颗粒形状控制的优选范围,在用流式颗粒图像分析仪测量的调色剂基于数值的圆当量直径-圆形度散点图中,调色剂可以优选具有 0.920 至 0.995 的平均圆形度和 0.040 以下的圆形度标准偏差,更优选 0.950 至 0.990 的平均圆形度和 0.035 以下的圆形度标准偏差。

[0161] 只要本发明的调色剂具有在以上范围内的平均圆形度和圆形度标准偏差,其能够良好地实现带电能力和清洁性能,还能够防止熔融粘附至调色剂承载构件表面。

[0162] 要求本发明的调色剂包含脂肪酸金属盐组合物作为外部添加剂。除此之外,可将除了脂肪酸金属盐组合物之外的外部添加剂优选外部加入至调色剂母粒,以旨在改进带电稳定性、显影性能、流动性和运行性能。

[0163] 此类外部添加剂可以包括作为其具体实例的细二氧化硅粉末、疏水处理的细二氧化硅粉末、氧化钛、表面疏水处理的氧化钛和各种树脂颗粒。任何这些可优选单独或以两种以上组合使用。

[0164] 其中,更优选疏水处理的细二氧化硅粉末和氧化钛。可进一步组合使用两种以上的其它外部添加剂。

[0165] 作为在本发明中优选使用的疏水处理的细二氧化硅粉末,可使用任何已知的细二氧化硅粉末。可优选使用的是利用氮气吸附,通过 BET 法测量的具有  $20\text{m}^2/\text{g}$  以上,更优选

在 40 至 400m<sup>2</sup>/g 范围内的比表面积 of 细二氧化硅粉末。

[0166] 在疏水处理的细二氧化硅粉末中的疏水处理剂可包括作为其具体实例的有机硅清漆、各种改性有机硅清漆、硅油、各种改性硅油、硅烷偶联剂、具有官能团的硅烷偶联剂和其它有机硅化合物。任何这些处理剂可单独或以混合物的形式使用。

[0167] 疏水处理的细二氧化硅粉末可以以 0.2 质量份至 5.0 质量份,更优选 0.7 质量份至 3.0 质量份的量使用,基于 100 质量份调色剂母粒,但其不特别限定于此。

[0168] 接下来描述利用本发明的调色剂的图像形成。

[0169] 作为可应用本发明调色剂的图像形成方法,可将该调色剂不限制地应用于任何双组分显影方法和单组分显影方法。调色剂也不限于分类为磁性和非磁性调色剂的任一类,可用二者中的任一种调色剂。

[0170] 作为在图像形成方法中用于显影步骤的条件,调色剂承载构件和作为静电潜像承载构件的感光构件可接触或不接触。此处,参考图 2 描述它们接触的情况。

[0171] 显影组件 104 在其中容纳调色剂 108,并且具有与静电潜像承载构件(感光构件)101 接触的沿箭头方向旋转的调色剂承载构件 105。其进一步具有用于控制调色剂量和使调色剂摩擦带电的显影剂刮板 117 和涂布辊 116,所述涂布辊 116 沿箭头方向旋转以使调色剂 108 粘附至调色剂承载构件 105,并且还通过其与调色剂承载构件 105 的摩擦使调色剂带电。显影偏压电源连接至调色剂承载构件 105。偏压电源(未示出)还连接至涂布辊 116,其中当使用带负电的调色剂时,将电压设定在相对于显影偏压的负侧(negative side),当使用带正电的调色剂时,将电压设定在相对于显影偏压的正侧(positive side)。

[0172] 此处,被称为显影辊隙宽度的在感光构件 101 和调色剂承载构件 105 之间的接触区处的旋转方向的长度,可以优选 0.2mm 至 8.0mm。如果其低于 0.2mm,显影量可能太小以致于不能容易地获得满意的图像浓度,并且转印残留调色剂还趋于不充分地收集。如果其高于 8.0mm,可能过量的进给调色剂以致趋于引起起雾,并且还趋于引起感光构件严重地磨损。

[0173] 通过显影剂刮板 117 控制调色剂涂布量。该显影剂刮板 117 与调色剂承载构件 105 通过调色剂层保持接触。此处,其接触压力可为 4.9 至 49N/m(5 至 50gf/cm) 作为优选范围。如果接触压力低于 4.9N/m,不仅可能难于控制调色剂涂布量,还影响均匀的摩擦起电充电,导致发生起雾。另一方面,如果接触压力高于 49N/m,调色剂颗粒可能承受过量的负荷以致趋于不期望地引起颗粒的变形或调色剂熔融粘附至显影刮板或调色剂承载构件。

[0174] 调色剂涂布量控制构件的自由端部可具有任何形状,只要其提供优选的 NE 长度(从显影剂刮板与调色剂承载构件接触的区域延伸至自由端的长度)即可。其截面形状可为根据其用途而不同,并且可为线形的。除了线形外,其可为在边缘附近弯曲的 L-形,或可为在边缘附近形成球面的形状,可优选使用其中任何一种。

[0175] 作为调色剂涂布量控制构件,除了用于在压力接触下涂布调色剂的弹性刮板之外,还可使用金属刮板等。

[0176] 作为弹性控制构件,优选选择适于使调色剂摩擦带电至所期望的极性的摩擦带电系列的材料,包括,例如橡胶弹性材料例如硅橡胶、聚氨酯橡胶和 NBR;合成树脂弹性材料例如聚对苯二甲酸乙二酯;金属弹性材料例如不锈钢、钢和磷青铜,以及其复合材料,可使用任意这些。

[0177] 当弹性控制构件和调色剂承载构件需要具有耐久性时,优选将树脂或橡胶粘贴至或涂布在金属弹性材料以接触与套筒接触的部分。

[0178] 此外,有机或无机材料可加入、可熔融混合入或可分散于弹性控制构件中。例如,可加入任何金属氧化物、金属粉末、陶瓷、碳同素异形体、晶须、无机纤维、染料、颜料和表面活性剂以控制调色剂的带电能力。尤其当弹性构件由橡胶或树脂的模塑产品制成时,还优选在其中引入二氧化硅、氧化铝、氧化钛、氧化锡、氧化锆或氧化锌的细金属氧化物粉末,炭黑或通常用于调色剂的电荷控制剂。

[0179] 还可将 DC 电场和 / 或 AC 电场施加至控制构件,由此能够进一步改进均匀薄层涂布性能和均匀带电性能,这是因为作用在调色剂上的松弛作用 (loosening action),因此能够实现充分的图像浓度,并且能够形成具有良好质量的图像。

[0180] 作为充电构件,其包括非接触型电晕充电组件和使用辊等的接触型充电构件,可使用其中任何一种。可优选使用接触充电型以能够有效和均匀地充电,使系统简化和使臭氧更少的出现。

[0181] 如图 2 中所示,使用接触型充电构件。

[0182] 用于在图 2 中所示的一次充电构件 102 为充电辊,其基本上由在中央处的心轴和形成前者外周的导电性弹性层组成。将充电辊与静电潜像承载构件 101 的表面在压力下接触,并且当静电潜像承载构件 101 旋转时,其跟随旋转。

[0183] 当使用充电辊时,可优选在辊接触压力为 4.9 至 490N/m(5 至 500gf/cm) 的条件下进行充电过程,当将通过将 AC 电压叠加至 DC 电压形成的电压用作施加电压时,AC 电压为 0.5 至 5kVpp,AC 频率为 50Hz 至 5kHz,DC 电压为  $\pm 0.2$  至  $\pm 1.5$ kV,当施加 DC 电压时,DC 电压为  $\pm 0.2$  至  $\pm 5$ kV。为了能够控制鼓(感光构件)的磨损深度,更优选其中仅将 DC 电压用作施加电压的情况。作为除此之外的接触充电方法,可利用使用充电刮板的方法和使用导电性刷的方法。与非接触电晕充电相比,这些接触充电方法的优点在于它们使高电压不必要和使臭氧更少的出现。

[0184] 作为接触充电装置的充电辊和充电刮板,可优选由导电性橡胶制成,并在其表面上可设置脱膜涂层 (release coat)。该脱膜涂层可由尼龙树脂、PVDF(聚偏二氟乙烯)或 PVDC(聚偏二氯乙烯)形成,可使用任意这些。

[0185] 作为示于图 2 的图像形成设备的描述,其已经对于接触充电装置进行描述。相同设备和条件也可用于构成不同的图像形成设备,只要使用接触充电装置即可。

[0186] 作为调色剂承载构件,可使用弹性辊并且可使用其中调色剂涂布在弹性辊表面和涂布的调色剂与感光构件表面接触的方法。作为弹性辊,优选使用其弹性层具有 30 至 60 度的 ASKER-C 硬度的辊。当在调色剂承载构件和感光构件表面相互接触的状态下进行显影时,借助于作用在感光构件和面向感光构件表面的弹性辊之间的电场通过调色剂进行显影。因此,对于弹性辊表面或表面附近必要的是具有电势,以在感光构件表面和调色剂承载构件表面之间的窄间隙处形成电场。所以,还可以使用以下方法:其中控制弹性辊的弹性橡胶以在中等电阻区具有电阻,并且保持电场同时防止其至感光构件表面的导电,或在导电性层的表面层上设置薄层绝缘层。

[0187] 优选将调色剂以  $0.1\text{mg}/\text{cm}^2$  至  $1.5\text{mg}/\text{cm}^2$  的量涂布在调色剂承载构件上。如果以低于  $0.1\text{mg}/\text{cm}^2$  的量涂布,难以获得充分的图像浓度,如果以高于  $1.5\text{mg}/\text{cm}^2$  的量涂布,难以



均匀地使所有的单个调色剂颗粒摩擦带电,提供了引起起雾的因素。更优选以  $0.2\text{mg}/\text{cm}^2$  至  $0.9\text{mg}/\text{cm}^2$  的量涂布。

[0188] 在本发明的图像形成方法中,调色剂承载构件可沿与感光构件相同的方向或相反的方向在面向后者的前者区域处旋转。在当二者都以相同方向旋转的情况下,可优选将调色剂承载构件的圆周速度设定为感光构件外周速度的 1.05 至 2.0 倍。

[0189] 作为感光构件,优选使用的是具有由 a-Se、CdS、 $\text{ZnO}_2$ 、OPC(有机光导电体)、a-Si 等形成的光电导绝缘材料层的感光鼓或感光带。

[0190] 在此类 OPC 感光构件中的感光层可为其中感光层在同一层中包含电荷产生材料和电荷输送材料的单层型,或可为由电荷输送层和电荷产生层组成的功能分离感光层。多层型感光层,其如此构造以使电荷产生层和电荷输送层依次在导电性基底上叠置,其为优选的实例之一。作为用于有机感光层的粘结剂树脂,对其没有特别的限制。特别优选聚碳酸酯树脂、聚酯树脂或丙烯酸类树脂,这是因为它们提供良好的转印性能,并且不易引起调色剂至感光构件的熔融粘附和外部添加剂的成膜。

[0191] 以下参考图 3 描述使用本发明的调色剂的图像形成。

[0192] 在图 3 中,各附图标记 1 表示感光构件;字母符号 P 表示转印材料例如纸;附图标记 16 表示输送转印材料的静电输送带;各附图标记 17 表示转印构件;附图标记 15 表示定影组件;各附图标记 2 表示一次充电构件,其使与之接触的感光构件 1 直接静电充电。

[0193] 偏压电源(未示出)连接至各一次充电构件 2,以使各感光构件 1 的表面能够均匀地静电充电。

[0194] 具有与感光构件 1 极性相反的极性的用于转印偏压的电源 32 与各转印构件(转印辊)17 接触。

[0195] 当暴露于光 3 时,静电潜像形成于各静电潜像承载构件(感光构件)1 上,随后分别借助于 Y(黄色)、M(品红色)、C(青色)和 Bk(黑色)显影组件 41、42、43 和 44 连续地显影,以形成第一至第四颜色调色剂图像,并且将这些形成并保持在各感光构件 1 上的调色剂图像连续地转印至转印材料 P,该转印材料 P 通过进纸装置 11、10 和 63 输送。

[0196] 用于将来自各感光构件 1 的第一至第四颜色调色剂图像连续地叠加转印至在静电输送带 16 上输送的转印材料 P 的转印偏压具有与调色剂极性相反的极性,并且从偏压电源(未示出)施加。

[0197] 其后,使转印在转印材料 P 上的未定影的多色调色剂图像进入定影组件 15,并且通过热和压力的作用定影在转印介质 P 上,这样获得定影的多色图像。

[0198] 调色剂图像至转印材料 P 的转印完成后,使清洁构件 18 与静电输送带 16 接触以收集残留在静电输送带 16 上而未转印至转印材料 P 的调色剂(转印残留调色剂)。用各清洁构件 13 清洁各感光构件 1 的表面。

[0199] 静电输送带 16 包括带状基层和设置在该基层上的表面层。表面层可由多层组成。在基层和表面层的情况下,可使用橡胶、弹性体或树脂。

[0200] 例如,橡胶或弹性体可包括天然橡胶、异戊二烯橡胶、丁苯橡胶、丁二烯橡胶、丁基橡胶、乙丙橡胶、三元乙丙橡胶、氯丁橡胶、氯磺化聚乙烯和氯化聚乙烯。可用的还为丁腈橡胶、聚氨酯橡胶、间规 1,2-聚丁二烯、表氯醇橡胶、丙烯酸类橡胶、硅橡胶、氟橡胶、聚硫橡胶、聚降冰片烯橡胶和氢化丁腈橡胶。此外可用的是选自自由用聚苯乙烯型、聚烯烃型、聚氯

乙烯型、聚氨酯型、聚酰胺型、聚酯型和氟树脂型弹性体示例的热塑性弹性体组成的组中的一种或多种材料。然而,实例决不限于这些材料。

[0201] 作为树脂,可使用树脂例如聚烯烃树脂、硅树脂、氟树脂和聚碳酸酯树脂。还可使用任意这些树脂中的共聚物或混合物。

[0202] 作为基层,可使用芯材料层(core material layer),其具有在一侧或两侧上涂布、浸涂或喷涂任意上述橡胶、弹性体和树脂的机织物,无纺布,纱线(yarn)或膜的形式。

[0203] 作为组成芯材料层的材料,可用的但不特别限定于例如天然纤维例如棉花、丝绸和亚麻;合成纤维例如聚酯纤维、尼龙纤维、丙烯酸类纤维、聚烯烃纤维、聚氯乙烯纤维、聚偏二氯乙烯纤维、聚氨酯纤维和聚烷基对氧苯甲酸酯纤维(polyalkylparaoxybenzoate fiber)。此外可用的为选自合成纤维例如聚缩醛纤维、芳族聚酰胺纤维、聚氟乙烯纤维和酚醛纤维(phenol fiber);无机纤维例如碳纤维和玻璃纤维;以及金属纤维例如铁纤维和铜纤维组成的组中的一种或多种材料。

[0204] 此外,可将导电剂加入基层和表面层以控制静电输送带的电阻率。对于导电剂没有特别的限制。例如,可用的为选自碳粉末、金属粉末例如铝或镍粉末、金属氧化物例如氧化钛、以及导电性聚合物例如含季铵盐的聚甲基丙烯酸甲酯、聚二乙炔和聚乙烯亚胺组成的组中的一种或多种导电剂。

[0205] 本发明的调色剂可用于图像形成设备,在该图像设备中,使用中间转印带以将多调色剂图像一次转印至记录介质。参考图4描述具有此类中间转印带的图像形成设备如何构建的实例。对应于图3中的那些的组成构件或装置通过相同的附图标记示出。

[0206] 在使形成并保持于各静电潜像承载构件(感光构件)1上的调色剂图像通过感光构件1和中间转印带5之间的辊隙的过程中,将它们借助于电场连续地一次转印至中间转印带5的外周表面,该电场由从各偏压电源30通过各一次转印辊6施加至中间转印带5的一次转印偏压形成。

[0207] 用于将来自各感光构件的第一至第四颜色调色剂图像连续叠加转印至中间转印带5的一次转印偏压具有与调色剂的极性相反的极性,并且从偏压电源(未示出)施加。

[0208] 在将来自感光鼓1的第一至第三颜色调色剂图像一次转印至中间转印带5的步骤中,二次转印辊7和清洁充电构件18可与中间转印带5保持分离。

[0209] 附图标记7表示二次转印辊,其以平行于二次转印相对辊8轴向支撑,并且如此设置以与中间转印带5的底部可分离。

[0210] 为了将转印在中间转印带5上的多色调色剂图像转印至转印材料P,将二次转印辊7与中间转印带5接触,并且还在给定的时间将转印材料P进给至中间转印带5和二次转印辊7之间的接触辊隙,其中将二次转印偏压从偏压电源31施加至二次转印辊7。借助于此二次转印偏压,将多色调色剂图像从中间转印带5二次转印至转印材料P。

[0211] 其后,使转印在转印材料P上的未定影的多色调色剂图像进入定影组件15,并且通过热和压力的作用定影在转印介质P上,这样获得定影的多色图像。

[0212] 调色剂图像至转印材料P的转印完成后,使清洁构件18与中间转印带5接触以收集残留在中间转印带5上而未转印至转印材料P的调色剂(转印残留调色剂)。

[0213] 中间转印带5包括带状基层和设置在该基层上的表面层。表面层可由多层组成。在基层和表面层的情况下,可使用橡胶、弹性体或树脂。

[0214] 例如,作为橡胶和弹性体,可用的为选自以下组成的组中的一种或多种材料:天然橡胶、异戊二烯橡胶、丁苯橡胶、丁二烯橡胶、丁基橡胶、乙丙橡胶、三元乙丙橡胶、氯丁橡胶、氯磺化聚乙烯、氯化聚乙烯、丁腈橡胶、聚氨酯橡胶、间规 1,2-聚丁二烯、表氯醇橡胶、丙烯酸类橡胶、硅橡胶、氟橡胶、聚硫橡胶、聚降冰片烯橡胶、氢化丁腈橡胶和热塑性弹性体(例如,聚苯乙烯型、聚烯烃型、聚氯乙烯型、聚氨酯型、聚酰胺型、聚酯型和氟树脂型弹性体)。然而,实例决不限于这些材料。

[0215] 作为树脂,可使用树脂例如聚烯烃树脂、硅树脂、氟树脂和聚碳酸酯树脂。还可使用任意这些树脂的共聚物或混合物。

[0216] 作为基层,可使用芯材料层,其具有在一侧或两侧上涂布、浸涂或喷涂任意上述橡胶、弹性体和树脂的机织布、无纺布、纱线或膜的形式。

[0217] 作为组成芯材料层的材料,可用的但不特别限定于选自以下组成的组中的一种或多种材料:例如,天然纤维例如棉花、丝绸和亚麻;再生纤维例如甲壳素纤维、褐藻酸纤维和再生纤维素纤维;半合成纤维例如醋酸纤维;合成纤维例如聚酯纤维、尼龙纤维、丙烯酸类纤维、聚烯烃纤维、聚乙烯醇纤维、聚氯乙烯纤维、聚偏二氯乙烯纤维、聚氨酯纤维、聚烷基对氧苯甲酸酯纤维、聚缩醛纤维、芳族聚酰胺纤维、聚氟乙烯纤维和酚醛纤维;无机纤维例如碳纤维、玻璃纤维和硼纤维;以及金属纤维例如铁纤维和铜纤维。

[0218] 此外可将导电剂加入基层和表面层以控制中间转印带的电阻率。对于导电剂没有特别的限制。例如,可用的为选自以下组成的组中的一种或多种导电剂:碳粉末,金属粉末例如铝或镍粉末,金属氧化物例如氧化钛,以及导电性聚合物例如含季铵盐的聚甲基丙烯酸甲酯、聚乙烯基苯胺、聚乙烯基吡咯、聚二乙炔和聚乙烯亚胺、含硼聚合化合物和聚吡咯。

[0219] 以下一起描述如何测量根据本发明的各种物理性质。

[0220] 非离子表面活性剂的定量测定:

[0221] 在脂肪酸金属盐组合物中的非离子表面活性剂的含量可以用以下方式定量地测定。

[0222] 具体地说,其可以通过使用具有质谱分析仪的气相色谱分析由加热脂肪酸金属盐组合物获得的热解吸有机挥发性物质来测定。作为优选的测量仪器,可使用与 TRACE 2000GC(由 ThermoQuest Corporation 制造)和顶空进样器组合装配的仪器。

[0223] 在以下条件下测量:

[0224] 萃取条件:120.0°C;

[0225] 样品量:1.0g;和

[0226] 柱:0.32mm 毛细管柱

[0227] 关于峰可见的物质,如何从图中确定未知物质可以由质谱图中通过谱图库检测来进行。在确定该物质后,将由于各物质中的非离子表面活性剂导致的峰设定为表面活性剂峰。此处,为了进行定量测定,使用在合成时使用的表面活性剂的标准试剂和从质谱图中测定的物质制作校正曲线,并且在校正曲线的基础上定量地测定所分析的物质。关于未完全鉴定的峰,将它们作为未知峰并且从测定操作中除去。

[0228] 由于通过以上方法进行分析,所以仅仅可挥发性组分参予测量。因此,其不是测定在脂肪酸金属盐组合物中的所有非离子表面活性剂的情况。然而,在本发明中,将该方法用

于分析,这是因为测量的结果和性能相互对应。

[0229] 脂肪酸金属盐组合物的粒径和粒度分布测量:

[0230] 用激光衍射/散射粒度分布测量仪 LA-920(由 Horiba Ltd. 制造)测量脂肪酸金属盐组合物的粒径和粒度分布。设定测量条件和分析测量数据都使用 LA-920 附带的供其专用的软件。

[0231] 作为测量的具体方式,首先将其中容纳有电解液作为测量介质(通过将优级纯氯化钠(guaranteed sodium chloride)以约 1 质量%的浓度溶解于离子交换水制备的介质,例如,“ISOTON II”,购自 Beckman Coulter, Inc.)的间歇型池(batch-type cell)放入激光衍射/散射粒度分布测量仪 LA-920(由 Horiba Ltd. 制造),其中调整其光轴和调整背景。

[0232] 接下来,将约 1mg 脂肪酸金属盐组合物、约 0.2ml 通过用离子交换水将作为分散剂的“CONTAMINON N”稀释至约 3 倍质量而制备的稀溶液和 20ml 水性电解液加入 30cc 由玻璃制成的样品瓶中。将通过使该样品瓶借助于超声分散机进行超声分散 60 秒所获得的物质用作测量用流体分散体。上述“CONTAMINON N”为用于洗涤精密测量仪器的 pH7 中性清洁剂的 10 质量%水溶液,该中性清洁剂由非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂和有机助洗剂组成,并且可购自 Wako Pure Chemical Industries, Ltd.。可使用其任何代用品,只要可获得类似效果即可。其后为了防止所得的流体分散体再次附聚,超声照射后在 1 分钟内进行测量。

[0233] 作为超声分散机,使用 UH-50 型(由 SMT Co., Ltd. 制造),其装配有直径 5mm 的钛合金尖端(tip)作为振动器。当流体分散体在水浴中冷却时进行超声分散,以在分散期间不使流体分散体的温度达到 40℃以上。

[0234] 将获得的脂肪酸金属盐组合物流体分散体加入间歇型池中直到钨灯的光透光率达到 95%至 90%,测量其粒度分布。

[0235] 熔点的测量:

[0236] 用差示扫描量热仪 DSC-7(由 Perkin-Elmer Corporation. 制造)并根据 ASTM D3418-82 测量熔点。在加热速率 1.0℃/min(未调制)、从室温升温至达 150.0℃的条件下测量。

[0237] 关于脂肪酸金属盐组合物的熔点,将获得的测量结果中的最大吸热峰值温度称为熔点。

[0238] 调色剂粒度分布的测量:

[0239] 用具有尺寸 100 μm 的细口管(aperture tube)的精密粒度分布测量仪“Coulter Counter Multisizer 3”(注册商标;由 BeckmanCoulter, Inc. 制造),使用细孔阻抗法(aperture impedance method)测量调色剂的重均粒径(D4)和数均粒径(D1)。

[0240] 还使用 Multisizer 3 附带的为其专用的软件“Coulter CounterMultisizer 3 Version 3.51”(由 Beckman Coulter, Inc. 生产),其设定用于测量的条件和分析测量数据。为了分析测量数据,基于通过作为总共有效测量通路为 25,000 个通路测量而获得的数据来分析数据,以计算调色剂的重均粒径(D4)和数均粒径(D1)。

[0241] 作为用于测量的水性电解液,可使用通过将优级纯氯化钠以约 1 质量%的浓度溶解于离子交换水而制备的溶液,例如,“ISOTON II”(购自 Beckman Coulter, Inc.)。

[0242] 此处,进行测量和分析前,以以下方式设定专用的软件。

[0243] 在专用软件的“标准测量方法 (SOM) 的变换 (Change of Standard Measuring Method (SOM))”画面上,将控制模式的计数总数设定为 50,000 个颗粒。测量次数设定为 1 次,并且作为 Kd 值,将该值设定为使用“标准颗粒,10.0  $\mu\text{m}$ ”获得的值 (购自 Beckman Coulter, Inc.)。通过按下“阈值 (Threshold Value)/噪声水平测量按钮 (Noise Level Measuring Button)”自动设定阈值和噪声水平。然后,将电流设定为 1,600  $\mu\text{A}$ ,增益为 2,并且电解液为 ISOTON II,其中选中“用于测量后细口管的闪光 (Flash for Aperture Tube after Measurement)”。

[0244] 在专用软件的“设定由脉冲至粒径的变换 (Setting of Conversion from Pulse to Particle Diameter)”画面上,将箱距 (bin distance) 设定为粒径的对数,粒径箱设定为 256 粒径箱,粒径范围为 2  $\mu\text{m}$  至 60  $\mu\text{m}$ 。

[0245] 测量的具体方法如下:

[0246] (1) 将约 200ml 水性电解液置于在 Multisizer3 中专用的 250ml 由玻璃制成的圆底烧杯中,将其放在样品架上,此时用搅拌棒沿逆时针方向以 24 转/秒进行搅拌。然后,运行分析软件的“细口的闪光 (Flash of Aperture)”功能以事先除去在细口管中的任何污垢和气泡。

[0247] (2) 将约 30ml 水性电解液置于 100ml 由玻璃制成的平底烧杯中,向其中加入约 0.3ml 通过用离子交换水将作为分散剂的“CONTAMINON N”稀释至约 3 倍质量而制备的稀溶液。该“CONTAMINON N”为用于洗涤精密测量仪器的 pH7 的中性清洁剂的 10 质量%水溶液,其由非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂和有机助洗剂组成,并且可购自 Wako Pure Chemical Industries, Ltd.。

[0248] (3) 准备电输出为 120W 的超声分散机“Ultrasonic Dispersion system TETORAL50”(由 Nikkaki Bios Co. 制造),其具有振荡频率为 50kHz 的两个振荡器,所述两个振荡器以其相位变换 180 度构建于其中。将指定量的离子交换水置于其水箱中,并且将约 2ml 上述 CONTAMINON N 加入至该水箱。

[0249] (4) 将上述 (2) 的烧杯放入超声分散机的烧杯固定孔,启动超声分散机。然后,如此调整烧杯的高度位置以使在烧杯中的水性电解液表面的共振状态可以变得最高。

[0250] (5) 在用超声波照射在上述 (4) 的烧杯中的水性电解液的状态下,将约 10mg 的调色剂渐渐加入至水性电解液,并且在其中分散。然后,此超声分散处理另外持续 60 秒。在进行超声分散处理中,合适地控制水箱的水温以使其为 10°C 以上至 40°C 以下。

[0251] (6) 通过使用移液管将在上述 (5) 中调色剂已经分散的水性电解液逐滴地加入放置在样品架内部的上述 (1) 的圆底烧杯中。调整测量浓度以使其为约 5%。然后进行测量直至测量颗粒达到总数 50,000 个颗粒。

[0252] (7) 通过使用上述测量仪器附带的专用软件分析测量数据,以计算重均粒径 (D4) 和数均粒径 (D1)。此处,当在专用软件中设定为图/体积%时在“分析/体积统计值 (算术平均)”画面上的“平均直径”为重均粒径 (D4),并且当在专用软件中设定为图/数量%时在“分析/数量统计值 (算术平均)”画面上的“平均直径”为数均粒径 (D1)。

[0253] 调色剂颗粒形状的测量:

[0254] 使用调色剂的圆当量直径和圆形度以及它们的频率分布作为用于定量地表示调

色剂颗粒形状的简单方式。此处,用流式颗粒图像分析仪" FPIA-3000 型" (由 Sysmex Corporation 制造) 测量调色剂的圆当量直径和圆形度以及它们的频率分布,并且根据以下表达式计算。

[0255] 圆当量直径 = (颗粒投影面积 /  $\pi$ )<sup>1/2</sup> × 2。

[0256] 圆形度 = (具有与颗粒投影面积相同面积的圆的周长) / (颗粒投影图像的周长)。

[0257] 此处,“颗粒投影面积”定义为二进位编码的调色剂颗粒图像的面积,“颗粒投影图像的周长”定义为通过连接调色剂颗粒图像的边缘点形成的轮廓线的长度。

[0258] 圆形度为显示调色剂颗粒表面不均匀程度的指数。当调色剂颗粒为正圆时,其显示为 1.00。表面形状越复杂,圆形度的值越小。

[0259] 从以下表达式计算调色剂的圆当量数均直径和粒径标准偏差 SDd,圆当量数均直径表示基于数量的粒径频率分布的平均值,其中在粒度分布的分段点 i 处的粒径(中值)用 di 表示,频率用 m 表示。

[0260] 圆当量数均直径  $\bar{d}_1 = \sum_{i=1}^n (f_i \times d_i) / \sum_{i=1}^n (f_i)$

[0261] 粒径标准偏差 SDd =  $\left\{ \sum_{i=1}^n (\bar{d}_1 - d_i)^2 / \sum_{i=1}^n (f_i) \right\}^{1/2}$

[0262] 从以下表达式计算平均圆形度和圆形度标准偏差 SDc,平均圆形度表示圆形度频率分布的平均值,其中在粒度分布的分段点 i 处的圆形度(中值)用 ci 表示,频率用 fci 表示。

[0263] 平均圆形度  $\bar{c} = \sum_{i=1}^m (c_i \times f_{ci}) / \sum_{i=1}^m (f_{ci})$

[0264] 圆形度标准偏差 SDc =  $\left\{ \sum_{i=1}^m (\bar{c} - c_i)^2 / \sum_{i=1}^m (f_{ci}) \right\}^{1/2}$

[0265] 作为测量的具体方法,在容器中准备 10ml 事先已经除去杂质固体物质等的离子交换水,并且向其中加入表面活性剂,优选烷基苯磺酸盐作为分散剂。其后,另外向其中加入约 0.02g 用于测量的样品,然后均匀分散。作为用于将其分散的装置,使用超声分散机 UH-50 型(由 SMT Co. 制造),安装于其上的 5mm 直径的钛合金尖端作为振动器,进行分散处理 5 分钟,以制备用于测量的流体分散体。此处,适当地冷却流体分散体以使其温度不超过 40℃。

[0266] 使用上述流式颗粒图像分析仪测量调色剂颗粒形状。再次调整流体分散体的浓度以使在测量时调色剂颗粒为 8,000 个颗粒 /  $\mu$ l 的浓度,测量 1,000 个以上的调色剂颗粒。测量后,使用获得的数据来测定调色剂的平均圆形度和圆形度标准偏差。

[0267] 实施例

[0268] 以下通过给出实施例更详细地描述本发明。本发明绝不限于这些实施例。

[0269] 脂肪酸金属盐组合物生产例 1

[0270] 在本生产例中,通过以下方法合成脂肪酸金属盐组合物:在该方法中,将无机金属化合物的溶液逐滴加入脂肪酸碱金属盐溶液中,从而在非离子表面活性剂存在下进行反应(复分解方法)。

[0271] 使用具有湿法分级机的连续反应系统(参见图 1)。准备流式喷射混合机,在该流

式喷射混合机中,借助于恒速泵和具有存在直径 6cm 涡轮叶片搅拌器的 10 升接收容器,使组分 (a) 和组分 (b) 能够分别地进给并混合,涡轮叶片以 400rpm 旋转。在该系统中,将之前已经温度控制在 80℃的组分 (a) 和组分 (b) 同时从不同方向引入流式喷射混合机中,同时控制它们的流速以使其各自为 3.0 升 / 分钟。

[0272] 将排出流式喷射混合机的混合物溶液引入接收容器。通过恒速泵 004 控制各溶液的流速以使溶液同时运送完成。将溶液完全地引入后,在将它们保持在 80℃的同时熟化 10 分钟,此时完成反应。

[0273] 将反应已经完成的包含脂肪酸金属盐组合物的反应浆料送至粉碎机 007 (Milder L, 其发生器已经转变为具有齿形), 通过其除去粗颗粒。将反应已经完成的包含脂肪酸金属盐组合物的反应浆料容纳在罐 008 中, 然后送至下一步骤。

[0274] 作为以上组分 (a) 和组分 (b), 使用以下。

[0275] 作为组分 (a), 包含示于表 1 的表面活性剂和示于表 2 的原料 A, 将以下材料混合, 将其混合直至在液体中的粉末借助于具有分散叶片的搅拌器均匀地分散。

[0276] 脂肪酸 A-1: 硬脂酸钠, 一级 (购自 Kishida Chemical Co., Ltd.): 2.0 质量份。

[0277] 非离子表面活性剂, 表面活性剂 (1): 0.010 质量份。

[0278] 水: 100 质量份。

[0279] 将此组分 (a) 引入示于图 1 的用于容纳包含原料 A 的组分 (a) 的罐 001。

[0280] 作为组分 (b), 包含示于表 1 的表面活性剂和示于表 2 的原料 B, 将以下材料混合, 将其混合直至在液体中的粉末借助于具有分散叶片的搅拌器均匀地分散。

[0281] 无机金属盐 B-1: 硫酸锌, 一级 (购自 Kishida Chemical Co., Ltd.): 2.2 质量份。

[0282] 非离子表面活性剂, 表面活性剂 (1): 0.010 质量份。

[0283] 水: 100 质量份。

[0284] 将此组分 (b) 引入图 1 所示的用于容纳包含原料 B 的组分 (b) 的罐 002。

[0285] 如此控制组分 (a) 的总质量以使脂肪酸金属盐组合物在干燥后为 5kg 的量。通过恒速泵 004 控制分别引入流式喷射混合机的组分 (a) 和组分 (b) 的量以使 (a) 和 (b) 组分进给速率彼此相等, 以进行混合和反应。

[0286] 接下来, 将这样获得的脂肪酸金属盐组合物浆料过滤, 并且用水将所得的脂肪酸金属盐组合物滤饼洗涤 4 次, 使用控制至  $20 \mu\text{S/m}$  以下的离子交换水。将作为洗涤结果由此获得的脂肪酸金属盐组合物滤饼借助于流化床干燥器 (由 Y. K. Ohkawara Seisakusho 制造) 在 50℃以下干燥, 其中引入干燥的氮气。将这样获得的脂肪酸金属盐组合物用具有  $35 \mu\text{m}$  筛孔的网筛分, 以除去包含在其中的粗颗粒, 这样获得脂肪酸金属盐组合物 SA-1。

[0287] 在前述中, 通过使用热交换器 (未示出) 将反应浆料控制至约 40℃, 其为适于湿法分级的温度。在湿法分级器中, 粗粉末组分通过热交换器再次返回粉碎机 007, 在那里其再次与包含脂肪酸金属盐的反应浆料一起粉碎, 并且将这样处理的物质循环至分级步骤。

[0288] 然后, 如上所述, 将这样获得的脂肪酸金属盐组合物浆料过滤, 并且用水将所得的脂肪酸金属盐组合物滤饼洗涤四次, 使用控制至  $20 \mu\text{S/m}$  以下的离子交换水。将作为洗涤结果由此获得的脂肪酸金属盐组合物滤饼借助于流化床干燥器 (由 Y. K. Ohkawara

Seisakusho 制造) 在 50℃ 以下干燥, 其中引入干燥的氮气。将这样获得的脂肪酸金属盐组合物用具有 35  $\mu\text{m}$  筛孔的网筛分, 以除去包含在其中的粗颗粒, 这样获得脂肪酸金属盐组合物 (SA-1)。获得的脂肪酸金属盐组合物的物理性质示于表 4。

[0289] 脂肪酸金属盐组合物生产例 2 至 18

[0290] 组分 (a) 和组分 (b) 使用示于表 1 的表面活性剂和分别示于表 2 的原料 A 和原料 B, 以示于表 3 的组合制备。

[0291] 接下来, 类似生产例 1, 通过恒速泵 004 控制分别引入流式喷射混合机的各组分 (a) 和各组分 (b) 的量以使 (a) 和 (b) 组分进给速率彼此相等, 进行混合和反应来获得脂肪酸金属盐组合物 (SA-2 至 SA-18); 条件是, 关于生产例 4、5 和 6, 在此步骤中的脂肪酸金属盐组合物滤饼各自用水洗涤 10 次, 并且关于生产例 14 和 15, 在此步骤中的脂肪酸金属盐组合物滤饼各自用水洗涤 2 次。

[0292] 获得的脂肪酸金属盐组合物的物理性质示于表 4。

[0293]



表 1

| 表面活性剂 | 种类  | 商品名        | 制造商              | HLB 值 |
|-------|-----|------------|------------------|-------|
| (1)   | 非离子 | 聚氧化烯烷基醚    | Sanyo Chem. Ind. | 11.7  |
| (2)   | 非离子 | 聚氧化烯烷基醚    | Kao Corporation  | 12.5  |
| (3)   | 非离子 | 聚氧化烯烷基醚    | Kao Corporation  | 12.7  |
| (4)   | 非离子 | 聚氧化烯烷基醚    | Kao Corporation  | 14.0  |
| (5)   | 非离子 | 聚氧化烯烷基醚    | Sanyo Chem. Ind. | 15.2  |
| (6)   | 非离子 | 聚氧乙烷烷基醚    | Sanyo Chem. Ind. | 8.9   |
| (7)   | 非离子 | 聚氧乙烷烷基醚    | Sanyo Chem. Ind. | 10.5  |
| (8)   | 非离子 | 聚氧乙烷烷基醚    | Kao Corporation  | 13.9  |
| (9)   | 非离子 | 聚氧乙烷烷基醚    | Kao Corporation  | 14.7  |
| (10)  | 非离子 | 聚氧乙烷烷基醚    | Sanyo Chem. Ind. | 16.0  |
| (11)  | 非离子 | 聚氧乙烷烷基醚    | Kao Corporation  | 14.4  |
| (12)  | 非离子 | 聚氧乙烷烷基苯基醚  | Kao Corporation  | 12.4  |
| (13)  | 非离子 | 聚氧乙烷烷基苯基醚  | Kao Corporation  | 13.7  |
| (14)  | 非离子 | 聚氧乙烷脂肪酸二酯  | Sanyo Chem. Ind. | 6.6   |
| (15)  | 非离子 | 聚氧乙烷脂肪酸二酯  | Sanyo Chem. Ind. | 8.4   |
| (16)  | 离子  | 烷基硫酸酯      | Kao Corporation  | -     |
| (17)  | 离子  | 聚氧乙烷烷基醚硫酸钠 | Sanyo Chem. Ind. | -     |

[0294]

表 2

|               |     | 种类                                          | 制造商                         |
|---------------|-----|---------------------------------------------|-----------------------------|
| 原料 A<br>(脂肪酸) | A-1 | 硬脂酸钠, 一级                                    | Kishida Chemical Co., Ltd.  |
|               | A-2 | 硬脂酸钠                                        | Kawamura Kasei Industry Co. |
|               | A-3 | 硬脂酸铵, 一级                                    | Kishida Chemical Co., Ltd.  |
|               | A-4 | 山嵛酸钠 (纯度: 99%)                              | -                           |
|               | A-5 | 棕榈酸钾 (纯度: 98%)                              | -                           |
|               | A-6 | 牛脂脂肪酸铵(ammonium fatty beef tallow)(纯度: 98%) | -                           |
| 原料 B<br>(无机盐) | B-1 | 硫酸锌, 一级                                     | Kishida Chemical Co., Ltd.  |
|               | B-2 | 氯化锌                                         | Kishida Chemical Co., Ltd.  |
|               | B-3 | 氯化钙, 一级                                     | Kishida Chemical Co., Ltd.  |
|               | B-4 | 硫酸镁                                         | Kishida Chemical Co., Ltd.  |

[0295]

表 3

| 脂肪酸<br>金属盐<br>组合物 | 组分(a) |              |       |              | 组分(b) |              |       |              |       |
|-------------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|
|                   | 脂肪酸组分 |              | 表面活性剂 |              | 无机金属盐 |              | 表面活性剂 |              |       |
|                   | 种类    | 浓度<br>(ms.%) | 种类    | 浓度<br>(ms.%) | 种类    | 浓度<br>(ms.%) | 种类    | 浓度<br>(ms.%) |       |
|                   |       |              |       |              |       |              |       |              |       |
| SA-1              | A-1   | 硬脂酸钠         | 2.0   | 表面活性剂(1)     | 0.010 | B-1          | 硫酸锌   | 表面活性剂(1)     | 0.010 |
| SA-2              | A-1   | 硬脂酸钠         | 5.0   | 表面活性剂(2)     | 0.020 | B-1          | 硫酸锌   | 表面活性剂(2)     | 0.010 |
| SA-3              | A-2   | 硬脂酸钠         | 2.0   | 表面活性剂(3)     | 0.007 | B-2          | 硫酸锌   | 表面活性剂(3)     | 0.005 |
| SA-4              | A-1   | 硬脂酸钠         | 1.0   | 表面活性剂(4)     | 0.005 | B-2          | 硫酸锌   | 表面活性剂(4)     | 0.005 |
| SA-5              | A-1   | 硬脂酸钠         | 9.8   | 表面活性剂(12)    | 0.010 | B-2          | 硫酸锌   | 表面活性剂(12)    | 0.010 |
| SA-6              | A-2   | 硬脂酸钠         | 5.0   | 表面活性剂(13)    | 0.010 | B-2          | 硫酸锌   | 表面活性剂(13)    | 0.010 |
| SA-7              | A-2   | 硬脂酸钠         | 5.0   | 表面活性剂(6)     | 0.010 | B-3          | 氯化钙   | 表面活性剂(1)     | 0.010 |
| SA-8              | A-4   | 山嵛酸钠         | 5.0   | 表面活性剂(7)     | 0.010 | B-3          | 氯化钙   | 表面活性剂(2)     | 0.010 |
| SA-9              | A-5   | 棕榈酸钾         | 2.0   | 表面活性剂(8)     | 0.010 | B-3          | 氯化钙   | 表面活性剂(3)     | 0.010 |
| SA-10             | A-6   | 牛脂脂肪酸<br>铵   | 0.01  | 表面活性剂(9)     | 0.005 | B-4          | 硫酸镁   | 表面活性剂(4)     | 0.005 |

[0296]

表 3(续)

| 脂肪酸<br>金属盐<br>组合物 | 组分(a) |              |       |              | 组分(b) |              |       |              |           |       |
|-------------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|--------------|-----------|-------|
|                   | 脂肪酸组分 |              | 表面活性剂 |              | 无机金属盐 |              | 表面活性剂 |              |           |       |
|                   | 种类    | 浓度<br>(ms.%) | 种类    | 浓度<br>(ms.%) | 种类    | 浓度<br>(ms.%) | 种类    | 浓度<br>(ms.%) |           |       |
| SA-11             | A-3   | 硬脂酸铵         | 10.2  | 表面活性剂(11)    | 0.005 | B-4          | 硫酸镁   | 5.0          | 表面活性剂(11) | 0.005 |
| SA-12             | A-2   | 硬脂酸钠         | 4.0   | 表面活性剂(5)     | 0.040 | B-4          | 硫酸镁   | 2.4          | 表面活性剂(5)  | 0.020 |
| SA-13             | A-6   | 牛脂脂肪<br>酸铵   | 2.2   | 表面活性剂(10)    | 0.020 | B-2          | 硫酸锌   | 2.4          | 表面活性剂(10) | 0.030 |
| SA-14             | A-2   | 硬脂酸钠         | 0.05  | 表面活性剂(14)    | 0.010 | B-2          | 硫酸锌   | 1.0          | 表面活性剂(13) | 0.010 |
| SA-15             | A-2   | 硬脂酸钠         | 10.4  | 表面活性剂(15)    | 0.050 | B-2          | 硫酸锌   | 5.1          | 表面活性剂(15) | 0.020 |
| SA-16             | A-2   | 硬脂酸钠         | 1.0   | 表面活性剂(16)    | 0.010 | B-2          | 硫酸锌   | 1.0          | 表面活性剂(16) | 0.010 |
| SA-17             | A-2   | 硬脂酸钠         | 1.0   | 表面活性剂(17)    | 0.010 | B-2          | 硫酸锌   | 1.0          | 表面活性剂(17) | 0.010 |
| SA-18             | A-2   | 硬脂酸钠         | 2.0   | -            | -     | B-3          | 氯化钙   | 2.1          | -         | -     |

[0297] 此外,除了上述合成的产物外,还使用商购可得的脂肪酸金属盐中的以下样品。所有这些都不包含任何非离子表面活性剂。

- [0298] 脂肪酸金属盐 (SA-19) ;
- [0299] 硬脂酸锌 MZ-2, 购自 NOF Corporation。
- [0300] 脂肪酸金属盐 (SA-20) ;
- [0301] 12- 羟基硬脂酸锌 SZ-120HF, 购自 Sakai Chemical Industries Co., Ltd。
- [0302] 脂肪酸金属盐 (SA-21) ;
- [0303] 硬脂基磷酸锌 (Zinc stearyl phosphate) LBT-1830F, 购自 Sakai Chemical Industries Co., Ltd。
- [0304] 表 4
- [0305]

| 脂肪酸金属盐组合物 | 表面活性剂的量 (ppm) | 熔点 (°C) | 主峰粒径 (μm) | 中值直径 D50s (μm) | 跨度值  |
|-----------|---------------|---------|-----------|----------------|------|
| SA-1      | 200           | 124.7   | 0.51      | 0.47           | 0.92 |
| SA-2      | 170           | 124.6   | 0.47      | 0.42           | 0.81 |
| SA-3      | 210           | 123.5   | 0.51      | 0.47           | 0.95 |
| SA-4      | 20            | 124.9   | 0.19      | 0.28           | 1.31 |
| SA-5      | 11            | 124.8   | 0.70      | 0.78           | 1.55 |
| SA-6      | 22            | 123.4   | 0.51      | 0.58           | 1.62 |
| SA-7      | 200           | 124.5   | 0.42      | 0.48           | 0.97 |
| SA-8      | 130           | 142.0   | 0.75      | 0.83           | 1.02 |
| SA-9      | 22            | 115.9   | 0.62      | 0.80           | 0.98 |
| SA-10     | 460           | 98.2    | 0.82      | 1.11           | 1.48 |
| SA-11     | 310           | 124.2   | 0.80      | 1.10           | 1.55 |
| SA-12     | 18            | 124.5   | 6.75      | 5.30           | 1.82 |
| SA-13     | 170           | 99.5    | 5.27      | 4.92           | 1.88 |
| SA-14     | 5             | 123.2   | 12.11     | 12.20          | 1.80 |
| SA-15     | 510           | 124.3   | 10.26     | 9.85           | 1.76 |
| SA-16     | 420           | 124.5   | 3.71      | 3.62           | 1.65 |
| SA-17     | 410           | 123.7   | 5.52      | 5.20           | 1.15 |
| SA-18     | 未检出           | 123.9   | 4.20      | 3.31           | 1.95 |
| SA-19     | 未检出           | 122.3   | 1.25      | 1.10           | 1.62 |
| SA-20     | 未检出           | 148.2   | 0.81      | 0.79           | 1.15 |
| SA-21     | 未检出           | 210.2   | 0.68      | 0.65           | 1.05 |

- [0306] 调色剂母粒的生产 :
- [0307] 调色剂母粒生产例 1
- [0308] 将磷酸钠水溶液引入 2 升具有高速搅拌器 TK- 均化器的四颈烧瓶中, 将其加热至 63°C, 控制搅拌器的转数至 9,000rpm。向所得的混合物中缓慢地加入氯化钙水溶液以获得包含细的水微溶的分散剂的水性分散介质。
- [0309] 苯乙烯单体 :80 质量份。
- [0310] 丙烯酸 -2- 乙基己酯单体 :20 质量份。
- [0311] 二乙烯基苯单体 :0.1 质量份。
- [0312] 饱和聚酯树脂 ( 对苯二甲酸 - 环氧丙烷改性的双酚 A ; 酸值 :15mgKOH/g ) :5 质量份。
- [0313] 炭黑 ( 平均一次粒径 :40nm ) :8 质量份。
- [0314] 脱膜剂 ( 山嵛酸山嵛酯 ) :10 质量份。
- [0315] 二苯乙醇酸的铝化合物 :2.0 质量份。

[0316] 同时,将上述材料借助于球磨机分散 3 小时,其后从球磨机中分离内含物。将这样分离的内含物加热至 65℃。随后,向其中加入 3 质量份聚合引发剂 2,2'-偶氮双(2,4-二甲基戊腈)以制备可聚合单体组合物,然后将其引入上述水性分散介质,接着当维持搅拌器的转数在 9,000rpm 时造粒。其后,将获得的造粒产物用浆式搅拌叶片搅拌,期间在 65℃ 下进行反应 4 小时,其后在 80℃ 下进行聚合反应 5 小时。然后在 80℃ 和 13.3kPa(100Torr) 压力下减压蒸馏,并且除去残留的单体,这样完成聚合反应。

[0317] 反应结束后,将所得的悬浮液冷却,向其中加入盐酸以溶解水微溶的分散剂,然后借助于加压过滤器过滤,用离子交换水水洗,然后在 45℃ 以下的温度下干燥,另外接着空气分级以获得调色剂母粒 (1)。分析这样获得的调色剂母粒,发现它们包含 100 质量份粘结剂树脂。

#### [0318] 调色剂母粒生产例 2

[0319] 除了在调色剂母粒生产例 1 中,控制水微溶分散体的浓度以使调色剂母粒具有约 5 μm 的重均粒径和减压蒸馏的温度改变为 90℃ 以及调整减压的程度之外,以与在调色剂母粒生产例 1 中相同的方法获得调色剂母粒 (2)。

#### [0320] 调色剂母粒生产例 3

[0321] 除了在调色剂母粒生产例 1 中,控制水微溶分散体的浓度以使调色剂母粒具有约 10 μm 的重均粒径之外,以与在调色剂母粒生产例 1 中相同的方法获得调色剂母粒 (3)。

#### [0322] 调色剂母粒生产例 4

[0323] 除了在调色剂母粒生产例 1 中,控制水微溶分散体的浓度以使调色剂母粒具有约 11 μm 的重均粒径之外,以与在调色剂母粒生产例 1 中相同的方法获得调色剂母粒 (4)。

#### [0324] 调色剂母粒生产例 5

[0325] 除了在调色剂母粒生产例 1 中,控制水微溶分散体的浓度以使调色剂母粒具有约 4.5 μm 的重均粒径和减压蒸馏的温度改变为 90℃ 以及调整减压的程度之外,以与在调色剂母粒生产例 1 中相同的方法获得调色剂母粒 (5)。

#### [0326] 调色剂母粒生产例 6

[0327] 除了在调色剂母粒生产例 1 中,控制水微溶分散体的浓度以使调色剂母粒具有约 7.5 μm 的重均粒径和减压蒸馏的温度改变为 90℃ 以及调整减压的程度之外,以与在调色剂母粒生产例 1 中相同的方法获得调色剂母粒 (6)。

#### [0328] 调色剂母粒生产例 7

[0329] 除了在调色剂母粒生产例 1 中,炭黑改变为 C. I. 颜料黄 93,控制水微溶分散体的浓度以使调色剂母粒具有约 7.5 μm 的重均粒径和减压蒸馏的温度改变为 90℃ 以及调整减压的程度之外,以与在调色剂母粒生产例 1 中相同的方法获得调色剂母粒 (7)。

#### [0330] 调色剂母粒生产例 8

[0331] 除了在调色剂母粒生产例 1 中,炭黑改变为 C. I. 颜料红 122,控制水微溶分散体的浓度以使调色剂母粒具有约 7.5 μm 的重均粒径和还将减压蒸馏的温度改变为 90℃ 以及调整减压的程度之外,以与在调色剂母粒生产例 1 中相同的方法获得调色剂母粒 (8)。

#### [0332] 调色剂母粒生产例 9

[0333] 除了在调色剂母粒生产例 1 中,炭黑改变为 C. I. 颜料蓝 15:3,控制水微溶分散体的浓度以使调色剂母粒具有约 7.5 μm 的重均粒径和还将减压蒸馏的温度改变为 90℃ 以及

调整减压的程度之外,以与在调色剂母粒生产例 1 中相同的方法获得调色剂母粒 (9)。

[0334] 调色剂母粒生产例 10

[0335] 苯乙烯-丙烯酸正丁酯共聚物:100 质量份。

[0336] 炭黑(平均一次粒径:40nm):6 质量份。

[0337] 3,5-二叔丁基水杨酸(3,5-di-tert-butylsalicylic acid)的铝化合物:4 质量份。

[0338] 酯蜡:2 质量份。

[0339] 将上述材料通过汉歇尔混合机充分预混合。接下来,将获得的混合物借助于双螺旋挤出机熔融捏合。冷却所得的捏合产物,然后将冷却的捏合产物使用锤式粉碎机破碎至约 1 至 2mm 的大小。然后,将破碎产物借助于空气喷射系统的细研磨机细碎。将细碎产物进一步空气分级以使其为约  $6.5\mu\text{m}$  粒径,从而获得调色剂母粒 (10)。

[0340] 调色剂母粒生产例 11

[0341] 除了在调色剂母粒生产例 10 中,将炭黑改变为 C. I. 颜料黄 74 之外,以与在调色剂母粒生产例 10 中相同的方法获得调色剂母粒 (11)。

[0342] 调色剂母粒生产例 12

[0343] 除了在调色剂母粒生产例 10 中,将炭黑改变为 C. I. 颜料红 84 之外,以与在调色剂母粒生产例 10 中相同的方法获得调色剂母粒 (12)。

[0344] 调色剂母粒生产例 13

[0345] 除了在调色剂母粒生产例 10 中,将炭黑改变为 C. I. 颜料蓝 15:3 之外,以与在调色剂母粒生产例 10 中相同的方法获得调色剂母粒 (13)。

[0346] 调色剂的生产

[0347] 调色剂生产例 1

[0348] 将 100 质量份调色剂母粒 (1)、0.1 质量份脂肪酸金属盐组合物(SA-1)和 1.5 质量份具有  $200\text{m}^2/\text{g}$  BET 比表面积的已经用六甲基二硅氮烷和二甲基硅油处理过的疏水细二氧化硅粉末(S-1)引入汉歇尔混合机(由 Mitsui Mining Co.Ltd. 制造)。作为汉歇尔混合机,使用内体积 10 升型,如此设定在汉歇尔混合机中的处理条件以使搅拌翼(baffle plate)相对于圆周方向为 90 度,并且转数为 3,000rpm。使用此设备,将脂肪酸金属盐组合物(SA-1)和其它外部添加剂组分(S-1)同时加入至调色剂母粒 (1),使这些混合 10 分钟以获得调色剂 (1)。

[0349] 调色剂生产例 2 至 5

[0350] 除了基于 100 质量份调色剂母粒 (1),脂肪酸金属盐组合物(SA-1)的量和疏水细二氧化硅粉末的种类和量改变为如在表 5 中所示之外,以与在调色剂生产例 1 中相同的方法获得调色剂 (2) 至 (5)。

[0351] 调色剂生产例 6

[0352] 除了脂肪酸金属盐组合物(SA-1)与另一脂肪酸金属盐组合物(SA-7)组合使用,各自的量为基于 100 质量份调色剂母粒 (1)0.05 质量份之外,以与在调色剂生产例 1 中相同的方法获得调色剂 (6)。

[0353] 调色剂生产例 7

[0354] 除了将脂肪酸金属盐组合物(SA-1)改变为另一脂肪酸金属盐组合物(SA-3)之

外,以与在调色剂生产例 1 中相同的方法获得调色剂 (7)。

[0355] 调色剂生产例 8

[0356] 除了将脂肪酸金属盐组合物 (SA-1) 改变为另一脂肪酸金属盐组合物 (SA-4), 疏水细二氧化硅粉末 (S-1) 以改变为 1.4 质量份的量加入, 并且另外以 0.3 质量份的量加入具有  $25\text{m}^2/\text{g}$  BET 比表面积 of 已经用六甲基二硅氮烷处理的锐钛矿型氧化钛 (T-1) 之外, 以与在调色剂生产例 1 中相同的方法获得调色剂 (8)。此处, 将脂肪酸金属盐组合物、疏水细二氧化硅粉末和氧化钛同时加入至调色剂母粒中。

[0357] 调色剂生产例 9 和 10

[0358] 除了将脂肪酸金属盐组合物 (SA-1) 改变为另一脂肪酸金属盐组合物 (SA-5) 或脂肪酸金属盐组合物 (SA-6), 氧化钛 (T-1) 以如在表 5 中所示配方的量加入之外, 以与在调色剂生产例 1 中相同的方法获得调色剂 (9) 和 (10)。此处, 将脂肪酸金属盐组合物、疏水细二氧化硅粉末和氧化钛同时加入至调色剂母粒中。

[0359] 调色剂生产例 11 至 13

[0360] 除了使用调色剂母粒 (2) 和脂肪酸金属盐组合物 (SA-7) 至 (SA-9) 以制备示于表 5 中的配方之外, 以与在调色剂生产例 8 中相同的方法获得调色剂 (11) 至 (13)。

[0361] 调色剂生产例 14

[0362] 除了基于 100 质量份调色剂母粒 (3), 将 0.9 质量份脂肪酸金属盐组合物 (SA-10)、1.7 质量份疏水细二氧化硅粉末 (S-1) 和 0.05 质量份具有  $8\text{m}^2/\text{g}$  BET 比表面积的已经用硬脂酸处理过的水滑石替代加入之外, 以与在调色剂生产例 1 中相同的方法获得调色剂 (14)。在此, 将脂肪酸金属盐组合物、疏水细二氧化硅粉和水滑石同时加入至调色剂母粒中。

[0363] 调色剂生产例 15 至 22

[0364] 除了将材料如在表 5 中所示的配制之外, 以与在调色剂生产例 14 中相同的方法获得调色剂 (15) 至 (22)。

[0365] 调色剂生产例 23 至 26

[0366] 除了使用调色剂母粒 (6) 至 (9) 和脂肪酸金属盐组合物 (SA-1) 来制备示于表 5 的配方之外, 以与在调色剂生产例 1 中相同的方法获得调色剂 (23) 至 (26)。这些调色剂用于稍后给出的实施例中, 作为由黑色调色剂、黄色调色剂、品红色调色剂和青色调色剂组成的成套全色调色剂。

[0367] 调色剂生产例 27 至 30

[0368] 除了使用调色剂母粒 (10) 至 (13) 来制备示于表 5 的配方之外, 以与在调色剂生产例 1 中相同的方法获得调色剂 (27) 至 (30)。将这些调色剂用于稍后给出的实施例中, 作为由黑色调色剂、黄色调色剂、品红色调色剂和青色调色剂组成的成套全色调色剂。

[0369] 调色剂比较生产例 1 至 3

[0370] 除了将脂肪酸金属盐组合物 (SA-1) 分别改变为脂肪酸金属盐组合物 (SA-19) 至 (SA-21) 之外, 以与在调色剂生产例 1 中相同的方法获得比较调色剂 (1) 至 (3)。

[0371] 调色剂比较生产例 4 至 7

[0372] 除了改为分别使用调色剂母粒 (10) 至 (13) 和脂肪酸金属盐组合物 (SA-19) 之外, 以与在调色剂生产例 1 中相同的方法获得比较调色剂 (4) 至 (7)。



[0373] 获得的调色剂的外部添加剂的配方和调色剂的物理性质一起示于表 5。  
[0374]

表 5

|         | 调色剂母粒 |    | 外部添加剂配方      |              |         |     |         |      | 调色剂物理性质      |            |        |          |
|---------|-------|----|--------------|--------------|---------|-----|---------|------|--------------|------------|--------|----------|
|         |       |    | 脂肪酸金属盐组合物    |              | 外部添加剂 1 |     | 外部添加剂 2 |      | 重均粒径 D4 (μm) | 粒度分布 D4/D1 | 平均圆形成度 | 圆形成度标准偏差 |
|         | 编号    | 颜色 | 种类           | pbm          | 种类      | pbm | 种类      | pbm  |              |            |        |          |
| 调色剂生产例: |       |    |              |              |         |     |         |      |              |            |        |          |
| 1       | 1     | Bk | SA-1         | 0.1          | S-1     | 1.5 | -       | -    | 6.55         | 1.26       | 0.977  | 0.032    |
| 2       | 1     | Bk | SA-1         | 0.05         | S-1     | 1.5 | -       | -    | 6.54         | 1.25       | 0.976  | 0.032    |
| 3       | 1     | Bk | SA-2         | 0.4          | S-1     | 1.7 | -       | -    | 6.54         | 1.26       | 0.976  | 0.032    |
| 4       | 1     | Bk | SA-2         | 0.2          | S-2     | 1.5 | -       | -    | 6.55         | 1.26       | 0.977  | 0.032    |
| 5       | 1     | Bk | SA-2         | 0.06         | S-1     | 1.5 | -       | -    | 6.56         | 1.25       | 0.976  | 0.033    |
| 6       | 1     | Bk | SA-1<br>SA-7 | 0.05<br>0.05 | S-1     | 1.5 | -       | -    | 6.55         | 1.26       | 0.978  | 0.032    |
| 7       | 1     | Bk | SA-3         | 0.1          | S-1     | 1.5 | -       | -    | 6.54         | 1.26       | 0.978  | 0.032    |
| 8       | 1     | Bk | SA-4         | 0.1          | S-1     | 1.4 | T-1     | 0.3  | 6.55         | 1.26       | 0.977  | 0.031    |
| 9       | 1     | Bk | SA-5         | 0.2          | S-1     | 0.7 | T-1     | 0.8  | 6.56         | 1.27       | 0.977  | 0.031    |
| 10      | 1     | Bk | SA-6         | 0.1          | S-1     | 2.0 | T-1     | 0.3  | 6.55         | 1.26       | 0.978  | 0.032    |
| 11      | 2     | Bk | SA-7         | 0.2          | S-1     | 1.7 | T-1     | 0.2  | 5.20         | 1.31       | 0.966  | 0.029    |
| 12      | 2     | Bk | SA-8         | 0.1          | S-1     | 1.9 | T-2     | 0.05 | 5.19         | 1.31       | 0.965  | 0.028    |
| 13      | 2     | Bk | SA-9         | 0.1          | S-1     | 1.7 | T-2     | 0.1  | 5.19         | 1.32       | 0.966  | 0.029    |
| 14      | 3     | Bk | SA-10        | 0.9          | S-1     | 1.7 | T-3     | 0.05 | 9.80         | 1.14       | 0.975  | 0.034    |
| 15      | 3     | Bk | SA-11        | 0.1          | S-1     | 1.7 | T-3     | 0.3  | 9.79         | 1.14       | 0.976  | 0.033    |
| 16      | 3     | Bk | SA-12        | 0.1          | S-1     | 1.5 | T-2     | 0.1  | 9.79         | 1.13       | 0.975  | 0.034    |
| 17      | 4     | Bk | SA-13        | 0.42         | S-3     | 0.5 | T-1     | 1.5  | 11.20        | 1.33       | 0.977  | 0.033    |
| 18      | 4     | Bk | SA-14        | 0.55         | S-3     | 2.0 | T-2     | 0.2  | 11.19        | 1.31       | 0.975  | 0.030    |

[0375]

表 5(续)

| 调色剂母粒     |    | 外部添加剂配方   |       |         |     |         |     | 调色剂物理性质      |            |        |           |       |
|-----------|----|-----------|-------|---------|-----|---------|-----|--------------|------------|--------|-----------|-------|
|           |    | 脂肪酸金属盐组合物 |       | 外部添加剂 1 |     | 外部添加剂 2 |     | 重均粒径 D4 (μm) | 粒度分布 D4/D1 | 平均圆 形度 | 圆 形度标准 偏差 |       |
|           |    |           |       | 种类      | pbm | 种类      | pbm |              |            |        |           |       |
| 编号        | 颜色 | 种类        | pbm   | 种类      | pbm | 种类      | pbm |              |            |        |           |       |
| 调色剂生产例:   |    |           |       |         |     |         |     |              |            |        |           |       |
| 19        | 4  | Bk        | SA-15 | 0.01    | S-3 | 2.0     | T-3 | 0.5          | 11.19      | 1.33   | 0.977     | 0.033 |
| 20        | 5  | Bk        | SA-16 | 0.2     | S-1 | 1.5     | -   | -            | 4.50       | 1.20   | 0.974     | 0.027 |
| 21        | 5  | Bk        | SA-17 | 1.1     | S-1 | 1.5     | -   | -            | 4.49       | 1.19   | 0.975     | 0.028 |
| 22        | 5  | Bk        | SA-18 | 0.97    | S-1 | 1.5     | -   | -            | 4.50       | 1.20   | 0.974     | 0.028 |
| 23        | 6  | Bk        | SA-1  | 0.1     | S-1 | 1.5     | T-3 | 0.05         | 7.55       | 1.26   | 0.978     | 0.024 |
| 24        | 7  | Y         | SA-1  | 0.1     | S-1 | 1.5     | T-3 | 0.05         | 7.48       | 1.26   | 0.978     | 0.026 |
| 25        | 8  | M         | SA-1  | 0.2     | S-1 | 1.5     | -   | -            | 7.52       | 1.31   | 0.966     | 0.028 |
| 26        | 9  | C         | SA-1  | 0.1     | S-1 | 1.5     | T-3 | 0.05         | 7.50       | 1.27   | 0.977     | 0.025 |
| 27        | 10 | Bk        | SA-7  | 0.02    | S-1 | 1.5     | -   | -            | 6.60       | 1.32   | 0.960     | 0.042 |
| 28        | 11 | Y         | SA-12 | 0.02    | S-1 | 1.5     | -   | -            | 6.40       | 1.31   | 0.962     | 0.041 |
| 29        | 12 | M         | SA-7  | 0.02    | S-1 | 1.5     | -   | -            | 6.45       | 1.28   | 0.958     | 0.040 |
| 30        | 13 | C         | SA-7  | 0.02    | S-1 | 1.5     | -   | -            | 6.62       | 1.30   | 0.959     | 0.040 |
| 调色剂比较生产例: |    |           |       |         |     |         |     |              |            |        |           |       |
| 1         | 5  | Bk        | SA-19 | 0.1     | S-1 | 1.5     | -   | -            | 4.50       | 1.19   | 0.974     | 0.027 |
| 2         | 5  | Bk        | SA-20 | 0.1     | S-1 | 1.5     | -   | -            | 4.52       | 1.19   | 0.974     | 0.027 |
| 3         | 5  | Bk        | SA-21 | 0.1     | S-1 | 1.5     | -   | -            | 4.52       | 1.19   | 0.974     | 0.027 |
| 4         | 10 | Bk        | SA-19 | 0.1     | S-1 | 1.5     | -   | -            | 6.54       | 1.26   | 0.978     | 0.032 |
| 5         | 11 | Y         | SA-19 | 0.1     | S-1 | 1.5     | -   | -            | 6.55       | 1.26   | 0.978     | 0.032 |
| 6         | 12 | M         | SA-19 | 0.1     | S-1 | 1.5     | -   | -            | 5.20       | 1.31   | 0.966     | 0.029 |
| 7         | 13 | C         | SA-19 | 0.1     | S-1 | 1.5     | -   | -            | 6.56       | 1.27   | 0.977     | 0.031 |

[0376] 在表 5 中, S-1 至 S-3 和 T-1 至 T-3 表示以下的外部添加剂。

[0377] S-1 :具有  $200\text{m}^2/\text{g}$  BET 比表面积 of 已经用六甲基二硅氮烷和二甲基硅氧烷疏水处理过的细二氧化硅粉末。

[0378] S-2 :具有  $300\text{m}^2/\text{g}$  BET 比表面积 of 已经用二甲基硅氧烷疏水处理过的细二氧化硅粉末。

[0379] S-3 :具有  $90\text{m}^2/\text{g}$  BET 比表面积 of 已经用六甲基二硅氮烷和二甲基硅氧烷疏水处理过的细二氧化硅粉末。

[0380] T-1 :具有  $25\text{m}^2/\text{g}$  BET 比表面积 of 已经用六甲基二硅氮烷疏水处理过的锐钛矿型氧化钛。

[0381] T-2 :具有  $26\text{m}^2/\text{g}$  BET 比表面积 of 已经用六甲基二硅氮烷处理过的金红石型氧化钛。

[0382] T-3 :用高级脂肪酸处理过的水滑石

#### [0383] 实施例 1

[0384] 以下描述用于本实施例的图像形成设备。

[0385] 在本实施例 1 中,使用如图 3 所示的图像形成设备进行图像评价。

[0386] 图 3 为彩色激光束打印机 (LBP-5500, 商品名 ;由 CANON INC. 制造) 的改造机的示意图,其使用非磁性单组分接触显影系统的电子照相方法。当通过吸引辊 63 施加偏压时,转印材料 P 被吸引并在静电输送带 16 上输送。当通过转印辊 17 施加具有与调色剂极性相反极性的偏压时,形成于感光构件 41 至 44 上的各颜色调色剂图像随后转印至保持吸附在静电输送带 16 上的转印材料 P,在其上叠加并且然后在定影组件 15 中通过加热而定影。

[0387] 此评价机设置有分别具有青色、黄色、品红色和黑色四色调色剂的四个显影处理盒,并且进行以下图像形成方法,在该图像形成方法中,将通过使用这些调色剂使静电潜像可视化而形成的调色剂图像顺序转印在转印材料上,并进一步将在转印材料上的未定影图像定影。

[0388] 该处理盒为非磁性单组分接触显影系统的盒,其中使如在图 3 中所示的单组分显影组件的显影辊与静电潜像承载构件 (感光构件) 压力接触以进行显影,并且四个处理盒以串联的形式配置。

[0389] 在本实施例中,使用在以下方面 (a) 至 (f) 进行改造的设备。

[0390] (a) 将所有的用于四色的调色剂承载构件如此设定以使沿正向以相对于感光构件旋转的圆周速度 150% 的圆周速度驱动。

[0391] (b) 将由磷青铜制成的刮板 (厚度 :0.4mm) 用于在各调色剂承载构件上的调色剂涂布层控制。

[0392] (c) 将各感光构件的基层侧研磨,并且使在显影时穿过各调色剂承载构件和感光构件施加的电压固定在  $-330\text{V}$  的 DC 电压。

[0393] (d) 穿过各调色剂承载构件和由磷青铜制成的刮板施加  $200\text{V}$  的 DC 电压,设定刮板侧为正。

[0394] (e) 各自调整感光构件以使其具有  $-700\text{V}$  的暗区电势和  $-150\text{V}$  的亮区电势。

[0395] (f) 将在各站 (station) 施加的转印电压设定为  $1,770\text{V}$  的 DC 电压。

[0396] (g) 如此转换驱动系统和如此控制处理速度以使图像在 A4- 纵向进纸上以 30 页 / 分钟的速度再现。

[0397] (h) 该设备仅以单色驱动（单色模式）。

[0398] 作为实施例 1, 使用上述设备, 并且准备盒显影组件 44, 其中具有示于图 2 结构的其显影组件 104 用在调色剂生产例 1 中获得的调色剂 (1) (黑色 (Bk) 调色剂) 填充。其它作为产品可得的显影组件 41、42 和 43 原样使用。这些在如图 3 所示的图像形成设备中呈直线配置。

[0399] 评价条件：

[0400] 填充的调色剂的量为 200g。在低温低湿环境 (15℃ /10% RH) 下或在高温高湿环境 (30℃ /70% RH) 下, 使调整为 1.0% 图像打印百分比的沿水平线的图像在间歇模式下再现。作为用于间歇图像再现的方法, 其以如下的方式进行: 进给三页纸, 然后采取时间 5 秒的暂停, 并且从处理操作完全停止的状态, 再次进给纸张。在运行起始阶段 (10 至 50 页)、运行中间阶段 (10,000 页) 和运行晚期阶段 (20,000 页), 对以下方面评价形成的图像。对这些的评价结果示于表 6 和 7。

[0401] 运行期间调色剂粒度的改变：

[0402] 在运行起始阶段 (50 页) 和在运行中间阶段 (10,000 页), 从调色剂供给口少量收集在显影组件中的调色剂, 并用 CoulterMultisizer III 对重均粒径 (D4)、基于体积 10.1 μm 以上颗粒的比例和基于数量 3.17 μm 以下颗粒的比例测量其粒度。使用获得的结果, 将“对中间运行阶段调色剂的结果”除以“对运行起始阶段调色剂的结果”以计算比例, 使用得到的值作为粒度改变的指数。

[0403] 调色剂熔融粘附：

[0404] 在各运行阶段, 使用具有狭窄化尖端 (tip) 的吸引装置, 通过在减压下抽吸除去在调色剂承载构件表面上的调色剂。接下来, 在除去调色剂的部分处将透明压敏带 (例如购自 Nichiban Co., Ltd 的透明压敏玻璃纸带) 放在调色剂承载构件表面, 以收集残留在调色剂承载构件表面的任何物质。然后, 将该带粘到一页复印机普通纸 CLC 纸 (基重: 80g/m<sup>2</sup>; 购自 CANON INC.) 上。此外, 将与从调色剂承载构件表面收集调色剂所用的带相同的空白带粘到同样的纸上作为背景。接下来, 用 Macbeth 浓度计 (RD924, 由 Macbeth Co. 制造) 测量各用带粘贴的区域的调色剂的浓度, 计算它们之间的差以根据以下标准进行评价。

[0405] A: 浓度为低于 0.050。

[0406] B: 浓度为 0.050 以上至低于 0.075。

[0407] C: 浓度为 0.075 以上至低于 0.125。

[0408] D: 浓度为 0.125 以上至低于 0.150。

[0409] E: 浓度为 0.150 以上。

[0410] 线图像：

[0411] 使打印浓度 15% 和 25% 的半色调图像再现, 目视检查图像上的任何显影线 (在图像上连续的暗线) 如何出现以根据以下标准进行评价。

[0412] A: 不出现任何线。

[0413] B: 几乎不出现线。

[0414] C: 出现少量淡线。

[0415] D: 出现许多淡线。

[0416] E: 出现明显的线。

[0417] 半色调图像质量：

[0418] 以 600dpi 的分辨率再现两点和三间隔半色调图像，在获得的图像上目视检查半色调图像质量（显影的调色剂不均匀性），以根据以下标准进行评价。

[0419] A：未感知任何调色剂不均匀。

[0420] B：轻微地观察到调色剂不均匀，但几乎不干扰。

[0421] C：稍微地观察到调色剂不均匀。

[0422] D：可感知调色剂不均匀。

[0423] E：调色剂不均匀非常明显。

[0424] 图像起雾：

[0425] 在各运行阶段，在复印机普通纸 CLC 纸（基重：80g/m<sup>2</sup>；购自 CANON INC.）上再现具有白色背景区域的图。用“REFLECTOMETER”（由 Tokyo Denshoku Co., Ltd. 制造）测量打印图像的白色背景区域处的白度和空白转印页的白度，从两者之间的差计算起雾浓度（反射浓度）（%）以根据以下标准进行评价。

[0426] A：反射浓度为低于 0.3%。

[0427] B：反射浓度为 0.3% 以上至低于 1.0%。

[0428] C：反射浓度为 1.0% 以上至低于 2.0%。

[0429] D：反射浓度为 2.0% 以上至低于 3.0%。

[0430] E：反射浓度为 3.0% 以上。

[0431] 带电污染：

[0432] 目视检查一次充电组件污染的状态和由污染引起的对图像的任何影响以根据以下标准进行评价。

[0433] A：几乎未观察到污染，并且根本不发生任何图像缺陷。

[0434] B：稍微观察到污染，但不影响图像。

[0435] C：观察到污染，轻微观察到受影响的图像。

[0436] D：观察到污染，观察到受影响的图像。

[0437] E：明显观察到污染，呈现由于不良的一次充电引起的图像缺陷。

[0438] 实施例 2 至 22

[0439] 除了改为使用调色剂（2）至（22）之外，以与实施例 1 中相同的方法形成图像。以同样的方法进行对调色剂的评价。评价的结果示于表 6 和 7。

[0440] 比较例 1 至 3

[0441] 除了改为使用比较调色剂（1）至（3）之外，以与实施例 1 中相同的方法形成图像。以同样的方法进行对调色剂的评价。评价的结果示于表 6 和 7。

[0442]

表 6

| 15°C, 10%RH |             |             |         |             |             |         |             |             |          |              |              |      |
|-------------|-------------|-------------|---------|-------------|-------------|---------|-------------|-------------|----------|--------------|--------------|------|
| 调色剂熔融粘附     |             |             |         | 线图像         |             |         | 半色调图像       |             |          | 运行期间粒度的改变    |              |      |
| 50<br>页     | 10,000<br>页 | 20,000<br>页 | 50<br>页 | 10,000<br>页 | 20,000<br>页 | 50<br>页 | 10,000<br>页 | 20,000<br>页 | D4<br>比例 | 以下的比例:       |              |      |
|             |             |             |         |             |             |         |             |             |          | 10.1μm<br>以上 | 3.17μm<br>以下 |      |
| 实施例:        |             |             |         |             |             |         |             |             |          |              |              |      |
| 1           | A           | A           | A       | A           | A           | A       | A           | A           | 1.01     | 0.99         |              | 1.12 |
| 2           | A           | A           | B       | A           | A           | A       | A           | A           | 1.08     | 1.09         |              | 1.23 |
| 3           | A           | A           | A       | A           | A           | A       | A           | A           | 1.03     | 1.00         |              | 1.10 |
| 4           | A           | A           | A       | A           | A           | A       | A           | A           | 1.05     | 0.98         |              | 1.15 |
| 5           | A           | A           | B       | A           | A           | A       | A           | A           | 1.09     | 1.10         |              | 1.24 |
| 6           | A           | A           | A       | A           | A           | A       | A           | A           | 1.04     | 0.99         |              | 1.18 |
| 7           | A           | A           | A       | A           | A           | A       | A           | A           | 1.05     | 1.03         |              | 1.18 |
| 8           | A           | A           | A       | A           | A           | A       | B           | A           | 1.06     | 1.05         |              | 1.22 |
| 9           | A           | A           | A       | A           | A           | B       | B           | A           | 1.06     | 1.07         |              | 1.21 |
| 10          | A           | A           | A       | A           | A           | B       | A           | A           | 1.06     | 1.06         |              | 1.22 |
| 11          | A           | A           | B       | A           | B           | A       | B           | B           | 1.25     | 1.13         |              | 1.31 |
| 12          | A           | A           | B       | A           | B           | A       | B           | B           | 1.22     | 1.15         |              | 1.29 |
| 13          | A           | A           | B       | A           | B           | B       | B           | B           | 1.26     | 1.16         |              | 1.27 |
| 14          | A           | B           | B       | A           | B           | B       | B           | B           | 1.20     | 1.10         |              | 1.22 |
| 15          | A           | B           | B       | A           | B           | B       | B           | B           | 1.32     | 1.02         |              | 1.34 |
| 16          | A           | B           | C       | A           | B           | B       | A           | A           | 1.20     | 1.15         |              | 1.23 |

[0443]

表 6(续)

| 15°C, 10%RH |             |             |         |             |             |         |             |             |          |              |              |  |
|-------------|-------------|-------------|---------|-------------|-------------|---------|-------------|-------------|----------|--------------|--------------|--|
| 调色剂熔融粘附     |             |             |         | 线图像         |             |         | 半色调图像       |             |          | 运行期间粒度的改变    |              |  |
| 50<br>页     | 10,000<br>页 | 20,000<br>页 | 50<br>页 | 10,000<br>页 | 20,000<br>页 | 50<br>页 | 10,000<br>页 | 20,000<br>页 | D4<br>比例 | 以下的比例:       |              |  |
|             |             |             |         |             |             |         |             |             |          | 10.1μm<br>以上 | 3.17μm<br>以下 |  |
| 实施例:        |             |             |         |             |             |         |             |             |          |              |              |  |
| 17          | A           | C           | C       | A           | A           | B       | B           | B           | 1.35     | 1.28         | 1.62         |  |
| 18          | A           | B           | B       | A           | A           | B       | B           | C           | 1.05     | 1.35         | 1.23         |  |
| 19          | A           | C           | C       | A           | B           | C       | B           | B           | 1.31     | 1.32         | 1.61         |  |
| 20          | A           | B           | C       | A           | B           | C       | B           | B           | 1.28     | 1.21         | 1.65         |  |
| 21          | A           | B           | D       | A           | B           | C       | B           | B           | 1.30     | 1.31         | 1.49         |  |
| 22          | A           | A           | B       | A           | A           | A       | C           | C           | 1.35     | 1.42         | 1.52         |  |
| 比较例:        |             |             |         |             |             |         |             |             |          |              |              |  |
| 1           | A           | C           | E       | A           | A           | B       | C           | E           | 1.31     | 1.39         | 1.55         |  |
| 2           | A           | C           | E       | A           | C           | E       | C           | E           | 1.42     | 1.41         | 1.61         |  |
| 3           | A           | D           | E       | A           | D           | E       | B           | C           | 1.60     | 1.72         | 1.72         |  |

[0444] 表 7

[0445]

|      | 30°C, 70%RH |          |          |      |          |          |
|------|-------------|----------|----------|------|----------|----------|
|      | 图像起雾        |          |          | 带电污染 |          |          |
|      | 50 页        | 10,000 页 | 20,000 页 | 50 页 | 10,000 页 | 20,000 页 |
| 实施例: |             |          |          |      |          |          |
| 1    | A           | A        | A        | A    | A        | A        |
| 2    | A           | A        | A        | A    | A        | A        |
| 3    | A           | A        | A        | A    | A        | A        |
| 4    | A           | A        | A        | A    | A        | A        |
| 5    | A           | A        | A        | A    | A        | A        |
| 6    | A           | A        | A        | A    | A        | A        |
| 7    | A           | A        | A        | A    | A        | A        |
| 8    | A           | A        | B        | A    | A        | A        |
| 9    | A           | A        | B        | A    | A        | A        |
| 10   | A           | B        | B        | A    | A        | A        |
| 11   | A           | B        | B        | A    | A        | A        |
| 12   | A           | B        | B        | A    | A        | A        |
| 13   | A           | B        | B        | A    | A        | A        |
| 14   | A           | A        | B        | A    | B        | B        |
| 15   | A           | B        | C        | A    | C        | C        |
| 16   | B           | C        | C        | B    | B        | C        |
| 17   | C           | B        | D        | A    | B        | C        |
| 18   | A           | B        | C        | A    | B        | C        |
| 19   | A           | B        | C        | A    | B        | B        |
| 20   | B           | C        | D        | A    | D        | D        |
| 21   | B           | C        | D        | A    | C        | D        |
| 22   | A           | C        | D        | A    | B        | D        |
| 比较例: |             |          |          |      |          |          |
| 1    | B           | C        | OUT      | C    | E        | OUT      |
| 2    | B           | C        | OUT      | C    | E        | OUT      |
| 3    | C           | D        | OUT      | C    | E        | OUT      |

[0446] 在表 7 中, OUT 表明由于调色剂耗尽运行测试停止。

[0447] 从以上结果看出, 使用包含含有非离子表面活性剂和脂肪酸金属盐的脂肪酸金属盐组合物作为外部添加剂的调色剂能够在整个运行中使调色剂在粒度上更少的改变, 并且在运行稳定性上得到改进。此外, 在整个运行中调色剂在粒度上更少改变的事实意味着调色剂具有在调色剂承载构件上的优良的涂布稳定性和在调色剂承载构件上的优良的显影性能, 这样看出本发明的调色剂在这些方面优良。

[0448] 还看出包含含有非离子表面活性剂和脂肪酸金属盐的脂肪酸金属盐组合物作为外部添加剂的调色剂在关于调色剂熔融粘附、线图像和半色调图像质量方面具有优良的性质。推定这是由于以下事实: 因为由包含于脂肪酸金属盐组合物中的非离子表面活性剂带来的效果, 即使在低湿环境下也能够防止调色剂过量带电和能够维持合适的带电性质。

[0449] 实施例 23



[0450] 在本实施例 23 中,使用如在图 4 中所示的图像形成设备形成全色图像以进行图像评价。示于图 4 的设备为彩色激光束打印机,其使用具有中间转印带的非磁性单组分接触显影系统的电子照相方法。具体地说,其具有分别具有青色、黄色、品红色和黑色四色调色剂的四种显影处理盒,其中通过使用这些调色剂显影静电潜像。然后将通过显影形成的调色剂图像连续地转印至中间转印带,并且在其上叠加未定影图像,其后将其借助于二次转印组件同时二次转印至转印材料,并且进一步将未定影图像定影至转印材料。此处,作为各显影处理盒,使用如图 2 中所示构建的盒,其为非磁性单组分接触显影系统。作为调色剂,使用调色剂 (23) 至 (26)。

[0451] 此外,处理盒和设备主体以以下方式设定。

[0452] (a) 将所有的用于四色的调色剂承载构件如此设定以使沿正向以相对于感光构件旋转的圆周速度 150% 的圆周速度驱动。

[0453] (b) 将由磷青铜制成的刮板 (厚度 :0.4mm) 用于在各调色剂承载构件上的调色剂涂布层控制。

[0454] (c) 将各感光构件的基层侧研磨,并且使在显影时穿过各调色剂承载构件和感光构件施加的电压固定在 -350V 的 DC 电压。

[0455] (d) 穿过各调色剂承载构件和由磷青铜制成的刮板施加 200V 的 DC 电压,设定刮板侧为正。

[0456] (e) 各自如此调整感光构件以使具有 -700V 的暗区电势和 -150V 的亮区电势。

[0457] (f) 将在各站施加的一次转印电压设定为 1,500V 的电压。

[0458] (g) 将一次转印电压设定为 1,500V,二次转印电压设定为 1,750V。

[0459] (h) 如此转换驱动系统和如此控制处理速度以使图像在 A4- 纵向进纸上以 32 页 / 分钟的速度再现。

[0460] 评价条件

[0461] 在低温低湿环境 (15°C /10% RH) 下或在高温高湿环境 (30°C /70% RH) 下,使调整为 1.0% 图像打印百分比的沿水平线的图像在间歇模式下再现。作为用于间歇图像再现的方法,其以如下的方式进行 :进给三页纸,然后采取时间 5 秒的暂停,并且从处理操作完全停止的状态,再次进给纸张。在运行起始阶段 (10 至 50 页)、运行中间阶段 (10,000 页) 和运行晚期阶段 (20,000 页) 评价形成的图像。根据与在实施例 1 中相同的评价标准对相同的项目进行评价。

[0462] 评价的结果示于表 8。

[0463] 实施例 24

[0464] 除了改为使用调色剂 (27) 至 (30) 之外,以与在实施例 23 中相同的方法形成图像。以同样的方式对调色剂进行评价。评价的结果示于表 8。

[0465] 比较例 4

[0466] 除了改为使用比较调色剂 (4) 至 (7) 之外,以与在实施例 23 中相同的方法形成图像。以同样的方式对调色剂进行评价。评价的结果示于表 8。

[0467]

表 8

k: ×1,000

|        | 调色剂<br>编号 | 15°C, 10%RH |      |      |     |      |      | 30°C, 70%RH |      |      |      |      |      |      |      |      |
|--------|-----------|-------------|------|------|-----|------|------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|        |           | 调色剂熔融粘附     |      |      | 线图像 |      |      | 半色调图像       |      |      | 图像起雾 |      |      | 电荷污染 |      |      |
|        |           | 50页         | 10k页 | 20k页 | 50页 | 10k页 | 20k页 | 50页         | 10k页 | 20k页 | 50页  | 10k页 | 20k页 | 50页  | 10k页 | 20k页 |
|        |           | 实施例23:      |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
|        | 23        |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
|        | 24        | A           | A    | A    | A   | A    | A    | B           | A    | A    | A    | A    | A    | A    | A    | A    |
|        | 25        |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
|        | 26        |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
| 实施例24: |           |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
|        | 27        |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
|        | 28        | A           | B    | B    | A   | A    | A    | B           | A    | C    | B    | B    | C    | A    | B    | B    |
|        | 29        |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
|        | 30        |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
| 比较例4:  |           |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
|        | 比较4       |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
|        | 比较5       | A           | B    | D    | A   | A    | A    | C           | B    | B    | D    | D    | E    | OUT  | B    | C    |
|        | 比较6       |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
|        | 比较7       |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |
| OUT    |           |             |      |      |     |      |      |             |      |      |      |      |      |      |      |      |

在表 8 中，OUT 表明由于调色剂耗尽停止运行测试。

[0468] 虽然已经参考示例性实施方案描述本发明,但应该理解本发明不限于公开的示例性实施方案。以下权利要求的范围符合最宽的解释以包括所有的此类改进和等同结构和功能。

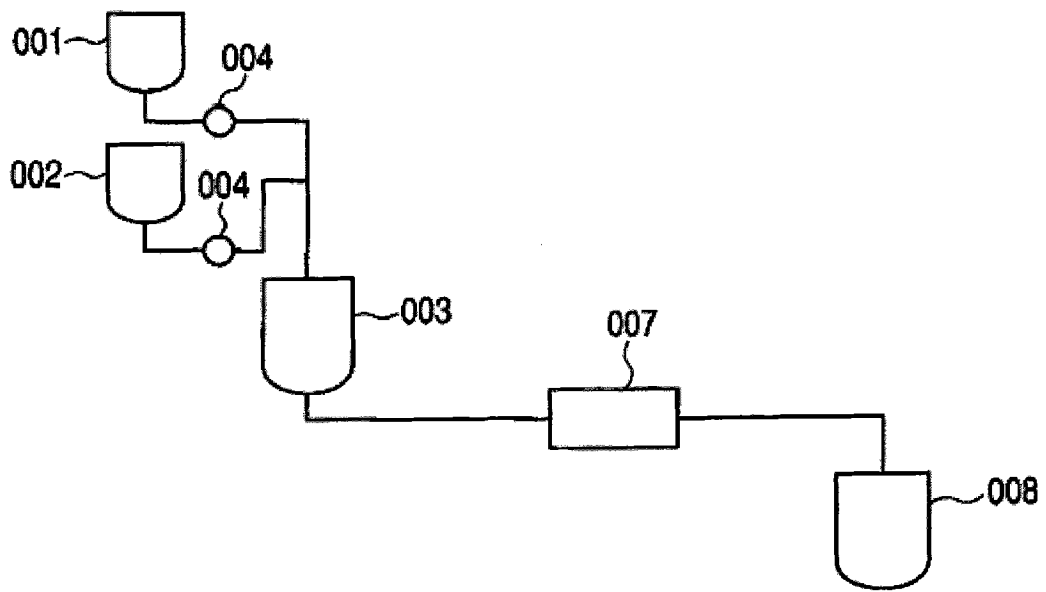


图 1

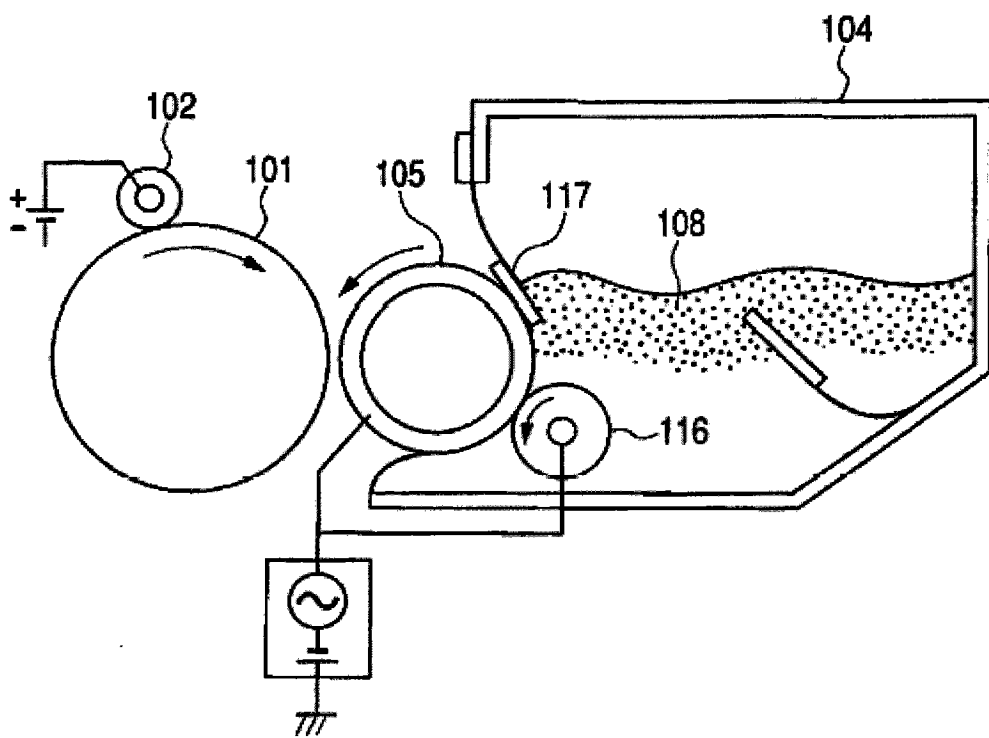


图 2

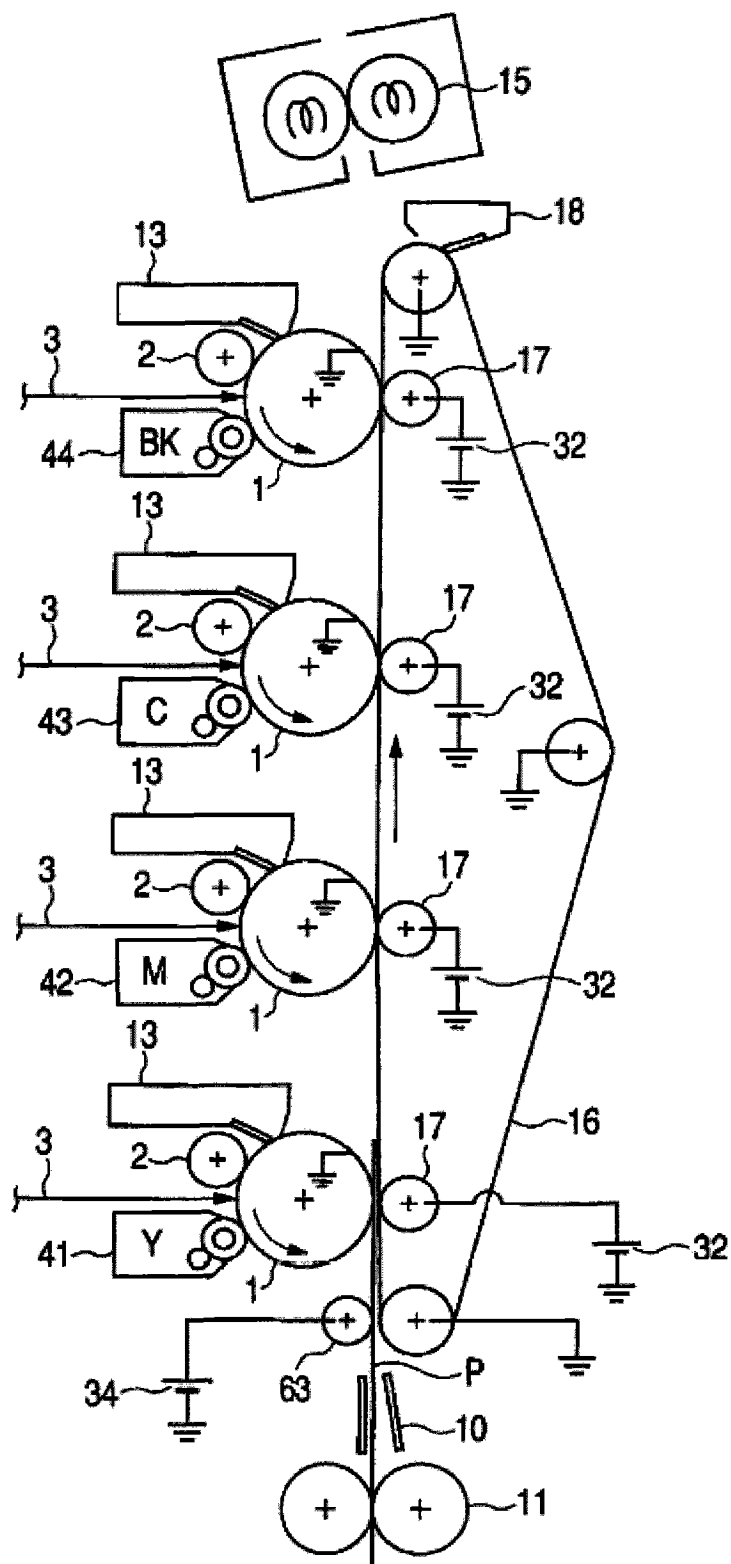


图 3

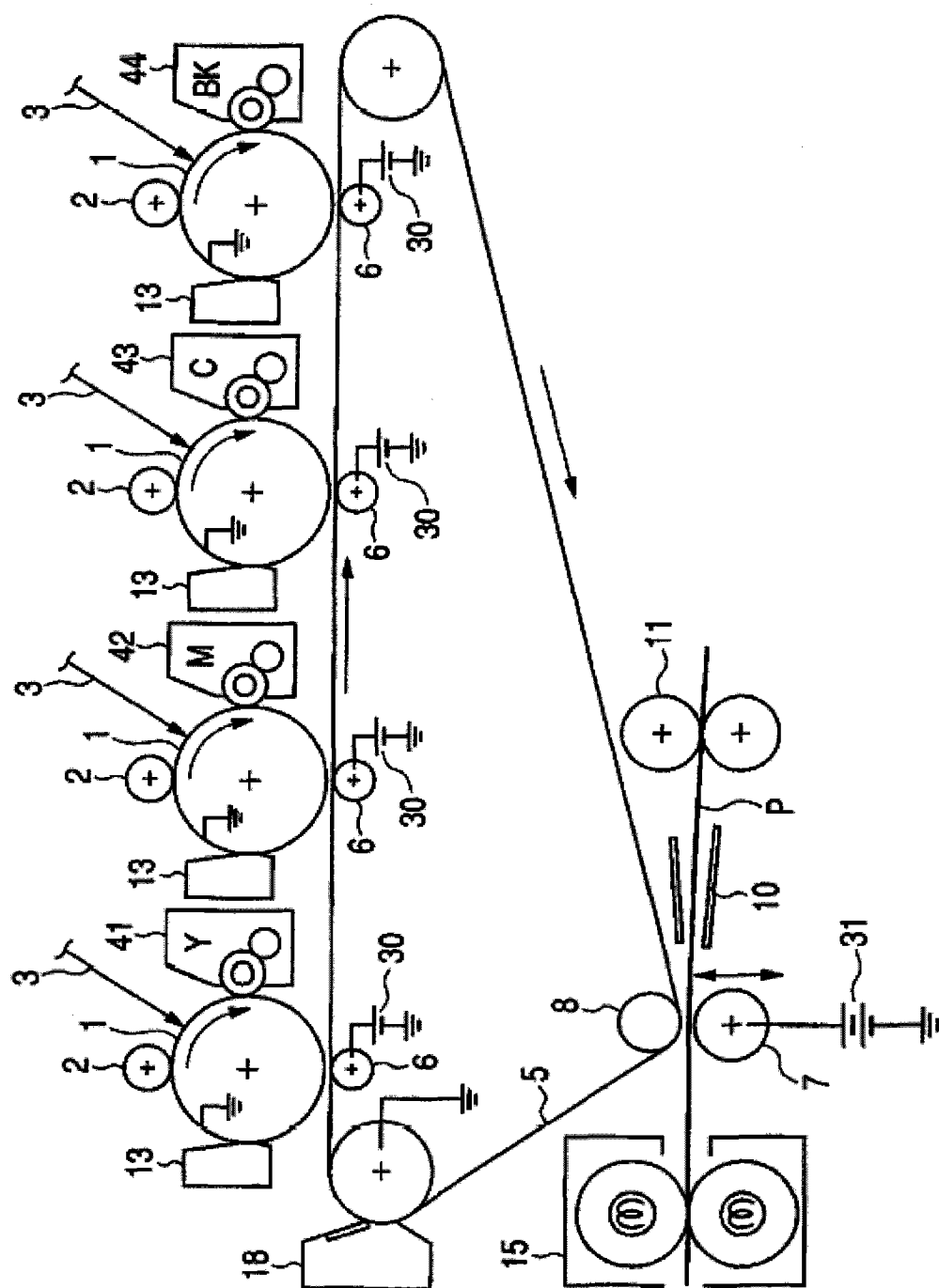


图 4