



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년11월07일
(11) 등록번호 10-1459349
(24) 등록일자 2014년11월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

G03G 9/08 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-0033280

(22) 출원일자 2008년04월10일

심사청구일자 2013년04월10일

(65) 공개번호 10-2008-0092287

(43) 공개일자 2008년10월15일

(30) 우선권주장

11/733,367 2007년04월10일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

US20050282078 A1

JP2007052294 A

JP2005208655 A

(73) 특허권자

제록스 코퍼레이션

미합중국 커넥티컷 노워크 글로버 애비뉴 45 (피
오박스 4505)

(72) 발명자

밴베지엔 대릴 더블유.

캐나다 엘7엘 6엘6 온타리오 버링턴 패쓰파인더
드라이브 2249

츠바르츠 에드워드 지.

캐나다 엘5제이 4비2 온타리오 미씨싸우거 유닛
85 인버하우스드라이브 915

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

장훈

전체 청구항 수 : 총 18 항

심사관 : 오상균

(54) 발명의 명칭 공유결합된 박리제를 갖는 화학적 토너

(57) 요약

본 발명은 수지 단량체와 박리제 단량체를 포함하는 출발 성분들로부터 중합된 중합체를 포함하는 화학적 토너 조성물에 관한 것이다.

(72) 발명자

봉 규웅

캐나다 엘9씨 3에이취5 온타리오 해밀턴 아만다 스트리트 45

맥더걸 마리아 엔.브이.

캐나다 엘6엘 6엑스1 온타리오 오크빌 헤이허스트 크레센트 3449

벤더 티모시 피.

캐나다 엠8와이 1이6 온타리오 토론토 옥스포드 스트리트 5838

벨러리 제니퍼 엘.

캐나다 엘6엠 4에이5 온타리오 오크빌 릿지뱅크 드라이브 1320

노스텐 타일러

캐나다 엘6엠 4엑스5 온타리오 오크빌 던포레스트 크레센트 2326

특허청구의 범위

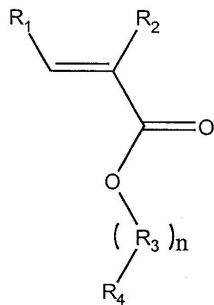
청구항 1

수지 단량체와 박리제 단량체를 포함하는 출발 성분들로부터 중합된 중합체를 포함하는 화학적 토너 조성물로서, 상기 화학적 토너 조성물이 용적 평균 입자 크기 분포 지수가 1.30 이하인 입자들을 포함하는, 화학적 토너 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 박리제 단량체가 하기 (a) 및 (b) 중의 하나 이상으로부터 선택되는, 화학적 토너 조성물.

(a) 하기 화학식의 아크릴성 단량체:



위의 화학식에서,

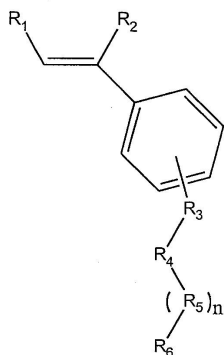
R₁은 수소, 또는 카복실산 또는 이의 염이고,

R₂는 수소, 메틸 또는 에틸이고,

R₃은 메틸렌 그룹이고, 이때 n은 15 내지 200이거나, R₃은 에톡시, 프로폭시 또는 부톡시 그룹이거나 프로필렌 그룹이고, 이때 n은 10 내지 100이고,

R₄는 메틸 그룹, 하이드록실 그룹, 또는 카복실산 그룹 또는 이의 염이다.

(b) 하기 화학식의 스티렌성 단량체:



위의 화학식에서,

R₁은 수소 또는 메틸 그룹이고,

R₂는 수소 또는 메틸 그룹이고,

R₃은 메틸렌 그룹, 산소 또는 카보닐 그룹이고,

R₄는 메틸렌 그룹 또는 산소이고,

R₅는 메틸렌 그룹이고, 이때 n은 15 내지 200이거나, R₅는 에톡시, 프로폭시 또는 부톡시 그룹이거나 프로필렌 그룹이고, 이때 n은 10 내지 100이고,

R₆은 수소, 메틸 그룹, 하이드록실 그룹, 또는 카복실산 그룹 또는 이의 염이다.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 화학적 토너 조성물이 비공유결합 박리제를 실질적으로 함유하지 않는, 화학적 토너 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 화학적 토너 조성물이 원형도(circularity)가 0.930 내지 1.000의 범위인 입자들을 포함하는, 화학적 토너 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 수지 단량체가 스티렌 및 아크릴레이트를 포함하는, 화학적 토너 조성물.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 박리제 단량체가 옥타데실아크릴레이트를 포함하는, 화학적 토너 조성물.

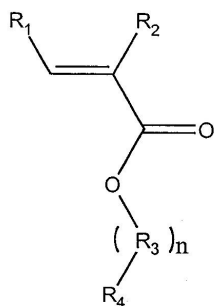
청구항 7

수지 단량체와 박리제 단량체를 포함하는 출발 성분들로부터 중합된 중합체를 포함하는 유화 응집 토너 조성물로서, 상기 유화 응집 토너 조성물이 용적 평균 입자 크기 분포 지수가 1.30 이하인 입자들을 포함하는, 유화 응집 토너 조성물.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 박리제 단량체가 하기 (a) 및 (b) 중의 하나 이상으로부터 선택되는, 유화 응집 토너 조성물.

(a) 하기 화학식의 아크릴성 단량체:



위의 화학식에서,

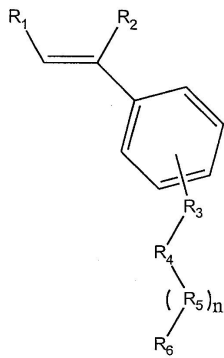
R₁은 수소, 또는 카복실산 또는 이의 염이고,

R₂는 수소, 메틸 또는 에틸이고,

R₃는 메틸렌 그룹이고, 이때 n은 15 내지 200이거나, R₃는 에톡시, 프로폭시 또는 부톡시 그룹이거나 프로필렌 그룹이고, 이때 n은 10 내지 100이고,

R₄는 메틸 그룹, 하이드록실 그룹, 또는 카복실산 그룹 또는 이의 염이다.

(b) 하기 화학식의 스티렌성 단량체:



위의 화학식에서,

R₁은 수소 또는 메틸 그룹이고,

R₂는 수소 또는 메틸 그룹이고,

R₃은 메틸렌 그룹, 산소 또는 카보닐 그룹이고,

R₄는 메틸렌 그룹 또는 산소이고,

R₅는 메틸렌 그룹이고, 이때 n은 15 내지 200이거나, R₅는 에톡시, 프로폭시 또는 부톡시 그룹이거나 프로필렌 그룹이고, 이때 n은 10 내지 100이고,

R₆은 수소, 메틸 그룹, 하이드록실 그룹, 또는 카복실산 그룹 또는 이의 염이다.

청구항 9

제7항에 있어서, 상기 유화 응집 토너 조성물이 비공유결합 박리제를 실질적으로 함유하지 않는, 유화 응집 토너 조성물.

청구항 10

제7항에 있어서, 상기 유화 응집 토너 조성물이 원형도가 0.930 내지 1.000의 범위인 입자들을 포함하는, 유화 응집 토너 조성물.

청구항 11

제7항에 있어서, 상기 수지 단량체가 스티렌 및 아크릴레이트를 포함하는, 유화 응집 토너 조성물.

청구항 12

제7항에 있어서, 상기 박리제 단량체가 옥타데실아크릴레이트를 포함하는, 유화 응집 토너 조성물.

청구항 13

(a) 수지 단량체 및 박리제 단량체를 포함하는 출발 성분들을 포함하는 분산 상(i) 및 물 및 상 수송 촉매(phase transport catalyst)를 포함하는 출발 성분들을 포함하는 연속 상(ii)을 포함하는 분산액을 형성하는 단계,

(b) 상기 수지 단량체와 상기 박리제 단량체를 중합시켜 중합체를 생성시키는 단계,

(c) 상기 중합체 및 착색제를 포함하는 토너 전구체 물질을 응집시켜 응집된 토너 전구체 물질을 생성시키는 단계 및

(d) 상기 응집된 토너 전구체 물질을 합체하여 상기 착색제 및 상기 중합체를 포함하는 유화 응집 토너 조성물을 생성시키는 단계를 포함하는, 유화 응집 토너 조성물의 제조방법.

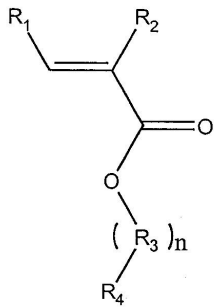
청구항 14

제13항에 있어서, 상기 상 수송 촉매가 사이클로텍스트린, 사이클로텍스트린 유도체 또는 이의 혼합물인, 유화 응집 토너 조성물의 제조방법.

청구항 15

제13항에 있어서, 상기 박리제 단량체가 하기 (a) 및 (b) 중의 하나 이상으로부터 선택되는, 유화 응집 토너 조성물의 제조방법.

(a) 하기 화학식의 아크릴성 단량체:



위의 화학식에서,

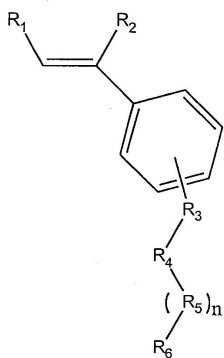
R₁은 수소, 또는 카복실산 또는 이의 염이고,

R₂는 수소, 메틸 또는 에틸이고,

R₃은 메틸렌 그룹이고, 이때 n은 15 내지 200이거나, R₃은 에톡시, 프로폭시 또는 부톡시 그룹이거나 프로필렌 그룹이고, 이때 n은 10 내지 100이고,

R₄는 메틸 그룹, 하이드록실 그룹, 또는 카복실산 그룹 또는 이의 염이다.

(b) 하기 화학식의 스티렌성 단량체:



위의 화학식에서,

R₁은 수소 또는 메틸 그룹이고,

R₂는 수소 또는 메틸 그룹이고,

R₃은 메틸렌 그룹, 산소 또는 카보닐 그룹이고,

R₄는 메틸렌 그룹 또는 산소이고,

R₅는 메틸렌 그룹이고, 이때 n은 15 내지 200이거나, R₅는 에톡시, 프로폭시 또는 부톡시 그룹이거나 프로필렌 그룹이고, 이때 n은 10 내지 100이고,

R₆은 수소, 메틸 그룹, 하이드록실 그룹, 또는 카복실산 그룹 또는 이의 염이다.

청구항 16

제13항에 있어서, 상기 유화 응집 토너 조성물이 용적 평균 입자 크기 분포 지수가 1.30 이하인 입자들을 포함하는, 유화 응집 토너 조성물의 제조방법.

청구항 17

제13항에 있어서, 상기 수지 단량체가 스티렌 및 아크릴레이트를 포함하는, 유화 응집 토너 조성물의 제조방법.

청구항 18

제13항에 있어서, 상기 박리제 단량체가 옥타데실아크릴레이트를 포함하는, 유화 응집 토너 조성물의 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 화학적 토너 및 오일 비함유 용착 하부시스템을 사용하는 건식 인쇄/복사 장치의 경우, 기존에는, 용착된 토너를 퓨저(fuser) 롤로부터 박리시키기 위해 상기 화학적 토너에 비공유결합 박리제를 혼입시켰다. 상기 비공유결합 박리제는, 통상, 수성 분산액으로 제조되어야 하기 때문에 비용이 많이 드는 공정으로 제조되는 폴리에틸렌 또는 카누바 왁스와 같은 왁스이다. 추가로, 토너 입자 내부의 왁스 도메인 크기 및 위치는 최소 용착 온도, 그로스(gloss), 문서 오프셋 및 고온 오프셋과 같은 몇 가지 용착 특성에서 중요한 역할을 한다. 왁스 도메인 크기 및 위치의 조절은 문제를 일으킬 수 있지만 토너가 얼마나 역할을 잘 수행하는 지에 있어 중요한 파라미터이다.

배경 기술

[0002] 다음 문헌은 배경기술에 대한 정보를 제공한다:

[0003] 첸(Qian) 등의 미국 특허 제7,005,225호;

[0004] 라우(Lau)의 미국 특허 제5,521,266호;

[0005] 바텔(Bartel) 등의 미국 특허 제6,808,851호; 및

[0006] 밴베지엔(Vanbesien) 등의 미국 특허 제6,962,764호.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0007] 화학적 토너에서 비공유결합 박리제의 사용에 관하여 상술한 바와 같은 단점을 최소화하거나 없앤 신규한 화학적 토너, 특히 신규한 유화 응집 토너에 대한 요구가 본 발명의 양태에 의해 제기되었다.

과제 해결수단

[0008] 양태들에서, 수지 단량체와 박리제 단량체를 포함하는 출발 성분들로부터 중합된 중합체를 포함하는 화학적 토너 조성물이 제공된다.

[0009] 추가의 양태들에서, 수지 단량체와 박리제 단량체를 포함하는 출발 성분들로부터 중합된 중합체를 포함하는 유화 응집 토너 조성물이 제공된다.

- [0010] 추가의 양태들에서,
- [0011] (a) 수지 단량체 및 박리제 단량체를 포함하는 출발 성분들을 포함하는 분산 상(i) 및 물 및 상 수송 촉매(phase transport catalyst)를 포함하는 출발 성분들을 포함하는 연속 상(ii)을 포함하는 분산액을 형성하는 단계,
- [0012] (b) 상기 수지 단량체와 박리제 단량체를 중합시켜 중합체를 생성시키는 단계,
- [0013] (c) 중합체 및 착색제를 포함하는 토너 전구체 물질을 응집시켜 응집된 토너 전구체 물질을 생성시키는 단계 및
- [0014] (d) 상기 응집된 토너 전구체 물질을 합체하여 착색제 및 중합체를 포함하는 유화 응집 토너 조성물을 생성시키는 단계를 포함하는 방법이 제공된다.

효 과

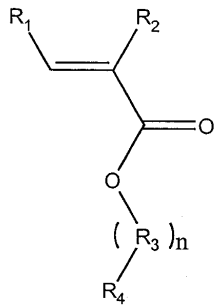
- [0015] 유리하게는 본 발명의 양태들은 화학적 토너(특히, 유화 응집 토너) 제조 방법에서 별도로 부가된, 비공유결합 성분인 박리제의 제거를 허용한다. 양태들에서, 박리제, 예를 들면, 왁스성 단량체 옥타데실 아크릴레이트를 수지 중합체의 주쇄 속으로 직접 혼입하면 왁스 도메인 크기 및 위치를 보다 잘 조절할 수 있을 뿐만 아니라 토너 속의 별개 성분들 중의 하나를 제거함으로써 화학적 토너 제조를 단순하게 할 수 있다. 양태들에서, 이는 원료 편차가 적기 때문에 재현성을 증가시킬 뿐만 아니라 상기 조성물로부터 고가의 왁스를 제거함으로써 오일 비함유 용착 용도의 화학적 토너 소유의 총 가격을 낮출 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- [0016] 본원에서 사용되는 단수 표현, 예를 들면, "수지 단량체", "박리제 단량체", "상 수송 촉매" 등은 언급된 대상의 한 종류 또는 언급된 대상의 2개, 3개 또는 그 이상의 상이한 형태를 나타낸다. 예를 들면, 양태들에서, 수지 단량체는 2개의 상이한 종류의 단량체들을 포함할 수 있다.
- [0017] "화학적 토너"라는 용어는 기계적 연마 공정에 의해 제조된 보다 구세대의 토너와 대비되는 새로운 화학적 방법에 의해 제조된 토너를 지칭한다. "화학적 토너"는, 예를 들면, 유화 응집("유화 응집 토너"를 생성시키는 방법) 및 현탁 중합을 포함하는 다양한 방법에 의해 제조될 수 있다.
- [0018] 비가교결합 수지, 왁스 및 착색제를 포함하는 대표적인 토너 조성물과, 비가교결합 수지, 왁스, 착색제 및 응고제를 혼합시켜 토너 크기 응집물을 제공하는 단계 및, 임의로, 형성된 응집물에 추가의 수지 라텍스를 첨가함으로써 상기 형성된 응집물 위에 셸을 제공하는 단계, 상기 응집물을 가열하여 합체된 토너를 형성하는 단계 및 임의로 토너를 분리하는 단계를 포함하는 토너의 제조방법이 이제 기술될 것이다. 양태들에서, 상기 토너 공정은 음이온성 계면활성제를, 반응 혼합물의 총 중량을 기준으로 하여, 약 0.01 내지 약 20중량%의 양으로 제공하는 단계를 포함하며, 예를 들면, 상기 음이온성 계면활성제는 나트륨 도데실설페이트, 나트륨 도데실벤젠 설포네이트, 나트륨 도데실나프탈렌 설페이트, 디알킬 벤젠알킬, 설페이트, 설포네이트, 아디프산, 헥사데실디페닐옥사이드 디설포네이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 그룹으로부터 선택된다. 추가의 양태들에서, 상기한 바와 같이 형성된 셸의 두께는, 예를 들면, 약 0.3 내지 약 0.8 μ m이다.
- [0019] 비가교결합 수지가 본 발명의 토너 조성물 및 이러한 토너 조성물의 제조방법에 대한 양태들에 기술되어 있으나, 양태들에서, 본 발명의 토너 조성물 및 이러한 토너 조성물의 제조방법에서 가교결합된 수지가 비가교결합 수지를 대신하거나 이에 추가해서 사용될 수 있는 것으로 이해된다.
- [0020] 박리제 단량체
- [0021] "박리제 단량체"란 본 발명의 화학적 토너 조성물을 제조하는 데 사용되는 경우 퓨저 오일을 사용하지 않으면서 퓨저 롤로부터 용착된 토너를 만족스럽게 박리시키는 임의의 단량체를 지칭한다. 양태들에서, 상기 박리제 단량체는 적어도 다음 2가지 특징을 갖는다: (1) 장쇄 지방족 그룹(예를 들면, 탄소수 약 15 이상, 탄소수 약 15 내지 약 200, 또는 탄소수 약 18 내지 약 100); 및 (2) 예를 들면, 라디칼 중합을 사용하여 중합 가능한

이중결합.

[0022] 적합한 박리제 단량체는, 예를 들면, 하기 화학식의 화합물과 같은 아크릴성 단량체이다.



[0023]

[0024] 위의 화학식에서,

[0025] R₁은 수소, 또는 카복실산 또는 이의 염이고,

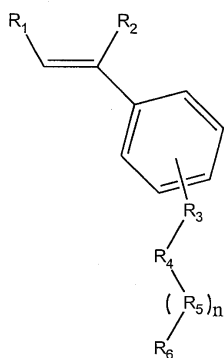
[0026] R₂는 수소, 메틸 또는 에틸이고,

[0027] R₃은 메틸렌 그룹이고 n은 약 15 내지 약 200이거나, R₃은 에톡시, 프로폭시, 부톡시 그룹 또는 프로필렌 그룹이고 n은 약 10 내지 약 100이고,

[0028] R₄는 메틸 그룹, 하이드록실 그룹, 또는 카복실산 그룹 또는 이의 염이다.

[0029] 예를 들면, 상기 아크릴성 단량체는 옥타데실 아크릴레이트일 수 있다.

[0030] 적합한 박리제 단량체는, 예를 들면, 하기 화학식의 화합물과 같은 스티렌성 단량체를 포함할 수도 있다.



[0031]

[0032] 위의 화학식에서,

[0033] R₁은 수소 또는 메틸 그룹이고,

[0034] R₂는 수소 또는 메틸 그룹이고,

[0035] R₃은 메틸렌 그룹, 산소 또는 카보닐 그룹이고,

[0036] R₄는 메틸렌 그룹 또는 산소이고,

[0037] R₅는 메틸렌 그룹이고 n은 약 15 내지 약 200이거나, R₅는 에톡시, 프로폭시, 부톡시 그룹 또는 프로필렌 그룹이고 n은 약 10 내지 약 100이고,

[0038] R₆은 수소, 메틸 그룹, 하이드록실 그룹, 또는 카복실산 그룹 또는 이의 염이다.

[0039] 상기 토너에서 박리제 단량체의 농도는 약 3 내지 약 20중량%, 예를 들면, 약 4 내지 약 13중량% 또는 약 5 내지 약 12중량%일 수 있다.

- [0040] 수지 단량체
- [0041] 수지 단량체를 예시하는 예는 하기 단량체들을 포함하지만 이로 한정되지는 않는다(단량체들의 특정 조합 역시 상기 중합체용으로 기술된다): 스티렌 아크릴레이트, 스티렌 메타크릴레이트, 부타디엔, 이소프렌, 아크릴로니트릴, 아크릴산, 메타크릴산, 베타-카복시 에틸 아크릴레이트, 에스테르, 스티렌-부타디엔, 메틸 스티렌-부타디엔, 메틸 메타크릴레이트-부타디엔, 에틸 메타크릴레이트-부타디엔, 프로필 메타크릴레이트-부타디엔, 부틸 메타크릴레이트-부타디엔, 메틸 아크릴레이트-부타디엔, 에틸 아크릴레이트-부타디엔, 프로필 아크릴레이트-부타디엔, 부틸 아크릴레이트-부타디엔, 스티렌-이소프렌, 메틸 스티렌-이소프렌, 메틸 메타크릴레이트-이소프렌, 에틸 메타크릴레이트-이소프렌, 프로필 메타크릴레이트-이소프렌, 부틸 메타크릴레이트-이소프렌, 메틸 아크릴레이트-이소프렌, 에틸 아크릴레이트-이소프렌, 프로필 아크릴레이트-이소프렌, 부틸 아크릴레이트-이소프렌; 스티렌-프로필 아크릴레이트, 스티렌-부틸 아크릴레이트, 스티렌-부타디엔-아크릴산, 스티렌-부타디엔-메타크릴산, 스티렌-부틸 아크릴레이트-아크릴산, 스티렌-부틸 아크릴레이트-메타크릴산, 스티렌-부틸 아크릴레이트-아크릴로니트릴-아크릴산, 스티렌/부틸 아크릴레이트/카복실산, 스티렌/부틸 아크릴레이트/베타-카복시 에틸 아크릴레이트 등.
- [0042] 양태들에서, 예를 들면, 상기 수지는 카복실산을 함유하도록, 예를 들면, 아크릴산, 메타크릴산, 이타콘산, 베타 카복시 에틸 아크릴레이트 (베타 CEA), 푸마르산, 말레산 및 신남산으로 이루어진 그룹으로부터 선택된 카복실산을 함유하도록 선택될 수 있으나 이로 제한되지는 않으며, 예를 들면, 카복실산은 수지의 총 중량의 약 0.1 내지 약 10중량%의 양으로 선택된다.
- [0043] 양태들에서, 선택된 비가교결합 수지는 중량 평균 분자량이 약 10,000 이상, 예를 들면, 약 15,000 내지 약 120,000 또는 약 200,000이다. 양태들에서, 상기 비가교결합 수지는 중량 평균 분자량이 약 10,000 내지 약 200,000, 예를 들면, 약 15,000, 약 27,000 또는 약 30,000로부터, 약 90,000, 약 120,000 또는 약 200,000까지이다. 양태들에서, 상기 비가교결합 수지는 수 평균 분자량이 약 5,000 내지 약 100,000, 예를 들면, 약 7,000 내지 약 50,000, 또는 약 9,000 내지 약 30,000이다.
- [0044] 양태들에서, 상기 비가교결합 수지는 실질적으로 가교결합이 없다. 본원에서 사용되는 용어 "실질적으로 가교결합이 없는" (본원에서 비가교결합 수지라고도 함)이란, 예를 들면, 중합체쇄 사이의 가교결합이 약 10% 미만, 예를 들면, 약 5% 미만, 약 1% 미만, 또는 약 0.1% 미만인 수지를 지칭한다. 따라서, 양태들에서, 상기 수지 라텍스는 수지에 존재할 수 있는 어떠한 관능기에 대한 가교결합을 실질적으로 함유하지 않으며, 이는 전체 수지 라텍스가, 예를 들면, 가교결합이 약 10% 미만, 예를 들면, 약 5% 미만, 약 1% 미만, 또는 약 0.1% 미만임을 의미한다.
- [0045] 양태들에서, 상기 토너 조성물은 특정한 비가교결합 수지 이외에 가교결합된 수지를 포함할 수 있다. 예를 들면, 이러한 가교결합된 수지 또는 임의의 가교결합된 수지는, 토너 조성물의 총 중량을 기준으로 하여, 0중량%로부터 약 15중량% 또는 약 20중량%까지의 양으로, 예를 들면, 0 내지 약 15중량%의 총량으로 존재한다.
- [0046] 수지 단량체 및 박리제 단량체로부터 중합된 중합체
- [0047] 상기 중합체에 대해 예시되는 조성물은 다음을 포함한다:
- [0048] 폴리스티렌/부틸 아크릴레이트/옥타데실 아크릴레이트 78/7.5/14.5 (상기 토너 중의 옥타데실 아크릴레이트의 전체 하중은, 토너 조성물에 안료 및 젤이 부가될 수 있기 때문에, 예를 들면, 중합체의 약 9중량%일 수 있다)
- [0049] 폴리스티렌/부타디엔/옥타데실 아크릴레이트 78/7.5/14.5
- [0050] 폴리스티렌/부틸 아크릴레이트/도코사닐 아크릴레이트 78/7.5/14.5
- [0051] 폴리스티렌/부틸 아크릴레이트/트리아콘틸 아크릴레이트 78/7.5/14.5
- [0052] 폴리스티렌/부틸 아크릴레이트/헥사코실 아크릴레이트 78/7.5/14.5
- [0053] 폴리스티렌/부틸 아크릴레이트/1-(도코실옥시)-4-비닐벤젠 63.5/22/14.5
- [0054] 폴리스티렌/부틸 아크릴레이트/1-(헥사코실옥시)-4-비닐벤젠 63.5/22/14.5.
- [0055] 명백한 바와 같이, 상기 비가교결합 수지의 특성은 구성 단량체들의 형태 및 양을 조절하거나 연쇄전달제의 형태 및 양을 조절하는 등에 의해 적절하게 조절될 수 있다. 예를 들면, 구성 단량체들의 비율을 조절하여 토너 유

리 전이 온도(Tg)를 조절할 수 있으며, 이는 토너 블록킹 특성, 용착 특성 등에 영향을 미칠 수 있다.

- [0056] 마찬가지로, 코어 및/또는 셸 수지 성분들에 사용되는 수지 라텍스를 형성하는 데 사용되는 연쇄전달체의 양을 조절하여 수지 특성을 조절할 수 있다. 예를 들면, 상기 수지 라텍스를 형성시키는 경우, 상이한 양의 연쇄전달체(예: 도데칸티올)를 사용하면 분자량, 유리 전이 온도 등과 같은 수지 특성을 변화시킬 수 있다. 예를 들면, 상기 코어 수지 라텍스를 형성하는 데 있어서 연쇄전달체의 양을 증가시키면 중합 동안 연쇄 정지로 인해 분자량을 감소시킬 수 있는 한편, 셸 수지 라텍스를 형성하는 데 있어서 연쇄전달체의 양을 감소시키면 분자량을 증가시킬 수 있으며, 이는 토너 블록킹 특성에 도움을 줄 수 있다.
- [0057] 수지 라텍스 또는 라텍스들을 형성하는 데 사용되는 단량체 단위는 임의의 공지된 방법에 의해 적합하게 중합될 수 있다. 예를 들면, 상기 단량체 단위들은 스타브 공급(starve fed) 반연속식 유화중합 공정 또는 표준 유화중합 공정 등으로 중합되어 수지 라텍스를 제공할 수 있다. 이러한 중합은, 예를 들면, 개시제, 연쇄전달제(CTA) 및 계면활성제의 존재하에 수행될 수 있다.
- [0058] 양태들에서, 상기 수지 또는 중합체는 스티렌/부틸 아크릴레이트/메타-카복시에틸 아크릴레이트 삼원 공중합체이다. 다른 양태들에서, 상기 수지 또는 중합체는 스티렌/부틸 아크릴레이트/아크릴산 삼원 공중합체, 스티렌/부틸 아크릴레이트/메타크릴산 삼원 공중합체, 스티렌/부틸 아크릴레이트/이타콘산 삼원 공중합체, 스티렌/부틸 아크릴레이트/푸마르산 삼원 공중합체, 스티렌/부타디엔 /메타-카복시에틸 아크릴레이트 삼원 공중합체, 스티렌/부타디엔/메타크릴산 삼원 공중합체, 스티렌/부타디엔/아크릴산 삼원 공중합체, 스티렌/이소프렌/메타-카복시에틸 아크릴레이트 삼원 공중합체 동일 수 있다.
- [0059] 양태들에서, 실질적으로 가교결합되지 않은 상기 수지는 스티렌:부틸 아크릴레이트:메타-카복시 에틸 아크릴레이트를 포함하며, 예를 들면, 상기 비가교결합 수지 단량체들은 스티렌 약 70 내지 약 90%, 부틸 아크릴레이트 약 10 내지 약 30% 및, 상기 단량체들의 총 중량을 기준으로 하여, 메타-CEA 약 0.05 내지 약 10pph(백부당부), 예를 들면, 약 3pph의 양으로 존재한다. 그러나, 상기 성분 비율은 이러한 범위로 한정되지 않으며, 다른 양이 사용될 수 있다.
- [0060] 본원의 특징에서, 비가교결합 수지는 스티렌 약 73 내지 약 85%, 부틸 아크릴레이트 약 27 내지 약 15% 및, 단량체의 총 중량을 기준으로 하여, 메타-CEA 약 1.0 내지 약 5pph를 포함하지만, 상기 조성 및 방법은 단량체의 특정 형태 또는 범위에 제한되지 않는다. 다른 특징에서, 상기 비가교결합 수지는 스티렌 약 81.7%, 부틸 아크릴레이트 약 18.3% 및, 단량체의 총 중량을 기준으로 하여, 메타-CEA 약 3.0pph를 포함한다.
- [0061] 상기 개시제는, 예를 들면, 과황산나트륨, 과황산칼륨 또는 과황산암모늄일 수 있지만, 이로 제한되지는 않으며, 예를 들면, 단량체의 중량을 기준으로 하여, 약 0.5 내지 약 3.0%의 범위로 존재할 수 있지만, 이로 제한되지는 않는다. 상기 연쇄전달체는, 예를 들면, 단량체들의 총 중량을 기준으로 하여, 약 0.5 내지 약 5.0중량%의 범위로 존재할 수 있지만, 이로 제한되지는 않는다. 양태들에서, 상기 계면활성제는, 상기 수성 상의 중량을 기준으로 하여, 약 0.7 내지 약 5.0중량%의 범위로 존재하는 음이온성 계면활성제이지만, 이러한 형태 또는 범위로 제한되지는 않는다.
- [0062] 예를 들면, 상기 단량체들은 전문이 참조로 본원에 인용되는 미국 특허 제6,447,974호, 제6,576,389호, 제6,617,092호 및 제6,664,017호에 언급된 바와 같은 스타브 공급 조건하에 중합되어 직경이 약 100 내지 약 300nm의 범위인 라텍스 수지 입자들을 제공할 수 있다.
- [0063] 양태들에서, 상기 비가교결합 수지의 개시 유리 전이 온도(Tg)는, 예를 들면, 약 48 내지 약 62℃, 또는 약 50 내지 약 60℃, 예를 들면 약 53 내지 약 60℃의 범위일 수 있지만, 이로 제한되지는 않는다.
- [0064] 계면활성제
- [0065] 예를 들면, 계면활성제는, 양태들에서 반응 혼합물의 약 0.01 내지 약 20중량%, 또는 약 0.1 내지 약 15중량%의 양으로 사용될 수 있다. 적합한 계면활성제들의 예는, 예를 들면, IGEPATM CA-210TM, IGEPATM CA-520TM, IGEPATM CA-720TM, IGEPATM CO-890TM, IGEPATM CO-720TM, IGEPATM CO-290TM, IGEPATM CA-210TM, ANTAROX 890TM 및 ANTAROX 897TM로서 론-폴랭(Rhone-Poulenc)으로부터 입수할 수 있는 디알킬페녹시폴리(에틸렌옥시)에탄올과 같은 비이온성 계면활성제를 포함한다. 예를 들면, 비이온성 계면활성제의 유효 농도는, 양태들에서, 반응 혼합물의 약 0.01 내지 약 10중량%, 또는 약 0.1 내지 약 5중량%이다.

- [0066] 음이온성 계면활성제의 예는 특히 나트륨 도데실설페이트(SDS), 나트륨 도데실벤젠 설포네이트, 나트륨 도데실 나프탈렌 설페이트, 디알킬 벤젠알킬, 설페이트 및 설포네이트, 아디프산(제조원: Aldrich), NEOGEN R.TM, NEOGEN SC.TM (제조원: Kao), Dowfax 2A1(헥사 데실디페닐옥사이드 디설페이트) 등을 포함한다. 예를 들면, 통상적으로 사용되는 상기 음이온성 계면활성제의 유효 농도는 상기 반응 혼합물의 약 0.01 내지 약 10중량%, 또는 약 0.1 내지 약 5중량%일 수 있다.
- [0067] 하나 이상의 염기들이 사용될 수 있으며, 이들은 pH를 증가시키므로 응집물 입자를 이온화시킴으로써 안정성을 부여하고 상기 응집물들의 크기 성장을 방지한다. 선택될 수 있는 염기들의 예는 특히 수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화암모늄, 수산화세슘 등을 포함한다.
- [0068] 추가의 계면활성제들이 또한 합체하기 전 또는 합체하는 동안 응집물 현탁물에 임의로 첨가될 수 있다. 이러한 추가의 계면활성제들은, 예를 들면, 온도 증가시, 응집물의 크기 성장을 방지하거나 응집물 크기를 안정화시키는 데 사용될 수 있다. 적합한 추가의 계면활성제는 특히 나트륨 도데실벤젠 설포네이트, 나트륨 도데실 나프탈렌 설페이트, 디알킬 벤젠알킬, 설페이트, 설포네이트, 아디프산(제조원: Aldrich), 네오겐(NEOGEN) R.TM, 네오겐 SC.TM (제조원: Kao) 등과 같은 음이온성 계면활성제로부터 선택될 수 있다. 이들 계면활성제는 또한 폴리비닐 알콜, 폴리아크릴산, 메탈로즈, 메틸 셀룰로즈, 에틸 셀룰로즈, 프로필 셀룰로즈, 하이드록시 에틸 셀룰로즈, 카복시 메틸 셀룰로즈, 폴리옥시에틸렌 세틸 에테르, 폴리옥시에틸렌 라우릴 에테르, 폴리옥시에틸렌 옥틸 에테르, 폴리옥시에틸렌 옥틸페닐 에테르, 폴리옥시에틸렌 올레일 에테르, 폴리옥시에틸렌 소르비탄 모노라우레이트, 폴리옥시에틸렌 스테아릴 에테르, 폴리옥시에틸렌 노닐페닐 에테르, 디알킬페녹시폴리(에틸렌 옥시) 에탄올[IGEPAL CA-210TM, IGEPAL CA-520TM, IGEPAL CA-72TM, IGEPAL CO-890TM, IGEPAL CO-720TM, IGEPAL CO-290TM, IGEPAL CA-210TM, ANTAROX 890TM 및 ANTAROX 897TM로서 론-폴렐로부터 입수할 수 있음]과 같은 비이온성 계면활성제로부터 선택될 수 있다. 응집물 크기 안정제로서 통상적으로 사용되는 상기 음이온성 또는 비이온성 계면활성제의 유효량은, 예를 들면, 반응 혼합물의 약 0.01 내지 약 10중량% 또는 약 0.1 내지 약 5중량%이다.
- [0069] 사용될 수 있는 산의 예는, 예를 들면, 질산, 황산, 염산, 아세트산, 시트르산, 트리플루오로아세트산, 석신산, 살리실산 등을 포함하며, 상기 산들은 양태들에서 물의 약 0.5 내지 약 10중량% 또는 물의 약 0.7 내지 약 5중량%의 범위로 희석된 형태로 사용된다.
- [0070] 상 수송 촉매
- [0071] 상기 상 수송 촉매는 본원에 전문이 참조로 인용되는 라우(Lau)의 미국 특허 제5,521,266호에 기재된 것들과 같은 소수성 캐비티를 갖는 매크로분자 유기 화합물이다.
- [0072] 소수성 캐비티를 갖는 유용한 매크로분자 유기 화합물은, 예를 들면, 사이클로텍스트린 및 사이클로텍스트린 유도체; 사이클로이눌로헥소즈, 사이클로이눌로헵토즈, 및 사이클로이눌로옥토즈와 같은 소수성 캐비티를 갖는 사이클릭 올리고당; 칼릭사렌; 및 캐비탄드를 포함한다.
- [0073] 본 발명의 양태에 유용한 사이클로텍스트린 및 사이클로텍스트린 유도체들은 특정 중합 조건하에 선택된 사이클로텍스트린 및 사이클로텍스트린 유도체의 용해도에 의해서만 제한될 수 있다. 적합한 사이클로텍스트린은 알파-사이클로텍스트린, 베타-사이클로텍스트린 및 감마-사이클로텍스트린을 포함하지만 이로 제한되지는 않는다. 적합한 사이클로텍스트린 유도체는 알파-사이클로텍스트린, 베타-사이클로텍스트린 및 감마-사이클로텍스트린의 메틸, 트리아세틸 하이드록시프로필 및 하이드록시에틸 유도체를 포함하지만 이로 제한되지는 않는다. 양태들에서, 상기 사이클로텍스트린 유도체는 메틸-베타-사이클로텍스트린이다.
- [0074] 사이클로이눌로헥소즈 및 사이클로이눌로헵토즈와 같은, 소수성 캐비티를 갖는 적합한 사이클릭 올리고당은 전문이 본원에 참조로 인용되는 문헌[참조: Takai et al., Journal of Organic Chemistry, 1994, volume 59, number 11, pages 2967-2975]에 기술되어 있다.
- [0075] 적합한 칼릭사렌은 전문이 본원에 참조로 인용된 미국 특허 제4,699,966호, 국제 특허 공보 WO 89/08092 및 일본 특허 공보 제1988/197544호 및 제1989/007837호에 기재되어 있다.
- [0076] 적합한 캐비탄드는 전문이 본원에 참조로 인용된 이탈리아 출원 제22522 A/89호 및 문헌[참조: Moran et al.,

Journal of the American Chemical Society, volume 184, 1982, pages 5826-5828]에 기술되어 있다.

[0077] 상기 상 수송 촉매는 박리제 단량체의 약 0.3 내지 약 70중량%, 또는 약 0.5 내지 약 30중량%, 또는 약 1 내지 약 5중량%의 농도로 사용될 수 있다.

[0078] 비공유결합 박리제

[0079] 양태들에서, 본 발명의 화학적 토너는 비공유결합 박리제를 실질적으로 함유하지 않는다. 그러나, 다른 양태들에서, 본 발명의 화학적 토너 조성물은 임의로, 왁스와 같은 비공유결합 박리제를 포함한다. 예를 들면, 본 발명의 토너 조성물에 적합한 왁스는 탄소수 약 1 내지 약 25의 알킬렌 왁스(예를 들면, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 또는 이들의 조합물)와 같은 알킬렌 왁스를 포함하지만 이로 제한되지는 않는다. 상기 왁스는, 예를 들면, 조성물의 총 중량을 기준으로 하여 약 6 내지 약 15중량%의 양으로 존재할 수 있다. 왁스의 예는 상술한 공계류 중인 출원의 것들, 폴리프로필렌 및 폴리에틸렌(시판원: Allied Chemical and Petrolite Corporation), 왁스 유액(제조원: Michaelman Inc. 및 the Daniels Products Company), Epolene N-15™(시판원: Eastman Chemical Products, Inc.), Viscol 550-P™, 중량 평균 분자량이 낮은 폴리프로필렌(제조원: Sanyo Kasei K.K.), 및 유사한 물질들과 같은 본원에 예시된 것들을 포함한다. 시판 중인 폴리에틸렌은 분자량(Mw)이 약 100 내지 약 3,000인 것으로 믿어지며, 시판 중인 폴리프로필렌은 분자량이 약 1,000 내지 약 10,000인 것으로 믿어진다. 관능화된 왁스의 예는 아민, 아마이드, 예를 들면, 아쿠아 슈퍼슬립(Aqua Superslip) 6550™, 슈퍼슬립(Superslip) 6530™ (제조원: Micro Powder Inc.), 불소화 왁스, 예를 들면, 폴리플루오(Polyfluo) 190™, 폴리플루오 200™, 폴리플루오 523XF™, 아쿠아 폴리플루오 411™, 아쿠아 폴리실크(Aqua Polysilk) 19™, 폴리실크 14™(제조원: Micro Powder Inc.), 혼합된 불소화 아마이드 왁스, 예를 들면, 마이크로스퍼전(Microspersion) 19™(제조원: Micro Powder Inc.), 이미드, 에스테르, 4급 아민, 카복실산 또는 아크릴성 중합체 유액, 예를 들면 존크릴(Joncryl) 74™, 89™, 130™, 537™ 및 538™(제조원: SC Johnson wax), 염소화 폴리프로필렌 및 폴리에틸렌(제조원: Allied Chemical, Petrolite Corporation 및 SC Johnson Wax)을 포함한다. 비공유결합 박리제(예: 왁스)의 단량체 형태는 박리제 단량체로서 사용될 수 있다.

[0080] 양태들에서, 상기 왁스는, 예를 들면, 입자 직경이 약 100 내지 약 500nm인 왁스, 물 및 음이온성 계면활성제를 포함하는 분산액 형태의 왁스를 포함한다. 양태들에서, 상기 왁스는 약 6 내지 약 15중량%와 같은 양으로 포함될 수 있다. 양태들에서, 상기 왁스는 입자 직경이 약 100 내지 약 500nm의 범위이지만 이로 제한되지는 않는 폴리에틸렌 왁스 입자[예: 베이커 페트롤라이트(Baker Petrolite)에서 시판하는 폴리왁스 850]일 수 있지만 이로 제한되지는 않는다. 왁스를 분산시키는 데 사용되는 계면활성제는, 예를 들면, 네오젠 RK™(시판원: Kao Corporation) 또는 타이카파워(TAYCAPOWER) BN2060(시판원: Tayca Corporation)와 같은 음이온성 계면활성제일 수 있지만 이로 제한되지는 않는다.

[0081] 착색제

[0082] 상기 토너 조성물은 또한 염료 및/또는 안료와 같은 하나 이상의 착색제를 포함한다. 예를 들면, 착색제들은 안료, 염료, 안료와 염료의 혼합물, 안료의 혼합물, 염료의 혼합물 등을 포함한다. 단순화시키기 위해, 용어 "착색제"는, 예를 들면, 특정 안료 또는 기타 착색제 성분으로서 특정되지 않는 한 이러한 유기 가용성 염료, 안료 및 혼합물을 지칭한다. 양태들에서, 상기 착색제는 카본 블랙, 마그네타이트, 블랙, 시안, 마젠타, 옐로우, 레드, 그린, 블루, 브라운, 또는 이들의 혼합물을, 상기 조성물의 총 중량을 기준으로 하여, 약 1 내지 약 25중량%, 예를 들면, 약 2중량% 또는 약 5중량% 내지 약 15중량% 또는 약 20중량%의 양으로 포함한다. 기타 유용한 착색제가 본원 명세서를 근거로 하여 용이하게 명백해짐이 이해될 것이다.

[0083] 일반적으로, 유용한 착색제는 흑색 착색제, 예를 들면, 팔리오겐 블랙 L9984(제조원: BASF), 안료 블랙 K801(제조원: BASF) 및 카본 블랙[예: 리갈(REGAL) 330(제조원: Cabot), 리갈 660(제조원: Cabot), 카본 블랙 5250 및 5750(제조원: Columbian Chemicals) 등] 또는 이들의 혼합물을 포함하지만, 이로 제한되지는 않는다.

[0084] 추가의 유용한 착색제는 선 케미칼(Sun Chemical)로부터 시판 중인 것들과 같은 수계 분산액 중의 안료를 포함하며, 예를 들면, 선스퍼스(SUNSPERSE) BHD 6011X(블루 15 타입), 선스퍼스 BHD 9312X(안료 블루 15 74160), 선스퍼스 BHD 6000X(안료 블루 15:3 74160), 선스퍼스 GHD 9600X 및 GHD 6004X(안료 그린 7 74260), 선스퍼스 QHD 6040X(안료 레드 122 73915), 선스퍼스 RHD 9668X(안료 레드 185 12516), 선스퍼스 RHD 9365X 및 9504X(안료 레드 57 15850:1, 선스퍼스 YHD 6005X(안료 옐로우 83 21108), 플렉시버스(FLEXIVERSE) YFD 4249(안료 옐로

우 17 21105), 선스퍼스 YHD 6020X 및 6045X(안료 옐로우 74 11741), 선스퍼스 YHD 600X 및 9604X(안료 옐로우 14 21095), 플렉시버스 LFD 4343 및 LFD 9736(안료 블랙 7 77226) 등 또는 이들의 혼합물이다. 기타 유용한 수제 착색제 분산액은 클라리언트(Clariant)로부터 시판되는 것들을 포함하며, 예를 들면, 사용하기 전에 물 및/또는 계면활성제에 분산될 수 있는 호스타핀(HOSTAFINE) 옐로우 GR, 호스타핀 블랙 T 및 블랙 TS, 호스타핀 블루 B2G, 호스타핀 루빈 F6B 및 마젠타 건조 안료(예: 토너 마젠타 6BVP2213 및 토너 마젠타 E02)이다.

[0085] 기타 유용한 착색제는, 예를 들면, 마그네타이트를 포함하며, 예를 들면, 모베이(Mobay) 마그네타이트 MO8029, MO8960; 콜럼비안 마그네타이트, 마피코(MAPICO) 블랙 및 표면 처리된 마그네타이트; 파이저(Pfizer) 마그네타이트 CB4799, CB5300, CB5600, MCX6369; 바이엘(Bayer) 마그네타이트, BAYFERROX 8600, 8610; 노던(Northern) 안료 마그네타이트, NP-604, NP-608; 마그녹스(Magnox) 마그네타이트 TMB-100 또는 TMB-104 등 또는 이들의 혼합물이다. 안료의 특정한 추가 예는 프탈로시아닌 헬리오겐(HELIOGEN) 블루 L6900, D6840, D7080, D7020, 필람(PYLAM) 오일 블루, 필람 오일 옐로우, 안료 블루 1(제조원: Paul Uhlrich & Company, Inc.), 안료 바이올렛 1, 안료 레드 48, 레몬 크롬 옐로우 DCC 1026, 이.디.톨루이딘(E.D.TOLUIDINE) 레드 및 본(BON) 레드 C(제조원: Dominion Color Corporation, Ltd., 캐나다 온타리오주 토론토 소재), 노바페름(NOVAPERM) 옐로우 FGL, 호스타페름(HOSTAPERM) 핑크 E(제조원: Hoechst), 및 신와시아(CINQUASIA) 마젠타(제조원: E.I. DuPont de Nemours & Company) 등을 포함한다. 마젠타의 예는, 예를 들면, 색 지수가 CI 60710인 2,9-디메틸 치환된 퀴나크리돈 및 안트라퀴논 염료, CI 분산된 레드 15, 색 지수가 CI 26050인 디아조 염료, CI 용매 레드 19 등 또는 이들의 혼합물을 포함한다. 예시되는 시안의 예는 구리 테트라(옥타데실 설포아미드) 프탈로시아닌, 색 지수가 CI 74160인 x-구리 프탈로시아닌 안료, CI 안료 블루, 및 색 지수가 DI 69810인 안트라트렌 블루, 스페셜 블루 X-2137 등 또는 이들의 혼합물을 포함한다. 예시되는 선택될 수 있는 옐로우의 예는 디아릴라이드 옐로우 3,3-디클로로벤지덴 아세토아세트아닐라이드, 색 지수가 CI 12700인 모노아조 안료, CI 용매 옐로우 16, 색 지수가 포론(Foron) 옐로우 SE/GLN인 니트로페닐 아민 설포아미드, CI 분산된 옐로우 33, 2,5-디메톡시-4-설포아닐라이드 페닐아조-4'-클로로-2,4-디메톡시 아세토아세트아닐라이드, 및 퍼머넌트(Permanent) 옐로우 FGL을 포함한다. 마피코블랙(MAPICOBBLACK)과 시안 성분들과의 혼합물과 같은 착색된 마그네타이트가 또한 안료로서 선택될 수 있다.

[0086] 기타 유용한 착색제는 팔리오겐(Paliogen) 바이올렛 5100 및 5890(제조원: BASF), 노르만디(Normandy) 마젠타 RD-2400(제조원: Paul Uhlrich), 퍼머넌트 바이올렛 VT2645(제조원: Paul Uhlrich), 헬리오겐(Heliogen) 그린 L8730(제조원: BASF), 아르가일(Argyle) 그린 XP-111-S(제조원: Paul Uhlrich), 브릴리언트(Brilliant) 그린 토너 GR 0991(제조원: Paul Uhlrich), 리톨(Lithol) 스카렛 D3700 (제조원: BASF), 톨루이딘 레드(제조원: Aldrich), 써모플라스트(Thermoplast) NSD 레드용 스카렛(제조원: Aldrich), 리톨 루빈 토너(제조원: Paul Uhlrich), 리톨 스카렛 4440, NBD 3700(제조원: BASF), 본 레드 C(제조원: Dominion Color), 로얄 브릴리언트 레드 RD-8192(제조원: Paul Uhlrich), 오라셋(Oracet) 핑크 RF(제조원: Ciba Geigy), 팔리오겐 레드 3340 및 3871K(제조원: BASF), 리톨 페스트 스카렛 L4300(제조원: BASF), 헬리오겐 블루 D6840, D7080, K7090, K6910 및 L7020(제조원: BASF), 수단(Sudan) 블루 OS(제조원: BASF), 네오펜(Neopen) 블루 FF4012(제조원: BASF), PV 페스트 블루 B2G01(제조원: American Hoechst), 이르갈라이트(Irgalite) 블루 BCA(제조원: Ciba Geigy), 팔리오겐 블루 6470(제조원: BASF), 수단 II, III 및 IV(제조원: Matheson, Coleman, Bell), 수단 오렌지(제조원: Aldrich), 수단 오렌지 220(제조원: BASF), 팔리오겐 오렌지 3040(제조원: BASF), 오르토 오렌지 OR 2673(제조원: Paul Uhlrich), 팔리오겐 옐로우 152 및 1560(제조원: BASF), 리톨 페스트 옐로우 0991K(제조원: BASF), 팔리오톨 옐로우 1840(제조원: BASF), 노바페름(Novaperm) 옐로우 FGL(제조원: Hoechst), 퍼머넌트 옐로우 YE 0305(제조원: Paul Uhlrich), 루모겐(Lumogen) 옐로우 D0790(제조원: BASF), 수코-겔브(Suco-Gelb) 1250(제조원: BASF), 수코-옐로우 D1355(제조원: BASF), 수코 페스트 옐로우 D1165, D1355 및 D1351(제조원: BASF), 호스타페름 핑크 E(제조원: Hoechst), 파날(Fanal) 핑크 D4830(제조원: BASF), 신와시아 마젠타(제조원: DuPont) 등을 포함하지만, 이로 제한되지는 않는다.

[0087] 응고제

[0088] 양태들에서, 본 발명에서 사용되는 응고제들은 폴리 금속 할라이드, 예를 들면, 폴리 알루미늄 할라이드[예: 폴리 알루미늄 클로라이드(PAC) 또는 폴리 알루미늄 설포 실리케이트(PASS)]와 같은 공지된 성분들을 포함한다. 예를 들면, 한 양태에서, 상기 응고제는 금속 함량이, 예를 들면, 약 400 내지 약 10,000ppm인 최종 토너를 제공한다. 또 다른 양태에서, 상기 응고제는 알루미늄 함량이 약 400 내지 약 10,000ppm, 예를 들면, 약 400 내지 약 1,000ppm인 최종 토너를 제공하는 폴리 알루미늄 클로라이드를 포함한다. 양태들에서, 상기 응고제는,

외부 첨가제를 배제하고 건조 중량을 기준으로 하여, 토너 입자의 0 내지 약 5중량%, 예를 들면, 약 0중량% 초과 약 3중량% 이하의 양으로 토너 입자에 존재할 수 있다.

[0089] 토너 입자 제조

[0090] 상기 토너 조성물은, 양태들에서, 유화/응집/합체 공정과 같은 유화/응집 공정에 의해 제조된다. 예를 들면, 토너를 제조하기 위한 유화/응집/합체 공정은 각각의 전문이 본원에 참조로 인용되는 미국 특허 제5,290,654호, 제5,278,020호, 제5,308,734호, 제5,370,963호, 제5,344,738호, 제5,403,693호, 제5,418,108호, 제5,364,729호 및 제5,346,797호와 같은 다수의 제록스 특허에 예시되어 있다. 또한, 미국 특허 제5,348,832호, 제5,405,728호, 제5,366,841호, 제5,496,676호, 제5,527,658호, 제5,585,215호, 제5,650,255호, 제5,650,256호, 제5,501,935호, 제5,723,253호, 제5,744,520호, 제5,763,133호, 제5,766,818호, 제5,747,215호, 제5,827,633호, 제5,853,944호, 제5,804,349호, 제5,840,462호, 제5,869,215호, 제5,863,698호, 제5,902,710호, 제5,910,387호, 제5,916,725호, 제5,919,595호, 제5,925,488호 및 제5,977,210호도 관련이 있으며, 상기 특허 각각의 전문도 본원에 참고로 인용된다. 추가로, 제록스 특허인 미국 특허 제6,627,373호, 제6,656,657호, 제6,617,092호, 제6,638,677호, 제6,576,389호, 제6,664,017호, 제6,656,658호 및 제6,673,505호도 각각의 전문이 본원에 참조로 인용된다. 상술한 미국 특허들 각각의 적합한 성분들 및 방법의 양태는 이들의 양태에서 본 발명의 조성물 및 방법에 맞게 선택될 수 있다.

[0091] 양태들에서, 상기 토너 제조방법은 비가교결합 라텍스 및 임의의 가교결합된 라텍스를 왁스 및 착색제 분산액과 혼합시킨 다음, 여기에, 예를 들면, 폴리알루미늄 클로라이드와 같은 폴리 금속 할라이드의 응고제를 첨가하면서 폴리트론을 사용하는 등에 의해 고속에서 배합시켜 토너 입자를 형성하는 것을 포함한다. 이와 같이 생성된 pH가 약 2 내지 약 3인 혼합물은 대략 수지 Tg 미만의 온도로 가열시킴으로써 응집시켜 토너 크기 응집물을 제공한다. 추가의 비가교결합 라텍스(이는, 상술한 바와 같이 제1 비가교결합 라텍스와 동일하거나 상이할 수 있다)는 상기 형성된 응집물에 첨가되어 상기 형성된 응집물에 셀을 제공한다. 예를 들면, 양태들에서, 추가의 비가교결합 라텍스 약 10 내지 약 35% 또는 약 15 내지 약 30%가 상기 형성된 응집물에 첨가되어 상기 형성된 응집물 위에 셀을 제공할 수 있다. 이후, 상기 혼합물의 pH는 pH 약 7이 달성될 때까지 수산화나트륨 용액 첨가에 의해 변한다. 상기 혼합물이 pH 약 7에 도달하면, 상기 카복실산이 이온화되어 응집물 상에 추가의 음전하를 제공함으로써 안정성을 부여하고 라텍스 수지의 Tg를 초과해서 가열되는 경우에도 입자 크기 분포에서 입자가 추가로 성장하거나 증가하는 것을 막는다. 이어서, 상기 혼합물의 온도는 약 95℃로 상승하였다. 약 30분 후, 상기 혼합물의 pH는 추가 가열시에도 복합 입자를 제공하도록 응집물을 합체 또는 융착시키기에 충분한 수치(예: 약 4.5)로 감소된다. 상기 융착된 입자는 목적하는 형태가 달성될 때까지 시스멕스(Sysmex) FPIA 2100 분석기 등을 사용하여 형태 인자 또는 원형도가 측정될 수 있다.

[0092] 상기 혼합물은 실온(약 20 내지 약 25℃)으로 냉각될 수 있으며, 임의로 세척될 수 있다. 상기 혼합물이 세척되는 경우, 다단계 세척 과정이 사용될 수 있으며, 이때 제1 세척은 pH 약 10에서 약 63℃의 온도에서 수행되며, 이후 탈이온수로 실온에서 세척된다. 이어서, 이는 pH 약 4.0에서 약 40℃의 온도에서 세척된 다음 최종 탈이온수로 세척된다. 이어서, 상기 토너는 건조된다.

[0093] 상기 최종 토너 조성물은 비가교결합 수지, 왁스 및 착색제를 갖는 토너 입자들을 포함한다. 이론에 얽매일 의도는 없지만, 비가교결합 라텍스, 왁스 및 착색제를 포함하는 본 발명의 토너 조성물에서, 상기 수지는 고온 오프셋을 증가시키고 최저 고착 온도(MFT)를 낮추고 그로스 단위 약 1 내지 약 20과 같이 낮은 그로스 특성을 부여하는 데 주로 사용되는 한편, 왁스는 박리 특성 부여를 위해 사용된다. 비가교결합 라텍스 함량 대 왁스 및 착색제 함량의 비는 토너의 레올로지를 조절하도록 선택된다.

[0094] 양태들에서, 상기 최종 토너 조성물은 최저 고착 온도에서 측정된 그로스가 약 1 내지 약 70그로스 단위, 예를 들면, 약 2 또는 약 5그로스 단위 내지 약 50 또는 약 60그로스 단위(이는, BYK 75도 마이크로그로스 측정계에서 측정됨)이다. "그로스 단위"는 편평한 종이(예: 제록스 90 gsm COLOR XPRESSIONS + 종이 또는 제록스 4024 종이) 상에서 측정된 가드너(Gardner) 그로스 단위를 지칭한다. 주름 고정 MFT는 광범위한 융착 온도 상에서 융착된 이미지를 접은 다음, 접힌 영역에 걸쳐 소정 길량을 롤링함으로써 측정한다. 또한, 상기 인쇄물을 듀플로(Duplo) D-590 종이 폴더와 같은 시판 중인 폴더를 사용하여 접을 수 있다. 이어서, 상기 종이 시트를 펼치고, 상기 종이 시트로부터 분쇄된 토너는 상기 표면으로부터 와이핑한다. 이어서, 분쇄된 영역 비교는 내부 기준 차트에 대해 이루어진다. 분쇄된 영역이 적을수록 토너 접착성이 보다 우수해지고, 허용 가능한 접착성을 달성하는 데 필요한 온도는 주름 고정 MFT로서 정의된다.

- [0095] 양태들에서, 상기 토너는, 성분들의 총 합이 약 100%인 조성물의 총 중량을 기준으로 하여, 비가교결합 수지 약 68 내지 약 91중량%, 왁스 약 4 내지 약 15중량% 및 착색제 약 5 내지 약 13중량%의 양으로 비가교결합 수지, 왁스 및 착색제를 포함하나, 이로 제한되지는 않는다. 양태들에서, 상기 비가교결합 수지, 왁스 및 착색제는, 조성물의 총 중량을 기준으로 하여, 비가교결합 수지 약 81중량%, 왁스 약 9중량% 및 착색제 약 10중량%의 양으로 존재한다.
- [0096] 본 발명의 토너 조성물의 양태들에서, 생성된 토너는 형태 인자가 약 120 내지 약 140(형태 인자 100은 구형인 것으로 간주된다)이고, 시스팩스 FPIA 2100 분석기와 같은 분석기로 측정된 입자 원형도가 약 0.900 내지 약 0.980, 예를 들면, 약 0.930 내지 약 0.980(원형도 1.00은 형상이 구형인 것으로 간주된다)이다. 양태들에서, 상기 화학적 토너 조성물은 원형도가 약 0.930 내지 1.000의 범위인 입자들을 포함한다. 양태들에서, 상기 화학적 토너 조성물은 용적 평균 입자 크기 분포 지수가 약 1.30 이하인 입자들을 포함한다.
- [0097] 일부 양태들에서, 상기 토너 조성물은 블랙 토너 조성물일 수 있다. 양태들에서, 상기 블랙 토너 조성물은 Tg(개시)가 약 50 내지 약 60℃이고, 형태 인자가 약 120 내지 약 140이며, 원형도가 약 0.900 내지 약 0.980일 수 있다. 다른 양태들에서, 상기 토너 조성물은 스티렌:부틸 아크릴레이트:베타-CEA의 비가 단량체의 약 72:28:3 중량 ppm인 고분자량 비가교결합 수지를 함유할 수 있다. 기타 양태들에서, 상기 토너 조성물은 스티렌:부틸 아크릴레이트:베타-CEA:DVB(디비닐 벤젠)의 비가 단량체의 약 65:53:3:1 중량 ppm인 가교결합된 수지를 임의량으로 함유할 수 있다.
- [0098] 상기 토너 입자들은 임의로 외부 첨가제와 배합되어 형성될 수 있다. 임의의 적합한 표면 첨가제가 양태들에서 사용될 수 있다. 적합한 외부 첨가제는, 예를 들면, SiO₂, 금속 산화물(예: TiO₂ 및 산화알루미늄), 윤활제[예: 지방산의 금속염(예: 스테아르산아연 또는 스테아르산칼슘), 장쇄 알콜(예: UNILIN® 700)] 등을 포함한다. 일반적으로, 실리카는 토너 유동, 트리보(tribo) 증진, 혼합 조절, 개선된 현상 및 전사 안정성 및 보다 높은 토너 블록킹 온도를 위해 토너 표면에 도포된다. TiO₂는 개선된 상대 습도(RH) 안정성, 트리보 조절 및 개선된 현상 및 전사 안정성을 위해 도포된다. 스테아르산아연은 윤활 특성 부여를 위해 도포된다. 스테아르산아연은 윤활성을 가짐으로 인해 현상제에 전도성을 부여할 뿐만 아니라 트리보를 증진시킨다. 상기 외부 표면 첨가제는 도막의 존재 또는 부재하에 사용될 수 있다.
- [0099] 양태들에서, 상기 토너들은, 예를 들면, 티타니아 및/또는 기타 금속 산화물 약 0.1 내지 약 5중량%, 실리카 약 0.1 내지 약 8중량% 및 스테아르산아연 또는 기타 금속 스테아레이트 약 0.1 내지 약 4중량%를 함유한다.
- [0100] 상술한 토너 입자들은 토너 입자들을 캐리어 입자들과 혼합시킴으로써 임의로 현상제 조성물로 제형화될 수 있다. 본원 명세서에 따라 제조된 토너 조성물과 혼합되도록 선택될 수 있는 캐리어 입자들의 예는 토너 입자의 극성과 반대되는 극성의 전하를 마찰전기적으로 수득할 수 있는 입자들을 포함한다. 따라서, 한 양태에서, 상기 캐리어 입자들은 양전하가 하전된 토너 입자들이 캐리어 입자들에 고착하고 캐리어 입자들을 둘러싸도록 음의 극성을 갖도록 선택될 수 있다. 이러한 캐리어 입자들을 예시하는 예는 철, 철 합금, 스티, 니켈, 철 페라이트(스트론튬, 마그네슘, 망간, 구리, 아연 등을 혼입시킨 페라이트 포함), 마그네타이트 등을 포함한다. 추가로, 캐리어 입자로서, 전문이 본원에 참조로 인용된 미국 특허 제3,847,604호에 기재된 바와 같은, 니켈의 결정형 캐리어 비드로 구성된 니켈 베리(berry) 캐리어가 선택될 수 있으며, 상기 니켈 베리 캐리어는 오목부와 돌출부가 반복해서 나타나는 표면으로 인해 외부 면적이 비교적 큰 입자를 제공함을 특징으로 한다. 기타 캐리어가 전문이 본원에 참조로 인용되는 미국 특허 제4,937,166호 및 제4,935,326호에 기술된다.
- [0101] 상기 선택된 캐리어 입자들은 도막의 존재 또는 부재하에 사용될 수 있으며, 상기 도막은 일반적으로 아크릴성 및 메타크릴성 중합체(예: 메틸 메타크릴레이트), 불소 중합체 또는 모노알킬 또는 디알킬아민과의 아크릴성 및 메타크릴성 공중합체, 불소 중합체, 폴리올레핀, 폴리스티렌(예: 폴리비닐리덴 플루오라이드 수지), 스티렌, 메틸 메타크릴레이트 및 실란(예: 트리에톡시 실란)의 삼원 공중합체, 테트라플루오로에틸렌, 기타 공지된 도막 등으로 구성된다.
- [0102] 상기 캐리어 입자들은 다양한 적합한 배합 비로 토너 입자들과 혼합될 수 있다. 상기 토너 농도는 통상 토너 약 2 내지 약 10중량% 및 캐리어 약 90 내지 약 98중량%이다. 그러나, 토너와 캐리어 비율을 상이하게 사용하여 목적하는 특성을 갖는 현상제 조성물을 수득할 수 있다.
- [0103] 본원 명세서의 토너는 정전기록적(전자사진기술적) 이미지 형성 방법에서 사용될 수 있다. 따라서, 예를 들면, 본원 명세서의 토너 또는 현상제는, 예를 들면, 마찰전기적으로 하전될 수 있으며 광 수용체 또는 이오노그래피적 수용기와 같은 이미지 형성 부재 상에 반대로 하전된 잠상에 도포될 수 있다. 이어서, 생성된 토너 이미지

를 직접 또는 중간 수송 부재를 통해 종이 또는 투명 시트와 같은 지지체에 전사할 수 있다. 이어서, 상기 토너 이미지는 열 및/또는 압력 인가에 의해, 예를 들면, 가열된 퓨저 롤을 사용하여 지지체에 용착시킬 수 있다.

[0104] 본원 명세서의 토너는 건식인쇄 용도 이외의 용도를 포함해서 토너로 이미지를 형성하는 임의의 적합한 과정에서 사용될 수 있는 것으로 구상된다.

[0105] 별도의 언급이 없는 한, 모든 % 및 부는 중량 기준이다. 실온은 약 20 내지 약 25℃ 범위의 온도를 지칭한다.

[0106] 실시예

[0107] 옥타데실 아크릴레이트(박리제 단량체) 14.5중량%를 함유하는 라텍스 A(유화 응집 공정을 위한)의 제조

[0108] 사이클로텍스트린을 상 수송 촉매로서 사용하여 옥타데실 아크릴레이트 14.5중량%를 함유하는 라텍스를 다음과 같이 제조하였다. 0.8g의 다우팍스(Dowfax) 2A1 (음이온성 유화제), 2.7g의 베타-사이클로텍스트린 및 514g의 탈이온수로 이루어진 계면활성제 용액을 스테인레스 스틸 보유 탱크 속에서 10분 동안 혼합시켜 제조하였다. 이어서, 상기 보유 탱크를 반응기로 전달하기 전에 5분 동안 질소로 퍼징하였다. 이어서, 상기 반응기를 300rpm으로 교반하면서 질소로 연속적으로 퍼징하였다. 이어서, 상기 반응기를 조절된 속도로 76℃로 가열하고 상기 온도를 유지하였다. 별도로, 8.1g의 과황산암모늄 개시제를 45g의 탈이온수에 용해시켰다. 별도로, 단량체 용액을 다음 방식으로 제조하였다. 421.2g의 스티렌, 40.5g의 부틸 아크릴레이트, 78.3g의 옥타데실 아크릴레이트, 16.2g의 베타-카복시에틸 아크릴레이트, 3.78g의 1-도데칸티올, 1.89g의 1,10-데칸디올디아크릴레이트, 10.69g의 다우팍스 2A1(음이온성 계면활성제) 및 257g의 탈이온수를 혼합하여 용액을 형성시켰다. 이어서, 상기 용액의 1%를 상기 수성 계면활성제 상을 함유하는 반응기 속으로 76℃에서 서서히 공급하여 질소로 퍼징시키면서 "시드"를 형성하였다. 이어서, 상기 개시제 용액을 반응기 속으로 서서히 장전하고, 10분 후, 상기 용액의 절반을 0.5%/min의 속도로 계량 공급 펌프를 사용하여 연속적으로 공급하였다. 상기 단량체 용액의 절반을 반응기에 첨가한 지 100분 후, 추가로 4.54g의 1-도데칸티올을 단량체 용액 속으로 공급하여 교반하고, 상기 용액을 0.5%/min의 속도에서 연속적으로 공급하였다. 또한, 이때, 상기 반응기 교반기를 350rpm으로 증가시켰다. 일단 모든 단량체 용액이 주 반응기 속으로 장전되면, 온도를 추가로 4시간 동안 76℃에서 유지시켜 반응을 완결시켰다. 이어서, 완전 냉각을 적용하고, 반응기 온도를 35℃로 감소시켰다. 상기 생성물을 보유 탱크 속으로 수집하였다. 상기 라텍스를 건조시킨 후, 분자 특성은 Mw가 53,300이고, Mn이 10,300이며, 개시 Tg가 49.4℃이었다.

[0109] 이어서, 상기 라텍스의 시차 스캐닝 열량측정 곡선을 준비하였다. 상기 DSC 곡선은, 옥타데실 아크릴레이트 용점이 대략 34.9℃이고, 개시 Tg가 약 49.6℃임을 보여준다. 이러한 라텍스는 오염되거나 조악한 형성물을 갖지 않는다.

[0110] 라텍스 B(가교결합된 수지)의 제조

[0111] 스티렌, n-부틸 아크릴레이트, 디비닐벤젠 및 베타-CEA의 반연속식 유화중합으로부터 생성된 중합체 겔 입자로 구성된 라텍스 용액을 다음과 같이 제조하였다.

[0112] 1.75kg의 네오젠 RK(음이온성 유화제) 및 145.8kg의 탈이온수로 이루어진 계면활성제 용액을 스테인레스 스틸 보유 탱크 속에서 10분 동안 혼합시켜 제조하였다. 이어서, 상기 보유 탱크를 반응기로 전달하기 전에 5분 동안 질소로 퍼징하였다. 이어서, 상기 반응기를 300rpm으로 교반하면서 질소로 연속적으로 퍼징하였다. 이어서, 상기 반응기를 조절된 속도로 76℃로 가열하고 상기 온도를 유지하였다. 별도의 콘테이너에서, 1.24kg의 과황산암모늄 개시제를 13.12kg의 탈이온수에 용해시켰다. 또한, 제2의 별도의 콘테이너에서, 단량체 용액을 다음 방식으로 제조하였다. 47.39kg의 스티렌, 25.52kg의 n-부틸 아크릴레이트, 2.19kg의 베타-CEA, 729g의 55% 등급 디비닐벤젠, 4.08kg의 네오젠 RK(음이온성 계면활성제) 및 78.73kg의 탈이온수를 혼합하여 용액을 형성시켰다. 스티렌 단량체 대 n-부틸 아크릴레이트 단량체의 중량% 비는 65 대 35이었다. 이어서, 상기 용액의 1%를 상기 수성 계면활성제 상을 함유하는 반응기 속으로 76℃에서 서서히 공급하여 질소로 퍼징시키면서 "시드"를 형성하였다. 이어서, 상기 개시제 용액을 반응기 속으로 서서히 장전하고, 20분 후, 상기 용액의 나머지를 계량 공급 펌프를 사용하여 연속적으로 공급하였다.

[0113] 일단 모든 단량체 용액이 주 반응기 속으로 장전되면, 온도를 추가로 2시간 동안 76℃에서 유지시켜 반응을 완결시켰다. 이어서, 완전 냉각을 적용하고, 반응기 온도를 35℃로 감소시켰다. 상기 생성물을 1μm 필터 백을

통해 여과시킨 후 보유 탱크 속으로 수집하였다. 상기 라텍스의 일부를 건조시킨 후, 분자 특성은 M_w 가 134,700이고, M_n 이 27,300이며, 개시 T_g 가 43.0℃인 것으로 측정되었다. 디스크 원심분리에 의해 측정된 라텍스의 평균 입자 크기는 48nm이고, GC에 의해 측정되는 잔여 단량체는 스티렌의 경우 50ppm 미만이고, n-부틸 아크릴레이트의 경우 100ppm 미만이었다.

[0114] 오일 비함유 용착을 위해 공유 결합된 박리제를 함유하는 유화 응집 토너의 제조

[0115] 고형분이 41.95중량%인 라텍스 A 257.4g, 고형분이 17.05중량%인 블랙 안료 분산물 카비트론(Cavitron) PD-K85(리갈 330) 100.6g 및 고형분이 25중량%인 라텍스 B 80g을 4,000rpm으로 작동되는 IKA 울트라 투락스(Ultra Turrax[®]) T50 균질화기에 의해 교반되는 용기 속의 탈이온수 585.5g에 첨가하였다. 상기 용액을 4000rpm에서 5분 동안 균질화시킨 후, 3.4g의 폴리알루미늄 클로라이드 혼합물 및 30.6g의 0.02M 질산 용액을 함유하는 응고제 혼합물 34g을 첨가하였다. 이어서, 상기 혼합물을 1℃/min의 속도로 51℃까지 가열시킨 다음, 약 1.5 내지 약 2시간 동안 상기 온도를 유지시켜 쿨터 계수기(Coulter Counter)로 측정한 용적 평균 입자 직경이 5.2 μ m인 입자들을 생성시켰다. 승온 기간 동안, 상기 교반기를 약 250rpm으로 작동시키고, 설정 온도 51℃에 도달한 지 10분 후에, 교반기 속도를 약 220rpm으로 감소시켰다. 추가의 133.5g의 라텍스 A를 반응기 혼합물에 첨가하고, 52℃의 온도로 가열시킨 다음, 추가로 약 30분 동안 상기 온도를 유지시켜 용적 평균 입자 직경이 5.8 μ m인 입자들을 생성시켰다. 1.0M 수산화나트륨 용액을 사용하여 반응기 혼합물의 pH를 6으로 조절하여 입자 크기를 동결시켰다. 이어서, 상기 반응기 혼합물을 1℃/min의 속도로 95℃의 온도까지 가열시킨 다음, 0.3M 질산 용액을 사용하여 상기 반응기 혼합물의 pH를 4.0으로 조절하였다. 이어서, 상기 반응기 혼합물을 2.5시간 동안 95℃에서 부드럽게 교반하여 입자들을 합체 및 구형화시킬 수 있다. 시스템스 FPIA 형상 분석기 상에서 측정된 바와 같이 목적하는 형상이 달성되면, pH를 pH 7.0으로 조절하였다. 93℃에서 2.5시간이 경과하면, 반응기 가열기를 작동 중지시키고, 반응기 혼합물을 1℃/min의 속도로 실온으로 냉각시켰다. 생성된 토너 혼합물은 약 16.7중량%의 토너, 0.25중량%의 음이온성 계면활성제 및 약 82.9중량%의 물로 구성되었다. 상기 혼합물의 토너는 약 82중량%의 스티렌/아크릴레이트 중합체, 약 8중량%의 리갈 330 안료 및 약 10중량%의 라텍스 B를 포함하며, 용적 평균 입자 직경이 약 5.9 μ m이고, 기하학적 표준 편차(GSD)가 약 1.29이다. 상기 입자들을 6회 세척하며, 이때 제1 세척은 pH 10에서 63℃의 온도에서 수행되고, 이후 실온에서 탈이온수로 3회 세척되며, 40℃ 및 pH 4.0에서 1회 세척되고, 마지막으로 최종 세척은 실온에서 탈이온수로 수행하였다.

[0116] 상기 토너의 DSC 스캔은 상기 라텍스의 왁스성 성분의 용점이 약 34.2℃이고 개시 T_g 가 약 48.6℃인 것으로 나타내었다.

[0117] 용착

[0118] 상기한 바와 같이 제조된 왁스 비함유 유화 응집 토너의 초기 용착 성능은 세정 웹을 갖지 않는 오일 비함유 컬러 용착 설비를 사용하여 시험하였다. 세정 웹이 없기 때문에 임의의 고온 오프셋 관찰이 용이하였다.

[0119] 상기 샘플은 무광택성이며, 피크 그로스가 11이었다. 주름 고정 MFT는 159℃이었고, 토너 고온 오프셋 징후는 210℃까지도 나타나지 않았다. 공유 결합된 옥타데실 아크릴레이트를 박리 물질로서 사용하는 본 발명의 왁스 비함유 유화 응집 토너는 퓨저에 고온 오프셋되지 않았다.