



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101373345 B

(45) 授权公告日 2013. 02. 13

(21) 申请号 200810210030. X

(22) 申请日 2008. 08. 22

(30) 优先权数据

11/844, 029 2007. 08. 23 US

(73) 专利权人 施乐公司

地址 美国康涅狄格州

(72) 发明人 G · G · 萨克里潘特

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

代理人 段晓玲 韦欣华

(51) Int. Cl.

G03G 9/08(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1940737 A, 2007. 04. 04,

CN 1834794 A, 2006. 09. 20,

审查员 高继刚

权利要求书 1 页 说明书 12 页

(54) 发明名称

核-壳聚合物纳米颗粒和使用其制备乳液聚集颗粒的方法

(57) 摘要

本发明公开了核-壳聚合物纳米颗粒和使用其制备乳液聚集颗粒的方法。纳米尺度颗粒具有核部分和壳部分,其中纳米尺度颗粒的核部分包括结晶树脂,壳部分包括无定形树脂并基本至完全不含结晶树脂。

1. 制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,包括:

形成包括结晶材料的纳米颗粒核;

在单独的纳米颗粒核之上形成纳米颗粒壳,以形成核-壳纳米颗粒,壳包括无定形材料,使得纳米颗粒壳基本或完全包封纳米颗粒核;

形成众多核-壳纳米颗粒的乳液;

聚集该乳液以形成调色剂颗粒的核,

其中纳米颗粒壳基本至完全不含结晶材料,并且其中核-壳纳米颗粒具有 1nm 至 250nm 的平均粒度,和

形成包封调色剂颗粒核的壳,

其中调色剂颗粒的壳包括与纳米颗粒壳的无定形材料相同或不同的无定形材料,并且调色剂颗粒的壳基本或完全不含结晶材料,

其中所述结晶材料和无定形材料为聚酯。

2. 制备核-壳纳米颗粒的方法,包括:

形成包括结晶材料的核-壳纳米颗粒的单独的核;

在单独的核-壳纳米颗粒的单独核之上形成核-壳纳米颗粒的壳,以形成核-壳纳米颗粒,该壳包括无定形材料,使得核-壳纳米颗粒的壳基本包封核-壳纳米颗粒的单独核,其中核-壳纳米颗粒由相转化法制备,

其中所述结晶材料和无定形材料为聚酯。

3. 制备核-壳纳米颗粒的方法,包括:

将结晶树脂和无定形树脂溶于有机溶剂和转化剂中;

添加碱;

添加水以形成核-壳纳米颗粒的悬浮液;和

去除有机溶剂,

其中结晶树脂和无定形树脂不可混溶并且具有不同的极性;和

其中结晶树脂形成核-壳纳米颗粒的核,无定形树脂在核-壳纳米颗粒核之上形成壳,其中所述结晶树脂和无定形树脂为聚酯。

核-壳聚合物纳米颗粒和使用其制备乳液聚集颗粒的方法

技术领域

[0001] 在此公开核-壳聚合物纳米颗粒和使用这些纳米尺度颗粒制备乳液聚集调色剂颗粒的方法。核-壳聚合物纳米颗粒具有可以包括结晶组分的核部分和具有无定形组分的壳部分,其中无定形组分和结晶组分基本不相容。

背景技术

[0002] 纳米尺度核-壳颗粒可以在乳液聚集法中用作起始颗粒,并且可以在产生乳液聚集调色剂颗粒中与另一种无定形树脂颗粒聚集,所述无定形树脂颗粒可以与核-壳纳米颗粒的无定形和结晶树脂之一或两者相容。

[0003] 纳米尺度颗粒在允许包含更大量的结晶材料,由此降低最终调色剂颗粒的最小定影温度方面是有利的。

[0004] 已知具有结晶聚酯树脂或半结晶树脂的调色剂用于各种图像显影系统。现有结晶和半结晶调色剂和包括这种调色剂的显影体系可以具有相对湿度(RH)敏感性。理想的是显影剂在所有环境条件下是官能化的,以能够由打印机实现良好的图像质量。换言之,理想的是显影剂在例如15%相对湿度的低湿度下(在此表示为C区)和在例如85%相对湿度的高湿度下(在此表示为A区)起作用。

[0005] 包含结晶或半结晶聚酯树脂和无定形树脂的调色剂共混物最近已经显示提供非常理想的超低熔点熔凝,这是实现高速打印和较低熔凝器功率消耗的关键。包含结晶聚酯的这些类型的调色剂已经证明为乳液聚集(以下为“EA”)调色剂和常规的喷射调色剂。含结晶或半结晶聚酯树脂的所有调色剂的潜在问题为A-区中的电荷低和电荷保持性低。

[0006] 现有EA聚酯基调色剂颗粒(以下为“EA聚酯调色剂颗粒”)通常包括约5至约20%的结晶树脂,以便平衡熔体熔凝温度降低(有利的)与电荷保持性和RH敏感性降低(不利的)。在具有超过15至约30%结晶树脂的EA聚酯调色剂颗粒中可以观察到差的电荷保持性和/或A-区电荷,因为在EA聚酯调色剂颗粒内结晶树脂的电阻率低。因此,通过进一步增加EA聚酯调色剂颗粒中的结晶树脂量,降低EA聚酯调色剂颗粒的最小定影温度(以下为“MFT”)(调色剂在熔凝子系统中定影到纸上的最低温度)可以引起EA聚酯调色剂颗粒显示电荷保持性和/或A-区电荷减少。

[0007] 已经尝试一种解决方案,在EA调色剂颗粒上设置由无定形树脂制造的壳,所述EA调色剂颗粒包括核中的结晶树脂。随着无定形树脂的壳在含结晶树脂的核周围增长,一部分结晶树脂可能迁移进入EA聚酯调色剂颗粒的壳或表面。另外,在聚结调色剂颗粒过程中,结晶组分可能扩散或与壳树脂相容。因此,调色剂颗粒仍然可以具有包括结晶树脂的表面。结果,存在于EA聚酯调色剂颗粒的壳中或表面处的结晶树脂的低电阻率引起EA聚酯调色剂颗粒可能显示如上所述的差的电荷保持性和/或A-区电荷。

[0008] 因此,对于将结晶材料引入调色剂颗粒,同时避免与包含这种结晶材料有关的问题的更好的方法存在需求。

发明内容

[0009] 在实施方案中,在此公开包括具有核和壳的颗粒的核-壳纳米尺度颗粒,其中颗粒的核包括结晶材料,颗粒的壳包括无定形材料并且基本至完全不含结晶材料,其中壳包封核,并且其中颗粒具有约 1nm 至约 250nm 的平均粒度。此外,在实施方案中,结晶核树脂和无定形壳树脂基本不相容,因此当聚结以制备 EA 调色剂时,结晶组分不迁移、扩散或与壳树脂相容。换言之,结晶树脂基本保持在 EA 调色剂的核部分中。

[0010] 在其它实施方案中,该方法包括与第二种无定形树脂一起聚集在此公开的纳米尺度颗粒的乳液,所述第二种无定形树脂可以与纳米尺度壳-核树脂颗粒的无定形和结晶组分都相容。此外,该方法包括聚结该聚集的纳米颗粒以形成调色剂颗粒。

[0011] 在另外的实施方案中,核-壳纳米颗粒的结晶树脂和无定形树脂基本不相容,并且调色剂聚集体进一步包括与核-壳纳米颗粒的核和壳相容的第二种无定形纳米颗粒。

[0012] 因此,在此公开如下实施方案。

[0013] 方案 1. 制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,包括:通过形成包括结晶材料的纳米颗粒核,形成众多核-壳纳米颗粒;在单独的纳米颗粒核之上形成纳米颗粒壳,以形成核-壳纳米颗粒,壳包括无定形材料,使得纳米颗粒壳基本或完全包封纳米颗粒核;形成众多核-壳纳米颗粒的乳液;和聚集该乳液以形成调色剂颗粒的核,其中纳米颗粒壳基本至完全不含结晶材料,并且其中核-壳纳米颗粒具有约 1nm 至约 250nm 的平均粒度。

[0014] 方案 2. 根据方案 1 的制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,进一步包括:形成包封调色剂颗粒核的壳,其中调色剂颗粒的壳包括与纳米颗粒壳的无定形材料相同或不同的无定形材料。

[0015] 方案 3. 根据方案 1 的制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,其中纳米颗粒核的结晶材料与纳米颗粒壳的无定形材料不可混溶。

[0016] 方案 4. 根据方案 2 的制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,其中调色剂颗粒的壳基本或完全不含结晶材料。

[0017] 方案 5. 根据方案 1 的制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,其中核-壳纳米颗粒具有约 1nm 至约 150nm 的平均粒度。

[0018] 方案 6. 根据方案 1 的制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,其中核-壳纳米颗粒的结晶材料和无定形材料为选自蜡聚合物、聚烯烃、聚酮、聚酰胺及其混合物的至少一种。

[0019] 方案 7. 根据方案 1 的制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,其中调色剂颗粒的核进一步包括色料、蜡和电荷添加剂的至少一种。

[0020] 方案 8. 根据方案 1 的制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,其中调色剂颗粒具有约 3 μ m 至约 15 μ m 的平均粒度,其中调色剂颗粒具有约 100°C 至约 130°C 的最小定影温度,和其中调色剂颗粒具有约 0.5 至约 1.0 的相对湿度敏感性。

[0021] 方案 9. 根据方案 2 的制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,其中调色剂颗粒壳的无定形材料与核-壳纳米颗粒核的结晶材料或核-壳纳米颗粒壳的无定形材料的至少一种可混溶。

[0022] 方案 10. 根据方案 1 的制备乳液聚集调色剂颗粒的方法,其中核-壳纳米颗粒由相转化法制备。

[0023] 方案 11. 制备核-壳纳米颗粒的方法,包括:形成包括结晶材料的核-壳纳米颗

粒的单独的核；在单独的核-壳纳米颗粒的单独核之上形成核-壳纳米颗粒的壳，以形成核-壳纳米颗粒，该壳包括无定形材料，使得核-壳纳米颗粒的壳基本包封核-壳纳米颗粒的单独核。

[0024] 方案 12. 根据方案 11 的制备核-壳纳米颗粒的方法，其中核-壳纳米颗粒具有约 5nm 至约 150nm 的平均粒度。

[0025] 方案 13. 根据方案 11 的制备核-壳纳米颗粒的方法，其中核-壳纳米颗粒的结晶材料和无定形材料为聚酯。

[0026] 方案 14. 根据方案 11 的制备核-壳纳米颗粒的方法，其中结晶材料为选自蜡聚合物、聚烯烃、聚酮、聚酰亚胺、聚酰胺及其混合物的至少一种。

[0027] 方案 15. 根据方案 11 的制备核-壳纳米颗粒的方法，其中无定形材料选自线性聚酯、无定形聚酯、非聚酯无定形树脂及其混合物。

[0028] 方案 16. 根据方案 11 的制备核-壳纳米颗粒的方法，其中无定形材料为无定形聚酯，选自聚(1,2-亚丙基-二亚乙基)对苯二甲酸酯、聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯、聚对苯二甲酸戊二酯、聚对苯二甲酸己二酯、聚对苯二甲酸庚二酯、聚对苯二甲酸辛二酯、聚癸二酸乙二酯、聚癸二酸丙二酯、聚癸二酸丁二酯、聚己二酸乙二酯、聚己二酸丙二酯、聚己二酸丁二酯、聚己二酸戊二酯、聚己二酸己二酯、聚己二酸庚二酯、聚己二酸辛二酯、聚戊二酸乙二酯、聚戊二酸丙二酯、聚戊二酸丁二酯、聚戊二酸戊二酯、聚戊二酸己二酯、聚戊二酸庚二酯、聚戊二酸辛二酯、聚庚二酸乙二酯、聚庚二酸丙二酯、聚庚二酸丁二酯、聚庚二酸戊二酯、聚庚二酸己二酯、聚庚二酸庚二酯、聚(丙氧基化双酚共-富马酸酯)、聚(乙氧基化双酚共-富马酸酯)、聚(丁氧基化双酚共-富马酸酯)、聚(共-丙氧基化双酚共-乙氧基化双酚共-富马酸酯)、聚(富马酸 1,2-丙二酯)、聚(丙氧基化双酚共-马来酸酯)、聚(乙氧基化双酚共-马来酸酯)、聚(丁氧基化双酚共-马来酸酯)、聚(共-丙氧基化双酚共-乙氧基化双酚共-马来酸酯)、聚(马来酸 1,2-丙二酯)、聚(丙氧基化双酚共-衣康酸酯)、聚(乙氧基化双酚共-衣康酸酯)、聚(丁氧基化双酚共-衣康酸酯)、聚(共-丙氧基化双酚共-乙氧基化双酚共-衣康酸酯)、聚(衣康酸 1,2-丙二酯)及其混合物。

[0029] 方案 17. 根据方案 11 的制备核-壳纳米颗粒的方法，其中无定形材料为非聚酯无定形树脂，选自聚(苯乙烯-丁二烯)、聚(甲基苯乙烯-丁二烯)、聚(甲基丙烯酸甲酯-丁二烯)、聚(甲基丙烯酸乙酯-丁二烯)、聚(甲基丙烯酸丙酯-丁二烯)、聚(甲基丙烯酸丁酯-丁二烯)、聚(丙烯酸甲酯-丁二烯)、聚(丙烯酸乙酯-丁二烯)、聚(丙烯酸丙酯-丁二烯)、聚(丙烯酸丁酯-丁二烯)、聚(苯乙烯-异戊二烯)、聚(甲基苯乙烯-异戊二烯)、聚(甲基丙烯酸甲酯-异戊二烯)、聚(甲基丙烯酸乙酯-异戊二烯)、聚(甲基丙烯酸丙酯-异戊二烯)、聚(甲基丙烯酸丁酯-异戊二烯)、聚(丙烯酸甲酯-异戊二烯)、聚(丙烯酸乙酯-异戊二烯)、聚(丙烯酸丙酯-异戊二烯)、聚(丙烯酸丁酯-异戊二烯)、聚(苯乙烯-丙烯酸丙酯)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯)、聚(苯乙烯-丁二烯-丙烯酸)、聚(苯乙烯-丁二烯-甲基丙烯酸)、聚(苯乙烯-丁二烯-丙烯腈-丙烯酸)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯酸)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-甲基丙烯酸)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯腈)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯腈-丙烯酸)、聚(苯乙烯-丁二烯-丙烯酸 β -羧基乙酯)、聚(苯乙烯-丁二烯-丙烯腈-丙烯酸 β -羧基乙酯)、聚

(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯酸 β -羧基乙酯)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯腈-丙烯酸 β -羧基乙酯)及其混合物。

[0030] 方案 18. 根据方案 11 的制备核-壳纳米颗粒的方法,其中结晶材料和无定形材料不可混溶。

[0031] 方案 19. 根据方案 11 的制备核-壳纳米颗粒的方法,其中核构成核-壳纳米颗粒的约 20wt% 至约 90wt%。

[0032] 方案 20. 根据方案 11 的制备核-壳纳米颗粒的方法,其中壳构成核-壳纳米颗粒的约 10wt% 至约 80wt%。

[0033] 方案 21. 根据方案 11 的制备核-壳纳米颗粒的方法,其中核全部为结晶材料。

[0034] 方案 22. 制备核-壳纳米颗粒的方法,包括:将结晶树脂和无定形树脂溶于有机溶剂和转化剂中;添加碱;添加水以形成核-壳纳米颗粒的悬浮液;和去除有机溶剂,其中结晶树脂和无定形树脂不可混溶并且具有不同的极性;和其中结晶树脂形成核-壳纳米颗粒的核,无定形树脂在核-壳纳米颗粒核之上形成壳。

具体实施方式

[0035] 在此公开具有核/壳结构的核-壳结构纳米尺度颗粒,核可以包括结晶材料(以下为“结晶树脂”)和壳可以包括无定形材料(以下为“无定形树脂”),壳基本不含或完全不含结晶树脂。纳米尺度颗粒可以具有聚集/聚结功能并且可以显示超低熔点性能。纳米尺度颗粒可以在形成乳液聚集(EA)调色剂颗粒中用作起始种子材料。纳米尺度颗粒可以在形成乳液聚集调色剂颗粒中与另一种无定形树脂乳液混合。可以使用另外的无定形树脂在由结晶核/无定形壳纳米颗粒乳液和无定形树脂乳液形成的聚集的核部分之上形成壳。在由纳米尺度颗粒制备的这种聚集颗粒之上形成壳可以作为阻挡纳米尺度颗粒核中的结晶树脂迁移至 EA 调色剂颗粒表面的另一阻挡层。这样允许在最终聚集颗粒中存在更大量的结晶树脂,同时避免上述带电问题。

[0036] 术语“纳米尺度”或“纳米颗粒”表示例如平均粒度为约 1nm 至约 250nm。例如,纳米尺度颗粒可以具有约 1nm 至约 150nm,约 5nm 至约 150nm,约 5nm 至约 100nm 或约 5nm 至约 75nm 的尺寸。平均粒度可以由适合测量纳米尺度颗粒的任何设备测量,这种设备是市售的和已知的。

[0037] 在此所述的核-壳纳米尺度颗粒的核部分可以构成核-壳纳米颗粒重量的约 20wt% 至约 90wt%,例如约 20wt% 至约 40wt%。在此所述的纳米尺度颗粒的核部分可以为核-壳纳米颗粒重量的约 10wt% 至约 80wt%,例如约 60wt% 至约 80wt%。在此所述的核-壳纳米颗粒可以构成调色剂的约 30 至约 100wt%,例如约 30 至约 70wt%。第二种无定形树脂纳米颗粒可以构成调色剂的约 0 至约 70wt%。

[0038] 纳米尺度颗粒的核部分可以完全由结晶树脂组成。可以用于形成纳米尺度颗粒核的合适聚合物的实例包括但不限于结晶树脂,例如结晶聚酯,例如聚酰胺,聚酰亚胺,聚酮,或聚烯烃树脂,或半结晶聚酯,例如聚酰胺,聚酰亚胺,聚烯烃或聚酮树脂。

[0039] 本公开内容的纳米尺度颗粒的核部分中的选择用于该方法的结晶聚酯基聚合物的说明性实例可以包括各种聚酯的任一种,例如聚(己二酸乙二酯)、聚(己二酸丙二酯)、聚(己二酸丁二酯)、聚(己二酸戊二酯)、聚(己二酸己二酯)、聚(己二酸辛二酯)、聚

(己二酸壬二酯)、聚(己二酸癸二酯)、聚(己二酸十一烷二酯)、聚(己二酸十二烷二酯),和类似的聚亚烷基戊二酸酯、琥珀酸酯、庚二酸酯、癸二酸酯、壬二酸酯、十二酸酯和富马酸酯,及其混合物等。

[0040] 选择用于在此公开的纳米尺度颗粒的核的结晶材料的其它实例可以包括蜡或聚烯烃,例如聚乙烯、聚丙烯、聚戊烯、聚癸烯、聚十二烯、聚十四烯、聚十六烯、聚十八烯和聚环癸烯,聚烯烃共聚物,聚烯烃混合物,双峰型分子量聚烯烃,官能化聚烯烃,酸性聚烯烃,羟基聚烯烃,支化聚烯烃,例如以 VISCOL 550P™ 和 VISCOL660P™ 购自 Sanyo Chemicals of Japan, Mitsui “Hi-wax” NP055 和 NP105 的那些,或蜡共混物,例如 MicroPowders, Micropro-440 和 440w。在实施方案中,结晶聚烯烃可以为马来酸化的烯烃,例如 CERAMER(Baker Hughes)。

[0041] 在缩聚催化剂存在下,结晶树脂可以衍生自选自例如有机二醇和二酸的单体。

[0042] 结晶树脂可以例如以调色剂的约 5 到约 50wt%,例如调色剂的约 5 到约 30wt% 的量存在。

[0043] 结晶树脂可以具有例如至少约 60℃(自始至终为摄氏度),或例如约 70℃至约 80℃的熔点,以及如由凝胶渗透色谱法(GPC)测定的例如约 1,000 至约 50,000,或约 2,000 至约 25,000 的数均分子量(Mn);和如由使用聚苯乙烯标准物的 GPC 测定的例如约 2,000 至约 100,000,或约 3,000 至约 80,000 的重均分子量(Mw)。结晶树脂的分子量分布(Mw/Mn)为例如约 2 至约 6,以及更具体地为约 2 至约 4。

[0044] 结晶树脂可以通过包括使有机二醇和有机二酸在缩聚催化剂存在下反应的缩聚方法制备。通常使用化学计量等摩尔比的有机二醇和有机二酸。但是,在其中有机二醇的沸点为约 180℃至约 230℃的一些情况下,可以使用过量的二醇并在缩聚方法过程中去除。额外的酸量可以用来得到高酸值树脂,例如可以使用过量的二酸单体或酸酐。使用的催化剂的量不同,并且可以选择为例如树脂的约 0.01 到约 1mol%。另外,代替有机二酸,也可以选择有机二酯,并且其中产生醇副产物。

[0045] 用于制备结晶或无定形聚酯的缩聚催化剂实例包括钛酸四烷基酯,氧化二烷基锡,例如氧化二丁锡,四烷基锡,例如二月桂酸二丁锡,氧化氢氧化二烷基锡(dialkyltin oxide hydroxide),例如氧化氢氧化丁锡(butyltin oxide hydroxide),醇铝,烷基锌,二烷基锌,氧化锌,氧化亚锡,或其混合物;并且选择催化剂的量为例如约 0.01mol%至约 5mol%,基于用来生成聚酯树脂的起始二酸或二酯。

[0046] 在没有壳遮盖核部分的官能团的情况下,当用于调色剂配制料时,形成的纳米尺度颗粒可能显示低电阻率并因此可能在潮湿环境中表现不佳。因此,在此所述的壳部分能够使纳米尺度颗粒具有合适的电阻率,由此形成适合用于 EA 调色剂形成方法的纳米尺度颗粒。

[0047] 在实施方案中,可以用作核-壳纳米颗粒壳的合适的无定形树脂可以包括线性无定形树脂或支化无定形树脂。

[0048] 无定形聚酯的说明性实例可以为例如聚(1,2-亚丙基-二亚乙基)对苯二甲酸酯、聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯、聚对苯二甲酸戊二酯、聚对苯二甲酸己二酯、聚对苯二甲酸庚二酯、聚对苯二甲酸辛二酯,和如上述类似的聚亚烷基聚酯,聚(丙氧基化双酚共-富马酸酯)、聚(乙氧基化双酚共-富马酸酯)、聚(丁

氧基化双酚共-富马酸酯)、聚(共-丙氧基化双酚共-乙氧基化双酚共-富马酸酯)、聚(富马酸 1,2-丙二酯)、聚(丙氧基化双酚共-马来酸酯)、聚(乙氧基化双酚共-马来酸酯)、聚(丁氧基化双酚共-马来酸酯)、聚(共-丙氧基化双酚共-乙氧基化双酚共-马来酸酯)、聚(马来酸 1,2-丙二酯)、聚(丙氧基化双酚共-衣康酸酯)、聚(乙氧基化双酚共-衣康酸酯)、聚(丁氧基化双酚共-衣康酸酯)、聚(共-丙氧基化双酚共-乙氧基化双酚共-衣康酸酯)、聚(衣康酸 1,2-丙二酯),其混合物等。无定形聚酯树脂也可以交联或支化,例如促进获得宽的熔凝幅度,或当需要黑色或无光泽印刷品时。

[0049] 购自许多来源的无定形线性或支化聚酯树脂通常通过缩聚有机二醇、二酸或二酯,和作为支化剂的多价多元酸或多元醇,以及缩聚催化剂来制备。

[0050] 产生支化无定形聚酯树脂的支化剂包括例如多价多元酸,例如 1,2,4-苯三甲酸、1,2,4-环己烷三甲酸、2,5,7-萘三甲酸、1,2,4-萘三甲酸、1,2,5-环己烷三甲酸、1,3-二羧基-2-甲基-2-亚甲基-羧基丙烷、四(亚甲基-羧基)甲烷和 1,2,7,8-辛烷四甲酸、其酸酐,及其低级烷基酯;多价多元醇,例如山梨糖醇、1,2,3,6-己四醇、1,4-脱水山梨糖醇、季戊四醇、二季戊四醇、三季戊四醇、蔗糖、1,2,4-丁三醇、1,2,5-戊三醇、丙三醇、2-甲基丙三醇、2-甲基-1,2,4-丁三醇、三羟甲基乙烷、三羟甲基丙烷、1,3,5-三羟甲基苯、其混合物等。选择的支化剂量为例如树脂的约 0.1 至约 5mol%。

[0051] 无定形树脂可以例如以调色剂的约 50 至约 90wt%,和例如约 65 至约 85wt%的量存在,该树脂可以为支化或线性无定形聚酯树脂,其中无定形树脂可以具有例如由凝胶渗透色谱法(GPC)测量的约 10,000 至约 500,000,和更具体地例如约 5,000 至约 250,000 的数均分子量(M_n),由 GPC 使用聚苯乙烯标准物测定的例如约 20,000 至约 600,000,和更具体地例如约 7,000 至约 300,000 的重均分子量(M_w);并且其中分子量分布(M_w/M_n)为例如约 1.5 至约 6,和更具体地为约 2 至约 4。

[0052] 在此可以使用的不是无定形聚酯树脂的无定形树脂的其它实例包括聚(苯乙烯-丁二烯)、聚(甲基苯乙烯-丁二烯)、聚(丙烯酸烷基酯或甲基丙烯酸烷基酯-丁二烯或异戊二烯)、聚(苯乙烯-丙烯酸丙酯)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯)、聚(苯乙烯-丁二烯-丙烯酸)、聚(苯乙烯-丁二烯-甲基丙烯酸)、聚(苯乙烯-丁二烯-丙烯腈-丙烯酸)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯酸)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-甲基丙烯酸)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯腈)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯腈-丙烯酸)、聚(苯乙烯-丁二烯-丙烯酸 β -羧基乙酯)、聚(苯乙烯-丁二烯-丙烯腈-丙烯酸 β -羧基乙酯)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯酸 β -羧基乙酯)、聚(苯乙烯-丙烯酸丁酯-丙烯腈-丙烯酸 β -羧基乙酯),其混合物等。这种无定形树脂可以具有例如约 20,000 至约 55,000,和更具体地约 25,000 至约 45,000 的重均分子量 M_w ,例如约 5,000 至约 18,000,和更具体地约 6,000 至约 15,000 的数均分子量 M_n 。

[0053] 如果需要,也可以使用两种或多种上述聚合物的混合物。

[0054] 结晶树脂可以为可以与无定形树脂的聚合物相同、相似或不同的聚合物。在一个实施方案中,结晶树脂和无定形树脂都为聚酯树脂。

[0055] 例如可以选择特定的无定形树脂以提供所需的聚合物颗粒性能、结构等。在实施方案中,可以选择任何合适的无定形树脂。理想地,无定形树脂不可与核部分的结晶树脂混溶。无定形树脂可以不可与核部分的结晶树脂混溶,使得无定形树脂不渗入核并且不在纳

米尺度颗粒的核部分的任何地方聚合。作为替代,无定形树脂可以位于核的表面,并且可以提供所需的纳米尺度颗粒的核-壳结构。纳米尺度颗粒可以具有无定形树脂的壳,其将结晶树脂的核部分从纳米尺度颗粒表面隔离。结果,无定形树脂的壳可以防止结晶树脂迁移或移动至纳米尺度颗粒的壳或壳表面。换言之,无定形树脂可以包封结晶树脂,以避免结晶组分扩散至纳米尺度颗粒壳的表面。

[0056] 此外,不可与核部分混溶的无定形树脂可以用来构造颗粒纳米尺度形态。在实施方案中,不可混溶的无定形树脂可以显示与最新形成的聚合物相分离。在实施方案中,核-壳位置将受到无定形树脂和结晶树脂的亲水性的影响。因此,结晶树脂可以不设置在壳内或纳米尺度颗粒的壳的表面处。

[0057] 在实施方案中,核-壳纳米颗粒包括基本不相容的结晶树脂和无定形树脂。核-壳纳米颗粒的结晶树脂和无定形树脂的适当组合的实例为核部分的结晶聚酯,其衍生自高碳原子二醇,例如约 9 个碳原子至约 12 个碳原子二醇,或约 10 个碳原子至约 12 个碳原子二酸。这种高碳原子二醇的具体实例包括聚(1,12-十二酸-1,9-壬二酯)、聚(1,12-十二酸-1,10-癸二酯)、聚(壬二酸(azaelate)-1,9-壬二酯)、聚(1,12-十二酸-1,10-癸二酯),并且核-壳纳米颗粒的壳部分的无定形树脂的适当实例可以衍生自烷氧基化双酚-A和富马酸,例如聚(丙氧基化双酚共-富马酸酯)、聚(共-丙氧基化双酚共-乙氧基化双酚富马酸酯)等。已知上述结晶树脂和无定形树脂彼此不相容或混溶。

[0058] 除了具有核-壳结构的纳米尺度颗粒之外,EA 调色剂颗粒的起始基料树脂可以包括另外的基料颗粒,例如包括另外的无定形树脂,并且理想地不含另外的结晶树脂,并且也可以具有纳米尺度范围内的平均粒度。另外的基料颗粒的无定形树脂可以包括纳米尺度无定形基聚合物颗粒,并且当升高至调色剂的熔凝温度,例如约 100℃至约 130℃时,可以与核-壳纳米颗粒相容或混溶,例如与无定形壳组分和结晶核组分都相容。另外的基料的上述无定形树脂可以为衍生自烷氧基化双酚-A,和二酸的混合物的更加疏水的树脂,其中二酸的至少一种组分是疏水性的,例如十二烷基琥珀酸或酸酐。在实施方案中,无定形树脂为共聚(丙氧基化-乙氧基化双酚-A-富马酸酯)共聚(丙氧基化-乙氧基化双酚共-十二烷基琥珀酸酯)等。这种第二无定形树脂纳米颗粒可以构成 EA 调色剂颗粒的起始基料树脂的约 0 至约 70wt%,例如 EA 调色剂颗粒的起始基料树脂的 10 至约 65wt%,或 EA 调色剂颗粒的起始基料树脂的约 20 至约 60wt%。

[0059] 另外的基料颗粒的无定形树脂可以与用于形成具有核-壳结构的纳米尺度颗粒的壳的无定形树脂相同、相似或不同。例如,另外的基料颗粒的无定形树脂的玻璃化转变温度(在此为“T_g”)、分子量和/或疏水性能可以与用于形成核-壳结构纳米尺度颗粒的壳的无定形树脂的 T_g、分子量和/或疏水性能相同、相似或不同。

[0060] 可以由任何适合的方法,例如团聚,或相转化乳化等制备具有核-壳结构的纳米尺度颗粒。制备核-壳结构的方法可以为多步法,包括形成核部分的步骤和随后在核部分之上形成壳部分,以用壳部分基本完全至完全包封核部分的步骤。这种技术在本领域中是已知的,例如微胶囊化或团聚。结果,制备纳米尺度颗粒的方法可以形成具有纳米尺寸范围的尺寸的纳米尺度颗粒。应理解纳米尺度颗粒的核-壳结构可以由任何适合的方法形成。另外,本公开内容不应被认为局限于形成核-壳结构纳米尺度颗粒的任何具体方法。

[0061] 例如,相转化方法是公知的,并且可以用于产生结晶纳米颗粒,包括将结晶树脂

溶于例如甲乙酮的有机溶剂和例如异丙醇的转化剂,随后添加例如氢氧化铵的碱,随后滴加水形成纳米颗粒在水中的悬浮液,以及随后通过蒸馏去除有机溶剂的步骤。所得结晶纳米颗粒可以用作基础核,并且由此可以经由团聚技术添加无定形壳,以包封结晶核形成核-壳纳米颗粒。团聚法是公知的,并且包括将无定形树脂(或包封材料)溶于例如丙酮的可与水混溶的有机溶剂的步骤。然后将溶解的树脂滴加至还可以含有表面活性剂的核结晶树脂纳米颗粒悬浮液的上述水悬浮液中。无定形树脂然后将沉积在核颗粒上产生核-壳纳米颗粒。

[0062] 此外,核-壳纳米颗粒可以经由相转化法直接得到,所述相转化法包括将结晶和无定形树脂都溶于例如甲乙酮的合适有机溶剂和例如异丙醇的转化剂中,随后添加例如氢氧化铵的碱,并且随后滴加水形成纳米颗粒在水中的悬浮液,并且随后通过蒸馏去除有机溶剂的步骤。该方法将只有在结晶和无定形树脂不相容(相分离)和两种树脂的极性显著不同,使得一种树脂相更加被油-水相中的油吸引,和另一种树脂更加被水吸引时才产生核-壳形态。

[0063] 上述方法可以例如用于以胶乳方法并以可以用于商业目的的规模制备纳米级核-壳聚合物颗粒。特别地,在实施方案中,该方法可用于制备平均粒度在纳米尺寸范围内的核-壳聚合物颗粒。具体地,核-壳纳米尺度颗粒可以具有约 1nm 至约 250nm,约 5nm 至约 150nm,约 5nm 至约 100nm 或约 5nm 至约 75nm 的平均粒度。

[0064] 纳米尺度颗粒发现可在制备 EA 颗粒,例如 EA 调色剂颗粒中用作起始颗粒。因此,在实施方案中,纳米尺度颗粒可以用于 EA 法以形成具有任选色料的 EA 调色剂颗粒。产生的纳米尺度颗粒可以结合进 EA 调色剂法中作为 EA 调色剂颗粒的起始基料材料。在这种实施方案中,色料可以任选在 EA 法期间添加并且可以在形成的 EA 调色剂颗粒的各处中存在。

[0065] 除了具有核-壳结构的纳米尺度颗粒之外,EA 调色剂颗粒的起始基料树脂可以包括另外的基料颗粒,例如包括另外的无定形树脂,并且理想地不含另外的结晶树脂,并且也可以具有纳米尺度范围内的平均粒度。另外的基料颗粒的无定形树脂可以包括纳米尺度无定形基聚合物颗粒。另外的基料颗粒的无定形树脂可以与核-壳纳米颗粒相容或混溶。在实施方案中,当升高至调色剂的熔凝温度,例如约 100°C 至约 130°C 时,无定形树脂可以与无定形壳组分和结晶核组分相容或混溶。核-壳纳米尺度颗粒和另外的基料颗粒可以在乳液中混合并用于形成制备 EA 调色剂颗粒的初级聚集体。

[0066] 如以上解释的,在此所述的核-壳纳米尺度颗粒的壳部分可以为核-壳纳米颗粒的约 10wt% 至约 80wt%,例如约 60wt% 至约 80wt%。在此所述的核-壳纳米颗粒可以构成调色剂的约 30 至约 100wt%,例如约 30 至约 70wt%。第二种无定形树脂纳米颗粒可以构成调色剂的约 0 至约 70wt%。

[0067] 色料分散体可以加入到 EA 法的基料材料的起始乳液中。如在此使用的,色料可以包括颜料、染料、染料混合物、颜料混合物、染料和颜料的混合物等。色料可以以如在此所述的颗粒或 EA 调色剂颗粒的约 2wt% 到约 18wt%,例如约 3wt% 到约 15wt%,或约 4wt% 到约 13wt% 的量存在。

[0068] 在实施方案中,除了色料之外,EA 调色剂颗粒可以包括其它组分,例如蜡、固化剂、电荷添加剂和表面添加剂。

[0069] 在一种 EA 调色剂制备中,当核-壳结构纳米尺度颗粒用作起始基料树脂时,纳米

尺度颗粒的乳液被转移进装有热探针和机械搅拌器的玻璃树脂釜中。另外的无定形基料纳米颗粒可以在搅拌的同时加入到纳米尺度颗粒的乳液中。色料也可以在搅拌的同时任选加入到纳米尺度颗粒的乳液中。另外,可以任选添加包括以下进一步讨论的蜡的蜡分散体,或另外的添加剂。使核-壳结构纳米尺度颗粒、无定形基料颗粒、任选的色料、任选的蜡分散体和/或任选的其它添加剂的乳液聚集形成尺寸为例如约 3 微米至约 15 微米,或约 3 微米至约 10 微米的核或初级聚集体。

[0070] 絮凝或聚集剂的任选的稀释溶液可以用来优化颗粒聚集时间,尽可能几乎不结垢和形成粗颗粒。絮凝或聚集剂的实例可以包括聚氯化铝 (PAC),氯化二烷基苯烷基铵,氯化月桂基三甲铵,氯化烷基苯甲基二甲铵,溴化烷基苯甲基二甲铵,苯扎氯铵,溴化十六烷基吡啶鎓,溴化 C_{12} 、 C_{15} 、 C_{17} 三甲铵、季铵化聚氧乙基烷基胺的卤化物盐、氯化十二烷基苯甲基三乙铵、MIRAPOL™ 和 ALKAQUAT™ (购自 Alkaril Chemical Company)、SANIZOL™ (苯扎氯铵) (购自 Kao Chemicals) 等及其混合物。

[0071] 任选,壳可以添加在初级聚集体上。可以通过向聚集的核混合物中添加至少含有壳的基料的另外的乳液,和继续进一步聚集,以在聚集的核上沉积壳基料,而实现这一点。EA 调色剂颗粒的壳基料至少包括无定形树脂。壳基料可以基本上不含至不含结晶树脂。壳颗粒的无定形树脂可以与另外的无定形树脂基料的无定形树脂和/或具有核-壳结构的纳米尺度颗粒壳的无定形树脂相同、相似或不同。壳颗粒的无定形树脂的玻璃化转变温度(在此为“ T_g ”)、分子量和/或疏水性能可以与另外的无定形树脂基料和/或核-壳结构纳米尺度颗粒的壳的 T_g 、分子量和/或疏水性能相同、相似或不同。

[0072] 纳米尺度颗粒的无定形树脂壳、EA 调色剂颗粒核的另外的无定形树脂基料和 EA 调色剂颗粒的无定形树脂壳可以组合以防止纳米尺度颗粒的核部分的结晶树脂迁移进入 EA 调色剂颗粒的壳或者迁移至 EA 调色剂颗粒的表面。结果,EA 调色剂颗粒可以具有基本上不含至完全不含结晶树脂的表面,因为纳米尺度颗粒的结晶树脂由纳米尺度颗粒的无定形树脂包封在其中。

[0073] 由纳米尺度颗粒形成的 EA 调色剂颗粒可以包含约 5 至约 50wt%,例如约 5 至约 35wt%或约 10 至约 30wt%的结晶树脂。由纳米尺度颗粒形成的调色剂颗粒的尺寸可以为约 3 μm 至约 15 μm ,例如约 5 μm 至约 7 μm 。

[0074] 由纳米尺度颗粒形成的 EA 调色剂颗粒的最小定影温度可以为约 90°C 至约 140°C,例如约 95°C 至约 130°C 或约 100°C 至约 120°C。由纳米尺度颗粒形成的 EA 调色剂颗粒的 RH 敏感性可以为约 0.5 至约 1.0。

[0075] 仍然在 EA 调色剂颗粒的混合物中的最终聚集颗粒可以搅拌并例如使用外部水浴,以约 0.25°C/min 至约 2°C/min. 速率加热至所需温度,例如约 40°C 至约 90°C,例如约 65°C 至约 85°C,以进行聚结,也即形成聚集颗粒,例如使颗粒更圆。

[0076] 反应的聚结温度可以高于用来形成 EA 调色剂颗粒的壳颗粒、EA 调色剂颗粒的基料颗粒和/或核-壳结构纳米尺度颗粒的壳的无定形树脂的 T_g 。此外,反应的聚结温度可以低于用来形成核-壳结构纳米尺度颗粒的核部分的结晶树脂的熔点温度。然后可以在例如约 29°C 到约 45°C,例如约 32°C 到约 45°C,或约 29°C 到约 41°C,用去离子水骤冷该混合物。浆料然后可以进行洗涤和干燥。

[0077] 一旦聚集的调色剂颗粒达到所需尺寸,就调节混合物的 pH 以便抑制进一步的调

色剂聚集。将调色剂颗粒进一步加热到例如约 70℃并降低 pH,以便使颗粒能够聚结并球形化。然后关闭加热器并允许反应器混合物冷却到室温,此时回收聚集的和聚结的调色剂颗粒并任选洗涤和干燥。

[0078] 表面基本上不含至不含结晶树脂,调色剂颗粒可以显示超低熔点性能,例如比没有核-壳结构纳米尺度颗粒的普通聚酯调色剂颗粒的 MFT 低超过约 20℃至超过约 60℃。通过在 EA 调色剂颗粒的表面处避免结晶树脂,EA 调色剂颗粒可以显示超低熔点性能,不显示由于 EA 调色剂颗粒表面处的结晶树脂的电阻率低的差的电荷保持性或差的 A- 区电荷。EA 调色剂颗粒可以显示约至少 1×10^{11} 欧姆-厘米或大于约 1×10^{11} 欧姆-厘米的电阻率。因此,EA 调色剂颗粒可以显示高电阻率。结果,通过将纳米尺度颗粒的核部分的结晶树脂与 EA 调色剂颗粒的无定形基料颗粒和无定形基壳隔离,EA 调色剂颗粒获得优异的低熔点性能,而没有差的电荷保持性或差的 A- 区电荷。

实施例

[0079] 实施例 I. 由相转化法制备包括聚(丙氧基化双酚共-富马酸酯)的无定形聚酯树脂纳米颗粒

[0080] 向装有油浴、蒸馏装置和机械搅拌器的 1 升容器中添加约 200 克无定形树脂,聚(丙氧基化双酚共-富马酸酯),其得自 Kao Corporation,显示约 56.7℃的玻璃化转变温度、约 16.8 的酸值和约 109℃的软化点。向树脂中添加约 125 克甲基乙基酮和约 15 克异丙醇。以约 350 转/分(rpm) 搅拌混合物,经约 30 分钟加热到约 45℃,并保持在约 45℃约另外的 3 小时,由此树脂溶解得到透明溶液。然后经约两分钟向该溶液中滴加约 10.2 克氢氧化铵,并且以约 350rpm 搅拌约另外的 10 分钟之后,利用泵以每分钟约 4.3 克的速率滴加约 600 克水。添加水之后,通过在约 84℃蒸馏去除有机溶剂,然后将混合物冷却至约室温(约 20℃至约 25℃),产生约 35%固体填充量的平均尺寸为约 180 纳米的无定形纳米颗粒水乳液。

[0081] 实施例 II. 制备包括约 80wt%的结晶树脂,聚(1,12-十二酸-1,9-壬二酯)作为核,和约 20wt%无定形树脂,其聚(丙氧基化-乙氧基化双酚-A-富马酸酯)共聚(丙氧基化-乙氧基化双酚共-十二烷基琥珀酸酯)作为壳的核-壳纳米颗粒

[0082] 向装有油浴、蒸馏装置和机械搅拌器的 1 升釜中添加约 100 克得自 Kao Corporation 和显示约 59℃的玻璃化转变温度、约 14 的酸值和约 112℃的软化点温度的共聚(丙氧基化-乙氧基化双酚-A-富马酸酯)共聚(丙氧基化-乙氧基化双酚共-十二烷基琥珀酸酯),和约 100 克聚(1,12-十二酸-1,9-壬二酯)。向树脂中添加约 140 克甲基乙基酮和约 15 克异丙醇。以约 350 转/分(rpm) 搅拌混合物,经约 30 分钟加热到约 55℃,并保持在约 55℃约另外的 3 小时,由此树脂溶解得到透明溶液。然后经约两分钟向该溶液中滴加约 9 克氢氧化铵,并且以约 350rpm 搅拌约另外的 10 分钟之后,利用泵以每分钟约 4.3 克的速率滴加约 600 克水。添加水之后,通过在约 84℃蒸馏去除有机溶剂,然后将混合物冷却至约室温(约 20℃至约 25℃),产生约 35%固体填充量的平均尺寸为约 220 纳米的核-壳纳米颗粒水乳液。

[0083] 实施例 III. 调色剂包括约 5wt%的颜料蓝 15:3,核包括约 50wt%的实施例 II 的核-壳纳米颗粒,和约 17wt%的实施例 I 的无定形纳米颗粒,和壳包括 28wt%的实施例 I

的无定形纳米颗粒

[0084] 2 升釜中添加约 137 克以上实施例 II 的核-壳乳液, 约 46.6 克实施例 I 的无定形乳液, 约 600 克水, 约 24.4 克青色颜料蓝 15:2 分散体 (17 固体%, 购自 Sun Chemicals), 和约 2.4 克 DOWFAX® 表面活性剂 (约 47.5% 水溶液), 并且以约 100rpm 搅拌该混合物。然后向该混合物中添加约 65 克的约 0.3N 硝酸溶液, 直到 pH 达到约 3.7, 随后以约 2,000rpm 均化, 和随后添加约 0.2ppH 的硫酸铝, 在添加硫酸铝结尾将均化器速率增加到约 4,200rpm, 使得混合物的 pH 为约 3.1。然后用顶部搅拌器以约 300rpm 搅拌该混合物并放置在加热外罩中。经约 30 分钟将温度升高到约 45°C, 期间颗粒增长至约 5.8 微米体积平均直径。然后向混合物中添加包括约 76.2 克实施例 I 的无定形乳液和约 0.56 克 DOWFAX® 表面活性剂 (约 47.5% 水溶液) 的混合物的调色剂壳组分, 并使用稀硝酸水溶液 (约 0.3N) 将该混合物调节到 pH 为约 3.1。然后搅拌该混合物约另外的一小时, 直到聚集体颗粒增长至约 5.8 微米。添加氢氧化钠水溶液 (约 4wt% 的 NaOH), 以冻结尺寸 (阻止进一步生长), 直到混合物的 pH 为约 6.8。添加过程中, 将搅拌器速率降低到约 150rpm, 然后经约 60 分钟将混合物加热到约 63°C, 之后通过滴加氢氧化钠水溶液 (约 4wt%), 将 pH 保持在约 6.6 至约 6.8。随后, 在约 69°C 的最终温度加热该混合物以聚结, 并将 pH 逐渐降低到约 6.3。

结果

摩擦电和相对湿度敏感性 (RH) 的测量

[0085] 通过在约 10 克载体上称量约 0.5 克调色剂, 在 60 毫升玻璃瓶中制备显影剂试样, 所述载体包括钢芯和聚甲基丙烯酸甲酯 (PMMA, 约 60wt%) 和聚偏二氟乙烯 (约 40wt%) 的聚合物混合物的涂层。如以上对于评价的每个调色剂制备一式两份显影剂试样。将该对的一个试样在约 28°C / 约 85% RH 的 A- 区环境中调理, 另一个试样在约 10°C / 约 15% RH 的 C- 区环境中调理。试样在各个环境中保持过夜, 约 18 到约 21 小时, 以充分平衡。在下一天, 使用 Turbula 混合器混合该显影剂试样约 1 小时, 之后使用电荷光谱仪测量调色剂颗粒上的电荷。以调色剂电荷分布的中点计算调色剂电荷。电荷以从母体颗粒和具有添加剂的颗粒的基准线偏移的毫米数计。以约 85% 湿度处的 A- 区电荷 (以毫米计) 比约 15% 湿度处的 C- 区电荷 (以毫米计) 计算相对湿度 (RH) 比。对于实施例 III 的调色剂, 可以发现 RH 敏感性为约 0.5 到约 0.95。

熔凝结果

[0086] 使用 Xerox Corporation DC12 彩色复印机 / 打印机产生未熔凝的测试图像。文件穿过熔凝器之前从 Xerox Corporation DC 12 去除图像。然后使用 Xerox Corporation i Gen3® 熔凝器熔凝这些未熔凝的试样。使用 Xerox Corporation i Gen3® 工艺条件 (每分钟约 100 印刷品) 经由熔凝器引导测试试样。实验期间改变熔凝辊温度, 以便可以作为熔凝辊温度的函数测定光泽和皱纹区域。使用 BYK Gardner 75 级光泽计测量印刷品光泽。通过其皱纹定影最小熔凝温度 (MFT) 测定调色剂与纸粘合的程度。折叠熔凝图像, 并使约 860 克重的调色剂辊压穿过该折叠, 之后展开页面并擦拭以从片材去除裂纹的调色剂。然后使用 Epson 平板扫描仪扫描该片材, 并通过图像分析软件, 例如 the National Instruments

IMAQ 测定已经从纸去除的调色剂的面积。对于实施例 III 的调色剂,可以发现最小定影温度为约 110℃至约 120℃,可以发现热污损温度约等于或大于约 210℃,并且熔凝幅度可以约等于或大于约 80℃。这种性能对于在此所述的 EA 调色剂是理想的。