

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 384 268**

51 Int. Cl.:  
**G03G 9/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **06767336 .8**  
96 Fecha de presentación: **26.06.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1898267**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **12.03.2008**

54 Título: **Procedimiento para la producción de revelador líquido**

30 Prioridad:  
**27.06.2005 JP 2005186880**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**03.07.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**03.07.2012**

73 Titular/es:  
**SAKATA INX CORPORATION**  
**23-37, EDOBORI 1-CHOME NISHI-KU**  
**OSAKA-SHI, OSAKA 550-0002, JP**

72 Inventor/es:  
**IWASE, Koji;**  
**MAEDA, Hirohito y**  
**YODO, Takaaki**

74 Agente/Representante:  
**de Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 384 268 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Procedimiento para la producción de revelador líquido.

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de reveladores líquidos para electrofotografía y grabación electrostática usada en una máquina de impresión, copiadora, impresora y facsímil.

Técnica anterior

10 Generalmente, se usan reveladores líquidos en una forma en que las partículas de resina coloreada que contienen un agente colorante tal como un pigmento estén dispersas en un medio eléctricamente aislante. Como procedimiento para la producción de dichos reveladores líquidos, hay diversos métodos tales como (1) método de polimerización donde los componentes monoméricos se polimerizan en un medio eléctricamente aislante con un agente colorante que está disperso en ellos para formar partículas de resina coloreada; (2) método de pulverización en húmedo donde después de amasar un agente colorante y la resina a una temperatura no menor que el punto de fusión de la resina, se lleva a cabo la pulverización en seco, y el polvo pulverizado se somete a pulverización en húmedo en presencia de un agente de dispersión en un medio eléctricamente aislante; y (3) método de precipitación (método de coacervación) donde a partir de una mezcla de un agente colorante, una resina, un disolvente que puede disolver la resina y un medio eléctricamente aislante que no puede disolver la resina, se elimina dicho disolvente para provocar que la resina precipite, por lo cual una partícula de resina coloreada se dispersa en el medio eléctricamente aislante.

15 Sin embargo, el método de polimerización (1) tiene un problema, que requiere una etapa para eliminar monómeros residuales después de la polimerización. Además, el método de pulverización en húmedo (2) tiene un problema, que como los agentes colorantes no están completamente contenidos en una resina, los agentes colorantes se agregan para dar como resultado un tamaño de partícula no uniforme de la partícula de resina coloreada, el revelador líquido resultante es insuficiente en estabilidad de dispersión y propiedades ópticas. Además, el método de precipitación (3) tiene un problema, que los agentes colorantes se agregan en la precipitación de resina, haciendo una partícula voluminosa, y el mismo problema como en el método de pulverización húmeda (2), que el revelador líquido resultante es insuficiente en estabilidad de dispersión y propiedades ópticas.

20 En vista de las situaciones, para resolver los problemas descritos anteriormente en el método de precipitación (3), se ha propuesto un método que después de disolver una resina en un disolvente capaz de disolver la resina, mezclado con un medio eléctricamente aislante en la coexistencia de un agente colorante y un agente de dispersión, además, el disolvente se elimina a partir de la mezcla, para dispersar por consiguiente, las partículas de resina coloreada en el medio eléctricamente aislante (véase la Publicación de Patente Japonesa No Examinada núm. 2003-241439).

25 En el curso de diversas tecnologías de impresión, sin embargo, para competir con otros métodos y obtener ventajas, en reveladores líquidos recientes, la alta concentración del revelador líquido en sí y la imagen de impresión de alta resolución han mejorado cada vez más los resultados más deseados. Por tanto, para satisfacer estos resultados necesarios, las partículas de resina coloreada deben ser diminutas y concentradas, aunque actualmente las técnicas son extremadamente difíciles para producir una partícula de resina coloreada diminuta y además dispersarla de forma estable a alta concentración, se ha deseado un procedimiento para la producción de un nuevo revelador líquido para realizarlas.

30 El documento JP-05273792 A describe un tóner húmedo que consiste en un único material de partículas de resina de olefina que tiene grupos carboxílicos o grupos ésteres o partículas de resina de olefina con adición de un agente colorante, y una gran parte de hidrocarburos alifáticos líquidos. El documento JP 2003 241439 A se refiere a un método de fabricación de un revelador líquido sometiendo una mezcla líquida que comprende al menos un pigmento, una resina, un disolvente que disuelve la resina y un disolvente aislante eléctrico que no tiene solubilidad con la resina a destilación para eliminar el disolvente que disuelve la resina. El documento JP 2002139871 A describe un revelador líquido que contiene al menos un disolvente orgánico aislante, un colorante, una resina termoplástica y un dispersante y, opcionalmente, un agente de control de carga eléctrica, una resina novolak modificada que tiene un anillo aromático y la estructura de un grupo epoxi de anillo abierto mediante un grupo carboxilo derivado a partir de un ácido hidroxicarboxílico y/o un copolímero injertado está(n) contenido(s) como el dispersante. El documento JP 2005091800 A se refiere a un revelador líquido electrofotográfico preparado por incorporación del 50% en peso de un agente colorante en partículas aglutinantes compuestas de un agente colorante y una resina aglutinante.

35 Descripción de la invención

40 Es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para la producción capaz de obtener un revelador líquido, en que un revelador líquido tal como un pigmento está completamente contenido en una partícula de resina por destilación de un disolvente, mientras retiene el estado donde el agente colorante está finamente disperso y la partícula de resina coloreada resultante es pequeña en tamaño de partícula, tiene una excelente estabilidad de dispersión y excelentes propiedades ópticas en la producción del revelador de líquido para electrofotografía y grabación electrostática por el método de coacervación.

Los actuales inventores han estudiado de forma diversa procedimientos para la producción de reveladores líquidos, como resultado, han encontrado el conocimiento y completado la presente invención como sigue; en un método de coacervación para la producción de partículas de resina coloreada, un revelador líquido que resuelve todos los problemas descritos anteriormente pueden obtenerse usando de forma concomitante dos clases específicas de agentes dispersantes como el agente de dispersión.

A saber, la presente invención proporciona el siguiente procedimiento para la producción de un revelador líquido y el revelador líquido obtenido por consiguiente.

[1] Un procedimiento para la producción de un revelador líquido, que incluye la preparación de una mezcla que contiene un pigmento, una resina que tiene una capacidad de fijación, un disolvente (A) que puede disolver la resina en él, un disolvente hidrocarbonado (B) que no puede disolver la resina en él y tiene un valor SP menor que el del disolvente (A), al menos un agente de dispersión (A) que es soluble tanto en el disolvente (A) como en el disolvente (B), y al menos un agente de dispersión (B) que es soluble en el disolvente (A) aunque insoluble o pobremente soluble en el disolvente (B), y destilando el disolvente (A) a partir de la mezcla para provocar que la resina disuelta en la mezcla precipite, por lo que una partícula de resina coloreada que incluye el pigmento en ella, se dispersa en el disolvente (B), en donde las solubilidades se definen debajo.

[2] El procedimiento para la producción de un revelador líquido descrito en [1], en donde el disolvente (A) tiene un valor SP de no menos que 8,5, y el disolvente (B) tiene un valor SP de menos que 8,5.

[3] El procedimiento para la producción de un revelador líquido descrito en [1] o [2], en donde el agente de dispersión (A) y el agente de dispersión (B) se usan de forma concomitante de manera que la relación de masa en el revelador líquido es agente de dispersión (A): agente de dispersión (B) = 99:1 a 1:99.

[4] El procedimiento para la producción de un revelador líquido descrito en cualquiera de [1] a través de [3], en donde se usa un disolvente de parafina de alto punto de ebullición como el disolvente (B).

Aquí, "que contiene" significa que una partícula de pigmento se cubre completamente con una resina, y ninguna partícula de pigmento se presenta en la superficie de la partícula de resina.

De forma adicional, un pigmento en la presente invención no contiene el pigmento con una estructura núcleo-cubierta de tipo híbrido que la superficie de un pigmento inorgánico se cubre con un pigmento orgánico o negro de carbono, descrito en la Solicitud de Patente núm. 2005-186113 fechada en el mismo día que la actual solicitud de patente.

Mejor modo para llevar a cabo la invención

El procedimiento para la producción de un revelador líquido de la presente invención, y el revelador líquido obtenido mediante el procedimiento se describirá en detalle debajo.

El procedimiento para la producción de un revelador líquido de la presente invención se caracteriza incluyendo la preparación de una mezcla que contiene un pigmento, una resina que tiene capacidad de fijación, un disolvente (A) que puede disolver la resina aquí, un disolvente hidrocarbonado (B) que no puede disolver la resina aquí y tiene un valor SP menor que el del disolvente (A), al menos un agente de dispersión (A) que es soluble tanto en el disolvente (A) como en el disolvente (B), y al menos un agente de dispersión (B) que es soluble en el disolvente (A) aunque insoluble o pobremente soluble en el disolvente (B), y destilando el disolvente (A) desde la mezcla para provocar que la resina se disuelva aquí para precipitar, por lo cual una partícula de resina coloreada que tiene el pigmento contenido aquí se dispersa en el disolvente (B).

En la presente invención, como el pigmento contenido en una partícula de resina coloreada, no está particularmente limitada, puede usarse cualquier pigmento general, por ejemplo, incluyendo pigmentos inorgánicos tales como negro de carbono tal como negro de acetileno, grafito, colcótár, amarillo de cromo y azul ultramarino; y pigmentos orgánicos tales como pigmentos azo, pigmentos azo condensados, pigmentos laca, pigmentos de ftalocianina, pigmentos de isoindolina, pigmentos de antraquinona y pigmentos de quinacridona. Respecto a diversas clases de tintes de pigmentos orgánicos, como pigmentos orgánicos de tipo magenta, se han enumerado pigmentos de quinacridona tal como rojo de quinacridona, pigmentos azo tales como rojo permanente, pigmentos azo condensados tal como rojo azo condensado, y pigmentos de perileno tal como rojo de perileno. Como pigmentos orgánicos tipo cianógeno, se enumeran pigmentos de ftalocianina tal como azul de ftalocianina libre de metal, azul de ftalocianina y azul cielo rápido. Como pigmentos orgánicos tipo amarillo, se enumeran pigmentos monoazo tal como amarillo hansa, pigmentos disazo tales como amarillo benceno y amarillo permanente, y pigmentos azo condensados tal como amarillo azo condensado. Como pigmentos tipo verde, se enumeran pigmentos de ftalocianina tal como verde de ftalocianina. Estos pigmentos se usan solos o en mezcla de al menos 2 clases de los mismos.

El contenido de pigmento en la presente invención no está particularmente limitado; es preferiblemente de 1 a 20% en masa en el revelador líquido final desde el punto de densidad de imagen.

Después, como la resina usada en la presente invención, es preferiblemente una resina termoplástica que tiene capacidad de fijación a adherentes tal como papel y película plástica, específicamente, se enumeran resinas de olefina tales como resina de poliolefina modificada en que se introduce un grupo carboxilo, copolímero de etileno-ácido (met)acrílico, copolímero de etileno-acetato de vinilo, copolímero de etileno saponificado parcialmente-acetato de vinilo, copolímero de etileno-(met)acrilato, resina de polietileno y resina de polipropileno; resina termoplástica de poliéster saturado, resinas de estireno tal como resina de copolímero de estireno-acrilo y resina de estireno-acrilopoliéster modificado, resina alquídica, resina de fenol, resina epoxi, resina de fenol modificada con rosina, resina de ácido maleico modificado con rosina, resina de ácido fumárico modificado con rosina, resinas de acrílo tales como resina de (met)acrilato, resina de cloruro de vinilo, resina de acetato de vinilo, resina de cloruro de vinilideno, resina de flúor, resina de poliamida, resina de poliactal. Estas resinas pueden usarse solas o en combinación de al menos 2 clases de las mismas.

Además, en la presente invención, la concentración de contenido sólido ocupado en un revelador líquido es preferiblemente de 10 a 50% en masa, más preferiblemente de 15 a 40% en masa. Cuando la concentración de contenido en sólido es menor que el intervalo descrito anteriormente, hay una tendencia a que una concentración de imagen no sea suficiente, mientras que cuando es mayor que el intervalo descrito anteriormente, hay una tendencia a que la viscosidad aumente demasiado.

Después, como disolvente usado en la presente invención, un disolvente (A) que puede disolver la resina y un disolvente hidrocarbonado (B) que no puede disolver la resina y tiene un valor SP menor que el del disolvente (A), se usan de forma concomitante. El disolvente (A) es preferiblemente compatible con el disolvente (B). En la presente invención, como un índice de que una resina es soluble en el disolvente (A) e insoluble en el disolvente (B), es posible usar la solubilidad de una resina en el disolvente (A) o el disolvente (B). En la presente invención, se define que una resina es soluble cuando la solubilidad de una resina en el disolvente (A) no es menor que 1,0 g/100 g (disolvente (A)) a 25°C, e insoluble cuando la solubilidad de una resina en el disolvente (B) es como mucho 1,0 g/100 g (disolvente (B)) a 25°C. Aquí, la solubilidad es un valor que después de filtrar una disolución disuelta hasta el límite de disolución, el grado de contenido sólido del filtrado se mide mediante un método de peso.

Como el disolvente (A), el valor SP es preferiblemente no menor que 8,5, se prefiere un disolvente de bajo punto de ebullición que se destila fácilmente de una mezcla mediante destilación, por ejemplo, pueden enumerarse éteres tales como tetrahidrofurano, cetonas tal como metil-etil-cetona y ciclohexanona, y ésteres tales como acetato de etilo, además, en el caso donde hay disuelto polvo de resina, también pueden usarse hidrocarburos aromáticos tales como tolueno y benceno. Estos disolventes (A) pueden usarse solos o en combinación de al menos 2 clases de los mismos.

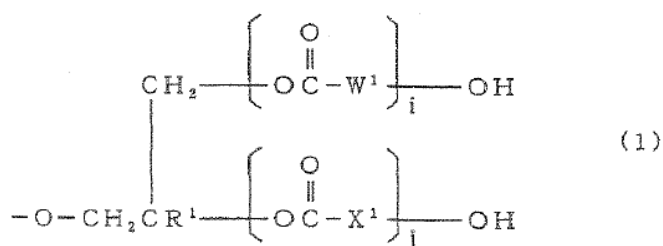
Por otro lado, respecto al disolvente (B), preferiblemente no disuelve la resina descrita anteriormente, tiene un aislamiento eléctrico, un valor SP menor que el del disolvente (A) (valor SP preferiblemente es menor que 8,5), y adicionalmente no se evapora preferiblemente en la destilación del disolvente (A), como disolvente que satisface dichas condiciones, se enumera un hidrocarburo sin volatilidad o baja volatilidad, y son más preferibles los hidrocarburos alifáticos e hidrocarburos alicíclicos. Además, pueden usarse también hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos halogenados mientras no disuelvan la resina descrita anteriormente y satisfagan el valor SP descrito anteriormente. Entre ellos, los particularmente preferibles desde los puntos de olor, inocuidad y coste son los disolventes de parafina con un alto punto de ebullición (el punto de ebullición no es menor que 150°C) tal como disolventes de parafina normal, disolventes de isoparafina, disolventes de cicloparafina o una mezcla de al menos 2 clases de las mismas. Como sus productos comerciales de disolventes de parafina con un alto punto de ebullición tal como disolventes de parafina normal, disolventes de isoparafina, disolventes de cicloparafina, o una mezcla de los mismos, se han enumerado, por ejemplo, Isopar G, Isopar H, Isopar L, Isopar M, Exxsol D130 y Exxsol D140 (todos ellos, fabricados por Exxon Chemical Corporation), Shellsol 71 (fabricado por Shell Sekiyu K.K.), Disolvente IP 1620, Disolvente IP 2080 y Disolvente IP 2835 (todos ellos fabricados por Idemitsu Kosan Co., Ltd.), Moresco White P-40, Moresco White P-55 y Moresco White P-80 (todos ellos fabricados por Matsumura oil Co., Ltd.), Parafina líquida núm. 40-S y Parafina líquida núm. 55-S (todos ellos fabricados por Chuokasei Co., Ltd.). Estos disolventes (B) pueden usarse solos o en combinación de al menos 2 clases de los mismos.

Después, como el agente de dispersión usado en la presente invención, un agente de dispersión (A) que es soluble tanto en el disolvente (A) como en el disolvente (B), y un agente de dispersión (B) que es soluble en el disolvente (A) aunque insoluble o pobremente insoluble en el disolvente (B), se usan de forma concomitante. En la presente invención, como un índice de que un agente de dispersión (A) es soluble en el disolvente (A) y el disolvente (B), y un agente de dispersión (B) es soluble en el disolvente (A) aunque insoluble o pobremente soluble en el disolvente (B), es posible usar la solubilidad del agente de dispersión (A) o el agente de dispersión (B) en el disolvente (A) o el disolvente (B). En la presente invención, se define que un agente de dispersión es soluble cuando la solubilidad del agente de dispersión (A) en el disolvente (A) y el disolvente (B) no es menor que 1,0 g/100 g (disolvente (A), disolvente (B)) a 25°C, y cuando la solubilidad del agente de dispersión (B) en el disolvente (A) no es menor que 1,0 g/100 g (disolvente (A)) a 25°C; y un agente de dispersión es insoluble o pobremente soluble cuando la solubilidad del agente de dispersión (B) es menos que 1,0 g/100 g (disolvente (B)) a 25°C. Aquí, la solubilidad es un valor que después de filtrar una disolución disuelta hasta el límite de disolución, el grado de contenido sólido del filtrado se mide mediante un método de peso.

Como dichos agentes de dispersión, pueden emplearse agentes de dispersión conocidos, y una combinación del agente de dispersión (A) y el agente de dispersión (B) no está limitada particularmente mientras satisfagan las condiciones respectivas. Sin embargo, puede haber una posibilidad para obtener un resultado diferente para el mismo agente de dispersión, dependiendo de los disolventes empleados, que puede corresponder a la condición del agente de dispersión (A), puede corresponder a la condición del agente de dispersión (B), o puede no corresponder ni a la condición del agente de dispersión (A) ni a la condición de agente de dispersión (B). Así, en el punto de decidir por el disolvente (A) y el disolvente (B), deberían clasificarse a través de un examen previo en uno que satisfaga la condición del agente de dispersión (A) y uno que satisfaga la condición del agente de dispersión (B), y es preferible seleccionar una combinación adecuada entre los respectivos compuestos clasificados de esta forma.

De forma incidental, como candidatos capaces de servir para el agente de dispersión (A) o para el agente de dispersión (B), de forma específica, se enumeran diversos tensioactivos tales como tensioactivos aniónicos, tensioactivos no aniónicos, tensioactivos catiónicos, tensioactivos anfóteros, tensioactivos de silicona y tensioactivos de flúor y derivados de los mismos; y resinas de dispersión de pigmento tipo polímero tales como resinas de poliuretano, resinas novolak modificadas con un anillo aromáticos y una estructura de anillo abierto de un grupo epoxi mediante un grupo carboxilo derivado de ácido hidroxicarboxílico (Publicación de Patente No Examinada Japonesa núm. Hei 9-302259 (1997)), un copolímero de acrílico con un anillo aromático y una estructura de anillo abierto de un grupo epoxi mediante un grupo carboxilo derivado de ácido hidroxicarboxílico (Publicación de Patente No Examinada Japonesa núm. Hei 9-302259 (1997)), poliésteres tales como poli(hidroxicarboxilato), agente de dispersión que tiene un grupo polar tal como un grupo básico en el extremo terminal, derivados de (poli)amina en que un grupo poliéster se introduce en un grupo amino y/o un grupo imino de un compuesto de (poli)amina, un compuesto de carbodiimida que tiene una cadena lateral de poliéster, una cadena lateral de poliéter o una cadena lateral de poliacrilo (Publicación Internacional WO núm. 03/07652 folleto), un compuesto de carbodiimida que tiene un grupo que contiene nitrógeno básico y que tiene además una cadena lateral de poliéster, una cadena lateral de poliéter o una cadena lateral de poliacrilo en la cadena lateral (Publicación Internacional WO núm. 04/000950 folleto), y un compuesto de carbodiimida que tiene una cadena lateral que contiene una parte adsorbente de pigmento (Publicación Internacional WO núm. 04/003085 folleto). Como agentes de dispersión comerciales, por ejemplo, BYK-160, 162, 164, 182 (todos ellos fabricados por BYK Chemie GmbH), EFKA-47, 4050 (todos ellos fabricados por EFKA Corporation), SOLSPERSE 13940, 17000, 18000, 24000, 28000 (todos ellos fabricados por Avecia Co., Ltd.) y AJISPER-PB-821 (fabricado por Ajinomoto Co., Inc.).

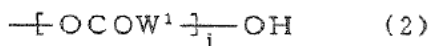
Como la resina novolak modificada descrita anteriormente con un anillo aromático y una estructura de anillo abierto de un grupo epoxi mediante un grupo carboxilo derivado de ácido hidroxicarboxílico, se enumera una resina novolak modificada con un anillo aromático derivado de la resina novolak, y al menos un grupo basado en la apertura anular de un grupo epoxi mediante un grupo carboxilo derivado de ácido hidroxicarboxílico en una molécula mostrada mediante una fórmula general (1):



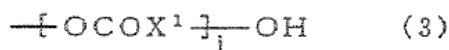
en donde un átomo de oxígeno en el extremo izquierdo se deriva de un átomo de oxígeno contenido en un grupo hidroxilo aromático de una resina novolak,  $W^1$  y  $X^1$  representan cada uno de forma independiente un grupo hidrocarburo divalente con números de carbono de 1-19,  $i$  y  $j$  representan cada uno de forma independiente un número entero de  $i = 1$  a 30 y  $j = 0$  a 30, y  $R^1$  represente un átomo de hidrógeno o un grupo metilo.

La resina novolak modificada descrita anteriormente tiene al menos un grupo mostrado por la fórmula general (1) en una molécula. El número de los grupos por la fórmula general (1) en una molécula es preferiblemente 1 a 20. Como es muy difícil controlar el peso molecular de una resina novolak con el número de grupos funcionales grande, la suma de grupos hidroxilo aromáticos de la resina novolak (suma de grupos hidroxilo aromáticos no sustituidos y sustituidos, lo mismo más tarde) es preferiblemente como mucho 20. La resina novolak modificada puede tener grupos distintos que el grupo mostrado por la fórmula general (1) en el grupo hidroxilo aromático (por ejemplo, un grupo con una estructura en que un grupo hidroxilo aromático se hace reaccionar con epíclorhidrina o  $\beta$ -metilepíclorhidrina, seguido por la reacción con un ácido carboxílico monovalente).

En la fórmula general (1), una fórmula general (2):

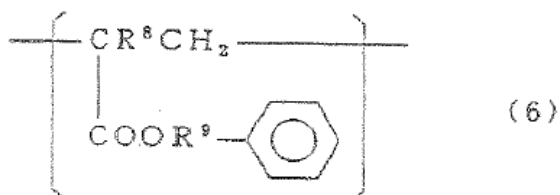
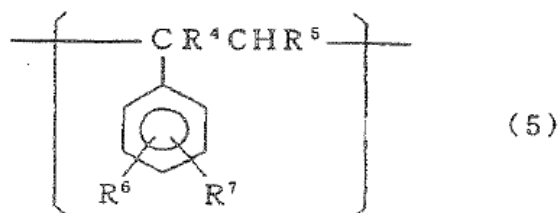
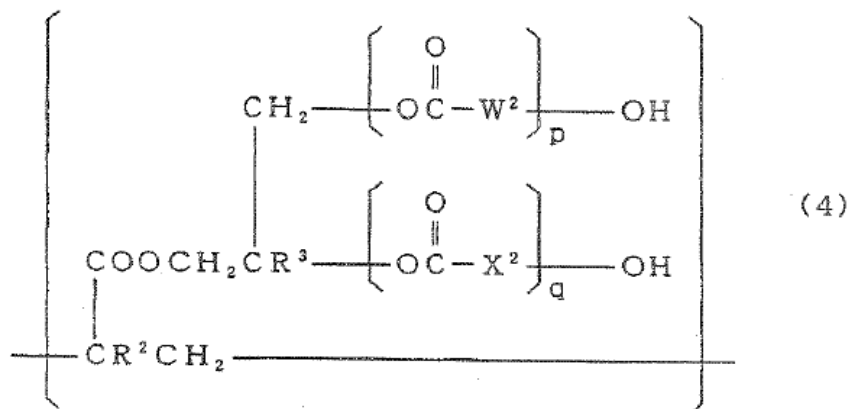


en donde  $W^1$  e  $i$  son iguales a como se describen anteriormente, y una fórmula general (3):



5 en donde  $X^1$  y  $j$  son iguales a como se describen anteriormente, estos grupos pueden derivarse de un ácido hidroxi-carboxílico con números de carbono en un intervalo de 2 a 20 que pueden tener un enlace insaturado y/o estructura ramificada (por ejemplo, ácido 12-hidroxiesteárico), o la mezcla de los mismos o el policondensado de los mismos.

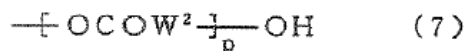
10 Como el copolímero de acrílo descrito anteriormente que tiene un anillo aromático y una estructura de anillo abierto de un grupo epoxi mediante un grupo carboxilo derivado de ácido hidroxicarboxílico, se enumera un copolímero que es un copolímero de acrílo que tiene un peso molecular promedio en peso de 3000 a 100000, en el copolímero, contiene la cantidad correspondiente a al menos 10% en moles de la unidad constituyente mostrada por una fórmula general (4), y la cantidad correspondiente a al menos 10% en moles de al menos un miembro seleccionado de las unidades constituyentes mostradas por una fórmula general (5) y una fórmula general (6).



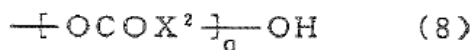
15 en donde  $W^2$  y  $X^2$  representa cada uno de forma independiente un grupo hidrocarburo divalente con números de carbono de 1-19,  $p$  y  $q$  representa cada uno de forma independiente un número entero de  $p = 1$  a 30, y  $q = 0$  a 30,  $R^2$ ,  $R^3$  y  $R^4$  representa cada uno de forma independiente un átomo de hidrógeno o un grupo metilo,  $R^5$  representa un átomo de hidrógeno o un átomo de halógeno,  $R^6$  y  $R^7$  representa cada uno de forma independiente un átomo de hidrógeno, un grupo hidrocarburo con números de carbono de 1-5, un grupo alcoxi con números de carbono de 1-5,

un grupo ariloxi con números de carbono de 6-10, o un átomo de halógeno, R<sup>8</sup> representa un átomo de hidrógeno o un grupo metilo, y R<sup>9</sup> representa un enlace directo o un grupo metileno.

En la fórmula general (4), una fórmula general (7):



5 en donde W<sup>2</sup> y p son iguales a como se describen anteriormente, una fórmula general (8):



en donde X<sup>2</sup> y q son iguales a como se describe anteriormente, estos grupos pueden derivarse de ácido hidroxicarboxílico con números de carbono en un intervalo de 2 a 20 que pueden tener un enlace insaturado y/o estructura ramificada (por ejemplo, ácido 12-hidroxiesteárico), o la mezcla de los mismos o el policondensado de los mismos.

10 En la presente invención, la relación de cantidad de uso preferible del agente de dispersión (A) y el agente de dispersión (B) tiende a diferir dependiendo de la realización de los respectivos agentes de dispersión en si mismos y además una combinación de un disolvente, generalmente, relación de masa de agente de dispersión (A): agente de dispersión = aproximadamente 99:1 a 1:99 es preferible, y 95:5 a 5:95 es más preferible. Cuando la relación de cantidad de uso del agente de dispersión (A) y el agente de dispersión (B) está fuera del intervalo descrito anteriormente, un efecto de uso concomitante tiende a no mostrarse suficientemente. Además, la cantidad de uso total del agente de dispersión (A) y el agente de dispersión (B) es preferiblemente 0,1 a 200% en masa en base al pigmento en el revelador líquido, más preferiblemente 10 a 100% en masa. Cuando la cantidad de uso total del agente de dispersión (A) y el agente de dispersión (B) es menor que el intervalo descrito anteriormente, una partícula de resina coloreada tiende a ser voluminosa, mientras que cuando es mayor que el intervalo descrito anteriormente, la viscosidad tiende a aumentar demasiado.

El revelador líquido obtenido mediante el procedimiento de la presente invención puede contener otros aditivos tales como agentes de control de carga según la necesidad además de los materiales mencionados anteriormente.

Los agentes de control de carga se clasifican de forma amplia en dos tipos de (1) y (2) que se explicarán posteriormente.

25 (1) Un tipo de cubierta de la superficie de una partícula de resina coloreada (partícula de tóner) con una sustancia capaz de ionización o adsorción de iones; el agente preferible de este tipo incluye grasa tal como aceite de linaza y aceite de soja, una resina alquídica, un polímero halogenado, un ácido policarboxílico aromático, un tinte acuoso que contiene un grupo ácido, y un condensado oxidado de una poliamina aromática.

30 (2) Un tipo de coexistencia con una sustancia capaz de dar y recibir iones con una partícula de resina coloreada (partícula de tóner) mediante disolución en un disolvente eléctricamente aislante; el agente preferible de este tipo incluye jabón metálico tal como naftenato de cobalto, naftenato de níquel, naftenato de hierro, naftenato de zinc, octilato de cobalto, octilato de níquel, octilato de zinc, dodecanoato de cobalto, dodecanoato de níquel, dodecanoato de zinc, 2-etilhexanoato de cobalto; sulfonatos metálicos tales como sulfonato de metal de petróleo y sal metálica de sulfosuccinato; fosfolípidos tales como lecitina; salicilatos metálicos tales como complejo metálico de ácido t-butilsalicílico; resina de polivinilpirrolidona, resina de poliamida, resina que contiene un grupo de ácido sulfónico y derivado de ácido hidroxibenzoico.

Después, se explica un procedimiento para la producción de un revelador líquido usando los materiales anteriores. Sin embargo, el procedimiento explicado debajo es un ejemplo de ejemplos preferibles de la presente invención, y la presente invención no se limita a él.

40 Primero, se explica la preparación de una mezcla en la presente invención. Por ejemplo, se mezclan un pigmento, un agente de dispersión (A), un agente de dispersión (B) y una parte del disolvente (A), y se obtiene un líquido disperso con pigmento usando máquinas de formación de polvo de tipo del medio tal como atoreiter, molino de bolas, molino de arena y molino de bolitas; o máquinas de formación de polvo libre de medio tal como mezclador de alta velocidad y homogeneizador de alta velocidad. Además, al líquido disperso con pigmento, se añaden una resina y el residuo del disolvente (A), después se añade el disolvente (B) a él mientras se agita mediante un agitador de cizalladura de alta velocidad, puede obtenerse por consiguiente una mezcla. Adicionalmente, en la preparación del líquido disperso con pigmento descrito anteriormente, puede dispersarse un pigmento después de añadirse una resina antes. En el líquido disperso con pigmento, una resina, el agente de dispersión (A) y el agente de dispersión (B) están en un estado disuelto en una mezcla del disolvente (A) y el disolvente (B).

50 Después, mientras se agita la mezcla descrita anteriormente mediante un agitador de cizalladura de alta velocidad, la destilación del disolvente (A) puede dar un revelador líquido de la presente invención. Además, cuando la concen-

tración de contenido sólido en el revelador líquido resultante es alto, el disolvente (B) puede añadirse hasta una concentración de contenido sólido necesario. Además, según la necesidad, pueden añadirse otros aditivos tales como agente de control de carga. Adicionalmente, un revelador líquido de la presente invención puede obtenerse destilando el disolvente (A) y añadiendo el disolvente (B) de forma simultánea.

- 5 Como el agitador de cizalladura de alta velocidad, puede adoptarse un homogeneizador, o mezclador de homogeneización aplicando agitación y fuerza de cizalladura. Hay diversos tipos de los mismos en capacidad, número de rotación y modelo, puede usarse equipo adecuado según la forma de producción. Adicionalmente, en el caso de usar un homogeneizador, el número de rotación es preferiblemente no menor que 500 rpm.

- 10 Mediante el procedimiento de producción descrito anteriormente, puede obtenerse un revelador líquido en que una partícula de resina que contiene un pigmento disperso en un disolvente eléctricamente aislante es pequeño en tamaño de partícula, y la estabilidad de dispersión es excelente y las propiedades ópticas son también excelentes. El revelador líquido así obtenido puede usarse en el campo tal como máquina de impresión, copiadora, impresora y facsímil, y como la viscosidad puede mantenerse lo suficientemente baja como para ser adecuada para imprimir incluso en la alta concentración de contenido sólido de partícula de resina coloreada, tiene capacidad de impresión de alta velocidad y propiedad de secado rápido, y además tiene una característica capaz de realizar una imagen de alta resolución.

A partir del punto de obtención de una imagen altamente precisa, la partícula de resina coloreada en el revelador líquido de la presente invención tiene preferiblemente un tamaño medio de partícula de 0,1 a 5,0  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente 0,1 a 3,0  $\mu\text{m}$ .

## 20 Ejemplos

El revelador líquido de la presente invención se describirá adicionalmente en detalle con referencia a los Ejemplos posteriores, sin embargo la presente invención no se limitan a ellos.

Adicionalmente, en las siguientes descripciones, "parte" y "%" significan "parte en masa" y "% en masa", respectivamente.

- 25 Se explican el pigmento, agente de dispersión y resina termoplástica fijable usada en los siguientes Ejemplos y Ejemplos comparativos.

<Pigmento>

127EPS (azul de ftalocianina; fabricado por Dainichiseika Color & Chemicals Mfg. Co., Ltd.)

<Agente de dispersión 1>

- 30 En un reactor se cargó una mezcla de 30 partes de una resina novolak modificada con epoxi (fabricada por Japan Epoxy Resins Co., Ltd; Epicoat 154), 75 partes de poliéster con un valor ácido de 30 y peso molecular promedio en peso de 4500 obtenido por policondensación de ácido 12-hidroxiesteárico, 35 partes de ácido esteárico y 0,2 partes de bromuro de tetraetilamonio. Después, la mezcla se calentó y se agitó a 130-150°C bajo corriente de nitrógeno durante 3 horas, después el catalizador se eliminó por filtración al vacío para dar una resina novolak modificada con un peso molecular promedio en peso de 8000.

La solubilidad del agente de dispersión 1 en tetrahidrofurano fue no menor que 1,0 g/100 g. La solubilidad del agente de dispersión 1 en Moresco White P-80 (parafina líquida) fue no menor que 1,0 g/100 g.

<Agente de dispersión 2>

- 40 Se usó un producto comercial AJISPER PB821 (fabricado por Ajinomoto Co., Inc.; valor de amina de 8 a 10). AJISPER PB821 corresponde a un derivado de (poli)amina en que un grupo poliéster se introduce en un grupo amino y/o un grupo imino de un compuesto de (poli)amina.

La solubilidad del agente de dispersión 2 en tetrahidrofurano fue no menor que 1,0 g/100 g. La solubilidad del agente de dispersión 2 en Moresco White P-80 (parafina líquida) fue menor que 0,01 g/100 g (límite de medida).

<Agente de dispersión 3>

- 45 Se usó un producto comercial SOLSPERSE 13940 (fabricado por Avecia Co., Ltd.; valor de amina de 80 a 90). SOLSPERSE 13940 corresponde a un derivado de (poli)amina en que un grupo poliéster se introduce en un grupo amino y/o un grupo imino de un compuesto de (poli)amina.

La solubilidad del agente de dispersión 3 en tetrahidrofurano fue no menor que 1,0 g/100 g. La solubilidad del agente de dispersión 3 en Moresco White P-80 (parafina líquida) fue no menor que 1,0 g/100 g.



## &lt;Resina termoplástica&gt;

Se usó resina epoxi (AER6064, fabricada por Asahi Kasei Corporation).

La solubilidad de la resina epoxi en tetrahidrofurano fue no menor que 1,0 g/100 g. La solubilidad de la resina epoxi en Moresco White P-80 (parafina líquida) fue menor que 0,01 g/100 g (límite de medida).

## Ejemplo 1

5 Se mezclaron 10 partes de 127EPS, 1 parte del agente de dispersión 1 descrito anteriormente como el agente de dispersión (A), 1 parte del agente de dispersión 2 descrito anteriormente como el agente de dispersión (B), 88 partes de tetrahidrofurano (valor SP de 9,1, denominado en adelante como "THF"), se amasaron durante 15 minutos mediante un agitador de pintura usando bolitas de acero de 5 mm de diámetro, después, se amasaron adicionalmente durante 2 horas usando un molino Eiger (M-250) lleno con bolitas de zirconio de 0,5 mm de diámetro. A 50 partes de este material amasado, se añadieron 14 partes de la resina termoplástica, y después una mezcla se diluyó con 36 partes de THF. Agitando mientras se diluía el material diluido con 80 partes de Moresco White P-80 (fabricado por Matsumura oil Co., Ltd.; valor SP de como mucho 8,5), se obtuvo una mezcla. Después, usando un aparato en que un aparato de destilación de disolvente (conectado a un aparato de vacío) se conecta a un homogeneizador constituido por un tanque de agitación tipo sellado hermético, la mezcla se trató al vacío mediante el aparato al vacío para así aumentar una mezcla a 50°C mientras se agita la mezcla a alta velocidad (número de rotación 5000 rpm) mediante el homogeneizador, el THF se destiló completamente del tanque de agitación tipo sellado hermético, para dar así un revelador líquido (concentración de contenido sólido del 20%) del Ejemplo 1.

## Ejemplo 2

20 Se mezclaron 10 partes de 127EPS, 1 parte del agente de dispersión 3 descrito anteriormente como el agente de dispersión (A), 1 parte del agente de dispersión 2 descrito anteriormente como el agente de dispersión (B), 88 partes de THF, se amasaron durante 15 minutos mediante un agitador de pintura usando bolitas de acero de 5 mm de diámetro, después, se amasaron adicionalmente durante 2 horas usando un molino Eiger (M-250) lleno con bolitas de zirconio de 0,5 mm de diámetro. A 50 partes de este material amasado, se añadieron 13 partes de la resina termoplástica, y después una mezcla se diluyó con 37 partes de THF. Agitando mientras se diluye el material diluido con 80 partes de Moresco White P-80, se obtuvo una mezcla. Después, usando un aparato en que se conecta un aparato de destilación de disolvente (conectado a un aparato de vacío) a un homogeneizador constituido por un tanque de agitación tipo sellado hermético, la mezcla se trató al vacío mediante el aparato de vacío para así aumentar una mezcla de 50°C mientras se agita la mezcla a alta velocidad (número de rotación 5000 rpm) mediante el homogeneizador, el THF se destiló completamente del tanque de agitación de tipo sellado hermético, dando así un revelador líquido (concentración de contenido sólido del 20%) del Ejemplo 2.

## Ejemplo 3

35 Se mezclaron 20 partes de 127EPS, 1 parte del agente de dispersión 1 descrito anteriormente como el agente de dispersión (A), 1 parte del agente de dispersión 2 descrito anteriormente como el agente de dispersión (B), 78 partes de THF, se amasaron durante 15 minutos por un agitador de pintura usando gotitas de acero de 5 mm de diámetro, entonces, se amasó adicionalmente durante 2 horas usando un molino Eiger (M-250) relleno con gotitas de zirconio de 0,5 mm de diámetro. A 50 partes de este material amasado, se añadieron 19 partes de la resina termoplástica, y después se diluyó una mezcla con 31 partes de THF. Agitando mientras se diluye el material diluido con 70 partes de Moresco White P-80, se obtuvo una mezcla. Después, usando un aparato en que se conecta un aparato que destila disolvente (conectado a un aparato de vacío) a un homogeneizador constituido por un tanque de agitación tipo sellado hermético, la mezcla se trató al vacío mediante el aparato de vacío para así aumentar una mezcla a 50°C mientras se agita la mezcla a alta velocidad (numero de rotación 5000 rpm) mediante el homogeneizador, el THF se destiló completamente desde el tanque de agitación tipo sellado hermético, dando así un revelador líquido (concentración de contenido sólido del 30%) del Ejemplo 3.

## Ejemplo comparativo 1

45 Se mezclaron 10 partes de 127EPS, 1 parte del agente de dispersión 2 descrito anteriormente como el agente de dispersión (B), y 89 partes de THF, se amasaron durante 15 minutos mediante un agitador de pintura usando bolitas de acero de 5 mm de diámetro, entonces, se amasó adicionalmente durante 2 horas mediante un molino de ultra vértice usando bolitas de zirconio de 0,05 mm de diámetro. A 50 partes de este material amasado, se añadieron 14,5 partes de la resina termoplástica, y después se diluyó una mezcla con 35,5 partes de THF. Agitando mientras se diluye el material diluido con 80 partes de Moresco White P-80, se obtuvo una mezcla. Después, usando un aparato en que se conecta un aparato de destilación de disolvente (conectado a un aparato de vacío) a un homogeneizador constituido por un tanque de agitación de tipo sellado hermético, la mezcla se trató al vacío mediante el aparato de vacío para así aumentar una mezcla a 50°C mientras se agita la mezcla a alta velocidad (número de rotación 5000 rpm) por el homogeneizador, el THF se destiló completamente del tanque de agitación de tipo sellado hermético. Sin embargo, como se generó agregado, no fue capaz de obtenerse un revelador líquido, y la evaluación de la realización no se llevó a cabo más.

## Ejemplo comparativo 2

Se trató de obtener un revelador líquido de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto en que el agente de dispersión (A) y el agente de dispersión (B) no se usaron en el Ejemplo 1, aunque, como se generó agregado, no fue capaz de obtenerse un revelador líquido, y la evaluación de realización no se llevó a cabo más.

5

## &lt;Método de evaluación&gt;

Cada uno de los reveladores líquidos se evaluó mediante los siguientes métodos. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Viscosidad)

10 La viscosidad a 25°C se midió como una viscosidad después de 60 segundos por un viscosímetro tipo E (50 rpm).

(Tamaño medio de partícula por volumen D50 de partícula de resina coloreada)

Se midió usando un analizador de tamaño de partícula, Microtrack UPA (fabricado por Honeywell International Inc.).

(Condición de partícula de resina coloreada)

15 Usando un microscopio óptico BH-2 (fabricado por Olympus Corporation), se confirmó el contenido completo de una partícula de resina coloreada.

TABLA 1

	Agente de dispersión usado	Viscosidad (mPa.s)	Tamaño medio de partícula (µm)	Condición de partícula de resina coloreada
Ej. 1	(A) Agente de dispersión 1	40	1,5	Completamente contenido
	(B) Agente de dispersión 2			
Ej. 2	(A) Agente de dispersión 3	40	1,5	Completamente contenido
	(B) Agente de dispersión 2			
Ej. 3	(A) Agente de dispersión 1	100	1,5	Completamente contenido
	(B) Agente de dispersión 2			
Ej. Com. 1	(A) Ninguno	(nota)	(nota)	(nota)
	(B) Agente de dispersión 2			
Ej. Com. 2	(A) Ninguno	(nota)	(nota)	(nota)
	(B) Ninguno			

(Nota): la evaluación no fue capaz de hacerse porque no se obtuvo revelador líquido.

## Aplicabilidad industrial

20 Según la presente invención, es posible contener un pigmento en una partícula de resina coloreada completamente mientras se retiene el pigmento en un estado finamente disperso, además, dispersar la partícula de resina coloreada en un medio eléctricamente aislante con precisión y de forma más estable. A saber, es posible obtener un revelador líquido en que una partícula de resina coloreada que contiene un agente colorante tal como pigmento disperso en un medio eléctricamente aislante sea pequeño en tamaño de partícula, tenga una excelente estabilidad de dispersión y excelentes propiedades ópticas.

25 El revelador líquido obtenido mediante el procedimiento para la producción de la presente invención mantiene la viscosidad lo suficientemente baja como para ser adecuada para la impresión incluso en un alto contenido sólido, además, tiene una característica capaz de obtener una imagen de alta resolución, una capacidad de impresión a alta velocidad y propiedad de secado rápido en una electrofotografía o campo de grabación electrostático, además, muestra un efecto que obtiene una imagen altamente precisa.

30

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un procedimiento para la producción de un revelador líquido, que comprende destilar el disolvente (A) de una mezcla que contiene un pigmento, una resina que tiene capacidad de fijación, un disolvente (A) que puede disolver dicha resina, un disolvente hidrocarbonado (B) que no puede disolver dicha resina y tiene un valor SP menor que el del disolvente (A), al menos un agente de dispersión (A) que es soluble tanto en el disolvente (A) como en el disolvente (B), y al menos un agente de dispersión (B) que es soluble en el disolvente (A) aunque insoluble o pobremente soluble en el disolvente (B), por lo que se provoca que dicha resina disuelta en él precipite, de manera que una partícula de resina coloreada que incluye el pigmento en ella se disperse en el disolvente (B), en donde la resina tiene una solubilidad en dicho disolvente (A) de no menos que 1,0 g/100 g de disolvente (B) a 25°C y en donde el agente de dispersión (A) tiene una solubilidad en el disolvente (A) y el disolvente (B) de no menos que 1,0 g/100 g de disolvente (A), (B) a 25°C y el agente de dispersión (B) tiene una solubilidad en el disolvente (A) de no menos que 1,0 g/100 g de disolvente (A) a 25°C y una solubilidad en el disolvente (B) de menos que 1,0 g/100 g de disolvente (B) a 25°C, en donde el pigmento no contiene un pigmento con una estructura núcleo-cubierta tipo híbrido en que la superficie de un pigmento inorgánico está cubierta con un pigmento orgánico o negro de carbono.
- 10 2. El procedimiento para la producción de un revelador líquido según la reivindicación 1, en donde dicho disolvente (A) tiene un valor SP de no menos que 8,5, y dicho disolvente (B) tiene un valor SP de menos que 8,5.
- 15 3. El procedimiento para la producción de un revelador líquido según la reivindicación 1 o 2, en donde dicho agente de dispersión (A) y dicho agente de dispersión (B) se usan de forma concomitante de manera que la relación de masas en el revelador líquido es agente de dispersión (A): agente de dispersión (B) = 99:1 a 1:99.
- 20 4. El procedimiento para la producción de un revelador líquido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde se usa un disolvente de parafina de alto punto de ebullición como dicho disolvente (B).