

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權美國 1997年3月6日 08/812,788 ☒有 ☐無主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

發明背景

1. 發明範圍

本發明係關於一種電荷改性之金屬氧化物，更特定而言，係關於電荷改性之金屬氧化物及併有彼之調色劑及顯影劑組合物。

2. 相關技藝背景

於電子攝影術中其含靜電場圖樣(亦被稱作靜電潛像)之影像通常為非均勻強度，乃被形成在電攝影元件之絕緣表面上。此絕緣表面乃含有光電導層及導電基板。此靜電潛像可藉先前形成於絕緣表面上之均勻強度靜電場部份強度之影像光感應發散而形成。典型上，靜電潛像乃利用潛像與通常含有著色劑之調色劑組合物進行接觸，以後續顯影成調色劑影像。此調色劑影像隨後乃被轉移至諸如紙之轉移介質並利用加熱和/或加壓固定在其之上。最後步驟係涉及清潔來自電子攝影元件之殘餘調色劑。

其使用於電子攝影術之乾式調色劑組合物係被分成含調色劑之單一成份系統，其一般含具有著色劑分散其間之黏著劑樹脂、及含調色劑及載體之雙成份組合物。電荷控制劑通常也以調色劑樹脂熔化混合，以能於使用中控制調色劑之充電性。為使調色劑組合物在複製時能具有製程適用性，其乃被要求需具有優良流動性、抗結塊性、固著性、充電性、清潔性等。為改良此等性質，特別是流動性、抗結塊性、及充電性，超微粒無機微粒乃經常被添加至調色劑組合物中。

五、發明說明(2)

無機微粒之分散性在調色劑組合物特性中乃具有重大之影響。分散性差的微粒係傾向無法獲得所需之流動性、充電性及抗結塊性之效果改良，或因其清潔不夠而傾向造成調色劑微粒附著在感光器，其乃造成影像缺陷。

可利用諸如薰煙氧化矽之無機性微粒於調色劑組合物中提供良好之分散性、流動性、及抗結塊性。不幸地，未經處理之薰煙氧化矽正常乃帶有負摩擦電荷，其傾向嚴重地降低可充正電之調色劑組合物之充電性。因為氧化矽也會影響可充負電之調色劑之電荷，其使可充負電之調色劑之設計及使用變為複雜。薰煙氧化矽之強負電荷乃藉由隨環境變化所展現之大充電性變化而負面影響可充正及負電之調色劑組合物之再現性，其造成影像品質之變動。

於克服此問題所作之努力當中，氧化矽微粒係以諸如胺矽烷、胺官能基矽膠油、聚丙烯酸酯、四銨鹽等不同化合物進行表面處理，以形成可充正電之氧化矽微粒。請見 Suematsu 等人之美國專利案 4,680,245 號、Heinemann 等人之美國專利案 4,902,570 號、Tripp 等人之美國專利案 5,376,172 號、及 Nishihara 等人之美國專利案 5,486,420 號，其係有與膠體的氧化矽一起使用於調色劑配方之各式表面處理劑。

雖已有許多電荷影響或控制添加劑被知曉，其仍餘留能賦予或協助正電荷被賦予至調色劑或顯影劑組合物中之調色劑微粒之替代性添加劑的需要。此外，其具有改良之批至批再現性及無副產物之電荷影響或控制添加劑乃仍然持

五、發明說明(3)

續有此需求，因此即可降低變動性及製造成本。再者，其仍餘留能在調色劑及顯影劑組合物中提供良好分散性、流動性、充電性及抗結塊性之改良添加劑之需求。

發明概述

本發明係指向一種電荷改性之金屬氧化物，其含具有經環矽氮烷處理之金屬氧化物。此金屬氧化物可為氧化矽、氧化鋁、氧化銻、氧化鍺、氧化鈦、氧化鋇、及其混合物。

電荷改性之金屬氧化物係被發現具有改良之批至批再現性並且無副產物，因此其乃降低變動性及製造成本。

本發明亦指向帶正電之調色劑組合物，其含有樹脂微粒、至少一種染色劑、含具有經環矽氮烷處理之金屬氧化物之電荷改性金屬氧化物，並利用傳統混合技術組合此等產品而製造。其亦揭示一種含上述載體微粒及調色劑之顯影劑組合物。

再者，其仍遺留能在調色劑及顯影劑組合物中提供良好分散性、流動性、充電性及抗結塊性之改良添加劑需求。

本發明乃進一步指向成像方法，其包括於帶負電之光電導成像構件上形成靜電潛像，並以含樹脂微粒、至少一種著色劑、及具有經環矽氮烷處理之電荷改性之金屬氧化物之調色劑組合物影響其顯影，並在其後使已顯影之影像轉移至適當基板之步驟。

附圖之簡單說明

圖1係示出調色劑之流動性，其由靜止角所決定。

五、發明說明(4)

圖2係示出根據本發明其含0.5%自由流動添加劑之顯影劑摩擦電荷行為，其以電荷與質量比(微庫侖/克)於y軸上及輥磨時間於x軸上來表示。

圖3係示出根據本發明其含0.75%自由流動添加劑之顯影劑摩擦電荷行為，其以電荷與質量比(微庫侖/克)於y軸上及輥磨時間於x軸上來表示。

圖4係示出根據本發明其含0.25%自由流動添加劑之顯影劑摩擦電荷行為，其以電荷與質量比(微庫侖/克)於y軸上及輥磨時間於x軸上來表示。

圖5係示出根據本發明其含0.5%自由流動添加劑之顯影劑摩擦電荷行為，其以電荷與質量比(微庫侖/克)於y軸上及輥磨時間於x軸上來表示。

發明之詳細說明

本發明係指向電荷改性之金屬氧化物，其包含具有經環矽氮烷處理之金屬氧化物。

本發明之金屬氧化物係選自氧化矽、氧化鋁、氧化鈾、氧化鍺、氧化鈦、氧化鋇及其混合物。此外，此金屬氧化物可為混合或共薰煙產物。金屬氧化物為薰煙、共薰煙或沈澱材料較佳，或可為包含例如氣凝膠、氧化矽-凝膠、靜電凝膠、水凝膠等以凝膠處理之材料。金屬氧化物可利用該等熟習於此技藝者所知之技藝製造。例如，薰煙金屬氧化物的製造為一種已明確記載的方法，其涉及於氫氧焰之中以適當進料蒸氣(諸如氯化鋁用於薰煙氧化鋁，及四氯化矽用於薰煙氧化矽)之水解反應。粗球狀熔融微粒乃

五、發明說明 (5)

形成於燃燒過程中，其直徑視過程參數而會有所不同。此等熔融圓球典型稱作主微粒，其利用遭遇在其接觸點處之碰撞而彼此熔合形成分枝、三維鏈狀骨粒。因主微粒間之熔合，骨粒的形成乃被認為是不可逆的。於冷卻及聚集期間骨粒係遭遇其它碰撞，其造成某些機械性糾結而形成集塊。此等集塊被認為是藉由凡德瓦力鬆弛地被固定在一起並且是可逆，也就是說其在適當的介質中可利用適當分散除去集塊。

其亦可利用該等熟習於此技藝者所知之傳統技術製造混合或共薰煙，其包括例如授予 Ettlinger 等人之 GB 2296915A 號，此規格乃完整併於本文以列為參考。

可利用傳統技術製造沈澱金屬氧化物，而典型上係在高鹽濃度、酸或其它凝結劑之影響下由水性介質藉所需微粒之凝結而形成。微粒乃經過濾、清洗、乾燥並利用該等熟習此技藝者所知之傳統技術使其与其它反應產物之殘留物分離。

例如氣凝膠、靜電凝膠、水凝膠及其它凝膠之凝膠基材料的製造，係為該等熟習此技藝者所熟知並能利用傳統技術加以完成，其例如 Aboutboul 等人之美國專利案 3,652,214 號、Balducci 等人之美國專利案 5,270,027 號、Kistler 之美國專利案 2,188,007 號、及 Heley 等人所揭示其標題為"以衍生自四氯化矽之凝膠之超臨界乾燥製備之微細低密度氧化矽粉末"，非晶系固體期刊，186, 30-36 (1995 年) 文件，該等揭示乃完整併於本文以列為參考。

五、發明說明(6)

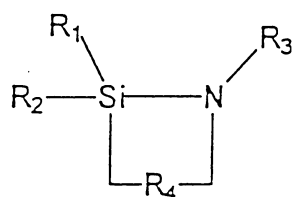
其含金屬氧化物骨粒之主球形微粒尺寸係決定其表面積。金屬氧化物之表面積可利用 S. Brunauer、P.H. Emmet、及 I. Teller 之氮吸附法加以測量，美國化學學會期刊，第 60 卷，309 頁(1938 年)，而其乃通稱為 BET 法。金屬氧化物典型之 BET 值範圍係由 40 米²/克至約 1000 米²/克，而較佳係介於 50 米²/克至約 400 米²/克之間。雖有許多可經商業取得之金屬氧化物能適合，其具有介於 100 米²/克至約 350 米²/克之間表面積之 CAB-O-SIL[®] 薰煙氧化矽乃較佳，其可由依利諾伊州 Tuscola 之 Cabot 公司之 Cab-O-Sil 支部取得。

環矽氮烷之製備乃被該等熟習此技藝者所熟知並可利用許多傳統技術完成。本發明中 useful 之環矽氮烷代表實例乃包括該等利用胺(甲胺)與線性雙官能基矽烷之環化反應製備，其產品及過程乃進一步詳述於 Speier 之美國專利案 3,146,250 號、King 等人之美國專利案 5,110,967 號及美國專利案 5,239,099 號兩者、及由 Speier 等人所揭示其標題為"(3-胺基烷基)矽化合物之合成"，有機化學期刊，第 36 卷，21 號，3120-3126 頁(1971 年)、及由 M.G.Voronkov 等人所揭示其標題為"1-氮-2-矽非環化戊烷之新穎合成方法"，有機金屬化學期刊，第 406 卷，87-89 頁(1991 年)之文件中，該揭示乃完整併於本文以列為參考。可交替利用胺基烷基烷氧矽烷之基質觸媒環化反應製備環矽氮烷，其乃描述於 Pepe 等人之美國專利案 5,354,880 號中，該揭示係完整併於本文以列為參考。環矽氮烷乃能另外以分子間矽氮化

五、發明說明(7)

作用進行製備，其示於並描述於Tachikawa之美國專利案5,281,736號及美國專利案5,281,737號兩者及由Tamao等人所揭示其標題為"丙烯胺之鉑催化分子內矽氫化作用：1-氮-2-矽非環化丁烷之形成及對-2-胺基醇立體選擇合成之應用"，有機化學期刊，第55卷，3438-3439頁及"於利用鉑及銻錯合物催化之丙烯醇及丙烯胺之部位及立體選擇分子內矽氫化作用之氙標記研究"，有機金屬期刊，第12卷，2297-2308頁(1993年)中，該揭示乃完整併於本文以列為參考。

於一較佳具體實施例中，其使用於本發明之環矽氮烷係以下式表示：

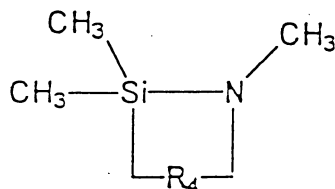


其中 R_1 及 R_2 係獨立選自包括：氫、鹵素、烷基、烷氧基、芳香基、及芳氧基； R_3 係選自包括氫、 $(CH_2)_nCH_3$ ，其中 n 是介於0及3之間的正整數、 $C(O)(CH_2)_nCH_3$ ，其中 n 是介於0及3之間的正整數、 $C(O)NH_2$ ； $C(O)NH(CH_2)_nCH_3$ ，其中 n 是介於0及3之間的正整數、及 $C(O)N[(CH_2)_nCH_3](CH_2)_mCH_3$ ，其中 n 及 m 是介於0及3之間的正整數，而 R_4 係以式 $[(CH_2)_a(CHX)_b(CYZ)_c]$ 表示，其中 X 、 Y 及 Z 係獨立選自包括：氫、鹵素、烷基、烷氧基、芳香基、及芳氧基，而 a 、 b 及 c 為介於0及6之間的正整數，其滿足 $(a+b+c)$ 等於

五、發明說明(8)

2及6之間的正整數之條件。

環矽氮烷具有下式之五或六構件環乃更佳；



其中 R_4 係以 $[(\text{CH}_2)_a(\text{CHX})_b(\text{CYZ})_c]$ 表示，其中 X、Y 及 Z 係獨立選自包括：氫、鹵素、烷基、烷氧基、芳香基、及芳氧基，而 a、b 及 c 為介於 0 及 6 之間的正整數，其滿足 $(a+b+c)$ 等於 2 及 6 之間的正整數之條件。

電荷改性之金屬氧化物可利用該等熟習此技藝者所知之乾式或溼式技術製備，其將於金屬氧化物表面上提供分佈均勻之環矽氮烷。例如，乾式處理法能包括在流動床反應器中攪動或混合金屬氧化物及環矽氮烷。交替的濕式處理法可包括使金屬氧化物分散在溶劑中以形成金屬氧化物泥漿，並使環矽氮烷添加至泥漿以改善具環矽氮烷之金屬氧化物表面。此外，改善之金屬氧化物可利用批式或連續製程製備，其中係使乾的金屬氧化物與液態或氣態環矽氮烷充分混合。於較佳之具體實施例中，後續使混合物在足以使金屬氧化物表面性質獲得改善之溫度下保持一段時間。典型上，於約 25°C 至 200°C 之溫度範圍保持一段介約 30 分鐘及約 16 小時之間的期間乃被發現較適當。於一較佳具體實施例中，於約 80°C 至 100°C 之溫度範圍保持一段介約 30 分鐘及約 2 小時之間的期間係被發現能有效改良金屬氧

五、發明說明(9)

化物的性質。

本發明之金屬氧化物係以足夠水平之環矽氮烷處理，以達到特定調色劑或顯影劑組合物所需之自由流動屬性及其電荷影響。一般而言，以足夠達到介於0.01重量%及2.75重量%之間氮元素之環矽氮烷量所處理過之金屬氧化物，已被發現能賦予所需之自由流動屬性及其電荷影響。於一較佳具體實施例中，金屬氧化物係以足夠產生介約0.08重量%及1.75重量%之間氮元素含量之環矽氮烷量進行處理，其更佳乃介於約0.2重量%及1.1重量%之間。

此外，可使金屬氧化物接受其它的表面處理以賦予金屬氧化物之表面疏水性。處理劑及處理程度將視所需之疏水程度及其它特性而有所變化。適當的處理劑乃包括，例如有機聚矽氧烷、有機矽氧烷、有機矽氮烷、有機矽烷、鹵素有機聚矽氧烷、鹵素有機矽氧烷、鹵素有機矽氮烷、或鹵素有機矽烷，其包括該等揭示並描述於GB 2296915A號，其規格係完整併於本文以列為參考。較佳之處理劑乃包括二甲基二氯矽烷、三甲基氧辛矽烷、六甲基二矽氮烷及聚二甲基矽氧烷。諸此之其它處理乃能以類似方式利用經以上揭示之乾式或濕式技術進一步以較佳之處理劑使電荷改性之金屬氧化物接受其它疏水處理。其被認為，在以環矽氮烷處理之前可交替首先使金屬氧化物表面接受疏水性處理。

於一較佳具體實施例中，乃利用傳統之尺寸減小技術粉碎電荷改性之金屬氧化物，以減小及窄化金屬氧化物之平

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (10)

均集塊尺寸。適當的設備乃包括，例如球磨機、研磨機、噴射研磨機、插銷研磨機等。典型而言，其具有介約0.05微米至約200微米之間平均集塊尺寸之電荷改性金屬氧化物乃被發現適用於本發明。於一較佳具體實施例中，其具有介約1微米至約30微米之間平均集塊尺寸之電荷改性金屬氧化物，諸此範圍係被發現能改良乾燥電荷改性之金屬氧化物在調色劑組合物中之分散性，因此其能將更均勻分佈及塗覆之金屬氧化物有效提供至調色劑樹脂微粒。交替地，可同時以環矽氮烷處理電荷改性之金屬氧化物然令其接受尺寸減少技術處理乃在本發明的範圍內。

本發明乃進一步指向含上述電荷改性之金屬氧化物之帶正電調色劑及顯影劑組合物。

其被選用供本發明之調色劑及顯影劑組合物用之調色劑樹脂的範例包括聚醯胺、聚烯、苯乙烯丙烯酸鹽、苯乙烯甲基丙烯酸樹脂、苯乙烯丁二烯、交聯苯乙烯聚合物、環氧樹脂、聚胺基甲酸乙酯、乙烯樹脂，其包括二或多個乙烯基單體、聚酯及其混合物之均聚物或共聚體。特定之樹脂微粒可為含苯乙烯之均聚物及其衍生物及共聚體，其諸如聚苯乙烯、聚-對-氯苯乙烯、聚乙烯甲苯、苯乙烯-對-氯苯乙烯共聚體、苯乙烯-乙烯甲苯共聚體、苯乙烯及丙烯酸酯之共聚體，諸如苯乙烯-甲基丙烯酸樹脂鹽共聚體、苯乙烯-乙基丙烯酸鹽共聚體、苯乙烯-正-丁基丙烯酸鹽共聚體、苯乙烯-2-乙基己基丙烯酸鹽共聚體；苯乙烯及諸如苯乙烯-乙基甲基丙烯酸樹脂、苯乙烯-乙基甲基

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (11)

丙烯酸樹脂、苯乙烯-正-丁基甲基丙烯酸樹脂、苯乙烯-2-乙基己基甲基丙烯酸樹脂之甲基丙烯酸樹脂酸酯之共聚體；苯乙烯、丙烯酸酯及甲基丙烯酸酯之多成份共聚體；苯乙烯與其它乙烯基單體之苯乙烯共聚體，諸如苯乙烯-丙烯晴共聚體、苯乙烯-乙烯甲酯共聚體、苯乙烯-丁二烯共聚體、苯乙烯-乙烯甲酮共聚體、苯乙烯-丙烯晴-茛共聚體、苯乙烯-丁烯二酸酯共聚體、聚甲基甲基丙烯酸樹脂、聚丁基甲基丙烯酸樹脂、聚乙烯醋酸鹽、聚乙烯丁酸、聚丙烯酸樹脂、酚樹脂、脂肪或脂環族碳氫樹脂、石油樹脂、氣石蠟，其可為單獨或為混合物。用於本發明之調色劑組合物之其它類型的合適樹脂將為該等熟習此技藝者所知。樹脂微粒一般存在之有效量典型上係介於60至約95重量%之間。

廣大範圍之傳統著色顏料、染料、或顏料與染料之組合色係能使用於本發明。著色劑可為藍、棕、諸如碳黑之黑、青藍、綠、紫羅藍、紫紅、紅、黃、及其混合色。著色顏料及染料之適合等級乃包括，例如蔥琨、酞花青藍、酞花青綠、二偶氮、單偶氮、吡蔥酮、(perylene)、異環黃、quiacridones、及(硫)錠類。著色劑一般存在的量乃足以將所需顏色提供至調色劑組合物。一般而言，著色劑存在的量由約1重量%至約30重量%，然而，可選用較少或較多量的著色劑。

亦能和本發明之調色劑組合物混合或摻混之可選擇的其它添加劑乃包括載體添加劑：諸如四銨鹽、吡錠鹽、硫酸

五、發明說明 (12)

鹽、磷酸鹽、及羧鹽之其它正或負電荷控制劑；助流添加劑；矽膠油；諸如可經商業取得之聚丁烯及聚乙烯；及其它已知之添加劑。一般而言，此等添加劑存在的量由約0.05重量%至約30重量%，然而，可視特定系統及所需性質而選擇較少或較多量的添加劑。

可利用用於乾式摻混粉末之傳統設備使本發明之電荷改性之金屬氧化物與調色劑樹脂微粒混合或摻混。一般而言，電荷改性之金屬氧化物存在的量於約0.01重量%至約10重量%之範圍內，然而，可視特定系統及所需性質而選擇較少或較多量的著色劑。於一較佳具體實施例中，電荷改性之金屬氧化物存在的量於約0.05重量%至約5重量%之範圍內，其更佳係於約0.25重量%至約1.0重量%。諸此量乃被發現能將有效自由流動屬性提供至調色劑組合物然卻能保持或正面影響組合物之帶電性質。

調色劑組合物可利用多種已知方法加以製備，諸如混合及加熱樹脂微粒、電荷改性之金屬氧化物、著色劑、可選擇之電荷強化添加劑及在傳統調色劑擠製裝置及相關設備中之其它添加劑。其它方法乃包括噴塗乾燥法、熔融分散法、擠製法、分散聚合法、懸浮聚合法，可選擇隨後接著機械研磨並分類以提供具有所需尺寸及微粒分佈之調色劑微粒。

本發明之調色劑組合物可單獨使用於單成份顯影劑或和適當的雙成份顯影劑混合。其能用以形成顯影劑組合物之載質溶液可選自不同材料。諸此材料典型乃包括以薄層膜

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (13)

形成樹脂過度覆蓋之載質核蕊微粒及核蕊微粒，以協助建立與所使用之調色劑間正確的摩擦電性關係及電荷水平。其用於雙成份調色劑組合物之適當載質乃包括鐵粉、玻璃珠、無機鹽結晶、肥粒鐵粉末，鎳粉末，典型皆以諸如環氧樹脂或氟碳樹脂之樹脂塗層加以塗覆。

本發明乃進一步指向成像方法，其包括在帶負電之光電導成像構件上形成靜電潛像，並以含樹脂微粒、至少一種著色劑、及具有經環矽氮烷處理之電荷改性之金屬氧化物之調色劑組合物影響其顯影，並在之後將已顯影的影像轉移至適當基板。

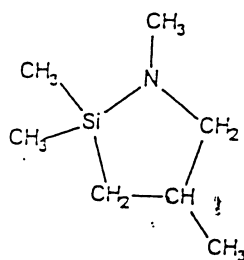
簡而言之，本發明係指向電荷改性之金屬氧化物，其含有以環矽氮烷處理過之金屬氧化物，並指向併有彼之調色劑及顯影劑。電荷改性之金屬氧化物乃被發現較以矽烷偶合劑所處理過之氧化物具有許多之優點，其包括良好的批至批再現性、一致性及最少或無副產物。環矽氮烷乃被均勻塗覆或被連接至金屬氧化物之表面，或視需要可對其部份或完全進行處理。結果，其變動性及製造成本實質上乃被降低。此外，因環狀結構之反應特性，其製程係容許金屬氧化物之表面處理或改善可在溫和的處理條件之下進行。電荷改性之金屬氧化物乃被發現能將良好的分散性、流動性、充電性及抗結塊性提供至調色劑及顯影劑組合物中。

本發明也將另外利用以下實例進行說明，其係企圖說明發明之特性而並非被考慮為限定此發明之範圍。

五、發明說明(14)

實例 1電荷改性之金屬氧化物之製備

本發明之電荷改性之金屬氧化物，係利用於室溫之下以 16 克具約 325 米²/克 BET 表面積之 CAB-O-SIL[®] HS-5 燻煙氧化矽(可自伊利諾依州 Tuscola 之 Cabot 公司取得)充電圓柱金屬壓力槽而製備。燻煙氧化矽乃在 200°C 之下於空氣中在未經密封的槽中乾燥約 16 小時。隨後密封該槽並在乾氮之緩慢洗滌下冷卻至室溫。當此槽及其含有物達到室溫時，停止氮氣洗滌而此槽乃被保留在稍微正之乾氮壓力之下。利用注射唧筒及 50 毫升配有鐵弗龍[®]樹脂針頭之氣密式注射筒，約 19 克的環矽氮烷乃具有以下結構：



其在乾氮氣氛之下後續被連續地添加至經用力攪動、密封的槽中超過 10 分鐘的期間。環矽氮烷可根據美國專利案 3,146,250 號進行製備。於添加環矽氮烷完成後連續攪動另外的 20 分鐘。於氮氣下密封該槽並使其保留在室溫約 16 小時及後續在 90°C 之下加熱約 16 小時。所得產物為電荷改性之燻煙氧化矽。

實例 2電荷改性之金屬氧化物之製備

五、發明說明 (15)

本發明之電荷改性之金屬氧化物，除電荷改性之薰煙氧化矽另外以六甲基二矽氮烷處理外，其係利用實例1中所揭示之程序製備，其如下：以乾氮滌清描述在實例1中其含160克CAB-O-SIL® HS-5薰煙氧化矽及19克環矽氮烷產品的圓柱形壓力槽10分鐘，隨後使其置於稍微之乾氮靜壓之下。後續利用注射唧筒使約22克之六甲基二矽氮烷添加至密封、經用力攪動的槽中10分鐘的期間。於添加六甲基二矽氮烷完成後持續攪動10分鐘。隨後於90℃之下加熱該密封槽約16小時。後續以乾氮藉由滌清將氮及多餘的六甲基二矽氮烷移除，並徐緩將其加熱至約125℃，並在約125℃下保持約3小時。所得產物為電荷改性之疏水性薰煙氧化矽。

實例3

電荷改性之金屬氧化物之製備

本發明之電荷改性之金屬氧化物係由經先前之六甲基二矽氮烷處理過之薰煙氧化矽製備，其如下：將178克之CAB-O-SIL® TS-530疏水性薰煙氧化矽粉末(可自依利諾伊州Tuscola之Cabot公司取得)填裝於圓柱形壓力槽內。於200℃下之空氣中使該薰煙氧化矽乾燥約16小時。使槽仍在熱狀態下傳遞至鈍態氣氛之護套箱並容許其冷卻。於相同之護套箱內其含約4.6克具有實例1所示結構之環矽氮烷之小玻璃缸，乃被多孔性實驗薄紙緊密覆蓋，該薄紙係可被環矽氮烷蒸氣滲透過但無法被薰煙氧化矽滲透。小心將此缸置放在含乾燥TS-530之金屬槽內。隨後將此槽緊密地

五、發明說明 (16)

密封並使其保留在室溫下約16小時，隨後於60°C下使其乾燥約4小時。所得產物為電荷改性之疏水性薰煙氧化矽。

實例 4

電荷改性之金屬氧化物之製備

本發明之電荷改性之金屬氧化物，係利用使約133克具有約115米²/克BET表面積之薰煙氧化鋁粉末(可自依利諾伊州Tuscola之Cabot公司取得)填裝至圓柱形金屬槽進行製備。使薰煙氧化鋁於200°C之空氣中於未經密封的槽中乾燥約40小時。隨後將此槽密封並在乾氮之徐緩滌清下冷卻至室溫。當此槽及其含有物達到室溫時，停止氮之滌清並使此槽保持在稍微正壓之乾氮下。然在該槽冷卻時，製備含19.4克六甲基二矽氮烷及19.4克環矽氮烷之溶液，其結構乃示於圖1。利用注射唧筒及配有鐵弗龍®樹脂針頭之50毫升氣密式注射器，使約16克六甲基二矽氮烷及環矽氮烷溶液連續添加至冷卻、用力攪動的槽中約10分鐘的期間。於添加矽氮烷之混合物完成後，持續攪動另外一個10分鐘。密封此槽並使其保持在室溫之下約16小時。隨後將金屬槽之含有物傳遞至5公升的摩爾頓燒瓶，其中過剩的矽氮烷及氮係在徐緩之氮氣滌清下利用攪動及加熱至約150°C時移除。所得產物為電荷改性之薰煙氧化鋁。

實例 5

電荷改性之金屬氧化物之製備

五、發明說明(17)

本發明之電荷改性之金屬氧化物係利用如下之溼式法進行製備：將五升四頸之摩爾頓燒瓶裝配機械攪拌器(玻璃桿，鐵弗龍[®]樹脂葉片)、鐵弗龍[®]非黏附塗覆熱電偶、液體添加漏斗、及水冷式凝固器在貝瑞特捕集器之頂部。將用以建立並保持於乾燥、鈍態氣體氣氛下之氣體入口管路連接至水冷式凝固器頂部。將約3.4升之乾甲苯及約117克具有約325米²/克BET表面積之CAB-O-SIL[®] HS-5薰煙氧化矽粉末(可自依利諾伊州Tuscola之Cabot公司取得)填裝至此裝置。立即開始機械攪動所得泥漿並持續於整個處理過程。當攪動開始時，以乾氮滌清反應槽一段短的時間，隨後使其在藉起泡裝置所建立之稍微正壓之氮氣下進行密封。後續將反應槽之含有物加熱至甲苯之回流溫度下並在水被收集於貝瑞特捕集器中時保持在此溫度之下。當沒有水能被收集在貝瑞特捕集器時，停止加熱並容許反應槽的含有物後續冷卻至約83℃。於添加漏斗中以約95毫升之乾甲苯使約29克其結構示於實例1之環矽氮烷稀釋。將此溶液以滴下方式添加至反應槽約20分鐘的期間，在該期間反應槽之含有物溫度係降至82℃。於乾氮氣氛下使機械攪動持續另外約16小時，然而容許該槽之含有物冷卻至室溫。停止攪動並將泥漿傳遞至22升之單頸燒瓶，以在真空之下於Büchi Rotovapor[®]旋轉式蒸發器上利用旋轉蒸發法使溶劑移除。所得產物為電荷改性之薰煙氧化矽。

實例6電荷改性之金屬氧化物之製備

五、發明說明 (18)

本發明之電荷改性之金屬氧化物，乃利用將約12克具有約200米²/克BET表面積之CAB-O-SIL[®] PTG薰煙氧化矽粉末(可自依利諾伊州Tuscola之Cabot公司取得)填裝至圓柱形玻璃槽進行製備，進入至其底部係被多孔性玻料密封。圓柱槽頂部之上乃為具有接地玻璃接點之可移除的頭，其利用維東[®]合成橡膠O-形環密封至該槽，因此其容許薰煙氧化矽能在完全被控制之氣氛下進行處理。使結構賦予於實例1約7克之環矽氮烷置於浸漬在油浴中於70℃下平衡之小圓形底燒瓶中。使緩慢流動之乾氮通過進入此密封燒瓶，而隨後使其通過玻料並進入室溫之下含有薰煙氧化矽之圓柱槽內。利用此方式保持此過程約2小時，環矽氮烷揮發並以在乾氮中被稀釋的蒸氣方式傳遞通過乾燥薰煙氧化矽床。所得產物為電荷改性之薰煙氧化矽。

實例7

電荷改性之金屬氧化物之製備

本發明之電荷改性之金屬氧化物，係利用將約70克其具有約200米²/克BET表面積之CAB-O-SIL[®] PTG薰煙氧化矽粉末(可自依利諾伊州Tuscola之Cabot公司取得)填裝至具有寬口螺旋頂蓋之塑膠瓶內進行製備。利用注射器將約32克其結構賦予於實例1之環矽氮烷添加至此瓶，並將此瓶以螺旋頂緊密地密封。搖動此瓶約30秒鐘，隨後將其置於塗料滾輪上並滾動約16小時，後續將其傳遞至玻璃槽並在100℃至150℃之間加熱16小時以移除任何未經反應之環矽氮烷。所得產物為電荷改性之薰煙氧化矽。

五、發明說明 (19)

實例 8調色劑之製備

黑色調色劑粉末係利用熔融混合並在 B&P 19-毫米擠製機(可自密西根州 Saginaw, LLC 之 B&P 製程設備及系統公司取得)中擠製 8.0 重量%之 MOGUL[®] 碳黑(可自麻州波士頓之 Cabot 公司取得), 而其餘為 Dialec 1601 苯乙烯丙烯酸聚合物(可自賓州 Bristol 之 Polytribo 公司取得)進行製備。隨後利用 Majac 迷你型研磨機將碳黑/聚合物產品噴射研磨及分類, 以形成具有平均微粒尺寸約 12 微米之黑色調色劑, 其乃由 Coulter Multisizer 微粒尺寸分析儀決定。後續利用 Krups 迷你型摻混機, 以實例 1 或實例 2 中不同水平之電荷改性之金屬氧化物與黑色調色劑粉末摻混約 1 分鐘, 以製備出四種調色劑組合物。該等調色劑組合物之相關性質乃示於表 I 之中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (20)

表 I

試樣	自由流動添加劑/正電荷添加劑	負荷水平(%)	靜止角	
			度/指數	
1	Cab-O-Sil® TS-530*	0.50	29.6	24
2	Aerosil® R504Y	0.50	20.3	25
3	HDK® H2050 EP†	0.50	21.1	25
4	HDK® H3050 EP VP†	0.50	23.1	25
5	實例 1 之電荷改性之金屬氧化物	0.50	21.8	25
6	實例 2 之電荷改性之金屬氧化物	0.50	18.2	25
7	Cab-O-Sil® TS-530*	0.75	25.5	24
8	Aerosil® R504Y	0.75	17.6	25
9	HDK® H2050 EP†	0.75	20.8	25
10	HDK® H3050 EP VP†	0.75	21.8	25
11	實例 1 之改善電之金屬氧化物	0.75	11.5	25
12	實例 2 之電荷改性之金屬氧化物	0.75	17.9	25

* Cabot 公司，Tuscola，依利諾伊州

Y Degussa 公司，Ridgefield 園區，紐澤西州

† Wacker-Chemie GmbH，慕尼黑，德國

此調色劑之流動性係利用測量靜止角加以決定，其並且示於表 I 及圖 1 中。靜止角之測試係利用 Hosokawa PT-N 粉末流動測試機(可自紐澤西州 Summit 之 Hosokawa Micron 取得)使用製造商描述於使用手冊中之程序實行。粉末測試

五、發明說明 (21)

機平台乃在1毫米之振幅及4.3之頻率設定下震動。利用可自粉末測試機取得之角度測量裝置決定靜止角。

如圖1所示，所有試樣係顯現低靜止角。然而，本發明之電荷改性之金屬氧化物兩者乃顯現最低的靜止角，因此其指示調色劑中之改良氣流特性。

後續以上述調色劑組合物與帶正電之肥粒鐵粉末(可自印第安那州Valparaiso之粉末科技公司取得)以足能產生2.0%負荷水平的量進行混合，並在不銹鋼槽中於滾動式研磨機上翻轉摻混約60分鐘以製備顯影劑組合物。為比較的目的，其利用以上揭示所製備之八種其它顯影劑，係使用可商業取得之氧化矽基自由流動添加劑及/或正電荷試劑之等效比。

所有試樣之摩擦電荷測量乃利用Vertex T-150摩擦電荷測試機(可自賓州Yukon之Vertex公司取得)，於15、30及60分鐘間隔時利用計算電荷與質量比(Q/M)當作滾動時間之函數而加以決定。於0.5%負荷水平時之測量乃示於圖2而圖3乃示出於0.75%時之負荷水平。

如圖2及4所示，顯影劑組合物之電荷水平減小可由所有自由流動添加劑/正電荷添加劑之輾磨時間看出。此和試樣13(無自由流動/正電荷添加劑)產生對比，其中乃顯現稍低的電荷水平下降率。然而，本發明於試樣5及6中之電荷改性之金屬氧化物兩者，乃較傳統電荷控制添加劑帶更多的正電荷，因此其增加單獨以顯影劑所產生之正電荷強度。

五、發明說明(22)

實例9

調色劑之製備

黑色調色劑粉末係利用熔融混合及在B&P 19-毫米擠製機(可自密西根州Saginaw, LLC之B&P製程設備及系統公司取得)中擠製8.0重量%之MOGUL[®] L碳黑(可自麻州波士頓之Cabot公司取得), 而其餘為Atlac[®] 382ES線性聚酯(可自北卡來那州Raleigh-Durham之Reichold化學公司取得)製備。隨後利用Majac迷你型研磨機將碳黑/樹脂產品噴射研磨及分類, 以形成具有約12微米平均微粒尺寸之黑色調色劑粉末, 其可由Coulter Multisizer微粒尺寸分析儀決定。後續係利用Krups迷你型摻混機, 以實例2中介於0.25%及0.5%之間不同水平之電荷改性之金屬氧化物與黑色調色劑粉末摻混約1分鐘, 以製備二種調色劑組合物。後續以上述之調色劑組合物與帶正電之肥粒鐵粉末(可自印第安那州Valparaiso之粉末科技公司取得)以足能產生2.0%負荷水平的量進行混合, 並在不銹鋼槽中於滾動式研磨機上翻滾摻混約60分鐘, 以製備顯影劑組合物。為比較的目的, 其除未含自由流動及/或帶正電荷之控制添加劑外, 顯影劑乃能利用以上揭示之方式製備。

所有試樣之摩擦電荷測量乃利用Vertex T-150摩擦電荷測試機(可自賓州Yukon之Vertex公司取得), 於15、30及60分鐘間隔時利用計算電荷與質量比(Q/M)當作滾動時間之函數而加以決定, 其如圖4所示。

此實例示出本發明之電荷改性之金屬氧化物於不同調色

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (23)

劑樹脂系統中及在不同負荷水平下時為有效。如自圖4說明，本發明之電荷改性之金屬氧化物乃會影響顯影劑組合物之電荷，其使之由負電行為轉變至正電行為。

實例 10

調色劑之製備

黑色調色劑粉末係利用熔融混合並於B&P 19-毫米擠製機(可自密西根州Saginaw, LLC之B&P製程設備及系統公司取得)中擠製8.0重量%之MOGUL[®] L碳黑(可自麻州波士頓之Cabot公司取得)、2.0% Bontron N-07A電荷控制添加劑(可自日本大阪之東方化學公司取得)，及其餘為Dialec 1601 苯乙炔丙烯酸聚合物(可自賓州Bristol之Polytribo公司取得)進行製備。隨後利用Majac迷你型研磨機將所得產品噴射研磨及分類，以形成具有約12微米平均微粒尺寸之黑色調色劑粉末，其可利用Coulter Multisizer微粒尺寸分析儀加以決定。後續利用Krupps迷你型摻混機以實例2之0.5%的電荷改性之金屬氧化物與黑色調色劑粉末摻混約1分鐘，以製備二種調色劑組合物。

後續以上述之調色劑與帶正電之肥粒鐵粉末(可自印第安那州Valparaiso之粉末科技公司取得)以足能產生2.0%負荷水平的量進行混合，並在不銹鋼槽中於輥磨機上翻滾摻混約60分鐘以製備顯影劑組合物。為比較的目的，其除含可商業取得之正電荷引導自由流動添加劑Aerosil[®] R504外，顯影劑乃利用上述之方式製備。

所有試樣之摩擦電荷測量係利用Vertex T-150摩擦電荷

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (24)

測試機(可自賓州Yukon之Vertex公司取得)，於15、30及60分鐘間隔時利用計算電荷與質量比(Q/M)當作滾動時間之函數而加以決定，其如圖5所示。

如自圖5說明，本發明之電荷改性之金屬氧化物係顯現能與類似系統中可商業取得之電荷控制添加劑為相當的特性。

本發明之電荷改性之金屬氧化物乃被發現能將有效自由流動屬性提供至調色劑或顯影劑組合物，並能進一步影響彼之充電特性。此外，此電荷改性之金屬氧化物係被發現能提供良好之分散性、流動性、及批至批之再現性。

本發明乃未限定於本文所示及說明之特定具體實施例，但其可完成不同改變與修正而未偏離此發明之範圍與精神乃需進一步被理解。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

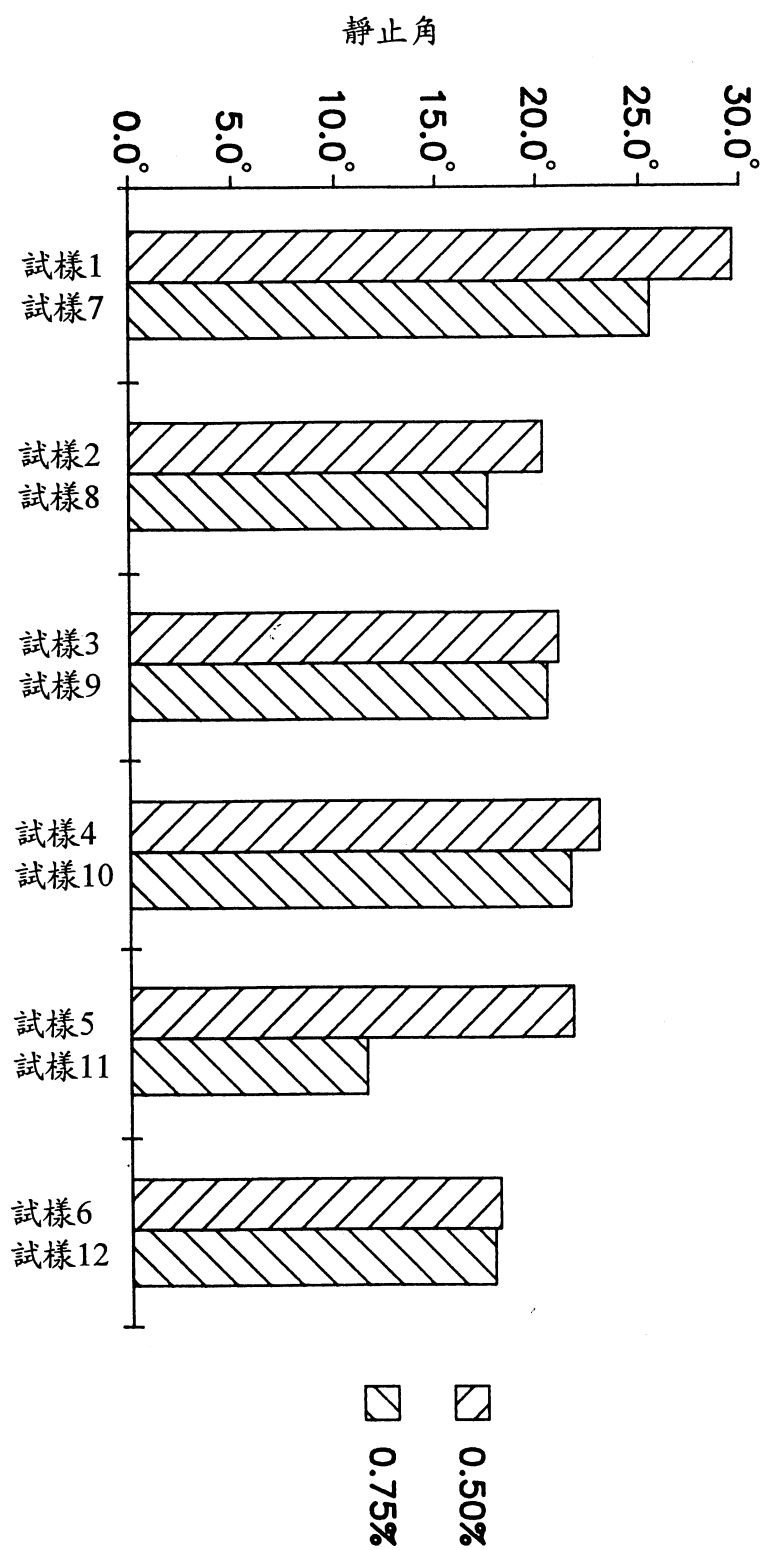
線

四、中文發明摘要(發明之名稱： 電荷改性之金屬氧化物，含彼之調色劑組合物)
與顯影劑組合物，以及彼等之用途

本發明係關於一種電荷改性之金屬氧化物及併有彼之調色劑及顯影劑組合物。此電荷改性之金屬氧化物係含具有經環矽氮烷處理過之金屬氧化物及可選擇之第二處理劑，以賦予其疏水性。電荷改性之金屬氧化物已被發現可將自由流動屬性提供至調色劑或顯影劑組合物，並能進一步影響彼之充電特性。

英文發明摘要(發明之名稱： "TONER COMPOSITIONS AND DEVELOPER COMPOSITIONS COMPRISING THE SAME, AND THEIR USES")

The present invention relates to a charge-modified metal oxide and to toner and developer compositions incorporating same. The charge-modified metal oxide includes a metal oxide having a cyclic silazane treated therewith and optionally a second treating agent for imparting hydrophobicity. The charge-modified metal oxide have been found to provide effective free-flow attributes to the toner or developer composition and may further influence the charging characteristics of same.



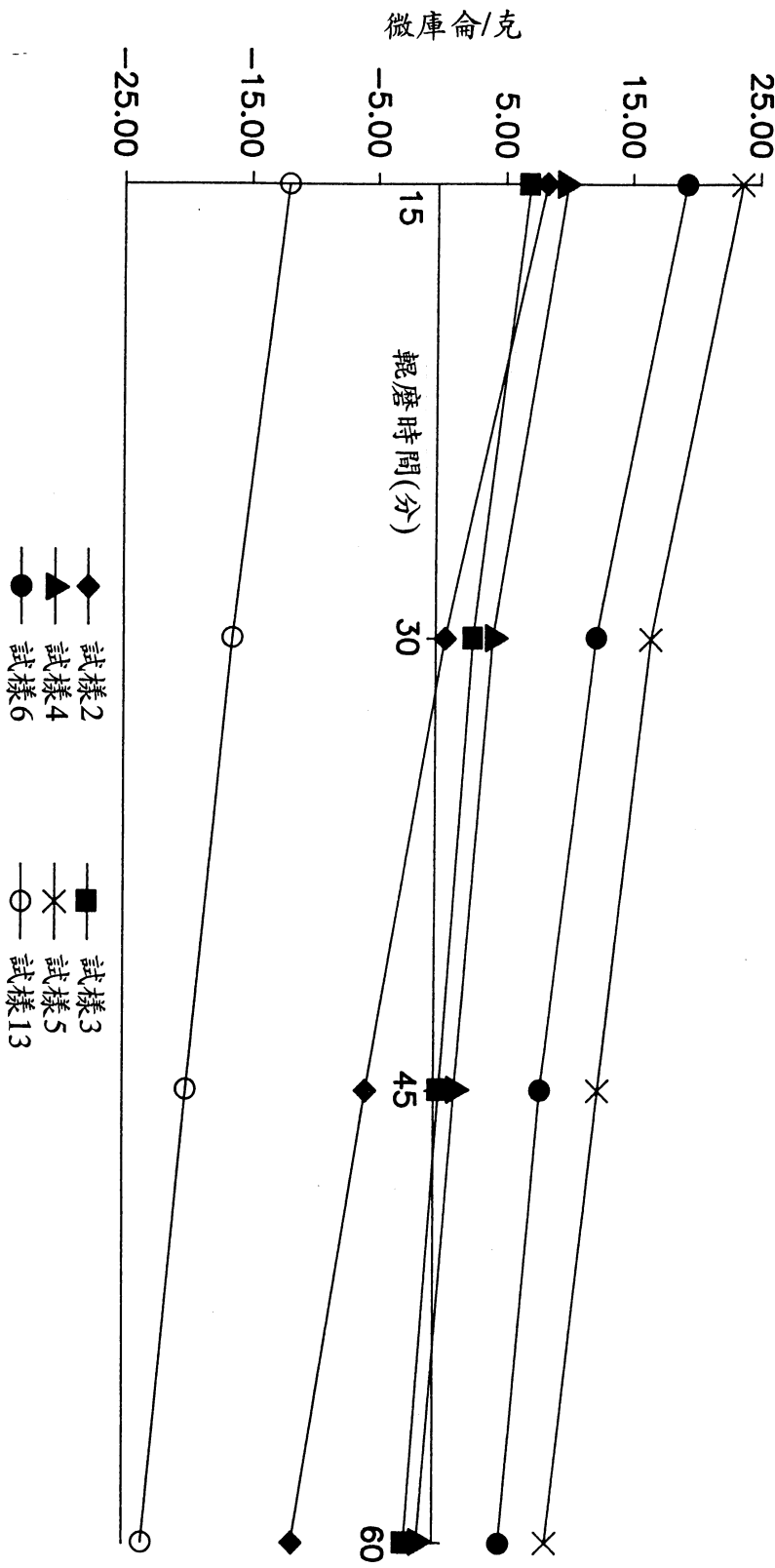


圖 2

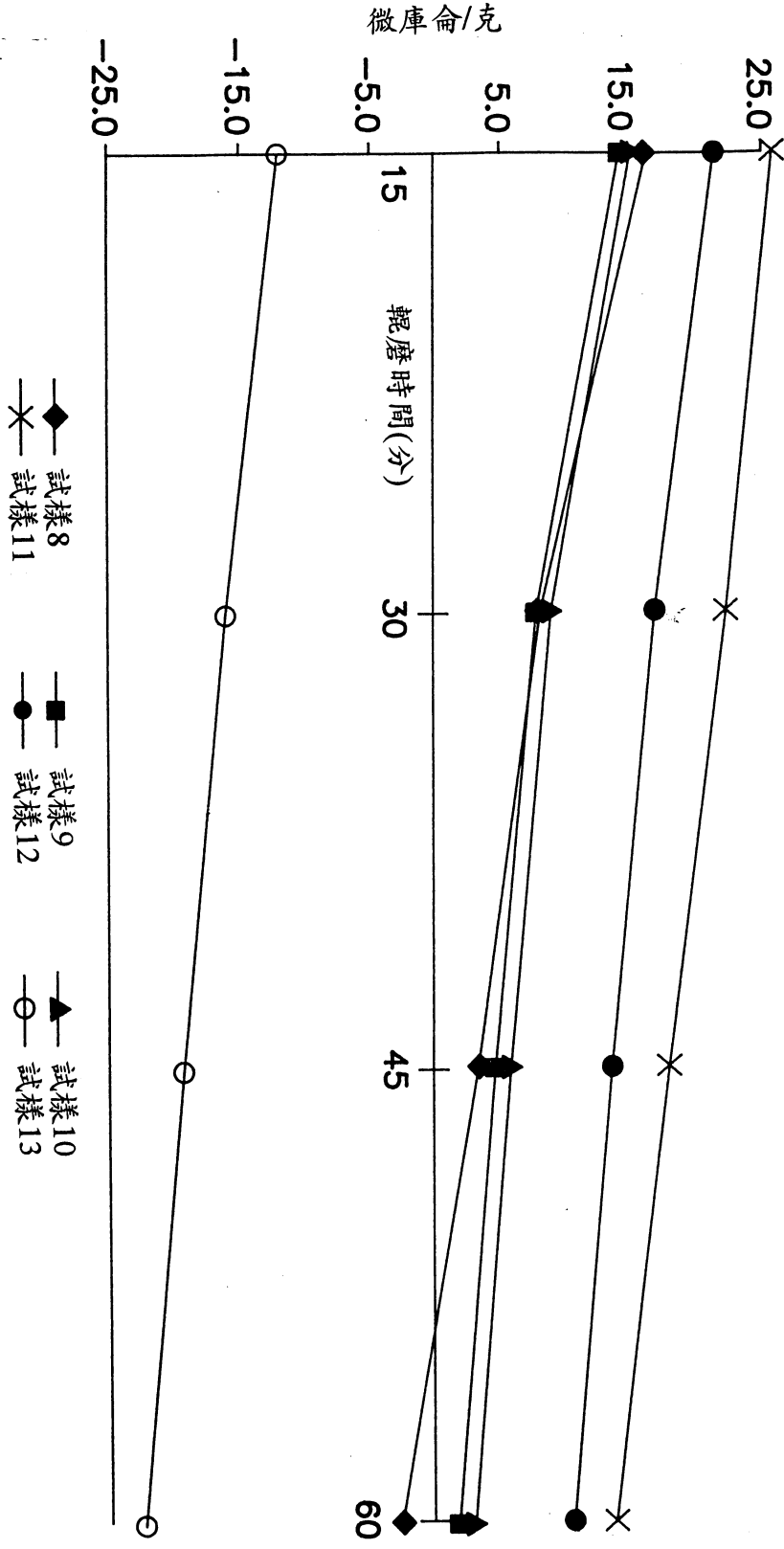


圖 3

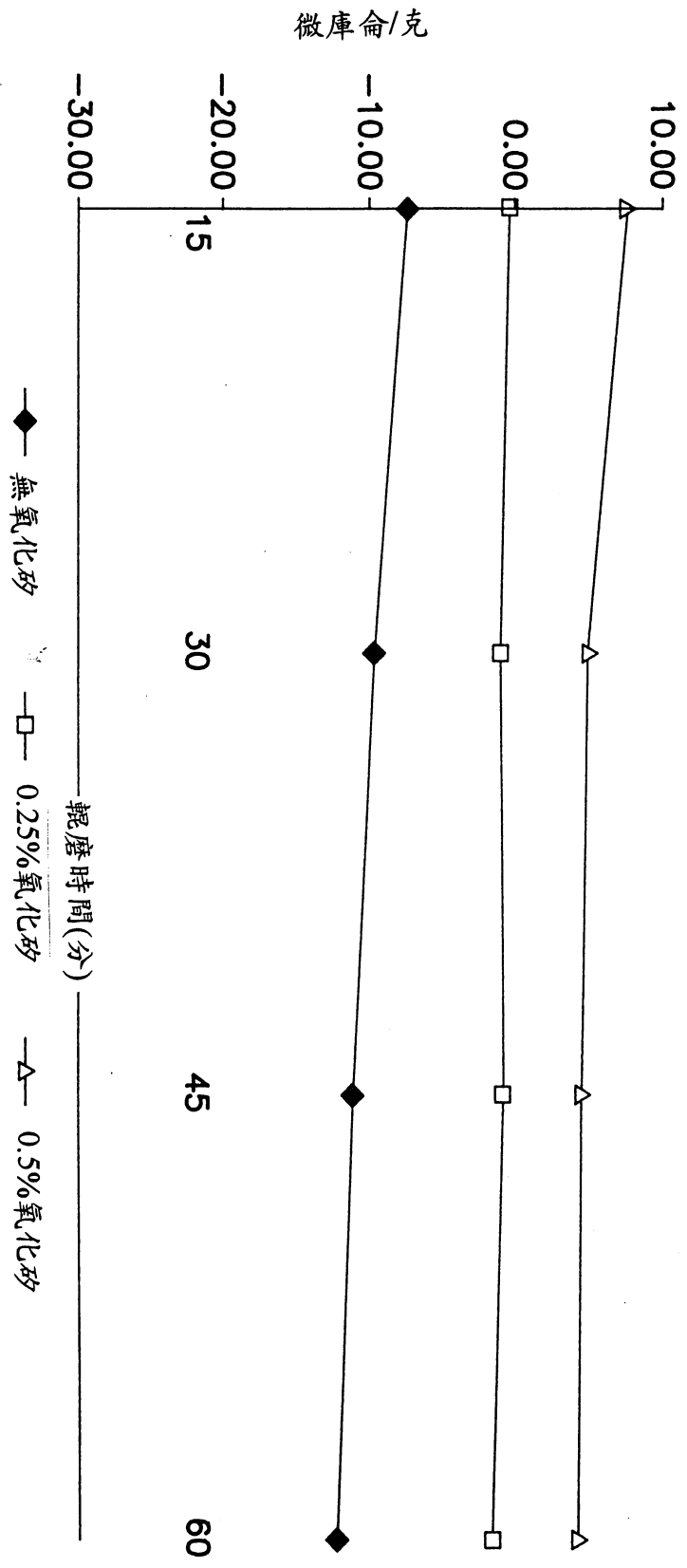


圖 4

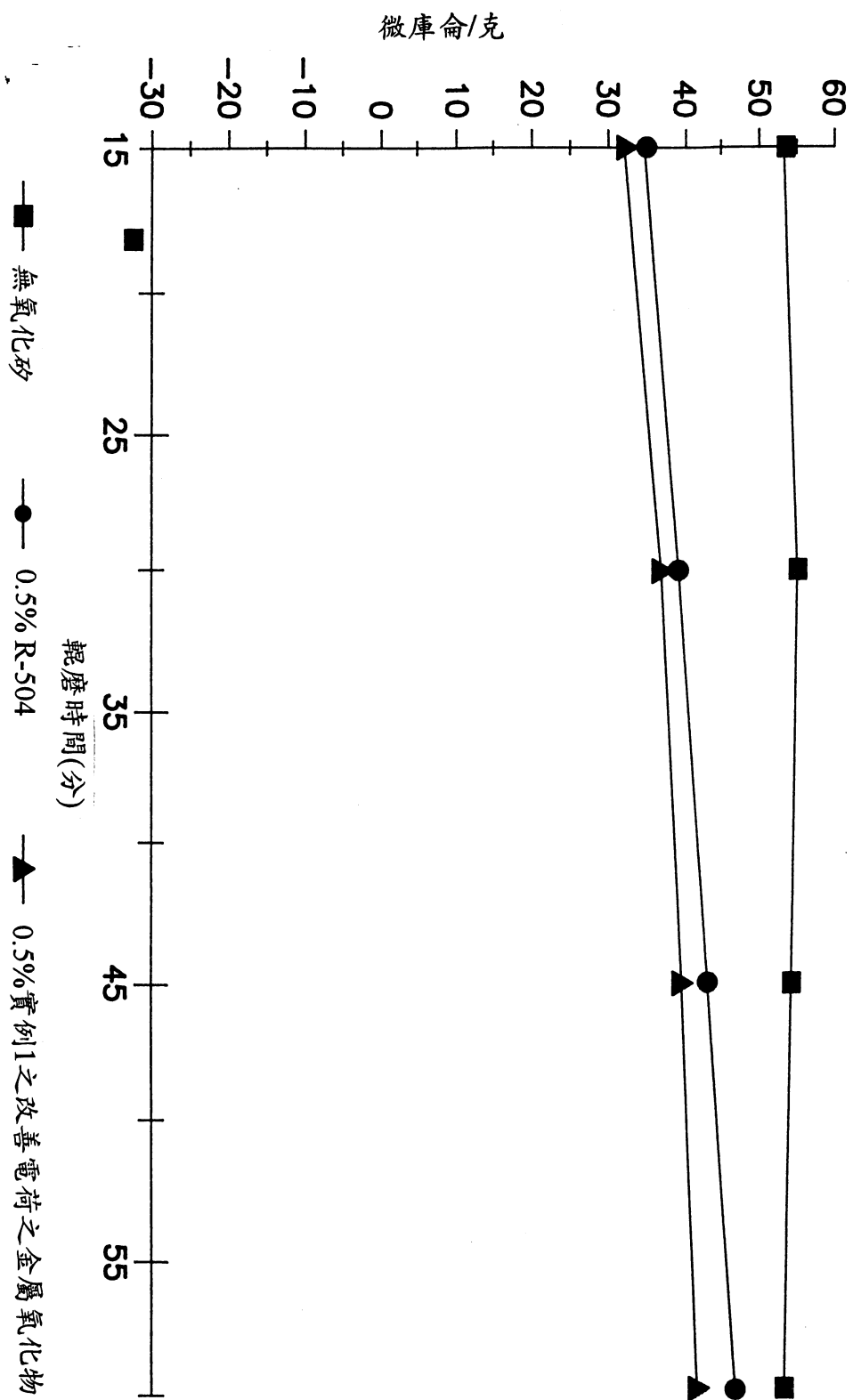


圖 5

公告本

88年12月21日修正
補充

申請日期	87.3.4
案 號	87103122
類 別	G03G 13/06, 5/02

A4
C4

中文說明書修正本(88年12月)

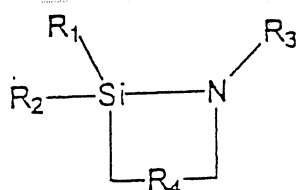
(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書 565751

一、發明 名稱	中 文	電荷改性之金屬氧化物，含彼之調色劑組合物與顯影劑組合物，以及彼等之用途
	英 文	"TONER COMPOSITIONS AND DEVELOPER COMPOSITIONS COMPRISING THE SAME, AND THEIR USES"
二、發明 創作人	姓 名	察里斯 B. 利投
	國 籍	美國
	住、居所	美國依利諾州香檳市依格木道3922號
三、申請人	姓 名 (名稱)	美商客寶公司
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國麻薩諸塞州波士頓市州立街75號
	代 表 人 姓 名	哈利·傑·格文尼爾

六、申請專利範圍

1. 一種含經環矽氮烷處理之電荷改性金屬氧化物，其中該環矽氮烷係以下式表示：

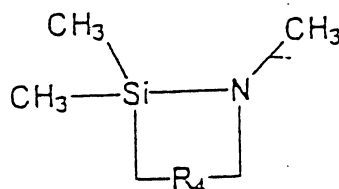


- 其中 R_1 及 R_2 係獨立選自氫、鹵素、烷基、烷氧基、芳香基、及芳氧基； R_3 係選自氫、 $(CH_2)_nCH_3$ ，其中 n 是介於 0 及 3 之間的整數、 $C(O)(CH_2)_nCH_3$ ，其中 n 是介於 0 及 3 之間的整數、 $C(O)NH_2$ ； $C(O)NH(CH_2)_nCH_3$ ，其中 n 是介於 0 及 3 之間的整數、及 $C(O)N[(CH_2)_nCH_3](CH_2)_mCH_3$ ，其中 n 及 m 是介於 0 及 3 之間的整數；而 R_4 係以式 $[(CH_2)_a(CHX)_b, (CYZ)_c]$ 表示，其中 X 、 Y 及 Z 係獨立選自氫、鹵素、烷基、烷氧基、芳香基、及芳氧基，而 a 、 b 及 c 為介於 0 及 6 之間的整數，其滿足 $(a+b+c)$ 等於 2 及 6 之間的整數之條件。
2. 根據申請專利範圍第 1 項之電荷改性金屬氧化物，其中該金屬氧化物為氧化矽、氧化鋁、氧化鈾、氧化鋳、氧化鈦、氧化鋯、或其混合物。
3. 根據申請專利範圍第 1 項之電荷改性金屬氧化物，其中該金屬氧化物為薰煙金屬氧化物、共薰煙金屬氧化物、沈澱金屬氧化物、凝膠基金屬氧化物或其混合物。
4. 根據申請專利範圍第 3 項之電荷改性金屬氧化物，其中

六、申請專利範圍

該凝膠基金屬氧化物為氣凝膠、氧化矽凝膠、靜電凝膠、或其混合物。

5. 根據申請專利範圍第1項之電荷改性金屬氧化物，其中該金屬氧化物具有介於40米²/克及1000米²/克間的BET表面積。
6. 根據申請專利範圍第5項之電荷改性金屬氧化物，其中該金屬氧化物具有介於50米²/克及400米²/克間的BET表面積。
7. 根據申請專利範圍第6項之電荷改性金屬氧化物，其中該金屬氧化物係具有介於100米²/克及350米²/克間的BET表面積。
8. 根據申請專利範圍第1項之電荷改性金屬氧化物，其中該金屬氧化物具有介於0.05微米至200微米間的平均骨粒尺寸。
9. 根據申請專利範圍第8項之電荷改性金屬氧化物，其中該金屬氧化物具有介於1微米至30微米間的平均骨粒尺寸。
10. 根據申請專利範圍第1項之電荷改性金屬氧化物，其中該環矽氮烷係以下式表示：



其中 R₄ 係以式 [(CH₂)_a(CHX)_b(CYZ)_c] 表示，其中 X、Y

六、申請專利範圍

及Z係獨立選自氫、鹵素、烷基、烷氧基、芳香基、及芳氧基，而a、b及c係介於0及6之間的整數，其滿足 $(a+b+c)$ 等於2及6之間的整數之條件。

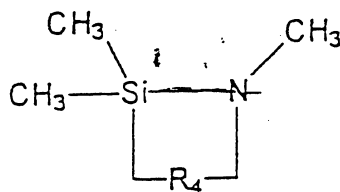
11. 根據申請專利範圍第1項之電荷改性金屬氧化物，其中該環矽氮烷之量係足以使金屬氧化物之表面的元素氮含量達0.01重量%至2.75重量%。
12. 根據申請專利範圍第11項之電荷改性金屬氧化物，其中該環矽氮烷之量係足以使金屬氧化物之表面的元素氮含量達0.08重量%至1.75重量%。
13. 根據申請專利範圍第12項之電荷改性金屬氧化物，其中該環矽氮烷之量係足以使金屬氧化物之表面的元素氮含量達0.2重量%至1.1重量%。
14. 根據申請專利範圍第1項之電荷改性金屬氧化物，其中該電荷改性金屬氧化物另外含有疏水性處理劑。
15. 根據申請專利範圍第14項之電荷改性金屬氧化物，其中該疏水性處理劑為至少一種如下化合物：有機聚矽氧烷、有機矽氧烷、有機矽氮烷、有機矽烷、鹵代有機聚矽氧烷、鹵代有機矽氧烷、鹵代有機矽氮烷、或鹵代有機矽烷。
16. 一種正電荷調色劑組合物，其包含樹脂微粒、至少一種著色劑、及如申請專利範圍第1項之電荷改性金屬氧化物。
17. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中電荷改性金屬氧化物之量為0.05重量%至5.0重量%。

六、申請專利範圍

18. 根據申請專利範圍第17項之調色劑組合物，其中電荷改性金屬氧化物之量為0.25重量%至1.0重量%。
19. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中該樹脂微粒係選自苯乙烯聚合物、聚酯、及其混合物。
20. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中該樹脂微粒係選自丙烯酸苯乙烯酯、甲基丙烯酸苯乙烯酯、聚酯、苯乙烯丁二烯、及其混合物。
21. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中該著色劑為顏料、染料、或其組合物。
22. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中該金屬氧化物為氧化矽、氧化鋁、氧化銻、氧化鍺、氧化鈦、氧化鋇、或其混合物。
23. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中該金屬氧化物為薰煙金屬氧化物、共薰煙金屬氧化物、沈澱金屬氧化物、凝膠基金屬氧化物或其混合物。
24. 根據申請專利範圍第23項之調色劑組合物，其中該凝膠基金屬氧化物為氣凝膠、氧化矽凝膠、靜電凝膠、或其混合物。
25. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中該金屬氧化物具有介於 $40 \text{ 米}^2/\text{克}$ 及 $1000 \text{ 米}^2/\text{克}$ 間的BET表面積。
26. 根據申請專利範圍第25項之調色劑組合物，其中該金屬氧化物具有介於 $50 \text{ 米}^2/\text{克}$ 及 $400 \text{ 米}^2/\text{克}$ 間的BET表面積。

六、申請專利範圍

27. 根據申請專利範圍第26項之調色劑組合物，其中該金屬氧化物具有介於 $100 \text{ 米}^2/\text{克}$ 及 $350 \text{ 米}^2/\text{克}$ 間的BET表面積。
28. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中金屬氧化物具有介於0.05微米至200微米間的平均骨粒尺寸。
29. 根據申請專利範圍第28項之調色劑組合物，其中金屬氧化物具有介於1微米至30微米間的平均骨粒尺寸。
30. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中該環矽氮烷係以下式表示：



其中 R_4 係以式 $[(CH_2)_a(CHX)_b(CYZ)_c]$ 表示，其中X、Y及Z係獨立選自氫、鹵素、烷基、烷氧基、芳香基及芳氧基，而a、b及c為介於0及6之間的整數，其滿足 $(a+b+c)$ 等於2及6間之整數之條件。

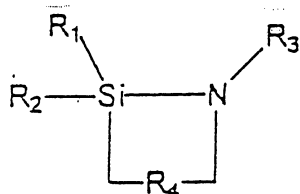
31. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中該環矽氮烷之量係足以使金屬氧化物表面上的元素氮含量達0.01重量%至2.75重量%。
32. 根據申請專利範圍第31項之調色劑組合物，其中該環矽氮烷之量係足以使金屬氧化物表面上的元素氮含量

六、申請專利範圍

達0.08重量%至1.75重量%。

33. 根據申請專利範圍第32項之調色劑組合物，其中該環矽氮烷之量係足以使金屬氧化物表面上的元素氮含量達0.2重量%至1.1重量%。
34. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中該電荷改性金屬氧化物係另外含有疏水性處理劑。
35. 根據申請專利範圍第34項之調色劑組合物，其中該疏水性處理劑為至少一種下列化合物：有機聚矽氧烷、有機矽氧烷、有機矽氮烷、有機矽烷、鹵代有機聚矽氧烷、鹵代有機矽氧烷、鹵代有機矽氮烷、或鹵代有機矽烷。
36. 根據申請專利範圍第16項之調色劑組合物，其中該調色劑組合物係另外含有電荷控制添加劑。
37. 一種顯影劑組合物，其包含有樹脂微粒、至少一種著色劑、載體微粒、及如申請專利範圍第1項之電荷改性金屬氧化物。
38. 根據申請專利範圍第37項之顯影劑組合物，其中載體微粒為肥粒鐵、銅、或鐵粉。
39. 一種成像方法，其包括在帶負電之光電導成像構件上形成靜電潛像，係以含樹脂微粒、至少一種著色劑、及具有經環矽氮烷處理之電荷改性金屬氧化物之調色劑組合物改變其顯影，其後將已顯影之影像轉移至適當基板上，其中該環矽氮烷係以下式表示：

六、申請專利範圍



其中 R_1 及 R_2 係獨立選自氫、鹵素、烷基、烷氧基、芳香基、及芳氧基； R_3 係選自氫、 $(CH_2)_nCH_3$ ，其中 n 是介於 0 及 3 之間的整數、 $C(O)(CH_2)_nCH_3$ ，其中 n 是介於 0 及 3 之間的整數、 $C(O)NH_2$ ； $C(O)NH(CH_2)_nCH_3$ ，其中 n 是介於 0 及 3 之間的整數、及 $C(O)N[(CH_2)_nCH_3](CH_2)_mCH_3$ ，其中 n 及 m 是介於 0 及 3 之間的整數；而 R_4 係以式 $[(CH_2)_a(CHX)_b, (CYZ)_c]$ 表示，其中 X 、 Y 及 Z 係獨立選自氫、鹵素、烷基、烷氧基、芳香基、及芳氧基，而 a 、 b 及 c 為介於 0 及 6 之間的整數，其滿足 $(a+b+c)$ 等於 2 及 6 之間的整數之條件。

40. 根據申請專利範圍第 39 項之成像方法，其中被轉移之影像係永久固定於基板上。