



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112016004846-6 B1



(22) Data do Depósito: 13/08/2014

(45) Data de Concessão: 19/07/2022

(54) Título: TONER, REVELADOR, RECIPIENTE PARA ACOMODAR TONER, APARELHO DE FORMAÇÃO DE IMAGEM E MÉTODO DE FORMAÇÃO DE IMAGEM

(51) Int.Cl.: G03G 9/087; G03G 9/08.

(30) Prioridade Unionista: 06/09/2013 JP 2013-184669.

(73) Titular(es): RICOH COMPANY, LTD..

(72) Inventor(es): SHINYA NAKAYAMA; TSUYOSHI SUGIMOTO; DAISUKE ASAHINA; SUSUMU CHIBA; KOHSUKE NAGATA.

(86) Pedido PCT: PCT JP2014071693 de 13/08/2014

(87) Publicação PCT: WO 2015/033774 de 12/03/2015

(85) Data do Início da Fase Nacional: 04/03/2016

(57) Resumo: TONER. Um toner, incluindo uma substância corante; uma resina aglutinante; e um agente de liberação, em que a resina aglutinante inclui uma resina de poliéster, e o toner atende as exigências (1) e (2) abaixo: (1): $G'(50)$ (maior igual) 3.0×10^7 Pa e 1.0×10^5 Pa (maior igual) $G'(60)$ (maior igual) 1.0×10^7 Pa, onde $G'(50)$ é um módulo de armazenagem a 50°C do toner e $G'(60)$ é um módulo de armazenagem a 60°C do toner; e (2): um tempo de relaxação de giro-giro do toner a 50°C medido por método de eco sólido de NMR de pulso é 1.0 ms ou mais curto.

"TONER, REVELADOR, RECIPIENTE PARA ACOMODAR TONER, APARELHO DE FORMAÇÃO DE IMAGEM E MÉTODO DE FORMAÇÃO DE IMAGEM"

Campo técnico

[0001] A presente invenção refere-se a um toner seco para revelar uma imagem latente eletrostática em campos como eletrofotografia, gravação eletrostática e impressão eletrostática.

Antecedentes da técnica

[0002] Nos últimos anos, foi desejado que toners tenham tamanho de partícula pequeno e resistência a offset quente para fornecer imagens de saída de alta qualidade, capacidade de fixação em baixa temperatura para economia de energia, e estabilidade de armazenagem resistente a calor para resistir a ambientes de temperatura elevada, unidade elevada durante armazenagem ou transporte após produção. Particularmente, capacidade de fixação em baixa temperatura é muito importante para a qualidade de um toner, visto que o consumo de energia para fixação ocupa uma grande parte no consumo de energia para um processo de formação de imagem inteira.

[0003] Convencionalmente, toners produzidos por um método de amassamento e pulverização foram usados. O toner produzido pelo método de amassamento de pulverização tem problemas em que é difícil reduzir o tamanho de partícula do mesmo, e formatos de partículas são irregulares e uma

distribuição de diâmetro de partícula do mesmo é ampla, o que resulta em qualidade insatisfatória de imagens de saída, e uma grande quantidade de energia é necessária para fixar tal toner. No caso onde cera (isto é, um agente de liberação) é adicionada ao toner para aperfeiçoar a capacidade de fixação, além disso, o toner produzido pelo método de amassamento e pulverização contém uma grande quantidade da cera presente perto de superfícies de toner, visto que um produto amassado é rachado de uma interface de cera durante pulverização. Como resultado disso, um efeito de liberação é apresentado, porém por outro lado, o toner tende a causar deposição de toner (isto é, formação de filme) sobre um carreador, um fotocondutor e uma pá. Portanto, tal toner não é satisfatório em vista de suas características como um todo.

[0004] Para encontrar os problemas acima mencionados associados ao método de amassamento e pulverização, um método de produção de um toner de acordo com um método de polimerização foi proposto. Um toner produzido pelo método de polimerização é facilmente produzido como partículas pequenas, tem uma distribuição de diâmetro de partícula acentuada em comparação com aquela do toner produzido pelo método de pulverização, e pode encapsular um agente de encapsulação no mesmo. Como um método de produção de um toner de acordo com o método de polimerização, é proposto um método para produzir um toner usando um produto de reação de

alongamento de poliéster modificado por uretano como um aglutinante de toner, para fins de aperfeiçoar capacidade de fixação em baixa temperatura, e resistência a offset quente (vide PTL 1).

[0005] Além disso, é proposto um método de produção de um toner, que é excelente em todos entre estabilidade de armazenagem resistente a calor, capacidade de fixação em baixa temperatura, e resistência a offset quente, bem como excelente em capacidade de fluxo de pó e capacidade de transferência, quando um toner é produzido como um toner de diâmetro pequeno (vide PTLs 2 e 3).

[0006] Além disso, é revelado um método de produção de um toner tendo uma etapa de maturação para produzir um aglutinante de toner tendo uma distribuição de peso molecular estável, e obter capacidade de fixação em baixa temperatura e (vide PTLs 4 e 5).

[0007] Entretanto, essas técnicas propostas não fornecem um toner tendo alto nível de capacidade de fixação em baixa temperatura, que foi demandado nos últimos anos.

[0008] Para fins de obter um alto nível de capacidade de fixação em baixa temperatura, portanto, é proposto um toner contendo uma resina que inclui uma resina de poliéster cristalina, e um agente de liberação, e tendo uma estrutura de separação de fase, onde a resina e o agente de liberação (por exemplo, cera) são incompatíveis entre si na forma de

ilhas do mar (vide PTL 6).

[0009] Além disso, é proposto um toner contendo uma resina de poliéster cristalina, um agente de liberação, e um polímero de enxerto (vide PTL 7).

[00010] Essas técnicas propostas podem obter fixação em baixa temperatura, visto que a resina de poliéster cristalina é rapidamente fundida, em comparação com uma resina de poliéster não cristalina. Os toners propostos podem ter capacidade de fixação em baixa temperatura desejada e estabilidade de armazenagem resistente a calor desejada ao mesmo tempo, porém têm um problema quando usados em um aparelho de alta velocidade em que tensão aumentada aplicada ao toner formará agregados das partículas de toner, e causam limpeza de obstrução de espátula para formar espaços vazios brancos (espaços vazios brancos após transferência) do toner nas imagens de toner de saída. Além disso, no caso de toners contendo uma resina de poliéster cristalina, estes têm um problema de formar agregados das partículas de toner em ambientes de umidade elevada, temperatura elevada.

[00011] Por conseguinte, tem havido necessidade de fornecer um toner de alta qualidade que tenha capacidade de fixação em baixa temperatura desejada e estabilidade de armazenagem resistente a calor desejada ao mesmo tempo, e possa evitar formação de espaços vazios brancos após transferência.

Lista de citação

Literatura de patente

[00012] PTL 1: pedido de patente japonesa em aberto
(JP-A) no. 11-133665

[00013] PTL 2: JP-A no. 2002-287400

[00014] PTL 3: JP-A no. 2002-351143

[00015] PTL 4: patente japonesa (JP-B) no. 2579150

[00016] PTL 5: JP-A no. 2001-158819

[00017] PTL 6: JP-A no. 2004-46095

[00018] PTL 7: JP-A no. 2007-271789

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

PROBLEMA TÉCNICO

[00019] Nas circunstâncias atuais das técnicas anteriores, um objetivo da presente invenção é fornecer um toner de alta qualidade que tenha capacidade de fixação em baixa temperatura desejada e estabilidade de armazenagem resistente a calor desejada ao mesmo tempo, e possa evitar formação de espaços vazios brancos após transferência e offset quente.

Solução para o problema

[00020] Os problemas acima podem ser resolvidos pelo seguinte "toner" da presente invenção.

[00021] Isto é, é um toner incluindo: uma substância corante; uma resina aglutinante; e um agente de liberação, em que a resina aglutinante contém ao menos uma resina de

poliéster, e o toner atende as exigências (1) e (2) abaixo:

[00022] (1): $G'(50) \geq 3,0 \times 10^7 \text{ Pa}$ e $1,0 \times 10^5 \text{ Pa} \leq G'(60) \leq 1,0 \times 10^7 \text{ Pa}$, onde $G'(50)$ é um módulo de armazenagem a 50 °C do toner e $G'(60)$ é um módulo de armazenagem a 60 °C do toner; e

[00023] (2): um tempo de relaxamento de giro-giro do toner a 50 °C medido por método de eco sólido de NMR de pulso é 1,0 ms ou mais curto.

Efeitos vantajosos da invenção

[00024] Como pode ser entendido a partir da seguinte descrição específica e detalhada, a presente invenção apresenta um efeito notavelmente excelente de ser capaz de fornecer um toner de alta qualidade que tenha capacidade de fixação em baixa temperatura desejada e estabilidade de armazenagem resistente a calor desejada ao mesmo tempo, e possa evitar formação de espaços vazios brancos após transferência e offset quente.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[00025] A figura 1 é uma vista esquemática de um exemplo de um aparelho de formação de imagem da presente invenção.

[00026] A figura 2 é uma vista esquemática de outro exemplo de um aparelho de formação de imagem da presente invenção.

[00027] A figura 3 é uma vista esquemática de uma

unidade de formação de imagem para cada cor no aparelho de formação de imagem exemplar da figura 2.

[00028] A figura 4 é uma vista esquemática de um exemplo de um cartucho de processo da presente invenção.

DESCRIÇÃO DE MODALIDADES

TONER

[00029] A presente invenção será descrita em detalhe abaixo.

[00030] Um toner da presente invenção, ao contrário de toners convencionais, tem uma característica como descrito na Exigência (1) acima em que o módulo de armazenagem G' muda drasticamente em uma ligeira diferença em temperatura entre 50 °C e 60 °C. O toner tendo essa característica tem propriedade de fusão acentuada desejada em baixa temperatura e estabilidade de armazenagem desejada ao mesmo tempo. Condições particularmente severas em determinar estabilidade de armazenagem de um toner são, por exemplo, casos onde o toner é armazenado em uma máquina de formação de imagem incluindo um local de revelação a ser usado para revelação. Uma temperatura dentro da máquina onde o toner existe é genericamente mais elevada do que aquela de um cômodo onde a máquina é colocada, e o toner está sempre recebendo tensão mecânica por agitação. Idealmente, mesmo se usado para revelar em tal ambiente, partículas individuais de toner são duras e macias para mostrar elevada capacidade de fluxo,

enquanto o toner mostra que funde acentuadamente em uma baixa temperatura de aproximadamente 60 °C por um período de tempo curto após fixação com aquecimento. O toner da presente invenção realiza essa propriedade ideal.

[00031] Especificamente, a temperatura de 50 °C é uma temperatura que as temperaturas de superfície de um elemento contendo toner, um fotocondutor, e elementos periféricos em torno do mesmo atingem quando a formação de imagem é continuamente realizada em um aparelho de formação de imagem. O toner experimenta uma etapa de revelação nessa faixa de temperatura. Consequentemente, quando o toner é propenso a deformar nessa temperatura (50 °C), partículas de toner agregam em uma parte de revelação e aderem ao elemento contendo toner, que forma manchas de ponto derivado dos agregados das partículas de toner sobre as imagens formadas, forma espaços vazios brancos sobre as imagens formadas devido ao fornecimento anormal do toner para o fotocondutor, e degrada estabilidade de armazenagem resistente a calor. Por esse motivo, é necessário que o toner seja difícil de deformar nessa temperatura. Como resultado, na presente invenção, o módulo de armazenagem a 50 °C necessita ser $3,0 \times 10^7$ Pa ou mais.

[00032] Nenhum problema específico surgirá desde que o módulo de armazenagem a 50 °C do toner seja $3,0 \times 10^7$ Pa ou mais, porém é preferivelmente $1,0 \times 10^8$ Pa ou mais. Quando o

módulo de armazenagem G' (50) a 50 °C for menor que $3,0 \times 10^7$ Pa, o toner se tonará insuficiente em resistência a offset quente e estabilidade de armazenagem resistente a calor. O módulo de armazenagem G' a 50 °C compreendido na faixa preferível acima é vantajoso em que o toner é mais excelente em capacidade de fixação em baixa temperatura e estabilidade de armazenagem resistente a calor.

[00033] A temperatura de 60 °C é uma temperatura que se acredita que as temperaturas de superfície de um elemento contendo toner, um fotocondutor, e elementos periféricos em torno do mesmo atinjam após o início de alimentação de papel em um ambiente de temperatura normal. A redução no módulo de armazenagem nessa temperatura realiza capacidade de fixação em baixa temperatura. O módulo de armazenagem a 60 °C do toner é $1,0 \times 10^5 \text{ Pa} \leq G' (60) \leq 1,0 \times 10^7$, preferivelmente $5,0 \times 10^5 \leq G' (60) \leq 5,0 \times 10^6 \text{ Pa}$. Quando o $G' (60)$ é menor que $1,0 \times 10^5 \text{ Pa}$, o toner é degradado em resistência a offset quente. Quando o $G' (60)$ é maior que $1,0 \times 10^7 \text{ Pa}$, o toner é degradado em capacidade de fixação em baixa temperatura.

Método para realizar módulo de armazenagem

[00034] Um método para ajustar o módulo de armazenagem G' (50) a 50 °C do toner para ser $3,0 \times 10^7 \text{ Pa}$ ou mais sem degradar propriedade de fusão acentuada do mesmo é mistura de uma resina não cristalina com uma resina cristalina (resina C) adequada para mostrar propriedade de fusão acentuada.

Outro método para o mesmo é usar uma resina na qual uma porção não cristalina foi introduzida em uma estrutura de uma resina cristalina.

[00035] Em um exemplo específico, uma resina cristalina (resina C) é usada em combinação com resinas não cristalinas que são uma resina não cristalina tendo um peso molecular elevado (uma resina de cadeia não linear A que é um componente Tg baixo (resina A)) e uma resina não cristalina contendo uma resina aromática em uma taxa mais elevada que uma resina alifática (resina B). a capacidade de fluxo da resina de cadeia não linear A tendo um peso molecular elevado é suprimida após fusão devido ao peso molecular elevado da resina de cadeia não linear A embora a resina de cadeia não linear A tenha um Tg baixo. Em outro exemplo específico, uma fração aromática é introduzida em uma estrutura de uma molécula de polímero não cristalino tendo um peso molecular elevado, e o produto é usado.

[00036] Nesse caso, por exemplo, é possível que um ácido poli funcional trivalente ou mais elevado e/ou um poliol poli funcional triídrico ou mais elevado sejam/é usado em síntese da resina A, para desse modo introduzir uma porção de estrutura tridimensional em um polímero de poliéster para transmitir elasticidade semelhante à borracha para a mesma. Alternativamente, é possível misturar uma resina apresentando elasticidade semelhante à borracha derivada de sua porção de

estrutura tridimensional. Também, o uso de uma amina ou poliol poli funcional trivalente ou mais elevado como composto contendo grupo de hidrogênio ativo a ser reagido com um grupo de isocianato em síntese de um poliéster modificado por uretano contribui para introdução de uma porção de estrutura tridimensional em um polímero de poliéster e transmitir elasticidade semelhante à borracha para o mesmo.

[00037] Além disso, por exemplo, quando a resina B é um poliéster não cristalino usando diol bisfenol adicionado de óxido de alquilenos, o ajuste de uma quantidade de óxido de alquilenos a ser adicionado ou uma razão de, por exemplo, óxido de etileno e óxido de propileno para ajustar propriedades de segmentos na síntese da resina B pode contribuir para controlar o módulo de armazenagem G' (50) a 50 °C para ser $3,0 \times 10^7$ Pa ou mais. Modalidades exemplares específicas preferíveis das mesmas serão descritas em detalhe abaixo.

[00038] O módulo de armazenagem G' (60) a 60 °C pode ser ajustado para $1,0 \times 10^5$ Pa a $1,0 \times 10^7$ Pa do seguinte modo. Por exemplo, uma propriedade de fusão acentuada pode ser obtida por introdução de um grupo alifático de cadeia longa, e esse grupo alifático de cadeia longa pode também contribuir para aumentar em peso molecular do poliéster não cristalino como descrito acima. Também, por exemplo, quando um grupo alifático de cadeia longa é introduzido ao lado de

um átomo de nitrogênio e/ou um átomo de oxigênio em torno do qual a densidade de ligações de hidrogênio é elevada como no caso de uma resina modificada por uretano, é possível reduzir influência de tais ligações de hidrogênio de densidade elevada.

[00039] Por exemplo, em uma tentativa para plastificar poliéster não cristalino usando uma resina de poliéster cristalina, há naturalmente limitação sobre aumento em quantidade da resina de poliéster cristalina como um meio para realizar capacidade de fixação em baixa temperatura. Por exemplo, problemas relacionados à estabilidade de armazenagem resistente a calor e limitação da quantidade da resina de poliéster cristalina derivada de cristalização pode se tornar séria.

[00040] Aqui, um método de evitar esse problema é controlar poliéster não cristalino a ser plastificado. Por exemplo, uma quantidade apropriada de uma resina de poliéster cristalina é usada para plastificar uma resina de poliéster não cristalina misturada com ou ligada através da adição com uma resina de poliéster não cristalina tendo uma temperatura de transição vítrea baixa devido a uma fração alifática de cadeia longa introduzida em seu segmento de polímero, porém sendo difícil fluir devido à viscosidade de fusão elevada.

[00041] Isso pode ser adequadamente realizado, por exemplo, por misturar a resina de poliéster não cristalina

abaixo descrita, A, tendo uma temperatura de transição vítrea elevada de 40 °C a 70 °C com a resina de poliéster não cristalina abaixo descrita, B, tendo uma temperatura de transição vítrea em uma região de temperatura ultrabaixa porém é difícil fluir devido a viscosidade de fusão elevada, ou por introduzir uma fração correspondendo à resina B no curso de síntese da resina A. Também, é preferível que a resina de poliéster não cristalina A e a resina de poliéster não cristalina B estejam em um estado compatível ou em um estado onde pelo menos uma das resinas como uma fase homogênea contenha partículas da outra resina dispersa em uma forma de ilha no mar (em uma liga). Também, o módulo de armazenagem a 60 °C do toner pode ser controlado para ser $1,0 \times 10^5 \text{ Pa} \leq G' (60) \leq 1,0 \times 10^7$ por, por exemplo, controlar os valores característicos (por exemplo, peso molecular e/ou temperatura de transição vítrea) e/ou a quantidade da resina de poliéster não cristalina abaixo descrita, B, e/ou controlar os valores característicos (por exemplo, ponto de fusão) e/ou a quantidade da resina de poliéster cristalina abaixo descrita, C.

[00042] Desse modo, a exigência " $G' (50) \geq 3,0 \times 10^7 \text{ Pa}$ e $1,0 \times 10^5 \text{ Pa} \leq G' (60) \leq 1,0 \times 10^7 \text{ Pa}$ " na presente invenção pode ser obtida por combinar esses vários tipos de meios para ajustar módulo de armazenagem como um todo.

[00043] Modalidades preferíveis específicas das mesmas

serão descritas abaixo em detalhe e especificamente.

Tangente de perda; $\tan\delta$

[00044] O valor máximo de $\tan\delta$ (isto é, uma razão (G''/G') de módulo de perda G'' para módulo de armazenagem G') é preferivelmente 60 °C ou mais baixo. É mais preferivelmente mais elevado que 10 °C, porém 60 °C ou mais baixo, ainda preferivelmente 20 °C a 60 °C, particularmente preferivelmente 40 °C a 60 °C. Quando o valor máximo de $\tan\delta$ é 10 °C ou mais baixo, o toner pode ser insuficiente em estabilidade de armazenagem resistente a calor. Quando o valor máximo de $\tan\delta$ é mais elevado que 60 °C, o toner pode ser insuficiente em capacidade de fixação de temperatura abaixa.

Método de medição de viscoelasticidade

[00045] O módulo de armazenagem (G') e a tangente de perda ($\tan\delta$) do toner podem ser medidos por meio de, por exemplo, um viscoelastômetro dinâmico (ARES, produto da TA Instruments Inc.). A medição é realizada com uma frequência de 1 Hz.

[00046] Especificamente, uma amostra de medição é formada em uma pelota tendo um diâmetro de 8 mm, e uma espessura de 1 mm a 2 mm, e a amostra de pelota é fixa em uma placa paralela tendo um diâmetro de 8 mm. Após isso, a amostra de pelota é estreitamente fixada sobre a placa paralela em uma temperatura compreendida em 10 °C a 15°C a

partir de Tg1st do toner, e a temperatura é mantida por 15 minutos. Posteriormente, a amostra é resfriada a 30 °C enquanto uma carga aplicada pela placa à amostra está sendo mantida constante, e a amostra é mantida a 30 °C por 48 horas. Então, o módulo de armazenagem e a tangente de perda são medidas por aquecimento da amostra desse modo preparada a 200 °C em uma taxa de aquecimento de 2,0 °C/min. com uma frequência de 1 Hz, e tensão de 0,1% (em um modo de controle de tensão).

NMR de pulso

[00047] NMR de pulso (NMR de técnica de pulso) é eficaz para indexar mobilidade molecular. O NMR de técnica de pulso não fornece informação de mudança química (Por exemplo, uma estrutura química local), ao contrário de NMR de alta resolução. Em vez disso, o NMR de técnica de pulso pode rapidamente medir tempos de relaxamento (um tempo de relaxamento de treliça-giro (T1), e um tempo de relaxamento de giro-giro (T2)) de um núcleo 1H que é estreitamente relacionado à mobilidade molecular. O NMR de técnica de pulso se tornou difundido recentemente.

[00048] Os exemplos de procedimentos de medição do NMR de técnica de pulso incluem um procedimento de eco Hahn, um procedimento de eco sólido, um procedimento CPMG (procedimento Carr Purcell Meiboom Gill) e um procedimento de pulso a 90°.

[00049] Qualquer um deles pode ser usado adequadamente. Na presente invenção, um tempo de relaxamento de giro-giro (T_2) a 50 °C é medido e desse modo a medição é realizada por um procedimento de eco sólido que é adequado para a medição de um T_2 curto. Em geral, o procedimento de eco sólido e o procedimento de pulso de 90° são adequados para a medição de um T_2 curto, o procedimento de eco Hahn é adequado para a medição de um nível médio T_2 , e o procedimento CPMG é adequado para a medição de um T_2 longo.

[00050] Um tempo de relaxamento de giro-giro a 50 °C (t_{50}) servindo como um índice de mobilidade molecular pertinente à estabilidade de armazenagem, é 1,0 ms ou mais curto. Quando o t_{50} é mais longo que 1,0 ms, a mobilidade do toner e resina a 50 °C é elevada e o toner facilmente deforma e/ou agrega devido à força externa, causando dificuldades em transporte através dos mares por navio e armazenagem no verão, que não é preferido.

Método de medição usando NMR de pulso

[00051] Essa medição pode ser realizada, por exemplo, com "MINISPEC-MQ20" (produto de Bruker Optics, K.K.). A medição é realizada com um núcleo de observação de ^1H , em uma frequência de ressonância de 19,65 MHz, e em intervalos de medição de 5 s uma curva de atenuação é medida de acordo com um procedimento de eco sólido com uma sequência de pulso ($90^\circ\text{x} - \text{Pi} - 180^\circ\text{x}$). Observe que Pi varia de 0,01 ms a 100

ms, o número de pontos de dados é 100 pontos, um número cumulativo é 32.

[00052] Como amostra, partículas de toner (0,2 g) ou partículas da resina para um toner (0,2 g) são colocadas em um tubo de amostra dedicado, e medidas com o tubo de amostra inserido até uma faixa apropriada de um campo magnético. Através dessa medição, um tempo de relaxamento de giro-giro (t_{50}) a 50 °C de cada amostra é medido.

TMA; Análise termomecânica

[00053] O toner tem preferivelmente uma quantidade de deformação de compressão TMA (TMA%) de 15% ou menos, onde TMA% é medida a 40 °C e uma umidade relativa de 70%. Mais preferivelmente, o toner tem um TMA% de 10% ou menos. O TMA% excedendo 15% significa que o toner pode facilmente deformar quando transportado no verão ou por navio. O TMA% excedendo 15% especificamente significa que mesmo se o toner for excelente em estabilidade de armazenagem estática medida, por exemplo, pelo teste de penetração e excelente em estabilidade de armazenagem em condições secas, o toner é ruim em estabilidade de armazenagem em condições dinâmicas incluindo fatores de erro. Isto é, o toner tendo um TMA% excedendo 15% é ruim em resistência a bloqueio. Considerando, por exemplo, o transporte ou armazenagem em um armazém do toner no verão e a temperatura dentro de copiadoras, as partículas de toner aderem facilmente entre si para serem degradadas em

capacidade de transporte e capacidade de transferência, levando a falhas de imagem ou outras falhas.

Método de medição de TMA%

[00054] Partículas de toner (5 mg) são formadas em tablete utilizando uma matriz de tablete 3 mm em diâmetro (produto de Shimadzu Corporation) e o tablete obtido é testado usando um analisador termo mecânico (EXSTAR7000, produto da SII NanoTechnology Inc.). A medição é realizada em um modo de compressão enquanto o tablete é aquecido de 0 °C a 80 °C a 2 °C/min. com 70% de umidade relativa de acordo com JIS K7197. A força de compressão nessa medição é ajustada em 100 mN. Em um gráfico entre a temperatura de amostra e seu deslocamento de compressão (taxa de deformação), um deslocamento de compressão (taxa de deformação) a 40 °C é lido e definido como TMA%.

[00055] Diferença entre a temperatura de transição vítrea medida no primeiro aquecimento e a temperatura de transição vítrea medida no segundo aquecimento: $Tg_{1st} - Tg_{2nd}$

[00056] Uma diferença ($Tg_{1st} - Tg_{2nd}$) entre a temperatura de transição vítrea (Tg_{1st}) do toner medido no primeiro aquecimento e a temperatura de transição vítrea (Tg_{2nd}) do toner medido no segundo aquecimento em calorimetria de varredura diferencial (DSC) não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é

preferivelmente 10 °C ou mais.

[00057] O limite superior da diferença não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém a diferença (Tg1st) - (TG2nd) é preferivelmente 50 °C ou menos.

[00058] Quando a diferença (Tg1st) - (Tg2nd)) é 10 °C ou mais, o toner resultante é excelente em capacidade de fixação de temperatura baixa, o que é vantajoso. O fato de que a diferença (Tg1st) - (Tg2nd) é 10 °C ou mais significa que a resina de poliéster cristalina C e as resinas de poliéster não cristalinas A e B, que estão presentes em um estado não compatível antes do aquecimento (antes do primeiro aquecimento), se tornam em um estado compatível após aquecimento (após o primeiro aquecimento). Observe que, o estado compatível após aquecimento não tem de ser um estado totalmente compatível.

Matéria de toner insolúvel em THF

[00059] No toner da presente invenção, um módulo de armazenagem a 60 °C [G*(60)] de matéria insolúvel de THF (tetraidrofurano) extraída por, por exemplo, extração de Soxhlet preferivelmente atende $G^*(60) \leq 1,0 \times 10^6$ Pa.

[00060] O toner da presente invenção contém uma resina de poliéster tendo elasticidade semelhante à borracha, um Tg baixo e um reticulado, e desse modo pode obter resistência a bloqueio desejado e resistência à formação de filme desejada.

A resina de poliéster que permite que o toner apresente elasticidade semelhante à borracha é preferivelmente reticulada e/ou polimerizada em tal nível para ter insolubilidade em um solvente como THF. Quando o módulo de armazenagem a 60 °C [$G^*(60)$] de matéria insolúvel de THF é maior que 1×10^6 Pa, o toner pode ser insuficientemente fundido em uma faixa de temperatura de fixação e degradado em capacidade de fixação de temperatura baixa.

Método de extração

[00061] A matéria insolúvel de THF do toner da presente invenção pode ser extraída de acordo com o seguinte procedimento. Especificamente, 1 g de um toner é submetido a refluxo em 100 g de THF por 12 horas, para desse modo ser separado em matéria não dissolvível de THF e matéria dissolvível de THF. A seguir, o THF é removido da matéria dissolvível de THF para obter matéria sólida. Essa matéria sólida e a matéria sólida da matéria não dissolvível de THF são secas a 40 °C por 20 horas em pressão normal e então seca em pressão reduzida a 23 °C por 20 horas. A matéria sólida da matéria dissolvível de THF após secagem é usada como a matéria solúvel de THF, e a matéria sólida da matéria não dissolvível de THF após secagem é usada como a matéria insolúvel de THF.

Toner

[00062] Um método concebível para aperfeiçoar

capacidade de fixação em baixa temperatura de um toner é diminuir a temperatura de transição vítrea ou o peso molecular de uma resina de poliéster não cristalina de modo que a resina de poliéster não cristalina funda com uma resina de poliéster cristalina. entretanto, pode ser facilmente imaginado que ao simplesmente diminuir a temperatura de transição vítrea ou o peso molecular da resina de poliéster não cristalina para diminuir sua viscosidade de fusão, o toner resultante será degradado em estabilidade de armazenagem resistente a calor e resistência de offset quente após fixação.

[00063] No toner da presente invenção, quando a resina de poliéster não cristalina A tem uma temperatura de transição vítrea muito baixa é usada, a resina de poliéster não cristalina A tem uma propriedade de deformação em baixa temperatura uma vez que é uma temperatura de transição vítrea muito baixa. Consequentemente, a resina de poliéster não cristalina A tem tal propriedade que deforma com aquecimento e pressão após fixação e facilmente adere em meios de gravação como papel em baixa temperatura. Também, uma vez que um precursor reativo da resina de poliéster não cristalina A é uma cadeia não linear, a resina de poliéster não cristalina A tem uma estrutura ramificada em seu esqueleto molecular, e a cadeia molecular do mesmo se torna uma estrutura de rede tridimensional. Como resultado, a resina de poliéster não

cristalina A tem tais propriedades semelhantes a borracha de modo a deformar em baixa temperatura, porém não fluir, permitindo que o toner retenha estabilidade de armazenagem resistente a calor e resistência de offset quente. Observe que quando a resina de poliéster não cristalina A tem uma ligação de uretano ou uma ligação de ureia tendo energia de coesão elevada, o toner obtido é mais excelente em adesão sobre meios de gravação como papel. Também, a ligação de uretano ou a ligação de ureia se comporta como um ponto de pseudo-reticulação para aumentar as propriedades semelhantes à borracha da resina de poliéster. Como resultado, o toner obtido é mais excelente em estabilidade de armazenagem resistente a calor e resistência de offset quente.

[00064] Especificamente, como descrito acima, o toner da presente invenção, por combinar a resina de poliéster não cristalina A tendo um peso molecular elevado, que tem uma temperatura de transição vítrea em uma região de temperatura ultrabaixa, porém é difícil de fluir devido à viscosidade de fusão elevada, com a resina de poliéster não cristalina B contendo uma resina aromática em uma taxa elevada, e a resina de poliéster cristalina C, torna-se possível manter estabilidade de armazenagem resistente a calor e resistência de offset quente mesmo quando a temperatura de transição vítrea do toner é ajustada para ser mais baixa que aquela de um toner convencional; e por fazer o toner ter uma

temperatura de transição vítrea baixa, o toner é excelente em capacidade de fixação em baixa temperatura. Desnecessário dizer, o acima explica um exemplo preferível para obter o toner da presente invenção, e não pretende negar qualquer probabilidade de que outros métodos de produção para produzir o toner da presente invenção sejam desenvolvidos no futuro próximo. Entretanto, a presente invenção refere-se ao próprio toner não ao método de produção do mesmo, e consequentemente tal probabilidade de produção não será mais discutida.

Resina de poliéster não cristalina A

[00065] A resina de poliéster não cristalina A contém um componente de diol como um componente constituinte do mesmo, e o componente de diol contém um diol alifático tendo 3 a 10 átomos de carbono em uma quantidade de 50% mol ou mais. A resina de poliéster não cristalina A contém preferivelmente um ácido trivalente ou mais elevado ou um álcool triídrico ou mais elevado como um componente de reticulação.

[00066] As resinas de poliéster não cristalinas podem ser usadas individualmente ou em combinação de duas ou mais das mesmas.

[00067] A resina de poliéster não cristalina contém de preferência uma ligação de uretano, uma ligação de ureia, ou ambos, uma vez que é mais excelente em adesão sobre meios de gravação como papel. Também, como resultado de conter uma

ligação de uretano, uma ligação de ureia, ou ambos na resina de poliéster não cristalina, a ligação de uretano ou a ligação de ureia se comporta como um ponto de pseudo-reticulação para aumentar propriedades semelhantes a borracha da resina de poliéster não cristalina. Como resultado, o toner obtido é mais excelente em estabilidade de armazenagem resistente a calor e resistência de offset quente.

Componente de diol

[00068] O componente de diol pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida desde que contenha um diol alifático tendo 3 a 10 átomos de carbono em uma quantidade de 50% mol ou mais. Os exemplos dos mesmos incluem diois alifáticos como etileno glicol, 1,2-propileno glicol, 1,3-propileno glicol, 1,4-butanodiol, 3-metil-1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,8-octanodiol, 1,10-decanodiol, e 1,12-dodecanodiol; diois contendo um grupo de oxialquileno como dietileno glicol, trietileno glicol, dipropileno glicol, polietileno glicol, polipropileno glicol e politeetrametileno glicol; diois alicíclicos como 1,4-cicloexanodimetanol e bisfenol A hidrogenado; aductos de diois alicíclicos com óxidos de alquileno como óxido de etileno, óxido de propileno, e óxido de butileno; bisfenois como bisfenol A, bisfenol F, e bisfenol S; e aductos de bisfenois com óxidos de alquileno como óxido de etileno, óxido de propileno e óxido de butileno.

[00069] Entre os mesmos, dióis alifáticos tendo 4 a 12 átomos de carbono são preferidos.

[00070] Esses dióis podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

[00071] Além disso, quando o número de átomos de carbono de uma cadeia principal do componente de diol constituinte é um número ímpar e um grupo de alquila está contido em uma cadeia secundária do mesmo, a resina de poliéster não cristalina A pode exibir elasticidade semelhante à borracha com retenção de capacidade de deformação térmica elevada da resina em uma faixa de temperatura fixável, de modo que o toner obtido seja mais excelente em capacidade de fixação em baixa temperatura e resistência a bloqueio.

Ácido dicarboxílico

[00072] O ácido dicarboxílico constituindo o poliéster não cristalino não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem ácidos dicarboxílicos alifáticos e ácidos dicarboxílicos aromáticos. Além disso, anidridos do mesmo, compostos esterificados de alquila inferiores (C1 a C3) do mesmo, ou haletos do mesmo também podem ser usados.

[00073] O ácido dicarboxílico alifático não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente

selecionado dependendo da finalidade pretendia. Os exemplos do mesmo incluem ácido succínico, ácido adipico, ácido sebácico, ácido decanodióico, ácido maleico e ácido fumárico.

[00074] O ácido dicarboxílico aromático não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico e ácidos naftalenodicarboxílicos. Entre os mesmos, ácidos dicarboxílicos alifáticos tendo 4 a 12 átomos de carbono são preferidos.

[00075] Esses ácidos dicarboxílicos podem ser usados individualmente ou em combinação de dois mais dos mesmos.

[00076] Ácido trivalente ou superior ou álcool triídrico ou superior

[00077] O ácido trivalente ou superior ou álcool triídrico ou superior não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendia. Os exemplos dos mesmos incluem glicerina, trimetiloletano, trimetilolpropano (TMP), pentaeritritol, sorbitol, dipentaeritritol, ácido trimelítico (TMA) e ácido piromelítico.

[00078] Entre os mesmos, ácidos trivalentes ou álcoois triídricos são preferidos. Esses ácidos trivalentes ou álcoois triídricos podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

[00079] Quando a resina de poliéster não cristalina contém o(s) ácido(s) trivalente(s) ou superior(es) ou álcool(is) triídrico(s) ou superior(es) como um componente constituinte, a resina de poliéster não cristalina apresenta elasticidade semelhante à borracha e o toner obtido é mais excelente em resistência de bloqueio. Além disso, uma vez que a resina de poliéster não cristalina pode apresentar tal elasticidade semelhante à borracha com retenção de capacidade de deformação térmica elevada da resina em uma faixa de temperatura fixável, de modo que o toner obtido seja mais excelente em capacidade de fixação em baixa temperatura e resistência de bloqueio, ácidos trivalentes ou álcoois triídricos são preferidos.

[00080] Resina de poliéster contendo ligação de uretano e ligação de ureia

[00081] A resina de poliéster contendo uma ligação de uretano e uma ligação de ureia não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos da mesma incluem um produto de reação formado entre uma resina de poliéster contendo um grupo de isocianato (a seguir pode ser mencionado como "prepolímero") e um agente de cura reativo com o grupo de isocianato do prepolímero (por exemplo, um composto contendo grupo de hidrogênio ativo).

[00082] Os exemplos da resina de poliéster contendo um

grupo de isocianato incluem um produto de reação formado entre uma resina de poliéster contendo um grupo de hidrogênio ativo e um poliisocianato.

Poliisocianato

[00083] O poliisocianato não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem diisocianato, e isocianato trivalente ou superior.

[00084] Os exemplos do diisocianato incluem: diisocianato alifático; diisocianato alicíclico; diisocianato aromático; diisocianato alifático aromático; isocianurato; e um produto de bloqueio do mesmo onde os compostos acima são bloqueados com um derivado de fenol, oxima ou caprolactama.

[00085] O diisocianato alifático não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida.

[00086] Os exemplos do mesmo incluem tetrametileno diisocianato, hexametileno diisocianato, 2,6-diisocianato metil caproato, octametileno diisocianato, decametileno diisocianato, dodecametileno diisocianato, tetradecametileno diisocianato, trimetil hexano diisocianato e tetrametil hexano diisocianato.

[00087] O diisocianato alicíclico não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos

do mesmo incluem diisocianato de isoforona, e diisocianato de cicloexil metano.

[00088] O diisocianato aromático não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem diisocianato de tolileno, diisocianato difenil metano, 1,5-neftileno diisocianato, 4,4'-diisocianato difenil, 4,4'-diisocianato-3,3'-dimetil difenil, 4,4'-diisocianato-3-metil difenil metano e 4,4'-diisocianato-difenil éter.

[00089] O diisocianato alifático aromático não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametil xileno diisocianato.

[00090] O isocianurato não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem tris(isocianatoalquil) isocianurato, e tris(isocianatocicloalquil)isocianurato.

[00091] Esses poliisocianatos podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

Agente de cura

[00092] O agente de cura não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida desde que possa reagir com o prepolímero. Os exemplos do mesmo incluem compostos contendo

grupo de hidrogênio ativo.

Composto contendo grupo de hidrogênio ativo

[00093] Um grupo de hidrogênio ativo no composto contendo grupo de hidrogênio ativo não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem um grupo de hidroxila (por exemplo, um grupo de hidroxila alcoólico e um grupo de hidroxila fenólico), um grupo de amino, um grupo de carboxila e um grupo de mercapto. Esses podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

[00094] O composto contendo grupo de hidrogênio ativo não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente selecionado de aminas, visto que as aminas podem formar uma ligação de ureia.

[00095] As aminas não são particularmente limitadas e podem ser apropriadamente selecionadas dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos das mesmas incluem diamina, amina trivalente ou superior, amino álcool, amino mercaptano, aminoácido e compostos nos quais os grupos de amino dos compostos acima são bloqueados. Esses podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

[00096] Entre os mesmos, diamina, e uma mistura de diamina e uma pequena quantidade de amina trivalente ou

superior são preferíveis.

[00097] A diamina não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos da mesma incluem diamina aromática, diamina alicíclica, e diamina alifática. A diamina aromática não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos da mesma incluem fenileno diamina, dietil tolueno diamina, e 4,4'-diamino difenil metano. A diamina alicíclica não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos da mesma incluem 4,4'-diamino3,3'-dimetil diciclohexil metano, diamino cicloexano e isoforona diamina. A diamina alifática não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos da mesma incluem etileno diamina, tetrametileno diamina e hexametileno diamina.

[00098] A amina trivalente ou superior não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos da mesma incluem dietileno tiramina e trietileno tetra mina.

[00099] O amino álcool não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem etanol amina, e hidroxietil anilina.

[000100] O aminomercaptano não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem aminoetil mercaptano e aminopropil mercaptano.

[000101] O aminoácido não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem ácido aminopropiônico e ácido aminocaproico.

[000102] O composto onde o grupo amino é bloqueado não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem um composto de cetimina onde o grupo amino é bloqueado com cetona como acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona e um composto de oxazolina.

[000103] Uma estrutura molecular da resina de poliéster não cristalina pode ser confirmada por NMR de estado de solução ou estado sólido, difração de raios-X, GC/MS, LC/MS ou espectroscopia IR. Métodos simples da mesma incluem um método para detectar, como uma resina de poliéster não cristalina, uma que não tenha absorção com base em δCH (vibração de flexão fora de plano) de olefina a $965\text{ cm}^{-1} \pm 10\text{ cm}^{-1}$ e $990\text{ cm}^{-1} \pm 10\text{ cm}^{-1}$ em um espectro de absorção infravermelho.

[000104] Uma quantidade da resina de poliéster não cristalina não é particularmente limitada e pode ser

apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 5 partes por massa para 25 partes por massa, mais preferivelmente 10 partes por massa a 20 partes por massa, em relação a 100 partes por massa do toner. Quando a quantidade do mesmo é menor que 5 partes por massa, capacidade de fixação em baixa temperatura, e resistência de offset quente de um toner resultante podem ser prejudicadas. Quando a quantidade do mesmo é maior que 25 partes por massa, estabilidade de armazenagem resistente a calor do toner pode ser prejudicada, e brilho de uma imagem obtida após fixação pode reduzir. Quando a quantidade do mesmo está compreendida na faixa mais preferível acima mencionada, é vantajoso porque toda capacidade de fixação em baixa temperatura, resistência de offset quente, e estabilidade de armazenagem resistente a calor excedem.

Resina de poliéster não cristalina B

[000105] A resina de poliéster não cristalina B não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida desde que tenha uma temperatura de transição vítrea de 40 °C a 80 °C.

[000106] A resina de poliéster não cristalina B é preferivelmente uma resina de poliéster linear.

[000107] A resina de poliéster não cristalina B é preferivelmente uma resina de poliéster não modificada. A resina de poliéster não modificada se refere a uma resina de

poliéster que é obtida usando um álcool poliídrico e um ácido carboxílico polivalente ou um derivado do mesmo como um anidrido de ácido carboxílico polivalente ou um éster de ácido carboxílico polivalente, e que não é modificado com um composto de isocianato ou similar.

[000108] Os exemplos do álcool poliídrico incluem dióis.

[000109] Os exemplos do diol incluem aductos de bisfenol A com óxidos de alquilenos (C2 a C3) (número de mol de adição médio: 1 a 10) como polioxipropileno (2,2)-2,2-bis(4-hidroxifenil) propano e polioxietileno (2,2)-2,2-bis(4-hidroxifenil) propano; bisfenol hidrogenado A e aductos de bisfenol hidrogenado A com óxidos de alquilenos (C2 a C3) (número de mol de adição médio: 1 a 10); e etileno glicol e propileno glicol.

[000110] Esses podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

[000111] Os exemplos do ácido carboxílico polivalente incluem ácidos dicarboxílicos.

[000112] Os exemplos do ácido dicarboxílico incluem ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido fumárico, ácido adípico, e ácido maléico; e ácido succínico tendo, como substituinte, um grupo de alquila tendo 1 a 20 átomos de carbono ou um grupo de alquênica tendo 1 a 20 átomos de carbono, como ácido succínico dodecenila e um ácido

succínico de octila.

[000113] Esses podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

[000114] Também, para ajustar o valor ácido ou valor de hidroxila, a resina de poliéster não cristalina B pode conter um ácido carboxílico trivalente ou superior, um álcool triídrico ou superior ou ambos na extremidade de sua cadeia de resina.

[000115] Os exemplos do ácido carboxílico trivalente ou superior incluem ácido trimelítico (TMA), ácido piromelítico e anidridos de ácido do mesmo.

[000116] Os exemplos do álcool triídrico ou superior incluem glicerina, pentaeritritol e trimetil propano (TMP).

[000117] Um peso molecular da resina de poliéster não cristalina B não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Quando o peso molecular da mesma é demasiadamente baixo, o toner obtido pode ser ruim em estabilidade de armazenagem resistente a calor e durabilidade em tensão como agitação em um dispositivo de revelação. Quando o peso molecular da mesma é demasiadamente elevada, o toner obtido pode ser aumentado em viscoelasticidade após fusão para ser ruim em capacidade de fixação em baixa temperatura. Consequentemente, em GPC (cromatografia de permeação de gel), a resina de poliéster não cristalina B preferivelmente tem um

peso molecular médio ponderal (Mw) de 3.000 a 10.000, e também tem um peso molecular médio numérico (Mn) de 1.000 a 4.000. Uma razão Mw/Mn é preferivelmente 1,0 a 4,0.

[000118] Um valor ácido da resina de poliéster não cristalina B não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 1 mgKOH/g a 50 mgKOH/g, mais preferivelmente 5 mgKOH/g a 30 mgKOH/g. quando o valor ácido do mesmo é 1 mgKOH/g ou mais, o toner obtido será negativamente carregável mais facilmente e será melhor em afinidade com papel após ser fixado sobre o mesmo, e como resultado pode ser aperfeiçoado em capacidade de fixação em baixa temperatura. Quando o valor ácido do mesmo é maior que 50 mgKOH/g, o toner obtido pode ser degradado em estabilidade de carga, especialmente estabilidade de carga a alterações ambientais.

[000119] O valor de hidroxila da resina de poliéster não cristalina B não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 5 mgKOH/g ou mais.

[000120] Uma temperatura de transição vítrea (Tg) da resina de poliéster não cristalina B é preferivelmente 40 °C a 80 °C, mais preferivelmente 50 °C a 70 °C. quando a temperatura de transição vítrea da mesma é mais baixa que 40 °C, o toner obtido pode ser ruim em estabilidade de

armazenagem resistente a calor e durabilidade em tensão como agitação em um dispositivo de revelação e também pode ser degradado em resistência de formação de filme. Quando a temperatura de transição vítrea da mesma é mais elevada que 80 °C, o toner obtido não pode suficientemente deformar com aquecimento e pressão após fixação, potencialmente levando à capacidade de fixação em baixa temperatura insuficiente.

[000121] Uma estrutura molecular da resina de poliéster não cristalina B pode ser confirmada por NMR de estado de solução ou estado sólido, difração de raios-X, GC/MS, LC/MS ou espectroscopia IR. Métodos simples da mesma incluem um método para detectar, como uma resina de poliéster não cristalina, uma que não tenha absorção com base em δCH (vibração de flexão fora de plano) de olefina a $965\text{ cm}^{-1} \pm 10\text{ cm}^{-1}$ e $990\text{ cm}^{-1} \pm 10\text{ cm}^{-1}$ em um espectro de absorção infravermelho.

[000122] Uma quantidade da resina de poliéster não cristalina B não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 50 partes por massa para 90 partes por massa em relação a 100 partes por massa do toner, mais preferivelmente 60 partes por massa a 80 partes por massa em relação a 100 partes por massa do toner. Quando a quantidade da resina de poliéster não cristalina B é menor que 50 partes por massa, o pigmento e o agente de liberação

no toner se tornarão degradados em capacidade de dispersão, potencialmente facilmente causando formação de fog em imagens e formação de imagens anormais. Quando a quantidade da resina de poliéster não cristalina B é maior que 90 partes em massa, as quantidades da resina de poliéster cristalina C e a resina de poliéster não cristalina A se tornarão pequenas e conseqüentemente o toner obtido pode ser degradado em capacidade de fixação em baixa temperatura. A quantidade da resina de poliéster não cristalina B compreendida na faixa mais preferível acima é vantajosa uma vez que o toner obtido é excelente em todos de qualidade de imagem elevada e capacidade de fixação em baixa temperatura.

Resina de poliéster cristalina C

[000123] A resina de poliéster cristalina C apresenta características de termofusão nos quais viscosidade é drasticamente diminuída em temperatura em torno da temperatura de início de fixação, visto que a resina de poliéster cristalina C tem elevada cristalinidade. Por usar a resina de poliéster cristalina C tendo as características acima mencionadas juntamente com a resina de poliéster não cristalina B no toner, a estabilidade de armazenagem de resistência a calor do toner é excelente até a temperatura de início de fusão devido à cristalinidade, e o toner diminui drasticamente sua viscosidade (propriedade de fusão acentuada) na temperatura de início de fusão devido à fusão

da resina de poliéster cristalina C. juntamente com a diminuição drástica em viscosidade como resultado de fusão, a resina de poliéster cristalina C é fundida juntamente com a resina de poliéster não cristalina B, para diminuir drasticamente sua viscosidade para desse modo ser fixada. Por conseguinte, um toner tendo excelente estabilidade de armazenagem resistente a calor e capacidade de fixação em temperatura baixa pode ser obtida. Além disso, o toner tem excelentes resultados em termos de uma largura de liberação (uma diferença entre a temperatura de fixação mínima e temperatura de ocorrência de offset quente).

[000124] A resina de poliéster cristalina C é obtida de álcool poliídrico e ácido carboxílico polivalente ou um derivado do mesmo como um anidrido de ácido carboxílico polivalente ou um éster de ácido carboxílico polivalente.

[000125] Observe que, na presente invenção, a resina de poliéster cristalina C é uma obtida de álcool poliídrico e ácido carboxílico polivalente ou um derivado do mesmo como um anidrido de ácido carboxílico polivalente ou um éster de ácido carboxílico polivalente, como descrito acima. Uma resina obtida por modificar uma resina de poliéster, por exemplo, o pré-polímero acima mencionado e uma resina obtida através de reticulação e/ou reação de alongamento de cadeia do pré-polímero não pertencem à resina de poliéster cristalina C.

Álcool poliídrico

[000126] O álcool poliídrico não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem diol, e álcool triídrico ou superior.

[000127] Os exemplos do diol incluem diol alifático saturado. Os exemplos do diol alifático saturado incluem diol alifático saturado de cadeia linear, e diol alifático saturado de cadeia ramificada. Entre os mesmos, diol alifático saturado de cadeia linear é preferível, e diol alifático saturado de cadeia linear C2-C12 é mais preferível. Quando o diol alifático saturado tem uma estrutura de cadeia ramificada, cristalinidade da resina de poliéster cristalina C pode ser baixa, o que pode diminuir o ponto de fusão. Quando o número de átomos de carbono no diol alifático saturado é maior que 12, pode ser difícil fornecer um material na prática. O número de átomos de carbono é, portanto, preferivelmente 12 ou menos.

[000128] Os exemplos do diol alifático saturado incluem etileno glicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,7-heptanodiol, 1,8-octanodiol, 1,9-nonanodiol, 1,10-decanodiol, 1,11-undecanodiol, 1,12-dodecanodiol, 1,13-tridecanodiol, 1,14-tetradecanodiol, 1,18-octadecanodiol, e 1,14-eicosanodecanodiol. Entre os mesmos, etileno glicol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,8-

octanodiol, 1,10-decanodiol e 1,12-dodecanodiol são preferíveis, visto que fornecem elevada cristalinidade a uma resina de poliéster cristalina resultante, e fornecem excelentes propriedades de fusão acentuada.

[000129] Os exemplos do álcool triídrico ou superior incluem glicerina, trimetilol etano, trimetilol propano (TMP) e pentaeritritol.

[000130] Esses podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

Ácido carboxílico polivalente

[000131] O ácido carboxílico polivalente não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem ácido dicarboxílico divalente, e ácido carboxílico trivalente ou superior.

[000132] Os exemplos do ácido carboxílico divalente incluem: ácido dicarboxílico alifático saturado, como ácido oxálico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido 1,9-nonanodicarboxílico, ácido 1,10-decanodicarboxílico, ácido 1,12-dodecanodicarboxílico, ácido 1,14-tetradecanodicarboxílico e ácido 1,18-octanodicarboxílico; ácido dicarboxílico aromático de ácido dibásico, como ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, ácido malônico, e ácido

mesacônico; e anidridos dos compostos acima, e éster de alquila inferior (C1-C3) dos compostos acima.

[000133] Os exemplos do ácido carboxílico trivalente ou superior incluem ácido 1,2,4-benzenotricarboxílico, ácido 1,2,5-benzenotricarboxílico, ácido 1,2,4-naftaleno tricarboxílico, anidridos do mesmo, e ésteres de alquila (C1-C3) inferior do mesmo.

[000134] Além disso, o ácido carboxílico polivalente pode conter diferente de ácido dicarboxílico alifático saturado ou ácido dicarboxílico aromático, ácido dicarboxílico contendo um grupo de ácido sulfônico. Além disso, o ácido carboxílico polivalente pode conter diferente do ácido dicarboxílico alifático saturado ou ácido dicarboxílico aromático, ácido dicarboxílico tendo uma ligação dupla.

[000135] Esses podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

[000136] A resina de poliéster cristalina C é preferivelmente composta de um ácido dicarboxílico alifático saturado de cadeia linear tendo 4 a 12 átomos de carbono e um diol alifático saturado de cadeia linear tendo 2 a 12 átomos de carbono. especificamente, a resina de poliéster cristalina C contém preferivelmente uma unidade constituinte derivada de um ácido dicarboxílico alifático saturado tendo 4 a 12 átomos de carbono, e uma unidade constituinte derivada de um diol

alifático saturado tendo 2 a 12 átomos de carbono. Como resultado disso, a cristalinidade aumenta, e propriedades de fusão acentuada aperfeiçoam, e portanto, é preferível, visto que excelente capacidade de fixação em baixa temperatura do toner é exibida.

[000137] Um ponto de fusão da resina de poliéster cristalina C não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 60 °C a 80 °C. Quando o ponto de fusão da mesma é mais baixo que 60 °C, a resina de poliéster cristalina tende a ser fundida em baixa temperatura, que pode prejudicar a estabilidade de armazenagem resistente a calor do toner. Quando o ponto de fusão da mesma é mais elevado que 80 °C, a fusão da resina de poliéster cristalina C com calor aplicado durante fixação pode ser insuficiente, o que pode prejudicar a capacidade de fixação em baixa temperatura do toner.

[000138] Um peso molecular da resina de poliéster cristalina C não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Uma vez que aquelas tendo uma distribuição de peso molecular acentuada e baixo peso molecular têm excelente capacidade de fixação em baixa temperatura, e estabilidade de armazenagem resistente a calor de um toner resultante diminui quando uma quantidade de um componente de peso molecular

baixo, um componente solúvel de o-diclorobenzeno da resina de poliéster cristalina C tem preferivelmente o peso molecular médio ponderal (Mw) de 20.000 a 30.000, peso molecular médio numérico (Mn) de 5.000 a 10.000, e Mw/Mn de 1,0 a 10, medido por GPC. Quando o peso molecular médio ponderal do mesmo é mais baixo que 20.000, oligômeros residuais podem tornar o toner obtido insuficiente em estabilidade de armazenagem resistente a calor e estabilidade de armazenagem com umidade elevada, temperatura elevada. Quando o peso molecular médio ponderal do mesmo é mais elevado que 30.000, o toner obtido pode ser degradado em capacidade de fixação em baixa temperatura.

[000139] Um valor ácido da resina de poliéster cristalina C não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 5 mgKOH/g ou mais elevada, mais preferivelmente, 10 mgKOH/g ou mais elevada para obter a capacidade de fixação em baixa temperatura desejada em vista de afinidade entre papel e a resina. Enquanto isso, o valor ácido da mesma é preferivelmente 45 mgKOH/g ou mais baixo para fins de aperfeiçoar resistência de offset quente.

[000140] Um valor de hidroxila da resina de poliéster cristalina C não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade

pretendida, porém é preferivelmente 0 mgKOH/g a 50 mgKOH/g, mais preferivelmente 5 mgKOH/g a 50 mgKOH/g, para obter a capacidade de fixação em baixa temperatura desejada e excelentes propriedades de carga.

[000141] Uma estrutura molecular da resina de poliéster cristalina C pode ser confirmada por NMR de estado de solução ou estado sólido, difração de raios-X, GC/MS, LC/MS ou espectroscopia IR. Métodos simples da mesma incluem um método para detectar, como uma resina de poliéster cristalina C, uma que não tenha absorção com base em δCH (vibração de flexão fora de plano) de olefina a $965\text{ cm}^{-1} \pm 10\text{ cm}^{-1}$ e $990\text{ cm}^{-1} \pm 10\text{ cm}^{-1}$ em um espectro de absorção infravermelho.

[000142] Uma quantidade da resina de poliéster cristalina C não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 3 partes por massa para 20 partes por massa, mais preferivelmente 5 partes por massa a 15 partes por massa, em relação a 100 partes por massa do toner. Quando a quantidade do mesmo é menor que 3 partes por massa, a resina de poliéster cristalina C não fornece propriedades de fusão acentuada suficientes, o que pode levar à capacidade de fixação em baixa temperatura insuficiente de um toner resultante. Quando a quantidade da mesma é maior que 20 partes por massa, um toner resultante pode ter estabilidade de armazenagem resistente a calor, baixa, e

tende a causar formação de fog de uma imagem. Quando a quantidade da mesma está compreendida na faixa mais preferível acima mencionada, é vantajoso porque um toner resultante é excelente em termos tanto de qualidade de imagem elevada como capacidade de fixação em baixa temperatura.

Outros componentes

[000143] Os exemplos de outros componentes incluem um agente de liberação, substância corante, agente de controle de carga, aditivo externo, um agente aperfeiçoador de fluxo, um agente aperfeiçoador de limpeza e um material magnético.

Agente de liberação

[000144] O agente de liberação é apropriadamente selecionado daqueles conhecidos na técnica sem nenhuma limitação.

[000145] Os exemplos de cera que servem como o agente de liberação incluem: cera natural, como cera vegetal (por exemplo, cera de carnaúba, cera de algodão, cera Japan e cera de arroz), cera animal (por exemplo, cera de abelhas e lanolina), cera mineral (por exemplo, ozokelite e ceresina) e cera de petróleo (por exemplo, cera de parafina, cera microcristalina e petrolato).

[000146] Os exemplos da cera diferente da cera natural acima incluem cera de hidrocarboneto sintética (Por exemplo, cera Fischer-Tropsch e cera de polietileno; e cera sintética (por exemplo, cera de éster, cera cetona e cera de éter).

[000147] Além disso, outros exemplos do agente de liberação incluem amidas de ácido graxo como amida de ácido 12-hidroxiesteárico, amida esteárica, imida de anidrido ftálico e hidrocarbonetos clorados; polímeros cristalinos com baixo peso molecular como homopolímeros acrílicos (por exemplo, metacrilato de poli-n-estearila e metacrilato de poli-n-laurila) e copolímeros acrílicos (por exemplo, copolímeros de metacrilato de etila-acrilato n-estearila); e polímeros cristalinos tendo um grupo de alquila longo como uma cadeia secundária.

[000148] Entre os mesmos, cera de hidrocarboneto, como cera de parafinas, cera microcristalina, cera Fischer-Tropsh, cera de polietileno e cera de polipropileno são preferíveis.

[000149] Um ponto de fusão do agente de liberação não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 60 °C a 80 °C. Quando o ponto de fusão do mesmo é mais baixo que 60 °C, o agente de liberação tende a fundir em baixa temperatura, o que pode prejudicar estabilidade de armazenagem resistente a calor. Quando o ponto de fusão do mesmo é mais elevado que 80 °C, o agente de liberação não é suficientemente fundido para desse modo causar fixação de offset mesmo no caso onde a resina é fundida e está na faixa de temperatura de fixação, que pode causar defeitos em uma imagem.

[000150] Uma quantidade do agente de liberação é apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente 2 partes por massa a 10 partes por massa, mais preferivelmente 3 partes por massa a 8 partes por massa, em relação a 100 partes por massa do toner. Quando a quantidade do mesmo é menor que 2 partes por massa, um toner resultante pode ter resistência a offset quente insuficiente, e capacidade de fixação em baixa temperatura durante fixação. Quando a quantidade do mesmo é maior que 10 partes por massa, um toner resultante pode ter estabilidade de armazenagem resistente a calor insuficiente e tende a causar formação de fog em uma imagem. Quando a quantidade do mesmo está compreendida na faixa mais preferível acima mencionada, é vantajoso porque a qualidade de imagem e estabilidade de fixação podem ser aperfeiçoadas.

Substância corante

[000151] A substância corante é apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, e exemplos da mesma incluem negro de fumo, um corante de nigrosina, negro de ferro, naftol amarelo S, Hansa amarelo, (10G, 5G e G), amarelo cádmio, óxido de ferro amarelo, ocre amarelo, chumbo amarelo, amarelo de titânio, amarelo poliazó, Amarelo Óleo, Amarelo Hansa (GR, A, RN e R), Amarelo Pigmento L, Amarelo benzidina (G e GR), Amarelo

permanente (NCG), Amarelo Vulcan Fast (5G, R), tartrazine lake, Amarelo quinolina Lake, Amarelo Antrazane BGL, Amarelo Isoindolinona, colcothar, vermelho chumbo, chumbo vermilion, vermelho cádmio, Vermelho Mercúrio cádmio, vermilion antimônio, Vermelho Permanente 4R, Para Vermelho, vermelho fiser, vermelho paracloroortonitro anilina, Litol Fast Scarlet G, Scarlet Fast Brilhante, Carmine Brilhante BS, Vermelho permanente (F2R, F4R, FRL, FRL e F4RH), Scarlet Fast VD, Rubin Fast Vulcan B, Scarlet Brilliant G, Rubin Litol GX, Vermelho Permanente F5R, Carmine Brilhante 6B, Scarlet de Pigmento 3B, Bordô 5B, Marrom Toluidina, Bordô permanente F2K, Bordô de hélio BL, bordô 10B, BON Marrom claro, BON Marrom Médio, Lake Eosina, Lake Rodamina B, Lake Rodamina Y, Lake alizarina, Vermelho Tioindigo B, Marrom Tioindigo, Vermelho óleo, Vermelho quinacridona, Vermelho pirazolona, vermelho poliazo, vermilion cromo, laranja benzidina, laranja perinona, laranja óleo, azul cobalto, azul cerulean, Lake azul alcalino, Lake azul pavão, Lake azul Victoria, azul de ftalocianina isento de metal, Azul de ftalocianina, Azul céu fast, Azul indantreno (RS e BC), índigo, ultramarina, azul de ferro, azul antraquinona, Violeta fast B, Lake violeta de metila, roxo de cobalto, violeta manganês, Violeta dioxano, Violeta antraquinona, verde cromo, verde zinco, óxido de cromo, viridian, verde esmeraldas, verde pigmento B, Verde naftol B, Verde Ouro,

Lake de verde ácido, Lake de verde malaquite, Verde ftalocianina, Verde antraquinona, óxido de titânio, óxido de zinco e litopone.

[000152] Uma quantidade da substância corante não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 1 parte por massa a 15 partes por massa, mais preferivelmente 3 partes por massa a 10 parte por massa, em relação a 100 partes por massa do toner.

[000153] A substância corante pode ser usada como uma batelada mestre na qual a substância corante forma um compósito com uma resina. Os exemplos da resina aglutinante amassada na produção de, ou juntamente com a batelada mestre incluem: diferente da resina de poliéster não cristalina B, acima mencionada, polímero de estireno ou substituição do mesmo (por exemplo, poliestireno, poli-p-cloroestireno e polivinil); copolímero de estireno (por exemplo, copolímero de estireno-p-cloroestireno, copolímero de estireno-propileno, copolímero de estireno-vinil tolueno, copolímero de estireno-vinil naftaleno, copolímero de acrilato de metila-estireno, copolímero de acrilato de etila-estireno, copolímero de acrilato de butila-estireno, copolímero de acrilato de octila-estireno, copolímero de metacrilato de metila-estireno, copolímero de metacrilato de etila-estireno, copolímero de metacrilato de butila-estireno, copolímero de

α -clorometacrilato de metila-estireno, copolímero de acrilonitrila-estireno, copolímero de estireno-vinil metil cetona, copolímero de estireno-butadieno, copolímero de isopreno-estireno, copolímero de indeno-acrilonitrila-estireno, copolímero de ácido maleico-estireno, e copolímero de éster de ácido maleico-estireno); e outros incluindo metacrilato de polimetil, metacrilato de polibutil, cloreto de polivinil, acetato de polivinil, polietileno, polipropileno, poliéster, resina de epóxi, resina de poliol epóxi, poliuretano, poliamida, polivinil butiral, resina de ácido poliacrílico, breu, breu modificado, uma resina de terpeno, uma resina de hidrocarboneto alifático ou alicíclico, uma resina de petróleo aromático, parafina clorada e cera de parafina. Essas podem ser usadas independentemente ou em combinação.

[000154] A batelada mestre pode ser preparada por misturar e amassar a substância corante com a resina para a batelada mestre. Na mistura e amassamento, um solvente orgânico pode ser usado para melhorar as interações entre a substância corante e a resina. Além disso, a batelada mestre pode ser preparada por um método de flashing no qual uma pasta aquosa contendo uma substância corante é misturada e amassada com uma resina e um solvente orgânico, e então a substância corante é transferida para a resina para remover a água e o solvente orgânico. Esse método é preferivelmente

usado porque uma massa úmida da substância corante é usada como se encontra, e não é necessário secar a massa úmida da substância corante para preparar uma substância corante. Na mistura e amassamento da substância corante e resina, um meio de dispersão de cisalhamento elevado (por exemplo, um moinho de três rolos) é preferivelmente usado.

Agente de controle de carga

[000155] O agente de controle de carga não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida.

[000156] Os exemplos do mesmo incluem corantes de nigrosina, corantes de trifenil metano, corantes de complexo de metal contendo cromo, pigmentos de quelato de ácido molibídico, corantes de rodamina, aminas alcoxi, sais de amônio quaternário (incluindo sais de amônio quaternário modificados por flúor), alquilamidas, fósforo, compostos de fosforo, tungstênio, compostos de tungstênio, agentes ativos de flúor, sais de metal de ácido salicílico, e sais de metal de derivados de ácido salicílico. Os exemplos específicos do mesmo incluem corante de nigrosina BONTRON 03, um sal de amônio quaternário BONTRON P-51, corante azo contendo metal BONTRON S-34, um complexo de metal baseado em ácido oxinaftóico E-82, um complexo de metal baseado em ácido salicílico E-84, e um condensado de fenol E-89 (todos os quais são produzidos por Orient Chemical Industries CO.,

LTD.), complexos de molibdênio de sal de amônio quaternário TP-302 e TP-415 (todos fabricados por Hodogaya CHEMICAL CO., LTD.), LRA-901; um complexo de boro LR-147 (fabricado por Japão Carlit Co., Ltd.); ftalocianina de cobre; perileno;quinacridona; pigmentos azo; e compostos poliméricos tendo como um grupo funcional, um grupo de ácido sulfônico, grupo carboxila, sal de amônio quaternário, etc.

[000157] Uma quantidade do agente de controle de carga não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 0,1 parte por massa a 10 partes por massa, mais preferivelmente 0,2 partes por massa a 5 partes por massa, em relação 100 partes por massa do toner. Quando a quantidade do mesmo é maior que 10 partes por massa, a capacidade de carga do toner se torna excessiva, o que pode reduzir o efeito do agente de controle de carga, aumentar a força eletrostática para um rolo de revelação, levando a capacidade de fluxo baixa do revelador, ou baixa densidade de imagem da imagem resultante. esses agentes de controle de carga podem ser dissolvidos e dispersos após serem fundidos e amassados juntamente com a batelada mestre, e/ou resina. Os agentes de controle de carga podem ser, evidentemente, diretamente adicionados a um solvente orgânico quando dissolução e dispersão são realizadas. alternativamente, os agentes de controle de carga podem ser fixos sobre

superfícies de partículas de toner após a produção das partículas de toner.

Aditivo externo

[000158] Com relação ao aditivo externo, diferente de partículas de óxido, uma combinação de partículas inorgânicas e partículas inorgânicas tratadas hidrofóbicas pode ser usada. O diâmetro médio de partícula primária das partículas tratadas hidrofóbicas é preferivelmente 1 nm a 100 nm. São mais preferidos 5 nm a 70 nm das partículas inorgânicas.

[000159] Além disso, prefere-se que o aditivo externo contenha pelo menos um tipo de partículas inorgânicas tratadas hidrofóbicas tendo o diâmetro médio de partícula primária de 20 nm ou menor, e pelo menos tipo de partículas inorgânicas tendo o diâmetro médio de partícula primária de 30 nm ou maior. Além disso, o aditivo externo tem preferivelmente a área superficial específica de BET de 20 m²/g a 500 m²/g.

[000160] O aditivo externo não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem partículas de sílica, sílica hidrofóbica, sais de metal de ácido graxo (por exemplo, estearato de zinco, e estearato de alumínio), óxido de metal (por exemplo, titânia, alumina, óxido de estanho e óxido de antimônio), e um fluoropolímero.

[000161] Os exemplos do aditivo adequado incluem sílica

hidrofóbica, titânia, óxido de titânio, e partículas de alumina. Os exemplos das partículas de sílica incluem R972, R974, RX200, RY200, R202, R805, R812 (todos os produtos da Nippon Aerosil Co., Ltd.). Os exemplos das partículas de titânia incluem P-25 (produto da Nippon Aerosil Co., Ltd.), STT-30 e STT-65C-S (ambos produtos da Titan Kogyo, Ltd.), TAF- 140 (produto da Fuji Titanium Industry Co., Ltd.), e MT-150W, MT-500B, MT-600B, 150A (todos produtos da Tayca Corporation).

[000162] Os exemplos das partículas de óxido de titânio tratadas hidrofóbicas incluem: T-805 (produto da Nippon Aerosil Co., Ltd.); STT-30A, STT-65S-S (ambos produtos da Titan Kogyo, Ltd.); TAF- 500T, TAF- 1500T (ambos produtos da Fuji Titanium Industry Co., Ltd.); MT- 100S, MT- 100T (ambos produtos da Tayca Corporation), e IT-S (produto da Ishihara Sangyo Kaisha, Ltd.).

[000163] As partículas de óxido tratadas hidrofóbicas, partículas de sílica tratadas hidrofóbicas, partículas de titânia tratadas hidrofóbicas e partículas de alumínio tratadas hidrofóbicas são obtidas, por exemplo, por tratar partículas hidrofílicas com um agente de acoplamento de silano, como metil trimetoxi silano, metil trietoxi silano, e octil trimetoxi silano. Além disso, partículas de óxido tratadas com óleo de silicone, ou partículas inorgânicas tratadas com óleo de silicone, que foram tratadas por

adicionar óleo de silicone opcionalmente com calor, são também adequadamente usadas como o aditivo externo.

[000164] Os exemplos do óleo de silicone incluem óleo de dimetil silicone, óleo de metil fenil silicone, óleo de clorofenil silicone, óleo de metil hidrogênio silicone, óleo de silicone modificado por alquila, óleo de silicone modificado por flúor, óleo de silicone modificado por poliéter, óleo de silicone modificado por álcool, óleo de silicone modificado por amino, óleo de silicone modificado por epóxi, óleo de silicone modificado por epóxi-poliéter, óleo de silicone modificado por fenol, óleo de silicone modificado por carboxila, óleo de silicone modificado por mercapto, óleo de silicone modificado por metacrilato, e óleo de silicone modificado por α -metil estireno. Os exemplos das partículas inorgânicas incluem sílica, alumina, óxido de titânio, titanato de bário, titanato de magnésio, titanato de cálcio, titanato de estrôncio, óxido de ferro, óxido de cobre, óxido de zinco, óxido de estanho, areia de quartzo, argila, mica, wollastonita, terra diatomácea, óxido crômico, óxido de cério, óxido de ferro vermelho, trióxido de antimônio, óxido de magnésio, óxido de zircônio, sulfato de bário, carbonato de bário, carbonato de cálcio, carbetto de silício e nitreto de silício. Entre esses, sílica e dióxido de titânio são preferíveis.

[000165] Uma quantidade do aditivo externo não é

particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 0,1 parte por massa para 5 partes por massa, mais preferivelmente 0,3 partes por massa para 3 partes por massa, em relação a 100 partes por massa do toner.

[000166] O diâmetro médio de partícula de partículas primárias das partículas inorgânicas não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 100 nm ou menor, mais preferivelmente 3 nm a 70 nm. Quando é menor que a faixa acima mencionada, as partículas inorgânicas são incorporadas nas partículas de toner e, portanto a função das partículas inorgânicas pode não ser efetivamente exibida. Quando o diâmetro médio de partícula da mesma é maior que a faixa acima mencionada, as partículas inorgânicas podem danificar irregularmente uma superfície de um fotocondutor, e consequentemente não preferível.

Agente de melhorar capacidade de fluxo

[000167] O agente de melhorar capacidade de fluxo não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida desde que seja capaz de realizar tratamento de superfície do toner para aumentar a hidrofobicidade, e evitar degradações de propriedades de fluxo e propriedades de carga do toner mesmo em um ambiente de umidade elevada. Os exemplos do mesmo

incluem um agente de acoplamento de silano, um agente de sililação, um agente de acoplamento de silano contendo um grupo de fluoroalquila, um agente de acoplamento à base de titanato orgânico, um agente de acoplamento à base de alumínio, óleo de silicone e óleo de silicone modificado. É particularmente preferível que o óxido de titânio ou sílica seja usado como sílica hidrofóbica ou óxido de titânio hidrofóbico tratado com o agente de melhorar fluxo acima mencionado.

Agente de melhorar a capacidade de limpeza

[000168] O agente de melhorar a capacidade de limpeza não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida desde que possa ser adicionado ao toner para fins de remover o revelador que resta em um fotocondutor ou elemento de transferência primária após transferência. Os exemplos do mesmo incluem: sal de metal de ácido graxo como estearato de zinco, estearato de cálcio, e ácido esteárico; e partículas de polímero produzidos por polimerização de emulsão isenta de sabão, como partículas de metacrilato de polimetila, e partículas de poliestireno. As partículas de polímero são preferivelmente aquelas tendo uma distribuição de tamanho de partícula relativamente estreita, e as partículas de polímero tendo o diâmetro de partícula médio de volume de 0.01 μm a 1 μm são preferivelmente usadas.

Material magnético

[000169] O material magnético não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem pó de ferro, magnetita e ferrita. Entre os mesmos, um material magnético branco é preferível em termos de um tom de cor.

[000170] O toner tem preferivelmente uma temperatura de transição vítrea (T_{g1st}) de 20 °C a 50 °C, onde a temperatura de transição vítrea (T_{g1st}) é medida primeiramente aquecendo em calorimetria de varredura diferencial (DSC).

[000171] Se a T_g do toner convencional for diminuída para ser aproximadamente 50 °C ou mais baixa, o toner convencional tende a causar agregação de partículas de toner influenciadas por variações de temperatura durante transporte ou armazenagem do toner no verão ou em uma região tropical. Como resultado, a aderência do toner se origina em uma garrafa de toner, ou em uma unidade de revelação. Além disso, falhas de fornecimento devido à obstrução do toner na garrafa de toner, e formação de imagens defeituosas devido a aderência de toner são prováveis de ocorrer.

[000172] O toner da presente invenção tem T_g mais baixa do que aquela de um toner convencional. Entretanto, a resina de poliéster não cristalina A, que é um componente de T_g baixa no toner, tem uma estrutura de cadeia não linear, e portanto o toner da presente invenção pode manter

estabilidade de armazenagem resistente a calor. Especialmente no caso onde a resina de poliéster não cristalina A tem uma ligação de uretano ou ligação de ureia tendo força coesiva elevada, um efeito de manter estabilidade de armazenagem resistente a calor se torna significativo.

[000173] Quando o Tg1st do toner é mais baixo que 20 °C, o toner pode ter estabilidade de armazenagem resistente a calor ruim, pode causar bloqueio em uma unidade de revelação, e pode causar formação de filme em um fotocondutor. Quando o Tg1st do mesmo é mais elevado que 50 °C, o toner pode ter capacidade de fixação em baixa temperatura, ruim.

[000174] Uma diferença (Tg1st - Tg2nd) entre a temperatura de transição vítrea (Tg1nd) do toner medido com o primeiro aquecimento em calorimetria de varredura diferencial (DSC) e a temperatura de transição vítrea (Tg2nd) do toner medido com o segundo aquecimento em DSC é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente 10 °C ou mais. O limite superior da diferença é aproximadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente 50 °C ou menos.

[000175] Quando a diferença do mesmo é 10 °C ou mais, é vantajoso porque o toner tem capacidade de fixação em baixa temperatura excelente. A diferença do mesmo sendo 10 °C ou mais significa que a resina de poliéster cristalina C, a

resina de poliéster não cristalina A e a resina de poliéster não cristalina B, que estão presentes em um estado não compatível antes de aquecimento (antes do primeiro aquecimento), se tornam em um estado compatível após aquecimento (após o primeiro aquecimento). Observe que o estado compatível após aquecimento não significa necessariamente que essas resinas estão no estado onde sejam totalmente compatíveis entre si.

[000176] O ponto de fusão do toner não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 60 °C a 80 °C.

[000177] O diâmetro de partícula médio de volume do toner não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 3 µm a 7 µm. Além disso, uma razão do diâmetro de partícula médio de volume para o diâmetro de partícula médio numérico é preferivelmente 1.2 ou menos. Além disso, o toner contém preferivelmente partículas de toner tendo o diâmetro médio de partícula de volume de 2 µm ou menor em uma quantidade de 1% por número a 10% por número.

[000178] Métodos de cálculo e métodos de análise de várias propriedades de toner e componente constituinte de toner

[000179] A Tg, valor ácido, valor de hidroxila, peso molecular e ponto de fusão da resina de poliéster não cristalina A, a resina de poliéster não cristalina B e a resina de poliéster cristalina C e o agente de liberação podem ser individualmente medidos. Alternativamente, cada componente pode ser separado de um toner efetivo por cromatografia de permeação de gel (GPC) ou similar, e cada componente separado pode ser submetido a métodos de análise descritos posteriormente, para desse modo calcular Tg, peso molecular, ponto de fusão e razão de massa de um componente constituinte.

[000180] A separação de cada componente por GPC pode ser realizada, por exemplo, pelo seguinte método.

[000181] Em GPC usando tetraidrofurano (THF) como uma fase móvel, um eluato é submetido a fracionamento por meio de um coletor de fração, uma fração correspondendo a uma parte de um peso molecular desejado é coletada a partir de uma área total de uma curva de eluição.

[000182] Os eluatos coleados são concentrados e secos por um evaporador ou similar, e um teor sólido resultante é dissolvido em um solvente deuterado, como clorofórmio deuterado, e THF deuterado, seguido por medição de ^1H -NMR. A partir de uma razão integral de cada elemento, uma razão de um monômero constituinte da resina na composição de eluição é calculada.

[000183] Como outro método, após concentrar o eluato, hidrólise é realizada com hidróxido de sódio ou similar, e uma razão de um monômero constituinte é calculada por submeter o produto decomposto a uma análise qualitativa ou quantitativa por cromatografia de líquido de alto desempenho (HPLC). Nesse caso, é preferível confirmar anteriormente a compatibilidade com valores obtidos por ^1H -NMR. Se houver diferenças entre os valores obtidos por ^1H -NMR e os valores obtidos pelos outros métodos, é preferível confirmar um gráfico de conversão sobre as diferenças.

[000184] Observe que no caso onde o método para produzir um toner produz partículas de base de toner por geração da resina de poliéster não cristalina A através da reação de alongamento de cadeia e/ou reação de reticulação do precursor reativo de cadeia não linear (prepolímero) e o agente de cura, a resina de poliéster pode ser separada de um toner efetivo por GPC ou similar, para desse modo determinar Tg da mesma. Alternativamente, uma resina de poliéster não cristalina A é separadamente gerada através de uma reação de alongamento de cadeia e/ou reação de reticulação do precursor reativo de cadeia não linear e o agente de cura, e Tg pode ser medido na resina de poliéster não cristalina, sintetizada, A.

[000185] Unidade de separação para componentes constituintes de toner

[000186] Um exemplo de uma unidade de separação para cada componente durante uma análise do toner será especificamente explicado a seguir.

[000187] Primeiramente, 1 g de um toner é adicionado a 100 mL de THF, e a mistura resultante é agitada por 30 minutos a 25 °C, para desse modo uma solução na qual componentes solúveis são dissolvidos.

[000188] A solução é então filtrada através de um filtro de membrana tendo uma abertura de 0.2 µm, para desse modo obter os componentes solúveis de THF no toner.

[000189] A seguir, os componentes solúveis de THF são dissolvidos em THF, para desse modo preparar uma amostra para medição de GPC, e a amostra preparada é fornecida a GPC usado para medição de peso molecular de cada resina mencionada acima.

[000190] Enquanto isso, um coletor de fração é disposto em uma saída de eluato de GPC, para fracionar o eluato por uma certa contagem. O eluato é obtido por 5% em termos da razão de área a partir do início de eluição na curva de eluição (elevação da curva).

[000191] A seguir, cada fração eluída, como uma amostra, em uma quantidade de 30 mg é dissolvida em 1 mL de clorofórmio deuterado, e a essa solução, 0,05% em volume de tetrametil silano (TMS) é adicionado como um material padrão.

[000192] Um tubo de vidro para NMR tendo um diâmetro de

5 mm é carregado com a solução, a partir da qual um espectro é obtido por meio de um aparelho de ressonância magnética nuclear (JNM-AL 400, produto de JEOL Ltd.) por executar multiplicação 128 vezes em temperatura de 23 °C a 25 °C.

[000193] As composições de monômero e as razões de composição da resina de poliéster não cristalina A, a resina de poliéster não cristalina B, a resina de poliéster cristalina C e similares contidas no toner são determinadas a partir de razões integrais de pico do espectro obtido.

[000194] Por exemplo, uma atribuição de um pico é realizada do seguinte modo, e uma razão de componente de monômero constituinte é determinada a partir de cada razão integral.

[000195] A atribuição de um pico é como a seguir:

[000196] Em torno de 8.25 ppm: derivado de um anel de benzeno de ácido trimelítico (TMA) (para um átomo de hidrogênio)

[000197] Em torno da região de 8,07 ppm a 8.10 ppm: derivado de um anel de benzeno de ácido tereftálico (para quatro átomos de hidrogênio).

[000198] Em torno da região de 7,1 ppm a 7,25 ppm: derivado de um anel benzeno de bisfenol A (para quatro átomos de hidrogênio).

[000199] Em torno de 6,8 ppm: derivado de um anel de benzeno de bisfenol A (para quatro átomos de hidrogênio), e

derivado de uma ligação dupla de ácido fumárico (para dois átomos de hidrogênio).

[000200] Em torno da região de 5,2 ppm a 5,4 ppm: derivado de metina de aducto de óxido de propileno de bisfenol A (para um átomo de hidrogênio).

[000201] Em torno da região de 3,7 ppm a 4,7 ppm: derivado de metileno de um aducto de óxido de propileno de bisfenol A (para dois átomos de hidrogênio), e derivado de metileno de um óxido de etileno de bisfenol A (para quatro átomos de hidrogênio).

[000202] Em torno de 1,6 ppm: derivado de um grupo de metila de bisfenol A para 6 átomos de hidrogênio.

[000203] A partir desses resultados, por exemplo, o produto extraído coletado na fração na qual a resina de poliéster não cristalina ocupa 90 % ou mais na razão integral de pico no espectro pode ser tratado como a resina de poliéster não cristalina.

[000204] Similarmente, o produto extraído coletado na fração na qual a resina de poliéster não cristalina B ocupa 90 % ou mais na razão integral de pico no espectro pode ser tratado como a resina de poliéster não cristalina B. O produto extraído coletado na fração na qual a resina de poliéster cristalina C ocupa 90% ou mais na razão integral de pico no espectro pode ser tratada como a resina de poliéster cristalina C.

[000205] Métodos de medição de valor de hidroxila e valor de ácido

[000206] O valor de grupo de hidroxila pode ser medido com um método em conformidade com JIS K0070-1966.

[000207] Especificamente, primeiramente, uma amostra é precisamente pesada com um frasco de medição para ser 0,5 g, e um reagente de acetilação (5 mL) é adicionado a mesma. A seguir, o resultado é aquecido por 1 a 2 horas em um banho quente de $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$, e o frasco é retirado do banho quente e deixado resfriar. A seguir, água é adicionada ao frasco, e o frasco é agitado para decompor anidrido de ácido acético. Então, para decompor totalmente anidrido de ácido acético, o frasco é novamente aquecido por 10 minutos ou mais tempo em um banho quente e deixado resfriar. A seguir, a parede do frasco é lavada bem com um solvente orgânico.

[000208] A seguir, com um titulador automático de diferença em potencial DL-53 TITRATOR (produto de Mettler Toledo International Inc.) e um eletrodo DG113-SC (produto da Mettler Toledo International Inc.), o valor de grupo de hidroxila é medido a 23°C , e analisado com um programa de software de análise LABX LIGHT VERSION 1.00.000.

[000209] Para calibração do instrumento, um solvente de mistura de tolueno (120 mL) e etanol (30 mL) é usado.

[000210] Nesse momento, as condições de medição são como a seguir.

Condições de medição

Agitação

[000211] Velocidade [%] 25

[000212] Tempo [s] 15

Titulação de EQP

[000213] Meio de titulação/sensor

[000214] Meio de titulação CH3ONa

[000215] Concentração [mol/L] 0.1

[000216] Sensor DG 115

[000217] Unidade de medição mV

Pré-dispensa até volume

[000218] Volume [mL] 1,0

[000219] Tempo de espera [s] 0

Adição de meio de titulação dinâmica

[000220] dE(set) [mV] 8,0

[000221] dV(min) [mL] 0,03

[000222] dV(max) [mL] 0,5

Modo de medição controlado por equilíbrio

[000223] dE[mV] 0,5

[000224] dt[s] 1,0

[000225] t(min) [s] 2,0

[000226] t(max) [s] 20,0

Reconhecimento

[000227] limiar 100,0

[000228] salto mais íngreme somente não

[000229] faixa não
[000230] tendência nenhuma
[000231] terminação
[000232] em volume máximo[mL] 10,0
[000233] em potencial não
[000234] em inclinação não
[000235] após número EQPs Sim
[000236] n=1
[000237] condições de terminação de comb. Não

Avaliação

[000238] procedimento padrão
[000239] potencial 1 não
[000240] potencial 2 não

Parada para reavaliação Não

[000241] O valor ácido é medido de acordo com o método de JIS K0070-1992.

[000242] Especificamente, primeiramente, 0,5 g de uma amostra (matéria solúvel em acetato de etila: 0,3 g) é adicionada a 120 mL de tolueno, e a mistura resultante é agitada por aproximadamente 10 horas a 23 °C para dissolução. A seguir, etanol (30 mL) é adicionado à mesma para preparar uma solução de amostra. Notavelmente, quando a amostra não é dissolvida em tolueno, outro solvente como dioxano ou tetraidrofurano é usado. Então, um meio de titulação automático potenciométrico DL-53 (produto de Mettler-Toledo

K.K.) e um eletrodo DG113-SC (produto de Mettler-Toledo K.K.) são usados para medir o valor ácido a 23 °C. As medições são analisadas com software de análise LabX Light version 1.00.000. A calibração para esse aparelho é realizada utilizando uma mistura de solvente de tolueno (120 mL) e etanol (30 mL).

[000243] As condições de medição são iguais às aquelas estabelecidas para medir o valor de hidroxila.

[000244] O valor de ácido pode ser medido no modo descrito acima. Especificamente, a solução de amostra é titulada com uma solução de álcool/hidróxido de potássio 0.1N pré-padronizada e então o valor de ácido é calculado a partir do título usando a equação: $\text{valor ácido (mgKOH/g)} = \text{título (mL)} \times N \times 56,1 \text{ (mg/mL)} / \text{amostra (g)}$, onde N é um fator de 0,1 N solução de álcool/hidróxido de potássio.

[000245] Métodos de medição de ponto de fusão e temperatura de transição vítrea (Tg)

[000246] Na presente invenção, um ponto de fusão e uma temperatura de transição vítrea (Tg) podem ser medidas, por exemplo, por meio de um sistema de calorímetro de varredura diferencial (DSC) (Q-200, produto de TA Instruments Japan Inc.).

[000247] Especificamente, um ponto de fusão e temperatura de transição vítrea de uma amostra são medidas nos seguintes modos.

[000248] Especificamente, primeiramente, um recipiente de amostra de alumínio carregado com aproximadamente 5,0 mg de uma amostra é colocado em uma unidade de suporte, e a unidade de suporte é então colocada em um forno elétrico. A seguir, a amostra é aquecida (primeiro aquecimento) de -80 °C a 150 °C na taxa de aquecimento de 10 °C/min. em uma atmosfera de nitrogênio. A seguir, a amostra é resfriada de 150 °C a -80 °C na taxa de resfriamento de 10 °C, seguido por aquecimento novamente (segundo aquecimento) a 150 °C na taxa de aquecimento de 10 °C/min. curvas de DSC são respectivamente medidas para o primeiro aquecimento e segundo aquecimento por meio de um calorímetro de varredura diferencial (Q-200, produto da TA Instruments Japan Inc.).

[000249] A curva DSC para o primeiro aquecimento é selecionada da curva DSC obtida por meio de um programa de análise armazenado no sistema Q-200, para desse modo determinar temperatura de transição vítrea da amostra com o primeiro aquecimento. Similarmente, a curva DSC para o segundo aquecimento é selecionada, e a temperatura de transição vítrea da amostra com o segundo aquecimento pode ser determinada.

[000250] Além disso, a curva DSC para o primeiro aquecimento é selecionada da curva DSC obtida por meio do programa de análise armazenado no sistema Q-200, e uma temperatura de topo de pico endotérmica da amostra para o

primeiro aquecimento é determinada como um ponto de fusão da amostra. Similarmente, a curva DSC para o segundo aquecimento é selecionada, e a temperatura de topo de pico endotérmica da amostra para o segundo aquecimento pode ser determinada como um ponto de fusão da amostra com o segundo aquecimento.

[000251] No caso onde um toner é usado como uma amostra, a temperatura de transição vítrea para o primeiro aquecimento é representado como Tg1st, e a temperatura de transição vítrea para o segundo aquecimento é representada como Tg2nd no presente relatório descritivo.

[000252] Além disso, no presente relatório descritivo, as temperaturas de topo de pico endotérmicas e temperaturas de transição vítrea da resina de poliéster não cristalina A, resina de poliéster não cristalina B, a resina de poliéster cristalina C e outros componentes constituintes como o agente de liberação, para o segundo aquecimento são considerados como um ponto de fusão e Tg de cada amostra, a menos que de outro modo mencionado.

[000253] Método para medir distribuição de tamanho de partícula

[000254] O diâmetro de partícula médio de volume (D4) e diâmetro de partícula médio numérico (Dn) do toner e a razão dos mesmos (D4/Dn) podem ser medidos, por exemplo, por meio de Contador Coulter TA-II ou Coulter Multisizer II (ambos os produtos são da Beckman Coulter, inc.). Na presente invenção,

Coulter Multisizer II foi usado. O método de medição será explicado abaixo.

[000255] Primeiramente, 0,1 mL a 5 mL de um tensoativo (preferivelmente sulfonato de alquil benzeno (tensoativo não iônico)) foi adicionado como dispersante a 100 mL até 150 mL de um eletrólito. Observe que, o eletrólito é aproximadamente 1% em massa de solução aquosa preparada por usar um cloreto de sódio primário, e por exemplo, ISOTON-II (da Beckman Coulter, Inc.) é usado como o eletrólito. A seguir, à mistura resultante, 2 mg a 20 mg de uma amostra são adicionados e suspensos, e a mistura é dispersa por meio de um meio de dispersão de onda ultrassônica por aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 3 minutos. O volume e número das partículas de toner ou toner são medidos a partir do líquido de dispersão obtido usando o dispositivo de medição acima mencionado com uma abertura de 100 μm , e então a distribuição de volume e distribuição de número do toner são calculados. A partir das distribuições obtidas, o diâmetro de partícula médio de volume (D4) e diâmetro de partícula médio numérico (Dn) do toner podem ser determinados.

[000256] Observe que, como canal, os seguintes 13 canais são usados: 2,00 μm ou maior, porém menor que 2,52 μm ; 2,52 μm ou maior, porém menor que 3,17 μm ; 3,17 μm ou maior, porém menor que 4,00 μm ; 4,00 μm ou maior, porém menor que 5,04 μm ; 5,04 μm ou maior, porém menor que 6,35 μm ; 6,35 μm

ou maior, porém menor que 8,00 μm ; 8,00 μm ou maior, porém menor que 10,08 μm ; 10,08 μm ou maior, porém menor que 12,70 μm ; 12,70 μm ou maior, porém menor que 16,00 μm ; 16,00 ou maior, porém menor que 20,20 μm ; 20,20 μm ou maior, porém menor que 25,40 μm ; 25,40 μm ou maior, porém menor que 32,00 μm ; e 32,00 μm ou maior, porém menor que 40,30 μm . As partículas alvo para a medição são partículas tendo o diâmetro de 2,0 μm ou maior, porém menor que 40,30 μm .

Medição de peso molecular

[000257] Um peso molecular de cada componente constituinte de um toner pode ser medido, por exemplo, pelo seguinte método.

[000258] Dispositivo de medição de cromatografia de permeação de gel (GPC) GPC-8220GPC (produto da TOSOH CORPORATION)

[000259] Coluna: TSKgel SuperHZM-H 15 cm, três colunas conectadas (produto de TOSOH CORPORATION)

[000260] Temperatura: 40 °C

[000261] Solvente: THF

[000262] Taxa de fluxo: 0,35 mL/min.

[000263] Amostra: 100 μL de uma amostra a 0,15% em massa a ser fornecida

[000264] Com relação ao pré-tratamento da amostra, a amostra é dissolvida em tetraidrofurano (THF) (contendo um estabilizador, produto da Wako Chemical Industries, ltd.),

para fornecer uma concentração de 0,15% em massa, a solução resultante é então filtrada através de um filtro tendo um tamanho de poro de 0,2 μm , e o filtrado a partir da filtração é usado como uma amostra. A medição é realizada por fornecer 100 μL da solução de amostra de tetraidofurano (THF). Para a medição do peso molecular da amostra, uma distribuição de peso molecular da amostra é calculada a partir da relação entre o valor logarítmico da curva de calibração preparada a partir de várias amostras padrão de poliestireno monodispersível e o número de contagens. Como as amostras de poliestireno padrão para preparar a curva de calibração, Showdex Standard Std. Nos. S-7300, S-210, S-390, S-875, S-1980, S-10,9, S-629, S-3,0, e S-0,580 de SHOWA DENKO K.K., e tolueno são usados. Como detector, um detector de índice refrativo (RI) é usado.

Método de produção de toner

[000265] Um método de produção do toner não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém o toner é preferivelmente granulado por dispersão, em um meio aquoso, uma fase de óleo contendo a resina de poliéster não cristalina A, a resina de poliéster não cristalina B, e a resina de poliéster cristalina C, e se necessário, contendo ainda o agente de liberação e a substância corante.

[000266] Também, o toner é mais preferivelmente

granulado por dispersão, em um meio aquoso, uma fase de óleo contendo o precursor reativo de cadeia não linear (o pré-polímero), a resina de poliéster não cristalina B e a resina de poliéster cristalina C e se necessário, contendo ainda o agente de cura, o agente de liberação, a substância corante, etc.

[000267] Como exemplo de tal método de produção do toner, um método de suspensão convencionalmente de dissolução é listado.

[000268] Como exemplo do método de produção do toner, um método para formar partículas de base de toner enquanto forma a resina de poliéster não cristalina A através de uma reação de alongamento de cadeia e/ou reação de reticulação entre o precursor reativo de cadeia não linear e o agente de cura serão descritos a seguir. Em tal método, uma preparação de um meio aquoso, preparação de uma fase de óleo contendo um material de toner, emulsificação e/ou dispersão do material de toner, e remoção de um solvente orgânico são realizadas.

Preparação de meio aquoso (fase aquosa)

[000269] A preparação da fase aquosa pode ser realizada, por exemplo, por dispersar partículas de resina em um meio aquoso. Uma quantidade das partículas de resina no meio aquoso não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 0,5 partes por massa para

10 partes por massa em relação a 100 partes por massa do meio aquoso.

[000270] O meio aquoso não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem água, um solvente miscível com água e uma mistura dos mesmos. Esses podem ser usados independentemente ou em combinação.

Entre os mesmos, água é preferível.

[000271] O solvente miscível com água não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem álcool, dimetil formamida, tetraidrofurano, celosolve e cetona inferior. O álcool não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem metanol, isopropanol e etileno glicol. A cetona inferior não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos da mesma incluem acetona e metil etil cetona.

Preparação de fase de óleo

[000272] A fase de óleo contendo os materiais de toner pode ser preparada por dissolver ou dispersar, em um solvente orgânico, materiais de toner contendo ao menos o precursor reativo de cadeia não linear, a resina de poliéster não cristalina B, e a resina de poliéster cristalina C, e se

necessário, contendo ainda, o agente de cura, o agente de liberação, a substância corante, etc.

[000273] O solvente orgânico não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente um solvente orgânico tendo um ponto de ebulição inferior a 150 °C, visto que remoção do mesmo é fácil.

[000274] O solvente orgânico tendo o ponto de ebulição inferior a 150 °C não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem tolueno, xileno, benzeno, tetracloreto de carbono, cloreto de metileno, 1,2-dicloroetano, 1,1,2-tricloroetano, tricloroetileno, clorofórmio, monoclorobenzeno, dicloroetilideno, acetato de metila, acetato de etila, metil etil cetona, e metil isobutil cetona. Esses podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

[000275] Entre os mesmos, acetato de etila, tolueno, xileno, benzeno, cloreto de metileno, 1,2-dicloroetano, clorofórmio, e tetracloreto de carbono são particularmente preferíveis, e acetato de etila é mais preferível.

Emulsificação ou dispersão

[000276] A emulsificação ou dispersão dos materiais de toner pode ser realizada por dispersar a fase de óleo contendo os materiais de toner no meio aquoso. No curso da

emulsificação ou dispersão do material de toner, o agente de cura e o precursor reativo de cadeia não linear são permitidos realizar uma reação de alongamento de cadeia ou reação de reticulação, para desse modo formar a resina de poliéster não cristalina A.

[000277] A resina de poliéster não cristalina A pode ser formada pelos seguintes métodos (1) a (3), por exemplo.

[000278] Um método de formar a resina de poliéster não cristalina A por emulsificar ou dispersar, em um meio aquoso, uma fase de óleo contendo o precursor reativo de cadeia não linear e o agente de cura, e permitir que o precursor reativo de cadeia não linear e o agente de cura sejam submetidos a reação de extensão e/ou reação de reticulação no meio aquoso.

[000279] Um método de formar a resina de poliéster não cristalina A por emulsificar ou dispersar uma fase de óleo contendo o precursor reativo de cadeia não linear em um meio aquoso ao qual o agente de cura foi adicionado antecipadamente, e permitir que o precursor reativo de cadeia não linear e o agente de cura sejam submetidos a reação de extensão e/ou reação de reticulação no meio aquoso.

[000280] Um método de formar a resina de poliéster não cristalina A por emulsificar ou dispersão, em um meio aquoso, uma fase de óleo contendo o precursor reativo de cadeia não linear, adicionar o agente de cura ao meio aquoso, e permitir que o precursor de reativo de cadeia não linear e agente de

cura sejam submetidos à reação de extensão e/ou reação de reticulação no meio aquoso a partir das interfaces entre partículas.

[000281] Observe que, quando o precursor reativo de cadeia não linear emitido submeter a reação de extensão e/ou reação de reticulação a partir das interfaces entre partículas, a resina de poliéster não cristalina A é preferencialmente formada nas superfícies das partículas de toner produzidas, de modo que é possível fornecer um gradiente de concentração da resina de poliéster não cristalina A nas partículas de toner.

[000282] As condições de reação (por exemplo, o tempo de reação e temperatura de reação) para gerar a resina de poliéster não cristalina A não são particularmente limitadas e podem ser apropriadamente selecionadas dependendo de uma combinação do agente de cura e precursor reativo de cadeia não linear.

[000283] O tempo de reação não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 10 minutos a 40 horas, mais preferivelmente 2 horas a 24 horas.

[000284] A temperatura de reação não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 0 °C a 150 °C, mais preferivelmente 40 °C a 98°C.

[000285] Um método para formar estavelmente um líquido de dispersão contendo o precursor reativo de cadeia não linear no meio aquoso não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem um método no qual uma fase de óleo, que foi preparada por dissolver e/ou dispersar um material de toner em um solvente, é adicionado a uma fase de um meio aquoso, seguido por dispersão com força de cisalhamento.

[000286] Um meio de dispersão usado para a dispersão não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem um meio de dispersão de cisalhamento em baixa velocidade, meio de dispersão de cisalhamento em alta velocidade, um meio de dispersão de fricção, um meio de dispersão de formação de jato em alta pressão e um meio de dispersão de onda ultrassônica.

[000287] Entre os mesmos, o meio de dispersão de cisalhamento em alta velocidade é preferível, porque pode controlar os diâmetros de partícula dos elementos dispersos (gotículas de óleo) na faixa de 2 μm a 20 μm .

[000288] No caso onde o meio de dispersão de cisalhamento em alta velocidade é usado, as condições para dispersão, como a velocidade de rotação, tempo de dispersão, e temperatura de dispersão, podem ser apropriadamente

selecionadas dependendo da finalidade pretendida.

[000289] A velocidade rotacional não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 1.000 rpm a 30.000 rpm, mais preferivelmente 5.000 rpm a 20.000 rpm.

[000290] O tempo de dispersão não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 0,1 minuto a 5 minutos no caso de um sistema de batelada.

[000291] A temperatura de dispersão não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 0 °C a 150 °C, mais preferivelmente 40 °C a 98°C sob pressão. Observe que, dito em termos gerais, a dispersão pode ser realizada facilmente, visto que a temperatura de dispersão é mais elevada.

[000292] Uma quantidade do meio aquoso usado para a emulsificação ou dispersão do material de toner não é particularmente limitada e pode ser apropriadamente selecionada dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 50 partes por massa a 2.000 partes por massa, mais preferivelmente 100 partes por massa a 1.000 partes por massa, em relação a 100 partes por massa do material de toner.

[000293] Quando a quantidade do meio aquoso é menor que

50 partes por massa, o estado de dispersão do material de toner é prejudicado, o que pode resultar em uma falha em obter partículas de base de toner tendo diâmetros de partícula desejados. Quando a quantidade do mesmo é maior que 2.000 partes por massa, o custo de produção pode aumentar.

[000294] Quando a fase de óleo contendo o material de toner é emulsificada ou dispersa, um dispersante é preferivelmente usado para fins de estabilizar elementos dispersos, como gotículas de óleo, e fornece uma distribuição de tamanho de partícula de formato bem como fornece formatos desejáveis de partículas de toner.

[000295] O dispersante não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem um tensoativo, um dispersante de composto inorgânico insolúvel em água, e um coloide de proteção de polímero.

[000296] Esses podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

[000297] Entre os mesmos, o tensoativo é preferível.

[000298] O tensoativo não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem um tensoativo aniônico, um tensoativo catiônico, um tensoativo não iônico, e um tensoativo anfotérico.

[000299] O tensoativo aniônico não é particularmente

limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem sais de ácido sulfônico de alquil benzeno, sais de ácido α -olefina sulfônico e ésteres de ácido fosfórico.

[000300] Entre esses, aqueles tendo um grupo de fluoroalquila são preferíveis.

[000301] Um catalisador pode ser usado na reação de extensão e/ou reação de reticulação para formar a resina de poliéster não cristalina A.

[000302] O catalisador não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem laurato de dibutil estanho e laurato de dioctil estanho.

Remoção de solvente orgânico

[000303] Um método para remover o solvente orgânico a partir do líquido de dispersão como a pasta emulsificada não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem: um método no qual um sistema de reação inteiro é gradualmente aquecido para evaporar o solvente orgânico nas gotículas de óleo; e um método no qual o líquido de dispersão é pulverizado em uma atmosfera seca para remover o solvente orgânico nas gotículas de óleo.

[000304] Quando o solvente orgânico é removido, partículas de base de toner são formadas. As partículas de

base de toner podem ser submetidas à lavagem e secagem, e podem ser adicionalmente submetidas à classificação. A classificação pode ser realizada em um líquido por remover pequenas partículas por ciclone, um decantador, ou separador centrífugo, ou pode ser realizada em partículas após secagem.

[000305] As partículas de base de toner obtidas podem ser misturadas com partículas como o aditivo externo, e o agente de controle de carga. Por aplicar um impacto mecânico durante a mistura, as partículas como o aditivo externo podem ser impedidas de cair das superfícies das partículas de base de toner.

[000306] Um método para aplicar o impacto mecânico não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem: um método para aplicar força de impulso a uma mistura por uma pá girando em alta velocidade; um método para adicionar uma mistura em um fluxo de ar em alta velocidade e acelerar a velocidade do fluxo para desse modo fazer as partículas se chocarem em outras partículas, ou fazer com que as partículas compósitos se choquem em uma placa de impacto apropriada. Um dispositivo usado para esse método é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, e exemplos do mesmo incluem ANGMILL (produto de Hosokawa Micron Corporation), um aparelho produzido por modificar moinho do tipo I (produto da Nippon

Pneumatic Mfg. Co., Ltd.) para reduzir a pressão de ar de pulverização, um sistema de hibridização (produto de Nara Machinery Co., Ltd.), um sistema de cripton (produto de Kawasaki Heavy Industries, Ltd.) e um almofariz automático.

Revelador

[000307] Um revelador da presente invenção contém pelo menos o toner, e pode conter ainda outros componentes apropriadamente selecionados, como carreador, se necessário.

[000308] Por conseguinte, o revelador tem excelentes propriedades de transferência, e capacidade de carga e pode estavelmente formar imagens de alta qualidade. Observe que o revelador pode ser um revelador de um componente, ou um revelador de dois componentes, porém é preferivelmente um revelador de dois componentes quando é usado em uma impressora de alta velocidade correspondendo a velocidade de processamento de informação elevada recente, porque a vida em serviço da mesma pode ser aperfeiçoada. Um revelador de um componente pode ser adotado no caso de um aparelho de formação de imagem com um cartucho de processo montado no mesmo para a finalidade principal de ser compacto e leve e permitir manutenção mais fácil.

[000309] No caso onde o revelador é usado como um revelador de um componente, os diâmetros das partículas de toner não variam amplamente mesmo quando o toner é fornecido e consumido repetidamente, o toner não causa formação de

filme para um rolo de revelação, nem funde em um elemento de regulagem de espessura de camada como uma pá para afinar uma espessura de uma camada do toner, e fornece capacidade de revelação excelente e estável e imagem mesmo quando é agitado no dispositivo de revelação durante um longo período de tempo.

[000310] No caso onde o revelador é usado como um revelador de dois componentes, os diâmetros das partículas de toner no revelador não variam amplamente mesmo quando o toner é fornecido e consumido repetidamente, e o toner pode fornecer excelente e estável capacidade de revelação mesmo quando o toner é agitado no dispositivo de revelação durante um longo período de tempo.

Carreador

[000311] O carreador é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, porém é preferivelmente um carreador contendo um núcleo, e uma camada de resina cobrindo o núcleo.

Núcleo

[000312] Um material do núcleo é apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida sem nenhuma limitação, e exemplos do mesmo incluem um material de 50 emu/g a 90 emu/g de manganês-estrôncio (Mn-Sr) e um material de 50 emu/g a 90 emu/g (Mn-Mg) de magnésio-manganês. Para assegurar uma densidade de imagem suficiente, o uso de um

material magnético duro como pó de ferro (100 emu/g ou mais elevado) e magnetita (75 emu/g a 120 emu/g) é preferível. Além disso, o uso de um material magnético macio como um material de 30 emu/g a 80 emu/g de cobre-zinco é preferível porque um impacto aplicado a um fotocondutor pelo revelador carregado em um elemento de suporte na forma de uma escova pode ser reduzido, o que é uma vantagem para melhorar a qualidade de imagem.

[000313] Esses podem ser usados individualmente ou em combinação de dois ou mais dos mesmos.

[000314] O diâmetro de partícula médio de volume do núcleo não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade específica, porém é preferivelmente 10 μm a 150 μm , mais preferivelmente 40 μm a 100 μm . quando o diâmetro de partícula médio de volume do mesmo é menor que 10 μm , a proporção das partículas finas na distribuição de diâmetros de partícula de carreador aumenta, causando dispersão de carreador devido à baixa magnetização por partícula de carreador. Quando o diâmetro de partícula média de volume do mesmo é maior que 150 μm , a área superficial específica reduz, o que pode causar dispersão de toner, causando reprodutibilidade especialmente em uma porção de imagem sólida em uma impressão de cor total contendo muitas porções de imagem sólidas.

[000315] No caso onde o toner é usado para um revelador de dois componentes, o toner é usado por misturar com o carreador. Uma quantidade do carreador no revelador de dois componentes não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida, porém é preferivelmente 90 partes por massa a 98 partes por massa, mais preferivelmente 93 partes por massa a 97 partes por massa, em relação a 100 partes por massa do revelador de dois componentes.

[000316] O revelador da presente invenção pode ser adequadamente usado em formação de imagem por várias eletrofotografias conhecidas como um método de revelação de um componente magnético, um método de revelação de um componente não magnético, e um método de revelação de dois componentes.

Recipiente de acomodar toner

[000317] Um recipiente de acomodar toner da presente invenção acomoda o toner da presente invenção. O recipiente do mesmo não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado de recipientes conhecidos. Os exemplos do mesmo incluem aqueles tendo uma tampa e um corpo principal de recipiente.

[000318] O tamanho, formato, estrutura e material do corpo principal de recipiente não são particularmente limitados. O corpo principal de recipiente tem,

preferivelmente, por exemplo, um formato cilíndrico oco. Particularmente preferivelmente, é um corpo cilíndrico oco cuja superfície interna tem porções côncavo-convexas espiralmente dispostas algumas ou todas as quais podem operar como sanfona e nas quais o revelador acomodado pode ser transferido para um orifício de saída através de rotação. O material para o recipiente que acomoda revelador não é particularmente limitado e é preferivelmente aqueles dos quais o corpo principal de recipiente pode ser formado com elevada precisão dimensional. Os exemplos do mesmo incluem resinas de poliéster, resinas de polietileno, resinas de polipropileno, resinas de poliestireno, resinas de cloreto de polivinil, ácidos poliacrílicos, resinas de policarbonato, resinas ABS e resinas de poliacetal.

[000319] O recipiente que acomoda toner acima tem excelente capacidade de manipulação; isto é, é adequado para armazenagem, transporte e é adequadamente usado para fornecimento do toner sendo desprendivelmente montado em, por exemplo, o cartucho de processo abaixo descrito e aparelho de formação de imagem.

[000320] Método de formação de imagem e aparelho de formação de imagem

[000321] Um método de formação de imagem da presente invenção inclui preferivelmente pelo menos uma etapa de revelação, uma etapa de transferência, e uma etapa de

fixação, mais preferivelmente inclui uma etapa de formação de imagem latente eletrostática e uma etapa de limpeza. Se necessário, o método de formação de imagem pode incluir uma etapa de eliminação de carga, uma etapa de reciclagem, e uma etapa de controle, por exemplo.

[000322] Um aparelho de formação de imagem da presente invenção inclui preferivelmente pelo menos um elemento que contém imagem latente eletrostática, uma unidade de formação de imagem latente eletrostática, uma unidade de revelação, uma unidade de transferência, e uma unidade de fixação, mais preferivelmente inclui uma unidade de limpeza, e se necessário, pode incluir uma unidade de eliminação de carga, uma unidade de reciclagem, e uma unidade de controle, por exemplo.

[000323] O método de formação de imagem da presente invenção pode ser realizado com o aparelho de formação de imagem da presente invenção. A etapa de formação de imagem latente eletrostática pode ser realizada com o aparelho de formação de imagem latente eletrostática. A etapa de revelação pode ser realizada com a unidade de revelação. A etapa de transferência pode ser realizada com a unidade de transferência. A etapa de fixação pode ser realizada com a unidade de fixação. As outras etapas podem ser realizadas com a outra unidade.

[000324] Etapa de formação de imagem latente

eletrostática e unidade de formação de imagem latente eletrostática

[000325] A etapa de formação de imagem latente eletrostática é uma etapa de formar uma imagem latente eletrostática em um elemento que contém imagem latente eletrostática como um isolado fotocondutor ou um fotocondutor.

[000326] Um material, formato, estrutura, tamanho, etc. do elemento que contém imagem latente eletrostática não são particularmente limitados e podem ser apropriadamente selecionados aqueles conhecidos na técnica. O formato do mesmo é preferivelmente um formato de tambor.

[000327] Também, o elemento que contém imagem latente eletrostática é, por exemplo, um fotocondutor inorgânico feito de silício amorfo ou selênio, ou um fotocondutor orgânico feito de polissilano ou ftalopolimetina. Entre os mesmos, um fotocondutor de silício amorfo é preferido uma vez que tem uma longa vida de serviço.

[000328] A imagem latente eletrostática é formada, por exemplo, por carregar uniformemente uma superfície do elemento que contém imagem latente eletrostática e então no sentido de imagem expor a superfície carregada à luz, e pode ser formada com a unidade de formação de imagem latente eletrostática. Por exemplo, a unidade de formação de imagem latente eletrostática contém pelo menos um dispositivo de

carga configurado para aplicar voltagem a uma superfície do elemento que contém imagem latente eletrostática para carregar uniformemente a superfície do mesmo, e um dispositivo de exposição de luz configurado para expor na direção de imagem a superfície carregada do elemento que contém imagem latente eletrostática.

[000329] O dispositivo de carga não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade pretendida. Os exemplos do mesmo incluem dispositivos de carga do tipo contato conhecidos tendo, por exemplo, um rolo eletricamente condutivo ou semicondutivo, escova, filme e pá de borracha; e dispositivos de carga do tipo não contato utilizando descarga corona como corotron e scorotron.

[000330] O dispositivo de exposição não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dependendo da finalidade de que se obtenha exposição no sentido de imagem desejado sobre a superfície do elemento que contém imagem latente eletrofotográfico carregado com o elemento de carga. Os exemplos do mesmo incluem vários dispositivos de exposição como um dispositivo de exposição ótica de cópia, um dispositivo de exposição de conjunto de lente de haste, um dispositivo de exposição ótica laser, e um dispositivo de exposição de obturador de cristal líquido.

[000331] Na presente invenção, luz pode ser aplicada no sentido de imagem a partir do lado voltado para o suporte do elemento que contém imagem latente eletrostática.

[000332] Alternativamente, a unidade de formação de imagem latente eletrostática pode ser uma unidade consistindo em uma unidade de carga configurada para realizada seletivamente ou no sentido de imagem carga, em vez de uma contendo uma unidade de carga configurada para carregar uniformemente uma superfície do elemento que contém imagem latente eletrostática e uma unidade de exposição configurada para seletivamente expor a superfície carregada da mesma para formar uma imagem latente eletrostática.

Etapa de revelação e unidade de revelação

[000333] A etapa de revelação é uma etapa de revela uma imagem latente eletrostática com o toner da presente invenção para formar uma imagem visível, e a imagem visível pode ser formada por uma unidade de revelação. A unidade de revelação não é particularmente limitada desde que possa executar revelação com o toner da presente invenção. Os exemplos da mesma incluem uma unidade de revelação incluindo ao mesmo um dispositivo de revelação contendo o revelador da presente invenção e configurado para aplicar o toner à imagem latente eletrostática em um modo de contato ou não contato. Preferivelmente, a unidade de revelação é, por exemplo, um dispositivo de revelação dotado do recipiente de acomodar

toner da presente invenção.

[000334] O dispositivo de revelação pode empregar um processo de revelação seco ou úmido, e pode ser um dispositivo de revelação de cor única ou múltiplas cores. Os exemplos do mesmo incluem um dispositivo de revelação contendo: um dispositivo de agitação para carregar o toner com fricção gerada durante agitação; e um rolo magnético giratório. No dispositivo de revelação, as partículas de toner da presente invenção e partículas de carreador são agitadas e misturadas de modo que as partículas de toner são carregadas por fricção gerada entre as mesmas. As partículas de toner carregadas são retidas na forma semelhante a cadeia na superfície do rolo magnético rotativo para formar escovas magnéticas. O rolo magnético é disposto proximalmente ao elemento de revelação de imagem latente eletrostática e desse modo, algumas das partículas de toner formando as escovas magnéticas no rolo magnético são transferidas para sobre a superfície do elemento de revelação de imagem latente eletrostática pela ação de força eletricamente atraente. Como resultado, a imagem latente eletrostática é revelada com as partículas de toner para formar uma imagem de toner na superfície do elemento de revelação de imagem latente eletrostática. Observe que o revelador a ser acomodado no dispositivo de revelação, que é o revelador da presente invenção, pode ser um revelador de um componente ou um

revelador de dois componentes.

Etapa de transferência e unidade de transferência

[000335] A etapa de transferência é, por exemplo, uma etapa de transferir uma imagem visível sobre um meio de gravação, e a imagem visível pode ser transferida por uma unidade de transferência. Aqui, a etapa de transferência inclui preferivelmente: uma etapa de transferência primária de transferir as imagens de toner para um elemento de transferência intermediária; e uma etapa de transferência secundária de transferir as imagens de toner transferidas para sobre o elemento de transferência intermediária para sobre um meio de gravação. Mais preferivelmente, a etapa de transferência inclui: uma etapa de transferência primária de transferir imagens de toner de cor usando dois ou mais toners de cor, preferivelmente toners de cor total para sobre um elemento de transferência intermediário para formar uma imagem de toner compósita; e uma etapa de transferência secundária de transferir a imagem de toner compósita formada no elemento de transferência intermediária para sobre um meio de gravação.

[000336] A unidade de transferência inclui de preferência: uma unidade de transferência primária configurada para transferir imagens de toner para sobre um elemento de transferência intermediária para formar uma imagem de toner compósita; e uma unidade de transferência

secundária configurada para transferir a imagem de toner compósita formada no elemento de transferência intermediária para sobre um meio de gravação. O elemento de transferência intermediário não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado de elementos de transferência conhecidos dependendo da finalidade pretendida. Por exemplo, o elemento de transferência intermediário é uma correia de transferência sem fim. A unidade de transferência (a unidade de transferência primária e a unidade de transferência secundária) inclui de preferência pelo menos um dispositivo de transferência que transfere através de carga as imagens de toner formadas no elemento que contém imagem latente eletrostática para sobre o meio de gravação. A unidade de transferência pode ter um ou mais dispositivos de transferência.

[000337] Os exemplos do dispositivo de transferência incluem um dispositivo de transferência corona empregando descarga corona, uma correia de transferência, um rolo de transferência, um rolo de transferência de pressão e um dispositivo de transferência de adesivo.

[000338] O meio de gravação não é particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado de meio de gravação conhecido (papel de gravação).

Etapa de fixação e unidade de fixação

[000339] A etapa de fixação é uma etapa de fixação de

uma imagem de transferência transferida para sobre o meio de gravação, e a imagem de transferência pode ser fixada por uma unidade de fixação. Quando dois ou mais toners de cor são usados, a fixação pode ser realizada toda vez que cada dos toners de cor for transferido para sobre um meio de gravação, ou em um estado onde todos os toners de cor foram transferidos para sobre um meio de gravação. A unidade de fixação não é particularmente limitada e pode ser um elemento de pressurização de aquecimento conhecido. Os exemplos da mesma incluem uma combinação de um rolo de calor e um rolo de pressão, e uma combinação de um rolo de calor, um rolo de pressão e uma correia sem fim. A temperatura de aquecimento na fixação é genericamente 80 °C a 200 °C. Observe que dispositivos de fotofixação conhecidos podem ser usados em vez de ou além da unidade de fixação dependendo da finalidade pretendida.

Etapa de eliminação de carga e unidade de eliminação de carga

[000340] A etapa de eliminação de carga é uma etapa de aplicar uma polarização de eliminação de carga para o elemento que contém imagem latente eletrostática. A etapa de eliminação de carga pode ser realizada por uma unidade de eliminação de carga. A unidade de eliminação de carga não é particularmente limitada desde que possa aplicar uma polarização de eliminação de carga no elemento que contém

imagem latente eletrostática. Os exemplos da mesma incluem uma lâmpada de eliminação de carga.

Etapa de limpeza e unidade de limpeza

[000341] A etapa de limpeza é uma etapa de remover o toner que resta no elemento que contém imagem latente eletrostática. A etapa de limpeza pode ser realizada por uma unidade de limpeza. A unidade de limpeza não é particularmente limitada desde que possa remover o toner que resta no elemento que contém imagem latente eletrostática. Os exemplos da mesma incluem um limpador de escova magnética, um limpador de escova eletrostática, um limpador de rolo magnético, um limpador de pá, um limpador de escova e um limpador de trama.

Etapa de reciclagem e unidade de reciclagem

[000342] A etapa de reciclagem é uma etapa de reciclar o toner que foi removido na etapa de limpeza para a unidade de revelação. A etapa de reciclagem pode ser realizada por uma unidade de reciclagem. A unidade de reciclagem não é particularmente limitada e pode ser, por exemplo, uma unidade de transporte conhecida.

Etapa de controle e unidade de controle

[000343] A unidade de controle é uma etapa de controlar a operação de cada das unidades acima. A etapa de controle pode ser realizada por uma unidade de controle.

[000344] A unidade de controle não é particularmente

limitada desde que possa controlar a operação de cada das unidades acima. Os exemplos da mesma incluem dispositivos como sequenciador e computador.

Aparelho de formação de imagem

[000345] Um exemplo do aparelho de formação de imagem da presente invenção é ilustrado na figura 1. Um aparelho de formação de imagem 100A inclui um tambor fotocondutor 10 que serve como o elemento que contém imagem latente eletrostática, um rolo de carga 20 servido como a unidade de carga, um dispositivo de exposição (não ilustrado) servindo como a unidade de exposição, dispositivos de revelação 45 (K, Y, M, C) servindo como a unidade de revelação, um elemento de transferência intermediário 50, um dispositivo de limpeza 60 servido como a unidade de limpeza que inclui uma pá de limpeza, e uma lâmpada de eliminação de carga 70 servindo como a unidade de eliminação de carga.

[000346] O elemento de transferência intermediária 50 é uma correia sem fim, e designado de modo a ser móvel em uma direção indicada por uma seta e estirado por três rolos 51 que são dispostos dentro da correia. Uma parte dos três rolos 51 também funciona como um rolo de polarização de transferência que pode aplicar uma polarização de transferência predeterminada (polarização de transferência primária) para o elemento de transferência intermediário 50.

[000347] Também, um dispositivo de limpeza 90 incluindo

uma pá de limpeza é disposto próximo ao elemento de transferência intermediário 50. Além disso, um rolo de transferência 80 servindo como a unidade de transferência que pode aplicar uma polarização de transferência para transferir (transferência secundária) uma imagem de toner para sobre o papel de gravação 95 é disposto perto do elemento de transferência intermediário 50 voltado para o elemento de transferência intermediário 50.

[000348] Além disso, em torno do elemento de transferência intermediário 50, um dispositivo de carga corona 52 para aplicar uma carga na imagem de toner no elemento de transferência intermediário 50 é disposto entre uma porção de contato do tambor fotocondutor 10 com o elemento de transferência intermediário 50 e uma porção de contato do elemento de transferência intermediário 50 com o papel de gravação 95.

[000349] Os dispositivos de revelação 45 para preto (K), amarelo (Y), magenta (M) e ciano (C) incluem, cada, um recipiente de revelador 42 (K, Y, M, C), um rolo de fornecimento de revelador 43 e um rolo de revelação 44.

[000350] No aparelho de formação de imagem 100A, o rolo de carga 20 carrega uniformemente uma superfície do tambor fotocondutor 10, e então o dispositivo de exposição (não ilustrado) expõe no sentido de imagem o tambor fotocondutor 10 à luz L para formar uma imagem latente eletrostática. A

seguir, a imagem latente eletrostática formada no tambor fotocondutor 10 é revelada com um revelador fornecido a partir do dispositivo de revelação 45 para formar uma imagem de toner. Além disso, a imagem de toner é transferida (transferida primariamente) para sobre o elemento de transferência intermediário 50 por polarização de transferência aplicada a partir do rolo 51. Além disso, após carregado pelo dispositivo de carga corona 52, a imagem de toner no elemento de transferência intermediário 50 é transferido (transferido secundariamente) para sobre o papel de gravação 95. Notavelmente, um toner residual que permanece no tambor fotocondutor 10 é removido pelo dispositivo de limpeza 60, e o tambor fotocondutor 10 é uma vez eliminado por carga pela lâmpada de eliminação de carga 70.

[000351] A figura 2 ilustra outro exemplo do aparelho de formação de imagem da presente invenção. Um aparelho de formação de imagem 100B é um aparelho de formação de imagem de cor do tipo tandem e inclui um corpo principal de dispositivo de copiar 150, uma mesa de alimentação de papel 200, um scanner 300 e um alimentador de documento automático (ADF) 400.

[000352] Um elemento de transferência intermediário 50 que é uma correia sem fim é disposto em uma parte central do corpo principal de dispositivo de copiar 150. O elemento de transferência intermediário 50 é estirado em torno dos rolos

de suporte 14, 15 e 16 e pode girar na direção de seta.

[000353] Perto do rolo de suporte 15, um dispositivo de limpeza 17 é disposto para remover um toner residual que permanece no elemento de transferência intermediário 50. No elemento de transferência intermediário 50 estirado em torno dos rolos de suporte 14 e 15, um dispositivo de revelação do tipo tandem 120 é disposto no qual quatro unidades de formação de imagem 18 de amarelo, ciano, magenta e preto são dispostas em paralelo de modo a estarem voltadas entre si ao longo de uma direção de transporte das mesmas.

[000354] A unidade de formação de imagem 18 para cada cor no dispositivo de revelação do tipo tandem 120 inclui: como ilustrado na figura 3, um tambor fotocondutor 10; um rolo de carga 160 configurado para carregar uniformemente o tambor fotocondutor 10; um dispositivo de revelação 61 configurado para revelar a imagem latente eletrostática formada no tambor fotocondutor 10 com um revelador para cada de preto (K), amarelo (Y), magenta (M) e ciano (C) para formar uma imagem de toner; um rolo de transferência 62 configurado para transferir a imagem de toner de cada cor sobre o elemento de transferência intermediário 50; um dispositivo de limpeza 63; e um dispositivo de eliminar carga 64.

[000355] Também, no aparelho de formação de imagem da figura 2, o dispositivo de exposição 21 é disposto em

proximidade com o dispositivo de revelação do tipo tandem 120. O dispositivo de exposição 21 é configurado para expor um tambor fotocondutor 10 à luz para formar uma imagem latente eletrostática.

[000356] Além disso, um dispositivo de transferência secundário 22 é disposto em um lado do elemento de transferência intermediário 50 oposto ao lado no qual o dispositivo de revelação do tipo tandem 120 é disposto. O dispositivo de transferência secundário 22 inclui uma correia de transferência secundária 24 que é uma correia sem fim estirada em torno de um par de rolos 23, e papel de gravação transportado sobre a correia de transferência secundária 24 e o elemento de transferência intermediário 50 pode contatar mutuamente.

[000357] Um dispositivo de fixação 25 é disposto em proximidade com o dispositivo de transferência secundário 22. O dispositivo de fixação 25 inclui uma correia de fixação 26 que é uma correia sem fim e um rolo de pressão 27 que é disposto de modo a ser prensado contra a correia de fixação 26.

[000358] Também, um dispositivo de inversão de folha 28 é disposto perto do dispositivo de transferência secundário 22 e o dispositivo de fixação 25 para inverter o papel de gravação no caso de formar imagens nos dois lados do papel de gravação.

[000359] A seguir, formação de uma imagem de cor total (cópia de cor) no aparelho de formação de imagem 100B será explicada. Primeiramente, um documento de cor é colocado em uma mesa de documento 130 do alimentador automático de documento (ADF) 400. Alternativamente, o alimentador automático de documento 400 é aberto, o documento de cor é colocado em um vidro de contato 32 do scanner 300, e o alimentador automático de documento 400 é fechado. Quando um botão de iniciar (não mostrado) é pressionado, o scanner 300 ativa após o documento de cor ser transferido e movido para o vidro de contato 32 no caso do documento colorido ter sido colocado no alimentador automático de documento 400, ou diretamente no caso do documento colorido ter sido colocado no vidro de contato 32, de modo que um primeiro corpo em deslocamento 33 e um segundo corpo em deslocamento 34 se deslocam. Nesse momento, uma luz é irradiada a partir de uma fonte de luz no primeiro corpo de deslocamento 33, a luz refletida a partir de uma superfície do documento é refletida por um espelho no segundo corpo de deslocamento 34 e então é recebida por um sensor de leitura 26 através de uma lente de imageamento 35. Desse modo, o documento colorido (imagem colorida) é lido para desse modo formar informações de imagem preta, amarela, magenta e ciano.

[000360] Além disso, após a imagem latente eletrostática para cada cor ter sido formada no tambor

fotocondutor 10 pelo dispositivo de exposição 21 com base na informação de imagem obtida de cada cor, a imagem latente eletrostática para cada cor é revelada com um revelador fornecido a partir do dispositivo de revelação do tipo tandem 120 para cada cor para formar uma imagem de toner de cada cor. As imagens de toner formadas de cada cor são sequencialmente transferidas (transferidas primariamente) no topo entre si no elemento de transferência intermediária 50 girada pelos rolos de suporte 14, 15 e 16, para desse modo formar uma imagem de toner compósita no elemento de transferência intermediário 50.

[000361] Na mesa de alimentação de papel 200, um dos rolos de alimentação de papel 142 é seletivamente girado para alimentar uma folha de papel de gravação de um dos cassetes de alimentação de papel 144 equipado em múltiplos estágios em um grupo de papeis 143. A folha é separada uma a uma por um rolo de separação 145 e enviada para um percurso de alimentação de papel 146. A folha (papel de gravação) é transferida por um rolo de transporte 147 e é guiada para um percurso de alimentação de papel 148 no corpo principal de dispositivo de cópia 150, e para por colidir com um rolo de registro 49. Alternativamente, um rolo de alimentação de papel 142 é girado para alimentar uma folha de papel de gravação em uma bandeja de alimentação manual 54. A folha (papel de gravação) é separada uma a uma por um rolo de

separação 58 e é guiada para um percurso de alimentação de papel manual 53, e para por colidir com o rolo de registro 49. Notavelmente, o rolo de registro 49 é genericamente usado enquanto ligado à terra, porém também pode ser usado em um estado em que uma polarização está sendo aplicada para remover pó de papel na folha.

[000362] A seguir, por girar o rolo de registro 49 de acordo com o timing da imagem de toner compósito formado no elemento de transferência intermediário 50, a folha de papel de gravação é alimentada entre o elemento de transferência intermediário 50 e o dispositivo de transferência secundário 22, de modo que a imagem de toner compósito seja transferida (transferida secundariamente) para sobre a folha de papel de gravação.

[000363] A folha de papel de gravação sobre a qual a imagem de toner compósita foi transferida é transportada pelo dispositivo de transferência secundária 22, e então transportada para o dispositivo de fixação 25. No dispositivo de fixação 25, a imagem de cor compósita é fixa sobre a folha de papel de gravação pela ação de calor e pressão aplicadas pela correia de fixação 26 e o rolo de pressão 27. A seguir, a folha de papel de gravação é comutada por uma garra de comutação 55, e descarregada por um rolo de descarga 56 e empilhada em uma bandeja de descarga de papel 57.

[000364] Alternativamente, a folha de papel de gravação

é comutada pela garra de comutação 55, e é convertida pelo dispositivo de inversão 28 para desse modo ser guiada para uma posição de transferência novamente. após uma imagem ser formada similarmente na superfície traseira, o papel de gravação é descarregado pelo rolo de descarga 56 empilhado na bandeja de descarga de papel 57.

[000365] Notavelmente, um toner residual que resta no elemento de transferência intermediária 50 após transferência da imagem de toner compósita é removida pelo dispositivo de limpeza 17.

Cartucho de processo

[000366] Um cartucho de processo de acordo com a presente invenção inclui ao menos um elemento que contém imagem latente eletrostática, e um dispositivo de revelação contendo o revelador da presente invenção, e é montado em um aparelho de formação de imagem em um modo desprendível. O cartucho de processo pode incluir outras unidades de processo selecionadas do grupo que consiste em uma unidade de carga, uma unidade de transferência de imagem de toner, e uma unidade de limpeza.

[000367] A figura 4 ilustra um exemplo do cartucho de processo da presente invenção. Um cartucho de processo 110 inclui um tambor fotocondutor 10, um dispositivo de carga corona 52, um dispositivo de revelação 40, um rolo de transferência 80 e um dispositivo de limpeza 90.

[000368] Um cartucho de processo da presente invenção é moldado de modo a ser montado em vários aparelhos de formação de imagem em um modo fixável e desprendível, incluindo ao menos um elemento que contém imagem latente eletrostática configurado para conter uma imagem latente eletrostática sobre o mesmo; e uma unidade de revelação configurada para revelar a imagem latente eletrostática carregada no elemento que contém imagem latente eletrostática com o revelador da presente invenção par formar uma imagem de toner. Observe que o cartucho de processo da presente invenção pode incluir ainda outras unidades, se necessário.

[000369] A unidade de revelação inclui ao menos um recipiente que acomoda revelador que acomoda o revelador da presente invenção, e um elemento que contém revelador configurado para conter e transferir o revelador acomodado no recipiente que acomoda revelador. Observe que a unidade de revelação pode incluir ainda, por exemplo, um elemento de regulagem configurado para regular a espessura do revelador carregado.

Exemplos

[000370] A presente invenção será descrita por meio de Exemplos abaixo. A presente invenção não deve ser interpretada como sendo limitada aos exemplos. A menos que de outro modo especificado, "parte(s)" significa "parte(s) por massa". A menos que de outro modo especificado, "%" significa

“% por massa”.

[000371] Medições nos Exemplos baixo foram obtidas pelos métodos descritos no presente relatório descritivo. Observe que a Tg, Tm e peso moleculares da resina de poliéster não cristalina A, a resina de poliéster não cristalina B e a resina de poliéster cristalina C e similares foram medidas de cada resina obtida no Exemplo de produção.

Exemplo de produção 1

Síntese de cetimina

[000372] Um recipiente de reação no qual uma barra de agitação e um termômetro tinham sido colocados foi carregado com 170 partes de isoforona diamina e 75 partes de metil etil cetona, e a mistura resultante foi deixada reagir por 5 horas a 50 °C, para desse modo obter composto de cetimina 1.

[000373] Verificou-se que o composto de cetimina 1 tem um valor de amina de 418.

[000374] Produção de resina de poliéster não cristalina A

[000375] Síntese de resina de poliéster não cristalina A-1

[000376] Um recipiente de reação equipado com um condensador, um agitador e um tubo de introdução de nitrogênio foi carregado com 97% mol de 3-metil-1,5-pentanodiol e 3 % mol de trimetilol propano (TMP) como componentes de álcool e 100 % mol de ácido adípico como um

componente de ácido de modo que a razão molar de OH/COOH era 1.1, juntamente com tetraisopropóxido de titânio (300 ppm em relação ao componente de resina). Posteriormente, a mistura foi aquecida a 200 °C durante aproximadamente 4 horas, e aquecida a 230 °C durante 2 horas, seguido por realizar uma reação até água efluente parar. Posteriormente, o resultado foi deixado reagir adicionalmente por 5 horas sob a pressão reduzida de 10 mmHg a 15 mmHg, para desse modo fornecer poliéster intermediário. A seguir, um recipiente de reação equipado com um condensador, um agitador e um tubo de introdução de nitrogênio foi carregado com o poliéster intermediário obtido, e diisocianato de isoforona em uma razão molar de 2.1, e após diluída com acetato de etila para fornecer uma solução de acetato de etila a 48%, a mistura foi deixada reagir por 5 horas a 100 °C, para desse modo obter resina de poliéster de cadeia não linear A-1 (pré-polímero A-1) tendo um grupo reativo. Verificou-se que essa resina tem um peso molecular médio numérico (Mn) de 3.800, um peso molecular médio ponderal (Mw) de 17.500 e uma Tg de -55 °C.

[000377] Síntese de resina de poliéster não cristalina A-2

[000378] Resina de poliéster não cristalina A-2 (pré-polímero A-2) foi obtida do mesmo modo que em Síntese de resina de poliéster não cristalina A-1 exceto que o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool

foram alterados para o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool mostrados nas tabelas 1-3 e 1-5. Propriedades físicas são mostradas nas tabelas 1-3 e 1-5.

Síntese de resina de poliéster não cristalina A-3

[000379] Resina de poliéster não cristalina A-3 (pré-polímero A-3) foi obtida do mesmo modo que em Síntese de resina de poliéster não cristalina A-1 exceto que o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool foram alterados para o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool mostrados na tabela 1-3.

[000380] Propriedades físicas da mesma são mostradas na tabela 1-3.

[000381] Síntese de resina de poliéster não cristalina A-4

[000382] Um recipiente de reação equipado com um condensador, um agitador e um tubo de introdução de nitrogênio foi carregado com 100% mol de 3-metil-1,5-pentanodiol como um componente de álcool, e 40% mol de ácido isoftálico e 60% mol de ácido adípico como componentes de ácido carboxílico de modo que a razão molar de grupos de hidroxila para grupos de carboxila, representados por OH/COOH, era 1,5 e uma quantidade de anidrido trimelítico era 1 % mol em relação à quantidade total dos monômeros, juntamente com tetraisopropóxido de titânio (1.000 ppm em relação ao componentes de resina).

[000383] Posteriormente, a mistura foi aquecida a 200 °C durante aproximadamente 4 horas, e aquecida a 230 °C durante 2 horas, seguida por realização de uma reação até água efluente parar. Posteriormente, o resultado foi deixado reagir adicionalmente por 5 horas sob a pressão reduzida de 10 mmHg a 15 mmHg, para desse modo fornecer poliéster intermediário A-4(1).

[000384] A seguir, um recipiente de reação equipado com um condensador, um agitador e um tubo de introdução de nitrogênio foi carregado com o poliéster intermediário obtido A-4(1) e diisocianato de isofona (IPDI) em uma razão molar (grupos de isocianato de IPDI/grupos de hidroxila de poliéster intermediário) de 2,0, e após diluído com acetato de etila para fornecer uma solução de acetato de etila a 50%, a mistura foi deixada reagir por 5 horas a 100 °C, para desse modo obter resina de poliéster não cristalina A-4 (pré-polímero A-4).

[000385] Propriedades físicas da mesma são mostradas nas tabelas 1-1 e 1-5.

[000386] Produção de resina de poliéster não cristalina B

[000387] Síntese de resina de poliéster não cristalina B-1

[000388] Um frasco de quatro gargalos equipado com um tubo de introdução de nitrogênio, um tubo de dreno, um

agitador e um termopar foi carregado com aducto de 2 mol de óxido de etileno bisfenol A, aducto de 3 mol de óxido de propileno bisfenol A, ácido tereftálico e ácido adípico (ADA), de modo que a razão molar do aducto de 3 mol de óxido de propileno bisfenol A para o aducto de 2 mol de óxido de etileno bisfenol A (aducto de 3 mol de óxido de propileno bisfenol A/aducto de 2 mol de óxido de etileno bisfenol A) era 62/38, a razão molar de ácido tereftálico para ácido adípico (ácido tereftálico/ácido adípico) era 93/7, e a razão molar de grupos de hidroxila para grupos de carboxila, representados por OH/COOH, era 1,3. A mistura resultante foi deixada reagir com tetraisopropóxido de titânio (500 ppm em relação ao componente de resina) por 8 horas a 230 °C em pressão atmosférica, e foi adicionalmente reagida por 4 horas na pressão reduzida de 10 mmHg a 15 mm Hg. Posteriormente, anidrido trimelítico foi adicionado ao recipiente de reação em uma quantidade de 1% mol em relação ao componente de resina inteiro, e o resultado foi deixado reagir por 3 horas a 180 °C, em pressão atmosférica, para desse modo obter resina de poliéster não cristalina B-1. Propriedades físicas da mesma são mostradas nas tabelas 1-1 e 1-3.

Síntese de resina de poliéster não cristalina B-2.

[000389] A resina de poliéster não cristalina B-2 foi obtida do mesmo modo que em Síntese de resina de poliéster não cristalina B-1 exceto que o componente de ácido

dicarboxílico e os componentes de álcool foram alterados para o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool mostrados nas tabelas 1-1 e 1-5. Propriedades físicas da mesma são mostradas nas tabelas 1-1 e 1-5.

[000390] Síntese de resina de poliéster não cristalina B-3.

[000391] A resina de poliéster não cristalina B-3 foi obtida do mesmo modo que em Síntese de resina de poliéster não cristalina B-1 exceto que o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool foram alterados para o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool mostrados nas tabelas 1-1, 1-3 e 1-5. Propriedades físicas da mesma são mostradas nas tabelas 1-1, 1-3 e 1-5.

Produção de resina de poliéster cristalina C

[000392] Síntese de resina de poliéster cristalina C-1

[000393] Um frasco de quatro gargalos de 5 L equipado com um tubo de introdução de nitrogênio, um tubo de dreno, um agitador e um termopar foi carregado com ácido sebácico e 1,6-hexanodiol, de modo que a razão molar de grupos de hidroxila para grupos de carboxila, representada por OH/COOH, era 0,9. A mistura resultante foi deixada reagir com tetraisopropóxido de titânio (500 ppm em relação ao componente de resina) por 10 horas a 180 °C, e aquecida a 200 °C e reagida por 3 horas, seguido por reação adicional por 2 horas sob a pressão de 8.3 kPa, para desse modo obter resina

de poliéster cristalina C-1. Propriedades físicas da mesma são mostradas nas tabelas 1-1 e 1-3.

Síntese de resina de poliéster cristalina C-2.

[000394] A resina de poliéster cristalina C-2 foi obtida do mesmo modo que em Síntese de resina de poliéster cristalina C-1 exceto que o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool foram alterados para o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool mostrados nas tabelas 1-1 e 1-5. Propriedades físicas da mesma são mostradas nas tabelas 1-1 e 1-5.

[000395] Síntese de resina de poliéster cristalina C-3.

[000396] A resina de poliéster cristalina C-3 foi obtida do mesmo modo que em Síntese de resina de poliéster cristalina C-1 exceto que o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool foram alterados para o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool mostrados nas tabelas 1-3 e 1-5. Propriedades físicas da mesma são mostradas nas tabelas 1-3 e 1-5.

Síntese de resina de poliéster cristalina C-4.

[000397] A resina de poliéster cristalina C-4 foi obtida do mesmo modo que em Síntese de resina de poliéster cristalina C-1 exceto que o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool foram alterados para o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool mostrados nas tabelas 1-3 e 1-5. Propriedades físicas da mesma são

mostradas nas tabelas 1-3 e 1-5.

Síntese de resina de poliéster cristalina C-5.

[000398] A resina de poliéster cristalina C-5 foi obtida do mesmo modo que em Síntese de resina de poliéster cristalina C-1 exceto que o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool foram alterados para o componente de ácido dicarboxílico e os componentes de álcool mostrados na tabela 1-5. Propriedades físicas da mesma são mostradas na tabela 1-5.

Exemplo 1

Preparação de batelada mestre (MB)

[000399] Água (1.200 partes), 500 partes de negro de fumo (Printex 35, produto da Evonik Degussa Japan Co., Ltd.) [quantidade de absorção de óleo DBP = 42 mL/100 mg, pH = 9,5], e 500 partes da resina de poliéster não cristalina B-1 foram adicionados e misturados juntos por meio de NESCHEL MIXER (produto da NIPPON COLE & ENGINEERING CO., LTD.) e a mistura resultante foi amassada por meio de um moinho de dois rolos por 30 minutos a 150 °C. O produto amassado resultante foi enrolado e resfriado, seguido por pulverização por um pulverizador, para desse modo obter batelada mestre 1.

Preparação de líquido de dispersão de cera

[000400] Um recipiente ao qual uma barra de agitação e um termômetro tinham sido colocados foi carregado com 300 partes de cera parafina (HNP-9, produto da Nippon Seiro Co.,

Ltd., cera de hidrocarboneto, ponto de fusão: 75°C) como o agente de liberação, 150 partes de um agente de dispersão de cera, e 1.800 partes de acetato de etila, seguido por aquecimento a 80 °C com mistura. A temperatura foi mantida a 80 °C por 5 horas, seguido por resfriamento a 30 °C durante 1 hora. A mistura resultante foi dispersa por meio de um moinho de contas (ULTRA VISCOMILL, produto da AIMEX Co., Ltd.) sob as condições: uma taxa de alimentação de líquido de 1 kg/h, velocidade circunferencial de disco de 6 m/s, contas de zircônia de 0,5 mm acondicionadas a 80% em volume, e 3 passagens, para desse modo obter líquido de dispersão de cera 1.

Preparação de líquido de dispersão de resina de poliéster cristalina

[000401] Um recipiente equipado com uma barra de agitação e um termômetro foi carregado com 308 partes da resina de poliéster cristalino C-1 e 1.900 partes de acetato de etila, e a mistura resultante foi aquecida a 80 °C com agitação. A temperatura foi mantida a 80 °C por 5 horas, seguido por resfriamento a 30 °C durante 1 hora. A mistura resultante foi dispersa por meio de um moinho de contas (ULTRA VISCOMILL, produto da AIMEX Co., Ltd.) sob as condições: uma taxa de alimentação de líquido de 1 kg/h, velocidade circunferencial de disco de 6 m/s, contas de zircônia de 0,5 mm acondicionadas a 80% em volume, e 3

passagens, para desse modo obter líquido de dispersão de resina de poliéster cristalino 1.

Preparação de fase de óleo

[000402] Um recipiente foi carregado com 190 partes do líquido de dispersão de cera 1, 32 partes de pré-polímero A-1, 290 partes do líquido de dispersão de resina de poliéster cristalina 1, 65 partes da resina de poliéster não cristalina B-1, 100 partes da batelada mestre 1, e 0,2 partes do composto de cetimina 1. A mistura resultante foi misturada por meio de um TK Homomixer (produto de PRIMIX Corporation) a 7.000 rpm por 60 minutos, para desse modo obter fase de óleo 1.

Síntese de emulsão de partícula orgânica (líquido de dispersão de partícula)

[000403] Um recipiente de reação equipado com uma barra de agitação e um termômetro foi carregado com 683 partes de água, 11 partes de um sal de sódio de éster de ácido sulfúrico de aducto de óxido de etileno-ácido metacrílico (ELEMNOL RS-30, produto de Sanyo Chemical Industries, Ltd.), 138 partes de estireno, 138 partes de ácido metacrílico e 1 parte de persulfato de amônio, e a mistura resultante foi agitada por 15 minutos a 400 rpm, para desse modo obter uma emulsão branca. A emulsão obtida foi aquecida para ter a temperatura do sistema de 75 °C, e foi então deixada reagir por 5 horas. Ao resultado, 30 partes de uma solução aquosa de

persulfato de amônio a 1% foram adicionadas, seguido por envelhecimento por 5 horas a 75 °C, para desse modo obter um líquido de dispersão aquoso de uma resina de vinil (um copolímero de estireno/ácido metacrílico/sal de sódio de éster de ácido sulfúrico de aducto de óxido de etileno ácido metacrílico), isto é, líquido de dispersão de partícula 1.

[000404] O líquido de dispersão de partícula 1 foi medido por meio de LA-920 (produto de HORIBA, Ltd.), e como resultado, o diâmetro médio de partícula de volume do mesmo foi verificado ser 0,14 µm. Parte do líquido de dispersão de partícula 1 foi seca, e um componente de resina do mesmo foi isolada.

Preparação de fase aquosa

[000405] Água (990 partes), 83 partes do líquido de dispersão de partícula 1, 37 partes de uma solução aquosa a 48,5% de dissulfonato de éter de dodecil difenil de sódio (ELEMNOL MON-7, produto de Sanyo Chemical Industries Ltd.), e 90 partes de acetato de etila foram misturados e agitados, para desse modo obter um líquido branco opaco. O líquido obtido foi usado como fase aquosa 1.

Emulsificação e remoção de solvente

[000406] A um recipiente carregado com a fase de óleo 1, 1.200 partes da fase aquosa 1 foram adicionados, e a mistura resultante foi misturada por meio de um TK Homomixer a 8.000 rpm por 20 minutos, para desse modo obter pasta

emulsificada 1.

[000407] Um recipiente equipado com um agitador e um termômetro foi carregado com a pasta emulsificada 1, seguido por remoção do solvente no mesmo a 30 °C por 8 horas. Posteriormente, o resultado foi amadurecido a 45°C por 4 horas, para desse modo obter pasta de dispersão 1.

Lavagem e secagem

[000408] Após submeter 100 partes da pasta de dispersão a filtração sob a pressão reduzida, o resultado foi submetido duas vezes a uma série de tratamentos (1) a (4) descritos abaixo, para desse modo produzir a massa de filtração 1:

[000409] Água com permuta de íon (100 partes) foi adicionada à massa de filtração, seguido por mistura como TK Homomixer (a 12.000 rpm por 10 minutos) e então filtração;

[000410] Solução de hidróxido de sódio aquosa a 10% (100 partes) foi adicionada à massa de filtração obtida em (1), seguida por mistura com TK Homomixer (a 12.000 rpm por 30 minutos) e então filtração sob pressão reduzida;

[000411] Ácido clorídrico a 10% por massa (100 partes) foi adicionado à massa de filtração obtida em (2), seguido por mistura com TK Homomixer (a 12.000 rpm por 10 minutos) e então filtração; e

[000412] Água com permuta de íon (300 partes) foi adicionada à massa de filtração obtida em (3), seguida por mistura com TK Homomixer (a 12.000 rpm por 10 minutos) e

então filtração.

[000413] A massa de filtração 1 foi seca com um secador de circulação de ar a 45 °C por 48 horas, e então foi induzida a passar através de uma peneira com um tamanho de malha de 75 µm, para desse modo preparar o toner 1.

[000414] Razões de composição e propriedades físicas do toner obtido são mostradas nas tabelas 1-1 e 1-2.

Exemplo 2

[000415] O Toner 2 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster não cristalina B-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina B-2.

Exemplo 3

[000416] O Toner 3 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster não cristalina B-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina B-3.

Exemplo 4

[000417] O Toner 4 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster cristalina C-1 foi alterada para a resina de poliéster cristalina C-2.

Exemplo 5

[000418] O Toner 5 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster não cristalina A-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina A-4.

Exemplo 6

[000419] O Toner 6 foi obtido do mesmo modo que no

exemplo 1 exceto que a resina de poliéster não cristalina A-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina A-3.

Exemplo 7

[000420] O Toner 7 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster cristalina C-1 foi alterada para a resina de poliéster cristalina C-3.

Exemplo 8

[000421] O Toner 8 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster cristalina C-1 foi alterada para a resina de poliéster cristalina C-4.

Exemplo 9

[000422] O toner 9 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a quantidade da resina de poliéster não cristalina B-1 foi reduzida e a quantidade da resina de poliéster cristalina C-1 foi aumentada de modo a ser uma razão de composição mostrada na tabela 1-3.

Exemplo 10

[000423] O toner 10 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster não cristalina A-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina A-2 e a resina de poliéster não cristalina B-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina B-3.

Exemplo comparativo 1

[000424] O toner 11 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster não cristalina A-1

foi alterada para a resina de poliéster não cristalina A-2, a resina de poliéster não cristalina B-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina B-4, a resina de poliéster cristalina C-1 foi alterada para a resina de poliéster cristalina C-2 e a razão de composição no toner foi alterada para a razão de composição mostrada na tabela 1-5.

Exemplo comparativo 2

[000425] O toner 12 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster não cristalina B-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina B-2, a resina de poliéster cristalina C-1 foi alterada para a resina de poliéster cristalina C-4, e a razão de composição no toner foi alterada para a razão de composição mostrada na tabela 1-5.

Exemplo comparativo 3

[000426] O toner 13 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster não cristalina B-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina B-3 e a resina de poliéster cristalina C-1 foi alterada para a resina de poliéster cristalina C-3.

Exemplo comparativo 4

[000427] O toner 14 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster não cristalina A-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina A-2, a resina de poliéster não cristalina B-1 foi alterada para a

resina de poliéster não cristalina B-2, e a resina de poliéster cristalina C-1 foi alterada para a resina de poliéster cristalina C-2.

Exemplo comparativo 5

[000428] O toner 15 foi obtido do mesmo modo que no exemplo 1 exceto que a resina de poliéster não cristalina A-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina A-4, a resina de poliéster não cristalina B-1 foi alterada para a resina de poliéster não cristalina B-4, a resina de poliéster cristalina C-1 foi alterada para a resina de poliéster cristalina C-5 e a razão de composição no toner foi alterada para a razão de composição mostrada na tabela 1-5.

Avaliação

[000429] Cada dos toners obtidos foi usado para preparar reveladores pelo seguinte método, e a seguinte avaliação foi realizada nos reveladores preparados. Os resultados são mostrados na tabela 1-5.

Revelador

Produção de carreador

[000430] A 100 partes de tolueno, 100 partes de uma resina de silicone (silicone organo reto), 5 partes de γ -(2-aminoetil) aminopropil trimetoxi silano, e 10 partes de negro de fumo foram adicionados, e a mistura resultante foi dispersa por meio de um homomixer por 20 minutos, para desse modo preparar um líquido de revestimento de camada de resina.

A superfícies de partículas de magnetita esféricas tendo o diâmetro médio de partícula de 50 μm (1.000 partes), o líquido de revestimento de camada de resina foi aplicado por meio de um dispositivo de revestimento de leito fluidificado, para desse modo preparar um carreador.

Produção de revelador

[000431] Por meio de um moinho de bolas, 5 partes por massa de cada dos toners e 95 partes por massa do carreador foram misturados, para desse modo produzir reveladores nos. 1 a 10 correspondendo respectivamente aos toners nos. 1 a 10 e reveladores nos. 11 a 15 correspondendo respectivamente aos toners nos. 11 a 15.

[000432] Capacidade de fixação em baixa temperatura e resistência a offset quente

[000433] Um aparelho fornecido por modificar uma porção de fixação da copiadora IMAGIO MF2200 (produto de Ricoh Company, Ltd.) usando um rolo de TEFLON (marca registrada) como um rolo de fixação foi usado para realizar um teste de cópia em folhas de papel Tipo 6200 (produto da Ricoh Company, Ltd.).

[000434] Especificamente, uma temperatura de offset frio (temperatura de fixação mínima) e uma temperatura de offset quente (temperatura de fixação máxima) foram medidas por alterar a temperatura de fixação.

[000435] Em relação a condições de avaliação para a

temperatura de fixação mínima, a velocidade linear de alimentação de papel foi ajustada em 120 mm/s até 150 mm/s, a pressão de superfície foi ajustada em 1,2 kgf/cm², e a largura de passe foi ajustada em 3 mm.

[000436] Em relação a condições de avaliação para a temperatura máxima de fixação, a velocidade linear de alimentação de papel foi ajustada em 50 mm/s, a pressão de superfície foi ajustada em 2,0 kgf/cm², e a largura de passe foi ajustada em 4,5 mm.

[000437] Estabilidade de armazenagem resistente a calor

[000438] Cada dos toners foi armazenado a 50 °C por 8 horas, e então peneirado por 2 minutos com uma peneira de malha 42, para desse modo medir uma taxa residual do toner na malha de metal. Aqui, quanto melhor a estabilidade de armazenagem resistente a calor do toner, mais baixa a taxa residual.

[000439] Observe que critérios de avaliação da estabilidade de armazenagem resistente a calor são como a seguir.

[000440] A: a taxa residual era mais baixa que 10%.

[000441] B: a taxa residual era 10% ou mais elevada, porém mais baixa que 20%.

[000442] C: a taxa residual era 20% ou mais elevada, porém mais baixa que 30%.

[000443] D: a taxa residual era 30% ou mais elevada.

[000444] Estabilidade de armazenagem em umidade elevada, temperatura elevada

[000445] Cada (5 g) dos toners foi armazenado em um ambiente de 40 °C e 70% RH por 2 semanas. Após isso, o toner foi peneirado em uma malha de metal tendo uma abertura de 106 µm por 5 minutos, e uma quantidade do toner na malha de metal foi medida e avaliada de acordo com os seguintes critérios de avaliação.

Critérios de avaliação

[000446] A: a quantidade do toner na malha de metal era 0 mg.

[000447] B: a quantidade do toner na malha de metal era maior que 0 mg porém menor que 2 mg.

[000448] C: a quantidade do toner na malha de metal era 2 mg ou mais, porém menor que 50 mg.

[000449] D: a quantidade do toner na malha de metal era 50 mg ou mais.

[000450] Espaços vazios brancos após transferência

[000451] Cada dos reveladores nos. 1 a 15 foi montado em IMAGIO MP C2802 (produto da Ricoh Company, Ltd.), que foi deixada imprimir continuamente 10.000 folhas cada tendo uma imagem A4 com uma razão de ocupação de imagem de 5%. Após término do teste, esse aparelho foi deixado produzir três folhas de papel A4 da imagem sólida inteira (quantidade de deposição de toner: 0,4 mg/cm²) e o número dos espaços vazios

brancos nas imagens foi visualmente medido.

[000452] O número total dos espaços vazios brancos nas três imagens foi classificado de acordo com os seguintes critérios.

[000453] A: nenhum espaço vazio branco foi visualmente perceptível nas imagens das três folhas.

[000454] B: espaços vazios brancos puderam ser observados na imagem da terceira folha sob um microscópio ótico, porém não estavam em um nível praticamente problemático.

[000455] C: um a dez espaços vazios brancos nas imagens do total de 3 folhas podia ser visualmente observado, e estava em um nível praticamente problemático.

[000456] D: onze ou mais espaços vazios brancos nas imagens do total de 3 folhas podiam ser visualmente observados, e estavam em um nível significativamente praticamente problemático.

Tabela 1-1

		Ex. 1	Ex. 2	Ex. 3	Ex. 4	Ex. 5
Toner No.		1	2	3	4	5
Resina de poliéster não cristalina A	Tipo	A-1	A-1	A-1	A-1	A-4
	Álcool	MPD97%/TMP3%	MPD97%/TMP3%	MPD97%/TMP3%	MPD97%/TMP3%	MPD 100%
	Ácido dicarboxílico	ADA 100%	ADA 100%	ADA 100%	ADA 100%	IPA40%/ADA60%
	Tg (°C)	-55	-55	-55	-55	-40

	Mw	17,500	17,500	17,500	17,500	16,400
	Componente de reticulação	TMP	TMP	TMP	TMP	TMA
Resina de poliéster não cristalina B	Tipo	B-1	B-2	B-3	B-1	B1
	Diol	BisA-PO 62%/ BisA-EO 38%	BisA-PO 64%/ BisA-EO 36%	BisAPO 60%/ BisA-EO 40%	BisA-PO 62%/ BisA-EO 38%	BisA-PO 62%/ BisA-EO 38%
	Ácido dicarboxílico	TPA93%/ ADA7%	TPA 100%	TPA94%/ ADA6%	TPA93%/ ADA7%	TPA93%/ ADA7%
	Tg (°C)	67	62	70	67	67
	Mw	5300	4300	8700	5300	5300
Resina de poliéster não cristalina C	Tipo	c-1	C-1	c-1	C-2	c-1
	Diol	HD100%	HD100%	HD100%	HD100%	HD100%
	Ácido dicarboxílico	Ácido sebácico 100%	Ácido sebácico 100%	Ácido sebácico 100%	Ácido sebácico 100%	Ácido sebácico 100%
	Tm (°C)	67	67	67	65	67
	Mw	25000	25000	25000	15000	25000
Razão de composição	Resina A	16	16	16	16	16
	Resina B	65	65	65	65	65
	Resina C	10	10	10	10	10
	Agente de liberação	6	6	6	6	6
	Substância corante	6	6	6	6	6

Tabela 1-2

		Ex. 1	Ex. 2	Ex. 3	Ex. 4	Ex. 5
Toner No.		1	2	3	4	5
Propriedades do toner	G' (50) (Pa)	1,5x10 ⁸	5,1x10 ⁷	2,4x10 ⁸	9,0x10 ⁷	2,9x10*
	G' (60) (Pa)	3,2x10 ⁵	2,6x10 ^s	2,3x10 ⁶	2,0x10 ^s	1,0x10 ⁷

	Tempo de relaxamento T (ms)		0,3	0,7	0,2	0,9	0,5
	tanδ Valor de pico temp. (°C)		55	48	64	53	51
	TMA quantidade de deformação (%)		7	19	5	25	10
	Tglst (°C)		43	40	44	41	38
	Tg2nd (°C)		22	20	21	19	29
	Tglst-Tg2nd (°C)		21	20	23	22	9
	Matéria insolúvel G*'	G* (60THF) (Pa)	5,5x10 ⁵	4,8x10 ⁵	9,5x10 ⁵	5,1x10 ⁵	5,9x10 ⁵
Qualidade de toner	Fixação	Mais baixo (°C)	100	95	105	100	105
		Mais elevado (°C)	200	190	200	185	195
	Estabilidade de armazenagem resistente a calor		A	B	A	A	A
	Estabilidade de armazenagem de temp. elevada, umidade elevada		A	B	A	B	B
	Espaços vazios brancos após transferência		A	A	A	B	B

Tabela 1-3

		Ex. 6	Ex. 7	Ex. 8	Ex. 9	Ex. 10
Toner No.		6	7	8	9	10
Resina de poliéster não cristalina A	Tipo	A-3	A-1	A-1	A-1	A-2
	Álcool	MPD97%/TMP3%	MPD97%/TMP3%	MPD97%/TMP3%	MPD97%/TMP 3%	MPD97%/TMP3%
	Ácido dicarboxílico	TPA60%/ADA40%	ADA 100%	ADA 100%	ADA 100%	Ácido decanodióico 100%
	Tg (°C)	-5	-55	-55	-55	-70
	Mw	19,100	17,500	17,500	17,500	19,000
	Componente de reticulação	TMP	TMP	TMP	TMP	TMP
Resina de poliéster não cristalina B	Tipo	B-1	B-1	B1	B1	B-3

	Diol	BisA-PO 62%/ BisA-EO 38%	BisA-PO 62%/ BisA-EO 38%	BisA-PO 62%/ BisA-EO 38%	BisA-PO 62%/ BisA-EO 38%	BisA-PO 60%/ BisA-EO 40%
	Ácido dicarboxílico	TPA93%/ ADA7%	TPA93%/ ADA7%	TPA93%/ ADA7%	TPA93%/ ADA7%	TPA94%/ ADA6%
	Tg (°C)	67	67	67	67	70
	Mw	5300	5300	5300	5300	8700
Resina de poliéster não cristalina C	Tipo	C-1	C-3	C-4	C1	c-1
	Diol	HD100%	HD100%	HD100%	HD100%	HD100%
	Ácido dicarboxílico	Ácido sebácico 100%	Ácido sebácico 100%	ADA 100%	Ácido sebácico 100%	Ácido sebácico 100%
	Tm (°C)	67	67	60	67	67
	Mw	25000	32000	25000	25000	25000
Razão de composição	Resina A	16	16	16	16	16
	Resina B	65	65	65	60	65
	Resina C	10	10	10	15	10
	Agente de liberação	6	6	6	6	6
	Substância corante	6	6	6	6	6

Tabela 1-4

		Ex. 6	Ex. 7	Ex. 8	Ex. 9	Ex. 10
Toner No.		6	7	8	9	10
Propriedades do toner	G' (50) (Pa)	2,8x10 ⁸	2,2x10 ⁸	4,2x10 ⁷	7,0x10 ⁷	1,5X10 ⁸
	G' (60) (Pa)	8,1x10 ⁶	8,7x10 ⁶	3,4x10 ^s	1,9x10 ^s	3,2x10 ^s
	Tempo de relaxamento T (ms)	0,8	0,2	1,0	0,8	0,3
	tanδ Valor de pico temp. (°C)	58	61	49	52	59
	TMA quantidade de deformação (%)	13	8	17	18	7
	Tglst (°C)	46	47	38	40	41

	Tg2nd (°C)		22	22	18	20	22
	Tglst-Tg2nd (°C)		24	25	20	20	19
	Matéria insolúvel G*'	G* (60THF) (Pa)	5,1x10 ⁶	5,6x10 ⁵	8,9x10 ^s	9,3x10 ^s	5,2x10 ^s
Qualidade de toner	Fixação	Mais baixo (°C)	105	110	95	95	100
		Mais elevado (°C)	195	205	180	185	200
	Estabilidade de armazenagem resistente a calor		B	A	B	B	A
	Estabilidade de armazenagem, temp. elevada, umidade elevada		A	A	B	B	A
	Espaços vazios brancos após transferência		A	B	B	B	A

Tabela 1-5

		Ex. comp. 1	Ex. comp. 2	Ex. comp. 3	Ex. comp. 4	Ex. comp. 5
Toner No.		11	12	13	14	15
Resina de poliéster não cristalina A	Tipo	A-2	A-1	A-1	A-2	A-4
	Álcool	MPD97%/TMP3%	MPD97%/TMP3%	MPD97%/TMP3%	MPD97%/TMP3%	MPD 100%
	Ácido dicarboxílico	Ácido decanodióico 100%	ADA 100%	ADA 100%	Ácido decanodióico 100%	IPA40%/ADA60%
	Tg (°C)	-70	-55	-55	-70	-40
	Mw	19.000	17.500	17.500	19.000	16.400
	Componente de reticulação	TMP	TMP	TMP	TMP	TMA
Resina de poliéster não cristalina B	Tipo	B-4	B-2	B-3	B-2	B-4
	Diol	BisA-EO 85%/ BisAPO 15%	BisA-PO 64%/ BisA-EO 36%	BisA-PO 60%/ BisA-EO 40%	BisA-PO 64%/ BisA-EO 36%	BisA-EO 85%/ BisA-PO 15%

	Ácido dicarboxílico	IPA80%/ADA20%	TPA 100%	TPA94%/ADA6%	TPA 100%	IPA80%/ADA20%
	Tg (°C)	45	62	70	62	45
	Mw	5000	4300	8700	4300	5000
Resina de poliéster não cristalina C	Tipo	C-2	C-4	C-3	C-2	C-5
	Diol	HD100%	HD100%	HD100%	HD100%	HD100%
	Ácido dicarboxílico	Ácido sebácico 100%	ADA 100%	Ácido sebácico 100%	Ácido sebácico 100%	Ácido decanodióico 100%
	Tm (°C)	65	60	67	65	70
	Mw	15000	25000	32000	15000	15,000
Razão de composição	Resina A	16	16	16	16	15
	Resina B	55	65	65	65	70
	Resina C	20	18	10	10	5
	Agente de liberação	6	6	6	6	5
	Substância corante	6	6	6	6	5

Tabela 1-6

		Ex. comp. 1	Ex. comp. 2	Ex. comp. 3	Ex. comp. 4	Ex. comp. 5
Toner No.		11	12	13	14	15
Propriedades do toner	G' (50) (Pa)	2,5x10 ⁷	4,0x10 ⁷	4,2x10 ⁸	3,1x10 ⁷	1,9x10 ⁷
	G' (60) (Pa)	1,0x10 ⁸	9,1x10 ⁴	2,1x10 ⁷	2,0x10 ⁵	1,2x10 ⁵
	Tempo de relaxamento T (ms)	0,8	0,9	0,7	1,1	0,8
	tanδ Valor de pico temp. (°C)	50	50	62	52	45
	TMA quantidade de deformação (%)	20	18	3	25	28
	Tglst (°C)	37	35	47	38	30
	Tg2nd (°C)	20	20	23	18	15

	Tglst-Tg2nd (°C)		17	15	24	20	15
	Matéria insolúvel G*	G* (60THF) (Pa)	4,9x10 ⁴	5,1x10 ⁴	5,1x10 ⁴	4,7x10 ⁴	6,1x10 ⁵
Qualidade de toner	Fixação	Mais baixo (°C)	95	95	125	95	95
		Mais elevado (°C)	90	175	205	180	190
	Estabilidade de armazenagem resistente a calor D		D	D	A	C	B
	Estabilidade de armazenagem, temp. elevada, umidade elevada A		D	D	A	D	D
	Espaços vazios brancos após transferência A		D	C	A	D	C

[000457] Nas tabelas 1-1, 1-3 e 1-5, "Razão de composição (% em massa)" mostra razões de composição (% por massa) da resina A, resina B, resina C, o agente de liberação, e a substância corante, em relação à quantidade total das mesmas.

[000458] "BisA-EO" significa aducto de 2 mol de óxido de etileno bisfenol A.

[000459] "BisA-PO" significa aducto de 3 mol de óxido de propileno bisfenol A.

[000460] Em relação ao componente de reticulação, "TMP" significa trimetilol propano e "TMA" significa anidrido trimelítico.

[000461] "quantidade de deformação de TMA" nessa tabela, que é uma propriedade de cada dos toners obtidos, significa uma quantidade de deformação de compressão obtida por Análise termomecânica já especificamente descrita e definida aqui. Isto é, "TMA" em "quantidade de deformação de TMA" significa Análise termomecânica, e "quantidade de deformação TMA" (TMA%) é medida a 40 °C e uma unidade relativa de 70%. "HD" significa 1,6-hexanodiol.

[000462] "MPD" significa 3-metil-1,5-pentanodiol. "ADA" significa ácido adípico. "IPA" significa ácido isoftálico. "TPA" ignifica ácido tereftálico. A unidade "%" na composição do diol e ácido dicarboxílico de cada resina é "%mol".

10 tambor fotocondutor

18 unidade de formação de imagem

20 rolo de carga

21 dispositivo de exposição

22 unidade de transferência secundária

25 dispositivo de fixação

26 correia de fixação

27 rolo de pressão

42 (K, Y, M, C) recipiente de revelador

43 (K, Y, M, C) rolo de fornecimento de revelador

44 (K, Y, M, C) rolo de revelação

45 (K, Y, M, C) dispositivo de revelação

50 elemento de transferência intermediária

60 rolo de carga
61 dispositivo de revelação
62 rolo de transferência
70 dispositivo de revelação
95 papel de gravação
100A aparelho de formação de imagem
100B aparelho de formação de imagem
120 dispositivo de revelação do tipo tandem
L luz para exposição

REIVINDICAÇÕES

1. Toner **caracterizado pelo** fato de compreender:
uma substância corante,
uma resina aglutinante; e
um agente de liberação,
em que a resina aglutinante compreende dois ou mais tipos de componentes de resina de poliéster e
em que pelo menos um tipo dos componentes de resina de poliéster compreende um componente de diol como um componente constituinte do mesmo, e o componente de diol compreende um diol alifático tendo 3 a 10 átomos de carbono em uma quantidade de 50% mol ou mais, e um ácido trivalente ou superior ou um álcool triídrico ou superior como um componente de reticulação, e o toner atende aos requisitos (1) e (2) abaixo:

(1): $G'(50) \geq 3,0 \times 10^7 \text{ Pa}$ e $1,0 \times 10^5 \text{ Pa} \leq G'(60) \leq 1,0 \times 10^7 \text{ Pa}$, onde $G'(50)$ é um módulo de armazenagem a 50°C do toner e $G'(60)$ é um módulo de armazenagem a 60 °C do toner;
e

(2): um tempo de relaxamento de giro-giro do toner a 50 °C medido por método de eco sólido de NMR de pulso é 1,0 ms ou mais curto,

em que o tempo de relaxamento de giro-giro do toner a 50 °C é realizado com um núcleo de observação de ^1H , em uma frequência de ressonância de 19,65 MHz, e em intervalos de

medição de 5 s, medindo uma curva de atenuação de acordo com um procedimento de eco sólido com uma sequência de pulso ($90^\circ\text{x} - \text{Pi} - 180^\circ\text{x}$), em que Pi varia de 0,01 ms a 100 ms, o número de pontos de dados é 100 pontos e um número cumulativo é 32.

2. Toner, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato de que o módulo de armazenagem a 60°C de matéria insolúvel em THF do toner, representado por $[\text{G}^*(60)]$ atende $\text{G}^*(60) \leq 1,0 \times 10^6 \text{ Pa}$.

3. Toner, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **caracterizado pelo** fato de que uma diferença ($\text{Tg1st} - \text{Tg2nd}$) entre uma temperatura de transição vítrea (Tg1st) do toner medida no primeiro aquecimento e uma temperatura de transição vítrea (Tg2nd) do toner medido no segundo aquecimento em calorimetria de varredura diferencial (DSC) é 10°C ou mais.

4. Toner, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado pelo** fato de que o toner tem uma quantidade de deformação de compressão TMA ($\text{TMA}\%$) de 15% ou menos, onde $\text{TMA}\%$ é medido com uma força de compressão de 100 mN a 40°C e uma unidade relativa de 70%, realizando uma medição em um modo de medição em um modo de compressão enquanto o tablete é aquecido de 0°C a 80°C a $2^\circ\text{C}/\text{min}$ com 70% de umidade relativa de acordo com JIS K7197, lendo um deslocamento de compressão (taxa de deformação) a 40°C em um gráfico entre a temperatura da amostra e seu deslocamento

de compressão, e definindo a mesma como TMA%.

5. Toner, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, **caracterizado pelo** fato de que um valor máximo de uma tangente de perda no toner é 60°C ou menos.

6. Revelador **caracterizado pelo** fato de compreender: o toner como definido nas reivindicações 1 a 5.

7. Recipiente para acomodar toner (42) **caracterizado pelo** fato de compreender:

o toner como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 5; e

um recipiente (42) que acomoda o toner.

8. Aparelho de formação de imagem (100A, 100B) **caracterizado pelo** fato de compreender:

um elemento que contém imagem latente eletrostática (10);

uma unidade de formação de imagem latente eletrostática (18) configurada para formar uma imagem latente eletrostática em uma superfície do elemento que contém imagem latente eletrostática (10);

uma unidade de revelação (45K, 45Y, 45M, 45C) configurada para revelar a imagem latente eletrostática com um toner para formar uma imagem visível;

uma unidade de transferência (50) configurada para transferir a imagem visível sobre um meio de gravação (95); e

uma unidade de fixação (25) configurada para fixar a imagem visível transferida para sobre o meio de gravação (95),

em que o toner é o toner como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 5.

9. Método de formação de imagem **caracterizado pelo** fato de compreender:

revelar uma imagem latente eletrostática formada em uma superfície de um elemento que contém imagem latente eletrostática (10) com um toner para formar uma imagem visível;

transferir a imagem visível sobre um meio de gravação (95); e

fixar a imagem visível transferida para sobre o meio de gravação (95),

em que o toner é o toner como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 5.

FIG. 1

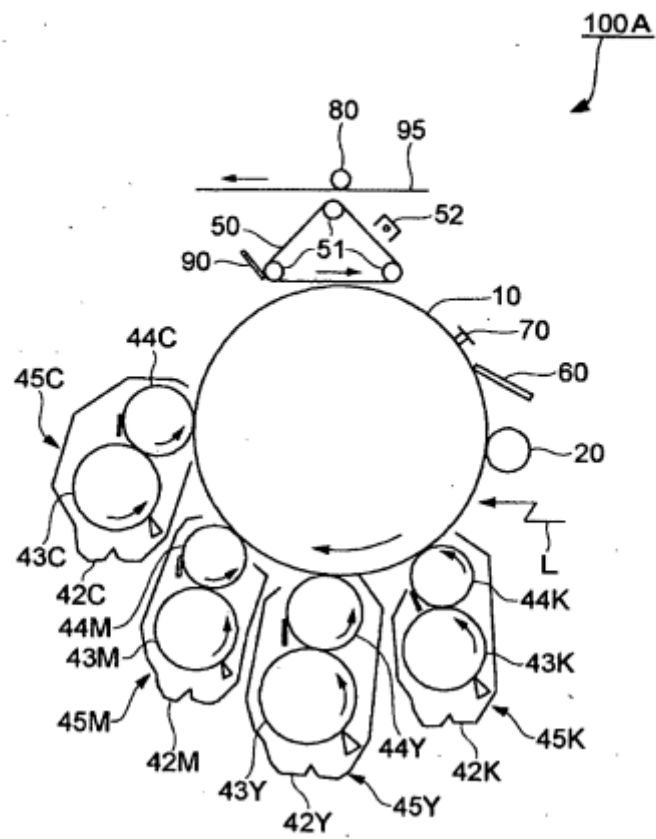


FIG. 2

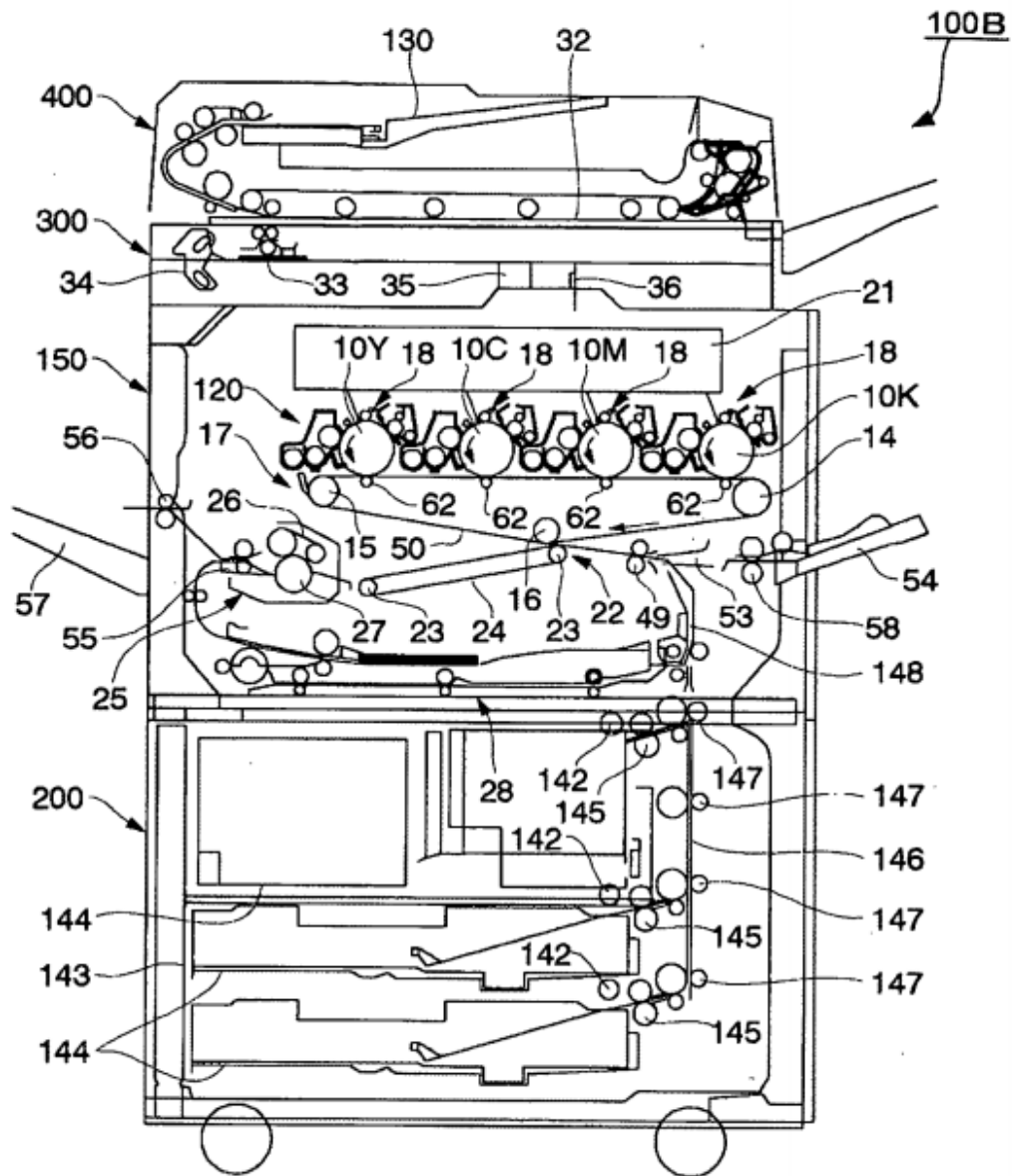


FIG. 3

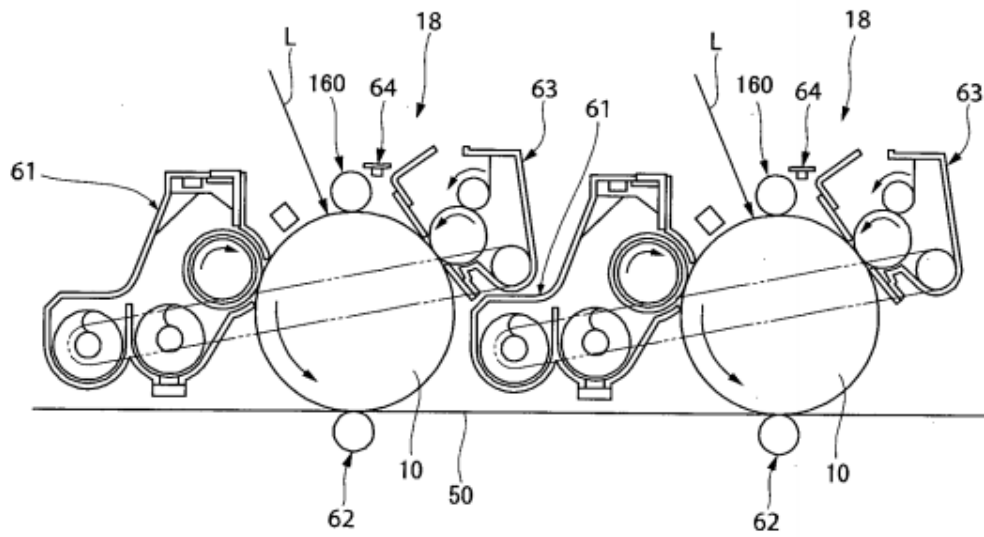


FIG. 4

