

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁶
G03G 9/08

(45) 공고일자 1999년03월20일

(11) 등록번호 특0159321

(24) 등록일자 1998년08월11일

(21) 출원번호	특1994-000283	(65) 공개번호	특1994-018704
(22) 출원일자	1994년01월10일	(43) 공개일자	1994년08월18일
(30) 우선권 주장	93-017884 1993년01월11일 일본(JP) 93-017887 1993년01월11일 일본(JP)		
(73) 특허권자	캐논 가부시끼가이샤 미따라이 하지메		
(72) 발명자	일본국 도쿄도 오오따구 시모마루코 3쵸메 30방 2고 도미야마 고이찌		
	일본국 가나가와켄 가와사끼시 나까하라구 이마이미나미쵸 486-501		
	유사 히로시		
	일본국 도쿄도 마찌다시 쓰꾸시노 2-35-5		
	고보리 다카구니		
(74) 대리인	일본국 가나가와켄 가와사끼시 미야마에구 아리마 4-12-2 캐논료 구영창, 주성민		

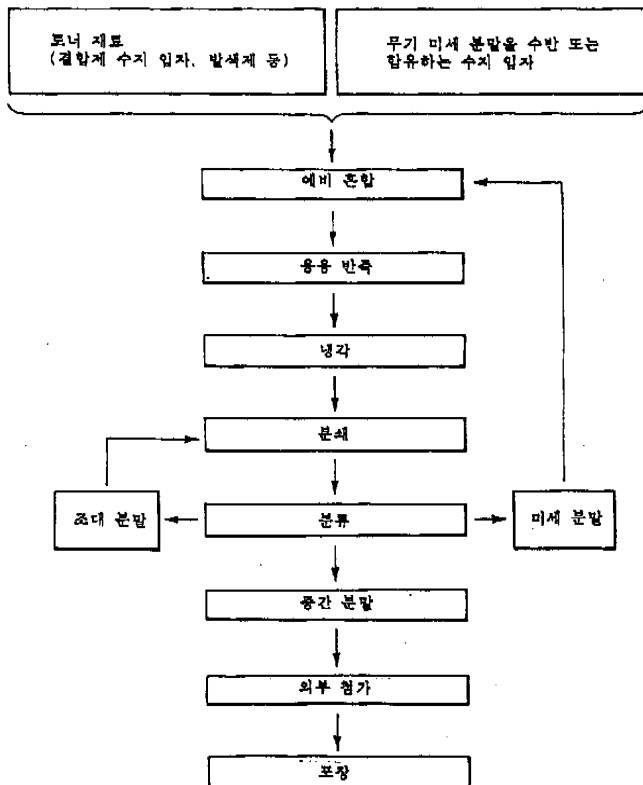
심사관 : 최준호

(54) 정전 화상을 현상하기 위한 토너의 제조 방법

요약

정전 화상을 현상하기 위한 토너는 아래와 같은 단계를 포함하는 방법에 의하여 제조된다. 예비 혼합물을 제공하기 위해 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 결합제 수지 입자를 예비 혼합 단계와, 반죽된 제품을 얻기 위해 상기 예비 혼합물을 용융 반죽하는 단계와, 발색된 수지 고형체를 얻기 위해 반죽된 제품을 냉각시키는 단계와, 분쇄된 생성물을 얻기 위해 발색된 수지 고형체를 분쇄시키는 단계와, 그리고 토너 입자를 얻기 위해 분쇄된 제품을 분류하는 단계 등이다. 생성된 토너 입자 내에 토너 재료의 분산을 개량시키기 위하여 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 재료를 포함시킴으로써 예비 혼합 성능을 향상시킬 수 있다. 분류 단계에서 얻어진 미세 분말의 일부는 예비 혼합 단계로 또한 재순환될 수 있다. 이 수지 입자는 본질적으로 토너 입자이다. 무기 미세 입자는 양호하게는 실리콘 오일로 처리된 실리카 미세 분말일 수도 있다.

대표도



명세서

[발명의 명칭]

정전화상을 현상하기 위한 토너의 제조 방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 본 발명에 따른 토너 생산 공정을 나타내는 흐름도.

제2도는 본 발명에 따른 토너 생산 공정을 나타내는 또 하나의 흐름도.

제3도는 예비 혼합에 사용되는 건조 혼합기의 실시예로서 헨셀(Henschel) 혼합기의 개략도.

제4도는 압출기 스크루의 일례를 도시한 도면.

제5도는 용융-반죽 및 냉각된 생성물을 조대하게 파쇄한 후의 분류 및 미분화 단계의 실시예를 나타내는 흐름도.

제6도 및 제7도는 각각 토너를 사용한 화상 형성 장치의 예에 대한 개략도.

제8도는 제6도에 도시한 화상 형성 장치의 일부를 나타내는 장치 유닛을 도시한 도면.

제9도는 전사 롤러를 포함하는 화상 형성 장치의 예에 대한 개략도.

제10도는 토너의 현상 특성을 평가하기 위한 체커 패턴의 부분 확대도.

제11a도는 전사 누락을 평가하기 위한 화상 견본의 확대도.

제11b도는 전사 누락이 수반된 재생 화상 견본의 확대도.

* 도면의 주요부분에 대한 부호의 설명

1 : 3등급 분류기 2a, 2b, 10 : 계량 피더

3 : 진동 피더 4, 5, 6, 7 : 회수 사이클론

8 : 미분기 9 : 제1분류기

11, 12, 13 : 방출 파이프 20, 21 : 덤퍼

28, 29 : 압력 게이지 30 : 봉지형 필터

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 전자 사진술 및 정전 기록술과 같은 화상 형성법에서 정전 잠상을 현상(사각화)하기 위한 토너

의 생산 공정과 그 공정을 통해서 얻어지는 토너에 관한 것이다.

전자 사진술에서, 전기적인 잠상은 다양한 방법들에 의해서 일반적으로 광전도 물질로 구성된 감광성 소재 위에 형성되고, 그 위에 토너로 현상시켜 토너 화상을 형성한다. 그 이후에, 토너 화상은 원하는 종 이와 같은 피전사 재료 위로 전사되고, 다양한 방법으로 복사품을 얻기 위해서 피전사 물질 위에 정착된다.

일반적으로, 토너는 건식 토너와 습식 토너로 분류된다. 습식 토너는 증발 문제, 회수 문제 및 악취와 같은 문제점들을 수반한 용매를 함유하고 있기 때문에, 최근에는 건식 토너가 주로 사용되고 있다.

분말 형태로 된 건식 토너는 토너로 정밀한 화상 형성을 달성하기 위해 다양한 기능을 보유할 것이 요구된다. 예를 들면, 요구되는 기능들을 대전능력, 운반능력, 정착 능력, 색상 및 보전 능력이 될 수 있다. 따라서, 토너는 다양한 물질로 이루어진 혼합물로서 생산된다.

그러한 건식 토너들은, 예를 들면, 미분화, 중합 또는 캡슐화를 통해서 형성될 수 있다. 미분화 공정이 주로 채택된다. 일반적으로, 미분화 공정을 통한 토너 생산은 피전사 재료 위로 정착을 허용하기 위한 결합재 수지, 토너에 대한 색조를 제공하기 위한 다양한 발색제, 대전 제어제, 자성 재료 및 분리제 (release agent)를 포함하여 다양한 재료들을 혼합하기 위한 예비 혼합 단계와; 반죽 수단에 의한 가열 및 전단력의 적용하에서 예비-혼합 재료들을 용융-반죽시키기 위한 용융 반죽 단계와; 냉각, 응고 및 예를 들면 제트 분쇄기 등으로 미분화 후에 반죽된 제품을 미분기에 의해서 토너가 되기에 적합한 입자 크기로 조대 미분화시키는 과정을 포함하는 미분화 단계와; 토너로서 충분한 성능을 발휘하기에 적합한 입자 크기 분포를 제공하도록 입자 크기를 균일화하기 위한 분류 단계를 포함한다. 분류된 입자는 토너 제품에 제공될 유동성 개선제, 윤활제, 연마제 등과 같은 첨가제를 사용하여 원하는 대로 한층 더 건조-혼합될 수 있다. 더 나아가서, 토너는 화상 형성에 적합한 2 요소 형태의 현상재를 제공하기 위해, 예를 들면 자성 운반제와 혼합될 수도 있다.

미분화 공정을 통한 토너 생산에 있어서, 토너 입자 내에 있는 다양한 토너 재료들의 분산 상태는 실질적으로 예비-혼합 단계 및 반죽 단계에서 결정된다. 일반적으로, 예비 혼합은 노터(Nauta) 혼합기와 같은 유성 교반기 형태의 혼합기 또는 블레이드 교반기 형태의 혼합기에 의해서 수행된다. 이러한 장치들에 의해 예비 혼합된 재료들은 용융 반죽된다. 반죽 장치로서는 다양한 형태들을 포함할 수 있으며, 요즈음은, 대량 생산에 적합한 연속적인 반죽을 할 수 있는 압출기가 보통 사용된다.

최근에, 복사기 및 프린터(레이저 빔 프린터 및 LED 프린터를 포함하여)와 같은 개선된 성능의 화상 형성 장치와 더불어, 사용되는 토너 또한 더 엄격한 성능을 나타낼 것이 요구된다. 고성능의 토너를 얻으려 해도 염료의 미세한 분산, 염료와 결합 수지 사이의 습윤성 및 기타 첨가제 등의 분산 등의 어려움들 때문에 상술한 공정들을 통한 많은 경우에 있어서, 토너의 생산은 만족스럽지 못하였다. 분산 또는 습윤성이 불충분하면, 그 결과로 생성되는 토너는 화상 밀도의 저하, 다양한 환경 상태하에서 성능의 불안정 및 현상 슬리브와 운반기의 오손 등과 같은 난점들을 야기하기 쉽다.

상기한 바 이외에 더욱 고려할 것은, 최근에는 토너 화상을 생태학적인 관점에서 본 피전사 재료, 즉 오존의 발생을 억제하기 위한 감광성 부재 위에 전사하기 위해서 전사 롤러와 같은 접촉 전사 수단이 사용된다는 점이다. 그러한 접촉 전사 수단이 사용되는 경우에 있어서, 제11b도에서 보여진 것처럼, 전사 누락이 발생하기 쉽기 때문에, 생산을 위한 효과적인 공정뿐만 아니라 그러한 전사 누락이 없는 토너가 요구된다.

본 발명의 목적은 토너(개시) 재료 또는 성분들의 분산의 개선을 통해 고성능을 나타내는 정전 화상을 현상하기 위한 토너를 생산하는 공정을 제공하는 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 안정된 비율로 토너 재료들을 담고 있는 정전 화상을 현상하기 위한 토너를 생산하는 공정을 제공하는 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 토너 재료들의 국소 집중이 없는 정전 화상을 현상하고, 양호한 현상 성능, 양호한 연속적인 화상 형성 특성, 흐려짐이 적고, 미세한 점들에 대한 양호한 복사 능력 및 양호한 환경 특성까지 포함하는 뛰어난 성능을 나타내기 위한 토너를 생산하는 공정을 제공하는 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 전사 누락을 야기시키기 어려운 토너를 생산하기 위한 공정을 제공하는 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 상술한 공정을 통하여 생산된 토너를 제공하는 것이다.

본 발명에 따르면, 정전 화상을 현상하기 위한 토너를 생산하는 공정에 있어서, 예비 혼합재를 얻기 위해 무기 미세 분말을 운반 또는 수용하는 결합 수지 입자의 예비 혼합 단계와, 반죽된 생성물을 얻기 위한 예비 혼합재의 용융 반죽 단계, 발색된 수지 함유 고형체를 얻기 위한 반죽된 생성물을 냉각시키는 단계, 미분화된 생성물을 얻기 위한 발색된 수지 함유 고형체를 미분화하는 단계, 그리고 토너 입자를 얻기 위한 미분화된 생성물을 분류하는 단계를 포함하는 공정이 제공된다.

본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 상술한 공정에 의해 제조된 토너가 제공된다.

본 발명에 대한 상기한 바 및 기타 목적, 특징 및 장점들은 동일 부품에 동일 도면 부호를 부여한 첨부된 도면들과 관련하여 후술하는 본 발명에 대한 양호한 실시예를 고찰함으로써 더욱 명백해질 것이다.

상술한 바와 같이, 미분화 공정에 따른 토너 생산에 있어서, 사용되는 개시 물질은 노터(Nauta) 혼합기와 같은 유성 회전을 포함하는 혼합기 또는 헨셀(Henschel) 혼합기와 같은 회전 블레이드를 포함하는 혼합기에 의해서 예비 혼합되고, 그 다음에 용융 반죽된다. 용융 반죽 단계에 있어서, 최근에는 토너의 대량 생산에 적합한 압출기를 사용하는 것이 일반적이다. 압출기는 단일 나사식 혹은 쌍 나사식일 수 있으며, 연속적인 토너 생산을 위해 적절하고 유리하게 사용되도록 연속적인 반죽이 달성 가능하다.

토너 내에서의 토너(개시 물질로서의) 재료의 분산은 반죽기의 분산 능력에만 의존하는 것은 아니다. 다수의 개시 물질들을 사용하는 토너 생산에 있어서, 반죽기의 분산 능력은 한계가 있다. 예를 들면, 압출

기에 있어서, 연속적인 유동 특성 때문에 본래부터 체재 시간의 한계가 있으며, 체재 시간이 짧으면 불충분한 분산을 발생시킬 수 있다. 더욱이, 체재 시간을 가능한 한 증대시키더라도 반죽기는 원래의 분산능력의 한계를 드러내게 된다. 이것은 예비-혼합에 의해 보충되며, 그 예비 혼합의 성능은 실질적으로 토너 제품 내에서 토너 재료들의 분산의 정도에 영향을 미칠 수 있다. 그러나, 상술한 예비 혼합 단계에서, 토너 재료들은 미시적으로 분산되지는 않는다. 결과적으로, 예비 혼합 및 반죽의 상태가 최적화되더라도 어떤 경우에는 토너 내에서 토너 재료들의 만족스러운 분산을 달성할 수 없다.

예를 들면, 예비-혼합 단계에서, 발색제와 같은 미세한 재료가 혼합기의 내벽에 정착될 수 있으며, 어떤 경우에 있어서는 토너 재료들의 혼합을 최적의 비율로 하는 것이 불가능하다.

더욱이, 토너 재료들의 입자 크기에 관해서는 일반적으로 더 작은 입자가 더 좋은 분산을 제공한다고 추정되지만 실제로는 그 결과 응집력이 증가되어 예비 단계에서 만족스러운 분산을 방해하는 경향이 있다. 더욱이, 입자크기가 작을 수록 더 많은 양의 공기를 포함하여, 반죽하는 동안 충분한 분산의 어려움을 제공하기 쉽다.

본 발명에서, 상술한 문제점들을 해결하기 위해서, 외부 첨가제를 첨가하여 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자는 제1도 또는 제2도에 도시한 바와 같이 예비 혼합에서 처리될 토너 재료들에 첨가된다.

특히, 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자를 토너 재료들에 첨가함으로써 토너 재료들의 분산 능력이 예비 혼합 단계에서 개선된다. 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자들을 표면 위에 첨가함으로써, 토너 재료들내의 발색제, 대전 제어제 및 결합 수지의 미세 분말 성분과 같은 미세한 분말성 재료들이 혼합기의 내벽에 응집되는 것이 방지되며, 토너 재료들의 상호간의 분산은 개선된다. 추측컨대 이것은 수지 입자에 외부적으로 첨가되는 무기 미세 분말이 분산되어 토너 재료들 내에서 전체 혼합물의 유동 능력을 개선시키기 때문이며, 따라서 토너 재료의 응집을 억제시키고, 수지 입자는 혼합기의 내벽 또는 블레이드에 응집된 토너 재료를 분리하는 양호한 유동 능력 기능을 가지고, 그로 인하여 토너 재료의 분산 능력을 개선시키며 토너 재료들 사이의 혼합비를 안정시킨다고 볼 수 있다.

토너 재료에 외부적으로 첨가되는 무기 미세 분말로 된 수지 입자는 예비 혼합되는 전체 토너 재료에 대해 바람직하게는 1 내지 50 중량%, 더욱 더 바람직하게는 2 내지 40 중량%로 결합될 수 있다. 함유량이 1 중량% 이하이면, 상술한 효과는 거의 관찰되지 않는다. 반면에 함유량이 50 중량%를 초과하면 포함되는 공기의 양이 과도해지기 쉬우며, 그로 인해서 토너 재료의 불량한 분산 및 오프셋 방지 특성이 저하된 토너 제품을 생산하게 된다.

외부적으로 첨가된 무기 미세 분말로 된 수지 입자는 목적으로 하는 토너를 구성하는 것과 동일한 성분으로 구성하는 것이 바람직하다. 성분이 현저하게 다른 경우에 있어서, 화상 흐름과 같은 문제점이 야기되기 쉽다. 이런 이유 때문에 토너 입자를 수지로 하는 것이 보다 바람직하다.

본 발명을 통해 제조되는 토너는 자성 토너이거나 비자성 토너일 수 있지만, 본 발명은 자성 토너의 제조에 적용될 때 특히 효과적이다. 그 이유는 아직 완전히 밝혀지지 않았지만, 다음 인자들에 기인하는 것일 수 있다. 즉, 자성 토너를 제조하는 경우, 자성 토너를 구성하는 자성 산화철, 및 결합제 수지와 같은 다른 재료들이 큰 비중 차이를 갖게 되어 토너 재료들의 분산이 비자성 토너를 제조하기 위해 동일한 비중을 갖는 토너 재료들을 혼합하는 경우에 비해 좋지 않게 될 수 있다는 점이다. 무기 미세 분말이 표면에 부가된 자성 토너 입자들이 자성 토너를 제조하기 위해 계(system)에 부가될 때 자성 산화철의 비중과 결합제 수지와 같은 다른 재료의 비중 사이의 중간인 비중을 갖는 자성 토너 입자들이 함께 존재하고, 부가된 무기 미세 분말은 전체 계의 유동성을 개선하여 토너 재료들의 상호 분산을 개선한다.

무기 미세 분말은 양호하게는 수지 입자의 0.05 내지 8.0 중량%, 보다 양호하게는 0.2 내지 6.0 중량%의 비율로 부가될 수 있다. 만일 그 양이 0.05 중량% 미만이면, 그러한 부가의 효과가 사실상 얻어질 수 없다. 한편, 8.0 중량%를 초과하는 경우, 최종 토너는 예컨대, 정착성의 측면에서, 열등한 성능을 갖기 쉽다.

양호하게는, 상기 목적을 위해 사용되는 무기 미세 분말은 목표 토너에 부가될 수 있는 무기 미세 분말과 동일하거나 유사한 재료일 수 있다.

본 발명에서 사용되는 수지 입자들은 소정의 크기, 예컨대, 1 내지 5 mm로 압분되거나 성형된 후 사용될 수 있다.

본 발명에서 사용되는 무기 미세 분말을 지지 또는 함유하는 수지 입자들은, 예컨대, 복사기 또는 레이저 비임 프린터(laser beam printer, LBP)로부터 회수된 토너일 수 있고, 그러한 회수된 토너의 사용은 토너 생산비용의 감소 측면에서 유리하고, 지구 환경의 관점에서 바람직하다.

본 발명의 경우, 제1도에 도시된 것처럼, 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자가 분류 단계로부터 재순환되는 미세 분말과 조합되어 총량이 전체 공급량의 2 내지 60 중량%, 양호하게는 5 내지 40 중량%로, 토너 재료에 더하여, 예비 혼합 단계에 부가될 수 있다.

이러한 방식으로 미세 분말 비율을 부가함으로써, 예비 혼합 단계에서 적절한 하중이 부가될 수 있어서, 분산능력(dispersibility)을 더욱 개선할 수 있다.

양호하게는, 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자들과 분류 단계로부터 재순환된 미세 분말이 1:20 내지 20:1의 중량비로 혼합될 수 있다. 중량비가 1:20보다 낮으면, 예비 혼합 단계로의 전체 공급 혼합물의 유동성이 예비 혼합 단계에서 열등해지기 쉽다. 한편, 수지 입자들과 미세 분말의 총량이 예비 혼합 단계로의 전체 공급량의 53 중량%를 초과하고 이들 사이의 비율이 20:1을 초과하는 경우, 예비 혼합 단계에서 처리되는 공급 혼합물은 과도한 공기를 함유하게 되고 토너 재료의 분산능력이 열등해지기 쉽다.

분류 단계로부터 재순환된 미세 분말은 그 자체로 사용되거나 평균 직경이 0.05 내지 5 mm, 양호하게는

0.1 내지 2 μm 로 성형된 후 사용될 수 있다.

그 주목적은 처리될 재료 내에 큰 입자들을 함체시킴으로써 토너 재료의 분산능력을 개선하기 위해 예비 혼합 단계에서 부가적인 하중을 제공하기 위한 것이다. 평균 직경이 0.05 μm 보다 작으면, 예비 혼합 단계에서의 하중이 부적절하게 낮아질 수 있다. 한편, 평균 직경이 5 μm 보다 크면, 예비 혼합 단계에서의 하중이 혼합물 내에 많은 열을 발생시킬 정도로 과도하게 큼으로써, 토너 재료들을 응집시켜 분산능력을 열화시키게 된다.

양호하게는, 상기 목적을 위해 사용되는 미세 분말은 목적 토너의 조성상 동일한 조성을 가질 수 있다. 조성이 사실상 다르면, 최종 화상에서 흐려짐 등의 문제점이 발생할 수 있다.

분쇄-분류 단계로부터 재순환된 미세 분말의 성형은 열 및 압력을 이용하는 상업적으로 구입가능한 성형 장치를 사용함으로써 쉽게 수행될 수 있다.

평균 직경은 다음 방법에 따라 측정될 수 있다.

미세 분말의 성형 입자들은 150 내지 350개의 입자들이 시야에 들어오는 비율로 광학 현미경 또는 전자 현미경으로 사진 촬영하여, 사진에서 임의로 선택된 100개의 입자들을 캘리퍼로 측정하여 평균 직경을 얻는다.

본 발명에 따른 토너를 구성하는 결합제 수지의 예들은 폴리스티렌 및 폴리비닐톨루엔과 같은, 스티렌 및 그 유도체들의 단일중합체들; 스티렌-프로필렌 공중합체, 스티렌-비닐톨루엔 공중합체, 스티렌-비닐나프탈렌 공중합체, 스티렌-메틸아크릴레이트 공중합체, 스티렌-에틸 아크릴레이트 공중합체, 스티렌-부틸 아크릴레이트 공중합체, 스티렌-옥틸 아크릴레이트 공중합체, 스티렌 디메틸 아미노에틸 공중합체, 스티렌-메틸 메타크릴레이트 공중합체, 스티렌-에틸 메타크릴레이트 공중합체, 스티렌-부틸 메타크릴레이트 공중합체, 스티렌-디메틸라미노에틸 메타크릴레이트 공중합체, 스티렌-비닐 메틸 에테르 공중합체, 스티렌-비닐 에틸 에테르 공중합체, 스티렌-비닐 메틸 케톤 공중합체, 스티렌-부타디엔 공중합체, 스티렌-이소프렌 공중합체, 스티렌-말레산 공중합체 및 스티렌-말레이산 에스테르 공중합체들과 같은 스티렌 공중합체; 폴리메틸 메타크릴레이트, 폴리부틸 메타크릴레이트, 폴리비닐 아세테이트, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리비닐 부티랄, 실리콘 수지, 폴리에스테르 수지, 폴리아미드 수지, 에폭시 수지, 폴리아크릴산 수지, 로진, 변형 로진, 테르펜 수지, 페놀 수지, 지방족 또는 지방족 고리 탄화수소 수지, 방향족 석유 수지, 파라핀 왁스 및 카르나우바 왁스를 포함할 수 있다. 이들 수지들은 단독으로 또는 혼합물로 사용될 수 있다. 특히, 스티렌 공중합체들 및 폴리에스테르 수지들은 현상 및 정착 성능의 관점에서 양호할 수 있다. 양호하게는, 결합제 수지는 10 내지 1000 μm 의 수평균 입자 크기를 갖는 입자 형태로 예비 혼합 단계로 공급될 수 있다.

또한, 사용되는 발색제는 공지된 염료 또는 안료를 구비할 수 있는데, 이러한 염료 또는 안료의 예는 카본 블랙, 램프 블랙, 울트라마린, 니그로신 염료들, 아닐린 블루, 프탈로시아닌 블랙, 프탈로시아닌 그린, 한사 옐로우 지, 로오다민 6지 레이크, 크롬 옐로우, 퀴나크리돈, 벤지딘 옐로우, 로즈 벤갈, 트리 아릴메탄 염료들, 모노아조 염료 또는 안료들, 디아조 염료 또는 안료들, 안드라퀴논 염료들을 포함할 수 있다. 이들 염료 또는 안료들은 단독으로 또는 2종 이상의 조합으로 사용될 수 있다.

양호하게는, 이들 발색제들은 최대 3 μm , 가장 양호하게는 최대 1 μm 의 수평균 제2입자 크기로 예비 혼합 단계로 공급될 수 있다.

발색제가 염료 또는 안료인 경우, 양호하게는 발색제가 결합제 수지 100 중량부 당 2 내지 20 중량부의 양으로 사용될 수 있다.

본 발명에 따라 자성 토너가 준비되는 경우에, 자성 토너는 발색제로서도 기능할 수 있는 자성 재료를 포함한다. 그러한 자성 재료의 예들은 마그네타이트, γ -철 산화물, 페라이트, 및 과잉 철 함유 페라이트와 같은 철 산화물; 철, 코발트 및 니켈과 같은 금속, 및 이들 금속들과 알루미늄, 코발트, 구리, 납, 마그네슘, 주석, 안티몬, 베릴륨, 비스무트, 카드뮴, 칼슘, 망간, 셀레늄, 티타늄, 텅스텐 또는 바나듐과 같은 다른 금속의 합금들을 포함할 수 있다. 또한, 이들 자성 재료들의 혼합물들도 사용될 수 있다.

양호하게는, 자성 재료가 0.1 내지 1 μm , 보다 양호하게는 0.1 내지 0.5 μm , 더욱 양호하게는 0.1 내지 0.3 μm 의 수평균 입자 크기를 가질 수 있다. 자성 재료는 자성 토너의 수지 성분 100 중량부 당 20 내지 200 중량부, 양호하게는 50 내지 150 중량부의 비율로 함유될 수 있다.

본 발명에 따른 토너에 있어서, 정착 보조제로서 탄화수소 왁스 또는 에틸렌 올레핀 중합체들을 결합제 수지와 조합하여 사용할 수 있다.

그러한 에틸렌 올레핀 단일 중합체 또는 공중합체들의 예들은 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 에틸렌-프로필렌 공중합체, 에틸렌-비닐 아세테이트 공중합체, 에틸렌-에틸 아크릴레이트 공중합체, 및 폴리에틸렌 구조를 갖는 이오노머(ionomer)들을 포함할 수 있다. 공중합체들 중에서, 50몰% 이상, 특히 60몰% 이상의 비율로 올레핀 모노머(monomer)를 포함하는 공중합체들이 바람직할 수 있다.

본 발명에 따른 토너는 대전 제어제를 포함할 수 있다. 음(negative)으로 대전 가능한 토너의 경우, 모노아조 염료들의 금속 복합 염들, 및 살리실산, 알킬살리실산, 디알킬살리실산 또는 나프토산의 금속 복합 염들과 같은 음의 대전 제어제를 사용할 수 있다.

또한, 양(positive)으로 대전가능한 토너의 경우, 니그로신 화합물들 및 유기 4차 암모늄염들과 같은 양의 대전 제어제를 사용할 수 있다.

수지 입자들 및/또는 제품 토너에 외적 부가하기 위해 사용되는 무기 미세 분말은, 질소 흡착으로 측정 시에 양호하게는 50 내지 400 m^2/g 의 BET 비표면적을 가질 수 있는, 예컨대, 실리카 미세 분말, 티타늄 산화물 미세 분말 또는 알루미늄 미세 분말을 구비할 수 있다. 이들 중, 실리카 미세 분말이 특히, 소수성이 부여된 특히 양호한 미세 분말이다. 소수성 부여 처리는 실란 결합제와 같은 결합제, 및 실리콘 오일과 같은 유기실리콘 화합물을 단독으로 또는 조합하여 사용함으로써 이루어질 수 있다. 실리온 오일로

처리된 실리카 미세 분말은 가장 양호하다.

일반적으로, 소수화는 무기 미세 분말과 반응하거나 무기 미세 분말에 의해 물리적으로 흡착되는 유기실리콘 화합물로 무기 미세 분말을 화학적으로 처리함으로써 이루어진다. 특히 양호한 방법에서, 무기 미세 분말은 실란 결합제로, 그리고 실리온 오일과 같은 유기 실리온 화합물로 순차적으로 또는 동시에 처리된다. 양호하게는, 실리온 오일은 무기 미세 분말 100 중량부 당 1 내지 35 중량부의 비율로 가해질 수 있다. 실리온 오일이 1 중량부보다 적으면, 그 부가 효과가 불충분하고, 실리온 오일의 양이 35 중량부를 초과하면, 무기 미세 분말이 과도하게 큰 제2입자 크기를 갖게 된다.

본 발명의 제조 방법에 따르면, 토너 입자들이 실리온 오일로 처리된 무기 미세 분말을 균일하게 포함하게 할 수 있다. 그러한 토너를 사용함으로써, 제11a도에 도시된 토너 화상 A가 감광 드럼(3) 상에 형성되고, 제9도에 도시된 화상 형성 장치를 사용하여 접촉 전사 수단(924)에 의해 전사 수납 매체(P) 상으로 전사될 때, 제11b도에 도시된 것처럼 때때로 야기될 수 있는 전사 누락(transfer dropout)의 발생을 효과적으로 방지하거나 억누를 수 있다.

이제, 도면을 참조하여 토너 제조 방법의 일부 실시예들을 설명하겠다.

제1도를 참조하면, 필수 성분으로서 결합제 수지 입자들 및 발색제를 그리고 선택적으로 대전 제어제, 편위방지(anti-offset)제 등을 포함하는 토너 재료들이(선택적으로, 후속 분류 단계로부터 재순환된 미세 분말과 함께) 무기 미세 분말을 지지 또는 함유하는 수지 입자들과 견식 혼합된다. 이러한 혼합은, 제3도에 도시된 헨셀(Henschel) 혼합기와 같은, 상부 교반 블레이드 및 하부 교반 블레이드의 회전에 의해 분말 재료에 전단력을 가하면서 분말 재료를 혼합할 수 있는 혼합기에 의해 양호하게 수행될 수 있다.

예비 혼합 단계에 앞서서, 무기 미세 분말은 수지 입자들과 사전 혼합함으로써, 예컨대 4 내지 20 μm 의 중량 평균 입자 크기를 갖는 수지 입자들 상에 지지된 최대 100 μm , 양호하게는 최대 70 μm 의 평균 입자 크기를 갖는 제2미세 입자 형태로 존재할 수 있다. 결과적으로, 무기 미세 분말은 제품 토너 입자들 내에 균일하게 합체될 수 있다. 그러한 사전 혼합 없이, 무기 미세 분말이 다른 토너 재료들과 함께 예비 혼합에 속으로 직접 도입되는 경우, 무기 미세 분말의 약 70 μm 보다 큰 초대 입자들이 무기 미세 분말의 강한 응집성 때문에 예비 혼합에 내에 상당량 존재하게 되어, 제품 토너 입자들 내에 무기 미세 분말을 합체시키기가 극도로 어렵게된다.

수지 입자 표면들 상의 무기 미세 분말의 제2입자의 평균 크기는 전자 현미경을 통하여 수지 입자의 현미경 사진(예를 들어 2×10^4 배율)을 찍고 입자 크기를 측정하기 위해 무기 미세 분말의 100 내지 200 미립자들을 선택함에 의하여 측정될 수 있다.

예비 혼합 단계에서, 효과적이고 균일한 분산을 제공하기 위해 0.1 내지 5 중량부의 무기 미세 분말을 수반한 1 내지 50 중량부의 수지 입자를 100 중량부의 결합제 수지 입자 및 2 내지 150 중량부의 발색제와 혼합하는 것이 좋다.

본 발명에서, 예비 혼합 다음에는 용융 반죽 단계가 후속되며, 이는 가장 양호한 연속 반죽을 할 수 있는 압출기를 사용하는 공정을 포함한 보통의 방법에 의해 수행될 수 있다.

비율 $L/D = 17$ 내지 50인 길이 L 및 직경 D 의 반죽 축을 갖는 스크루(예를 들어 제4도 참조)를 구비한 반죽 봉이 사용된 예의 경우, 토너 원료가 실리온 오일로 처리된 소수성 실리카를 포함할 때 특히 분산이 잘 이루어진다.

이는 실리카 미세 분말을 수반한 실리온 오일이 토너 원료 내에 분산되어 압출기 내에 짧게 머무르더라도 토너 원료간의 미끄럼을 개선하여 토너 원료의 분산을 개선하기 때문이라 추측된다.

다음, 반죽 단계로부터 나오는 반죽 제품은 예를 들어 컨베이어 벨트 상에 방출되어 냉각되며, 냉각된 반죽 제품은 커터 분쇄기 또는 해머 분쇄기 등과 같은 분쇄기에 의하여 조대하게 파쇄되거나 분쇄된다.

조대하게 파쇄 또는 분쇄된 제품은 예를 들어 제5도에서 도시된 바와 같이 분류 및 미세 분쇄 시스템 내로 삽입될 것이다.

제5도에 대해 언급하면, 시스템은 제1분류기(9) 및 제1분류기(9)로부터 분류된 분말을 중간 분말과 조대 분말로 다시 분류하는데 사용되는, 코안다(Coanda) 효과를 사용하는 엘보우(Elbow) 제트 분류기(넛페즈고교 가부시끼가이샤에서 특허가능)와 같은, 복수 분배식 분류기(1, 본 실시예에서는, 3 등급 분류기)를 포함한다.

특히, 분류-미분 시스템은 연통 수단에 의하여 연결된 3 등급 분류기(1), 계량 피더(2a 및 2b), 계량 피더(10), 진동 피더(3) 회수 사이클론(4 내지 7), 미분기(8), 및 제1분류기를 포함한다.

본 시스템에서, 라인(61)으로부터 나온 조대 분쇄 제품은 계량 피더(2)를 통하여 제1분류기(9) 내로 삽입되며, 그로부터 분류된 조대 분말 파편으로부터 분류된 분말은 회수 사이클론(7)을 통하여 계량 피더(10)에 공급되며 그리고 나서 진동 피더(3) 및 공급 노즐(16)을 통하여 3 등급 분류기(1) 내로 도입된다. 반면, 제1분류기(9)로부터의 조대 분말 파편은 분쇄기(8)에 공급되어 미세하게 분쇄된 후 새롭게 공급된 조대 분쇄 제품과 함께 제1분류기(9) 내로 재도입된다. 진동 피더(3)로부터의 분류된 분말은 회수 사이클론(4, 5 및/또는 6)에 의하여 가하여진 흡입력의 작용으로 50 내지 300 m/sec의 속도로 3 등급 분류기(1) 내로 도입된다. 그러한 흡입에 의한 도입은 장치의 엄격한 밀봉을 요하지 않기 때문에 가압 도입보다 낫다.

분류기(1)에서 분류 지역의 크기는 보통 10 내지 50 cm × 10 내지 50 cm의 정도이며, 분쇄된 제품은 0.1 내지 0.01초 또는 보다 짧은 순간에 셋 이상의 분류로 분리된다. 분쇄된 제품은 따라서 3 등급 분류기(1)에 의하여 조대 분말(규정된 입자 크기 범위보다 큰 입자), 중간 분말(규정된 크기 범위 내의 입자), 미세 분말(규정된 입자 크기 범위 이하의 입자)로 분류된다. 그리고 나서, 조대 분말은 방출 파이프(11) 및 회수 사이클론을 통하여 계량 피더(2)로 재순환된다.

중간 분말은 방출 파이프(12)를 통하여 시스템으로부터 방출되며 토너 제품(51)으로 재회수되기 위해 회수 사이클론(5)에 의하여 회수된다. 미세 분말은 방출 파이프(13)를 통하여 시스템으로부터 방출되며 회수 사이클론(4)에 의하여 회수되며 규정된 범위보다 작은 미세 분말(41)로서 회수된다. 미세 분말(41)은 제1도에서 도시된 실시예에 따른 예비 혼합 단계로 재순환될 것이다. 상술한 바와 같이, 회수 사이클론(4 내지 6)은 흡입으로 분류된 제품을 3 방향 분류기의 분류 지역 내로 삽입하기 위한 감압 발생 수단으로서 기능한다. 분류기(1) 내의 감압은 파이프(14 및 15)에 제공된 댐퍼(20 및 21) 그리고 압력 게이지(28 및 29)에 의하여 조절된다.

제1분류기(9)로부터의 미세 분말은 분류기(1)의 정상으로부터 봉지형 필터(30)로 배기 공기를 보냄에 의하여 회수될 것이다. 봉지형 필터에 의해 회수된 미세 분말은 예비 혼합 단계로 또한 재순환될 것이다.

분쇄기(8)는 충격 분쇄기 또는 제트 분쇄기와 같은 미분 수단으로 구성된다. 충격 분쇄기의 상용예로 터보 분쇄기(터보 고교 가부시끼가이샤에서 수득가능)를 들 수 있을 것이며 제트 분쇄기의 상용예로 초음파 제트 분쇄기 PJM-1(니뽀 뉴매틱 고교 가부시끼가이샤에서 수득가능) 및 마이크론(Micron) 제트(호스카와 마이크론 가부시끼가이샤에서 수득가능)를 들 수 있을 것이다.

제1분류기(9)는 예를 들어 공압 분류기일 수 있다.

분류 시스템으로부터의 중간 분말(51)은 그 자체로 토너 입자로 사용될 수 있으나 제품 토너를 공급하기 위해 상술된 무기 미세 분말 또는 소수성이 부여된 무기 미세 분말과 혼합되는 것이 좋다.

이렇게 얻어진 토너는 필요에 따라 무기 미세 분말 외에 선택적 외부 첨가물과 함께 또한 혼합될 수 있다. 그러한 선택적 외부 첨가물의 예로 대전 보조제, 전기전도성 부여제, 유동성 개선제, 응고 방지제, 고온 롤러 정착용 분리제, 윤활제, 그리고 연마제로서 사용된 수지로 된 미세 입자 또는 무기 미세 입자를 들 수 있다.

자기 토너로서 구성된 본 발명에 의한 토너를 사용하는 화상 형성 장치의 몇몇 예가 도면을 참조하여 설명될 것이다.

제6도는 그러한 화상 형성 장치의 양호한 실시예를 도시한다.

제6도에 대해 언급하면, 오픈씨(OPC) 감광 드럼(603)의 표면은 예비 대전기(611)에 의하여 음으로 대전되며 그 위에 디지털 잠상을 형성하기 위한 레이저 광(605)으로 화상 스캐닝 된다. 또한, 현상 장치(601)는 그 내부에 자석(615)을 포함하는 현상 슬리브(606)가 장착되며, 우레탄 고무로 된 탄성 블레이드(609)는 현상 슬리브(606)의 회전에 대해 반대 위치에 위치되며, 자기 토너 및 실리콘 오일로 소수성을 가진 실리카 미세 분말로 구성된 단성분 현상제(613)를 담는 용기가 그로부터 외부에 부착된다. 감광 드럼(603) 상의 잠상은 감광 드럼(603)의 도전성 기질과 현상 슬리브(606) 사이의 바이어스 적용 수단에 의하여 교류 바이어스, 플러스 바이어스 그리고/또는 DC 바이어스가 가하여지는 현상 구역에 현상제(613)에 의하여 역으로 현상된다. 그 결과로서, 현상된 화상(토너 화상)은 감광 드럼(603)상에 현상된다. 또한, 전사지(P)는 전사지(P)의 이면[감광 드럼(603)의 반대쪽]이 코로나(corona) 대전되는 전사 구역으로 반송되며, 그에 의하여 감광 드럼(603) 상의 토너 화상은 전사지(P)에 정전기적으로 전사된다. 토너 화상을 수반한 전사지(P)는 그리고나서 감광 드럼(603)으로부터 분리되고 고온 압력 롤러 정착 장치(607)에 의하여 토너 화상을 정착하게 된다.

그 다음, 전사 단계 후에 감광 드럼(603) 상에 남아 있는 단성분 현상제는 클리닝 블레이드(608)를 구비한 클리닝 장치(614)에 의하여 제거된다. 클리닝 후의 감광 드럼은 노출 수단(619)에 의한 제거 노출에 의하여 대전이 해제되고 다시 제1대전기(611)에 의하여 대전 단계로부터 시작하는 화상 형성 공정을 재개하게 된다.

감광 드럼(3, 정전 화상 유지 부재)은 감광 층 및 도전성 기질로 구성되며 현상 구역에 현상 슬리브(606, 화살표 방향으로 회전)와 동일한 방향으로 이동하도록 회전한다. 현상 슬리브(606)는 내부에 자장 발생 수단으로서 회전하지 않는 다극 영구 자석(615, 자석 롤)을 구비한 비 자기 원통으로 구성된다. 현상 장치(601)에서 단 성분 절연 현상제(613)는 비자기 원통형 슬리브(606) 상에 가하여지며, 예를 들어 슬리브(606) 면과 자기 토너 입자 사이의 마찰에 의한 음의 마찰전기 대전이 제공된다. 특히 탄성 조절기 블레이드(609)는 현상 상태에서 감광 드럼(603)과 현상 슬리브(606) 사이의 간극보다 얇아 현상제 층이 감광 드럼(603)에 직접 접하지 않도록 얇고 균일한 두께(예를 들어 30 내지 300 μm)의 잔여 현상제를 조절한다. 슬리브(606)의 회전 속도는 슬리브 면의 속도가 감광 드럼(603)의 정전화상 유지 표면의 속도와 근본적으로 동일하거나 근사하게 조절된다.

상술한 바와 같이, AC 또는 플러스 바이어스는 바이어스 수단(612)에 의해 슬리브(606)와 감광 드럼(603) 사이에 가해진다. 예를 들어 AC 바이어스는 200 내지 4000 Hz의 주파수 및 500 내지 3000 볼트의 V_{pp} 를 가질 수 있다.

현상 단계에서, 자기 토너 입자는 정전 화상을 수반한 감광 드럼 표면의 표면 정전기력 및 AC 또는 플러스 바이어스의 작용에 의하여 감광 드럼 상의 정전 화상 측에 전사된다.

제7도는 본 발명에 따른 자기 토너를 적절히 사용할 수 있는 그러한 화상 형성 장치의 또 다른 예를 도시한다.

제7도에서 도시된 화상 형성 장치는 현상 슬리브(606) 상의 자기 현상제의 총 두께가 자기 조절기 블레이드(616)에 의하여 조절된다는 점에서 제6도에서 도시된 장치와 다르다. 제7도에서, 제6도의 부재와 동일한 부재는 동일한 도면 부호로 표기된다.

예를 들어 철폴로 된 자기 조절기 블레이드는 비접촉 관계를 제공하도록 현상제 층을 얇고 균일한 두께(30 내지 300 μm)로, 조절하기 위해 다극 영구 자석의 한 자극에 대향하여 현상 단계에서의 감광 드럼(603)과 현상 슬리브(606) 사이의 간격보다 적은 (50 내지 500 μm 의 간격을 두고) 슬리브 면과 근접하여 배치된다. 자기 조절기 블레이드(616)는 상술한 바와 같이 철폴 대신에 대응 자극을 형성하기 위한 영구

자석일 수 있다.

화상 형성 장치 또는 전자 사진 장치를 구성하는 감광 드럼, 현상 장치, 클리닝 장치 및 다른 부재같은 정전 화상 유지 부재는 장치 유니트를 구성하도록 통합하여 결합될 수 있는데, 이 유니트는 장치 본체에 탈착가능하게 장착할 수 있다. 예를 들어, 대전 수단, 현상 장치 및 클리닝 장치 중 하나 이상은 유니트를 구성하도록 감광 드럼과 통합하여 지지될 수 있으며, 이 유니트는 장치 본체에 제공된 레일과 같은 안내 수단과 조합하여 장치에 탈착가능하게 장착된다. 이러한 실시예에서, 대전 수단 그리고/또는 현상 장치는 또한 장치 유니트에 통합될 수 있다.

제8도는 그러한 장치 유니트(카트리지)의 한 예를 도시한다. 더 자세하게는 제8도에 도시된 장치 유니트(618)는 일체로 지지되는 현상 장치(601)와, 감광 드럼(603)과 클리너(614)와 주 대전기(611)를 포함한다. 장치 유니트는 전자 사진에 의한 화상 형성 장치의 일부분을 구성하게 된다.

장치 유니트(카트리지)는 현상 장치(610)의 자기 현상제(613)가 고갈되었을 때 새것으로 교체된다.

현상 장치(610)는 단성분 자기 현상제를 사용하도록 설계된다. 현상시 감광 드럼(603)과 현상 슬리브 사이에는 소정의 전장이 형성된다. 효과적인 현상을 위해 감광 드럼(603)과 현상 슬리브(606) 사이의 간격을 공차 $\pm 30 \mu\text{m}$ 의 중간값으로서 $300 \mu\text{m}$ 로 조정된다.

제8도에 도시된 장치 유니트(618)는 자기 현상제(613)를 내장하는 현상기 컨테이너(602)와, 현상제 컨테이너(602)내의 자기 현상제(613)를 잠상 지지 부재(603)와 면하는 현상 스테이션으로 운반하고 지지하는 현상 슬리브(606)와, 규정 두께의 현상제의 얇은 층을 형성하도록 현상 슬리브(606)에 의해 지지되고 현상 스테이션으로 운반되는 현상제를 조절하는 탄성 블레이드(609)를 포함한다.

제9도는 전사 수단으로서의 전사 롤러(922)와, 전사 롤러(922)에 바이어스 전압을 인가하는 바이어스 인가 수단(928)을 포함하는 화상 형성 장치의 한 예를 도시한다.

전사 롤러(922)는 바람직하게는 적어도 3 g/cm 의 선형(접촉) 압력을 감광 드럼(603)에 인가할 수 있다. 선형 압력은 다음 식에 의해 계산된다.

$$(\text{선형 압력})[\text{g/cm}] = (\text{피전사 재료에 인가된 총 압력})[\text{g}]/(\text{접촉 길이})[\text{cm}]$$

선형(접촉) 압력이 3 g/cm 이하이면 운반 중 피전사 재료의 편차와, 또 불충분한 전사 전류에 기인한 전사 상태가 일어나기 쉽다. 선형 압력은 더 바람직하게는 적어도 20 g/cm 이고, 특히 바람직하게는 $25\text{--}80 \text{ g/cm}$ 일 수 있다.

전사 롤러(922)는 코어 금속(923)과 전기 전도성 탄성 층(924)을 포함한다. 전기 전도성 탄성층(924)은 예를 들어, 10^6 내지 $10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ 의 체적 저항을 갖도록 전기 전도성 탄소와 같은 전기 전도성 물질을 선택적으로 함유하는 폴리우레탄 수지 또는 에틸렌-프로필렌-디엔 삼량체[ethylene-propylene-diene terpolymer (EPPM)]일 수 있다. 코어 금속(923)에는 정전압 전원(928)으로부터 바이어스 전압이 공급된다. 바람직한 바이어스 조건은 0.1 내지 $50 \mu\text{A}$ 의 전류값과, 100 내지 5000 V , 바람직하게는 500 내지 4000 V 의 전압(절대 값)을 포함한다.

본 발명에 의해 생산된 토너는 제9도에 도시된 바와 같은 접촉 전사 수단을 포함하는 화상 형성 장치에 응용될 때 특히 양호한 전사 특성을 나타낸다.

본 발명이 이하에 실례들을 중심으로 더 자세히 설명된다. 부 및 %는 조성을 무게에 따라 설명하는 데 사용된다.

[실시예 1]

[조성물 A]

스티렌-엔-부틸 아크릴레이트 공중합체

100부

$$[d(\text{비중}) = 1.05, M_w(\text{숫자 평균 분자량}) = 35 \times 10^4, D_{av}(\text{분말 형태의 평균}$$

$$\text{입자 크기}) = \text{약 } 250 \mu\text{m}]$$

산화 자철 입자

60부

$$(d = \text{약 } 5, D_{av} = \text{약 } 0.2 \mu\text{m})$$

에틸렌-프로필렌 공중합체

4부

$$[d = \text{약 } 1, M_n(\text{숫자 평균 분자량}) = \text{약 } 3000]$$

모노아조 염료 크롬 복합체

3부

$$(d = \text{약 } 1, D_{av} = \text{약 } 3 \mu\text{m})$$

상기 성분의 조성물(이하에 조성물 A로 기재된다)이 용융-반죽-분쇄 공정을 거쳐 $11 \mu\text{m}$ 의 $D_{w,av}$ (무게 평

균 입자 크기)를 갖는 자성 토너로 형성되었다. 그후 100부의 자성 토너와 0.6부의 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카 미세 분말(S_{BET} (BET 비표면적) = $200 \text{ m}^2/\text{g}$, 10 중량%의 디메틸실리콘 오일로 처리됨)이 헨셀(Henschel) 혼합기에서 3분 동안 혼합되어 소수성 실리카 미세 분말이 외부에서 가해진 자성 토너를 형성하고, 형성된 자성 토너는 많은 수의 시트상의 화상 형성을 실행하기 위해 제7도에 도시된 바와 같은 화상 형성 장치 내로 도입된다.

화상 형성후, 100부의 자성 토너와 1.2부의 실리콘 오일 처리 소수성 실리카 미세 분말을 포함하는 폐기 토너가 제7도에 도시된 클리닝 장치(614)에서 회수되었다. 회수된 토너 입자들 상의 소수성 실리카 미세 분말은 약 $40 \text{ m}\mu$ 의 평균 제2입자 크기를 나타내었다. 이러한 방식으로 회수된 토너의 실리카 함량은 현상제 컨테이너(602)에 공급된 토너에서의 함량과 상이했으며, 이는 약간의 소수성 실리카 미세 분말이 화상 형성 토너 입자들과 함께 전사되지 않고 감광 드럼(603) 상에 선택적으로 잔류했기 때문이다.

167 중량부의 상기 조성물 A와, 토너 입자 표면에 수반된 소수성 실리카 미세 분말을 함유하는 15부의 회수된 토너와, 이후에 설명되는 분류 단계에서 분리된 60부의 미세 분말($D_w.\text{av.}$ = 약 $6 \text{ }\mu\text{m}$)이 헨셀 혼합기에서 이하의 조건하에 건조 혼합되었다.

혼합 용기 체적 : 300 리터

혼합된 재료의 무게 : 80 kg

교반 블레이드의 회전 속도 : 300 rpm

교반 시간 : 2분

헨셀 혼합기 내에서는 토너 재료의 부착이 사실상 관찰되지 않았다.

상기 예비 혼합물은 한 쌍의 스크루를 갖는 압출기[L(반축 축 길이)/D(직경)비 = 30]을 통해 110°C 의 가열과 180 rpm의 축 회전 속도하에 용융 반죽되었다. 만들어진 반죽은 냉각후 해머 밀에 의해 약 100 내지 $1000 \text{ }\mu\text{m}$ 의 크기를 갖는 입자들로 분쇄되었으며 그후 [호소카와 마이크로 가부시끼가이샤(Hosokawa Micron K.K.)로부터 입수 가능한] AMC 분쇄기에 의해 약 $50 \text{ }\mu\text{m}$ 로 분쇄되었다.

이와 같이 얻어진 분쇄된 제품은 그후 제5도에 도시된 분류 분쇄 시스템으로 도입되어 제1분류기(9)[공기 압 분류기 DS-10VR 니폰 뉴매틱 고교 가부시끼가이샤(Nippon Pneumatic Kogyo K.K.)로부터 입수가능]에 채워지고, 제1분쇄기로부터의 조대 부분은 미분기(8)[Jet Mill PMJ-I-10, 니폰 뉴매틱 고교 가부시끼가이샤로부터 입수가능]에 의해 미세하게 분쇄되고, 그후 제1분류기(9)로 재순환된다. 반면 제1분류기(9)로부터의 미세 분말 부분은 계량 피더(10)에 공급되어 진동 피더(3)를 통해 코안다(Coanda) 효과를 이용하는 복수 분배식 분류기(1)[엘보우 제트 EJ-45-3(Elbow Jet EJ-45-3), 닛테쓰 고교 가부시끼가이샤(Nittetsu Kogyo K.K.)로부터 입수가능]로 도입되어 조대 분말, 중간 분말 및 미세 분말로 분류되었다. 조대 분말은 계량 피더(2b)를 통해 제1분류기(9)로 재순환되었고, 미세 분말은 예비 혼합 단계로 재순환되었다. 분류된 중간 분말은 $D_w.\text{av.}(D_4)$ = $11.5 \text{ }\mu\text{m}$ 를 나타내었다.

약간의 토너 입자들이 마이크로톰[울트라컷 N(Ultracut N) 라인하르트 캄파니(Reinhardt Co.)로부터 입수가능]에 의해 얇게 절단되어 투과형 전자 현미경[H-800, 히다찌 가부시끼가이샤(Hitachi K.K.)로부터 입수가능]으로 관찰되었고 개개의 재료들이 매우 양호하게 분산된 것으로 관찰되었다.

총 30 kg의 위와 같이 얻어진 100부의 자성 토너와 0.6부의 실리콘 오일 처리 소수성 실리카 미세 분말이 150 리터의 혼합 용기 체적을 갖는 헨셀 혼합기에 채워지고 토너 입자들에 소수성 실리카 미세 분말을 수반하는 자성 토너를 마련하기 위해 1500 rpm의 교반 속도로 3분 동안 혼합되었다.

그후 위와 같이 마련된 자성 토너는 제7도에 도시된 것과 같고 이하의 방식으로 화상 형성에 사용되는 상업적으로 입수가능한 레이저 비임 프린터[LBP- 811, 캐논 가부시끼가이샤(Canon K.K.)생산]의 장치 유니트(토너 카트리지)에 통합되었다. OPC 감광 드럼이 -700 V 에서 일차적으로 대전되고 반전 현상을 위한 정전잠상이 그 위에 형성된다. 토너는 현상 위치에서 감광 드럼으로부터의 여유 간격($300 \text{ }\mu\text{m}$)을 형성하기 위해(자석을 포함하는) 현상 슬리브(606)상에 층으로 형성된다. 교류 바이어스($f = 1,800 \text{ Hz}$, $V_{\text{RP}} = 1,600 \text{ V}$)와 직류 바이어스($V_{\text{DC}} = -500 \text{ V}$)가 슬리브에 인가되고, -170 V 의 명부 전위를 갖는 정전 화상이 반전 현상 모드에서 현상되어 OPC 감광 드럼에 자성 토너 화상을 형성하였다. 그와 같이 형성된 토너 화상은 양의 전사 전압의 인가하에 백지 전사되고 그 후 고온 가압 롤러 정착기를 통과함으로써 백지에 정착된다.

이러한 방식으로 이어지는 화상 형성이 통상 온도, 습도(23.5°C 내지 상대 습도 60 %)하에 필요에 따라 자성 토너를 보충하면서 6000장까지 수행되었다.

화상들은 맥베스(MacBeth) 반사 덴시토미터에 의해 측정된 화상 밀도와, 반사 측정기[도쿄 덴쇼꾸 가부시끼가이샤(Tokyo Denshoku K.K.) 제조]에 의해 측정된 백색도(Whiteness)에 관해 꺾은 백색 화상이 인쇄된 백지와 새 백지 사이의 비교에 의해 측정된 흐림(fog)과, 제10도에 도시된 체커(checker) 패턴의 화상 형성후의 점 재현성(dot reproducibility)에 관해 평가되었다. 그 결과는 이후에 나타나는 표1에 기재되어 있다.

유사한 화상 형성 시험이 고온 다습 환경(32.5°C , 상대 습도 85 %), 저온 건조 환경(10°C , 상대 습도 15 %) 환경에서 수행되었다. 그 결과도 또한 표 1에 기재되어 있다.

[실시예 2]

[조성물 B]

스티렌-2-에틸헥실 아크릴레이트 공중합체	100부
산화 자철 입자	100부
저분자량 폴리프로필렌	2부
다이알킬살리실 산 크롬 복합체	2부

실시에 1에서와 마찬가지로 상기 성분의 조성물(B)로부터 자성 토너(Dw.av. = $6.5 \mu\text{m}$)가 얻어졌다. 그 후 100부의 자성 토너와 1.2부의 실리콘 오일 처리 소수성 실리카 미세 분말이(약 50 m μ 의 평균 제2입자 크기로 토너 입자상에 존재하는) 외부에서 첨가된 소수성 실리카 미세 분말을 갖는 자성 토너를 얻기 위해 실시예 1과 동일한 방식으로 헨셀 혼합기에서 건조 혼합되었다. 그 후 외부에서 첨가된 소수성 실리카 미세 분말을 갖는 20부의 자성 토너와 이어지는 분류 단계에서 회수된 반죽되고 분쇄된 조성물(B)의 100부의 미세 분말(Dw.av. = 약 $4.2 \mu\text{m}$)이 204부의 조성물(13)과 함께 헨셀 혼합기에서 실시예 1에서와 동일한 방식으로 예비 혼합되었다.

그 결과로서 헨셀 혼합기 내에서 토너 재료의 부착이 사실상 관찰되지 않았다.

그 후 만들어진 예비 혼합물은 Dw.av. (D_4) = $6.5 \mu\text{m}$ 인 자성 토너를 얻기 위해 다른 점에서는 실시예 1과 같은 방식이나 23의 L/D비를 갖는 단일 스크루 압출기를 통해 용융 반죽되었다.

만들어진 토너 입자들은 실시예 1과 동일하게 마이크로톰으로 얇게 자르고 투과 전자 현미경을 통해 관찰한 결과 개개의 성분이 매우 양호하게 분산된 것을 나타내었다.

100부의 자성 토너와 0.5부의 실리콘 오일 처리 소수성 실리카 미세 분말이 토너 입자에 소수성 실리카 미세 분말을 수반하는 자성 토너를 마련하기 위해 헨셀 혼합기에서 혼합되었다.

별도로, 상업적으로 입수가 가능한 레이저 빔 프린터(LBP-811, 캐논 가부시끼가이샤 제조)가 제6도에 도시된 바와 같이 우레탄 고무로 만들어진 탄성 블레이드가 30 g/cm의 접촉 압력으로 알루미늄 현상 슬리브에 접촉되는 프린터로, 그 장치 유니트(토너 카트리지)에 관해 개조되었다.

그 후 위와 같이 마련된 자성 토너는 개조된 레이저 비임 프린터에 통합되고 실시예 1에서와 같은 방식으로 화상 형성에 사용되었다. 그 결과도 또한 표 1에 기재되어 있다.

[실시예 3]

[조성물 C]

스티렌-엔-부틸 아크릴레이트 공중합체	100부
산화 자철 입자	80부
에틸렌-프로필렌 공중합체	4부
모노아조 염료 크롬 복합체	3부

상기 성분을 갖는 조성물(C)로부터 다른 점에서는 실시예 1과 같은 방식으로 자성 토너가 준비되었다. 헥사메틸디실라제인(hexamethyldisilazane)(10 중량%)과 실리콘 오일(10 중량%)로 연이어 처리된 100부의 자성 토너와 0.5 부의 소수성 실리카 미세 분말이 실시예 1에서와 동일한 방식으로 헨셀 혼합기에서 건조 혼합되어 자성 토너를 마련하였고, 토너는 제7도에 도시된 화상 형성 장치 내로 도입되어 다수의 시트에 화상 형성을 실행하였다.

화상 형성후 100부의 자성 토너에 외부에서 첨가된 헥사메틸디실라제인과 실리콘 오일로 처리된 0.6부의 소수성 실리카 미세 분말을 포함하는 폐기 토너가 제7도의 클리닝 장치(614)에서 회수되었다. 토너 입자의 소수성 실리카 미세 분말은 약 $45 \mu\text{m}$ 의 평균 제2입자 크기를 나타내었다.

15부의 회수된 토너와, 이리지는 분류 단계에서 회수되고 D_{av} = 약 0.5 mm로 성형되는 3부의 조성물(C)의 미세 분말(Dw.av. = 약 $5.8 \mu\text{m}$)과, 187부의 조성물(C)이 헨셀 혼합기에 위치되어 실시예 1에서와 동일한 방식으로 예비 혼합되었다.

그 결과로서, 헨셀 혼합기내에서 토너 재료의 부착이 사실상 관찰되지 않았다.

그 후 만들어진 예비 혼합물은 Dw.av. (D_4) = $9.2 \mu\text{m}$ 를 갖는 자성 토너를 얻기 위해 다른 점에서는 실시예 1과 같은 방식이나 40의 L/D비를 갖고 한 쌍의 스크루를 갖는 압출기를 통해 용융 반죽되었다.

만들어진 토너 입자들은 실시예 1과 동일한 방식으로 마이크로톰으로 얇게 자르고 투과 전자 현미경으로 관찰한 결과 개개의 성분들이 매우 양호하게 분산된 것을 나타내었다.

헥사메틸디실라제인과 실리콘 오일로 연이어 처리된 100부의 자성 토너와 0.5부의 소수성 실리카 미세 분말이 그 토너 입자에 소수성 실리카 미세 분말을 수반하는 자성 토너를 마련하기 위해 헨셀 혼합기에서

혼합되었다. 그 후 자성 토너는 실시예 1에서와 같은 방식으로 화상 형성 시험을 거쳤다. 그 결과도 또한 표 1에 기재되어 있다.

[실시예 4]

[조성물 D]

스티렌-2-에틸헥실 아크릴레이트 공중합체	100부
산화 자철 입자	60부
저분자량 폴리프로필렌	4부
모노아조 염료 크롬 복합체	3부

실시예 1에서와 마찬가지로 자성 토너(Dw.av. = 11.5 μm)는 조성물 B의 성분으로부터 얻었다. 100부의 자성 토너와 0.6부의 디메틸디클로실란 처리된 소수성 실리카 미세 분말은(약 30 m μ 인 평균 제2입자 크기로 토너 입자에 마련된) 외부적으로 첨가된 소수성 실리카 미세 분말을 갖는 자성 토너를 얻기 위해 실시예 1에서와 동일한 방식으로 헨셀 혼합기 내에서 건식 혼합하였다. 외부 첨가된 소수성 실리카 미세 분말을 갖는 120부의 자성 토너와, 반죽 및 분쇄되어 분류 단계에서 회수된 10부의 조성물 D의 미세 분말(Dw.av. = 약 4 μm)을 실시예 1에서와 동일한 방식으로 헨셀 혼합기 내에서 167부의 조성물 D와 함께 예비 혼합하였다.

그 결과, 헨셀 혼합기 내에 토너 재료가 부착되지 않았다.

이렇게 얻어진 예비 혼합물을 Dw.av.(D₄) = 11.5 μm 를 갖는 자성 토너를 얻도록 실시예 1에서의 방식과는 달리 L/D가 16인 2중 나사 압출기를 통해서 용융 반죽하였다.

상기 토너 입자들은 마이크로톰 및 실시예 1에서와 동일한 방식으로 투과전자현미경을 통한 관찰에 의해 슬라이싱한 결과로서 각 성분들의 양호한 분산을 보여준다.

100부의 자성 토너와 0.6부의 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 소수성 실리카 미세 분말을 반송하는 자성 토너를 토너 입자 상에 마련하기 위해 헨셀 혼합기 내에서 혼합하였다. 그 다음에, 자성 토너를 실시예 1에서와 동일한 방식으로 화상 형성 시험을 하였다. 그 결과도 표 1에 나타내었다.

[비교 실시예 1]

조성물 A를 실시예 1에서의 방식과는 달리 단독으로 예비 혼합하였다. 그 결과, 토너 재료들 사이의 산화 자철은 헨셀 혼합기의 날개들에 부착되었다. 이렇게 얻어진 예비 혼합물을 Dw.av(D₄) = 11.5 μm 인 자성 토너를 얻도록 실시예 1에서와는 달리 L/D = 14인 2중 나사 압출기를 통해서 용융 반죽하였다.

상기 토너 입자들은 마이크로톰 및 실시예 1에서와 동일한 방식으로 투과 전자현미경을 통한 관찰에 의해 슬라이싱한 결과로서 작은 덩어리의 산화 자철의 미세한 등급을 보여 준다.

100부의 자성 토너와 0.6부의 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 소수성 실리카 미세 분말을 반송하는 자성 토너를 토너 분말 상에 마련하도록 헨셀 혼합기 내에서 혼합하였다. 그 다음에, 자성 토너를 실시예 1에서와 동일한 방식으로 화상 형성 시험을 하였다. 그 결과도 표 1에 나타내었다.

[비교 실시예 2]

204부의 조성물 B와, 반죽 및 분류되어 분류 단계에서 회수된 100부의 조성물 B의 미세 분말과, 0.2부의 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 그 자체로서 실시예 1에서와 동일한 방식으로 헨셀 혼합기 내에 위치시켜 예비 혼합하였다. 그 결과, 어느 정도의 토너 재료가 헨셀 혼합기 내측에 부착되었다. 그 다음에, Dw.av(D₄) = 6.4 μm 인 자성 토너를 실시예 1에서와 동일한 방식으로 마련하였다.

상기 토너 입자들은 마이크로톰 및 실시예 1에서와 동일한 방식으로 투과 전자현미경을 통한 관찰에 의해 슬라이싱된 결과로서 큰 덩어리의 산화 자철을 포함하는 것을 보여준다.

100부의 자성 토너와 0.5부의 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 소수성 실리카 미세 분말을 반송하는 자성 토너를 토너 입자 상에 마련하기 위해 헨셀 혼합기 내에서 혼합하였다. 그 다음에, 자성 토너를 실시예 1에서와 동일한 방식으로 화상 형성 시험을 하였다. 그 결과도 표 1에 나타내었다.

[표 1]

		23.5℃-60%RH		32.5℃-85%RH	10℃-15%RH		도트*1
		D _{Ref} (화상농도)		D _{Ref} 최종치	D _{Ref} 최종치	포그*2	
		초기치	최종치				
실시예	1	1.43	1.41	1.40	1.43	○	○
	2	1.45	1.42	1.41	1.45	○	○
	3	1.43	1.42	1.40	1.44	○	○
	4	1.42	1.30	1.40	1.38	○△	○
비교실시예	1	1.45	1.37	1.39	1.23	○△	○△
	2	1.42	1.25	1.27	1.21	△×	×

*1 : 도트 재생도의 평가 표준

○ : 100 도트당 2개 이하의 결함

○△ : 100 도트당 3 내지 5개의 결함

△ : 100 도트당 6 내지 10개의 결함

× : 100 도트당 11개 이상의 결함

[전사 시험]

실시예 1 내지 4와 비교 실시예 1 및 2에서 마련된 자성 토너는 감광 드럼상에 형성된 토너 화상을 무광지(P)에 전사하기 위한 전사 롤러(922)를 포함하는 화상 형성 장치에 각기 도입하여 특히 전사 누락을 평가하기 위해 A4 사이즈의 무광지 상에 약 3 mmH × 2 mmW의 크기인 영문자의 화상을 형성하였다.

각 토너는 다음의 표와 같은 결과를 보였다.

[표 2]

		전사 누락
실시예	1	◎
	2	◎
	3	◎
	4	△
비교 실시예	1	△
	2	○

전사 누락은 다음의 표준에 따라 100개의 문자 화상 중에서 현저한 전사 누락을 일으킨 문자의 수효로서 평가하였다.

◎ : 0 내지 5개 문자

○ : 6 내지 10개 문자

△ : 11개 이상의 문자

[실시예 5]

[조성물 E]

스티렌-엔-부틸 아크릴레이트 공중합체 100부

($d = 1.05$, $M_w = 35 \times 10^4$, $D_{av} = \text{약 } 250 \mu\text{m}$)

산화 자철 입자 100부

($d = \text{약 } 5$, $D_{av} = \text{약 } 0.2 \mu\text{m}$)

에틸렌-프로필렌 공중합체 3부

($d = \text{약 } 1$, $M_n = \text{약 } 3000$)

모노아조 염료 크롬 복합체 2부

($d = \text{약 } 1$, $D_{av} = \text{약 } 3 \mu\text{m}$)

자성 토너를 실시예 1에서와 달리 상기 성분을 갖는 조성물 E로부터 마련하였다. 100부의 자성 토너 및 1.2부의 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 실시예 1에서와 동일한 방식으로 헨셀 혼합기 내에서 건식 혼합하여 자성 토너를 마련하며, 이 자성 토너를 다량의 시트 상에 화상을 형성하도록 제7도에 도시된 것처럼 화상 형성 장치에 도입하였다.

화상 형성 후에, 100부의 자성 토너에 외부적으로 첨가된 3부의 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 포함하는 폐기 토너를 제7도의 클리닝 기구(614)에서 회수한다. 토너 입자 상의 소수성 실리카 미세 분말은 약 $40 \mu\text{m}$ 의 평균 제2입자 크기를 갖는다.

15부의 회수 토너와 205부의 조성물 C를 헨셀 혼합기 내에 위치시켜 실시예 1에서와 동일한 방식으로 예비 혼합한다.

상기 예비 혼합물을(반축축의 길이 L/길이 D = 30인) 2중 나사 압출기를 통해서 100°C 및 200 rpm의 축 회전 속도 하에서 용융 반축한다. 이렇게 반축된 제품을 $D_{av}(D_4)$ 가 $7.0 \mu\text{m}$ 인 자성 토너를 얻도록 실시예 1에서와 동일한 방식으로 분쇄 및 분류한다.

일부 토너 입자들은[라인하르트 캄파니(Reinhardt Co.)로부터 입수할 수 있는 울트라컷 엔(Utracut N)과 같은] 마이크로통에 의해 슬라이스되며, 이렇게 슬라이스된 표면들은(히다찌 가부시끼가이샤로부터 입수가능한 H-800과 같은) 투과 전자현미경을 통해서 관찰되는데 각각의 재료들은 매우 양호하게 분산된다.

100부의 상기에서 얻은 자성 토너와 1.2부의 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 헨셀 혼합기 내에서 건식 혼합하여 소수성 실리카 미세 분말을 반송하는 자성 토너를 토너 입자 상에 마련한다.

이와 별도로, 상업적으로 입수가능한(캐논 가부시끼가이샤에서 제조한 LBP- 811과 같은) 레이저 비임 프린터는 제6도에 도시된 것처럼(토너 카트리지인) 그의 장치 유니트에 대해 개장되어 하나로 되며, 여기에서 우레탄 고무로 된 탄성 블레이드는 30 g/cm 의 접촉 압력으로 알루미늄 현상 슬리브에 인접하게 된다.

상기 자성 토너는 개장된 레이저 비임 프린터에 탑재되어 하기의 방식으로 화상 형성에 사용된다. OPC 감광 드럼은 -700 V 로 우선 대전되고, 반전 현상을 위한 정전 잠재 화상이 상기 드럼 상에 형성된다. 이 현상제는 현상 위치에서 감광 드럼으로부터($300 \mu\text{m}$ 의) 틈새를 형성하도록(자석을 포함하는) 현상 슬리브 상의 하나의 층으로 형성된다. 교류 바이어스($f = 1,800 \text{ Hz}$, $V_{RP} = 1,600 \text{ V}$) 및 직류 바이어스($V_{DC} = -500 \text{ V}$)가 슬리브에 인가되고 -170 V 의 광부 전위를 갖는 정전 화상은 OPC 감광 드럼 상에 자성 토너 화상을 형성하도록 반전 현상 모드에 의해 현상된다. 이렇게 형성된 토너 화상은 양화 전사 전압이 인가되는 상태하에서 무광지에 전사되고, 그 다음에 고압 롤러 정착기를 통과함으로써 무광지에 정착된다.

이 방법에서, 필요한 양의 자성 토너를 보충해 주면서 정상 온도 및 정상 습도(23.5°C 및 $60\% \text{RH}$) 상태에서 6000 매까지 연속 화상 형성을 수행할 수 있다.

이 화상들을 맥베스 반사 농도계에 의해 측정된 화상 농도와, (도교 덴쇼꾸 가부시끼가이샤가 제조한 것과 같은) 반사계에 의해 측정된 백색도(whiteness)에 대해 순백 화상이 프린트된 무광지와 새로운 무광지를 비교함으로써 측정된 포그와, 제10도에 도시된 검사기 패턴의 화상 형성 후의 도트 재생도에 대해 평가하였다. 그 결과를 표 3에 나타내었다.

유사한 화상 형성 시험을 높은 온도 및 높은 습도(32.5°C 및 $85\% \text{RH}$) 상태와, 낮은 온도 및 낮은 습도(10°C 및 $15\% \text{RH}$) 상태에서 수행하였다. 그 결과도 표 3에 나타내었다.

[실시예 6]

[조성물 F]

스티렌-2-에틸헥실 아크릴레이트 공중합체	100부
산화 자철 입자	60부
저분자량 폴리프로필렌	3부
디알킬살리실릭산 크롬 복합체	3부

실시에 1에서와 유사하게 상기 성분을 갖는 조성물 F로부터 자성 토너($D_{w,av} = 12 \mu m$)를 얻었다. 100부의 자성 토너와 1.2부의 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 실시에 1에서와 동일한 방식으로 헨셀 혼합기 내에서 건식 혼합하여(약 $50 m\mu$ 인 평균 제2입자 크기로 토너 입자 상에 마련된) 외부적으로 첨가된 소수성 실리카 미세 분말을 갖는 자성 토너를 얻었다. 그 다음에, 외부적으로 첨가된 소수성 실리카 미세 분말을 갖는 85부의 자성 토너를 실시에 1에서와 동일한 방식으로 헨셀 혼합기 내에서 166부의 조성물 F와 함께 예비 혼합하였다.

그 결과, 헨셀 혼합기 내에 토너 재료가 부착되지 않았다.

그 다음에, 상기 예비 혼합물을 실시에 1에서와는 다르게 L/D가 22인 단일 나사 압출기를 통해서 용융 반죽하여 $D_{w,av} (D_4) = 12.0 \mu m$ 인 자성 토너를 얻었다.

상기 토너 입자들은 마이크로톰 및 실시에 1에서와 동일한 방식으로 투과전자현미경을 통한 관찰에 의한 슬러리상의 결과로서 각 성분들의 양호한 분산을 보였다.

100부의 자성 토너와 0.5부의 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 헨셀 혼합기 내에서 혼합하여 소수성 실리카 미세 분말을 반응하는 자성 토너를 토너 입자 상에 마련하였다. 이 자성 토너는 레이저 비임 프린터(LBP-811)의 장치 유닛(토너 카트리지)에서 대전되어 실시에 1에서와 동일한 방식으로 화상을 형성하게 된다. 그 결과도 표 3에 나타내었다.

[실시에 7]

[조성물 G]

스티렌-엔-부틸 아크릴레이트 공중합체	100부
산화 자철 입자	80부
에틸렌-프로필렌 공중합체	4부
모노아조 염료 크롬 복합체	2부

자기 토너는 실시에 1과 동일한 방법으로 상기와 같은 다른 조성의 조성물 G로부터 준비되었다. 다수의 시트상에 화상을 형성하도록 제7도에 도시된 바와 같은 화상 형성 장치 내로 유입될 자기 토너를 제공하기 위해 실시에 1과 동일한 방법으로, 100부의 자기 토너와, 헥사메틸디실라제인과(10 중량%) 실리콘 오일(10 중량%)로써 연속적으로 처리된 0.9부의 소수성 실리카의 미세한 분말이 헨셀 혼합기(Henschel mixer) 내에서 건조 혼합되었다.

화상 형성 후에, 100부의 자기 토너에 외부 첨가된 헥사메틸디실라제인과 실리콘 오일로써 처리된 소수성 실리카 미세 분말의 2.2부를 포함하는 페토너는 제7도의 세척 장치(614) 내에서 회복되었다. 토너 입자 상에 소수성 실리카 미세 분말은 평균적으로 대략 $45 \mu m$ 의 평균 제2입자의 크기를 나타내고 있다.

회복된 토너의 15부와 조성물 G의 186부를 헨셀 혼합기 내에 배치되었고, 실시에 1과 동일한 방법으로 예비 혼합되었다.

그리고 나서, 평균 직경(D_4)이 $9.2 \mu m$ 인 자기 토너를 얻도록 실시에 1과 동일한 방법으로 길이-직경비(L/D ratio)가 40인 쌍나사(twin-screw) 압출기를 통해 최종의 예비 혼합물이 용융 반죽되었다.

마이크로톰(microtome)으로 절개하고 실시에 1과 동일한 방법으로 투과 전자현미경으로 관찰함으로써 최종의 토너 입자가 각각의 요소에 대해 아주 양호한 분산도를 갖는다는 것을 알 수 있었다.

자기 토너의 100부와, 헥사메틸디실라제인과 실리콘 오일로써 연속 처리된 0.5부의 소수성 실리카의 미세 분말은 토너 입자 상에 소수성 실리카의 미세 분말 수반하는 자기 토너를 제공하기 위해 헨셀 혼합기 내에서 혼합되었다. 그리고 나서, 이 자기 토너는 실시에 1과 동일한 방법으로 화상 형성 시험을 받았다. 그 결과를 표 3에 도시하였다.

[실시에 8]

[조성물 H]

스티렌-엔-부틸 아크릴레이트 공중합체	100부
산화 자철 입자	65부
저분자량 폴리프로필렌	4부
모노아조 염료 크롬 복합체	3부

실시에 1과 유사하게, (평균 직경이 11.5 μm 인) 자기 토너는 상기 조성의 조성물 H로부터 얻었다. 그리고 나서, 자기 토너의 100부와 디메틸디클로로실란 처리된 소수성 실리카의 미세 분말의 0.6부는(평균적으로 대략 30 $\text{m}\mu$ 의 제2입자 크기의 토너 입자상에 존재하는) 소수성 실리카의 미세 분말을 외부 첨가한 자기 토너를 얻기 위해 실시에 1과 동일한 방법으로 헨셀 혼합기 내에서 건조 혼합되었다. 이후, 소수성 실리카의 미세 분말이 외부 첨가된 자기 토너의 100부는 실시에 1과 동일한 방법으로 헨셀 혼합기 내에서 조성물 H의 172부와 함께 예비 혼합되었다.

그리고 나서, 평균 직경(D_4)가 11.5 μm 인 자기 토너를 얻도록 실시에 1과 동일한 방법으로 길이-직경비가 16인 쌍스크류 압출기를 통해 최종의 예비 혼합물이 용융 반죽되었다.

마이크로톰으로 절개하고 실시에 1과 동일한 방법으로 전자현미경으로 관찰함으로써 최종의 토너 입자가 각각의 요소에 대해 아주 양호한 분산도를 갖는다는 것을 알 수 있다.

자기 토너의 100부와 실리콘 오일 처리된 소수성 실리카의 미세 분말의 0.6부는 토너 입자 상에 소수성 실리카의 미세 분말을 수반하는 자기 토너를 제공하기 위해 헨셀 혼합기 내에서 혼합되었다. 그리고 나서 이 자기 토너는 실시에 1과 동일한 방법으로 화상 형성 시험을 받았다. 그 결과를 역시 표 3에 도시하였다.

[표 3]

		23.5℃-60%RH		32.5℃-85%RH	10℃-15%RH		도트*1
		D _{Ref} (화상농도)		D _{Ref} 최종치	D _{Ref} 최종치	포그*2	
		초기치	최종치				
실시예	5	1.45	1.43	1.40	1.43	○	○
	6	1.43	1.42	1.41	1.45	○	○
	7	1.43	1.43	1.41	1.43	○	○
	8	1.42	1.40	1.39	1.38	○△	○

(57) 청구의 범위

청구항 1

예비 혼합물을 제공하는 단계와, 반죽된 제품을 얻기 위해 상기 예비 혼합물을 용융 반죽하는 단계와, 발색된 수지 고형체를 얻기 위해 상기 반죽된 제품을 냉각하는 단계와, 분쇄된 제품을 얻기 위해 발색된 수지 고형체를 분쇄하는 단계와, 토너 입자를 얻기 위해 분쇄된 제품을 분류하는 단계를 포함하는 전자사진 토너를 제조하는 방법에 있어서, 상기 예비 혼합물은 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자와, 결합제 수지 입자 및 발색제를 포함하는 토너 개시 재료를 혼합함으로써 제공되는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 수지 입자를 얻기 위해 예비 혼합전 수지 입자의 표면에 외부 첨가되는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 실리카 미세 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 소수성 실리카 미세 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 실리콘 오일로 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 소수성 산화 티타늄 미세 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 실리콘 오일로 처리된 소수성 산화 티타늄 미세 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 최대 100 nm의 제2입자 크기를 나타내는 형태로 예비 혼합 전 수지 입자에 수반 또는 함유되는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 분쇄된 제품은 최소한 조대 분말, 중간 분말, 및 미세 분말로 분류되고, 상기 분류된 미세 분말은 예비 혼합 단계로 재순환되는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 10

제1항에 있어서, 무기 미세 분말을 수반하거나 또는 함유하는 상기 수지 입자는 예비 혼합물의 1 내지 50 중량%의 비율로 함유되어 있는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 11

제9항에 있어서, 상기 재순환된 미세 분말과 상기 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자는 예비 혼합물의 총 2 내지 60 중량%의 비율로 함유되어 있는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 상기 재순환된 미세 분말과 상기 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자는 예비 혼합물 내에서 1:20 내지 20:1의 중량비로 함유되어 있는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 13

제1항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 실리콘 오일로 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 포함하고, 상기 소수성 실리카의 미세 분말은 최대 100 nm의 평균 입자 크기를 갖는 제2입자의 형태로 수지 입자의 표면에 수반되도록 미리 수지 입자와 건식 혼합되고, 상기 무기 미세 분말을 수반하는 수지 입자와 결합제 수지 입자와 발색제가 예비 혼합되는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 14

제1항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 실리콘 오일로 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 포함하고, 상기 소수성 실리카 미세 분말은 최대 100 nm의 평균 입자 크기를 갖는 제2입자의 형태로 수지 입자의 표면에 수반되도록 미리 수지 입자와 건식 혼합되고, 상기 소수성 실리카의 미세 분말 및 수지 입자들의 건식 혼합체는 수지 입자로 성형되고, 무기 미세 분말을 함유하는 최종의 수지 입자와 결합제 수지 입자와 발색제는 예비 혼합되는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 15

제1항에 있어서, 상기 결합제 수지 입자는 10 내지 1000 μm 의 수 평균 입자 크기를 갖는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 16

제1항에 있어서, 상기 발색제는 최대 3 μm 의 수 평균 입자 크기를 갖는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 17

제1항에 있어서, 상기 예비 혼합물은 토너 재료 결합제 수지 입자 100 중량부와, 발색제 2 내지 150 중량부와, 무기 미세 분말 0.1 내지 5 중량부와, 상기 무기 미세 분말을 함유하는 수지 입자 1 내지 50 중량부를 함유하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 18

제1항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 실리카 미세 분말을 포함하고, 상기 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자는 토너 입자를 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 19

제18항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 소수성 실리카 미세 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 20

제18항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 실리콘 오일로 처리된 소수성 실리카 미세 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 21

제1항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 산화 티타늄 미세 분말을 포함하고, 상기 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자는 토너 입자를 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 22

제21항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 소수성 산화 티타늄 미세 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 23

제21항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 실리콘 오일로 처리된 소수성 산화 티타늄 미세 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 24

제5항에 있어서, 상기 실리카 미세 분말 100 중량부는 실리콘 오일 1 내지 35 중량부로 처리되는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 25

제7항에 있어서, 상기 산화 티타늄 미세 분말 100 중량부는 실리콘 오일 1 내지 35 중량부로 처리되는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 26

제1항에 있어서, 상기 무기 미세 분말은 실리콘 오일로 처리되고, 상기 결합제 수지 입자와 발색제와 그리고 실리콘 오일로써 처리된 무기 미세 분말을 수반 또는 함유하는 수지 입자는 다수의 교반 블레이드를 구비한 혼합기에 의해 전단력을 받으면서 예비 혼합되는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 27

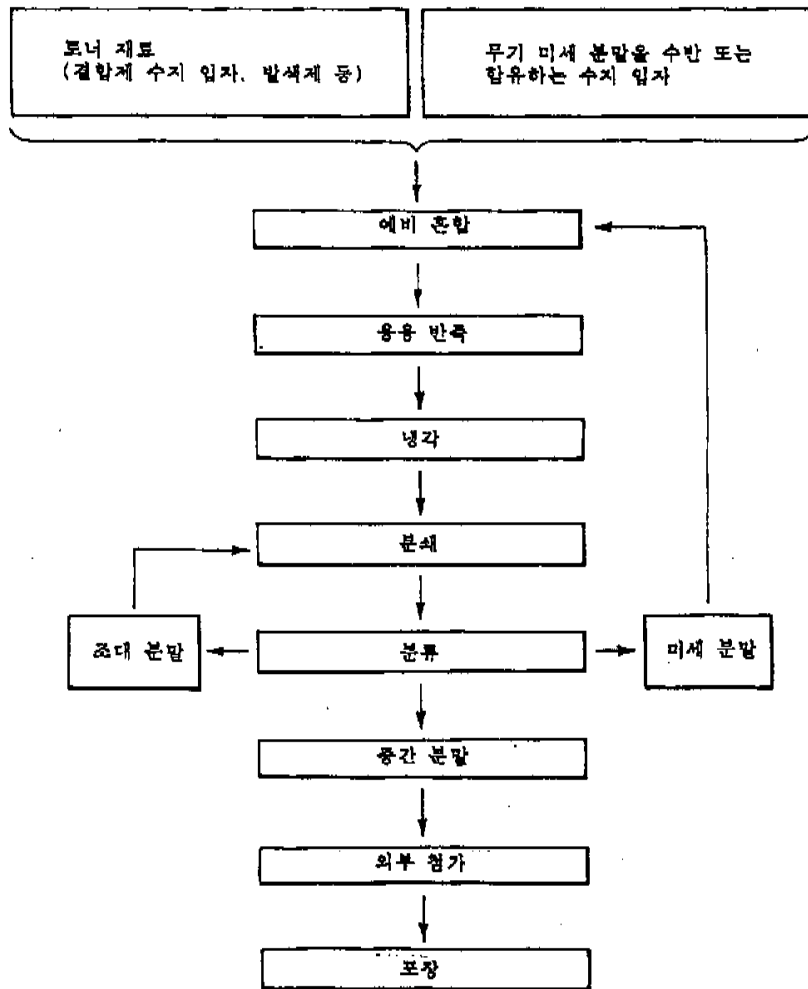
제1항에 있어서, 상기 예비 혼합물은 17 내지 50의 길이-직경비를 만족하는 반죽 축의 길이(L) 및 직경(D)을 갖는 압출기에 의하여 용융 반죽되는 것을 특징으로 하는 토너 제조 방법.

청구항 28

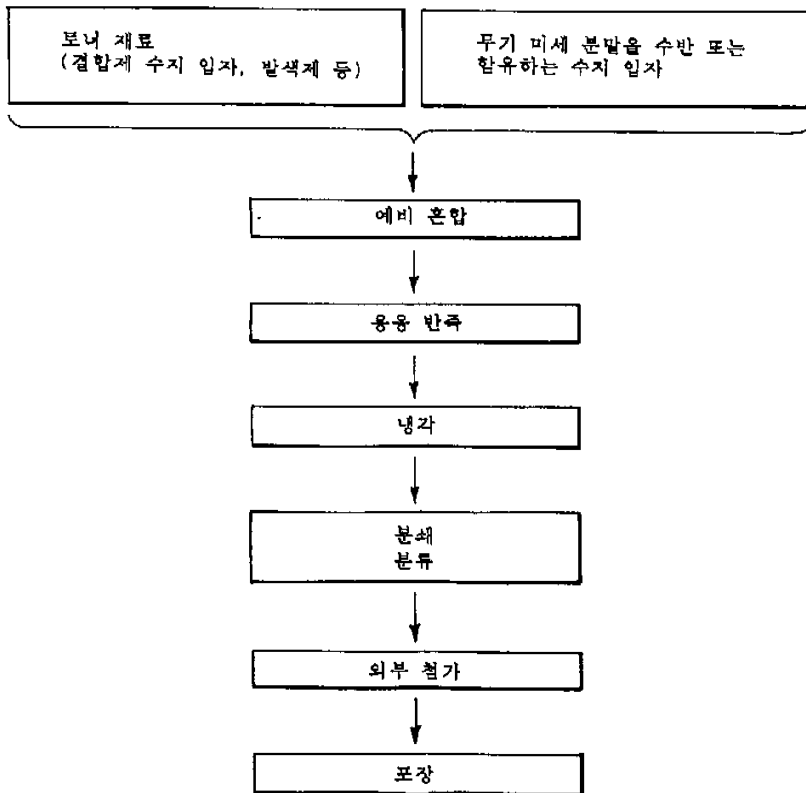
결합제 수지와 발색제와 무기 미세 분말을 각각 함유하며 제1항 내지 제27항 중의 어느 한 항에 의한 방법에 의해 얻을 수 있는 토너 입자를 포함하는 것을 특징으로 하는 전자사진 토너.

도면

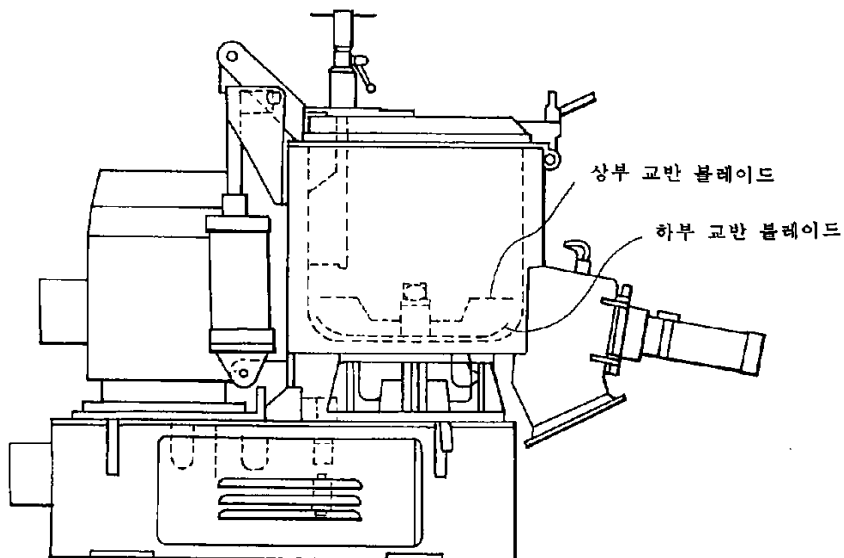
도면1



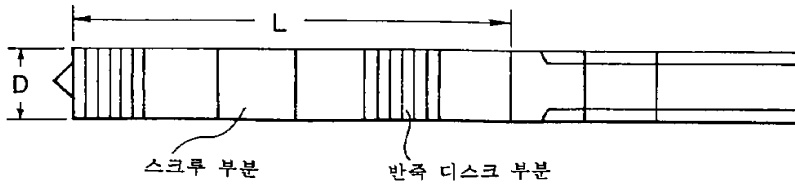
도면2



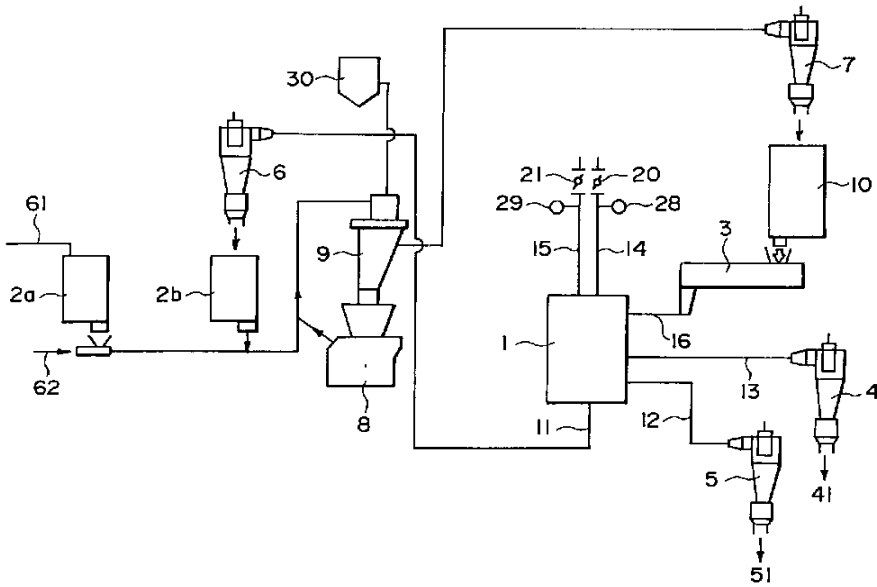
도면3



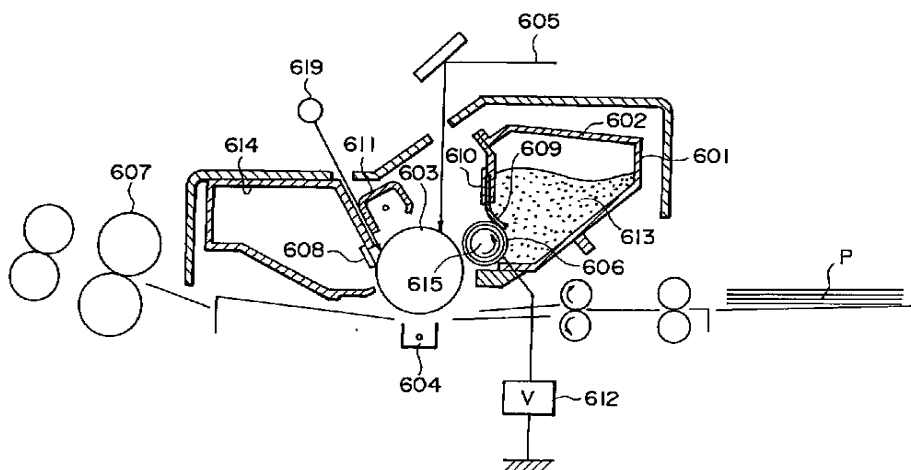
도면4



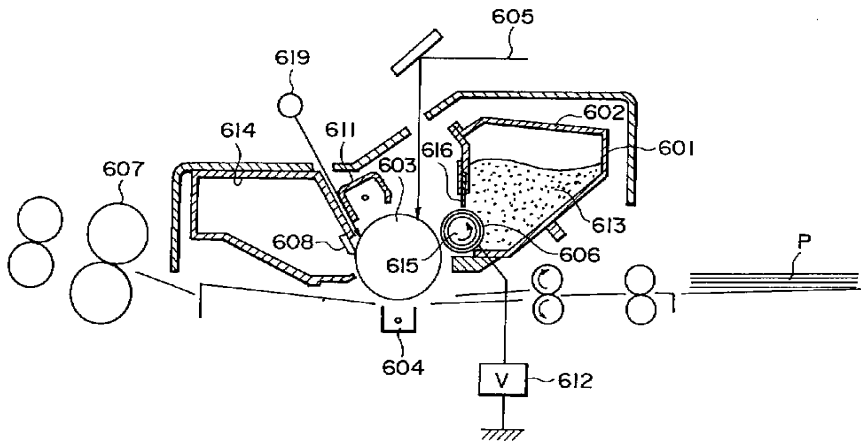
도면5



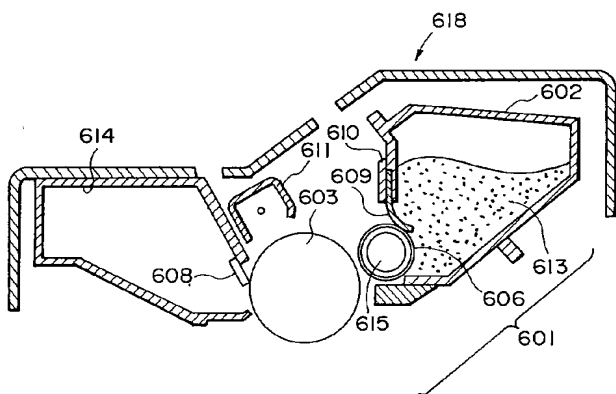
도면6



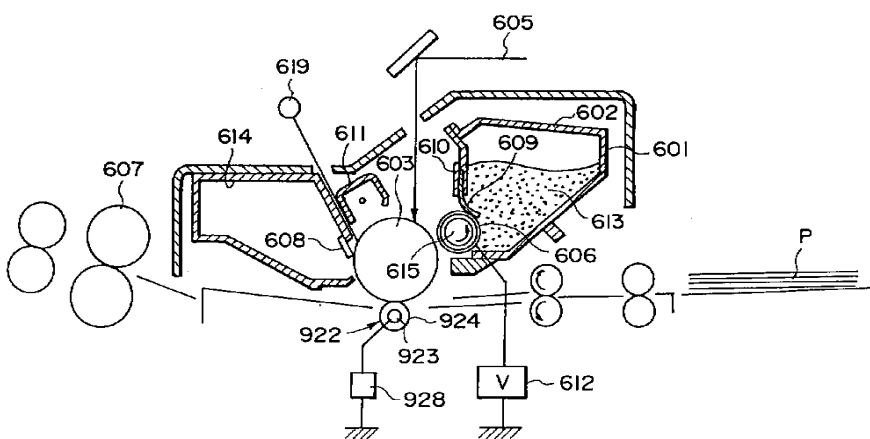
도면7



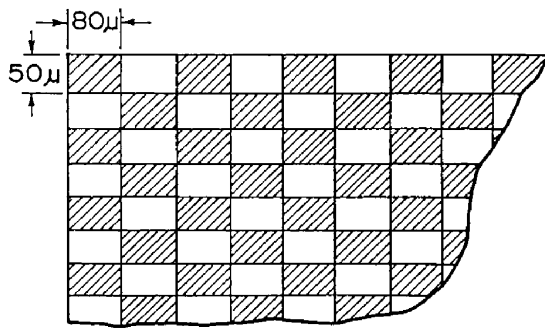
도면8



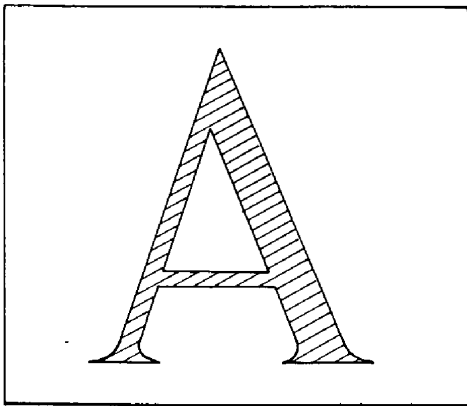
도면9



도면10



도면11a



도면11b

