


 ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2015113282/28, 30.08.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
30.08.2013

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:  
10.09.2012 JP 2012-198096

(45) Опубликовано: 10.09.2016 Бюл. № 25

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: JP 2006-349894 A 28.12.2006; RU 2386158  
C1 10.04.2010; RU 2007132450 A 10.03.2009; JP  
2012-093562 17.05.2012.(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на  
национальной фазе: 10.04.2015(86) Заявка РСТ:  
JP 2013/074005 (30.08.2013)(87) Публикация заявки РСТ:  
WO 2014/038644 (13.03.2014)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, стр. 3, ООО  
"Юридическая фирма Городисский и Партнеры"

(72) Автор(ы):

СУГИУРА Хидеки (JP),  
НАКАЯМА Синия (JP),  
САВАДА Тойоси (JP)

(73) Патентообладатель(и):

РИКОХ КОМПАНИ, ЛТД. (JP)

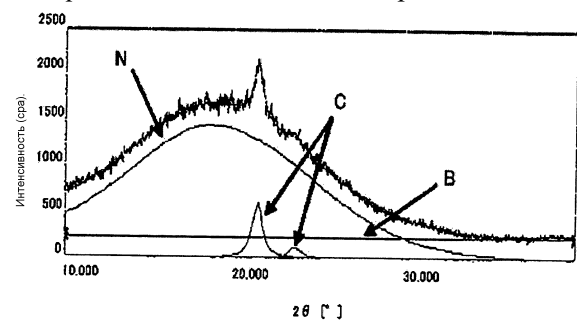
(54) ТОНЕР, УСТРОЙСТВО ФОРМИРОВАНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ, СПОСОБ ФОРМИРОВАНИЯ  
ИЗОБРАЖЕНИЯ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ КАРТРИДЖ И ПРОЯВИТЕЛЬ

(57) Реферат:

Настоящее изобретение относится к тонеру, устройству формирования изображения, способу формирования изображения, технологическому картриджу и проявителю. Заявленная группа изобретений включает устройство формирования изображения, способ формирования изображения, технологический картридж, двухкомпонентный проявитель, содержащие тонер. При этом тонер содержит краситель и смолу, причем тонер имеет кристалличность CX, составляющую 20 или больше, и имеет характеристику динамической вязкоупругости, согласно которой логарифмическое значение  $\log G'(50)$  модуля (Pa) накопления при 50°C составляет от 6,5 до 8,0, и логарифмическое значение  $\log G'(65)$  модуля (Pa)

накопления при 65°C составляет от 4,5 до 6,0, когда характеристика динамической вязкоупругости измеряется на основе колебаний температуры от 40°C при частоте 1 Гц, при регулировке величины деформации 0,1% и при скорости повышения температуры 2°C/мин. Технический результат заключается в обеспечении тонера, который достигает предельного уровня закрепляемости при низкой температуре (в частности, в условиях низкой температуры и низкой влажности) и предотвращает ухудшение текучести тонера в условиях высокой температуры и высокой влажности, и его адгезия к элементу проявления тонером в условиях высокой температуры и высокой влажности

предотвращается. 5 н. и 9 з.п. ф-лы, 6 ил., 2 табл., 7 пр.



ФИГ.1

RU 2597022 C1

RU 2597022 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2015113282/28, 30.08.2013**(24) Effective date for property rights:  
**30.08.2013**

Priority:

(30) Convention priority:  
**10.09.2012 JP 2012-198096**(45) Date of publication: **10.09.2016** Bull. № **25**(85) Commencement of national phase: **10.04.2015**(86) PCT application:  
**JP 2013/074005 (30.08.2013)**(87) PCT publication:  
**WO 2014/038644 (13.03.2014)**

Mail address:

**129090, Moskva, ul. B. Spasskaja, 25, str. 3, OOO  
"JUrIdicheskaja firma Gorodisskij i Partnery"**

(72) Inventor(s):

**SUGIURA KHideki (JP),  
NAKAYAMA Siniya (JP),  
SAVADA Tojosi (JP)**

(73) Proprietor(s):

**RIKOKH KOMPANI, LTD. (JP)**(54) **TONER, IMAGE FORMING DEVICE, IMAGE FORMING METHOD, PROCESS CARTRIDGE AND DEVELOPER**

(57) Abstract:

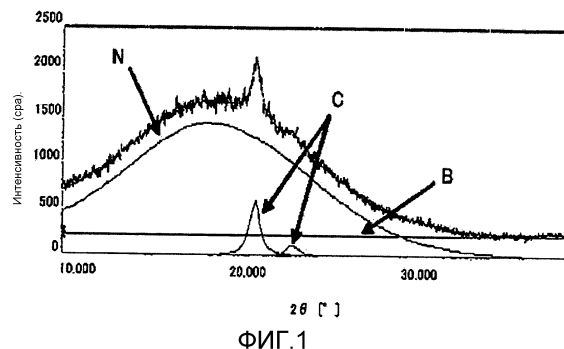
FIELD: printing.

SUBSTANCE: present invention relates to toner, image forming device, image forming method, process cartridge and developer. Declared group of inventions include image forming apparatus, image forming method, process cartridge, two-component developer containing toner. At that, toner contains dye and resin, wherein toner has crystallinity CX making 20 or more, and has characteristic dynamic viscoelasticity meter, according to which the logarithmic value  $\log G'(50)$  of accumulation module (Pa) at 50 °C equal from 6.5 to 8.0, and logarithmic value  $\log G'(65)$  of accumulation module (Pa) at 65 °C ranges from 4.5 to 6.0, when characteristic of dynamic viscoelasticity meter is measured based on temperature of 40 °C at frequency 1 Hz, during adjustment of value of deformation of 0.1 % and at rate of temperature increase of 2 °C/min.

EFFECT: technical result consists in providing toner

which reaches limiting level of fixation at low temperature (in particular, in conditions of low temperature and low moisture content) and prevents deterioration of toner flow at high temperature and high moisture content, and its adhesion to toner development in conditions of high temperature and high moisture content is prevented.

14 cl, 6 dwg, 2 tbl, 7 ex



Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к тонеру, устройству формирования изображения, способу формирования изображения, технологическому картриджу и проявителю.

Уровень техники

5 Устройство формирования изображения, такое как электрофотографическое устройство и устройство электростатической записи, формирует изображение посредством проявления тонерами электростатического скрытого изображения, сформированного на фотопроводнике, переноса проявленного тонером изображения на носитель записи, такой как бумага, и затем закрепления изображения, проявленного  
10 тонером, на носителе, посредством нагревания. При формировании полноцветного изображения при проявлении обычно используются тонеры четырех цветов, а именно, черный, желтый, пурпурный и голубой. После того, как тонерные изображения соответствующих цветов перенесены на носитель записи и наложены друг на друга, их закрепляют на носителе посредством одновременного нагревания.

15 Для уменьшения негативного воздействия окружающей среды тонеры также должны обладать закрепляемостью при низкой температуре. Если характеристики размягчения тонера улучшены для фиксации при более низкой температуре для улучшения закрепляемости при низкой температуре, возникает проблема, заключающаяся в том, что термостойкость при хранении тонера ухудшается. Ухудшение термостойкости при  
20 хранении тонера представляет собой проблему, заключающуюся в том, что тонер затвердевает и не может сохранять свою собственную текучесть, когда он возвращается к комнатной температуре после того, как он был расплавлен в условиях высокой температуры и высокой влажности. Кроме того, адгезия при плавлении (тепловое смещение) небольшого количества тонера к фиксирующему элементу, которое, вероятно,  
25 произойдет около верхнего предела диапазона фиксации температур, произойдет более вероятно. Относительно обычного тонера было трудно удовлетворять закрепляемости при низкой температуре и термостойкости при хранении одновременно.

Кроме того, если характеристики размягчения тонера улучшены для задания при более низкой температуре, стабильность проявления тонера ухудшается. То есть, тонер  
30 размягчается из-за напряжения при движении при проявлении и пристаёт к проявляющему элементу. Также было трудно преодолеть эту проблему одновременно с удовлетворением указанным выше требованиям.

Между тем, известно использование кристаллической смолы в качестве связующей смолы тонера для размягчения тонера (PTL 1). То есть, кристаллическая смола может  
35 быстро размягчаться в точке плавления смолы, что предполагает, что возможно снижение температуры размягчения тонера приблизительно до точки плавления смолы при обеспечении термостойкости при хранении на уровне или ниже точки плавления. Однако фактически очень трудно регулировать вязкоупругость при низких температурах.

40 Поэтому очень трудно удовлетворять требованиям закрепляемости при низкой температуре, термостойкости при хранении тонера, устойчивости к тепловому смещению и стабильности проявления одновременно на высоких уровнях.

Список ссылок

PTL 1: Публикация заявки на патент Японии JP-B № 04-024702.

45 Сущность изобретения

Техническая проблема

Настоящее изобретение направлено на решение описанных выше известных проблем и достижение следующей задачи. То есть, задача настоящего изобретения заключается

в обеспечении тонера, который и достигает предельного уровня закрепляемости при низкой температуре (в частности, в условиях низкой температуры и низкой влажности), и предотвращает ухудшение текучести тонера в условиях высокой температуры и высокой влажности, и его адгезия к элементу проявления тонером в условиях высокой температуры и высокой влажности предотвращается.

#### Решение проблемы

Средство решения проблемы состоит в следующем. То есть, получен тонер, который содержит, по меньшей мере, пигмент и смолу, при этом тонер имеет кристалличность СХ, составляющую 20 или больше, и характеристику динамической вязкоупругости, согласно которой логарифмическое значение  $\log G'(50)$  модуля (Па) накопления при 50°C составляет от 6,5 до 8,0, и логарифмическое значение  $\log G'(65)$  модуля (Па) накопления при 65°C составляет от 4,5 до 6,0, где характеристика динамической вязкоупругости измерена при колебаниях температуры от 40°C при частоте 1 Гц, при регулировке величины деформации 0,1% и при скорости повышения температуры 2°C/мин.

#### Предпочтительные эффекты изобретения

В соответствии с настоящим изобретением можно решить известные проблемы, достигнуть описанной выше цели и получить тонер, который достигает и предельного уровня закрепляемости при низкой температуре (в частности, в условиях низкой температуры и низкой влажности), и предотвращения ухудшения текучести тонера в условиях высокой температуры и высокой влажности и предотвращения его адгезии к элементу проявления тонером в условиях высокой температуры и высокой влажности.

#### Краткое описание чертежей

Фиг. 1 - график, показывающий пример схемы рентгеновской дифракции на кристалле для измерения кристалличности тонера.

Фиг. 2 - вид структурной схемы, показывающий пример варианта выполнения технологического картриджа согласно настоящему изобретению.

Фиг. 3 - вид структурной схемы, показывающий пример варианта выполнения устройства формирования изображения согласно настоящему изобретению.

Фиг. 4 - вид структурной схемы, показывающий пример варианта выполнения устройства формирования изображения согласно настоящему изобретению.

Фиг. 5 - вид структурной схемы, показывающий пример варианта выполнения устройства формирования изображения согласно настоящему изобретению.

Фиг. 6 - вид структурной схемы, показывающий пример варианта выполнения устройства формирования изображения согласно настоящему изобретению.

#### Описание вариантов осуществления изобретения

Теперь настоящее изобретение будет описано ниже более подробно.

Здесь тонер, способ производства и материалы проявителя и вся система, включенная в процесс электрофотографии, могут быть любыми известными, если они удовлетворяют условиям.

#### Тонер

Тонер, соответствующий настоящему изобретению, содержит, по меньшей мере, пигмент и смолу и также содержит другие компоненты, такие как разделительное средство, средство контроля заряда, внешние присадки и тонкие частицы смолы, если необходимо. Тонер имеет кристалличность СХ, составляющую 20 или больше. Тонер имеет характеристику динамической вязкоупругости, при которой логарифмическое значение  $\log G'(50)$  модуля (Па) накопления при 50°C составляет от 6,5 до 8,0, и логарифмическое значение  $\log G'(65)$  модуля (Па) накопления при 65°C составляет от

4,5 до 6,0, где характеристика динамической вязкоупругости измерена при колебаниях температуры от 40°C при частоте 1 Гц, при регулировке величины деформации на уровне 0,1% и при скорости повышения температуры 2°C/мин.

В результате основательных исследований настоящие изобретатели обнаружили, что если тонер, содержащий, по меньшей мере, пигмент и смолу, обладает кристалличностью СХ, составляющей 20 или больше и характеристиками динамической вязкоупругости, при которой логарифмическое значение  $\log G'(50)$  модуля (Pa) накопления при 50°C составляет от 6,5 до 8,0, и логарифмическое значение  $\log G'(65)$  модуля (Pa) накопления при 65°C составляет от 4,5 до 6,0 при измерении на основе колебаний температуры от 40°C при частоте 1 Гц, при регулировке величины деформации на уровне 0,1% и при скорости повышения температуры 2°C/мин, тонер может достигать окончательного уровня закрепляемости при низкой температуре в условиях низкой температуры и низкой влажности, предотвращающей ухудшение текучести тонера в условиях высокой температуры и высокой влажности, и предотвращается адгезия к проявляющему элементу в условиях высокой температуры и высокой влажности, при этом все это происходит одновременно на высоких уровнях.

Механизм, которым тонер, соответствующий настоящему изобретению, может достигать и предельного уровня закрепляемости при низкой температуре (в частности, в условиях низкой температуры и низкой влажности), и который предотвращает ухудшение текучести тонера в условиях высокой температуры и высокой влажности и может предотвращать адгезию к проявляющему элементу в условиях высокой температуры и высокой влажности, все еще должен быть прояснен, но последующие результаты оцениваются на основе некоторых аналитических данных.

Во-первых, благодаря приданию тонеру кристалличности СХ, составляющей 20 или больше, становится легче получить крутую характеристику плавления. Кроме того, благодаря приданию тонеру характеристики динамической вязкоупругости, при которой логарифмическое значение  $\log G'(50)$  модуля (Pa) накопления при 50°C составляет от 6,5 до 8,0, предпочтительно, от 6,5 до 7,5, более предпочтительно, от 6,8 до 7,4 при измерении с колебаниями температуры от 40°C при частоте 1 Гц при регулировке величины деформации на уровне 0,1% и при скорости повышения температуры 2°C/мин, становится возможным надлежащее регулирование вязкоупругости в диапазоне от комнатной температуры до высокотемпературных условий и, таким образом, обеспечение термостойкости при хранении. Когда  $\log G'(50)$  меньше 6,5, модуль накопления настолько мал, что становится трудным обеспечение термостойкости при хранении и предотвращения адгезии тонера к проявляющему элементу в условиях высокой температуры и высокой влажности, что неблагоприятно. С другой стороны, когда  $\log G'(50)$  больше 8,0, модуль накопления достаточно высок, и твердость тонера улучшается. Однако фиксация присадок тонера к поверхности тонера при содействии деформации смолы недостаточна, и присадки тонера высвобождаются с поверхности тонера и не могут достаточно проявить собственную текучесть и эффекты заполнителя, что приводит к неблагоприятному ухудшению стабильности проявления. Если тонеру приданы характеристики динамической вязкоупругости, при которых логарифмическое значение  $\log G'(65)$  модуля (Pa) накопления при 65°C составляет от 4,5 до 6,0, предпочтительно, от 4,9 до 5,9 при измерении на основе колебаний температуры от 40°C при частоте 1 Гц, при регулировке величины деформации на уровне 0,1% и при скорости повышения температуры 2°C/мин, вязкоупругость расплава во время фиксации достаточна, и достигается благоприятная закрепляемость при низкой температуре. Когда логарифмическое значение  $\log G'(65)$  ниже 4,5, модуль накопления слишком мал,

и допуск на тепловое смещение неблагоприятно снижается. С другой стороны, когда логарифмическое значение  $\log G'(65)$  больше 6,0, деформация не происходит в достаточной степени относительно количества тепла во время фиксации, что неблагоприятно приводит к недостаточной однородности изображения и недостаточной

прочности фиксации изображения.  
Логарифмическое значение  $\log G'(50)$  является характеристикой, относящейся к устойчивости термостойкости при хранении, и связана с характеристиками используемой некристаллической смолы и с точкой плавления и вязкоупругостью кристаллической смолы. С другой стороны, логарифмическое значение  $\log G'(65)$  является

характеристикой, относящейся к закрепляемости при низкой температуре, и аналогично связана с характеристиками используемой некристаллической смолы и с точкой плавления и вязкоупругостью кристаллической смолы.  
Соответственно, посредством регулирования характеристик и содержания некристаллической смолы и кристаллической смолы, используемых в тонере, можно

регулировать логарифмические значения  $\log G'(50)$  и  $\log G'(65)$  в пределах диапазонов, соответствующих настоящему изобретению.  
Кроме того, оценка тонера для получения надлежащего тонера может быть выполнена не посредством выведения изображений с использованием фактического устройства каждый раз, но посредством регулирования логарифмических значений

$\log G'(50)$  и  $\log G'(65)$ , которые являются присущими характеристиками самого тонера, до диапазонов, соответствующих настоящему изобретению.  
Более предпочтительно, чтобы тонер имел  $\tan \delta(50)$  от 0,1 до 0,4 при 50°C и  $\tan \delta(65)$  от 0,4 до 2,0 при 65°C, где  $\tan \delta$  указывает тангенс угла потерь (коэффициент потерь), определенный отношением  $G''/G'$  между модулем накопления ( $G'$ ) и модулем потерь ( $G''$ ). Когда  $\tan \delta(50)$  меньше 0,1, характеристика вязкости настолько мала, что присадки тонера неблагоприятно не фиксируются хорошо на поверхности тонера. Когда  $\tan \delta(50)$  больше 0,4, вязкость настолько высока, что становится неблагоприятно трудным предотвращение адгезии тонера к проявляющему элементу в условиях высокой температуры и высокой влажности. Когда  $\tan \delta(65)$  меньше 0,4, вязкость настолько

мала, что деформация недостаточна относительно количества тепла во время фиксации, что неблагоприятно снижает однородность изображения и прочность фиксации изображения. Когда  $\tan \delta(65)$  больше 2,0, вязкость настолько высока, что допуск на тепловое смещение неблагоприятно снижается.  
Когда кристаллическая смола используется в качестве смоляного материала для плавления, замешивания и измельчения для производства тонера, проблема состоит в большой трудности регулирования кристаллической структуры кристаллической смолы, которая изменяется вследствие тепла и напряжения, когда она подвергается воздействию высокой температуры при плавлении и замешивании. Эта проблема может быть решена посредством гранулирования смоляного материала тонера в среде, содержащей, по меньшей мере, воду, органический растворитель или и то, и другое, что дополнительно предпочтительно, поскольку становится возможным регулирование тонера для получения описанных выше характеристик.

Кроме того, более предпочтительно, чтобы тонер содержал этилацетат в количестве от 1 мкг/г до 30 мкг/г, поскольку закрепляемости при низкой температуре тонера дополнительно содействует эффект плавления, выраженный адгезией небольшого количества этилацетата к тонеру. Когда количество этилацетата меньше 1 мкг/г, содействие эффекту плавления не происходит. Предпочтительно, количество этилацетата не должно превышать 30 мкг/г, поскольку иначе осуществляется чрезмерное содействие

эффекту плавления, оказывающее негативное влияние на стабильность проявления.

Можно добавлять этилацетат в тонер при использовании этилацетата как растворителя для изготовления тонера. Можно добавлять этилацетат не только при использовании его как растворителя, но также и добавлять его в любой другой материал или на другом производственном этапе или добавлять его при изготовлении тонера. Может использоваться любой известный способ в качестве способа для удаления растворителя, но важно надлежащим образом контролировать остающееся количество.

Более предпочтительно, чтобы тонер, соответствующий настоящему изобретению, имел структуру сердечник-оболочка, поскольку в таком случае становится легче балансировать термостойкость при хранении и закрепляемость тонера при низкой температуре. В частности, применение структуры сердечник-оболочка, более предпочтительно, облегчает регулирование характеристик тонера, то есть, регулирование логарифмического значения  $\log G'(50)$  до 6,5-8,0 и логарифмического значения  $\log G'(65)$  до 4,5-6,0.

Предпочтительно, чтобы тонер содержал, по меньшей мере, кристаллическую полиэфирную смолу, поскольку может быть получен больший допуск для состава с закрепляемостью при низкой температуре, и ухудшение текучести тонера в условиях высокой температуры и высокой влажности может быть предотвращено.

Кроме того, более предпочтительно, чтобы тонер содержал, по меньшей мере, модифицированную полиэфирную смолу, поскольку возможен состав для закрепляемости при низкой температуре, ухудшение текучести тонера в условиях высокой температуры и высокой влажности может быть предотвращено, и адгезия к проявляющему элементу может быть исключена.

Более предпочтительно, чтобы тонер имел среднюю круглость E, составляющую 0,93-0,99, поскольку при этом ухудшение текучести тонера в условиях высокой температуры и высокой влажности может дополнительно предотвращаться.

Более предпочтительно, чтобы тонер имел круглость SF-1, составляющую 100-150, и круглость SF-2, составляющую 100-140, поскольку при этом ухудшение текучести тонера в условиях высокой температуры и высокой влажности может дополнительно предотвращаться.

Более предпочтительно, тонер имеет средневзвешенный размер D4 частиц от 2 мкм до 7 мкм, и отношение  $D4/Dn$ , составляющее 1,00-1,25 между средневзвешенным размером D4 частиц и среднечисловым размером Dn частиц, поскольку при этом ухудшение текучести тонера в условиях высокой температуры и высокой влажности может дополнительно предотвращаться.

Кристалличность CX тонера

Кристалличность CX тонера, соответствующего настоящему изобретению, была измерена посредством рентгеновской дифракции на кристалле. Используемое устройство было порошковым рентгеновским дифрактометром D8 DISCOVER, производимым Burker.

Условия измерения

Источник излучения: Cu, Ka.

Выход: 45 кВ, 110 мА.

Коллиматор: 300 мдс двойной (металлический коллиматор).

Расстояние до устройства обнаружения: 25 см.

Диапазон измерений: от 2 градусов до 64 градусов (2 $\theta$ ).

2) Измерение

Держатель образца был заполнен тонером, и измерение было выполнено при

вращении держателя образца для уменьшения влияния выравнивания и получения в высокой степени повторяемого результата.

### 3) Анализ

Было выполнено (фиг. 1) введение кристаллической части (пик, обозначенный символом "С" на фиг. 1) и аморфной части (ореол, обозначенный символом "N" на фиг. 1), и каждая интегрированная сила была подставлена в формулу, показанную ниже, для вычисления кристалличности CX. Символ "В" на фиг. 1 указывает фон.

$$CX = I_c / (I_c + I_a) \times 100$$

где  $I_c$  - это объединенная сила рассеяния кристаллов, и  $I_a$  - это объединенная сила рассеяния некристаллических веществ.

Оценка характеристики динамической вязкоупругости тонера

Характеристики вязкоупругости тонера, соответствующего настоящему изобретению, а именно, логарифмическое значение  $\log G'(50)$  модуля (Па) накопления при 50°C, логарифмическое значение  $\log G'(65)$  модуля (Па) накопления при 65°C и  $\tan \delta$  (тангенс угла потерь (коэффициент потерь), определенный отношением  $G''/G'$  между модулем ( $G'$ ) накопления и модулем  $G''$  потерь), включающими в себя  $\tan \delta(50)$  при 50°C и  $\tan \delta(65)$  при 65°C, могут быть оценены следующим образом.

#### 1) Образец

Тонер был отформован под давлением в форме таблетки, имеющей диаметр 10 мм и толщину 1 мм, и использовался в качестве образца.

#### 2) Анализатор

Описанный выше образец был закреплен на параллельной пластине и оценен устройством измерения динамической вязкоупругости ARES, произведенным TA Instruments.

#### 3) Условия оценки

- Колебания температуры от 40°C.
- Частота: 1 Гц.
- Регулирование величины деформации: 0,1%.
- Скорость повышения температуры: 2°C/мин.

Качественные и количественные оценки летучего органического соединения

Предпочтительно выполнять качественные и количественные оценки летучего органического соединения согласно настоящему изобретению способом с применением криогенной ловушки-газовой хроматографии и масс-спектропии.

1) Устройство: QP2010, произведенное Shimadzu Corporation, программное обеспечение анализа данных: GCMSSOLUTION, произведенное Shimadzu Corporation, нагревательное устройство: PY2020D, произведенное Frontier Laboratories Ltd.

2) Количество образца: 10 мг.

3) Условия теплового выделения; температура нагревания: 180°C, продолжительность нагревания: 15 минут.

4) Криогенная ловушка: -190°C.

5) Колонна: ULTRA ALLOY-5, длина = 30 м, внутренний диаметр = 0,25 мм, пленка = 0,25 мкм.

6) Повышение температуры колонны: 60°C (поддерживается в течение 1 минуты), на 10°C/мин до 130°C, на 20°C/мин до 300°C (поддерживается в течение 9,5 минуты).

7) Давление газа-носителя: постоянное на уровне 56,7 кПа.

8) Расход в колонне: 1,0 мл/мин.

9) Способ ионизации: способ ионизации электронами (70 эВ).

10) Диапазон массовых чисел: отношение массы к заряду = 29-700.

## Распознавание структуры сердечник-оболочка тонера

Предпочтительно оценивать распознавание структуры сердечник-оболочка тонера согласно настоящему изобретению способом с использованием просвечивающего электронного микроскопа, описанным ниже. Структура сердечник-оболочка определена как состояние поверхности тонера, покрытой контрастным компонентом, который отличается от внутреннего содержимого тонера. Предпочтительно, толщина слоя оболочки составляет 50 нм или больше.

Сначала около одного шпателя тонера было заделано и отверждено в эпоксидной смоле. Образец был подвергнут воздействию газа в течение от 1 минуты до 24 часов с использованием четырехокси рутения, четырехокси осмия или другого красителя для различного окрашивания слоя оболочки и внутреннего сердечника.

Продолжительность экспозиции была соответственно отрегулирована в соответствии с наблюдаемой контрастностью. Поперечное сечение образца было вскрыто ножом, и ультратонкий срез (имеющий толщину 200 нм) тонера был сделан ультрамикротомом (произведенным Leica, ULTRACUT UCT с использованием алмазного ножа). После этого ультратонкий срез наблюдался при помощи просвечивающего электронного микроскопа (H7000; произведенного Hitachi High-Technologies Corporation) при ускоряющем напряжении 100 кВ. В зависимости от составов слоя оболочки и сердечника они могут быть различными без красителей. В этом случае они могут быть оценены без красителей. Также можно придать контраст между соединениями другим средством, таким как селективное травление, и также предпочтительно осуществлять наблюдение при помощи просвечивающего электронного микроскопа и оценку слоя оболочки после предварительной обработки этого вида.

## Средняя круглость E

Средняя круглость E тонера, соответствующего настоящему изобретению, определена круглостью  $E = (\text{периметр круга, имеющего такую же площадь, как и выступающая область частицы} / \text{периметр проецируемого изображения частицы}) \times 100\%$ . Частицы тонера были измерены анализатором изображений потока частиц ("FPIA-2100", произведенным Sysmex Corporation) и проанализированы при помощи анализирующего программного обеспечения (программы обработки данных FPIA-2100 для версии 00-10 FPIA). В частности, от 0,1 мл до 0,5 мл 10 масс. % поверхностно-активного вещества (алкилбензолсульфонат NEOGEN SC-A, производимый Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.) было добавлено в стеклянную мензурку емкостью 100 мл, от 0,1 г до 0,5 г. каждого тонера было добавлено и перемешано микрошпателем, и затем было добавлено 80 мл ионозамещенной воды. Полученная дисперсионная жидкость была подвергнута дисперсии ультразвуковым дисперсионным инструментом (произведенным Honda Electronics) в течение 3 минут. Формы тонера и распределения были измерены в дисперсионной жидкости, пока не наблюдалась концентрация от 5000 частиц/мкл до 15000 частиц/мкл при помощи указанной выше программы FPIA-2100. С точки зрения повторяемости измерения средней круглости важно согласно этому способу измерения получить от 5000 частиц/мкл до 15000 частиц/мкл, как концентрацию дисперсионной жидкости. Для получения этой концентрации дисперсионной жидкости необходимо изменять параметры дисперсионной жидкости, то есть, количество поверхностно-активного вещества и количество добавляемого тонера. Количество требуемого поверхностно-активного вещества изменяется в соответствии с гидрофобностью тонера, как при измерении размера частиц тонера, описанном выше. Если поверхностно-активное вещество будет добавлено в большом количестве, будет возникать шум из-за пузырьков, тогда как, если добавленное количество недостаточно, тонер не может

быть достаточно влажным и, следовательно, не может достаточно рассеиваться. Количество добавляемого тонера изменяется в соответствии с размером частиц. Необходимо добавлять небольшое количество, если размер частиц малый, и необходимо добавлять большое количество, если размер частиц большой. Когда размер частиц тонера составляет от 3 мкм до 7 мкм, можно регулировать концентрацию дисперсионной жидкости до 5000 частиц/мкл - 15000 частиц/мкл посредством добавления тонера в количестве от 0,1 г до 0,5 г.

Круглость SF-1, SF-2

Коэффициенты SF-1 и SF-2 формы, которые указывают круглость, используемую согласно настоящему изобретению, были определены как значения, следующие из формул, показанных ниже и полученных на основе 300 изображений сканирующего электронного микроскопа с автоэлектронной эмиссией (FE-SEM), которые были произвольно отобраны из изображений тонера, полученных FE-SEM и измеренных FE-SEM (S-4200) (производимым Hitachi Ltd.), и которые были направлены в анализатор изображений (LUZEX AP, производимый Nireco Corporation) и проанализированы им. Предпочтительно, чтобы значения SF-1 и SF-2 были получены LUZEX, но устройства не ограничены конкретно FE-SEM и анализатором изображения, указанным выше, при условии, что могут быть получены подобные результаты анализа.

$$SF-1=(L^2/A)\times(\pi/4)\times100$$

$$SF-2=(P^2/A)\times(1/4\pi)\times100,$$

где L указывает абсолютную максимальную длину тонера, A указывает выступающую область тонера, и P указывает максимальный периметр тонера. Оба из коэффициентов становятся равными 100, если тонер представляет собой сферу. Когда значения увеличиваются от 100, форма деформируется от сферы до неопределенной формы. В частности, SF-1 представляет собой коэффициент формы, указывающий форму тонера в целом (эллипс, сфера и т.д.), и SF-2 представляет собой коэффициент формы, указывающий степень неправильности на поверхности.

Средневзвешенный размер частиц и отношение D4/Dn

(средневзвешенный размер частиц/среднечисловой размер частиц)

Средневзвешенный размер (D4) частиц и среднечисловой размер (Dn) частиц тонера и их отношение (D4/Dn) могут быть измерены способом, описанным ниже. Средний размер частиц и распределение частиц тонера по размерам могут быть измерены с использованием счетчика Coulter TA-II и мультиклассификатора Coulter II (оба производятся Coulter, Inc.) В частности, мультиклассификатор Coulter II использовался согласно настоящему изобретению. Способ измерения теперь будет описан ниже.

Сначала, как диспергирующий агент, от 0,1 мл до 5 мл поверхностно-активного вещества (предпочтительно, полиоксиэтиленалкиловый эфир (неионогенное поверхностно-активное вещество)) добавлено в 100 мл - 150 мл электролитического водного раствора. Электролитический раствор составляет приблизительно 1%-й водный раствор NaCl, подготовленный при использовании первичного хлористого натрия. Например, в качестве электролитического раствора может использоваться ISOTON-II (производимый Coulter, Inc.). Затем было добавлено от 2 мг до 20 мг измеряемого образца. Электролитический раствор, в котором взвешен образец, был подвергнут дисперсии ультразвуковым дисперсионным инструментом в течение приблизительно от 1 минуты до 3 минут. Затем с использованием указанного выше измерительного прибора и использованием апертуры размером 100 мкм были измерены объем и количество частиц тонера или тонера для вычисления объемного распределения и численного распределения. Средневзвешенный размер (D4) частиц и среднечисловой

размер частиц тонера могут быть вычислены на основе полученных распределений.

Используемые каналы представляют собой 13 каналов, а именно, каналы размером 2,00 мкм или больше, но меньше 2,52 мкм; 2,52 мкм или больше, но меньше 3,17 мкм; 3,17 мкм или больше, но меньше 4,00 мкм; 4,00 мкм или больше, но меньше 5,04 мкм; 5,04 мкм или больше, но меньше 6,35 мкм; 6,35 мкм или больше, но меньше 8,00 мкм; 8,00 мкм или больше, но меньше 10,08 мкм; 10,08 мкм или больше, но меньше 12,70 мкм; 12,70 мкм или больше, но меньше 16,00 мкм; 16,00 мкм или больше, но меньше 20,20 мкм; 20,20 мкм или больше, но меньше 25,40 мкм; 25,40 мкм или больше, но меньше 32,00 мкм; и 32,00 мкм или больше, но меньше 40,30 мкм, и бомбардируемые частицы имеют размер частиц от 2,00 мкм до менее 40,30 мкм.

#### Смола

Кристалличность тонера, соответствующего настоящему изобретению, должна составлять 20 или больше, но предпочтительно, чтобы кристалличность составляла от 30 до 100 и, более предпочтительно, чтобы кристалличность составляла от 40 до 100. Таким образом, предпочтительно, тонер содержит кристаллическую смолу в качестве смолы (связующей смолы). Более предпочтительно, чтобы смола содержала кристаллическую смолу в количестве 40 масс. % или больше, предпочтительно, 50 масс. % или больше относительно смолы. Тип смолы конкретно не ограничен и может быть соответственно отобран в соответствии с назначением. Кристаллическая смола может использоваться в комбинации с некристаллической смолой и, предпочтительно, чтобы основной компонент смолы представлял собой по существу кристаллическую смолу.

#### Кристаллическая смола

Содержание кристаллической смолы в смоле конкретно не ограничено при условии, что оно составляет 40 масс. % или больше и может быть соответственно отобрано в соответствии с назначением. Однако с точки зрения максимизации сбалансированного достижения хорошей закрепляемости при низкой температуре и стабильности термостойкости при хранении, получаемой благодаря кристаллической смоле, ее содержание составляет, предпочтительно, 50 масс. % или больше, более предпочтительно, 65 масс. % или больше, еще более предпочтительно, 80 масс. % или больше и, особенно предпочтительно, 95 масс. % или больше. Когда содержание составляет меньше 40 масс. %, смола не может проявлять свою высокую чувствительность к нагреванию при характеристике вязкоупругости тонера, и становится более трудным осуществление сбалансированного достижения закрепляемости при низкой температуре и стабильности термостойкости при хранении.

Согласно настоящему изобретению кристаллический материал определен как материал, в котором атомы и молекулы ориентированы в пространственно повторяющейся модели, и определен как материал, который демонстрирует дифракционную модель, когда он подвергается воздействию обычного рентгеновского дифрактометра.

Без любого конкретного ограничения любая смола может быть отобрана как кристаллическая смола в соответствии с назначением, если она обладает кристалличностью. Примеры включают в себя полиэфирную смолу, полиуретан, полимочевинную смолу, полиамидную смолу, смолу на основе простого полиэфира, виниловую смолу и модифицированную кристаллическую смолу. Они могут использоваться индивидуально, или две или больше из них могут использоваться в комбинации. Среди них полиэфирная смола, полиуретан, полимочевинная смола, полиамидная смола и смола на основе простого полиэфира предпочтительны, при этом смола, включающая в себя, по меньшей мере, или уретановую структуру, или

мочевинную структуру, предпочтительна, и линейная полиэфирная смола и композиционная пластмасса, содержащая линейную полиэфирную смолу, предпочтительны.

Предпочтительные примеры смолы, включающей в себя, по меньшей мере, или уретановую структуру, или мочевиновую структуру, включают в себя полиуретан, полимочевинную смолу, уретанмодифицированную полиэфирную смолу и модифицированную мочевиной полиэфирную смолу. Уретанмодифицированная полиэфирная смола получена посредством реакции полиэфирной смолы, имеющей изоцианатную концевую группу, с полиолом. Модифицированная мочевиной полиэфирная смола получена посредством реакции полиэфирной смолы, имеющей концевую изоцианатную группу, с аминами. Максимальная пиковая температура теплоты плавления кристаллической смолы, предпочтительно, составляет от 45°C до 70°C, более предпочтительно, от 53°C до 65°C и, особенно предпочтительно, от 58°C до 62°C с точки зрения достижения уравновешенной закрепляемости при низкой температуре и стабильности термостойкости при хранении. Когда максимальная пиковая температура ниже 45°C, закрепляемость при низкой температуре хорошая, но термостойкость при хранении неудовлетворительная. Когда максимальная пиковая температура больше 70°C, термостойкость при хранении хорошая, но закрепляемость при низкой температуре наоборот неудовлетворительная.

Кристаллическая полиэфирная смола

Согласно настоящему изобретению предпочтительно, чтобы кристаллическая полиэфирная смола, показанная ниже, содержалась в количестве 40 масс. % или выше или, предпочтительно, 50 масс. % или выше относительно смолы. Точка плавления кристаллической полиэфирной смолы, предпочтительно, находится в диапазоне от 45°C до 70°C, более предпочтительно, в диапазоне от 53°C до 65°C и, еще более предпочтительно, в диапазоне от 58°C до 62°C. Когда точка плавления ниже 45°C, закрепляемость при низкой температуре хорошая, но термостойкость при хранении неудовлетворительная. Когда точка плавления больше 70°C, термостойкость при хранении хорошая, но закрепляемость при низкой температуре наоборот неудовлетворительная. Точка плавления кристаллической полиэфирной смолы была получена как пиковая температура эндотермического пика, обнаруженного посредством дифференциальной сканирующей калориметрии (DSC).

Согласно настоящему изобретению считается, что материал обладает кристаллическостью, если кристаллический пик обнаружен посредством рентгеновской дифрактометрии.

Например, для измерения точки плавления кристаллической смолы может использоваться дифференциальный сканирующий калориметр (например, DSC-6220p, производимый Seiko Instruments, Inc.). Образец был нагрет от комнатной температуры до 150°C при скорости повышения температуры 10°C/мин, затем поддерживался при 150°C в течение 10 минут, охлаждался до комнатной температуры и поддерживался при ней в течение 10 минут и снова нагревался до 150°C при скорости повышения температуры 10°C/мин. Пиковая температура эндотермического пика, который появляется после этого, может быть обнаружена как точка плавления.

Измерение температуры стеклования смолы также может быть выполнено аналогичным образом. Температура стеклования находится в пересечении между базисной линией, проходящей ниже точки стеклования, и касательной линией части кривой, представляющей стеклование.

Согласно настоящему изобретению термин "кристаллическая полиэфирная смола"

означает не только полимер, который имеет 100%-ю полиэфирную структуру, но также и полимер (сополимер), полученный посредством полимеризации компонента, составляющего полиэфир, и другого компонента. Однако в последнем случае компонент, отличный от полиэфира, который составляет полимер (сополимер), составляет 50 масс. % или ниже.

Кристаллическая полиэфирная смола, используемая в тонере, соответствующем настоящему изобретению, синтезируется, например, из компонента, представленного многовалентной карбоновой кислотой, и компонента, представленного многоатомным спиртом. В настоящем варианте осуществления изобретения в качестве кристаллической полиэфирной смолы может использоваться товарный продукт или синтезированный продукт.

Примеры компонента, представленного многовалентной карбоновой кислотой, включают в себя, но не ограничены: алифатическими дикарбоновыми кислотами, такими как щавелевая кислота, янтарная кислота, глутаровая кислота, адипиновая кислота, пробковая кислота, азелаиновая кислота, себациновая кислота, 1,9-нонандикарбоновая кислота, 1,10-декандикарбоновая кислота, 1,12-додекандикарбоновая кислота, 1,14-тетрадекандикарбоновая кислота, 1,18-октадекандикарбоновая кислота; ароматические дикарбоновые кислоты, такие как двухосновные кислоты, такие как фталевая кислота, изофталевая кислота, терефталевая кислота, нафталин-2,6-дикарбоновая кислота, малоновая кислота и мезакониновая кислота; и ангидрид и низший алкильный сложный эфир указанных выше веществ.

Примеры трехвалентных или высших карбоновых кислот включают: 1,2,4-бензолтрикарбоновую кислоту, 1,2,5-бензолтрикарбоновую кислоту, 1,2,4-нафталинтрикарбоновую кислоту; и ангидрид и низший алкильный сложный эфир из указанных выше. Они могут использоваться индивидуально, или два или больше из них могут использоваться в комбинации.

Кристаллическая полиэфирная смола может содержать, как кислотный компонент, дикарбоновую кислоту, имеющую сульфогруппу, отличную от алифатических дикарбоновых кислот и ароматических дикарбоновых кислот, указанных выше. Кроме того, кристаллическая полиэфирная смола может содержать дикарбоновую кислоту, имеющую двойную связь, отличную от алифатических дикарбоновых кислот и ароматических дикарбоновых кислот, указанных выше.

Предпочтительными в качестве компонента, представляющего собой многоатомный спирт, являются алифатические диолы и, более предпочтительно, линейные алифатические диолы, включающие в себя 7-20 атомов углерода в основной цепи. Если алифатический диол является разветвленным, кристалличность полиэфирной смолы может ухудшаться, и точка плавления может быть снижена. Если количество атомов углерода в основной цепи меньше 7, температура плавления алифатического диола становится высокой, когда алифатический диол полимеризуется конденсацией с ароматической дикарбоновой кислотой, что неблагоприятно для закрепляемости при низкой температуре. Если количество атомов углерода в основной цепи больше 20, затрудняется получение материала для практического применения. Количество атомов углерода в основной цепи, более предпочтительно, составляет 14 или меньше.

Конкретные примеры алифатического диола, предпочтительно, используемого для синтеза кристаллического полиэфира, используемого в тонере, соответствующем настоящему изобретению, включают в себя, но не ограничены ими, этиленгликоль, 1,3-пропандиол, 1,4-бутандиол, 1,5-пентандиол, 1,6-гександиол, 1,7-гектандиол, 1,8-октандиол, 1,9-нонандиол, 1,10-декандиол, 1,11-андекандиол, 1,12-додекандиол, 1,13-

тридекандиол, 1,14-тетрадекандиол, 1,18-октадекандиол и 1,14-эйкозандекандиол. Среди них 1,8-октандиол, 1-9-ноналдиол и 1,10-декандиол предпочтительны ввиду легкой доступности.

Примеры трехосновных или высших спиртов включают в себя глицерин, 5 триметилолетан, триметилолпропан и пентаэритрит. Они могут использоваться индивидуально, или два или больше из них могут использоваться в комбинации.

Предпочтительно, чтобы содержание алифатического диола в многоатомном спирте составляло 80 мол.% или выше, более предпочтительно, 90 мол.% или выше. Если 10 содержание алифатического диола меньше 80 мол.%, кристалличность полиэфирной смолы ухудшается, и температура плавления снижается, что может ухудшать способность предотвращения блокирования тонера, способность хранения изображения и закрепляемость при низкой температуре.

С дополнительными целями, такими как получение кислотного числа и гидроксильного числа, можно добавлять многовалентную карбоновую кислоту и 15 многоатомный спирт на заключительном этапе синтеза. Примеры многовалентной карбоновой кислоты включают в себя: ароматические карбоновые кислоты, такие как терефталевая кислота, изофталевая кислота, фталевый ангидрид, тримеллитовый ангидрид, пиромеллитовая кислота и нафталиндикарбоновая кислота; алифатические карбоновые кислоты, такие как малеиновый ангидрид, фумаровая кислота, янтарная 20 кислота, олкенилянтарный ангидрид и адипиновая кислота; и алициклическая карбоновая кислота, такая как циклогександикарбоксильная кислота.

Примеры многоатомного спирта включают: алифатические диолы, такие как этиленгликоль, диэтиленгликоль, триэтиленгликоль, пропиленгликоль, бутандиол, 25 гександиол, неопентилгликоль и глицерин; алициклические диолы, такие как циклогександиол, циклогександиметанол и гидрированный бисфенол А; и ароматические диолы, такие как аддукт бисфенола А с окисью этилена и аддукт бисфенола А с окисью пропилена.

Производство кристаллической полиэфирной смолы может осуществляться при 30 установке температуры полимеризации на уровне от 180°C до 230°C. Реакция стимулируется посредством снижения давления в реакционной системе в случае необходимости и удаления воды и спиртов, произведенных посредством конденсации.

Если полимеризующийся мономер не растворяется или не растворяется совместимо при температуре реакции, его можно растворять посредством добавления растворителя, 35 имеющего высокую точку кипения, как растворяющего агента. Реакция поликонденсации стимулируется посредством дистилляции растворяющего агента. Если существует полимеризующийся мономер, демонстрирующий неполную совместимость в реакции сополимеризации, можно предварительно конденсировать этот плохо совместимый полимеризующийся мономер с кислотой или спиртом, который подготовлен для конденсации с этим полимеризующимся мономером перед его поликонденсацией с 40 основным компонентом.

Примеры катализатора, который может использоваться в производстве полиэфирной смолы, включают в себя: щелочные металлы соединения, такие как натрий и литий; 45 щелочноземельные металлы соединения, такие как магний и кальций; металлы соединения, такие как цинк, марганец, сурьма, титан, олово, цирконий и германий; фосфиты соединения; фосфатные соединения; и аминсоединения.

Конкретные примеры включают в себя такие соединения, как уксуснокислый натрий, углекислый натрий, уксуснокислый литий, углекислый литий, уксуснокислый кальций, стеарат кальция, уксуснокислый магний, ацетат цинка, стеарат цинка, нафтенат цинка,

хлористый цинк, уксуснокислый марганец, нафтенат марганца, тетраэтоксид титана, тетрапропоксид титана, тетраизопропоксид титана, тетрабутоксид титана, трехокись сурьмы, трифенил сурьмы, трибутил сурьмы, олово-муравьиная кислота, оксалат олова, тетрафенил олова, двухлористое дибутилолово, оксид дибутилолово, оксид

5 дифенилолово, тетрабутоксид циркония, нафтенат циркония, карбонат циркониила, ацетат циркониила, стеарат циркониила, цирконил каприловой кислоты, оксид германия, трифенилфосфит, трис(2,4-ди-*t*-бутилфенил) фосфит, этилтрифенилфосфониумбромид, триэтиламин и трифениламин.

Кислотное число кристаллической полиэфирной смолы, используемой согласно

10 настоящему изобретению (количество КОН в мг, необходимое для нейтрализации 1 г. смолы), предпочтительно, находится в диапазоне от 3,0 мг КОН/г до 30,0 мг КОН/г, более предпочтительно, в диапазоне от 6,0 мг КОН/г до 25,0 мг КОН/г и, еще более предпочтительно, в диапазоне от 8,0 мг КОН/г до 20,0 мг КОН/г.

Если кислотное число меньше 3,0 мг КОН/г, дисперсность в воде ухудшается, и

15 изготовление частиц технологией жидкостной обработки становится очень трудным. Кроме того, поскольку стабильность полимеризуемых частиц значительно ухудшается, когда частицы агломерированы, изготовление тонера может быть неэффективным. С другой стороны, если кислотное число больше 30,0 мг КОН/г, тонер может иметь увеличенную гигроскопичность и может быть более подверженным влияниям

20 окружающей среды.

Средневзвешенная молекулярная масса ( $M_w$ ) кристаллической полиэфирной смолы, предпочтительно, составляет от 6000 до 35000. Если молекулярная масса ( $M_w$ ) меньше 6000, тонер может впитываться в поверхность носителя записи, такого как бумага, при фиксации на ней, приводя к неравномерной фиксации, или может ослаблять устойчивость

25 на изгиб зафиксированного изображения. Если средневзвешенная молекулярная масса ( $M_w$ ) больше 35000, вязкость тонера при плавлении становится настолько высокой, что вязкость, пригодная для фиксации, могла бы быть достигнута при высокой температуре, которая, следовательно, будет приводить к ухудшению закрепляемости при низкой температуре.

Средневзвешенная молекулярная масса может быть измерена при помощи гель-проникающей хроматографии (GPC). Измерение молекулярной массы при помощи

30 гель-проникающей хроматографии было выполнено при использовании GPC/HLC-8120 (производимого Tosoh Corporation), как измерительного прибора, с использованием колонны TSKGEL SUPER HM-M (15 см) (производимой Tosoh Corporation) и с

35 использованием тетрагидрофуранового растворителя. Средневзвешенная молекулярная масса была вычислена с применением калибровочной кривой для молекулярной массы, генерированной на основе стандартного образца монодисперсного полистирола, к результату измерения.

Предпочтительно, кристаллическая смола, которая может быть кристаллической

40 полиэфирной смолой, описанной выше, содержит в качестве ее основного компонента (50 масс. % или больше) кристаллическую полиэфирную смолу, синтезированную при использовании алифатического полимеризующегося мономера (в дальнейшем может упоминаться как "кристаллическая алифатическая полиэфирная смола"). В этом случае композиционный коэффициент алифатического полимеризующегося мономера, который

45 составляет кристаллическую алифатическую полиэфирную смолу, предпочтительно, составляет 60 мол.% или выше, более предпочтительно, 90 мол.% или выше.

Предпочтительные примеры алифатического полимеризующегося мономера включают в себя алифатические диолы и указанные выше карбоновые кислоты.

### Некристаллическая полиэфирная смола

Согласно настоящему изобретению предпочтительно, чтобы связующая смола тонера содержала, по меньшей мере, некристаллическую полиэфирную смолу, которая будет указана ниже. Некристаллические полиэфирные смолы включают в себя модифицированные полиэфирные смолы и немодифицированные полиэфирные смолы. Более предпочтительно, чтобы связующая смола содержала и то, и другое.

### Модифицированная полиэфирная смола

Согласно настоящему изобретению в качестве полиэфирной смолы могут использоваться модифицированные полиэфирные смолы, указанные ниже. Например, может использоваться форполимер полиэфира, имеющий изоцианатную группу. Примеры форполимера (А) полиэфира, имеющие изоцианатную группу, включают в себя продукт, полученный реакцией полиэфира с полиизоцианатом (3), где полиэфир получен поликонденсацией многоатомного спирта (1) и многоосновной карбоновой кислоты (2) и имеет активную водородную группу. Примеры активной водородной группы, содержащейся в полиэфире, включают в себя гидроксильные группы (спиртовые гидроксильные группы и фенольные гидроксильные группы), аминогруппы, карбоксильные группы и меркаптогруппы. Из них предпочтительны спиртовые гидроксильные группы.

Примеры многоатомного спирта (1) включают в себя диолы (1-1) и трехосновные или высшие многоатомные спирты (1-2) только с (1-1), или предпочтительна смесь, содержащая (1-1) и небольшое количество (1-2). Примеры диолов (1-1) включают в себя алкиленгликоли (например, этиленгликоль, 1,2-пропиленгликоль, 1,3-пропиленгликоль, 1,4-бутандиол и 1,6-гександиол); алкиленэфиргликоли (например, диэтиленгликоль, триэтиленгликоль, дипропиленгликоль, полиэтиленгликоль, полипропиленгликоль и политетраметиленэфиргликоль); алициклические диолы (например, 1,4-циклогександиметанол и гидрированный бисфенол А); бисфенолы (например, бисфенол А, бисфенол F и бисфенол S); аддукты указанных выше алициклических диолов алкиленоксиды (например, окись этилена, окись пропилена и окись бутилена); и аддукты указанных выше бисфенолов с алкиленоксидами (например, окись этилена, окись пропилена и окись бутилена). Из них предпочтительны C2-C12 алкиленгликоли и аддукты алкиленоксидов бисфенолов. Особенно предпочтительны аддукты алкиленоксидов бисфенолов и комбинации аддуктов алкиленоксидов бисфенолов и C2-C12 алкиленгликолей.

Примеры трехосновных или высших многоатомных спиртов (1-2) включают в себя трехосновные-октаосновные или высшие алифатические полиспирты (например, глицерин, триметилолетан, триметилолпропан, пентаэритрит и сорбит); трехосновные или высшие фенолы (например, трисфенол РА, новولاки фенола и новولاки крезоло); и аддукты алкиленоксидов указанных выше трехосновных или высших полифенолов.

Примеры многоосновной карбоновой кислоты (2) включают в себя дикарбоновые кислоты (2-1) и трехвалентные или высшие многоосновные карбоновые кислоты (2-2) только с (2-1) или, предпочтительно, смесь, содержащую (2-1) и небольшое количество (2-2). Примеры дикарбоновых кислот (2-1) включают в себя алкилендикарбоновые кислоты (например, янтарную кислоту, адипиновую кислоту и себаценовую кислоту); алкилендикарбоновые кислоты (например, малеиновую кислоту и фумаровую кислоту); ароматические дикарбоновые кислоты (например, фталевую кислоту, изофталевую кислоту, терефталевую кислоту и нафталиндикарбоновую кислоту). Из них предпочтительны C4-C20 алкилендикарбоновые кислоты и C8-C20 ароматические дикарбоновые кислоты. Примеры трехвалентных или высших многоосновных

карбоновых кислот (2-2) включают в себя C9-C20 ароматические многоосновные карбоновые кислоты (например, тримеллитовую кислоту и пиромеллитовую кислоту). А именно, многоосновные карбоновые кислоты (2), вступившие в реакцию с многоатомными спиртами (1), могут представлять собой ангидриды кислоты или низшие алкильные сложные эфиры (например, сложный метиловый эфир, сложный этиловый эфир и изопропиловый сложный эфир) указанных выше карбоновых кислот.

Отношение между многоатомным спиртом (1) и многоосновной карбоновой кислотой (2) составляет в целом от 2/1 до 1/1, предпочтительно, от 1,5/1 до 1/1, более предпочтительно, от 1,3/1 до 1,02/1 с точки зрения эквивалентного коэффициента  $[\text{ОН}]/[\text{COOH}]$  гидроксильной группы  $[\text{ОН}]$  относительно карбоксильной группы  $[\text{COOH}]$ .

Примеры полиизоцианата (3) включают в себя алифатические полиизоцианаты (такие как диизоцианат тетраметилена, гексаметилендиизоцианат и 2,6-диизоцианатметилкапроат); алициклические полиизоцианаты (такие как диизоцианат изофорона и циклогексилметандиизоцианат); ароматические диизоцианаты (такие как толилендиизоцианат и дифенилметандиизоцианат); ароматические алифатические диизоцианаты (такие как  $\alpha, \alpha, \alpha', \alpha'$ -тетраметилксилилендиизоцианат); изоцианураты; блокированные полиизоцианаты, в которых указанные выше полиизоцианаты блокированы производной фенола, оксимом или капролактамом и комбинациями двух или больше из них.

Отношение полиизоцианата (3), как эквивалентное отношение  $[\text{NCO}]/[\text{ОН}]$  изоцианатных групп  $[\text{NCO}]$  к гидроксильным группам  $[\text{ОН}]$  полиэфира, имеющего гидроксильные группы, в целом составляет от 5/1 до 1/1, предпочтительно, от 4/1 до 1,2/1, более предпочтительно, от 2,5/1 до 1,5/1. Когда  $[\text{NCO}]/[\text{ОН}]$  больше 5, закрепляемость тонера при низкой температуре ухудшается, но когда молярное отношение  $[\text{NCO}]$  меньше 1, содержание мочевины в модифицированном полиэфире настолько мало, что устойчивость к тепловому смещению неудовлетворительная. Количество составляющих компонентов полиизоцианата (3), содержащихся в форполимере (А), имеющем изоцианатную группу на его конце, составляет в целом от 0,5 масс. % до 40 масс. %, предпочтительно, от 1 масс. % до 30 масс. %, более предпочтительно, от 2 масс. % до 20 масс. %. Когда количество составляет меньше 0,5 масс. %, устойчивость к тепловому смещению будет ухудшена, и термостойкость при хранении и закрепляемость при низкой температуре будут ухудшены. Когда количество составляет больше 40 масс. %, закрепляемость при низкой температуре будет ухудшена.

Количество изоцианатных групп, включенных в каждую молекулу форполимера (А), имеющего изоцианатные группы, составляет в целом от 1 или больше, предпочтительно, от 1,5 до 3 в среднем и, более предпочтительно, от 1,8 до 2,5 в среднем. Когда количество будет меньше 1 на молекулу, молекулярная масса модифицированного полиэфира будет ниже после удлинения цепи, сшивания или и того, и другого, и устойчивость к тепловому смещению будет ухудшена.

#### Способ производства

Форполимер (А), содержащий изоцианатную группу, может быть произведен следующим способом и т.д. Многоатомный спирт (1) и многоосновную карбоновую кислоту (2) нагревают до 150°C-280°C в присутствии обычного катализатора эстерификации (например, тетрабутоксититаната и окиси дибутиллолова), и производимая вода дистиллируется, в случае необходимости, под сниженным давлением таким образом, чтобы получить полиэфир, содержащий гидроксильную группу. Затем полиэфир, содержащий гидроксильную группу, вводят в реакцию с полиизоцианатом (3) при 40°C-140°C, чтобы таким образом получить форполимер (А), содержащий изоцианатную

группу.

Сшивающий агент и удлиняющий агент

Согласно настоящему изобретению, амины могут использоваться в качестве сшивающих агентов, удлиняющих агентов или и того, и другого. Примеры аминов (В) включают в себя диамин (В1), трехвалентный или высший полиамин (В2), аминоспирт (В3), аминамеркаптан (В4), аминокислоту (В5) и блокированное соединение (В6), где аминогруппа любого из аминов В1-В5 блокирована. Примеры диамина (В1) включают: ароматический диамин (например, фенилендиамин, диэтилтолуолдиамин и 4,4'-диаминодифенилметан), алициклический диамин (4,4'-диамино-3,3'-диметилдициклогексилметан, циклогександиамин и диаминизофорон) и алифатический диамин (например, этилендиамин, тетраметилендиамин и гексаметилендиамин). Примеры трехвалентного или высшего полиамина (В2) включают в себя диэтилентриамин и тритилинтетрамин. Примеры аминоспирта (В3) включают в себя этаноламин и гидроксиэтиланилин. Примеры аминамеркаптана (В4) включают в себя аминозтилмеркаптан и аминопропилмеркаптан. Примеры аминокислоты (В5) включают в себя аминопропионовую кислоту и аминакапроновую кислоту. Примеры блокированного соединения (В6), где аминогруппа любого из аминов В1-В5 блокирована, включают в себя соединение кетимина и соединение оксазолина, полученные из аминов и кетонов В1-В5 (например, ацетон, метилэтилкетон и метилизобутилкетон). Среди указанных выше аминов (В), В1 и смесь В1 и небольшого количества В2 предпочтительны.

При сшивании, удлинении или и том, и другом, в случае необходимости, может использоваться агент обрыва цепи для регулирования молекулярной массы модифицированного полиэфира, получаемого в результате реакции. Примеры агента обрыва цепи включают в себя моноамины (диэтиламин, дибутиламин, бутиламин и лауриламин) и любой из моноаминов, который блокирован (соединение кетимина).

Отношение амина (В), как отношение эквивалентности  $[NCO]/[NHx]$  изоцианатных групп  $[NCO]$  в форполимере (А), имеющем изоцианатные группы, к аминогруппам  $[NHx]$  в амине (В), составляет в целом от 1/2 до 2/1, предпочтительно, от 1,5/1 до 1/1,5, более предпочтительно, от 1,2/1 до 1/1,2. Когда  $[NCO]/[NHx]$  больше 2 или меньше 1/2, молекулярная масса модифицируемого мочевиной полиэфира (i) низкая, и устойчивость к тепловому смещению ухудшается.

Модифицированный полиэфир

Согласно настоящему изобретению более предпочтительно добавлять немодифицированный полиэфир (С) вместе с модифицированным полиэфиром (А), как связующие компоненты тонера, чем использовать только модифицированный полиэфир (А). Комбинированное использование (С) улучшит закрепляемость при низкой температуре и характеристику глянцежитости и равномерность глянцежитости, когда тонер используется для полноцветного устройства. Примеры (С) включают в себя поликонденсацию такого многоатомного спирта (1) и многоосновной карбоновой кислоты (2), используемых в качестве компонентов полиэфира (А), и предпочтительными являются аналогично используемые в качестве компонентов (А). Кроме того, примеры (С) могут включать в себя не только немодифицированные полиэфиры, но также и полиэфиры, модифицируемые с химической связью кроме связи мочевиной. Например, полиэфиры могут модифицироваться с уретановой связью. Предпочтительно, чтобы (А) и (С) совместимо растворялись, по меньшей мере, частично с точки зрения закрепляемости при низкой температуре и устойчивости к тепловому смещению. Поэтому, предпочтительно, что компоненты (А) и (С) полиэфира имеют подобные

составы. При добавлении (А) отношение масс между (А) и (С) составляет в целом от 5/95 до 75/25, предпочтительно, от 10/90 до 25/75, более предпочтительно, от 12/88 до 25/75 и, особенно предпочтительно, от 12/88 до 22/78. Когда отношение масс (А) меньше 5%, устойчивость к тепловому смещению будет ухудшена, и сбалансированное достижение стабильности термостойкости при хранении и закрепляемости при низкой температуре будет проблематичным.

Пиковая молекулярная масса (С), предпочтительно, составляет от 1000 до 30000, более предпочтительно, от 1500 до 10000, особенно предпочтительно, от 2000 до 8000. Когда пиковая молекулярная масса меньше 1000, термостойкость при хранении тонера может ухудшаться. Следует учитывать то, что когда пиковая молекулярная масса превышает 10000, закрепляемость тонера при низкой температуре может ухудшаться. Гидроксильное число (С), предпочтительно, составляет 5 или больше, более предпочтительно, от 10 до 120 и, особенно предпочтительно, от 20 до 80. Когда гидроксильное число меньше 5, сбалансированное достижение стабильности термостойкости при хранении и закрепляемости при низкой температуре будет проблематичным. Кислотное число (С) составляет в целом от 0,5 до 40, предпочтительно, от 5 до 35. Кислотное число дает отклонение к отрицательному заряду. Кроме того, кислотное число и гидроксильное число, которые не включены в указанные диапазоны, увеличат восприимчивость к влияниям окружающей среды с условиями высокой температуры, высокой влажности или низкой температуры и низкой влажности, приводящую к ухудшению изображения.

Согласно настоящему изобретению температура ( $T_g$ ) стеклования тонера составляет в целом от 40°C до 70°C, предпочтительно, от 45°C до 55°C. Когда температура стеклования будет ниже 40°C, термостойкость при хранении тонера будет ухудшаться. Когда она будет выше 70°C, закрепляемость при низкой температуре будет недостаточной. Тонер для проявления электростатического изображения согласно настоящему изобретению, который содержит сшитую полиэфирную смолу, удлиненную полиэфирную смолу или сшитую и удлиненную полиэфирную смолу, демонстрирует лучшие свойства при хранении, чем обычные тонеры на основе полиэфира, даже когда температура стеклования низкая. Тонер имеет модуль накопления, составляющий 10000 дин/см<sup>2</sup> при температуре ( $T_g'$ ) стеклования, в целом составляющей 100°C или выше, предпочтительно, 110°C-200°C при измерении с частотой 20 Гц. Когда температура стеклования будет ниже 100°C, устойчивость к тепловому смещению будет ухудшена. Тонер имеет вязкость 1000 пуаз при температуре ( $T_\eta$ ) обычно 180°C или ниже, предпочтительно, 90°C-160°C при измерении с частотой 20 Гц. Когда температура превышает 180°C, закрепляемость при низкой температуре будет ухудшена. То есть, с точки зрения осуществления достижения сбалансированной закрепляемости при низкой температуре и устойчивости к тепловому смещению, предпочтительно, чтобы  $T_g'$  была выше  $T_\eta$ . Другими словами, предпочтительно, чтобы разность между  $T_g'$  и  $T_\eta$  ( $T_g' - T_\eta$ ) составляла 0°C или больше. Разность 10°C или больше более предпочтительна, и разность 20°C или больше особенно предпочтительна. Верхний предел разности конкретно не ограничен. С точки зрения достижения сбалансированной стабильности термостойкости при хранении и закрепляемости при низкой температуре разность между  $T_g'$  и  $T_\eta$ , предпочтительно, составляет от 0°C до 100°C, более предпочтительно, от 10°C до 90°C и, особенно предпочтительно, от 20°C до 80°C.

#### Виниловая смола

Согласно настоящему изобретению предпочтительно добавлять в тонер любую указанную ниже виниловую смолу и, более предпочтительно, добавлять любую

указанную ниже виниловую смолу в связующей смоле оболочки. Примеры виниловой смолы включают в себя полимер, производимый посредством гомополимеризации или сополимеризации виниловых мономеров, таких как стирол-(метанол)акрилатные смолы, сополимеры бутадиенстирола, (метанол) полимеры на основе акрилата акриловой

5 кислоты, состироловые полимеры и акрилонитрила, сополимеры малеинового ангидрида стирола и стирола-(метанол)сополимеров акриловой кислоты.

Другие примеры включают в себя: стирольные полимеры и замещенные продукты (например, полистиролы, поли-п-хлорстиролы и поливинилтолуолы); состироловые полимеры (например, сополимеры стирол-п-хлорстирола, сополимеры пропилен-

10 стирола, сополимеры винилтолуол-стирола, сополимеры винилнафталин-стирола, сополимеры метилакрилат-стирола, сополимеры этилакрилат-стирола, сополимеры бутилакрилат-стирола, сополимеры октилакрилат-стирола, сополимеры метилметакрилат-стирола, сополимеры этилметакрилат-стирола, сополимеры бутилметакрилат-стирола, сополимеры стирол-метил- $\alpha$ -хлорметакрилата, сополимеры

15 акрилонитрил-стирола, сополимеры кетонметилвинил-стирола, сополимеры бутадиен-стирола, сополимеры изопрен-стирола, сополимеры инден-акрилонитрил-стирола, состироловые полимеры-малеиновой кислоты и состироловые полимеры-эфира малеиновой кислоты); полиметилметакрилаты и полибутилметакрилаты.

#### Краситель

Согласно настоящему изобретению в качестве красителя могут использоваться все

20 обычные красители и пигменты. Примеры красителя включают в себя углеродную сажу, нигрозин, порошковую сурьму, нафтоловый желтый S, ганза желтый (10G, 5G и G), желтый кадмий, желтый железноокисный, желтую охру, окись свинца, желтый титан, желтый полиазо, масляный желтый, ганза желтый (GR, A, RN и R), пигмент желтый L,

25 бензидиновый желтый (G и GR), баритовый желтый (NCG), вулкан прочный желтый (5G, R), тартразин, краситель, хинолиновый желтый, антрфсан желтый BGL, изоиндолинон желтый, крокус, свинцовый сурик, свинцовая киноварь, кадмиевый красный, кадмиево-ртутный красный, киноварь сурьмы, баритовый красный 4R, паранитроанилин красный, физер красный, параклороортонитроанилин красный,

30 литоль прочный алый G, яркий прочный алый, яркий карминовый BS, баритовый красный (F2R, F4R, FRL, FRL и F4RH), прочный алый VD, прочный вулкан-фуксин B, яркий алый G, литоль-фуксин GX, баритовый красный F5R, яркий карминовый 6B, пигментный алый 3B, бордосский 5B, толудиновый каштановый, баритовый бордосский F2K, гелио-бордосский BL, бордосский 10B, светло-каштановый краситель БОН, средне-

35 каштановый краситель БОН, эозин, лак, родамин В, родамин Y, ализарин, тиоиндиговый красный В, тиоиндиговый каштановый, масляный красный, хинакридоновый красный, пиразолоновый красный, полиазовый красный, хромовый ярко-красный, бензидиновый оранжевый, периноновый оранжевый, масляный оранжевый, кобальтовую синь, лазурный, щелочной голубой, переливчатый синий,

40 виктория голубой, не металл-содержащий фталоцианиновый синий, фталоцианиновый синий, дианизидин, индантреновый (RS и BC), индиго, ультрамарин, железная лазурь, антрахиноновый голубой, быстрый фиолетовый В, метил-фиолетовый, кобальтовый пурпурный, марганцево-фиолетовый, диоксан-фиолетовый, антрахиноновый фиолетовый, хромовая зелень, цинковая зелень, окись хрома, виридиан, изумрудно-

45 зеленый, зеленый В, нафтол зеленый В, золотистый зеленый, кислотный зеленый, малахитовая зелень, фталоцианиновый зеленый, антрахиноновый зеленый, окись титана, окись цинка, литопон и смесь двух или больше из указанных выше пигментов.

Количество пигмента, предпочтительно, составляет от 1 масс. % до 15 масс. %, более

предпочтительно, от 3 масс. % до 10 масс. % относительно тонера.

Краситель, используемый согласно настоящему изобретению, может использоваться в качестве маточной смеси, в которой пигмент формирует соединение со смолой.

Примеры связующей смолы, замешиваемой при производстве маточной смеси или  
 5 вместе с ней, включают в себя указанные выше модифицированные и немодифицированные полиэфирные смолы, стироловые полимеры или их замещенные продукты (например, полистирол, поли-п-хлорстирол и поливинилтолуол); сополимер  
 10 стирола (например, сополимер стирол-п-хлорстирол, сополимер стирола-пропилена, сополимер стирола-винилтолуола, сополимер стирола-винилнафталина, сополимер стирола-метилакрилата, сополимер стирола-этилакрилата, сополимер стирола-бутилакрилата, сополимер стирола-октилакрилата, сополимер стирола-метилметакрилата, сополимер стирола-этилметакрилата, сополимер стирола-бутилметакрилата, сополимер стирола-метил  $\alpha$ -хлорметакрилата, сополимер стирола-акрилонитрила, сополимер стирола-винилметилкетона, сополимер стирола-бутадиена,  
 15 сополимер стирола-изопрена, сополимер стирола-акрилонитрила-индена, сополимер стирола-малеиновой кислоты, и сополимер стирола-эфира малеиновой кислоты); и другие включают полиметилметакрилат, полибутилметакрилат, поливинилхлорид, поливинилацетат, полиэтилен, полипропилен, полиэфир, эпоксидную смолу, эпоксиполиольную смолу, полиуретан, полиамид, поливинилбутираль, смолу  
 20 полиакриловой кислоты, канифоль, модифицированную канифоль, терпеновую смолу, алифатическую или алициклическую углеводородную смолу, смолу из ароматической фракции нефти, хлорированный парафин и парафин. Они могут использоваться независимо или в комбинации.

Маточная смесь может быть подготовлена посредством смешивания и перемешивания  
 25 пигмента со смолой для маточной смеси с высокой сдвигающей силой. При смешивании и перемешивании может использоваться органический растворитель для улучшения взаимодействия между пигментом и смолой. Кроме того, маточная смесь может быть подготовлена способом промывки, заключающемся в смешивании и перемешивании пасты на водной основе, содержащей окрашивающую воду, со смолой и органическим  
 30 растворителем для переноса красителя в смолу при удалении воды и органического растворителя. Этот способ используется предпочтительно, поскольку влажный кек красителя используется как таковой, и нет необходимости высушивать влажный кек красителя для приготовления пигмента. При смешивании и перемешивании, предпочтительно, используется диспергатор с высокой сдвигающей силой (например,  
 35 трехвалковая мешалка).

Другие компоненты

Разделительное средство

В качестве разделительного средства, соответствующего настоящему изобретению, может использоваться типичный воск. Могут использоваться обычные воски, и их  
 40 примеры включают в себя полиолефиновые воски (например, полиэтиленовый воск и полипропиленовый воск); длинноцепочечный углеводород (например, парафины и воск SASOL); и воск, содержащий карбонильную группу. Из них предпочтителен воск, содержащий карбонильную группу. Примеры содержащего карбонильную группу воска включают в себя эфиры полиалкановой кислоты (например, карнаубский воск,  
 45 буроугольный воск, триметилпропантрибегенат, пентаэритриттетрабегенат, пентаэритритдиацетатдибегенат, глицеринтрибегенат и 1,18-октадекандиолдистеарат); сложные эфиры полиалканола (например, тристеарилтримеллитат и дистеарилмаллеанат); амиды полиалканойдной кислоты (например,

этилендиаминдибехениламид); полиалкиламида (например, тристеарилтримеллитовую кислоту); и диалкиловые кетоны (например, дистеарилкетон). Из этих содержащих карбонильную группу восков сложные эфиры полиалканоидной кислоты предпочтительны. Точка плавления воска согласно настоящему изобретению составляет в типичном случае от 40°C до 160°C, предпочтительно, от 50°C до 120°C и, более предпочтительно, от 60°C до 90°C. Когда его точка плавления ниже 40°C, воск может оказывать негативное влияние на термостойкость при хранении. Когда точка плавления выше 160°C, легко вызывается холодное смещение при фиксации при низких температурах. Вязкость расплава воска составляет, предпочтительно, от 5 сПз до 1000 сПз, более предпочтительно, от 10 сПз до 100 сПз при измерении при температуре на 20°C выше точки плавления. Когда вязкость расплава воска больше 1000 сПз, воск не может демонстрировать эффекты улучшения устойчивости к тепловому смещению и свойства фиксации при низкой температуре. Количество воска, содержащегося в тонере, предпочтительно, составляет от 0 масс. % до 40 масс. %, более предпочтительно, от 3 масс. % до 30 масс. %.

#### Средство контроля заряда

Тонер, соответствующий настоящему изобретению, в случае необходимости может содержать средство контроля заряда. Может использоваться любое обычное средство контроля заряда. Их примеры включают в себя нигрозиновые красители, трифенилметановые красители, хромсодержащие металлокомплексные красители, пигменты хелата молибденовой кислоты, родаминовые красители, алкоксиамины, соли четвертичного аммониевого основания (включающие в себя модифицируемые фтором соли четвертичного аммониевого основания), алкиламида, фосфористые, фосфорсодержащие соединения, вольфрам, соединения вольфрама, фтористые активные компоненты, соли металла салициловой кислоты и соли металла дериватов салициловой кислоты. Конкретные примеры включают в себя нигрозиновый краситель BONTRON 03, соль четвертичного аммониевого основания BONTRON P-51, металл-содержащий азокраситель BONTRON S-34, оксинафтольное на основе кислоте комплексное соединение металла E-82, на основе салициловой кислоте комплексное соединение металла E-84 и конденсат фенола E-89 (все производятся ORIENT CHEMICAL INDUSTRIES CO., LTD); комплекс молибдена соли четвертичного аммониевого основания TP-302 и TP-415 (все производятся Hodogaya Chemical Co., Ltd.); соль четвертичного аммониевого основания COPY CHARGE PSY VP 2038, трифенилметановый дериват COPY BLUE PR, соль четвертичного аммониевого основания COPY CHARGE NEG VP2036 и COPY CHARGE NX VP434 (все производятся CLARIANT K.K.); LRA-901; комплекс бора LR-147 (производимый Japan Carlit Co., Ltd.); фталоцианин меди; перилен; хинакридон; азопигменты; и полимерные соединения, имеющие, в качестве функциональной группы, сульфонную кислотную группу, карбоксильную группу, соль четвертичного аммониевого основания и т.д.

Согласно настоящему изобретению количество включенного средства регулирования заряда не определено строго и различно в зависимости от типа используемой связующей смолы, возможно используемой присадки и от используемого способа производства тонера (включая используемый способ диспергирования). Количество средства регулирования заряда, предпочтительно, составляет от 0,1 массовой части до 10 массовых частей, более предпочтительно, от 0,2 массовой части до 5 массовых частей относительно 100 массовых частей связующей смолы. Когда его количество больше 10 массовых частей, зарядоспособность тонера становится чрезмерной, что может снижать эффект средства регулирования заряда, увеличивать силу электростатического

поля для проявляющего валика, приводя к низкой текучести проявителя или низкой плотности полученного изображения. Эти средства контроля заряда могут быть растворены и рассеяны, будучи расплавленными и перемешанными с маточной смесью и смолой. Средства регулирования заряда, конечно, могут быть прямо добавлены в органический растворитель, когда растворение и дисперсия выполнены. В альтернативном варианте средства регулирования заряда могут быть закреплены на поверхностях частиц тонера после производства частиц тонера.

#### Внешние присадки

В качестве присадки для содействия текучести, проявляющей способности и поляризуемости окрашенных частиц, полученных согласно настоящему изобретению, могут использоваться окисные частицы и в комбинации с ними тонкие неорганические частицы и тонкие гидрофобизированные неорганические частицы. Более предпочтительно, чтобы присадка содержала, по меньшей мере, один или более видов тонких неорганических частиц, из которых гидрофобизированные первичные частицы имеют средний размер частиц от 1 нм до 100 нм, более предпочтительно, от 5 нм до 70 нм. Также предпочтительно, чтобы присадка содержала, по меньшей мере, один или более видов тонких неорганических частиц, из которых гидрофобизированные первичные частицы имеют средний размер частиц 20 нм или меньше и содержат, по меньшей мере, один или более видов тонких неорганических частиц, в которых гидрофобизированные первичные частицы имеют средний размер частиц 30 нм или больше. Также предпочтительно, чтобы удельная поверхность этих частиц, измеренная способом БЭТ, составляла от  $20 \text{ м}^2/\text{г}$  до  $500 \text{ м}^2/\text{г}$ .

Могут использоваться любые обычные частицы, если они удовлетворяют этим условиям. Например, присадка может включать в себя тонкие частицы кремния, гидрофобный кремний, соли металла жирной кислоты (например, стеарат цинка и стеарат алюминия), металлические оксиды (например, двуокись титана, оксид алюминия, окись олова и оксид сурьмы), фторполимер и т.д.

Примеры особенно предпочтительных присадок включают в себя гидрофобизированный кремний, двуокись титана, окись титана и тонкие частицы оксида алюминия. Примеры тонких частиц кремния включают в себя HDK H 2000, HDK H 2000/4, HDK H 2050EP, HVK21, HDK H 1303 (производимые CLARIANT K.K.), и R972, R974, RX200, RY200, R202, R805, R812 (производимые Nippon Aerosil Co., Ltd.). Примеры тонких частиц двуокиси титана включают в себя P-25 (производимые Nippon Aerosil Co., Ltd.), STT-30, STT-65C-S (производимые Titan Kogyo Ltd.), TAF-140 (производимые Fuji Titanium Industry, Co., Ltd.) и MT-150W, MT-500B, MT-600B, MT-150A (производимые Tayca Corp.). Конкретные примеры гидрофобизированных тонких частиц окиси титана включают в себя T-805 (производимые Nippon Aerosil Co., Ltd.), STT-30A, STT-65S-S (производимые Titan Kogyo, Ltd.), TAF-500T, TAF-1500T (производимые Fuji Titanium Industry Co., Ltd.), MT-100S, MT-100T (производимые Tayca Corp.) и IT-S (производимые Ishihara Sangyo Kaisha Ltd.).

Тонкие частицы гидрофобизированного оксида, тонкие частицы кремния и тонкие частицы двуокиси титана и тонкие частицы оксида алюминия могут быть получены посредством обработки гидрофильных тонких частиц кремнийорганическим аппретом, таким как метилтриметоксисилан, метилтриэтоксисилан и октилтриметоксисилан. Обработанные силиконовым маслом тонкие частицы оксида и тонкие неорганические частицы, которые получены посредством обработки тонких неорганических частиц силиконовым маслом при применении нагревания, в случае необходимости, также предпочтительны.

Примеры силиконового масла включают в себя диметилсиликоновое масло, метилфенилсиликоновое масло, хлорфенилсиликоновое масло, метилгидрогенсиликоновое масло, алкил-модифицированное силиконовое масло, фтор-модифицированное силиконовое масло, модифицированное простым полиэфиром  
 5 силиконовое масло, модифицированное спиртом силиконовое масло, аминок-модифицированное силиконовое масло, модифицированное эпоксидной смолой силиконовое масло, эпокси/полиэфир-модифицированное силиконовое масло, фенол-модифицированное силиконовое масло, модифицированное карбоксильной группой силиконовое масло, меркапто-модифицированное силиконовое масло, акриловое,  
 10 метакриловое-модифицированное силиконовое масло, и  $\alpha$ -метилстирол-модифицированное силиконовое масло. Примеры тонких неорганических частиц включают в себя диоксид кремния, оксид алюминия, окись титана, титанат бария, титанат магния, титанат кальция, титанат стронция, оксид железа, оксид меди, оксид цинка, оксид олова, кварцевый песок, глину, слюду, силикат кальция, кизельгур, оксид  
 15 хрома, оксид церия, красный оксид железа, триоксид сурьмы, оксид магния, оксид циркония, сульфат бария, углекислый барий, углекислый кальций, силиконовый карбид и силиконовый нитрид. Среди них диоксид кремния и двуоксид титана особенно предпочтительны. Величина их добавки может составлять от 0,1 масс. % до 5 масс. %, предпочтительно, от 0,3 масс. % до 3 масс. % относительно тонера. Средний размер  
 20 первичных частиц тонких неорганических частиц составляет 100 нм или меньше, предпочтительно, от 3 нм до 70 нм. Когда средний размер частиц меньше этого диапазона, тонкие неорганические частицы скрываются в тонере и не могут выполнять их функцию эффективно. Когда средний размер частиц больше этого диапазона, поверхность фотопроводника неблагоприятно неравномерно повреждается.

25 Другие примеры тонких неорганических частиц включают в себя тонкие полимерные частицы, такие как полимерные частицы поликонденсированной термореактивной смолы, произведенные посредством полимеризации эмульгированием без омыляющего средства, суспензионной полимеризации и дисперсионной полимеризации, такие как полистирол, метакрилат, сополимер сложного эфира акриловой кислоты, силикон,  
 30 бензогуанамин и нейлон.

Если такие флюидизаторы подвергнуты поверхностной обработке для улучшения гидрофобности, ухудшение характеристик псевдооживления и зарядоспособности может быть предотвращено даже в условиях высокой влажности. Примеры предпочтительных средств поверхностной обработки включают в себя кремнийорганический аппрет,  
 35 средство введения силильной группы, кремнийорганический аппрет, имеющий алкилфторидную группа, органический титанатный аппрет, алюминиевый аппрет, силиконовое масло и модифицированное силиконовое масло.

Примеры средства улучшения очистки для удаления проявителя, оставшегося на фотопроводниках и элементе первого переноса после переноса, включают в себя: соли  
 40 металла жирной кислоты, такие как стеарат цинка, стеарат кальция, стеариновую кислоту; и полимерные частицы, произведенные посредством полимеризации с эмульгированием без омыляющего средства, такие как частицы полиметилметакрилата и частицы полистирола. Что касается полимерных частиц, предпочтительно используются полимерные частицы, имеющие относительно узкое распределение  
 45 размеров частиц и усредненный по объему диаметр частиц от 0,01 мкм до 1 мкм.

Тонкие частицы смолы

Согласно настоящему изобретению, в случае необходимости также можно добавлять тонкие частицы смолы. Используемые тонкие частицы смолы имеют предпочтительную

точку (Tg) стеклования, составляющую от 40°C до 100°C, и предпочтительную средневзвешенную молекулярную массу, составляющую от 3000 до 300000. Когда точка (Tg) стеклования ниже 40°C и когда средневзвешенная молекулярная масса меньше 3000 или при обоих этих условиях, свойства хранения тонера будут ухудшены, как  
 5 указано выше, и тонер будет заблокирован при хранении или в проявляющем устройстве. Когда точка (Tg) стеклования составляет 100°C или выше, когда средневзвешенная молекулярная масса будет составлять 300000 или больше или при обоих из этих условиях, тонкие частицы смолы исключают адгезию к фиксирующей бумаге и будут повышать температуру нижнего предела.

10 Также предпочтительно, чтобы остаточная пропорция тонких частиц смолы в частицах тонера составляла от 0,5 масс. % до 5,0 масс. %. Когда остаточная пропорция составляет меньше 0,5 масс. %, стойкость при хранении тонера будет ухудшена, и тонер будет заблокирован при хранении или в проявляющем устройстве. Когда остаточная пропорция будет больше 5,0 масс. %, тонкие частицы смолы будут препятствовать  
 15 выделению воска, приводящему к смещению, поскольку воск не может проявить свой разделительный эффект.

При измерении остаточного отношения тонких частиц смолы может использоваться масс-спектрометр пиролитической газовой хроматографии для анализа вещества, относящегося не к частицам тонера, а к тонким частицам смолы, и отношение может  
 20 быть вычислено на основе обнаруженной пиковой области. Предпочтительно, детектор представляет собой масс-спектрометр, но им конкретно не ограничен.

Для получения тонких частиц смолы может использоваться любая смола, если она может формировать элемент водной дисперсии. Смола может быть термопластической смолой или может быть термореактивной смолой. Примеры включают в себя виниловые  
 25 смолы, полимолочные смолы, полиуретаны, эпоксидные смолы, полиэфирные смолы, полиамидные смолы, полиимидные смолы, кремнийорганические смолы, фенольные смолы, меламиновые смолы, карбамидные смолы, анилиноформальдегидные смолы, иономерные смолы и поликарбонатные смолы. Две или больше из указанных выше смол могут использоваться в комбинации для получения тонких частиц смолы. Из  
 30 указанных выше смол предпочтительны виниловые смолы, полиуретаны, эпоксидные смолы, полиэфирные смолы и их комбинации, поскольку из них может быть легко получен элемент водной дисперсии из тонких сферических частиц смолы.

Примеры виниловых смол включают в себя полимер, производимый посредством гомополимеризации или сополимеризации виниловых мономеров, таких как стирол-  
 35 (мет)акрилатная смола, сополимеры бутадиена и стирола, (мет)акриловой кислоты-акрилатные полимеры, сополимеры стирол-асрилонитрил, сополимеры стирол-малеинового ангидрида и сополимеры стирол-(мет)акриловой кислоты.

Сухой тонер, соответствующий настоящему изобретению, может производиться описанным ниже способом, но не ограничиваясь им.

40 Способ производства тонера в водной среде

Предпочтительно, чтобы частицы тонера, соответствующего настоящему изобретению, производились посредством гранулирования в среде, содержащей, по меньшей мере, воду, органический растворитель или и то, и другое. Более  
 45 предпочтительно, чтобы частицы тонера производились посредством растворения суспензии, и еще более предпочтительно, посредством растворения суспензии, включающего, по меньшей мере, реакцию удлинения.

Предпочтительный способ растворения суспензии, включающий реакцию удлинения, может включать гранулирование масляной фазы, содержащей, по меньшей мере,

кристаллическую смолу и предшественник связующей смолы, посредством дисперсии, эмульгирования или и того, и другого в водной среде. Более предпочтительный способ предусматривает содействие сшиванию, удлинению или и тому, и другому состава тонера, содержащего, по меньшей мере, форполимер (А) полиэфира, имеющий

5 изоцианатную группу, кристаллическую полиэфирную смолу, пигмент и разделительное средство, в водной среде в присутствии тонких частиц смолы.

Предпочтительным примером органического растворителя является этилацетат. Другие примеры растворителя включают в себя метилацетат, THF (тетрагидрофуран), толуол, ацетон, метанол, этиловый спирт, пропанол, бутанол, изопропиловый спирт,

10 гексан, тетрахлорэтилен, хлороформ, дитилэфир, хлористый метилен, диметилсульфоксид, ацетонитрил, уксусную кислоту, муравьиную кислоту, N,N-диметилформамид, бензол, метилэтилкетон и любой органический растворитель, в котором жировая фаза, содержащая смолу, пигмент и т.д. может растворяться или диспергироваться.

Предпочтительно, водная фаза, которая будет использоваться согласно настоящему изобретению, может быть предварительно смешана с тонкими частицами смолы перед использованием. Функционируя как средство регулирования размера частиц, тонкие частицы смолы окружают тонер и в результате покрывают поверхность тонера и служат

15 слоем оболочки. Для того, для того, чтобы тонкие частицы смолы полностью функционировали как слой оболочки, требуется минимальный контроль, поскольку функциональность зависит от размера частиц и состава тонких частиц смолы, диспергирующего агента (поверхностно-активного вещества) в водной фазе, растворителя и т.д.

Водная фаза может содержать чистую воду или комбинацию воды и растворителя, способного смешиваться с водой. Примеры растворителя, способного смешиваться с

25 водой, включают в себя спирт (например, метанол, изопропанол и этиленгликоль), диметилформамид, тетрагидрофуран, целлозольвы (например, метоксиэтанол) и низшие кетоны (например, ацетон и метилэтилкетон).

Можно формировать частицы тонера посредством реакции с аминами (В), диспергирующим элементом, содержащим форполимер (А) полиэфира, имеющий

30 изоцианатную группу, которая растворяется или диспергируется в органическом растворителе в водной фазе. Способ для устойчивого формирования диспергирующего элемента, содержащего форполимер (А) полиэфира в водной фазе, может составлять добавление состава материала тонера, содержащего форполимер (А) полиэфира

35 растворенный или диспергированный в органическом растворителе в водной фазе, и диспергирование состава сдвигающим усилием. При формировании диспергирующего элемента в водной фазе форполимер (А) полиэфира, растворенный или диспергированный в органическом растворителе, может быть смешан с другими соединениями тонера (далее называемыми материалами тонера), такими как пигмент,

40 окрашивающая маточная смесь, разделительное средство, средство контроля заряда и немодифицированная полиэфирная смола. Однако более предпочтительно смешивать материалы тонера и растворять или диспергировать их в органическом растворителе предварительно и после этого добавлять и диспергировать смесь в водной фазе. Кроме того, согласно настоящему изобретению, необязательно иметь другие материалы

45 тонера, такие как пигмент, разделительное средство и средство контроля заряда, смешиваемые при формировании частиц в водной фазе, но можно добавлять их после того, как частицы сформированы. Например, также можно добавлять пигмент обычным способом окрашивания после того, как сформированы частицы, не содержащие

краситель.

Способ диспергирования конкретно не ограничен, и в его примерах могут использоваться любые обычные инструменты для диспергирования, например, для медленного сдвига, быстрого сдвига, трения, впрыскивания под высоким давлением и с использованием ультразвуковой волны. Когда используется высокоскоростной сдвигающий диспергатор, скорость вращения конкретно не ограничена, но обычно составляет от 1000 об/мин до 30000 об/мин, более предпочтительно, от 5000 об/мин до 20000 об/мин. Продолжительность диспергирования конкретно не ограничена, но в случае с системой групповой обработки она, в типичном случае, составляет от 0,1 минуты до 5 минут. Температура диспергирования, в типичном случае, предпочтительно, составляет от 0°C до 150°C (под давлением), более предпочтительно, от 40°C до 98°C. Более высокая температура предпочтительна, поскольку диспергирующий элемент, содержащий форполимер (А) полиэфира, будет иметь пониженную вязкость и будет легко рассеиваться.

Содержание водной фазы, в типичном случае, составляет от 50 до 2000 массовых частей, предпочтительно, от 100 до 1000 массовых частей относительно 100 массовых частей состава тонера, содержащего форполимер (А) полиэфира. Когда содержание будет меньше 50 массовых частей, состав тонера будет диспергировать недостаточно, делая невозможным получение частиц тонера, имеющих заданный размер. С другой стороны, становится неэкономичным, когда содержание составляет больше 2000 массовых частей. В случае необходимости можно использовать диспергирующий агент. Использование диспергирующего агента более предпочтительно, поскольку распределение частиц по размерам будет точным, и дисперсия будет устойчивой.

Примеры диспергирующего агента для эмульгирования и диспергирования жировой фазы, в которой диспергирует материал тонера в водной фазе, включают в себя: анионные поверхностно-активные вещества, такие как соли алкилбензолсульфоновой кислоты, соли  $\alpha$ -олефинсульфоновой кислоты и эфиры фосфорной кислоты; соли амина, такие как алкиламиновые соли, дериваты жирной кислоты аминспирта, дериваты жирной кислоты полиамина и имидазолин; катионные поверхностно-активные вещества на основе соли четвертичного аммониевого основания, такие как соли алкилтриметиламмония, соли диалкилдиметиламмония, соли алкилдиметилбензоламмония, соли пиридиния, соли алкилизохинолина и бензетонхлорид; солянокислые неионогенные поверхностно-активные вещества, такие как дериваты амида жирной кислоты и дериваты многоатомного спирта; и двусторонние поверхностно-активные вещества, такие как аланин, додекилди(аминоэтил)глицин, ди(октиламиноэтил)глицин и N-алкил-N,N-диметиламмонийбетаин.

Кроме того, поверхностно-активное вещество, содержащее фторалькильную группу, может демонстрировать свои эффекты диспергирования даже в небольшом количестве. Предпочтительные примеры содержащего фторалкильную группу анионного поверхностно-активного вещества включают в себя C2-C10 фторалкилкарбоновую кислоту или ее соль металла, динатрийперфтороктансульфонилглутамат, 3-[ $\omega$ -фторалкил(C6-C11)окси]-1-алкил(C3-C4)сульфонат натрия, 3-[ $\omega$ -фторалканол(C6-C8)-N-этиламинол]-1-пропансульфонат, фторалкил(C11-C20)карбоновую кислоту или ее соль металла, перфторалкилкарбоксилую кислоту (C7-C13) или ее соль металла, перфтоалкил(C4-C12)сульфонат или его соль металла, диэтаноламид перфтороктансульфоновой кислоты, N-пропил-N-(2-гидроксиэтил) перфтороктансульфонамид, соль перфторалкил(C6-C10)-сульфонамидпропилтриметиламмония, соль перфторалкил(C6-C10)-N-

этилсульфонилглицина и моноперфторалкил(С6-С16)этилфосфата. Примеры товарных продуктов поверхностно-активного вещества, содержащего фторалкильную группу, включают в себя: SURFLON S-111, S-112, S-113 (производимые Asahi Glass Co., Ltd.); FRORARD FC-93, FC-95, FC-98, FC-129 (производимые Sumitomo 3M Ltd.); UNIDYNE DS-101, DS-102 (производимые Daikin Industries, Ltd.); MEGAFACEF-110, F-120, F-113, F-191, F-812, F-833 (производимые DIC Corporation); EFTOP EF-102, 103, 104, 105, 112, 123A, 123B, 306A, 501, 201, 204 (производимые Tohchem Products Co., Ltd.); и FUTARGENT F-100, F150 (производимые NEOS COMPANY LIMITED).

Примеры катионного поверхностно-активного вещества включают в себя алифатическую кислоту первичного, вторичного или третичного амина, содержащую фторалкильную группу, алифатическую соль четвертичного аммониевого основания, такую как соль перфторалкил(С6-С10)сульфоамидпропилтриметиламмония, соль бензалкония, бензетонийхлорид, соль пиридиния и соль имидазолия. Примеры товарных продуктов катионного поверхностно-активного вещества включают в себя: SURFLON S-121 (производимый Asahi Glass Co., Ltd.); FRORARD FC-135 (производимый Sumitomo 3M Ltd.); UNIDYNE DS-202 (производимый Daikin Industries, Ltd.); MEGAFACE F-150, F-824 (производимый DIC Corporation); EFTOP EF-132 (производимый Tohchem Products Co., Ltd.); и FUTARGENT F-300 (производимый NEOS COMPANY LIMITED).

Что касается нерастворимого в воде неорганического диспергирующего соединения, могут использоваться трикальцийфосфат, углекислый кальций, окись титана, коллоидная окись кремния и гидроксиапатит.

Диспергированные капли также могут быть стабилизированы полимерным защитным коллоидом. Примеры стабилизатора дисперсии для использования включают в себя кислоты, такие как акриловая кислота, метакриловая кислота,  $\alpha$ -цианоакриловая кислота,  $\alpha$ -цианометакриловая кислота, итаконовая кислота, кротоновая кислота, фумаровая кислота, малеиновая кислота и малеиновый ангидрид; (мет)акриловый мономер, содержащий гидроксильную группу, такую как  $\beta$ -гидроксиэтилакрилат,  $\beta$ -гидроксиэтилметакрилат,  $\beta$ -гидроксипропилакрилат,  $\beta$ -гидроксипропилметакрилат,  $\gamma$ -гидроксипропилакрилат,  $\gamma$ -гидроксипропилметакрилат, 3-хлоро-2-гидроксипропилакрилат, 3-хлоро-2-гидроксипропилметакрилат, диэтиленгликольмоноакрилат, диэтиленгликольмонометакрилат, моноакрилат глицерина, монометакрилат глицерина, N-метилолакриламид и N-метилолметакриламид; виниловый спирт или эфиры с виниловым спиртом, такие как винилметилвый эфир, винилэтиловый эфир и винилпропиловый эфир; сложный эфир винилового спирта и соединение, содержащее карбоксильную группу, такое как винилацетат, винилпропионат и винилбутират; акриламида, такие как акриламид, метакриламид, диацетонакриламид или метилольные соединения предыдущих амидов; хлорангидриды кислот, такие как хлорид акриловой кислоты и хлорид метакриловой кислоты; гомополимер или сополимер, содержащий атом азота, или его гетероциклическое соединение, такое как винилпиридин, винил пирролидон, винилимидазол и этиленимин; полиоксиэтилены, такие как полиоксиэтилен, полиоксипропилен, полиоксиэтиленалкиламин, полиоксипропиленалкиламин, полиоксиэтиленалкиламид, полиоксипропиленалкиламид, полиоксиэтиленнонилфенилэфир, полиоксиэтиленлаурилфенилэфир, полиоксиэтиленстеарилфенилэфир и полиоксиэтиленонилфенилэфир; и целлюлозы, такие как метилцеллюлоза, гидроксиэтилцеллюлоза и гидроксипропилцеллюлоза.

Когда растворимое кислотой или щелочью соединение (например, фосфорнокислый кальций) используется в качестве стабилизатора дисперсии, используемый фосфорнокислый кальций растворяется кислотой (например, соляной кислотой) с

последующим промыванием водой для удаления со сформированных тонких частиц. Кроме того, фосфорнокислый кальций может удаляться посредством ферментативного разложения.

В альтернативном варианте, используемый диспергирующий агент может остаться на поверхностях частиц тонера. Однако, предпочтительно, диспергирующий агент удаляют посредством смывания после реакции удлинения, реакции сшивания или реакций удлинения и сшивания с точки зрения зарядоспособности получаемого тонера.

Продолжительность для реакции удлинения, реакции сшивания или реакций удлинения и сшивания подбирают в зависимости от реакционной способности между структурой изоцианатной группы, содержащейся в форполимере (А) и аминах (В), но, в типичном случае, она составляет от 10 минут до 40 часов, предпочтительно, от 2 часов до 24 часов. Температура реакции, в типичном случае, составляет от 0°C до 150°C, предпочтительно, от 40°C до 98°C. В случае необходимости, кроме того, может использоваться известный катализатор для реакции удлинения, реакции сшивания или реакций удлинения и сшивания. Конкретные примеры катализатора включают в себя дибутилоловолаурат и диоктилоловолаурат.

Для удаления органического растворителя из полученного эмульгированного диспергирующего элемента может использоваться следующий способ. Способ включает в себя постепенное нагревание всей системы для испарения органического растворителя, содержащегося в каплях, таким образом, что капли содержат этилацетат в количестве от 1 мкг/г до 30 мкг/г. В альтернативном варианте эмульгированный диспергирующий элемент распыляют в сухой атмосфере для удаления нерастворимого в воде органического растворителя, содержащегося в каплях, таким образом, что капли содержат этилацетат в количестве от 1 мкг/г до 30 мкг./г. для формирования частиц тонера одновременно с испарением и удалением водного диспергирующего агента. Что касается сухой атмосферы, в которую распыляется эмульгированная дисперсионная жидкость, обычно используется горячий газ (например, воздух, азот, двуокись углерода и газообразные продукты сгорания), в частности, обычно используются различные воздушные потоки, нагретые до температуры, равной или выше самой высокой точки кипения растворителя. Обработка за короткий период с использованием распылительной сушилки, ленточной сушилки или барабанной печи может в достаточной степени достигать предусмотренного качества.

Способ удаления органического растворителя может предусматривать удаление воздухом, вдуваемым роторным испарителем и т.п.

Способ сушки для сохранения оставшегося этилацетата может предусматривать выбор температуры сушки, продолжительности сушки и типа сушки (сушка воздушным потоком, сушка в состоянии покоя, стеллажная сушка, сушка при пониженном давлении и противоточная сушка) в различных комбинациях для текущего контроля остающегося количества этилацетата в соответствии с состоянием производства тонера и для оптимизации степени осушенного состояния.

После этого диспергирующий элемент подвергают повторяющимся этапам первичной сепарации посредством центрифугирования, отмывки эмульгированного диспергирующего элемента в промывном баке и сушки при помощи сушилки с обогревом горячим воздухом для удаления растворителя и осушения диспергирующего элемента, в результате чего может быть получена основа тонера.

После этого, предпочтительно, основа тонера может быть подвергнута процессу выдержки. Основа тонера может выдерживаться, предпочтительно, при 30°C-55°C (более предпочтительно, при 40°C-50°C) в течение от 5 часов до 36 часов (более

предпочтительно, в течение от 10 часов до 24 часов).

В случае, когда диспергирующий элемент имеет широкое распределение частиц по размерам во время эмульгирования и диспергирования, и полученные частицы отмыты и высушены с сохранением такого распределения частиц по размерам, распределение частиц по размерам может регулироваться до намеченного распределения частиц по размерам посредством классификации.

Когда операция классификации выполняется в жидкости, тонкие частицы могут быть удалены при помощи циклона, декантатора или центробежного сепаратора. Конечно, классификация может быть выполнена после получения частиц в форме порошка в результате сушки. Однако более предпочтительно осуществлять классификацию в жидкости с точки зрения эффективности. Собранные ненужные тонкие частицы или грубые частицы возвращают в процесс перемешивания для их использования для формирования частиц. В ходе этой операции рециркуляции тонкие частицы или грубые частицы могут быть во влажном состоянии.

Использованный диспергирующий агент, предпочтительно, удаляют из дисперсионной жидкости в максимально возможной степени, и удаление диспергирующего агента, предпочтительно, выполняют одновременно с операцией классификации.

Посредством перемешивания полученного и высушенного порошкового тонера с другими частицами, такими как частицы разделительного средства, частицы средства контроля заряда, частицы флюидизатора и частицы красителя, или приложения механического удара к порошковой смеси, указанные выше другие частицы фиксируются и наплаваются на поверхностях полученных композитных частиц для предотвращения, таким образом, отделения других частиц от поверхностей композитных частиц.

Конкретный способ для смешивания или приложения удара включает в себя способ для приложения импульса силы к смеси лопаткой, вращающейся с высокой скоростью, и способ, предусматривающий добавление смеси в высокоскоростной воздушный поток и увеличение скорости потока, чтобы, таким образом, вызывать столкновение частиц с другими частицами или вызывать столкновение композитных частиц с надлежащей ударной панелью. Примеры устройства для использования включают в себя ANGMILL (производимое Hosokawa Micron Corporation), устройство, выполненное посредством модифицирования I-TYPE MILL (производимого Nippon Pneumatic Mfg. Co., Ltd.) для уменьшения давления распыляющего воздуха, системы гибридизации (производимой Nara Machinery Co., Ltd.), криптронной системы (производимой Kawasaki Heavy Industries, Ltd.) и автоматической ступки.

Наконец, внешние добавки, такие как неорганические частицы и тонер, смешивают смесителем Henschel и т.п., грубые частицы удаляют посредством ультразвукового просеивания и, таким образом, наконец, получают тонер.

#### Двухкомпонентный проявитель

Двухкомпонентный проявитель, соответствующий настоящему изобретению, содержит, по меньшей мере, тонер и носитель (магнитный носитель), имеющий магнитные свойства. Этот тонер представляет собой тонер, соответствующий настоящему изобретению.

Когда тонер, соответствующий настоящему изобретению, используется в двухкомпонентном проявителе, и он может быть смешан с магнитным носителем. Отношение между содержанием носителя и содержанием тонера в проявителе, предпочтительно, составляет от 1 массовой части до 10 массовых частей тонера относительно 100 массовых частей носителя.

Носитель для двухкомпонентного проявителя

Что касается магнитного носителя, могут использоваться обычные носители, такие как железный порошок, ферритовый порошок, магнетитовый порошок и носитель из магнитной смолы, имеющие размер частиц приблизительно от 20 мкм до 200 мкм.

5 Примеры покрывающих материалов для носителя включают в себя: аминую смолу, такую как карбамидная смола, меламинавая смола, бензогуанаминовая смола, карбамидная смола, полиамидная смола; эпоксидная смола. Другие примеры включают в себя поливиниловые и поливинилиденные смолы; такие как акриловая смола, полиметилметакрилатовая смола, полиакрилонитриловая смола, поливинилацетатная  
10 смола, поливинилспиртовая смола и поливинилбутиральная смола; полистирольная смола, такая как полистирольная смола, и смола сополимера стирол-акрила; смола галоидированного олефина, такая как поливинилхлорид; полиэфирная смола, такая как полиэтилентерефталатная смола, и полибутилентерефталатная смола; и другие, такие как поликарбонатная смола, полиэтиленовая смола, поливинилфторидная смола,  
15 поливинилиденфторидная смола, политрифторэтиленовая смола, полигексафторпропиленовая смола, сополимер винилиденфторида и акрилового мономера, сополимер винилиденфторида и винилфторида, и фтортерполимер, такой как терполимер тетрафторэтилена, винилиденфторид, и нефторомономер, и силиконовая смола. Покровная смола может содержать электропроводный порошок, если  
20 необходимо. Примеры электропроводного порошка включают в себя металлический порошок, углеродную сажу, окись титана, окись олова и окись цинка, если необходимо. Электропроводный порошок, предпочтительно, имеет средний размер частиц, составляющий 1 мкм или меньше. Когда средний размер частиц электропроводного порошка больше 1 мкм, трудно контролировать электрическое сопротивление.

25 Тонер, соответствующий настоящему изобретению, может также использоваться в качестве однокомпонентного магнитного тонера, не содержащего носителя, или в качестве немагнитного тонера.

С двухкомпонентным проявителем, содержащим тонер, соответствующий настоящему изобретению, и носитель, имеющий, по меньшей мере, магнитные свойства, можно  
30 получить двухкомпонентный проявитель, который может надлежащим образом обеспечивать текучесть тонера даже в условиях высокой температуры и высокой влажности, при которых проявление и перенос могут быть выполнены надлежащим образом с меньшим загрязнением проявляющего элемента, и который является очень устойчив (надежен) с точки зрения стойкости к условиям окружающей среды.

35 Технологический картридж

Технологический картридж, соответствующий настоящему изобретению, включает: носитель скрытого изображения и проявляющий узел, содержащий, по меньшей мере, тонер. Технологический картридж удерживает носитель скрытого изображения и проявляющий узел как единое целое и может прикрепляться к корпусу устройства  
40 формирования изображения и отсоединяться от него. Тонер представляет собой тонер, соответствующий настоящему изобретению.

В соответствии с настоящим изобретением можно получить технологический картридж, который включает: носитель скрытого изображения и проявляющий узел, содержащий, по меньшей мере, тонер и удерживает носитель скрытого изображения и проявляющий узел как единое целое и может прикрепляться к корпусу устройства  
45 формирования изображения и отсоединяться от него. Тонер представляет собой тонер, соответствующий настоящему изобретению.

На фиг. 2 изображена принципиальная схема, показывающая конфигурацию

устройства формирования изображения, включающего в себя технологический картридж, соответствующий настоящему изобретению. На фиг. 2 "а" обозначает технологический картридж в целом, "b" обозначает фотопроводник, "с" обозначает зарядный узел, "d" обозначает проявляющий узел и "е" обозначает очищающий узел.

5 Согласно настоящему изобретению, из указанных выше составляющих элементов, таких как фотопроводник b, зарядный узел с, проявляющий узел d и очищающий узел е, по меньшей мере, фотопроводник b и проявляющий узел d соединены как единое целое как технологический картридж, и этот технологический картридж выполнен с возможностью прикрепления к устройству формирования изображения, такому как  
10 копировальное устройство и принтер, и отсоединения от него.

Устройство формирования изображения и способ формирования изображения

Устройство формирования изображения, соответствующее настоящему изобретению, включает в себя: проявляющий узел, содержащий, по меньшей мере, тонер и выполненный с возможностью выполнения проявления тонером для формирования  
15 видимого изображения, и фиксирующий узел, выполненный с возможностью закрепления видимого изображения на носителе записи теплом и давлением, и, в случае необходимости, также включает в себя другие узлы, такие как носитель скрытого изображения, зарядный узел, экспонирующий узел, узел переноса, очищающий узел, нейтрализующий узел, узел рециркуляции и блок управления.

20 Тонер представляет собой тонер, соответствующий настоящему изобретению.

Способ формирования изображения, соответствующий настоящему изобретению, включает в себя: выполнение проявления тонером для формирования видимого изображения и закрепление видимого изображения на носителе записи теплом и давлением и, в случае необходимости, также включает в себя другие этапы, такие как  
25 электризация, экспонирование, перенос, очистка, нейтрализация, рециркуляция и управление.

Тонер представляет собой тонер, соответствующий настоящему изобретению.

Способ формирования изображения, используемый согласно настоящему изобретению, предпочтительно, может быть осуществлен устройством формирования  
30 изображения согласно настоящему изобретению. Этап выполнения проявления, предпочтительно, может быть выполнен проявляющим узлом, этап фиксации, предпочтительно, может быть выполнен фиксирующим узлом, и другие этапы, предпочтительно, могут быть выполнены другими узлами.

Этап проявления и проявляющий узел

35 Без конкретных ограничений любое обычное проявляющее устройство может быть отобрано как проявляющий узел, если в нем используется тандемная система проявления, в которой проявляющие подузлы для по меньшей мере четырех или больше разных проявляемых цветов скомпонованы последовательно, и она имеет скорость системы, составляющую от 200 мм/сек до 3000 мм/сек. Например, предпочтительно,  
40 может быть отобрано проявляющее устройство, которое содержит тонер и имеет проявляющий элемент, способный подавать тонер к электростатическому скрытому изображению, входя в контакт с изображением или бесконтактно.

Этап проявления выполняется тандемной системой проявления, в которой проявляющие подузлы для по меньшей мере четырех или больше разных проявляемых  
45 цветов скомпонованы последовательно. Скорость системы составляет от 200 мм/сек до 3000 мм/сек. Этап проявления, предпочтительно, может быть выполнен проявляющим узлом.

Этап фиксации и фиксирующий узел

Без конкретных ограничений любое обычное фиксирующее устройство может быть отобрано в качестве фиксирующего узла, если оно имеет фиксирующее вещество с поверхностным давлением от  $10 \text{ Н/см}^2$  до  $3000 \text{ Н/см}^2$  и имеет время фиксации в зазоре между валками, составляющее от 30 мс до 400 мс. Например, предпочтительно, может  
 5 быть отобрано фиксирующее устройство, которое включает в себя фиксирующий элемент и источник тепла для нагревания фиксирующего элемента.

На этапе фиксации поверхностное давление фиксирующего вещества составляет от  $10 \text{ Н/см}^2$  до  $3000 \text{ Н/см}^2$ , и время фиксации в зазоре между валками составляет от 30 мс до 400 мс. Этап фиксации, предпочтительно, может быть выполнен фиксирующим  
 10 узлом.

В устройстве формирования изображения, включающем: проявляющий узел, содержащий тонер, соответствующий настоящему изобретению, и фиксирующий узел, выполненный с возможностью закрепления видимого изображения на носителе записи  
 15 теплом и давлением, в проявляющем узле применяется тандемная проявляющая система, в которой проявляющие подузлы для по меньшей мере четырех или больше разных проявляемых цветов скомпонованы последовательно, и имеет скорость системы, составляющую от 200 мм/сек до 3000 мм/сек, и фиксирующий узел имеет фиксирующее  
 20 вещество с поверхностным давлением от  $10 \text{ Н/см}^2$  до  $3000 \text{ Н/см}^2$  и имеет время фиксации в зазоре между валками, составляющее от 30 мс до 400 мс. Это позволяет получить устройство формирования цветного изображения, которое может надлежащим образом обеспечивать текучесть тонера даже в области, где скорость системы высокая, может осуществлять проявление, перенос и фиксацию с меньшим загрязнением проявляющего  
 25 элемента, имеет характеристики фиксации, которые могут надлежащим образом контролировать деформацию тонера и фиксацию плавлением тонера на среде фиксации (бумаге и т.д.) под высоким давлением с одновременным предотвращением теплового смещения, может контролировать количество тепла, пригодного для фиксации тонера, посредством надлежащего задания времени фиксации в зазоре между валками и может обеспечивать получение надлежащего качества изображения с низким потреблением  
 30 энергии.

Также можно получить способ формирования изображения с использованием устройства формирования изображения.

#### Линейная скорость системы

Согласно настоящему изобретению, линейная скорость системы была измерена  
 35 следующим образом. С продольным направлением набора листов бумаги, установленным как направление, вдоль которого они должны проходить через устройство формирования изображения, сто листов бумаги формата А4, каждый из которых имеет длину 297 мм в направлении подачи, были последовательно выданы из устройства. Когда предполагалось, что время от пуска до конца составляло А секунд,  
 40 и скорость системы составляла В, скорость системы была вычислена в соответствии с формулой, показанной ниже.

$$В \text{ (мм/сек)} = 100 \text{ листов бумаги} \times 297 \text{ мм} \times А \text{ секунд.}$$

#### Поверхностное давление фиксации

Согласно настоящему изобретению, поверхностное давление фиксации, которое  
 45 является поверхностным давлением для сжатия носителя записи, может быть измерено прибором измерения распределения давления PINCH (производимым NITTA Corporation).

#### Время фиксации в зазоре между валками

Время фиксации в зазоре между валками было вычислено на основе измерений

линейной скорости и ширины зазора для фиксации между валками.

Теперь будет описан один пример варианта выполнения тандемного устройства формирования цветного изображения. Тандемные электрофотографические устройства включают в себя тип прямого переноса, согласно которому устройство 2 переноса  
 5 последовательно переносит изображения с соответствующих фотопроводников 1 на лист s, транспортируемый лентой 3 транспортировки листов, как показано на фиг. 3, и тип непрямого переноса, согласно которому устройство 2 первого переноса последовательно переносит изображения с соответствующих фотопроводников 1 на элемент 4 промежуточного переноса, и затем устройство 5 второго переноса  
 10 одновременно переносит изображения с элемента 4 промежуточного переноса на лист s, как показано на фиг. 4. Устройство 5 переноса является конвейерной лентой переноса, но также существует устройство переноса валкового типа.

При сравнении типа прямого переноса и типа непрямого переноса, первый имеет недостаток, заключающийся в том, что он имеет большой размер в направлении  
 15 транспортировки листа, поскольку устройство 6 подачи листа должно быть расположено на входной стороне тандемного устройства T формирования изображения, в котором скомпонованы фотопроводники 1, и фиксирующее устройство 7 должно быть расположено на его выходной стороне.

По сравнению с этим, устройство второго переноса последнего может быть  
 20 скомпоновано относительно свободно. Устройство 6 подачи листа и фиксирующее устройство 7 могут быть скомпонованы так, что они перекрывают тандемное устройство T формирования изображения, позволяя уменьшить размеры устройства.

Для предотвращения того, что первый тип будет большим в направлении транспортировки листа, фиксирующее устройство 7 должно быть скомпоновано вблизи  
 25 тандемного устройства T формирования изображения. Это препятствует тому, чтобы фиксирующее устройство 7 имело поля, достаточные для покрытия листа s, что вызывает недостаток, заключающийся в том, что операция формирования изображения на входе прерывается фиксирующим устройством 7 из-за столкновения, когда передний конец листа s входит в фиксирующее устройство 7 (что более существенно для толстого листа),  
 30 и разности между скоростью транспортировки листа, когда лист проходит через фиксирующее устройство 7, и скоростью транспортировки листа, когда лист транспортируется конвейерной лентой переноса.

По сравнению с этим, фиксирующее устройство 7 второго типа может иметь поля, достаточные для покрытия листа s, что может обеспечивать то, что операция  
 35 формирования изображения маловероятно будет прервана фиксирующим устройством 7.

В связи с этими фактами тандемные электрофотографические устройства, в частности, непрямого типа переноса в последнее время привлекали внимание.

Цветные электрофотографические устройства этого типа удаляют любые остатки  
 40 тонера переноса, оставшиеся на фотопроводниках 1 после первого переноса, устройством 8 очистки фотопроводника, показанным на фиг. 4, для очистки поверхности фотопроводников 1 и для подготовки к следующему формированию изображения. Кроме того, эти устройства удаляют любые остатки тонера переноса, оставшиеся на элементе 4 промежуточного переноса после второго переноса, очищающим устройством  
 45 9 элемента промежуточного переноса для очистки поверхности элемента 4 промежуточного переноса и подготовки к следующему формированию изображения.

Вариант осуществления настоящего изобретения будет описан ниже со ссылками на чертежи.

На фиг. 5 показан один вариант осуществления настоящего изобретения, который является электрофотографическим устройством переноса тандемного непрямого типа. На чертеже ссылочная позиция 100 обозначает корпус копировального устройства, ссылочная позиция 200 обозначает стол подачи листов, на котором размещен корпус

копировального устройства, ссылочная позиция 300 обозначает сканирующее устройство, смонтированное над корпусом 100 копировального устройства, и ссылочная позиция 400 обозначает механизм (ADF) автоматической подачи документа, установленный над сканирующим устройством. Корпус 100 копировального устройства снабжен бесконечным ленточным элементом 10 промежуточного переноса в его центре.

Как показано на фиг. 5, элемент 10 промежуточного переноса в показанном примере навешен на три опорных валка 14, 15 и 16 с возможностью вращательной транспортировки в направлении по часовой стрелке на чертеже.

В показанном примере узел 17 очистки элемента промежуточного переноса для удаления любого остаточного тонера, остающегося на элементе 10 промежуточного

переноса после переноса, находится слева от второго опорного валка 15 из трех. Над элементом 10 промежуточного переноса, натянутым между первым опорным валком 14 и вторым опорным валком 15 из трех, четыре узла 18 для формирования изображения для желтого, голубого, пурпурного и черного цветов скомпонованы рядом в направлении, в котором движется элемент промежуточного переноса, таким

образом, что они составляют тандемное устройство 20 формирования изображения. Над тандемным устройством 20 формирования изображения также расположен экспонирующий узел 21, как показано на фиг. 5. С другой стороны, устройство 22 второго переноса находится на стороне элемента 10 промежуточного переноса против тандемного устройства 20 формирования изображения. Устройство 22 второго переноса

составлено лентой 24 второго переноса, которая является бесконечной лентой, навешенной между двумя в показанном примере валками 23 и расположенной так, что она прижата к третьему валку 16 при прохождении между ними элемента 10 промежуточного переноса для переноса изображений с элемента 10 промежуточного переноса на лист.

Фиксирующее устройство 25 для закрепления перенесенных изображений на листе находится на стороне устройства 22 второго переноса. Фиксирующее устройство 25 составлено фиксирующей лентой 26, которая является бесконечной лентой, и прижимным валком 27, прижатым к фиксирующей ленте. Описанное выше устройство 22 второго переноса также включает функцию

транспортировки листа для транспортировки листа, на который перенесено изображение, к этому фиксирующему устройству 25. Конечно, устройство 22 второго переноса в альтернативном варианте может быть валком переноса или бесконтактным устройством электризации. В таком случае труднее осуществлять эту дополнительную функцию транспортировки листа.

В показанном примере устройство 28 переворачивания листа для переворачивания листа для обеспечения двусторонней записи изображения расположено под этим устройством 22 второго переноса и фиксирующим устройством 25 параллельно тандемному устройству 20 формирования изображения. Для использования этого цветного электрофотографического устройства для

копирования документ укладывают на стол 30 для документа устройства 400 автоматической подачи документа. В альтернативном варианте устройство 400 автоматической подачи документа открывают для укладки документа на контактное стекло 32 сканирующего устройства 300, и затем устройство 400 автоматической подачи

документа закрывают, чтобы зафиксировать документ.

Затем при нажатии на пусковую кнопку, которая не показана, после того, как документ транспортируется и перемещается на контактное стекло 32, когда документ уложен на устройство 400 автоматической подачи документа, тогда как немедленно  
 5 после нажатия на пусковую кнопку, когда документ уложен на контактное стекло 32, запускается сканирующее устройство 300, и первый подвижный элемент 33 и второй подвижный элемент 34 приводятся в движение. Первый подвижный элемент 33 излучает свет от источника света и отражает свет, отраженный от поверхности документа, далее ко второму подвижному элементу 34 таким образом, что свет отражается от зеркала  
 10 второго подвижного элемента 34 и падает через линзу 35 для формирования изображения на считывающий датчик 36, который, таким образом, считывает содержание документа.

Далее, при нажатии на пусковую кнопку, которая не показана, приводной электродвигатель, который не показан, приводит во вращение один из опорных валков 14, 15, и 16 для вызова вращения других двух опорных валков для перемещения, таким  
 15 образом, элемента 10 промежуточного переноса с возможностью вращения. Одновременно соответствующие узлы 18 для формирования изображения вращают их собственные фотопроводники 40 для формирования одноцветных черного, желтого, пурпурного и голубого изображений на фотопроводниках 40, соответственно. Затем, когда элемент 10 промежуточного переноса движется, узлы 18 для формирования  
 20 изображения последовательно переносят эти одноцветные изображения на элемент 10 промежуточного переноса для формирования на нем полного цветного изображения.

Между тем, при нажатии на пусковую кнопку, которая не показана, один из валков 42 подачи листов стола 200 подачи листов избирательно вращается, многоэтапно подавая листы из одной из набора кассет 44 подачи листов из хранилища 43 для бумаги  
 25 для подачи их полистно отдельно отделяющим валком 45 по пути 46 подачи листа. Лист транспортируется транспортирующим валком 47 для направления по пути 48 подачи листа, образованному в корпусе 100 копировального устройства, и затем останавливается, когда он сталкивается с совмещающим валком 49.

В альтернативном варианте валок 50 для подачи листа вращается для продвижения  
 30 листов на лотке 51 ручной подачи и полистной подачи отдельно отделяющим валком 52 в путь 53 ручной подачи листа. Аналогично, лист останавливается, когда он сталкивается с совмещающим валком 49.

Затем совмещающий валок 49 вращается синхронно с хронированием полного цветного изображения на элементе 10 промежуточного переноса для подачи листа в  
 35 положение между элементом 10 промежуточного переноса и устройством 22 второго переноса. Устройство 22 второго переноса переносит и записывает цветное изображение на листе.

Лист после переноса на него изображения транспортируется устройством 22 второго переноса для доставки к фиксирующему устройству 25, которое прилагает тепло и  
 40 давление для фиксации перенесенного изображения. После этого переключаемый захват 55 переключается для обеспечения выпуска листа выдающим валком 56 и укладки на лоток 57 выдачи листов. В альтернативном варианте переключаемый захват 55 переключается таким образом, чтобы обеспечивать подачу листа к устройству 28 переворачивания листа, переворачивание и подачу снова в положение переноса, таким  
 45 образом, что изображение записывается также на задней стороне листа, и затем лист выдается выдающим валком 56 на лоток 57 выдачи листов.

Между тем, узел 17 очистки элемента промежуточного переноса удаляет любой остаточный тонер, оставшийся на элементе 10 промежуточного переноса после переноса

для подготовки элемента 10 промежуточного переноса после переноса изображения к последующему формированию изображений тандемным устройством 20 формирования изображения.

Обычно совмещающий валок 49 используется с заземлением. Однако к нему может  
5 быть приложено напряжение смещения для удаления обрывков листа.

В описанном выше тандемном устройстве 20 формирования изображения каждый узел 18 формирования изображения, в конкретном варианте выполнения, составлен барабанным фотопроводником 40 и зарядным узлом 60, проявляющим устройством 61, первым устройством 62 переноса, устройством 63 очистки фотопроводника,  
10 нейтрализующим устройством 64 и т.д., которые расположены вокруг фотопроводника, как показано, например, на фиг. 6.

#### Примеры

Настоящее изобретение будет далее описано ниже на основе примеров. Настоящее изобретение не ограничено этими примерами. В следующем описании, если не  
15 обозначено иначе, часть указывает на массовую часть, и процент указывает на массовый процент.

#### Анализатор А

В качестве анализатора использовался IMAGIO MP C6000 с модификациями главным образом его фиксирующего устройства. Линейная скорость была отрегулирована до  
20 350 мм/сек. Фиксирующий узел фиксирующего устройства был отрегулирован до давления фиксирующей поверхности, составляющего  $40 \text{ Н/см}^2$ , и время фиксации в зазоре между валками составляло 40 мс. Поверхность фиксирующего вещества была покрыта смолой сополимера тетрафторэтилен-перфторалкилвинилэфира (PFA), сформированной и подвергнутой поверхностной обработке перед использованием.  
25 Температура нагрева фиксирующего узла была установлена на  $100^\circ\text{C}$ .

#### Анализатор В

В качестве анализатора использовался IMAGIO MP C6000 с модификациями главным образом его фиксирующего устройства. Проявляющий узел, узел переноса, очищающий узел и узел транспортировки все были изменены или отрегулированы для получения  
30 линейной скорости 2200 мм/сек. Фиксирующий узел фиксирующего устройства был отрегулирован до давления фиксирующей поверхности, составляющего  $110 \text{ Н/см}^2$ , и время фиксации в зазоре между валками составляло 130 мс. Поверхность фиксирующего вещества была покрыта смолой сополимера тетрафторэтилен-перфторалкилвинилэфира (PFA), сформированной и подвергнутой поверхностной обработке перед  
35 использованием. Температура нагрева фиксирующего узла была установлена на  $110^\circ\text{C}$ .

#### Оценка двухкомпонентного проявителя

Для оценки изображения с двухкомпонентным проявителем был подготовлен проявитель посредством покрытия ферритового носителя, имеющего средний размер  
40 частиц, составляющий 35 мкм, силиконовой смолой до средней толщины 0,5 мкм, и равномерного перемешивания 100 частей носителя и 7 частей тонера каждого цвета при помощи завихряющего смесителя, который смешивает и электрически заряжает их галтовочным движением контейнера.

#### Приготовление носителя

45 - Сердечник: частицы марганцевого феррита (средневзвешенный размер частиц: 35 мкм) 5000 частей;  
- покрывающие материалы: толуол 450 частей; силиконовая смола SR2400 (Dow Corning Toray Co., Ltd., нелетучий компонент: 50%) 450 частей; аминосилан SH6020 (Dow Corning Tray Co., Ltd) 10 частей; углеродная сажа 10 частей.

Указанные выше покрывающие материалы были диспергированы в течение 10 минут мешалкой для приготовления жидкости покрытия. Эта жидкость покрытия и сердечник были обработаны устройством для нанесения покрытия, снабженным вращательным нижним пластинчатым диском и смесительной лопаткой в псевдооживленном слое для выполнения покрытия при формировании циркулирующего потока для покрытия, таким образом, сердечника жидкостью покрытия. Полученный покрытый материал прокаливался в электропечи при 250°C в течение 2 часов для получения, таким образом, носителя.

#### Пример 1

##### Синтез эмульсии тонких частиц смолы

Реакционный сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен водой (683 части), солью натрия сложного эфира серной кислоты аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты (ELEMNOL RS-30, производимый Sanyo Chemical Industries, Ltd.) (11 частей), полилактатом (10 частей), стиролом (60 частей), метакриловой кислотой (100 частей), бутилакрилатом (70 частей) и персульфатом аммония (1 часть), и полученная смесь перемешивалась в течение 30 минут со скоростью 3800 об/мин для получения, таким образом, белой эмульсии. Белая эмульсия была нагрета до достижения внутренней температуры 75°C и была оставлена для реакции в течение 4 часов. К ней был добавлен 1%-й водный раствор персульфата аммония (30 частей) с последующей выдержкой в течение 6 часов при 75°C для получения, таким образом, жидкости 1 с диспергированными частицами (водная дисперсия виниловой смолы (сополимер стирола/метакриловой кислоты/бутилакрилата/соли натрия сложного эфира серной кислоты аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты)). Средний объемный размер частиц в жидкости 1 с диспергированными частицами был измерен при помощи LA-920, и он составлял 280 нм. Часть жидкости 1 с диспергированными частицами была высушена для выделения смоляного компонента. Точка Tg стеклования смоляного компонента составляла 59°C, и его средневзвешенная молекулярная масса составляла 60000.

##### Приготовление водной фазы

Вода (990 частей), жидкость 1 с диспергированными частицами (83 части), 48,3%-й водный раствор натрийдодецилфенилэфирдисульфоната (ELEMNOL MON-7 продукт Sanyo Chemical Industries Ltd.) (37 частей) и этилацетат (90 частей) были смешаны друг с другом и перемешивались до получения непрозрачной белой жидкости, которая использовалась в качестве водной фазы 1.

##### Синтез некристаллического низкомолекулярного полиэфира

Реакционный сосуд, снабженный охлаждающей трубкой, мешалкой и трубкой для введения азота, был заправлен аддуктом 2 молей бисфенола А пропиленоксида (430 частей), аддуктом 3 молей бисфенола А пропиленоксида (300 частей), терефталевой кислотой (247 частей), изофталевой кислотой (75 частей), малеиновым ангидридом (10 частей) и титандигидрокси бис-(триэтанол аминатом), как катализатором конденсации (2 части), и полученная смесь реагировала в течение 8 часов при 220°C при дистилляции воды, производимой потоком азота. Затем смесь реагировала под пониженным давлением, уменьшенным на 5 мм рт. ст. - 20 мм рт. ст., была извлечена из реакционного сосуда, когда кислотное число составило 7, охлаждена до комнатной температуры и измельчена для получения, таким образом, некристаллического низкомолекулярного полиэфира 1. Его среднечисловая молекулярная масса составляла 5110, средневзвешенная молекулярная масса составляла 24300, точка Tg стеклования составляла 58°C, и кислотное число составляло 8 мг КОН/г.

##### Синтез некристаллического промежуточного полиэфира

Реакционный сосуд, снабженный охлаждающей трубкой, мешалкой и трубкой для введения азота, был заправлен аддуктом 2 молей бисфенол А этиленоксида (682 части), аддуктом 2 молей бисфенол А пропиленоксида (81 часть), терефталевой кислотой (283 части), тримеллитовым ангидридом (22 части) и дибутилтиноксидом (2 части), и  
5 полученная смесь реагировала при нормальных давлениях при 230°C в течение 7 часов, и затем реагировала при пониженном давлении, сниженном на 10 мм рт. ст. - 15 мм рт. ст., в течение 5 часов для получения, таким образом, промежуточного полиэфира 1. Среднечисловая молекулярная масса промежуточного полиэфира 1 составляла 2200, средневзвешенная молекулярная масса составляла 9700, точка стеклования составляла  
10 54°C, кислотное число составляло 0,5, и гидроксильное число составляло 52.

Затем реакционный сосуд, снабженный охлаждающей трубкой, мешалкой и трубкой для введения азота, был заправлен промежуточным полиэфиром 1 (410 частей), изофорондиизоцианатом (89 частей) и этилацетатом (500 частей), и полученная смесь реагировала при 100°C в течение 5 часов для получения, таким образом, форполимера  
15 1. Содержание свободного эфира изоциановой кислоты в форполимере 1 составляло 1,53 масс. %.

#### Синтез кетимина

Реакционный сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен изофорондиамином (170 частей) и метилэтилкетон (75 частей), и полученная  
20 смесь была оставлена для реакции в течение 4 часов при 50°C для получения, таким образом, соединения 1 кетимина. Соединение 1 кетимина имело аминовое число, составляющее 417 мгКОН/г.

#### Синтез маточной смеси

Кристаллический полиэфир 1, описанный ниже (100 частей), голубой пигмент (C.I. Pigment blue 15:3) (100 частей), и ионозамещенная вода (100 частей) были смешаны  
25 смесителем Henschel (производимым Nippon Coke & Engineering. Co., Ltd.) и перемешивались месильной машиной с перфорированным цилиндром (KNEADEx, произведенной Nippon Coke & Engineering. Co., Ltd.). После перемешивания в течение 1 часа при 90°C смесь была перемолота, охлаждена и измельчена мельницей тонкого  
30 помола для получения, таким образом, маточной смеси 1.

#### Синтез кристаллической полиэфирной смолы

Реакционный сосуд, снабженный охлаждающей трубкой, мешалкой и трубкой для введения азота, был загружен 1,6-гексанадиолом (1200 частей), октандикарбоновой кислотой (1200 частей) и дибутилтиноксидом, как катализатором (0,4 части), воздух в  
35 сосуде был продут азотом при операции снижения давления для создания инертной атмосферы, и смесь механически перемешивалась со скоростью 180 об/мин в течение 5 часов. После этого при пониженном давлении смесь постепенно нагревалась до температуры 210°C, перемешивалась в течение 1,5 часов, охлаждалась воздушным потоком, когда она стала вязкой, и реакция была прекращена для получения, таким  
40 образом, кристаллического полиэфира 1. Среднечисловая молекулярная масса кристаллического полиэфира 1 составляла 3400, его средневзвешенная молекулярная масса составляла 15000, и его точка плавления составляла 64°C.

#### Приготовление жировой фазы

Сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен некристаллическим низкомолекулярным полиэфиром 1 (50 частей), парафином WAX (с точкой плавления 90°C) (120 частей), кристаллическим полиэфиром 1 (528 частей) и этилацетатом (947 частей), и полученная смесь была нагрета до 80°C при перемешивании  
45 с поддержанием температуры 80°C в течение 5 часов и затем была охлаждена до 30°C

в течение 1 часа. Затем сосуд был заправлен маточной смесью 1 (100 частей) и этилацетатом (100 частей), и материалы перемешивались в течение 1 часа для получения, таким образом, жидкости 1 с диспергированным материалом.

Жидкость 1 с диспергированным материалом (1324 части) была перемещена в другой  
 5 сосуд, в который были диспергированы краситель и воск шаровой мельницей (ULTRA VISCOMILL, производимой IMEX Co., Ltd.) при условиях скорости подачи раствора, составляющей 1 кг/час, окружной скорости диска, составляющей 6 м/сек, при этом сосуд был заполнен 0,5-мм зернами двуокиси циркония до 80% по объему 3 проходами. В нее был добавлен 65%-й раствор этилацетата некристаллического низкомолекулярного  
 10 полиэфира 1 (1324 части), и полученная смесь была подвергнута обработке шаровой мельницей при указанных выше условиях, но за 2 прохода для получения, таким образом, жидкости 1 с диспергированными пигментом/воском. Концентрация твердого содержимого жидкости 1 с диспергированными пигментом/воском (130°C, 30 минут) составляла 50%.

15 Эмульгирование и удаление растворителя

Сосуд был заправлен жидкостью 1 с диспергированными пигментом/воском (749 частей), форполимером 1 (120 частей) и соединением 1 кетимина (3,5 части), и материалы были смешаны при помощи устройства ТК Homomixer (производимого Primix Corporation) при 5000 об/мин в течение 5 минут. После этого водная фаза 1 (1200 частей) была  
 20 добавлена в сосуд, и материалы были смешаны при помощи устройства ТК Homomixer при 10000 об/мин в течение 1,5 часов для получения, таким образом, эмульгированной суспензии 1.

Эмульгированная суспензия 1 была введена в сосуд, снабженный мешалкой и термометром, подвергнута извлечению растворителя в течение 8 часов при 30°C и затем  
 25 выдерживалась в течение 72 часов при 40°C для получения, таким образом, диспергированной суспензии 1.

Отмывка и сушка

После фильтрации диспергированной суспензии 1 (100 частей) при пониженном давлении полученный материал был дважды подвергнут серии обработок (1)-(4),  
 30 описанных ниже, для получения, таким образом, фильтрационного осадка 1:

(1): ионозамещенная вода (100 частей) была добавлена в фильтрационный осадок, после чего следовали смешивание при помощи ТК Homomixer (со скоростью 12000 об/мин в течение 10 минут) и затем фильтрация.

(2): 10%-й водный раствор гидроокиси натрия (100 частей) был добавлен в  
 35 фильтрационный осадок, полученный в ходе этапа (1), после чего следовали смешивание при помощи ТК Homomixer (со скоростью 12000 об/мин в течение 30 минут) и затем фильтрация при пониженном давлении.

(3): 10%-я соляная кислота (100 частей) была добавлена в фильтрационный осадок, полученный в ходе этапа (2), после чего следовали смешивание при помощи ТК  
 40 Homomixer (со скоростью 12000 об/мин в течение 10 минут) и затем фильтрация; и

(4): ионозамещенная вода (300 частей) была добавлена в фильтрационный осадок, полученный в ходе этапа (3), после чего следовали смешивание при помощи ТК Homomixer (со скоростью 12000 об/мин в течение 10 минут) и затем фильтрация.

Фильтрационный осадок 1 был высушен сушилкой с циркулирующим воздухом при  
 45 45°C в течение 48 часов и затем был пропущен через сито с размером ячеек, составляющим 75 мкм, для приготовления, таким образом, частиц 1 основы тонера.

После этого частицы 1 основы тонера (100 частей) и гидрофобизированный кремний с размером частиц, составляющим 13 нм (1 часть), были смешаны смесителем Henschel

для получения, таким образом, тонера. Физические свойства полученного тонера показаны в Таблице 1, и результаты оценки тонера анализатором А показаны в Таблице 2.

### Пример 2

5 Тонер был получен таким же образом, как в Примере 1, за исключением того, что жидкость 1 с диспергированными частицами, использованная в Примере 1, была заменена жидкостью 2 с диспергированными частицами, описанной ниже, и жидкость 1 с диспергированным материалом, используемая для жировой фазы, была заменена жидкостью 2 с диспергированным материалом, описанной ниже. Физические свойства  
10 полученного тонера показаны в Таблице 1, и результаты оценки тонера анализатором А показаны в Таблице 2.

### Синтез эмульсии тонких частиц смолы

Реакционный сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен водой (683 части), солью натрия сложного эфира серной кислоты аддукта  
15 окиси этилена-метакриловой кислоты (ELEMNOL RS-30, производимый Sanyo Chemical Industries, Ltd.) (11 частей), полилактатом (10 частей), стиролом (70 частей), метакриловой кислотой (90 частей), бутилакрилатом (60 частей) и персульфатом аммония (1 часть), и полученная смесь перемешивалась в течение 30 минут со скоростью 3800 об/мин для получения, таким образом, белой эмульсии. Белая эмульсия была нагрета до достижения  
20 внутренней температуры 75°C и была оставлена для реакции в течение 3 часов. К ней был добавлен 1%-й водный раствор персульфата аммония (30 частей) с последующей выдержкой в течение 6 часов при 75°C для получения, таким образом, жидкости 2 с диспергированными частицами (водная дисперсия виниловой смолы (сополимер стирола/метакриловой кислоты/бутилакрилата/соли натрия сложного эфира серной кислоты  
25 аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты)). Средний объемный размер частиц в жидкости 2 с диспергированными частицами был измерен при помощи LA-920, и он составлял 153 нм. Часть жидкости 2 с диспергированными частицами была высушена для выделения смоляного компонента. Точка Tg стеклования смоляного компонента составляла 59°C, и его средневзвешенная молекулярная масса составляла 150000.

### 30 Приготовление жировой фазы

Сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен некристаллическим низкомолекулярным полиэфиром 1 (5 частей), парафином WAX (с точкой плавления 90°C) (120 частей), кристаллическим полиэфиром 1 (573 частей) и этилацетатом (947 частей), и полученная смесь была нагрета до 80°C при перемешивании  
35 с поддержанием температуры 80°C в течение 5 часов и затем была охлаждена до 30°C в течение 1 часа. Затем сосуд был заправлен маточной смесью 1 (500 частей) и этилацетатом (500 частей), и материалы перемешивались в течение 1 часа для получения, таким образом, жидкости 2 с диспергированным материалом.

### Пример 3

40 Тонер был получен таким же образом, как в Примере 1, за исключением того, что жидкость 1 с диспергированными частицами, использованная в Примере 1, была заменена жидкостью 3 с диспергированными частицами, описанной ниже, и жидкость 1 с диспергированным материалом, используемая для жировой фазы, была заменена жидкостью 2 с диспергированным материалом, описанной ниже. Физические свойства  
45 полученного тонера показаны в Таблице 1, и результаты оценки тонера анализатором А показаны в Таблице 2.

### Синтез эмульсии тонких частиц смолы

Реакционный сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был

заправлен водой (683 части), солью натрия сложного эфира серной кислоты аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты (ELEMNOL RS-30, производимый Sanyo Chemical Industries, Ltd.) (11 частей), полилактатом (10 частей), стиролом (60 частей), метакриловой кислотой (100 частей), бутилакрилатом (70 частей) и персульфатом аммония (1 часть), и полученная смесь перемешивалась в течение 20 минут со скоростью 2000 об/мин для получения, таким образом, белой эмульсии. Белая эмульсия была нагрета до достижения внутренней температуры 75°C и была оставлена для реакции в течение 3 часов. К ней был добавлен 1%-й водный раствор персульфата аммония (30 частей) с последующей выдержкой в течение 12 часов при 65°C для получения, таким образом, жидкости 3 с диспергированными частицами (водная дисперсия виниловой смолы (сополимер стирола/метакриловой кислоты/бутилакрилата/соли натрия сложного эфира серной кислоты аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты)). Средний объемный размер частиц в жидкости 3 с диспергированными частицами был измерен при помощи LA-920, и он составлял 640 нм. Часть жидкости 3 с диспергированными частицами была высушена для выделения смоляного компонента. Точка T<sub>g</sub> стеклования смоляного компонента составляла 59°C, и его средневесовая молекулярная масса составляла 120000.

#### Пример 4

Тонер был получен таким же образом, как в Примере 1, за исключением того, что жидкость 1 с диспергированными частицами, использованная в Примере 1, была заменена жидкостью 2 с диспергированными частицами, описанной ниже, и жидкость 1 с диспергированным материалом, используемая для жировой фазы, была заменена жидкостью 3 с диспергированным материалом, описанной ниже. Физические свойства полученного тонера показаны в Таблице 1, и результаты оценки тонера анализатором А показаны в Таблице 2.

#### Приготовление жировой фазы

Сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен некристаллическим низкомолекулярным полиэфиром 1 (178 частей), парафином WAX (с точкой плавления 90°C) (120 частей), кристаллическим полиэфиром 1 (400 частей) и этилацетатом (947 частей), и полученная смесь была нагрета до 80°C при перемешивании с поддержанием температуры 80°C в течение 5 часов и затем была охлаждена до 30°C в течение 1 часа. Затем сосуд был заправлен маточной смесью 1 (500 частей) и этилацетатом (500 частей), и материалы перемешивались в течение 1 часа для получения, таким образом, жидкости 3 с диспергированным материалом.

#### Пример 5

Тонер был получен таким же образом, как в Примере 1, за исключением того, что жидкость 1 с диспергированными частицами, использованная в Примере 1, была заменена жидкостью 3 с диспергированными частицами, описанной выше, и жидкость 1 с диспергированным материалом, используемая для жировой фазы, была заменена жидкостью 2 с диспергированным материалом, описанной выше. Физические свойства полученного тонера показаны в Таблице 1, и результаты оценки тонера анализатором А показаны в Таблице 2.

#### Пример 6

Тонер был получен таким же образом, как в Примере 1, за исключением того, что жидкость 1 с диспергированными частицами, использованная в Примере 1, была заменена жидкостью 4 с диспергированными частицами, описанной ниже, и жидкость 1 с диспергированным материалом, используемая для жировой фазы, была заменена жидкостью 3 с диспергированным материалом, описанной выше. Физические свойства полученного тонера показаны в Таблице 1, и результаты оценки тонера анализатором

А показаны в Таблице 2.

#### Синтез эмульсии тонких частиц смолы

Реакционный сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен водой (683 части), солью натрия сложного эфира серной кислоты аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты (ELEMNOL RS-30, производимый Sanyo Chemical Industries, Ltd.) (11 частей), полилактатом (15 частей), стиролом (50 частей), метакриловой кислотой (100 частей), бутилакрилатом (75 частей) и персульфатом аммония (1 часть), и полученная смесь перемешивалась в течение 20 минут со скоростью 2000 об/мин для получения, таким образом, белой эмульсии. Белая эмульсия была нагрета до достижения внутренней температуры 75°C и была оставлена для реакции в течение 3 часов. К ней был добавлен 1%-й водный раствор персульфата аммония (30 частей) с последующей выдержкой в течение 12 часов при 65°C для получения, таким образом, жидкости 4 с диспергированными частицами (водная дисперсия виниловой смолы (сополимер стирола/метакриловой кислоты/бутилакрилата/соли натрия сложного эфира серной кислоты аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты)). Средний объемный размер частиц в жидкости 4 с диспергированными частицами был измерен при помощи LA-920, и он составлял 690 нм. Часть жидкости 4 с диспергированными частицами была высушена для выделения смоляного компонента. Точка Tg стеклования смоляного компонента составляла 62°C, и его средневзвешенная молекулярная масса составляла 140000.

#### Пример 7

Тонер Примера 1 был оценен анализатором В. Результаты оценки показаны в Таблице 2.

#### Сравнительный пример 1

Тонер был получен таким же образом, как в Примере 1, за исключением того, что жидкость 1 с диспергированными частицами, использованная в Примере 1, была заменена жидкостью 5 с диспергированными частицами, описанной ниже, и жидкость 1 с диспергированным материалом, используемая для жировой фазы, была заменена жидкостью 4 с диспергированным материалом, описанной ниже. Физические свойства полученного тонера показаны в Таблице 1, и результаты оценки тонера анализатором А показаны в Таблице 2.

#### Приготовление жировой фазы

Сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен некристаллическим низкомолекулярным полиэфиром 1 (0 частей), парафином WAX (с точкой плавления 90°C) (120 частей), кристаллическим полиэфиром 1 (578 частей) и этилацетатом (947 частей), и полученная смесь была нагрета до 80°C при перемешивании с поддержанием температуры 80°C в течение 5 часов и затем была охлаждена до 30°C в течение 1 часа. Затем сосуд был заправлен маточной смесью 1 (500 частей) и этилацетатом (500 частей), и материалы перемешивались в течение 1 часа для получения, таким образом, жидкости 4 с диспергированным материалом.

#### Синтез эмульсии тонких частиц смолы

Реакционный сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен водой (683 части), солью натрия сложного эфира серной кислоты аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты (ELEMNOL RS-30, производимый Sanyo Chemical Industries, Ltd.) (11 частей), полилактатом (10 частей), стиролом (30 частей), метакриловой кислотой (110 частей), бутилакрилатом (80 частей) и персульфатом аммония (1 часть), и полученная смесь перемешивалась в течение 30 минут со скоростью 3800 об/мин для получения, таким образом, белой эмульсии. Белая эмульсия была нагрета до достижения внутренней температуры 75°C и была оставлена для реакции в течение 3 часов. К ней

был добавлен 1%-й водный раствор персульфата аммония (30 частей) с последующей выдержкой в течение 6 часов при 75°C для получения, таким образом, жидкости 5 с диспергированными частицами (водная дисперсия виниловой смолы (сополимер стирола/метакриловой кислоты/бутилакрилата/соли натрия сложного эфира серной кислоты аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты)). Средний объемный размер частиц в жидкости 5 с диспергированными частицами был измерен при помощи LA-920, и он составлял 92 нм. Часть жидкости 5 с диспергированными частицами была высушена для выделения смоляного компонента. Точка Tg стеклования смоляного компонента составляла 60°C, и его средневзвешенная молекулярная масса составляла 130000.

#### Сравнительный пример 2

Тонер был получен таким же образом, как в Примере 1, за исключением того, что жидкость 1 с диспергированными частицами, использованная в Примере 1, была заменена жидкостью 6 с диспергированными частицами, описанной ниже, и жидкость 1 с диспергированным материалом, используемая для жировой фазы, была заменена жидкостью 4 с диспергированным материалом, описанной выше. Физические свойства полученного тонера показаны в Таблице 1, и результаты оценки тонера анализатором А показаны в Таблице 2.

#### Синтез эмульсии тонких частиц смолы

Реакционный сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен водой (683 части), солью натрия сложного эфира серной кислоты аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты (ELEMNOL RS-30, производимый Sanyo Chemical Industries, Ltd.) (11 частей), полилактатом (10 частей), стиролом (90 частей), метакриловой кислотой (70 частей), бутилакрилатом (70 частей) и персульфатом аммония (1 часть), и полученная смесь перемешивалась в течение 20 минут со скоростью 2000 об/мин для получения, таким образом, белой эмульсии. Белая эмульсия была нагрета до достижения внутренней температуры 75°C и была оставлена для реакции в течение 3 часов. К ней был добавлен 1%-й водный раствор персульфата аммония (30 частей) с последующей выдержкой в течение 12 часов при 65°C для получения, таким образом, жидкости 6 с диспергированными частицами (водная дисперсия виниловой смолы (сополимер стирола/метакриловой кислоты/бутилакрилата/соли натрия сложного эфира серной кислоты аддукта окиси этилена-метакриловой кислоты)). Средний объемный размер частиц в жидкости 6 с диспергированными частицами был измерен при помощи LA-920, и он составлял 740 нм. Часть жидкости 6 с диспергированными частицами была высушена для выделения смоляного компонента. Точка Tg стеклования смоляного компонента составляла 61°C, и его средневзвешенная молекулярная масса составляла 140000.

#### Сравнительный Пример 3

Тонер был получен таким же образом, как в Примере 1, за исключением того, что жидкость 1 с диспергированными частицами, использованная в Примере 1, была заменена жидкостью 5 с диспергированными частицами, описанной выше, и жидкость 1 с диспергированным материалом, используемая для жировой фазы, была заменена жидкостью 5 с диспергированным материалом, описанной ниже. Физические свойства полученного тонера показаны в Таблице 1, и результаты оценки тонера анализатором А показаны в Таблице 2.

#### Приготовление жировой фазы

Сосуд, снабженный смесительной лопаткой и термометром, был заправлен некристаллическим низкомолекулярным полиэфиром 1 (378 частей), парафином WAX (с точкой плавления 90°C) (120 частей), кристаллическим полиэфиром 1 (200 частей) и этилацетатом (947 частей), и полученная смесь была нагрета до 80°C при перемешивании

с поддержанием температуры 80°C в течение 5 часов и затем была охлаждена до 30°C в течение 1 часа. Затем сосуд был заправлен маточной смесью 1 (500 частей) и этилацетатом (500 частей), и материалы перемешивались в течение 1 часа для получения, таким образом, жидкости 5 с диспергированным материалом.

#### 5 Сравнительный пример 4

Тонер был получен таким же образом, как в Примере 1, за исключением того, что жидкость 1 с диспергированными частицами, использованная в Примере 1, была заменена жидкостью 6 с диспергированными частицами, описанной выше, и жидкость 1 с диспергированным материалом, используемая для жировой фазы, была заменена  
10 жидкостью 5 с диспергированным материалом, описанной выше. Физические свойства полученного тонера показаны в Таблице 1, и результаты оценки тонера анализатором А показаны в Таблице 2.

#### Оценочные пункты

1) Условия закрепляемости при низкой температуре и низкой влажности.

15 В условиях низкой температуры и условиях низкой влажности при температуре 10°C и относительной влажности 15% с использованием полученного двухкомпонентного проявителя и анализаторов было выведено 10000 диаграмм, каждая из которых имеет плотность изображения 3%, и после этого была измерена закрепляемость при низкой температуре при выдаче изображений с пошаговым изменением температуры  
20 фиксирующего вала на 5°C от 95°C.

В качестве копировальной бумаги использовалась RICON FULL COLOR PPC PAPER TYPE 6200.

Температура фиксации единого фиксирующего устройства была изменена для получения отпечатанного изображения, имеющего плотность изображения 1,2,  
25 измеренную при помощи X-Rite 938. Скопированные изображения, зафиксированные при различных температурах, истирались 50 раз с использованием счетчика с часовым механизмом и ластика для чернил, и плотности изображения до и после истирания была измерена, и степень фиксации была вычислена в соответствии со следующей формулой.

30 Степень фиксации (%) = [(плотность изображения после 50-кратного истирания ластиком для чернил) / (плотность изображения до истирания)] × 100.

Температура, при которой была достигнута степень фиксации, составляющая 70% или выше, была задана как нижний предел температуры фиксации. Оценочные критерии для закрепляемости при низкой температуре следующие. Результаты оценки обозначены как показано ниже.

35 А: Отличный при температуре нижнего предела температуры фиксации от 95°C до 100°C.

В: Хороший при температуре нижнего предела температуры фиксации от 105°C до 110°C.

40 С: Обычный при температуре нижнего предела температуры фиксации от 115°C до 130°C.

Д: Недостаточный при температуре нижнего предела температуры фиксации от 135°C до 170°C.

2) Оценка текучести в условиях высокой температуры и высокой влажности.

Текучесть была измерена анализатором порошка (PT-N TYPE, производимым  
45 Hosokawa Micron Corporation), установленным в условиях высокой температуры и высокой влажности (35°C, относительная влажность 80%). В частности, измерение текучести было выполнено посредством пропускания 2,0 г. тонера через сита (с ячейками из проволоки полотняного переплетения JIS Z 8801-1 Standard) с размерами ячеек 150

мкм, 75 мкм и 45 мкм, измерения количества тонера, оставшегося на каждом сите и вычисления формулы, показанной ниже.

$$\text{Текущесть (\%)} = (A + 0,6 \times B + 0,2 \times C) / 2,0 \times 100.$$

А: количество тонера (г.), оставшегося на сите с размером ячеек 150 мкм.

В: количество тонера (г.), оставшегося на сите с размером ячеек 75 мкм.

С: количество тонера (г.), оставшегося на сите с размером ячеек 45 мкм.

Текущесть является индикатором, который указывает лучшее состояние, когда его значение меньше, и обозначена как показано ниже. Если оценочные критерии С и указанные выше удовлетворены, это означает, что тонер пригоден для практического применения.

А: 10 или меньше;

В: от 10 исключительно до 20 включительно;

С: от 20 исключительно до 30 включительно;

Д: больше 30.

3) Адгезия к элементу проявления тонером в условиях высокой температуры и высокой влажности.

В условиях высокой температуры и высокой влажности при температуре 37°C и относительной влажности 70% при использовании полученного двухкомпонентного проявителя и анализаторов, были выведены 10000 диаграмм, каждая из которых имеет плотность изображения 20%, и после этого была оценена адгезия к проявляющему элементу. В качестве копировальной бумаги использовалась RICOH FULL COLOR PPC PAPER TYPE 6200. В этой системе степень адгезии к проявляющему элементу может быть оценена эквивалентно как количество тонера, приставшего к носителю. Следовательно, она была оценена следующим образом.

После того, как изображения были выведены, проявитель был извлечен и влит в надлежащем количестве в измерительный прибор, над которым была натянута сетка с размером ячеек 32 мкм, которая продувалась воздухом для отделения тонера и носителя друг от друга. Затем полученный носитель был помещен в количестве 1,0 г в стеклянную емкость, в которую было добавлено 10 мл хлороформа и которую встряхнули 50 раз и оставили в состоянии покоя в течение 10 минут. После этого надосадочную жидкость раствора хлороформа залили в стеклянную ячейку, и передача раствора хлороформа была измерена турбидиметром (HAZE COMPUTER, производимым Suga Test Instruments, Co., Ltd.). Результаты показаны в Таблице 2. Если оценочные критерии удовлетворяют С и выше, это означает, что тонер пригоден для практического применения.

А: передача составляет 95% или выше;

В: передача составляет 90% или выше, но ниже 95%;

С: передача составляет 80% или выше, но ниже 90%;

Д: передача ниже 80%.

Таблица 1

|          | Кристалличность CX | logG' (50) | logG' (65) | tanδ (50) | tanδ (65) | Наличие/отсутствие структуры сердечник/оболочка | Содержание этилацетата (мкг/г) | Средняя круглость | Коэффициент круглости |      | Размер частиц                                     |                                                 |                                |
|----------|--------------------|------------|------------|-----------|-----------|-------------------------------------------------|--------------------------------|-------------------|-----------------------|------|---------------------------------------------------|-------------------------------------------------|--------------------------------|
|          |                    |            |            |           |           |                                                 |                                |                   | SF-1                  | SF-2 | Средне-взвешенный размер частиц (D <sub>4</sub> ) | Средне-числовой размер частиц (D <sub>n</sub> ) | D <sub>4</sub> /D <sub>n</sub> |
| Пример 1 | 42                 | 7,2        | 5,4        | 0,2       | 0,7       | Присутствует                                    | 11                             | 0,97              | 128                   | 120  | 4,4                                               | 4,2                                             | 1,05                           |

|                        |    |     |     |      |     |              |    |      |     |     |     |     |      |
|------------------------|----|-----|-----|------|-----|--------------|----|------|-----|-----|-----|-----|------|
| Пример 2               | 49 | 6,5 | 4,5 | 0,4  | 2,0 | Присутствует | 21 | 0,96 | 130 | 124 | 4,2 | 3,9 | 1,09 |
| Пример 3               | 42 | 7,4 | 4,6 | 0,1  | 1,9 | Присутствует | 5  | 0,98 | 118 | 112 | 3,6 | 3,3 | 1,09 |
| Пример 4               | 32 | 6,6 | 5,8 | 0,3  | 0,6 | Присутствует | 26 | 0,97 | 129 | 123 | 4,2 | 3,8 | 1,11 |
| Пример 5               | 25 | 7,5 | 6,0 | 0,1  | 0,4 | Присутствует | 2  | 0,95 | 140 | 137 | 5,1 | 4,6 | 1,11 |
| Пример 6               | 20 | 8,0 | 6,0 | 0,1  | 0,4 | Присутствует | 1  | 0,96 | 138 | 132 | 4,7 | 4,3 | 1,09 |
| Сравнительный пример 1 | 70 | 6,4 | 4,4 | 0,5  | 2,1 | Присутствует | 32 | 0,97 | 128 | 122 | 4,6 | 4,0 | 1,15 |
| Сравнительный пример 2 | 71 | 7,7 | 4,3 | 0,03 | 2,3 | Присутствует | 29 | 0,93 | 160 | 151 | 6,7 | 5,6 | 1,20 |
| Сравнительный пример 3 | 19 | 6,3 | 6,3 | 0,6  | 0,3 | Присутствует | 51 | 0,94 | 152 | 140 | 3,8 | 3,1 | 1,23 |
| Сравнительный пример 4 | 18 | 7,6 | 6,1 | 0,04 | 0,3 | Присутствует | 28 | 0,94 | 152 | 135 | 5,4 | 4,6 | 1,17 |

Таблица 2

|                        | Низкотемпературная закрепляемость в условиях низкой температуры и низкой влажности | Текучесть в условиях высокой температуры и высокой влажности | Адгезия к проявляющему элементу в условиях высокой температуры и высокой влажности |
|------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|
| Пример 1               | В                                                                                  | В                                                            | В                                                                                  |
| Пример 2               | А                                                                                  | С                                                            | С                                                                                  |
| Пример 3               | В                                                                                  | В                                                            | А                                                                                  |
| Пример 4               | С                                                                                  | В                                                            | С                                                                                  |
| Пример 5               | С                                                                                  | В                                                            | А                                                                                  |
| Пример 6               | С                                                                                  | В                                                            | А                                                                                  |
| Пример 7               | С                                                                                  | С                                                            | В                                                                                  |
| Сравнительный пример 1 | В                                                                                  | Д                                                            | Д                                                                                  |
| Сравнительный пример 2 | С                                                                                  | Д                                                            | В                                                                                  |
| Сравнительный пример 3 | Д                                                                                  | Д                                                            | Д                                                                                  |
| Сравнительный пример 4 | Д                                                                                  | С                                                            | В                                                                                  |

Например, объекты настоящего изобретения состоят в следующем.

1. Тонер, включающий в себя:

краситель; и

смолу,

при этом тонер имеет кристалличность СХ, составляющую 20 или больше, и имеет характеристику динамической вязкоупругости, согласно которой логарифмическое значение  $\log G'(50)$  модуля (Па) накопления при 50°C составляет от 6,5 до 8,0, и логарифмическое значение  $\log G'(65)$  модуля (Па) накопления при 65°C составляет от 4,5 до 6,0, когда характеристика динамической вязкоупругости измерена по колебаниям температуры от 40°C при частоте 1 Гц, при регулировке величины деформации на уровне 0,1% и при скорости повышения температуры, составляющим 2°C/мин.

2. Тонер в соответствии с п. 1,

причем тонер имеет  $\tan \delta(50)$  от 0,1 до 0,4 при 50°C и  $\tan \delta(65)$  от 0,4 до 2,0 при 65°C, где  $\tan \delta$  указывает тангенс угла потерь (коэффициент потерь), определенный отношением  $G''/G'$  между модулем ( $G'$ ) накопления и модулем ( $G''$ ) потерь.

3. Тонер в соответствии с пп. 1 или 2,

причем тонер гранулируют в среде, содержащей, по меньшей мере, воду, органический растворитель или и то, и другое.

4. Тонер в соответствии с любым из пп. 1-3,

причем тонер содержит, по меньшей мере, этилацетат в количестве от 1 мкг/г до 30

мкг/г.

5. Тонер в соответствии с любым из пп. 1-4,  
причем тонер имеет структуру сердечник-оболочка.

6. Тонер в соответствии с любым из пп. 1-5,

5 причем тонер содержит, по меньшей мере, кристаллическую полиэфирную смолу.

7. Тонер в соответствии с любым из пп. 1-6,

причем тонер содержит, по меньшей мере, модифицированную полиэфирную смолу.

8. Тонер в соответствии с любым из пп. 1-7,

причем тонер имеет среднюю круглость E от 0,93 до 0,99.

10 9. Тонер в соответствии с любым из пп. 1-8,

причем тонер имеет круглость SF-1 от 100 до 150 и круглость SF-2 от 100 до 140.

10. Тонер в соответствии с любым из пп. 1-9,

причем тонер имеет средневзвешенный размер частиц D4 от 2 мкм до 7 мкм и отношение D4/Dn между средневзвешенным размером D4 частиц и среднечисловым  
15 размером Dn частиц, составляющее от 1,00 до 1,25.

11. Устройство формирования изображения, включающее в себя:

проявляющий узел, содержащий, по меньшей мере, тонер и выполненный с  
возможностью выполнения проявления тонером для формирования видимого  
изображения; и

20 фиксирующий узел, выполненный с возможностью закрепления видимого  
изображения на носителе записи теплом и давлением,

причем проявляющий узел использует tandemную систем проявления, в которой  
проявляющие подузлы для по меньшей мере четырех или больше разных проявляемых  
цветов скомпонованы последовательно, и имеет скорость системы от 200 мм/сек до

25 3000 мм/сек,

причем фиксирующий узел имеет фиксирующее вещество с поверхностным давлением  
от  $10 \text{ Н/см}^2$  до  $3000 \text{ Н/см}^2$  и имеет время фиксации в зазоре между валками от 30 мс до  
400 мс, и

причем тонер представляет собой тонер в соответствии с любым из пп. 1-10.

30 12. Способ формирования изображения, включающий в себя:

выполнение проявления тонером для формирования видимого изображения и  
закрепления видимого изображения на носителе записи теплом и давлением,

причем проявление осуществляется tandemной системой проявления, в которой  
проявляющие подузлы для по меньшей мере четырех или больше разных проявляемых  
35 цветов скомпонованы последовательно, и скорость системы составляет от 200 мм/сек  
до 3000 мм/сек,

причем при фиксации поверхностное давление фиксирующего вещества составляет  
от  $10 \text{ Н/см}^2$  до  $3000 \text{ Н/см}^2$ , и время фиксации в зазоре между валками составляет от 30  
40 мс до 400 мс, и

при этом тонер представляет собой тонер в соответствии с любым из пп. 1-10.

13. Технологический картридж, включающий в себя:

носитель скрытого изображения; и

проявляющий узел, содержащий, по меньшей мере, тонер,

45 при этом технологический картридж удерживает носитель скрытого изображения и  
проявляющий узел как единое целое и может прикрепляться к корпусу устройства для  
формирования изображения и отсоединяться от него, и

при этом тонер представляет собой тонер в соответствии с пп. 1-10.

14. Двухкомпонентный проявитель, включающий в себя:

тонер в соответствии с пп. 1-10; и  
 носитель, имеющий магнитные свойства.

Список ссылочных позиций (на фиг. 3 и фиг. 4)

1 - Фотопроводник;

5 2 - устройство переноса;

3 - лента транспортировки листа;

4 - элемент промежуточного переноса;

5 - устройство второго переноса;

10 6 - устройство подачи листов;

7 - фиксирующее устройство;

8 - узел очистки фотопроводника;

9 - узел очистки элемента промежуточного переноса.

(На фиг. 5 и фиг. 6)

10 - Элемент промежуточного переноса;

15 14, 15, 16 - опорные валки;

17 - узел очистки элемента промежуточного переноса;

18 - узел формирования изображения;

20 - тандемное устройство формирования изображения;

21 - экспонирующий узел;

20 22 - устройство второго переноса;

23 - валок;

24 - лента второго переноса;

25 - фиксирующее устройство;

26 - фиксирующая лента;

25 27 - прижимной валок;

28 - устройство переворачивания листа;

30 - стол для документа;

32 - контактное стекло;

33 - первый подвижный элемент;

30 34 - второй подвижный элемент;

35 - линза формирования изображения;

36 - считывающий датчик;

40 - фотопроводник;

42, 50 - валки подачи листов;

35 43 - хранилище для бумаги;

44 - кассета подачи листов;

45, 52 - отделяющий валок;

46, 48 - путь подачи листа;

47 - транспортирующий валок;

40 49 - совмещающий валок;

51 - лоток ручной подачи;

55 - переключаемый захват;

56 - выдающий валок;

57 - лоток выдачи листов;

45 60 - зарядный узел;

61 - проявляющее устройство;

62 - устройство первого переноса;

63 - узел очистки фотопроводника;

- 64 - нейтрализующее устройство;  
 100 - корпус копировального устройства;  
 200 - стол подачи листов;  
 300 - сканирующее устройство;  
 5 400 - устройство автоматической подачи документов.

### Формула изобретения

1. Тонер, содержащий:  
 краситель; и

10 смолу,

причем тонер имеет кристалличность CX, составляющую 20 или больше, и имеет характеристику динамической вязкоупругости, согласно которой логарифмическое значение  $\log G'(50)$  модуля (Pa) накопления при 50°C составляет от 6,5 до 8,0, и логарифмическое значение  $\log G'(65)$  модуля (Pa) накопления при 65°C составляет от 4,5 до 6,0, когда характеристика динамической вязкоупругости измеряется на основе колебаний температуры от 40°C при частоте 1 Гц, при регулировке величины деформации 0,1% и при скорости повышения температуры 2°C/мин.

2. Тонер по п. 1,

в котором тонер имеет  $\tan\delta(50)$  от 0,1 до 0,4 при 50°C и  $\tan\delta(65)$  от 0,4 до 2,0 при 65°C, где  $\tan\delta$  указывает тангенс угла потерь (коэффициент потерь), заданный отношением  $G''/G'$  между модулем ( $G'$ ) накопления и модулем ( $G''$ ) потерь.

3. Тонер по п. 1 или 2,

в котором тонер гранулирован в среде, содержащей, по меньшей мере, воду, органический растворитель или и то, и другое.

4. Тонер по п. 1 или 2,

в котором тонер содержит, по меньшей мере, этилацетат в количестве от 1 мкг/г до 30 мкг/г.

5. Тонер по п. 1 или 2,

в котором тонер имеет структуру сердечник-оболочка.

6. Тонер по п. 1 или 2,

в котором тонер содержит, по меньшей мере, кристаллическую полиэфирную смолу.

7. Тонер по п. 1 или 2,

в котором тонер содержит, по меньшей мере, модифицированную полиэфирную смолу.

8. Тонер по п. 1 или 2,

в котором тонер имеет среднюю круглость E от 0,93 до 0,99.

9. Тонер по п. 1 или 2,

в котором тонер имеет круглость SF-1 от 100 до 150 и круглость SF-2 от 100 до 140.

10. Тонер по п. 1 или 2,

в котором тонер имеет средневзвешенный размер D4 частиц от 2 мкм до 7 мкм и отношение  $D4/Dn$  между средневзвешенным размером D4 частиц и среднечисловым размером Dn частиц от 1,00 до 1,25.

11. Устройство формирования изображения, содержащее:

проявляющий узел, содержащий, по меньшей мере, тонер и выполненный с возможностью формирования видимого изображения при помощи тонера; и

45 фиксирующий узел, выполненный с возможностью закрепления видимого изображения на носителе записи теплом и давлением,

причем проявляющий узел использует tandemную систему проявления, в которой

проявляющие подузлы для по меньшей мере четырех или больше разных проявляемых цветов скомпонованы последовательно, и имеет скорость системы от 200 мм/сек до 3000 мм/сек,

причем фиксирующий узел имеет фиксирующее вещество с поверхностным давлением от 10 Н/см<sup>2</sup> до 3000 Н/см<sup>2</sup>, и время фиксации в зазоре между валками составляет от 30 мс до 400 мс, и

причем тонер представляет собой тонер по п. 1 или 2.

12. Способ формирования изображения, содержащий:

выполнение проявления тонером для формирования видимого изображения;

и закрепление видимого изображения на носителе записи теплом и давлением,

при этом при выполнении проявления осуществляется тандемной системой проявления, в которой проявляющие подузлы для по меньшей мере четырех или больше разных проявляемых цветов скомпонованы последовательно, и скорость системы составляет от 200 мм/сек до 3000 мм/сек,

при этом при фиксации поверхностное давление фиксирующего вещества составляет от 10 Н/см<sup>2</sup> до 3000 Н/см<sup>2</sup>, и время фиксации в

зазоре между валками составляет от 30 мс до 400 мс, и

при этом тонер представляет собой тонер по п. 1 или 2.

13. Технологический картридж, содержащий:

носитель скрытого изображения; и

проявляющий узел, содержащий, по меньшей мере, тонер,

при этом технологический картридж удерживает носитель скрытого изображения и проявляющий узел как единое целое и выполнен с возможностью прикрепления к корпусу устройства формирования изображения и отсоединения от него, и

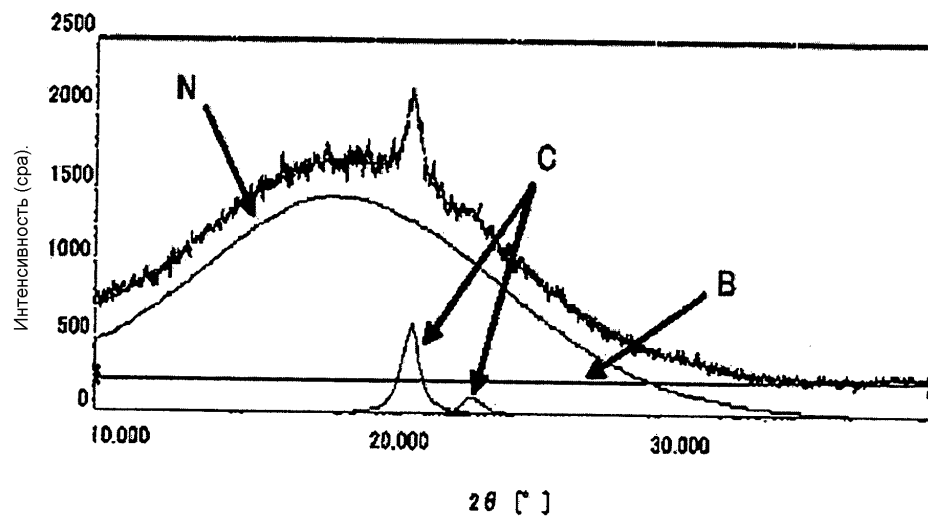
при этом тонер представляет собой тонер по п. 1 или 2.

14. Двухкомпонентный проявитель, содержащий:

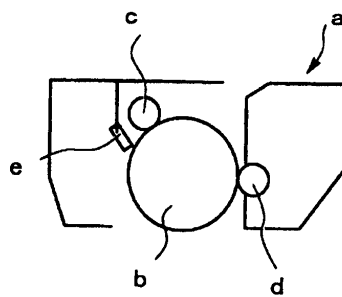
тонер по п. 1 или 2; и

носитель, имеющий магнитные свойства.

ФИГ.1

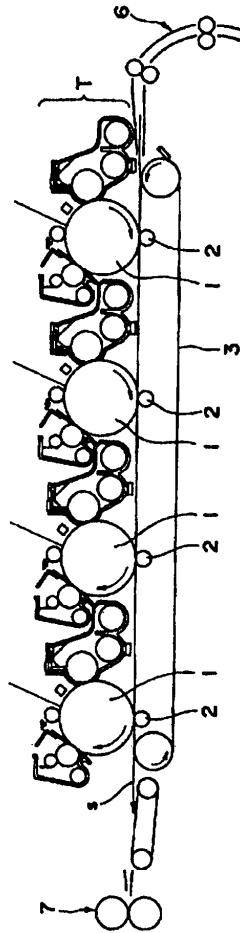


ФИГ.2



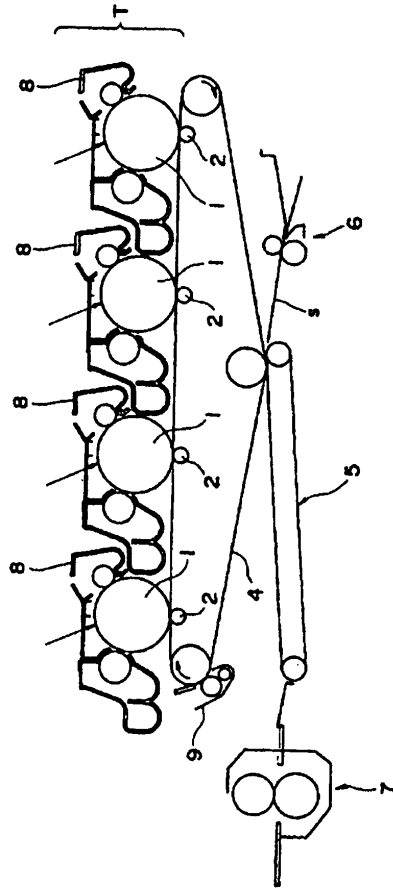
2/5

ФИГ.3



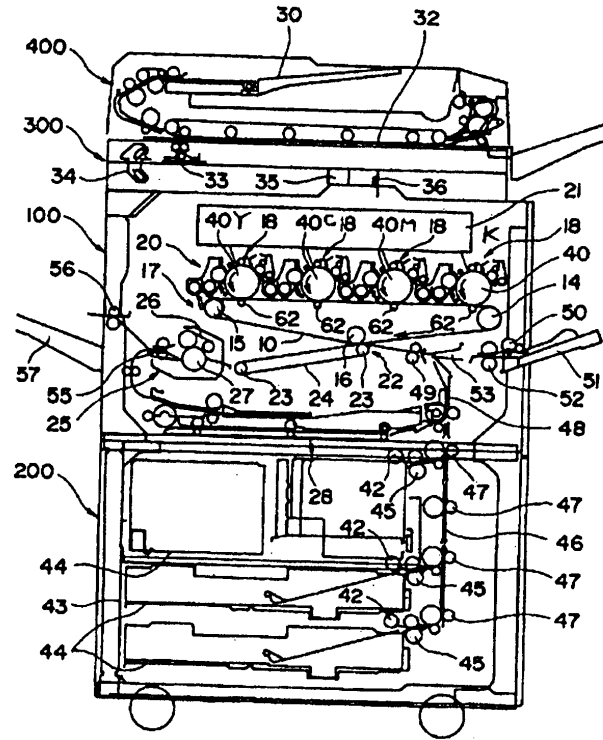
3/5

ФИГ.4



4/5

ФИГ.5



5/5

ФИГ.6

